

**Síkhibák karakterizációja
röntgen vonalprofil analízis alapján
kőbős és hexagonális kristályokban**

Balogh Levente

Témavezető:
Dr. Ungár Tamás
egyetemi tanár

ELTE TTK Fizika Doktori Iskola
Iskolavezető: Dr. Horváth Zalán
Anyagtudomány és Szilárdtestfizika Program
Programvezető: Dr. Lendvai János



Eötvös Loránd Tudományegyetem, Természettudományi Kar
Fizikai Intézet, Anyagfizikai Tanszék
Budapest 2009

Tartalomjegyzék

1. Bevezető	4
2. A röntgen vonalprofil analízis alapjai, irodalmi áttekintés	6
2.1. A röntgen vonalprofil analízis alapjai	6
2.1.1. A kristallit mérethatás profilfüggvénye	7
2.1.2. A diszlokációk hatására kialakuló profilfüggvények	9
2.2. A röntgen vonalprofil analízis módszerei	10
2.2.1. Mikroszerkezet meghatározás módosított Williamson-Hall módszer segítségével	11
2.2.2. Mikroszerkezet meghatározása teljes profil illesztéssel	14
2.3. Rétegződési és ikerhibák hatásának vizsgálata a röntgen vonalprofilokra, irodalmi áttekintés	15
2.3.1. A síkhibák jellemzéséhez szükséges alapfogalmak definíciója	15
2.3.2. A rétegződési és ikerhibák mennyiségének meghatározása a módosított Williamson-Hall módszerrel <i>fcc</i> kristályok esetében	16
2.3.3. Rétegződési hibák és ikerhatárok vonalprofil alakjának analitikus meghatározása <i>részlegesen-merohedrális</i> kristályok esetén	17
2.3.4. Rétegződési hibák és ikerhatárok vonalprofil alakjának numerikus módszerekkel történő meghatározása	19
3. A hexagonális és köbös anyagban előforduló síkhibák röntgen vonlprofilokra gyakorolt hatásának elméleti tárgyalása	22
3.1. A hexagonális kristályok ikresedésének elméleti leírása	23
3.1.1. Az ikresedéshez illeszkedő koordináta-rendszerek bevezetése	23
3.1.1.1. Egy <i>hkl</i> síkrendszer normálvektora a <i>hcp</i> kristályban	23
3.1.1.2. A <i>hkl</i> indexű síkok egyenlete	26
3.1.1.3. A nem-merohedrális ikresedés feltételei egy <i>hkl</i> síkon a <i>hcp</i> kristályokban	28
3.1.1.4. Hexagonális fémekben előforduló ikerhibák és a hozzájuk illeszkedő koordináta-rendszerek	30
3.1.1.5. Az {10.2} ikersíkok monoklin koordináta-rendszere	30
3.1.1.6. Az {11.2} ikersíkok monoklin koordináta-rendszere	34
3.1.1.7. Az {11.1} ikersíkok monoklin koordináta-rendszere	36

3.1.1.8.	Az { 10.1 } ikersíkok monoklin koordinátarendszere	38
3.1.1.9.	Az ikersíkokhoz illeszkedő triklin koordinátarendszerek meghatározása	41
3.1.2.	Az ikresedés okozta vonalszélesedés profilfüggvénye	44
3.1.2.1.	A véletlenszerű ikresedés lamelláinak méreteloszlása	44
3.1.2.1.1.	Első közelítés: független lamellák összessége	46
3.1.2.1.2.	Az első közelítés finomítása: második közelítés illetve a kettős lamella modell	52
3.1.2.1.3.	Alreflexiók, amik nem szélesednek az ikresedés hatására	61
3.1.3.	Az alreflexiók szélesedésének <i>hkl</i> függése	62
3.2.	Lapcentrált köbös kristályban lehetséges síkhibák hatásának elméleti leírása	70
3.2.1.	Síkhibákhoz illeszkedő koordinátarendszer <i>fcc</i> kristályok esetén	70
3.2.2.	A rétegződési hibák hatása a reciprok tér rácspontjaira	71
3.2.3.	Ikerhibák hatása a reciprok tér rácspontjaira	76
3.2.4.	Alreflexiók szélesedésének <i>hkl</i> függése rétegződési és ikerhibák esetén	76
3.2.5.	Síkhibák vizsgálata lapcentrált köbös szerkezetben numerikusan számolt vonalprofilok segítségével	78
4.	Az ikresedés hatásának beépítése az extended Convolutional Multiple Whole Profile (eCMWP) szoftverbe	85
5.	Síkhibák kísérleti vizsgálata	87
5.1.	Síkhibák hatásának kísérleti vizsgálata <i>lapcentrált köbös</i> kristályokban	87
5.1.1.	Síkhibák szinterelt SiC-ban és gyémánt-SiC nanokompozitban	87
5.1.1.1.	Szinterelt SiC mikroszerkezetének vizsgálata	87
5.1.1.2.	Szinterelt gyémánt-SiC nanokompozitok mikroszerkezetének vizsgálata	92
5.1.2.	Rétegződési hiba energia hatása az ikerképződésre α sárgarézben ...	99
5.1.3.	A kristallit méret és az ikerhatár sűrűség kapcsolata <i>fcc</i> fémekben	107
5.2.	Síkhibák hatásának kísérleti vizsgálata <i>szoros illeszkedésű hexagonális</i> kristályokban	112
5.2.1.	Ikresedés kimutatása 720°C-on hengerelt CP-Ti mintában	112

5.2.2. Ikresedés kimutatása nagy tisztaságú, szobahőmérsékleten deformált Ti mintákban	114
5.2.3. Ikresedés kimutatása különböző hőmérsékleten deformált Mg mintákban.....	117
Új tudományos eredmények	119
Irodalomjegyzék	123
Köszönetnyilvánítás	133
Összefoglalás	134
Summary	135

1. Bevezető

A szilárd anyagok fizikai és kémiai tulajdonságait meghatározó jellemzők több méretskálát foglalnak magukba. A jelen dolgozat csak kristályos anyagokkal foglalkozik, a nem kristályos szilárd anyagokat ezért nem említtem a felsorolásban.

(i) A legkisebb az atomi méretskála, ami a szilárd anyagot felépítő kémiai elemek típusát foglalja magába. Ez alapvető fontosságú az anyag kémiai tulajdonságai szempontjából, a skála mérete 10^{-2} nm nagyságrendű.

(ii) A következő méretskála a kristályszerkezet rácsállandói. Ennek a skálának a jellemző mérete 10^{-1} nm nagyságrendű. Ugyanabból az elemből felépülő, de különböző kristályszerkezetű anyagok alapvetően különböző fizikai tulajdonságokkal rendelkeznek. Az egyik legismertebb allotróp pár a grafit és a gyémánt, mindkettő szén atomokból épül fel, de különböző a kristályszerkezetük. Ebből kifolyólag az elektromos és hővezető képesség, a keménység, a fényáteresztő képesség alapvetően különbözőek.

(iii) A kristályszerkezet utáni méretskála a mikroszerkezet, aminek jellemző mérete több nagyságrendet is magába foglal, a nanométeres tartománytól kezdve a milliméteres méretéig. Mikroszerkezet alatt azon struktúrák összességét értjük, amik megbontják a kristály eltolási szimmetriáját. Ilyen struktúrák a vakanciák, interstíciális atomok, diszlokációk, diszklínációk, szemcsehatárok, rétegződési hibák, ikerhibák, antifázis határok, kiválások, stb. Ezen rács hibák mennyisége és típusa nagyon változatos mikroszerkezetet tud kialakítani és így azonos kristályszerkezetű anyagokat nagyon különböző fizikai tulajdonsággal tud felruházni. Egy kristályos anyag keménysége, ridegsége, folyáshatára és sok más tulajdonsága erősen mikroszerkezet függő. A fémek és ötvözeteknek az alakítási-, szilárdoldatos-, kiválásos keménysége mind a mikroszerkezet megfelelő módon történő változtatásával történik.

A mikroszerkezet és a fizikai tulajdonságok közötti kapcsolat bonyolult, nagyon sok paraméter függvénye. Vannak esetek, amikor néhány egyszerű összefüggés alkalmazható, mint a Hall-Petch egyenlet, ami a krisztallitok mérete és a polikristály keménysége között teremt kapcsolatot vagy a Taylor formula, ami a diszlokáció sűrűsége és a keménység relációját írja le.

A mikroszerkezet kialakításában résztvevő kristályhibákat a kiterjedésük alapján három csoportba oszthatjuk:

(i) pontszerű, 0 dimenziós hibák: vakancia, intersticiális atom, ionkristályokban Schottky és Frenkel hibák.

(ii) vonalszerű, 1 dimenziós hibák: diszlokáció, diszklínáció.

(iii) síkszerű, 2 dimenziós hibák: rétegződési hiba, ikerhatár, antifázis határ, szemcsehatár

(iv) térfogati, 3 dimenziós hibák: kiválások, ikresedett tartományok, antifázisú domének

Egy anyag mikroszerkezetét az előállítási körülmények illetve az utólagosan alkalmazott kezelések határozzák meg. Ahhoz, hogy változatos és tervezhető fizikai tulajdonságokkal rendelkező anyagokat állíthassunk elő, szükség van olyan módszerekre, amik segítségével meghatározhatjuk az anyagban előforduló kristályhibák mennyiségét és minőségét, vagyis a mikroszerkezetet.

A lokális módszerek közé tartoznak a mikroszkópos technikák, a legelterjedtebbek az optikai mikroszkóp, a pásztázó elektronmikroszkóp (SEM), a transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM). Előnyük, hogy a mikroszerkezetéről egy közvetlen képet alkotnak, hátrányuk az, hogy a mintának csak nagyon kis hányadát lehet ilyen módszerekkel vizsgálni, csak lokális mikroszerkezetéről kaphatunk információt. A nem lokális módszerek közül a legelterjedtebbek a röntgen és neutron diffrakciós technikák, a vonalprofil analízis segítségével a minta átlagos mikroszerkezetéről kaphatunk információt. Vakanciakoncentráció meghatározására használatos még az ellenállásmérés és a pozitron annihilációs spektroszkópia. A lokális és nem lokális módszerek jól kiegészítik egymást, együtt alkalmazva hatékonyan lehet kvantitatív és kvalitatív mikroszerkezet vizsgálatokat végezni.

A jelen disszertációban a síkhibák, nevezetesen az ikerhatárok és rétegződési hibák kvalitatív és kvantitatív meghatározásának a módszerét dolgozom ki a röntgen vonalprofil analízis alapján. A disszertáció első részében összefoglalom a röntgen vonalprofil analízis alapjait és a mikroszerkezet meghatározására kidolgozott módszereit. Ezt követően leírom az ikerhibák és rétegződési hibák röntgen diffrakciós vonalprofilok szélesedésére és alakjára gyakorolt hatásának az általam kidolgozott elméletét. A disszertáció harmadik részében konkrét kísérleti eredmények alapján bemutatom, hogy az itt kidolgozott elmélet hogyan alkalmazható illetve mennyire hatékonyan működik síkhibák minőségi és mennyiségi meghatározására köbös illetve hexagonális fémek esetében.

2. A röntgen vonalprofil analízis alapjai, irodalmi áttekintés

2.1. A röntgen vonalprofil analízis alapjai

Az előző fejezetben említett röntgen vonalprofil analízis (RVPA) módszere az utóbbi időben a transzmissziós elektron mikroszkópia (TEM) mellett a mikroszerkezet vizsgálatának egyik leghatékonyabb alternatív módszerévé fejlődött. A RVPA számos vonatkozásban hasonló, ugyanakkor igen sok tekintetben más típusú információkat szolgáltat a mikroszerkezetről mint a TEM.

A RVPA módszere alapvetően két különböző mikroszerkezeti elemről ad felvilágosítást: (i) a kristallit méretről, illetve (ii) a különböző kristályhibák sűrűségéről és eloszlásáról. A leggyakrabban előforduló és a röntgen vonalprofilokat mérhetően befolyásoló kristályhibák a következők lehetnek: (a) diszlokációk, (b) különböző rétegződési hibák, (c) szemcsehatárok, (d) kiválások illetve zárványok, (e) belső feszültségek [Gémes et. al., 2009(S)], (f) kémiai heterogenitások és (g) ponthibák, nevezetesen vakanciák illetve interstíciális szennyezők. A kristallit méret [Bertaut, 1950; Warren, 1950; Guinier, 1963; Ungár et. al., 2005] valamint a diszlokációk [Krivoglaz, 1969; Wilkens, 1970; Gaál, 1975; Groma, 1998; Ungár et. al., 1999] és ponthibák [Krivoglaz, 1969; Wagner & Seeger, 1969; Ungár et. al., 2007] hatásának fizikai modelljeit az utóbbi években sikerült kidolgozni.

Az itt felsorolt kristályhibák között a különböző rétegződési hibák és ikerhibák azok, amelyek ugyanolyan vagy még erőteljesebb hatást gyakorolnak a vonalszélesedésre, mint a diszlokációk. Köbös fémek vagy ötvözetek esetében a síkhibák akkor játszanak fontos szerepet, amikor a rétegződési hiba energia kicsiny. Ilyen tiszta fémek például az ezüst és nikkel [Zhu et. al., 2005, 2005a; Gubicza et. al., 2007a; Gubicza et. al., 2008; Balogh et. al., 2008a(S)]¹. Ötvözetekben viszont általában is kicsiny a rétegződési hiba energia, néhány közismert példa a sárgaréz, rozsdamentes acél vagy a Ni₃Al fémközi vegyület [Zhu et. al., 2005; Balogh et. al., 2008a(S)]. Utóbbi a Ni-bázisú superötvözetek alap összetevője. Hexagonális szerkezetű fémekben, mint például Ti, Zr és Mg-ban eleve nincs meg a képlekeny alakváltozás kompatibilitásához szükséges legalább öt csúszási rendszer [Chun et. al., 2005; Ungár et. al., 2008(S)],

¹ A továbbiakban a saját dolgozatok hivatkozásait az (S) jelöléssel látom el.

ezért ezekben a tiszta fémekben az ikerképződés a képlékeny deformáció egyik alapvető módusa.

A röntgen vonalprofil analízis (RVPA) a fizikai modellek alapján elméletileg meghatározott profilfüggvények és a mérési adat összehasonlításán alapszik, aminek segítségével a mikroszerkezetet leíró paramétereket meghatározhatjuk. A legegyszerűbb összehasonlítási módszer az elméleti és a mért vonalprofilok között azok félértékszélességének (FWHM) vagy integrális szélességének (IB) összevetése, ezen alapszik a Williamson-Hall módszer. Valamivel összetettebb a Warren-Averbach módszer, ami a mért profilok Fourier transzformáltjának adott Fourier változó értékeknél vett szélességekkel dolgozik [Warren & Averbach, 1950; Warren & Averbach, 1952; Williamson & Hall, 1953; Warren, 1959]. E két klasszikus módszert a továbbiakban részletesen ismertetni fogom.

A kinematikus szórás elmélete alapján igazolható, hogy a vonalprofil a különböző rácshibák jelenlétéből származó függvényalakok konvolúciója (Warren & Averbach, 1959; Wilson, 1962):

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

ahol I^S a mérethatás, I^D a diszlokációk járuléka, I^{PF} a síkhibák hatása, I^{Instr} a berendezés által okozott instrumentális szélesedés vonalprofil alakja és BG a diffúz szórásból és a berendezés okozta hatásból származó háttér. A $*$ művelet a konvolúciót jelöli.

A 2.1.1 és 2.1.2 fejezetben a mérethatás és a diszlokációk profilfüggvényeit mutatom be röviden, bevezetésképpen a dolgozat fő témájához, ami a rétegződési és ikerhibák vonalprofiljainak a jellemzése lapcentrált köbös és szoros illeszkedésű hexagonális kristályok esetén.

2.1.1. A kristallit mérethatás profilfüggvénye

Általános alakú kristallitok mérethatását leíró függvények meghatározásának a módszerét Bertaut (1950) és Guinier (1963) munkáiban találhatjuk. A számolás lényege az, hogy kristallitot a diffrakciós vektorral párhuzamos oszlopokra kell felosztani és ezek hatását összegezni.

A valószínűségszámítás módszereivel belátható, hogy a mechanikai úton porított kristályok részecskemérete lognormális eloszlást követ [Crow & Shimizu, 1988]. A tapasztalat szerint a legtöbb mechanikai úton deformált polikristályos anyag kristallit méretére is érvényes a lognormális eloszlás [Krill & Birringer, 1998; Terwilliger & Chiang, 1995; Ungár, Borbély et al., 1999a; Valiev et al., 2000; Langford et al., 2000];

$$\text{lognorm}(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \frac{1}{x} e^{-\frac{\ln^2(\frac{x}{m})}{2\sigma^2}}, \quad (2)$$

ahol m és σ a lognormális eloszlásra jellemző paraméterek. E két paraméterből származtatható az $\langle x \rangle_A$ felülettel és $\langle x \rangle_V$ térfogattal súlyozott átlagos kristallit méret [Hinds, 1982]:

$$\begin{aligned} \langle x \rangle_A &= m e^{2.5\sigma^2}, \\ \langle x \rangle_V &= m e^{3.5\sigma^2}. \end{aligned} \quad (3)$$

Ha a kristallitok gömbszerűek és a méreteloszlásuk lognormális, akkor a vonalprofil alakja [Guinier, 1963; Gubicza et al., 2000; Langford et al., 2000]:

$$I^S(g) = \int_0^\infty \mu \frac{\sin^2(\mu\pi g)}{(\pi g)^2} \text{erfc}\left(\frac{\ln \frac{\mu}{m}}{\sigma\sqrt{2}}\right) d\mu,$$

$$\text{ahol } \text{erfc}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^\infty e^{-t^2} dt, \quad (4)$$

m és σ a lognormális eloszlású kristallit méretparaméterei.

A (4) profilalak fontos jellemzője, hogy független a hkl Miller indexektől és a g diffrakciós vektor hosszától, tehát a gömbszerű kristallitok mérethatásából származó járulék mindegyik reflexió esetén ugyanaz.

Ha a kristallitok alakja erősen eltér a gömbtől, akkor a profilok szélesedése hkl függő lesz [Louër & Audebrand, 1999; Langford et al., 2000; Scardi & Leoni, 2002]. Az egyik gyakori mód az anizotróp mérethatás modellezésére a forgásellipszoid alakú kristallitok használata [Ribárik et al., 2001; Ungár et al., 2001]. Ebben az esetben a profilalak szélességét a hkl Miller indexek illetve a forgásellipszoid tengelye és a diffrakciós vektor által bezárt szög határozza meg.

2.1.2. A diszlokációk hatására kialakuló profilfüggvények

Kristályos anyagokban, különösen a fémekben a kristályrács deformációját a diszlokációk okozzák, ugyanis ezek a rácshibák közvetítik a képlékeny alakítást. Vannak esetek, amikor a képlékeny alakításban az ikresedés is szerephez jut, ezzel részletesebben a dolgozat további részében foglalkozom.

Warren & Averbach (1952) alapján a diszlokációk okozta vonalszélesedés profilfüggvényének a Fourier transzformáltja:

$$A^D(L) = e^{-2\pi^2 g^2 L^2 \langle \varepsilon_L^2 \rangle}, \quad (5)$$

ahol L a Fourier változó, g a diffrakciós vektor abszolút értéke, $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$ pedig az átlagos négyzetes disztorzió. Ha a rács torzulását diszlokációk okozzák, az átlagos rácsstorulás elsőrendben 0, de az átlagos négyzetes disztorzió nem. Az ilyen jellegű deformációkat teret másodrendűnek nevezzük. Krivoglaz (1966) és Wilkens (1970) megmutatták, ha a rácsstorulást diszlokációk okozzák, az átlagos négyzetes disztorzió:

$$\langle \varepsilon_L^2 \rangle = \left(\frac{b}{2\pi} \right)^2 \pi \rho C f \left(\frac{L}{R_e^*} \right), \quad (6)$$

ahol b a Burgers vektor abszolút értéke, ρ a diszlokáció sűrűség, C a diszlokációk kontrasztfaktora, R_e^* a diszlokációk külső levágási sugara és f a Wilkens függvény [Wilkens, 1970; Ribárik et. al., 2001]. A f explicit alakja a Wilkens (1970) publikáció A6-A8 egyenleteiben az A Függelékben látható. Tehát a diszlokációk okozta vonalszélesedés profilfüggvényének a Fourier transzformáltja:

$$A^D(L) = e^{-2\pi^2 g^2 L^2 \left(\frac{b}{2\pi} \right)^2 \pi \rho C f \left(\frac{L}{R_e^*} \right)}. \quad (7)$$

Az egyes diszlokációk C kontrasztfaktora a Burgers vektor, a vonalvektor és a diffrakciós vektor egymáshoz viszonyított irányától, illetve az anyag rugalmas állandóitól függ [Groma et. al., 1988; Ungár et. al., 1989; Groma, 1998].

A (7) egyenlet textúráatlan polikristály esetében is jól leírja egy hkl pordiffrakciós profil alakját. Ebben az esetben a profilfüggvényben a diszlokáció populációra számolt átlagos kontrasztfaktort, \bar{C}_{hkl} -t kell használni [Krivoglaz, 1969; Wilkens, 1970; Kuzel & Klimanek, 1988]. Az átlagos kontrasztfaktor köbös (8) és hexagonális (9) kristályokban az alábbi módon számolható [Ungár & Tichy, 1999]:

$$\bar{C}_{hkl} = C_{h00}(1 - qH^2), \text{ ahol } H^2 = \frac{h^2k^2+h^2l^2+k^2l^2}{(h^2+k^2+l^2)^2}, \quad (8)$$

$$\bar{C}_{hkl} = C_{hko}(1 + \alpha_1 H_1^2 + \alpha_2 H_2^2), \text{ ahol } H_1^2 = \frac{[h^2+k^2+(h+k)^2]l^2}{[h^2+k^2+(h+k)^2+\frac{3}{2}(\frac{a}{c})^2l^2]^2},$$

$$H_2^2 = \frac{l^4}{[h^2+k^2+(h+k)^2+\frac{3}{2}(\frac{a}{c})^2l^2]^2}, \quad (9)$$

C_{h00} és C_{hko} a köbös illetve a hexagonális kristály rugalmas állandóiból származtatható állandók, a és c a hexagonális kristály rácállandói, h, k, l a pordiffrakciós reflexiók Miller indexei. A q változó értéke a köbös polikristály diszlokációinak csavar vagy él jellegéről ad információt, az α_1 és α_2 változók értékeiből pedig a hexagonális polikristályban lévő diszlokációk Burgers vektor típusoknak az arányára lehet következtetni. Egykristályok vagy erősen textúrált polikristályok esetén individuális kontrasztfaktorokat kell alkalmazni [Borbély et. al., 2000; Nyilas et. al., 2004, 2006].

2.2. A röntgen vonalprofil analízis módszerei

Ahhoz, hogy egy röntgen diffrakciós mérés alapján mikroszerkezeti paramétereket állapítsunk meg, az előző fejezetekben bemutatott elméleti modellek alapján számolt profilfüggvényeket össze kell valahogyan hasonlítani a mérési adattal. A klasszikus módszerek, mint a Williamson-Hall és Warren-Averbach eljárás [Warren & Averbach, 1950; Warren & Averbach, 1952; Williamson & Hall, 1953; Warren, 1959] méret és a diszlokációk okozta profilszélesedés hkl függésének a különbözőségét használja ki a két mikroszerkezeti paraméter meghatározására. E két módszer kifinomultabb változata a módosított Williamson-Hall és módosított Warren-Averbach eljárás [Ungár & Borbély, 1996; Ungár et. al., 1998]. A számítástechnika gyors fejlődésének köszönhetően az utóbbi években előtérbe került a teljes vonalprofil

analízis, az a módszer, amikor a teljes mért profilhoz hozzáillesztjük az elméleti modellből számolt függvényeket, ezek a legmodernebb módszerei a vonalprofil analízisnek. A két leginkább ismert és a fejlesztés élvonalába tartozó teljes vonalprofil illesztést végző szoftver a Convolutional Multiple Whole Profile fitting (CMWP) [Ribárik et. al., 2004] és a Whole Powder Pattern Modeling (WPPM) [Scardi & Leoni, 2002]. A CMWP szoftver, a jelen dolgozatban bemutatott elméleti eredmények alapján, ki lett egészítve a síkhibák profilfüggvényeivel is, így a szemcseméret és a diszlokációk mellett az eCMWP (extended CMWP) a síkhibák hatását a vonalprofilokra is figyelembe tudja venni [Balogh et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2009(S)].

2.2.1. Mikroszerkezet meghatározás módosított Williamson-Hall módszer segítségével

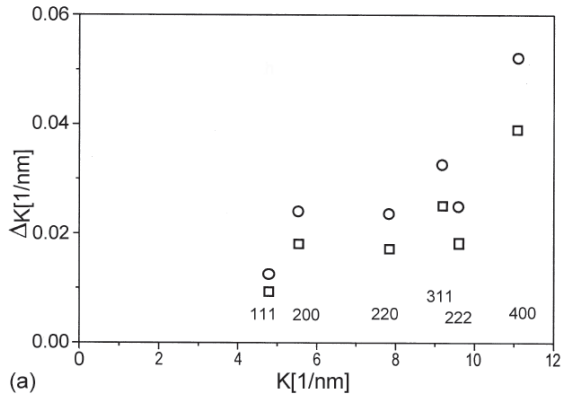
Az előző fejezetekben bemutatott elméleti profilfüggvények alapján látszik, hogy a mérhetőásra és a diszlokációk okozta ráctorzulásra jellemző vonalprofilok szélességének hkl függése alapvetően különbözik egymástól. Gömbszerű kristallitok esetén a mérhető hkl független lesz, minden reflexió esetén ugyanakkora szélesedés okoz. Diszlokációk esetén a vonalprofilok szélessége rendfüggő lesz, vagyis ugyanazon síkrendszer különböző felharmonikus reflexiói annál szélesebbek lesznek, minél magasabb a felharmonikus rendje [Guinier, 1963]. Ha nem csak a felharmonikus reflexiókat tekintjük, akkor a profilok szélessége az elhajlási szög függvényében növekvő tendenciát mutat, de az nem lesz monoton. Ezt a jelenséget deformációs anizotrópiának nevezzük [Suortti, 1993]. A deformációs anizotrópia oka a kristályos anyag rugalmas anizotrópiája, aminek az anyag egykristályának rugalmas állandóiból határozhatók meg [Wilkens et. al., 1980]. A rugalmas anizotrópia mértéke anyagfüggő, például Al esetében alacsony, Cu esetében jelentős. Az 1a ábra egy klasszikus Williamson-Hall ábra ami könyöksajtott Cu minta reflexióinak a szélesedését mutatja [Ungár, 2000]. A deformációs anizotrópia jelensége vagyis, hogy a reflexiók szélessége nem monoton nő az elhajlási szöggel, jól kivehető az ábrán.

A diszlokációk okozta deformációs anizotrópiát a kontrasztfaktorok segítségével lehet leírni. Az előző fejezetekben bemutatott mérhető és diszlokációs elméleti profilfüggvények alapján egy pordiffrakciós reflexió félértékszélessége a pozíciója és a mikroszerkezeti paraméterek függvényében a következő [Ungár & Borbély, 1996]:

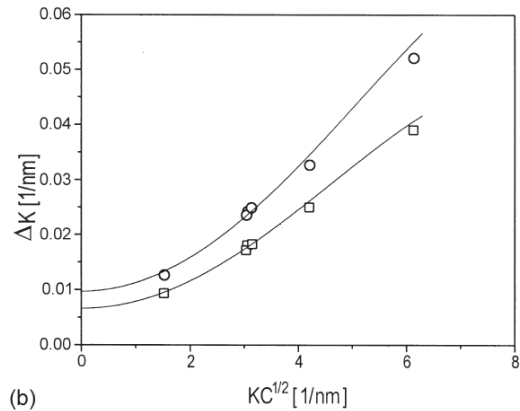
$$\Delta K \cong \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi T b^2}{2}\right) \sqrt{\rho} K^2 \bar{C} + O(K^4 \bar{C}^2), \quad (10)$$

ahol ΔK a K helyen lévő reflexió félértékszélessége, K a diffrakciós vektor abszolút értéke, \bar{C} az adott reflexióhoz tartozó, (8) és (9) egyenletekkel megadott, átlagos kontrasztfaktor, ρ a diszlokációsűrűség, D a látszólagos méretparaméter, T a diszlokációk külső levágási sugarával kapcsolatos paraméter. A fenti egyenlet tulajdonságai jól egyeznek a tapasztalattal, ugyanis ha ρ nulla, akkor a szélesedés konstans. Ha ρ nem nulla, akkor pedig látszik, hogy a felharmonikus reflexiók szélességei K függvényében nőnek, illetve a kontrasztfaktorok miatt a reflexiók anizotróp módon szélesednek a K függvényében. A módosított Williamson-Hall ábrázolást úgy kapjuk, ha a reflexiók szélességét $K^2 \bar{C}$ függvényében ábrázoljuk. Ekkor, ha az anizotróp szélesedésért csak a diszlokációk felelősek, a reflexiókat reprezentáló pontok monoton növekvő görbe mentén helyezkednek el. Egy példa a módosított Williamson-Hall ábrára az 1b ábrán látható.

Egy módosított Williamson-Hall ábra segítségével a (10) egyenlet alapján meghatározhatjuk a látszólagos méretparamétert és a diszlokációsűrűséget. Hasonló módszer a módosított Warren-Averbach eljárás is, ami a reflexiók Fourier transzformáltjának a szélességeivel dolgozik. A részletek az Ungár & Borbély (1996), Ungár et. al., (1998) és az Ungár (2000) hivatkozásokban megtekinthetők.



(a)



(b)

1. ábra: Klasszikus (a) és módosított (b) Williamson-Hall ábra könyöksajtoló Cu esetén, a körök az integrális szélességet, a négyzetek a félértékszélességet jelölik. Az (a) ábrán jól látható a deformációs anizotrópia, ami a kontrasztfaktorokkal jól leírható, mint a módosított (b) ábra is mutatja.

2.2.2. Mikroszerkezet meghatározása teljes profil illesztéssel

A módosított Williamson-Hall módszer hátránya az, hogy csak a féltértszélességekkel jellemzi a profilokat, ami egy nagyon leegyszerűsített jellemzője egy reflexiónak. A teljes profilillesztéses módszerek a reflexió függvényalakját veszik figyelembe, ami sokkal több információt jelent és ennek következtében a mikroszerkezetnek pontosabb és részletesebb leírását teszik lehetővé. A jelen dolgozatban az Anyagfizikai Tanszéken fejlesztett extended Convolutional Multiple Whole Profile fitting (eCMWP) [Ribárik et. al., 2004; Balogh et. al., 2006] teljes vonalprofil illesztést végző programot használok a mérési eredmények kiértékelésére. Az eCMWP program a mért adathoz illeszti a különböző kristályhibák hatásából származó vonalprofilfüggvények konvolúcióját [Ribárik et. al., 2004], amint azt a (1) egyenletben már láttuk.

A módosított Williamson-Hall illetve a módosított Warren-Averbach ábrázolás segítségével, ahogy az előző fejezetben kifejtettem, egy átlagos krisztallit méret paramétert, diszlokációsűrűséget és esetleg diszlokáció típust állapíthatunk meg. Azonban a teljes vonalprofil illesztéssel, jó minőségű pordiffrakciós adat esetén, a lognormális méreteloszlás m és σ paramétereit, a diszlokációsűrűséget, diszlokáció típust és a diszlokáció eloszlás dipóljellegét is meg lehet állapítani. Diszlokáció típus alatt köbös anyagban a csavar és él jelleget értjük, hexagonális anyagban pedig a különböző hosszúságú Burgers vektorok eloszlását. A diszlokáció elrendeződés dipóljellegét az alábbi dimenzióatlan számmal jellemezzük [Wilkens, 1970]:

$$M = R_e \sqrt{\rho}, \quad (11)$$

ahol R_e a diszlokációk külső levágási sugara, ρ a diszlokáció sűrűség. Az eCMWP szoftver *fcc* és *hcp* kristályokban kialakuló síkhibák meghatározására is képes, a részletek és az alkalmazások a dolgozat további fejezeteiben olvashatók [Balogh et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2009(S)].

2.3. Rétegződési és ikerhibák hatásának vizsgálata a röntgen vonalprofilokra, irodalmi áttekintés

A méret és diszlokációk esetéhez hasonlóan, a síkhibák hatását is célszerű beépíteni a vonalprofil analízis módszereibe, ugyanis fontos alkotóelemei a mikroszerkezetnek. Ikerhibák például könnyen keletkeznek kristálynövekedési folyamatok során, illetve fémek és kerámiák esetén a képlékeny deformáció egyik lehetséges módját képviselik a diszlokáció mechanizmus mellett [Gubicza et. al., 2007; Balogh et. al., 2008(S); Balogh et. al., 2008a(S); Balogh et. al., 2009(S); Ungár et. al., 2009(S)]. Sárgarézben, ezüstben, aranyban és más alacsony rétegződési hiba energiájú fémekben a deformációs ikresedés jelentős szerepet játszik a mikroszerkezet kialakításában [Zhu et. al., 2005, 2005a; Gubicza et. al., 2007a; Gubicza et. al., 2008; Balogh et. al., 2008a(S)], azonban magas rétegződési hiba energiájú fémekben, mint az alumínium vagy réz, is aktiválódhat a deformációs ikresedés, ha a diszlokációs mechanizmus akadályoztatva van [Liao et. al., 2003; Balogh et. al., 2006(S)]. A hexagonális fémek és ötvözeteik többségében alacsony hőmérsékleten a bazális Burgers vektorú diszlokációk és a deformációs ikresedési rendszerek 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 [Chun et. al., 2005; Ungár et. al., 2008(S)].

2.3.1. A síkhibák jellemzéséhez szükséges alapfogalmak definíciója

A síkhibák mennyiségét a síkhiba sűrűséggel jellemezzük, amit az irodalomban rétegződési hibák esetén α -val, ikerhibák esetén β -val szoktak jelölni [Warren, 1959; 1969]. A síkhiba sűrűséget az alábbi módon definiáljuk:

$$\alpha = \frac{N_{PF}}{N}, \quad (12)$$

ahol N_{PF} a síkhibák száma N kristálysíknyi távolságon. Ikresedés esetén az ikerhatár számít síkhibának.

Véletlenszerű síkhibákról akkor beszélünk, ha annak a valószínűsége, hogy egy adott kristálysíkon síkhiba jön létre, független a már jelenlévő síkhibák mennyiségétől és elhelyezkedésétől, tehát a síkhibák sztochasztikusan követik egymást [Warren, 1959; 1969]. Fontos megjegyezni, hogy ez a véletlenszerűség csak a síkhibák közötti távolság eloszlását határozza meg, ahogy az 3.1.2.1 fejezetben látható, és nem befolyásolja a síkhibák orientációjának az eloszlását.

