

Diszlokációsűrűség és ikerhatárok
meghatározása
hexagonális-szoros-illeszkedésű, *hcp* fémekben

Jóni Bertalan

Témavezető:
Dr. Ungár Tamás

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Anyagfizikai tanszék



Diplomamunka
Budapest, 2011.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	2
2. A vonalprofil analízis módszerének áttekintése	4
2.1. A kristallit mérethatás profilfüggvénye	5
2.2. A diszlokációk okozta vonalszélesedés profilfüggvénye	8
2.3. Az ikresedés hatása	11
2.3.1. Az ikresedés okozta vonalszélesedés profilfüggvénye <i>hcp</i> fémekben .	12
2.4. Mikroszerkezet meghatározása a Kovolúciós Teljes Profil illesztés (CMWP) módszerével	19
3. A mérés menete	21
3.1. A diffraktogram elkészítése	21
4. A diffrakciós mérés kiértékelése <i>hcp</i> anyagok esetén	25
4.1. A diffraktogram illesztése CMWP-vel	25
4.2. Burgers vektor populációk	26
5. Saját eredmények	30
5.1. A vizsgált anyagminták	30
5.2. Textúrált minták problémája	32
5.3. Egy új módszer a textúrált minták kiértékelésére	33
5.4. Eredmények és diszkusszió	46
6. Összefoglalás	54
7. Köszönetnyilvánítás	55
Irodalomjegyzék	56

1. Bevezetés

A szilárd kristályos anyagokat az jellemzi, hogy atomjaik szabályos rendben helyezkednek el, azaz kristályrácsot alkotnak. Ez a szerkezet lényegesen befolyásolja az anyag fizikai tulajdonságait, ugyanabból az elemből felépülő, de különböző kristályszerkezetű anyagok alapvetően különböző fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek. Jó példa erre a grafit és a gyémánt, melyek szén atomokból épülnek fel, de különböző a kristályszerkezetük, emiatt számos fizikai tulajdonságukban - hővezető képesség, keménység, fényáteresztő képesség - különböznek.

Általában azonban a valódi szilárd anyagok sohasem ideálisak, rácshibák bontják meg a kristályos rendet, mely rácshibák hatással vannak az anyag tulajdonságaira. Tehát nemcsak az anyag kristályszerkezete, hanem a szerkezet hibái is befolyásolják a fizikai tulajdonságokat. A rácshibákat kiterjedésük szerint csoportosítjuk:

i, ponthibák vagy 0 dimenziós hibák, pl. vakanciák, intersticiális vagy idegen atomok.

ii, vonalhibák vagy 1 dimenziós hibák, pl. diszlokációk.

iii, síkhibák vagy 2 dimenziós hibák, pl. rétegződési hiba, ikerhatár, szemcsehatár.

iv, térfogati hibák vagy 3 dimenziós hibák, pl. második fázisú kiválások, üregek, repedések.

A rácshibák mennyisége és minősége, vagyis a mikroszerkezet nagyon változatos lehet, így azonos kristályszerkezetű anyagok nagyon eltérő fizikai tulajdonságokkal rendelkezhetnek. Egy kristályos anyag keménysége, ridegsége, folyáshatára és számos más tulajdonsága erősen mikroszerkezet függő.

A mikroszerkezetet az anyag előállítási körülményei és az utólagosan alkalmazott kezelések határozzák meg. Ahhoz, hogy megértsük, hogy a különböző kezelések és megmunkálások miként befolyásolják egy anyag mikroszerkezetét és ezáltal megtervezhető fizikai tulajdonságokkal rendelkező anyagokat tudjunk előállítani, szükség van olyan módszerekre, amelyekkel meghatározható az anyagban lévő rácshibák minősége és mennyisége, azaz a mikroszerkezet.

Ilyen módszerek például a mikroszkópos eljárások, mint az optikai mikroszkóp, transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM), pásztázó elektronmikroszkóp (SEM), melyek előnye,

hogy a mikroszerkezetről közvetlen képet adnak, hátrányuk viszont, hogy mivel az anyagnak csak nagyon kis hányadát lehet ezekkel a módszerekkel vizsgálni, csak a lokális mikroszerkezetről kapunk információt. A nem lokális módszerek közül a legelterjedtebbek a röntgen és neutron diffrakciós technikák, melyek a vonalprofil analízis segítségével az anyag átlagos mikroszerkezetéről adnak információt. Az így kapott mikroszerkezeti paraméterek értékei statisztikailag nagyobb biztonsággal jellemzik a mikroszerkezetet mint a mikroszkópos vizsgálatok, mert nagyságrendekkel nagyobb térfogatról adnak információt.

Jelen dolgozatomban azt kívánom bemutatni, hogy polikristályos hexagonális-szoros-illeszkedésű (*hcp*) fémek esetén hogyan lehet meghatározni a diszlokáció- és ikerhatár sűrűséget a röntgen vonalprofil analízis alapján, mert a hexagonális anyagokban ezeknek a mennyiségek a meghatározása eltér a köbös szerkezetű anyagokétól. Például a diszlokációs-sűrűség meghatározásánál figyelembe kell venni a Burgers vektor populációkat, továbbá hexagonális anyagokban az ikresedés vonalprofilokra gyakorolt hatásának elmélete a közelmúltban lett beépítve a vonalprofil analízis általunk alkalmazott módszerébe Dr. Balogh Levente által, így ez egy friss kutatási terület. Dolgozatomban részletesen bemutatom ezeket a módszereket és kísérleti eredményeimen keresztül mutatom be az alkalmazásukat.

A hexagonális fémekben ezeknek a rácshibáknak a vizsgálata azért fontos, mert ezekben az anyagokban a képlékeny deformáció kialakulásában a diszlokációs mechanizmusok mellett a deformációs ikresedés is fontos szerepet játszhat, ezért ezen anyagok esetén alapvetően fontos ezeknek a rácshibáknak a vizsgálata. További problémát jelent, hogy a megmunkálás során ezek az anyagok textúrálódhatnak, ami megnehezíti a kiértékelést, ezért diplomamunkám során egy új eljárást dolgoztam ki a textúrált (*hcp*) fémek mikroszerkezetének meghatározására.

Jelen disszertációmban először összefoglalom a röntgen vonalprofil analízis alapjait, az elméletét és a mikroszerkezet meghatározására kidolgozott CMWP módszerét, valamint a mérések és kiértékelések menetét. Ezek után saját kísérleti eredményeim alapján bemutatom, hogy az elmélet hogyan alkalmazható és mennyire hatékonyan működik diszlokációk és ikerhibák minőségi és mennyiségi meghatározására hexagonális-szoros-illeszkedésű (*hcp*) magnézium minták esetében, valamint részletesen bemutatom az általam kidolgozott új eljárást a textúrált anyagok mikroszerkezetének vizsgálatára és saját kísérleti eredményeimen keresztül mutatom be annak hatékonyságát.

2. A vonalprofil analízis módszerének áttekintése

Diplomamunkám során a röntgen vonalprofil analízis (RVPA) módszerét használtam a mikroszerkezet meghatározására, ezért először összefoglalom a RVPA fontosabb jellemzőit.

A RVPA módszere napjainkban a mikroszerkezet vizsgálatának egyik leghatékonyabb módszere. A RVPA módszerével úgy kapjuk meg a mikroszerkezetet jellemző paramétereiket, hogy a különböző kristályhibák vonalprofilokra gyakorolt hatásának fizikai modelljéből számolt elméleti profílfüggvényeket illesztjük egy alkalmas program segítségével a mért profilokhoz. A RVPA módszere alapvetően a mikroszerkezet két eleméről ad felvilágosítást, a kristallit méretéről, illetve a különböző kristályhibák sűrűségéről és eloszlásáról. A röntgen vonalprofilokat mérhetően befolyásoló kristályhibák lehetnek diszlokációk, különböző rétegződési hibák, szemcsehatárok, zárványok, belső feszültségek, ponthibák. Ezek közül a következő fejezetekben a kristallit méret, a diszlokációk és az ikerhibák profílfüggvényeit mutatom be.

A kinematikus szórás elmélete alapján igazolható, hogy az intenzitásprofil felírható, mint a különböző rácshibák jelenlétéből származó intenzitásprofilok konvolúciója [1][2]:

$$I = I^S * I^D * I^{PF} * I^{instr} + BG, \quad (1)$$

ahol I^S a kristallitok méretének a hatása, I^D a diszlokációk hatása, I^{PF} a síkhibák hatása, I^{instr} a mérőberendezés által okozott instrumentális vonalprofil alak, BG pedig a diffúz szórásból származó háttér. A konvolúció művelete miatt a gyakorlati számítások szempontjából egyszerűbb áttérni a Fourier térbe, ahol a konvolúció egy egyszerű szorzássá válik. Ekkor az intenzitásprofil Fourier transzformáltja megadható az egyes tagok Fourier transzformáltjának szorzataként:

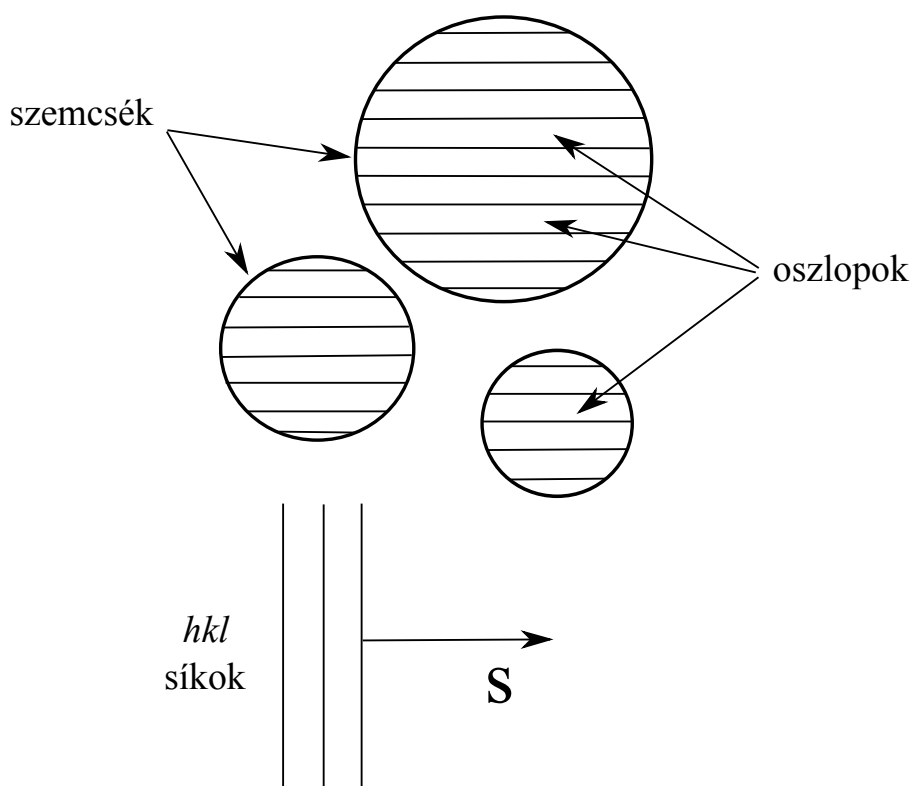
$$A(L) = A^S(L) \cdot A^D(L) \cdot A^{PF}(L) \cdot A^{instr}(L), \quad (2)$$

ahol L a Fourier hosszát jelöli.

Definíció szerint $L = na_3$, ahol n egész szám és $a_3 = \frac{\lambda}{2(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)}$, λ a röntgensugárzás hullámhossza, θ_1 és θ_2 pedig az a két diffrakciós szög, amik között kiértékeljük az adott vonalprofil. Ennek az $A(L)$ -nek a Fourier-transzformálása után kapjuk vissza az intenzitásprofil. A következő fejezetekben ezeknek az elméleti profílfüggvényeknek a meghatározását mutatom be.

2.1. A kristallit mérethatás profilfüggvénye

A kristallitok méretéből eredő vonalprofil alakot úgy kaphatjuk meg, hogy a polikristályos anyagban vesszük az adott diffrakciós csúcsba intenzitást adó szemcséket, majd gondolatban ezeket a diffrakciós vektorral (\mathbf{s}) párhuzamosan infinitezimális keresztmetszetű oszlopokra vágjuk [2]. Az így kapott oszlopok egy adott hkl indexű diffrakciós csúcs esetén merőlegesek lesznek a (hkl) Miller indexű rácssíkokra (1. ábra).



1. ábra. A reflektáló szemcsék oszlopokra bontása a diffrakciós vektorral (\mathbf{s}) párhuzamosan.

Ekkor az intenzitás profil Guinier munkája nyomán [2]:

$$I(s) = \int_0^{\infty} \frac{\sin^2(M\pi s)}{M(\pi s)^2} g(M) dM, \quad (3)$$

ahol M az oszlophossz, $s = \Delta(2\theta)/\lambda$, $g(M)$ az oszlopméret eloszlás sűrűségfüggvénye, azaz azoknak az oszlopoknak a relatív hányada, melyek hossza M és $M + dM$ közé esik. Adott szemcsealak és szemcseméret eloszlás esetén a profilokat úgy határozhatjuk meg,

hogy a $g(M)$ függvényt kifejezzük az $f(x)$ szemcseméret eloszlás sűrűségfüggvényével. Ez a kapcsolat függ a kristallitok alakjától, gömb alakú szemcsék esetén:

$$g(M) = NM^2 \int_M^\infty f(x) dx, \quad (4)$$

ahol N egy normálási tényező. A valószínűségszámítás módszereivel belátható, hogy a mechanikai úton porított kristallitok mérete lognormális eloszlású [3]. A tapasztalat szerint a legtöbb mechanikai úton deformált polikristályos anyag kristallit méretére is érvényes a lognormális eloszlás [4][5][6]:

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \frac{1}{x} \exp \left[-\frac{(\ln(x/m))^2}{2\sigma^2} \right], \quad (5)$$

ahol m és σ a lognormális eloszlásra jellemző paraméterek. A lognormális eloszlás két paraméteréből a következő átlagos szemcseméretet határozhatók meg:

A szemcseátmérők felülettel súlyozott átlaga:

$$\langle x \rangle_{area} = m \cdot e^{2.5\sigma^2}. \quad (6)$$

A szemcseátmérők térfogattal súlyozott átlaga:

$$\langle x \rangle_{vol} = m \cdot e^{3.5\sigma^2}. \quad (7)$$

A (4) és (5) egyenleteket behelyettesítve (3)-ba a vonalprofil alakja [7][8]:

$$I^S(s) = \int_0^\infty M \frac{\sin^2(M\pi s)}{2(\pi s)^2} \operatorname{erfc} \left[\frac{(\ln(M/m))}{\sqrt{2}\sigma} \right] dM, \quad (8)$$

ahol

$$\operatorname{erfc}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^\infty e^{-t^2} dt, \quad (9)$$

m és σ a lognormális eloszlású kristallit paraméterei, az intenzitásprofil csak e két paraméter függvénye.

A (8) profilalak fontos jellemzője, hogy független a hkl Miller-indexektől, tehát a gömbszerű kristallitok méretéből származó járulék mindegyik reflexió esetén ugyanaz.

Felírjuk még a (8) egyenlet Fourier-transzformáltját is [7][8]:

$$\begin{aligned}
A^S(L) &= \frac{m^3 \exp [(9/4)(2^{1/2}\sigma)^2]}{3} \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln (|L|/m)}{2^{1/2}\sigma} - \frac{3}{2} 2^{1/2}\sigma \right] - \\
&- \frac{m^2 \exp (2^{1/2}\sigma)^2}{2} |L| \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln (|L|/m)}{2^{1/2}\sigma} - 2^{1/2}\sigma \right] + \\
&+ \frac{|L|^3}{6} \operatorname{erfc} \left[\frac{\ln (|L|/m)}{2^{1/2}\sigma} \right], \tag{10}
\end{aligned}$$

melyet az $L = 0$ helyen vett értékével kell normálni:

$$A^S(0) = \frac{2m^3 \exp [(9/4)(2^{1/2}\sigma)^2]}{3}. \tag{11}$$

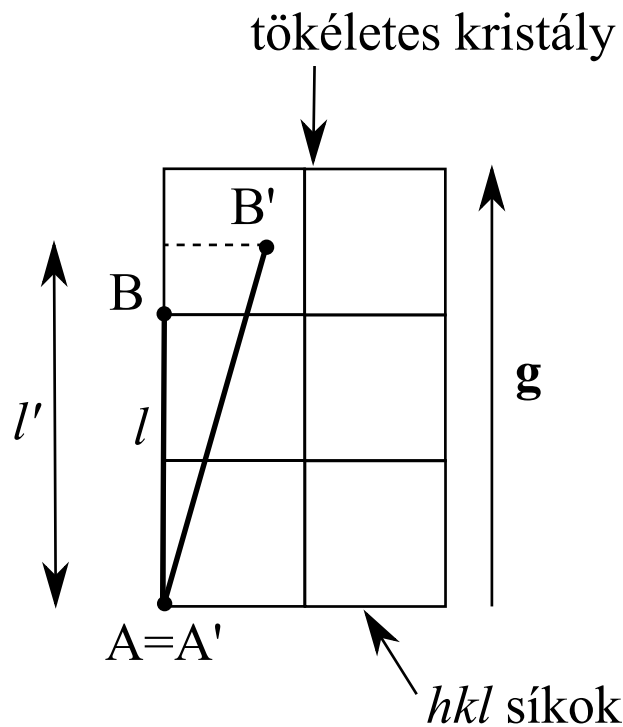
2.2. A diszlokációk okozta vonalszélesedés profilfüggvénye

A kristályos anyagok képlékeny deformációja elsősorban diszlokációs mechanizmusok révén megy végbe, ezért ebben a fejezetben bemutatom, hogy a diszlokációknak milyen hatása van a vonalprofilra. Vannak esetek, amikor a plasztikus alakváltozásban az ikresedés is szerepet játszik, erről a következő fejezetben lesz szó.

Az anyagban lévő rácsdeformációk által okozott vonalprofil függvény Fourier transzformáltja a következő formulával adható meg [9]:

$$A(L) = \exp(-2\pi^2 g^2 L^2 \langle \varepsilon_{L,g}^2 \rangle), \quad (12)$$

ahol L a Fourier változó, g a diffrakciós vektor abszolút értéke, $\langle \varepsilon_{L,g}^2 \rangle$ pedig a diffrakciós vektor irányú deformáció négyzetének az átlaga. Az $\langle \varepsilon_{L,g}^2 \rangle$ mennyiség pontosabb megértéséhez tekintsünk egy tökéletes kristályt, ahol a rácspontok szabályos rendben helyezkednek el (2. ábra). Szemeljük ki két olyan A és B pontot a rácspan, melyeket összekötő szakasz merőleges a (hkl) rácssíkokra és a távolságuk l . A valódi kristályban a rácshibák okozta



2. ábra. A rácsdeformáció jellemzése a diffrakciós vektorral (g) párhuzamosan.

rácsdeformációk miatt e két pont pozíciója eltér az ideálistól. Vegyük a reális kristályban a két pontot összekötő szakasz \mathbf{g} -vel párhuzamos l' -vetületét. Ha az $l - l'$ különbséget elosztjuk l -lel, akkor megkapjuk a kristály egy adott helyére jellemző rácsdeformáció értékét. Ha ezt négyzetre emeljük és kiátlagoljuk a hkl csúcsba röntgensugarakat szóró térfogatban, akkor megkapjuk $\langle \varepsilon_{L,g}^2 \rangle$ értékét. Ez a mennyiség határozza meg a vonalprofil szélesedését, minél nagyobb a deformáció mértéke, annál szélesebb lesz a diffrakciós csúcs.

