

5. Tekstura krystalograficzna

Obserwując otaczające nas ciała w stałym stanie skupienia, dojdziemy do wniosku, że tylko nieliczne z nich posiadają strukturę monokrystaliczną. Na ogół długo musimy się rozglądać, aby zobaczyć gdzieś monokryształ. Jeśli będziemy mieli szczęście zobaczymy go jako diament w kolii lub w pierścionku jakiejś (zamożnej) pani; możemy też udać się np. do kopalni soli w Wieliczce i tam zobaczymy (mono) kryształy soli kuchennej. Monokryształy spotkamy także w pewnych laboratoriach badawczych; kilka takich pracowni znajdziemy na pewno, np., na Akademii Górniczo-Hutniczej. Niemniej monokryształy to naprawdę rzadkość w naszym otoczeniu.

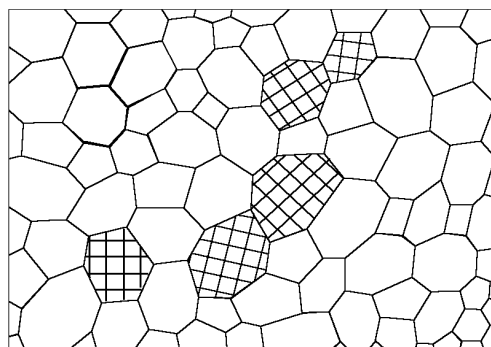
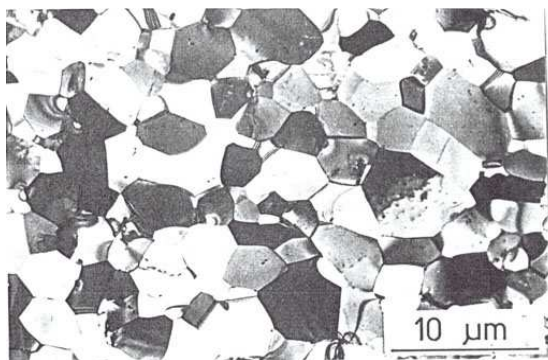
Łatwiej już znajdziemy ciała stałe o strukturze amorficznej, czyli substancje posiadające znacznie mniej regularne uporządkowanie molekuł; jest to tzw. uporządkowanie bliskiego zasięgu. Występuje ono również w cieczech. Charakteryzuje się ono tym, że z punktu widzenia danego atomu lub molekuły, tylko najbliżsi sąsiedzi zachowują się w miarę uporządkowany sposób; natomiast z dala od danego atomu (z jego punktu widzenia) panuje chaos. Przykłady takich ciał to szyba w oknie, zastygła smoła czy warstwa selenu na wałku drukarki laserowej.

Natomiast prawie wszystkie otaczające nas ciała metaliczne posiadają strukturę polikrystaliczną. Dowolna metaliczna część samochodu, roweru, pralki czy lodówki – to prawie zawsze polikryształ.

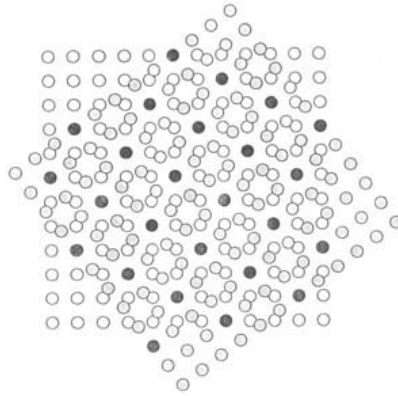
5.1. Polikryształ

Polikryształ to konglomerat wielkiej na ogół ilości kryształków zwanych ziarnami lub krystalitami – Rys. 5.1. Każde ziarno jest monokryształem, natomiast różne ziarna mają różnie zorientowaną sieć krystalograficzną. Obszar przejściowy między jednym ziarnem a drugim – to granica międzyziarnowa zwana inaczej granicą ziaren. Rozmieszczenie atomów w rejonie granicy wykazuje znacznie mniejszy stopień uporządkowania niż wewnątrz krystalitów. Istnieją niemniej pewne typy granic, w których istnieje pewna organizacja ułożenia atomów; są to np. granice koincydentne, które mają strukturę supersieci w stosunku do sieci dwóch sąsiadujących ziaren. Przykładowy schemat uporządkowania atomów w granicy koincydentnej pokazuje Rys. 5.2.

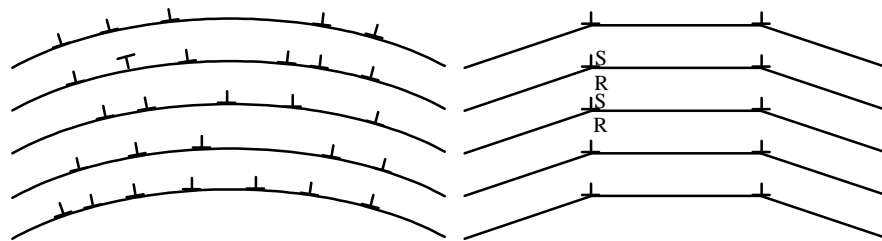
Istnieją też granice o pośrednim stopniu uporządkowania; są to tzw. granice niskokątowe, których strukturę można przedstawić jako odpowiedni układ dyslokacji (Rys. 5.3).



Rys. 5.1. *Struktura materiału polikrystalicznego*



Rys. 5.2. Ułożenie atomów w granicy koicydentnej



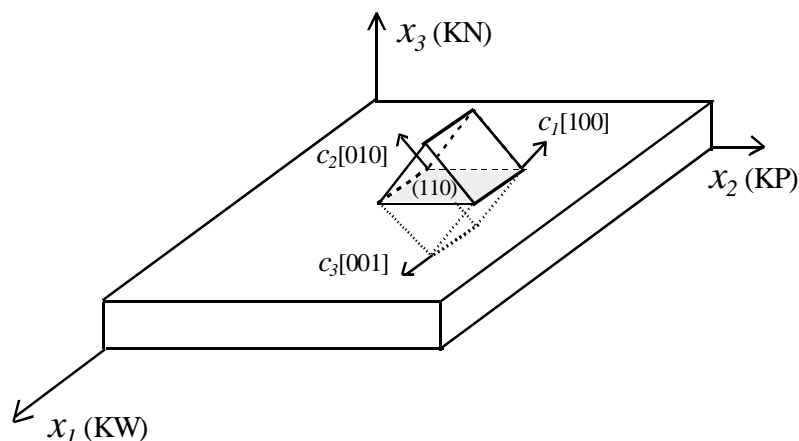
Rys. 5.3. Budowa granicy niskokątowej (po prawej). Powstaje ona podczas tzw. zjawiska poligonizacji: wygięty monokryształ (po lewej) po wygrzaniu rozpada się na kilka podziarn. Granice między nimi utworzone są przez układ dyslokacji krawędziowych

5.2. Orientacja kryształu (ziarna)

Jak wspomniano powyżej, ziarna polikryształu są monokryształami o różnych orientacjach sieci krystalograficznej. Pojawia się zatem praktyczny problem, jak opisać orientację sieci kryształu względem zewnętrznego układu odniesienia (układ próbki).

Wektorami definiującymi układ kryształu są trzy wektory translacji, definiujące komórkę elementarną; w przypadku kryształu o symetrii regularnej (a taki będziemy przykładowo rozważać), są to wektory translacji trzech kierunków krystalograficznych: $[100]$, $[010]$, $[001]$. Jeśli chodzi o wektory definiujące układ próbki, to przyjmujemy je najczęściej jako równoległe do osi symetrii próbki. Przykładowo, układ odniesienia dla próbki walcowanej przyjmujemy jako: $(x,y,z)=(KW, KP, KN)$, gdzie KW jest kierunkiem walcowania, KP – kierunkiem poprzecznym, zaś KN – kierunkiem normalnym (Rys. 5.4).

Najstarszym, tradycyjnie używanym sposobem określenia orientacji kryształu (kryształu), jest podanie wskaźników Millera płaszczyzny krystalograficznej (hkl) równoległej do płaszczyzny xy (lub: KW, KP) układu próbki oraz wskaźników kierunku krystalograficznego $[uvw]$, równoległego do kierunku x (lub: KW) układu próbki – Rys. 5.4. W konsekwencji orientację kryształu podajemy jako: $(hkl)[uvw]$.

