

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ
МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ СТАЛИ И СПЛАВОВ

Кафедра физического материаловедения

Иванов А.Н.

**КРИСТАЛЛОГРАФИЯ, РЕНТГЕНОГРАФИЯ И
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ**

ЧАСТЬ 3

Конспект лекция для потока ФХ – 2,3

Москва, 2009 год

Оглавление

Анализ текстуры	3
Рентгенографический анализ преимущественных ориентировок (текстур)	3
Классификация текстур.	4
Представление (описание) тексту при помощи прямых полюсных фигур.	6
Изменения на рентгенограмме при наличии текстуры в образце.	8
Анализ аксиальной текстуры.	9
Анализ аксиальной текстуры с помощью дифрактометра.	10
Анализ ограниченной текстуры с помощью ППФ, построенных дифрактометрическим методом.	12
Построение и анализ обратных полюсных фигур.	15
Описание текстуры с помощью функции распределения ориентировок.	20

Анализ текстуры

Рентгенографический анализ преимущественных ориентировок (текстур).

Кристаллографической текстурой называют преимущественную ориентировку определенных кристаллографических плоскостей и направлений в разных зернах поликристалла относительно внешних плоскостей и направлений.

Текстура возникает в результате направленного внешнего воздействия, например, в процессе деформации, при кристаллизации в условиях значительного градиента температур, в магнитном или электрическом поле, при конденсации из пара на подложку и т.д. Наличие преимущественной ориентировки усиливает анизотропию свойств материала и может существенно изменить эксплуатационные характеристики изделия. Поэтому возможность образования текстуры следует учитывать при проведении различных технологических процессов.

Если все кристаллиты поликристалла имеют одну преимущественную ориентировку, то текстуру называют однокомпонентной. Если же в изделии есть несколько групп кристаллитов, каждая из которых характеризуется своей ориентировкой, то текстуру называют многокомпонентной.

В реальных условиях наблюдается большее или меньшее отклонение ориентировки части кристаллитов в текстурованном материале от идеального расположения по отношению к направлению сил, вызвавших текстурообразование, на некоторый угол. Это явление называют рассеянием текстуры. Степень рассеяния текстуры в общем случае тем больше, чем слабее силы, действующие на материал (например, степень пластической деформации).

Классификация текстур.

Текстуры классифицируют в соответствии с симметрией пространственного распределения ориентировок зерен.

Аксиальная текстура – (неограниченная, осевая) возникает, если определенные кристаллографические направления $\langle uvw \rangle$ (ось текстуры) во всех зернах устанавливаются параллельно какому-либо внешнему направлению (оси ориентировки).

Обозначение текстуры – $\langle uvw \rangle$, где $\langle uvw \rangle$ - индексы кристаллографического направления, ориентированного вдоль направления силы, вызвавшей образование текстуры. Чем больше угол, на который у части кристаллитов направление $\langle uvw \rangle$ отклоняется от направления идеальной оси текстуры, тем больше степень рассеяния текстуры. Многокомпонентная осевая текстура записывается как $\langle u_1 v_1 w_1 \rangle + \langle u_2 v_2 w_2 \rangle + \dots$

Все возможные варианты расположения зерен в материале с аксиальной текстурой можно представить вращением одного кристалла вокруг направления $\langle uvw \rangle$, установленного вдоль оси ориентировки.

Аксиальная текстура образуется под воздействием сил, действующих предпочтительно в одном направлении (волочение, экструзия, сжатие, осаждение из газовой среды, кристаллизация и др.). Аксиальную текстуру иногда называют текстурой волочения.

Текстура конусного волокна (спиральная) характеризуется тем, что направления $\langle uvw \rangle$ образуют вокруг оси ориентировки конус с углом полураствора φ . Такой текстурой обладают, например, пленки металла, напыленного на трубчатые изделия. Если $\varphi=0$, получается аксиальная текстура, при $\varphi=90^\circ$ – кольцевая текстура.

Текстура прокатки (ограниченная) характеризуется тем, что определенные плоскости $\{hkl\}$ во всех зернах параллельны одной внешней плоскости, а направления $\langle uvw \rangle$, лежащие в этих плоскостях, параллельны

одному направлению. В таких текстурах зерна не имеют ни одной вращательной степени свободы.

Ограниченная текстура образуется в том случае, когда на образец действовали силы в нескольких направлениях. Типичным примером ограниченной текстуры служит текстура, возникающая при прокатке. Текстура прокатки образуется в результате действия сил сжатия в направлении, перпендикулярном плоскости прокатки, обозначаемом НН (направление нормали к плоскости прокатки), и сил растяжения вдоль направления прокатки, обозначаемого НП.

В случае текстуры прокатки определенные плоскости $\{hkl\}$ в зернах поликристалла оказываются параллельными плоскости прокатки, а направления $\langle uvw \rangle$ - параллельными НП. При сильной однокомпонентной текстуре прокатки кристаллиты оказываются практически лишенными степеней свободы, и поликристаллический материал становится подобным соответствующим образом ориентированному блочному монокристаллу.

Схемы расположения кристаллитов в текстурированных материалах приведены на рис. 1.