A rácsdeformációt okozó rácshibák közül a ponthibák deformációs tere viszonylag rövidtávú, mert nagyjából a hibától számított távolság köbének reciprokával csökken, így a hibától távolodva hamar lecseng. Ezzel szemben a diszlokációk okozta rugalmas deformáció a távolság reciprokával változik, így az egy hosszú hatótávolságú tér. A reciproktér és a kristálytér reciprocitása miatt a ponthibáktól eredő szórás a Bragg csúcs közelében nem ad lényeges járulékot, míg a diszlokációk deformációs tere jól mérhető szélesedést okoz a diffrakciós csúcsban. Ha a rácstorzulást diszlokációk okozzák, a deformáció négyzet átlaga a következő formulával adható meg [9]:

$$\langle \varepsilon_{L,g}^2 \rangle = \left(\frac{b}{2\pi} \right)^2 \pi \rho C f^* \left(\frac{L}{R_e^*} \right), \quad (13)$$

ahol b a Burgers vektor abszolút értéke, ρ a diszlokáció sűrűség, C a ún. diszlokáció kontraszt faktor, R_e^* a diszlokációk külső levágási sugara és f^* a Wilkens függvény, melynek alakja a következő [10]:

$$\begin{aligned} f^*(\eta) &= -\log \eta + \left(\frac{7}{4} - \log 2 \right) + \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} + \frac{2}{\pi} \left[1 - \frac{1}{4\eta^2} \right] \int_0^\eta \frac{\arcsin V}{V} dV - \\ &\quad - \frac{1}{\pi} \left[\frac{769}{180\eta} + \frac{41}{90}\eta + \frac{2}{90}\eta^3 \right] \sqrt{1 - \eta^2} - \\ &\quad - \frac{1}{\pi} \left[\frac{11}{12} \frac{1}{\eta^2} + \frac{7}{2} + \frac{1}{3}\eta^2 \right] \arcsin \eta + \frac{1}{6}\eta^2, \quad \text{ha } \eta \leq 1 \\ f^*(\eta) &= \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} - \left[\frac{11}{24} + \frac{1}{4} \log 2\eta \right] \frac{1}{\eta^2}, \quad \text{ha } \eta \geq 1 \end{aligned} \quad (14)$$

A (13) egyenletet behelyettesítve a (12) formulába tehát a diszlokációk okozta vonalszélesedés profilfüggvényének Fourier transzformáltja:

$$A(L) = e^{-2\pi^2 g^2 L^2 \left(\frac{b}{2\pi} \right)^2 \pi \rho C f^* \left(\frac{L}{R_e^*} \right)}. \quad (15)$$

Az egyes diszlokációk C kontrasztfaktora kifejezi, hogy a diszlokációk anizotróp deformációs tere miatt a vonalprofil szélesedés a Burgers vektor, a diszlokáció vonalvektora és a diffrakciós vektor egymáshoz viszonyított állásától is függ. Ez azt jelenti, hogy ugyanaz a diszlokáció szerkezet a különböző indexű diffrakciós csúcsok eltérő mértékű kiszélesedését eredményezi. Ezt a jelenséget deformációs anizotrópiának nevezzük [11][12]. Textúra-mentes polikristályos anyag esetén a különböző irányú diszlokációk vonalkiszélesedésére gyakorolt hatása kiátlagolódik. Ebben az esetben a profilfüggvényben a diszlokáció populációra számolt átlagos kontrasztfaktort, \overline{C}_{hkl} -t kell használni. Az átlagos kontrasztfaktor köbös kristályokban az alábbi módon adható meg [13]:

$$\overline{C}_{hkl} = C_{h00}(1 - qH^2), \quad (16)$$

$$\text{ahol } H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}, \quad (17)$$

míg hexagonális kristályok esetén:

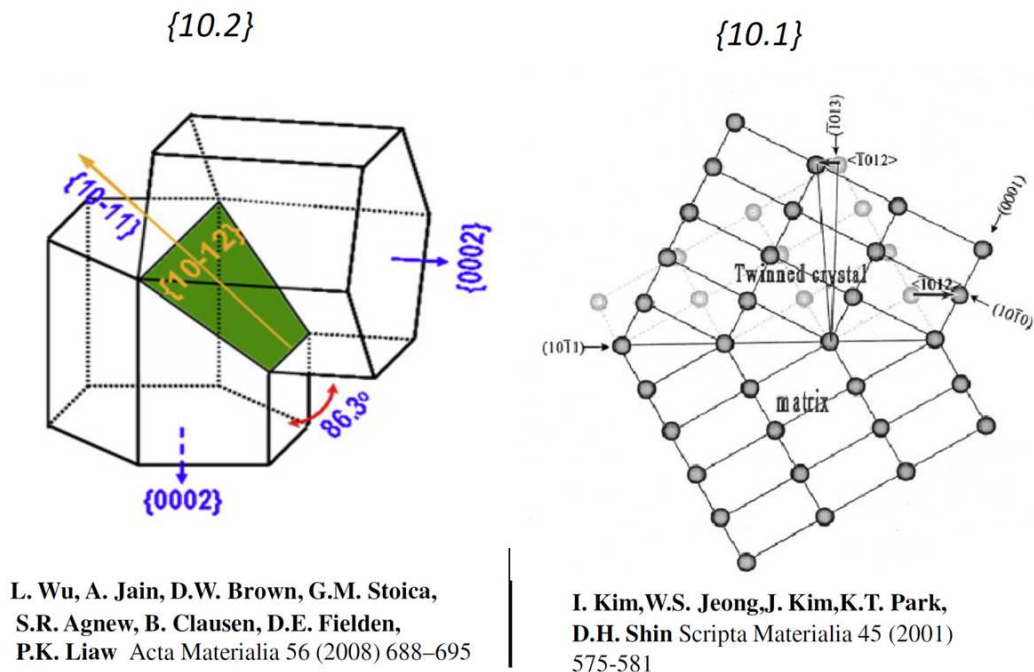
$$\overline{C}_{hkl} = C_{hk0}(1 + a_1H_1^2 + a_2H_2^2), \quad (18)$$

$$\begin{aligned} \text{ahol } H_1^2 &= \frac{(h^2 + k^2 + (h+k)^2)l^2}{(h^2 + k^2 + (h+k)^2 + \frac{3}{2}(\frac{a}{c})^2l^2)^2}, \\ H_2^2 &= \frac{l^4}{(h^2 + k^2 + (h+k)^2 + \frac{3}{2}(\frac{a}{c})^2l^2)^2}. \end{aligned} \quad (19)$$

\overline{C}_{h00} és \overline{C}_{hk0} a köbös illetve a hexagonális kristály rugalmas állandóiból származtatható állandók, a és c a hexagonális kristály rácsállandói, hkl a diffrakciós csúcs Miller indexei. A q paraméter értéke a köbös kristályban a diszlokációk él vagy csavar jellegéről ad információt, az a_1 és a_2 paramétereiből pedig a hexagonális kristályban lévő diszlokációk Burgers vektor típusainak arányára lehet következtetni.

2.3. Az ikresedés hatása

Az ikresedés egy olyan síkhiba, amely úgy néz ki, hogy egy sík két oldalán a kristályszerkezet önmaga tükörképe (3. ábra). Egy ikresedett kristályban a kristály és ikerkristálya felváltva követik egymást, megbontva a rendszer eltolási szimmetriáját minden ikerhatárnál. Hexagonális fémek esetén a négy piramidális sík mentén jöhet létre ikresedés a legnagyobb valószínűséggel (3. ábra). Az anyag képlékeny deformációja általában



3. ábra. Ikresedés hexagonális rendszerben. A jobb oldali ábrán jól látható, hogy a kristály és az ikerkristály egymás tükörképei, a bal oldali ábrán pedig hogy alakul ki az ikresedés *hcp* rendszerben egy piramidális síkon.

diszlokációs mechanizmusokkal megy végbe, azonban vannak esetek, amikor a képlékeny alakításban az ikresedés is szerephez jut. Köbös fémek esetében a síkhibák akkor játszanak fontos szerepet, amikor a rétegződési hiba energia kicsi, míg hexagonális szerkezetű fémek esetén eleve nincs meg a képlékeny alakváltozás kompatibilitásához szükséges legalább öt csúszási rendszer [14][15], ezért ezekben a fémekben az ikerképződés a képlékeny deformáció egyik alapvető mechanizmusa. A hexagonális fémekben alacsony hőmérsékleten a bazális Burgers vektorú diszlokációk és a deformációs ikresedés vesznek részt a képlékeny

alakításban, a prizmatikus és piramidális diszlokációk nem aktiválódnak. Magasabb hőmérsékleten a prizmatikus és piramidális diszlokációs mechanizmus átveszi a deformációs ikresedés szerepét [14][15].

A hexagonális szerkezetű anyagokban tehát a diszlokációs mechanizmusokon kívül az ikresedés játszhat még fontos szerepet a képlékeny deformáció létrejöttében, ezért a következő fejezetben bemutatom, hogy a hexagonális anyagokban előforduló ikerhibáknak milyen hatása van a röntgen vonalprofilokra.

2.3.1. Az ikresedés okozta vonalszélesedés profilfüggvénye *hcp* fémekben

Az ikresedés hatása a vonalprofilokra hexagonális rendszerek esetén csak az utóbbi időben lett kidolgozva [16], ezért ezt a témakört részletesebben mutatom be Dr. Balogh Levente munkája nyomán.

Az ikerhibák mennyiségét az ikerhatár sűrűséggel jellemezzük, amit az irodalomban β -val szoktak jelölni. Az ikerhatár sűrűséget az alábbi módon definiáljuk:

$$\beta = \frac{N_{PF}}{N}, \quad (20)$$

ahol N_{PF} az ikerhatárok száma N kristálysíknyi távolságon.

Az ikerhibák a kristály hosszú távú rendjét csak egy adott irányban, az ikresedés síkjára merőlegesen bontják meg. Ennek következtében a reciproknak csak az ikerhiba síkjára merőleges egyenesek mentén szélesednek ki. Az angol nyelvű irodalomban ezt a jelenséget *streaking*-nek nevezik. Az ikresedés hatásának vizsgálata céljából érdemes a *streaking* jelenségéhez illeszkedő koordináta rendszert választani, mely a reciproknak térben úgy néz ki, hogy az egyik bázisvektora párhuzamos a *streaking* irányával. A valós térben ennek megfelelően a kristály-koordináta-rendszer két bázisvektorának az ikresedés síkjában kell lennie. Ez alapján mind a négy *hcp* ikerhiba típus esetében bevezethető egy olyan triklin kristály-koordináta rendszer, amelynek a bázisa három lineárisan független rácsvektor, melyekből kettő párhuzamos az ikresedés síkjával. Jelölje *HKL* a triklin koordináta-rendszerbeli Miller-indexeket.

Az ikresedés vonalprofilokra gyakorolt hatásának tárgyalásakor feltesszük, hogy az ikresedés véletlenszerű, ami azt jelenti, hogy a jelenlévő ikerhiba sűrűség nem befolyásolja a további ikerhibák létrejöttének valószínűségét. Az egymást követő kristály és ikerkristály tartományokat lamelláknak nevezzük [17], ezek mérete és helyzete függ a többi lamella

méretétől és helyzetétől. Az ikresedés véletlenszerű jellegét kihasználva meghatározhatjuk a lamellák méreteloszlását. Legyen β annak a valószínűsége, hogy egy adott sík ikerhatár, ezt β valószínűséget definiáljuk ikerhatár sűrűségként. Egy n rétegből álló hibamentes tartományhoz $n - 1$ egymást követő síknak kell hibamentesnek lennie, az n -ik síknak pedig ikerhibának kell lennie. Ezzel annak a valószínűsége, hogy egy lamella n hosszúságú:

$$W_n(\beta) = \beta(1 - \beta)^{n-1}, \quad (21)$$

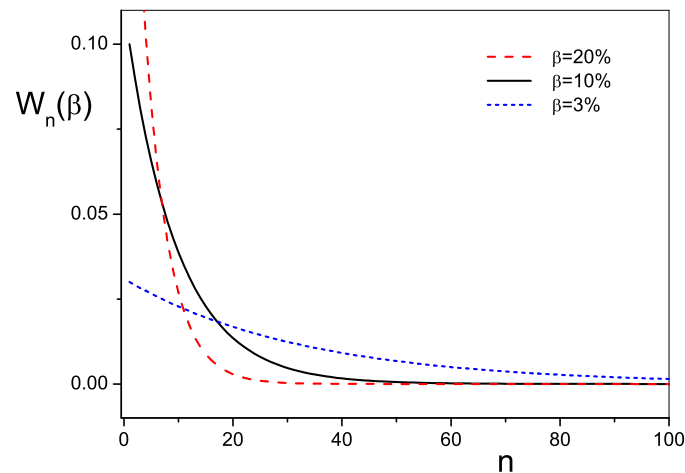
ahol $n \in \mathbb{N}$, $0 < \beta < 1$,

$$\sum_{n=1}^{\infty} W_n(\beta) = 1.$$

Az $W_n(\beta)$ az ún. negatív binomiális eloszlások osztályába tartozó függvény, amely néhány β esetén a 4. ábrán látható. Két ikerhiba közötti átlagos távolság, vagyis a lamellák átlagos átlagos n vastagsága:

$$\sum_{n=1}^{\infty} nW_n(\beta) = \frac{1}{\beta}, \quad (22)$$

vagyis az ikerhatárok közti átlagos távolság az ikresedés valószínűségének a reciproka.



4. ábra. A lamellák méreteloszlása néhány β esetén.

Tekintsük az ikresedett kristályt egymástól független lamellák összességének. Legyen x az ikresedés síkjára merőleges irány, a lamellákat pedig írjuk le egy $\sigma(x)$ ablakfüggvénnyel:

$$\sigma(x) = \begin{cases} 0 & ,\text{ha } x < -\frac{Dn}{2} \\ 1 & ,\text{ha } -\frac{Dn}{2} \leq x \leq \frac{Dn}{2} \\ 0 & ,\text{ha } x > \frac{Dn}{2}, \end{cases} \quad (23)$$

vagy Heaviside függvénnyel felírva:

$$\sigma(x) = H(x + Dn) - H(x), \quad (24)$$

ahol D az ikresedett síkok távolsága.

Legyen q az ikresedés síkjára merőleges reciproktér koordinátája. A lamellák a reciproktér rácspontokat a q irányban fogják szélesíteni. Egy Dn vastagságú lamellától származó szórt amplitúdó függvényt az ablakfüggvény Fourier transzformálásával kapjuk:

$$A_D(q) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{-iqx} s(x) dx = \frac{2 \sin(qDn/2)}{q}. \quad (25)$$

A Dn méretű lamellától származó szórt intenzitás:

$$I_D(q) = A_D(q)A_D(q)^* = \frac{4 \sin^2(qDn/2)}{q^2}. \quad (26)$$

A teljes szórt intenzitást úgy kapjuk, hogy az összes lamelláról szóródó intenzitásokat összeadjuk. Az összegzéskor súlyozni kell a Dn lamellák járulékát a $W_n(\beta)$ előfordulási valószínűségükkel, ami tartalmazza az ikerhatár sűrűséget. A teljes intenzitás profilfüggvénye:

$$I(q) = \sum_{n=1}^{\infty} W_n(\beta) I_D(q) = \frac{4 \left(\cos^2 \left(\frac{1}{2} qD \right) \beta - 2 \cos^2 \left(\frac{1}{2} qD \right) - \beta + 2 \right)}{q^2 \left(4 + 4 \cos^2 \left(\frac{1}{2} qD \right) \beta - 4\beta + \beta^2 - 4 \cos^2 \left(\frac{1}{2} qD \right) \right)}. \quad (27)$$

A $\cos^2(qD/2)$ függvényt Taylor sorba fejtvé az intenzitás profila egy Lorentz függvény adódik:

$$I(q) = \frac{D^2(\beta - 2)}{q^2 D^2(\beta - 1) - \beta^2} = \frac{I_0}{1 + \frac{4q^2}{(FWHM_q)^2}}, \quad (28)$$

aminek félértékszélessége:

$$FWHM_q = \frac{2\beta}{D\sqrt{1-\beta}}. \quad (29)$$

A relatív eltérés a (27) és a (28) profilalak között kisebb mint 10^{-5} . A q változó helyett bevezetjük a dimenziótlan L változót, ami a triklin koordinátarendszer harmadik Miller-indexe.

$$L = \frac{q}{q_0}, \quad (30)$$

ahol q_0 állandó. Ezzel a változóval a profilalak és annak félértékszélessége a következő:

$$I(L) = \frac{I_0}{1 + \frac{4L^2}{(FWHM_{triklin})^2}}, \quad (31)$$

$$FWHM_{triklin} = \frac{2\beta}{D_{tri}\sqrt{1-\beta}}, \quad (32)$$

ahol D_{tri} egy konstans.

Ez a modell, mely a lamellákat egymástól függetlennek tekintette, tovább finomítható azáltal, hogy kiegészítjük a modellt két fontos tulajdonsággal. Az egyik, hogy két szomszédos lamella egymás tükörképe az ikerhatárra nézve, a másik, hogy a lamellák térbeli helyzete nem véletlenszerű, ugyanis ezek egymás mellett helyezkednek el, emiatt a különböző lamellákról szóródó hullámok koherensen szóródnak. Tekintsük a kristályt olyan kettős lamellák összességének, melynek egyik oldala a kristály, a másik oldala az ikerkristály és e két oldal nem független egymástól. Ebben a közelítésben csak a kristály és a szomszédos ikerkristály lamella van összekapcsolva, a magasabb rendű szomszédok azonban függetlenek. Ez a javított közelítés már jól írja le az ikresedéshez tartozó profilfüggvényt [17].

Legyen a kristály oldal lamellájának vastagsága Dn_p , az ikerkristály oldaláé Dn_t . A kettős lamellát az $s_p(x)$ és a $s_t(x)$ ablakfüggvényekkel modellezzük:

$$s_p(x) = H(x + n_p D) - H(x), \quad (33)$$

$$s_t(x) = H(x) - H(x - n_t D), \quad (34)$$

ahol H a Heaviside függvény. A kristály és ikerkristály $W_{n_p}(\beta)$ és $W_{n_t}(\beta)$ méreteit a binomiális eloszlások adják:

$$W_{n_p}(\beta) = \beta(1-\beta)^{n_p-1}, \quad (35)$$

$$W_{n_t}(\beta) = \beta(1 - \beta)^{n_t-1}. \quad (36)$$

A szórt hullám amplitúdóját most is Fourier transzformálással kapjuk, a kristály oldaltól származó amplitúdó:

$$A_{D_p}(L - L_p) = \frac{2 \sin((L - L_p)q_0 D n_p / 2)}{(L - L_p)q_0} e^{i\frac{1}{2}(L - L_p)q_0 D n_p}. \quad (37)$$

Az ikerkristálytól származó amplitúdó:

$$A_{D_t}(L - L_t) = \frac{2 \sin((L - L_t)q_0 D n_t / 2)}{(L - L_t)q_0} e^{-i\frac{1}{2}(L - L_t)q_0 D n_t}, \quad (38)$$

ahol L_p és L_t a kristály és ikerkristály két egymáshoz közeli reciprok rácspontjának koordinátája ugyanazon a HK egyenesen. A kristályról és ikerkristályról szóródó amplitúdók koherensen adódnak össze:

$$A_D(L) = A_{D_p}(L - L_p) + A_{D_t}(L - L_t). \quad (39)$$

Egy kettős lamelláról szórt intenzitás ennek abszolút érték négyzete. A teljes intenzitást az összes kettős lamellától származó intenzitások méreteloszlásokkal súlyozott összegeként kapjuk:

$$I(L) = \sum_{n_p, n_t=1}^{\infty} W_{n_p} W_{n_t} |A_{D_p}(L - L_p) + A_{D_t}(L - L_t)|^2. \quad (40)$$

Behelyettesítve az amplitúdókat (40)-et a következőképp írhatjuk [17]:

$$I(L) = \frac{I_0}{1 + \frac{4(L - L_p)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} [1 + A(L - L_p)] + \frac{I_0}{1 + \frac{4(L - L_t)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} [1 - A(L - L_t)] + \dots, \quad (41)$$

ahol

$$A = \left\{ \frac{L_t - L_p}{1 + \frac{4(L_t - L_p)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} \left[1 - \frac{2(FWHM_{triklin})^2}{(L_t - L_p)^2 + (FWHM_{triklin})^2} \right] \right\}, \quad (42)$$

$$FWHM_{triklin} = \frac{2\beta}{D_{tri}\sqrt{1 - \beta}}, \quad L_t \neq L_p. \quad (43)$$

A (41) összefüggés azt mutatja, hogy a kristály és ikerkristály alreflexiója két egyforma széles Lorentz függvény, amikhez hozzáadódik ellentétel előjelekkel egy-egy aszimmetrikus tag, mely a két alreflexió interferenciája miatt jön létre és csak a β ikerhatár sűrűségtől

illetve a két alreflexió közötti $L_t - L_p$ távolságtól függ. Minél nagyobb β és minél közelebb van egymáshoz a kristály és ikerkristály alreflexiója a reciprok térben, annál nagyobb az aszimmetria.