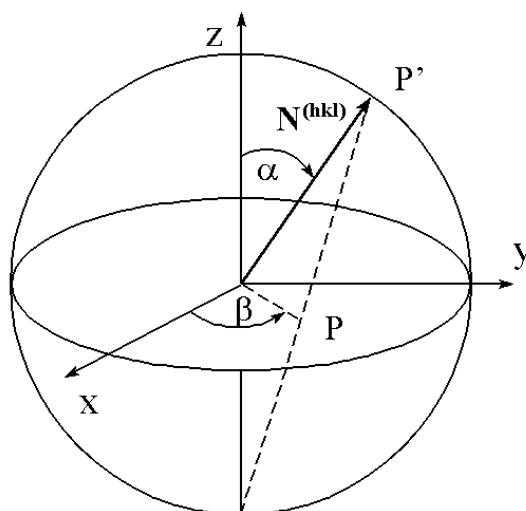


Rys. 5.4.

Definicja orientacji sieci kryształu poprzez wskaźniki Millera: $(110)[001]$. W pokazanym przykładzie (kierunek $[001]$ jest równoległy do osi x_1 (KW), zaś płaszczyzna (110) jest równoległa do płaszczyzny x_1x_2 , czyli KW, KP).

Układ współrzędnych kryształu wyznaczony jest przez kierunki $[100]$, $[010]$ i $[001]$. Układ odniesienia próbki walcowanej wyznaczają: KW, KP oraz KN.

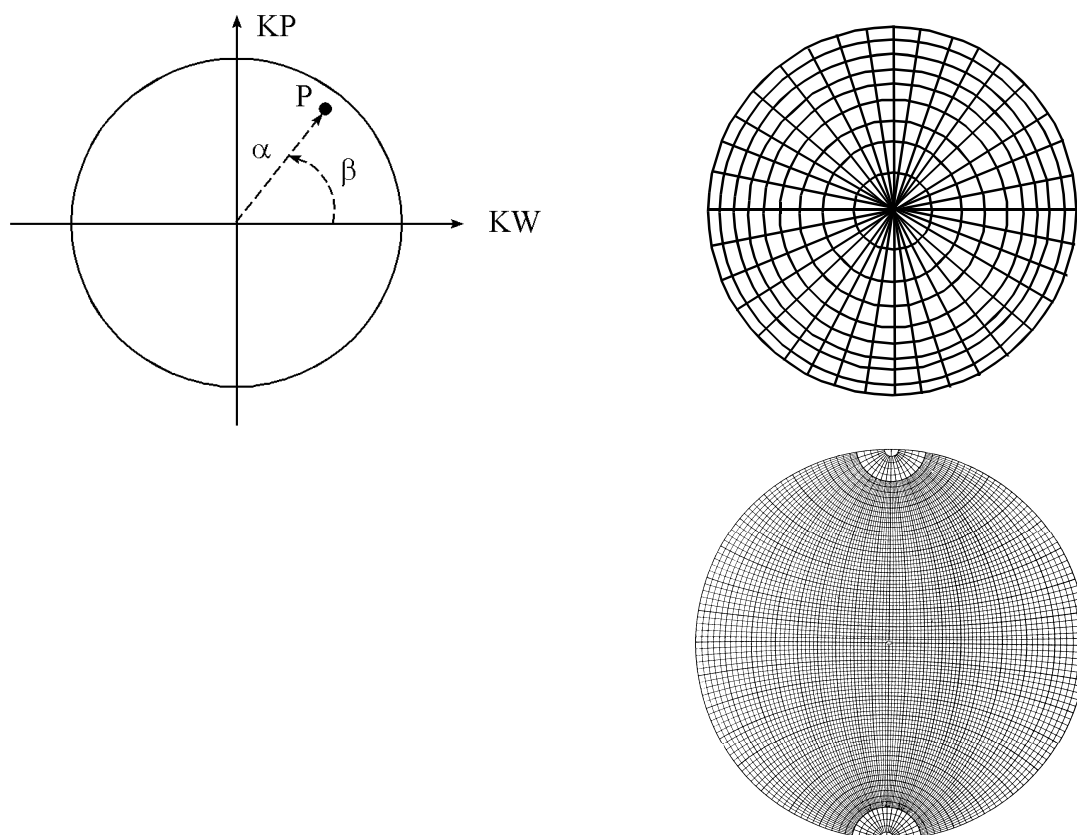
Innym, tradycyjnie używanym sposobem opisu orientacji kryształu jest narysowanie tzw. figury biegunowej. Oparta jest ona na zasadzie projekcji stereograficznej, którą wyjaśniono na Rys. 5.5. Wyobraźmy sobie, że wokół początku (0) układu odniesienia próbki (xyz) rysujemy sferę o jednostkowym promieniu (sferę projekcji). Z punktem 0 pokrywa się również początek układu odniesienia kryształu. Rozważmy wektor $\mathbf{N}^{(hkl)}$ (będący prostopadły do płaszczyzny kryystalograficznej (hkl)). Wektor ten przecina sferę projekcji w punkcie P' . Prosta łącząca punkt P' z „biegunem południowym” sfery projekcji przecina płaszczyznę „równikową” (x, y) w punkcie P . Punkt P jest właśnie projekcją stereograficzną normalnej $\mathbf{N}^{(hkl)}$.



Rys. 5.5. Zasada projekcji stereograficznej

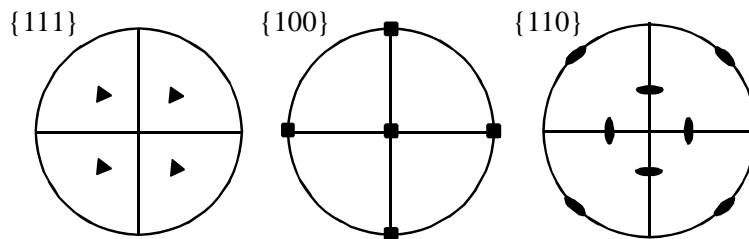
Projekcja stereograficzna umożliwia nam reprezentację orientacji kierunków na płaszczyźnie xy , zwanej płaszczyzną projekcji. Położenie punktu P na płaszczyźnie projekcji (wewnątrz „koła równikowego”) także określają kąty α i β - Rys. 5.6. Najczęściej reprezentujemy w

opisany sposób właśnie normalne do płaszczyzn krystalograficznych wybranego typu, np. $\{hkl\}$. Mówimy wtedy o *figurze biegunowej typu $\{hkl\}$* .



Rys. 5.6. Kąty α i β są także współrzędnymi punktów na figurze biegunowej. Dla ułatwienia ich odczytywania używa się specjalnej siatki (po prawej). Ponadto do znajdowania relacji kątowych między kierunkami i płaszczyznami krystalograficznymi używa się siatki Wulffa (na dole), która powstała z rzutowania tzw. wielkich kół sfery przechodzących przez KP („południki”) oraz kół będących przecięciem sfery z płaszczyznami prostopadłymi do KP („równoleżniki”); siatka ta jest analogiczna do siatki znanej z geografii.

Wróćmy do opisu orientacji kryształu przez figurę biegunową. Rozważmy wszystkie równoważne płaszczyzny krystalograficzne typu $\{hkl\}$ w kryształach (przykładowo rodzina płaszczyzn $\{111\}$ zawiera płaszczyzny: (111) , $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ i $(11\bar{1})$). Dla każdej płaszczyzny z rodziny $\{hkl\}$ rysujemy wektor do niej normalny i wykonujemy jego projekcję stereograficzną; w ten właśnie sposób uzyskujemy figurę biegunową typu $\{hkl\}$. Taka figura biegunowa dla monokryształu nazywa się *projekcją standardową*. Projekcje standardowe $\{111\}$ i $\{100\}$ dla kryształu o sieci regularnej i o orientacji $(001)[100]$ pokazano na Rys. 5.7.



Rys. 5.7. Projekcje standardowe $\{111\}$, $\{100\}$ i $\{110\}$ kryształu o symetrii sześcienniej i orientacji $(001)[100]$. Użyte symbole biegunów symbolizują symetrie obrotowe przedstawianych kierunków (odpowiednio: 3, 4 i 2 – krotne)

Figura biegunowa ma duże walory prezentacji graficznej. Istnieją atlasy projekcji stereograficznych dla monokryształów o różnych symetriach i orientacjach sieci kryształu.

Zdefiniowanie orientacji dowolnego wektora wymaga podania dwóch parametrów (np. dwóch kątów α i β - Rys. 5.5). Natomiast sprecyzowanie orientacji wzajemnej dwóch układów odniesienia względem siebie wymaga podania trzech niezależnych parametrów. Dodajmy, że przez orientację układu rozumiemy wyłącznie relację obrotu; translację wyłączamy z rozważań, gdyż przyjmujemy z definicji, że początki obu rozważanych układów współrzędnych pokrywają się. Konieczność podania trzech parametrów, określających orientację układu, wytłumaczyć można następująco. Zawsze można znaleźć taką oś obrotu, która przeprowadza jednym obrotem jeden układ w drugi; a zatem oprócz podania orientacji tej osi (dwa parametry: α i β), trzeba jeszcze podać kąt γ o jaki trzeba wykonać ten obrót – zatem w sumie mamy trzy niezależne parametry: α , β i γ .