2.3.2. A rétegződési és ikerhibák mennyiségének meghatározása a módosított Williamson-Hall módszerrel *fcc* kristályok esetében

Warren (1959, 1969) kidolgozott egy módszert, ami lapcentrált köbös kristályok {111} síkon lévő, véletlenszerű rétegződési és ikerhibái esetén közelítőleg megadja, hogy mennyivel szélesednek ki a reflexiók ennek hatására. A módszer akkor működik jól, ha alacsony a síkhibák sűrűsége. Warren (1959) kimutatta, hogy az *fcc* kristályok {111} jellegű síkhibái csak olyan (hkl) reciprok tér rácspontra vagy alreflexióra gyakorolnak hatást, amelyik teljesíti a $h+k+l \neq 3N$ feltételt, ahol N egész szám. Ebben az esetben a reflexiók kiszélesednek és eltolódnak, a síkhiba mennyiségének és típusának függvényében. Warren feltételezése szerint a szélesedés és az eltolódás is arányos lesz a $h+k+l$ és a hibasűrűség értékével, kivéve, ha ez a szám hárommal osztható. Ez utóbbi esetben a szélesedés és az eltolódás is zérus. Ebből kifolyólag egy adott pordiffrakciós reflexiót felépítő alreflexiók különböző módon szélesednek és tolódnak el. Warren (1959) a teljes pordiffrakciós reflexió szélesedését és eltolódását az alreflexiók szélesedésének és eltolódásának az átlagaként határozta meg. Az ilyen módon meghatározott szélesedés és eltolódás jól közelíti a valóságot, ha a síkhibák sűrűsége alacsony. Rétegződési hibák esetén szélesedés és eltolódás is jelentkezik, ikerhibák azonban nem okoznak eltolódást. Warren & Warekois (1953) kimutatták, hogy plasztikus deformáció majd hőkezelés hatására α -sárgarézben az {111} és {200} reflexiók közötti távolság nő és a {222} és {400} reflexiók közötti távolság csökken, ami összhangban van az intrinsic rétegződési hibák okozta eltolódásokkal. Warren (1959) eredményei a reflexiók szélesedésére vonatkozóan felhasználhatók a módosított Williamson-Hall ábrázolásban síkhibák sűrűségének becslésére. A módszer lényege, hogy az izotróp mérhetőst kiegészíti egy anizotróp, a síkhibákra jellemző *hkl*

függéssel, így a (10) egyenlet az alábbiak szerint módosítható [Warren, 1959; Ungár et. al., 1998]:

$$\Delta K - \beta' W \cong \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi T b^2}{2}\right) \sqrt{\rho} K^2 \bar{C} + O(K^4 \bar{C}^2),$$

$$\beta' = \frac{1.5\alpha + \beta}{a}, \quad (13)$$

ahol α a rétegződési-, β az ikerhatár sűrűség, a az *fcc* kristály rácsállandója, W az úgynevezett Warren szám. A W értékei a különböző reflexiókra az alábbi táblázat mutatja [Warren, 1959]:

<i>hkl</i>	{111}, {222}	{200}{400}	{220}	{311}
W	$\frac{\sqrt{3}}{4}$	1	$\frac{1}{\sqrt{2}}$	$\frac{3\sqrt{11}}{2}$

A Warren számokkal kiegészített módosított Williamson-Hall ábrázolásokkal meg lehet becsülni a síkhibák sűrűségét is az átlagos kristallitméret és diszlokáció sűrűség mellett [Ungár et. al., 1998].

Warren (1959, 1969) hexagonális kristályok bazális síkján létrejövő rétegződési hibákra is kidolgozott egy hasonló módszert. Azonban az ilyen típusú rétegződési hibák a valóságban rendkívül ritkán fordulnak elő, a hexagonális fémek többsége, köztük a Mg, Ti, Zr és Be az {10.1}, {10.2}, {11.1} és {11.2} piramidális síkok mentén ikresednek, aminek részleteit a dolgozat további fejezeteiben ismertetem [Paton & Backofen, 1970; Fundenberger et al., 1997; Francillette et al., 1998; Chun et al., 2005].

2.3.3. Rétegződési hibák és ikerhatárok vonalprofil alakjának analitikus meghatározása *részlegesen-merohedrális* kristályok esetén

Ahhoz, hogy a síkhibák hatása egy teljes vonalprofil illesztéssel működő RVPA módszerbe beépíthető legyen, ismerni kell a profilfüggvények alakját, *hkl* és síkhiba sűrűség függését.

Velterop és munkatársai (2000) Warren (1959, 1969) elméleti vizsgálatait egészítették ki a lapcentrált köbös kristályok rétegződési és ikerhibáinak hatására vonatkozóan és meghatározták a vonalprofilok Fourier együtthatóit is. Itt ugyanazt a matematikai modellt vették alapul, mint Warren, csak ők nem használtak lineáris közelítést az alreflexiók szélesedésére és eltolódására a síkhiba sűrűség függvényében. Megmutatták, hogy ha a hibasűrűség nem alacsony, akkor lényeges eltérés tapasztalható Warren közelítő számításai és az egzakt értékek között, ami az alreflexiók szélesedését és eltolódását illeti a hibasűrűség függvényében. Arra is rámutattak, hogy ebben az esetben az alreflexiók szélesedésének és eltolódásának az átlaga már nem írja le jól a pordiffrakációs profilok szélesedését és eltolódását. Azt is megállapították, hogy Warren számításai csak akkor érvényesek, ha a labor koordináta-rendszeréhez képest a síkhibák irányeloszlása véletlenszerű és a kiértékelésnél külön figyelembe kell venni, ha az anyag a síkhibák szempontjából textúrált.

A Velterop által meghatározott Fourier együtthatókat Scardi & Leoni [Scardi & Leoni, 2002] felhasználta a WPPM teljes profil illesztést végző szoftverben. A WPPM szoftver segítségével sikerült síkhibákat kimutatni golyósmalomban előállított Ni por mikroszerkezetében [Scardi & Leoni, 2002].

A továbbiakban szükség lesz a *részleges*- és a *nem-merohedrális* síkrendszer fogalmára. Egy kristályt egy adott *hkl* síkrendszerre vonatkozóan akkor nevezünk *részlegesen-merohedrálisnak* [Catti & Ferraris, 1976], ha létezik egy olyan, a síkok normálisával párhuzamos vektor, aminek a támadáspontját bármelyik kristálysík bármelyik rácspontjába helyezve az egzaktul egy másik kristály-rácspontba fog mutatni. Ez azt jelenti, hogy részlegesen-merohedrális síkrendszer esetén az egymás után következő kristálysíkok rétegződési vektorainak az összege bizonyos periodikus értékeknél rácsvektor lesz. Az *fcc* kristály az $\{111\}$ síkokra vonatkoztatva részlegesen-merohedrális, mivel minden harmadik sík normális irányú eltolás esetén egybeesik, ahogyan a síkok rétegződésének a szokásos ...ABCABCABCABC... jelölése is mutatja. Ha nem teljesül a részleges merohedralitás feltétele, akkor a kristály az adott síkrendszerre *nem-merohedrális* [Massa et al., 1990].

Estevez-Rams publikációiban átfogó, általános számításokat találhatunk, amely a rétegződési hibák vonalprofiljait illeti [Estevez-Rams et al. 2001; 2003; 2003a]. Estevez-Rams kiindulási modellje egy általános kristály, de az feltételként benne van a modellben, hogy a rétegződési hibák síkjára vonatkozóan a kristály *részlegesen-merohedrális*. Estevez-Rams megmutatja, hogy egy általános síkhiba esetén, ha a

síkhibák véletlenszerűek, az alreflexiók profilfüggvénye egy szimmetrikus és egy antiszimmetrikus Lorentz függvény összegeként állítható elő [Estevez-Rams et. al., 2003a]. Velterop és munkatársai (2000) eredményei Estevez-Rams számításából származtathatók, ha az *fcc* kristály szorosan illeszkedő síkjaira alkalmazzák. Estevez-Rams a $\text{Nd}_2\text{Co}_{17}$ egyszerű romboéderes kristályszerkezetű ötvözet rétegződési hibái esetére alkalmazza számításait. A $\text{Nd}_2\text{Co}_{17}$ ötvözet az ...ABCABCABC... szekvencia szerint rétegződik, részlegesen-merohedrálisan, hasonlóan az *fcc* kristályok szoros illeszkedésű síkjaihoz [Estevez-Rams et. al., 2001; 2003a].

Az eddig meghivatkozott analitikus számítások egyike sem foglalkozik a nem-merohedrális síkokon történő ikresedés hatásaival. A *hcp* fémek többsége a piramidális síkok mentén ikresedik *nem-merohedrális* módon, a részletek az 3.1.1.3 fejezetben találhatóak.

2.3.4. Rétegződési hibák és ikerhatárok vonalprofil alakjának numerikus módszerekkel történet meghatározása

A síkhibák hatásának vizsgálatában az analitikus módszerek mellett a numerikus számítások is fontos szerepet játszanak. A numerikus módszerek a kinematikus szórás elmélete alapján számítják ki a szórt intenzitást, a számítógépes modellbe beépített, síkhibákat tartalmazó kristályok atomi koordinátái szerint. A legegyszerűbb lehetőség az lenne, hogy síkhibákkal rendelkező kristálykonfigurációk sokaságát állítunk elő a számítógép véletlen generátorának segítségével, mindegyik konfiguráció esetén kiszámoljuk a szórt intenzitását, majd átlagoljuk ezeket. Így, ha a konfigurációk száma nagy, a valóságot jól leíró eredményt kaphatunk. Azonban ez nagyon lassú, a gyakorlatban ennél hatékonyabb eljárásokat alkalmaznak.

Ustinov [Ustinov, 1999; Ustinov et. al., 2004] Monte Carlo módszerrel, numerikusan határozta meg az első néhány reflexió profilalakját lapcentrált köbös kristály síkhibái esetén. A numerikusan számolt vonalprofilok alátámasztják Velterop analitikus eredményeit [Velterop et. al. 2000] és Warren számításaival kapcsolatos megállapításait [Warren, 1959].

Treacy, Deem és Newsam kifejlesztett egy DIFFaX (Diffraction of Faulted Crystals) nevű ingyenes szoftvert, amelyik nagyon jól használható síkhibák vonalprofiljának numerikus számolására [Treacy et. al., 1991]. A DIFFaX szoftvert a

szerzők eredetileg zeolitok numerikusan számolt röntgendiffrakciós profiljainak a szimulálására készítették és alkalmazták [Treacy et. al., 1991]. A zeolitok mikroszerkezetét gyakorlatilag csak síkhibák alkotják, amik nagyon változatosak lehetnek, mivel a zeolitoknak sok polítípusa van. A DIFFaX azonban bármilyen kristályszerkezet esetén is használható, ugyanis a bemeneti adatok alapján semmilyen szerkezetbeli korlátozás nem adódik, mivel a kristályt azon atomi síkok összességeként kell felépíteni, amelyekre a síkhibák találhatóak. A DIFFaX bemeneti adatai a következők [Treacy et. al., 1991]:

- (i) annak a kristálysíknak, kristálysíkoknak az atomi szerkezete, amelyek párhuzamosak a beépíteni kívánt síkhibák síkjával,
- (ii) az egymást követő kristálysíkok rétegződési vektorai hibamentes esetben,
- (iii) a síkhiba által okozott eltolódás vektora a hibamentes rétegződéshez képest,
- (iv) a síkhibák létrejöttének a valószínűsége.

Ahhoz, hogy a program kezelni tudja a kristályszerkezetet, azt egy olyan monoklin koordináta-rendszerben kell felírni, amelynek két bázisvektora párhuzamos, a harmadik merőleges a síkhibák síkjára. A síkok és eltolásvektorok megfelelő definíciójával nem csak rétegződési hibák, hanem ikerhibák is definiálhatók a bemeneti adatokban. A jelen dolgozatban szereplő *fcc* intrinsic és extrinsic rétegződési hibák illetve az *fcc* és *hcp* ikerhibák numerikusan számolt profiljait a DIFFaX szoftver segítségével készítettem.

A szerzők publikációja alapján [Treacy et. al., 1991] a szoftver működésének az alapelve az, hogy a kristályról szóródó $\Psi(\mathbf{u})$ hullámfüggvény egy adott rétegről szóródó $F(\mathbf{u})$ hullámfüggvény és a szóban forgó rétegni távolsággal eltolt kristályról szóródó hullámfüggvény összegével egyenlő:

$$\Psi(\mathbf{u}) = F(\mathbf{u}) + \Psi(\mathbf{u})e^{-2\pi i\mathbf{u}\mathbf{R}}, \quad (14)$$

ahol \mathbf{u} a reciprok tér vektora, \mathbf{R} az adott réteg és a kristály közötti eltolódás vektora. A fenti tulajdonságot a szerzők alkalmazták a síkhibák esetére és így a szórt hullámfüggvényre az alábbi egyenlet adódik [Treacy et. al., 1991]:

$$\Psi_i(\mathbf{u}) = F_i(\mathbf{u}) + \sum_{j=1}^N \alpha_{ij} \Psi_j(\mathbf{u})e^{-2\pi i\mathbf{u}\mathbf{R}_{ij}}, \quad (15)$$

ahol i egy adott típusú kristálysíkot jelöl és α_{ij} annak a valószínűsége, hogy egy i típusú síkot egy j típusú követ. A szoftver ezen egyenlet rekurzív megoldásával számítja ki a szórt hullámfüggvényt és abból a reciproktér intenzitás eloszlását. A pordiffrakciós intenzitáseloszlást az alábbi egyenlet adja [Treacy et. al., 1991]:

$$\frac{I(\mathbf{u})}{N} = \sum_{j=1}^N g_j \left[F^*(\mathbf{u})\Psi(\mathbf{u}) + F(\mathbf{u})\Psi^*(\mathbf{u}) - |F_j(\mathbf{u})|^2 \right], \quad g_j = \sum_{i=1}^N \alpha_{ij}. \quad (16)$$

A DIFFaX program segítségével így pordiffrakciós spektrumokat és a reciproktérben lévő reciproktér rácspontok körüli intenzitáseloszlásokat is ki lehet számolni, ahogyan a dolgozat további fejezeteiben lévő ábrákon is látható.

3. A hexagonális és köbös anyagban előforduló síkhibák röntgen vonalprofilokra gyakorolt hatásának elméleti tárgyalása

3.1. A hexagonális kristályok ikresedésének elméleti leírása

3.1.1. Az ikresedéshez illeszkedő koordinátarendszerek bevezetése

Az ikerhibák a kristály hosszú távú rendjét csak egy adott irányban, az ikresedés síkjára merőlegesen bontják meg. Ennek következtében a reciprok rácspontok csak az ikerhiba síkjára merőleges egyenesek mentén szélesednek ki. Az angol nyelvű szakirodalomban a jelenséget *streaking*-nek, a kiszélesedett reciprok rácspontot *streak*-nek nevezik. Az ikresedés okozta effektusok átláthatóbb leírásának érdekében a *streaking* jelenséghez illeszkedő koordinátarendszert érdemes használni a reciprok térben, olyat, amelyeknek az egyik bázisvektora párhuzamos a *streaking* irányával. Ennek megfelelően a valós térben lévő kristály-koordinátarendszer két bázisvektorának párhuzamosnak kell lennie az ikresedés síkjával. A fentiek alapján bevezettem mind a négy *hcp* ikerhiba típus esetében egy-egy olyan *triklin kristály-koordinátarendszert*, amelyeknek a bázisa három lineárisan független rácsvektor, \mathbf{a}_x , \mathbf{a}_y , \mathbf{a}_z , melyekből kettő, \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y párhuzamos az adott ikresedési síkkal. Ahhoz, hogy a DIFFaX szoftvert használhassam *monoklin koordinátarendszereket* is be kell vezetni, ahol \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y ugyanaz, mint a triklin esetében, azonban a harmadik vektor, \mathbf{a}_z , merőleges az ikresedés síkjára, hossza pedig egyenlő az ikresedő sík síktávolságával.

3.1.1.1. Egy *hkl* síkrendszer normálvektora a *hcp* kristályban

A triklin és monoklin koordinátarendszerek megalkotásának első lépéseként meg kell határozni az ikresedés síkjának normálvektorát. Legyen \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{c} a hexagonális kristályok szokásos *hcp koordinátarendszerének* három bázisvektora, ahol \mathbf{a}_1 és \mathbf{a}_2 120° -os szöget bezáró bazális rácsvektorok, \mathbf{c} azonos irányú az $\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2$ vektorral és hossza a c rácsparaméter. Jelölje \mathbf{e}_x , \mathbf{e}_y , \mathbf{e}_z a *hcp* koordinátarendszer bázisvektoraival párhuzamos egységvektorokat:

$$\mathbf{e}_x = \frac{\mathbf{a}_1}{a}, \quad (16)$$

$$\mathbf{e}_y = \frac{\mathbf{a}_2}{a}, \quad (17)$$

$$\mathbf{e}_z = \frac{\mathbf{c}}{c}. \quad (18)$$

Mivel az \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{c} *hcp* koordinátarendszer ferdeszögű, az egységvektorok közötti vektoriális és skaláris szorzatok végeredményei eltérnek a Descartes koordinátarendszerekben megszokottól, amit a további számításokban figyelembe kell venni. Az alapvető műveletek eredményei a következők:

$$\mathbf{e}_x \times \mathbf{e}_z = -\frac{\sqrt{3}}{3}\mathbf{e}_x - \frac{2\sqrt{3}}{3}\mathbf{e}_y, \quad (19)$$

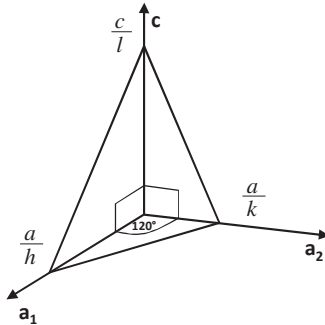
$$\mathbf{e}_y \times \mathbf{e}_z = \frac{2\sqrt{3}}{3}\mathbf{e}_x + \frac{\sqrt{3}}{3}\mathbf{e}_y, \quad (20)$$

$$\mathbf{e}_x \times \mathbf{e}_y = \frac{\sqrt{3}}{2}\mathbf{e}_z, \quad (21)$$

$$\mathbf{e}_x \cdot \mathbf{e}_y = -\frac{1}{2}, \quad (22)$$

$$\mathbf{e}_x \cdot \mathbf{e}_z = \mathbf{e}_y \cdot \mathbf{e}_z = 0. \quad (23)$$

Tekintsünk egy *hkl* síkrendszert a *hcp* koordinátarendszerben. A Miller indexek definíciója alapján a *hkl* síkrendszerben létezik egy olyan sík, amelyik a $\frac{a}{h}, \frac{a}{k}, \frac{c}{l}$ helyeken metszi az \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{c} tengelyeket, ahogy a 2a ábrán is látható. Ha valamelyik index zérus, akkor a sík párhuzamos a megfelelő tengellyel.



2a ábra: A hkl síkrendszerben létezik egy olyan sík, amelyik a $\frac{a}{h}, \frac{a}{k}, \frac{c}{l}$ helyeken metszi az a_1, a_2 és c tengelyeket

Tételezzük fel, hogy $h, k, l \neq 0$. A 2a ábra alapján a hkl síkrendszerre merőleges vektor a következő módon írható fel:

$$N\mathbf{e}_{hkl} = \left(\frac{a}{h}\mathbf{e}_x - \frac{c}{l}\mathbf{e}_z\right) \times \left(\frac{a}{k}\mathbf{e}_y - \frac{a}{h}\mathbf{e}_x\right). \quad (24)$$

Az $N\mathbf{e}_{hkl}$ vektor azért merőleges a hkl síkrendszerre, mert két, a síkban fekvő vektor vektoriális szorzata. A (19)-(23) összefüggések alapján a vektoriális szorzat eredménye a következő:

$$N\mathbf{e}_{hkl} = \frac{\sqrt{3}}{3}ac\left(\frac{2}{kl} + \frac{1}{hl}\right)\mathbf{e}_x + \frac{\sqrt{3}}{3}ac\left(\frac{1}{kl} + \frac{2}{hl}\right)\mathbf{e}_y + \frac{\sqrt{3}a^2}{2hk}\mathbf{e}_z. \quad (25)$$

Az \mathbf{e}_{hkl} vektor meghatározásához normálni kell a fenti összefüggést.

$$N\mathbf{e}_{hkl} \cdot N\mathbf{e}_{hkl} = N^2. \quad (26)$$

A skalárszorzat kiszámolása után adódik az N^2 értéke:

$$N^2 = \frac{3}{4} \frac{a^2 c^2}{h^2 k^2 l^2} \left(\frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right). \quad (27)$$

Tudjuk, hogy egy hkl síkrendszer síktávolságát a hcp koordináta-rendszerben a következő összefüggéssel lehet megadni:

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}}}. \quad (28)$$

A (27) így felírható a hkl segítségével:

$$N^2 = \frac{3}{4} \frac{a^2 c^2}{h^2 k^2 l^2} \frac{1}{d_{hkl}^2}. \quad (29)$$

A (16)-(18), (25) és (28) összefüggések segítségével egy hkl síkrendszer \mathbf{e}_{hkl} normálvektora:

$$\mathbf{e}_{hkl} = d_{hkl} \left[\frac{2}{3a^2} (2h + k) \mathbf{a}_1 + \frac{2}{3a^2} (h + 2k) \mathbf{a}_2 + \frac{1}{c^2} \mathbf{c} \right], \quad \text{vagy}$$

$$\mathbf{e}_{hkl} = d_{hkl} \left[\frac{2}{3a} (2h + k) \mathbf{e}_x + \frac{2}{3a} (h + 2k) \mathbf{e}_y + \frac{1}{c} \mathbf{e}_z \right], \quad (30)$$

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}}},$$

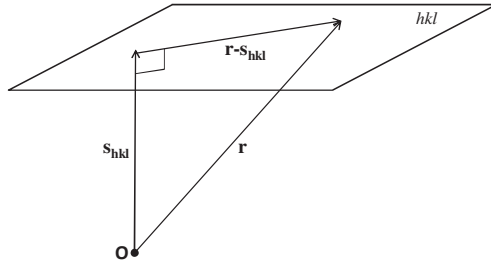
ahol a , c a hcp kristály rácsállandói, h, k, l a szóban forgó síkrendszer Miller indexei, \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{c} a hcp koordináta-rendszer bázisvektorai, d_{hkl} a hkl síkok távolsága.

A (24) összefüggés felírásakor feltétel volt, hogy $h, k, l \neq 0$. Ha egy vagy több Miller index 0, akkor a (24) összefüggést más síkbeli vektorok vektoriális szorzatainak kell felírni. Ezekkel a fenti számolást elvégezve ugyanaz az eredmény adódik, mintha a (30)-os összefüggésben a 0 értékű Miller indexeket is megengednénk. Tehát kijelenthetjük, hogy az \mathbf{e}_{hkl} normálvektort bármilyen hkl esetén jól írja le a (30) összefüggés.

3.1.1.2. A hkl indexű síkok egyenlete

Ahhoz, hogy az ikresedéshez illeszkedő koordinátarendszert meghatározzuk, tudnunk kell egy adott, a hkl síkrendszerhez tartozó, a síkon elhelyezkedő atomok koordinátáit. Ennek a kiszámításához meg kell határozni egy tetszőleges sík egyenletét a hcp kristályban.

Legyen s_{hkl} egy d hosszúságú vektor, ami az origóból indul és az adott síkra merőleges. Bármelyik r vektor akkor eleme a síknak, ha $s_{hkl} \perp (r - s_{hkl})$, ahogy az 2. ábra is mutatja.



2b ábra: Egy hkl Miller indexű sík egyenletének meghatározása.

Az 2b ábra és a fenti feltételek alapján felírható:

$$s_{hkl} = d e_{hkl}, \quad (31)$$

$$s_{hkl} \cdot (r - s_{hkl}) = 0. \quad (32)$$

A (31) és (32) összevonásával és a skalárszorzat kiszámításával adódik, hogy egy tetszőleges r vektor akkor lesz eleme az adott síknak, ha teljesíti az alábbi feltételt:

$$e_{hkl} \cdot r - d = 0. \quad (33)$$

Tekintsük azokat az \mathbf{r} vektorokat, amelyek a *hcp* kristályrács elemi celláinak a pozícióját, pontosabban az elemi cella 000 atomjának a helyzetét, jelöli. Ebben az esetben \mathbf{r} a *hcp* rács bázisvektorainak egész számú lineáris kombinációja lesz:

$$\mathbf{r} = x\mathbf{a}\mathbf{e}_x + y\mathbf{a}\mathbf{e}_y + z\mathbf{c}\mathbf{e}_z, \quad \text{ahol } x, y, z \in \mathbb{Z} \quad (34)$$

A (33) egyenletben szereplő távolságot írjuk fel mint a kristálytani síktávolság egész számú többszörösét:

$$d = nd_{hkl}, \quad \text{ahol } n \in \mathbb{Z} \quad (35)$$

Behelyettesítve a (34) és (35) összefüggést a (33)-as egyenletbe adódik:

$$\mathbf{e}_{hkl} \cdot \mathbf{r} - nd_{hkl} = 0. \quad (36)$$

Az \mathbf{e}_{hkl} és az \mathbf{r} skalárszorzata a (30) és (34) alapján a következő lesz:

$$\mathbf{e}_{hkl} \cdot \mathbf{r} = d_{hkl} \left[\frac{2}{3a}(2h+k)\mathbf{e}_x + \frac{2}{3a}(h+2k)\mathbf{e}_y + \frac{1}{c}\mathbf{e}_z \right] \cdot (x\mathbf{a}\mathbf{e}_x + y\mathbf{a}\mathbf{e}_y + z\mathbf{c}\mathbf{e}_z). \quad (37)$$

Az algebrai átalakítások után:

$$\mathbf{e}_{hkl} \cdot \mathbf{r} = d_{hkl}(xh + yk + zl). \quad (38)$$

A (36) és (38) alapján:

$$d_{hkl}(xh + yk + zl) - nd_{hkl} = 0 \quad /: d_{hkl} \neq 0. \quad (39)$$

Az x, y, z koordinátájú elemi cella 000 atomja akkor van rajta az n -ik hkl síkon, ha teljesül az alábbi feltétel:

$$(xh + yk + zl) - n = 0, \quad \text{ahol } x, y, z, h, k, l, n \in \mathbb{Z} \quad (40)$$

A fenti egyenlet alapján tetszőleges hkl síkon meg lehet határozni, hogy hol helyezkednek el a rácspontok és így a síkhoz illeszkedő rácsvektorokból elő lehet állítani a megfelelő bázisvektorokat az ikresedéshez illeszkedő triklin és monoklin koordinátarendszerek számára.

3.1.1.3. A nem-merohedrális ikresedés feltételei egy hkl síkon a hcp kristályokban

Tekintsünk egy hkl síkrendszert a hcp kristályban, amit az e_{hkl} normálvektorral jellemezhetünk. Legyen a koordinátarendszer origója egy elemi cella 000 atomja. Ha az origóból húzott, e_{hkl} irányú egyenes mentén nem található más 000 atom, akkor az adott hkl sík esetén az ikresedés nem-merohedrális lesz. Lapcentrált köbös kristályokban az 111 ikresedés részlegesen-merohedrális, mert ott $3d_{111}$ távolságonként lesz 000 atom az e_{111} irányú egyenes mentén. Ezen fejezet célja azoknak a feltételeknek a meghatározása, amik eldöntik, hogy egy hkl síkrendszeren történő ikresedés részlegesen- vagy nem-merohedrális.

Tételezzük fel, hogy egy adott hkl síkrendszer esetében az ikresedés részlegesen-merohedrális és vizsgáljuk meg, hogy ehhez milyen feltételeknek kell teljesülnie. Tehát induljunk ki abból a feltételezésből, hogy az origón átmenő, e_{hkl} irányú egyenes mentén találunk 000 atomokat. Mivel ezek az atomok a hcp rács elemei, az x, y, z koordinátáik egész számok lesznek, így teljesítik az alábbi feltételt:

$$L\mathbf{e}_{hkl} = xae_x + yae_y + zce_z, \quad \text{ahol } L \in \mathbb{R}, x, y, z \in \mathbb{Z}. \quad (41)$$

A (30) alapján az e_{hkl} normálvektor kifejezését behelyettesítve:

$$L \left[\frac{2}{3a} (2h + k)\mathbf{e}_x + \frac{2}{3a} (h + 2k)\mathbf{e}_y + \frac{1}{c}\mathbf{e}_z \right] = xae_x + yae_y + zce_z, \quad (42)$$

ahol $L \in \mathbb{R}, x, y, z \in \mathbb{Z}$.

A fenti egyenlőség akkor teljesül bármely e_x, e_y, e_z esetén, ha:

$$\begin{cases} \frac{2}{3a}(2h+k)L = xa \\ \frac{2}{3a}(h+2k)L = ya \\ \frac{l}{c}L = zc \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \frac{2}{3a^2}(2h+k)L = x \\ \frac{2}{3a^2}(h+2k)L = y \\ \frac{l}{c^2}L = z \end{cases}, \text{ ahol } x, y, z, h, k, l \in \mathbb{Z}, L \in \mathbb{R} \quad (43)$$

Vizsgáljuk meg, hogy milyen feltételek esetén lesz megoldása a fenti egyenletrendszernek. (i) Tegyük fel, hogy x és y megoldása az első két egyenletnek.

Mivel x és y egész számok, az $L_1 = \frac{l}{3a^2}$ kifejezésnek is egész értékűnek kell lennie:

$$\begin{cases} 2(2h+k)L_1 = x \\ 2(h+2k)L_1 = y \\ \left(\frac{3a^2}{c^2}\right)lL_1 = z \end{cases}, \text{ ahol } x, y, z, h, k, l, L_1 \in \mathbb{Z}. \quad (44)$$

A harmadik egyenletnek csak akkor lesz megoldása, ha $\frac{3a^2}{c^2} \in \mathbb{Z}$ vagy $l=0$.

(ii) Tegyük fel, hogy a (43) egyenletrendszer harmadik egyenletének a z egész szám megoldása. Ekkor az $L_2 = \frac{l}{3a^2}$ kifejezés lesz egész értékű.

$$\begin{cases} \frac{c^2}{3a^2}(2h+k)L_2 = x \\ \frac{c^2}{3a^2}(h+2k)L_2 = y \\ ll_2 = z \end{cases}, \text{ ahol } x, y, z, h, k, l, L_2 \in \mathbb{Z}. \quad (45)$$

Ebben az esetben az első két egyenletnek csak akkor lesz megoldása, ha $\frac{c^2}{3a^2} \in \mathbb{Z}$ vagy $h, k = 0$.

Az (i) és (ii) alpontok alapján kijelenthető, hogy egy adott hkl sík esetén az ikresedés részlegesen-merohedrális lesz, ha $\frac{3a^2}{c^2} \in \mathbb{Z}$ vagy $\frac{c^2}{3a^2} \in \mathbb{Z}$ vagy $l=0$ vagy $h, k = 0$. Az $\frac{3a^2}{c^2} \in \mathbb{Z}$ és $\frac{c^2}{3a^2} \in \mathbb{Z}$ feltétel, mint ahogy a 1. táblázat is mutatja, nem teljesül a valódi anyagok esetén. Annak a valószínűsége, hogy az ikresedés a rácsparaméterek értékei miatt legyen részlegesen-merohedrális elenyésző, tehát kijelenthetjük, hogy *a piramidális síkokon történő ikresedés nem-merohedrális jellegű.*

<i>hcp</i> kristály	$\frac{3a^2}{c^2}$	$\frac{c^2}{3a^2}$
Ti	1.19	0.84
Mg	1.14	0.88
Zr	1.18	0.85

1. táblázat: A $\frac{3a^2}{c^2}$ és a $\frac{c^2}{3a^2}$ értéke Ti, Mg és Zr esetén. Mivel az említett kifejezések értéke nem egész szám, a Ti, Mg és Zr a *piramidális síkokon nem-merohedrálisan* ikresedik.

Megjegyezzük ugyanakkor, hogy a *hcp* kristály rácsparamétereitől függetlenül a (*hk0*) és a (*00l*) síkok, tehát a *prizmatikus és a bazális síkok esetén az ikresedés mindig részlegesen-merohedrális lesz.*

3.1.1.4. Hexagonális fémekben előforduló ikerhibák és a hozzájuk illeszkedő koordinátarendszerek

A hexagonális szerkezetű fémekben, mint például Ti, Zr és Mg-ban nincs meg a képlékeny alakváltozás kompatibilitásához szükséges legalább öt csúszási rendszer, ezért ezekben a tiszta fémekben, és igen gyakran az ötvözetekben is, az ikerképződés a képlékeny deformáció egyik alapvető módusa. Az irodalom alapján 4 különböző síkon keletkező ikerhiba típust érdemes figyelembe venni: az $\{10.1\} < 10.\bar{2} >$ és $\{11.2\} < 11.\bar{3} >$ kompressziós illetve az $\{10.2\} < 10.\bar{1} >$ és $\{11.1\} < \bar{1}\bar{1}.6 >$ dilatációs ikresedési rendszereket [Francillette, et. al., (1998)].

3.1.1.5. Az $\{10.2\}$ ikersíkok monoklin koordinátarendszere

Az ekvivalens $\{10.2\}$ ikersíkok közül az $10\bar{1}2$ síkot választottam a koordinátarendszer megszerkesztéséhez. A (30) összefüggés alapján az e_{102} normálvektor a következő:

$$\mathbf{e}_{102} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{3a^2} + \frac{1}{c^2}}} \left(\frac{2}{3a} \mathbf{e}_x + \frac{1}{3a} \mathbf{e}_y + \frac{1}{c} \mathbf{e}_z \right). \quad (46)$$

A (40) alapján annak az $10\bar{1}2$ síknak az egyenlete, amely a *hcp* koordináta-rendszer origóját tartalmazza:

$$x + 2z = 0. \quad (47)$$

Az $10\bar{1}2$ síkhoz illeszkedő koordináta-rendszer két bázisvektorát a (47) egyenlet által meghatározott síkban vesszük fel. Definíció szerint az origó egy elemi cella 000 atomja, ezért meg kell találnunk azt a két másik 000 atomot az $10\bar{1}2$ síkon, amelyek a két bázisvektort meghatározzák. Mivel a bázisvektorokat rácsvektorokként definiáljuk, $x, y, z \in \mathbb{Z}$.

