

Исследование структуры и свойств

Физические методы исследования и контроля

УДК 539.26:519.21

ВОССТАНОВЛЕНИЕ ФУНКЦИИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРИЕНТАЦИЙ МАГНИЕВОГО СПЛАВА МА2-1пч, ПОДВЕРГНУТОГО РАВНОКАНАЛЬНОМУ УГЛОВОМУ ПРЕССОВАНИЮ

© Т. М. Иванова¹, В. Н. Серебряный²

Статья поступила 28 ноября 2014 г.

Рассмотрен вопрос восстановления функции распределения ориентаций (ФРО) магниевого образца путем аппроксимации круговыми нормальными распределениями. Исходными данными являются неполные ненормированные рентгеновские полюсные фигуры (ПФ). Выбор методики обусловлен возможностью ее использования для материалов с низкой симметрией образца, единственностью решения в выбранном классе функций и устойчивостью к ошибкам измерений полюсных фигур.

Ключевые слова: восстановление функции распределения ориентаций по полюсным фигурам; равноканальное угловое прессование; существование и единственность решения.

Функция распределения ориентаций (ФРО) наиболее полно описывает текстуру поликристаллического материала. Несмотря на развитие методов электронной микроскопии существенную роль играет практика восстановления ФРО по измеренным нейтронным или рентгеновским способом полюсным фигурам (ПФ). Известно, что задача восстановления ФРО по экспериментальным ПФ является некорректно поставленной. Основными источниками некорректности являются неединственность решения и его неустойчивость к погрешностям экспериментальных данных [1–3]. Существует множество методов решения данной задачи [3, 4]. Возможность и целесообразность применения того или иного метода определяется характером экспериментальных данных, типом симметрии образца, особенностями текстуры и другими факторами.

Цель настоящей работы — применение метода аппроксимации ФРО круговыми нормальными распределениями для изучения текстурообразования в процессе равноканального углового прессования магниевого сплава МА2-1пч.

Образец прессованного прутка сплава магния МА2-1пч (состав, % масс.: 4,4 Mg, Al, 0,9 Zn, 0,4 Mn)

был подвергнут равноканальному угловому прессованию (РКУП) в два этапа [5]. Первый этап включал РКУП с углом пересечения каналов 90° , скоростью прессования 0,4 мм/с и состоял в двукратном проходе по маршруту С при температуре 245°C . После РКУП образец подвергали отжигу до 375°C в течение 1 ч. На втором этапе проводили разномаршрутное РКУП с постепенным понижением температуры прессования по проходам. Прессование осуществляли с углом пересечения каналов 120° , скоростью 0,25 мм/с, состояло оно из 12 проходов: по маршрутам А, С, С, Вс при температуре 220°C , затем А, С, С, Вс при 180°C , далее С и Вс при 160°C и, наконец, С и Вс при 150°C . Для исследования текстуры после РКУП из материала был вырезан образец RY1 параллельно плоскости, которая параллельна направлению прессования. Исследуемый материал имел гексагональную симметрию кристаллической решетки, а процесс изготовления определял триклинную симметрию образца. Для данного образца шесть неполных полюсных фигур $\{0004\}$, $\{11\bar{2}0\}$, $\{10\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}3\}$ были измерены методом «на отражение» с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-7 в $\text{CoK}\alpha$ -излучении. Были использованы диапазоны углов наклона α ($0 - 70^\circ$) и поворотов β ($0 - 360^\circ$) с шагом по α и β 5° .

¹ Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, Россия.

² ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук, Москва, Россия; e-mail: VladimirSerebryany@vns@imet.ac.ru

Для восстановления функции распределения ориентаций был выбран метод аппроксимации ФРО круговыми нормальными распределениями [6]. Причины такого выбора следующие. Одним из наиболее распространенных методов восстановления ФРО является метод Роу – Бунге [7]. Этот метод связан с разложением ФРО в усеченный ряд Фурье, коэффициенты которого подлежат определению. Вследствие низкой симметрии образца в сочетании с гексагональной симметрией его решетки количество неизвестных коэффициентов этого ряда столь велико, что объема имеющихся экспериментальных данных не хватает для их нахождения [8]. Кроме того, наличие огромного количества неизвестных в данном методе восстановления ФРО вызывает неустойчивость решения: небольшое изменение экспериментальных данных сильно влияет на коэффициенты ряда. По той же причине неустойчивости оказалось невозможным для данного образца применение метода аппроксимации сеткой (большим количеством) стандартных распределений [9]. Хотя существует возможность регуляризации данных методов [3, 4], однако проблема нехватки данных в методе Роу – Бунге остается. Следует также упомянуть о неединственности [1] решения задачи восстановления ФРО в рамках классического метода Роу – Бунге (невозможности восстановления нечетной части), которое приходится преодолевать теми или иными способами [3, 4].