Zastanówmy się, jakich ogólnie zestawów parametrów można użyć, aby zdefiniować wzajemną orientację dwóch układów współrzędnych. Omówimy trzy często używane zestawy.

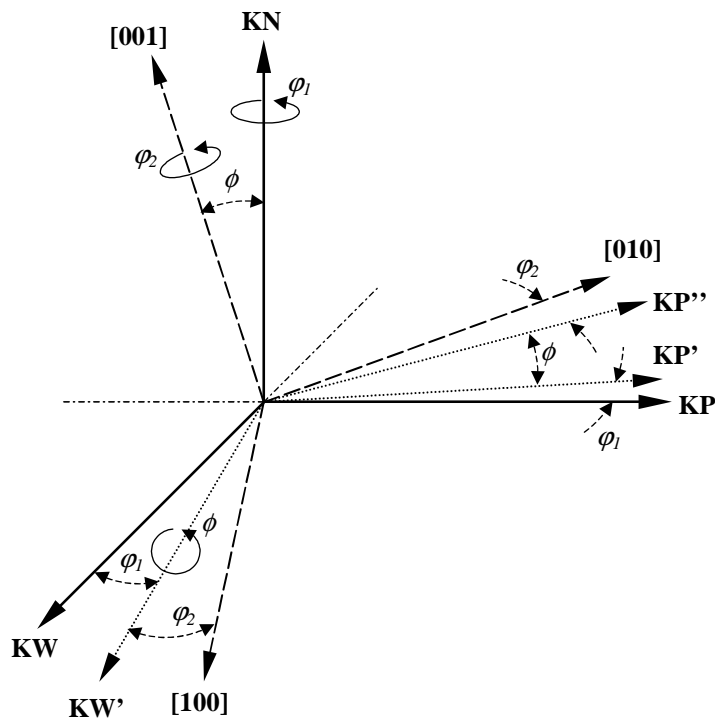
- O pierwszej możliwości już wspomnieliśmy powyżej: są to parametry osi i kąta obrotu: α , β i γ .
- Naturalnymi parametrami, charakteryzującymi orientację jednego układu względem drugiego są kosinusy kierunkowe a_{ij} , wyrażające kosinus kąta zawartego pomiędzy i -tą osią „nowego” układu, a j -tą osią układu „starego”. Macierz zawierająca kosinusy kierunkowe a_{ij} stanowi tzw. macierz orientacji, g :

$$g = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} \quad (5.1)$$

Umożliwia ona transformację np. dowolnego wektora w z układu „starego” do „nowego” zgodnie ze znaną formułą: $W_i' = a_{ij}W_j$, gdzie W_i' są składowymi wektora w w nowym układzie współrzędnych, zaś W_j są jego współrzędnymi w „starym” układzie (w zamieszczonym równaniu transformacyjnym stosujemy oczywiście konwencję o sumowaniu po powtarzających się wskaźnikach). Tak więc macierz g stanowi pełną charakterystykę orientacji wzajemnej dwóch układów odniesienia. Uważny czytelnik zauważy, że coś „tu nie

gra”, gdyż jak widzieliśmy wyżej, potrzeba tylko trzech parametrów do opisu orientacji układu odniesienia, a macierz g zawiera ich dziewięć. Jest to sprzeczność tylko pozorna, gdyż spośród dziewięciu wyrazów a_{ij} tylko trzy są niezależne; wyrazy te łączy bowiem między sobą sześć równań (wyrażają one warunki ortonormalności osi obu układów odniesienia).

- Najczęściej j używanymi parametrami orientacji sieci krystalitu (k) względem układu odniesienia próbki (p) są kąty Eulera. Są to trzy kolejne obroty ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$), które sprowadzają układ próbki p (zdefiniowany przykładowo przez trzy osie: KW, KP, KN) do układu krystalitu k (zdefiniowanego przez trzy podstawowe wektory sieciowe kryształu: [100], [010], [001]) – Rys. 5.8. Omówmy te trzy kolejne obroty. Pierwszy z nich obraca układ KW, KP, KN o kąt φ_1 wokół osi KN. Następnie obracamy układ próbki wokół osi KW' o kąt ϕ ; obrót ten doprowadza KN do [001]; to ostatnie położenie KN nazwiemy KN''. W końcu obracamy układ próbki o φ_2 wokół KN''=[001]. W efekcie tych obrotów układ p został sprowadzony do orientacji układu k .



Rys. 5.8.

Definicja trzech kątów Eulera $\varphi_1, \phi, \varphi_2$. Określają one trzy kolejne obroty, które przeprowadzają układ próbki $p = \{KW, KP, KN\}$ w układ krystalitu $k = \{[100], [010], [001]\}$.

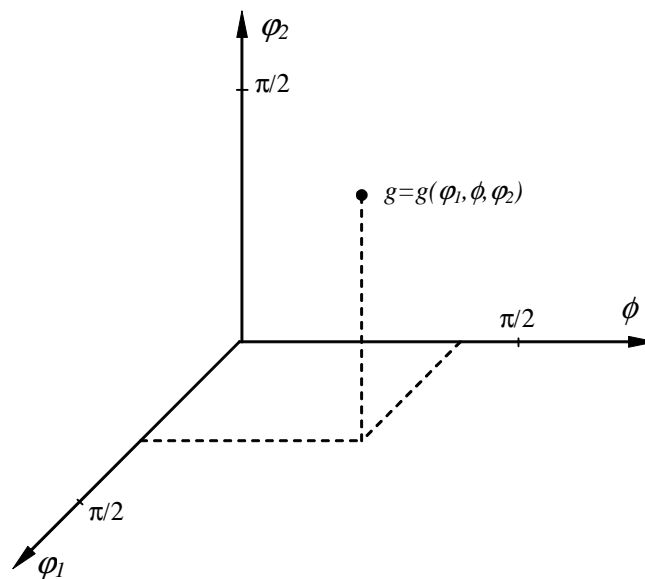
Trzy kąty Eulera są „związłą” charakterystyką orientacji krystalitu. Dysponując nimi, możemy w każdej chwili wyznaczyć pełną macierz g orientacji krystalitu. Wymnażając macierze obrotu odpowiadające trzem opisanym wyżej obrotom składowym, uzyskujemy końcową postać macierzy g wyrażoną przez trzy kąty Eulera:

$$g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix}$$

(5.2)

Powyższa macierz $g=[a_{ij}]$ to nic innego jak tabelka kosinusów kierunkowych łączących układ krystalitu z układem próbki (pierwszy wskaźnik, czyli i dotyczy układu krystalitu, drugi – j dotyczy układu próbki).

Dowolną orientację kryształu możemy przedstawić jako punkt w przestrzeni kątów Eulera:



Rys. 5.9. Przestrzeń Eulera jako przestrzeń orientacji

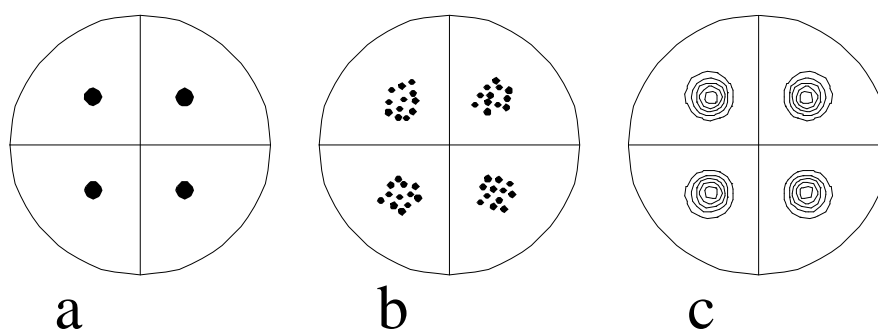
W ogólnym przypadku rozważać trzeba pełny zakres zmienności kątów Eulera: $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$, $0 \leq \varphi \leq \pi$, $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$. Często mamy jednak do czynienia z kryształami (lub polikryształami) o symetrii krystalicznej sześcienną oraz z próbkami w kształcie prostopadłościanu (czyli o symetrii rombowej); wtedy wystarczy mniejszy zakres kątów Eulera: $0 \leq \varphi_1 \leq \pi/2$, $0 \leq \varphi \leq \pi/2$, $0 \leq \varphi_2 \leq \pi/2$; nazywamy go obszarem podstawowym.