Az $FWHM_{triklin}$ félértékszélesség a triklin koordinátarendszer L változójában van kifejezve és ebben a koordinátarendszerben az értéke csak a β ikerhatár sűrűségtől függ, nem függ a rácsparaméterektől vagy az ikerhibák típusától. A diffrakciós vektor abszolút értékében kifejezett $FWHM(g)$ értékek viszont már erősen függenek a hexagonális szerkezet a és c rácsparamétereitől, az adott diffrakciós csúcs hkl Miller indexekeitől és az ikresedés síkjától. A kapcsolat az $FWHM(g)$ és az $FWHM_{triklin}$ között a négy piramidális sík esetén a következő [17]:

$$FWHM_{11\bar{2}1}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{2c^2h + 2c^2k + a^2l}{2a^2c^2} \right| FWHM_{triklin}, \quad (44)$$

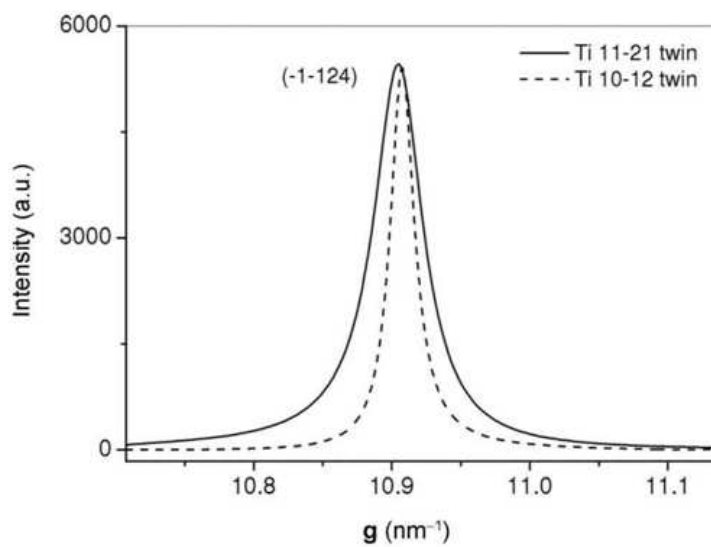
$$FWHM_{10\bar{1}1}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{4c^2h + 2c^2k - 3a^2l}{6a^2c^2} \right| FWHM_{triklin}, \quad (45)$$

$$FWHM_{10\bar{1}2}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{2c^2h + c^2k + 3a^2l}{3a^2c^2} \right| FWHM_{triklin}, \quad (46)$$

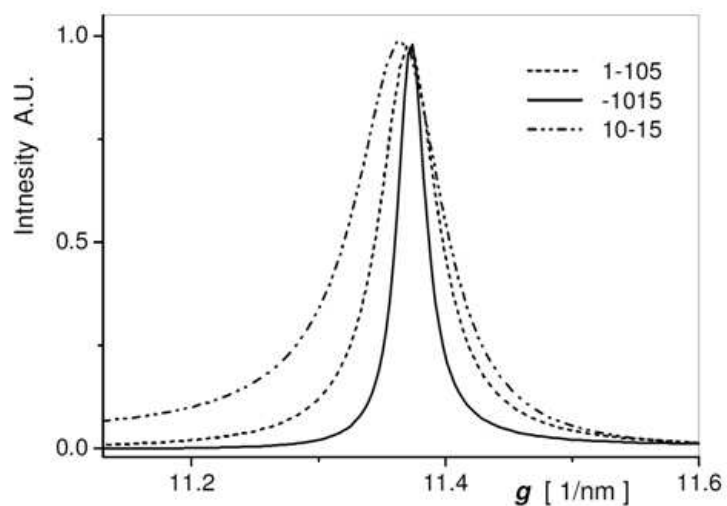
$$FWHM_{11\bar{2}2}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{c^2h + c^2k + a^2l}{a^2c^2} \right| FWHM_{triklin}. \quad (47)$$

Az 5. ábrán $\beta = 6\%$ ikerhatár sűrűség esetén a $\bar{1}1\bar{2}4$ numerikusan számolt diffrakciós csúcs látható az $11\bar{2}1$, illetve az $10\bar{1}2$ síkon történt ikresedés esetén. Mivel az ikerhatár sűrűség mindkét esetben egyforma, ezért az $FWHM_{triklin}$ félértékszélesség ugyanaz, viszont a g -ben kifejezett $FWHM(g)$ félértékszélességek különböznek, ami az ábrán jól látható.

Pordiffrakció esetén a teljes diffrakciós csúcs az egyes alreflexiók járulékának az összege lesz, ahogy a 6. ábrán is látható.



5. ábra. A $\bar{1}\bar{1}24$ numerikusan számolt reflexió az $11\bar{2}1$ és az $10\bar{1}2$ síkon történt ikresedés esetén [17].



6. ábra. Az (10.5) pordiffrakciós reflexió különböző alreflexiói [17].

2.4. Mikroszerkezet meghatározása a Kovolúciós Teljes Profil illesztés (CMWP) módszerével

A vonalprofil analízis módszerek közül azok adják meg a legmegbízhatóbban a mikroszerkezeti paraméterek értékeit, amelyek a teljes profil illesztésén alapulnak. Egy ilyen módszer a Konvolúciós Teljes Profil Illesztés módszere, amelyet angol elnevezéséből (Convolutional Multiple Whole Profile fitting) CMWP-nek rövidítünk [18]. Jelen dolgozatomban az ELTE Anyagfizikai Tanszékén kifejlesztett CMWP, illetve a továbbfejlesztett eCMWP (extended Convolutional Multiple Whole Profile fitting) [19] programot használtam a pordiffrakciós mérési eredmények kiértékelésére.

A módszer lényege, hogy az összes mért diffrakciós profilra egyszerre illeszti a mikroszerkezeti paraméterektől függő elméleti függvényeket. Ezeket az elméleti függvényeket a mikroszerkezet modellje alapján számíthatjuk ki. Például gömb alakú szemcséket és lognormális szemcseméret eloszlást feltételezve a "méret" intenzitásprofil Fourier-transzformáltját a (10) egyenlet adja meg. Ha a modellünkben feltesszük, hogy a rácsdeformációt diszlokációk okozzák, akkor a "deformációs" profil Fourier-transzformáltját a (15) egyenlettel adhatjuk meg. A teljes vonalprofil illesztéssel így a szemcseméret eloszlás m és σ paramétereit, a ρ diszlokációsűrűséget, a diszlokáció típusát és a diszlokáció eloszlás dipóljellegét is meg lehet határozni. A diszlokáció típusa alatt köbös anyag esetén a csavar és él jelleget értjük, hexagonális anyagban pedig a különböző hosszúságú Burgers vektorok eloszlását. A diszlokáció dipóljellegét a diszlokációk R_e^* effektív külső levágási sugarával jellemezzük. R_e^* azt mutatja meg, hogy a diszlokációk deformációs tere azok magjától távolodva milyen gyorsan cseng le. Ha az ellentétes Burgers vektorú diszlokációk dipóllokba rendeződnek, akkor leárnyékolják egymás deformációs terét, így R_e^* értéke kisebb lesz. A diszlokáció szerkezet dipóljellegének jellemzésére R_e^* helyett inkább a dimenziótlan $M^* = R_e^* \rho^{1/2}$ mennyiséget szokták használni, amit diszlokáció elrendeződési paraméternek neveznek.

A CMWP módszer egy adott mikroszerkezeti paraméterkombináció esetén minden kiértékelendő csúcsra kiszámítja a "méret" és "deformációs" Fourier-transzformáltakat és ezeket az (2) egyenletnek megfelelően összeszorozza. Ezt még meg kell szorozni a berendezéstől származó ún. "instrumentális" profil Fourier-transzformáltjával. Az instrumentális profilok nagy szemcsés, rendkívül alacsony rácshiba sűrűségű sztenderd anyagon mérhetők meg. A program az adott illesztendő profilhoz a hozzá legközelebbi 2θ szöggel rendelkező instrumentális profilt választja. A CMWP szoftver a "méret", a "deformációs" és az "inst-

umentális" Fourier-transzformáltak szorzatából inverz Fourier transzformációval számítja ki az elméleti vonalprofil függvényt egy adott mikroszerkezeti paraméterkombinációhoz. Természetesen az így kapott elméleti vonalprofil függvény a "méret", a "deformációs" és az "instrumentális" vonalprofilok konvolúciója lesz, ami megmagyarázza a módszer elnevezését is. A program az általunk meghatározott háttérhez hozzáadja az összes kiértékelendő csúcshoz tartozó elméleti profilfüggvényt, majd az így kapott elméleti diffraktogramokat illeszti a mért diffraktogramhoz. A CMPW szoftver az illesztés során az elméleti és a mért diffraktogram intenzitása közötti különbség négyzetösszegét csökkenti (SSR: Sum of Squared Residuals). Amikor két egymást követő iteráció során e különbség relatív változása egy általunk megadott érték alá csökken, akkor az illesztés leáll.

A kiértékelés eredményeképpen egy hexagonális szerkezetű polikristályos minta esetén a következő mikroszerkezeti paramétereket kapjuk:

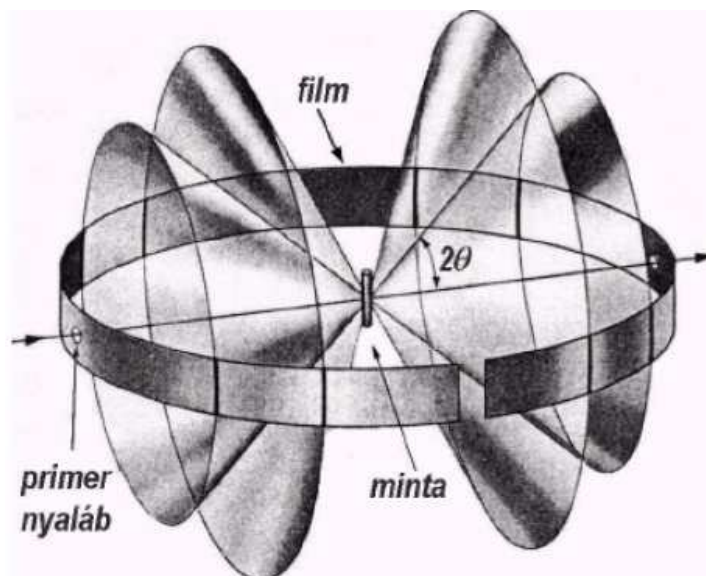
1. m , a szemcseméret eloszlás középértéke (mediánja), ami az a méret, aminél kisebb és nagyobb szemcsék egyenlő valószínűséggel találhatók az eloszlásban. Dimenziója általában: nm.
2. σ , a szemcseméret eloszlás szórása (varianciája), ami az eloszlás szélességére jellemző. Dimenziótlan mennyiség.
3. ρ , a diszlokációsűrűség. Dimenziója általában: $1/m^2$
4. R_c^* , a diszlokációk effektív külső levágási sugara. Dimenziója általában: nm. Ahogy azt már említettük, R_c^* helyett inkább a dimenziótlan M^* mennyiséget szokták használni.
5. a_1 és a_2 , a hexagonális anyagban lévő diszlokációk Burgers vektor típusainak eloszlását adja meg. Dimenziótlan mennyiség.

Az eCMWP szoftver ezen felül *fcc* és *hcp* kristályok esetén a β ikerhatár sűrűség meghatározására is képes. Az ikresedés következtében kialakult vonalprofil a (41) egyenlet határozza meg. A program az ikresedés hatására kialakult pordiffrakciós vonalprofilokat a különböző módon szélesedő alreflexiók súlyozott összegeként állítja elő, ahol a súlyfaktorok az adott alreflexiók multiplicitásából adódnak.

3. A mérés menete

A vonalprofil analízis módszerének áttekintése után ebben a fejezetben most azt mutatom be, hogy hogyan végeztem el a vizsgált polikristályos Mg minták röntgendiffrakciós mérését, illetve a mérésből hogyan lehet elkészíteni azt a vonalprofil spektrumot, amit végül majd kiértékelünk a CMWP szoftverrel.

A polikristály diffrakciós módszerek közül méréseim során a Debye-Scherrer elrendezést használtam, amelynek lényege, hogy a polikristályos mintára monokromatikus bejövő röntgennyaláb esik, a szórt nyalábok pedig a Bragg törvényt kielégítő kúpfelületek mentén haladnak (7. ábra). A sugárkúpok a filmet ívben metszik, ezeket az íveket nevezzük Debye-Scherrer gyűrűknek. Az így kapott intenzitásokat a gyűrűk mentén összeintegrálva kapjuk a mért vonalprofil spektrumot, azaz az intenzitást a szórési szög (2θ) függvényében.

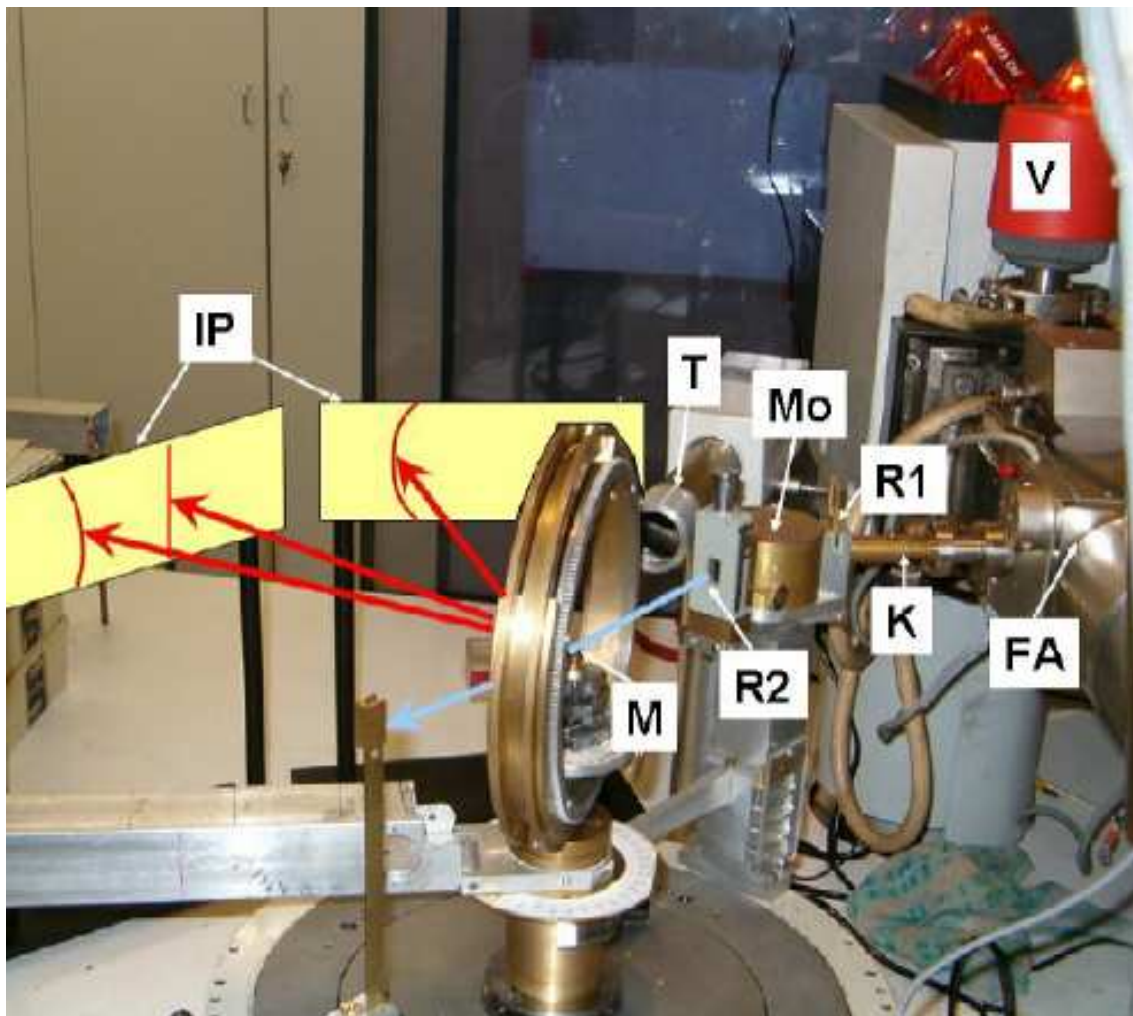


7. ábra. A Debye-Scherrer gyűrűk kialakulása a térben.

3.1. A diffraktogram elkészítése

A méréseim során a diffrakciós spektrumot nagyfelbontású forgóanódos diffraktométerrel készítettem. A diffrakciós elrendezés a 8. ábrán látható. A berendezés egyik előnye a hagyományos sugárforráshoz képest, hogy kicsi az instrumentális profil szélessége, ami

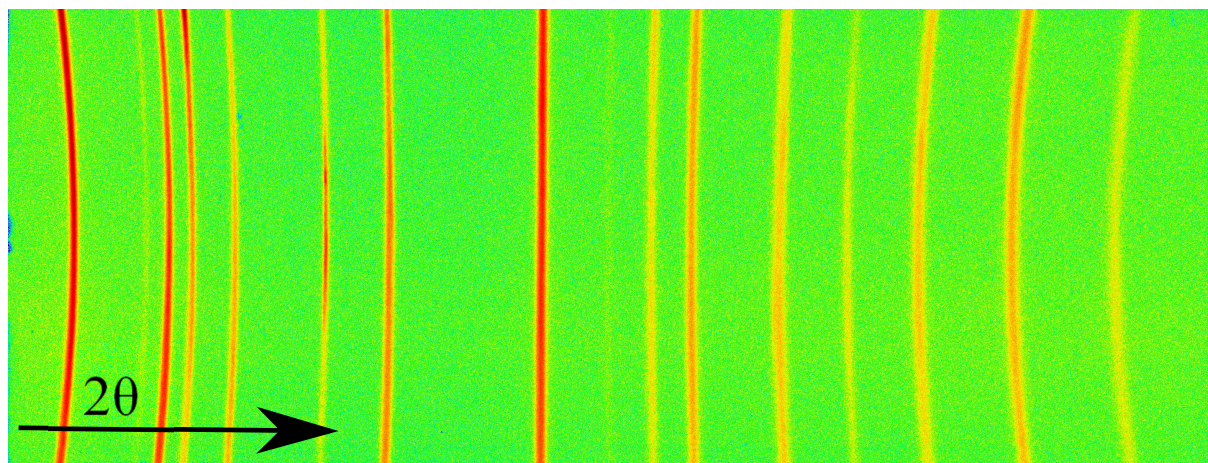
megnöveli a szemcseméret mérés felső határát, illetve a diszlokációsűrűség mérés alsó korlátját. A kis instrumentális szélesedést keskeny párhuzamos nyaláb előállításával érjük el. A keskeny sugárkeresztmetszet miatt a nyalábnak a hagyományosnál nagyobb fényességűnek kell lennie, amit úgy érnek el, hogy az anód anyagát egy jól hűthető forgó hengerfelületre viszik fel. Az elrendezés másik előnye a nagy felbontóképesség, ami annak



8. ábra. A diffrakciós mérési elrendezés a nagyfelbontású forgóanódos röntgen sugárforrásnál. FA: a forgóanódot tartalmazó térrész, V: vákuummérő, K: kollimátor, R1 és R2: nyaláb határoló rések, Mo: monokromátorház, M: minta, T: a minta megfigyelésére szolgáló távcső, IP: imaging plate detektorok. A világos kék nyíl a primer nyalábot, a piros nyilak a diffrakciós csúcsokba szórt nyalábokat jelzik.

