——— ОБЗОРЫ ——

УДК 538.911 + 539.32 + 550.3 + 621.039

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ: ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ НА НЕЙТРОННОМ ДИФРАКТОМЕТРЕ СКАТ И ПРИМЕНЕНИЕ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ И НАУКАХ О ЗЕМЛЕ

© 2022 г. Р. Н. Васин^{1,*}

¹ Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия

**E-mail: roman.vasin@jinr.ru* Поступила в редакцию 05.06.2020 г. После доработки 17.09.2020 г. Принята к публикации 17.09.2020 г.

В обзоре рассмотрены некоторые основные аспекты анализа кристаллографических текстур (преимущественных ориентировок зерен), измерения текстур с помощью дифракции тепловых нейтронов по времени пролета и практической реализации такого эксперимента на дифрактометре СКАТ в ЛНФ ОИЯИ, г. Дубна. Обсуждаются некоторые результаты, полученные на дифрактометре СКАТ, и их применение для решения задач материаловедения и наук о Земле.

DOI: 10.31857/S0023476122010106

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение

1. Системы координат и ориентации

2. Функция распределения по ориентациям

3. Измерение преимущественных ориентаций в дифракционном эксперименте и восстановление ФРО

4. Времяпролетный нейтронографический текстурный анализ и дифрактометр СКАТ

5. Примеры исследований кристаллографических текстур материалов и горных пород на дифрактометре СКАТ

5.1. Исследования преимущественных ориентаций минералов

5.2. Исследования упругой анизотропии поликристаллических материалов и горных пород

5.3. Исследования текстур материалов Заключение

введение

Многие металлы, сплавы, керамические и композитные материалы, горные породы являются поликристаллами, состоящими из зерен различного размера, формы и ориентации. Термин "кристаллографическая текстура" описывает преимущественную ориентацию кристаллических решеток зерен одного типа (одной структурной фазы), образующих поликристаллический материал, по отношению к выбранной макроскопической системе координат. При описании структуры, микроструктуры и свойств поликристаллов важна так называемая "текстура формы" преимущественная ориентация несферических форм структурных элементов материала: зерен, пор и трещин, которую в некоторых случаях удается связать с особенностями кристаллографической текстуры. В обзоре для объектов, ориентацию которых описывает кристаллографическая текстура, будет использовано понятие "кристаллит", чтобы подчеркнуть отличие от текстуры формы.

Почему интересен анализ кристаллографических текстур? Во-первых, преимущественные ориентации кристаллитов формируются или изменяются в ходе ряда процессов: пластической деформации, двойникования, кристаллизации, рекристаллизации, осаждения (седиментации), при структурных фазовых переходах, и изучение текстур помогает понять, какие процессы и при каких условиях их сформировали. Во-вторых, если кристаллиты, обладающие анизотропией некоторых физических свойств, например упругих, преимущественно ориентированы, то поликристалл будет обладать анизотропией соответствующих свойств. Вместе эти особенности позволяют создавать материалы с заданной анизотропией.

За почти вековую историю количественный текстурный анализ развил свой понятийный и математический аппарат. Отработаны экспериментальные методики и особенности анализа результатов, круг применения которых весьма широк. Детали опубликованы в отдельных монографиях [1–5], главах специальных сборников [6–8],



Рис. 1. Совмещение систем координат образца $K_A = \{X_A, Y_A, Z_A\}$ и кристаллита $K_B = \{X_B, Y_B, Z_B\}$ с помощью последовательных поворотов на углы α , β и γ . Цифры показывают последовательность поворотов.

обзорах [9–12] и трудах международной конференции ICOTOM. В настоящем обзоре рассмотрены основы текстурного анализа с акцентами на изучении кристаллографических текстур на нейтронном времяпролетном дифрактометре СКАТ [13, 14] в Лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований (г. Дубна), а также на некоторых типичных задачах в области материаловедения и геофизики.

1. СИСТЕМЫ КООРДИНАТ И ОРИЕНТАЦИИ

Для анализа преимущественных ориентаций кристаллитов краеугольным является определение ориентации. Для ее описания вводятся две трехмерные правые декартовы координатные системы: $K_A = \{X_A, Y_A, Z_A\}$, связанная с образцом, и $K_B = \{X_B, Y_B, Z_B\}$, связанная с кристаллитом.

Выбор осей K_A , как правило, обусловлен особенностями материала: параллельно линейности и нормально к плоскости фолиации в горных породах [15]; по направлению прокатки, нормально к плоскости прокатки и поперечно в плоскости в прокатанных металлах [16]; по направлению роста и по нормали к поверхности раковины [17] в раковинах моллюсков; либо в соответствии с формой образца или геометрией эксперимента.

Выбор осей K_B обусловлен кристаллической структурой. Был предложен набор простых правил для установки K_B [3, 10] относительно базисных векторов **a**, **b**, **c** элементарной ячейки: $Z_B || \mathbf{c}, Y_B || \mathbf{c} \times \mathbf{a}$, и X_B составляет правую тройку векторов с Z_B и Y_B .

Координатная система K_A совмещается с K_B -поворотом, который численно определяет ориентацию g системы K_B относительно K_A . Этот поворот можно задать с помощью трех углов Эйлера:

$$g \equiv g^{B \leftarrow A} = \{\alpha, \beta, \gamma\}, \quad 0^{\circ} \le \alpha < 360^{\circ}, \\ 0^{\circ} \le \beta \le 180^{\circ}, \quad 0^{\circ} \le \gamma < 360^{\circ}.$$
(1)

Сначала система K_A поворачивается вокруг Z_A на угол α , чтобы ось Y_A стала параллельна плоскости $X_B Y_B$. Вокруг нового положения этой оси Y'_A происходит поворот на угол β , совмещающий Z_A и Z_B . Завершающий поворот — вокруг Z_B на угол γ (рис. 1). Такой порядок вращений в количественном текстурном анализе был введен Роу [18], и применяется в работах Маттиса [3, 10]. Очень часто используют набор углов Эйлера { ϕ_1 , ϕ , ϕ_2 }, предложенный Бунге [19]; есть и другие варианты [4].

Все ориентации $g = \{\alpha, \beta, \gamma\}$ составляют пространство ориентаций, или *G*-пространство, обладающее неевклидовой метрикой и конечное вследствие цикличности углов Эйлера. Если кристаллит или образец обладают поворотными осями симметрии, некоторые повороты физически эквивалентны. Например, при выборе Z_B параллельно оси симметрии второго порядка кристаллита поворот на угол γ эквивалентен повороту на ($\gamma + \pi$) и для полного описания ориентации можно ограничиться $0^\circ \leq \gamma < 180^\circ$ вместо всего интервала (1).

Описать поворот, совмещающий K_A и K_B , можно также с помощью матриц ортогонального преобразования, комбинации оси вращения и угла поворота ζ : $g = {\mathbf{N}, \zeta}$, векторов Родрига [5, 20–22] или кватернионов [22, 23].

В металловедении для описания ориентаций кристаллитов кубических и гексагональных металлов распространено использование "идеальных ориентаций". Например, ориентация Госса обозначается как {110}(001): плоскости {110} расположены в плоскости прокатки, а направления (001) – параллельно направлению прокатки. Списки идеальных ориентаций вместе с соответствующими им углами Эйлера приведены в [4, 16].

2. ФУНКЦИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПО ОРИЕНТАЦИЯМ

Количественно кристаллографическую текстуру описывает функция распределения кристаллитов по ориентациям (**ФРО**). Она представляет собой плотность вероятности, с которой в поликристалле объемом *v* находится элемент объемом dv с ориентацией *g* в пределах элемента dg:

$$\frac{dv}{v} = \frac{1}{8\pi^2} f(g) dg.$$
⁽²⁾

Функция распределения по ориентациям имеет смысл для описания текстуры кристаллитов только одного типа, поэтому для многофазного



Рис. 2. γ -сечения ФРО аустенитной наплавки на корпус реактора ВВЭР-1000, равноплощадные проекции, линейный масштаб. Показан выбор углов Эйлера { α,β,γ } и система координат образца K_A .

материала объем v – объем той структурной фазы, для которой вычисляется ФРО. ФРО неотрицательна и нормирована на единицу:

$$\frac{1}{8\pi^2} \int_G f(g) dg = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^{2\pi} d\alpha \int_0^{\pi} \sin\beta d\beta \times \\ \times \int_0^{2\pi} f(\{\alpha, \beta, \gamma\}) d\gamma = 1.$$
(3)

При отсутствии текстуры ("хаотическая" или "случайная" текстура) все ориентации кристаллитов в материале равновероятны, и f(g) = 1. Если все кристаллиты ориентированы одинаково с некоторой ориентацией g_0 (аналог монокристалла), ФРО представляет собой δ -функцию: $f(g) = 8\pi^2\delta(g - g_0)$.

Удобно изображать ФРО как ряд сечений по одному из углов Эйлера или их комбинации [24, 25]. Для примера на рис. 2 показаны у-сечения ФРО аустенитной стали (пр. гр. Fm3m): карты изолиний на плоских проекциях. где β – полярный угол, а α – азимутальный. Образец стали был вырезан из аустенитной наплавки на основной материал модельной обечайки корпуса активной зоны реактора ВВЭР-1000. В наплавке наблюдаются неравномерность распределения легирующих элементов и сложные зависимости некоторых компонент тензора остаточных деформаций от глубины [26]. Изолинии на рис. 2 проведены в единицах случайного распределения m.r.d., где 1 соответствует хаотической текстуре. Ось Z_4 перпендикулярна плоскости проекции рис. 2 и совпадает с нормалью к корпусу реактора и плоскости раздела феррит-аустенит. Выбор Х_А и Ү_А был обусловлен прямоугольной формой образца и не существенен для определения ориентаций, поскольку ФРО обладает аксиальной симметрией вокруг оси Z_A . Сечение $\gamma = 90^\circ$ совпадает с $\gamma = 0^\circ$, так как Z_B параллельна оси 4-го порядка в ГЦК-структуре аустенита.