5.3. Tekstura krystalograficzna

Rozważania w poprzednim paragrafie dotyczyły orientacji pojedynczego krystalitu (ziarna). Jak już wspominaliśmy, polikryształ zawiera na ogół ogromną ilość krystalitów. Jeśli typowy rozmiar ziarna jest rzędu $10 \mu\text{m}$, a próbka ma rozmiar rzędu 1 cm , to jak łatwo policzyć, polikryształ zawierał będzie miliard ziaren. Sieć krystalograficzna każdego ziarna ma określoną orientację względem układu próbki. Jeśli rozkład orientacji sieci ziaren byłby zupełnie przypadkowy, wtedy powiedzielibyśmy, że próbka nie posiada *tekstury krystalograficznej*. Prawie zawsze mamy do czynienia w praktyce z sytuacją przeciwną, tzn.

orientacje sieci ziaren nie są przypadkowe i grupują się wokół pewnych charakterystycznych orientacji krystalograficznych zwanych orientacjami idealnymi (nazywa się je też czasem składowymi tekstury). Inaczej mówiąc, nieprzypadkowy rozkład orientacji sieci ziaren polikryształu nazywamy teksturą. Nasuwa się praktyczne pytanie, jak opisać ilościowo teksturę.

Najbardziej naturalnym sposobem przedstawienia tekstury są figury biegunowe. Jest to sposób naturalny, gdyż właśnie figury biegunowe są wyznaczone bezpośrednio w eksperymencie (Paragraf 5.5). W poprzednim paragrafie omówiliśmy reprezentację orientacji monokryształu przez projekcję stereograficzną: występuje na niej kilka punktów odpowiadającym kierunkom normalnym do płaszczyzn krystalograficznych (czyli „biegunom”) danego typu. Jest to tzw. projekcja standardowa kryształu. Przykład takich projekcji dla tzw. orientacji sześcienniej, czyli (001)[100], pokazano na Rys. 5.7 (orientacja sześcienna odpowiada takiemu ułożeniu kryształu, że osie jego układu odniesienia: [100], [010], [001] są równoległe odpowiednio do osi x, y, z układu próbki; odpowiadają jej kąty Eulera: $\varphi_1=0$, $\phi=0$, $\varphi_2=0$). Jeśli próbka zawierałaby tylko jeden kryształ o tej orientacji to figura biegunowa {111} wyglądałaby jak ta z Rys. 5.10 a. Wyobraźmy sobie teraz próbkę zawierającą, przykładowo, 12 ziaren o orientacjach grupujących się wokół wspomnianej orientacji sześcienniej. Odpowiednia figura biegunowa {111} składająca się z dyskretnych punktów (każdy przedstawia jeden z biegunów {111}) wyglądałaby jak ta z Rys. 5.10 b. Jest oczywiste, że przy miliardach ziaren taka dyskretna figura biegunowa byłaby mocno niepraktyczna i dlatego też rysujemy linie stałej wartości (poziomice) przedstawiające gęstość biegunów (w odniesieniu do powierzchni sfery projekcji) – Rys. 5.10 c. Jak zobaczymy później, to właśnie takie figury biegunowe wyznaczamy bezpośrednio w eksperymencie dyfrakcyjnym. Przykładowe, doświadczalnie wyznaczone, figury biegunowe dla walcowanych (polikrystalicznych) blach miedzi, mosiądzu oraz stali pokazane są na Rys. 5.15 oraz 5.19 - 5.21.



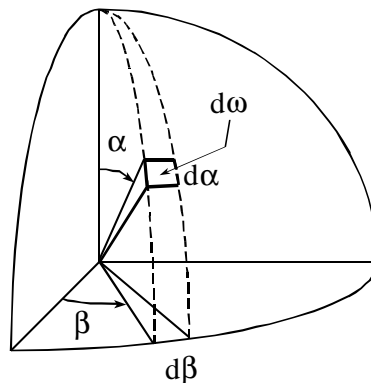
Rys. 5.10. Figury biegunowe {111}:

- a) cztery bieguny {111} dla pojedynczego kryształu o orientacji sześcienniej,
- b) bieguny {111} dla polikryształu zawierającego 12 ziaren; próbka ta ma teksturę opisaną składową sześcienną ,
- c) uciągnięty rozkład gęstości biegunów {111} dla realnej próbki, o tej samej teksturze, zawierającej miliardy krysztalitów

Analizując rozkład biegunów (normalnych do płaszczyzn krystalograficznych danego typu) na sferze projekcji, wystarczy ograniczyć się do górnej jej połowy. Bowiem każda normalna przetnie sferę projekcji zarówno w dolnej jak i w górnej jej części; rzuty z obu połówek sfery zawierają zatem tą samą informację. Położenie punktu na sferze projekcji scharakteryzowane jest dwoma kątami: α i β - Rys. 5.5 i 5.11. Ilościowa definicja figury biegunowej $P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta)$ jest następująca:

$$\frac{dV}{V} = P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta) d\omega \quad (5.3)$$

gdzie: $d\omega = \frac{1}{2\pi} \sin\alpha d\alpha d\beta$ jest kątem bryłowym odpowiadającym nieskończenie małym przedziałom kątów α i β : $(\alpha, \alpha+d\alpha)$ oraz $(\beta, \beta+d\beta)$ podzielonym przez 2π ze względu na normalizację figury biegunowej– Rys. 5.11. W równaniu powyższym $\frac{dV}{V}$ jest objętościowym udziałem tych krystalitów w próbce w których jeden z biegunów typu $\{hkl\}$ ma orientację zawartą wewnątrz kąta bryłowego $d\omega$.



Rys. 5.11 Kąt bryłowy $d\omega$ na sferze projekcji

5.4. Funkcja tekstury (funkcja rozkładu orientacji)

Jak już wyżej wspomniano, figury biegunowe (które wyznaczamy doświadczalnie) są rozkładami dwuwymiarowymi, a zatem nie mogą zawierać pełnej informacji o rozkładzie orientacji ziaren (krystalitów). Pełną informację zawiera trójwymiarowa funkcja tekstury, zwana także funkcją rozkładu orientacji (FRO):

$$f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (5.4)$$

gdzie orientacja g reprezentowana jest przez trzy kąty Eulera: $\varphi_1, \phi, \varphi_2$. Funkcję $f(g)$ definiujemy następująco:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad (5.5)$$

W równaniu tym $\frac{dV}{V}$ jest udziałem objętościowym krystalitów, których orientacje zawarte są w przedziale $(g, g+dg)$. Bardziej szczegółowa postać tego równania jest następująca:

$$\frac{dV}{V} = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2 \quad (5.6)$$

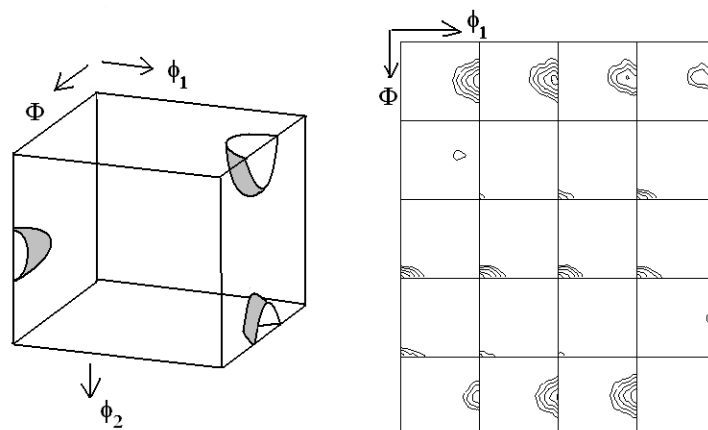
gdzie oczywiście: $\frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2 = dg$; to wyrażenie na dg uzyskuje się licząc metrykę przestrzeni kątów Eulera oraz uwzględniając warunek normalizacji funkcji $f(g)$:

$$\int_{\Omega} f(g) dg = 1 \quad (5.7)$$

(Ω jest obszarem całkowania w przestrzeni kątów Eulera).

Najczęstszym typem danych doświadczalnych, którym dysponujemy, są figury biegunowe (a zatem rozkłady dwuwymiarowe). Wyliczenie funkcji rozkładu orientacji $f(g)$ (czyli rozkładu trójwymiarowego) z dwuwymiarowych figur biegunowych jest na ogół skomplikowanym problemem numerycznym. Zagadnienie to może być w przybliżeniu porównane do odtwarzania kształtu trójwymiarowego przedmiotu na podstawie pewnej ilości jego dwuwymiarowych rzutów; będzie ono omówione w paragrafie 5.6.

Funkcję rozkładu orientacji przedstawiamy graficznie jako powierzchnie lub linie o stałej wartości Rys. 5.12. Często rysujemy jej wartości w przekrojach po jednym z kątów Eulera. Przykładowa FRO, przedstawiona poniżej, pokazana jest w przekrojach po φ_2 dla kolejnych wartości φ_2 : $0, 5^\circ, 10^\circ, 15^\circ, \dots, 90^\circ$ (Rys. 5.12). W każdym z narysowanych kwadratów współrzędnymi na dwóch prostopadłych bokach są oczywiście: ϕ i φ_1 .



