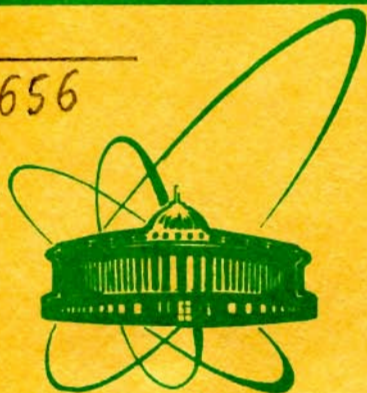


A-656



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

5575/2-79

4/1-80

P14 - 12690

А. Андреефф, М. Бетцль, К. Клейнштюк, В. Матц,
К. Фельдманн, К. Хенниг

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ
НЕЙТРОГРАФИЧЕСКИЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ
ОСЕВОЙ ТЕКСТУРЫ СТАЛЬНОЙ ПРОВОЛОКИ
С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА

1979

P14 - 12690

А.Андреефф, М.Бетцль,¹ К.Клейнштюк,² В.Матц,¹
К.Фельдманн, К.Хенниг¹

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ
НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКИЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ
ОСЕВОЙ ТЕКСТУРЫ СТАЛЬНОЙ ПРОВОЛОКИ
С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА

Направлено в журнал "Физика твердого тела"

¹ Центральный институт ядерных исследований АН ГДР,
Россендорф, ГДР.

² Технический университет, Дрезден, ГДР.

Андреефф А. и др.

P14 - 12690

Количественный нейтронографический текстурный анализ осевой текстуры стальной проволоки с помощью метода времени пролета

В данной методической работе был выполнен количественный текстурный анализ с помощью нейтронной дифракции по методу времени пролета на импульсном реакторе. В качестве образца использовалась тянутая стальная проволока. Полученные данные сравниваются с результатами измерений с тем же самым образцом на стационарном реакторе по "классическому" методу. Показана возможность эффективного измерения обращенных полюсных фигур и исследования текстуры низкосимметрических кристаллических систем, а также многофазных материалов. В работе дается краткое описание нейтронной дифракции по времени пролета. Приводятся основные уравнения математической обработки.

Работа выполнена в Лаборатории, нейтронной физики ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований, Дубна 1979

Andreeff A. et al.

P14 - 12690

Quantitative Neutronographic Texture Analysis of Axisymmetric Steel Wire Texture by Time-of-Flight Method

The adaptability of neutron time-of-flight diffraction for quantitative texture analysis is demonstrated. Drawn steel wire has been chosen for measurements. Comparison with the results from conventional neutron diffraction shows good agreement. Its application for texture investigations especially on lowsymmetric crystalline systems and multiple phase materials is discussed. A short description of neutron time-of-flight method is given.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1979

1. ВВЕДЕНИЕ

Цель данной методической работы состоит в том, чтобы показать новые возможности количественного текстурного анализа с помощью нейтронной дифракции по методу времени пролета /МВП/. Определялась волокнистая текстура стальной проволоки по МВП на импульсном реакторе ИБР-30 и на классическом двухосевом нейтронном дифрактометре на реакторе RFR ЦИЯИ. Сравнение результатов, полученных обоими методами, дает оценку качества разработанной методики математической обработки данных измерений по времени пролета.

"Классический" метод исследования текстуры материалов с помощью рентгеновской дифракции ^{/1/} и дифракции нейтронов ^{/2/} давно известен. Работы по созданию методики измерения текстур с применением математических методов обработки результатов ^{/3/} дали возможность количественного описания текстур с помощью трехмерной функции распределения ориентаций кристаллитов.

При использовании новых интенсивных рентгеновских источников успешно развивается так называемая энергодисперсионная рентгеновская дифракция, в том числе исследование текстур материалов с помощью этого метода ^{/4,5,6/}.

Принципиальная возможность текстурного анализа с помощью времяпролетной дифракции нейтронов качественно была показана в 1968 году ^{/7/}. Последующие работы ^{/8/} носили также качественный характер. В данной работе делается полный количественный анализ текстуры на примере волокнистой текстуры стали. Работа является основной частью методической подготовки к текстурным исследованиям с помощью рассеяния нейтронов с анализом по времени пролета на мощном импульсном реакторе ИБР-2 в ОИЯИ.

2. НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКИЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ НА ДВУХОСЕВОМ СПЕКТРОМЕТРЕ

Нейтроннографический анализ текстур на классическом дифрактометре несущественно отличается от обычного рентгенов-

ского метода. Геометрия съемки одна и та же в обоих случаях. Схема эксперимента изображена на рис. 1.

При проведении эксперимента выбирается угол рассеяния 2θ так, что закон Брэгга выполняется для одного брэгговского отражения. Измерения интенсивности брэгговского отражения при разных положениях образца относительно нейтронного пучка приводят к тому, что полюсная фигура покрывается сетью экспериментальных точек. В полученные таким образом экспериментальные данные вносятся поправки на поглощение и фон, а затем эти данные обрабатываются методами, описанными в ^{/3/} или, коротко, в ^{/9/}.

Важнейшим преимуществом нейтронографического анализа является то, что фактор поглощения нейтронов в большинстве материалов на один или два порядка меньше фактора поглощения рентгеновских лучей, то есть с помощью нейтронов можно исследовать гораздо больший объем /в $\sim 10^5$ раз/, чем рентгеновским методом. Вследствие этого нейтронный метод дает усредненную по объему образца текстуру, что важно для понимания анизотропных макроскопических свойств твердых тел. Малое поглощение нейтронов позволяет определить полные полюсные фигуры путем сложения измерений в геометрии на пропускание и отражение нейтронного пучка. Число измеренных полюсных фигур для кубической кристаллической решетки оказывается достаточным для обработки результатов согласно монографии ^{/3/}.

3. НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКИЙ ТЕКСТУРНЫЙ АНАЛИЗ ПО ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА

Физическая основа нейтронной дифракции по времени пролета, в том числе и нейтронографического текстурного анализа по этому методу, состоит в том, что нейтроны разных энергий, т.е. разных длин волн, обладают различными скоростями. Если нейтронный источник дает импульс полихроматических нейтронов в момент времени t_0 , то нейтроны различных энергий прибывают в точку расположения образца разновременно. От образца отражаются на угол 2θ те нейтроны, для которых выполняется условие Брэгга:

$$\lambda = 2d \sin \theta. \quad /1/$$

Связь между энергией, длиной волны и временем пролета нейтронов дается в следующем виде:

$$t - t_0 = \frac{m \cdot \lambda}{h} (L_1 + L_2) = (L_1 + L_2) \cdot \sqrt{\frac{m}{2E}}. \quad /2/$$

Рис. 1. Схема текстурного дифрактометра на стационарном реакторе. 1 - реактор, 2 - кристалл-монокроматор, 3 - защита монокроматора, 4 - монитор, 5 - диафрагма, 6 - первичный пучок, 7 - текстурный гониометр, 8 - рассеянный пучок, 9 - соллеровский коллиматор, 10 - детектор, 11 - защита детектора.

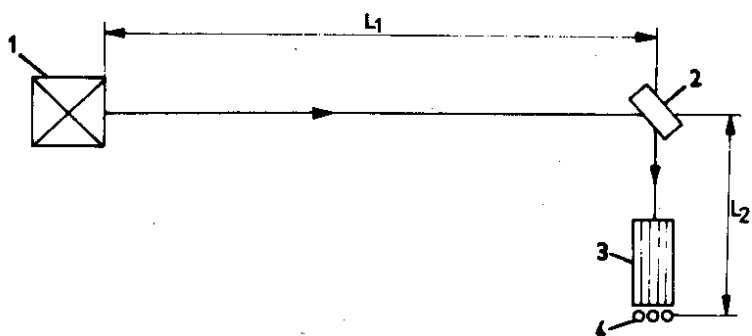
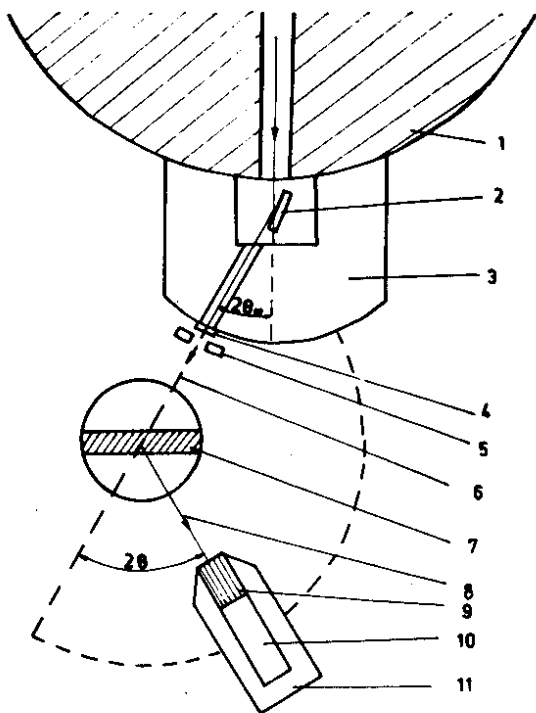


