

сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

5873/2-80

8/12-80

P14-80-541

М.Бетцль*, К.Вальтер*, В.Матц*, К.Фельдманн

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКИЙ
АНАЛИЗ ОСЕВОЙ ТЕКСТУРЫ ЦИРКОНИЯ
МЕТОДОМ ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА

* Центральный институт ядерных исследований АН ГДР,
Россендорф.

1. ВВЕДЕНИЕ

Применение энергодисперсивного метода рентгеновской дифракции и эквивалентного ему метода нейтронной дифракции по времени пролета дает новые возможности в исследовании текстур низкосимметричных кристаллических систем и динамических процессов развития текстуры под влиянием внешних воздействий ^{/1-4/}.

Цель настоящей работы - исследование возможностей техники времени пролета и изучение развития текстуры деформации в гексагональных материалах на примере циркония.

Эксперименты по времени пролета проводились на импульсном быстром реакторе ИБР-30 и с помощью "классического" метода на стационарном реакторе Центрального института ядерных исследований АН ГДР. Ввиду невысокой светосилы реактора ИБР-30 эксперименты проводились на образце с осевой текстурой /текстура волочения/. Принципиальные выводы о возможностях изучения текстуры с помощью метода времени пролета /МВП/ остаются теми же для материалов с другим типом текстуры.

Как и в работе ^{/4/}, сравниваются результаты, полученные на импульсном и стационарном реакторах. Для расчета обращенной полюсной фигуры /ОПФ/ в направлении симметричной оси на измененных прямых полюсных фигур /ПФ/ применялся метод разложения ПФ и ОПФ в ряд по сферическим функциям, как это подробно описано в ^{/5/}.

2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Развитие осевой текстуры циркония изучалось в зависимости от степени деформации. В качестве исходного образца применялись стержни толщиной 10 мм, которые имели текстуру роста. Хрупкость материала не позволила протянуть материал и поэтому деформация проводилась на ротационно-ковочной машине. Согласно ^{/6/}, с точки зрения образования текстуры материала, упомянутые выше два способа деформации адекватны. Деформация проводилась в два этапа. На первом диаметр стержней уменьшился до 6 мм, на втором - до 4,1 мм.

Физический принцип дифракции нейтронов по МВП состоит в том, что нейтроны разных энергий /разных длин волн/ обладают различными скоростями. Если нейтронный источник дает импульс

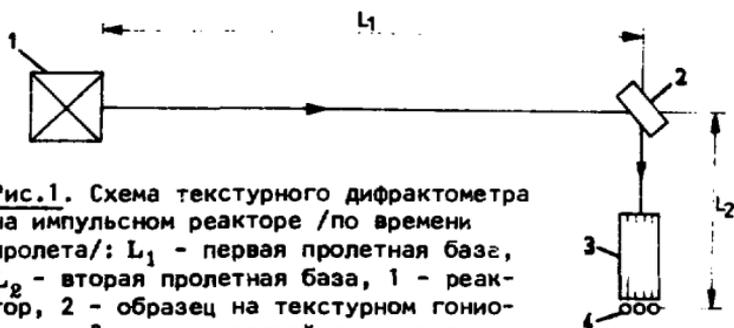


Рис.1. Схема текстурного дифрактометра на импульсном реакторе /по времени пролета/: L_1 - первая пролетная база, L_2 - вторая пролетная база, 1 - реактор, 2 - образец на текстурном гониометре, 3 - многощелевой коллиматор, 4 - детектор.

полихроматических нейтронов в момент времени t_0 , то нейтроны различных энергий прибывают в точку расположения образца неодновременно. На данный угол 2θ рассеиваются те нейтроны, для которых выполняется условие Брэгга:

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

Связь между энергией E , длиной волны λ и временем пролета нейтронов $t-t_0$ дается в следующем виде:

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

Схема текстурного дифрактометра на импульсном реакторе изображена на рис.1. Более подробное описание дифракции по МВП содержится в работе ^{/7/}.

Параметры настоящего эксперимента $L_1 = 30,4$ м; $L_2 = 1,4$ м; $2\theta = 90^\circ$; ширина временных каналов $\tau = 32$ мс, ($\Delta\lambda = 0,004$ Å). Длительность измерения одного спектра 4-7 ч.