Rys. 5.12. Funkcję rozkładu orientacji przedstawiamy jako przekroje względem jednego z kątów Eulera

5.5. Doświadczalne wyznaczanie figur biegunowych

Teksturę krystalograficzną materiałów wyznaczamy metodami dyfrakcyjnymi. Używa się w tym celu:

- promieni rentgenowskich (lampy rentgenowskie, promienie synchrotronowe),
- neutronów
- elektronów.

W przypadku dwóch pierwszych technik wyznaczamy figury biegunowe, zaś specjalna odmiana techniki dyfrakcji elektronów (linie Kikuchiego) umożliwia bezpośrednie wyznaczanie pełnej orientacji (trzy kąty Eulera) poszczególnych ziaren. Trzecia technika znajduje coraz częstsze zastosowania, gdyż postępujący wzrost mocy obliczeniowej komputerów umożliwia automatyczną analizę orientacji coraz większej ilości ziaren.

Niemniej metodą linii Kikuchiego wyznaczamy wyłącznie orientacje ziaren leżących na powierzchni próbki; ponadto technika ta wymaga użycia mikroskopu elektronowego i jest jednak czasochłonna. Dlatego dwie pierwsze techniki pozostają wciąż standardowymi metodami wyznaczania tekstury.

Przy pomocy dyfrakcji rentgenowskiej lub neutronowej wyznaczamy figury biegunowe. Zasada pomiaru figury biegunowej (typu {hkl}) jest następująca. Doprowadzamy do spełnienia warunku dyfrakcji (warunku Bragg'ów) dla płaszczyzn {hkl}:

$$2d_{hkl} \sin \Theta = n\lambda \quad (5.8)$$

W idealnej próbce proszkowej lub w polikryształe nie posiadającym tekstury warunek Bragg'ów będzie spełniony dla jednakowej objętości próbki niezależnie od tego jaką orientację będzie miała próbka (pomińmy chwilowo problemy absorpcji wiązki w próbce). Zupełnie inaczej będzie przedstawiała się ta sprawa dla próbki z wykształconą teksturą. Dla pewnych orientacji próbki (prawie) żaden krystalit nie spełni Równ. 5.8, zaś dla innych spełni go większość krystalitów. Na tym też spostrzeżeniu opiera się pomiar figury biegunowej. Badaną próbkę umieszcza się na tzw. goniometrze teksturowym (Rys. 5.13), który umożliwia obracanie próbki wokół dwóch niezależnych osi, co przekłada się na figurze biegunowej na kąty α i β . Tak więc po ustawieniu kąta θ na taką wartość, że dyfrakcja zachodzi na płaszczyznach {hkl}, obracamy próbką i rejestrujemy natężenie ugiętego promieniowania w funkcji kątów α i β . Zauważmy, że wektor rozpraszania \mathbf{S} (Rys. 5.14) jest równoległy do kierunku normalnego do płaszczyzny „odbijającej” (hkl); a zatem kierunki wektora \mathbf{S} wyznaczają poszukiwane normalne do płaszczyzn {hkl} (czyli bieguny).

Wyznaczanie figury biegunowej odbywa się praktycznie w ten sposób, że dla różnych orientacji wektora \mathbf{S} (np. dla wartości kątów α i β zmienianych skokowo co 5 stopni) rejestrujemy natężenie ugiętego promieniowania i wartości te przypisujemy odpowiednim punktom na sferze projekcji, a następnie punkty te rzutowane są na figurę biegunową. Ostatnią czynnością jest połączenie punktów o tych samych natężeniach liniami stałej wartości (poziomicami). W ten sposób otrzymujemy figurę biegunową (np. taką jak na Rys. 5.15).

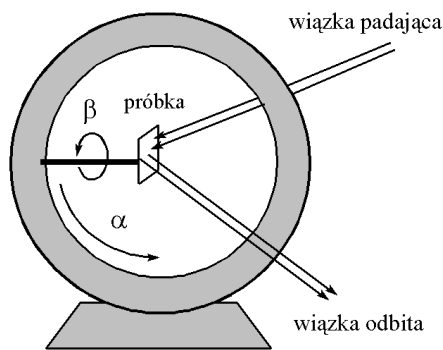
Przypisując kolejnym punktom figury biegunowej wartości natężenia, wprowadza się różne poprawki; najczęściej jest to poprawka geometryczna oraz poprawka na absorpcję. Dokonuje się również normalizacji figury biegunowej, tzn. mnoży się wszystkie jej wartości przez odpowiednio dobrany czynnik, tak aby:

$$\int_0^{2\pi} P(\alpha, \beta) d\omega = 1 \quad (5.9)$$

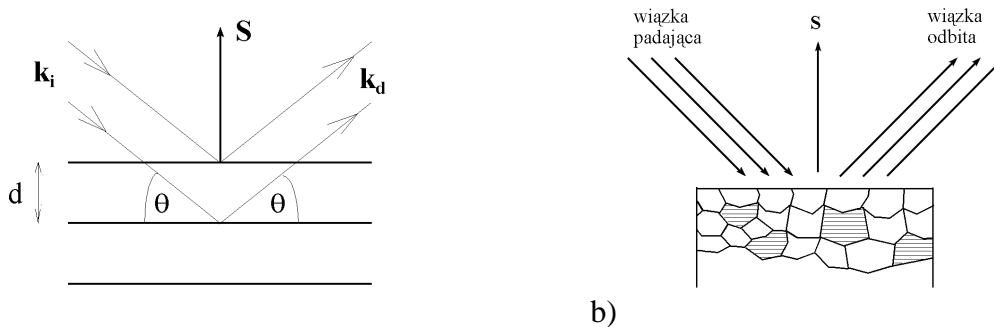
gdzie $d\omega$ ma takie samo znaczenie jak w Równ. 5.3.

Podsumowując, zauważmy że figura biegunowa {hkl} to rozkład przestrzenny normalnych do płaszczyzn {hkl} w próbce polikrystalicznej.

Na ogół konieczne jest wyznaczenie kilku figur biegunowych (dla kilku typów płaszczyzn {hkl}), aby mieć komplet informacji o teksturze. I tak np. dla próbek o strukturze regularnej płasko centrowanej najczęściej wyznaczamy trzy figury biegunowe odpowiadające trzem pierwszym refleksom dyfrakcyjnym: {111}, {100}, {110}.



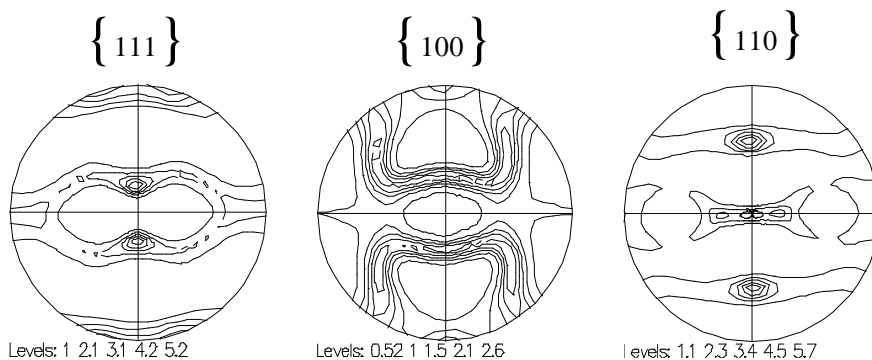
Rys. 5.13. Zasada pomiaru tekstury przy użyciu goniometru tekturowego



Rys. 5.14.

- a) Wektor rozproszenia (S) jest prostopadły do „odbijających” płaszczyzn krystalograficznych $\{hkl\}$, spełniających warunek Bragg'ów,
 b) Przy danej orientacji wektora S względem próbki, tylko niektóre ziarna biorą udział w dyfrakcji (ziarna te mają płaszczyzny $\{hkl\}$ prostopadłe do S)

Na Rys. 5.15 przedstawiono trzy figury biegunowe zmierzone metodą dyfrakcji neutronów dla próbki walcowanej polikrystalicznej miedzi.

