

УДК 538.97

## ПОГЛОЩЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ПРИ АНАЛИЗЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ОБРАЗЦАХ С ЦИЛИНДРИЧЕСКОЙ ГЕОМЕТРИЕЙ

С. В. ВЛАСЕНКО<sup>1)</sup>, А. И. БЕНЕДИКТОВИЧ<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Республика Беларусь

Исследовано влияние геометрии образца на учет поглощения рентгеновского излучения по мере его прохождения через образец. Рассмотрен случай цилиндрической геометрии, для которого выполнено теоретическое описание поглощения в образцах с такой геометрией. Полученные теоретические выражения использовались для учета поглощения рентгеновского излучения в железных проволоках при анализе остаточных напряжений. С помощью рентгеновской дифрактометрии установлены дифракционные профили при различных углах наклона и поворота вектора дифракции относительно нормали к поверхности образца. Экспериментальные данные были фитированы линейной зависимостью, так как в данном исследовании образцы предполагаются изотропными. На основании результатов процедуры фитирования определены значения компонент тензора напряжений. Установлено, что присутствуют отклонения от линейной зависимости. Это может быть связано с наличием анизотропии образца за счет присутствия текстуры или зависящего от направления взаимодействия зерен, из чего следует, что для более строгого описания полученных экспериментальных зависимостей нужно считать образцы анизотропными и дополнить анализ остаточных напряжений соответствующей теорией.

**Ключевые слова:** рентгеновская дифрактометрия; поглощение; остаточные напряжения; цилиндрическая геометрия; фитирование данных.

## X-RAY ABSORPTION IN THE ANALYSIS OF RESIDUAL STRESSES IN SAMPLES WITH CYLINDRICAL GEOMETRY

S. V. VLASENKO<sup>a</sup>, A. I. BENEDIKTOVITCH<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Belarusian State University, Nezavisimosti avenue, 4, 220030, Minsk, Republic of Belarus

Corresponding author: svetlana.vlasenko.bsu@gmail.com

In this paper the influence of sample geometry on taking into account the X-ray absorption when passing through the sample is investigated. The paper deals with the case of cylindrical geometry. For this case the theoretical description of absorption in the samples with such a geometry is carried out. The obtained theoretical expressions were used for taking into account the absorption of X-rays in iron wires in the analysis of residual stresses. With the help of X-ray diffractometry diffraction profiles under various tilt and rotation angles of diffraction vector with respect to sample normal were obtained. The experimental profiles were fitted by the linear dependence since in this investigation the samples are supposed to be isotropic. On the basis of the results of fitting procedure the components of stress tensor were determined.

---

### Образец цитирования:

Власенко С. В., Бенедиктович А. И. Поглощение рентгеновского излучения при анализе остаточных напряжений в образцах с цилиндрической геометрией // Журн. Белорус. гос. ун-та. Физика. 2017. № 1. С. 82–87.

### For citation:

Vlasenko S. V., Benediktovitch A. I. X-ray absorption in the analysis of residual stresses in samples with cylindrical geometry. *J. Belarus. State Univ. Phys.* 2017. No. 1. P. 82–87 (in Russ.).

---

### Авторы:

**Светлана Владимировна Власенко** – аспирантка кафедры теоретической физики и астрофизики физического факультета. Научный руководитель – А. И. Бенедиктович.  
**Андрей Игоревич Бенедиктович** – кандидат физико-математических наук; доцент кафедры теоретической физики и астрофизики физического факультета.

### Authors:

**Svetlana Vlasenko**, postgraduate student at the department of theoretical physics and astrophysics, faculty of physics.  
svetlana.vlasenko.bsu@gmail.com  
**Andrei Benediktovitch**, PhD (physics and mathematics); associate professor at the department of theoretical physics and astrophysics, faculty of physics.

It was established that there exist some deviations from linear dependence. It can be related to the presence of anisotropy of the sample because of texture or direction dependent grain interaction. It follows that for more rigorous description of the experimentally obtained dependencies it is necessary to consider the samples anisotropic and to supply the analysis of residual stresses with corresponding theory.