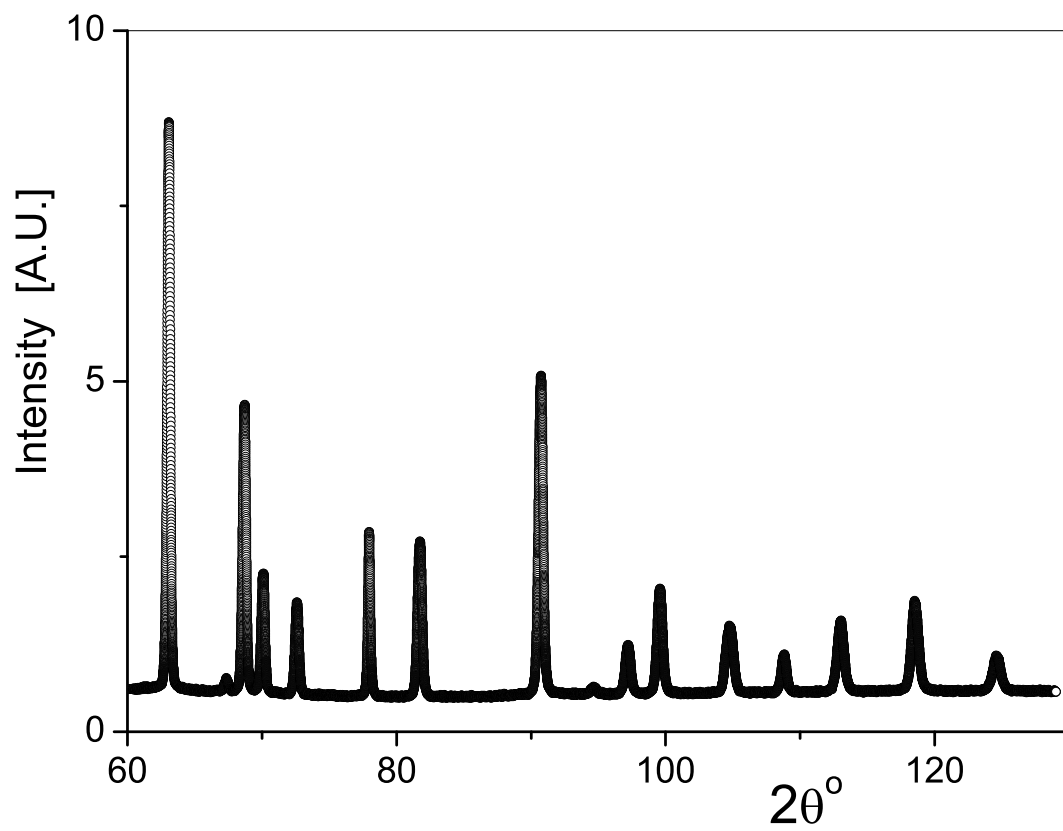
köszönhető, hogy a minta-detektor távolságot egészen 1 méterig meg lehet növelni. A nagy felbontásra azért van szükség, hogy elég sok mérési pontunk legyen a profilban. A harmadik előny, hogy a nyaláb monokromatizált, azaz jelen esetben csak a $CuK\alpha_1$ nya-

lábort engedi át $\lambda = 0,15406$ nm hullámhosszal. A 8. ábrán látható, hogy a sugárforrásból (forgóanód) kilépő nyalábot a kollimátor párhuzamossá teszi, ami egy résen keresztül a monokromátorházba jut. A monokromátor Ge egykristály. A monokromatizált primer nyaláb egy résen át jut a mintára. A mintáról a Bragg-szögek irányába szórt sugárzást kétdimenziós síkdetektorokkal, ún. imaging plate-ekkel (*IP*) detektáljuk. Polikristályos minta esetén egy adott *hkl* síkseregről reflektálódó sugarak egy kúp palástja mentén szóródnak. Ennek a kúpnak és a síkdetektornak a metszeteként jelenik meg a *hkl* reflexiónak megfelelő Debye-Scherrer gyűrű, amit a piros ívek jelölnek sematikusan a 8. ábrán. A Debye-Scherrer gyűrűk görbülete függ a Bragg szögtől. Az *IP*-kről a beütésszámot egy speciális szkener és szoftver (BASHReader) segítségével olvashatjuk ki. Egy magnézium mintáról készített tipikus *IP* felvétel látható a 9. ábrán. Az így kiolvasott intenzitást egy



9. ábra. Egy Mg mintáról készített tipikus imaging plate felvétel, ahogy a Debye-Scherrer gyűrűk kialakulnak rajta. A színesedés jelzi a detektált intenzitás nagyságát.

számítógépes program segítségével összeintegáljuk a Debye-Scherrer gyűrűk mentén, így végeredményben egy olyan 1-dimenziós diffrakciós vonalprofilt kapunk, amelynek vízszintes tengelye a 2θ szög, a függőleges tengelye pedig a csúcsok relatív intenzitása (egy ilyen vonalprofil látható a 10. ábrán).



10. ábra. A mért diffrakciós vonalprofil. Az imaging plate felvételt a Debye-Scherrer gyűrűk mentén összeintegrálva kapjuk meg ezt a diffrakciós vonalprofil, azaz a relatív intenzitást a 2θ függvényében.

4. A diffrakciós mérés kiértékelése *hcp* anyagok esetén

A mérés ismertetésének és a diffrakciós vonalprofil elkészítésének menete után ebben a fejezetben most azt mutatom be, hogy hogyan lehet ezeket a mért diffraktogramokat kiértékelni a CMWP szoftverrel, meghatározva ezzel a hexagonális szerkezet mikroszerkezetének paramétereit.

A 2.4.-es fejezetben már volt róla szó, hogy a CMWP szoftver milyen módon illeszti az 2.1.-2.3. fejezetekben bemutatott elméleti vonalprofil függvényeket a mért diffrakciós vonalprofilokra, illetve hogy az illesztések eredményeképpen milyen mikroszerkezeti paramétereket szolgáltat a program. Ebben a fejezetben röviden bemutatom magát a kiértékelés menetét, illetve hogy hexagonális anyag esetén a diszlokáció sűrűség meghatározásakor figyelembe kell venni a 3 különböző Burgers vektorú diszlokációk eloszlását.

4.1. A diffraktogram illesztése CMWP-vel

A CMWP szoftver elindításakor először meg kell adni a kristályrendszert (esetünkben hexagonális), a hexagonális anyag a és c rácsparamétereit, a Burgers vektor hosszát és \bar{C}_{hko} értékét is. Ezután ki kell jelölni a háttérrel, majd meg kell adni a csúcsok maximumának helyét 2θ -ban és intenzitását. Mivel mi a vonalprofil alakjából szeretnénk a mikroszerkezeti jellemzőket meghatározni, ezért a csúcsok pozíciójának és intenzitásának illesztése nem szükséges, ha elég pontosan megadtuk azokat a kiértékelés kezdetén. De ha szükséges, akkor ezek a paraméterek is illeszthetők a mikroszerkezeti jellemzőkkel. Az illesztés megkezdése előtt meg kell adnunk a mikroszerkezeti paraméterek kezdő értékeit. A program annál könnyebben találja meg a helyes megoldást, minél reálisabb kezdeti értékeket adtunk meg. A CMWP nem közvetlenül a mikroszerkezet jellemző mennyiségeit illeszti, hanem azokból származtatott paramétereket, amelyek a_1 , a_2 , b , c , d és e betűkkel vannak jelölve. Ezeknek a paramétereknek a mikroszerkezet jellemző mennyiségeivel való kapcsolatát a következő egyenletek adják meg:

1. $q_1 = a_1$
2. $q_2 = a_2 - a_1 \left[\frac{1}{\frac{2}{3} \left(\frac{c}{a} \right)^2} \right]$
3. $m = \exp(b)$
4. $\sigma = \frac{c}{\sqrt{2}}$
5. $\rho = \frac{2}{\pi(bd)^2}$, (itt a b a Burgers vektor hosszát jelöli)
6. $R_e^* = \frac{\exp(-0.25)}{2e}$

A β ikerhatár sűrűség meghatározásakor szintén meg kell adni egy kezdő értéket, illetve kiválasztani a 4 lehetséges piramidális sík valamelyikét, amelyiken az ikresedést szeretnénk vizsgálni. Az m és σ paraméterekből szokásosan ki szoktuk még számolni a (6) összefüggés alapján a felülettel súlyozott átlagos szemcseátmérőt is. A CMWP szoftver az illesztés végén kiszámolja és külön fájlba menti a mikroszerkezeti jellemzők értékeit valamint a mért és az illesztett elméleti diffraktogramokat a különbségükkel együtt, amit az illesztés grafikus megjelenítésére használhatunk.

4.2. Burgers vektor populációk

Hexagonális szerkezetű fémekben a CMWP-vel kapott mikroszerkezeti mennyiségek közül a ρ valójában nem a valódi diszlokáció sűrűség, hanem csak egy formális diszlokáció sűrűség (a továbbiakban ezt, a CMWP-vel kapott formális értéket ρ^* -al jelölöm). Ennek oka, hogy a hexagonális szerkezetben 3 különböző Burgers vektorú diszlokáció van: $\langle a \rangle$, $\langle c+a \rangle$, $\langle c \rangle$, bemenő adatnak a CMPW-be viszont csak egy Burgers vektor hosszúságot adhatunk meg. Továbbá hexagonális rendszerben 11 csúszási rendszer van (a 11. ábra és az 1. táblázat foglalja össze a hexagonális szerkezetben előforduló csúszási rendszereket és a bennük lévő különböző típusú diszlokációkat), és mindegyik csúszási rendszerhez különböző \bar{C}_{hk0} érték tartozik, bemenő adatként a CMWP-nek viszont szintén csak egy \bar{C}_{hk0} értéket lehet megadni.

A valódi diszlokáció sűrűség meghatározásának módja a következő. Az illesztés indításakor a Burgers vektor hosszának célszerű a leggyakoribb, $\langle a \rangle$ típusú diszlokáció Burgers vektorát megadni, míg \bar{C}_{hk0} bemeneti értékét mintegy 0.1-0.3-nak választjuk, ugyanis \bar{C}_{hk0} értéke nagyjából ebben a tartományban van minden hexagonális anyag esetén. Ezeket az

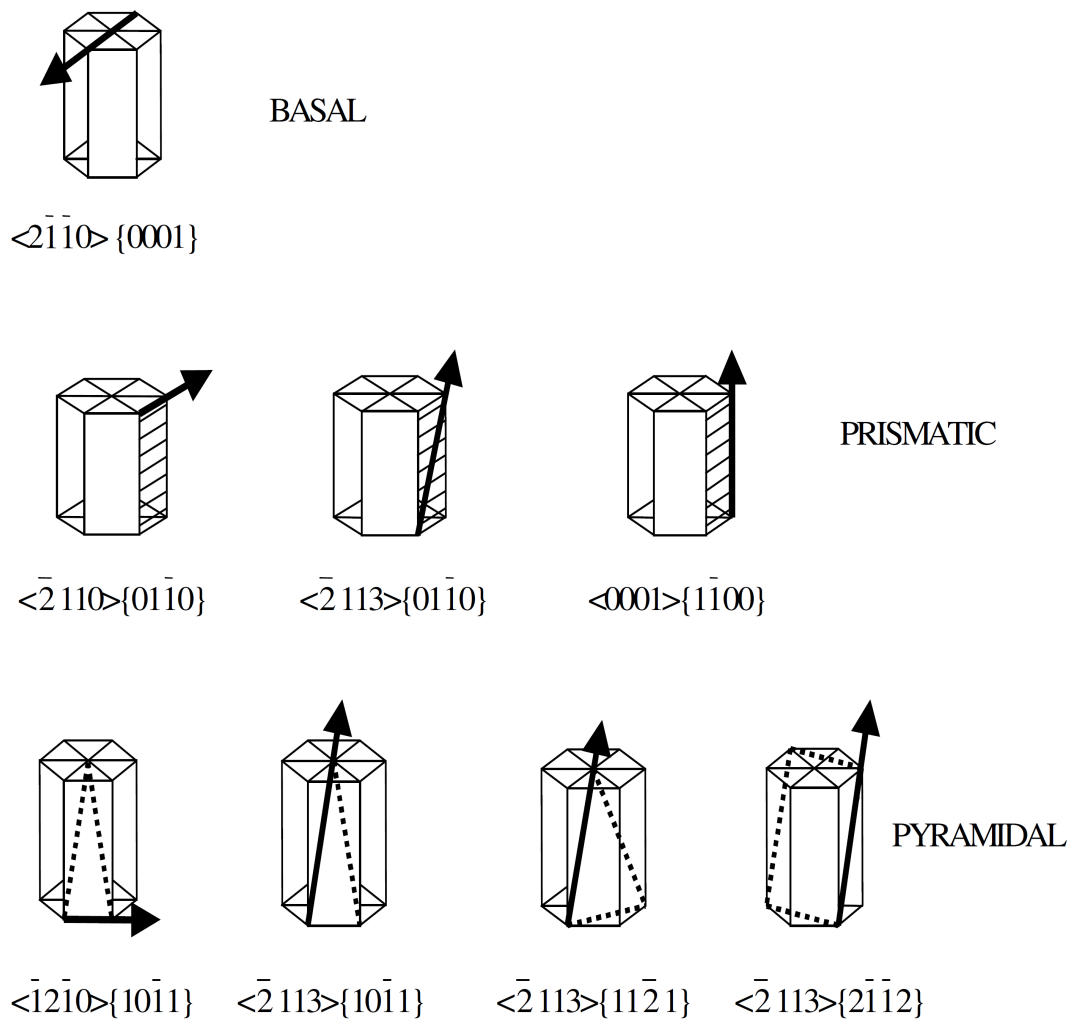
általunk megadott bemeneti értékeket jelöljük b^* -al és C_{hk0}^* -al, míg az illesztés eredményeként kapott formális diszlokáció sűrűséget ρ^* -al. A (15) összefüggésből látszik, hogy a CMWP ezen mennyiségek szorzatát egyszerre illeszti, így határozza meg a diszlokáció sűrűséget, ami azt jelenti, hogy:

$$\rho^* b^{*2} \overline{C}_{hk0}^* = \rho b^2 \overline{C}_{hk0} = const. \quad (48)$$

A Burgers vektor populáció ismeretében ebből az összefüggésből már meghatározható a valódi ρ diszlokáció sűrűség. A Burgers vektorok arányát az illesztésből kapott q_1 és q_2 paraméterekből lehet meghatározni. A számolást egy számítógépes programmal lehet elvégezni, a szoftver által használt számítási procedúra hosszú, így azt itt nem ismertetem, ezek a számítások megtalálhatóak a [20] és [21] cikkekben. A szoftvernek meg kell adni bemenő adatként az illesztésből kapott q_1 és q_2 paramétert, ami alapján meghatározza a különböző Burgers vektor típusok arányát. Jelöljük rendre az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációk arányát h_a -nak, a $\langle c \rangle$ típusú diszlokációk arányát h_c -nek, míg a $\langle c+a \rangle$ típusú diszlokációk arányát h_{c+a} -nak. Jelöljük továbbá rendre az $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ és $\langle c+a \rangle$ típusú diszlokációkhoz tartozó átlagos kontraszt faktorokat $\overline{C}_{hk0}^{(a)}$, $\overline{C}_{hk0}^{(c)}$ és $\overline{C}_{hk0}^{(c+a)}$. A valódi diszlokáció sűrűség ezekkel a (48) alapján a következő [20]:

$$\rho = \frac{\rho^* b^{*2} \overline{C}_{hk0}^*}{b^2 \overline{C}_{hk0}} = \frac{\rho^* b^{*2} \overline{C}_{hk0}^*}{h_a \overline{C}_{hk0}^{(a)} b_a^2 + h_c \overline{C}_{hk0}^{(c)} b_c^2 + h_{c+a} \overline{C}_{hk0}^{(c+a)} b_{c+a}^2}. \quad (49)$$

A különböző csúszási rendszerekhez tartozó átlagos $\overline{C}_{hk0}^{(i)}$ kontrasztfaktorok numerikusan számolt értékei számos hexagonális anyagra megtalálhatóak irodalmi táblázatokban [22].



11. ábra. Csúszási rendszerek hexagonális kristályokban.

a) EDGE DISLOCATIONS:

Major slip systems	<i>sub-slip-systems</i> notation	Burgers vector	Slip plane	Burgers vector types
Basal	BE	$\langle 2-1-10 \rangle$	{0001}	a
Prismatic	PrE	$\langle -2110 \rangle$	{01-10}	a
	PrE2	$\langle 0001 \rangle$	{01-10}	c
	PrE3	$\langle -2113 \rangle$	{01-10}	$c + a$
Pyramidal	PyE	$\langle -12-10 \rangle$	{10-11}	a
	Py2E	$\langle -2113 \rangle$	{2-1-12}	$c + a$
	PyE3	$\langle -2113 \rangle$	{11-21}	$c + a$
	PyE4	$\langle -2113 \rangle$	{10-11}	$c + a$

b) SCREW DISLOCATIONS:

sub-slip-systems	Burgers vector	Burgers vector types
S1	$\langle 2-1-10 \rangle$	a
S2	$\langle -2113 \rangle$	$c + a$
S3	$\langle 0001 \rangle$	c

1. táblázat. Csúszási rendszerek és Burgers vektor típusok él (edge) és csavar (screw) diszlokációk esetén hexagonális rendszerben.[Kilmanek P. and Kuzel R., J. Appl. Cryst.(1988)]

5. Saját eredmények

Diplomamunkám fő témája a különbözőféleképpen deformált hexagonális szerkezetű polikristályos fémekben kialakuló diszlokáció- és ikerhatár sűrűség meghatározása. Ennek vizsgálata azért fontos, mert hexagonális szerkezetű fémek esetén a képlékeny deformáció kialakulásában a diszlokációs mechanizmusok mellett a deformációs ikresedés is fontos szerepet játszhat, ezért ezen anyagok esetén alapvetően fontos ezeknek a rácshibáknak a meghatározása.

Disszertációm eddigi részében leírtam, hogy a röntgen vonalprofil analízis módszerével miként lehet meghatározni a mikroszerkezeti paramétereket, köztük a diszlokáció- és ikerhatár sűrűséget a CMWP módszerével hexagonális kristályok esetében. Ebben a fejezetben ezeket a módszereket felhasználva mutatom be a saját kísérleti eredményeimet különbözőféleképpen deformált magnézium mintasorozatokon keresztül.