Чем в данном случае привлекателен метод аппроксимации круговыми нормальными распределениями? Этот метод оперирует относительно небольшим количеством параметров, может применяться при любой симметрии образца и материала, восстанавливает полную ФРО. Кроме того, он допускает простую физическую интерпретацию: текстура есть суперпозиция текстурных компонент, каждая из которых полностью определяется своим весом или массовой долей, положением в ориентационном пространстве и параметрами рассеянности. Таким образом, особенности текстуры контролируются не огромным количеством коэффициентов, а указанными параметрами текстурных компонент. Такая модель ФРО порождает соответствующие полюсные фигуры. Если на полюсных фигурах максимумы разделены, то решение задачи восстановления ФРО по набору ПФ существует и единственно. При наложении максимумов приходится определять класс корректности решения задачи, а именно существование и единственность решения достигается в классе функций, являющихся суперпозицией фиксированного количества круговых нормальных распределений с фиксированными положениями максимумов в ориентационном пространстве. Круговые нормальные распределения выбраны, поскольку они статистически обоснованы, относительно просты в вычислении и позволяют получить Фурье-коэффициенты ФРО в явном виде. Полученный набор параметров модели и явный вид Фурье-коэффициен-

тов, определяющихся этими параметрами, делают метод привлекательным для исследователей. Появляется возможность оперировать данными для изучения анизотропии свойств исследуемого материала.

Метод аппроксимации ФРО. Согласно выбранной модели [4, 6] функция распределения ориентаций является суперпозицией круговых нормальных распределений (КНР). Пусть она состоит из K_p пиковых и K_a аксиальных компонент. Каждая пиковая компонента описывается КНР с максимумом в точке g_0 ориентационного пространства и параметром рассеяния ε :

$$f^p(g, g_0, \varepsilon^2) = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon^2] \frac{\sin[(2l+1)w(g_0, g)/2]}{\sin[w(g_0, g)/2]}, \quad (1)$$

где

$$w_k(g_0, g) = \arccos 0.5[Tr(g_0^{-1}g) - 1] \quad (2)$$

ориентационное расстояние; полная ширина распределения на половине высоты максимума (FWHM, [8]) определяется как $b \approx 2\varepsilon\sqrt{\ln 2}$. Аксиальная компонента КНР представляется рядом по полиномам Лежандра

$$f^a(g, g_0, \varepsilon^2, \mathbf{n}) = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon^2] P_l(g\mathbf{n}g_0\mathbf{n}), \quad (3)$$

где $\mathbf{n}$ задает ось компоненты, а g_0 — положение на окружности максимума распределения в ориентационном пространстве. Параметр ε имеет тот же смысл. ФРО симметризуется в соответствии с симметрией кристаллической решетки и образца. Таким образом, модельная ФРО имеет вид

$$f^{model}(g) = I_0 + Sym \left[\sum_{k=1}^{K_p} I_k f_k^p(g, g_{0k}, \varepsilon_k^2) \right] + Sym \left[\sum_{k=K_p+1}^{K_p+K_a} I_k f_k^a(g, g_{0k}, \varepsilon_k^2, \mathbf{n}_k) \right], \quad (4)$$

где I_0 — доля фоновой составляющей; I_k — доля k -й компоненты, причем $\sum_{k=0}^{K_p+K_a} I_k = 1$.

