



Focusing in x-ray diffraction topography of polycrystalline materials

FOKUSACE V RTG DIFRAKČNÍ TOPOGRAFII POLYKRISTALICKÝCH MATERIÁLŮ

Jaroslav Fiala, Michal Kolega, Rostislav Medlín

Nové technologie - Výzkumné centrum, Západočeská universita Plzeň

Keywords

topography, focusing, heterogeneity

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 analýzy reálné struktury (mesostruktury) polykrystalických materiálů. Účinnost této metody lze ještě zvýšit vhodnou defokusací.

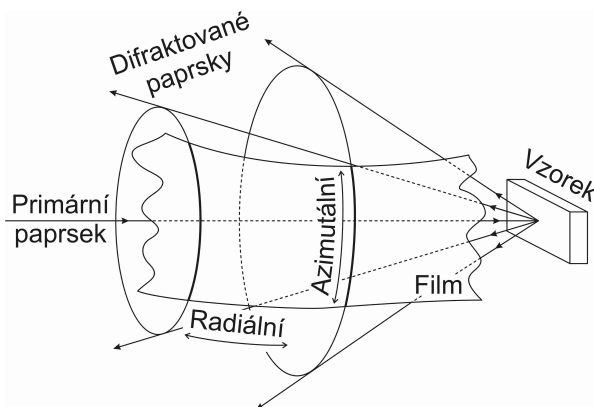
1. Úvod

Difrakční analýza struktury materiálu se zpravidla chápe jako postup vztažený k recipročnému 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 analýzy polykrystalických materiálů a jejím využití při optimalisaci válcování ocelových plechů.

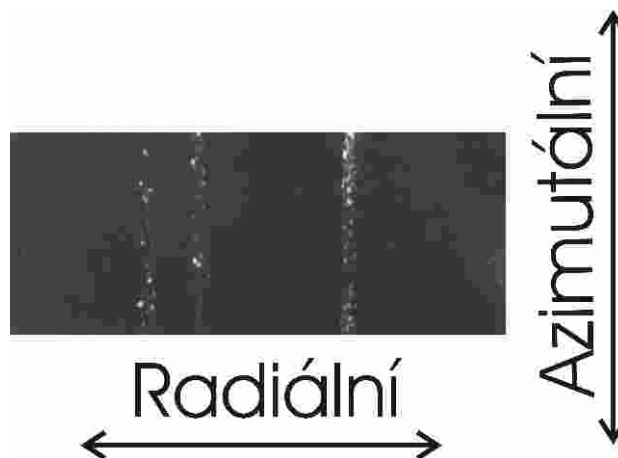
2. Strukturní analýza polykrystalického materiálu

K rtg difrakční analýze struktury polykrystalických materiálů většinou používáme Braggovo-Brentanovo parafokusací 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 ozařené oblasti analysovaného materiálu. Počet těchto parametrů daleko přesahuje informační obsah takového difraktogramu, to jest množství informace, kterou lze jeho rozбором získat. A to je hlavní příčinou všech problémů a důvodem nízké účinnosti rtg difrakční analýzy „reálné struktury“ („mesostruktury“) polykrystalických materiálů, pokud se provádí obvyklým způsobem [4].

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



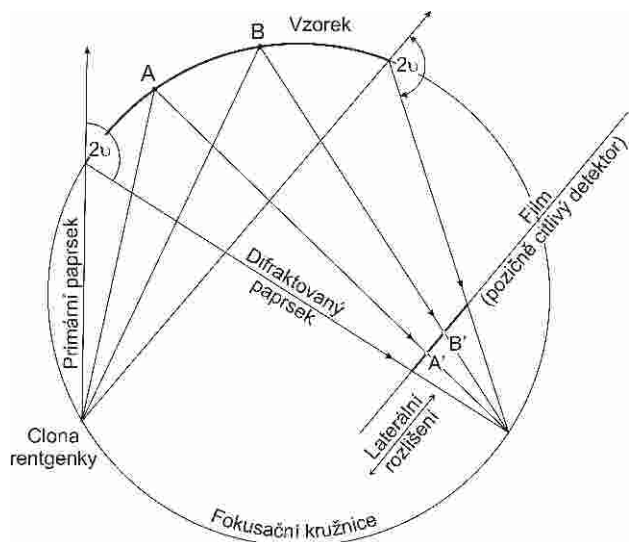
Obr. 1. Směrové rozložení intenzity difraktovaného záření a jeho radiální a azimutální aspekt („profil“).



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

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

Laterální rozlišení difrakčujících krystalků na ozařené 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 rozlišené difrakční stopy jednotlivých krystalků v ozařené oblasti zkoumaného vzorku.