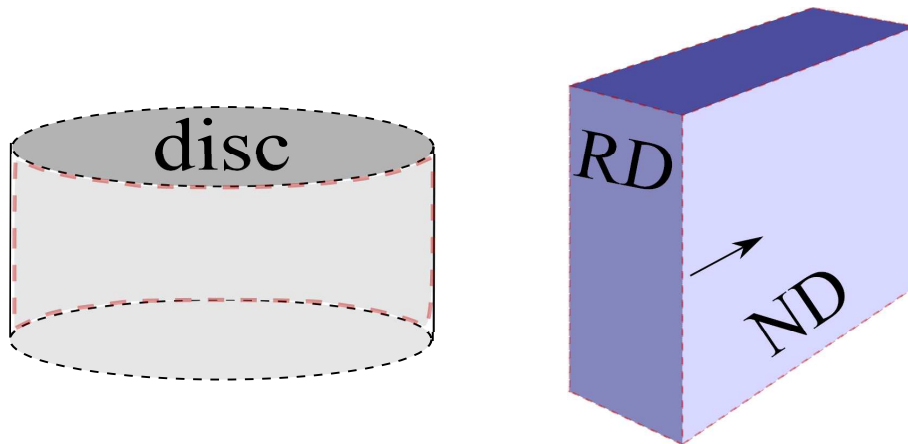
Továbbá bemutatok egy általam kidolgozott új eljárást arra az esetre, hogy hogyan lehet a kiértékelést elvégezni textúrált minták esetén. Ez azért fontos, mert hexagonális fémekben a deformáció során az anyag könnyen textúrálttá válhat. A kísérleteim során vizsgált Mg minták szintén textúráltak voltak, így ezek tökéletesen alkalmasak ezen eljárás bemutatásához is.

5.1. A vizsgált anyagminták

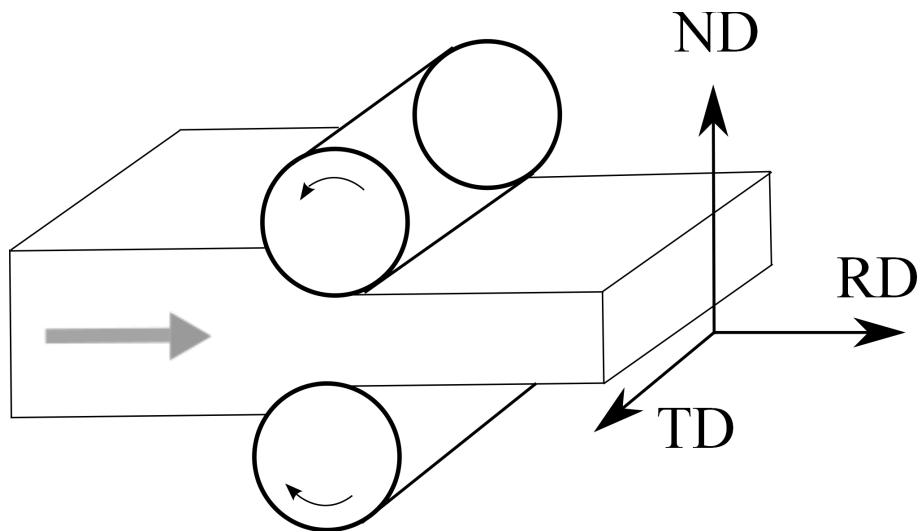
A vizsgált mintáim AZ31 típusú, különbözőképpen deformált magnézium ötvözetek voltak. Összesen 3 különböző hőmérsékletnek megfelelő mintasorozat volt: szobahőmérsékleten (RT), 200 °C-on és 400 °C-on deformált mintákkal. Mindegyik mintasorozat 2 mintából állt (12.ábra):

(a) Egy lapos henger alakú mintából, mely kompressziós deformációnak volt kitéve és melynek a lapos felületét mértem le (jelölje a továbbiakban ezt a felületet: disc).

(b) Egy téglalapos alakú meghengerelt mintából, a hengerezést a 13.ábra mutatja. A Téglalap 3 oldalát a meghengerezés irányának megfelelően jelöljük: normal direction (ND), rolling direction (RD) és transverse direction (TD).



12. ábra. A vizsgált diszk, és téglatest alakú Mg minták sematikus rajza.



13. ábra. A téglatest alakú minta hengerlésének sematikus rajza, illetve a hengerlésnek megfelelő irányok (ND, RD és TD).

5.2. Textúrált minták problémája

Egy polikristályos anyagban a kristályszemcsék orientációjának eloszlását textúrának nevezzük. Egy mintát melyben a kristálytani irányok teljesen véletlenszerűek, textúra mentesnek nevezünk. Ha a kristálytani orientáció nem random eloszlású, azaz van valamilyen kitüntetett irány akkor a mintának textúrája van. Ennek mértéke attól függ, hogy a kristallitok mekkora hányada tartozik a kitüntetett irányhoz.

Egy anyag textúráltságát okozhatja mechanikai megmunkálás hőkezelés vagy a kettő együtt.

Az anyagban lévő textúra az anyag majd minden fizikai tulajdonságát megváltoztathatja, mint például a szilárdságát, elektromos vagy mágneses tulajdonságait, korrózióállóságát.

Textúrált minták mikroszerkezetének meghatározása vonalprofil analízissel máshogyan történik, mint textúra mentes minták esetén. A probléma az, hogy a teljes diffrakciós spektrumban a különböző reflexiók különböző textúra komponensektől származhatnak, a különböző textúra komponenseknek pedig nagyon eltérő lehet a mikroszerkezetük. Ez azt jelenti, hogy a diszlokáció sűrűségek és esetleg a domináns Burgers vektor típusok is eltérőek lehetnek. Emiatt a különböző textúra komponensekhez tartozó reflexiókat nem célszerű együttesen kiértékelni, az ugyanis egy további, szükségtelen átlagoláshoz vezet, amit a megfelelő mérésiértékelés alkalmazásával elkerülhetünk. Ezzel részletesebb információt nyerhetünk a textúrafüggő mikroszerkezetről.

A mérés és kiértékelés szokásos menete ezért textúrált anyagok esetén a következő. Először egy megfelelő textúramérő berendezéssel, ún. textúr-goniométerrel, meghatározzuk az anyag textúráját. Majd ennek ismeretében a mintát megfelelően pozícionálva külön-külön mérjük le az ugyanahhoz a textúra komponenshez tartozó reflexiókat. Ezeket a reflexiókat együttesen kiértékelve kapjuk az adott textúra komponens mikroszerkezetét. Figyelembe véve, hogy ez a módszer egy mérés helyett több mérést is igényel, egyrészt a textúra meghatározása másrészt a reflexiók külön-külön történő lemérése miatt ez a módszer hosszadalmas. Itt meg kell jegyezni, hogy a GSAS [23] Rietveld szerkezetfinomító szoftver rendelkezik olyan opcióval, amely alkalmasan mert diffraktogramokból, bizonyos pontossággal megadja a vizsgált anyagminta textúráját.

Az alábbiakban bemutatom azt az általam kidolgozott új eljárást a textúrált minták mikroszerkezetének meghatározására, amelynek alapja az, hogy ha a textúra nem túl éles, akkor egy adott mintapozíció illetve orientáció esetén a teljes diffrakciós spektrum-

ban egyszerre több reflexió is tartozhat ugyanahhoz a textúra komponenshez. Ebben az esetben elegendő akár egyetlen mérést is elvégezni ugyanúgy, mintha az adott minta textúra-mentes lenne, majd az eljárás segítségével a teljes spektrumból kiválaszthatjuk a kiszemelt fő textúra komponenshez tartozó reflexiókat, amelyeket részletesen kiértékelünk.

5.3. Egy új módszer a textúrált minták kiértékelésére

A minta diffrakciós spektrumának lemérése tehát ugyanúgy történik itt is, mint textúra mentes minták esetén. Az így kapott teljes diffrakciós spektrumból kell most kiválasztanunk azokat a reflexiókat, amelyek a fő textúra komponenshez tartoznak. A szelektálást két lépésben végezzük el. Az első lépésben kiválasztjuk a spektrumból az erős reflexiókat, ugyanis nyilvánvaló, hogy a fő textúra komponens reflektáló síkjaitól származó reflexiók erősek lesznek, erősebbek, mint random textúra esetén. Az erős reflexiókat a következőképpen választottam ki.

35-0821		Wavelength= 1.54056				
Mg	2θ	Int	h	k	l	
Magnesium	32.193*	25	1	0	0	
	34.398*	36	0	0	2	
	36.619*	100	1	0	1	
	47.828*	15	1	0	2	
Rad.: CuK α 1 λ : 1.5405 Filter: Graph Mono. d-sp: Diffractometer	57.374*	12	1	1	0	
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. 1/ICor.:	63.056*	16	1	0	3	
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 21, 82 (1984)	67.312*	2	2	0	0	
	68.631*	13	1	1	2	
	69.996*	8	2	0	1	
	72.493*	2	0	0	4	
	77.821*	2	2	0	2	
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 $_3$ /mmc (194)	81.526*	2	1	0	4	
a: 3.20936(11) b:	90.413*	3	2	0	3	
c: 5.2112(3) A:	94.312*	1	2	1	0	
C: 1.6238	96.817*	4	2	1	1	
α :	99.184*	3	1	1	4	
β :	104.232	2	1	0	5	
γ :	104.497	2	2	1	2	
Z: 2 mp:	108.263	<1	2	0	4	
Ref: Ibid.	112.473	1	3	0	0	
Dx: 1.736 Dm:	117.959	2	2	1	3	
SS/FOM: F $_{27}$ =76(.0123, 29)	123.881	1	3	0	2	
Color: Dark gray	134.979	<1	2	0	5	
Peak height intensity. The temperature of data collection was approximately 25.0 C. The sample was obtained from Fisher Scientific Company, Fair Lawn, NJ, USA. It contained a small amount of Mg (O H) $_2$. CAS #: 7439-95-4. $\sigma(I_{obs}) = \pm 1$. Mg type. Tungsten used as an internal stand. PSC: hP2. To replace 4-770. Mwt: 24.31. Volume[CD]: 46.48.	136.639	<1	1	0	6	
	140.731	<1	2	1	4	
	140.882	<1	3	0	3	
	147.515	<1	2	2	0	

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

14. ábra. Intenzitás standard random textúrájú Mg esetén a következő adatbázisból: 35-0821 powder-diffraction-file (PDF) of Mg [ICDD].

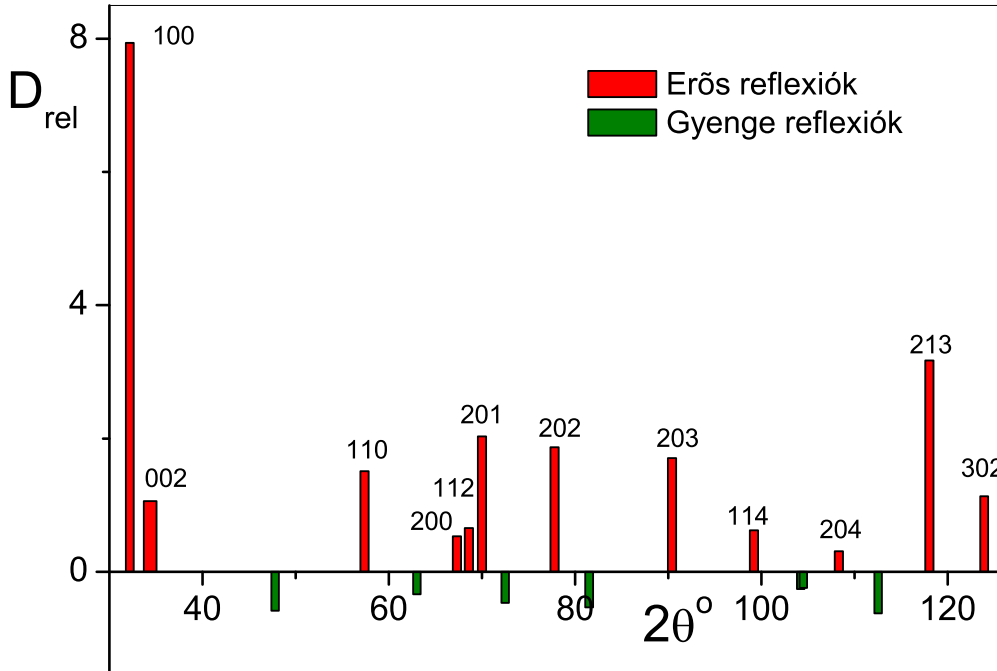
Először is tudnunk kell a magnézium egyes reflexióinak relatív intenzitását random textúra esetén. A különböző anyagok esetén ezek az adatok irodalmi táblázatokban megtalálhatóak, jelen esetben a következő adatbázist használtam fel: 35-0821 powder-diffraction-file (PDF) of Mg [ICDD], amely a 14. ábrán is látható.

A PDF fájlban az egyes hkl reflexiók relatív intenzitását jelöljük $I_{PDF}(hkl)$ -el, a méréseink során kapott hkl reflexiók intenzitásait pedig jelöljük $I_{meas}(hkl)$ -el. Ahhoz, hogy a mért intenzitásokat össze tudjuk hasonlítani a PDF fájl intenzitásaival, ki kell választanunk egy referencia csúcsot. Ezt érdemes a PDF fájl szerinti legerősebb csúcsnak, az (10.1) -nek választani, melynek relatív értéke a táblázat alapján $I_{PDF}(10.1) = 100$, a többi intenzitás értéke ehhez van viszonyítva, ahogy a táblázatban is látszik. Ha képezzük a következő hányadost: $\frac{100}{I_{meas}(10.1)}I_{meas}(hkl)$, akkor ezzel a mért adatokat átváltottuk úgy, hogy az $I_{meas}(10.1)$ értéke is 100, és a többi mért $I_{meas}(hkl)$ intenzitás már ehhez a 100-as értékhez van viszonyítva, csakúgy, mint a PDF fájl reflexiói esetén, így pedig már összehasonlíthatóak a PDF fájl intenzitásai a mért intenzitásokkal. Így a mért intenzitások relatív eltérése (D_{rel}) a textúramentes intenzitás értékektől a következőképpen adható meg:

$$D_{rel} = \frac{\frac{100}{I_{meas}(10.1)}I_{meas}(hkl) - I_{PDF}(hkl)}{I_{PDF}(hkl)}. \quad (50)$$

Ez az (50) összefüggés tulajdonképpen azt mondja meg, hogy egy adott mért hkl reflexió intenzitása mennyivel nagyobb vagy kisebb, mint annak lennie kellene textúra mentes esetben. Az 15. ábrán egy tipikus esetben látható a számolás eredménye, azaz D_{rel} értékei a 2θ függvényében. A piros oszlopok jelzik az erős reflexiókat, a zöld oszlopok pedig a gyenge reflexiókat. Ezzel a módszerrel tehát kiválaszthatjuk a spektrumból azokat a reflexiókat amelyek erősebbek, mint textúramentes esetben kellene lenniük. Itt meg kell jegyezni, hogy az ábrán nem feltétlenül a negatív és pozitív értékek jelzik a gyenge illetve az erős reflexiókat, a pozitív és negatív értékek csak azt jelzik, hogy a referencia csúcsnak választott (10.1) reflexióhoz képest a többi reflexió gyengébb vagy erősebb. Emiatt csak azt a néhány legerősebb csúcsot választjuk ki, ami szemmel láthatóan ténylegesen erős intenzitású csúcs.

Az erős reflexiók kiválasztásával azonban még nem oldottuk meg a problémát, mert igaz ugyan, hogy a fő textúra komponens reflektáló síkjaitól származó reflexiók erősek lesznek, az azonban egyáltalán nem biztos, hogy minden erős reflexió ugyanattól a textúra komponenstől származik. Ezért a következő lépésben meg kell határoznunk, hogy az erős reflexiók közül ténylegesen melyek tartoznak ugyanahhoz a textúra komponenshez.



15. ábra. D_{rel} értékek 2θ függvényében egy tipikus diffrakciós spektrum esetén. A piros oszlopok jelzik a random textúrához képest erősebb intenzitású reflexiókat, a zöld oszlopok pedig a gyengébbeket.

Tekintsük a *hcp* szerkezet koordinátarendszerét (16.ábra). Ennek a koordinátarendszernek a bázisvektorai \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{c} , és az \mathbf{a}_1 és \mathbf{a}_2 vektorok 120° -os szöget szárnak be egymással. Ebben a koordinátarendszerben egy *hkl* Miller-indexű síkrendszer normálvektora a következőképpen írható fel [16]:

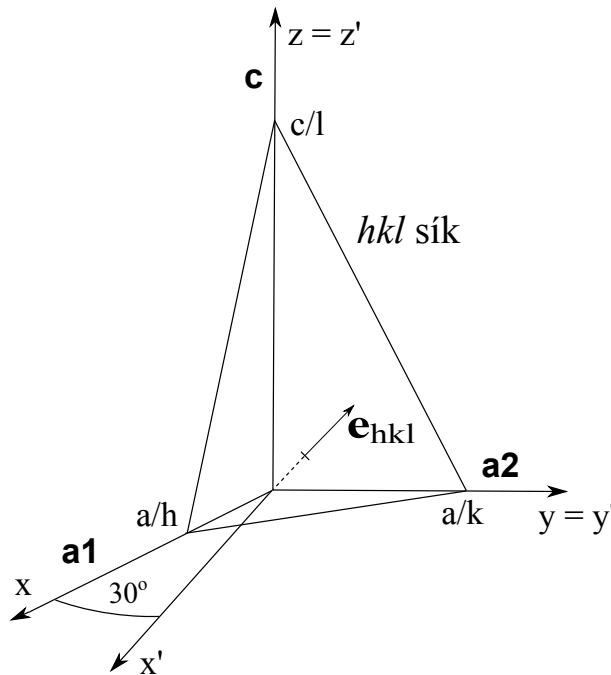
$$\mathbf{e}_{hkl} = d_{hkl} \left[\frac{2}{3a}(2h+k)\mathbf{e}_x + \frac{2}{3a}(h+2k)\mathbf{e}_y + \frac{l}{c}\mathbf{e}_z \right], \quad (51)$$

ahol a , c a *hcp* kristály rácsállandói, \mathbf{e}_x , \mathbf{e}_y , \mathbf{e}_z a *hcp* rendszer bázisvektoraival párhuzamos egységvektorok, d_{hkl} pedig a *hkl* síkrendszerben a síkok távolsága. A további számítások egyszerűsítése céljából bevezetünk egy K' derékszögű koordináta rendszert (16.ábra), melynek tengelyeit jelölje x' , y' és z' . Legyen $z'=z$, $y'=y$ és x' 30° -os szöget zárjon be x -szel, ahol x, y, z a hexagonális koordinátarendszer tengelyei. Egy tetszőleges *hcp*-beli (x, y, z) vektor ebben a derékszögű rendszerben kifejezve $\left(\frac{\sqrt{3}}{2}x, y - \frac{1}{2}z, z\right)$. Ezzel a transzformációval

felírva a hkl síkrendszer normálvektorát ebben a derékszögű rendszerben:

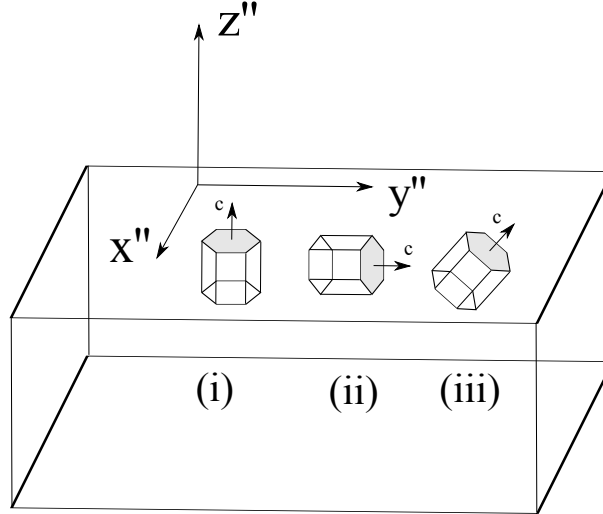
$$\mathbf{e}'_{hkl} = d_{hkl} \left[\frac{1}{\sqrt{3}a} (2h + k) \mathbf{e}'_x + \frac{k}{a} \mathbf{e}'_y + \frac{l}{c} \mathbf{e}'_z \right], \quad (52)$$

ahol \mathbf{e}'_x , \mathbf{e}'_y , \mathbf{e}'_z a derékszögű koordinátarendszer tengelyeinek irányába mutató egységvektorok.