A (47) egyenletből következik:

$$\begin{cases} x + 2z = 0 \\ x, y, z \in \mathbb{Z} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} x \in \mathbb{Z} \\ y \in \mathbb{Z} \\ z = -\frac{x}{2} \in \mathbb{Z}. \end{cases} \quad (48)$$

A fenti egyenlet megadja azon $x, y, z \in \mathbb{Z}$ számok halmazát, amelyek a lehetséges rácsvektorok koordinátáit reprezentálják. Ezek közül választottam ki az alábbi kettőt és az alábbi módon definiáltam a két bázisvektort:

$$\mathbf{e}_{\mathbf{u}}^{102} \rightarrow \begin{cases} x = 2 \\ y = 0 \\ z = -1 \end{cases} \quad \text{és} \quad \mathbf{e}_{\mathbf{v}}^{102} \rightarrow \begin{cases} x = 0 \\ y = 1 \\ z = 0. \end{cases} \quad (49)$$

Az 3.1.1. fejezet bevezetőjében leírtak szerint a harmadik bázisvektor merőleges az $10\bar{1}2$ síkra, tehát párhuzamos az \mathbf{e}_{102} normálvektorral. Így a monoklin koordináta-rendszer három bázisvektorának irányába mutató egységvektorok a következők:

$$\begin{cases} \mathbf{e}_u^{102} = \frac{1}{\sqrt{4a^2+c^2}}(2a\mathbf{e}_x - c\mathbf{e}_z) \\ \mathbf{e}_v^{102} = \mathbf{e}_y \\ \mathbf{e}_t^{102} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{3a^2}+\frac{1}{c^2}}}\left(\frac{2}{3a}\mathbf{e}_x + \frac{1}{3a}\mathbf{e}_y + \frac{1}{c}\mathbf{e}_z\right). \end{cases} \quad (50)$$

Az \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y bázisvektorok hossza adott, mivel rácsvektorok. Az \mathbf{a}_z nem rácsvektor az ikresedés nem-merohedrális jellege miatt, a hosszát a rácssíktávolság kétszereseként definiáltam.

Az $10\bar{2}2$ ikersík *monoklin koordináta-rendszerének* bázisvektorai:

$$\begin{cases} \mathbf{a}_x^{102} = 2a\mathbf{e}_x - c\mathbf{e}_z = 2\mathbf{a}_1 - \mathbf{c} \\ \mathbf{a}_y^{102} = a\mathbf{e}_y = \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_z^{102} = \frac{1}{3a^2+c^2}(2c^2\mathbf{a}_1 + c^2\mathbf{a}_2 + 3a^2\mathbf{c}). \end{cases} \quad (51)$$

A *monoklin* és a *hcp* koordináta-rendszer közötti transzformációt mátrix formájában is felírhatjuk:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{102} \\ \mathbf{a}_y^{102} \\ \mathbf{a}_z^{102} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ \frac{2c^2}{3a^2+c^2} & \frac{c^2}{3a^2+c^2} & \frac{3a^2}{3a^2+c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}. \quad (52)$$

A transzformációs mátrix inverzét kiszámítva adódik inverz transzformálás:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{3a^2}{2(3a^2+c^2)} & \frac{-c^2}{2(3a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \\ 0 & 1 & 0 \\ \frac{-c^2}{3a^2+c^2} & \frac{-c^2}{3a^2+c^2} & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{102} \\ \mathbf{a}_y^{102} \\ \mathbf{a}_z^{102} \end{pmatrix}. \quad (53)$$

Az ikresedés leírásához meg kell határozni, hogy két $10\bar{1}2$ kristályik milyen eltolásvektorral követi egymást. Ehhez egy olyan rácsvektort kell választani, ami az egyik síkon lévő 000 atompozícióból a másik síkon lévő 000 atompozícióba mutat. Az \mathbf{a}_1 vektort választottam st^{102} eltolásvektornak. A (53) alapján a *rétegződés vektora* a monoklin bázissal kifejezve:

$$\mathbf{st}^{102} = \mathbf{a}_1 = \frac{3a^2}{2(3a^2+c^2)} \mathbf{a}_x^{102} - \frac{c^2}{2(3a^2+c^2)} \mathbf{a}_y^{102} + \frac{1}{2} \mathbf{a}_z^{102}. \quad (54)$$

A *hcp* kristályszerkezet leírásához meg kell határozni az elemi cellában lévő $\left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}\right)$ atom pozícióját a 000 atomhoz képest a monoklin koordináarendszerben. Legyen \mathbf{v}_2 az a vektor, ami a 000 atomból az $\left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}\right)$ atomba mutat egy adott elemi cellán belül. Írjuk fel ezt a vektort is a monoklin rendszer bázisvektorai segítségével:

$$\mathbf{v}_2^{102} = \frac{2}{3} \mathbf{a}_1 + \frac{1}{3} \mathbf{a}_2 + \frac{1}{2} \mathbf{c} = m \mathbf{a}_x^{102} + n \mathbf{a}_y^{102} + o \mathbf{a}_z^{102}, \text{ ahol } m, n, o \in \mathbb{R}. \quad (55)$$

A (53) segítségével meghatározzuk az m, n, o értékeit és így a \mathbf{v}_2 a monoklin koordináarendszerben:

$$\mathbf{v}_2^{102} = \frac{-a^2-c^2}{2(3a^2+c^2)} \mathbf{a}_x^{102} + \left(\frac{1}{3} - \frac{2c^2}{6(3a^2+c^2)}\right) \mathbf{a}_y^{102} + \frac{1}{3} \mathbf{a}_z^{102}. \quad (56)$$

A kristálykoordinátákhoz hasonlóan a hexagonális és a monoklin koordináarendszerekben definiált Miller indexek transzformációját is egy mátrix segítségével írhatjuk le. Belátható, hogy a Miller indexek és a kristály bázisvektorait leíró transzformációs mátrixok megegyeznek [Warren, 1969]. Tudjuk, hogy egy adott síkrendszer esetén, amelynek a két különböző koordináarendszerben felírt Miller indexei *hkl* illetve *HKL*, igaz az alábbi összefüggés:

$$H\mathbf{B}_1 + K\mathbf{B}_2 + L\mathbf{B}_3 = h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3, \quad (57a)$$

ahol $\mathbf{B}_1, \mathbf{B}_2, \mathbf{B}_3, \mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2, \mathbf{b}_3$ a két koordináarendszernek megfelelő reciprok koordináarendszer bázisvektorai. megszorozva a (52) egyenlet jobb és baloldalát a (57a) egyenlet jobb és baloldalával és felhasználva a kristály és reciprok koordináarendszerek bázisvektorainak egymással való skalárszorzatának a szabályait, adódik, hogy a monoklin koordináarendszerbeli Miller indexeket ugyancsak a (52) transzformáció segítségével kaphatjuk meg:

$$\begin{pmatrix} H^{102} \\ K^{102} \\ L^{102} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ \frac{2c^2}{3a^2+c^2} & \frac{c^2}{3a^2+c^2} & \frac{3a^2}{3a^2+c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}. \quad (57b)$$

Az inverz transzformáció is ugyanaz, mint a (53) esetében:

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{3a^2}{2(3a^2+c^2)} & \frac{-c^2}{2(3a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \\ 0 & 1 & 0 \\ \frac{-c^2}{3a^2+c^2} & \frac{-c^2}{3a^2+c^2} & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{102} \\ K^{102} \\ L^{102} \end{pmatrix}. \quad (57c)$$

A (57) összefüggés alapján látszik, hogy az L^{102} Miller index nem egész szám. Ez annak a következménye, hogy a monoklin koordináta-rendszer a_z bázisa nem rácsvektor.

3.1.1.6. Az {11.2} ikersíkok monoklin koordináta-rendszere

Az {11.2}, {11.1} és {10.1} síkok monoklin koordináta-rendszerének megszerkesztése az {10.2} ikersíkéval analóg módon történik.

A (40) alapján annak az $11\bar{2}2$ síknak az egyenlete, ami a *hcp* koordináta-rendszer origóját tartalmazza:

$$x + y + 2z = 0. \quad (58)$$

A (58) egyenlet által meghatározott síkban vesszük fel az $11\bar{2}2$ síkhoz illeszkedő koordináta-rendszer két bázisvektorát. A origó egy elemi cella 000 atomja, ezért meg kell találnunk azt a két másik 000 atomot az $11\bar{2}2$ síkon, ami a két bázisvektort határozza majd meg.

$$\begin{cases} x + y + 2z = 0 \\ x, y, z \in \mathbb{Z} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} x \in \mathbb{Z} \\ y = -2z - x \in \mathbb{Z} \\ z = -\frac{x+y}{2} \in \mathbb{Z}. \end{cases} \quad (59)$$

A fenti egyenlet alapján az ikresedés síkjával párhuzamos bázisvektorok egységvektorainak a következőket választottam:

$$\mathbf{e}_u^{112} \rightarrow \begin{cases} x = 1 \\ y = -1 \\ z = 0 \end{cases} \quad \text{és} \quad \mathbf{e}_v^{112} \rightarrow \begin{cases} x = 0 \\ y = 2 \\ z = -1. \end{cases} \quad (60)$$

A harmadik bázisvektor merőleges az $11\bar{2}2$ síkra, tehát párhuzamos az e_{112} normálvektorral. A monoklin koordináta-rendszer három bázisvektorának iránya az alábbi lesz:

$$\begin{cases} \mathbf{e}_u^{112} = \frac{1}{\sqrt{3}}(\mathbf{e}_x - \mathbf{e}_y) \\ \mathbf{e}_v^{112} = \frac{1}{\sqrt{4a^2+c^2}}(2a\mathbf{e}_y - c\mathbf{e}_z) \\ \mathbf{e}_t^{112} = \frac{1}{\sqrt{a^2+c^2}}(c\mathbf{e}_x + c\mathbf{e}_y + a\mathbf{e}_z). \end{cases} \quad (61)$$

Az előző fejezethez hasonlóan, az ikresedés nem-merohedrális jellege miatt \mathbf{a}_z hosszát a rácstávolság kétszereseként definiáltam.

Az $11\bar{2}2$ ikersík monoklin koordináta-rendszerének bázisvektorai:

$$\begin{cases} \mathbf{a}_x^{112} = a\mathbf{e}_x - a\mathbf{e}_y = \mathbf{a}_1 - \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_y^{112} = 2a\mathbf{e}_y - c\mathbf{e}_z = 2\mathbf{a}_2 - \mathbf{c} \\ \mathbf{a}_z^{112} = \frac{1}{a^2+c^2}(c^2\mathbf{a}_1 + c^2\mathbf{a}_2 + a^2\mathbf{c}). \end{cases} \quad (62)$$

A monoklin és a *hcp* koordináta-rendszer közötti transzformáció:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{112} \\ \mathbf{a}_y^{112} \\ \mathbf{a}_z^{112} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 0 & 2 & -1 \\ \frac{c^2}{a^2+c^2} & \frac{c^2}{a^2+c^2} & \frac{a^2}{a^2+c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}. \quad (63)$$

A transzformációs mátrix inverzét kiszámítva adódik:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2a^2+c^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{a^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \\ -c^2 & a^2 & 1 \\ \frac{c^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{c^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{112} \\ \mathbf{a}_y^{112} \\ \mathbf{a}_z^{112} \end{pmatrix}. \quad (64)$$

Az előző fejezettel analóg módon válasszuk az \mathbf{a}_1 *hcp* bázisvektort rétegződési irányának. A (64) alapján az \mathbf{st}^{112} eltolásvektor:

$$\mathbf{st}^{112} = \mathbf{a}_1 = \frac{2a^2+c^2}{2(a^2+c^2)} \mathbf{a}_x^{112} + \frac{a^2}{2(a^2+c^2)} \mathbf{a}_y^{112} + \frac{1}{2} \mathbf{a}_z^{112}. \quad (65)$$

A \mathbf{v}_2 vektor, ami a 000 atomból az $\left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}\right)$ atomba mutat adott elemi cellán belül:

$$\mathbf{v}_2^{112} = \frac{-2a^2-5c^2}{6(a^2+c^2)} \mathbf{a}_x^{112} - \left(\frac{c^2}{2(a^2+c^2)}\right) \mathbf{a}_y^{112} + \frac{1}{2} \mathbf{a}_z^{112}. \quad (66)$$

A monoklin koordinátarendszerbeli Miller indexek:

$$\begin{pmatrix} H^{112} \\ K^{112} \\ L^{112} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 0 & 2 & -1 \\ \frac{c^2}{a^2+c^2} & \frac{c^2}{a^2+c^2} & \frac{a^2}{a^2+c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}. \quad (67)$$

Az indexek inverz transzformációja:

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2a^2+c^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{a^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \\ \frac{-c^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{a^2}{2(a^2+c^2)} & \frac{1}{2} \\ \frac{-c^2}{a^2+c^2} & \frac{-c^2}{a^2+c^2} & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{112} \\ K^{112} \\ L^{112} \end{pmatrix}. \quad (68)$$

3.1.1.7. Az {11.1} ikersíkok monoklin koordinátarendszere

A (40) alapján annak az $11\bar{2}1$ síknak az egyenlete, ami a *hcp* koordinátarendszer origóját tartalmazza:

$$x + y + z = 0. \quad (69)$$

A (69) egyenlet által meghatározott síkban lesz az $11\bar{2}1$ síkhoz illeszkedő koordinátarendszer két bázisvektora. A két bázisvektort meghatározó lehetséges atomok koordinátái:

$$\begin{cases} x + y + z = 0 \\ x, y, z \in \mathbb{Z} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} x \in \mathbb{Z} \\ y = -z - x \in \mathbb{Z} \\ z = -x - y \in \mathbb{Z}. \end{cases} \quad (70)$$

A fenti egyenlet alapján kiválasztjuk a két, az ikresedés síkjával párhuzamos, bázisvektor irányát:

$$\mathbf{e}_u^{111} \rightarrow \begin{cases} x = 1 \\ y = -1 \\ z = 0 \end{cases} \quad \text{és} \quad \mathbf{e}_v^{111} \rightarrow \begin{cases} x = 1 \\ y = 0 \\ z = -1. \end{cases} \quad (71)$$

A harmadik bázisvektor merőleges az $11\bar{2}1$ síkra, tehát párhuzamos az \mathbf{e}_{111} normálvektorral. A monoklin koordinátarendszer három bázisvektorának iránya:

$$\begin{cases} \mathbf{e}_u^{111} = \frac{1}{\sqrt{3}}(\mathbf{e}_x - \mathbf{e}_y) \\ \mathbf{e}_v^{111} = \frac{1}{\sqrt{a^2+c^2}}(a\mathbf{e}_x - c\mathbf{e}_z) \\ \mathbf{e}_t^{111} = \frac{a^2c^2}{\sqrt{a^2+4c^2}}(2c\mathbf{e}_x + 2c\mathbf{e}_y + a\mathbf{e}_z). \end{cases} \quad (72)$$

Az ikresedés nem-merohedrális jellege miatt \mathbf{a}_z hosszát a rácssíktávolság duplájaként definiálom. Az $11\bar{2}1$ ikersík monoklin koordinátarendszerének bázisvektorai:

$$\begin{cases} \mathbf{a}_x^{111} = a\mathbf{e}_x - a\mathbf{e}_y = \mathbf{a}_1 - \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_y^{111} = a\mathbf{e}_y - c\mathbf{e}_z = \mathbf{a}_1 - \mathbf{c} \\ \mathbf{a}_z^{111} = \frac{1}{a^2+4c^2}(4c^2\mathbf{a}_1 + 4c^2\mathbf{a}_2 + 2a^2\mathbf{c}). \end{cases} \quad (73)$$

A monoklin és a *hcp* koordinátarendszer közötti transzformáció:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{111} \\ \mathbf{a}_y^{111} \\ \mathbf{a}_z^{111} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & -1 \\ \frac{4c^2}{\sqrt{a^2+4c^2}} & \frac{4c^2}{a^2+4c^2} & \frac{2a^2}{a^2+4c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}. \quad (74)$$

A transzformációs mátrix inverzét kiszámítva adódik:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{a^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ \frac{-a^2-2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{a^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ \frac{2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{-4c^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{111} \\ \mathbf{a}_y^{111} \\ \mathbf{a}_z^{111} \end{pmatrix}. \quad (75)$$

Válasszuk az \mathbf{a}_1 hcp bázisvektort rétegződési iránynak. A (75) alapján az \mathbf{st}^{111} eltolásvektor:

$$\mathbf{st}^{111} = \mathbf{a}_1 = \frac{2c^2}{a^2+4c^2} \mathbf{a}_x^{111} + \frac{a^2}{a^2+4c^2} \mathbf{a}_y^{111} + \frac{1}{2} \mathbf{a}_z^{111}. \quad (76)$$

A \mathbf{v}_2 vektor, ami a 000 atomból az $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2})$ atomba mutat az adott elemi cellán belül:

$$\mathbf{v}_2^{111} = \frac{-a^2-c^2}{3(a^2+c^2)} \mathbf{a}_x^{111} + \frac{-2c^2}{a^2+4c^2} \mathbf{a}_y^{111} + \frac{1}{4} \mathbf{a}_z^{111}. \quad (77)$$

A monoklin koordinátarendszerbeli Miller indexek:

$$\begin{pmatrix} H^{111} \\ K^{111} \\ L^{111} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ \frac{1}{4c^2} & \frac{0}{4c^2} & \frac{-1}{2a^2} \\ \frac{1}{a^2+4c^2} & \frac{1}{a^2+4c^2} & \frac{1}{a^2+4c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}. \quad (78)$$

Az indexek inverz transzformációja:

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{a^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ \frac{-a^2-2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{a^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ \frac{2c^2}{a^2+4c^2} & \frac{-4c^2}{a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{111} \\ K^{111} \\ L^{111} \end{pmatrix}. \quad (79)$$

3.1.1.8. Az {10.1} ikersíkok monoklin koordinátarendszere

Az {10.1} sík esetében a monoklin koordinátarendszer két bázisvektora a $\bar{1}011$ síkkal párhuzamos.

A (40) alapján annak az $\bar{1}011$ síknak az egyenlete, ami a *hcp* koordináta-rendszer origóját tartalmazza:

$$-x - z = 0. \quad (80)$$

$$\begin{cases} -x - z = 0 \\ x, y, z \in \mathbb{Z} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} x \in \mathbb{Z} \\ y \in \mathbb{Z} \\ z = -x \in \mathbb{Z}. \end{cases} \quad (81)$$

A fenti egyenletek alapján kiválasztjuk a két, az ikresedés síkjával párhuzamos, bázisvektor irányát:

$$\mathbf{e}_u^{\bar{1}01} \rightarrow \begin{cases} x = 0 \\ y = 1 \\ z = 0 \end{cases} \quad \text{és} \quad \mathbf{e}_v^{\bar{1}01} \rightarrow \begin{cases} x = 1 \\ y = 0 \\ z = 1. \end{cases} \quad (82)$$

A harmadik bázisvektor merőleges az $\bar{1}011$ síkra, tehát párhuzamos az $\mathbf{e}_{\bar{1}01}$ normálvektorral, de ebben az esetben ellentétes irányúra választom. A monoklin koordináta-rendszer három bázisvektorának irányja:

$$\begin{cases} \mathbf{e}_u^{\bar{1}01} = \mathbf{e}_y \\ \mathbf{e}_v^{\bar{1}01} = \frac{1}{\sqrt{a^2+c^2}}(a\mathbf{e}_x + c\mathbf{e}_z) \\ \mathbf{e}_t^{\bar{1}01} = \frac{a^2c^2}{\sqrt{3}\sqrt{3a^2+4c^2}}(4c\mathbf{e}_x + 2c\mathbf{e}_y - 3a\mathbf{e}_z). \end{cases} \quad (83)$$

Az előző fejezetekhez hasonlóan, az ikresedés nem-merohedrális jellege miatt \mathbf{a}_z hosszát a rácssíktávolság kétszereseként definiálom. Az $\bar{1}011$ ikersík monoklin koordináta-rendszerének bázisvektorai:

$$\begin{cases} \mathbf{a}_x^{\bar{1}01} = a\mathbf{e}_y = \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_y^{\bar{1}01} = a\mathbf{e}_y + c\mathbf{e}_z = \mathbf{a}_1 + \mathbf{c} \\ \mathbf{a}_z^{\bar{1}01} = \frac{2}{3a^2+4c^2}(4c^2\mathbf{a}_1 + 2c^2\mathbf{a}_2 - 3a^2\mathbf{c}). \end{cases} \quad (84)$$

A monoklin és a *hcp* koordináta-rendszer közötti transzformáció:

$$\begin{pmatrix} \bar{\mathbf{a}}_x^{\bar{1}01} \\ \bar{\mathbf{a}}_y^{\bar{1}01} \\ \bar{\mathbf{a}}_z^{\bar{1}01} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \\ \frac{8c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{4c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{-6a^2}{3a^2+4c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}. \quad (85)$$

A transzformációs mátrix inverzét kiszámítva adódik:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-2c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{3a^2}{3a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ 2 & 0 & 0 \\ \frac{2c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{4c^2}{3a^2+4c^2} & -\frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \bar{\mathbf{a}}_x^{\bar{1}01} \\ \bar{\mathbf{a}}_y^{\bar{1}01} \\ \bar{\mathbf{a}}_z^{\bar{1}01} \end{pmatrix}. \quad (86)$$

Válasszuk az \mathbf{a}_1 *hcp* bázisvektort rétegződési irányának. A (86) alapján az \mathbf{st} eltolásvektor:

$$\mathbf{st}^{\bar{1}01} = \mathbf{a}_1 = \frac{-2c^2}{3a^2+4c^2} \bar{\mathbf{a}}_x^{\bar{1}01} + \frac{3a^2}{3a^2+4c^2} \bar{\mathbf{a}}_y^{\bar{1}01} + \frac{1}{2} \bar{\mathbf{a}}_z^{\bar{1}01}. \quad (87)$$

A \mathbf{v}_2 vektor, ami a 000 atomból az $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2})$ atomba mutat az adott elemi cellán belül:

$$\mathbf{v}_2^{\bar{1}01} = \frac{-a^2-c^2}{3(a^2+c^2)} \bar{\mathbf{a}}_x^{\bar{1}01} + \frac{-2c^2}{a^2+4c^2} \bar{\mathbf{a}}_y^{\bar{1}01} + \frac{1}{4} \bar{\mathbf{a}}_z^{\bar{1}01}. \quad (88)$$

A monoklin koordinátarendszerbeli Miller indexek:

$$\begin{pmatrix} H^{\bar{1}01} \\ K^{\bar{1}01} \\ L^{\bar{1}01} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \\ \frac{8c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{4c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{-6a^2}{3a^2+4c^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}. \quad (89)$$

Az indexek inverz transzformációja:

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-2c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{3a^2}{3a^2+4c^2} & \frac{1}{2} \\ 2 & 0 & 0 \\ \frac{2c^2}{3a^2+4c^2} & \frac{4c^2}{3a^2+4c^2} & -\frac{1}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{\bar{1}01} \\ K^{\bar{1}01} \\ L^{\bar{1}01} \end{pmatrix}. \quad (90)$$

3.1.1.9. Az ikersíkokhoz illeszkedő triklin koordináta-rendszerek meghatározása

Az ikresedés egyszerűbb tárgyalásának érdekében bevezetünk triklin kristálykoordináta-rendszereket, amelyek bázisa három lineárisan független rácsvektor, \mathbf{a}_x , \mathbf{a}_y , \mathbf{a}_z' amelyekből kettő, \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y párhuzamos az adott ikresedési síkkal. A monoklin koordináta-rendszerekkel ellentétben a triklin koordináta-rendszerben felírt Miller indexek egész számok lesznek, mert mindegyik bázisvektor rácsvektor.

Mind a négy ikresedési sík esetében a harmadik bázisvektornak a rétegződés vektorát választom. Az így kialakuló elemi cellák térfogata megegyezik a *hcp* koordináta-rendszerben felírt elemi cellák térfogatával, és:

$$\mathbf{a}_z'^{102} = \mathbf{a}_z'^{112} = \mathbf{a}_z'^{111} = \mathbf{a}_z'^{101} = \mathbf{a}_1. \quad (91)$$

A fent leírt módosítások alapján a koordináta-rendszerek és a Miller indexek közötti transzformációs mátrixok a következők lesznek:

Az {10.2} ikersíkok esetén:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{102} \\ \mathbf{a}_y^{102} \\ \mathbf{a}_z'^{102} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}, \quad (92)$$

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{102} \\ \mathbf{a}_y^{102} \\ \mathbf{a}_z'^{102} \end{pmatrix}, \quad (93)$$

$$\begin{pmatrix} H^{102} \\ K^{102} \\ L'^{102} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}, \quad (94)$$

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{102} \\ K^{102} \\ L'^{102} \end{pmatrix}. \quad (95)$$

Az {11.2} ikersíkok esetén:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{112} \\ \mathbf{a}_y^{112} \\ \mathbf{a}_z'^{112} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 0 & 2 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}, \quad (96)$$

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -2 & -1 & 2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{112} \\ \mathbf{a}_y^{112} \\ \mathbf{a}_z'^{112} \end{pmatrix}, \quad (97)$$

$$\begin{pmatrix} H^{112} \\ K^{112} \\ L'^{112} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 0 & 2 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}, \quad (98)$$

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -2 & -1 & 2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{112} \\ K^{112} \\ L'^{112} \end{pmatrix}. \quad (99)$$

Az {11.1} ikersíkok esetén:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{111} \\ \mathbf{a}_y^{111} \\ \mathbf{a}_z'^{111} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}, \quad (100)$$

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{111} \\ \mathbf{a}_y^{111} \\ \mathbf{a}_z'^{111} \end{pmatrix}, \quad (101)$$

$$\begin{pmatrix} H^{111} \\ K^{111} \\ L'^{111} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}, \quad (102)$$

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{111} \\ K^{111} \\ L'^{111} \end{pmatrix}. \quad (103)$$

Az {10.1} ikersíkok esetén:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{\bar{1}01} \\ \mathbf{a}_y^{\bar{1}01} \\ \mathbf{a}_z^{\bar{1}01} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix}, \quad (104)$$

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_x^{\bar{1}01} \\ \mathbf{a}_y^{\bar{1}01} \\ \mathbf{a}_z^{\bar{1}01} \end{pmatrix}, \quad (105)$$

$$\begin{pmatrix} H^{\bar{1}01} \\ K^{\bar{1}01} \\ L^{\bar{1}01} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}, \quad (106)$$

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H^{\bar{1}01} \\ K^{\bar{1}01} \\ L^{\bar{1}01} \end{pmatrix}. \quad (107)$$

Összegezve az előző fejezetek eredményeit, a kristálykoordináták közötti kapcsolat az alábbi táblázatban foglalható össze:

	a_x	a_y	a_z	a_z'
{10.1}<10. $\bar{2}$ > kompressziós ikerhatár	a_2	$a_1 + c$	$a_1 \frac{8c^2}{3a^2 + 4c^2} + a_2 \frac{4c^2}{3a^2 + 4c^2} + c \frac{-6a^2}{3a^2 + 4c^2}$	a_1
{11.2}<11. $\bar{3}$ > kompressziós ikerhatár	$a_1 - a_2$	$2a_2 - c$	$a_1 \frac{c^2}{a^2 + c^2} + a_2 \frac{c^2}{a^2 + c^2} + c \frac{a^2}{a^2 + c^2}$	a_1
{10.2}<10. $\bar{1}$ > dilatációs ikerhatár	$2a_1 - c$	a_2	$a_1 \frac{2c^2}{3a^2 + c^2} + a_2 \frac{c^2}{3a^2 + c^2} + c \frac{3a^2}{3a^2 + c^2}$	a_1
{11.1}< $\bar{1}\bar{1}.6$ > dilatációs ikerhatár	$a_1 - a_2$	$a_1 - c$	$a_1 \frac{4c^2}{a^2 + 4c^2} + a_2 \frac{4c^2}{a^2 + 4c^2} + c \frac{2a^2}{a^2 + 4c^2}$	a_1

A Miller indexek közötti kapcsolatok:

	H	K	L	L'
{10.1}<10. $\bar{2}$ > kompressziós ikerhatár	k	$h + l$	$h \frac{8c^2}{3a^2 + 4c^2} + k \frac{4c^2}{3a^2 + 4c^2} + l \frac{-6a^2}{3a^2 + 4c^2}$	h
{11.2}<11. $\bar{3}$ > kompressziós ikerhatár	$h - k$	$2k - l$	$h \frac{c^2}{a^2 + c^2} + k \frac{c^2}{a^2 + c^2} + l \frac{a^2}{a^2 + c^2}$	h
{10.2}<10. $\bar{1}$ > dilataációs ikerhatár	$2h - l$	k	$h \frac{2c^2}{3a^2 + c^2} + k \frac{c^2}{3a^2 + c^2} + l \frac{3a^2}{3a^2 + c^2}$	h
{11.1}< $\bar{1}\bar{1}.6$ > dilataációs ikerhatár	$h - k$	$h - l$	$h \frac{4c^2}{a^2 + 4c^2} + k \frac{4c^2}{a^2 + 4c^2} + l \frac{2a^2}{a^2 + 4c^2}$	h

3.1.2. Az ikresedés okozta vonalszélesedés profilfüggvénye

A kristályok ikresedésének a hatása a vonalprofilokra a numerikus szimuláció mellett egyszerű modellek segítségével analitikusan is tárgyalható.

E dolgozat csak a *véletlenszerű ikresedés* hatásaival foglalkozik, olyan speciális helyzeteket nem tárgyal, amikor a jelenlévő ikerhiba sűrűség befolyásolja a további ikerhibák létrejöttének valószínűségét. Véletlenszerű ikresedés esetén annak a valószínűsége, hogy egy adott kristálysíkron ikerhiba jön létre, független a már jelenlévő ikerhibák mennyiségétől és elhelyezkedésétől.

Egy ikresedett kristályban az ikresedés síkjára merőlegesen megbomlik a kristályos rend. A kristály és ikerkristálya felváltva követik egymást, megbontva a rendszer eltolási szimmetriáját minden ikerhatárnál. Az egymást követő kristály és ikerkristály tartományok *lamellákat* alkotnak, amelyek közül bármelyik mérete és helyzete függ a többi lamella méretétől és helyzetétől.

3.1.2.1. A véletlenszerű ikresedés lamelláinak méreteloszlása

Az ikresedés véletlenszerű jellegét kihasználva meghatározhatjuk a lamellák méreteloszlását.

Gondolatban építsük fel a kristályt egymást követő síkok sorozataként. Legyen β annak a valószínűsége, hogy egy adott kristálysík ikerhiba határ lesz, $(1-\beta)$, hogy nem lesz ikerhiba. Feltételezzük, hogy az ikresedés sztochasztikus, tehát egy adott síkon az ikerhatás megjelenésének a valószínűsége független a többi sík állapotától. Defináljuk a β valószínűséget ikerhatár sűrűségként. Az ilyen jellegű ikresedést a dolgozat további részében véletlenszerű ikresedésnek nevezem.

Ahhoz, hogy létrejöjjön egy n rétegből álló hibamentes tartomány, $n-1$ egymást követő síknak hibamentesnek kell lennie, az n -ik síknak pedig ikerhibának kell lennie. Így annak a valószínűsége, hogy egy lamella hossza n kristálysíknyi lesz:

$$W_n(\beta) = \beta(1 - \beta)^{n-1} \quad n \in \mathbb{N}^*, \quad 0 < \beta < 1. \quad (108)$$

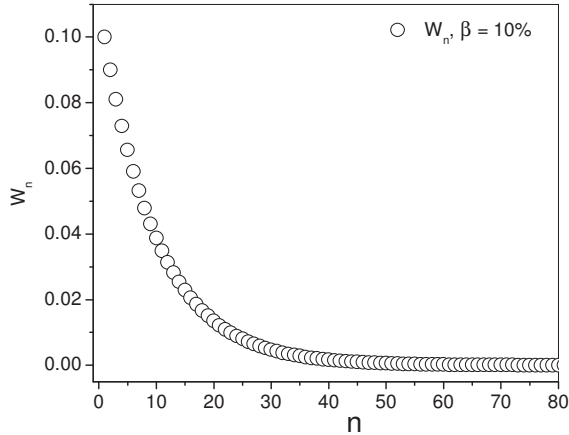
$$\sum_{n=1}^{\infty} W_n(\beta) = 1. \quad (109)$$

A $W_n(\beta)$ függvény a *negatív binomiális eloszlások* csoportjába sorolható. 10% ikerhiba sűrűség esetén W_n az n függvényében a 3. ábrán látható.

Két ikerhiba közötti átlagos távolságot, vagyis a lamellák átlagos hosszát akkor kapjuk, ha kiszámítjuk az n hosszúságok $W_n(\beta)$ előfordulási hányaddal súlyozott középértékét:

$$\sum_{n=1}^{\infty} n W_n(\beta) = \frac{1}{\beta}. \quad (110)$$

Az (110) alapján kijelenthető, hogy az *ikerhatárok közötti átlagos távolság* kristálysíkok számában mérve $\frac{1}{\beta}$, vagyis az ikresedés valószínűségének a reciproka.



3. ábra: A lamellák méreteloszlása $W_n(\beta)$ $\beta=0.1$ esetén.

3.1.2.1.1. Első közelítés: független lamellák összessége

A számítások egyszerűsítése végett első közelítésben az ikresedett kristályt egymástól független lamellák összességének tekintem. A függetlenség úgy képzelhető el, hogy az ikresedett kristály lamelláit szétválasztjuk egymástól és véletlenszerűen helyezük el őket a térben, gyakorlatilag egy pormintát hozunk létre erősen anizotróp, lemezszerű kristályokból. Ezen lemezek az ikresedési kristálysíkkal párhuzamos irányokban végtelenek, az ikresedés síkjára merőlegesen a $W_n(\beta)$ méreteloszlást követik.

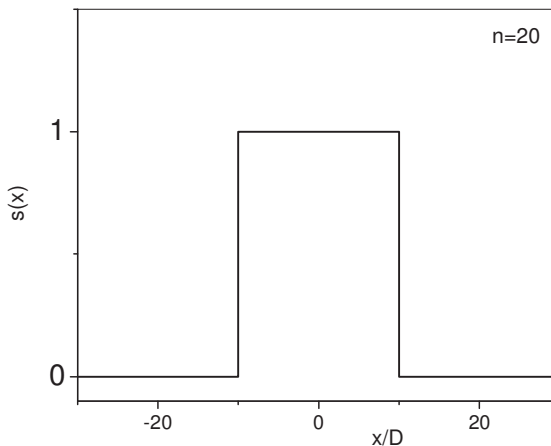
A reciprok rácsponatok kiszélesedése független lamellák esetén a következőképpen számítható ki.

Jelölje x az ikresedés síkjára merőleges irányt a kristálytérben. Az egyes lamellákat az $s(x)$ ablakfüggvénnyel modellezem, ahogyan az (111) kifejezés mutatja. Legyen Dn egy adott lamella hossza, ahol D az ikresedő síkok távolsága.

$$s(x) = \begin{cases} 0, & \text{ha } x < -\frac{Dn}{2} \\ 1, & \text{ha } -\frac{Dn}{2} \leq x \leq \frac{Dn}{2} \\ 0, & \text{ha } x > \frac{Dn}{2} \end{cases} \quad (111)$$

$s(x)$ a Heaviside függvények segítségével is felírható:

$$s(x) = H(x + nD) - H(x) \quad (112)$$



4. ábra: Az $s(x)$ ablakfüggvény $n=20$ esetén, ami egy $20D$ méretű lamellát reprezentál.