Часто интерес представляют не значения ФРО, а распределение относительно K_A определенных кристаллографических направлений **h**_i (заданных в K_{R}). Такие распределения называют полюсными фигурами (ПФ), они практически всегда строятся для нормалей к плоскостям (hkl). Для каждого направления у в системе координат K_{A} необходимо знать плотность вероятности обнаружения в поликристалле некоторого объема кристаллитов, в котором **h** у. В плотность вероятности вносят вклад кристаллиты со всеми ориентациями $0^{\circ} \leq \tilde{\phi} < 360^{\circ}$ вокруг **h**_i. Поэтому ПФ определяется как интеграл ΦPO по углу $\tilde{\phi}$ (траектории или проекционной нити [12] в G-пространстве) с учетом значения ФРО, соответствующего двум вращениям, совмещающим \mathbf{h}_i и у:

$$P_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y}) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\{\mathbf{h}_i, \tilde{\boldsymbol{\varphi}}\}^{-1} \{\mathbf{y}, 0\}) d\tilde{\boldsymbol{\varphi}}.$$
 (4)

Как и ФРО (2), полюсные фигуры (4) соответствуют симметрии кристаллита и образца (их группам вращений) и также нормированы на единицу:

$$\frac{1}{4\pi}\int P_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y})d\mathbf{y} = \frac{1}{4\pi}\int_0^{\pi}\sin\theta_{\mathbf{y}}d\theta_{\mathbf{y}}\int_0^{2\pi}P_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y})d\phi_{\mathbf{y}} = 1; \quad (5)$$

полярный и азимутальный углы θ_{y} и ϕ_{y} задают направление **у** в K_{A} .



Рис. 3. Полюсные фигуры (100), (110) и (111) аустенитной наплавки (а); те же ПФ для модельной ФРО (б); ОПФ для направлений Z_A и X_A в аустенитной наплавке (в); те же ОПФ для модельной ФРО. Ориентация K_A как на рис. 2. Показана система координат для ИПФ. Равноплощадные проекции, линейный масштаб.

Некоторые ПФ для аустенитной наплавки показаны на рис. За. Они обладают аксиальной симметрией, нормали к плоскости (100) преимущественно ориентированы вблизи Z_A . Вследствие кубической симметрии кристаллита кристаллографически эквивалентные направления также преимущественно ориентированы, формируя максимумы при углах θ_y , близких к 90° на ПФ (100), при $\theta_y \approx 45^\circ$ и $\approx 90^\circ$ на ПФ (110), и так далее.

Аналогично ПФ (4) вводятся так называемые обратные полюсные фигуры (ОПФ) $R_{\mathbf{y}_i}(\mathbf{h})$, соответствующие плотности вероятности обнаружения элемента объема, в котором выбранное направление \mathbf{y}_i в поликристалле совпадает с различными кристаллографическими направлениями \mathbf{h} . ОПФ для двух направлений в аустенитной наплавке показаны на рис. Зв. Вследствие кубической симметрии кристаллита распределение на ОПФ достаточно привести в "секторе" (100)–(110)–(111), являющемся одним из 24 эквивалентных секторов в ориентационном пространстве.

Остроту текстуры в целом описывают с помощью текстурного индекса F_2 [1] и текстурной энтропии *S* [27]; более подробным способом характеризации степени анизотропии ФРО служат гистограммы и построенные на их основе спектры ФРО [28]. Для аустенитной наплавки текстурный индекс F_2 равен 8.48, минимальное значение ФРО $F_{min} = 0.01$, максимальное – $F_{max} = 18.75$. Текстурная энтропия S = -1.71.

В некоторых случаях ФРО можно представить в виде нескольких "компонент": заданных круговым распределением, в которых преимущественные ориентации кристаллитов распределены вблизи некоторой ориентации g_0 , и волокон, в которых преимущественные ориентации некоторой оси **h** кристаллитов распределены вблизи выделенного направления у поликристалла. Такие ФРО удобно описать с помощью набора простых аналитических функций, зависящих от небольшого количества параметров и учитывающих свойства G-пространства: стандартных распределений [3, 29-31]. На рис. Зб показаны ПФ для модельной ФРО аустенитной наплавки на корпус реактора ВВЭР-1000, на рис. 3г – ОПФ. Модель представляет собой стандартное гауссово волокно с ориентацией $[001] \| Z_A$ и полушириной 19° с добавлением 0.01 хаотической текстурной компоненты. Видно отличное соответствие модельных и рассчитанных из определенной в эксперименте ФРО полюсных фигур и обратных полюсных фигур.

3. ИЗМЕРЕНИЕ ПРЕИМУЩЕСТВЕННЫХ ОРИЕНТАЦИЙ В ДИФРАКЦИОННОМ ЭКСПЕРИМЕНТЕ И ВОССТАНОВЛЕНИЕ ФРО

Измерение текстуры в обычных экспериментах по дифракции рентгеновского и синхротронного излучения или нейтронов основано на том, что интегральная интенсивность наблюдаемого дифракционного пика *hkl* поликристаллического образца пропорциональна объему кристаллитов, для которых выполняется условие Вульфа–Брэгга:

$$\frac{\mathbf{q}}{2\pi} = \frac{\mathbf{s} - \mathbf{s}_0}{\lambda} = \mathbf{H}_{hkl},\tag{6}$$

где **q** – вектор рассеяния (в K_A), **s** и **s**₀ – единичные векторы рассеянного и падающего пучка излучения соответственно, λ – длина его волны, **H**_{*hkl*} – вектор узла *hkl* обратной решетки. Измерив интегральную интенсивность пика *hkl* при всех направлениях **q** (вращая образец или перемещая детекторную систему), можно построить в зависимости от **q** распределение объемов кристаллитов, для которых **q**||**H**_{*hkl*}. Нормировка этого распределения с помощью (5) дает ПФ для нормалей к плоскостям (*hkl*). Детали организации измерений ПФ на различных дифрактометрах описаны в [4, 5]. Центральная задача текстурного анализа по дифракционным данным состоит в восстановлении ФРО (2) по экспериментальным ПФ (4). Впервые она была решена в рамках так называемого гармонического метода (метода Роу–Бунге) [18, 19]. Его суть состоит в том, что f(g) возможно разложить в ряд по обобщенным сферическим функциям [32, 33]. Ряд в теории бесконечен, но для практических вычислений в текстурном анализе количество членов ограничивается некоторым конечным числом. Экспериментальные ПФ также представляют как сумму ряда и, пользуясь свойствами сферических функций, составляют систему уравнений для определения неизвестных коэффициентов разложения ФРО.

Работы Вильямса [34], предложившего итерационный метод вычисления ФРО, и Имхофа [35, 361 легли в основу развития прямых, или дискретных, методов восстановления ФРО по измеренным П Φ , таких как векторный метод [37], WIMV [38, 39], ADC [40], метод максимальной энтропии [41]. В этих методах G-пространство разделено на "ячейки", каждой из которых соответствует некоторое значение ФРО. Растр ПФ также дискретизирован, и каждое значение на ПФ соответствует сумме всех значений ФРО, лежащих в ячейках, пересекаемых проекционной нитью. Начальное значение ФРО в каждой ячейке, как правило, вычисляется как среднее геометрическое из соответствующих значений экспериментальных ПФ и уточняется в ходе одной или нескольких итерационных процедур.

В тех случаях, когда ФРО представима набором отдельных компонент, можно построить итерационную схему, уточняющую параметры компонент, сравнивая модельные и экспериментальные ПФ [42].

Поскольку нормальный дифракционный эксперимент центросимметричен, измеряемые в нем ПФ являются суперпозицией ПФ направлений $+\mathbf{h}_i$ и $-\mathbf{h}_i$ [43] (редуцированные ПФ), что приводит к потере информации и неоднозначности восстановления ФРО. Дополнительные проблемы вызывают некоторые симметрии образца, кристаллита, присутствие в поликристалле зерен двух энантиоморфных форм [44]. Поэтому восстановление ФРО по данным дифракционного эксперимента представляет собой нетривиальную, однако решаемую (с некоторыми допушениями) задачу. Важные соображения и примеры, касающиеся разрешения ФРО, статистической достоверности результатов, необходимого количества и качества измерений, минимизации экспериментальных ошибок приведены в [1, 4, 11, 12, 45].

Измерение текстур проводят и другими методами. Детали оптических методов можно найти в [2, 46]. Серьезно развившийся в последние десятилетия и получивший широкое распространение метод дифракции обратно рассеянных электронов (**ДОРЭ**) подробно описан в [5, 47]. Сопоставление результатов разных методов измерения текстур, их преимущества, недостатки и особенности обсуждались в литературе неоднократно [4, 5, 48–53].

В ряде работ проведены сравнения разных методов восстановления ФРО [4, 10, 54–57]. В настоящее время эти методы реализованы в программных пакетах Beartex [58], ATEX [59], Labo-Tex [60], MTEX [61], popLA [62], STEREOPOLE [63] и других.

4. ВРЕМЯПРОЛЕТНЫЙ НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКИЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ И ДИФРАКТОМЕТР СКАТ

Нейтронографический текстурный анализ нельзя отнести к распространенным методам исследования преимущественных ориентаций кристаллитов. Однако дифракция тепловых нейтронов обладает рядом уникальных преимуществ для текстурного анализа [64].

