

2197/2-79



СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

С342г2
А-376

11/VI-79
18 - 12217

Ф.Айххорн, А.Андреефф, М.Бетцль, К.Вальтер,
К.Клайнштюк, А.Мюклих, И.Тобиш, К.Фельдманн,
К.Хенниг, Д.Шлефер

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКСТУР МАТЕРИАЛОВ
С ПОМОЩЬЮ РАССЕЯНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ПУЧКА
ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ

1979

Ф. Айххорн, А. Андреефф, М. Бетцль,¹ К. Вальтер,¹
К. Клайнштюк,² А. Мюклих,¹ И. Тобиш,² К. Фельдманн,
К. Хенниг,¹ Д. Шлефер³

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКСТУР МАТЕРИАЛОВ
С ПОМОЩЬЮ РАССЕЯНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ПУЧКА
ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ

¹Центральный институт ядерных исследований АН ГДР,
Россендорф

²Технический университет, Дрезден, ГДР

³Центральный институт физики твердого тела и метал-
ловедения АН ГДР, Дрезден

Исследование текстур материалов с помощью рассеяния импульсного пучка тепловых нейтронов

Рассматривается возможность измерения текстур материалов с помощью дифракции тепловых нейтронов по времени пролета. После короткого сравнения рентгеновских и нейтронографических методов исследования текстур следует математический аппарат их описания. На основе метода разложения основной функции текстурного анализа - функции распределения ориентаций - по обобщенным шаровым функциям даются важнейшие формулы для получения функции распределения ориентаций из эксперимента. На основе этих выражений обсуждаются разные возможности обработки экспериментальных данных. Описывается спектрометр, в частности, специальный текстурный гониометр, и представляются первые экспериментальные результаты, полученные на импульсном реакторе ИБР-30.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1979

Investigation of Material Texture by Scattering
a Pulsed Thermal Neutron Beam

The possibility to measure the material texture by the neutron time-of-flight diffraction is considered. X-ray and neutron methods of texture investigation are compared and a mathematical method of its quantitative management is described. In order to obtain the fundamental function of texture analysis, the orientation distribution function, from experimental data essential equations are given extending this function into generalized spherical functions. Several methods for treating the experimental data are described on the base of these equations. A spectrometer, in particularly a special texture goniometer, is described and first experimental results got at the IBR-30 pulsed reactor are presented.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1979

1. ВВЕДЕНИЕ

Текстура - это нестатистическое распределение ориентировок кристаллитов в объеме и на поверхности полукристаллического материала. Наличие текстуры, как правило, ведет к появлению анизотропии разных макроскопических свойств материала^{1,2}. Определять преимущественные ориентировки или функцию распределения ориентаций кристаллитов в образце, т.е. определять текстуру, необходимо для выяснения многих свойств металлов, подвергнутых обработке.

Исследование текстур давно и успешно ведется с помощью рассеяния рентгеновских лучей¹⁻³. Однако из-за небольшой глубины их проникновения в вещество трудно получить достаточно точную и полную информацию, необходимую для описания текстуры в объеме интересующего нас материала. Пучок тепловых нейтронов легко проходит через большинство материалов толщиной до нескольких сантиметров. При этом исследуется ориентировка достаточно большого числа кристаллитов в образце, что дает полное представление о текстуре в сравнительно большом объеме образца⁴⁻⁷. Для таких исследований обычно используется непрерывный пучок монохроматических нейтронов стационарного реактора.

В настоящей работе рассматривается перспектива применения импульсного пучка тепловых нейтронов для определения текстур с помощью метода времени пролета. Первое указание на возможность применения этого метода для исследования текстур было сделано в⁸. В последнее время стал развиваться и рентгеновский метод, использующий "белый" спектр для определения текстур^{9,10}.

Преимущество метода времени пролета состоит в том, что он позволяет одновременно определять несколько полюсных фигур исследуемого образца. Это особенно важно при исследовании текстур материалов с низкой кристаллической симметрией.

2. МАТЕМАТИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ ТЕКСТУРЫ

Связь между системами координат образца и кристаллов в образце можно описать функцией распределения ориентаций. Если dV есть часть объема образца, имеющая ориентацию \vec{g} в диапазоне \vec{g} и $\vec{g} + d\vec{g}$, а V - весь объем образца, то определяют:

$$\frac{dV}{V} = f(\vec{g}) d\vec{g} \quad /1/$$

функцию распределения ориентаций $f(\vec{g})$ кристаллитов в образце. В общем случае $f(\vec{g})$ нельзя определить непосредственно из эксперимента. Известно только, что эта функция должна отражать свойства симметрии кристаллитов и симметрии образца по текстуре. Наиболее распространенным методом представления $f(\vec{g})$ является разложение ее по обобщенным шаровым функциям¹¹.

$$f(\vec{g}) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{m=-\ell}^{\ell} \sum_{n=-\ell}^{\ell} C_{\ell}^{mn} T_{\ell}^{mn}(\vec{g}). \quad /2/$$

Коэффициенты C_{ℓ}^{mn} содержат всю информацию о текстуре образца. Задача полного описания текстуры сводится к нахождению этих коэффициентов, которые, в свою очередь, можно определить из полюсных фигур.

При учете симметрии решетки кристаллов и симметрии образца в так называемых симметризованных обобщенных шаровых функциях число коэффициентов C_{ℓ}^{mn} уменьшается, и уравнение /2/ приобретает вид:

$$f(\vec{g}) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \sum_{\nu=1}^{N(\ell)} C_{\ell}^{\mu\nu} T_{\ell}^{\mu\nu}(\vec{g}), \quad /3/$$

где $M(\ell)$ и $N(\ell)$ - число линейно независимых симметризованных обобщенных шаровых функций степени ℓ системы кристал-

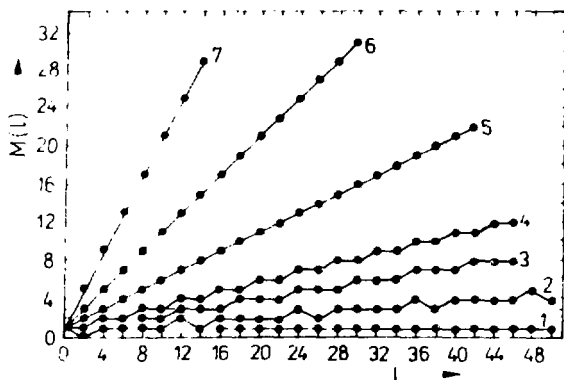


Рис.1. Число линейно независимых шаровых функций от степени разложения для разных симметрий кристаллитов или образца /в этом случае вместо $M(l)$ ставится $N(l) \cdot 11 /$ 1 - симметрия вращения; 2 - кубическая; 3 - гексагональная; 4 - тетрагональная; 5 - орторомбическая; 6 - моноклинная; 7 - триклинная.

литов и образца /см. рис. 1/. Уравнение /3/ интегрируется по всем ориентациям, для которых направления $\vec{h} \sim (h k l)$ кристаллитов совпадают с заданными направлениями \vec{y} образца. Полученная таким образом функция - функция распределения осей - имеет вид:

$$A(\vec{h}, \vec{y}) = 4\pi \sum_{l=0}^{\infty} \frac{M(l) N(l)}{\sum_{\mu=1}^{\infty} \sum_{\nu=1}^{\infty}} \frac{C_l^{\mu\nu}}{2l+1} k_l^{\mu}(\vec{h}) k_l^{\nu}(\vec{y}), \quad /4/$$

где $k_l^{\mu}(\vec{h})$ и $k_l^{\nu}(\vec{y})$ - симметризованные сферические функции. Если \vec{h} имеет только одно значение, то $A(\vec{h}, \vec{y})$ представляет собой полюсную фигуру направления \vec{h}_1 :

$$A(\vec{h}_1, \vec{y}) = P_{\vec{h}_1}(\vec{y}) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\nu=1}^{\infty} F_l^{\nu}(\vec{h}_1) k_l^{\nu}(\vec{y}). \quad /5/$$

Коэффициенты этой функции определяются выражением:

$$F_l^{\nu}(\vec{h}_1) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{\infty} C_l^{\mu\nu} k_l^{\mu}(\vec{h}_1). \quad /6/$$

Уравнение /5/ описывает "плотность" кристаллической ориентации h_i в зависимости от его положения в образце.