A számítások egyszerűsítése végett $s(x)$ -et páros függvényként definiáltam, így a Fourier transzformáltja valós függvény lesz.

Az $s(x)$ ablakfüggvény értéke 0, ha a lamellán kívül vagyunk és 1, ha a lamellán belül. Legyen q az ikresedés síkjára merőleges reciprok tér koordinátája. A lamellák a reciprok rácspontokat a q irányban fogják kiszélesíteni. A kiszélesedő reciprok rácspontokat leíró amplitúdó függvényt az ablakfüggvény Fourier transzformálásával kaphatjuk.

Egy adott Dn méretű lamella amplitúdó függvénye a következő:

$$A_D(q) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{-iqx} s(x) dx = \frac{2 \sin\left(\frac{qDn}{2}\right)}{q}. \quad (113)$$

$A_D(q)$ valós függvény, mert az ablakfüggvényt az egyszerűség kedvéért párosnak definiáltam. Ez a számítások végeredményét nem befolyásolja, mivel a lamellákat függetlennek tekintjük, így azok intenzitását kell összegezni. A Dn méretű lamelláról szóródó intenzitás:

$$I_D(q) = A_D(q)A_D(q)^* = \frac{4 \sin^2\left(\frac{qDn}{2}\right)}{q^2}. \quad (114)$$

Az (114) függvényalakja nagyon hasonló egy résen szóródó hullám intenzitás-eloszlásához.

A teljes szórt intenzitást úgy kapjuk, ha az összes lamelláról szóródó intenzitásokat összeadjuk. Az összegzéskor súlyozni kell a Dn lamellák járulékát a $W_n(\beta)$ előfordulási valószínűségükkel, ami tartalmazza az ikerhatás sűrűség függését.

A teljes intenzitás profilfüggvénye:

$$I_{egz}(q) = \sum_{n=1}^{\infty} W_n(\beta) I_D(q) = \frac{4 \left(\cos^2\left(\frac{1}{2}qD\right) \beta - 2 \cos^2\left(\frac{1}{2}qD\right) - \beta + 2 \right)}{q^2 \left(4 + 4 \cos^2\left(\frac{1}{2}qD\right) \beta - 4\beta + \beta^2 - 4 \cos^2\left(\frac{1}{2}qD\right) \right)}, \quad (115)$$

ahol az egz index arra utal, hogy ebben a modellben I_{egz} a pontos profilfüggvény. A profilfüggvény csak a β ikerhatársűrűség és a D síktávolság függvénye és csúcsa a $q=0$ értéknél található.

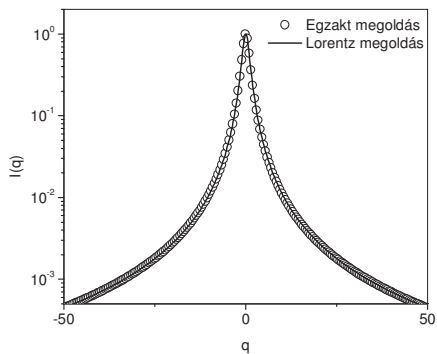
A $\cos^2\left(\frac{1}{2}qD\right)$ tag Taylor sorbafejtésével és csak az első két tag megtartásával egyszerűbb alakra hozom az (115) kifejezést:

$$I(q) = \frac{D^2(\beta-2)}{q^2 D^2(\beta-1) - \beta^2} = \frac{I_0}{1 + \frac{4q^2}{(FWHM_q)^2}}. \quad (116a)$$

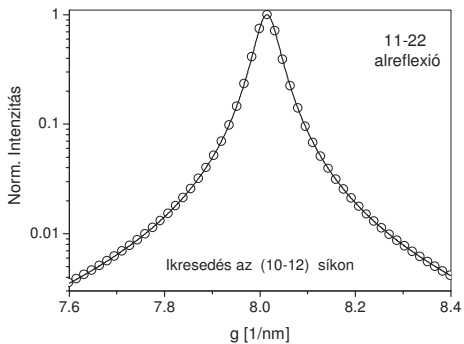
(116a)-ból látható, hogy az $I(q)$ profilfüggvény Lorentz alakú, aminek a félértékszélessége az alábbi módon függ az ikresedés valószínűségétől:

$$FWHM_q = \frac{2\beta}{D\sqrt{1-\beta}}. \quad (116b)$$

Vizsgáljuk meg egy valós kristály esetén mennyire tér el az $I(q)$ az $I_{egz}(q)$ profilfüggvénytől. Legyen $D = 0.1$ nm és $\beta = 10\%$. Az 5. ábrán látható, hogy a két profilfüggvény gyakorlatilag megegyezik, a legnagyobb relatív eltérés közöttük 10^{-5} nagyságrendű. A független lamellák modellje alapján kiszámolt Lorentz alakú profil jól illeszkedik a DIFFaX által numerikusan szimulált intenzitás eloszláshoz. Ezek az intenzitás eloszlások, amelyek egy-egy reciprok rácsponthoz tartoznak és valójában egy-egy úgynevezett streak intenzitás eloszlását adják meg, a továbbiakban alreflexiónak nevezem. Egy-egy alreflexió egy-egy meghatározott hkl síkhoz tartozik, ennek megfelelően ezeket mindig a 4-es index jelöléssel fogom jellemezni.



5. ábra: Olyan D és β értékek mellett, amelyek egy kristályban előfordulhatnak, az $I(q)$ és az $I_{egz}(q)$ profilfüggvény relatív különbsége elhanyagolható.



6. ábra: A független lamellák modelljéből adódó Lorentz profilalak (folytonos görbe) jól illeszkedik az $10\bar{1}2$ jellegű ikerhibák esetén az $11\bar{2}2$ Ti alreflexió numerikusan szimulált adatsorához (üres körök).

Az 6. ábrán a numerikusan szimulált $11\bar{2}2$ Ti alreflexió látható $10\bar{1}2$ síkon történő ikresedés esetén. A körök által kirajzolt szimulált profilra nagyon jól illeszhető egy Lorentz alakú függvény, az eltérés elhanyagolható.

A q változó helyett bevezettem az L' dimenziótlan változót, ami az 3.1.1. fejezetben definiált triklin koordináta-rendszerek harmadik Miller indexe.

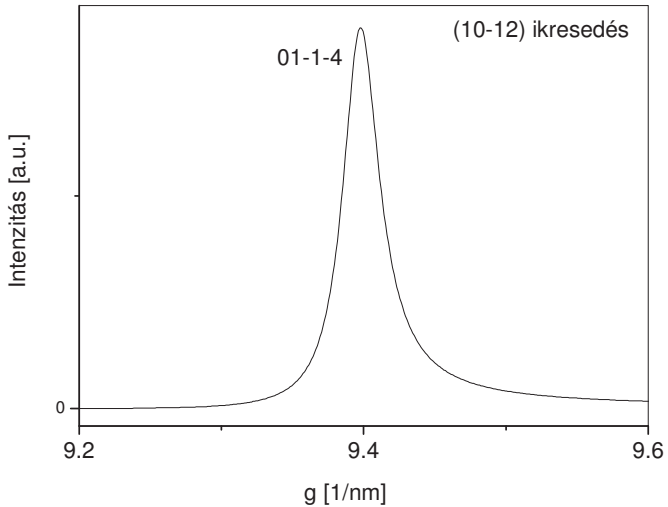
$$L' = \frac{q}{q_0}, \quad (116c)$$

ahol q_0 állandó. Az új változóval a Lorentz profilalak és annak a félértékszélességét leíró függvény az alábbi formát ölti:

$$I(L') = \frac{I_0}{1 + \frac{4L'^2}{(FWHM_{triklin})^2}}, \quad FWHM_{triklin} = \frac{2\beta}{D_{tri}\sqrt{1-\beta}}, \quad (116d)$$

ahol D_{tri} egy állandó.

Nagyobb ikerhiba sűrűség vagy közeli kristály és ikerkristály reflexiók esetén szembevetően aszimmetrikussá válnak a profilfüggvények. Az 7. ábrán látható, hogy a numerikusan szimulált $01\bar{1}\bar{4}$ alreflexió az $10\bar{1}2$ síkon történő ikresedés esetén erőteljesen aszimmetrikus.



7. ábra: A DIFFaX segítségével numerikusan szimulált $01\bar{1}4$ alreflexió az $10\bar{1}2$ síkon történő ikresedés esetén aszimmetrikus, alakja nem írható le egy egyszerű Lorentz függvénnyel

3.1.2.1.2. Az első közelítés finomítása: második közelítés illetve a kettős lamella modell

Annak az oka, hogy nem minden alreflexió Lorentz alakú a lamellák közötti korrelációban és az ebből eredő interferenciában keresendő, amit a független lamellákat feltételező modell nem vesz figyelembe.

Ahhoz, hogy a valóságot jól leíró profilfüggvényt kapjunk, két tulajdonsággal kiegészítettem az egy-lamella modellt:

(i) Az ikresedett kristály lamelláinak egyik fontos tulajdonsága a *tükörszimmetria*. Két szomszédos lamella kristálykoordinátái egymás tükörképei az ikresedés sfkjára nézve. Mivel egy lamellához mindig tartozik egy kristálytanilag

tükörszimmetrikus iker-lamella, a reciprok térben a kristály reciprok rácspontjai mellett megjelennek az ikerkristály reciprok rácspontjai is. Az ikerkristály reciproktere a kristály reciprokterének a tükörképe az ikresedéssel párhuzamos, origót tartalmazó síkra nézve. Így az ikerkristály reciprok rácspontjai ugyanazon egyenesekre kerülnek, amik mentén a kristály reciprok rácspontjai kiszélesednek. A kristályszerkezet és az ikresedő sík típusa határozza meg, hogyan helyezkednek el a kristály és az ikerkristály reciprok rácspontjai egymáshoz képest.

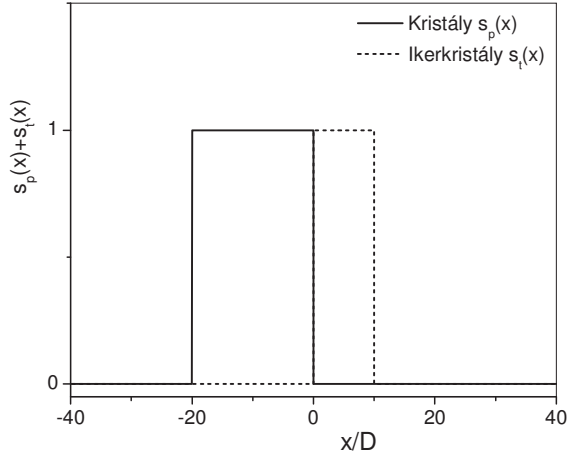
(ii) A másik fontos tulajdonság az, hogy a lamellák térbeli helyzete sem véletlenszerű, ugyanis ezek egymás mellett helyezkednek el, emiatt a különböző lamellákról szóródó hullámok koherensen adódnak össze.

Az (i) és (ii) tulajdonságok alapján bevezetem a *kettős lamella* fogalmát. Tekintsük az ikresedett kristályt független *kettős lamellák* összességének. A kettős lamella egyik oldala kristály, a másik oldala ikerkristály és e két oldal nem független egymástól. Az egyszerűség kedvéért csak a kristály és a szomszédos ikerkristály lamellát kapcsolom össze, a magasabb rendű szomszédokat függetlennek tekintem. Az alábbi számítások igazolják, hogy ez a javított közelítés már jól írja le az ikresedéshez tartozó profilfüggvényt.

Legyen a kristály oldal lamellájának mérete $n_p D$, az ikerkristály oldalé $n_t D$. A kettős lamellát az $s_p(x)$ és $s_t(x)$ ablakfüggvényekkel modellezzük, ahogy az 8. ábra is mutatja. Úgy definiálom a két ablakfüggvényt, hogy a kristály és ikerkristály határa a 0-ban legyen:

$$s_p(x) = H(x + n_p D) - H(x), \quad (117a)$$

$$s_t(x) = H(x) - H(x - n_t D). \quad (117b)$$



8. ábra: A kettős lamella modell $s_p(x)$ és $s_t(x)$ ablakfüggvényei. A két lamella így már nem független egymástól, relatív helyzetük a térben meghatározott, így a két lamelláról szóródó sugárzás amplitúdói adódnak össze, nem pedig az intenzitásuk.

A kristály és ikerkristály oldal méreteit a $W_{n_p}(\beta)$ és $W_{n_t}(\beta)$ negatív binomiális eloszlások adják, a két oldal mérete egymástól független:

$$W_{n_p}(\beta) = \beta(1 - \beta)^{n_p - 1}, \quad (118a)$$

$$W_{n_t}(\beta) = \beta(1 - \beta)^{n_t - 1} \quad n_p, n_t \in \mathbb{N}^*, \quad 0 < \beta < 1. \quad (118b)$$

A kettős lamella kristályon szóródó hullám amplitúdója:

$$A_{Dp}(L' - L'_p) = \int_{-\infty}^{\infty} s_p(x) dx = \frac{2 \sin\left(\frac{(L' - L'_p)q_0 D n_p}{2}\right)}{(L' - L'_p)q_0} e^{i\frac{1}{2}(L' - L'_p)q_0 D n_p}. \quad (119)$$

Az ikerkristályon szóródó hullám amplitúdója:

$$A_{D_t}(L' - L'_t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_t(x) dx = \frac{2 \sin\left(\frac{(L' - L'_t)q_0 D n_t}{2}\right)}{(L' - L'_t)q_0} e^{-i\frac{1}{2}(L' - L'_t)q_0 D n_t}. \quad (120)$$

ahol L'_p és L'_t a kristály illetve az ikerkristály két egymáshoz közeli reciprok rácpontjának a koordinátája ugyanazon a HK egyenesen és $L'_t \neq L'_p$.

A kettős lamella kristályról és az ikerkristályról szóródó hullámok *koherensen adódnak össze*, mert a két kristályfél egymáshoz képest rögzített helyzetben van. Így egy $n_p D$ és $n_t D$ méretű kettős lamelláról szórt amplitúdó:

$$A_D(L') = A_{Dp}(L' - L'_p) + A_{Dt}(L' - L'_t). \quad (121)$$

Egy kettős lamelláról szórt intenzitás:

$$I_D(L') = \left| A_{Dp}(L' - L'_p) + A_{Dt}(L' - L'_t) \right|^2. \quad (122)$$

A teljes intenzitást az összes kettős lamelláról szórt intenzitásnak a $W_{n_p}(\beta)$ és $W_{n_t}(\beta)$ méreteztlásokkal súlyozott összegeként kapjuk:

$$I(L') = \sum_{n_p, n_t=1}^{\infty} W_{n_p} W_{n_t} \left| A_{Dp}(L' - L'_p) + A_{Dt}(L' - L'_t) \right|^2. \quad (123)$$

Ha a fenti összegzésbe behelyettesítjük a szórt amplitúdókat az (119) és (120) alapján, megfelelő algebrai átalakítások után a teljes intenzitás az alábbi alakban írható fel:

$$I(L') = I_p(L' - L'_p) + I_t(L' - L'_t) + Const \cdot Interf, \quad (124)$$

ahol $I_p(L' - L'_p)$ és $I_t(L' - L'_t)$ a kristály illetve az ikerkristály reciprok rácpontjainak a helyén lévő azonos félértékisélességű Lorentz függvények.

$$I_p(L' - L'_p) = \frac{I_0}{1 + \frac{s(L' - L'_p)^2}{(FWHM_{triklin})^2}}, \quad (125a)$$

$$I_t(L' - L'_t) = \frac{I_0}{1 + \frac{4((L' - L'_t))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}}. \quad (125b)$$

Az (124) egyenletben Lorentz függvények mellett megjelenő *Interf* tag jelenlétét a kötérs lamellákon belül koherensen összeadóó hullámok miatt fellépő interferenciaeffektus okozza.

$$Interf = \left\{ \frac{(L' - L'_p)(L' - L'_t)}{\left[1 + \frac{4((L' - L'_p))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}\right] \left[1 + \frac{4((L' - L'_t))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}\right]} + (FWHM_{\text{triklin}})^2 \right\}. \quad (126)$$

Az *Interf* kifejezésében látható, hogy az $(L' - L'_p)$ -nek és $(L' - L'_t)$ -nek is függvénye, tehát az $I(L')$ függvény egyszerre írja le a kristály és az ikerkristály által szórt intenzitást. Azonban szükségünk van egy olyan profilfüggvényre, ami egyenként is leírja az így keletkező alreflexiók intenzitáseloszlását.

Ahhoz, hogy meghatározzam a kristály alreflexióinak a profilfüggvényét, Taylor sorba fejtettem az *Interf* kifejezést az $(L' - L'_p)$ helyen:

$$Interf(L' - L'_p) = \frac{1}{\left(1 + \frac{4((L' - L'_p))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}\right)} \left\{ \frac{(FWHM_{\text{triklin}})^2}{1 + \frac{4((L' - L'_p))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}} + \left[\frac{L'_t - L'_p}{1 + \frac{4((L' - L'_p))^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}} \left(1 - \frac{2(FWHM_{\text{triklin}})^2}{((L'_t - L'_p)^2 + (FWHM_{\text{triklin}})^2)}\right) \right] (L' - L'_p) \right\} + \dots, \quad L'_t \neq L'_p. \quad (127)$$

Alkalmazunk néhány új jelölést a fenti sorfejtés eredményére:

$$Interf(L' - L'_p) = I_p(L' - L'_p) [Const' + Asym' \cdot (L' - L'_p)], \quad (128)$$

ahol $Const' + Asym' \cdot (L' - L'_p)$ -vel jelölöm a kapcsos zárójelben lévő részt. Ezen belül az *Asym'* kifejezés:

$$Asym' = \left\{ \frac{L'_t - L'_p}{1 + \frac{4(L'_t - L'_p)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} \left[1 - \frac{2(FWHM_{triklin})^2}{((L'_t - L'_p)^2 + (FWHM_{triklin})^2)} \right] \right\}. \quad (129)$$

Hasonlóan az (127) kifejezéshez, ha az $(L' - L'_t)$ helyen fejtjük sorba az *Interf* kifejezést, akkor az (128)-hoz hasonló kifejezést kapunk, azonban az *Asym'* tag ellentétes előjellel szerepel:

$$Interf(L' - L'_t) = I_t(L' - L'_t)[Const' - Asym' \cdot (L' - L'_t)]. \quad (130)$$

Összegezve az (124)-(130) összefüggéseket, a teljes intenzitás a következő:

$$I(L') = I_p(L' - L'_p) + I_t(L' - L'_t) + I_p(L' - L'_p)[Const' + Asym' \cdot (L' - L'_p)] + I_t(L' - L'_t)[Const' - Asym' \cdot (L' - L'_t)]. \quad (131)$$

Az algebrai átalakítások után és a konstansokat az intenzitás maximumába definiálva adódik:

$$I(L') = \frac{I_0}{1 + \frac{4(L' - L'_p)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} [1 + Asym \cdot (L' - L'_p)] + \frac{I_0}{1 + \frac{4(L' - L'_t)^2}{(FWHM_{triklin})^2}} [1 - Asym \cdot (L' - L'_t)] + \dots$$

$$\text{ahol } FWHM_{triklin} = \frac{2\beta}{D_{triklin}\sqrt{1-\beta}}, \quad L'_t \neq L'_p. \quad (132)$$

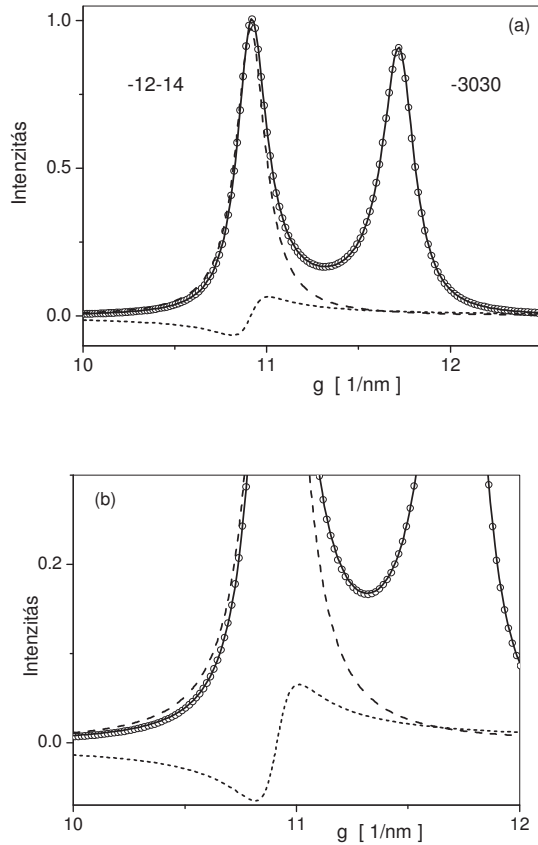
Az (132) összefüggés alapján elmondható, hogy a kristály és ikerkristály alreflexiója két egyforma széles Lorentz függvény, amikhez hozzáadódik ellentétes előjelekkel egy-egy aszimmetrikus tag. Az *Asym* a két alreflexió interferenciája miatt jön létre és csak a β ikerhatár sűrűségétől, illetve a két alreflexió közötti $L'_t - L'_p$ távolságtól függ. Az aszimmetria annál jelentősebb, minél nagyobb az ikerhatár sűrűség és minél közelebb van egymáshoz a kristály és ikerkristály alreflexió a reciprok térben. Úgy is fogalmazhatunk, hogy az aszimmetriát a két alreflexió átfedésének mértéke határozza meg.

A fenti számítások alapján tehát az *ikresedés esetén kialakuló vonalprofil alakja:*

$$I(L') = \frac{I_0}{1 + \frac{4(L' - L'_0)^2}{(FWHM_{\text{triklin}})^2}} [1 + Asym \cdot (L' - L'_0)], \quad (133)$$

$$\text{ahol } FWHM_{\text{triklin}} = \frac{2\beta}{D_{\text{trik}}\sqrt{1-\beta}}.$$

Az 9. ábrán a $\bar{1}2\bar{1}4$ és $\bar{3}030$ Ti alreflexió látható $11\bar{2}2$ típusú $\beta=4\%$ sűrűségű ikerhatár esetén. A körök a DIFFaX által numerikusan szimulált alreflexiókat reprezentálják. Mindkét alreflexióra az (133)-ban megadott aszimmetrikus profilfüggvényt illesztettem, amit a folytonos vonal reprezentál. Látható, hogy az (133)-ban megadott profilalak nagyon jól illeszkedik a numerikusan szimulált adathoz. Az $\bar{1}2\bar{1}4$ alreflexió esetében a hosszan szaggatott vonal a szimmetrikus Lorentz komponenst, míg a röviden szaggatott vonal az antiszimmetrikus komponenst reprezentálja, egyezésben az (133) összefüggésben megadott profilalakkal. A két komponens összege adja a teljes profil alakot.



9. ábra: Az (133)-ban megadott profilalak nagyon jól illeszhető a DIFFaX által numerikusan szimulált adathoz. Az $\bar{1}2\bar{1}4$ alreflexió esetében a hosszán szaggatott vonal a szimmetrikus Lorentz komponenst, míg a röviden szaggatott vonal az antiszimmetrikus komponenst reprezentálja. A két komponens összege adja a teljes profil alakot, amit a folytonos vonal reprezentál.

Az (133)-ban megadott vonalprofil alakban szereplő $FWHM_{triklin}$ paraméter a szimmetrikus Lorentz félértékszélessége, nem a teljes profilé, mert azt az $Asym$ is kismértékben befolyásolja.

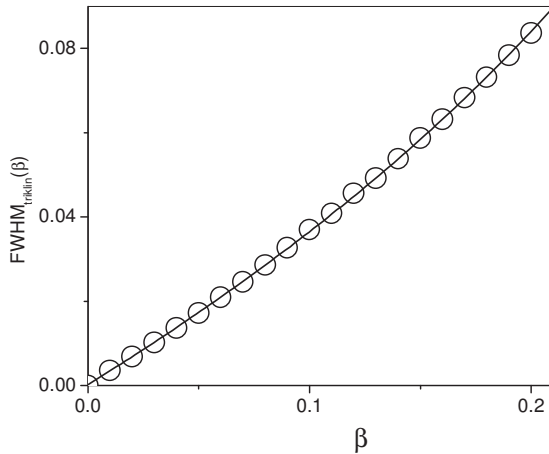
Az (133) kifejezésből következik, hogy egy teljes profil jellemzéséhez két paraméterre van szükség:

(i) az $FWHM_{triklin}(\beta)$ értékére, ami az L' triklin koordináta rendszerbeli változóban kifejezve minden, az ikresedés által kiszélesedett, alreflexió esetén ugyanaz és független az ikresedés síkjától. Csak a β ikerhatár sűrűségtől függ a félértékszélesség értéke, amikor a triklin koordináta-rendszer L' változójával van kifejezve. Ezt a DIFFaX segítségével végzett numerikus számítások is igazolják. Az $FWHM_{triklin}$ a következőképpen függ az ikerhatársűrűségtől (133):

$$FWHM_{triklin}(\beta) = \frac{2\beta}{D_{tri}\sqrt{1-\beta}}, \quad (134)$$

ahol $D_{tri} = 5.775$, $0 < \beta < 1$.

Az 10. ábrán az üres körök a DIFFaX által numerikusan szimulált $FWHM_{triklin}$ értékeket mutatják. Ezekhez az értékekhez hozzáillesztettem az $FWHM_{triklin}$ analitikusan meghatározott függvényalakját, amiből $D_{tri} = 5.775$ érték adódik. A D_{tri} értéke dimenziótlan, mivel az L' is egy dimenziótlan változó. D_{tri} értéke ugyanaz mind a négy tárgyalt ikresedési síkra, mert a síktávolságok és a rácsparaméterek az L' változóhoz tartozó triklin koordináta-rendszerek bázisvektorainak a hosszába vannak jelen. Emiatt az $FWHM_{triklin}$ értékei az a és c rácsparamétertől és ikersík típusától is függetlenek.



10. ábra: Az $FWHM_{triklin}$ β függése. A körök a DIFFaX szimulált adatai, a folytonos vonal az (133)-ban szereplő illesztett függvény. Az illesztésből $D_m = 5.775$ adódik. Az $FWHM_{triklin}$ értékei függetlenek a hkl -től, a rácsparaméterek értékeitől és az ikersík típusától.

A diffrakciós vektor abszolút értékében kifejezett $FWHM(g)$ értékek már jelentős hkl , rácsparaméter és ikersík típus függést mutatnak, ahogyan ezt a (143)-(146) formulák mutatják. A részletek a következő fejezetben találhatóak.

(ii) szükség van még az $Asym(\beta, \dots)$ értékére, ami az ikerhatár sűrűségétől és a szomszédos alreflexiók helyzetétől is függ. Az $Asym$ értékeit a DIFFaX numerikus számításából határozzuk meg.

3.1.2.1.3. Alreflexiók, amik nem szélesednek az ikresedés hatására

Annak ellenére, hogy a kettős lamella modell egy egyszerűsített leírása az ikresedő kristályoknak, jól adja meg a kiszélesedő profilok alakját. Azonban a modell

nem használható abban az esetben, amikor a kristály és az ikerkristály alreflexiói egybeesnek, vagyis $L'_t = L'_p$.

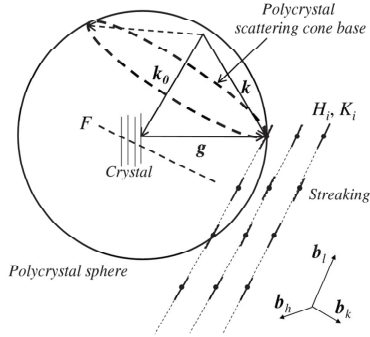
Abban az esetben amikor $L'_t = L'_p$, az alreflexiókra nincs hatással a kristály ikresedése, vonalprofiljuk Dirac-delta függvénnyel jellemezhető. Egy ilyen alreflexió szempontjából az ikerhatárok nem bontják meg a kristály hosszútávú rendjét. Ezt az effektust a DIFFaX numerikus számításai is alátámasztják.

Ikresedés típusa	$\{10.1\}\langle 10.\bar{2}\rangle$ kompressziós	$\{11.2\}\langle 11.\bar{3}\rangle$ kompressziós	$\{10.2\}\langle 10.\bar{1}\rangle$ dilatációs	$\{11.1\}\langle \bar{1}\bar{1}.6\rangle$ dilatációs
Dirac delta jellegű alreflexiók <i>hcp</i> indexei	$(h, 2(l+h), l)$	$(h, k, h+k)$	$(h, k, 2h+k)$	$(h, k, \frac{h+k}{2})$

2. táblázat: A Dirac delta jellegű alreflexiók Miller indexei az ikresedés típusának függvényében, a négy vizsgált ikertípus esetében.

3.1.3. Az alreflexiók szélesedésének *hkl* függése

A reciprok tér bármelyik pontját jellemezhetjük egy \mathbf{b} vektorral. Ha \mathbf{b} egy HKL' indexű reciprok rácspontba mutat, akkor $\mathbf{b} = H\mathbf{b}_{h'} + K\mathbf{b}_{k'} + L'\mathbf{b}_l$, ahol H, K, L' a triklin Miller indexek, egész számok. Mivel a reciprok rácspontok csak a \mathbf{b}_l irányba szélesednek, terjesszük ki az L' indexet a valós számok halmazára. Így adott $H, K \in \mathbb{Z}$ indexek esetén a \mathbf{b}_{HK} vektorok összessége egy a \mathbf{b}_l vektorral párhuzamos egyenest ír le, amelynek eleme az összes H, K indexekkel rendelkező rácspont és amely mentén az ikresedés okozta rácspont kiszélesedés is történik. Az 11. ábrán jól látható, hogy mindegyik egyenes jellemezhető egy H, K Miller index párral.



11. ábra: Az ikresedés okozta reciprok rácspontok kiszélesedése a b_l vektorral párhuzamos egyenesek mentén történik. Mindegyik egyeneshez hozzárendelhető egy egyedi (H, K) Miller index pár, az L' index pedig egy folytonos változó lesz az egyenesek mentén. Pordiffrakció esetén egy adott g értéknél a szórt intenzitást a g sugarú polikristályos gömb felületén lévő reciprok térbeli intenzitás integráltjaként kapjuk.

Tudjuk, hogy hcp Miller indexekkel kifejezve egy hkl rácspontnak megfelelő reciproktér vektornak az abszolútértéke:

$$g_{hkl} = \sqrt{\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}} \quad (135)$$

A triklin koordináta-rendszerekben érvényes transzformációk alapján, amit a (95), (99), (103) és a (107) kifejezések adnak meg a fenti egyenlet a következőképpen módosul:

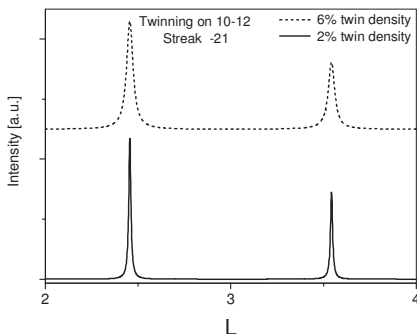
$$g_{10\bar{1}1} = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{12(L'^2 + HL' + H^2)}{a^2} + \frac{9(K-L')^2}{c^2}}, \quad (136)$$

$$g_{10\bar{1}2} = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{12(L'^2 + KL' + K^2)}{a^2} + \frac{9(-H + 2L')^2}{c^2}}, \quad (137)$$

$$g_{11\bar{2}1} = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{12[L'^2 + L'(-H + L') + (-H + L')^2]}{a^2} + \frac{9(-K - L')^2}{c^2}}, \quad (138)$$

$$g_{11\bar{2}2} = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{12[L'^2 + L'(-H+L') + (-H+L')^2]}{a^2} + \frac{9(-2H-K+2L')^2}{c^2}}. \quad (139)$$

Az előző fejezetben tárgyalt kettős lamella modellből következik, hogy az L' változó függvényében egy-egy streak-hez tartozó vonalprofil illetve ennek megfelelő alreflexió kiszélesedése csak az ikerhiba sűrűségétől függ. Ezt a viselkedést a DIFFaX segítségével végzett numerikus számolások is alátámasztják, amint az 12. ábrán is látható.



12. ábra: A reciprok térben a rácspontok kiszélesedése csak a β sűrűség függvénye.