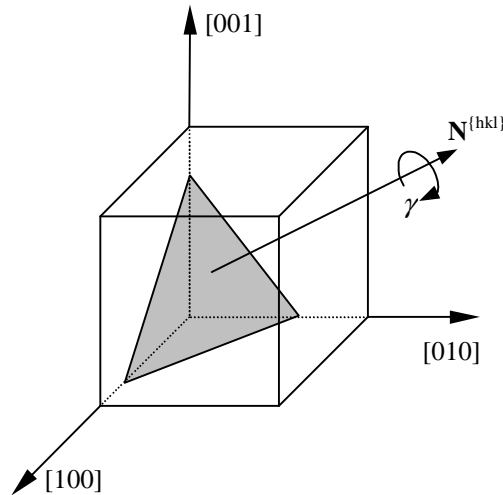


Rys. 5.15. Figury biegunowe $\{111\}$, $\{100\}$ i $\{110\}$ walcowanej miedzi wyznaczone techniką dyfrakcji neutronów

5.6. Związek między figurą biegunową a funkcją rozkładu orientacji

Jak już wspomiano, figury biegunowe są funkcjami dwóch parametrów (kąty α i β), zaś funkcja rozkładu orientacji zależy od trzech współrzędnych: $f(g) = f(\varphi_1, \varphi, \varphi_2)$. Zauważmy,

że obracając próbkę wokół wektora \mathbf{S} cały czas te same krystality spełniają warunek dyfrakcji Bragg'ów (warunek dyfrakcji spełniony jest dla tych samych płaszczyzn $\{hkl\}$) - Rys. 5.16. Na rysunku tym przedstawiono płaszczyznę (hkl) , spełniającą warunek Bragga dla jednego z krystalitów próbki.



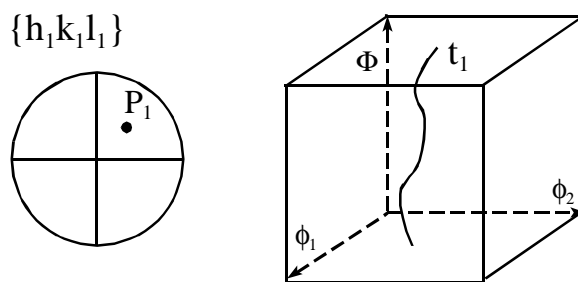
Rys. 5.16. Obrót próbki wokół wektora $\mathbf{S}=\mathbf{N}^{(hkl)}$ nic nie zmienia jeśli chodzi o warunek dyfrakcji. Przedstawiono tu „wnętrze” jednego z „dyfraktujących” krystalitów.

A zatem wiele możliwych orientacji każdego krystalitu, uzyskanych przez obrót wokół \mathbf{S} , daje przyczynek do natężenia mierzonego przy ustalonej orientacji (α, β) wektora rozpraszania. Inaczej mówiąc, natężenie mierzone w punkcie (α, β) figury biegunowej może być wyrażone jako następująca całka z funkcji rozkładu orientacji:

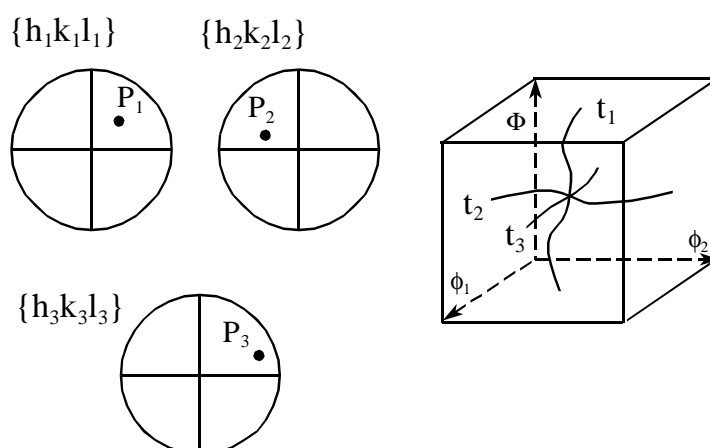
$$P(\alpha, \beta)_{\{hkl\}} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\alpha, \beta, \gamma) d\gamma \quad (5.10)$$

$(\mathbf{N}_{\{hkl\}} // [\alpha, \beta])$

Równanie to wyraża fakt, że natężenie w punkcie (α, β) figury biegunowej jest sumą przyczynków funkcji rozkładu orientacji z tych punktów przestrzeni orientacji dla których spełniony jest warunek, że normalna do płaszczyzny dyfraktującej ma orientację (α, β) . W równaniu tym trzeba oczywiście rozważyć wszystkie równoważne płaszczyzny $\{hkl\}$. Mówimy inaczej, że natężenie każdego punktu FB jest całką z $f(g)$ po odpowiedniej trajektorii w przestrzeni kątów Eulera – Rys.5.17. Zauważmy, że całkowanie z Równ. 5.10 wymaga wyrażenia FRO (w standardowej postaci: $f(g)=f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$) jako funkcji parametrów α, β i γ : $f(g)=f(\alpha, \beta, \gamma)$. Równanie 5.10 nosi nazwę *równania fundamentalnego analizy tekstur*.



Rys. 5.17a. Wartość natężenia w dowolnym punkcie figury biegunowej P_1 jest całką z $f(g)$ po odpowiedniej trajektorii t_1 w przestrzeni kątów Eulera



Rys. 5.17b. Przez dany punkt w przestrzeni kątów Eulera przechodzi wiele trajektorii (np. t_1 , t_2 , t_3), a zatem „partycypuje” on w natężeniach różnych punktów na figurach biegunowych.

Na marginesie Rów. 5.10, zauważmy, że trójka parametrów (α, β, γ) może być równie dobrze używana do opisu orientacji kryształu (podobnie jak kąty Eulera); są to wspomniane już parametry osi i kąta obrotu.

5.7. Algorytm wyliczania funkcji rozkładu orientacji

Funkcja rozkładu orientacji (FRO) wyliczana jest na ogół z zestawu zmierzonych figur biegunowych (FB). (Wyjątkiem od tej sytuacji jest bezpośredni pomiar orientacji ziaren metodą linii Kikuchiego przy użyciu dyfrakcji elektronów; wtedy konieczne jest jedynie uciągnięcie zmierzonych dyskretnych orientacji). Istnieje kilka dobrze już sprawdzonych metod wyliczania FRO. Są to np.:

- metoda rozwinięć szeregowych (Bunge, 1982),
- metody bezpośrednie, jak: metoda wektorowa (Ruer, Baro, 1977), metoda WIMV (Matthies, 1979), metoda ADC (Pawlik, 1986) czy też niedawno opracowana metoda dyskretna (Tarasiuk, Wierzbanowski, Baczmański (a), 1998).

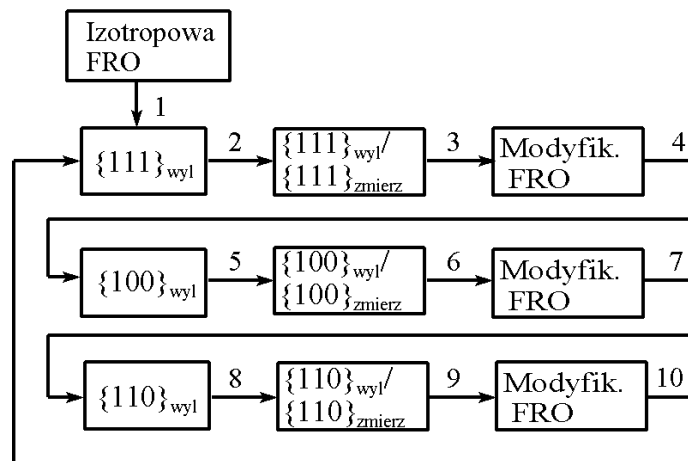
Omówimy poniżej algorytm wyliczania FRO z kilku FB na przykładzie ostatniej z wymienionych metod. Przebieg obliczeń pokazany jest na schemacie blokowym na Rys. 5.18. Oto kolejne etapy obliczeń:

0. Startujemy z izotropowej FRO: $f(g) \equiv 1$,

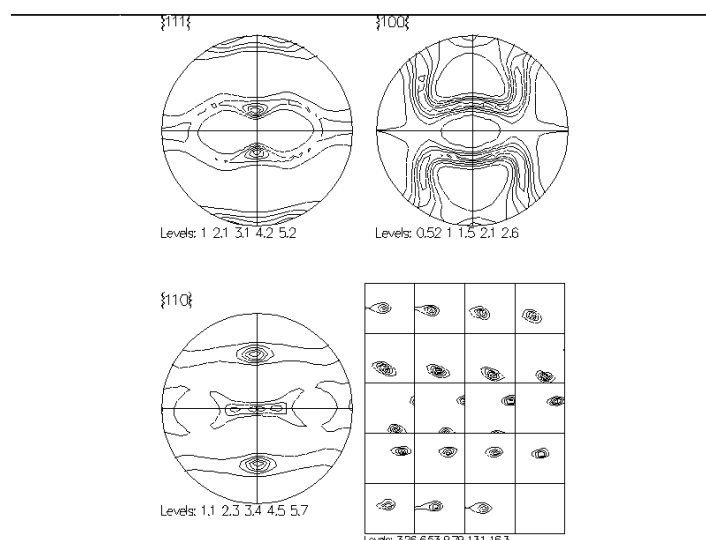
1. Używając równania fundamentalnego (Równ. 5.10) wyliczamy jedną z użytych na wejściu FB, np. $\{111\}_{\text{wyl}}$,
2. Porównujemy wyliczoną FB $\{111\}_{\text{wyl}}$ z odpowiadającą jej FB zmierzoną, czyli: $\{111\}_{\text{zmierz}}$,
3. Jeśli wyliczona FB jest istotnie różna od zmierzonej, modyfikujemy wartości $f(g)$ w w tych punktach g , które leżą na odpowiednich trajektoriach całkowania - Równ. 5.10 (np. punktowi α, β figury biegunowej $\{111\}$ odpowiada trajektoria t_1 – Rys. 17b),

