Focusing in x-ray diffraction topography of polycrystalline materials

FOKUSACE V RTG DIFRAKČNÍ TOPOGRAFII POLYKRYSTALICKÝCH MATERIÁLŮ

Jaroslav Fiala, Michal Kolega, Rostislav Medlín

Nové technologie - Výzkumné centrum, Západočeská universita Plzeň

Keywords

topography, focusing, heterogenity

Abstract

X-ray diffraction topography represents a special technique for analysis of the real structure (mesostructure) of polycrystalline materials. The efficiency of this method may be further increased by a suitable defocusation.

Abstrakt

Rtg difrakční topografie představuje zvláštní techniku analysy reálné struktury (mesostruktury) polykrystalických materiálů. Účinnost této metody lze ještě zvýšit vhodnou defokusací.

1. Úvod

Difrakční analysa struktury materiálu se zpravidla chápe jako postup vztažený k reciprokému prostoru. V přímém, reálném prostoru studujeme strukturu materiálu různými mikroskopickými technikami. Na rozhraní mezi mikroskopií a difrakcí je doména topografie, která koná neocenitelné služby při zkoumání struktury heterogenních materiálů. V tomto článku referujeme o jedné rtg difrakční topografické technice strukturní analysy polykrystalických materiálů a jejím využití při optimalisaci válcování ocelových plechů.

2. Strukturní analysa polykrystalického materiálu

K rtg difrakční analyse struktury polykrystalických materiálů většinou používáme Braggovo-Brentanovo parafokusační uspořádání [1-3]. Přitom je ozařováno a difraktuje mnoho krystalů. Změřený difraktogram je superposicí jejich difrakčních obrazů, které se překrývají. Je tedy funkcí velkého množství parametrů popisujících distribuci velikosti, tvaru, orientace a polohy krystalitů v ozářené oblasti analysovaného materiálu. Počet těchto parametrů daleko přesahuje informační obsah takového difraktogramu, to jest množství informace, kterou lze jeho rozborem získat. A to je hlavní příčinou všech problémů a důvodem nízké účinnosti rtg difrakční analysy "reálné struktury" ("mesostruktury") polykrystalických materiálů, pokud se provádí obvyklým způsobem [4].

Mnohem účinnější je topografická technika, při které se analysují rozlišené difrakce jednotlivých krystalků studovaného polykrystalickéko agregátu. K tomu účelu se používá úzký primární svazek, aby počet ozařovaných krystalků byl malý [5, 6]. Měřit intensitu difraktovaného záření pak ovšem nestačí jenom podél jediné křivky reciprokého prostoru, jako je tomu při Braggově- Brentanově parafokusačním uspořádání. Mapovat se musí celé plochy reciprostoru. Jedná se o oblasti, ve kterých registrační plocha posičně citlivého detektoru protíná kuželové plochy



Obr. 1. Směrové rozložení intensity difraktovaného záření a jeho radiální a azimutální aspekt ("profil").



Obr. 2. Radiální a azimutální rozložení intensity difraktovaného záření zaregistrované plošným posičně citlivým detektorem (např.fotografickým filmem).

difraktovaných paprsků. Podél těchto průsečnic se zjiš uje azimutální rozložení difrakčních stop jednotlivých krystalitů - viz obr.1 a 2.

Laterální rozlišení difraktujících krystalků na ozářené ploše analysovaného polykrystalického vzorku dosáhneme defokusací (obr.3). Defokusace totiž snímá degeneraci difrakčního záznamu vzhledem k poloze krystalitů v polykrystalickém materiálu, kterou do něj vnáší fokusační princip Braggova-Brentanova uspořádání. To ilustrují difraktogramy na obr.4, které byly pořízeny z jednoho a téhož místa na daném ocelovém vzorku při různé defokusaci. Čím větší je defokusace, tím více jsou od sebe rozlišeny difrakční stopy jednotlivých krystalků v ozářené oblasti zkoumaného vzorku.





Obr. 3. Laterální rozlišení rtg difraktogramů polykrystalického materiálu.

3. Mapování heterogenity vývalku

Topografická technika strukturní analysy polykrystalického materiálu (grain-by-grain mapping, x-ray diffraction imaging) se znamenitě osvědčuje při sledování změn, ke kterým v jeho struktuře dochází při výrobě a provozní exploataci [7]. Uplatnila se také při expertise svitku vyválcovaného z oceli obsahující 0,2 %C a 1,5 %Mn. Svitek musel být zmetkován, nebo nevyhověl přejímacím podmínkám. Jeho nárazová práce, zjiš ovaná v různých místech svitku, vykazovala totiž velký rozptyl a některé naměřené hodnoty byly příliš nízké.