A (136)-(139) képletek megadják, hogy a reciprok tér egy adott H, K, L' számhármassal jellemzett pontjához mekkora diffrakciós vektor tartozik. Tudjuk, hogy a koordináta-rendszerek úgy lettek megszerkesztve, hogy a reciprok rácspontok kiszélesedése csak az L' változó függvénye legyen. Ezt felhasználva kiszámíthatjuk, hogy az L' megváltozása mekkora változást okoz a diffrakciós vektor abszolút értékében. Ehhez deriválnunk kell a (136)-(139) függvényeket L' szerint. Az $11\bar{2}1$ sík esetében:

$$\frac{dg_{11\bar{2}1}}{dL'} = \frac{2Hc^2 - 4L'c^2 + Ka^2 - L'a^2}{a^2c^2 \sqrt{\frac{12(L'^2 + L'(-H+L') + (-H+L')^2)}{a^2} + \frac{9(-K-L')^2}{c^2}}}. \quad (140)$$

A (138) képlet és a (102) transzformáció segítségével a fenti összefüggést felírhatjuk a *hcp* koordináta-rendszer Miller indexeivel:

$$\frac{dg_{11\bar{2}1}}{dL'} = \frac{2}{g_{11\bar{2}1}} \left(\frac{2c^2h+2c^2k+a^2l}{2a^2c^2} \right). \quad (141)$$

Ebből következik, hogy a diffrakciós vektor megváltozása az L' megváltozásának függvényében:

$$dg_{11\bar{2}1} = \frac{2}{g_{11\bar{2}1}} \left(\frac{2c^2h+2c^2k+a^2l}{2a^2c^2} \right) dL'. \quad (142)$$

A fenti egyenlet alapján kijelenthetjük, hogy egy, a $11\bar{2}1$ síkon ikresedő kristály, alreflexiójának szélessége:

$$FWHM_{11\bar{2}1}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{2c^2h+2c^2k+a^2l}{2a^2c^2} \right| FWHM_{\text{triklin}}. \quad (143)$$

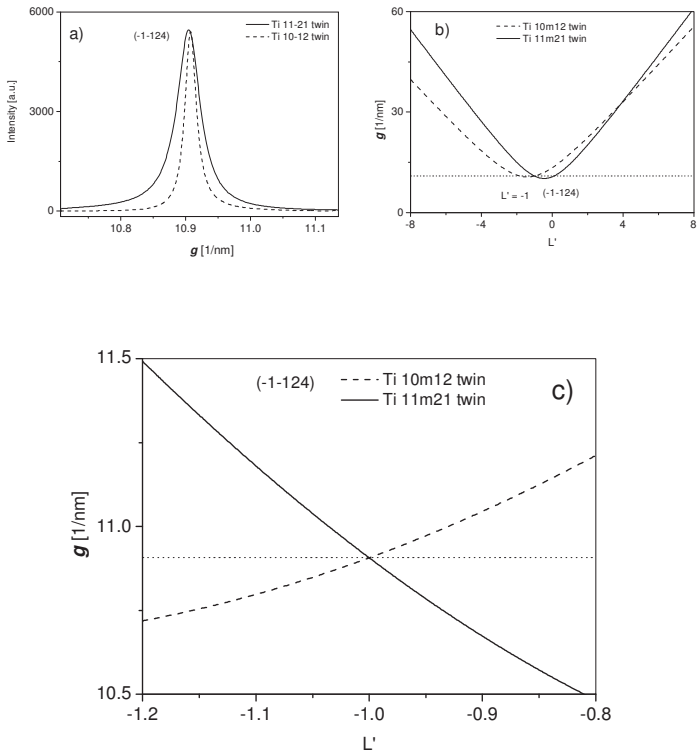
Hasonlóan az $11\bar{2}1$ ikersíkhhoz, a másik három ikresedés típus esetén a szélesedés hkl függése:

$$FWHM_{10\bar{1}1}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{4c^2h+2c^2k-3a^2l}{6a^2c^2} \right| FWHM_{\text{triklin}}, \quad (144)$$

$$FWHM_{10\bar{1}2}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{2c^2h+c^2k+3a^2l}{3a^2c^2} \right| FWHM_{\text{triklin}}, \quad (145)$$

$$FWHM_{11\bar{2}2}(g) = \frac{2}{g} \left| \frac{c^2h+c^2k+a^2l}{a^2c^2} \right| FWHM_{\text{triklin}}. \quad (146)$$

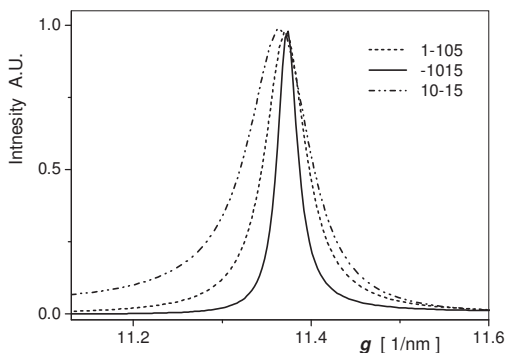
Az 13. (a) ábrán a $\bar{1}\bar{1}24$ numerikusan számolt alreflexió látható, az $11\bar{2}1$ és $10\bar{1}2$ síkon történő ikresedés esetén. Mindkét esetben az ikerhatár sűrűség egyforma, így a reciprok térben az $FWHM_{\text{triklin}}$ ugyanaz. A g -ben kifejezett félérték szélességek különböznek, ahogy a (143) és a (145) által megadott $FWHM(g)$ is mutatja. Behelyettesítve az alreflexió indexeit a (143) és a (145) formulákba, kiderül, hogy a számolt és a szimulált félérték szélességek megegyeznek.



13. ábra: (a) A $\bar{1}\bar{1}24$ numerikusan számolt alreflexió, az $11\bar{2}1$ és $10\bar{1}2$ síkon történő ikresedés esetén. (b) A $g_{11\bar{2}1}$ és $g_{10\bar{1}2}$ függvények. (c) A $g_{11\bar{2}1}$ és $g_{10\bar{1}2}$ függvények görbülete egy extrém magas ikerhatár sűrűség esetén létrejövő szélesedés esetén is jól közelíthető egy lineárisval, így a (143)-(146) képletek alkalmazhatók a hkl függés leírására.

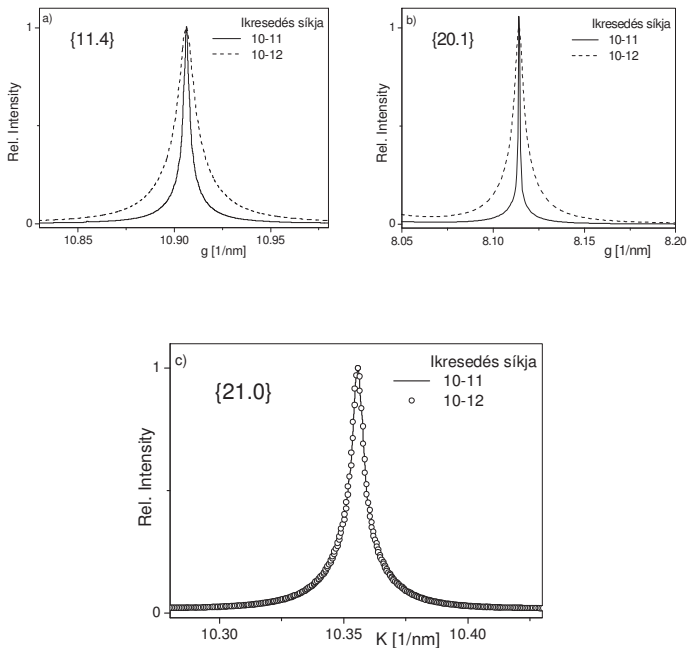
A félértékszélességeket leíró (143)-(146) összefüggések akkor adnak jó eredményt, ha a g -t leíró (136)-(139) függvények jól közelíthetők egy lineáris összefüggéssel a kiszélesedő reflexió környezetében. Az 13. (b) ábrán a $g_{11\bar{2}1}$ és $g_{10\bar{1}2}$ függvények láthatók. Mindkét függvény a lokális minimum környékét leszámítva gyakorlatilag lineáris, tehát azokon a tartományokon a (143)-(146) összefüggések biztosan jó eredményt adnak. Azonban ha közelebről megvizsgáljuk a lokális minimum környezetét, kiderül, hogy akkora L' intervallumon, amekkora egy kiszélesedő alreflexió lehet, ugyancsak jó a lineáris közelítés. A 13. (c) ábrán a pontozott vonal az $(\bar{1}\bar{1}24)$ alreflexió pozícióját jelöli, aminek a Bragg pozíciója az $L' = -1$ értéknél van. Extrém magas, 15% körüli ikerhatár sűrűség esetében is a félértékszélesség értéke $\Delta L' \cong 0.12$ körül mozog, ami még mindig benne van a lokálisan lineáris tartományban, ahogy az 13. (c) ábrán is megfigyelhető.

A teljes pordiffrakciós reflexiót úgy kapjuk, ha összeadjuk az összes alreflexió járulékát. Az 14. ábra az (10.5) reflexió DIFFaX által számolt alreflexióit mutatja 4%, $11\bar{2}2$ típusú ikerhatár sűrűség esetén. Az alreflexiók különbözőképpen szélesednek, összhangban a (146) képlettel.



14. ábra: Az (10.5) pordiffrakciós reflexió különböző hkl függéssel rendelkező alreflexiói.

Az 15. ábra a reflexiók kiszélesedésének az ikersík típusától való függését demonstrálja, az ábrán szereplő profilokat a DIFFaX program segítségével numerikusan számoltam. Az 15. (a) és (b) ábrák az {11.4} és a {20.1} pordiffrakciós reflexiókat mutatják 4% ikerhatár sűrűség esetén az $10\bar{1}1$ illetve az $10\bar{1}2$ ikresedési síkokon. Látható, hogy a szélesedés mértéke jelentősen függ az ikersík típusától az (a) és (b) esetben. Az 15. (c) ábrán látható, hogy a {21.0} pordiffrakciós reflexió esetén nincs különbség a szélesedésben a két ikerhiba típus esetén. Ezt az effektust a (144) és (145) elméleti képletek is alátámasztják, ugyanis az $l=0$ esetben mind a két kifejezés ugyanazt a szélesedést adja az összes, páronként megfelelő alreflexióknak, így a pordiffrakciós profiloknak is meg kell egyezniük.



15. ábra: Az (a) és (b) ábrák az {11.4} és a {20.1} pordiffrakciós reflexiókat mutatják 4% ikerhatár sűrűség esetén az $10\bar{1}1$ illetve az $10\bar{1}2$ ikeresedési síkokon. Látható, hogy a szélesedés mértéke jelentősen függ az ikersík típusától. A (c) ábrán a {21.0} pordiffrakciós reflexió esetén nincs különbség a szélesedésben a két ikerhiba típus esetén, amit a (144) és (145) elméleti képletek is alátámasztanak.

3.2. Lapcentrált köbös kristályban lehetséges síkhibák hatásának elméleti leírása

3.2.1. Síkhibákhoz illeszkedő koordinátarendszer *fcc* kristályok esetén

A hexagonális kristályok esetéhez hasonlóan, lapcentrált köbös esetben is be kell vezetni egy olyan koordinátarendszert, ami illeszkedik a síkhibákhoz.

Lapcentrált köbös kristályokban az ikerhibák illetve a különböző típusú rétegződési hibák az 111 síkon fordulnak elő leggyakrabban. Ezért egy olyan koordinátarendszer kell találnunk, ami az ilyen síkokhoz illeszkedik.

Legyen \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 és \mathbf{a}_3 a köbös kristály három bázisvektora. Tudjuk, hogy a három bázisvektor azonos nagyságú és merőleges egymásra:

$$|\mathbf{a}_i| = a \quad , \quad \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j = \delta_{ij}a^2 \quad (147)$$

Az 111 síkon az atomok egy kétdimenziós hexagonális rácsban helyezkednek el. Ahhoz, hogy az új koordinátarendszer illeszkedjen a síkhibákhoz, két bázisvektorának párhuzamosnak kell lennie az 111 síkkal. A harmadik bázisvektort pedig merőlegesre kell választani, hogy az új koordinátarendszer összhangban legyen az *fcc* kristály parciálisan merohedrális jellegével. Az 111 síkban levő két bázisvektornak két, egymással 120°-os szöget bezáró rácsvektort választottam és így az új koordinátarendszer hexagonális jellegű lesz.

Legyen \mathbf{A}_1 , \mathbf{A}_2 és \mathbf{A}_3 az *fcc* síkhibákhoz illeszkedő hexagonális koordinátarendszer. A fenti megfontolások alapján definiáljuk a három bázisvektort:

$$\begin{cases} \mathbf{A}_1 = -\frac{1}{2}\mathbf{a}_1 + \frac{1}{2}\mathbf{a}_2 \\ \mathbf{A}_2 = -\frac{1}{2}\mathbf{a}_2 + \frac{1}{2}\mathbf{a}_3 \\ \mathbf{A}_3 = \mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2 + \mathbf{a}_3 \end{cases} \quad (148)$$

Az \mathbf{A}_1 és \mathbf{A}_2 az 111 síkkal párhuzamos, $\frac{a}{\sqrt{2}}$ hosszúságú bázisvektor, az \mathbf{A}_3 pedig párhuzamos a köbös kristály elemi cellájának testátlójával, tehát merőleges az 111 síkra.

Az A_3 hossza $a\sqrt{3}$, ami háromszorosa az 111 síkrendszer rétegződési távolságának, ami megegyezik két azonos típusú A, B vagy C sík távolságával.

A hexagonális és köbös koordináta-rendszerek bázisvektorai közötti kapcsolatot mátrix alakban is felírhatjuk:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{A}_1 \\ \mathbf{A}_2 \\ \mathbf{A}_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & -\frac{1}{2} & \frac{1}{2} \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_3 \end{pmatrix}. \quad (149)$$

Az inverz transzformáció:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_3 \end{pmatrix} = \frac{4}{3} \begin{pmatrix} -1 & -\frac{1}{2} & \frac{1}{4} \\ \frac{1}{2} & -\frac{1}{2} & \frac{1}{4} \\ \frac{1}{2} & 1 & \frac{1}{4} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{A}_1 \\ \mathbf{A}_2 \\ \mathbf{A}_3 \end{pmatrix}. \quad (150)$$

A két koordináta-rendszerben definiált Miller indexek transzformációja ugyanolyan, mint a bázisvektoroké.

$$\begin{pmatrix} H \\ K \\ L \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & -\frac{1}{2} & \frac{1}{2} \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}. \quad (151)$$

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \frac{4}{3} \begin{pmatrix} -1 & -\frac{1}{2} & \frac{1}{4} \\ \frac{1}{2} & -\frac{1}{2} & \frac{1}{4} \\ \frac{1}{2} & 1 & \frac{1}{4} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} H \\ K \\ L \end{pmatrix}. \quad (152)$$

3.2.2. A rétegződési hibák hatása a reciprok tér rácpontjaira

A 3.1. fejezetben a *hcp* kristályok piramidális síkjain fellépő ikresedés vonalszélesedésére gyakorolt hatásának elméletét tárgyaltam. Ez az elméleti tárgyalás ikerhibák esetében kristályrendszertől függetlenül teljesen általános. A kettős lamella

modell, amellyel a 3.1. fejezetben az ikresedést leírtam, nem alkalmazható rétegződési hibák leírására. Az ugyanis nem adja meg a rétegződési hibák okozta vonaleltolódást, ami egyébként az egyik lényeges kvalitatív különbség az ikerhatárok illetve rétegződési hibák okozta hatások között. A jelen fejezetben kifejezetten a rétegződési hibák hatásának leírására vonatkozó teljesen általános elméleti tárgyalását írom le.

Az alábbi analitikus számolással meghatározhatjuk, hogyan változik meg egy kristály reciproktere, ha véletlenszerű rétegződési hibák vannak jelen. E számolás minden olyan kristály esetében alkalmazható, amiben rétegződési hibák vannak.

Tekintsünk egy tetszőleges kristályszerkezetet, amiben egy adott kristálysíkon rétegződési hibák jöhetnek létre. Ha ismerjük a szóban forgó kristálysíkban az atomok pozícióját és az eltolási vektort, ami két egymást követő sík helyzetét adja meg, akkor a teljes kristály szerkezetét ismerjük.

Jelölje \mathbf{R}_{nl} az atomok helyzetét a kristályban. Válasszuk ki azt a kristálysíkot, amelyiknek a periodikus rétegződésekként akarjuk leírni a kristályunkat és az \mathbf{R}_{nl} atomi koordinátákat írjuk át a következő alakra:

$$\mathbf{R}_{nl} = \mathbf{a}_n + \mathbf{a}_l, \quad (153)$$

ahol \mathbf{a}_n az n -ik kristálysík pozíciója, \mathbf{a}_l pedig az l -ik atom helyzete az n -ik síkon belül. Egy kristályról szórt hullám amplitúdója a következő alakban írható:

$$A(\mathbf{q}) = F(\mathbf{q}) \sum_{n,l} e^{i\mathbf{q}\mathbf{R}_{nl}}, \quad (154)$$

ahol \mathbf{q} a reciprok tér koordinátája, $F(\mathbf{q})$ pedig a szerkezeti tényező. Helyettesítsük be a fenti kifejezésbe az (153) egyenletet, ami definiálja a vizsgált rétegződés típusát, majd végezzük el a szumma műveletet az l változóra, vagyis az adott kristálysíkon található atomokra. Jelöljük egy adott síkról szóródó hullám amplitúdóját $A_0(\mathbf{q})$ -val:

$$A(\mathbf{q}) = F(\mathbf{q})A_0(\mathbf{q}) \sum_{n=1}^{\infty} e^{i\mathbf{q}\mathbf{a}_n}. \quad (155)$$

Ha a kristály szerkezete hibátlan, akkor $\mathbf{a}_n = n\mathbf{a}_0$, ahol \mathbf{a}_0 két egymást követő kristálysík közötti eltolás vektora.

Tekintsünk egy olyan kristályszerkezetet, ahol két egymást követő réteg között előfordulhat, hogy az eltolási vektor \mathbf{a}_0 helyett $\mathbf{a}_0 + \mathbf{s}$ lesz. Egy ilyen eltolást definiáljunk *rétegződési hibaként*. Legyen α a rétegződési hiba létrejöttének a valószínűsége. Definiáljuk a c_j változót, amit a j -ik síkhoz rendelünk hozzá és legyen ennek az értéke zérus, ha a síkot nem követi rétegződési hiba és 1, ha igen. Tehát c_j értéke α valószínűséggel lesz 1 és $1 - \alpha$ valószínűséggel zérus. Ekkor egy tetszőleges n -ik sík pozícióját az alábbi képlet adja meg:

$$\mathbf{a}_n = n\mathbf{a}_0 + \mathbf{s} \sum_{j=0}^n c_j. \quad (156)$$

Az $\mathbf{s} \sum_{j=0}^n c_j$ kumulatív vektor az az eltolás, amit az n -ik sík pozíciója elszenvad a szerkezetben jelenlévő rétegződési hibák hatására.

A kristályról szórt intenzitás az amplitúdók abszolút értékének a négyzete, amit az (155) képletből határozhatunk meg. Néhány algebrai átalakítás után adódik:

$$I(\mathbf{q}) = |A(\mathbf{q})|^2 = |F(\mathbf{q})|^2 |A_0(\mathbf{q})|^2 \sum_{n,m} (e^{i\mathbf{q}\mathbf{a}_0(n-m)} \prod_{j=m}^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}c_j}). \quad (157)$$

Véletlenszerű rétegződési hiba eloszlást feltételezve:

$$\langle \prod_{j=m}^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}c_j} \rangle = [(1 - \alpha) + \alpha e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}}]^{(n-m)}, \quad (158)$$

mert c_j értéke $1 - \alpha$ valószínűséggel lesz zérus és így $e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}c_j} = 1$, illetve α valószínűséggel lesz egységnyi és így $e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}c_j} = e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}}$. Így egy adott α rétegződési hiba valószínűség esetén, az összes lehetséges konfiguráció szórt intenzitásának az átlaga:

$$\langle I(\mathbf{q}) \rangle = \langle |A(\mathbf{q})|^2 \rangle = |F(\mathbf{q})|^2 |A_0(\mathbf{q})|^2 \sum_{n,m} \left\{ e^{i\mathbf{q}\mathbf{a}_0(n-m)} [(1 - \alpha) + \alpha e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}}]^{(n-m)} \right\}. \quad (159)$$

Vezessük be az alábbi jelölést:

$$(1 - \alpha) + \alpha e^{i\mathbf{q}\mathbf{s}} = P e^{i\Phi}. \quad (160)$$

Ezzel a szórt intenzitás:

$$\langle I(\mathbf{q}) \rangle = |F(\mathbf{q})|^2 |A_0(\mathbf{q})|^2 \sum_{n,m} \left[e^{i\mathbf{q}\mathbf{a}_0(n-m)} (P e^{i\Phi})^{(n-m)} \right]. \quad (161)$$

Elvégezve az összegzést adódik, hogy a szórt intenzitást Lorentz típusú függvény írja le:

$$\langle I(\mathbf{q}) \rangle = \langle |A(\mathbf{q})|^2 \rangle = |F(\mathbf{q})|^2 |A_0(\mathbf{q})|^2 \frac{2 \ln P}{(\ln P)^2 + (\mathbf{q}\mathbf{a}_0 + \Phi)}, \quad (162)$$

ahol a Lorentz függvényben szereplő paraméterek:

$$P = \sqrt{1 - 2\alpha(1 - \alpha)(1 - \cos(\mathbf{q}\mathbf{s}))}, \quad (163)$$

$$\tan \Phi = \frac{\alpha \sin(\mathbf{q}\mathbf{s})}{1 - \alpha + \alpha \cos(\mathbf{q}\mathbf{s})}, \quad (164)$$

ahol Φ a Lorentz függvény maximumának az eltolódása a hibamentes helyzethez képest, $2 \ln P$ pedig a Lorentz függvény félértékszélessége.

$$FWHM_{hex} = 2 \ln P = \ln[1 - 2\alpha(1 - \alpha)(1 - \cos(\mathbf{q}\mathbf{s}))], \quad (165)$$

$$\Phi = \text{atan} \frac{\alpha \sin(\mathbf{q}\mathbf{s})}{1 - \alpha + \alpha \cos(\mathbf{q}\mathbf{s})}, \quad (166)$$

ahol a *hex* index arra utal, hogy FWHM-et az *fcc* rácshoz illesztett hexagonális rendszerben adjuk meg.

Ugyanakkor kijelenthetjük, hogy a fenti eredmény tetszőleges kristály tetszőleges rétegződési hiba típusa esetén érvényes, ami azt jelenti, hogy általános esetben a rétegződési hibák által okozott vonalszélesedés a reciproktérben *Lorentz profilalakat* eredményez, aminek a szélessége és eltolódása a kristály és a hibaszerkezet mellett csak a hibasűrűségtől függ. A Lorentz jellegű intenzitás eloszlás egydimenziós, csak a rétegződési hiba síkjára merőleges egyenes mentén, vagyis az $\mathbf{A}_1 \times \mathbf{A}_2$ reciproktérvektorral párhuzamosan irányban fekszik.

Alkalmazzuk a fenti eredményeket *lapcentrált köbös kristályra*. *Fcc* szerkezet esetén a reciprok rácspontok koordinátái $\mathbf{q} = \frac{4\pi}{a}(hkl)$, ahol h, k, l a köbös Miller indexek. A rétegződési hibát leíró eltolási vektor $\mathbf{s} = \frac{a}{6}(2\bar{1}\bar{1})$. Ez az a vektor, ami egy -ABCABCABC- rétegződési sorrendet egy hiba megjelenésekor -ABCACABCA- rétegződéssé alakít. Az ilyen \mathbf{s} vektorral jellemzett rétegződési hibát *fcc* kristály esetén intrinsic típusúnak, a $-\mathbf{s}$ vektorral jellemezhető hibát pedig extrinsic típusúnak nevezzük.

Lapcentrált köbös kristály esetén a \mathbf{qs} skalárszorzat értéke:

$$\mathbf{qs} = \frac{2\pi}{3}[3h - (h + k + l)], \quad (167)$$

ahol h, k, l a köbös Miller indexek. A \mathbf{qs} skalárszorzat értékei három csoportba sorolhatók:

$$\begin{aligned} h + k + l = 3N &\rightarrow \mathbf{qs} = 2\pi(h - N) \rightarrow \sin(\mathbf{qs}) = 0 \quad \& \quad \cos(\mathbf{qs}) = 1, \\ h + k + l = 3N - 1 &\rightarrow \mathbf{qs} = -\frac{2\pi}{3} + 2\pi(h - N) \rightarrow \sin(\mathbf{qs}) = -\frac{\sqrt{3}}{2} \quad \& \quad \cos(\mathbf{qs}) = -\frac{1}{2}, \\ h + k + l = 3N + 1 &\rightarrow \mathbf{qs} = \frac{2\pi}{3} + 2\pi(h - N) \rightarrow \sin(\mathbf{qs}) = \frac{\sqrt{3}}{2} \quad \& \quad \cos(\mathbf{qs}) = -\frac{1}{2}, \end{aligned}$$

ahol $N, h, k, l \in \mathbb{Z}$. (168)

Behelyettesítve a fenti értékeket az (165) és (166) képletekbe adódik:

$$\begin{aligned} h + k + l = 3N &\rightarrow \Phi = 0 \quad \& \quad FWHM_{hex} = 0, \\ h + k + l = 3N - 1 &\rightarrow \Phi = \text{atan}[\sqrt{3}(1 - 2\alpha)] - \frac{\pi}{3} \quad \& \quad FWHM_{hex} = \frac{1}{2}\ln(1 - 2\alpha^2), \\ h + k + l = 3N + 1 &\rightarrow \Phi = -\text{atan}[\sqrt{3}(1 - 2\alpha)] + \frac{\pi}{3} \quad \& \quad FWHM_{hex} = \frac{1}{2}\ln(1 - 2\alpha^2), \end{aligned}$$

ahol $N \in \mathbb{Z}$. (169)

Lapcentrált köbös kristály esetén, ha egy alreflexió teljesíti a $h + k + l = 3N$ feltételt, akkor az adott rétegződési hiba hatástalan lesz a megfelelő alreflexióra. A többi alreflexió eltolódását és kiszélesedését a reciprok térben az (169) összefüggések adják. Fontos megjegyezni, hogy a reciprok térben, az $A_1\mathbf{x} A_2$ iránnyal párhuzamos egyenesek mentén, a $h + k + l \neq 3N$ alreflexiók esetében a félértékszélenség és az eltolódás abszolút értéke h, k, l független.

3.2.3. Ikerhibák hatása a reciprok tér rácspontjaira

Mint azt már korábban említettem, ikerhibák esetén a fenti gondolatmenet nem alkalmazható.

Lapcentrált köbös kristályok esetében az ikresedés tárgyalásához a *hcp* szerkezet esetén tárgyalt kettős lamella modellt használom fel, amiről láttuk, hogy kristályrendszerétől függetlenül teljesen általános. A vonalprofil alakja és a féltértszélesség hibásűrűség függése ugyanolyan jellegű lesz mint *hcp* esetben, amint azt az (133) kifejezésben leírtam:

$$I(L') = \frac{I_0}{1 + \frac{4(L-L_0)^2}{(FWHM_{hex})^2}} [1 + Asym \cdot (L - L_0)] , \quad (170)$$

$$\text{ahol } FWHM_{hex} = \frac{2\beta}{D_{hex}\sqrt{1-\beta}}.$$

Ahogy a *hcp* esetén is láttuk, azokra az alreflexiókra nem lesz hatással az ikresedés, amelyek a reciprok térben egybeesnek egy ikerkristály alreflexióval. *Fcc* szerkezet esetében azok a kristály alreflexiók esnek egybe ikerkristály alreflexiókkal a reciprok térben, amelyekre teljesül a $h + k + l = 3N, N \in \mathbb{Z}$ feltétel. Tehát, mint a rétegződési hibák esetében is, ezekre az alreflexiókra nem lesz hatással az ikresedés jelenléte.

3.2.4. Alreflexiók szélesedésének *hkl* függése rétegződési és ikerhibák esetén

Egy pordiffrakciós mérés során a profilokat, g , a diffrakciós vektor hosszának függvényében mérjük. Ahhoz, hogy az előző fejezetekben kiszámolt reciprok térbeli vonalprofilokat felhasználhassuk, azokat $g = |g|$ függvényében kell felírni.

Vizsgáljuk meg, hogy egy adott *hkl* alreflexió esetén mi az összefüggés a reciprok térbeli és a g -ben kifejezett szélesedés között.

Tudjuk, hogy *köbös* kristály esetében a diffrakciós vektor abszolút értéke:

$$g = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a}. \quad (171)$$

Az (152) transzformáció alapján a köbös Miller indexeket az alábbi módon lehet a síkhibákhoz illeszkedő hexagonális koordináta-rendszer Miller indexeivel kifejezni:

$$\begin{aligned} h &= -\frac{4}{3}H - \frac{2}{3}K + \frac{1}{3}L \\ k &= \frac{2}{3}H - \frac{2}{3}K + \frac{1}{3}L \\ l &= \frac{2}{3}H + \frac{4}{3}K + \frac{1}{3}L \end{aligned} \quad (172)$$

Behelyettesítve a fenti kifejezéseket az (171)-ba, a diffrakciós vektor értéke a H , K , L hexagonális Miller indexekkel kifejezve:

$$g = \frac{\sqrt{24(H^2+HK+K^2)+3L^2}}{3a}. \quad (173)$$

Mivel a hexagonális koordináta-rendszer illeszkedik a síkhibák 111 síkjához, az L indexhez tartozó, A_1A_2 iránnyal párhuzamos reciproktér bázisvektor merőleges az 111 síkra. Így az alreflexiók kiszélesedése és eltolódása csak az L mentén történik. Tekintsük az alábbiakban az L -t egy folytonos változónak, ami az 111 síkra merőleges reciprok térbeli egyenesek mentén fut. A hibamentes *fcc* kristály alreflexiói azokon az $L \in \mathbb{Z}$ helyeken találhatóak, ahol nincs szisztematikus kioltás.

Ahhoz, hogy egy dL reciprok térbeli kiszélesedéshez meghatározzuk a hozzá tartozó dg mérhető szélesedést, deriválnunk kell az (173) kifejezést L függvényében:

$$\frac{dg}{dL} = \frac{L}{a\sqrt{24(H^2+HK+K^2)+3L^2}} = \frac{1}{g} \frac{L}{3a^2} = \frac{1}{g} \frac{h+k+l}{3a^2}. \quad (174)$$

A fenti eredmény alapján az alreflexiók félértékszélességének hkl függése:

$$FWHM_g = \frac{1}{g} \frac{|h+k+l|}{3a^2} FWHM_{hex}. \quad (175)$$

A g értékét visszahelyettesítve a fenti formulába, adódik, hogy a félértékszélesség adott alreflexió és hibafrekvencia esetén a köbös kristály rácsállandójával fordítottan arányos.

$$FWHM_g = \frac{1}{3a} \frac{|h+k+l|}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} FWHM_{hex}. \quad (176)$$

Az (169), (170) és az (175) képletek alapján a félértékszélességek a következőképpen alakulnak, ha $h + k + l \neq 3N$:

Rétegződési hibák esetén:

$$FWHM_g = \frac{1}{g} \frac{|h+k+l|}{3a^2} \frac{1}{2} \ln(1 - 2\alpha^2). \quad (177)$$

Ikerhibák esetén:

$$FWHM_g = \frac{1}{g} \frac{|h+k+l|}{3a^2} \frac{2\beta}{\sqrt{1-\beta}}, \quad (178)$$

ahol α és β a rétegződési és ikerhiba frekvencia, h , k , l a köbös Miller indexek.

Rétegződési hibák esetén az eltolódások, ha $h + k + l \neq 3N$, a következőképpen alakulnak:

$$Shift_g = \pm \frac{1}{g^2} \frac{|h+k+l|}{3a^2} \left\{ \operatorname{atan}[\sqrt{3}(1 - 2\alpha)] - \frac{\pi}{3} \right\}. \quad (179)$$

Az eltolódás előjele a rétegződési hiba típusától is függ, az extrinsic és intrinsic típusok előjelei ellentétesek, ami az (166) függvény páratlan voltában nyilvánul meg.

A pordiffrakcióval mérhető hkl reflexiók profilalakját úgy kapjuk, hogy súlyozottan összeadjuk az adott reflexióhoz tartozó összes alreflexiót, ahol a súlyozást az adott alreflexió multiplicitása adja meg.

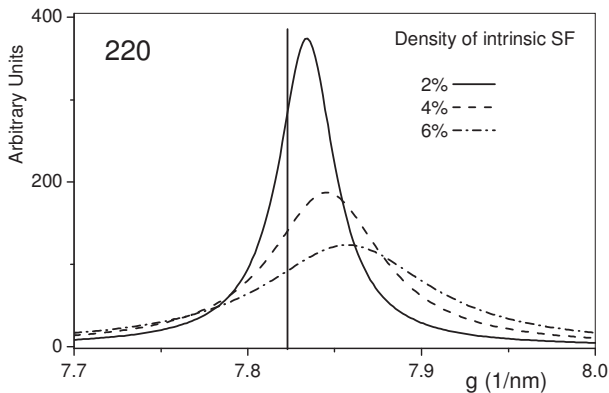
3.2.5. Síkhibák vizsgálata lapcentrált köbös szerkezetben numerikusan számolt vonalprofilok segítségével

A fenti, analitikusan meghatározott eredményeket, numerikus módszerekkel is alátámasztom. Az *fcc* kristályok esetében is, hasonlóan a *hcp* ikresedést leíró fejezethez, a DIFFaX programot használom a síkhibák hatásának a szimulálására.

A numerikus szimulációkat véletlenszerű intrinsíc és extrinsíc típusú rétegződési hibák és ikresedés esetére végeztem el. A DIFFaX numerikusan kiszámítja az adott hibasűrűséggel rendelkező kristály reciprokerének intenzitáseloszlását, ami alapján az alreflexiók illetve a pordiffrakciós profilok összeállíthatók.

A 16. ábrán a 220 alreflexió látható a g függvényében, 2%, 4% és 6% intrinsíc rétegződési hibasűrűség esetén. A függőleges vonal a 220 alreflexió Bragg pozícióját jelöli, azt a helyzetet, ahol az alreflexió 0% hibasűrűség esetén található. Megfigyelhető, hogy az (169) analitikusan meghatározott kifejezéssel összhangban a 220 alreflexió féltértszélessége és eltolódása nő a hibasűrűség növekedésével.

A 220 alreflexióhoz hasonlóan viselkedik a többi profil is, kivéve azokat, amelyekre teljesül a $h + k + l = 3N$ feltétel és így nem tolnak el és nem szélesednek ki a síkhibák hatására.



16. ábra: A 220 alreflexió különböző intrinsíc rétegződési hibasűrűségek esetén. A függőleges vonal a 220 reflexió Bragg helyzetét jelöli.

Példaképpen tekintjük az $\{533\}$ pordiffrakciós reflexiót. 24 lehetséges alreflexiója van, amit a köbös kristálykoordináták szimmetriái miatt a h, k, l tetszőleges

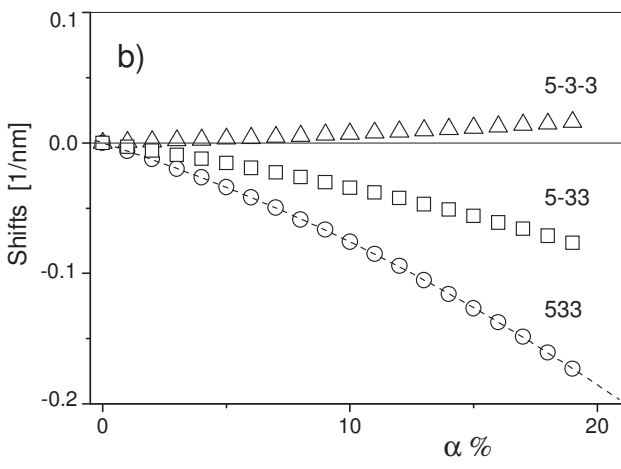
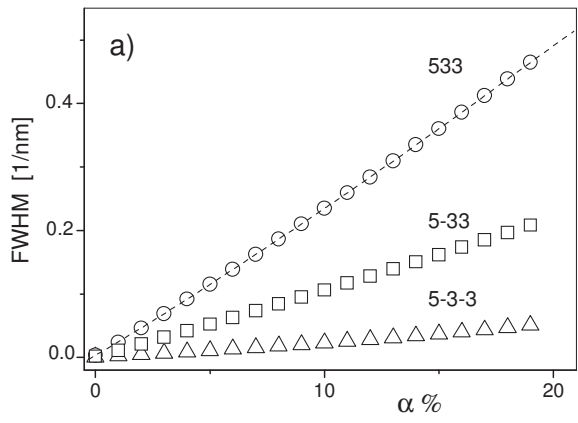
permutációjával és tetszőleges előjelezésével kapunk. A 24 alreflexió a $|h + k + l|$ érték alapján 3 csoportba sorolható:

(i) amikor $|h + k + l| = 1$, 6 ilyen alreflexió létezik, egyik az $5\bar{3}\bar{3}$.

(ii) amikor $|h + k + l| = 5$, 12 ilyen alreflexió létezik, ilyen az $53\bar{3}$.

(iii) amikor $|h + k + l| = 11$, 6 ilyen alreflexió létezik, egyik az 533 . Az alreflexiók hkl függését csak a $|h + k + l|$ értéke határozza meg, ezen csoportokon belül elég egyet kiválasztani és azt megvizsgálni.