Благодаря высокой проникающей способности нейтронов типичные образцы для нейтронографического текстурного анализа имеют объем несколько единиц-десятков кубических сантиметров, а другие методы ограничены изучением поверхности или крайне небольшого объема образца ≪1 см³. Это обеспечивает отличную статистику кристаллитов и необходимо для изучения макроскопической текстуры материалов, в которых наблюдаются сильные локальные текстуры или текстурные градиенты. Вследствие низкого поглощения нейтронов большинством материалов нейтронная дифракция (в особенности на сферических образцах) обеспечивает наилучшее качество текстурных измерений [1, 11]. Магнитное рассеяние нейтронов позволяет изучать магнитные текстуры в поликристаллах ферро- и антиферромагнетиков [65, 66]. Специальная подготовка образцов практически не требуется, что дает возможность изучения текстур уникальных образцов, например относящихся к культурному наследию [67, 68].

Первые текстурные эксперименты на нейтронном дифрактометре с постоянной длиной волны были сделаны Брокхаузом [69], первые измерения текстуры с помощью дифракции по времени пролета проведены на реакторе ИБР-30 в ЛНФ ОИЯИ (г. Дубна) [70], реализованы времяпролетные измерения с использованием позиционно-чувствительных 2D-детекторов [71].

Для исследования кристаллографических текстур на канале 7А2 импульсного реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ (Дубна) функционирует специализированный нейтронный дифрактометр СКАТ (рис. 4a) [13, 14]. Эксплуатация дифрактометра



Рис. 4. Дифрактометр СКАТ (а) и образец (шар из альпийского кварцита [51] диаметром 5 см), закрепленный в гониометре (б); 1 – место крепления образца, 2 – детектор-монитор падающего пучка нейтронов, закрепленный на торце нейтроновода, 3 – установочные места детекторов на угле рассеяния $2\theta = 65^{\circ}$, 4 – стена специальной комнаты дифрактометра Эпсилон-МДС.

проводится при поддержке Федерального министерства образования и научных исследований Германии. Заявки на проведение эксперимента могут быть поданы онлайн (https://ibr-2.jinr.ru/).

На дифрактометре СКАТ реализован метод дифракции по времени пролета. Вместо обычного для экспериментов на источниках с постоянной длиной волны накопления дифрактограмм в зависимости от угла рассеяния проводится регистрация рассеянных образцом нейтронов в зависимости от времени пролета "источник—образец". То есть в данном случае дифрактограмма представляет собой спектр рассеянных нейтронов в зависимости от их скорости, энергии или длины волны [72].

В текущей (стандартной) конфигурации дифрактометра СКАТ детекторная система состоит из 19³Не-счетчиков на монтажном кольце радиусом 1 м. Все детекторы установлены на одном угле рассеяния $2\theta = 90^\circ$, на каждом детекторе установлены 45'-ные коллиматоры Соллера сечением 55 × 55 мм (имеется также набор 18'-ных коллиматоров). Большое сечение пучка $95 \times 50 \text{ мм}^2$ и коллиматоров позволяет исследовать образцы объемом до ~100 см³ (рис. 4б). Общий телесный угол детекторной системы составляет ~0.013 ср, поэтому для обеспечения покрытия $\Pi \Phi$. достаточного для восстановления ФРО, образец вращается в гониометре вокруг оси, расположенной под углом 45° к падающему пучку нейтронов (рис. 5а). Стандартная геометрия дифрактометра СКАТ позволяет измерять полные ПФ с растром $5^{\circ} \times 5^{\circ}$ [13] (рис. 5в). Для этого измерения проводятся при 72 положениях образца, накапливается



Рис. 5. Покрытие ПФ для дифрактометров СКАТ (а, в) и НІРРО (б, г) без вращений образца (а, б) и с дополнительными вращениями образца: 72 позиции для СКАТа (в) и четыре позиции для НІРРО (г). На рис. а и б показан реальный угловой размер детекторов. R – ось вращения, N – направление падающего пучка (для СКАТ он направлен из нижней полусферы). Равноплощадные проекции. Приводится по [84] с разрешения Elsevier.

 $19 \times 72 = 1368$ дифракционных спектров. Использование времяпролетной методики обеспечивает регистрацию всех дифракционных пиков в широком диапазоне межплоскостных расстояний *d*, т.е. одновременно регистрируются все соответствующие ПФ всех кристаллических фаз в образце.

Длинная времяпролетная база (расстояние замедлитель—образец ~ 103.3 м) обеспечивает дифрактометру СКАТ в стандартной конфигурации разрешение по межплоскостным расстояниям $\Delta d/d$ до ~0.8% при $d \approx 2$ Å. Практически доступный диапазон длин волн составляет $\lambda \approx 1-7.3$ Å; есть возможность использования λ -прерывателя для пропуска каждого второго импульса реактора и расширения диапазона до $\lambda \approx 14.7$ Å.

Особенностью канала 7А2 реактора ИБР-2 является установка комбинированного замедлителя нейтронов, который обеспечивает более чем четырехкратный выигрыш в потоке нейтронов с $\lambda > 4.31$ Å по сравнению с чисто тепловодным замедлителем, практически не теряя интенсивность в области длин волн 1.5–2.5 Å [73].

Другие современные времяпролетные дифрактометры, в задачи которых входит исследование кристаллографических текстур: HIPPO (LANSCE) [74, 75], iMateria (J-PARC/MLF) [76, 77],



Ш 11111 Mus management in the second s 1 Ш 1 11 11 11 Oz || ||| Ш T 11

Рис. 6. Сумма 456 нормированных дифракционных спектров метаморфизированного сланца, измеренных на дифрактометре СКАТ [73] (точки – экспериментальные данные, линия – обработка с помощью модифицированного метода Ритвельда): корень из интенсивности I в зависимости от межплоскостного расстояния d (a). Развертка всех 456 спектров в соответствии с условным порядковым номером N_S : нижние 24 спектра измерены детектором A, затем – детектором B и так далее до S (б). Значения интенсивности пиков указывают на текстуру. Показаны расчетные положения дифракционных пиков основных минералов породы: кальцита (Cc), клинохлора (Chl), мусковита (Mus), альбита (Alb) и кварца (Qz).

GEM (ISIS) [78], а также строящиеся POWTEX (FRM-II) [79] и BEER (ESS) [80] имеют многочисленные детекторы на разных углах рассеяния. Для обеспечения хорошего покрытия ПФ требуется меньше врашений образца (рис. 56, 5г), однако получение обычных ПФ, необходимых для восстановления ФРО, усложняется. Впрочем, для вычисления ПФ даже с регулярным растром из дифракционных спектров необходимо иметь хорошо разрешенные дифракционные пики, что практически невозможно для поликристаллов, состоящих из нескольких низкосимметричных фаз, например многих горных пород (рис. 6). Для вычисления ФРО всех текстурированных фаз необходимо совмещение полнопрофильного анализа дифрактограмм по методу Ритвельда [81] с методами количественного текстурного анализа, описанными в предыдущем разделе. Такая модификация метода Ритвельда получила название РИТА (ритвельдовский текстурный анализ) и реализована, в частности, в программах GSAS [82] и MAUD [57]. Благодаря способности разделять

многочисленные дифракционные пики в рамках РИТА на времяпролетном дифрактометре с широким лиапазоном по межплоскостным расстояниям *d* появляется возможность восстанавливать ФРО с высоким разрешением по большому количеству ПФ, для каждой из которых измерен ограниченный набор различных направлений вектора рассеяния **q**. На рис. 7а приведены ПФ кварца в образце кварцита 26а [83], рассчитанные из ФРО, восстановленной методом WIMV из полных экспериментальных ПФ кварца (10 $\overline{1}0$), (11 $\overline{2}0$), $(01\overline{1}1)$ и $(10\overline{1}1)$, измеренных на дифрактометре СКАТ в растре $5^{\circ} \times 5^{\circ}$ (рис. 7в). ПФ на рис. 7б восстановлены по измерениям в шести позициях образца (покрытие ПФ показано на рис. 7г), т.е. использовано 114 спектров вместо 1386, однако спектры проанализированы в программе MAUD в диапазоне d = 0.6 - 3.4 Å, содержащем ~200 дифракционных пиков кварца. Наблюдается хорошее соответствие двух текстур. Для ФРО, восстановленной по полным ПФ, $F_2 = 2.33$, по неполным $\Pi \Phi - F_2 = 2.25$. В случае установки детекторов на

Рис. 7. ПФ кварца в образце кварцита 26а (установка K_B для правого кварца, пр. гр. $P3_1$ 21): рассчитанные из ФРО, восстановленной (а) по четырем ПФ с полным покрытием (в, б) по большому количеству ПФ с ограниченным покрытием (г). Показаны также проекции векторов рассеяния детекторных колец СКАТ на углах рассеяния 2 θ = 65°, 90°, 135° на плоскость, перпендикулярную оси вращения образца при сохранении оси вращения под углом 45° к падающему пучку (д) и при смещении ее до угла 52.5° (е) при измерениях образца в шести позициях. Равноплощадные проекции.

всех трех имеющихся детекторных кольцах дифрактометра СКАТ на углах рассеяния $2\theta = 65^{\circ}$, 90° , 135° рассчитать ФРО в большинстве случаев будет можно при измерениях в четырех—восьми позициях образца, сохраняя достаточно равномерное покрытие ПФ (рис. 7д, 7е).