**Key words:** X-ray diffractometry; absorption; residual stresses; cylindrical geometry; data fitting.

## Введение

Вследствие различных технологических процессов в поверхностных слоях материалов возникают остаточные напряжения [1–3]. Их анализ представляет собой важную задачу, поскольку они могут ухудшать физические свойства материала. Определение остаточных напряжений обеспечивает возможность их уменьшения, что позволяет изменить условия создания и обработки материалов в целях улучшения их свойств.

Один из методов определения остаточных напряжений – рентгеновская дифрактометрия [4; 5]. Важным аспектом анализа с помощью рентгеновских методов является поглощение излучения по мере его прохождения через вещество. Учет поглощения зависит от геометрии образца. Для ряда образцов (например, проволоки) нельзя считать их геометрию плоской и необходимо учитывать наличие кривизны [6; 7].

В настоящей работе выполнен анализ остаточных напряжений в железных проволоках с использованием метода  $\sin^2\psi$ . При обработке рентгенодифракционных данных этих образцов учитываются особенности геометрии (цилиндрическая) в описании поглощения рентгеновского излучения по мере прохождения через вещество. На основе фитирования зависимостей  $d_{\phi\psi}(\sin^2\psi)$  линейной функцией были получены компоненты тензора напряжения.

## Теоретические основы

**Метод  $\sin^2\psi$ .** Данный метод является одним из наиболее распространенных при определении остаточных напряжений [4]. В настоящем исследовании будем считать образцы изотропными. В этом случае можно записать закон Гука, который связывает тензоры деформации  $\langle \epsilon_{ij}^S \rangle$  и напряжения  $\langle \sigma_{ij}^S \rangle$  в системе отсчета образца

$$\langle \epsilon_{ij}^S \rangle = S_{ijkl}^S \langle \sigma_{kl}^S \rangle,$$

где  $S_{ijkl}^S$  – тензор податливости в системе отсчета образца (S).

В случае измерения при помощи рентгеновского излучения получаем только одну компоненту тензора деформации  $\langle \epsilon_{33}^L \rangle$  относительно лабораторной (L) системы отсчета:

$$\epsilon_{\phi\psi}^{hkl} = \langle \epsilon_{33}^L \rangle.$$

Связать тензор деформации в лабораторной системе и системе отсчета образца можно посредством единичного вектора

$$m^S = (\sin\psi \cos\phi, \sin\psi \sin\phi, \cos\psi),$$

где  $\psi$  – угол наклона нормали к поверхности образца по отношению к вектору дифракции;  $\phi$  – угол, описывающий вращение образца относительно нормали. Тогда получим следующее выражение:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\phi\psi}^{hkl} &= \langle \epsilon_{33}^L \rangle = m_i \langle \epsilon_{ij}^S \rangle m_j; \\ \epsilon_{\phi\psi}^{hkl} &= \frac{1}{2} S_2 \sin^2\psi \left[ \langle \sigma_{11}^S \rangle \cos^2\phi + \langle \sigma_{12}^S \rangle \sin(2\phi) + \langle \sigma_{22}^S \rangle \sin^2\phi \right] + S_1 \left[ \langle \sigma_{11}^S \rangle + \langle \sigma_{22}^S \rangle + \langle \sigma_{33}^S \rangle \right] + \\ &+ \frac{1}{2} S_2 \left[ \langle \sigma_{13}^S \rangle \cos\phi \sin(2\psi) + \langle \sigma_{23}^S \rangle \sin\phi \sin(2\psi) + \langle \sigma_{33}^S \rangle \cos^2\psi \right]. \end{aligned} \quad (1)$$

Уравнение (1) называют законом  $\sin^2\psi$ .

**Поглощение рентгеновского излучения.** По мере прохождения рентгеновского излучения через вещество происходит ослабление интенсивности излучения:

$$I = I_0 \int_0^t \exp[-\tau(l_1 + l_2)] dV,$$

где  $l_1$  и  $l_2$  – пути падающего и дифрагированного рентгеновских излучений при прохождении через вещество;  $\tau$  – коэффициент поглощения;  $I_0$  – интенсивность падающей волны;  $t$  – толщина образца.

Метод измерения, используемый в настоящем исследовании для определения остаточных напряжений, предполагает наклон и вращение образца, при этом плоскость дифракции пересекает образец по эллипсу. В данном случае нельзя использовать выражения для плоского образца, поэтому пути, которые проходит излучение, должны быть рассчитаны в соответствии с особенностями геометрии (рис. 1).