A 17(a) ábra az $5\bar{3}\bar{3}$, $53\bar{3}$ és 533 alreflexiók félértékszélességét a 17(b) pedig az alreflexiók eltolódását mutatja a rétegződési hibák gyakoriságának függvényében.

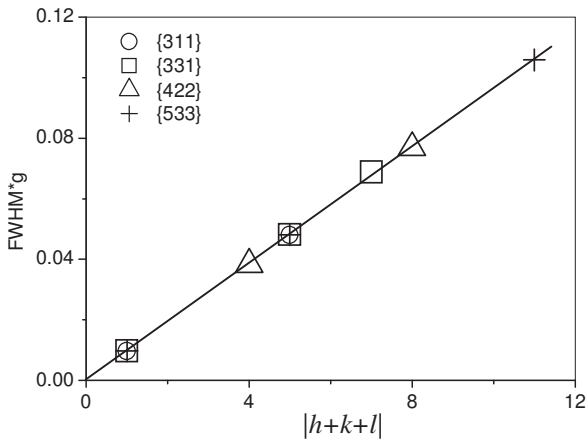


17. ábra: Az {533} alreflexióinak a szélessége és eltolódása a rétegződési hibásűrűség függvényében.

Az (177) és (178) képletek alapján megállapítható, hogy lapcentrált köbös kristály esetén a rétegződési hibák és az ikresedés által okozott szélesedésre fennáll az alábbi arányosság, ahol az arányossági tényező egy adott típusú hibára ugyanaz minden alreflexió esetén:

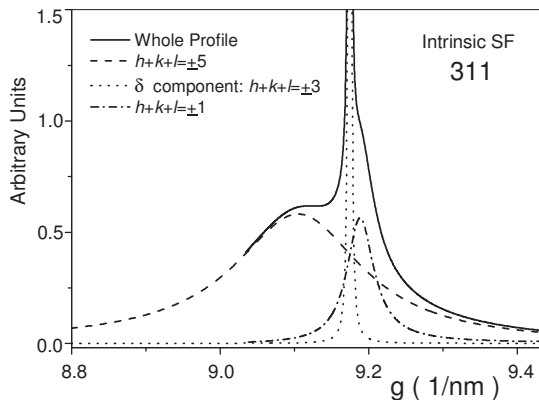
$$g \cdot FWHM_g \propto |h + k + l|. \quad (180)$$

Az alábbi, 18. ábra a fenti arányosságot illusztrálja a {311}, {331}, {422} és {533} alreflexióival intrinsic rétegződési hiba esetén. Látható, hogy mind a tíz, az ábrán szereplő alreflexió esetén, az arányossági tényező ugyanaz.



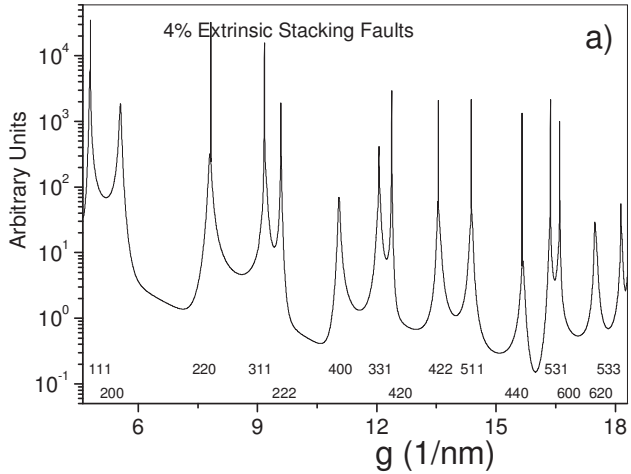
18. ábra: A DIFFaX segítségével számolt numerikus adatok teljesítik a $g \cdot FWHM_g \propto |h + k + l|$ arányosságot, ami alátámasztja az 3.2.4 fejezetben lévő analitikus számításokat.

Egy adott $\{hkl\}$ pordiffrakciós vonalprofil a reflexiót alkotó alreflexiók összegeként áll elő. Intrinsic rétegződési hibák esetén a $\{311\}$ reflexiót alkotó alreflexiók a 19. ábrán láthatók.



19. ábra: Az alreflexiókból felépített $\{311\}$ pordiffrakciós vonalprofil (folytonos vonal). A rétegződési hibák hatására az alreflexiók különbözőképpen szélesednek és tolódnak el. A pontozott vonallal rajzolt, δ -függvény jellegű alreflexió, amelyre nem hatnak az intrinsic jellegű rétegződési hibák, a DIFFaX szoftverbe beépített u. n. instrumentális profilnak felel meg.

A 20. ábrán Cu, DIFFaX által szimulált, pordiffrakciós spektruma látható 4% rétegződési hibasűrűség esetén. Az ábrán látható nagyon keskeny, Dirac-delta szerű tüskék a nem szélesedő alreflexiók járuléka, azoké, amelyekre a $h + k + l = 3N$ feltétel teljesül. Megfigyelhető, hogy a $\{200\}$ és $\{400\}$ nem tartalmaznak delta jellegű komponenst, ugyanis ezen reflexiók esetében nincs olyan alreflexió, amelyik teljesítené a $h + k + l \neq 3N$ feltételt.



20. ábra: Cu, DIFFaX által szimulált, pordiffrakciós spektruma 4% rétegződési hibasűrűség esetén. Megfigyelhető, hogy a $\{200\}$ és $\{400\}$ nem tartalmaznak delta jellegű komponenset, ugyanis ezen reflexiók esetében nincs olyan alreflexió, amelyik teljesítené a $h + k + l \neq 3N$ feltételt.

4. Az ikresedés hatásának beépítése az extended Convolutional Multiple Whole Profile (eCMWP) szoftverbe

Az eCMWP program működésének alapelvéről a 2.2.2 fejezetben írt szó. A szoftver a mért adathoz illeszti a különböző kristályhibák hatásából származó vonalprofilfüggvények konvolúcióját [Ribárik et. al., 2004]:

$$I = I^S * I^D * I^{PF} * I^{Instr} + BG \quad (11)$$

ahol I^S a mérethatás, I^D a diszlokációk járuléka, I^{PF} a síkhibák hatása, I^{Instr} a berendezés által okozott instrumentális szélesedés vonalprofil alakja és BG a háttér intenzitás. A $*$ művelet a konvolúciót jelöli. Az 3.1.3, 3.2.4 és 3.2.5 fejezetekben megmutattam, hogy a pordiffrakciós profilok a különböző módon szélesedő és eltolódó alreflexiók súlyozott összegeként állíthatók elő. Ez alapján az eCMWP-be beépített profilfüggvény [Balogh et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2009]:

$$I_{hkl}^{PF}(g) = w_\delta I_{hkl}^\delta(g) + \sum_{j=1}^N w_j I_{hkl}^j(g) \quad (181)$$

ahol $I_{hkl}^\delta(g)$ a {hkl} pordiffrakciós profil Dirac delta jellegű komponenseit jelöli, w_δ a delta jellegű komponensek súlyfaktora, $I_{hkl}^j(g)$ a N darab szélesedő alreflexió közül a j -ediket jelöli, amelyeknek w_j a súlyfaktora. A w súlyfaktorok, mint azt már korábban említettem, az adott alreflexiók multiplicitásából adódnak. Az $I_{hkl}^j(g)$ alreflexiók szélesedésének, eltolódásának és asszimetriájának síkhiba sűrűség függését egy ötödfokú polinommal írhatjuk le:

$$\begin{aligned} FWHM_{hkl}^j(\beta) &= \sum_{n=1}^5 a_n^{(j,hkl)} \beta^n, & Shift_{hkl}^j(\beta) &= \sum_{n=1}^5 b_n^{(j,hkl)} \beta^n, \\ Asym_{hkl}^j(\beta) &= \sum_{n=1}^5 c_n^{(j,hkl)} \beta^n, \end{aligned} \quad (182)$$

ahol β a síkhiba sűrűséget jelöli, $a_n^{(j,hkl)}$, $b_n^{(j,hkl)}$, $c_n^{(j,hkl)}$ a szélesedést, az eltolódást és az ikresedésből származó asszimetriát leíró ötödfokú polinomok együtthatói. Az asszimetria csak ikresedés esetén jelenik meg, de abban az esetben az eltolódás nulla, tehát egyszerre csak két polinomra van szükség. A konkrét β függés helyett a

polinomok használata azért célszerű, mert a különböző síkhibák esetén különböző függvények írják le a hibasűrűség függést, ahogy az (116d), (165) és (166) képletek is mutatják. Programozástechnikai szempontból egyszerűbb egységesen az ötödfokú polinom használata, aminek az együtthatóit a megfelelő függvények Taylor sorfejtéséből származtathatjuk. A polinomok együtthatóit egy szöveges állományban írt táblázatként kell megadni az eCMWP szoftvernek, amiket egy szoftverrel lehet generálni a megfelelő függvények Taylor sorának és az alreflexiók *hkl* függésének az ismeretében. Az ötödfokú polinomok együtthatóit tartalmazó táblázatokat a <http://metal.elte.hu/~levente/stacking> weboldalon lehet megtalálni.

5. Síkhibák kísérleti vizsgálata

5.1. Síkhibák hatásának kísérleti vizsgálata lapcentrált köbös kristályokban

A következő fejezetekben megmutatom, hogy az előzőekben leírt elméleti módszer és numerikus eljárás hogyan alkalmazható *fcc* anyagok, nevezetesen SiC, gyémánt, Cu és Cu-Zn mikroszerkezetének a meghatározására. Külön kiemelném, hogy az itt bemutatott példákban a kristallit méret, a diszlokáció sűrűség és a síkhibák típusával és sűrűségének a meghatározása együttesen történik az eCMWP szoftvercsomag alkalmazása révén.

5.1.1. Síkhibák szinterelt SiC-ban és gyémánt-SiC nanokompozitban

A SiC az anyagtudomány egyik intenzíven vizsgált anyaga, mivel nagyon változatos tulajdonságokkal rendelkezik. Jó hővezető, magas hőmérsékleten használható, keménysége a Mohs skálán 8-9 körül mozog, kopásálló. A SiC félvezető, így az elektronikai iparban is hasznosítják. Magas olvadáspontja és keménysége jó szerkezeti anyaggá teszi magas hőmérsékletű alkalmazások esetén. Különösen kemény és kopásálló anyag a gyémánt-SiC kompozit, ahol a SiC a mátrix.

A SiC és gyémánt-SiC kompozit fizikai tulajdonságai erősen függenek annak mikroszerkezetétől, például a nanoszemcsés SiC keményebb és kopásállóbb, mint a nagyszemcsés változat [Pantea et. al., 2002; Qian et. al., 2003; Voronin et. al., 2003; Gubicza et. al., 2006].

5.1.1.1. Szinterelt SiC mikroszerkezetének vizsgálata

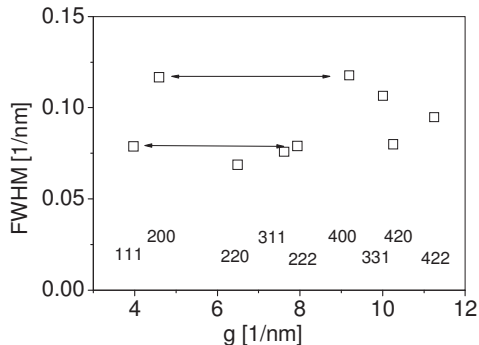
A polikristályos tömbi SiC munkadarabokat SiC porból állítják elő szintereléssel [Gubicza et. al., 2007(S)]. A szinterelés folyamatának paraméterei, a hőmérséklet, nyomás és időtartam, határozzák meg a termék mikroszerkezetét és ezen keresztül a fizikai tulajdonságait. Az alábbiakban részletezett vizsgálat nanokristályos SiC minták

mikroszerkezetét tanulmányozza a szintereléskor alkalmazott nyomás és hőmérséklet függvényében. Az ipari alkalmazáshoz fontos, hogy a termék mikroszerkezete tervezhető legyen, a vizsgálat célja ennek az elősegítése.

A szintereléshez felhasznált SiC por névleges szemcsemérete 30nm volt. Kilenc szinterelt minta készült úgy, hogy az előállításukkor alkalmazott nyomás 2, 4 és 5.5 GPa volt, az hőmérséklet pedig 1400, 1600 és 1800 °C. Egy tízedik minta pedig 8GPa nyomáson és 1800°C hőmérsékleten lett szinterelve. Mindegyik esetben a szinterelés időtartama 10 másodperc volt.

A minták mikroszerkezetét nagyfelbontású röntgendiffrakcióval és transzmissziós elektronmikroszkóp segítségével (TEM) vizsgáltuk.

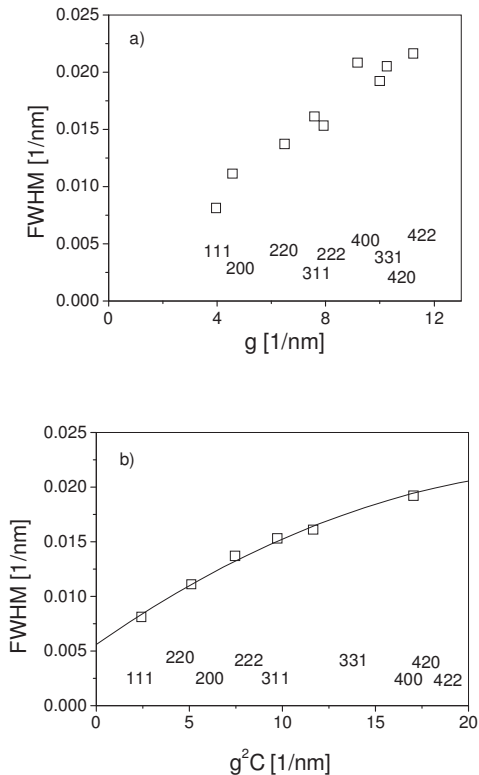
Az 1600°C és 4GPa alatt szinterelt minták esetében a felharmonikus reflexiók szélesedése azonos, nem rendfüggő, ahogy a 21. ábra is mutatja. Az ilyen jellegű *hkl* függés azt mutatja, hogy a reflexiók szélesedésében nem játszanak szerepet a harmadrendű rácsdeformációk, diszlokációk, hanem kizárólag a szemcseméret hatás és síkhibák által okozott vonalszélesedés van jelen.



21. ábra: A 2GPa nyomáson, 1800°C hőmérsékleten szinterelt minta esetében a felharmonikus reflexiók szélesedése azonos, nem rendfüggő, ami azt mutatja, hogy kizárólag a szemcseméret hatás és síkhibák által okozott vonalszélesedés van jelen.

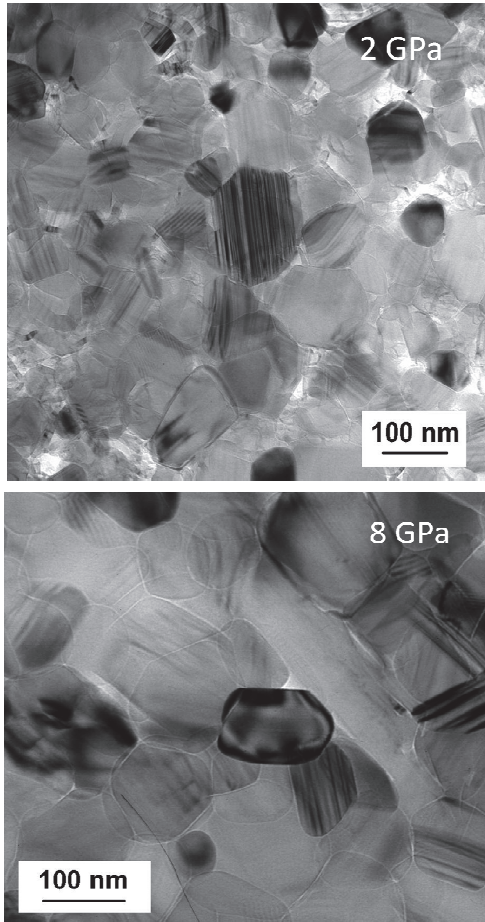
Magasabb hőmérséklet és nyomás esetén a mikroszerkezet jellege megváltozik, megjelennek az anyagban a diszlokációk. A 22a ábrán az 5.5GPa nyomáson és 1800°C

hőmérsékleten szinterelt SiC minta Williamson-Hall (WH) ábrázolása látható, amin a felharmonikus reflexiók már nem azonos szélességűek.



22. ábra: (a) Az 5.5GPa nyomáson és 1800°C hőmérsékleten szinterelt SiC minta Williamson-Hall (WH) ábrázolása. Látható, hogy a felharmonikus reflexiók már nem azonos szélességűek, tehát a reflexiók szélesedéséhez nagyban hozzájárulnak a mintában lévő diszlokációk. (b) A módosított WH ábrán azt mutatja, hogy a félértékszélességek jól illeszkednek az ábrázolt sima görbéhez. Ez is megerősíti azt a tényt, hogy az anizotrop szélesedést diszlokációk okozzák, az síkhibák hatása sokkal kisebb, mint a 22a ábra esetében.

A 22b ábrán a kontrasztfaktorokkal módosított Williamson-Hall ábrázolás látható. A félértékszélességek jól illeszkednek az ábrázolt sima görbéhez, ami azt mutatja, hogy ebben az esetben az anizotrop szélesedést diszlokációk okozzák, a síkhibák szélesedésre gyakorolt hatása sokkal kisebb, mint a 22a ábra esetében. A WH ábrák alapján feltételezett mikroszerkezetet a TEM felvételek is alátámasztják. A 23. ábrán 1800°C hőmérsékleten szinterelt minták felvételei láthatók, 2GPa és 8GPa-on szinterelve. A kisebb nyomáson előállított minta TEM felvételén több ikerhiba látható, mint a nagyobb nyomáson szinterelt minta esetében.



23. ábra: 2 és 8 GPa nyomáson, 1800°C hőmérsékleten szinterelt SiC minták TEM felvétele. A felvételeken jól látható, hogy az alacsonyabb nyomáson előállított mintának kisebb az átlagos szemcsemérete és nagyobb benne az ikerhatár sűrűség, ami alátámasztja a RVPA módszerével meghatározott mikrostruktúrát.

A röntgen vonalprofil illesztés segítségével a fenti kvalitatív jellemzésen túl kvantitatívan is leírhatjuk a minták mikroszerkezetét. Az eCMWP programmal végzett vonalprofil illesztés eredményeit az alábbi, 3. táblázat foglalja össze [Gubicza et. al., 2007(S)].

ρ [GPa]			
T [°C]	2	4	5.5
1400	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 7.5 \pm 0.8 \text{ nm}$ $\alpha = 7.3 \pm 0.5 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 16 \pm 1 \text{ nm}$ $\alpha = 12 \pm 1 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 19 \pm 1 \text{ nm}$ $\alpha = 11 \pm 1 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$
1600	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 13 \pm 1 \text{ nm}$ $\alpha = 11 \pm 1 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 17 \pm 1 \text{ nm}$ $\alpha = 12 \pm 1 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 89 \pm 7 \text{ nm}$ $\alpha = 0.1 \pm 0.05 \%$ $\rho = 5 \pm 1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$
1800	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 15 \pm 1 \text{ nm}$ $\alpha = 13 \pm 1 \%$ $\rho < 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 113 \pm 10 \text{ nm}$ $\alpha = 0.1 \pm 0.05 \%$ $\rho = 4 \pm 1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	$\langle x \rangle_{\text{area}} = 123 \pm 10 \text{ nm}$ $\alpha = 0.1 \pm 0.05 \%$ $\rho = 5 \pm 1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$

3. táblázat:

A táblázat segítségével körülhatárolható az a hőmérséklet és nyomás tartomány, ahol a diszlokációk megjelennek és az ikerhibák eltűnnek.

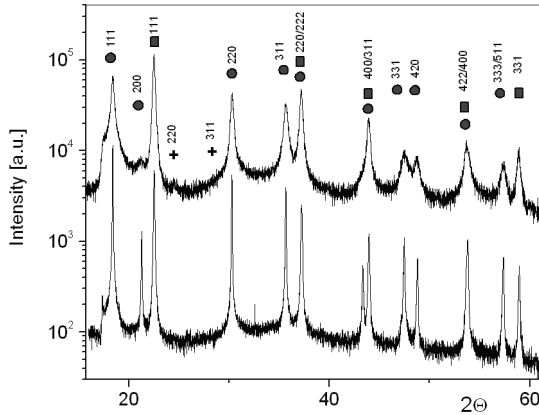
5.1.1.2. Szinterelt gyémánt-SiC nanokompozitok mikroszerkezetének vizsgálata

A tömbi gyémánt-SiC nanokompozit minták 30 nm névleges szemcseméretű Si por és 0nm – 50nm névleges szemcseméretű gyémántpor reaktív szinterelésével lettek előállítva [Balogh et. al., 2008]. A szinterelendő keverék tömegaránya 67% gyémánt és 33% Si volt. A szinterelés 1820°C, 1975°C, 2190°C és 2320°C hőmérsékleteken illetve 8 GPa nyomáson történt. A hőmérséklet $\pm 25^\circ\text{C}$, a nyomás $\pm 5\%$ pontosságú volt. A szinterelési idő 3 és 9 másodperc között mozgott. A reaktív szinterelés során a Si megolvad és reakcióba lép a gyémánttal SiC-ot alkotva. A 24. ábrán látható röntgendiffrakciós mérések igazolják, hogy nem maradt kimutatható mennyiségű kristályos Si a mintákban, az összes reakcióba lépett a gyémánttal, így a kompozitban a kialakult tömegarány 48% SiC és 52% gyémánt volt.

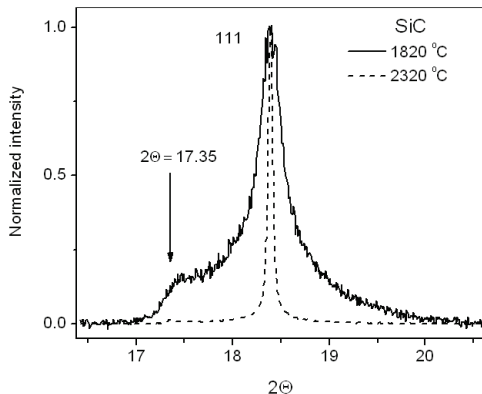
A nagyfelbontású röntgendiffrakciós mérések a Brookhaven National Laboratory-ban, a National Synchrotron Lightsource X14A mérőhelyénél készültek. A röntgensugárzás hullámhossza 0.080532 nm volt, a mérési tartomány pedig 13° és 126° között volt 2θ -ban.

A 24. ábrán az 1820°C és a 2320°C hőmérsékleten szinterelt minták pordiffrakciós mérési eredménye látható. Kristályos Si reflexiók nem fedezhetők fel a mérésekben, tehát az összes Si felhasználódott a reaktív szinterelés folyamatában. Csak lapcentrált köbös β -SiC van jelen a mintában, a szinterelés során nem jött létre más fázisú SiC. A gyémánt stabil volt a szinterelés során alkalmazott nyomás és hőmérsékleti viszonyok mellett, ugyanis grafit reflexiókat sem lehet kimutatni a mérésekben.

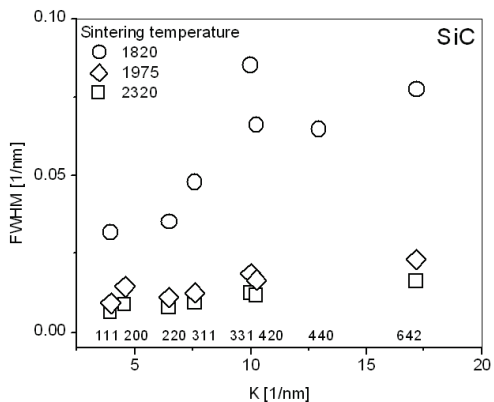
A 24. ábrán látható, hogy az 1820°C-on szinterelt minta reflexiói sokkal szélesebbek, mint a 2320°C-on előállítottaké, ami jelentős mikroszerkezeti különbségekre utal. A 25. ábrán az $\{111\}$ reflexióját láthatjuk az előző két mintának. Azon felül, hogy az alacsonyabb hőmérsékleten szinterelt minta reflexiója sokkal szélesebb, egy markáns vállal is rendelkezik 17.35° -nál, pontosan ott, ahol az elmélet szerint ennek lennie kell, ami magas síkhiba sűrűsége utal. A 2320°C-on szinterelt minta esetében is felfedezhető ugyanezen a helyen egy váll, azonban sokkal kisebb intenzitással.



24. ábra: 8 GPa nyomáson illetve 1820°C (felső) és 2320°C (alsó) hőmérsékleten szinterelt gyémánt-SiC kompozit röntgendiffrakciós felvétele logaritmusos intenzitás skálával. A gyémánt reflexiókat négyzetek, a köbös β -SiC reflexiókat körök jelölik. A kristályos Si reflexiók helyét keresztek jelölik, az, hogy ott nincsenek csúcsok, azt igazolja, hogy az összes kristályos Si elhasználódott a reaktív szinterelési folyamat során.



25. ábra: A SiC {111} reflexiója két különböző hőmérsékleten szinterelt mite esetében. Az alacsonyabb hőmérsékletű szinterelés esetében jól látható a nagymennyiségű síkhiba jelenlétére utaló, 17,35-nél lévő váll.



26. ábra: Három különböző minta SiC csúcsainak a szélesedése a szinterelési hőmérséklet függvényében.

Három különböző hőmérsékleten szinterelt minta SiC csúcsainak Williamson Hall ábrázolását a 26. mutatja. A $K = 2 \sin \theta / \lambda$ a diffrakciós vektor abszolútértékét jelöli.

A diszlokációk kontrasztfaktorával nem lehet a módosított WH ábrázolást monotonná tenni, ami ugyancsak arra utal, hogy a szemcseméret és a diszlokációk mellett a síkhibák is jelentős szerepet kapnak a minták mikroszerkezetében.

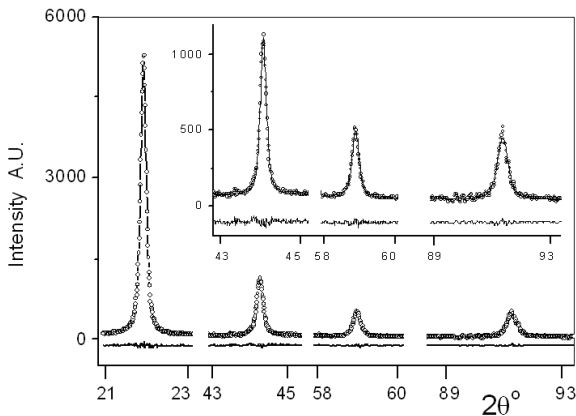
A mikroszerkezet paramétereit kvantitatívan a röntgen vonalprofil analízis segítségével határoztuk meg. A 27. ábra az eCMWP programmal végzett illesztés egy tipikus esetét mutatja be a 2190°C-on szinterelt minta gyémánt komponensén. A körök a mért adatot, a folytonos vonal az illesztett függvényt jelöli, a profilok alatt pedig a mért és illesztett adat közötti különbség látható. Az illesztés eredményeit a 4. táblázat foglalja össze [Balogh et. al., 2008]:

Diamond [°C]	$\langle x \rangle_A$ [nm]	ρ [10^{15} m^{-2}]	q	β %
1820	20 (± 2)	4.3 (± 1)	0.8 (± 0.2)	2.6 (± 1)
1975	24 (± 2)	0.34 (± 0.1)	1.2 (± 0.2)	1.4 (± 0.5)
2190	30 (± 3)	0.13 (± 0.1)	1 (± 0.2)	0.2 (± 0.1)
2320	34 (± 3)	0.45 (± 0.2)	0.8 (± 0.2)	0 (± 0.02)
SiC [°C]				
1820	24 (± 2)	3.8 (± 1)	1.9 (± 0.2)	16 (± 4)
1975	37 (± 3)	2.6 (± 1)	1.5 (± 0.2)	14 (± 4)
2190	86 (± 5)	0.3 (± 0.1)	1.6 (± 0.2)	3.8 (± 1)
2320	138 (± 10)	0.5 (± 0.1)	1.7 (± 0.2)	1.7 (± 0.5)

4. táblázat: A nanokompozit SiC és gyémánt fázisának mikroszerkezete a szinterelési hőmérséklet függvényében.

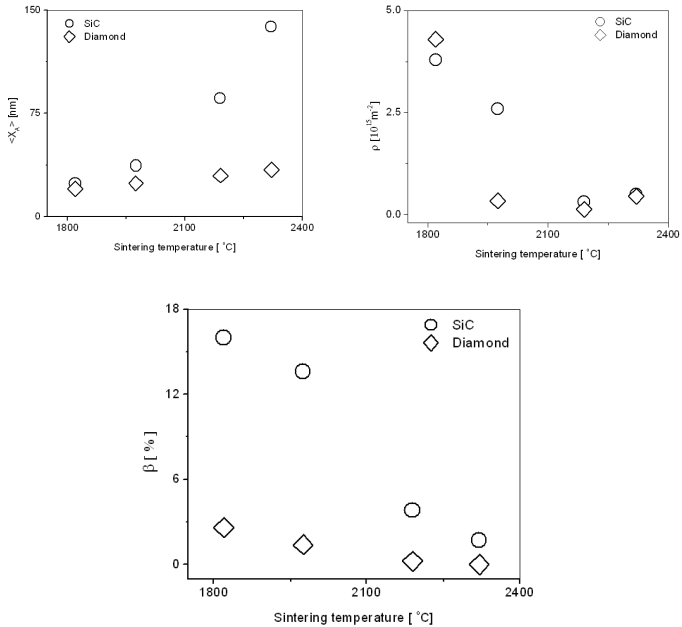
A $2\theta = 17.35$ értéknél jelenlévő váll jelenléte csak arról ad információt, hogy az $\{111\}$ jellegű síkhibáknak magas a sűrűsége a mintában. Azonban ez alapján nem lehet eldönteni, hogy intrinsic vagy extrinsic rétegződési hibákról, vagy ikerhibákról van-e szó. Az előző fejezetben szereplő SiC mintákról és a nanokompozitokról készített TEM felvételek alapján arra következtettünk, hogy a hasonló körülmények között szinterelt SiC-ban az ikerhibák a jelenlévő síkhibák. Ezt az eCMWP-vel végzett vonalprofil illesztés is alátámasztja, mivel adott minta esetében az illesztés mindig akkor volt a

legjobb, ha ikresedéssel modelleztük a mintában jelenlévő síkhibákat. Az illesztés jóságának a mérőszáma az súlyozott négyzetes eltérések összege, [angolul a weighted sum of square residuals (WSSR)], ez a szám akkor volt a legkisebb, ha a kiértékelést ikerhibák feltételezésével hajtottuk végre.



27. ábra: A 2190°C-on szinterelt minta gyémánt komponensének mért reflexiói (körök) és az illesztett profilok (folytonos vonal). A profilok alatt a mért és az illesztett adatok különbsége látható.

A minták mikroszerkezetének a hőmérsékletfüggését a 28. ábrák foglalják össze. Az átlagos szemcseméret mindkét komponens esetében nő, a gyémánt esetében 20 nm-től 34 nm-ig, a SiC esetében 24 nm-től 138 nm-ig. A diszlokációsűrűség csökken a szinterelési hőmérséklet függvényében, kezdetben mindkét komponensben magas, körülbelül $4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$, majd körülbelül egy nagyságrendet csökken. A csökkenés meredekebb a gyémánt esetében, az 1975°C hőmérsékleten már megközelíti a végső értéket. Az ikerhiba sűrűség is csökken a hőmérséklet függvényében, a gyémánt esetén 2.6%-ról nullára, a SiC esetében 16%-ról 1.7%-ra. A növekvő szemcseméret és a csökkenő diszlokáció- illetve ikerhiba sűrűség azt mutatja, hogy az alkalmazott hőmérsékleten és nyomáson jelentőssé válik a kristályszerkezet megújulása illetve a rekrisztallizáció mindkét komponens esetében.



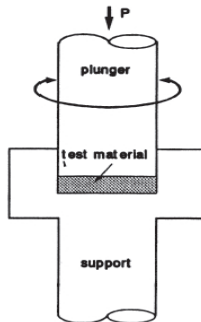
28. ábra: A felülettel súlyozott átlagos szemcseméret ($\langle X \rangle_A$), a diszlokációsűrűség (ρ) és az ikerhatár sűrűség (β) a szinterelési hőmérséklet függvényében, a gyémánt és SiC komponensben.

Az előző fejezetben szereplő SiC minták adatai és a jelenlegi minták SiC komponensének az eredményei együtt azt mutatják, hogy a SiC esetében, magas nyomáson, 1800°C körüli hőmérsékleten indulnak be a megújulási folyamatok, amik a rácshibák sűrűségét drasztikusan lecsökkentik és megnövelik a kristallit méretet. Ezen hőmérséklet alatt, ahogy az előző fejezet eredményei mutatják, a kristályban lévő hibasűrűség nem változik jelentősen. Ez összhangban van azzal a tapasztalattal, hogy alacsony hőmérsékleten a gyémánt és a SiC törékeny, mivel a plasztikus deformációt lehetővé tevő diszlokációk és ikerhibák még nem mozgékonyak. Azonban 1800°C felett a rácshibák mozgása termikusan eléggé aktiválódik ahhoz, hogy az amúgy törékeny kovalens kristályok képlékennyé váljanak [Pantea et. al., 2002; Qian et. al., 2003; Voronin et. al., 2003; Gubicza et. al., 2006; Balogh et. al., 2008].

5.1.2. Rétegződési hiba energia hatása az ikerképződésre α sárgarézben

Az alábbi fejezetben azt vizsgáltam meg, hogy a HPT (High Pressure Torsion) módszerrel deformált Cu-Zn minták esetében a kialakuló mikroszerkezet hogyan függ a rétegződési hiba energiától [Ungár et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2008a(S)].

A HPT deformáció egyike azon nagymértékű képlékeny alakítási módszereknek, amivel egy tömbi fémminta átlagos szemcsemérete néhányszor tíz nanométeresre csökkenthető [Stolyarov et. al., 1999; Jiang et. al., 2000; Zehetbauer et. al., 2004]. Egy másik elterjedt módszer a könyöksajtolás, angol nevén ECAP (Equal Channel Angular Pressing), amivel több tíz köbcentiméter térfogatú, téglatest alakú tömbi minta állítható elő. Az ECAP módszerrel elérhető szemcseméret általában 100 nm fölött van [Valiev et. al., 2000]. A HPT módszerrel 100 nm alatti szemcseméretetek is elérhetők, azonban e módszer a minták méretét egy 2-3 cm átmérőjű és 2-3 mm vastag korongra korlátozza.



29. ábra: A HPT (High Pressure Torsion) nagymértékű képlékeny alakítás. A korong alakú mintát néhány GPa nyomás alatt csavarással deformálják, a mérete nem több mint 2-3 cm x 2-3 mm

A HPT módszer alkalmazásakor a mintát néhány GPa nagyságrendű nyomás alá helyezik és megcsavarják, ahogy a 29. ábra is mutatja. A deformáció mértéke sugárirányban nő.