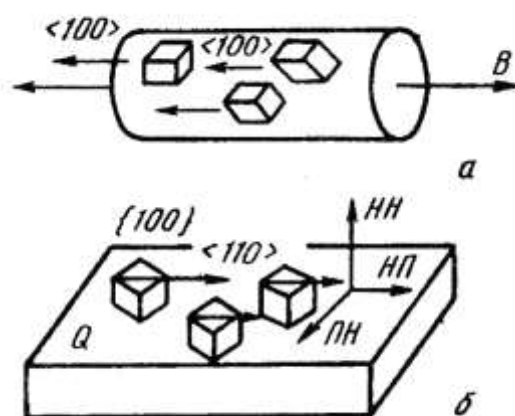


Рисунок 1. – Идеальная текстура в металлах с кубической решеткой:
а) – аксиальная текстура (текстура волочения) $\langle 100 \rangle$; В – ось волокна;
б) – ограниченная текстура (текстура прокатки) $\{100\}\langle 110 \rangle$; Q – плоскость листа; НП – направление прокатки; НН – нормаль в плоскости Q; ПН – нормаль к НП и НН, лежит в плоскости Q.

Текстуру прокатки в общей форме обозначают символом $\{hkl\}\langle uvw\rangle$. Индексы $\{hkl\}$ и $\langle uvw\rangle$ связаны между собой условием зональности (направление НП лежит в плоскости прокатки), которое выражается как $hu+kv+lw=0$.

Рассеяние текстуры прокатки означает, что плоскости $\{hkl\}$ у части зерен несколько отклонены от плоскости листа, а направления $\langle uvw\rangle$ — не строго параллельны НП.

Многокомпонентная текстура характеризуется наличием нескольких преимущественных ориентировок. Обозначение многокомпонентной текстуры:

$$\langle u_1v_1w_1\rangle + \langle u_2v_2w_2\rangle + \dots$$

или

$$\{h_1k_1l_1\}\langle u_1v_1w_1\rangle + \{h_2k_2l_2\}\langle u_2v_2w_2\rangle + \dots$$

В реальном материале невозможно строгое совпадение одних и тех же плоскостей и направлений во всех кристаллах. Отклонение от идеальной ориентировки называется *рассеянием текстуры*. Угол, на который направления и плоскости в отдельных кристаллитах отклоняются от идеальной ориентировки, обозначается $\Delta\theta$.

Представление (описание) текстуры при помощи прямых полюсных фигур.

Для описания и анализа текстур удобно использовать прямые полюсные фигуры.

Прямая полюсная фигура (ППФ) – гномостереографическая проекция (ГСП) определенной совокупности кристаллографических плоскостей $\{hkl\}$ (стереографических проекций нормалей $\mathbf{n}_{\{hkl\}}$ к этим плоскостям) на выбранную внешнюю плоскость для всех кристаллитов (зерен) данного поликристалла. Положение точек полюсной фигуры определяется двумя углами α и β , где α — радиальная координата, изменяющаяся от 0 до 90° ; β — азимутальная координата, изменяющаяся от 0 до 360° .

В случае аксиальной текстуры плоскость проекции может быть либо параллельна, либо перпендикулярна оси текстуры. В случае ограниченной текстуры проекцию выполняют на плоскость прокатки. ППФ обозначают индексами плоскостей $\{hkl\}$, для которых выполнена проекция. Области, в которых присутствуют проекции соответствующих плоскостей, отмечаются на ППФ штриховкой. Вид ППФ зависит от типа текстуры и индексов плоскостей $\{hkl\}$. Схемы ППФ показаны на рис. 2 и 3, а на рис. 4 приведена ППФ многокомпонентной ограниченной текстуры реального материала – холоднокатаного железа.

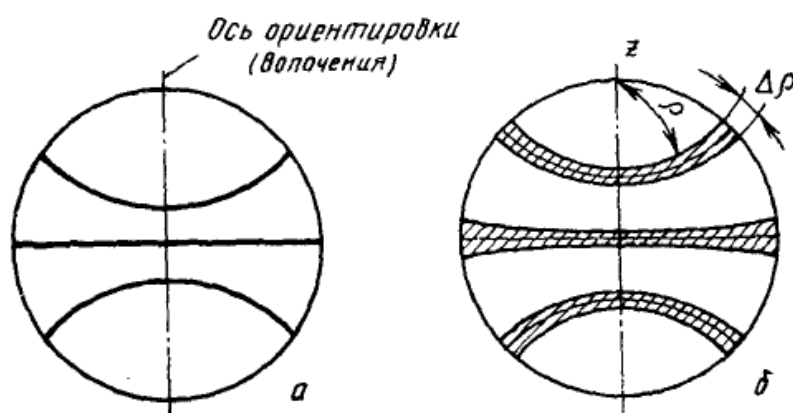


Рисунок 2 – Схема ППФ материала с аксиальной текстурой: а) идеальная текстура; б) текстура с углом рассеяния $\Delta\rho$.

