

**ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ**

14-99-57

На правах рукописи  
УДК 548.735.6: 53.088.23

Л-838

**ЛУЗИН**  
Владимир Владимирович

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ И МОДЕЛЬНОЕ  
ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА ИЗМЕРЕНИЯ  
ТЕКСТУРЫ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ  
МЕТОДОМ НЕЙТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ**

Специальность: 01.04.07 — физика твердого тела

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Дубна 1999

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И.М.Франка  
Объединенного института ядерных исследований

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Научные руководители

доктор физико-математических наук,  
профессор Аксенов В.Л.  
кандидат физико-математических наук  
Николаев Д.И.

Официальные оппоненты

доктор физико-математических наук  
профессор Озеров Р.П.  
кандидат физико-математических наук  
Серебряный В.Н.

Ведущая организация

Московский государственный  
инженерно-физический институт  
(технический университет), г. Москва

Защита состоится “\_\_\_” \_\_\_\_\_ 1999 года в \_\_\_\_ час. на заседании  
диссертационного совета Д.047.01.05 при Лаборатории нейтронной физики и  
Лаборатории ядерных реакций Объединенного института ядерных исследований  
г. Дубна, Московской области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ

Автореферат разослан “\_\_\_” \_\_\_\_\_ 1999 г.

Ученый секретарь

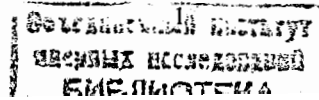
диссертационного совета

Попеко А.Г.

**Актуальность темы.** Подавляющее большинство промышленных изделий из металлов и керамик, а также геологические породы представляют собой с точки зрения материаловедения поликристаллы. Их свойства в значительной степени определяются кристаллической текстурой — закономерным распределением по ориентациям зерен, составляющих поликристалл.

Количественную информацию о текстуре получают с помощью различных экспериментальных методов. В настоящее время наиболее распространенным способом исследования текстур является дифракционный эксперимент по рассеянию рентгеновского излучения и нейтронов. Результат дифракционного эксперимента — полюсные фигуры (ПФ) индексов  $\{hkl\}$ , которые извлекаются из спектров, суть интегральные интенсивности соответствующих дифракционных рефлексов  $\{hkl\}$ . ПФ с определенными индексами  $\{hkl\}$  представляют собой эмпирическую плотность распределения вероятности на сфере направлений  $S^2$ , а значение ПФ в данном направлении  $\bar{y} \in S^2$  показывает удельный объем тех зерен поликристалла, которые имеют нормали к семейству плоскостей типа  $\{hkl\}$  (в текстурном анализе также используется термин “полюс” для упомянутых нормалей), совпадающими с  $\bar{y}$ .

Нейтронный дифракционный эксперимент имеет особое значение, поскольку позволяет исследовать текстуру таких образцов, которые невозможно изучать, по ряду причин, другими методами. Ярким примером является изучение текстур геологических материалов, для которых характерны большой размер зерен, низкая симметрия и многокомпонентность. В таком случае текстурные измерения с помощью рентгеновского излучения становятся затруднительными. Одна из причин этого — статистическая недостоверность результатов эксперимента. Например, для образцов с миллиметровыми размерами зерен рентгеновский эксперимент дает информацию только о приповерхностной области образца, поскольку глубина проникновения рентгеновского излучения



составляет не более десятков мкм. В результате текстурная информация получается от малого числа зерен, не обеспечивающих необходимой статистической выборки. Нейтронная дифракция в большой степени от этого ограничения свободна, поскольку глубина проникновения тепловых нейтронов составляет несколько см.

В Лаборатории нейтронной физики им. И.М.Франка ОИЯИ был создан нейтронный спектрометр высокого разрешения (НСВР)<sup>1</sup>, ориентированный именно на исследование текстур геологических материалов. Недавно начал работать новый спектрометр SKAT<sup>2</sup> (спектрометр для количественного анализа текстуры), позволяющий решать более общие задачи исследования динамического развития текстур в материалах при изменяющихся температурных условиях и внешних давлениях.

В связи с расширением круга исследуемых проблем и их усложнением, требования к качеству получаемых из эксперимента текстурных данных постоянно возрастают. Для корректного количественного описания текстур с помощью ПФ необходимо сформулировать критерий достоверности экспериментальных данных, в том числе, – статистической достоверности ПФ, и иметь возможность оценивать его количественно в реальных случаях. Обычно экспериментальные ПФ используются в дальнейшем для восстановления функции распределения ориентаций (ФРО). Эта задача является некорректной задачей решения интегрального уравнения Фредгольма 1-го рода и чувствительна к

<sup>1</sup> Вальтер К., Исаков Н.Н., Никитин А.Н., Уллемайер К., Хайнитц Й., “Исследование текстурного строения геоматериалов дифракционным методом с помощью нейтронного спектрометра высокого разрешения в Лаборатории нейтронной физики им. И.М.Франка”, Физика Земли, 1993, N6, с. 37–44.

<sup>2</sup> Ullemeyer K., Spalthoff P., Heinitz J., Isakov N.N., Nikitin A.N., Weber K., “The SKAT Texture Diffractometer at the Pulsed Reactor IBR-2 at Dubna: Experimental Layout and First Measurements”, Nucl. Instr. And Meth. A, 1998, v. 412, p. 80–88.