Czynności opisane w punktach 0-3 powtarzamy dla pozostałych użytych figur biegunowych (np. $\{100\}$, $\{110\}$); wtedy modyfikujemy wartości FRO leżące na odpowiadających im trajektoriach (patrz Rys. 17b). Obliczenia prowadzimy dotąd, aż: $\{hkl\}_{\text{wyl}} \cong \{hkl\}_{\text{zmierz}}$ (gdzie $hkl=111, 100, 110$). Oczywiście warunek ten ma być spełniony z pewną zadaną z góry precyzją.

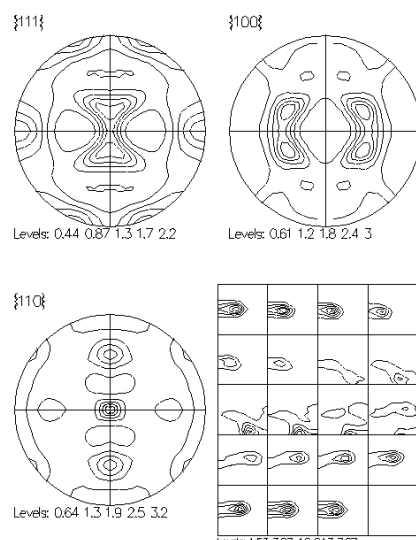
W typowym przypadku używamy trzech wejściowych figur biegunowych, tak jak uwidoczniono to na poniższym schemacie obliczeniowym. Przykładowe rezultaty obliczeń pokazane są na Rys. 5.19 - 5.21. Dotyczą one tekstur walcowania polikrystalicznej miedzi, mosiądzu i stali.



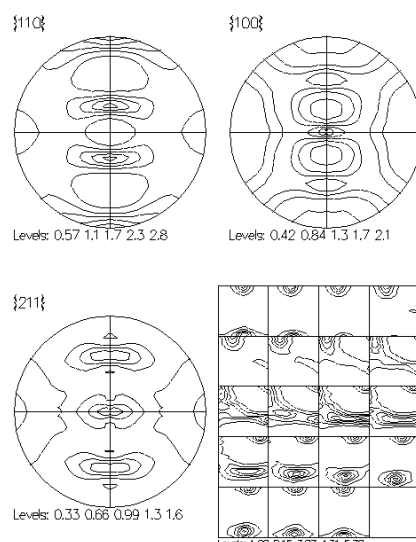
Rys. 5.18. Schemat blokowy algorytmu wyliczania FRO ze zmierzonych FB



Rys. 5.19. Zmierzone figury biegunowe $\{111\}$, $\{100\}$ i $\{110\}$ i wyliczona z nich FRO dla walcowanej polikrystalicznej miedzi. FRO przedstawiono poprzez przekroje dla ustalonych wartości kąta $\varphi_2 = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ$.



Rys. 5.20. Zmierzone figury biegunowe $\{111\}$, $\{100\}$ i $\{110\}$ i wyliczona z nich FRO dla walcowanego polikrystalicznego miedzi. FRO przedstawiono poprzez przekroje dla ustalonych wartości kąta $\varphi_2 = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ$.



Rys. 5.21. Zmierzone figury biegunowe $\{110\}$, $\{100\}$ i $\{211\}$ i wyliczona z nich FRO dla walcowanej stali. FRO przedstawiono poprzez przekroje dla ustalonych wartości kąta $\varphi_2 = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ$.

5.8. Nieniszcząca metoda badania niejednorodności tekstury

Bardzo często tekstura krystalograficzna nie jest jednorodna, tzn. zmienia się w funkcji pozycji wewnątrz próbki. I tak na przykład w próbkach walcowanych tekstura wyraźnie zależy od głębokości liczonej od powierzchni w głąb próbki. Dokładna znajomość tekstury jest zaś niezbędna do różnych zastosowań, związanych najczęściej z przewidywaniem makroskopowych własności materiału na podstawie znajomości anizotropii danej własności na poziomie monokryształu.

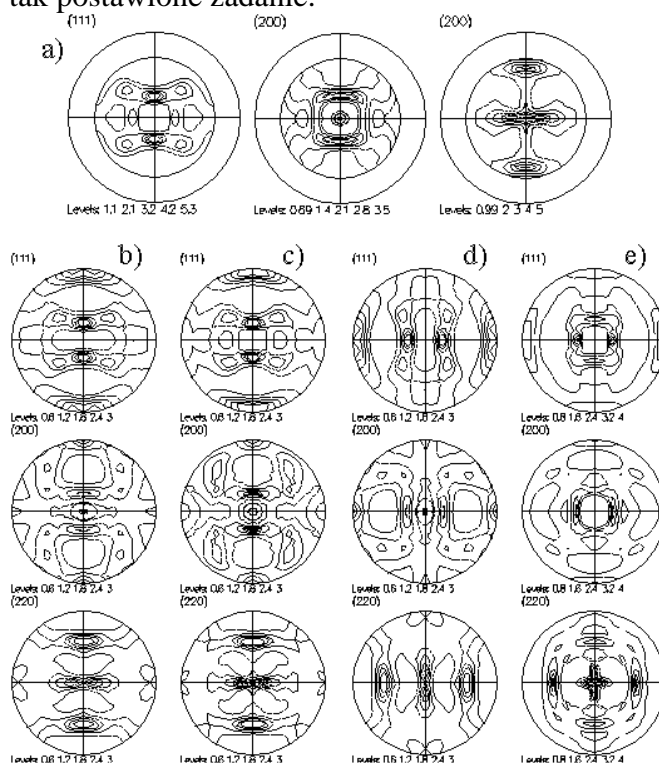
Używając techniki dyfrakcji neutronów, które mają bardzo niski współczynnik absorpcji (a zatem penetrują na ogół całą objętość próbki), uzyskujemy teksturę uśrednioną praktycznie po całej próbce. Z drugiej strony, używając techniki dyfrakcji rentgenowskiej (przy użyciu lampy rentgenowskiej jako źródła promieniowania), badamy powierzchniową warstwę próbki - maksymalnie do 100 μm ; również i tutaj dostajemy informację uśrednioną z

tej warstwy. Chcąc znać zmienność tekstury z odległością w głąb próbki musimy usuwać warstwy próbki i dokonywać kolejnych pomiarów. Jest to oczywiście metoda niszcząca – po takiej procedurze pierwotna próbka już nie istnieje.

Opierając się na iteracyjnej metodzie wyliczenia FRO ze zmierzonych FB (przedstawionej w poprzednim paragrafie) opracowano nieniszczącą metodę wyznaczenia zmian tekstury w próbce (Tarasiuk, Wierzbanowski, Baczański (b), 1998). Wyobraźmy sobie dla uproszczenia, że w próbce możemy wyróżnić dwie charakterystyczne warstwy, zawierające dwie różne tekstury. Tak właśnie często jest w walcowanych próbkach: wyróżnić w nich można teksturę powierzchniową (o grubości np. 20-30 μm) oraz objętościową – od końca warstwy powierzchniowej w głąb próbki. Powodem tworzenia się odrębnej tekstury powierzchniowej są duże siły tarcia występujące między walcami a próbka. Tak więc, mając dwie warstwy z różnymi teksturami możemy napisać, że mierzone intensywności figury biegunowej $P(\alpha, \beta)_{\{hkl\}}$ przedstawić można następująco:

$$P(\alpha, \beta)_{\{hkl\}} = P_1(\alpha, \beta)_{\{hkl\}} w_1(\alpha) + P_2(\alpha, \beta)_{\{hkl\}} w_2(\alpha) \quad (5.11)$$

gdzie $w_1(\alpha)$ i $w_2(\alpha)$ są współczynnikami wagowymi obu warstw. Współczynniki te można w dobrym przybliżeniu obliczyć, jak i zmierzyć na specjalnie przygotowanych próbkach modelowych. Używając Równ. 5.11 prowadzimy obliczenia iteracyjne podobne do tych opisanych w poprzednim paragrafie, z tym że, w obecnym przypadku poszukujemy dwóch FRO jednocześnie ($f_1(g)$ i $f_2(g)$ - FRO dla dolnej i górnej warstwy). Danymi wejściowymi obliczeń są zmierzone „wypadkowe” FB z obu warstw oraz współczynniki wagowe (które musimy wcześniej znaleźć). Okazuje się, że przedstawiona procedura iteracyjna jest w stanie jeszcze „udźwignąć” tak postawione zadanie.