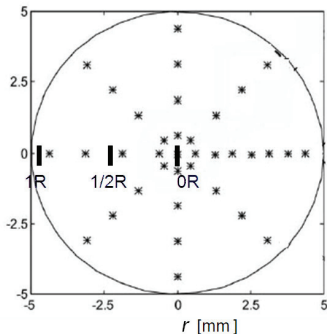
A jelen kísérletsorozatban 99,9% tisztaságú rézből, 10% és 30% tömegarányban cinket tartalmazó α -sárgaréz-ből készítettünk 1 cm átmérőjű, HPT módszerrel alakított mintákat. E három anyagban jelentősen változik a rétegződési hiba energia. A vizsgálat célja az volt, hogy ez a jellemző milyen mértékben befolyásolja a kialakuló mikroszerkezetet. A rétegződési hiba energiákat a 5. táblázat tartalmazza.

Minta anyaga	Cu	Cu-10 wt. % Zn	Cu-30 wt. % Zn
Rétegződési hiba energia [mJ m^{-2}]	41	22	7

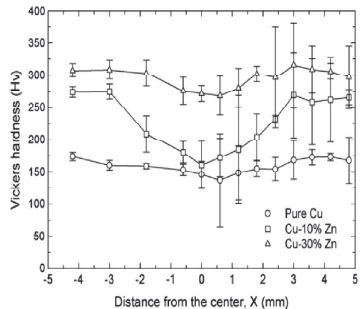
5. táblázat: A minták anyagainak rétegződési hiba energiája

A mintákon Vickers módszerrel keménységmérést végeztek a 30(a) ábrán csillaggal jelölt pozíciókban, illetve TEM is felvételek készültek különböző pontokon, amelyek mikroszerkezet sugárfüggését mutatják. A keménység helyfüggését a korongok átmérője mentén a 30(b) ábra mutatja.

Az Anyagfizikai Tanszék nagyfelbontású röntgendiffrakciós berendezésével pordiffrakciós felvételeket készítettünk mindegyik korongon a középpontban, a sugár felénél és a korong szélén. A 30(a) ábrán megfigyelhető, hogy a korong melyik részén készültek a mérések. A röntgendiffrakciós méréseket reprezentáló fekete téglalapok a megvilágított tartományt jelölik, aminek a mérete $0.1 \times 0.5 \text{ mm}^2$ volt.



(a) A HPT korongokon végzett Vickers féle keménységmérés (csillagok) és a helyzetérzékeny röntgendiffrakciós mérések (fekete téglalapok) pozíciói

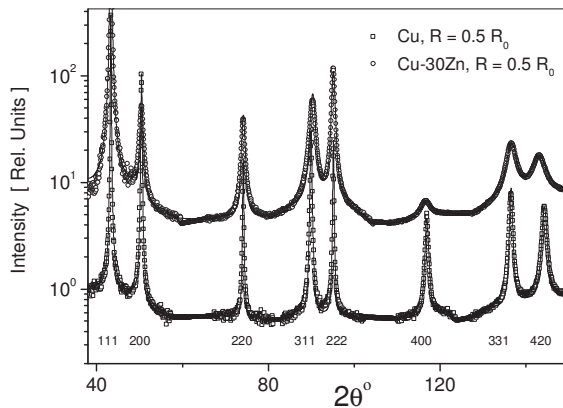


(b) A HPT korongok Vickers keménységének helyfüggése a korongok átmérője mentén. A Cu-10% Zn minta esetén jelentős keménységkülönbség van a korong közepe és széle között, a Cu és a Cu-30% Zn minták keménysége sokkal kevésbé helyfüggő.

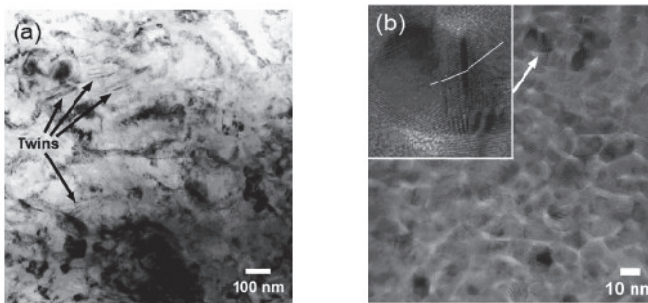
30. ábra

Mivel három minta volt és mintánként három pozícióban mértünk a nagy szögfelbontású röntgendiffrakciós berendezéssel, kilenc felvétel állt rendelkezésre. Mind a kilencet a röntgen vonalprofil analízis módszerével értékeltük ki, az eCMWP szoftver segítségével. A 31. ábra a Cu és a Cu-30% Zn minták $1/2$ sugaránál mért röntgen diffraktogramjainak illesztését mutatja. Látható, hogy a két minta esetében a csúcsok szélessége erősen eltér, tehát ugyanabban a pozícióban, ami ugyanakkora deformációt jelent, jelentősen különbözik a minták mikroszerkezete. A próbálkozások során kiderült, hogy egy adott mérés esetén az illesztés akkor a legjobb minőségű, akkor a legkisebb a WSSR, ha ikerhibákkal írjuk le a síkhibákat. Az ikerhibák jelenlétét a TEM felvételek is igazolják, ahogyan a 32. ábrán látható.

A 6. táblázat a kiértékelés eredményét foglalja össze [Ungár et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2008a(S)].



31. ábra: A réz (négyzetek) és a sárgaréz (körök) minták $\frac{1}{2} R$ pozícióban mért nagyfelbontású pordiffrakciós felvételei logaritmusos intenzitás skálán. Az illetett profilfüggvényeket a folytonos vonal jelöli.

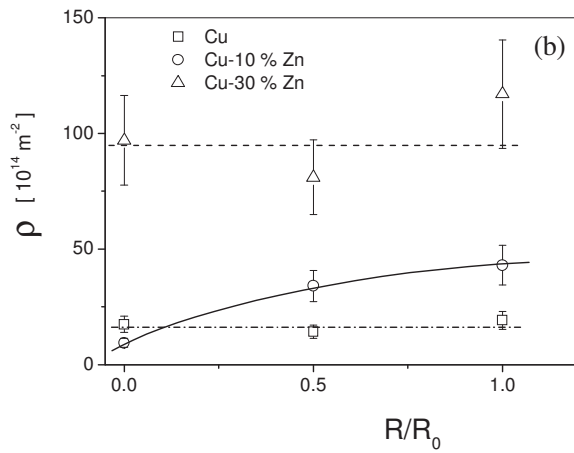
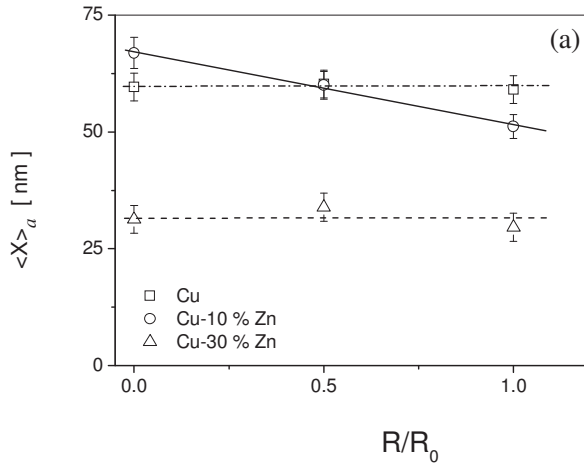


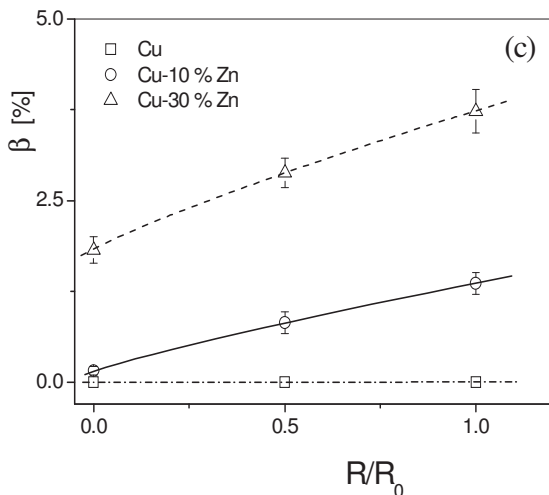
32. ábra: A Cu-30 wt.% sárgaréz korong közepéről (a) illetve a korong széléről (b) készült különböző nagyítású TEM felvételek. Mindkét képen jól láthatóak a deformációs ikerhíbak.

pozíció	m (nm)	σ	$\langle x \rangle_{\text{area}}$ (nm)	ρ (10^{14} m^{-2})	M	q	β %
Cu							
0 R	51 (5)	0.25 (0.05)	60 (5)	17.5 (3)	1.8 (0.2)	2.38 (0.1)	0.0 (0.02)
(1/2) R	42 (5)	0.38 (0.05)	60 (5)	14.2 (3)	1.8 (0.2)	2.54 (0.1)	0.0 (0.02)
1 R	45 (5)	0.33 (0.05)	59 (5)	19.2 (3)	1.2 (0.2)	2.17 (0.1)	0.0 (0.02)
Cu-10% Zn							
0 R	55 (5)	0.28 (0.05)	67 (5)	9.4 (2)	5 (0.5)	2 (0.1)	0.16 (0.02)
(1/2) R	50 (5)	0.27 (0.05)	60 (5)	34 (5)	2.7 (0.4)	1.85 (0.1)	0.82 (0.02)
1 R	39 (5)	0.33 (0.05)	51 (5)	43 (5)	2.4 (0.4)	2.24 (0.1)	1.36 (0.02)
Cu-30% Zn							
0 R	25 (3)	0.3 (0.05)	31 (3)	97 (7)	4 (0.5)	2.52 (0.1)	1.82 (0.02)
(1/2) R	29 (3)	0.25 (0.05)	34 (3)	81 (7)	4 (0.5)	2.4 (0.1)	2.88 (0.02)
1 R	24 (3)	0.29 (0.05)	30 (3)	117 (10)	3.7 (0.4)	2.6 (0.1)	3.73 (0.02)

6. táblázat: A három különböző minta mikroszerkezetének paraméterei a három különböző pozícióban

Az áttekinthetőség kedvéért a fenti táblázatban szereplő adathalmazt ábrák formájában is megjelenítjük. A 33. ábrák a szemcseméret, a diszlokációsűrűség és az ikerhatár sűrűség mértékét mutatják a minta anyagának és a mérés pozíciójának a függvényében.





33. ábra: Felülettel súlyozott átlagos szemcseméret (a), diszlokációsűrűség (b) és ikerhatár sűrűség (c) helyfüggése a Cu (négyzet), a Cu-10% Zn (kör) és a Cu-30% Zn minták esetén

A röntgen vonalprofil analízissel meghatározott mikroszerkezet és a Vickers keménységmérések eredményeiből következtetni lehet a különböző összetételű mintákban működő deformációs mechanizmusokra.

A Cu minta esetén a szubszemcseméret és a diszlokációsűrűség mérési hibán belül állandó a korong sugarának függvényében, az ikerhatár sűrűség pedig mindenütt zérus. A 30 (b) ábrán látható, hogy a mikrokeménység is állandó a Cu korong átmérője mentén, ami összhangban van a mikroszerkezet homogenitásával. A Cu-10%Zn minta esetén a szubszemcseméret csökken, a diszlokációsűrűség és az ikerhatársűrűség nő a sugár függvényében. A β értéke a korong közepén 0.16%, a szélén pedig 1.36%. Ezen mikroszerkezeti paraméterekkel összhangban, a mikrokeménység is nő a Cu-10%Zn korong széle felé. A Cu-30%Zn korong esetében a szubszemcseméret és a diszlokációsűrűség hibán belül állandó a korong mentén, az ikerhibasűrűség azonban változik, a korong közepén 1.82% míg a szélén 3.73%. A mikrokeménység nő a korong sugarának a függvényében, ami azt sugallja, hogy a minta közepén és szélén lévő

keménységkülönbségnek a különböző ikerhatársűrűség értékek az okai. A sárgaréz ikerhatár energiája csökken a Zn tartalom függvényében, ahogyan a 5. táblázat mutatja. Az alacsony energia miatt jut szerephez az ikresedés, mint deformációs mechanizmus a sárgaréz mintákban, különösen a Cu-30%Zn-ben.

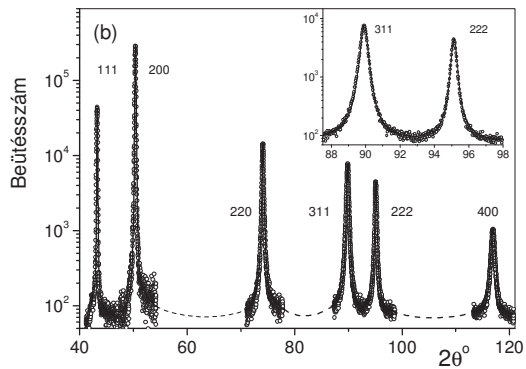
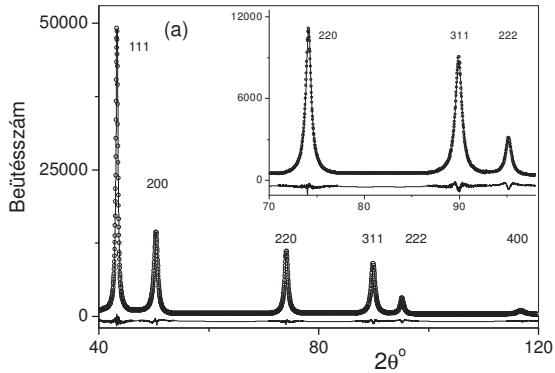
A minták keménységét a három vizsgált mikroszerkezeti paraméter együttesen befolyásolja. A szubszemcseméret hatását a Hall-Petch egyenlettel jellemezhetjük, a diszlokációk hozzájárulását a keménységhez pedig a Taylor egyenlet írja le. Ezen felül figyelembe kell venni az ikerhibák járulékát is, ami leginkább a Cu-30%Zn minta esetén szembetűnő [Ungár et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2008a(S)].

5.1.3. A kristallitméret és az ikerhatár sűrűség kapcsolata *fcc* fémekben

Az előző fejezetben a HPT módszerrel deformált Cu mintában, ellentétben a sárgaréz korongokkal, nem volt kimutatható mennyiségű ikerhiba. Ez a réz magas ikerhiba energiájával magyarázható, ami jóval nagyobb, mint a két sárgaréz minta esetében, ahogy az 5. táblázat is mutatja. A magas ikerhiba energia miatt az ikresedés, mint deformációs mechanizmus nem érvényesül, ugyanis a diszlokációk mozgása energetikailag kedvezőbb folyamat. Az ikresedés azért sem jelenik meg, mert a lapcentrált köbös kristályokban létezik megfelelő számú diszlokációs csúszási rendszer ahhoz, hogy teljesüljön a Taylor feltételt, így a polikristályos tömbi anyagok deformációjához a diszlokációs mechanizmus elegendő. Azonban, ha a diszlokációs mechanizmus valamilyen oknál fogva nem tud érvényesülni, akkor részben is szerephez juthat az ikresedés, mint deformációs mechanizmus.

Két mintasorozatot vizsgáltam a röntgen vonalprofil analízis segítségével. Az egyik sorozat tömbi nanokristályos réz, amit az Argonne National Laboratory-ban inert gázban történő lecsapatással (inert gas condensation, IGC) és magas hőmérsékletű tömörítéssel állítottak elő. Az O₂-IS, P₂-IS és N₂-IS mintákat előállítás után már nem deformálták, a P₂-T mintát húzással, az N₂-C mintát összenomással alakították tovább [Ungár et. al.(2001a), Weertman & Sanders (1994), Sanders (1996), Sanders et. al. (1997)]. A másik mintasorozat tömbi, szubmikron szemcseméretű réz, amit könyöksajtólással (equal channel angular pressing, ECAP) állítottak elő. Azokat a mintákat, amik Dr. Valiev laboratóriumában lettek előállítva ECAP(a)-nak és azokat amik Dr. Estrin laboratóriumában lettek előállítva ECAP(b)-nek nevezzük [Valiev et. al. 1994; Ungár et. al. 2000; Ungár et. al. 2001b; Baik et. al., 2002; Gubicza et. al. 2004(S); Gubicza et. al., 2005(S); Balogh et. al., 2006a(S)]. A mintákról az Anyagfizikai Tanszék nagyfelbontású röntgen diffraktométerén készültek a mérések. Az ECAP Cu minták méréseit én készítettem.

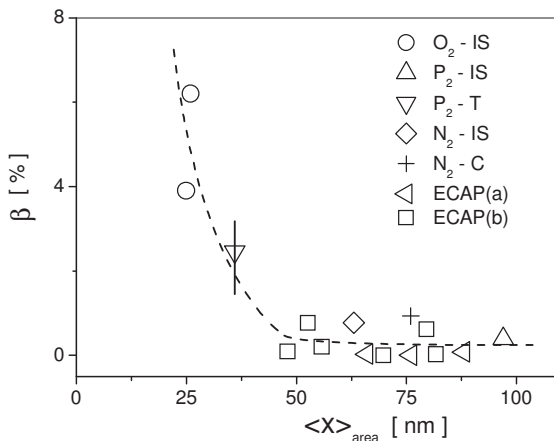
A mérések alapján a minták mikroszerkezetét röntgen vonalprofil analízissel határoztam meg, a profilillesztést az eCMWP programmal végeztem [Ribárik et. al., 2004; Balogh et. al., 2006(S)].



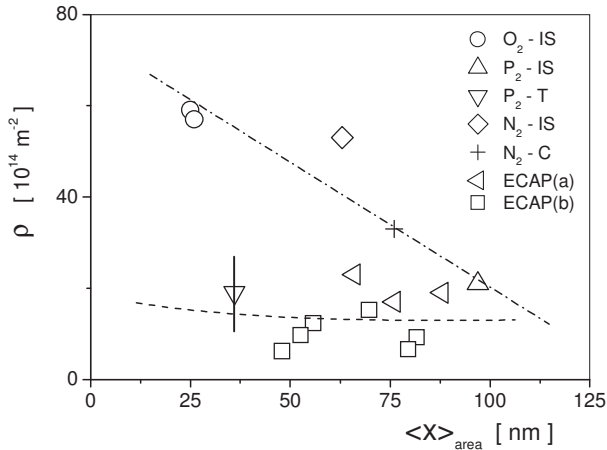
34. ábra: Az üres körök a mért adatot, a folytonos vonal az illesztett profilfüggvényeket jelöli. Az (a) ábrán az O₂-IS inert gázban lecsapatott és tömörített minta kiértékelése, a (b) ábrán a 8xECAP, az egyik minta az ECAP(b) sorozatból, szubmikron szemcseméretű réz illesztése látható.

A 34. ábrán az O₂-IS és az egyik ECAP(b) minta mérési eredménye és az arra illesztett elméleti profilfüggvények láthatók. A csúcsok külön voltak megmérve, a közöttük lévő hiányzó háttérrel a szaggatott vonal jelöli. Az átlapoló csúcsok azonban egyszerre lettek mérve, ott nem volt szükség a háttér pótlására. A profilok lecsengő része elegendően hosszán lett mérve, így a mesterséges (szaggatott vonallal jelölt) háttér nem befolyásolta a kiértékelés eredményét.

A kiértékelésből adódó mikroszerkezeti paramétereket, a kristallit méretet, a diszlokációsűrűséget és az ikerhatársűrűséget, az alábbi két ábrán foglalom össze.



35. ábra: Az ikerhatársűrűség értéke jelentősen függ a Cu mintában lévő kristallitok méretétől. Látható, hogy az ikerhatár sűrűség 40 nm-nél kisebb kristallitméret esetén válik jelentőssé. Az O₂-IS, P₂-IS, N₂-IS, P₂-T, N₂-C jelölik a nanokristályos IGC mintákat, az ECAP(a) és ECAP(b) pedig a könyöksajtolt szubmikron szemcseméretű rézmintákat reprezentálják. A függőleges vonal a mérési bizonytalanság mértékét mutatja.



36. ábra: Az ábrán a diszlokációsűrűség a kristallitméret függvényében látható. Az O₂-IS, P₂-IS, N₂-IS, P₂-T, N₂-C jelölik a nanokristályos IGC mintákat, az ECAP(a) és ECAP(b) pedig a könyöksajtolt szubmikron szemcseméretű rézmintákat jelölik. A függőleges vonal a mérési bizonytalanság mértékét mutatja.

Az irodalomban több publikáció is található, amiben ikerhatárokat mutatnak ki nanokristályos rézben transzmissziós elektronmikroszkóp segítségével (TEM) [Weertman et. al. (1999), Mitra et. al. (1999), Liao et. al. (2003, 2004, 2004a)]. Az általam vizsgált minták deformációs ikerhatárokat tartalmaznak, mivel könyöksajtóláson illetve kompaktáláson estek át. Az irodalomban fellelhetőek, a deformációs ikresedést leíró első modellek [Chen et. al. (2003), Liao et. al. (2003)]. Ezek szerint a diszlokációk mozgatásához szükséges feszültség gyorsabban nő a csökkenő szemcsemérettel, mint a parciális diszlokációk mozgatásához szükséges feszültség. Azonban a kísérleti tapasztalatok nem támasztják alá e modellek érvényességét [Meyers et. al. (2001)]. Egy kifinomultabb modell szerint létezik egy optimális kristallit méret, ahol az ikresedés nukleációjához szükséges kritikus feszültségnek minimuma van [Asaro et. al. (2003), Zhu et. al. (2004, 2005)]. E modell

szerint az optimális kristallit méret tartományban a külső feszültség hatására parciális diszlokációk indulnak ki a szemcsehatároktól, amik maguk mögött egy rétegződési hibát hoznak létre. A rétegződési hibát megszüntető újabb parciális diszlokáció azonban kevésbé mozgékony, mint az azt létrehozó, így a rétegződési hiba stabil marad. A rugalmas feszültség hatására egy adott szemcsében a fent leírt parciális diszlokáció mozgás egymás melletti síkok sorozatán megy végbe ezzel egy deformációs ikerkristályt kialakítva. A részletes modellszámítások és a Cu rétegződési hiba energia értékei alapján Zhu et. al. (2005) szerint a kritikus kristallitméret 40 nm, ami alatt a plasztikus deformáció már nem diszlokációs mechanizmussal, hanem ikresedéssel megy végbe. A röntgen vonalprofil analízis segítségével meghatározott mikroszerkezet ezzel a modellel nagyon jó egyezést mutat. A 35. ábrán jól látható, hogy csak azon Cu minták esetében mutatható ki jelentős ikerhatár sűrűség, amelyek átlagos kristallitmérete kisebb, mint 40 nm. A 36. ábra a diszlokációs sűrűséget mutatja a kristallit méret függvényében. Az egy kristallitra jutó átlagos diszlokációs szám N a következő módon számítható ki: $N = \rho \langle X \rangle_{area}$. A magas ikerhatár sűrűséggel rendelkező minták, O₂-IS, P₂-T, esetén $N = 3 \pm 1$, míg a többi minta esetén N értéke 4 és 20 között mozog. Ezek az értékek is azt sugallják, hogy amikor a diszlokáció mozgás már nehézkessé válik, az ikresedés veszi át a deformációs mechanizmus szerepét. Azokban a mintákban, amelyekben nagy az ikerhatár sűrűség, a mért diszlokációs sűrűség azokat a parciálisokat jelenti, amelyek a Zhu et. al. (2005) által javasolt modellben szerepelnek.

5.2. Síkhibák hatásának kísérleti vizsgálata szoros illeszkedésű hexagonális kristályokban

A Ti, Mg és ötvözeteik fontos kis-sűrűségű, ugyanakkor nagy szilárdságú szerkezeti anyagok, amelyek számos esetben helyettesíthetetlen szerepet játszanak. A gyártás során kialakuló mikroszerkezet vizsgálatára a röntgen vonalprofil analízis igen hatékony módszernek bizonyul. A szemcseszerkezet és a diszlokációsűrűség mellett az ikerhibák is meghatározó szerepet töltenek be a hexagonális fémek mikroszerkezetében, így lényegesen befolyásolják azok mechanikai illetve egyes korróziós tulajdonságait. Különböző mértékben deformált Mg és Ti alapú fémek illetve ötvözetek röntgen diffrakciós spektrumait mértem az ELTE Anyagfizikai Tanszék röntgen diffrakciós laboratóriumában. A diffrakciós méréseket egy dedikált speciális nagyfelbontású röntgen diffraktométeren végeztem. A diffraktométer és az alkalmazott röntgen detektorok konstrukciója olyan, hogy a mérések igen jó szögfelbontással rendelkeznek, így különösen alkalmasak arra, hogy a mikroszerkezet különböző paramétereit a röntgen vonalprofil analízis módszerével határozzam meg. Titánból két mintasorozatot állt rendelkezésre. Az egyik egy kereskedelmi tisztaságú (CP-Ti) minta, amit 720°C-on hengereltek, a másik pedig nagy tisztaságú Ti, amit szobahőmérsékleten deformáltak [Balogh et. al., 2009(S)].

5.2.1. Ikresedés kimutatása 720°C-on hengerelt CP-Ti mintában

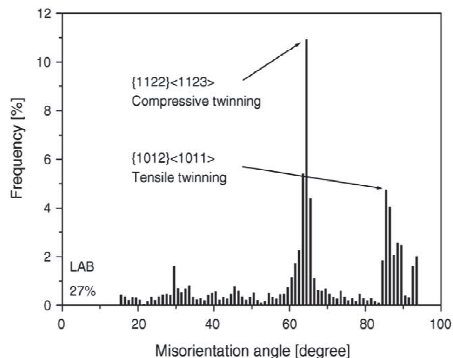
Ahogy az eCMWP működését leíró fejezetből kiderül, a program egyszerre csak egy, az ikresedés *hkl* függését tartalmazó, táblázatot tud figyelembe venni. Ez azt jelenti, hogy illesztéskor csak egy változó áll rendelkezésre az ikerhatár sűrűség leírására és ez a táblázatban szereplő ikertípusnak a *hkl* függését használja az illesztéshez. Emiatt alapértelmezésben az {10.1}, {10.2}, {11.1} és {11.2} ikresedési rendszereket csak külön-külön lehet figyelembe venni az eCMWP-vel való illesztésben. Ahhoz, hogy egyszerre több ikresedési típust is figyelembe vehessek, kevert *hkl* függést tartalmazó táblázatokat készítettem. A négy lehetséges ikresedési típust páronként csoportosítottam és a párokban szereplő típusokat egyenlő aránnyal figyelembe véve kevert táblázatokat készítettem. Az így kialakuló 6 pár az {10.1}&{10.2}, {10.1}&{11.1}, {10.1}&{11.2},

{10.2}&{11.1}, {10.2}&{11.2} és {11.1}&{11.2}. Egy adott pár esetén egy adott alreflexió félértékszélessége a két alkotó alreflexió félértékszélességeinek az átlaga. Ez jó közelítés, mivel az alreflexiók gyakorlatilag Lorentz alakúak és két Lorentz alakú profil konvolúciója esetén a végső félértékszélesség a komponensek félértékszélességének az összege. A mikroszerkezet meghatározásakor először az egyéni ikerhiba típusok táblázataival végeztem az illesztést. Ha az illesztés nem csak egy, hanem több ikresedési rendszer esetében is nullától különböző sűrűséget szolgáltatott, akkor a kevert táblázatokat is felhasználtam. Az illesztés jósága, vagyis a WSSR értéke alapján kiderült, hogy melyik ikresedési rendszerek aktívak az adott mintában.

A melegen hengerelt és gyorsított CP-Ti minta röntgen vonalprofil analízis által meghatározott mikroszerkezete az alábbi táblázatban látható [Ungár et. al., 2008(S); Balogh et. al., 2009(S)]:

Minta	$\langle x \rangle_{\text{area}}$ [nm]	ρ [10^{14} m^{-2}]	Ikerhatár sűrűség (%)			
			{10.1}	{11.2}	{10.2}	{11.1}
720°C hengerelt + gyorsított	120 (±25)	1.0 (±0.2)	0.0	0.07	0.07	0.0
			(±0.02)	(±0.02)	(±0.02)	(±0.02)

Az eredmények azt mutatják, hogy a mintában az {10.2} dilatációs és az {11.2} kompressziós ikresedési rendszerek aktiválódtak. Mindkét ikerhiba típus esetén a sűrűség 0.07%-nak adódott, ami körülbelül 200 nm átlagos ikerhatár távolságot jelent. Chun et. al. (2005) hidegen hengerelt CP-Ti mintákat vizsgált EBSD (Electron backscatter diffraction) módszerrel, amivel a polikristályos mintában jelenlévő szomszédos szemcsék orientációkülönbségének szögeloszlását vizsgálta. Az EBSD méréseinek eredményét az alábbi ábra foglalja össze:



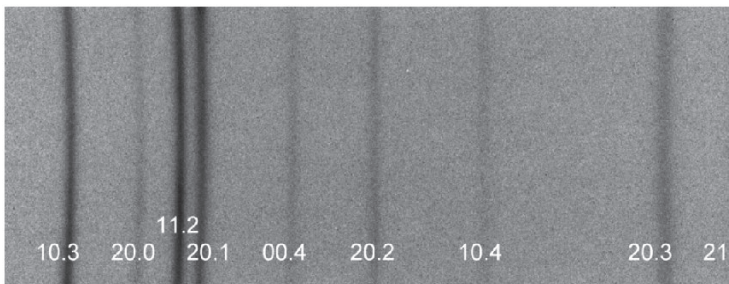
37. ábra: Hengerléssel megmunkált CP-Ti minta szomszédos kristallitjainak orientációkülönbség-eloszlása EBSD mérés alapján. A 63° és a 85° helyen lévő csúcs az {11.2} kompressziós illetve az {10.2} dilatációs ikerhatárok orientációkülönbségének felel meg. Az EBSD mérés segítségével detektált aktív ikresedési rendszerek típusa egybevág a röntgen vonalprofil analízis által szolgáltatott eredménnyel.

A 63° és a 85° helyen lévő csúcs az {11.2} kompressziós illetve az {10.2} dilatációs ikerhatárok orientációkülönbségének felel meg. Az EBSD mérés segítségével detektált aktív ikresedési rendszerek típusa egybevág a röntgen vonalprofil analízis által szolgáltatott eredménnyel.

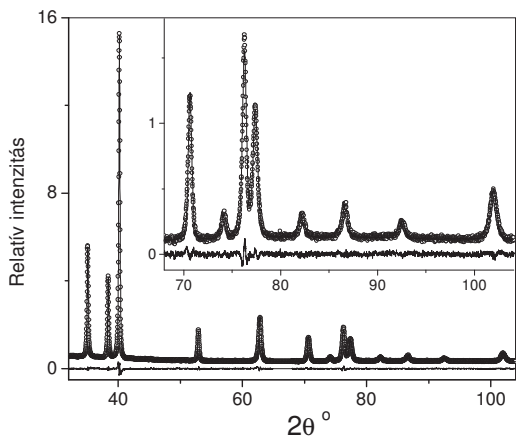
5.2.2. Ikresedés kimutatása nagy tisztaságú, szobahőmérsékleten deformált Ti mintákban

A nagy tisztaságú titánból három minta állt rendelkezésre, a kiindulási állapot, a 10% és a 20% mértékben összenyomással deformált állapotok [Balogh et. al., 2009(S)]. Mindhárom mintáról az ELTE Anyagfizikai Tanszékének nagyfelbontású röntgendiffraktométerével készítettem felvételeket, amiket az eCWP segítségével, röntgen vonalprofil analízis módszerével értékeltem ki. A nagyfelbontású diffraktométerről és a detektorrendszerről további részletek az Ungár et. al., (2007)(S)

publikációban olvashatók. Az alábbi ábrán egy tipikus Imaging Plate felvétel látható fekete-fehér intenzitás skálával és a Debye-Scherrer gyűrűk *hkl* indexeivel:



38. ábra: Egy tipikus Imaging Plate felvétel nagy tisztaságú Ti mintáról. A beütésszám arányos a szűrkeességgel, a számok a Debye-Scherrer gyűrűk Miller indexeit jelölik.



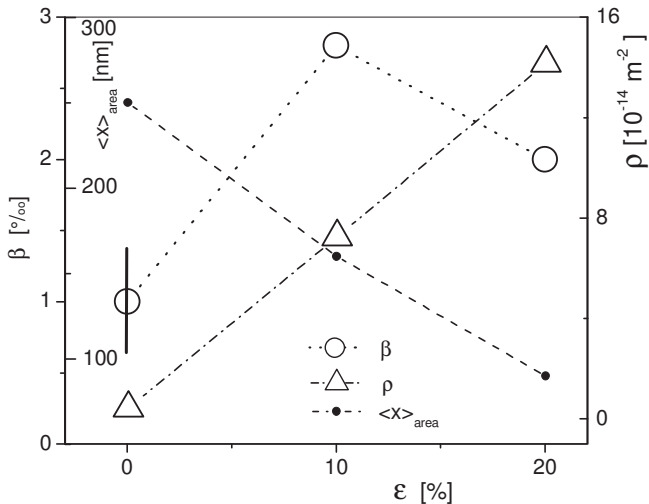
39. ábra: A körök a mért adatot, a folytonos vonal az illesztett vonalprofilt jelenti a 20% mértékben deformált nagy tisztaságú Ti esetén. A mért és illesztett adat közötti különbség az ábra alján látható.

A 39. ábrán a mért adat és az eCMWP segítségével illesztett elméleti profilfüggvények láthatók.

A különböző deformációs állapotokhoz tartozó, a vonalprofil analízissel meghatározott, mikroszerkezeti paramétereket a 40. ábra foglalja össze. A diszlokációsűrűség nő, a kristallitméret csökken a deformáció függvényében, ami teljesen megszokott viselkedés egy durvaszemcsés fém plasztikus deformációja során.

Az ikresedés esetében az {10.1} & {11.2} kompressziós rendszerek vannak jelen, mivel az illesztés ezen ikerhatárok feltételezése esetén volt a legjobb. Ha más típusú ikerhibákat feltételeztem, nagyobb lett a WSSR értéke illetve az adott típusú ikerhatár sűrűség nem volt kimutatható.

Az ikerhatársűrűség, ellentétben a másik két mikroszerkezeti paraméterrel, nem monoton a deformáció függvényében, hanem a 10% deformáció értéknél maximális. 20% deformáció esetén már valamivel alacsonyabb, igaz még így is a kiindulási érték fölött van. A deformáció hatására bekövetkező csökkenés az ikresedett tartományok összeolvadásából, egyesüléséből adódik, mert ez csökkenti az ikerkristály és a kiindulási kristály közötti ikerhatárok számát [Semiatin & Salem szóbeli közlése alapján].