Преимущества РИТА и удобство его реализации в программе MAUD обусловливают его широкое использование для расчета ФРО по данным многодетекторных времяпролетных дифрактометров [48, 75, 77]. Для упрощения использования программы MAUD для анализа данных дифрактометра CKAT была разработана программа SKAT2MAUD [84]. Для восстановления ФРО кристаллических фаз образца по данным CKAT в MAUD могут быть использованы разные методы, как гармонический, так и дискретные, а также метод текстурных компонент.

5. ПРИМЕРЫ ИССЛЕДОВАНИЙ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ТЕКСТУР МАТЕРИАЛОВ И ГОРНЫХ ПОРОД НА ДИФРАКТОМЕТРЕ СКАТ

5.1. Исследования преимущественных ориентаций минералов

Описанные преимущества нейтронографического текстурного анализа обусловливают научную программу дифрактометра СКАТ. Исследования преимущественных ориентаций в горных

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 1 2022

породах проводятся с целью анализа деформационных процессов в минералах и сопутствующих изменений кристаллографических текстур [51, 85—89] для понимания эволюционных процессов литосферы.

В [87–89] проведено сравнение текстур минералов в образцах архейских биотит-мусковитплагиоклазовых гнейсов и амфиболитов из разреза Кольской сверхглубокой скважины СГ-3 и с участка Мустатунтури в 45 км к северо-западу от скважины. Для амфиболитов по данным дифрактометра СКАТ методом WIMV были восстановлены ФРО роговой обманки и плагиоклаза, а для гнейсов – плагиоклаза и биотита. В [90] проведен анализ текстур кварца в этих горных породах.

Обнаружено, что как у поверхностных, так и у глубинных пород устойчиво наблюдаются два типа текстур роговой обманки. Для первого типа характерен максимум полюсной плотности на ПФ (001) и пояса по дуге большого круга на $\Pi \Phi$ (100) и (010). У ориентаций второго типа пояса на ПФ (100) и (010) сменяются единичными локализованными симметрийно зависимыми максимумами, коррелирующими межлу собой и с максимумом на ПФ (001) [87]. Было сделано предположение, что текстура роговой обманки первого типа сформировалась на ранней стадии образования горной породы в процессе ориентации вытянутых относительно жестких зерен роговой обманки в процессе магматического течения. Текстура второго типа соответствует экспериментально наблюдавшейся при температурах 600–750°С и давлении 1 ГПа текстуре роговой обманки, сформированной скольжением (100)[001]. Сходство симметрии ФРО роговой обманки поверхностных и глубинных пород позволило заключить, что в ходе эволюции данного участка земной коры текстура роговой обманки сохранила свою устойчивость, что может свидетельствовать об относительном постоянстве температуры в течение длительного времени. Эти данные о кристаллографических текстурах свидетельствуют в пользу интегральной геологической модели Печенгского рудного региона, которая подразумевает медленное субвертикальное поднятие пород с глубины на поверхность.

Хорошее разрешение дифрактометра СКАТ $\Delta d/d$ и большой измеряемый объем образца имели решающее значение для количественного текстурного анализа крупнозернистых (размер зерен 0.1-6 мм) гранитоидов поздней герцинской эпохи со сложным минеральным составом [91]. В монцоните из массива Мейсен (Германия) обнаружены выраженные текстуры полевых шпатов и несколько более слабая текстура амфибола, сформировавшиеся при магматическом течении. Текстура кварца, по-видимому, сложилась при кристаллизации и росте в анизотропном поле напряжений; деформационные процессы не изменили ее. Гранит из Подлеси (Чехия) состоит из крупных включений кварца, циннвальдита, калиевого полевого шпата, альбита и топаза в микрокристаллической минеральной матрице. Анализ текстур и локальной геологии позволил заключить, что магматическое течение ориентировало плоскости (010) кристаллитов альбита и циннвальдита, а также ромбоэдры кварцевых зерен в плоскости течения. Хаотическая текстура калиевого полевого шпата свидетельствует о его поздней кристаллизации из остаточного расплава.

В [83, 90, 92] проведена систематизация преимущественных ориентаций кварца в различных мономинеральных (кварциты, песчаники) и полиминеральных (гранулиты, сланцы, гнейсы и др.) горных породах, измеренных на дифрактометре СКАТ. Изучение текстур и микроструктур кварца привлекает большое внимание, поскольку они могут служить индикаторами палеонапряжений [93] и для определения температурного диапазона, в котором происходила деформация породы [94]. По итогам анализа было выделено четыре основных типа текстур кварца, характерные ПФ которых представлены на рис. 8 (в отличие от [83, 90, 92] использована пр. гр. *Р*3₁21). К первому типу можно отнести кварциты с практически идеальной преимущественной ориентацией кристаллитов кварца (рис. 8а), которые, по-видимому, образовывались в процессе друзового роста с предпочтительной ориентацией роста кристаллов в направлении оптической оси, не испытывая больших внешних воздействий. Текстуры, отнесенные к типу 2 (рис. 8в), по-видимому, также образовались в процессе друзового роста под влиянием переменных или градиентных полей либо межзеренных трансформаций. Это привело к "размытию" максимумов на ПФ по сравнению с типом 1, но текстура сохранила высокую остроту. Текстура типа 2 могла сформироваться и при дислокационном скольжении по граням призм в направлении, перпендикулярном оси *с*. Текстуры типов 3 (рис. 8д) и 4 (рис. 8ж) образовались в ходе сложных деформационных и метаморфических процессов [92].

Данные дифрактометра СКАТ включены в подробное исследование текстур кварца в большой коллекции образцов из юго-восточных Альп [51]. Проведено моделирование ФРО кварца в рамках вязко-пластической самосогласованной модели VPSC [95] в предположении различных режимов деформирования; соответствующие ПФ показаны на рис. 9. Видно, что отсутствие системы скольжения по ромбоэдрам $\{10\overline{1}1\}\langle\overline{1}2\overline{1}0\rangle$ приводит к одинаковым ориентациям на $\Pi \Phi$ (1011) и $(01\overline{1}1)$. Такой же эффект наблюдается в случае двойникования по дофинейскому закону, которое не изменяет ориентаций а- и с-осей кварца и может происходить на ранней стадии тектонической деформации либо позже, при смене геометрии деформационного процесса. Возможно также, что кварц, сформировавшийся в области стабильности высокотемпературной гексагональной β-фазы, при понижении температуры и переходе в тригональную α-фазу сохранит гексагональную симметрию ФРО и одинаковые ориентации на $\Pi \Phi$ (1011) и (0111). При таком процессе величина действовавших в момент фазового перехода девиаторных напряжений должна быть ниже порога активации дофинейского двойникования (~50 МПа). Совместное изучение влияния фазового превращения, скольжения по ромбоэдрам и дофинейского двойникования на изменения текстур кварца требует комплексного подхода с применением метода ДОРЭ, позволяющего легко идентифицировать двойники.

Начиная с Зандера [96], предложившего деление ориентаций на *S*-, *B*- и *R*-тектониты, многие исследователи старались выделить основные наблюдаемые текстурные типы и связать их с характером и условиями процессов текстурообразования как для кварца [51, 94, 97, 98], так и для других минералов [99–101]. Чаще всего особенности текстур минералов в литературе описываются как распределения некоторых кристаллографических осей либо в виде характерных положений максимумов на одной–двух ПФ. В то же время возможность анализировать эти текстуры с точки зрения

Рис. 8. Полюсные фигуры кварца в образцах, соответствующих основным типам кварцевых текстур, выделенных в [83, 90, 92]: кварците *QBT* – тип 1 (а), гнейсе *Pc*711 – тип 2 (в), кварците *Quartz*2 – тип 3 (д), гранулите 99g4 – тип 4 (ж). Также показаны ПФ для соответствующих текстур (б, г, е, з), смоделированных из стандартных лоренцевых компонент. Равноплощадные проекции, линейный масштаб, одинаковый для соответствующих пар наборов ПФ.

ФРО и текстурных компонент имеет ряд преимуществ [102]. Например, если основные типы преимущественных ориентировок кварца (рис. 8) заданы с помощью наборов текстурных компонент, появляется возможность описать формирование и изменение текстур кварца в терминах изменения положения, ширины, формы и удельного объема, возникновения и исчезновения компонент. Полюсные фигуры простейшего варианта выбора таких компонент показаны на рис. 8.

Рис. 9. Полюсные фигуры кварца в текстурах, смоделированных с помощью подхода VPSC. Чистый сдвиг, сжатие по Z_A , растяжение по X_A , эквивалентная деформация 0.5, базисное (0001) $\langle 2\overline{11}0 \rangle$ и ромбоэдрическое { $10\overline{11}$ } $\langle \overline{121}0 \rangle$ скольжение (а); чистый сдвиг, сжатие по Z_A , растяжение по X_A , эквивалентная деформация 1.0, призматическое { $10\overline{10}$ } $\langle \overline{1210} \rangle$ скольжение (б). Деформация в плоскости $X_A Z_A$, простой сдвиг в направлении X_A , эквивалентная деформация 1.0, призматическое { $10\overline{10}$ } $\langle \overline{1210} \rangle$ скольжение (в). Равноплощадные проекции, линейный масштаб. Приводится по [51].

Все компоненты – стандартные лоренцевы, а для соответствия текстурам реальных образцов добавлена хаотическая текстурная компонента.