Измерения на стационарном реакторе проводились с помощью двухосного спектрометра. Схема установки показана в ^{/4/}, подробное описание содержится в работе ^{/8/}. Использовался монохроматический пучок нейтронов $\lambda = 1,444$ Å. Длительность измерения ~5 мин на одну точку. Обоиими методами были измерены полные полюсные фигуры. По МВП измерения проводились с шагом $\Delta\psi = 6^\circ$ от оси текстуры. На рис.2 в качестве примера даны спектры при $\psi = 0^\circ$, $\psi = 30^\circ$, $\psi = 60^\circ$ и $\psi = 90^\circ$ первой степени деформации. Явно видны изменения интенсивности отдельных брэгговских отражений. С помощью классического метода измерялись ПФ(1010), (0002), (1011), (1012), (1120), (1013) с шагом по углу $\Delta\psi = 3^\circ$. Перемещение образцов производилось дистанционно с помощью автоматических текстурных гониометров. Образец собирался та-

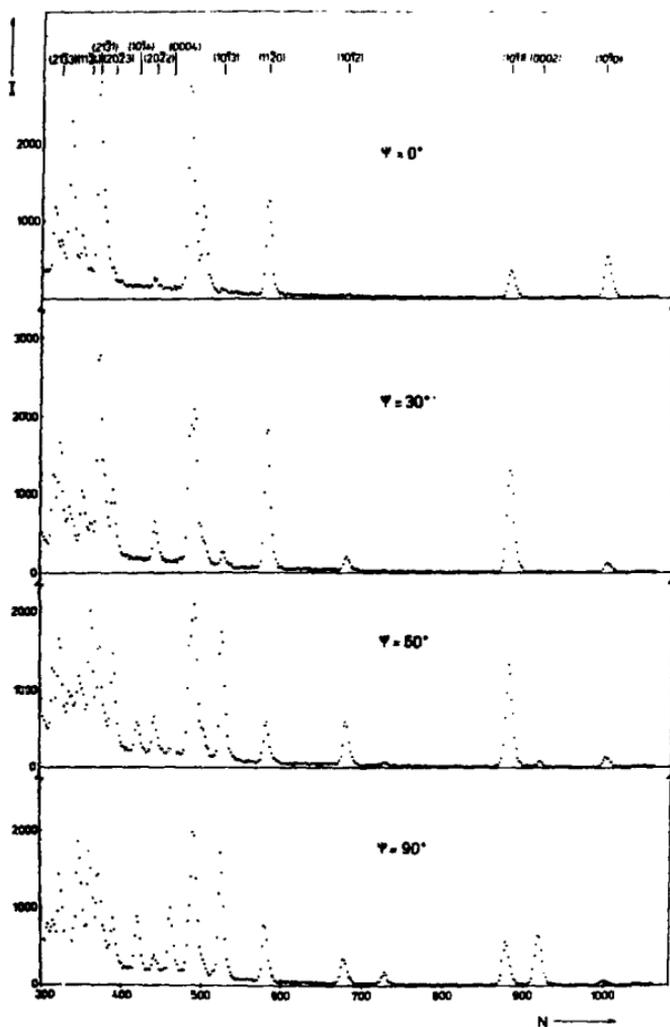


Рис.2. Спектры по МВП для разных положений образца /первая степень деформации/ относительно нейтронного пучка.

ким образом, что облучаемый объем его не менялся при изменении положения. Это позволило не вводить поправку на поглощение.

3. ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

При осевой симметрии образца обращенная полюсная фигура в направлении оси стержней содержит полную информацию о текстуре исследуемого материала^{5/}, т.е. цель обработки экспериментальных данных состоит в определении этой обращенной полюсной фигуры.