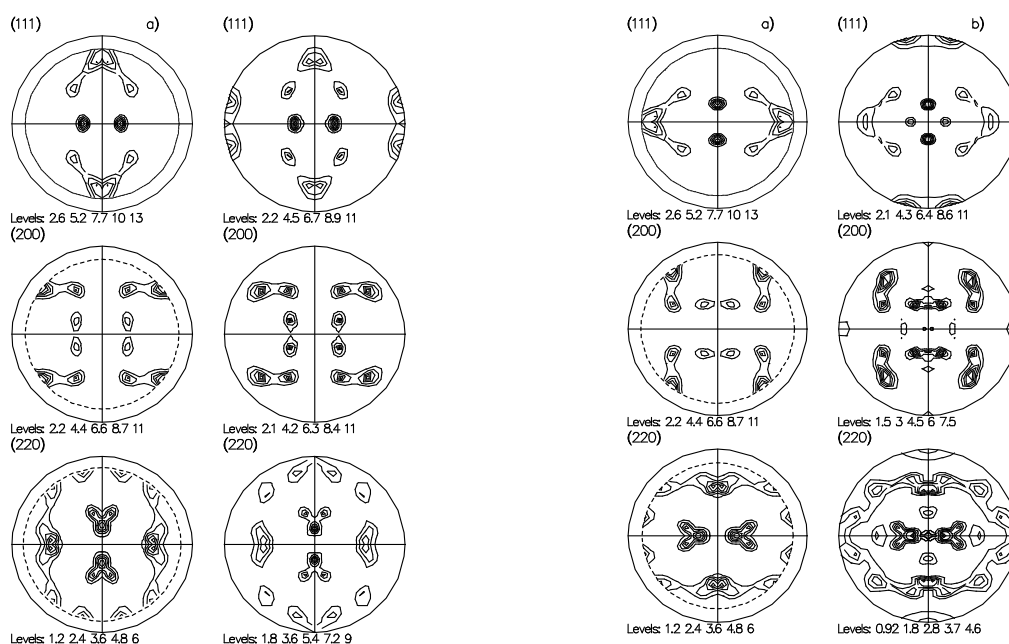


Rys. 5.22. Wyniki „separacji” tekstur dla próbki dwuwarstwowej w przypadku dyfrakcji neutronów. Próbki zawierają dwie identyczne blaszki miedziane o grubości 1 mm, ale obrócone o 90° :

- FB „sumaryczne” z obu warstw, b) FB warstwy górnej zmierzone bezpośrednio, c) FB warstwy górnej wyliczone z całkowitego sygnału dyfrakcyjnego metodą „separacji”,
- FB warstwy dolnej zmierzone bezpośrednio, e) FB warstwy górnej wyliczone z całkowitego sygnału dyfrakcyjnego metodą „separacji”

Na Rys. 5.22 i 5.23 pokazano wyniki takiej separacji przeprowadzonej na próbkach modelowych, zawierających dwie identyczne warstwy, ale przekręcone o 90° . Rys. 5.22 dotyczy dyfrakcji neutronowej, zaś Rys. 5.23 – dyfrakcji rentgenowskiej. W obu przypadkach można było zmierzyć niezależnie teksturę każdej z warstw i porównać ją z odpowiednią teksturą uzyskaną z algorytmu separacji. Uzyskana jakość separacji jest dobra w przypadku wyników z dyfrakcji neutronowej oraz bardzo dobra w przypadku dyfrakcji rentgenowskiej.

Ważnym zastosowaniem tej metody może być przeprowadzanie szybkiego (i nieniszczącego) testu jednorodności lub niejednorodności tekstury produktu po danym etapie obróbki technologicznej.



Warstwa górna – pomiar bezpośredni	Warstwa górna – odtworzona	Warstwa dolna – pomiar bezpośredni	Warstwa dolna – odtworzona
Levels: 26 52 7.7 10 13 (200)	Levels: 22 4.5 6.7 8.9 11 (200)	Levels: 26 52 7.7 10 13 (200)	Levels: 21 4.3 6.4 8.6 11 (200)
Levels: 22 4.4 6.6 8.7 11 (220)	Levels: 21 4.2 6.3 8.4 11 (220)	Levels: 22 4.4 6.6 8.7 11 (220)	Levels: 1.5 3 4.5 6 7.5 (220)
Levels: 1.2 2.4 3.6 4.8 6	Levels: 1.8 3.6 5.4 7.2 9	Levels: 1.2 2.4 3.6 4.8 6	Levels: 0.92 1.8 2.8 3.7 4.6

Rys. 5.23. Wyniki „separacji” tekstur dla próbki dwuwarstwowej w przypadku dyfrakcji rentgenowskiej. Próbki zawierają dwie identyczne folie aluminiowe o grubości $7 \mu\text{m}$ każda, ale obrócone o 90° :

5.9. Podsumowanie

Tekstura krystalograficzna jest bardzo ważną charakterystyką materiału polikrystalicznego. Informuje nas ona jakie orientacje sieci krystalograficznych ziaren dominują w próbce. Ta informacja ma zasadnicze znaczenie przy przewidywaniu własności makroskopowych próbki. Funkcja rozkładu orientacji jest funkcją wagową przy obliczaniu wartości jakiejś wielkości fizycznej próbki na podstawie znajomości tejże wielkości dla monokryształu. Przykładowo, własności elastyczne dowolnego ciała opisuje tensor podatności s_{ijkl} . Tensor ten definiuje się standardowo dla monokryształu, a zatem wartości jego składowych wyrażone są względem układu odniesienia kryształu (przypomnijmy, że dla symetrii regularnej układ ten wyznaczają trzy osie: [100], [010], [001]). Natomiast, jeśli

kryształ jest obrócony względem laboratoryjnego układu odniesienia (posiada orientację g), to składowe s'_{mnop} w układzie laboratoryjnym (lub próbki) wynoszą (por. Rozdział 2):

$$s'_{mnop} = a_{mi}^T a_{nj}^T a_{ok}^T a_{pl}^T s_{ijkl} \quad (5.12)$$

gdzie a_{rs} są wyrazami macierzy orientacji g (kosinusami kierunkowymi), natomiast a_{rs}^T są wyrazami macierzy transponowanej, gdyż przechodzimy z układu kryształu do układu próbki. Jeśli mamy do czynienia z próbka polikrystaliczną, posiadającą teksturę $f(g)$, to makroskopowe wartości składowych tensora podatności elastycznej wyniosą:

$$S'_{mnop} = \int_{\Omega} f(g) a_{mi}^T(g) a_{nj}^T(g) a_{ok}^T(g) a_{pl}^T(g) s_{ijkl} dg \quad (5.13)$$

gdzie wyrazy a_{rs}^T zależą oczywiście od orientacji sieci ziarna, natomiast całkę trzeba wyliczyć w całym obszarze zmienności Ω kątów Eulera.

W analogiczny sposób uśrednia się inne własności mechaniczne, a także własności elektryczne, magnetyczne czy termiczne. Wspomnijmy o jednym szczególnie interesującym przypadku użycia funkcji tekstury, a mianowicie o wyliczaniu tzw. dyfrakcyjnych stałych elastycznych. Stałe te są niezbędne przy poprawnej interpretacji pomiarów naprężeń wewnętrznych z użyciem metod dyfrakcyjnych (patrz Rozdz. 6).

LITERATURA

- BUNGE, H. J.: Texture Analysis in Materials Science, Butterworths, London, 1982
- MATTHIES, S.: Physica status solidi, **B92** (1979) K135
- PAWLIK, K.: Physica status solidi (b), **134** (1986) 477
- RUER, D., and BARO, R.: Advances of X-Ray Analysis, **20** (1977) 187
- TARASIUK, J., WIERZBANOWSKI, K., and BACZMAŃSKI, A. (a): 1998, Crystal Research and Technology, **33** (1998) 101
- TARASIUK, J., WIERZBANOWSKI, K., and BACZMAŃSKI, A. (b): 1998, Philosophical Magazine A, **78**, 819-834 (1998)