искажениям входных данных – ошибкам ПФ. Этот факт также подтверждает необходимость выработки обоснованных критериев достоверности экспериментальных ПФ. Более того, зная основные факторы, влияющие на достоверность экспериментальных ПФ, можно указать пути оптимизации текстурного эксперимента по измерению ПФ.

Целью диссертационной работы являлась разработка математических критериев достоверности экспериментальных ПФ, полученных из нейтронного дифракционного эксперимента по времени пролета. Достижение поставленной цели потребовало решения следующих основных задач.

1. Экспериментального исследования влияния статистической точности нейтронных данных (нейтронной статистики), представительности статистической выборки по числу кристаллитов в образце (статистики зерен) на экспериментальные ПФ в зависимости от параметров спектрометра.

2. Развития математического аппарата текстурного анализа для описания экспериментальных ПФ в терминах теории вероятности и математической статистики.

3. Установления статистического критерия достоверности для экспериментальных ПФ, полученных в нейтронном дифракционном эксперименте по времени пролета.

4. Развития количественной модели текстурного эксперимента и измеряемого текстурированного образца, а также разработки методов расчета критерия достоверности экспериментальных ПФ в зависимости от параметров спектрометра, статистики зерен, наличия характерного распределения зерен по объему.

**Научная новизна** исследований, составляющих основное содержание диссертации, состоит в следующем.

Впервые проанализирована статистическая сущность экспериментальных ПФ. Показано, что ПФ, измеренные методом дифракции нейтронов по времени

пролета, связаны с процессом их измерения. Установлена зависимость достоверности экспериментальных ПФ от параметров спектрометра (геометрической части функции разрешения), нейтронной статистики, статистики зерен, распределения зерен по объему.

Впервые разработана и применена для спектрометра НСВР экспериментальная методика комплексного исследования влияния параметров спектрометра, нейтронной статистики, статистики зерен на качество измеряемых ПФ.

Впервые введен количественный критерий достоверности экспериментальных ПФ, который учитывает их статистическую природу. Разработаны методы для количественного расчета этого критерия в зависимости от параметров спектрометра, нейтронной статистики, статистики зерен, вида распределения зерен по объему в образце. Приведены практические примеры расчета на модельных данных.

**Научная и практическая ценность.** Впервые разработанный подход к статистическому анализу экспериментальных ПФ позволил как выявить и объяснить причины возникновения ошибок при измерении ПФ, так и описать их количественно. Разработан статистический подход к интерпретации экспериментальных ПФ в отличие от общепринятого детерминистского описания. В данной работе установлены основные статистические факторы (нейтронная статистика, статистика зерен, распределение зерен по объему), которые обуславливают статистическую достоверность ПФ, получаемых в текстурном эксперименте.

Разработанный подход применен к описанию статистических ошибок ПФ, связанных с вышеперечисленными факторами, для прогноза ожидаемых ошибок экспериментальных ПФ. Он позволяет дать конкретные рекомендации для улучшения качества экспериментальных ПФ. В зависимости от числа зерен в образце и доступной информации о распределении зерен по объему определяется оптимальная постановка текстурного эксперимента, которая минимизирует как

ошибки экспериментальных ПФ, так и время измерения. Оптимальная постановка текстурного эксперимента означает выбор соответствующего покрытия ПФ и сетки измерения. Для случая, когда постановка оптимального эксперимента не может быть достигнута (например, из-за конструктивных особенностей спектрометра), предложено применять процедуру оптимального сглаживания ПФ, которая минимизирует ошибки ПФ. Сформулированные условия к оптимизации текстурного эксперимента выдвигают также требования к параметрам спектрометра, позволяющие реализовать процедуру оптимальных измерений.

**Апробация диссертации.** Основные результаты работы были доложены на конференциях "Mathematical Methods of Texture Analysis" (Дубна, 1995), "Eleventh International Conference on Textures of Materials" (ICOTOM-11, Xi'an, China, 1996), "Neutron Textures and Stress Analysis" (Дубна, 1997) и "International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals" (Clausthal, Germany, 1997).

**Публикации.** Основные результаты исследований опубликованы в 6 работах в виде статей (список приведен в конце автореферата).

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, четырех глав и списка цитированной литературы. Работа содержит 126 страниц, включая 44 рисунка, 7 таблиц, 186 наименований литературы.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследований, перечислены основные положения, выносимые на защиту. Показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов, даны сведения об объеме и структуре диссертации, публикациях, апробации основных результатов диссертации на конференциях.

**В первой главе**, наряду с определением основных понятий количественного текстурного анализа, дается обзор основных методов исследования текстур, их особенностей и возможностей. В параграфе 1.1 даны общепринятые определения ориентации, ФРО, ПФ, приведено соотношение между ними, перечислены методы восстановления ФРО по ПФ.

Исходным понятием в текстурном анализе является понятие ориентации или вращения  $g$ . Множество всех вращений трехмерного евклидова пространства (множество линейных преобразований евклидова пространства  $R^3$ , сохраняющих расстояние между точками пространства и не меняющее ориентацию этого пространства) определяется группой вращений  $SO(3)$ . Углы Эйлера  $\{\alpha, \beta, \gamma\}$  однозначно определяют все элементы группы вращений.