Угلودисперсивным методом непосредственно измеряются полюсные плотности ненормированной ПФ. В случае измерений по МВП полюсные плотности можно 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 при определении ПФ 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^{5/}. Выражение для ПФ $h_i = (hk\ell)_i$

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

где

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

связывает экспериментальные данные с текстурными коэффициентами C_{ℓ}^{μ} . В кристаллической решетке, обладающей точечной симметрией D_{6h}^4 , симметризованные сферические функции $k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_i)$ образуются из обычных сферических функций $k_{\ell}^m(\vec{h}_i)$:

$$k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_i) = \epsilon_m k_{\ell}^m(\vec{h}_i), \quad /5/$$

где

$$m = 6 \cdot (\mu - 1) \quad /6/$$

и

$$\epsilon_m = \begin{cases} 1 & m = 0 \\ \sqrt{2} & m \neq 0. \end{cases} \quad \text{для} \quad /7/$$

Коэффициенты $F_{\ell}(\vec{h}_1)$ вычисляются с использованием ортонормированности полиномов Лежандра $P_{\ell}(\psi)$

$$F_{\ell}(\vec{h}_1) = \frac{2}{N_{\vec{h}_1}} \int_0^{\pi} P_{\vec{h}_1}(\psi) P_{\ell}(\psi) \sin \psi d\psi. \quad /8/$$

Символы имеют следующие значения: ℓ - степень разложения; $M(\ell)$ - число линейно независимых сферических функций при данной ℓ /см. /5/.

Фактор нормировки полюсной фигуры $N_{\vec{h}_1}$ вычисляется следующим образом:

$$N_{\vec{h}_1} = \int_0^{\pi} P_{\vec{h}_1}(\psi) \sin \psi d\psi. \quad /9/$$

С помощью метода наименьших квадратов определяются текстурные коэффициенты C_{ℓ}^{μ} из уравнения /4/:

$$\sum_i k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_1) [F_{\ell}(\vec{h}_1) - \sqrt{\frac{2}{2\ell+1}} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_{\ell}^{\mu} k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_1)] = 0. \quad /10/$$

Используя найденные C_{ℓ}^{μ} , можно построить обращенную полюсную фигуру в направлении оси текстуры, которая описывается следующим выражением:

$$R_{T0}(\vec{h}_1) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \sqrt{\frac{2}{2\ell+1}} C_{\ell}^{\mu} k_{\ell}^{\mu}(\vec{h}_1) P_{\ell}(0). \quad /11/$$

Неприводимая часть обращенной полюсной фигуры точечной группы D_{6h}^4 образуется "треугольником" (1010), (1120), (0001). При изображении вектора \vec{h}_1 в полярных координатах угол азимута β отсчитывается от точки (1120). Согласно /5/, уравнения /5/, /6/, /7/ действительны, если $\beta = 0$ расположено на зеркальной плоскости кристалла.

4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как уже отмечалось выше, исходный материал обладал текстурой роста. На рис.3 показаны полюсные фигуры, определенные с помощью измерений по МВП на исходном образце. Как и ожидается, текстура недеформированного образца оказалась очень резкой. Математическая обработка, проведенная по методу, изложенному в разделе 3, не дает разумной обращенной полюсной фигуры ни при разложении до $\ell = 22$, ни при разложении до $\ell = 34$. Отрицательная полюсная плотность не имеет смысла с физической точки зрения. Плохо совпадают даже основные черты обращенных полюсных фигур для различных степеней разложения.

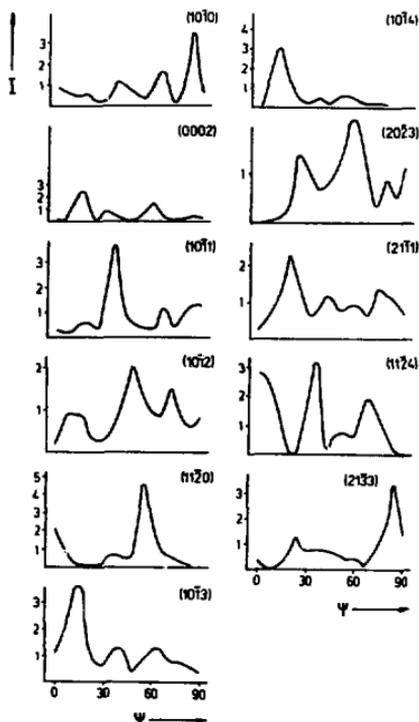


Рис. 3. Нормированные полюсные фигуры исходного образца.