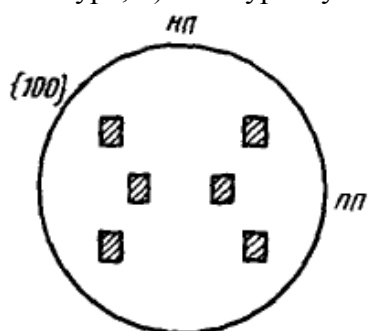


Рисунок 3– Схема ППФ материала с ограниченной текстурой при ориентировке $(211) \{011\}$

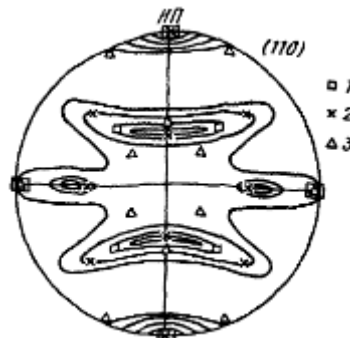


Рисунок 4 – ППФ (110) для холоднокатаного α -железа с обозначенными на ней ориентировками: 1 – $\{100\}\langle 110\rangle$; 2 – $\{112\}\langle 110\rangle$; 3 – $\{111\}\langle 112\rangle$.

Изменения на рентгенограмме при наличии текстуры в образце.

В бестекстурном материале все зерна ориентированы произвольным образом и все ориентировки равновероятны. Это приводит к равномерному распределению интенсивности вдоль дебаевского кольца на рентгенограмме. При наличии в образце текстуры происходит перераспределение интенсивности вследствие усиления одних ориентировок и ослабления (или исчезновения) других. На дифрактограмме это выражается в изменении относительной интенсивности линий. При съемке фотометодом на фоне сплошного дебаевского кольца могут появиться отдельные симметрично расположенные области повышенной интенсивности – текстурные максимумы. Схема образования и вид рентгенограммы для аксиальной текстуры приведены на рис. 5 и 6

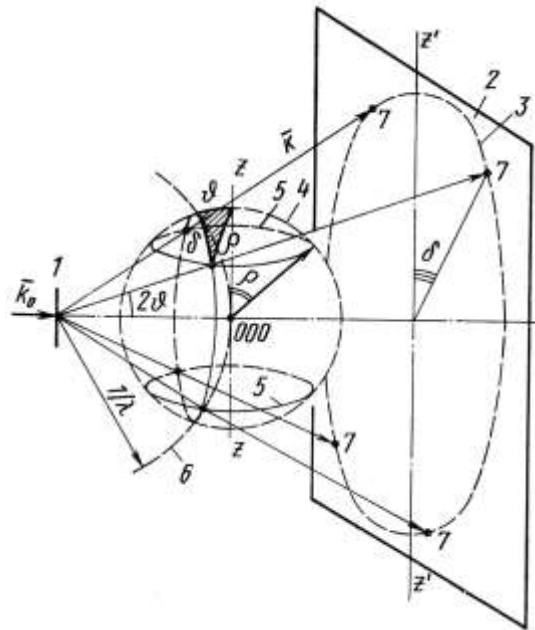


Рисунок 5 – Схема образования рентгенограммы в случае идеальной аксиальной текстуры. 1 – ось проволоки; 2 – пленка; 3 – дебаевское кольцо; 4 – сфера-узел ОР нетекстурованного материала; 5 – узел ОР материала с идеальной аксиальной текстурой; 6 – сфера Эвальда; 7 – текстурные максимумы.

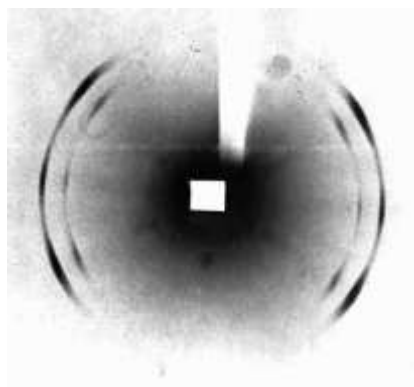


Рисунок 6 – Вид рентгенограммы материала с аксиальной текстурой (молибденовая проволока, медное излучение).

Анализ аксиальной текстуры.

Фотографический метод. Определение индексов оси текстуры $\langle uvw \rangle$ можно проводить по рентгенограмме, снятой на плоскую пленку. Обычно для анализа выбирают наиболее интенсивные линии с малым фактором повторяемости. В металлах с кубической решеткой это первые линии рентгенограммы, поэтому используют прямую съемку. Образец устанавливают перпендикулярно падающему пучку.

Обозначим ρ – угол между нормалью к отражающей плоскости $\{hkl\}$ и направлением $\langle uvw \rangle$ и δ – угол между направлением на текстурный максимум и проекцией оси текстуры на рентгенограмме (рис. 5). Эти углы связаны с углом дифракции θ соотношением:

$$\cos \rho = \cos \vartheta \cdot \cos \delta \quad (1)$$

Угол θ для известного материала можно рассчитать, зная индексы отражающей плоскости и длину волны выбранного излучения, а δ – измерить по рентгенограмме. Определив угол ρ , находят индексы оси текстуры, используя известные выражения для вычисления угла между двумя направлениями.