Пусть вектор обратной решетки $\mathbf{h}_\lambda$ задает направление в кристаллите, а вектор $\mathbf{y}$ — направление в образце. Функция распределения ориентаций вида порождает полюсные фигуры

$$P_{\mathbf{h}_\lambda}^{model}(\mathbf{y}) = I_0 + Sym \left[\sum_{k=1}^{K_p} I_k P^{p,k}(\mathbf{h}_\lambda, \mathbf{y}, g_{0k}, \varepsilon_k^2) \right] + Sym \left[\sum_{k=K_p+1}^{K_p+K_a} I_k P^{a,k}(\mathbf{h}_\lambda, \mathbf{y}, g_{0k}, \varepsilon_k^2, \mathbf{n}_k) \right], \quad (5)$$

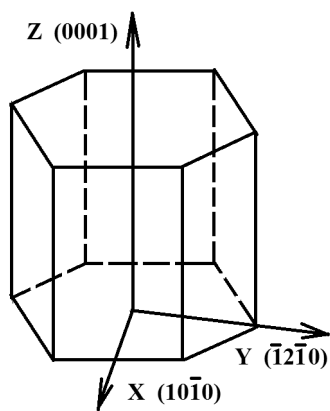


Рис. 1. Кристаллическая система координат

при этом пиковые и аксиальные компоненты ПФ представляются рядами по полиномам Лежандра:

$$P^p(\mathbf{h}_\lambda, \mathbf{y}, g_0, \varepsilon^2) = \sum_{l=0(2)}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon^2] P_l(\mathbf{h}_\lambda g_0 \mathbf{y}), \quad (6)$$

$$P^a(\mathbf{h}_\lambda, \mathbf{y}, g_0, \varepsilon^2, \mathbf{n}) = \sum_{l=0(2)}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon^2] P_l(\mathbf{y}\mathbf{n}) P_l(\mathbf{h}_\lambda g_0 \mathbf{n}). \quad (7)$$

ФРО восстанавливается путем определения параметров модели, т.е. набора $\{I_0, I_k, g_{0k}, \varepsilon_k^2, \mathbf{n}_k\}$. Эти параметры могут быть найдены методом минимизации взвешенной невязки между наборами имеющихся экспериментальных полюсных фигур $\{P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{exp}}(\mathbf{y}), \lambda = 1 \dots \Lambda\}$ и модельных ПФ:

$$\text{res}^2 = \sum_{\lambda=1}^{\Lambda} \sum_{\mathbf{y} \in S^2} W(\mathbf{y}) [(N_\lambda P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{exp}}(\mathbf{y}) - P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{model}}(\mathbf{y}, \{I_0, I_k, g_{0k}, \varepsilon_k^2, \mathbf{n}_k\}))^2] \rightarrow \min, \quad (8)$$

где $\{W(\mathbf{y})\}$ — заданный набор весов, определяющих значимость точки измерения; $\{N_\lambda, \lambda = 1 \dots \Lambda\}$ — неизвестные нормировочные коэффициенты полюсных фигур. Минимизация невязки относится к задачам нелинейной оптимизации. Она решается методом

последовательных приближений. Количество текстурных компонент, их тип, начальное положение центров, осей и параметров рассеяния определяются интерактивно в графическом режиме. На следующем этапе происходит оптимизация линейных параметров модели, т.е. весов, а также нормировочных коэффициентов [10, 11]. Возникающие при этом нормальные системы уравнений оказываются плохо обусловленными вследствие сильного налегания компонент. Для улучшения статистических свойств решения на этом этапе осуществляется регуляризация с применением сингулярного разложения. Порог оставляемых сингулярных чисел выбирается в соответствии с уровнем ошибок экспериментальных данных. Далее происходит нелинейная оптимизация остальных параметров модели с привлечением регуляризованного метода Левенберга – Марквардта [11].

Оценка адекватности модели осуществляется с применением параметров $RP(\Delta)$ [7]:

$$RP(\Delta) = \frac{1}{J(\Delta)} \sum_{j=1}^{J(\Delta)} \left| \frac{P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{exp}}(\mathbf{y}_j) - P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{model}}(\mathbf{y}_j)}{P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{exp}}(\mathbf{y}_j)} \right| \cdot 100\%, \quad (9)$$

а также путем вычисления невязок отдельно для каждой ПФ квадрата невязки res_λ^2 и стандартного отклонения невязок σ [10]:

$$\text{res}_\lambda^2 = \sum_{\mathbf{y} \in S^2} W(\mathbf{y}) [(N_\lambda P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{exp}}(\mathbf{y}) - P_{\mathbf{h}_\lambda}^{\text{model}}(\mathbf{y}, \{I_0, I_k, g_{0k}, \varepsilon_k^2, \mathbf{n}_k\}))^2], \quad \sigma = \frac{\text{res}_\lambda}{\sqrt{n}}, \quad (10)$$

где n — объем измеренных данных на полюсной фигуре.