На рис. 4 и 5 представлены ПФ, полученные из экспериментов с образцами, деформированными до диаметров 6 и 4,1 мм, соответственно. Результаты приведены как для классического, так и для время-пролетного методов. Совпадение соответствующих результатов для обоих методов достаточно хорошее. Заметим, что на стационарном реакторе было измерено 6 ПФ, в то время как по МВП удалось определить 12 полюсных фигур, не считая ПФ высшего порядка.

На основе полюсных фигур, измеренных стационарным методом, вычислялись обращенные полюсные фигуры в направлении оси текстуры для обеих степеней деформации. Они показаны на рис. 6. В расчетах проводилось разложение до $\ell = 22$. Хорошо видно развитие преимущественной ориентации плоскости решетки $(10\bar{1}0)$ в направлении оси текстуры в зависимости от степени деформации.

На рис. 7 изображены обращенные полюсные фигуры, вычисленные на основе результатов по МВП. При расчете расстояние

между точками уменьшалось с 6 до 1 градуса при помощи квадратичной интерполяции. При разложении до $\ell = 34$ интегрирование уравнения /8/ дает неудовлетворительные результаты для углового расстояния 6 градусов /см.⁴/ . В расчетах использовалось разложение до $\ell = 34$ с учетом всех определенных полюсных фигур, и до $\ell = 22$ с учетом только шести ФП $((10\bar{1}0)$, (0001) , (0111) , $(10\bar{1}2)$, $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}3)$). Результаты представлены на рис. 7 /верхний и нижний ряд соответственно/.

Обращенные полюсные фигуры первой степени деформации хорошо совпадают для разных степеней разложения и для разных методик эксперимента. ОПФ второй степени деформации в целом также совпадают, но ход распределения плотности 2 отличается в разных случаях. Особенно видно это отклонение в ОПФ, построенной

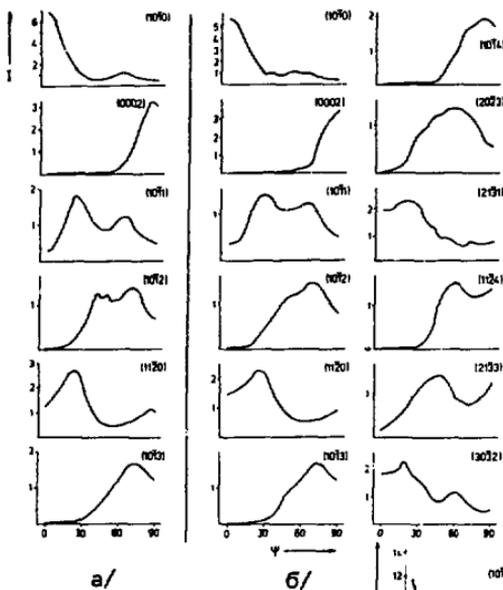


Рис. 4. Нормированные положительные фигуры образца после первой степени деформации, определенные на стационарном реакторе /а/ и на импульсном реакторе /б/.

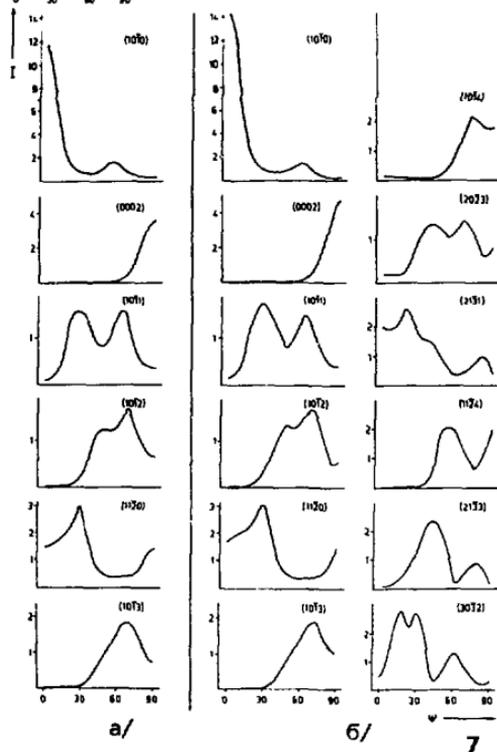


Рис. 5. Нормированные положительные фигуры образца после второй степени деформации, определенные на стационарном реакторе /а/ и на импульсном реакторе /б/.