Рис. 2. Схема текстурного дифрактометра на импульсном реакторе /по времени пролета/: L_1 - первая пролетная база, L_2 - вторая пролетная база, 1 - реактор, 2 - образец на текстурном гониометре, 3 - соллеровский коллиматор, 4 - детектор.

Вторая пролетная база L_2 должна быть по возможности короткой, т.к. интенсивность рассеянного нейтронного пучка уменьшается пропорционально $1/L_2^2$. Дифракция нейтронов по времени пролета подробно описана в работе ¹⁰.

В указанном нейтронном методе и в аналогичном энерго-дисперсионном рентгеновском методе один измеренный спектр содержит несколько брэгговских отражений для данного положения образца, т.е. один спектр является эквивалентным обращенной полюсной фигуре в выбранном направлении образца относительно вектора рассеяния. Это значит: для количественного описания волокнистой текстуры достаточно одного спектра, если ее ось параллельна вектору рассеяния. Однако для высокосимметричных систем разрешающей способности спектрометра не хватает для того, чтобы с учетом правила отбора миллеровских индексов покрыть обращенную полюсную фигуру достаточно плотно экспериментальными точками. Поэтому в методе времени пролета пока используют такую же методику измерений, как и в стационарном методе, т.е. измеряют полюсные фигуры.

4. ЭКСПЕРИМЕНТ

Для данной методической работы была выбрана тянутая стальная проволока толщиной 3 мм. Образец собирался таким образом, что облученная площадь была ~60 мм в диаметре и объем образца, находящегося в пучке, не менялся при изменении положения образца. Это позволило не вводить поправку на поглощение.

Образец устанавливался в специальном текстурном гониометре, имеющем три перпендикулярные друг другу независимые оси вращения, ψ , Ω и ϕ , с минимальным угловым шагом $+1^\circ$. Гониометр управлялся автоматически или вручную.

На реакторе RFR в ЦИЯИ АН ГДР были измерены полные полюсные фигуры 110, 200, 211 и 310. Измерения проводились с шагом по ψ в 3° , начиная от оси проволоки. Полюсные фигуры изображены на рис. 4. Длина волны монохроматического пучка составила 1,058 А.

На импульсном быстром реакторе ИБР-30 в ОИЯИ измерялись дифракционные спектры по времени пролета на том же самом образце с угловым шагом $\Delta\psi = 6^\circ$. На рис. 5 даны спектры при $\psi = 0^\circ$, $\psi = 30^\circ$, $\psi = 60^\circ$ и $\psi = 90^\circ$. Явно видны изменения интенсивности отдельных брэгговских отражений.

Параметры эксперимента: $L_1 = 30,4$ м; $L_2 = 1,4$ м; $2\theta = 90^\circ$, ширина временных каналов $\tau = 32$ мс / $\Delta\lambda = 0,004$ А/, длительность измерения одного спектра - 4,75 час.

Рис. 3. Схема текстурного гониометра: 1 - первичный пучок, 2 - детектор.