Для кубического кристалла можно воспользоваться формулой:

$$\cos \rho = \frac{hu + kv + lw}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \cdot \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}}$$

Зная индексы отражающей плоскости, индексы оси текстуры u , v и w подбирают таким образом, чтобы значение $\cos\rho$ было близко к найденному экспериментально. Для однозначного определения индексов оси текстуры необходимо использовать текстурные максимумы разных типов (под разными углами δ). Если на выбранной линии присутствуют максимумы только одного типа, можно проводить анализ по двум линиям рентгенограммы.

Дифференцируя выражение для (1) по ρ и δ можно получить формулу для вычисления рассеяния текстуры $\Delta\rho$:

$$\Delta\rho = \frac{\sin\delta \cdot \cos\vartheta}{\sin\rho} \cdot \Delta\delta$$

Здесь $\Delta\delta$ – полуширина текстурных максимумов (в угловых единицах) на рентгенограмме.

Анализ аксиальной текстуры с помощью дифрактометра.

Угол ρ можно определить съемкой на дифрактометре. При дифрактометрическом анализе возможны два варианта взаимного расположения оси текстуры и плоскости образца:

- а) ось текстуры параллельна поверхности образца,
- б) ось текстуры перпендикулярна поверхности образца.

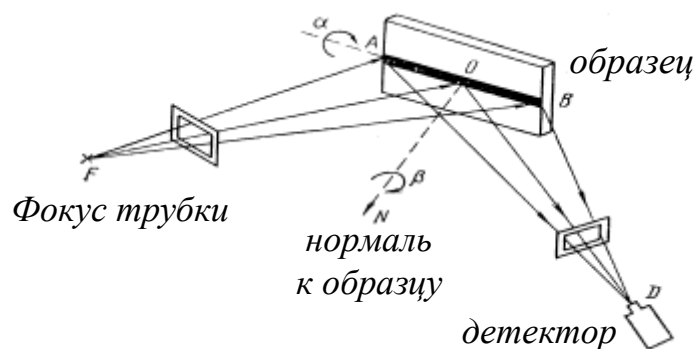


Рисунок 7. Схема съемки на текстурдифрактометре.

Выбрав линию НКЛ, образец устанавливают вертикально под углом θ к падающему пучку, а счетчик – под углом 2θ (рис. 7).

Если ось ориентировки перпендикулярна плоскости образца, то образец в процессе съемки быстро (около 60 об/мин) вращают вокруг нормали к его плоскости и дискретно

наклоняют вокруг АВ на угол α . Если образец вырезан параллельно оси ориентировки, то она располагается перпендикулярно или параллельно АВ, и положение образца в процессе съемки не изменяется. Детектор неподвижен и расположен под углом регистрации линии НКЛ.

Съемку проводят, наклоняя образец на угол α по отношению к первоначальному положению ($\alpha = 0$) и регистрируя интенсивность отражения $I(\alpha)$. При наклоне в отражающее положение выводятся плоскости $\{hkl\}$, расположенные под углом α к поверхности образца. Интенсивность отражения $I(\alpha)$ пропорциональна количеству зерен в облучаемом объеме, ориентированных подобным образом. В отсутствии текстуры интенсивность не должна меняться при изменении положения образца (если не учитывать уменьшение интенсивности за счет дефокусировки при наклоне). Для текстурированного образца на кривой $I(\alpha)$ наблюдаются один или несколько максимумов. Вид зависимости $I(\alpha)$ приведен на рис.8.

При параллельном расположении оси текстуры и поверхности образца $\alpha_{\max} = 90 - \rho$, если ось текстуры перпендикулярна поверхности, $\alpha_{\max} = \rho$.

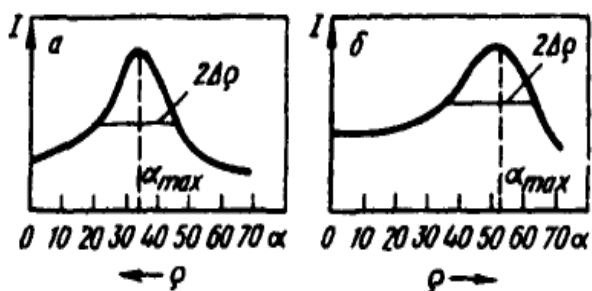


Рисунок 8 – Дифракционные кривые $I(\alpha)$ для образца с аксиальной текстурой:
а — образец параллелен оси ориентировки;
б — плоскость образца нормальна оси ориентировки; $2\Delta\rho$ — ширина пика кривой (рассеяние текстуры).

Рассеяние текстуры $\Delta\rho$ оценивают полушириной максимума на кривой $I(\alpha)$. Анализ аксиальной текстуры можно проводить без построения ППФ.

Анализ аксиальной текстуры с помощью дифрактометрических кривых $I(\alpha)$, исправленных на дефокусировку, является экспрессным методом, так как съемка кривых $I(\alpha)$ для интервала углов от 0 до 70 - 75° занимает 15 - 20 мин, а анализ текстуры по этим кривым для нескольких НКЛ с помощью таблицы углов между направлениями — несколько минут.