Текстуре типа 1 в соответствие поставлены два круговых распределения: $g_1 = \{0, 0, 0\}$ и $g_2 = \{0, 0, 60^\circ\}$, с одинаковой полушириной 12°. Отношение объема компонент, равное 1:1, отражает идеальное двойникование по дофинейскому закону. Для текстуры типа 2 к круговому распределению $g_1 =$ = $\{0, 0, 0\}$ добавлено волокно (0001) $\|Z_A$ в соотношении 1 : 1, полуширины компонент равны 30°. Тип 3 представлен одним волокном с полушириной 30°, ось которого совпадает с нормалью к плоскости (2023), а тип 4 — волокном с полушириной 25°; его ось направлена по нормали к (2021).

В последнее время в различных областях физики все шире используются нейронные сети, в том числе для классификации объектов и процессов по большому числу измеряемых параметров. На основе работ [51, 100, 101] могут быть созданы расширенные базы данных ФРО минералов, включающие также минеральный состав пород, размеры и форму зерен, термодинамические условия, скорости деформации, направления главных осей тензора механических напряжений и т.д. Эти базы можно использовать для тренировки нейронных сетей, которые будут проводить быструю типизацию ФРО и определение наиболее вероятных условий их формирования. Использование текстурных компонент для описания ФРО существенно упростит такую работу.

5.2. Исследования упругой анизотропии поликристаллических материалов и горных пород

Большой объем работ на дифрактометре СКАТ проводится для исследования связи преимущественных ориентаций кристаллитов, текстуры формы, трещиноватости и пористости с упругими свойствами материалов (для оптимизации их эксплуатационных свойств) и горных пород (для изучения сейсмической анизотропии литосферы) [15, 84, 103–111]. Важно, что измерения текстур и минерального состава с помощью дифракции нейтронов и нейтронная радиография проводятся на том же образце, что и ультразвуковые исследования, для которых размеры образца должны составлять несколько сантиметров.

Линейные упругие свойства кристаллов описываются с помощью тензоров четвертого ранга тензора упругости C_{ijkl} и тензора упругой податливости S_{ijkl} , симметричных по двум парам индексов и их перестановке, при этом точно выполняется инверсионное соотношение $C_{ijkl} = S_{ijkl}^{-1}$. При переходе к рассмотрению поликристаллического материала его упругие свойства можно формально описать как некоторое усреднение свойств составляющих его монокристаллов с весовыми коэффициентами, зависящими от ФРО. Такие (относительно) простые методы Фогта [112], Ройса [113], Хилла [114] и геометрического среднего [115] были применены для расчета упругих свойств мантийных горных пород [103], амфиболитов из Кольской сверхглубокой скважины [104], гнейсов из скважины Оутокумпу [109] и других материалов. Из рассчитанных с помощью этих методов упругих констант поликристалла были вычислены скорости упругих волн в породах и сопоставлены с результатами прямых ультразвуковых измерений. Несмотря на качественное соответствие модельных и экспериментальных распределений упругих волн, во многих случаях рассчитанная упругая анизотропия оказывалась ниже измеренной. Конечно, на измеренные скорости упругих волн влияет и присутствие в материале пор и трещин, "невидимых" для дифракции нейтронов. Однако в биотитовом гнейсе с глубины 818 м скважины Оутокумпу модельные скорости продольных упругих волн V_P в некоторых направлениях оказались более чем на 0.5 км/с выше скоростей, измеренных при давлении 200 МПа, при котором большая часть пор и трещин должна быть закрыта. Рассчитанный коэффициент упругой анизотропии гнейса при 200 МПа $A(V_P) = 100\% \cdot (V_{Pmax} - V_{Pmin})/V_{Pmean}$ оказался существенно ниже экспериментального значения [109]. В поликристаллическом графите ГР-280, используемом в кладке активной зоны ректоров типа РБМК, преимущественная ориентация зерен формируется в процессе экструзии графитового блока. Модельные значения V_{P} , полученные с помощью геометрического усреднения упругих свойств графита по ФРО, оказались примерно в 5 раз выше измеренных при давлении 150 МПа, а модельный коэффициент анизотропии $A(V_p)$, напротив, ниже на 70% [110].

Для преодоления расхождений требуются более сложные модели упругих свойств поликристаллов, учитывающие текстуры формы. Метод GeoMixSelf [116] использует комбинацию самосогласованного подхода с элементами геометрического среднего, чтобы рассчитать упругие свойства поликристалла, удовлетворяющие инверсионному соотношению. Для применения метода необходимо знать упругие свойства всех компонентов поликристалла, их объемное содержание, ФРО, формы зерен, пор и трещин, приближенные эллипсоидами, и их текстуры формы. Последнее требование усложняет применение Geo-MixSelf, поскольку требует для объемных образцов либо достаточно точных радиографических, либо многочисленных микроскопических исследований. Однако на практике часто реализуются два варианта связи ориентаций систем координат зерен К_Е с К_В или К_А, позволяющих легко рассчитать текстуру формы. Форма зерен может быть образована при некотором макроскопическом воздействии. Тогда К_Е фиксирована относительно К₄ и соответствующая ФРО формы зерен представляет собой дельта-функцию. Либо форма зерен связана с особенностями кристаллической

структуры: зерна графита и слюды имеют пластинчатую форму, обусловленную плоскостями спайности. В этом случае K_E фиксирована относительно K_B с некоторой ориентацией, с учетом которой можно вычислить текстуру формы из ФРО [117]. Плоские трещины и поры часто расположены вдоль вытянутых зерен и преимущественно ориентированы так же, как и эти зерна [111, 117].

Метод GeoMixSelf был применен для моделирования упругих свойств графита ГР-280 и их зависимости от приложенного давления [111]. Учет пластинчатой формы зерен графита и присутствия в материале двух типов пор: сферических и плоских, параллельных вытянутым зернам, позволил достичь отличного соответствия модельных и измеренных V_p в диапазоне давлений 0.1— 150 МПа. Для гнейса из скважины Оутокумпу, в котором анизотропия упругих свойств главным образом вызвана сильной текстурой слюды биотита, с помощью GeoMixSelf удалось построить удовлетворительную модель упругих свойств, в которой были учтены форма зерен слюды и тонкие поры, параллельные этим зернам [84].

Изучение упругих свойств гнейса из покрова Тамбо в центральных Альпах демонстрирует комплексный подход к подобным исследованиям, включающий в себя микроскопию, рентгеновскую и нейтронную томографию, нейтронную дифракцию, измерения скоростей продольных и поперечных упругих волн в широком диапазоне давлений [15]. Установлено, что гнейс в основном сложен четырьмя минералами: альбитом, ортоклазом, кварцем и мусковитом. Текстуры полевых шпатов и кварца слабые, $F_2 = 1.1 - 1.3$, а мусковит преимущественно ориентирован в плоскости фолиации породы, и его текстурный индекс равен 3.6. В породе присутствуют тонкие микротрещины с соотношением осей {1 : 1 : 0.01}, ориентированные параллельно зернам мусковита ("первичные" трещины). Наблюдаются "вторичные" трещины и в зернах мусковита, ориентированные в основном вдоль направления линейности породы, для них соотношение осей в среднем {1:0.01:0.05}. С помощью метода GeoMixSelf были построены модели упругих свойств Тамбогнейса при различных давлениях с использованием фиксированной формы трещин и двух свободных параметров (содержание первичных и вторичных трещин). На сферическом образце Тамбо-гнейса были проведены измерения скоростей и продольных, и поперечных волн в 132 различных направлениях. По результатам измерений были рассчитаны все компоненты упругого тензора и сопоставлены с моделями. На рис. 10 показаны распределения групповых скоростей в Тамбо-гнейсе по данным ультразвуковых измерений при давлении 100 МПа и соответствующая Geo-

Рис. 10. Групповые скорости упругих волн в Тамбо-гнейсе: продольных V_P , поперечных быстрых V_{S1} и медленных V_{S2} , и расщепление поперечных волн ΔV_S : а – результаты ультразвуковых измерений при давлении 100 МПа, б – модельные распределения. Приведены минимальное и максимальное значения скоростей и коэффициенты упругой анизотропии. Для V_{S1} белыми штрихами показаны поляризации волн. Равноплощадные проекции. Приводится по [15] с разрешения Охford University Press.

MixSelf модель, включающая 0.1 об.% первичных и 0.6 об.% вторичных пор. Было заключено, что модели хорошо описывают упругие свойства породы при давлениях более 100 МПа. При пониженных давлениях соответствие хуже, и модели нуждаются в усложнении. Очевидно, что существует распределение микротрещин по форме. С ростом давления первыми закрываются тонкие трещины, в процессе их закрытия может изменяться как усредненная форма трещин, так и распределение по ориентациям трещин разной формы. Учет этих процессов весьма затруднителен. Тем не менее результаты исследований [15, 84] подтверждают гипотезу [118] о том, что системы тонких трещин могут существовать в горных породах при давлениях несколько сотен МПа, т.е. на глубинах ~10 км.

Подробное обсуждение особенностей Geo-MixSelf в применении к моделированию полиминеральных горных пород, используемых приближений и ограничений, приводится в [15, 117, 119, 120]. Дальнейшие работы по этой теме могут быть направлены на создание простых моделей упругих свойств хорошо изученных участков земной коры, где известны текстуры и микроструктуры пород. Сопоставление этих моделей с результатами сейсмических наблюдений даст ценную информацию о строении литосферы Земли.

5.3. Исследования текстур материалов

На дифратометре СКАТ проводятся исследования текстур специальных сталей [121, 122], преимущественных ориентаций, формирующихся при росте раковин моллюсков различных видов [123], работы в области реакторного материаловедения [26, 110, 111, 124, 125]. Результаты изучения аустенитной стали [26] и графита ГР-280 [110, 111] рассмотрены в предыдущих разделах.