Функция распределений ориентаций (ФРО)  $f(g)$ , с точностью до нормировки, есть плотность распределения вероятности, определенная на группе вращений  $SO(3)$ . Она описывает объемную долю кристаллитов в образце, имеющих ориентации в окрестности  $dg$  определенного элемента группы вращений  $g$ :

$$f(g)dg \sim \frac{dV(g)}{V}, \quad \int_{SO(3)} f(g)dg = \int_{SO(3)} f(g) \sin \beta d\alpha d\beta d\gamma = 8\pi^2. \quad (1)$$

Рассмотрим произвольное ориентационное упорядочение множества кристаллитов, составляющих поликристалл, с ФРО  $f(g)$ . Пусть они распределены по ориентациям так, что суммарная объемная доля кристаллитов, имеющих направление вектора обратной решетки  $\bar{r}_{hkl}$  такое, что  $\bar{r}_{hkl} \parallel \bar{y}$ , описывается плотностью распределения вероятности на сфере  $S^2$ ,

$$P_{hkl}(\bar{y}; \bar{y} \parallel \bar{r}_{hkl}) d\omega(\bar{y}) \sim \frac{dV(\bar{y} \parallel \bar{r}_{hkl})}{V}, \quad \int_{S^2} P_{hkl}(\bar{y}) d\omega(\bar{y}) = 4\pi, \quad (2)$$

где при указанной нормировке  $P_{hkl}(\bar{y})$  называется ПФ индексов  $\{hkl\}$ . В (2)  $\bar{y}$  – единичный вектор направления (на единичной сфере  $S^2$ ), заданный в системе координат образца, а  $\bar{r}_{hkl}$  задан в лабораторной системе. Связь между ФРО (1) и

ПФ (2) устанавливает интегральное соотношение следующего вида (без учета кристаллической симметрии):

$$P_{hkl}(\bar{y}) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\{\bar{r}_{hkl}, \varphi\}^{-1}\{\bar{y}, 0\}) d\varphi, \quad (3)$$

где использовано новое обозначение вращения  $\{\bar{r}_{hkl}, \varphi\} \equiv \{\psi, \vartheta, \varphi\}$  если  $(\vartheta, \psi)$  – сферические углы вектора  $\bar{r}_{hkl} = (\vartheta, \psi)$ . Неразличимость направлений  $\bar{r}_{hkl}$  и  $-\bar{r}_{hkl}$  в дифракционном эксперименте приводит к симметризации ПФ (3) следующего вида:

$$\tilde{P}_{hkl}(\bar{y}) = \frac{1}{2} [P_{hkl}(\bar{y}) + P_{-(hkl)}(\bar{y})]. \quad (4)$$

Определения ФРО по конечному числу редуцированных ПФ (4) является основной задачей количественного текстурного анализа.

В параграфах 1.2 – 1.5 дано описание экспериментальных методов исследования текстур и способов обработки экспериментальных данных. Эти методы классифицируются по типу экспериментально получаемых данных: методы определения ФРО (локальная электронная микроскопия по определению индивидуальных ориентаций) и методы определения ПФ (рентгеновская и нейтронная дифракция). Показано, что для обоих случаев остро стоит вопрос о статистической достоверности экспериментально измеренных текстурных данных, поскольку число зерен в типичных образцах обычно лежит в интервале  $10^3 - 10^6$ . Отдельно (параграф 1.6) рассмотрен вопрос о современном состоянии проблемы достоверности ПФ (ФРО).

**Во второй главе** рассмотрены особенности нейтронного дифракционного эксперимента по времени пролета в случае текстурных исследований. В параграфе 2.1 обоснованы физические принципы нейтронного текстурного эксперимента и введены основные понятия, необходимые для дальнейшего анализа поставленных задач.

Истинная ПФ  $P_{hkl}^i(\bar{y})$  – плотность распределения на сфере, относящаяся к генеральной совокупности ориентаций. Измеряемая ПФ  $P_{hkl}^e(\bar{y})$  – плотность

распределения на сфере, принципиально доступная для измерения в эксперименте, когда нет влияния статистических факторов (нейтронной и ориентационной статистики). Она связана с истинной ПФ интегральным соотношением типа свертки:

$$P_{hkl}^i(\bar{y}; \bar{y}||\bar{e}) = \int K(\bar{e}' - \bar{e}) P_{hkl}^i(\bar{y}; \bar{y}||\bar{e}') d\omega(\bar{e}') \quad (5)$$

и может быть представлена как результат действия интегрального сглаживающего оператора на истинную ПФ с интегральным ядром  $K$ . Экспериментальная ПФ  $P_{hkl}^e(\bar{y}_j)$  – эмпирическое распределение (гистограмма), заданная в узлах дискретной сетки  $\Gamma = \{\bar{y}_j\}$  на сфере  $S^2$ . Экспериментальная ПФ соответствует ограниченному выборкам как нейтронов, так и ориентаций кристаллитов образца.