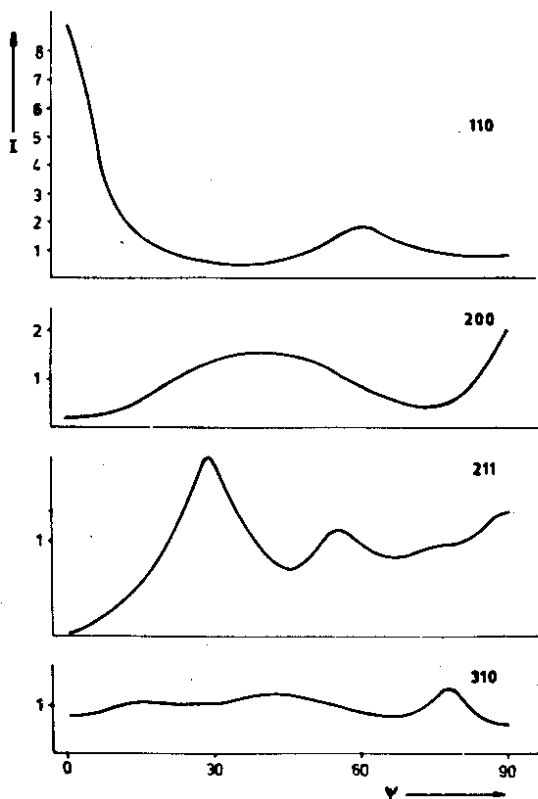
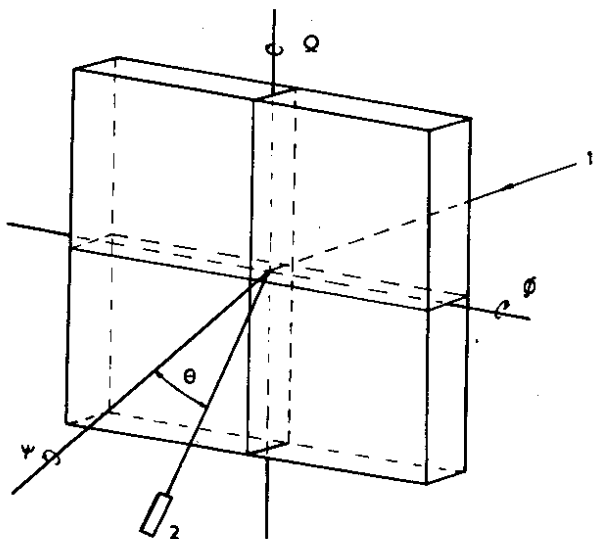


Рис. 4. Нормированные фигуры, измеренные на стационарном реакторе в ЦИЯИ. Изображена полюсная плотность 1 в зависимости от ориентации образца ψ /в градусах/.

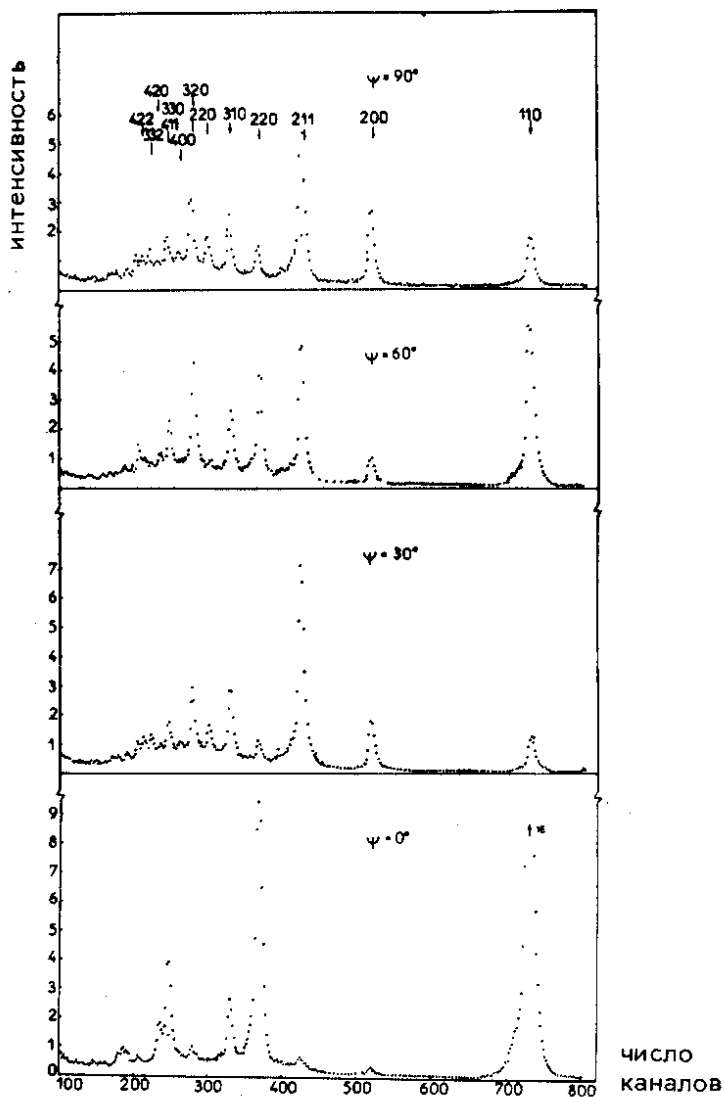


Рис.5. Экспериментальные дифракционные спектры, измеренные по времени пролета для разных положений образца /интенсивность рассеянного нейтронного пучка в зависимости от числа временных каналов/.

5. ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

В данном случае осевой симметрии обращенная полюсная фигура в направлении оси проволоки содержит полную информацию о текстуре исследуемого образца^{/3/}. Поэтому цель обработки экспериментальных данных состоит в определении этой обращенной полюсной фигуры.

В классическом методе непосредственно измеряются полюсные плотности ненормированной полюсной фигуры. В случае измерений по времени пролета величину полюсной плотности мы можем получить только после математической обработки спектров. Интегральные интенсивности брэгговских отражений определялись из экспериментальных спектров с помощью программы подгонки. Эти интенсивности соответствуют точкам в ненормированных полюсных фигурах. Так как в случае определения полюсных фигур изучается ход интенсивности одного брэгговского отражения, положение которого остается неизменным во всех измеренных спектрах, то не надо учитывать фактор Дебая-Валлера, λ - зависимость поглощения, экстинкцию.

Для математической обработки экспериментальных полюсных фигур использовался метод разложения полюсных и обращенных полюсных фигур в ряд по сферическим функциям, как подробно описано в^{/3/}.

Из выражения для полюсной фигуры $\vec{h}_i = (hkl)_i$

$$P_{\vec{h}_i}(\psi) = \sum_{\ell=0}^{\infty} F_{\ell}(\vec{h}_i) P_{\ell}(\psi), \quad /3/$$

причем

$$F_{\ell}(\vec{h}_i) = \sqrt{\frac{2}{2\ell+1}} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_{\ell}^{\mu} k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_i). \quad /4/$$

При вычислении коэффициентов $F_{\ell}(\vec{h}_i)$ учитывается ортонормированность полиномов Лежандра $P_{\ell}(\psi)$:

$$F_{\ell}(\vec{h}_i) = \frac{2}{N_{\vec{h}_i}} \int_0^{\pi} P_{\vec{h}_i}(\psi) P_{\ell}(\psi) \sin \psi \, d\psi. \quad /5/$$

Символы имеют следующие значения: ℓ - степень разложения; $M(\ell)$ - число линейно независимых сферических функций при данной ℓ /см. /9/ /, $k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_i)$ - симметризованные сферические функции данной полюсной фигуры, C_{ℓ}^{μ} - текстурные коэффициенты. Фактор нормировки полюсной фигуры $N_{\vec{h}_i}$ вычисляется следующим образом:

$$N_{\vec{h}_i} = \int_0^{\pi} P_{\vec{h}_i}(\psi) \sin \psi \, d\psi. \quad /6/$$

С помощью метода наименьших квадратов определяются текстур-

ные коэффициенты C_ℓ^μ из уравнения /4/:

$$\sum_i k_\ell^\mu(\vec{h}_i) [P_\ell(\vec{h}_i) - \sqrt{\frac{2}{2\ell+1}} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_\ell^\mu k_\ell^\mu(\vec{h}_i)] = 0. \quad /7/$$

Используя найденные C_ℓ^μ , можно построить обращенную полюсную фигуру в направлении оси текстуры, которая описывается следующим выражением:

$$R_{TO}(\vec{h}_i) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \sqrt{\frac{2}{2\ell+1}} C_\ell^\mu k_\ell^\mu(\vec{h}_i) P_\ell(0). \quad /8/$$

Так как полиномы Лежандра с увеличением степени ℓ сильно осциллируют, то угловое расстояние между точками на полюсной фигуре после квадратичной интерполяции уменьшилось на один градус. Этот прием не дает новой информации о текстуре, но значительно повышает точность интегрирования уравнения /5/. Влияние интерполяции на величину текстурных коэффициентов C_ℓ^μ обсуждается ниже.

6. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Измеренные с помощью классического метода полюсные фигуры /рис. 4/ хорошо совпадают с соответствующими полюсными фигурами, определенными из спектров, измеренных по времени пролета /рис.6/. Кроме того, при использовании времяпролетных спектров были получены еще 4 полюсные фигуры: 222, 321, 420, 332. Определялась также полюсная фигура второго порядка: 220. Она хорошо совпадает с полюсной фигурой 110, но не содержит новой информации о текстуре. Отражение 400 было очень слабое, поэтому программа подгонки нашла его только в некоторых спектрах. Разделение пиков 411/330 не было проведено из-за статистической неточности в этом диапазоне спектра.