Анализ ограниченной текстуры с помощью ППФ, построенных дифрактометрическим методом.

Анализ ограниченной текстуры возможен только методом построения полюсных фигур. Для построения прямой полюсной фигуры используют плоский образец, в котором плоскость ориентировки (в случае текстуры прокатки – плоскость прокатки) параллельна поверхности. Плоскость прокатки всегда является плоскостью проекции, направление прокатки совмещают с вертикальным диаметром. Координаты любой точки на плоскости проекций можно задать двумя углами: α , отсчитываемым от центра проекций и β , отсчитываемым от вертикального диаметра против часовой стрелки. Для анализа, как и в случае аксиальной текстуры, удобнее выбирать отражения от плоскостей $\{hkl\}$ с малыми индексами. Из-за малого фактора повторяемости прямая полюсная фигура для таких плоскостей имеет более простой вид.

Схема съемки образца представлена на рис. 7.

Образец устанавливают вертикально под углом θ к падающему пучку, счетчик – под углом 2θ . При съемке источник и счетчик неподвижны, а положение образца можно менять наклоном относительно горизонтальной оси (изменение угла α) и вращением вокруг нормали к поверхности образца (изменение угла β). При этом в отражающее положение выводятся плоскости $\{hkl\}$ по-разному ориентированные относительно плоскости прокатки. Полюсная плотность считается пропорциональной интенсивности отражения, полученного от плоскостей ориентированных определенным образом. В начальный момент съемки в отражающем положении находятся плоскости $\{hkl\}$, параллельные плоскости прокатки. Измеряя интенсивность при таком положении образца, определяют полюсную плотность в центре плоскости проекций. Для определения полюсной плотности в точке с координатами α , β проводят съемку образца, наклоненного на угол α относительно первоначального положения и развернутого на угол β вокруг

нормали N (см. рис.6.21). Чтобы описать всю полюсную фигуру необходимо провести съемки, изменяя положение образца по углу α от 0 до 90° и по углу β от 0 до 360°.

Обычно угол α меняют дискретно и производят регистрацию кривой $I(\beta)$ при $\alpha = \text{const}$. Вид этой зависимости приведен на рис. 8.

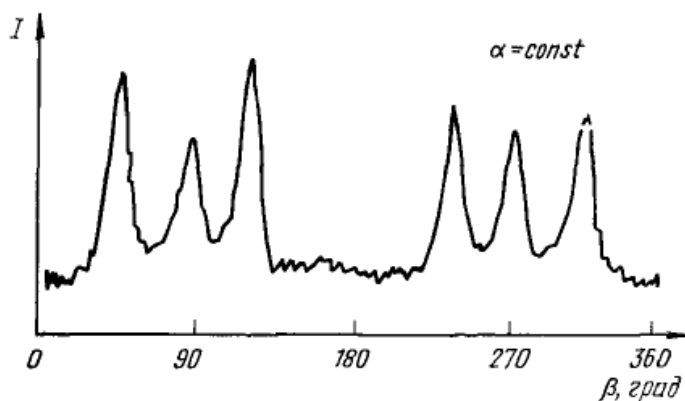


Рисунок 8 – Пример кривой $I(\beta)$, получаемой на текстурдифрактометре.

Значения $I(\alpha, \beta)$ или $I_{\text{обр}}(\alpha, \beta) / I_{\text{эт}}(\alpha, \beta)$ наносят на полярную сетку, центр которой совпадает с проекцией нормали к плоскости прокатки, а вертикальный диаметр – с направлением прокатки. Через точки с близкой интенсивностью проводят изолинии, очерчивая на полюсной фигуре области сгущения нормалей. Участок ППФ прокатанного вольфрама представлен на рис.9. При съемке только «на отражение» из-за конструктивных особенностей держателя и значительной дефокусировки удается получить

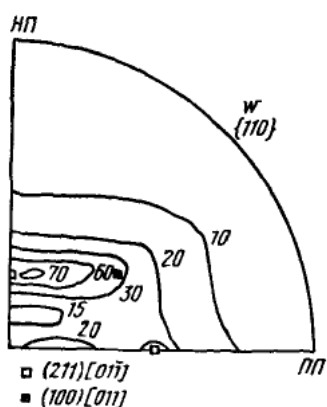


Рисунок 9 – Количественная ППФ {110} прокатанного вольфрама. НП– направление прокатки; ПН–поперек прокатки.

центральную часть полюсной фигуры до $\alpha = 75^\circ$. При наклоне образца его плоскость выходит из фокусирующего положения.

Дефокусировка приводит к уменьшению интенсивности, регистрируемой детектором. Чтобы ввести поправку на дефокусировку, в тех же условиях снимают бестектурный образец (эталон) и вычисляют для каждой точки с координатами α и β отношение $I_{\text{обр}}(\alpha, \beta) / I_{\text{эт}}(\alpha, \beta)$.

Для построения полной полюсной фигуры необходимо сочетать съемку «на отражение» со съемкой «на просвет» тонкого образца (толщиной $1/2\mu$).

Анализ ППФ и определение основных ориентировок ограниченной текстуры.