Введено понятие  $R$ -фактора, как количественного критерия статистической достоверности экспериментальных ПФ. Он определен как среднее значение от нормированных ожидаемых ошибок по узлам сетки измерения ПФ

$$R \equiv R(\varepsilon, t, e) = \frac{1}{J'} \sum_{j=1}^{J'} \sqrt{\mathbf{M} \left\{ \left( \frac{P_{hkl}^i(\bar{y}_j) - P_{hkl}^e(\bar{y}_j)}{P_{hkl}^i(\bar{y}_j)} \right)^2 \right\}}, \quad \Gamma = \{\bar{y}_j\}. \quad (6)$$

Наконец введено понятие элемента покрытия ПФ  $\Omega_j$  (как характерной области определения интегрального ядра  $K$  в (5)), которое связано с геометрической частью функции разрешения спектрометра. При проведении сканирования по различным направлениям в текстурном эксперименте элементы  $\Omega_j$  регулярным образом (в соответствии с измерительной сеткой) покрывают сферу направлений, образуя покрытие ПФ. Для текстурного эксперимента смысл покрытия состоит в том, что вклад в измеряемый сигнал дают только те кристаллиты, чьи полюса  $\bar{y}$  “попадают” в какой-либо элемент покрытия  $\Omega_j$ . Все другие кристаллиты не “участвуют” в измерении, уменьшая, тем самым, статистику зерен.

В параграфе 2.2 для конкретных спектрометров СКАТ и НСВР рассчитаны покрытия ПФ, соответствующие характеристикам данных спектрометров.

Использованные в расчетах параметры геометрической части разрешения тестировались на данных по зависимости полного разрешения спектрометра от длины волны нейтрона. На основе сделанных оценок показано, что для обоих спектрометров покрытие неплотное – суммарно все элементы покрытия покрывают не более 1/50 части полусферы направлений. Это означает, что в эксперименте “участвует” только небольшая доля общего числа кристаллитов образца.

В параграфе 2.3 аналитически показано влияние статистики нейтронных данных (далее – нейтронная статистика) на экспериментальные ПФ в случае, когда интегральные интенсивности рефлексов извлекаются из спектров как площадь под пиком с учетом фона, который определяется по областям, примыкающим к области пика. Показано, что для такой оценки интегральной интенсивности  $R$ -фактор (6) уменьшается с ростом времени измерения  $t$  по закону

$$R(\varepsilon, t, e) \approx \frac{1}{J'} \sum_{j=1}^{J'} \sqrt{\frac{\left( P_{hkl}^i(\bar{y}_j) - P_{hkl}^e(\bar{y}_j) \right)^2}{\left( P_{hkl}^i(\bar{y}_j) \right)^2} + \frac{1}{P_{hkl}^i(\bar{y}_j)} \frac{T}{t} \left( 1 + \frac{B}{Y} \left( 1 + \frac{N_p}{N_b} \right) \right)}, \quad (7)$$

т.е. ошибка нейтронной статистики убывает как  $1/\sqrt{t}$  (второе слагаемое). Во втором слагаемом значение  $Y/B$  есть отношение “сигнал/фон” в области пика, а  $N_p$  и  $N_b$  – число каналов в области пика и фона, соответственно, в рассматриваемом участке спектра. Первый член под знаком корня в (7) – ошибка аппроксимации – есть мера различия истинной ПФ  $P_{hkl}^i(\bar{y}_j)$  и измеряемой  $P_{hkl}^e(\bar{y}_j)$  (5).

В параграфе 2.4 на примере экспериментальных измерений ПФ на типичном кварцевом образце с различным временем экспозиции показано, что закон  $1/\sqrt{t}$  выполняется для вышеуказанной процедуры оценки интегральной интенсивности. Кроме того, был применен метод профильного анализа для тех же наборов данных. Показано, что кроме возможности разделения перекрывающихся рефлексов, применение этого метода дает меньшую экспериментальную ошибку,

связанную с нейтронной статистикой. Анализ экспериментальных данных в зависимости от времени измерения проводился с помощью  $QRP$ -фактора

$$QRP(\varepsilon, P_{hkl}^e(\bar{y}_j)) = \frac{1}{J'} \sum_{j=1}^{J'} \frac{\Delta P_{hkl}^e(\bar{y}_j)}{P_{hkl}^e(\bar{y}_j)}, \quad (8)$$

аналогичного по форме  $R$ -фактору (6). Значения оценок стандартного отклонения  $\Delta P_{hkl}^e(\bar{y}_j)$ , соответствующих значениям ПФ  $P_{hkl}^e(\bar{y}_j)$  в точках  $\bar{y}_j$  (оценкам интегральной интенсивности пика  $(hkl)$ ), извлекались из спектров в приближении пуассоновского потока регистрируемых нейтронов во временных каналах. Показано, что, независимо от способа обработки спектров, нейтронная статистика приводит к статистическим ошибкам ПФ на уровне единиц процентов (1–5% при 5–10-минутных измерениях в одной точке сетки измерения). Уменьшение ошибок нейтронной статистики с увеличением времени экспозиции проиллюстрировано на рис. 1 для трех пиков различной интенсивности (их относительные интенсивности в порошковом спектре 1, 0.125, 0.021).