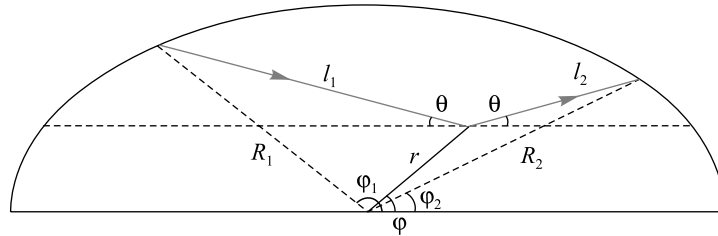


Рис. 1. Описание поглощения в образцах с цилиндрической геометрией:  
 $\theta$  – угол дифракции;  $\varphi$  – полярные координаты;  $R$  – радиус эллипса  
Fig. 1. The description of absorption in samples with cylindrical geometry:  
 $\theta$  – diffraction angle;  $\varphi$  – polar coordinate;  $R$  – ellipse axis

В случае эллиптического сечения величины  $l_2$ ,  $r$  и  $R_2$  связаны следующим соотношением:

$$\frac{l_2}{\sin(\varphi - \varphi_2)} = \frac{r}{\sin(\varphi_2 - \theta)} = \frac{R_2}{\sin(\varphi - \theta)}, \quad (2)$$

где  $R_2$  можно записать как

$$R_2 = \frac{b}{\sqrt{1 - e^2 \cos^2 \varphi_2}},$$

$$b = \frac{d}{2 \cos \psi}, \quad e = \sqrt{1 - \frac{b^2}{a^2}}, \quad a = \frac{d}{2 \cos \varphi},$$

где  $d$  – диаметр проволоки.

Тогда путь  $l_2$ , который проходит дифрагированный пучок, запишется как

$$l_2 = \frac{r \sin(\varphi - \varphi_2)}{\sin(\varphi_2 - \theta)}. \quad (3)$$

Используя равенства (2), можно получить выражение для угла  $\varphi_2$

$$\varphi_2 = \arccos \left[ \sqrt{\frac{-2mn + p^2 + \sqrt{p^2(-4m^2 - 4mn + p^2)}}{2(n^2 + p^2)}} \right], \quad (4)$$

где  $m$ ,  $n$  и  $p$  выражаются следующим образом:

$$m = s^2 \cos^2 \theta - r^2, \quad n = r^2 e^2 - s^2 \cos(2\theta), \quad p = s^2 \sin(2\theta), \quad s = \frac{b}{\sin(\varphi - \theta)}.$$

Для частного случая, когда  $\varphi = \theta$ ,  $l_2$  имеет вид

$$l_2 = \frac{b}{\sqrt{1 - e^2 \cos^2 \theta}} - r.$$

Таким образом, подставляя соотношение (4) в формулу (3), получим выражение для  $l_2$  как функции  $r$  и  $\varphi$ . Зависимость функции  $l_2$  от  $r$  при  $\varphi = \frac{\pi}{5}$  представлена на рис. 2. Аналогичным образом может быть получена зависимость  $l_1(r, \varphi)$ .

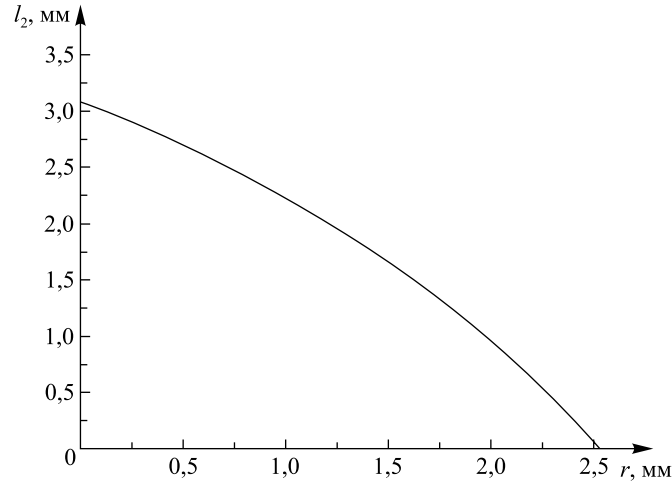


Рис. 2. Изменение пути  $l_2$  дифрагированного пучка при изменении глубины проникновения  $r$  при  $\varphi = \frac{\pi}{5}$  для  $d = 1,97$  мм