Для определения ориентировок проводят совмещение построенной полюсной фигуры со стандартными проекциями кристалла. Концентричным вращением полюсной фигуры пытаются добиться совпадения максимумов на ППФ с полюсами на сетке, имеющими индексы плоскостей, для которых построена фигура. Если на какой-либо стандартной проекции получено совпадение, то по индексам стандартной сетки определяют индексы плоскости, совпадающей с плоскостью проекции $\{h_1k_1l_1\}$, а индексы оси текстуры – по индексам направления $\langle u_1v_1w_1 \rangle$, с которым совпадает направление $\beta=0$ полюсной фигуры. В случае многокомпонентной текстуры процедуру повторяют до тех пор, пока все основные максимумы полюсной фигуры не будут описаны определенной ориентировкой $\{h_ik_i l_i\} \langle u_i v_i w_i \rangle$.

Сравнивая (с учетом рассеяния) высоты текстурных максимумов, принадлежащих разным ориентировкам, можно качественно оценить долю зерен в той или иной ориентировке.

Количественные ППФ имеют недостатки. *Во-первых*, все ориентировки зерен, которые различаются лишь поворотом вокруг нормали к отражающей плоскости, дают на ППФ одну точку. Действительно, для того, чтобы произошло «отражение», достаточно выполнения условия Вульфа-Брегга для плоскости (hkl) , но безразлично, как эта плоскость повернута вокруг нормали. *Во-вторых*, определение ориентировок в случае сложных текстур с большим рассеянием затруднительно и неоднозначно. *В-третьих*, в случае сложных (многокомпонентных) текстур практически невозможно определить долю объема зерен в той или иной ориентировке (очень сложно бывает различить близкие ориентировки). Избежать этих недостатков можно, если анализировать текстуру по ОПФ.

Построение и анализ обратных полюсных фигур.

Обратная полюсная фигура (ОПФ) – стандартная стереографическая проекция (обычно [001]), на которой каждому кристаллографическому направлению приписан «вес», пропорциональный вероятности совпадения этого направления с важным направлением в образце (например, с направлением прокатки или нормали к плоскости прокатки). ОПФ показывает распределение ориентировок внешней оси относительно внутренних (кристаллографических) осей. Наиболее часто «вес» равен значению полюсной плотности P_{hkl} (см. далее).

Вероятность совпадения направлений определяет приведенная полюсная плотность, $\Phi_{hkl} = \frac{P_{hkl}}{P_0}$. Здесь P_{hkl} – полюсная плотность (доля нормалей к плоскостям $\{hkl\}$, ориентированных определенным образом в образце из общего числа нормалей) в текстурованном образце, P_0 – то же для бестекстурного образца.

Обратная полюсная фигура строится в области стандартного треугольника – треугольника, образуемого тремя главными направлениями на стандартной проекции кристалла. Для кубической сингонии это направления [001], [011] и [111], для тетрагональной – [001], [100] и [110] и т.д. Около различных полюсов на стандартном треугольнике проставляют соответствующие им значения Φ_{hkl} , определенные экспериментально.

Пример ОПФ образца стали приведен на рис. 10.

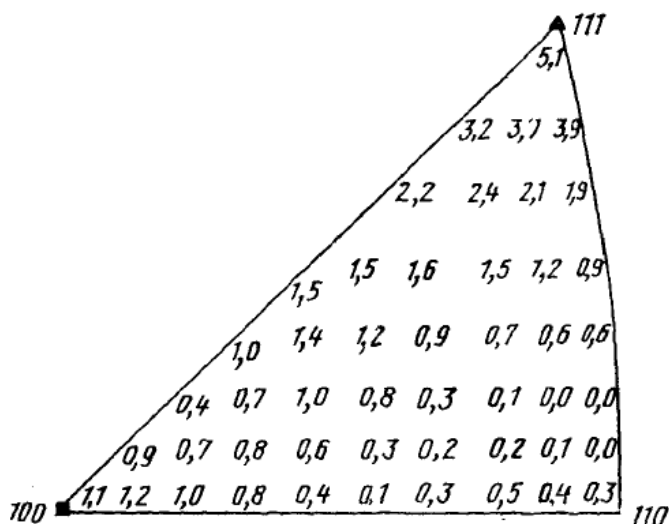


Рисунок 10 – ОПФ малоуглеродистой стали для глубокой вытяжки

Обратная полюсная фигура дает возможность количественно определить доли разных компонент текстуры, а также оценить их рассеяние.

Одним из способов построения ОПФ является определение интегральных интенсивностей отражений при съемке на дифрактометре в обычной геометрии с фокусировкой по Брэггу-Брентано. В этом случае регистрируется отражение от плоскостей, параллельных поверхности образца. Для построения ОПФ регистрируют полную дифрактограмму образца во всем диапазоне углов. Съемку проводят на жестком (MoK_α или AgK_α) излучении, чтобы получить больше отражений разного типа и проанализировать как можно больше полюсов на ОПФ. Образцы для съемки вырезают таким образом, чтобы анализируемое направление (например, направление прокатки) совпадало с нормалью к плоскости образца.