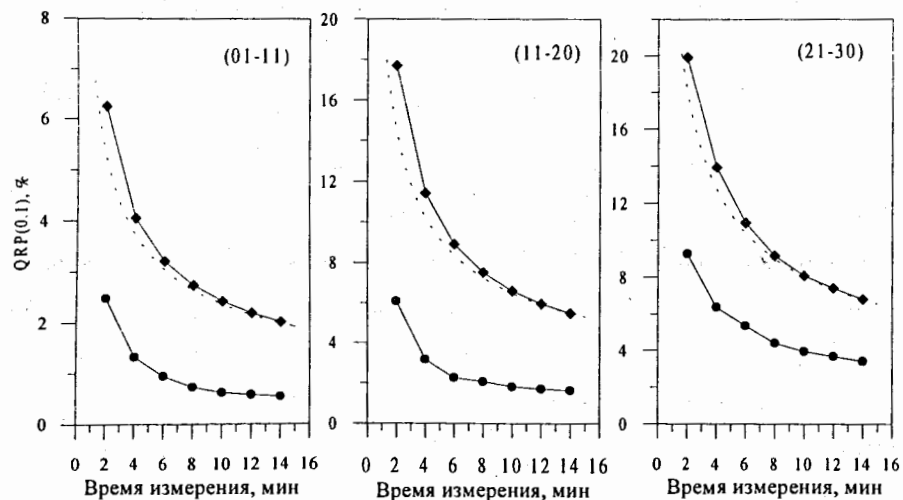


Рис. 1. Уменьшение ошибки нейтронной статистики с увеличением времени измерения. Нижняя кривая – результат профильного анализа; верхняя – оценка интегральной интенсивности простым интегрированием пика с учетом фона. Для второй кривой также приведена аппроксимирующая кривая с законом убывания  $1/\sqrt{t}$

**Третья глава** посвящена экспериментальному изучению влияния статистики зерен на ПФ, получаемым в нейтронном текстурном эксперименте по времени пролета. Измерения ПФ были выполнены на спектрометре НСВР (ЛНФ ОИЯИ). Важной стадией выполнения экспериментов являлся выбор образцов. В распоряжении имелось 4 типичных (с точки зрения текстуры, материала, объема, зернистости и т.д.) образца, взятых из одного и того же куска кварцевой породы, в котором имелись области с относительно мелким и крупным размером зерен. Два образца были вырезаны из мелкозернистой части, число зерен в которых было оценено как  $\sim 10^6$ , а два образца – из крупнозернистой части с числом зерен  $\sim 10^5$ . Было сделано предположение, подтвержденное в дальнейшем экспериментально, что все образцы обладают идентичной текстурой.

В параграфе 3.1 изложено экспериментальное исследование влияния статистики зерен на экспериментальные ПФ. Сравнивались наборы из 6 ПФ, измеренные на двух образцах одного объема и одной степени зернистости. Образцы измерялись в максимально близких взаимных ориентациях. Количественным сравнением этих наборов ПФ с помощью  $RP$ -фактора

$$RP = \frac{1}{J'} \sum_{j=1}^{J'} \frac{|P_{hkl}^{\varepsilon,1}(\bar{y}_j) - P_{hkl}^{\varepsilon,2}(\bar{y}_j)|}{P_{hkl}^{\varepsilon,1(2)}(\bar{y}_j)} \quad (9)$$

было показано, что расхождение между ПФ от мелкозернистых образцов достигает  $\sim 20\%$  (от 12% до 38% для отдельных ПФ). Поскольку такой результат невозможно объяснить только нейтронной статистикой, то был сделан вывод о существенном влиянии статистики зерен на экспериментальные ПФ. Это утверждение также подтверждает 47%-ое расхождение (соответственно, от 37% до 60% для отдельных ПФ) для крупнозернистой пары образцов (при той же нейтронной статистике и том же объеме образцов).

В параграфе 3.2 утверждение о существенном влиянии статистики зерен на результаты эксперимента было подтверждено другим типом эксперимента. Были произведены измерения одного и того же образца в двух различных ориентациях. Приведенные затем в одну систему координат наборы измеренных ПФ

сравнивались, опять же, по  $RP$ -фактору (9). Для мелкозернистого образца получено значение 27%, а для крупнозернистого – 44%. Таким образом, в соответствии со сказанным в параграфе 2.1, измерения в двух разных ориентациях были интерпретированы как измерения, выполненные на двух разных ориентационных выборках. Каждая из указанных выборок имеет объем порядка  $1/50$  от полного числа кристаллитов образца, поэтому наблюдаемые расхождения наборов ПФ имеют те же значения, что и в случае физически различных образцов.

В этом же параграфе приведены результаты эксперимента, выполненные по вышеуказанной схеме, но при увеличенном размере элементов покрытия. Это увеличение было достигнуто за счет изменения условий вторичной коллимации (одна из составляющих геометрической части функции разрешения). В результате изменения геометрических условий вторичной коллимации было достигнуто увеличение элемента покрытия примерно в два раза при одновременном незначительном ухудшении разрешения спектрометра. Сравнение наборов ПФ от одного образца, измеренного в двух ориентациях, обнаружило относительно лучшие результаты: 14% и 22% соответственно для мелко- и крупнозернистого образцов. Таким образом, продемонстрировано положительное влияние увеличения элемента покрытия на качество экспериментальных ПФ.

Параграф 3.3 имел целью сравнить между собой наборы ПФ от мелко- и крупнозернистого образца, проиллюстрировать как ухудшение статистики зерен влияет на экспериментальные ПФ и показать, что сглаживание ПФ может быть использовано для понижения статистических ошибок. На рис. 2 приведены результаты главы в виде диаграммы основных полученных соотношений.