Для фиксированного направления \vec{y} при изменяющемся h получается обращенная полюсная фигура. Для обращенной полюсной фигуры заданного направления \vec{y}_i получается соответственно:

$$R_{\vec{y}_i}(\vec{h}) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} H_{\ell}^{\mu}(\vec{y}_i) k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}), \quad /7/$$

где

$$H_{\ell}^{\mu}(\vec{y}_i) = \frac{4\pi}{2\ell+1} \sum_{\nu=1}^{N(\ell)} C_{\ell}^{\mu\nu} k_{\ell}^{\nu}(\vec{y}_i) \quad /8/$$

В экспериментах, проводимых с помощью рассеяния рентгеновских лучей или нейтронов, измеряют обычные полюсные фигуры, используя отраженную интенсивность от определенной плоскости $(hk\ell)$. Прямое измерение обращенной полюсной фигуры возможно с помощью метода времени пролета, так как при определенном положении образца наблюдаются отражения от многих плоскостей одновременно.

Используя ортогональность сферических функций, получаем из уравнений /5/ и /7/ соответственно:

$$F_{\rho}^{\nu}(\vec{h}_i) = 4\pi \oint_{h_i} P_{\nu}(\vec{y}) k_{\rho}^{\nu*}(\vec{y}) d\vec{y} \quad /9/$$

и

$$H_{\rho}^{\mu}(\vec{y}_i) = 4\pi \oint_{h_i} R_{\nu}(\vec{h}) k_{\rho}^{\mu*}(\vec{h}) d\vec{h} \quad /10/$$

Для практических расчетов необходимо, чтобы полюсные и обращенные полюсные фигуры были известны с достаточно большой точностью для интегрирования /9/ или /10/.

3. СПОСОБЫ ИЗМЕРЕНИЯ

3.1. Метод монохроматического пучка

На стационарном реакторе с помощью двухосевого дифрактометра измеряются обычные полюсные фигуры /5/. Необходимые

перемещения образца производятся при помощи специального гониометра. Установка такого типа на реакторе в Россендорфе подробно описана в ^{12/}. При измерениях угол рассеяния выбирается таким образом, чтобы в детекторе регистрировались нейтроны, отраженные от определенной плоскости решетки кристаллитов. Для измерения полюсной фигуры положение образца изменяется дискретно по углу, так что полюсные фигуры известны с достаточно большой точностью для интегрирования по ур. /9/. С помощью найденных коэффициентов F_p'' решаются системы линейных уравнений /6/. Величина $M(\rho)$ следует из соображений симметрии /рис. 1/. Для обработки экспериментальных данных в Россендорфе используется система программ.

3.2. Метод времени пролета

Анализ текстуры методом времени пролета можно производить с помощью обращенных и неполностью измеренных полюсных фигур.

3.2.1. Обращенные полюсные фигуры

В методе времени пролета для определенного положения образца одновременно измеряются отражения от разных плоскостей. При этом отклонения интенсивностей разных отражений от той, которая наблюдалась бы в идеальном поликристалле, равнозначны точкам в обращенной полюсной фигуре. В соответствии с /8/ и /10/ проблема нахождения C_p''' -коэффициентов решается аналогично 3.1. Из рис. 1 следует, что для орторомбической симметрии образца и степени разложения $\rho = 22$ необходимо измерять, как минимум, 12 спектров для разных положений образца, эквивалентных 12 обращенным полюсным фигурам, независимо от симметрии кристаллитов, а для образца, имеющего симметрию вращения, только одна обращенная полюсная фигура решает всю проблему.

Для интегрирования уравнения /10/ требуется достаточно много экспериментальных точек на обращенной полюсной фигуре, т.е. число разрешающих отражений должно быть достаточно большим/для кубической симметрии кристаллитов их около 50/.