На основе полюсных фигур, измеренных стационарным методом, вычислялась обращенная полюсная фигура в направлении оси текстуры. Результаты простой обработки и обработки с использованием интерполяции не сильно отличаются, очевидно, это является следствием того, что угловой шаг $\Delta\psi = 3^\circ$ является достаточно малым при разложении до $\ell = 34$. На рис. 7 изображена полюсная фигура, полученная без проведения интерполяции. На рис. 8 показаны обращенные полюсные фигуры, вычисленные на основе измерений по времени пролета с использованием различного числа полюсных фигур. Как ожидалось, обращенные полюсные фигуры различаются несущественно, но степень совершенства текстуры меняется в зависимости от числа учитываемых полюсных фигур. Найденные результаты хорошо

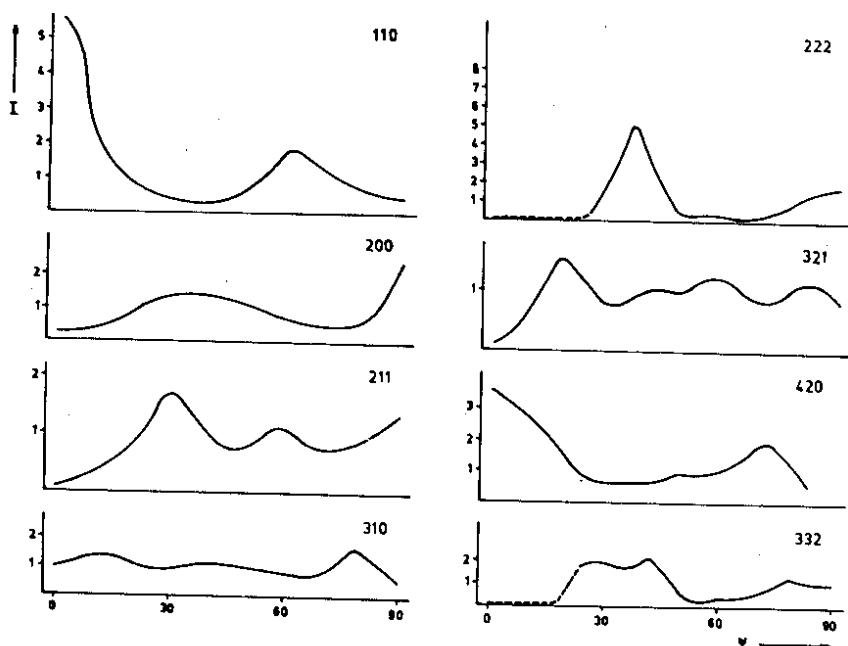


Рис. 6. Нормированные полюсные фигуры, определенные на импульсном реакторе ИБР-30. Изображена полюсная плотность I в зависимости от ориентации образца ψ /в градусах/. Пунктиром в полюсных фигурах 222 и 332 обозначены участки, определенные недостаточно уверенно.

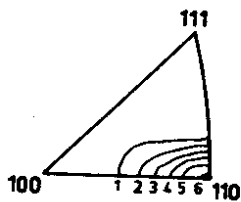


Рис. 7. Обращенная полюсная фигура, определенная путем измерений на стационарном реакторе.

совпадают с литературными данными о текстуре тянутой стальной проволоки^{1/}. В каждом случае проводилась интерполяция и разложение в ряд до $l = 34$. Критерием выбора полюсных фигур для расчета служит отклонение коэффициентов $F_2(\vec{h}_i)$ /см. уравнение 4/ от нуля, что согласно^{3/} является мерой неточности данной полюсной фигуры. Коэффициенты $F_2(\vec{h}_i)$ даны в табл. 1.