В четвертой главе приведено изложение разработанных методов расчета  $R$ -фактора (6), исходя из данных о типе текстуры, числе зерен в образце и параметрах покрытия. Данные методы были использованы не только для прогноза ожидаемых ошибок измерения ПФ, но и для определения понятия оптимального текстурного эксперимента, который минимизирует полную ошибку ПФ. Также определено понятие оптимального сглаживания ПФ, которое приводит к тому же

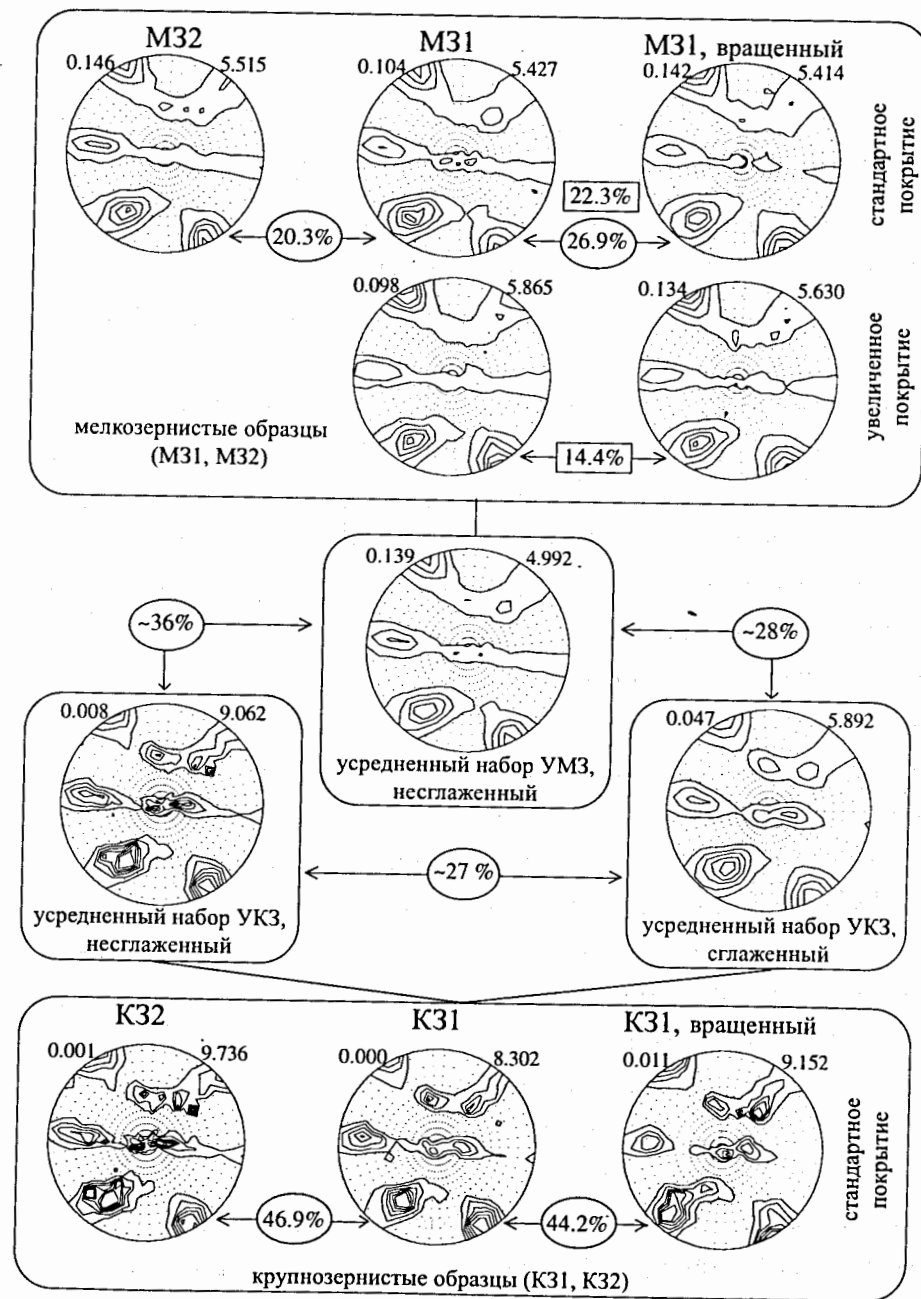


Рис. 2. Диаграмма основных соотношений между наборами ПФ. Представлено по одной ПФ  $\{11-20\}$  от каждого набора



минимуму полной ошибки ПФ. Рассмотрено влияние распределения зерен образца по объему на достоверность экспериментальных ПФ.

В параграфе 4.1 представлено описание двух методов расчета  $R$ -фактора (6) исходя из имеющейся информации о параметрах спектрометра, условиях эксперимента (сетка измерения, покрытие ПФ) и характеристиках образца (число зерен в образце, текстура). Один метод основан на использовании вероятностного подхода для расчета  $R$ -фактора (6). В предположении равных объемов всех  $N$  кристаллитов, составляющих образец, и модельном покрытии, связанным с равноугловой сеткой измерения, данным методом получена оценка ожидаемой ошибки ПФ в виде

$$R \approx \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \sqrt{\frac{(P_{hkl}^i(\bar{y}_j) - P_{hkl}^i(\bar{y}_j))^2}{(P_{hkl}^i(\bar{y}_j))^2} + \frac{1}{N} \frac{1-p_j}{p_j}}, \quad (10)$$

где  $p_j = \text{Prob}\{\bar{y}_n \in \Omega_j\} = \int_{\Omega_j} P_{hkl}^i(\bar{y}) d\omega(\bar{y}) = \frac{\|\Omega_j\|}{4\pi} P_{hkl}^i(\bar{y}_j)$  – вероятность “попадания” полюса  $\bar{y}_n$  в элемент покрытия  $\Omega_j$  (т.е. вероятность события  $\bar{y}_n \in \Omega_j$ ) определяется текстурой в образце.