В большую работу [125] вошли измеренные на СКАТ текстуры экспериментальных труб из сплава Zr2.5%Nb, аналогичных используемым в энергетических реакторах типа CANDU, но прошедших модифицированную термомеханическую обработку, в результате которой в трубах формируются специфическая микроструктура и острая однокомпонентная текстура с ориентацией осей [0001] сплава в касательном, а нормалей к плоскостям { $10\overline{1}0$ } – в аксиальном направлении труб. Обнаружено, что текстура в конечной части трубы острее (в среднем $F_2 = 7.8$), чем в начальной ($F_2 = 6.5$).

Цилиндрическая заглушка тепловыделяющего элемента реакторов ВВЭР-1000, изготовленная из циркониевого сплава Э110, имеет характерную аксиальную текстуру [124], возникающую в процессе изготовления и термомеханической обработки. При отжиге нагартованной заглушки текстура становится острее (F₂ возрастает с 3.38 до 4.04) и изменяется ориентация текстурного волокна. Нормали к плоскостям {1430} параллельны оси нагартованной заглушки, нормали к плоскостям $\{32\overline{5}1\}$ — отожженной. Также в результате процесса производства в заглушке формируются остаточные механические напряжения 1-го рода, проявляющиеся в смещении дифракционных пиков относительно позиций, характерных для аналогичного материала без напряжений. Отжиг заглушки снимает напряжения.

Рис. 11. Развертка 1368 экспериментальных спектров заглушки из нагартованного сплава Э110 в соответствии с условным порядковым номером N_S (нижняя половина) и 1368 модельных спектров (верхняя половина) в зависимости от межплоскостного расстояния d (a); значения интенсивности показаны оттенками серого, где более темный оттенок соответствует большей интенсивности. Белые пунктирные линии соответствуют положениям дифракционных пиков ($10\overline{1}1$) и (0002) без учета остаточных напряжений. Показана установка координатной системы K_A в заглушке (б) и ПФ 0002 и $10\overline{1}1$ (в).

Анализ остаточных напряжений в текстурированном поликристалле по дифракционным данным представляет собой нетривиальную задачу с точки зрения аккуратной постановки эксперимента и теоретического описания эффектов [126. 127]. Для каждого дифракционного пика *hkl* измеряется только компонента тензора деформации в направлении вектора рассеяния q. В текстурированном поликристалле позиция пика d_{hkl} определяется всеми кристаллитами в соответствии с условием (6) (по аналогии со значением на ПФ, которое отражает объем всех кристаллитов, удовлетворяющих (6)). Эти кристаллиты поразному ориентированы относительно главных осей тензора остаточных напряжений, поэтому d_{hkl} представляет собой некоторую усредненную величину, и преобразование измеренного набора d_{hkl} в компоненты тензора напряжений требует учета как упругих свойств кристаллитов, так и их распределения по ориентациям. Соответствующие упругие модули — так называемые дифракционные (рентгеновские) упругие константы (ΠYK) можно вычислить с использованием нескольких подходов по аналогии с описанными в предыдущем разделе моделями упругих модулей поликристалла [126, 128, 129].

Анализ 1368 дифракционных спектров нагартованной заглушки с помощью модифицированного метода Ритвельда в программе MAUD был проведен в диапазоне межплоскостных расстояний d = 0.89-2.89 Å. При обработке была уточнена кристаллографическая текстура заглушки (дискретный метод E-WIMV [130], размер ячеек *G*-пространства 5° × 5° × 5°) и механические напряжения 1-го рода (ДУК вычислены с помощью метода BulkPathGeo [128] с учетом текстуры). В соответствии с аксиальной симметрией текстуры для тензора остаточных напряжений уточнялись только три независимые ненулевые компоненты: σ_{11} , σ_{33} , σ_{31} . В рассмотренный диапазон *d* попадает 13 дифракционных пиков с некратными *hkl.* Поскольку 19 детекторов дифрактометра СКАТ расположены так, что разница в полярных углах θ_v соответствующих им векторов рассеяния составляет 5° (рис. 5а), а вращение образца вокруг оси аксиальной текстуры не добавляет новой информации, потенциально имеется $19 \times 13 = 247$ независимых измерений положений пиков hkl. Однако из-за сильной текстуры заглушки интегральная интенсивность некоторых дифракционных пиков hkl на спектрах с некоторых детекторов СКАТ равна нулю, поэтому общее количество измеренных положений дифракционных пиков, по которым проходит расчет компонент тензора остаточных напряжений, меньше этого числа и составляет ~100.

Участки экспериментальных дифракционных спектров, содержащих пики ($10\overline{1}1$) и (0002), и соответствующая обработка по модифицированному методу Ритвельда показаны на рис. 11. Также приведены схема установки системы координат K_A в цилиндрической заглушке и ПФ. Видно, что позиция дифракционного пика ($10\overline{1}1$) смещается в зависимости от угла θ_y , и используемая модель остаточных напряжений корректно воспроизводит это смещение. Сравнение σ_{11} , σ_{33} , σ_{31} с результатами измерений на других нейтронных дифрактометрах приведено в табл. 1. Обращает на себя внимание значительное, ~150 МПа, растягиваю-

Таблица 1. Компоненты тензора остаточных механических напряжений 1-го рода σ_{ij} в нагартованном образце сплава Э110 по данным экспериментов на дифрактометре СКАТ и других нейтронных дифрактометрах [124]

Дифрактометр	σ ₁₁ , ΜΠa	σ ₃₃ , МПа	σ ₃₁ , МПа	N_i
E7, HZB*	166	0	-43	23
ФДВР, ОИЯИ	136	0	-5	17
СКАТ, ОИЯИ	142	-5	-1	~100

Примечание. N_i соответствует количеству независимых измерений положений дифракционных пиков различных семейств плоскостей {*hkl*} при различных направлениях вектора рассеяния **q** относительно оси образца.

* Измерения на дифрактометре Е7 были сделаны в измеряемом объеме 5 \times 5 \times 5 мм $^3.$

щее напряжение вдоль радиуса заглушки, которое может, например, облегчать диффузию водорода в этом направлении.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Количественный текстурный анализ приобрел свой современный вид в результате развития метолов измерения, описания и анализа преимущественных ориентациий кристаллитов, составляющих поликристаллы. Несмотря на ряд специфических ограничений, связанных как с экспериментальными методиками, так и с математическими методами описания статистического распределения кристаллитов по ориентациям, он представляет собой мощный инструмент для решения широкого круга задач. Благодаря особенностям дифракции тепловых нейтронов нейтронографический текстурный анализ занимает особую нишу, позволяя вместе с комплементарными методами проводить уникальные исследования на стыке кристаллографии, физики конденсированного состояния, геофизики и материаловедения. В центрах нейтронных исследований для анализа кристаллографических текстур создаются новые светосильные дифрактометры с детекторными системами, перекрывающими большой телесный угол, потенциально способные исследовать изменения текстуры in situ, например, в ходе деформационных процессов или структурных фазовых переходов.

Характеристики функционирующего в ЛНФ ОИЯИ времяпролетного текстурного дифрактометра СКАТ позволяют измерять кристаллографические текстуры объемных образцов с отличным разрешением, получая высококлассные научные результаты. Доступ к дифрактометру СКАТ открыт для заинтересованных исследователей в рамках проводящейся политики пользователей. Автор выражает благодарность А.В. Белушкину и Д.П. Козленко за предложение написать этот обзор; Х.-Р. Венку за предоставленные результаты VPSC-моделирования текстур кварца. Особая благодарность руководству ЛНФ ОИЯИ за организацию доступа к дифрактометру СКАТ; сотрудникам ЛНФ и университетов Киля и Бонна за поддержку и эксплуатацию инструмента. Автор признателен рецензенту за конструктивные замечания.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Bunge H.-J.* Texture analysis in materials science. Butterworths, 1982. 593 p.
- 2. *Wenk H.-R.* Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis. Academic Press Inc., 1985. 610 p. https://doi.org/10.1016/C2009-0-21826-5
- 3. *Matthies S., Vinel G.W., Helming K.* Standard distributions in texture analysis. Berlin: Akademie-Verlag, 1987. 442 p.
- 4. Kocks U.F., Tomé C.N., Wenk H.-R. Texture and anisotropy. Cambridge University Press, 1998. 676 p.
- Engler O., Randle V. Introduction to texture analysis. CRC Press, 2010. 456 p. https://doi.org/10.1201/9781420063660
- Wenk H.-R. Neutron diffraction texture analysis // Reviews in Mineralogy and Geochemistry. V. 63. Neutron Scattering in Earth Sciences / Ed. Wenk H.-R. The Mineralogical Society of America, 2006. P. 399. https://doi.org/10.2138/rmg.2006.63.15
- Wenk H.-R. Texture analysis by advanced diffraction methods // Modern diffraction methods / Eds. Mittemeijer E.J., Welzel U. Wiley-VCH Verlag, 2013. P. 173. https://doi.org/10.1002/9783527649884.ch7
- Brokmeier H.G., Yi S. Textures in engineering materials // Neutrons and synchrotron radiation in engineering materials science / Eds. Staron P. et al. Wiley-VCH Verlag, 2017. P. 55. https://doi.org/10.1002/9783527684489.ch3
- 9. Bunge H.-J. // Textures and Microstructures. 1988. V. 8–9. P. 55. https://doi.org/10.1155/TSM.8-9.55
- Matthies S., Wenk H.-R., Vinel G.W.// J. Appl. Cryst. 1988. V. 21. P. 285. https://doi.org/10.1107/S0021889888000275
- Bunge H.-J. // Textures and Microstructures. 1996. V. 25. P. 71. https://doi.org/10.1155/TSM.25.71
- 12. Иванкина Т.И., Mammuc 3. // Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2015. Т. 46. № 3. С. 662. https://doi.org/10.1134/S1063779615030077
- Ullemeyer K., Spalthoff P., Heinitz J. et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1998. V. 412. P. 80. https://doi.org/10.1016/S0168-9002(98)00340-4
- Keppler R., Ullemeyer K., Behrmann J.H., Stipp M. // J. Appl. Cryst. 2014. V. 47. P. 1520. https://doi.org/10.1107/S1600576714015830