Fig. 2. The change of path of the diffracted beam  $l_2$  with the change of the penetration depth  $r$  for  $\varphi = \frac{\pi}{5}$  and  $d = 1.97$  mm

С учетом поглощения рентгеновского излучения полученные на основании измерений межплоскостные расстояния  $d_{\varphi\psi}$  представляют собой усредненные величины по отношению к глубине проникновения рентгеновского излучения  $z$ :

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(\tau) = \frac{d_{\varphi\psi}(\tau) - d_0}{d_0} = \frac{\int \varepsilon_{\varphi\psi}(z) e^{-z/\tau} dz}{\int e^{-z/\tau} dz},$$

где  $d_0$  – межплоскостное расстояние при отсутствии напряжений.

### Эксперимент

Измерения остаточных напряжений были выполнены на дифрактометре Ultima IV с использованием параллельного пучка ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 0,154\ 056$  нм). Поскольку в состав образцов входит железо, то наблюдается флуоресценция. Для ее уменьшения был использован монохроматор дифрагированного пучка, который улучшает соотношение «сигнал – шум» для таких материалов, а также щели Соллера –  $5^\circ$  и щель, ограничивающая расходимость, – 10 мм.

Получены дифракционные профили для железных проволок диаметрами  $d_1$ , равным 1,97 мм, и  $d_2$ , равным 1,2 мм, в диапазоне углов  $-75^\circ \leq \psi \leq 0^\circ$  для случаев  $\varphi = 0^\circ$  и  $\varphi = 45^\circ$ .

### Определение остаточных напряжений

На основе полученных выражений был проведен анализ остаточных напряжений в проволоках с использованием предложенного способа описания поглощения рентгеновского излучения в образцах с цилиндрической геометрией.

В настоящем исследовании предполагается, что тензор напряжения обладает аксиальной симметрией (на основе способа получения и обработки проволок). С учетом аксиальной симметрии задачи удобно использовать цилиндрическую систему координат для записи компонент тензора напряжений. В этой системе координат тензор напряжений будет иметь только две, не равные нулю, компоненты:  $\sigma_r$  и  $\sigma_\theta$ .

Построены зависимости деформации  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  от  $\sin^2\psi$  для фиксированных значений  $\varphi$ . Поскольку в рамках нашей модели образцы рассматриваются как изотропные, то зависимость  $\varepsilon_{\varphi\psi}(\sin^2\psi)$  должна быть линейной и экспериментальные данные вписываются линейной зависимостью. Результаты вписывания приведены на рис. 3 и 4. Получены значения компонент для тензора напряжений с учетом поглощения рентгеновского излучения. Для образца диаметром  $d = 1,97$  мм были получены значения  $\sigma_r = 0,71$  и  $\sigma_\theta = 0,53$  ГПа; для образца диаметром  $d = 1,2$  мм –  $\sigma_r = 0,96$  и  $\sigma_\theta = 0,61$  ГПа.

На рис. 3 и 4 видны отклонения от линейной зависимости, что может быть связано с анизотропией, например, вследствие наличия текстуры.