Второй метод для оценки  $R$ -фактора (6) основан на генерации случайных ориентаций, отвечающих заданному распределению на группе вращений. Показано, что для этих целей может быть использован процесс броуновского движения (диффузии) на трехмерной гиперсфере  $S^3$  в четырехмерном евклидовом пространстве  $\mathbb{R}^4$ . Используя изоморфизм между элементами группы вращений  $g \in SO(3)$  и точками полусферы  $\bar{r} \in S^3 \subset \mathbb{R}^4$ , указанное броуновское движение переносится на  $SO(3)$ . Это приводит к предельному (нормальному) распределению с плотностью на группе вращений  $SO(3)$  вида

$$\rho(\bar{r}) = \frac{1}{2\pi^2} \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp\{-l(l+1)D\} \frac{\sin((2l+1)\frac{\omega}{2})}{\sin(\frac{\omega}{2})}. \quad (11)$$

Коэффициент  $D$  есть предел  $D = \lim_{\substack{\Lambda \rightarrow 0 \\ t \rightarrow \infty}} \left\{ \frac{\Lambda^2 t}{6} \right\}$ , где  $\Lambda$  – элементарный шаг

броуновского движения (угол вращения на гиперсфере  $S^3 \subset \mathbb{R}^4$ ), а  $t$  – число таких элементарных вращений. ФРО, представленное в виде (11) и ряда других гауссоподобных плотностей распределений, часто называют текстурной компонентой. С большой точностью процесс броуновского движения может быть смоделирован для заданного значения коэффициента  $D$  при выборе достаточно больших значений  $t$  и малых  $\Lambda$  так, что  $D = \frac{\Lambda^2 t}{6}$ . Совокупность из  $N$  независимых ориентаций, полученных указанным образом, моделирует ориентационное состояние образца, состоящего из  $N$  зерен. Задавая параметры спектрометра (покрытие ПФ, сетки измерения), определяем модельные “экспериментальные” ПФ, “измеренные” на образце из  $N$  зерен. Соответствующие истинные ПФ определены предельным распределением на сфере  $S^2 \subset \mathbb{R}^3$  вида

$$\rho(\bar{y}) = \frac{1}{4\pi} \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1) \exp\{-l(l+1)D\} P_l(\cos \beta), \quad \bar{y} = (\beta, \varphi) \in S^2, \quad (12)$$

где  $P_l(\cos \beta)$  – полиномы Лежандра. По нескольким независимым модельным ПФ, соответствующим заданному числу  $N$ , оцениваем значение  $R$ -фактора.

В параграфе 4.2 приведены численные расчеты  $R$ -фактора при изменении определяющих его параметров. Этими параметрами являются: параметр сетки (который в модельных предположениях также определяет покрытие ПФ), число зерен в образце  $N$  и текстура, заданная в виде гауссовского распределения (12). Показано, что индексы ПФ, положение текстурной компоненты на ПФ, а также кристаллическая симметрия, слабо влияют на итоговый  $R$ -фактор, поэтому основное внимание было сосредоточено на вышеперечисленных параметрах. Основным результатом при анализе  $R$ -фактора является его зависимость от параметра сетки (покрытия). Для нескольких значений  $N$  и однокомпонентной текстуры с  $D=0.042$  соответствующие графики показаны на рис. 3. Для этой зависимости существует явно выраженный минимум (минимум полной ошибки

ПФ). Соответствующий параметр сетки (покрытия) назван оптимальным параметром, а текстурный эксперимент, реализующий данную геометрию – оптимальным текстурным экспериментом. Смысл его состоит в минимизации полной ошибки экспериментальных ПФ при измерениях ПФ в оптимальных условиях.

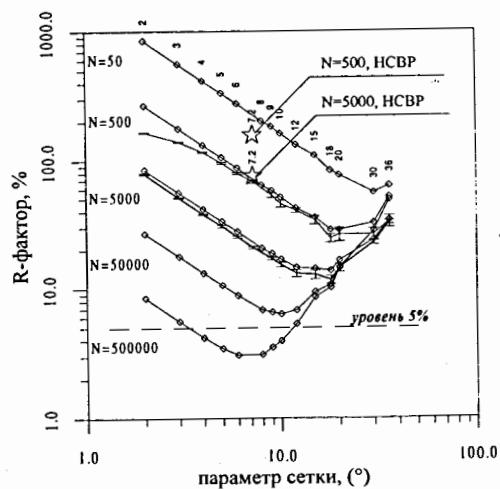


Рис. 3. Зависимость R-фактора от параметра сетки для нескольких указанных значений числа N. Также приведены данные, рассчитанные для реальных параметров спектрометра НСВР

На том же рисунке приведены значения R-фактора, рассчитанные для реальных измерительной сетки и покрытия, и соответствующие параметрам спектрометра НСВР. Вычисленные значения R-фактора и установленные закономерности его поведения были использованы для оценки ожидаемых ошибок ПФ, измеренных на реальных образцах, упомянутых в главе 3. Получено хорошее согласие между предсказанными (ожидаемыми) ошибками и экспериментально полученными. Сделано заключение, что для измерений на спектрометре НСВР (а также на спектрометре СКАТ) образцов типичных объемов с типичной текстурой ошибки статистики зерен имеют значения порядка 15%.