Пример. В графическом режиме с использованием всех измеренных полюсных фигур установлено, что текстура исследуемого образца сформирована четырьмя аксиальными и двумя пиковыми компонентами. Первоначальные значения параметров положения максимумов и параметров рассеяния приведены в табл. 1. При этом считаем, что кристаллическая система координат представлена так, как показано на рис. 1. Для дальнейшей оптимизации использовались полюсные фигуры $\{0004\}$, $\{11\bar{2}0\}$, $\{10\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}1\}$. В результате получены значения параметров

Таблица 1. Начальные приближения параметров модели

k	ε_k^2	Ось в системе образца, град.		Углы по Бунге для положения максимума g_0 , град.		
		η	χ	φ_1	Φ	φ_2
1 (аксиальная)	0,02	210	80	310	80	90
2 (— —)	0,02	225	65	315	60	90
3 (— —)	0,02	255	85	100	20	80
4 (— —)	0,01	280	85	100	5	85
5 (пиковая)	0,01			310	70	30
6 (— —)	0,01			310	70	15

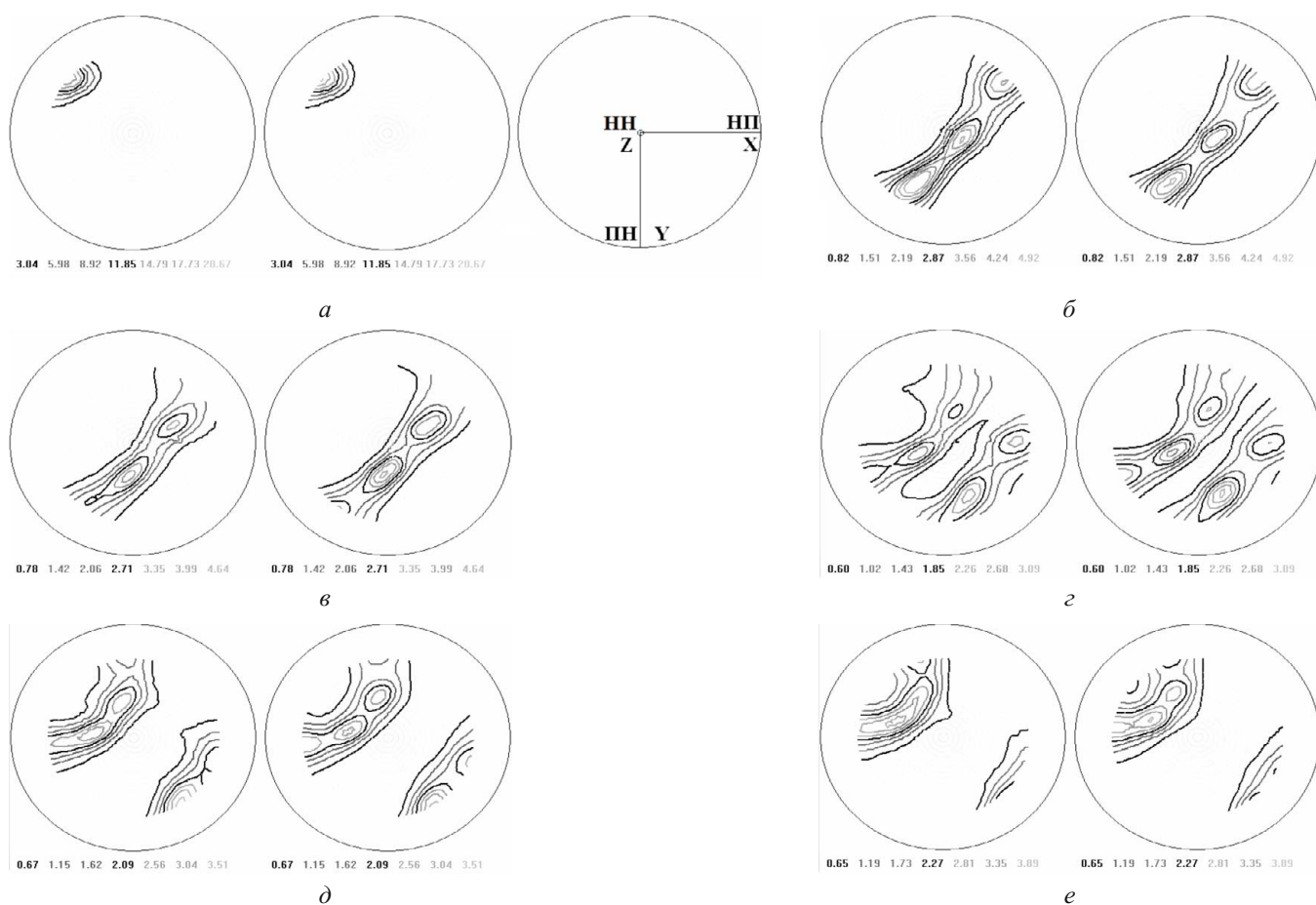


Рис. 2. Экспериментальные и модельные ПФ: *a* — {0004}; *б* — {11 $\bar{2}$ 0}; *в* — {10 $\bar{1}$ 0}; *г* — {10 $\bar{1}$ 1}; *д* — {10 $\bar{1}$ 2}; *е* — {10 $\bar{1}$ 3}

модели — весов, параметров рассеяния, положений максимумов и осей (табл. 2). Таким образом, функция распределения ориентаций, восстановленная путем аппроксимации круговыми нормальными распределениями, имеет вид (см. табл. 2)