Интегральная интенсивность линии НКЛ в отсутствии текстуры I_{HKL}^0 определяется рядом факторов и геометрией съемки. В текстурированном образце интенсивность отражения I_{HKL}^T усиливается, если плоскости $\{hkl\}$ ориентированы преимущественно параллельно поверхности образца и падает, если такая ориентировка в образце отсутствует.

Интегральная интенсивность линии НКЛ для текстурованного образца

$$I_{HKL}^T = k_T P_{hkl} M_{hkl} ,$$

а для бестекстурного

$$I_{HKL}^0 = k_o P_0 M_{hkl}$$

где k - коэффициенты пропорциональности, определяемые множителями интенсивности и условиями эксперимента, P – *полюсная плотность* (число нормалей к плоскостям совокупности $\{hkl\}$ на единицу площади сферы узла ОР), M_{hkl} – фактор повторяемости.

Можно считать, что приведенная полюсная плотность пропорциональна отношению интенсивностей линии НКЛ в текстурованном и бестекстурном образцах:

$$\frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} = K \Phi_{hkl} \quad (2)$$

где Φ_{hkl} – относительная полюсная плотность, которая показывает, во сколько раз вероятность для $\{hkl\}$ быть параллельной плоскости образца в текстурованном образце отличается от таковой в бестекстурном ($\Phi_{hkl} \geq 0$).

Коэффициент K зависит от множителей интенсивности и условий эксперимента и может быть рассчитан с учетом всех зарегистрированных отражений. Если $K=1$, то относительная полюсная плотность Φ_{hkl} прямо находится по (2) и наносится около соответствующего полюса ОПФ. Если предположение $K=1$ некорректно, то для нахождения величины K просуммируем (2) по всем n зарегистрированным НКЛ, принимая $P_0=1$, и получим

$$\sum_n \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} = K \sum_n \Phi_{hkl} = K \frac{\sum_n P_{hkl}}{P_0}$$

Так как (при $n \rightarrow \infty$) среднее значение полюсной плотности

$$\bar{P} = \sum_n P_{hkl} / n = P_0 = 1 , \quad (3)$$

то, с учетом полученного имеем:

$$\Phi_{hkl} = \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} \frac{1}{K} = \frac{I_{HKL}^T \cdot n}{\sum_n \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0}}$$

где n – число линий, по которым ведется расчет. При вычислении Φ_{hkl} учитывают только отражения одного порядка от плоскостей $\{hkl\}$, хотя на дифрактограмме могут быть зарегистрированы отражения разных порядков.

Нормировка (3) тем точнее, чем от большего числа совокупностей плоскостей зарегистрированы отражения. Для кристаллов низших и средних сингоний, на рентгенограмме которых присутствует большое число линий, при расчете Φ_{hkl} обычно пользуются полученной формулой.

Поэтому, для построения ОПФ рассмотренным методом следует использовать жесткое излучение, если симметрия кристаллической решетки анализируемой фазы высока.

Для металлов с кубической решеткой можно проводить расчет по формуле:

$$\Phi_{hkl} = \frac{\frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} \cdot \sum_n M_{hkl}}{\sum_n M_{hkl} \cdot \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0}}$$

Здесь M_{hkl} – множитель повторяемости для плоскостей $\{hkl\}$.

Полученные по этим формулам значения Φ_{hkl} наносят на стандартный стереографический треугольник около полюсов с соответствующими индексами hkl .

ОПФ дает возможность количественно определить доли разных компонент текстуры, а также оценить их рассеяние. Оценка долей ориентировок может быть проведена путем сопоставления абсолютных значений R_{hkl} для тех полюсов на стандартном треугольнике, для которых она соответствует большим величинам. Если какой-то полюс $\{hkl\}$ на ОПФ имеет относительно большую величину полюсной плотности, чем соседние

полюса, то с анализируемым направлением в образце с большей вероятностью совпадает нормаль \mathbf{n}_{hkl} к плоскости $\{hkl\}$.

Анализ текстур с помощью ОПФ имеет следующие преимущества:

- большее, чем в случае ППФ, удаление друг от друга областей, соответствующих различным полюсам. Это особенно важно в случае рассеянных многокомпонентных текстур, когда имеет место перекрытие разных ориентировок на полюсной фигуре;
- более точное количественное определение ориентировок, описывающих текстуру, и их рассеяния. В случае ППФ для получения количественных оценок анализируют несколько ППФ, построенных для разных плоскостей $\{hkl\}$;
- съемка для построения ОПФ не требует использования специальных приспособлений (приставки для наклона образца и щелей), как в случае ППФ.

К недостаткам ОПФ относится то, что при анализе ограниченной текстуры следует, *во-первых*, построить ОПФ для двух образцов: плоскость одного из них параллельна плоскости прокатки, а плоскость другого нормальна к направлению прокатки, а *во-вторых*, затруднительно по анализу ОПФ записать ориентировки зерен так, как это делается при анализе ППФ, то есть в виде $\{hkl\}\langle uvw \rangle$. Кроме того, изложенный метод позволяет найти P_{hkl} только для тех плоскостей, отражения от которых были измерены, то есть полученная ОПФ дискретна. Представление текстуры с помощью ФРО свободно от недостатков, присущих и ППФ, и ОПФ.