В данном параграфе также установлено поведение R-фактора в зависимости от остроты гауссовской компоненты (значения коэффициента D), показано как оптимальный параметр сетки и соответствующее значение в минимуме R-фактора зависят от числа зерен в образце.

В параграфе 4.3 с помощью ориентационного моделирования обосновано применение сглаживания для предварительной обработки ПФ, изложенного в параграфе 3.3, и решена задача оптимального сглаживания ПФ. Показано, что

существует оптимальный параметр сглаживания, который минимизирует R-фактор. При этом достигается минимальное его значение, совпадающее с минимумом, соответствующим оптимальной постановке текстурного эксперимента.

В параграфе 4.4 рассмотрено влияние распределения зерен по ориентациям на ошибку экспериментальных ПФ (R-фактор). Получено аналитическое решение этой задачи для случая, когда плотность распределения зерен по объему описывается гамма-распределением. В этом случае установлена зависимости R-фактора вида

$$R \approx \frac{1}{J'} \sum_{j=1}^{J'} \sqrt{\left[ \int_{\Omega_j} \left( 1 - \frac{P'_h(\bar{y})}{P'_h(\bar{y}_j)} \right) d\omega(\bar{y}) \right]^2 + \frac{1-p_j}{p_j} \cdot \frac{1+\delta}{N+\delta}}, \quad \delta = \left( \frac{\Delta V}{V_0} \right)^2, \quad (13)$$

где  $V_0$  – средний размер зерен, а  $\Delta V$  есть разброс по их объемам вокруг среднего значения. Разброс по объему всегда приводит к увеличению R-фактора (от (10) до (13)), за счет увеличения статистической ошибки, тем больше, чем большее значение имеет величина  $\delta$ .

**В заключении** сформулированы следующие основные результаты диссертационной работы.

1. В результате детального рассмотрения процесса измерения ПФ в текстурном эксперименте установлены основные факторы, оказывающие влияние на конечный результат и вызывающие экспериментальные ошибки. Выявлены как факторы, связанные с прибором (покрытие ПФ, измерительная сетка, нейтронная статистика), так и причины статистических ошибок, связанные с образцом (статистика зерен, распределение зерен, составляющих образец, по объему).

2. Предложен количественный критерий (R-фактор) для описания достоверности экспериментальных ПФ, определенный как среднее значение от нормированных (взвешенных) ожидаемых ошибок значений экспериментальных ПФ.

3. На спектрометре НСВР (ЛНФ ОИЯИ) экспериментально исследована степень влияния каждого, из перечисленных в пункте 1, факторов на измеренные

ПФ. Получены типичные значения ошибок различной природы. Показано, что наименьший вклад в полную ошибку дает нейтронная статистика (на уровне нескольких процентов). На порядок больший эффект дают статистика зерен при конечном числе кристаллитов в образце и тесно связанное с ней покрытие ПФ. Для типичных геологических образцов с размером зерна от долей миллиметра до миллиметра статистические ошибки оказываются на уровне нескольких десятков процентов (для спектрометров НСВР и СКАТ).

4. Разработаны методы для количественного анализа ожидаемых ошибок и расчета  $R$ -фактора (интегральной ожидаемой ошибки ПФ). Проведены расчеты как для модельных, так и для реальных параметров эксперимента (сетка измерения, покрытие ПФ) и образца (статистика зерен).

5. На основе предложенного критерия достоверности с помощью разработанных методов сформулированы рекомендации для оптимизации текстурного эксперимента, т.е. оптимального выбора шага измерительной сетки и покрытия ПФ в зависимости от числа зерен в образце и приблизительной информации о текстуре. Оптимальный текстурный эксперимент минимизирует полную ошибку экспериментальных ПФ. Установлены зависимости оптимального параметра измерительной сетки от числа зерен в образце и остроты текстуры.

6. Те же методы применены для решения задачи оптимальной предварительной обработки экспериментальных данных – оптимального сглаживания ПФ. Процедура оптимального сглаживания позволяет достичь того же минимального уровня полной ошибки, как и в оптимальном текстурном эксперименте.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

- [1] Luzin V., Nikolayev D., "On the Errors of Pole Figures", Textures and Microstructures, 1996, v. 25, p. 121–128.
- [2] Luzin V., Nikolayev D., "The Errors of Pole Figures Measured by Neutrons", в трудах конференции ICOTOM-11, International Academic Publishers, 1996, p. 140–145.
- [3] Luzin V., "Optimization of Texture Measurements. I. Method Optimal Grid Parameter", Препринт ОИЯИ, ЕЗ-98-329, Дубна, 1998; Textures and Microstructures (в печати).
- [4] Luzin V., "Optimization of Texture Measurements. II. Further Applications: Optimal Smoothing", Препринт ОИЯИ, ЕЗ-98-330, Дубна, 1998; Textures and Microstructures (в печати).
- [5] Luzin V., "Optimization of Texture Measurements. III. Statistical Relevance of ODF Represented by Individual Orientations", Materials Science Forum, 1998, v. 273–275, p. 107–112.
- [6] Luzin V., "Optimization of Texture Measurements. IV. The Influence of the Grain-Size Distribution on the Quality of Texture Measurements", Препринт ОИЯИ, ЕЗ-98-331, Дубна, 1998; Textures and Microstructures (в печати).

Рукопись поступила в издательский отдел  
12 марта 1999 года.