$$f^{model}(g) = \text{Sym} \sum_{k=5}^6 I_k \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon_k^2] \frac{\sin[(2l+1)\omega_k/2]}{\sin(\omega_k/2)} + \\ + \text{Sym} \sum_{k=1}^4 I_k \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp[-l(l+1)\varepsilon_k^2] P_l(\mathbf{g}\mathbf{n}_k \mathbf{g}_{0k} \mathbf{n}_k) + I_0.$$

Статистические свойства построенной модели приведены в табл. 3.

Большое значение *RP*-фактора для некоторых полюсных фигур обусловлено экспериментальными ошибками и некоторой рассогласованностью полюсных фигур. На рис. 2 приведены экспериментальные и модельные полюсные фигуры исследуемого образца. На рис. 2, *a* указано также расположение осей образца — направления: НΠ — прессования, НН — нормали, ПН — поперечное. Несмотря на то, что экспериментальные полюсные фигуры содержат большие ошибки, метод позволяет правильно представить характерные особенности текстуры. Величины *RP*-фактора на полюсных фигурах {10 $\bar{1}$ 2}, {10 $\bar{1}$ 3}, которые

Таблица 2. Параметры модели

Компонента <i>k</i> , ее индексы Миллера – Бравэ	I_k	ε_k^2	Ось в системе образца, град.		Углы по Бунге максимума g_0 , град.		
			η	χ	φ_1	Φ	φ_2
1 аксиальная (0001), $\rho = 3,0^\circ$	0,269	0,0122	212,8	78,1	305,4	79,7	90
2 аксиальная (0001), $\rho = 2,8^\circ$	0,210	0,0111	228,6	66,0	319,1	63,1	90
3 аксиальная (10 $\bar{1}$ 2), $\rho = 83,9^\circ$	0,159	0,0167	255,4	87,1	102,2	20,0	83,5
4 аксиальная (10 $\bar{1}$ 0), $\rho = 87,0^\circ$	0,099	0,0080	283,6	86,9	99,4	1,5	86,4
1 пиковая (20 $\bar{2}$ 1)[3414]	0,090	0,0078			309,2	73,3	31,4
2 пиковая (33 $\bar{1}$ 2)[0111]	0,074	0,0068			312,5	69,4	14,9
Бестекстурная	0,099						