16. ábra. A hexagonális szerkezet koordinátarendszere, melynek tengelyeit x, y és z jelöli, illetve a számítások egyszerűsítése végett bevezetett derékszögű koordinátarendszer, melynek tengelyei x', y' és z' -vel vannak jelölve. A két koordináta rendszer úgy áll egymáshoz képest, hogy $z' = z$, $y' = y$ és x' 30° -os szöget zár be x -szel. Egy tetszőleges hkl síkrendszer \mathbf{e}_{hkl} normálvektorát a hexagonális rendszerben az (51), míg a derékszögű rendszerben (52) adja meg.

Legyen egy mintához rögzített K'' derékszögű koordináta rendszerünk is (17.ábra), melynek tengelyei úgy állnak, hogy z'' a minta mért felületének a normálisa, x'' és y'' pedig a mért felület síkjában vannak. Van tehát egy mintához rögzített K'' derékszögű koordinátarendszerünk, és a mintában áll valahogyan a K' derékszögű koordinátarendszer, melyben a hkl síkok normálvektorait az (52) egyenlet adja meg. Ha ismerjük, hogy a K'' rendszerben hogyan áll a K' rendszer, akkor a forgatási mátrixok segítségével fel tudjuk írni a hkl síkok normálvektorait a K'' rendszerben. Jelöljük ezt, az egyes hkl síkok normálvektorait a minta felületéhez rögzített K'' rendszerben \mathbf{e}''_{hkl} -l. Ekkor a skalárszorzat



17. ábra. A hexagonális rendszer elemi cellájának 3 különböző feltételezett helyzete a mintában: (i) a c tengely merőleges a mért felületre, (ii) a c tengely párhuzamos a mért felülettel, (iii) a c tengely 45° -os szöget zár be a mért felülettel.

definíciója segítségével kiszámolhatjuk, hogy az \mathbf{e}_{hkl}'' mekkora szöget zár be a z'' tengellyel, azaz a felület normálisával, jelöljük ezt $\omega_{hkl}^{crystal}$ -al:

$$\omega_{hkl}^{crystal} = \cos^{-1} \left(\frac{e_z''}{\sqrt{e_x''^2 + e_y''^2 + e_z''^2}} \right). \quad (53)$$

Ez az egyenlet megadja tehát, hogy ha ismerjük, hogy hogyan áll a mintában a hexagonális rendszer elemi cellája, akkor a különböző hkl síkok normálisa milyen $\omega_{hkl}^{crystal}$ szöget zár be a minta felületének normálisával. Természetesen nem ismerjük, hogy az elemi cella iránya hogyan áll a mintában, ezért azt tehetjük, hogy néhány különböző esetet feltételezve végezzük el a számolásokat. Figyelembe véve a textúra erősségét, 3 különböző pozícióra végeztem el a számításokat (17.ábra):

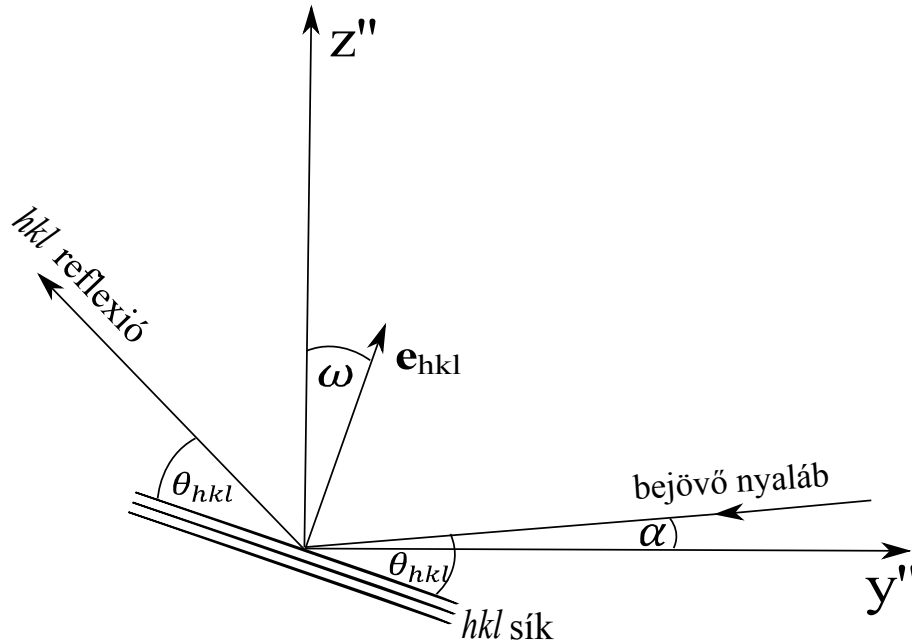
- i*, amikor \mathbf{e}_z' párhuzamos z'' tengellyel, azaz a hexagonális rendszer c tengelye a mért felületre merőleges.
- ii*, amikor \mathbf{e}_z' merőleges a z'' tengelyre, azaz a hexagonális rendszer c tengelye a mért felülettel párhuzamos.
- iii*, amikor \mathbf{e}_z' 45° -os szöget zár be a z'' tengellyel.

Vagyis összefoglalva: Feltételeztem 3 különböző esetet, hogy hogyan áll a hexagonális rendszer elemi cellája a mintában (17.ábra), és ekkor mindegyik állásra kiszámolható, hogy az egyes hkl síkok normálisai milyen $\omega_{hkl}^{crystal}$ szögeket zárnak be a mért felület normálisával. Természetesen a számolásnál figyelembe kell venni a hkl számok összes lehetséges permutációját.

Ha egy hkl sík reflektáló helyzetben van, akkor a sík normálisa és a mért felület normálisa közötti szög (18.ábra):

$$\omega_{hkl}^{reflection} = \theta_{hkl} - \alpha, \quad (54)$$

ahol α a beeső nyaláb és a minta felülete közti szög, θ_{hkl} pedig a reflektáló hkl sík és a bejövő nyaláb közti Bragg-szög. Az α szög a mérésből ismert, θ_{hkl} pedig a táblázatból ismert minden hkl esetén (14.ábra), vagyis $\omega_{reflection}$ minden reflexióra adott.



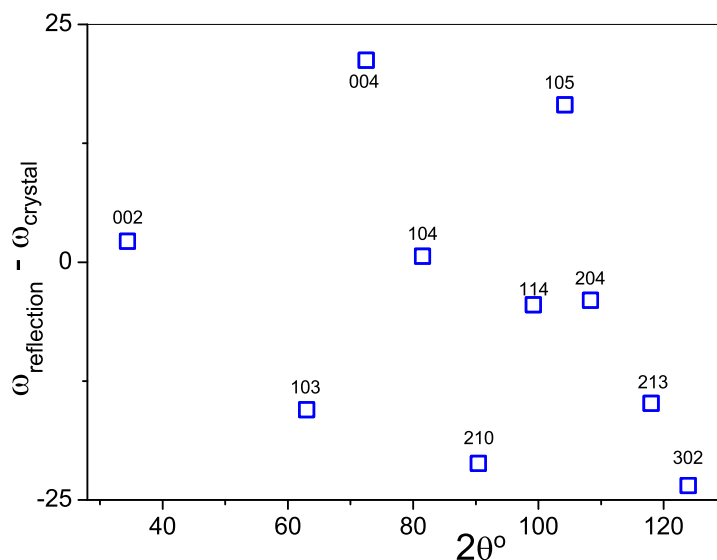
18. ábra. A minta normálisa (z'') és a hkl sík normálisa közötti ω szög abban a geometriában, amikor a hkl sík reflektáló helyzetben van.

Ez azt jelenti, hogy ha tekintünk egy tetszőleges hkl síkot, akkor az pontosan akkor van reflektáló helyzetben, ha $\omega_{reflection} - \omega_{crystal} = 0$. Figyelembe véve, hogy a textúra

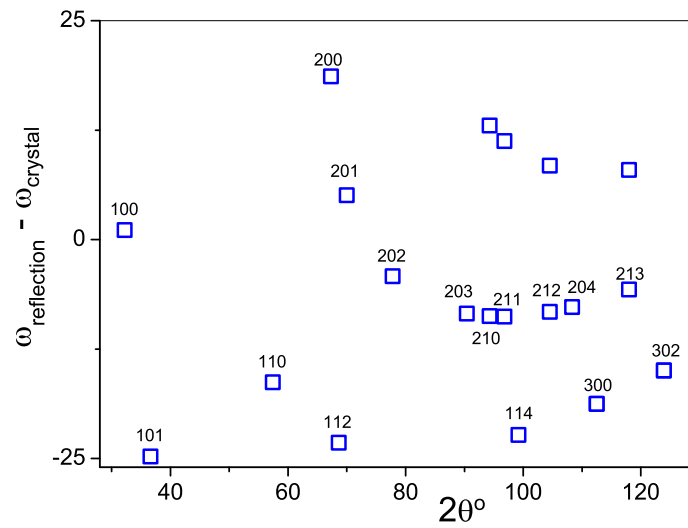
nem végtelenül éles, megengedünk egy bizonyos toleranciát:

$$\omega_{reflection} - \omega_{crystal} = \pm\varphi. \quad (55)$$

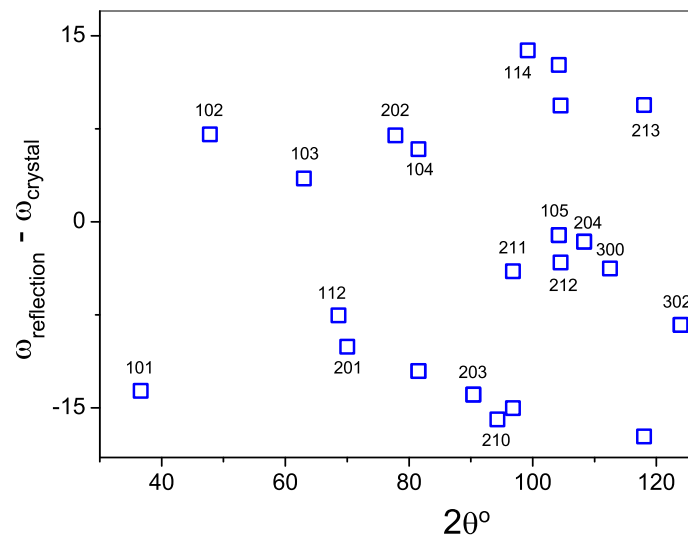
Figyelembe véve, hogy a textúra nem túl erős, $\varphi \cong 25^\circ$ -ot választottam. Az (55) egyenlet segítségével tehát egy adott textúra irány esetén meghatározhatjuk, hogy a diffrakciós spektrumban mely hkl reflexiók származhatnak ettől a kérdéses textúra komponensből. Ennek a számolásnak a végeredményét láthatjuk a 19-21. ábrákon a három különböző feltételezett textúra irány esetén. Ezek az ábrák azt mutatják, hogy a számításoknak megfelelően mely hkl reflexiók esnek bele a megengedett φ tolerancia tartományba egy adott textúra irány esetén. Azokat a reflexiókat, amelyek kívül esnek ezen a tartományon, azokat nem tekintjük az adott textúrától származó reflexióknak.



19. ábra. (i) $\omega_{reflection} - \omega_{crystal}$ értékei a különböző hkl reflexiók esetén abban az esetben ha a hexagonális rendszer c tengelye merőleges a mért felületre.

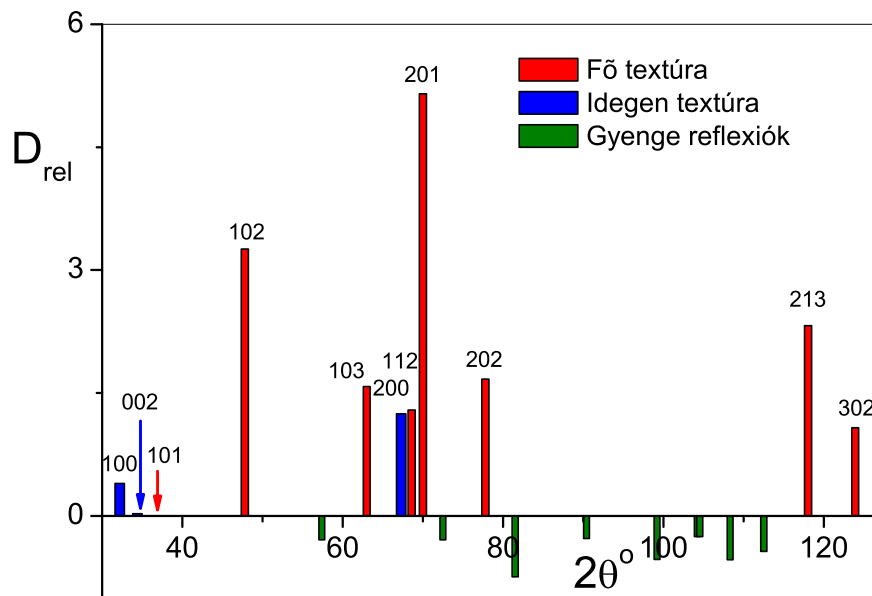


20. ábra. (ii) $\omega_{\text{reflection}} - \omega_{\text{crystal}}$ értékei a különböző hkl reflexiók esetén abban az esetben ha a hexagonális rendszer c tengelye párhuzamos a mért felülettel.

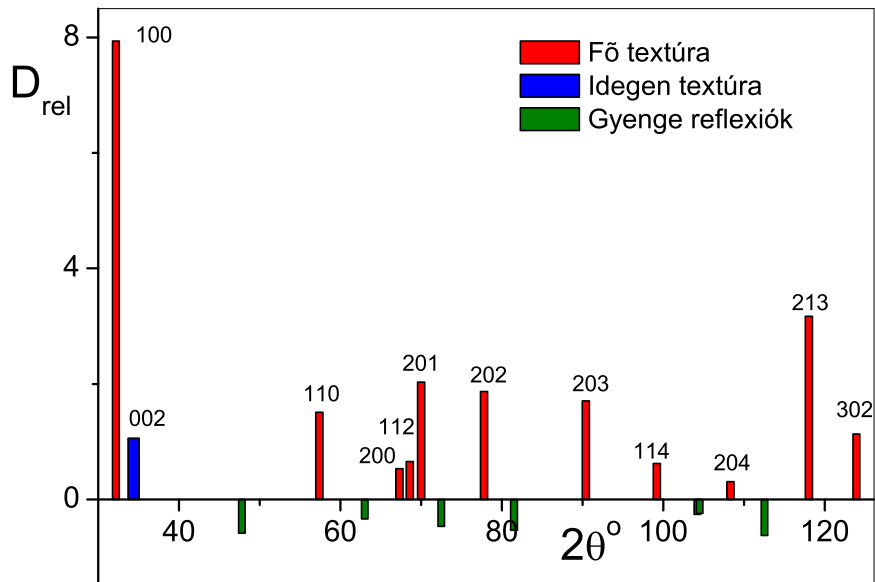
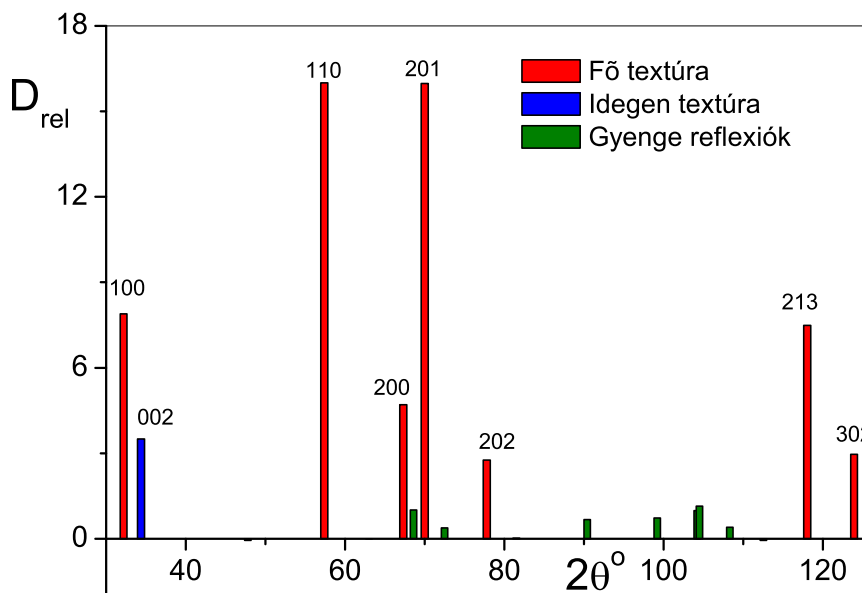


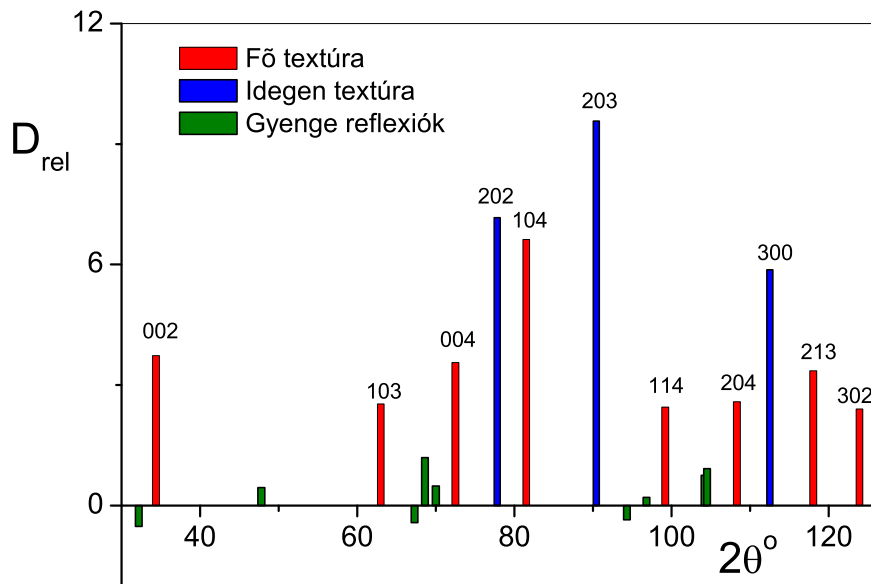
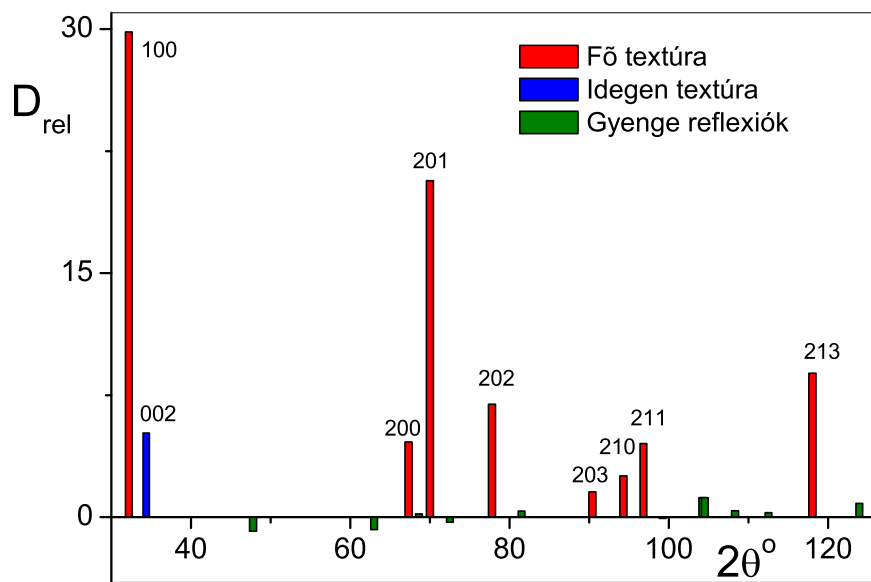
21. ábra. (iii) $\omega_{\text{reflection}} - \omega_{\text{crystal}}$ értékei a különböző hkl reflexiók esetén abban az esetben ha a hexagonális rendszer c tengelye 45° -os szöget zár be a mért felülettel.