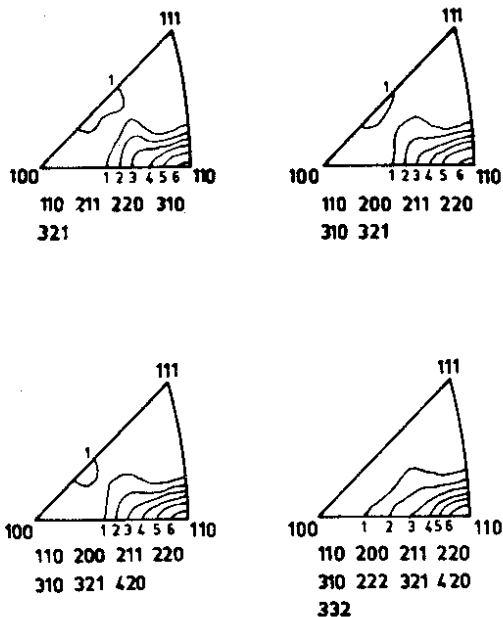


Рис. 8. Обращенные полюсные фигуры, определенные путем измерений по времени пролета с учетом разного числа полюсных фигур. Учитываемые в расчете полюсные фигуры указаны.

Таблица 1

$F_2(h_i)$ -факторы в зависимости от полюсных фигур

110	200	211	220	310	222	321	420	332
-0,025	0,155	0,042	0,024	-0,030	0,257	-0,022	0,039	0,338

В табл. 2 приведены коэффициенты C_ℓ^μ , полученные с использованием и без использования интерполяции. Для степени разложения выше $\ell = 22$ разница значительна. Отклонения при расчете без интерполяции настолько велики, что максимум плотности в обращенной полюсной фигуре сдвинут от 110 в направлении 100.

Таблица 2

Текстурные коэффициенты C_l^μ , определенные путем измерений по времени пролета без интерполяции и с помощью интерполяции. Для расчета применялись полюсные фигуры 110, 200, 211, 220, 310, 321 и 420.

l	без интерполяции			с помощью интерполяции		
	C_l^1	C_l^2	C_l^3	C_l^1	C_l^2	C_l^3
4	0.0567			0.0022		
6	-4.2443			-4.1534		
8	0.6016			0.5845		
10	-1.5162			-1.4024		
12	0.0484	-1.9934		-0.0960	1.9302	
14	-0.5005			-0.5383		
16	-0.0941	-1.2424		0.0433	-0.9418	
18	-0.4962	0.8740		-0.2855	0.8322	
20	0.0366	-0.2882		-0.1065	-0.3934	
22	-0.0149	0.4930		-0.1200	0.2457	
24	1.1684	0.6778	-0.9386	0.5163	0.2846	-0.1819
26	-0.5990	-0.1456		-0.1741	0.0614	
28	0.8727	1.1239	0.5831	0.2030	0.1684	0.1626
30	-0.5389	-0.8114	0.1069	-0.2278	-0.1128	0.0071
32	1.5299	-0.0523	-0.6723	0.1234	-0.0553	-0.0805
34	-0.6581	-1.2782	3.2690	-0.1020	-0.0906	0.1126

Данная работа является первой в мире известной авторам работой, в которой дано количественное описание текстуры на основе нейтронографического времяпролетного эксперимента. Исследования показали, что с помощью метода по времени пролета легко измерить одновременно сравнительно большое количество полюсных фигур. Это значит, что для исследова-

ния низкосимметричных кристаллических веществ или многофазных систем возможности предлагаемого метода будут шире, чем классического.

В заключение авторы выражают благодарность доктору физико-математических наук Ю.М.Останевичу и Е.А.Горемычкину за критическое обсуждение работы и полезные дискуссии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Wassermann G., Grewen J. Texturen metallischer Werkstoffe, Springer-Verlag, Berlin, 1962.
2. Kleinstueck K. et al. Kristall und Technik, 1976, 11, 4, p.409.
3. Bunge H.-J. Mathematische Methoden der Texturanalyse. Akademie-Verlag, Berlin, 1969.
4. Szpunar J. et al. Z.Metallkunde, 1974, 65, 3, p.221.
5. Gerward L. et al. Texture, 1976, 2, p.95.
6. Laine E. et al. Texture, 1-77, 2, p.243.
7. Szpunar J. et al. Nucleonica, 1968, 13, p.1111.
8. Szpunar J. J.Atomic Energy Review, 1976, 14, p.199.
9. Андреефф А. и др. ОИЯИ, Р14-12217, Дубна, 1979.
10. Buras B., Holas A. Intensity and Resolution in the Time-of-Flight Powder Diffractometry. Report INR Nr.745/11/PS, Warsaw, 1966.

Рукопись поступила в издательский отдел
24 июля 1979 года.