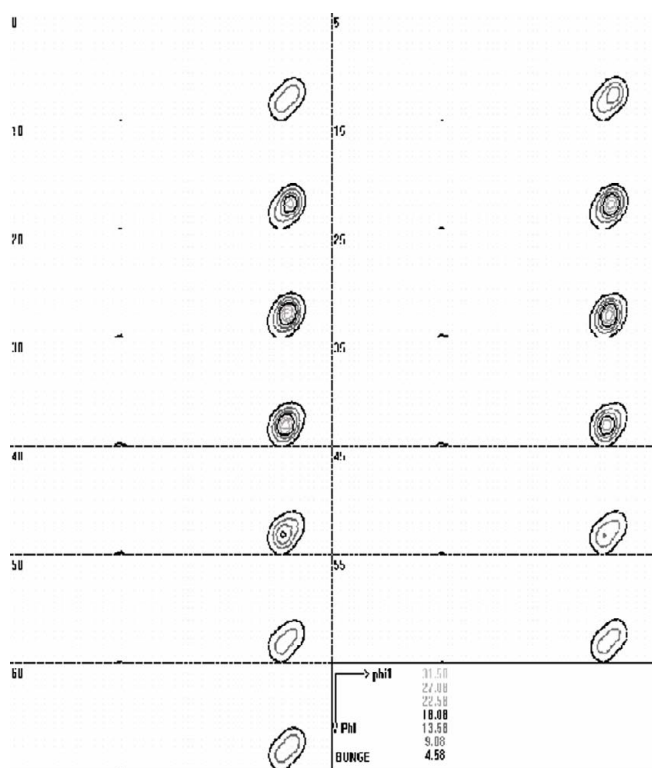


Рис. 3. Сечения полной ФРО

не использовались для аппроксимации, не превосходят значений этого параметра для использовавшихся в аппроксимации полюсных фигур. Исследования на устойчивость модели проводились путем внесения дополнительных изменений в экспериментальные данные. Установлено, что такие изменения несущественно влияют на значения параметров модели, а влияют лишь на величины параметра RP . На рис. 3 приведены сечения полной ФРО, $f_{\min} = 0,10$, $f_{\max} = 33,78$. Представленные данные показывают, что после равноканального углового прессования текстура сплава характеризуется двумя пиковыми компонентами $(202\bar{1})[3\bar{4}14]$ и $(33\bar{1}2)[0\bar{1}11]$ и несколькими аксиальными компонентами $[0001]$, $[10\bar{1}2]$ и $[10\bar{1}0]$, причем суммарная объемная доля аксиальных компонент значительно превышает суммарную объемную долю пиковых. Таким образом, представленный метод позволяет количественно описать текстуру триклинной симметрии образца в виде набора ограниченного числа ориентировок с их объемной долей, что дает возможность использовать его для исследования эволю-

ции текстурообразования в процессах деформации и термообработок, а также применять полученные количественные данные текстуры для изучения влияния на уровень механических и физических свойств металлов и сплавов.

Таким образом, исследована текстура магниевого образца МА2-1пч, сформировавшаяся после равноканального углового прессования. Для восстановления ФРО был применен устойчивый метод текстурных компонент с использованием круговых нормальных распределений. В результате исследования установлено, что текстура исследуемого образца сформирована двумя пиковыми и четырьмя аксиальными компонентами. Исследованная устойчивость модели обусловлена малым количеством параметров модели и примененными методами регуляризации. Найденные параметры модели удобны для дальнейшего использования. Они позволяют получить в явном виде коэффициенты ряда Фурье для ФРО, а также связанные с ФРО макроскопические механические и физические свойства исследуемого состояния сплава. Кроме этого, появляется возможность количественно исследовать эволюцию текстуры в процессах деформации и термообработки.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Matthies S.** On the Reproducibility of the Orientation Distribution Function of Texture Samples from Pole Figures (Ghost Phenomena) / Phys. Stat. Sol. B. 1979. Vol. 92. N 2. P. K135 – K137.
2. **Волков Н. Г., Савёлова Т. И.** О некорректности одной задачи кристаллофизики / ЖВМ и МФ. 1983. Т. 23. № 4. С. 922 – 928.
3. **Савёлова Т. И., Иванова Т. М., Сыпченко М. В.** Методы решения некорректных задач текстурного анализа и их приложения. — М.: НИЯУ МИФИ, 2012. — 268 с.
4. **Савёлова Т. И., Иванова Т. М.** Методы восстановления функции распределения ориентации по полюсным фигурам (обзор) / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 7. С. 25 – 33.
5. **Серебряный В. Н., Пережогин В. Ю., Рааб Г. И., Копылов В. И., Табачкова Н. Ю., Сиротинкин В. П., Добаткин С. В.** Структура, текстура и механические свойства в магневом сплаве МА2-1пч после двухэтапного равноканального углового прессования с промежуточным отжигом / Металлы. 2015. № 1. С. 42 – 49.
6. **Иванова Т. М., Савёлова Т. И.** Устойчивый метод аппроксимации функции распределения ориентаций каноническими нормальными распределениями / ФММ. 2006. Т. 101. № 2. С. 1 – 5.
7. **Bunge H. J.** Texture Analysis in Materials Sciences. Mathematical Methods. — London: Butterworths Publ., 1982. — 593 p.