- Vasin R.N., Kern H., Lokajicek T. et al. // Geophys. J. Int. 2017. V. 209. P. 1. https://doi.org/10.1093/gji/ggw487
- Kestens L.A.I., Pirgazi H. // Mater. Sci. Technol. 2016. V. 32. P. 1303. https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1231746
- Chateigner D., Hedegaard C., Wenk H.-R. // J. Struct. Geol. 2000. V. 22. P. 1723. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(00)00088-2
- 18. *Roe R.-J.* // J. Appl. Phys. 1965. V. 36. P. 2024. https://doi.org/10.1063/1.1714396
- 19. *Bunge H.-J.* // Z. Metallk. 1965. V. 56. P. 872. https://doi.org/10.1515/ijmr-1965-561213
- Rodrigues O. // Liouvillés Journ. Math. 1840. V. 5. P. 380.
- 21. *Frank F.C.* // Metall. Trans. A. 1988. V. 19. P. 403. https://doi.org/10.1007/BF02649253
- 22. Heinz A., Neumann P. // Acta Cryst. A. 1991. V. 47. P. 780. https://doi.org/10.1107/S0108767391006864
- Morawiec A., Pospiech J. // Textures and Microstructures. 1989. V. 10. P. 211.
- https://doi.org/10.1155/TSM.10.211 24. *Matthies S., Helming K., Kunze K. //* Phys. Status Soli-
- di. B. 1990. V. 157. P. 71. https://doi.org/10.1002/pssb.2221570105
- Fundenberger J.-J., Schaeben H., van den Boogaart K.G. // Mater. Sci. Forum. 2005. V. 495–497. P. 289. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.495-497.289
- 26. *Сумин В.В., Васин Р.Н., Папушкин И.В. и др.* // Атомная энергия. 2011. Т. 110. № 2. С. 78.
- 27. *Schaeben H.* // J. Appl. Phys. 1988. V. 64. P. 2236. https://doi.org/10.1063/1.341694
- Matthies S. // Mater. Sci. Forum. 2005. V. 495–497. P. 331. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.495-

497.331

- 29. *Matthies S.* // Phys. Status Solidi. B. 1980. V. 101. P. K111.
 - https://doi.org/10.1002/pssb.2221010247
- Ivanova T.M., Nikolayev D.I. // Phys. Status Solidi. B. 2001. V. 228. P. 825. https://doi.org/10.1002/1521-3951(200112)228:3%3C825::AID-PSSB825%3E3.0.CO;2-8
- Schaeben H. // Phys. Status Solidi. B. 1997. V. 200. N
 № 2. P. 367. https://doi.org/10.1002/1521-3951(199704)200:2%3C367::AID-PSSB367%3E3.0.CO:2-I
- Pursey H., Cox H.L. // The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science. 1954. V. 45 (362). P. 295. https://doi.org/10.1080/14786440308520452
- 33. Виглин А.С. // ФТТ. 1960. Т. 2. № 10. С. 2463.
- 34. *Williams R.O.* // J. Appl. Phys. 1968. V. 39. P. 4329. https://doi.org/10.1063/1.1656969
- 35. Imhof J. // Z. Metallk. 1977. V. 68. P. 38.
- 36. Imhof J. // Textures and Microstructures. 1982. V. 5. P. 73. https://doi.org/10.1155/TSM.5.73

- 37. *Ruer D., Baro R.* // J. Appl. Cryst. 1977. V. 10. P. 458. https://doi.org/10.1107/S002188987701396X
- Matthies S., Vinel G. // Phys. Status Solidi. B. 1982.
 V. 112. P. K111. https://doi.org/10.1002/pssb.2221120254
- Matthies S. // Mater. Sci. Forum. 2002. V. 408–412. P. 95. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.408-
- 412.95
 40. Pawlik K., Pospiech J., Lücke K. // Textures and Microstructures. 1991. V. 14–18. P. 25. https://doi.org/10.1155/TSM.14-18.25
- 41. Schaeben H. // Phys. Status Solidi B. 1988. V. 148. P. 63. https://doi.org/10.1002/pssb.2221480104
- Helming K. // Mater. Sci. Forum. 1998. V. 273–275. P. 125. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.273-275.125
- 43. Matthies S. // Phys. Status Solidi. B. 1979. V. 92. P. K135. https://doi.org/10.1002/pssb.2220920254
- 44. *Matthies S., Helming K.* // Phys. Status Solidi. B. 1982. V. 113. P. 569. https://doi.org/10.1002/pssb.2221130221
- 45. *Matthis S., Esling C.* // Textures and Microstructures. 1998. V. 30. P. 207. https://doi.org/10.1155/TSM.30.207
- 46. Лукин Л.И., Чернышев В.Ф., Кушнарев И.П. Микроструктурный анализ. М.: Наука, 1965. 124 с.
- 47. Adams B.L., Dingley D.J., Kunze K. et al. // Mater. Sci. Forum. 1994. V. 157–162. P. 31. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.31
- Davies P., Kockelmann W., Wynne B. et al. // Meas. Sci. Technol. 2008. V. 19(3). 034002. https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/3/034002
- 49. Engler O. // J. Appl. Cryst. 2009. V. 42. P. 1147. https://doi.org/10.1107/S0021889809041685
- Wenk H.-R., Bunge H.J., Jansen E. et al. // Tectonophysics. 1986. V. 126. P. 271. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90233-7
- Wenk H.-R., Yu R., Vogel S. et al. // Minerals. 2019.
 V. 9. № 5. 277. https://doi.org/10.3390/min9050277
- Soda Y., Wenk H.-R. // Tectonophysics. 2014. V. 615– 616. P. 199.
- https://doi.org/10.1016/j.tecto.2013.12.016
 53. Ullemeyer K., Braun G., Dahms M. et al. // J. Struct. Geol. 2000. V. 22. P. 1541.
- https://doi.org/10.1016/S0191-8141(00)00103-6
- 54. Wenk H.R., Pawlik K., Pospiech J. et al. // Textures and Microstructures. 1994. V. 22. P. 233. https://doi.org/10.1155/TSM.22.233
- Bacroix B., Chauveau T., Gargano P. et al. // Mater. Sci. Forum. 1994. V. 157-162. P. 301. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.301
- 56. Raabe D., Lücke K. // Phys. Status Solidi. B. 1993. V. 180. P. 59. https://doi.org/10.1002/pssb.2221800103

- 57. Lutterotti L., Matthies S., Wenk H.-R. et al. // J. Appl. Phys. 1997. V. 81. P. 594. https://doi.org/10.1063/1.364220
- Wenk H.-R., Matthies S., Donovan J. et al. // J. Appl. Cryst. 1998. V. 31. P. 262. https://doi.org/10.1107/S002188989700811X
- Beausir B., Fundenberger J.-J. Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX software, www.atex-software.eu, Université de Lorraine Metz, 2017.
- 60. *Pawlik K., Ozga P. //* Goettinger Arbeiten zur Geologie und Palaeontologie. 1999. № Sb4. P. 146.
- Bachmann F., Hielscher R., Schaeben H. // Solid State Phenomena. 2010. V. 160. P. 63. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63
- Kallend J.S., Kocks U.F., Rollett A.D. et al. // Textures and Microstructures. 1991. V. 14–18. P. 1203. https://doi.org/10.1155/TSM.14-18.1203
- Salzmann I., Resel R. // J. Appl. Cryst. 2004. V. 37. P. 1029. https://doi.org/10.1107/S002188980402165X
- 64. Bunge H.J. // Textures and Microstructures. 1989. V. 10. P. 265. https://doi.org/10.1155/TSM.10.265
- Birsan M., Szpunar J.A., Tun Z. et al. // Phys. Rev. B. 1996. V. 53. P. 6412. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.53.6412
- Zink U., Brokmeier H.-G., Bunge H. // Physica B. 1997. V. 234–236. P. 980.
- https://doi.org/10.1016/S0921-4526(96)01231-8
 67. *Artioli G.* // Appl. Phys. A. 2007. V. 89. P. 899. https://doi.org/10.1007/s00339-007-4215-2
- Leever S., Visser D., Kockelmann W. et al. // Physica B. 2006. V. 385–386. P. 542. https://doi.org/10.1016/j.physb.2006.05.355
- 69. Brockhouse B.N. // Can. J. Phys. 1953. V. 31. P. 339. https://doi.org/10.1139/p53-033
- Feldmann K., Betzl M., Andreeff A. et al. // Texture of Crystalline Solids. 1980. V. 4. P. 1. https://doi.org/10.1155/TSM.4.1
- Wenk H.-R., Vergamini P.J., Larson A.C. // Textures and Microstructures. 1988. V. 8–9. P. 443. https://doi.org/10.1155/TSM.8-9.443
- 72. Аксенов В.Л., Балагуров А.М. // Успехи физ. наук. 1996. Т. 166. № 9. С. 955. https://doi.org/10.3367/UFNr.0166.199609e.0955
- Булавин М.В., Васин Р.Н., Куликов С.А. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. 2016. №7. С. 3. https://doi.org/10.1134/S1027451016030071
- 74. Wenk H.-R., Lutterotti L., Vogel S. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 575. https://doi.org/10.1016/j.nima.2003.05.001
- Wenk H.-R., Lutterotti L., Vogel S.C. // Powder Diffr. 2010. V. 25. № 3. P. 283. https://doi.org/10.1154/1.3479004
- Ishigaki T., Hoshikawa A., Yonemura M. et al. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2009. V. 600. P. 189. https://doi.org/10.1016/j.nima.2008.11.137