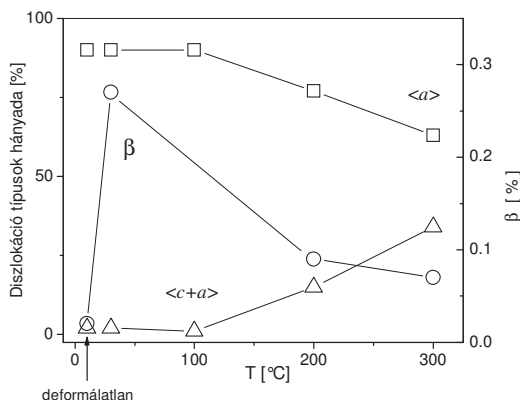


40. ábra: A diszlokációsűrűség, ρ , az átlagos kristallitméret, $\langle X \rangle_{area}$, és az ikerhatársűrűség, β , a plasztikus deformáció függvényében. A diszlokációsűrűség nő, az átlagos kristallitméret csökken a deformáció függvényében. Az ikerhatár sűrűségnek 10% deformációnál van maximuma, a további deformáció az ikeresedett tartományok egyesülése miatt ikerhatár sűrűség csökkenéssel jár.

5.2.3. Ikeredés kimutatása különböző hőmérsékleten deformált Mg mintákban

A Mg és ötvözei, hasonlóan a Ti-hoz, nagyon elterjedt szerkezeti anyagok. A Mg képlékeny deformációja során, a többi hexagonális fémhez hasonlóan, a diszlokációk mellett a deformációs ikeredés is kulcsszerepet játszik. A jelen fejezetben 99% tisztaságú Mg minták vizsgálatáról számolok be. Ezeket a mintákat szobahőmérséklet (SZH) és 300°C között törésig nyújtották. A röntgendiffrakciós mérések az Anyagfizikai Tanszék nagyfelbontású, forgóanódos röntgendiffraktométerével készültek, gáztöltésű, helyzetérzékelny detektorral [Ungár et. al., 2007(S)]. A

röntgendiffrakciós mérések szobahőmérsékleten készültek. Máthís et al. (2004) már vizsgálta ezeket a mintákat a vonalprofil analízis segítségével, azonban az ikresedést még nem vette figyelembe. A Máthís et al. (2004) publikációjában lévő mérési adatokat felhasználva újra elvégeztem a kiértékelést, most már a *hcp* ikresedéssel kiegészítve. A 5.2.1 fejezetben leírt szisztematikus eljárás alapján kiderült, hogy az {11.1} ikresedési rendszer aktiválódik a mintákban. A diszlokáció sűrűség mellett a diszlokációk Burgers vektor típus szerinti eloszlását is meghatároztam. A 41. ábra a diszlokáció típusok hányadának és az ikerhatár sűrűségnek a hőmérsékletfüggését mutatja.



41. ábra: A diszlokációk típusok hányada és az ikerhatár sűrűség hőmérsékletfüggése. Minél jelentősebb a *<c+a>* diszlokációk részaránya, annál kisebb az ikerhatár sűrűség.

Alacsony hőmérsékleten csak az *<a>* típusú diszlokációk mutathatók ki a Mg-ban. Önmagukban az *<a>* típusú diszlokációk nem rendelkeznek elegendő független csúszósíkkal ahhoz, hogy teljesítsék a Taylor feltételt, ezért a deformációs ikresedés is beindul, hogy a polikristályos anyag képlékenyen deformálódhasson. Ahogy a 41. ábra is mutatja, a hőmérséklet emelkedésével azonban a *<c+a>* típusú diszlokációk természetesen aktiválódnak és részt vesznek a minta deformációjában. A *<c+a>* típusú diszlokációk jelenléte már elegendő független csúszási rendszert biztosít deformációs ikresedés nélkül is, így az utóbbinak csökken a jelentősége a magasabb hőmérsékleteken, ahogy a 41. ábrán is látható [Balogh et. al., 2009(S)].

Új tudományos eredmények

1. Általános elméletet dolgoztam ki ikerhatárok által okozott diffrakciós vonalkiszéledésre. Megmutattam, hogy ez az elmélet egyaránt alkalmazható u.n. *részlegesen-merohedrális* illetve *nem-merohedrális* ikresedés esetén. Lényeges megjegyezni, hogy a különböző *merohedralitás* kristallográfiai szempontból alapvetően eltérő viselkedést eredményez [Balogh et. al., 2009(S)].
2. Kidolgoztam az ikresedés kettős-lamella modelljét, amelynek alapján megmutattam, hogy az ikresedés okozta vonalszéledés általános profil függvénye mindig egy szimmetrikus és antiszimmetrikus Lorentz típusú függvény összege, ami a következő alakban írható:

$$\frac{1+A(x-x_0)}{1-[(x-x_0)/B]^2},$$

ahol x_0 az adott reflexió helyzete, továbbá A és B az ikerhatár sűrűségétől, a hkl indexektől, a rácsparaméterektől valamint az ikersík rendszertől függő konstansok. Síkhibák a reciprok térben csak és kizárólag a síkhibára merőleges irányban okoznak vonalszéledést. Ezt a jelenséget a diffrakciós irodalomban, nevezetesen az elektron mikroszkópiában *streaking*-nek nevezzük. Az ikresedés ilyen természete miatt bevezetem az ikresedéshez igazodó koordináta rendszert, amelyben két rácsvektor, \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y , az ikersíkban fekszik a harmadik, \mathbf{a}_z , pedig a szomszéd sík legközelebbi rácspontjába mutat, amellet, hogy az így keletkező elemi cella térfogata megegyezik az adott kristály Bravais rácsának térfogatával. Ez utóbbi 111 síkokon ikresedő *fcc* kristályban hexagonális, míg piramidális síkokon ikresedő *hcp* kristályban triklin cella. Ezekben a hexagonális illetve triklin rendszerekben az x változó a hozzájuk konjugált reciprok terek \mathbf{b}_i reciprok vektorai irányába mutat és L^* -vel jelölöm [Balogh et. al., 2009(S)].

3. Elméleti megfontolások alapján megmutattam, hogy a B konstans értéke csak és kizárólag az ikerhatár sűrűség függvénye, amennyiben az x változót olyan \mathbf{b}_i reciprok rácsvektor irányában választjuk, amely az adott ikersíkban fekvő két

rácsvektor, \mathbf{a}_x és \mathbf{a}_y , elemi cella térfogattal normált vektoriális szorzata. A B konstans értékére a következő összefüggést állapítottam meg:

$$B(\beta) = \frac{2\beta}{D_{tri}\sqrt{1-\beta}}, \text{ ahol } D_{tri} = 5.775, \text{ miközben } 0 < \beta < 1 .$$

A jelen tézispont megállapítása tehát azt jelenti, hogy a streak-ek kiszélesedése csak és kizárólag az ikerhatárok sűrűségétől függ. A fenti összefüggésben a tri index arra utal, hogy az összefüggés csak a \mathbf{b}_l irányban érvényes. Fontos megjegyezni továbbá, hogy D_{tri} numerikus értékét a DIFFaX szoftver alkalmazása révén kaptam [Balogh et. al., 2009(S)].

4. Meghatároztam az L' és g változók közötti kapcsolatot leíró $g(L')$ függvényt, ahol ezen két változó rendre a síkhibához igazodó $\mathbf{a}_x, \mathbf{a}_y, \mathbf{a}_z$ koordináta rendszer reciprok terében a \mathbf{b}_l irányába, illetve a diffrakciós vektor irányába mutató változók. A g változó értéke $g=2\sin\theta/\lambda$. Megmutattam továbbá, hogy a $g(L')$ függvény, még a legkedvezőtlenebb esetekben is, igen jó közelítéssel lineáris az egyes streak-ek környezetében. A $g(L')$ függvény ezen viselkedése a garancia arra, hogy a 2. pontban megadott profil függvény alakja a g változó függvényében is megmarad [Balogh et. al., 2009(S)].
5. Megmutattam, hogy míg L' függvényében az ikresedés okozta vonalszélesedés teljes mértékben hkl független (eltekintve azoktól a speciális esetektől, amikor az ikresedés hatástalan a vonal alakra), a $g(L')$ függvény transzformációt alkalmazva, a g -ben felírt alreflexiók igen változatos és jellemző hkl és rácsparaméter függést mutatnak. Egy-egy streak g változó szerinti intenzitás eloszlását nevezem alreflexiónak. A teljes pordiffrakciós reflexiók az alreflexiók súlyozott összegeként állíthatók elő, ahol a súlyok az adott hkl indexeknek megfelelő normált multiplicitások. Az alreflexiók hkl és rácsparaméter függése öröklődik a pordiffrakciós reflexiókban. Ez a jelenség teszi lehetővé, hogy a síkhibák hatását el lehet választani a méret illetve diszlokációk okozta vonalszélesedéstől [Balogh et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2009(S)].
6. Megmutattam, hogy rétegződési hibák okozta vonalszélesedés, $FWHM$, és vonal-eltolódás, Φ , a következő teljesen általános két egyenlettel adható meg:

$$FWHM = \ln[1 - 2\alpha(1 - \alpha)(1 - \cos(qs))] ,$$

$$\Phi = \operatorname{atan} \frac{\alpha \sin(qs)}{1 - \alpha + \alpha \cos(qs)} ,$$

ahol s a rétegződési hiba által létrehozott eltolódás, q a szóban forgó reciprokrács pont reciprokrácsvektora és α a síkhiba sűrűsége. Az alreflexió egy szimmetrikus Lorentz típusú függvény [Balogh et. al., 2009(S)].

7. Numerikus módszert dolgoztam ki a síkhibák okozta vonalszélesedésnek az u.n. convolutional multiple whole profile (CMWP) eljárásba történő beillesztésére [Balogh et. al., 2006(S)]. Az így kiegészített eljárás az u.n. extended-CMWP vagy eCMWP módszer. Az alreflexiók szélességét illetve eltolódását a hibasűrűségek függvényében ötödfokú polinomokkal adom meg. Az eCMWP eljárás ezen polinomok együtthatói alapján határozza meg a megfelelő hibasűrűségeket. A polinomok alkalmazása a numerikus eljárás általános alkalmazhatósága szempontjából előnyösebb a konkrét, hibafüggő függvények felhasználása helyett [Balogh et. al., 2006(S); Balogh et. al., 2009(S)].
8. Az elméletre alapozott eCMWP eljárás hatékonyságát a következő rendszerek hibaszerkezetének a meghatározására alkalmaztam.
 - 8.1. Nanokristályos illetve szubmikron szemcseméretű Cu-ban megállapítottam, hogy mintegy 40 nm-nél kisebb szemcseméret esetén jelentős ikresedés lép fel a diszlokációk jelenléte mellett [Balogh et. al., 2006(S)].
 - 8.2. Szubmikron szemcseméretű Cu-Zn ötvözetekben megállapítottam, hogy a Zn tartalom növekedésével a deformáció hatására jelentősen megnő az ikerhatárak sűrűsége [Balogh et. al., 2008a(S); Ungár et. al., 2008a(S)].
 - 8.3. Szinterezéssel kompaktált nanokristályos SiC-ban és SiC-gyémánt nanokompozitban megmutattam, hogy a hőmérséklet és nyomás növekedésével, elsősorban a SiC-ban illetve SiC fázisban az ikerhibák sűrűsége jelentős mértékben lecsökken. A gyémánt komponensben az ikerhibák sűrűsége általában jelentős mértékben kisebb, mint a SiC fázisban [Gubicza et. al., 2007(S); Balogh et. al., 2008(S)].

- 8.4. Ipari tisztaságú titánban (CP-Ti) megmutattam, hogy a diszlokációk mellett az $\{10.2\}$ dilatációs és $\{11.2\}$ kompressziós ikrek képződnek a megfelelő piramidális síkokon [Ungár et. al., 2008(S); Balogh et. al., 2009(S)].
- 8.5. Összenyomással deformált nagy tisztaságú Ti-ban megmutattam, hogy a diszlokációk mellett az $\{10.1\}$, $\{11.2\}$ kompressziós ikrek képződnek a megfelelő piramidális síkokon [Balogh et. al., 2009(S)].
- 8.6. Különböző hőmérsékleteken nyújtással deformált nagy tisztaságú Mg-ban megmutattam, hogy a diszlokációk mellett az $\{11.1\}$ dilatációs ikrek képződnek a megfelelő piramidális síkokon [Balogh et. al., 2009(S)].

Irodalomjegyzék

A disszertációban felhasznált saját publikációk:

Balogh, L., Gubicza, J., Hellmig, R. J., Estrin, Y. & Ungár, T. Z. (2006a). *Kristallography Suppl.*, **23**, 381-386.

Balogh, L., Nauyoks, S., Zerda, T.W., Pantea, C., Stelmakh, S., Palosz, B., Ungár, T. (2008). *Mat. Sci. Eng. A* **487** 180-188.

Balogh, L., Ribárik, G. & Ungár, T., J. (2006). *Appl. Phys.*, **100**, 023512

Balogh, L., Tichy, G. & Ungár, T., *J. Appl. Cryst.*, **42**, (2009) in print

Balogh, L., Ungár, T., Zhao, Y., Zhu, Y.T., Horita, Z., Xu, C. & Langdon, T. G. (2008a). *Acta Mat.* **56**, 809-820.

Gubicza, J., Balogh, L., Hellmig, R.J., Estrin, Y. & Ungár, T. (2005). *Mater. Sci. Eng. A*, **400-401**, 334-338.

Gubicza, J., Nam, N.H., Balogh, L., Hellmig, R.J., Stolyarov, V.V., Estrin, Y., & Ungár, T. (2004). *J. Alloys and Compound*, **378**, 248.

Gubicza, J., Nauyoks, S., Balogh, L., Labar, L., Zerda, T. W. & Ungár, T., (2007). *J. Mater. Res.*, **22**, 5.

Ungár, T., Balogh, L., Ribárik, G. (2009). *J. Materials Science*, in press.

Ungár, T., Balogh, L., Ribárik, G., (2008a). *Materials Science Forum*, **584-586**, 571-578.

Ungár, T., Balogh, L., Zhu, Y. T., Horita, Z., Xu C. & Langdon, T. G. (2006). *Mat. Sci. Eng. A*, **444**, 153-156.

Ungár, T., Balogh, L., Zhu, Y. T., Ribárik, G., Xu, C., Horita, Z. & Langdon, T. G.

(2006). *Ultrafine Grained Materials IV*. Edited by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin, and T.C. Lowe. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).

Ungár, T., Glavicic, M.G., Balogh, L., Nyilas, K., Salem, A.A., Ribárik, G., Semiatin, S.L. (2008). *Mat. Sci. Eng. A* **493**, 79-85.

Az értekezéshez nem kapcsolódó saját publikációk:

Gémes, G., Balogh, L., Ungár, T. (2009). *Kovove Mater.*, in press.

Liu, M. P., Roven, H. J., Ungár, T., Balogh, L., Murashkin, M. & Valiev, R. Z. (2008). *Materials Science Forum*, **584-586**, 528-534.

Nauyoks, S., Wieligor, M., Zerda, T.W., Balogh, L., Ungár, T., Stephens, P. (2009). *Composites: Part A*, **40**, 566-572.

Roven, H. J., Liu, M., Murashkin, M., Valiev, R. Z., Kilmametov, A. R., Ungár, T., Balogh, L. (2009). *Materials Science Forum*, **604-605**, 179-185.

Woo, W., Balogh, L., Ungár, T., Choo, H. & Feng, Z. (2008). *Mat. Sci. Eng. A*, **498**, 308-313.

További hivatkozások:

Asaro, R. J., Krysl, P. & Kad, B. (2003). *Philos. Mag. Lett.* **83**, 733.

Baik, S. C., Estrin, Y., Kim, H.S., Jeong, H.T. & Hellmig, R.J. (2002). *Mater. Sci. Forum*, **408-412**, 697.

Bertaut, E. F. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 14-18.

Borbély, A., Driver, J. H. & Ungár, T. (2000). *Acta Mater.* **48**, 2005-2016.

- Catti M. & Ferraris G. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 163-165.
- Chen, M., Ma, E., Hemker, K.J., Sheng, H., Wang, Y.M. & Cheng, X. (2003). *Science*. **300**, 1275.
- Chun, Y. B., Yu, S. H., Semiatin, S. L. & Hwang, S. K. (2005). *Mat. Sci. Eng. A*, **398**, 209-219.
- Crow, E. L. & Shimizu, K. (1988), *Lognormal Distributions: Theory and Applications*, Florida: CRC Press.
- Estevez-Rams, E., Aragon-Fernandez, B., Fuess, H. & Penton-Madrigal, A. (2003). *Phys. Rev. B* **68**, 064111.
- Estevez-Rams, E., Leoni, M., Scardi, P., Aragon-Fernandez, B. & Fuess, H. (2003a). *Phil. Mag.* **83**, 4045-4057.
- Estevez-Rams, E., Penton-Madrigal, A., Lora-Serrano, R. & Martinez-Garcia, J. (2001). *J. Appl. Cryst.* **34**, 730-736.
- Francillette, H., Bacroix, B., Gasperini, & M. Béchade J. L. (1998). *Acta Mater.* **46**, 4131-4142.
- Fundenberger, J. J., Philippe, M. J., Wagner, F. & Esling, C. (1997). *Acta Mater.* **45**, 4041-4055.
- Gaál, I. (1975). *J. Appl. Cryst.* **8**, 127.
- Groma, I. (1998). *Phys. Rev. B*, **57**, 7535-7542.
- Groma, I., Ungár, T. & Wilkens, M., (1988). *J. appl. Cryst.*, **21**, 47.

Gubicza J., Szépvölgyi, J., Mohai, I., Zsoldos, L. & Ungár, T. (2000). *Mater. Sci. Eng. A*, **280**, 263-269.

Gubicza, J., Chinh, N. Q., Lábár, J. L., Hegedűs, Z., Xu C. & Langdon, T. G. (2008). *Scripta Mat.*, **58**, 775-778.

Gubicza, J., Chinh, N.Q., Szommer, P., Vinogradov A. & Langdon, T.G. (2007a). *Scripta Mat.*, **56**, 947-950.

Gubicza, J., Ungár, T., Wang, Y., Voronin, G., Pantea, C. & Zerda, T.W. (2006). *Diamond Real. Mater.* **15**, 1452.

Guinier, A. (1963). *X-ray Diffraction*. San Francisco: Freeman.

Hinds, W. C. (1982). *Aerosol Technology: Properties, Behavior and Measurement of Airbone Particles*. New York: Wiley.

Jiang, H., Zhu, Y.T., Butt, D.P., Alexandrov, I.V. & Lowe, T.C. (2000). *Mater. Sci. Eng. A* **290**, 128.

Krill, C. E. & Birringer, R. (1998). *Philos. Mag. A*, **77**, 621-640.

Krivoglaz, M. A. (1969). *Theory of X-ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals*. New York: Plenum Press.

Kuzel, R. Jr & Klimanek, P. (1988). *J. Appl. Cryst.* **21**, 363-368.

Langford, J. I., Louer, D. & Scardi, P. (2000). *J. Appl. Cryst.* **33**, 964- 974.

Liao, X. Z., Huang, J. Y., Zhu, Y. T., Zhou, F. & Lavernia, E. J. (2003). *Philos. Mag.* **83**, 3065.

Liao, X. Z., Zhao, Y. H., Srinivasan, S. G., Zhu, Y. T., Valiev, R. Z. & Gunderov, D.

- V. (2004a). *Appl. Phys. Lett.* **84**, 592.
- Liao, X. Z., Zhao, Y. H., Zhu, Y. T., Valiev, R. Z. & Gunderov, D. V. J. (2004). *Appl. Phys.* **96**, 636.
- Liao, X. Z., Zhou F. & Lavernia, E. J., Srinivasan, S. G., Baskes, M. I., He, D. W. & Zhu, Y. T. (2003). *App. Phys. Lett.*, **83**, 4, 632-634.
- Liao, X. Z., Zhou, F., Lavernia, E.J., He, D.W. & Zhu, Y. T. (2003). *Appl. Phys. Lett.* **83**, 5062.
- Louër, D. & Audebrand, N. (1999). *Adv. X-ray Anal.*, **41**, 556-565.
- Massa, W., Wocadlo, S., Lotz, S. & Dehnicke, K. Z. (1990). *Anorg. Allg. Chem.* **589**, 79-88.
- Máthis, K., Chmelík, F., Trojanová, Z., Lukáč, P. & Lendvai, J. (2004a). *Mat. Sci. Eng. A* **387-389**, 331-335.
- Máthis, K., Nyilas, K., Axt, A., Cernatescu, I.D., Ungár, T. & Lukáč, P. (2004). *Acta Mater.* **52**, 2889-2894.
- Meyers, M. A., Vöhringer, O. & Lubarda, V. A. (2001). *Acta Mater.* **49**, 4025.
- Mitra, R., Ungár, T., Morita, T., Sanders, P. G. & Weertman, J. R. *Advanced Materials for the 21st Century*, (Eds. Y.W. Chung, D.C. Durand, P.K. Liaw, G.B. Olson, TMS, Warrendale, PA,1999) pp. 553-564.
- Nyilas, K., Dupas, C., Kruml, T., Zsoldos, L., Ungár, T. & Martin J.L. (2004). *Materials Science and Engineering A*, **387-389**, 25-28.
- Nyilas, K., Misra, A. & Ungar, T. (2006) *Acta Materialia*, **54**, 751-755.

- Pantea, C., Gubicza, J., Ungár, T., Voronin, G.A. & Zerda, T.W. (2002). *Phys. Rev. B.* **66**, 94-106.
- Paton, N.E. & Backofen, W.A. (1970). *Metallurgical Trans.* **1**, 2839-2847.
- Qian, J., Zerda, T.W., He, D., Daemen, L., Zhao, Y. J. (2003). *Mater. Res.* **18**, 1173.
- Rao, S. & Houska, C. R. (1986). *Acta Cryst.* **A42**, 6-13.
- Ribárik, G., Gubicza, J. & Ungár, T., (2004). *Mat. Sci. Eng. A*, **A387–389**, 343–347.
- Ribárik, G., Ungár, T. & Gubicza, J. (2001). *J. Appl. Cryst.* **34**, 669-676.
- Sanders, P. G., Fougere, G. E., Thompson, L. J., Eastman, J. A. & Weertman, J. R. (1997). *Nanostruct. Mater.* **8**, 243.
- Sanders, P.G. (1996). *Ph.D. Thesis, Northwestern University*, (Evanston, IL, USA 60208.)
- Scardi, P. & Leoni, (2002). *M. Acta Cryst.* **A58**, 190-200.
- Stolyarov, V.V., Zhu, Y.T., Lowe, T.C., Islamgaliev, R.K. & Valiev, R.Z. (1999). *Nanostruct. Mater.* **11**, 947.
- Suortti, P. in: R.A. Young (Ed.), *The Rietveld Method*, IUCr Monographs on Crystallography, Vol. 5, Oxford University Press, Oxford, 1993, pp. 167–185.
- Terwilliger, Ch. D. & Chiang, Y. M. (1995). *Acta Metall. Mater.* **43**, 319-328.
- Treacy, M. M. J., Newsam, J.M. & Deem M.W. (1991). *Proc. Roy. Soc. London A.* **433**, 499-520.
- Ungár, T. & Borbély, A., (1996). *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3173.

- Ungár, T. & Tichy, G. (1999). *Phys. Status Solidi A*, **171**, 425-434.
- Ungár, T., (2000). *Mat. Sci. Eng.* **14219**, 1-9.
- Ungár, T., Alexandrov, I. & Zehetbauer, M. (2000). *J. of Minerals, Metals and Materials Soc.* **52**, 34.
- Ungár, T., Borbély, A., Goren-Muginstein, G. R., Berger, S. & Rosen, A. R. (1999). *Nanostruct. Mater.* **11**, 103-113.
- Ungár, T., Dragomir, I., Révész, Á. & Borbély, A. (1999). *J. Appl. Cryst.* **32**, 992-1002.
- Ungár, T., Groma, I. & Wilkens, M., (1989). *J. appl. Cryst.*, **22**, 26.
- Ungár, T., Gubicza, J., Hanák, P. & Alexandrov, I. (2001b). *Mat. Sci. Eng. A*, **319-321**, 274.
- Ungár, T., Gubicza, J., Ribárik, G. & Zerda, T.W. (2001). *Proceedings of the MRS Fall Meeting, 2000, Boston. MRS Symp.* Vol. **661**, KK9.2.1-6.
- Ungár, T., Ott, S., Sanders, P. G., Borbély, A. & Weertman, J. R. (1998). *Acta Materialia*, **10**, 3693.
- Ungár, T., Schafler, E., Hanák, P., Bernstorff, S. & Zehetbauer, M. (2007). *Mater. Sci. Eng. A*, **462**, 398-401.
- Ungár, T., Tichy, G., Gubicza, J. & Hellmig, R. J. (2005). *J. Powder Diffraction*, **20**, 366-375.
- Ungár, T., Tichy, G., Sanders, P.G. & Weertman, J.R. (2001a). *Mater. Res. Soc. Symp.* **634**, B1.7.1.

- Ustinov, A. I., Olikhovska, L. O., Budarina, N. M. & Bernard, F. (2004). *Diffraction analysis of the microstructure of materials*, eds. Mittemeijer, E. J., Scardi, P. (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg), 309.
- Ustinov, A.I. (1999). *Defect and Microstructure Analysis by Diffraction* ed. Snyder, R.L., Fiala, J., & Bunge, H.J. Oxford University Press. 264-317.
- Valiev, R. Z., Kozlov, E., Ivanov, V., Yu, F., Lian, J., Nazarov, A. A. & Baudelet, B. (1994). *Acta metall. mater.* **42**, 2467.
- Valiev, R. Z., Ishlamlgaliev, R. K. & Alexandrov, I. V. (2000). *Prog. Mater. Sci.* **45**, 103-189.
- Velterop, L., Delhez, R., de Keijser, Th. H., Mittemeijer, E. J. & Reefman, D. J. (2000). *Appl. Cryst.* **33**, 296-306.
- Voronin, G.A., Zerda, T.W., Qian, J., Zhao, Y., He, D. & Dub, S.N. (2003). *Diamond Relat. Mater.* **12**, 1477.
- Wagner, F. J. & Seeger, A., (1969). *Phys. Lett. A*, **30**, 5, 274-275.
- Warren, B. E. & Averbach, B. L. (1952). *J. Appl. Phys.* **23**, 497 - 497.
- Warren, B. E. & Warekois, E. P. (1953). *J. Appl. Phys.* **24**, 951.
- Warren, B.E. & Averbach, B.L. (1950). *J. Appl. Phys.* **21**, 595.
- Warren, B.E. (1959). *Progr. Met. Phys.* **8**, 147.
- Warren, B.E. (1969). *X-ray diffraction*, Dover Publ. Inc. New York
- Weertman, J. R., Farkas, D., Kung, H., Mayo, M., Mitra, R. & Van Swygenhoven, H.

(1999). *MRS Bulletin*, **24**, 44.

Weertman, J.R. & Sanders, P.G. (1994). *Solid State Phenomena*. **35-36**, 249.

Wilkens, M. (1970). *Fundamental Aspects of Dislocation Theory*, Vol. II, edited by J. A. Simmons, R. deWit & R. Bullough, pp. 1195-1221, Natl Bur. Stand. (US) Spec. Publ. No. 317, Washington, DC, USA.

Wilkens, M., Herz, K. & Mughrabi, H. (1980). *Z. Metallk.* **71**, 376-386.

Williamson, G.K. & Hall, W.H. (1953). *Acta Metall.* **1**, 22.

Wilson, A. J. C. (1962). *X-ray Optics*. London: Methuen.

Xu, C., Langdon, T.G. (2007). *J Mater Sci.*, **42**, 1542.

Zehetbauer, M.J., Stüwe, H.P., Vorhauer, A., Schafler, E., Kohout, J. In: Zehetbauer MJ, Valiev RZ, editors. *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*. Weinheim: Wiley-VCH; (2004). p. 435.

Zhao, Y., Qian, J., Daemen, L., Pantea, C., Zhang, J., Voronin, G.A. & Zerda, T.W., (2004). *Appl. Phys. Lett.* **84**, 1356.

Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Srinivasan, S. G., Lavernia, E. J. (2005). *J. Appl. Phys.* **98**, 034319/1-8.

Zhu, Y. T., Liao, X. Z., Srinivasan, S. G., Zhao, Y. H., Baskes, M. I., Zhou F. & Lavernia, E. J. (2004). *Appl. Phys. Lett.* **85**, 5049.

Zhu, Y.T., Liao, X.Z. & Valiev, R.Z. (2005a). *Appl. Phys. Lett.* **86**, 103112.

Zhu, Y.T., Liao, X.Z., Srinivasan, S.G. & Lavernia, E.J. (2005). *J. Appl. Phys.* **98**, 034319.

Köszönetnyilvánítás

Mindenekelőtt *Dr. Ungár Tamás* témavezetőmnek tartozom köszönettel, a doktori munkám során nyújtott folyamatos szakmai és emberi támogatásáért, segítőkészségéért, türelméért és a magas szintű kutatási lehetőségek megteremtéséért.

Köszönettel tartozom az Anyagfizikai Tanszék tanszékvezetőjének, *Dr. Lendvai Jánosnak*, a támogatásáért és a kutatási feltételek biztosításáért.

Köszönöm *Dr. Tichy Gézának* a doktori munkám folyamán nyújtott segítségét és a hasznos beszélgetéseket.

Köszönöm továbbá *Dr. Zsoldos Lehelnek* a doktori munkám kísérleti részében nyújtott segítségét és támogatását.

Köszönettel tartozom *Dr. T. Waldek Zerda-nak* a SiC-gyémánt nanokompozitok témakörben történő sikeres együttműködésért.

Köszönettel tartozom *Dr. Ribárik Gábornak* és *Dr. Gubicza Jenőnek* a segítőkészségükért és a közös kutatási témáinkban a sikeres együttműködésért.

Köszönöm *Ö. Kovács Alajosnak* a minták méréshez való előkészítésében nyújtott segítségét.

Köszönettel tartozom a családomnak, a szüleimnek, akik kitartóan és fáradhatatlanul támogattak és mögöttem álltak a tanulmányaim során.

Összefoglalás

A jelen disszertációban a síkhibák, nevezetesen az ikerhatárok és rétegződési hibák kvalitatív és kvantitatív meghatározásának a módszerét dolgoztam ki a röntgen vonalprofil analízis alapján.

Általános elméletet dolgoztam ki ikerhatárok által okozott diffrakciós vonalkiszélesedésre. Megmutattam, hogy ez az elmélet egyaránt alkalmazható u.n. *részlegesen-merohedrális* illetve *nem-merohedrális* ikresedés esetén.

Azt a jelenséget, hogy a síkhibák a reciprok térben csak és kizárólag a síkhibára merőleges irányban okoznak vonalszélesedést *streaking*-nek nevezzük. Az ikresedés ilyen természete miatt bevezetem az ikresedéshez igazodó koordináta rendszert, amelyben két rácsvektor az ikersíkban fekszik, a harmadik pedig a szomszéd sík legközelebbi rácspontjába mutat.

Kidolgoztam az ikresedés kettős-lamella modelljét, amelynek alapján megmutattam, hogy az ikresedés okozta vonalszélesedés általános profil függvénye mindig egy szimmetrikus és antiszimmetrikus Lorentz típusú függvény összege, akár a *streak*-ekhez illeszkedő koordinátarendszerek L' változójának, akár a diffrakciós vektor abszolútértékének, g függvényében vizsgáljuk.

Megmutattam, hogy az ikresedéshez illeszkedő koordinátarendszerek L' változójának függvényében a *streak*-ek kiszélesedése csak és kizárólag az ikerhatárok sűrűségétől függ és egy általános egyenlettel adható meg. Egy-egy *streak* g változó szerinti intenzitás eloszlását nevezem alreflexiónak. A g -ben felírt alreflexiók igen változatos és jellemző *hkl* és rácsparaméter függést mutatnak. A teljes pordiffrakciós reflexiók az alreflexiók multiplicitással súlyozott összegeként állíthatók elő. Ez a jellegzetes *hkl* függés teszi lehetővé, hogy a síkhibák hatását el lehet választani a méret illetve diszlokációk okozta vonalszélesedéstől.

Megmutattam, hogy rétegződési hibák okozta vonalszélesedés általános profil függvénye mindig szimmetrikus Lorentz típusú függvény. Ennek félértékészélességét illetve vonal-eltolódás egy-egy teljesen általános egyenlettel adtam meg.

Numerikus módszert dolgoztam ki a síkhibák okozta vonalszélesedésnek az u.n. convolutional multiple whole profile (CMWP) eljárásba történő beillesztésére. Az így kiegészített eljárás az u.n. extended-CMWP vagy eCMWP módszer. Az elméletre alapozott eCMWP eljárást *fcc* és *hcp* rendszerek hibaszerkezetének a meghatározására alkalmaztam. A disszertációban nano-Cu, Cu-Zn, SiC, SiC-gyémánt, ipari tisztaságú Ti, nagytisztaságú Ti és Mg minták vizsgálatának eredményeit ismertetem.

Summary

In this current thesis I have worked out the qualitative and quantitative method for characterizing stacking faults and twin boundaries using X-ray line profile analysis.

I have worked out a general theory for the description of line broadening caused by twin boundaries. I have shown the applicability of the theory in the case of *partial*-, and *non-merohedral* twinning too.

In case of planar faulting, the broadening of reciprocal lattice points happens only in the perpendicular direction to the plane of the fault. This phenomenon is called *streaking*. In order to adjust the calculations to this type of behavior, I have implemented coordinate systems in which two coordinates are in the faulted plane and the third coordinate is the shortest lattice vector not parallel to the other two.

In order to describe twinning I have worked out the two-lamella model. Using this model I have derived, that the general profile function for twinning is always the sum of a symmetrical and antisymmetrical Lorentzian function.

I have shown that the effect of broadening caused by twinning, if the streaks are interpreted in the newly implemented coordinate systems, is given by a well defined explicit mathematical function as a function of twin boundary frequency and it is independent of *hkl* and lattice parameters. The intensity distribution along a streak considered as a function of the diffraction vector length, g , is called a sub-profile. The breadths of the sub-profiles depend on the indices of the sub-reflections, on the lattice parameter values, on the type of twinning planes and on the twin boundary frequency. The *hkl* dependence of strain anisotropy or twinning caused broadening are fundamentally different. This makes it possible that microstrain and twinning can be determined simultaneously from the same diffraction pattern. Here microstrain contains the information about dislocation densities and active slip systems. The *hkl* dependence of size and twin broadening are fundamentally different too.

I have determined that the general profile function for stacking faults is a symmetrical Lorentzian function and the breadths and shifts of the streaks are given by a well defined explicit mathematical function as a function of stacking fault frequency.

I have worked out a numerical method in order to implement the effects of planar faults into the convolutional multiple whole profile (CMWP) method. I have applied the extended evaluation method, eCMWP, to characterize together with determination of size and strain the planar faulting in various *fcc* and *hcp* samples.