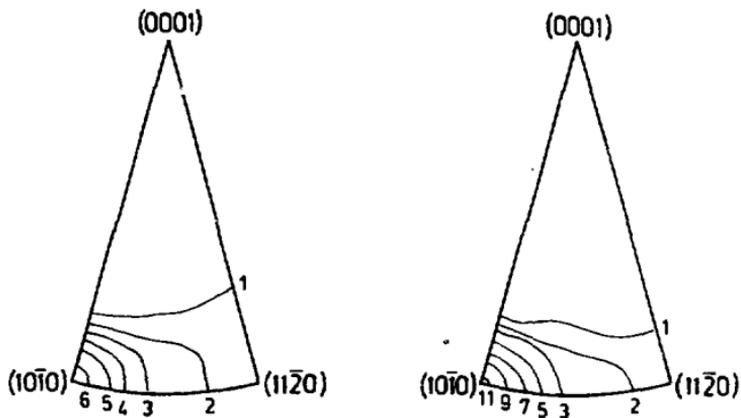


Рис.6. Обращенные полюсные фигуры образца после первой и второй степени деформации /слева направо/, определенные по результатам, полученным на стационарном реакторе.

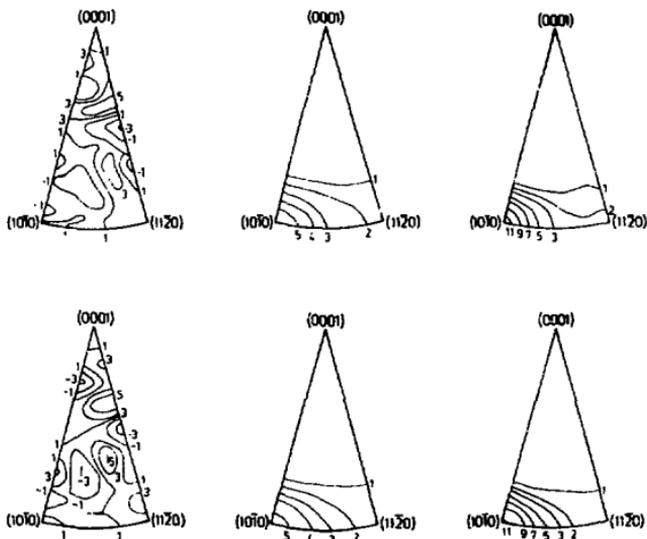


Рис.7. Обращенные полюсные фигуры исходного материала и образца после первой и второй степени деформации /слева направо/, вычисленные из результатов, полученных по МВП. В верхнем ряду разлагалось до $\ell = 34$, в нижнем - до $\ell = 22$.

с разложением до $l = 34$. Оно может быть обусловлено неточностями в определении полюсных фигур с большими миллеровскими индексами из-за невысокой статистики в этой области спектров МВП.

Интересно отметить, что под влиянием аксиально-симметричной деформации из достаточно резкой текстуры роста образуется сильная преимущественная ориентация плоскости (10 $\bar{1}$ 0) в направлении оси текстуры.

В заключение авторы выражают благодарность профессору А.Андрееффу за поддержку при проведении экспериментов, доктору физико-математических наук Ю.М.Останевичу и Е.А.Горемычкину за критическое обсуждение работы и полезные дискуссии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Gerward L. et al. Texture, 1976, 2, p.95.
2. Laine E. et al. Texture, 1977, 2, p.243.
3. Szpunar J. et al. Z.Metallkunde, 1974, 65, 3, p.221.
4. Андреефф А. и др. ОИЯИ, P14-12690, Дубна, 1979.
5. Bunge H.-J. Mathematische Methoden der Texturanalyse. Akademie-Verlag, Berlin, 1969.
6. Wassermann G., Brewen J. Texturen metallischer Werkstoffe. Springer-Verlag, Berlin, 1962.
7. Buras B., Holas A. Intensity and Resolution in the Time-of-Flight Powder Diffractometry. Report INR, No.745/11/PS, Warsaw, 1966.
8. Kleinstueck K. et al. Kristall und Technik, 1976, 11, 4, p.409.

Рукопись поступила в издательский отдел
30 июля 1980 года.