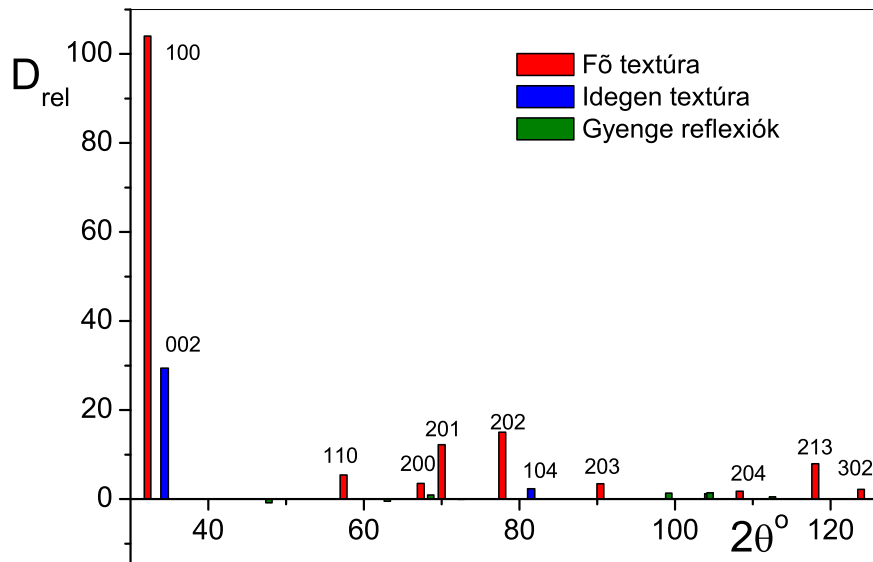
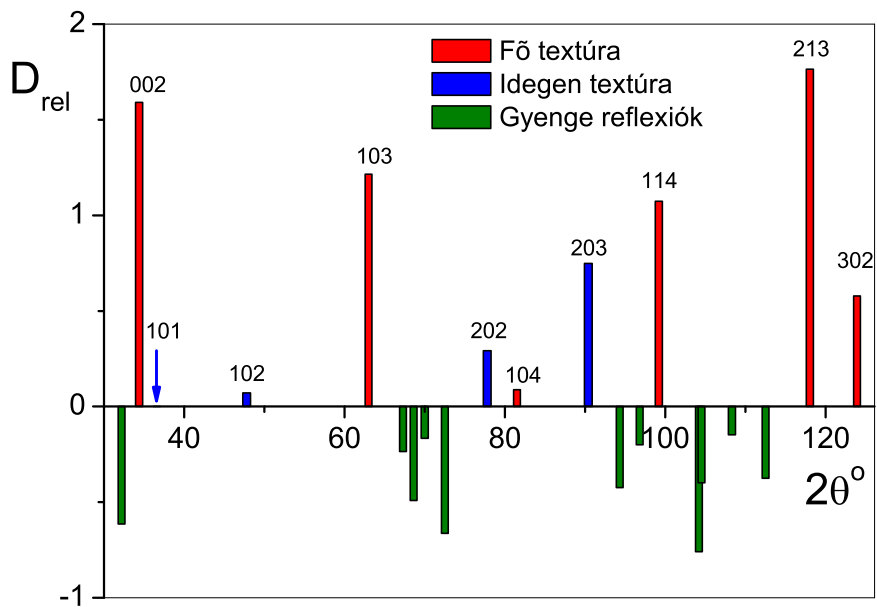
A fenti számolásokat figyelembe véve most már kizárhatjuk az (50) egyenlet által szolgáltatott erős reflexiók közül azokat, amelyek erősek ugyan, de nem tartoznak a fő textúra komponenshez. Ezzel megoldottuk az alapvető problémát, vagyis a teljes diffrakciós spektrumból a módszer segítségével kiválaszthatjuk azokat a diffrakciós csúcsokat, amelyek ugyanattól a textúra komponenstől erednek. A 22-30. ábrákon az általam vizsgált magnézium minták esetében jól látható a módszer hatékonysága. Ábrázolva a D_{rel} értékeket a 2θ függvényében a gyenge reflexiók zöld oszloppal vannak jelölve, az erős intenzitású reflexiók közül pedig a piros oszlopok jelzik a fő textúra komponenshez tartozó reflexiókat, míg a kék oszlopok azokat a reflexiókat jelentik, amelyek a fenti számolások alapján nem a fő textúra komponenstől származnak.

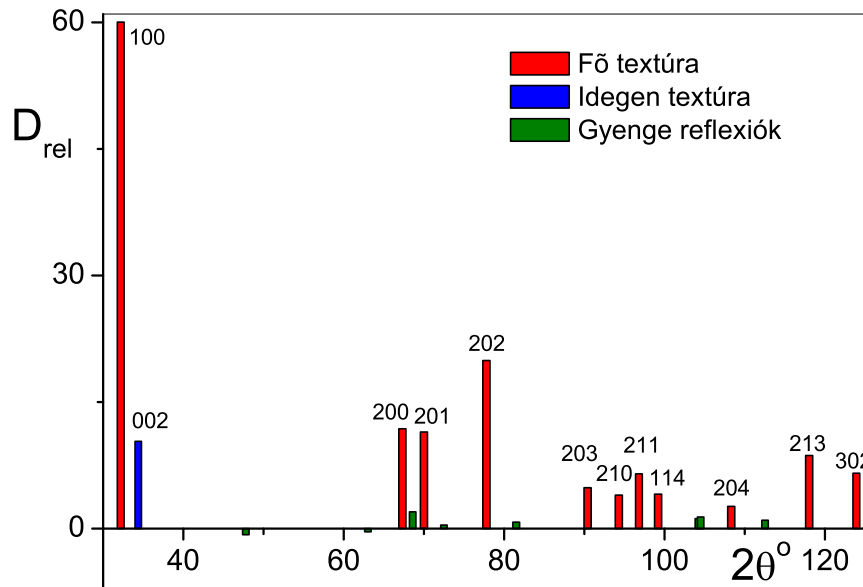
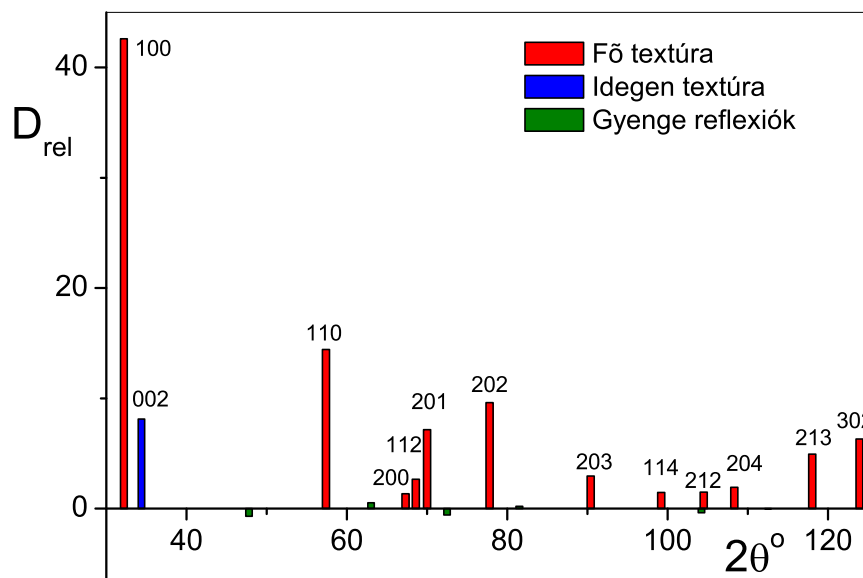


22. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az RT (szobahőmérséklet)- ND (normal direction) mérés esetén.

23. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az RT-RD (rolling direction) mérés esetén.24. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az RT-disc mérés esetén.

25. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, a 200 °C-ND mérés esetén.26. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, a 200 °C-RD mérés esetén.

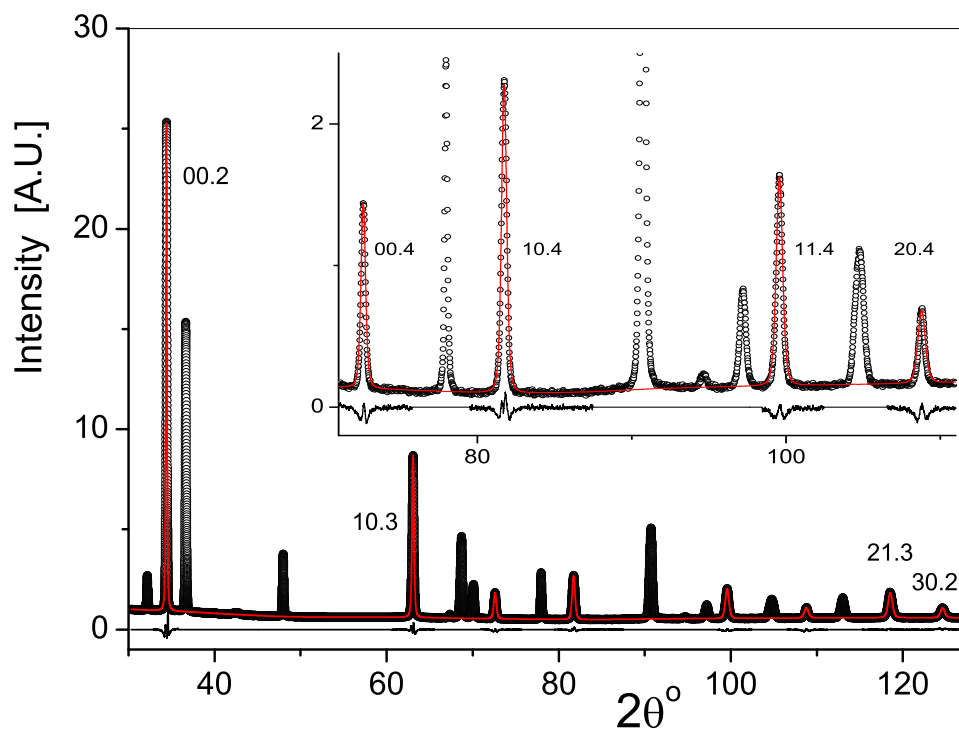
27. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, a 200 °C-disc mérés esetén.28. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az 400 °C-ND mérés esetén.

29. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az 400 °C-RD mérés esetén.30. ábra. D_{rel} értékek a 2θ függvényében, az 400 °C-disc mérés esetén.

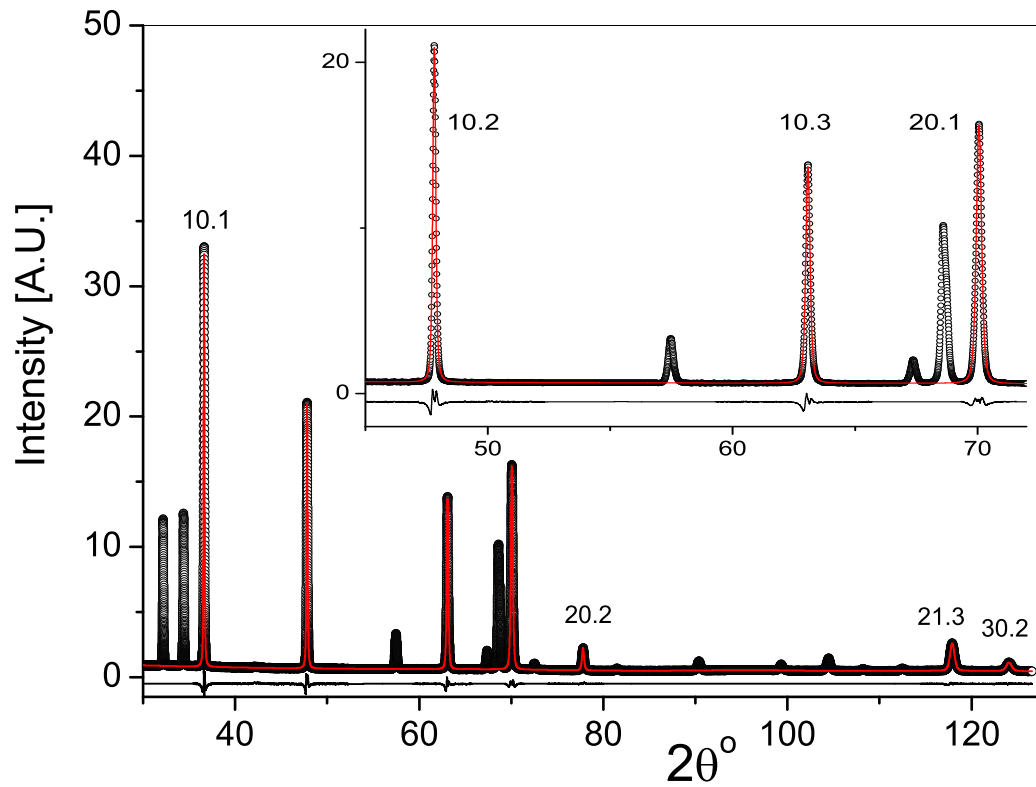
5.4. Eredmények és diszkusszió

Az előző fejezetben tehát bemutattam egy általam kidolgozott eljárást arra az esetre, hogy ha a minták textúráltak, akkor a teljes diffrakciós spektrumból miként választhatók ki azok a diffrakciós csúcsok, melyek a fő textúra komponensből származnak. Ezzel az eljárással a már 4. fejezetben ismertetett módon lehet meghatározni ennek a fő textúra komponensnek a mikroszerkezetét, de a CMWP-vel való illesztésnél természetesen csak azokra a csúcsokra végezzük el az illesztéseket, amelyek az eljárás alapján ehhez a fő textúra komponenshez tartoznak.

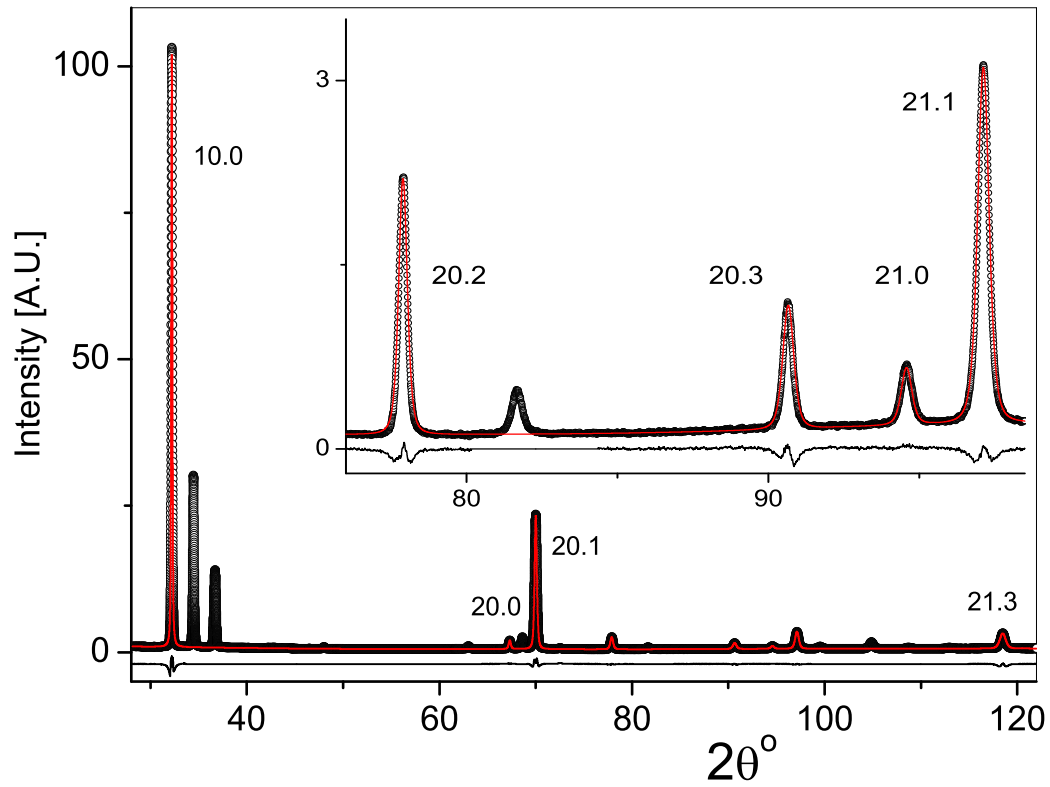
Néhány tipikus illesztés látható a 31-33. ábrákon, ahol nyílt fekete körök jelzik a mért adatokat, a piros vonal pedig az illesztett függvényt. Ahol nincs illesztett függvény, azok a csúcsok nem felelnek meg a fő textúra komponensnek.



31. ábra. Relatív intenzitás a 2θ függvényében, a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ND mérés esetén. A mért adatok (fekete körök) és az illesztett függvény (piros vonal) közötti különbséget mutatja az ábrák alatti fekete vonal. Ahol nincs illesztett függvény, azok a csúcsok nem felelnek meg a fő textúra komponensnek.



32. ábra. Relatív intenzitás a 2θ függvényében, a RT-ND mérés esetén. A mért adatok (fekete körök) és az illesztett függvény (piros vonal) közötti különbséget mutatja az ábrák alatti fekete vonal. Ahol nincs illesztett függvény, azok a csúcsok nem felelnek meg a fő textúra komponensnek.



33. ábra. Relatív intenzitás a 2θ függvényében, a 200°C -RD mérés esetén. A mért adatok (fekete körök) és az illesztett függvény (piros vonal) közötti különbséget mutatja az ábrák alatti fekete vonal. Ahol nincs illesztett függvény, azok a csúcsok nem felelnek meg a fő textúra komponensnek.

A CMWP-vel numerikusan meghatározott mikroszerkezeti paraméterek értékeit a 2. és 3. táblázat mutatja.

A táblázatok az első oszlopa a különböző hőmérsékleten deformált mintákat, illetve azok különböző felületeit tartalmazza a korábban bevezetett jelöléseknek megfelelően.

A 2. táblázatban láthatók a felülettel súlyozott átlagos szemcseméreték, a 4.2. fejezetben bemutatott formális ρ^* diszlokáció sűrűség, valamint a q_1 és q_2 paraméterek, melyekből a domináns csúszási rendszerek a kiválasztott fő textúra komponensben meghatározhatóak [20].

A 3. táblázat az ikresedés vizsgálatának eredményét mutatja, ebben láthatóak az eCMWP eljárással meghatározott β ikerhatár sűrűségek értékei, ahol a $hk.l$ azokat a piramidális síkokat jelenti, amelyek mentén az ikresedés hexagonális rendszerben létrejöhet.

A 4. táblázat a q_1 és q_2 paraméterekből meghatározott $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ és $\langle c+a \rangle$ csúszási rendszerek arányait mutatja, melyekből a 4.2. fejezetben ismertetett módszerrel a valódi diszlokáció sűrűség (ρ_{valodi}) is meghatározható. Ugyanabban a mintában a különböző felületeknek megfelelő diszlokáció sűrűségek alig eltérő értékűek. Ezeknek az eltéréseknek a legvalószínűbb oka magának a diszlokáció sűrűségnek a térbeli fluktuációja. A különböző felületekre vett átlagos értékek a 4. táblázat utolsó oszlopában vannak megadva.