Rtg difrakční analysa prokázala, že příčinou těchto nevyhovujících vlastností je strukturní heterogenita, a to přes to, že ve světelném mikroskopu se materiál svitku jevil víceméně jako homogenní. Na obr. 5 je vzhled mikrostruktury ve světelném mikroskopu při zvětšení 100-krát a vzhled difrakční linie (211) feritu naexponované v uspořádání podle obr.3 při značné defokusaci. Horní část obrázku je z místa, kde byly zjištěny vyhovující mechanické vlastnosti (materiál je tvárný, nárazová práce KV = 67 J), dolní část obrázku je pak z místa, kde materiál je křehký (nárazová práce KV = 10 J). Difraktogramy ukazují, že rozložení velikosti difrakčně koherentních oblastí (krystalků, mosaikových bloků) je na obou místech vývalku bimodální: jednak jsou tam drobné mosaikové bloky menší než 10 m, jejichž difrakční stopy vytvářejí na difraktogramech spojité pozadí, jednak se na obou místech vyskytují také velké mosaikové bloky o rozměru kolem 40

m, vytvářející isolované difrakční stopy ("skvrny"). Laterální rozložení těchto isolovaných difrakčních stop je na difraktogramech pocházejících z oněch dvou zmíněných míst různé: v případě tvárného materiálu jsou oddělené difrakční stopy rozloženy rovnoměrně, u křehkého materiálu je laterální rozložení oddělených difrakčních stop nerovnoměrné. To znamená, že v místě, kde je materiál křehký, je jeho struktura heterogenní: v některých oblastech se velké mosaikové bloky vůbec nevyskytují a



Obr. 4. Rtg difraktogramy polykrystalického materiálu s defokusací (odlehlostí registrační plochy posičně citlivého detektoru od fokusační kružnice) zvětšující se v posloupnosti (a), (b), (c), (d) a (e). S rostoucí defokusací se zlepšuje laterální rozlišení rtg difraktogramů (topogramů).

struktura je zde "jemnozrnná", rozčleněná na drobné mosaikové bloky; v jiných oblastech je struktura "hrubozrnná", tvořená pouze velkými mosaikovými bloky. Jemnozrnné oblasti (oblasti tvořené jenom drobnými mosaikovými bloky) budou mít vyšší mez kluzu než oblasti hrubozrnné. Určité zatížení pak může způsobit plastickou deformaci hrubozrnných oblastí, zatímco jemnozrnné oblasti se budou deformovat elasticky. Po odlehčení se hrubozrnné oblasti nevrátí do původního tvaru a sousední jemnozrnné oblasti na ně začnou působit zbytkovým napětím. To pak může v superposici s následným vnějším zatížením vyčerpat schopnost plastické deformace a vyvolat lom. Heterogenita struktury, dobře patrná na rentgenogramech, není světelným mikroskopem vidět patrně proto, že se jedná o heterogenitu na úrovni mosaikových bloků, jejichž hranice se leptají (a tím zviditelňují pro světelný mikroskop) obtížně.

Heterogenita struktury byla pravděpodobně vyvolána při válcování během kterého došlo k t.zv. kritické deformaci. Je to malá deformace (zpravidla jenom několik procent), jež vyvolá velkou citlivost následné rekrystalisace na stupeň deformace. Malé lokální rozdíly deformace, jichž se při válcování nemůžeme vyvarovat, způsobí pak místo od místa velké rozdíly v rychlosti rekrystalisace a následně velikosti difrakčně koherentních oblastí. Aby k heterogenitě struktury a v důsledku toho pak k lokální křehkosti plechu nedošlo, je třeba válcovat většími úběry a tím se kritické deformaci vyhnout.

4. Závěr

Polykrystalické materiály bývají zpravidla heterogenní. Rtg difrakční topografie, prováděná za vhodné defokusace, může při mapování této heterogenity, která výrazně ovlivňuje vlastnosti materiálu, prokázat užitečné služby.

Poděkování

Děkujeme Ministerstvu školství, mládeže a tělovýchovy České republiky za finanční podporu v rámci projektu výzkumu a vývoje č. LN00B084, při jehož realisaci tato práce vznikla.



Obr. 5. Vzhled mikrostruktury oceli 0,2 %C; 1,5 %Mn jak se jeví ve světelném mikroskopu a na rtg difrakčním topogramu v místě, kde je materiál tvárný (a) a v místě, kde je křehký (b).

Literatura

- 1. W.Parrish, Science 110(1949) no.2858, 368-371.
- 2. W.Parrish, M.Mack, *Acta Crystallographica* **23**(1967) 687-692.
- 3. M.Mack, W.Parrish, *Acta Crystallographica* **23**(1967) 693-700.
- 4. R.L.Snyder, J.Fiala, H.J.Bunge: Defect and Microstructure Analysis by Diffraction, New York 1999, Oxford University Press.
- 5. B.Ja.Piněs: Ostrofokusnyje rentgenovskije trubki i prikladnoj rentgenostrukturnyj analiz, Moskva 1955, GITTL.
- 6. S.Weissmann, L.H.Lee, *Progress in Crystal Growth and Characterization* **18** (1989) 205-226.
- J.Fiala, I.Schindler, R.Foret, S.Němeček, *Strojnícky časopis* 53 (2002) č.1, 1-23.