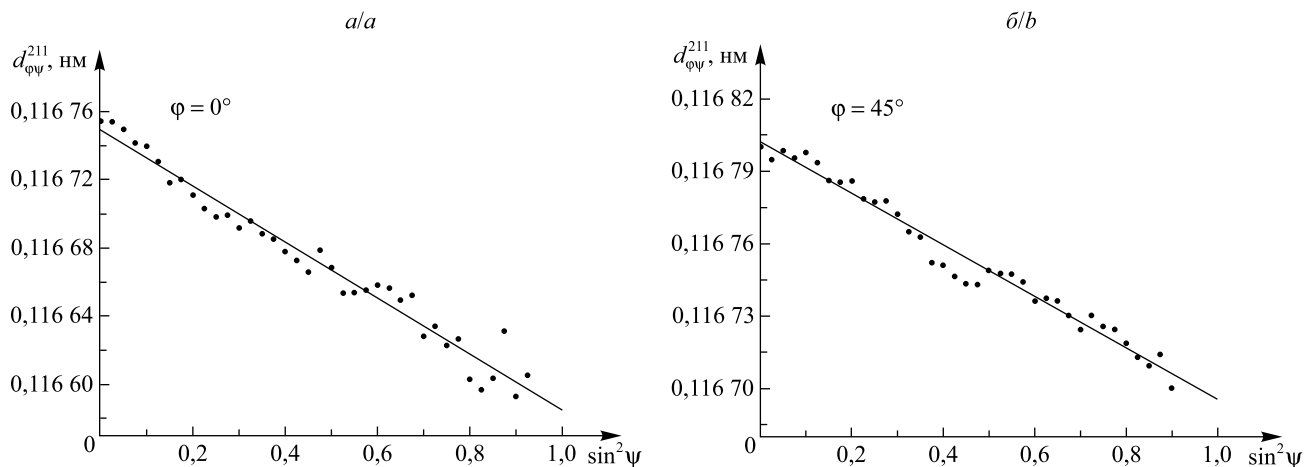


Рис. 3. Экспериментальные зависимости  $d_{\phi\psi}^{211}(\sin^2\psi)$  и результаты их фитирования линейной функцией в образце с  $d = 1,97$  мм для рефлекса 211 в случае углов  $\phi = 0^\circ$  (а) и  $\phi = 45^\circ$  (б):  
————— кривая фитирования; • экспериментальные данные

Fig. 3. Experimental dependencies  $d_{\phi\psi}^{211}(\sin^2\psi)$  and the results of fitting with the linear function for the sample with  $d = 1.97$  mm for 211 reflection for the angles  $\phi = 0^\circ$  (a) and  $\phi = 45^\circ$  (b):  
————— fitting curve; • experimental data

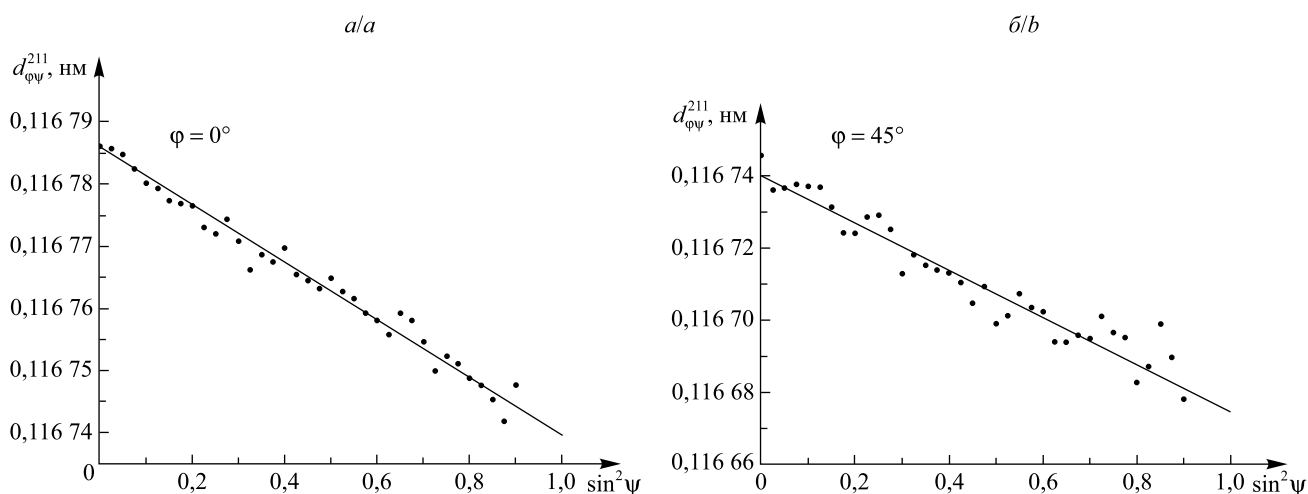


Рис. 4. Экспериментальные зависимости  $d_{\phi\psi}^{211}(\sin^2\psi)$  и результаты их фитирования линейной функцией в образце с  $d = 1,2$  мм для рефлекса 211 в случае углов  $\phi = 0^\circ$  (а) и  $\phi = 45^\circ$  (б):  
————— кривая фитирования; • экспериментальные данные