- 77. Onuki Y., Hoshikawa A., Sato S. et al. // J. Appl. Cryst. 2016. V. 49. P. 1579. https://doi.org/10.1107/S160057671601164X
- Hannon A.C. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2005. V. 551. P. 88. https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.07.053
- 79. Conrad H., Brückel T., Schäfer W. et al. // J. Appl. Cryst. 2008. V. 41. P. 836. https://doi.org/10.1107/S0021889808022905
- Fenske J., Rouijaa M., Šaroun J. et al. // J. Phys.: Conference Series. 2016. V. 746. 012009. https://doi.org/10.1088/1742-6596/746/1/012009
- 81. *Rietveld H.M.* // J. Appl. Cryst. 1969. V. 2. P. 65. https://doi.org/10.1107/S0021889869006558
- 82. *Larson A.C., Von Dreele R.B.* General Structure Analysis System (GSAS). Los Alamos National Laboratory Report LAUR 86-748, 2004.
- Никитин А.Н., Иванкина Т.И., Уллемайер К. и др. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 5. С. 859. https://doi.org/10.1134/S1063774508050155
- Wenk H.-R., Vasin R.N., Kern H. et al. // Tectonophysics. 2012. V. 570–571. P. 123. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2012.06.023
- Keppler R., Stipp M., Behrmann J.H. et al. // J. Struct. Geol. 2016. V. 82. P. 60. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2015.11.006
- Kossak-Glowczewski J., Froitzheim N., Nagel T. et al. // Swiss J. Geosci. 2017 V. 110. P. 677. https://doi.org/10.1007/s00015-017-0270-7
- 87. *Никитин А.Н., Иванкина Т.И.* // Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2004. Т. 35. № 2. С. 347.
- 88. Лобанов К.В., Казанский В.И., Кузнецов А.В. и др. // Петрология. 2002. Т. 10. № 1. С. 30.
- 89. Иванкина Т.И., Никитин А.Н., Замятина Н.В. и др. // Физика Земли. 2004. № 4. С. 74.
- 90. Никитин А.Н., Иванкина Т.И., Уллемайер К. и др. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 5. С. 867. https://doi.org/10.1134/S1063774508050167
- 91. Müller A., Leiss B., Ullemeyer K. et al. // Int. J. Earth. Sci. 2011. V. 100. P. 1515. https://doi.org/10.1007/s00531-010-0590-6
- 92. Никитин А.Н., Иванкина Т.И., Уллемайер К. и др. // Кристаллография. 2008. Т. 53. № 5. С. 876. https://doi.org/10.1134/S1063774508050179
- 93. Rahl J.M., McGrew A.J., Fox J.A. et al. // Geology. 2018. V. 46. P. 195. https://doi.org/10.1130/G39588.1
- 94. Law R.D. // J. Struct. Geol. 2014. V. 66. P. 129. https://doi.org/10.1016/j.jsg.2014.05.023
- 95. Lebensohn R., Tomé C.A. // Acta Metall. Mater. 1993. V. 41. P. 2611.

https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90130-K

- 96. *Sander B.* Gefügekunde der Gesteine. Vienna: Springer, 1930. 354 p.
- 97. Schmid S.M., Casey M. Complete fabric analysis of some commonly observed quartz c-axis patterns // Mineral and Rock Deformation / Eds. Hobbs B., Heard H. 1986. V. 36. P. 263. https://doi.org/10.1029/GM036p0263

- Law R.D. // Geological Society. London, Special Publications. 1990. V. 54. P. 335. https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1990.054.01.30
- Helmstaedt H., Anderson O.L., Gavasci A.T. // J. Geophys. Res. 1972. V. 77. P. 4350. https://doi.org/10.1029/JB077i023p04350
- 100. Ben Ismail W., Mainprice D. // Tectonophysics. 1998.
 V. 296. P. 145. https://doi.org/10.1016/S0040-1951(98)00141-3
- 101. Satsukawa T., Ildefonse B., Mainprice D. et al. // Solid Earth. 2013. V. 4. P. 511. https://doi.org/10.5194/se-4-511-2013
- 102. Rafailov G., Caspi E.N., Hielsher R. et al. // J. Appl. Cryst. 2020. V. 53. P. 540. https://doi.org/10.1107/S1600576719014742
- 103. Никитин А.Н., Иванкина Т.И., Буриличев Д.Е. и др. // Физика Земли. 2001. № 1. С. 64.
- 104. Nikitin A.N., Ivankina T.I., Ullemeyer K. et al. // Физика Земли. 2001. № 1. С. 41.
- 105. Keppler R., Ullemeyer K., Behrmann J.H. et al. // Tectonophysics. 2015. V. 647. P. 89. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2015.02.011
- 106. Keppler R., Behrmann J.H., Stipp M. // J. Geophys. Res.: Solid Earth. 2017. V. 122. P. 5306. https://doi.org/10.1002/2017JB014181
- 107. Ivankina T.I., Zel I.Y., Lokajicek T. et al. // Tectonophysics. 2017. V. 712–713. P. 82. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2017.05.005
- 108. Ullemeyer K., Lokajíček T., Vasin R.N. et al. // Phys. Earth Planet. Inter. 2018. V. 275. P. 32. https://doi.org/10.1016/j.pepi.2018.01.001
- 109. Kern H., Ivankina T.I., Nikitin A.N. et al. // Tectonophysics. 2008. V. 457. P. 143. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2008.06.015
- 110. Lokajicek T., Lukas P., Nikitin A.N. et al. // Carbon. 2011. V. 49. P. 1374. https://doi.org/10.1016/i.carbon.2010.12.003
- 111. *Matthies S.* // J. Appl. Cryst. 2012. V. 45. P. 1.
- https://doi.org/10.1107/S002188981104338X
- 112. Voigt W. Theoretische Studien über die Elasticitätsverhältnisse der Krystalle. Göttingen, Dieterichsche Verlags-Buchhandlung, 1887. 100 p.
- 113. *Reuss A.* // Z. Angew. Math. Mech. 1929. V. 9. P. 49. https://doi.org/10.1002/zamm.19290090104
- 114. *Hill R.* // Proc. Phys. Soc. A. 1952. V. 65. P. 349. https://doi.org/10.1088/0370-1298/65/5/307

- 115. Matthies S., Humbert M. // J. Appl. Cryst. 1995. V. 28. P. 254. https://doi.org/10.1107/S0021889894009623
- 116. Matthies S. // Solid State Phenomena. 2010. V. 160. P. 87. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.87
- 117. Vasin R.N., Wenk H.-R., Kanitpanyacharoen W. et al. // J. Geophys. Res.: Solid Earth. 2013. V. 118. P. 3931. https://doi.org/10.1002/jgrb.50259
- 118. *Christensen N.I.* // J. Geophys. Res. 1974. V. 79. P. 407. https://doi.org/10.1029/JB079i002p00407
- 119. Vasin R.N., Lebensohn R.A., Matthies S. et al. // Geophysics. 2014. V. 79. P. D433. https://doi.org/10.1190/geo2014-0148.1
- 120. Kanitpanyacharoen W., Vasin R., Wenk H.-R. et al. // Geophysics. 2015. V. 80. P. C9. https://doi.org/10.1190/geo2014-0236.1
- 121. Lychagina T., Nikolayev D., Sanin A. et al. // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2015. V. 82. № 1. 012107. https://doi.org/10.1088/1757-899X/82/1/012107
- 122. Бокучава Г.Д., Васин Р.Н., Папушкин И.В. // Поверхность. Рентген., синхр. и нейтр. исследования. 2015. № 5. С. 3. https://doi.org/10.1134/S1027451015030039
- 123. Nikolayev D., Lychagina T., Pakhnevich A. // SN Appl. Sci. 2019. V. 1. 344. https://doi.org/10.1007/s42452-019-0355-1
- 124. Sumin V.V., Papushkin I.V., Vasin R.N. et al. // J. Nucl. Mater. 2012. V. 421. P. 64. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.11.053
- 125. Malamud F, Moya Riffo A., Vicente Alvarez M.A. et al. // J. Nucl. Mater. 2018. V. 510. P. 524. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.08.003
- 126. Noyan I.C., Cohen J.B. Residual stress Measurement by diffraction and interpretation. New York: Springer-Verlag, 1987. 276 p. https://doi.org/10.1007/978-1-4613-9570-6
- 127. Hauk V. Structural and residual stress analysis by nondestructive methods. Elsevier B.V., 1997. 640 p. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-82476-9.X5000-2
- 128. Matthies S., Priesmeyer H.G., Daymond M.R. // J. Appl. Cryst. 2001. V. 34. P. 585. https://doi.org/10.1107/S0021889801010482
- 129. Gnäupel-Herold T., Creuziger A.A., Iadicola M. // J. Appl. Cryst. 2012. V. 45. P. 197. https://doi.org/10.1107/S0021889812002221
- 130. Lutterotti L., Chateigner D., Ferrari S. et al. // Thin Solid Films. 2004. V. 450. P. 34. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2003.10.150