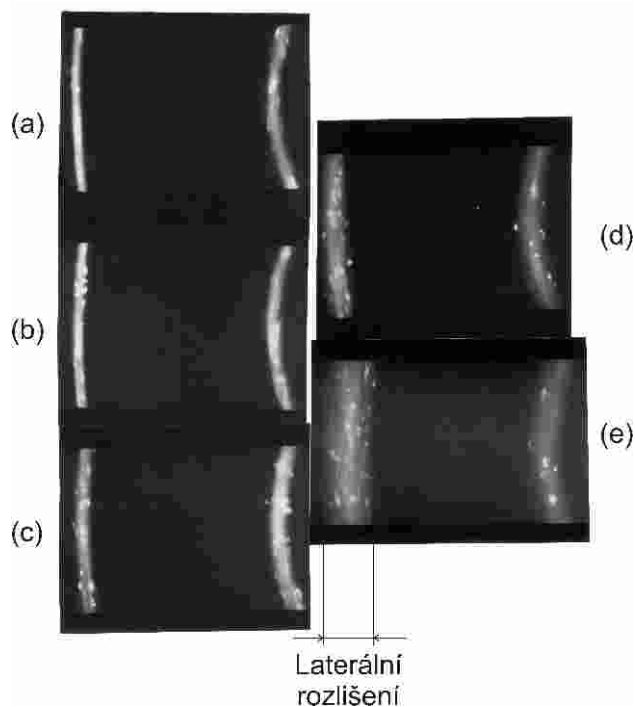


Obr. 3. Laterální rozlišení rtg difraktogramů polykrystalického materiálu.

3. Mapování heterogenity vývalku

Topografická technika strukturní analýzy 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. Svitok musel být zmetkován, nebo nevyhověl přejímacím podmínkám. Jeho nárazová práce, zjištěná v různých místech svitku, vykazovala totiž velký rozptyl a některé naměřené hodnoty byly příliš nízké.

Rtg difrakční analýza 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 μm, jejichž difrakční stopy vytvářejí na difraktogramech spojitě pozadí, jednak se na obou místech vyskytují také velké mosaikové bloky o rozměru kolem 40 μm, vytvářející izolované difrakční stopy („skvrny“). Laterální rozložení těchto izolovaných 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 pozičně 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 „jemnozrná“, rozčleněná na drobné mosaikové bloky; v jiných oblastech je struktura „hrubozrná“, tvořená pouze velkými mosaikovými bloky. Jemnozrné oblasti (oblasti tvořené jenom drobnými mosaikovými bloky) budou mít vyšší mez kluzu než oblasti hrubozrné. Určité zatížení pak může způsobit plastickou deformaci hrubozrných oblastí, zatímco jemnozrné oblasti se budou deformovat elasticky. Po odlehčení se hrubozrné oblasti nevrátí do původního tvaru a sousední jemnozrné 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 rekrystalizace na stupeň deformace. Malé lokální rozdíly deformace, jichž se při válcování nemůžeme vyvarovat, způsobí pak místo od místa velké rozdíly v rychlosti rekrystalizace 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

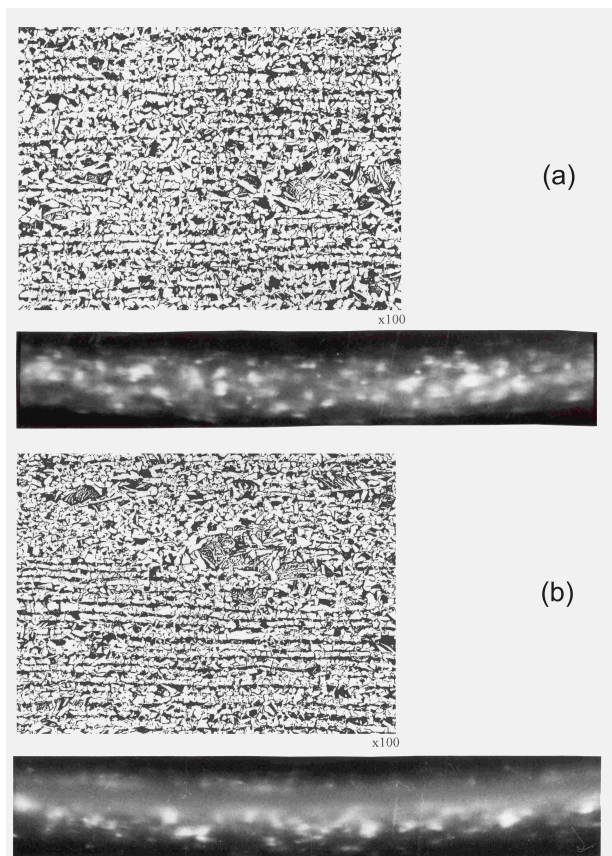
Polykrystalické materiály bývají zpravidla heterogenní. Rtg difrakční topografie, prováděná za vhodné defokusace, může při mapování této heterogenity, která výrazně ovlivňuje vlastnosti materiálu, prokázat užitečné služby.

Poděkování

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

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.Piněš: *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.
7. J.Fiala, I.Schindler, R.Foret, S.Němeček, *Strojnícky časopis* **53** (2002) č.1, 1-23.



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).