	$\langle x \rangle_{area}$ [nm]	q_1	q_2	ρ^* [10^{14} m^{-2}]
400 °C - ND	800 (± 100)	1.2 (± 0.8)	0.6 (± 0.4)	1.2 (± 0.2)
400 °C - RD	95 (± 5)	0.5 (± 0.3)	0.3 (± 0.04)	3.0 (± 0.6)
400 °C - disc	178 (± 19)	-0.7 (± 0.05)	0.6 (± 0.05)	6.6 (± 1.3)
200 °C - ND	102 (± 5)	0.9 (± 0.2)	0.1 (± 0.01)	4.4 (± 0.9)
200 °C - RD	89 (± 5)	0.8 (± 0.15)	-0.26 (± 0.1)	8.4 (± 1.7)
200 °C - disc	105 (± 5)	-0.4 (± 0.12)	0.4 (± 0.05)	6.5 (± 1.3)
RT- ND	115 (± 10)	-0.8 (± 0.02)	0.56 (± 0.01)	9.5 (± 1.8)
RT- RD	109 (± 10)	-0.6 (± 0.08)	0.4 (± 0.06)	12.0 (± 2.4)
RT- disc	103 (± 10)	1.5 (± 0.5)	-0.8 (± 0.1)	5.9 (± 1)

2. táblázat. A CMWP-vel meghatározott mikroszerkezeti paraméterek értékei.

	ikerhatár sűrűség, β			
	10.1	10.2	11.1	11.2
400 °C - ND	0.08 (± 0.02)	0	0.1 (± 0.02)	0
400 °C - RD	0	0	0	0
400 °C - disc	0	0	0	0
200 °C - ND	0.26 (± 0.03)	0	0.11 (± 0.02)	0
200 °C - RD	0	0	0	0
200 °C - disc	0	0	0	0
RT- ND	0	0	0	0
RT- RD	0	0	0	0
RT- disc	0	0	0	0

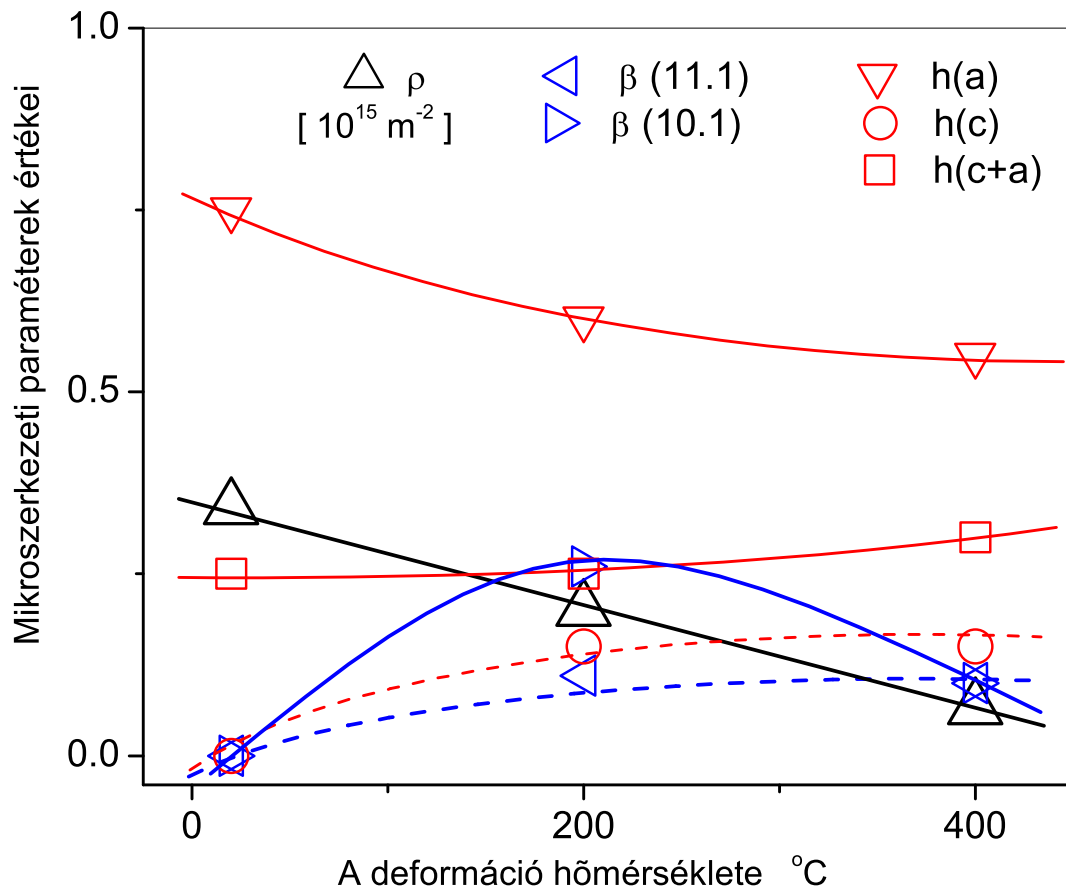
3. táblázat. Az eCMWP-vel meghatározott β ikerhatár sűrűségek értékei. A $hk.l$ indexek az ikresedés síkjait jelentik.

	$h_{\langle a \rangle}$	$h_{\langle c \rangle}$	$h_{\langle c+a \rangle}$	$\rho_{\text{valódi}}$ [10^{14} m^{-2}]	$\rho_{\text{átlagos}}$ [10^{14} m^{-2}]
400 °C- ND	0.5	0.2	0.3	0.4	0.65
400 °C - RD	0.6	0.1	0.3	0.9	
400 °C - disc	0.7	0	0.3	2	
200 °C - ND	0.5	0.2	0.3	1.4	2
200 °C - RD	0.6	0.15	0.25	2.6	
200 °C - disc	0.7	0	0.3	2	
RT-ND	0.7	0	0.3	3	3.4
RT-RD	0.75	0	0.25	3.7	
RT- disc	0.35	0.2	0.45	1.7	

4. táblázat. Burgers vektor populációk és a valódi diszlokáció sűrűségek.

Az eredmények azt tükrözik, hogy a henger alakú mintában, mely a henger irányának megfelelő kompressziós deformációnak lett kitéve nem történt ikresedés, tehát a deformáció kizárólag diszlokációk révén, deformációs ikresedés nélkül jött létre. Ezekben a mintákban az is megfigyelhető, hogy a diszlokáció sűrűség nem függ a hőmérséklettől, alig különbözik bennük a különböző hőmérsékleteken.

A téglatest alakú meghengerelt minta mikroszerkezeti paramétereinek változását a deformáció hőmérsékletének függvényében szemléletesen foglalja össze a 34. ábra. Az ábrán az látható, hogy a diszlokáció sűrűség a hőmérséklet növekedésével szinte lineárisan csökken. Az is megfigyelhető, hogy a csúszási rendszerek közül az $\langle a \rangle$ típusú a domináns, de a hőmérséklet növekedésével ez is csökken, míg a $\langle c \rangle$ és $\langle c+a \rangle$ típusúak aránya növekszik. Az ikerhatár sűrűségről pedig azt lehet elmondani, hogy a szobahőmérsékleten hengerelt mintában nincs ikresedés, majd a hőmérséklet emelkedésével a β ikerhatár sűrűség elkezd növekedni, majd a hőmérséklet további növekedésével újra lecsökken az értéke.



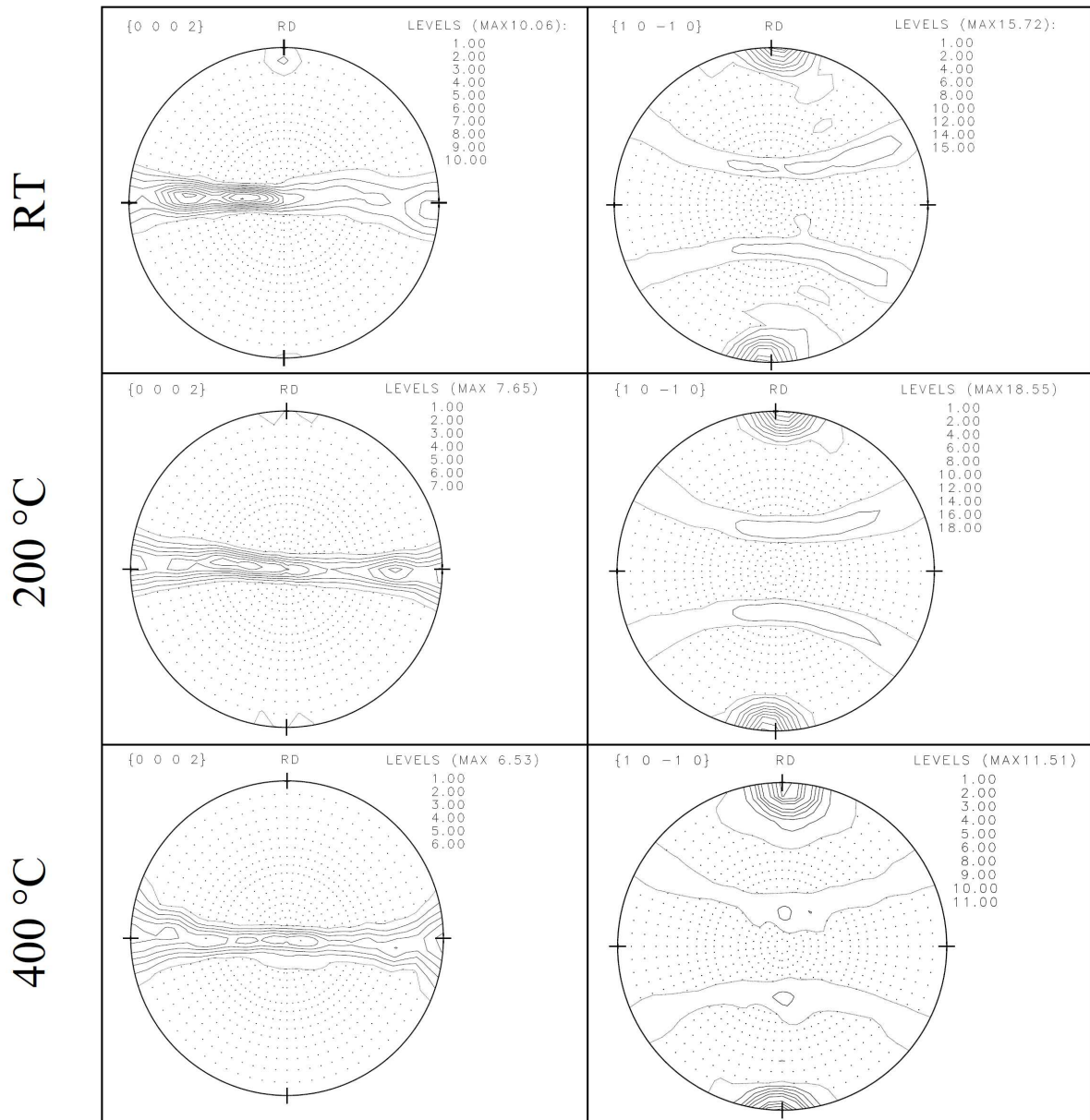
34. ábra. A mikroszerkezeti paraméterek értékei a deformáció hőmérsékletének függvényében a hengereléssel deformált minták esetén. ρ a diszlokáció sűrűség, β az ikerhatár sűrűség, $h(a)$, $h(c)$ és $h(c+a)$ a három féle diszlokáció típusok aránya.

Visszatérve továbbá az 5.3. fejezetben bemutatott textúra meghatározásának általam kidolgozott módszerére, a 22-30. ábrák alapos vizsgálata azt mutatja, hogy a fő textúra irányok a különböző minták esetében a következőképpen néznek ki.

A henger alakú mintákban a vizsgálat alapján a fő textúra iránya olyan, hogy a hexagonális rendszer c tengelye párhuzamos a mért felülettel.

A téglatest alakú minták esetén a vizsgálat az mutatja, hogy a fő textúra iránya olyan, hogy a szobahőmérsékleten (RT) hengerelt minta esetén a c tengely párhuzamos az RD felülettel és 45° -os szöget zár be az ND felülettel. A $200\text{ }^\circ\text{C}$ -on és $400\text{ }^\circ\text{C}$ -on hengerelt minták esetében pedig egyaránt olyan a fő textúra iránya, hogy a c tengely párhuzamos az RD felülettel és merőleges az ND felületre. Ez korrelációban is van egymással, hiszen ha a c tengely merőleges az ND felületre, akkor az RD felülettel csak párhuzamos lehet. Ez a megállapítás alátámasztani látszik a módszerem hatékonyságát a fő textúra irány meghatározására.

Továbbá a módszerem hatékonyságának vizsgálata céljából készítettünk pólusábrákat is (35. ábra), melyek a textúra irányeloszlásáról adnak felvilágosítást. A pólusábrákon az látszik, hogy szobahőmérsékleten (RT) a c tengely iránya (002) párhuzamos az RD felülettel, és nagyjából abban az irányban a legerősebb az eloszlása, ahol ez a c tengely 45° -os szöget zár be az ND felülettel. Ez nagyon jó egyezést mutat a módszeremmel kapott eredménnyel. Az is látszik a pólusábrákon, hogy $200\text{ }^\circ\text{C}$ -on és $400\text{ }^\circ\text{C}$ -on a c tengely iránya szintén párhuzamos az RD felülettel. Bár ebben az esetben a c tengely ND felülettel bezárt szöge egyenletesebben eloszlik, ami nem baj, hiszen fontos azt hangsúlyozni, hogy a módszerem csak egy adott textúra komponenset vizsgál és annak a textúra komponensnek értékeltem ki a mikroszerkezetét, de ettől még az anyagban lehetnek más irányú textúra komponensek is. Az viszont ebben az esetben is látható, hogy a c tengely irányeloszlása erős ott is, ahol az merőleges az ND felületre. Vagyis összességében elmondható, hogy a módszeremmel kiválasztott textúra komponens a pólusábrák szerint is egy erős textúra komponens az anyagban.



35. ábra. Az általam vizsgált téglatest alakú hengerelt mintákról készített pólusábrák [S. G. Chowdhury]. A bal oldali rész mutatja a c tengely (002 irány) irányeloszlását, a jobb oldali rész pedig az $10\bar{1}0$ irány eloszlását. Az ábrán fel van tüntetve az RD irány. Erre merőleges a TD irány, és az ábra síkjára merőleges az ND irány.

6. Összefoglalás

- Jelen dolgozatomban a diszlokáció- és ikerhatár sűrűség meghatározásával foglalkoztam hexagonális szerkezetű fémekben a röntgen vonalprofil analízis módszere alapján.
- Ismertettem a vonalprofil analízist, az elméleti profilfüggvényeket és hogy a CMWP nevű szoftverrel hogyan határozhatóak meg a mikroszerkezeti paraméterek.
- Megmutattam, hogy hogyan lehet a diszlokáció sűrűséget meghatározni hexagonális szerkezetű anyagok esetén, figyelembe véve a Burgers vektor populációkat.
- Bemutattam, hogy az eCMWP szoftver milyen módon határozza meg az ikerhatár sűrűségeket hexagonális fémekben.
- Különbözőféleképpen deformált magnézium mintákon elvégzett kísérleteimen keresztül bemutattam, hogy ezek a módszerek hogyan és milyen hatékonyan működnek a gyakorlatban, részletesen kiértékelve egy teljes mintasorozatot.
- Végül kidolgoztam és bemutattam egy új módszert textúrált *hcp* fémek mikroszerkezetének a meghatározására. A módszert részletesen ismertettem és saját kísérleti eredményeimen keresztül mutattam be a hatékonyságát.

7. Köszönetnyilvánítás

Mindenekelőtt köszönettel tartozom témavezetőmnek, Dr. Ungár Tamásnak, a munkám során nyújtott folyamatos szakmai és emberi támogatásáért, hogy megismertette velem ezt az érdekes témakört, hasznos tanácsaiért, segítőkészségéért, irányomba tapasztalt türelméért és lelkesítéséért, a kutatási lehetőségek megteremtéséért.

Köszönettel tartozom Dr. Sandip Ghosh Chowdhury-nak a méréseimhez biztosított minták elkészítéséért.

Köszönettel tartozom Dr. Balogh Leventének, a munkám folyamán nyújtott segítségéért, hasznos tanácsaiért, a kísérletekbe- és azok kiértékelésébe való bevezetéséért.

Végül, de nem utolsó sorban köszönöm a szüleimnek, családomnak és barátaimnak, akik mindig mögöttem álltak és folyamatosan támogattak tanulmányaim során.

Hivatkozások

- [1] B. E. Warren, X-ray diffraction, Dover Publications, New York, 1990
- [2] A. Guinier, X-ray diffraction, Freeman, San Francisco, CA, 1963
- [3] E. L. Chow, K. Shizimu, Lognormal distributions: Theory and Applications, Florida: CRC Press, 1988
- [4] C. E. Krill and R. Birringer, *Phil. Mag. A* 77 (1998) 621.
- [5] T. Ungár, A. Borbély, G. R. Goren-Muginstein, S. Berger and R. Rosen, *Nanostructured Materials II* (1999) 103.
- [6] CH. D. Terwilliger and Y. M. Chiang, *J. Am. Ceram Soc.* 78 (1995) 2045.
- [7] G. Ribárik, T. Ungár and J. Gubicza, *J. Appl. Cryst.* 34 (2001) 669.
- [8] T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik and A. Borbély, *J. Appl. Cryst.* 34 (2001) 298.
- [9] M. A. Krivoglaz, K. P. Ryaboshapka, *Fiz. Met. Metallovod.* 15 (1963) 18.
- [10] M. Wilkens, *Fundamental Aspects of Dislocation Theory*, ed. J. A. Simmons, R. de Wit, R. Bullough, Vol. II. *Nat. Bur. Stand. (US) Spec. Publ. No. 317*, Washington, DC. USA, (1970) p. 1195.
- [11] I. Groma, T. Ungár and M. Wilkens, *J. Appl. Cryst.* 21 (1988) 47.
- [12] T. Ungár and A. Borbély, *Appl. Phys. Lett.* 69 (1996) 3173.
- [13] T. Ungár and G. Tichy, *phys. stat. sol. (a)* 171 (1999) 425.
- [14] Y. B. Chun, S. H. Semiatin, *Mat. Sci. Eng. A*, 398, 209-219
- [15] T. Ungár, M.G. Glavicic, L. Balogh, *Mat. Sci. Eng. A*, 493, 79-85
- [16] L. Balogh, PhD Thesis, Eötvös University Budapest, Hungary, 2010.
- [17] L. Balogh, G. Tichy, T. Ungár, *J. Appl. Cryst.* (2009). 42, 580-591
- [18] G. Ribárik, J. Gubicza, T. Ungár, *Mater. Sci. Eng. A* 387-389 (2004) 343.
- [19] Balogh L., Ribárik G., Ungár T. (2006). *J. Appl. Phys.* 100, 023512

- [20] T. Ungár, O. Castelnau, G. Ribárik, M. Drakopoulos, J.L. Béchade, T. Chauveau, A. Snigirev, I. Snigireva, C. Schroer, B. Bacroix, *Acta Mater.* 55 (2007) 1117-1127.
- [21] Máthis K., Nyilas K., Axt A., Cernatescu I.D., Ungár T., Lukac P. *Acta Mater* (2004), 52:2889.
- [22] Dragomir IC, Ungár T. *J Appl Crystallogr* 2002;35:556.
- [23] K. Kelemen, MSc Thesis, Eötvös University Budapest, Hungary, 2010.