Как показывает наш опыт измерений на 30-метровой пролетной базе ИБР-30, такое количество отражений от поликристаллических образцов разрешить не удастся. Однако использование 100-метровой пролетной базы на ИБР-2 и математического анализа формы линии позволяет надеяться на возможность определения интенсивностей большого числа отражений /свыше 30 в случае кубической симметрии кристаллитов/.

3.2.2. Полюсные фигуры

С помощью импульсного пучка нейтронов можно измерять полюсные фигуры по аналогичной методике, применяемой на стационарном реакторе /см. 3.1/. Отличие состоит в том, что использование белого пучка от импульсного источника позволяет измерять одновременно столько полюсных фигур, сколько имеется разрешенных отражений в спектре времени пролета. Существующая система обработки данных, полученных на стационарном реакторе, применима и для определения функции распределения ориентаций при работе с импульсным пучком.

Недостаток этого метода состоит в относительно большой затрате измерительного времени, так как необходимо измерять спектры для нескольких сотен различных положений образца. С другой стороны, для решения большинства задач не требуется большого количества полюсных фигур.

3.2.3. Неполностью измеренные полюсные фигуры

В области исследования текстуры рентгеновским методом применяется способ, который не использует свойств ортогональности шаровых функций. Измеряется только часть нескольких полюсных фигур и решается вся система линейных уравнений /4/ с применением метода наименьших квадратов. Такой способ требует интегрирования по измеренным областям полюсных фигур. Поэтому эти области должны быть известны с достаточно большой точностью. Ясно, что точность определения коэффициентов $C_{\rho}^{\mu\nu}$ зависит от величины измеренных областей и от числа полюсных фигур. По крайней мере, число экспериментальных точек должно быть больше, чем число вычисленных коэффициентов $C_{\rho}^{\mu\nu}$.

Недавно предложен другой метод решения системы уравнения /4/ с использованием метода наименьших квадратов ¹³. В этом методе не требуется проводить интегрирования, а необходимо лишь иметь количество экспериментальных точек больше, чем количество вычисляемых коэффициентов. Распределение точек на полюсных фигурах произвольно. Конечно, отказ от интегрирования, т.е. от неточностей, возникающих при этом, может быть значительным преимуществом, но пока результатов проверки этого метода нет.

Тем не менее, методы, представленные в этом разделе, кажутся нам наиболее перспективными для работы на импульсном нейтронном источнике.

4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Применяется обычный метод времени пролета на импульсном реакторе для исследования структуры полукристаллических образцов ¹⁴ рис. 2. При этом используется специальный гониометр, который обеспечивает изменение положения образца относительно вектора рассеяния ⁴. Оси вращения: вертикальная /0-360°/, горизонтальная /0-360°/ и ось, перпендикулярная обеим /0-180°/. Углы можно изменять дискретно на 1°или больше. Этот гониометр обеспечивает автоматическое измерение полных полюсных фигур с помощью электронного управления. Разрешение текстурного дифрактометра в основном зависит от длины пролетной базы. Поэтому для планируемых на ИБР-2 исследований была выбрана база длиной 100 м.

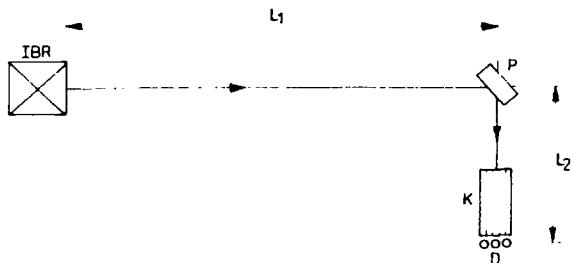


Рис.2. Схема текстурного дифрактометра. L_1 - первая пролетная база /30 м/, P - образец на специальном гониометре, L_2 - вторая пролетная база /1 м/, D - детектор, K - коллиматор.

5. ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТЫ

Для проведения предварительных экспериментов был выбран материал, состоящий из двух кубических решеток. Образец - лист прокатной стали, содержащей фазы α - и γ -Fe. На 30-метровой пролетной базе первого пучка ИБР-30 измерялись 20 спектров при разных положениях образца с углом рассеяния $2\theta = 90^\circ$. Измерение одного спектра заняло 5 ч. На рис. 3 представлены результаты при следующих положениях образца: вектор рассеяния параллелен нормали листа, направлению проката и направлению в листе, перпендикулярному направлению проката. Наглядно видно, как сильно меняются интенсивности разных отражений

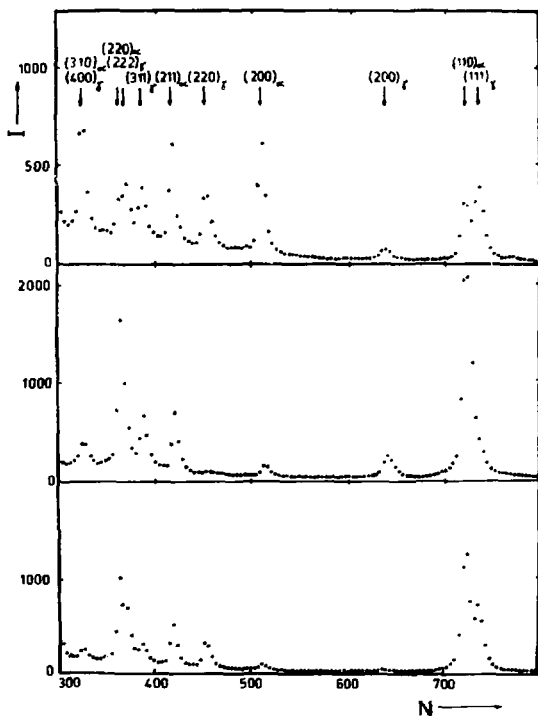


Рис.3. Экспериментальные дифракционные спектры двухфазного /текстурированного/ образца стали. Вектор рассеяния параллелен нормали к поверхности листа /верхний спектр/, направлению проката /средний/ и поперечному направлению /спектр внизу/.

в зависимости от ориентации образца. С помощью программы разделения перекрывающихся пиков удалось выделить 7 отражений для каждой фазы. К сожалению, эти данные, включая 20 спектров, нельзя обработать методами, описанными в 3.2.1 и 3.2.2. В настоящее время ведется обработка с помощью второго метода, описанного в 3.2.3. Для сравнения используются результаты, полученные нами на стационарном реакторе.

6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предварительные эксперименты на ИБР-30 доказали перспективность исследования текстур материалов на импульсном источнике нейтронов. Возможности ИБР-2 позволяют надеяться на эффективные измерения текстур веществ, особенно с низкой кристаллической симметрией. В ближайшем будущем необходимо найти наиболее подходящий метод обработки экспериментальной информации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Wassermann G., Grewen J. *Texturen metallischer Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin, 1962.
2. Coulomb P. *Les textures dans metaux de reseau cubique*, Dunot, Paris 1972.
3. Куоряцев И.П. *Текстуры в металлах и сплавах*. Изд. "Металлургия", М., 1965.
4. Kleinstück K. et al. *Kristall und Technik*, 1976, 11, 4, p. 409.
5. Betzl M., Tobisch K. *Thesis TU Dresden*, 1973.
6. Mücklich A. et al. *5.ICOTOM, Aachen, March, 28-31, 1978, vol. 1, p.237.*
7. Kleinstück K. et al. *5.ICOTOM, Aachen, 1978, vol. 2, p.317.*
8. Szpunar J. et al. *Nucleonica*, 1968, 13, p. 1111.
9. Szpunar J. et al. *Z.Metallkunde*, 1974, 65, 3, p. 221.
10. Gerward L., Szpunar J. *5.ICOTOM, Aachen, March 28-31, 1978, vol. 1, p.203.*
11. Bunge H.-J. *Mathematische Methoden der Texturanalyse*, Berlin, 1969.
12. Kleinstück K., Tobisch J. *Kristall und Technik*, 1968, 3, p. 455.
13. Bunge H.-J. *Texture*, 1977, 2, p. 169.
14. Злоказов В.Б., Савенко Б.Н., Хенниг К. ОИЯИ, Р14-6731, Дубна, 1972.

Рукопись поступила в издательский отдел
30 января 1979 года.