Описание текстуры с помощью функции распределения ориентировок.

Рассмотренные выше способы описания текстуры с помощью ППФ и ОПФ были основаны на определении вероятности совпадения ориентации кристаллита с какой-либо заданной ориентацией относительно определенной системы координат. Выбор системы координат определяет способ описания текстуры. В общем случае текстура поликристалла описывается четырьмя координатами: три определяют ориентировку, а четвертая – вероятность этой ориентировки.

ППФ позволяет указать связь между системой координат образца и кристалла только для идеальной ориентировки. В реальных случаях распределение ориентаций имеет непрерывный характер. ОПФ несколько лучше представляет непрерывное распределение ориентаций по отношению к вершинам стандартного стереографического треугольника, но только для какой-то одной оси системы координат образца.

Однозначно установить ориентировку каждого зерна в пространстве возможно, если указать вращения, переводящие систему координат образца (например, направление прокатки, поперечное направление и нормаль к плоскости прокатки) в систему координат кристалла (например, ребра элементарной ячейки).

В общем случае текстура поликристалла описывается четырьмя координатами: три (эйлеровы углы) определяют ориентировку, а четвертая – вероятность этой ориентировки. Графически так представить текстуру невозможно, так как для этого необходимо 4-х мерное пространство, поэтому используют представление текстуры с помощью ППФ или ОПФ.

Описание ориентаций более целесообразно проводить с помощью трех углов поворота (эйлеровых углов) относительно осей кристалла, которые приводят систему координат образца параллельно системе координат кристалла. Поворот осуществляют сначала вокруг оси z на угол φ_1 , затем

вокруг нового положения оси x на угол Φ , а затем вокруг нового положения оси z на угол φ_2 (рис.11). Углы φ_1 и φ_2 могут изменяться от 0 до 360° , а угол Φ от 0 до 180° . Углы φ_1 , Φ и φ_2 можно использовать как декартовы координаты для описания положения кристалла в пространстве ориентировок.

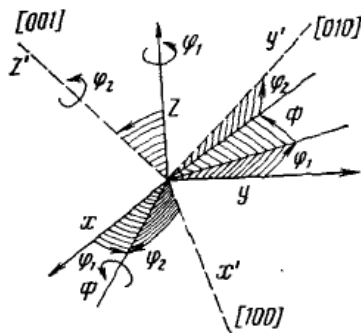


Рисунок 11 – Углы поворота, приводящего систему координат образца параллельно системе координат кристалла (эйлеровы углы).

Функцию распределения ориентаций объемов образца (ФРО) можно ввести следующим образом:

$$f(g)dg = \frac{dV_g}{V}$$

Здесь g – обозначение определенной ориентации – точка с координатами φ_1 , Φ и φ_2 в пространстве ориентировок, dg – элемент объема в пространстве ориентировок, V – общий объем образца, dV_g – суммарная часть объема образца с ориентацией g в пределах элемента объема dg . Значение этой функции в каждой точке φ_1 , Φ , φ_2 равно доле объема образца с такой ориентацией. ФРО полностью и совершенно однозначно описывает текстуру материала.

Функция $f(g)$ нормирована так, что

$$\int f(g)dg = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^{2\pi} \int_0^\pi \int_0^{2\pi} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) d\varphi_1 \sin \Phi d\Phi d\varphi_2 = 1.$$

Зная функцию $f(g)$, можно построить непрерывную ОПФ и любую ППФ.

ФРО позволяет определить величину любого анизотропного свойства текстурованного материала в любом направлении, если известна зависимость этого свойства F от ориентации, т.е. $F(g)$ для монокристалла. Среднее значение свойства определяют по формуле

$$\bar{F} = \int F(g) \cdot f(g) dg \quad .$$

Для образца с произвольной ориентацией g_0 формула имеет вид

$$\overline{F(g_0)} = \int F(g) f(gg_0) dg \quad ,$$

где g_0 – матрица поворота к новой ориентировке.

Таким образом, зная ФРО, можно определить анизотропию упругих, пластических, прочностных, магнитных свойств текстурованных поликристаллов.

Важной областью применения ФРО является исследование механизма образования текстур фазовых превращений и рекристаллизации путем построения матриц соответствия и поворота ориентировок двух фаз.

В настоящее время разработаны способы экспериментального определения ФРО по нескольким (2-4) ППФ, полученным одним методом – на отражение или на просвет. Большинство способов требуют компьютерной обработки данных. Имеются также способы грубой ручной оценки ФРО.

В программе количественного фазового анализа PHAN%, разработанной *Е.В. Шелеховым*, по интегральной интенсивности всех линий фазы можно определить несколько коэффициентов ряда разложения ФРО, и по этим коэффициентам рассчитать значения полюсной плотности $\Phi_{hkl}(\alpha) = P_{hkl}(\alpha)$ для любых $\{hkl\}$ с целью построения ОПФ. (α – угол наклона плоскости $\{hkl\}$ к плоскости образца, изменяется от 0 до 90°).