Fig. 4. Experimental dependencies  $d_{\phi\psi}^{211}(\sin^2\psi)$  and the results of fitting with the linear function for the sample with  $d = 1.2$  mm for 211 reflection for the angles  $\phi = 0^\circ$  (a) and  $\phi = 45^\circ$  (b):  
————— fitting curve; • experimental data

### Заключение

Таким образом, был выполнен анализ остаточных напряжений в проволоках с учетом поглощения рентгеновского излучения. Поглощение излучения описано с учетом особенностей геометрии образцов (цилиндрическая геометрия). С использованием метода  $\sin^2\psi$  определены компоненты тензора напряжения. В результате процедуры фитирования экспериментальных данных линейной функцией видно, что присутствуют отклонения от линейной зависимости для  $d_{\phi\psi}^{211}(\sin^2\psi)$ , что может быть связано с наличием анизотропии (например, присутствие текстуры). Из этого можно сделать вывод о том, что для более строгого описания полученных экспериментальных зависимостей следует считать образцы анизотропными и дополнить анализ остаточных напряжений соответствующей теорией.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Residual stresses in cold drawn ferritic rods / J. M. Atienza [et al.] // *Scripta Mater.* 2005. Vol. 52, issue 4. P. 305–309.
2. Experimental and numerical study of residual stress evolution in cold spray coating / R. Ghelichi [et al.] // *Appl. Surf. Sci.* 2014. Vol. 288. P. 26–33.
3. Elices M. Influence of residual stresses in the performance of cold-drawn pearlitic wires // *J. Mater. Sci.* 2004. Vol. 39, issue 12. P. 3889–3899.
4. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction / U. Welzel [et al.] // *J. Appl. Cryst.* 2005. Vol. 38, part 1. P. 1–29.
5. Welzel U., Mittemeijer E. J. Diffraction stress analysis of macroscopically elastically anisotropic specimens: on the concepts of diffraction elastic constants and stress factors // *J. Appl. Phys.* 2003. Vol. 93, issue 11. P. 9001–9011.
6. The influence of cylindrical geometry on X-ray stress tensor analysis. General formulation / M. Francois [et al.] // *J. Appl. Cryst.* 1995. Vol. 28, part 6. P. 761–767.
7. The influence of cylindrical geometry on X-ray stress tensor analysis. Applications / B. Dionnet [et al.] // *J. Appl. Cryst.* 1999. Vol. 32, part 5. P. 883–891.

REFERENCES

1. Atienza J. M., Martinez-Perez M. L., Ruiz-Hervias J., et al. Residual stresses in cold drawn ferritic rods. *Scripta Mater.* 2005. Vol. 52, issue 4. P. 305–309. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2004.10.010.
2. Ghelichi R., Bagherifard S., MacDonald D., et al. Experimental and numerical study of residual stress evolution in cold spray coating. *Appl. Surf. Sci.* 2014. Vol. 288. P. 26–33. DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.09.074.
3. Elices M. Influence of residual stresses in the performance of cold-drawn pearlitic wires. *J. Mater. Sci.* 2004. Vol. 39, issue 12. P. 3889–3899. DOI: 10.1023/B:JMSC.0000031470.31354.b5.
4. Welzel U., Ligot J., Lamparter P., et al. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction. *J. Appl. Cryst.* 2005. Vol. 38, part 1. P. 1–29. DOI: 10.1107/S0021889804029516.
5. Welzel U., Mittemeijer E. J. Diffraction stress analysis of macroscopically elastically anisotropic specimens: on the concepts of diffraction elastic constants and stress factors. *J. Appl. Phys.* 2003. Vol. 93, issue 11. P. 9001–9011. DOI: 10.1063/1.1569662.
6. Francois M., Dionnet B., Sprauel J. M., et al. The influence of cylindrical geometry on X-ray stress tensor analysis. General formulation. *J. Appl. Cryst.* 1995. Vol. 28, part 6. P. 761–767. DOI: 10.1107/S0021889895006868.
7. Dionnet B., Francois M., Sprauel J. M., et al. The influence of cylindrical geometry on X-ray stress tensor analysis. Applications. *J. Appl. Cryst.* 1999. Vol. 32, part 5. P. 883–891. DOI: 10.1107/S0021889899003829.

Статья поступила в редколлегию 30.06.2016.  
Received by editorial board 30.06.2016.