Таблица 3. Статистические свойства модели

ПФ	Нормировка N_h	$RP(0,5)$, %	$RP(1,0)$, %	res_h	σ
{0004}	7621	19	17	5,49	0,153
{11 $\bar{2}$ 0}	3102	12	11	7,48	0,201
{10 $\bar{1}$ 0}	5591	13	12	4,86	0,135
{10 $\bar{1}$ 1}	25978	11	8	3,72	0,103
{10 $\bar{1}$ 2}	3102	12	9	4,13	0,112
{10 $\bar{1}$ 3}	3382	10	8	3,79	0,105

8. **Matthies S., Wenk H. R., Vinel G. W.** Some basic concepts of texture analysis and comparison of three methods to calculate orientation distributions from pole figures / *J. Appl. Cryst.* 1988. Vol. 21. P. 285 – 304.
9. **Серебряный В. Н., Куртасов С. Ф., Литвинович М. А.** Изучение ошибок ФРО при обращении полюсных фигур с использованием статистического метода гребневых оценок / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 2007. Т. 73. № 4. С. 29 – 34.
10. **Kahaner D., Moler C., Nash S.** Numerical Methods and Software. — NJ: Prentice-Hall, 1989. — 495 p.
11. **Brandt S.** Data Analysis. Statistical and Computational Methods for Scientists and Engineers. — New York: Springer-Verlag, 1999. — 652 p.
5. **Serebryany V. N., Perezhogin V. Yu., Raab G. I., Kopylov V. I., Tabachkova N. Yu., Sirotinkin V. P., Dobatkin S. V.** Структура, текстура и механические свойства в магниевом сплаве MA2-1pch после двухэтапного равноканального углового прессования с промежуточным отжигом [Structure, texture and mechanical properties in the magnesium alloy MA2-1hp after two-stage channel angular pressing with intermediate annealing] / *Metally.* 2015. N 1. P. 42 – 49 [in Russian].
6. **Ivanova T. M., Savyolova T. I.** Ustoichivyi metod approximations funktsii raspredeleniya orientatsii kanonicheskimi normal'nymi raspredeleniyami [Steady method of orientation distribution function approximation by the canonical normal distributions] / *Fiz. Met. Metalloved.* 2006. Vol. 101. N 2. P. 1 – 5 [in Russian].
7. **Bunge H. J.** Texture Analysis in Materials Sciences. Mathematical Methods. — London: Butterworths Publ., 1982. P. 593.
8. **Matthies S., Wenk H. R., Vinel G. W.** Some basic concepts of texture analysis and comparison of three methods to calculate orientation distributions from pole figures / *J. Appl. Cryst.* 1988. Vol. 21. P. 285 – 304.
9. **Serebryany V. N., Kurtasov S. F., Litvinovich M. A.** Izuchenie oshibok FRO pri obrashchenii polyusnykh figur s ispol'zovaniem statisticheskogo metoda grebnevyykh otsenok [The ODF error study in pole figures conversion using the statistical method of ridge estimates] / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2007. Vol. 73. N 4. P. 29 – 34.
10. **Kahaner D., Moler C., Nash S.** Numerical Methods and Software. — NJ: Prentice-Hall, 1989. — 495 p.
11. **Brandt S.** Data Analysis. Statistical and Computational Methods for Scientists and Engineers. — New York: Springer-Verlag, 1999. — 652 p.

REFERENCES