

# Textúrált anyagok vonalprofil analízise

- Doktori értekezés -

Jóni Bertalan

*okleveles fizikus*

Témavezető: Prof. Ungár Tamás, DSc

Eötvös Loránd Tudományegyetem, Természettudományi Kar

Fizika Doktori Iskola, Anyagtudomány és Szilárdtestfizika program

Doktori iskola vezetője: Prof. Gubicza Jenő, DSc

Doktori program vezetője: Prof. Groma István, DSc



Budapest

2021

"However bad life may seem, there is always something you can do, and succeed at.  
While there's life, there is hope." - Stephen Hawking

# Tartalomjegyzék

<b>RÖVIDÍTÉSEK JEGYZÉKE .....</b>	<b>1</b>
<b>BEVEZETÉS.....</b>	<b>3</b>
<b>I. IRODALMI ÁTTEKINTÉS .....</b>	<b>5</b>
1. AZ ANYAGOK KRISZTÁLYTANI TEXTÚRÁJA .....	5
1.1. A textúra természete és forrása .....	5
1.2. A textúra ábrázolása .....	7
1.3. A textúra hatása az anyag tulajdonságaira .....	10
2. RÖNTGEN- ÉS NEUTRONDIFFRAKCIÓS VONALPROFIL ANALÍZIS .....	13
2.1. Diffrakciós alapfogalmak .....	13
2.2. A vonalprofil analízis módszerei .....	18
2.3. A CMWP eljárás és profilfüggvényei .....	23
<b>II. SAJÁT EREDMÉNYEK .....</b>	<b>35</b>
3. MIKROSZERKEZETI PARAMÉTEREK MEGHATÁROZÁSÁNAK OPTIMALIZÁLÁSA KOMBINÁLT MONTE-CARLO ÉS MARQUARDT-LEVENBERG MÓDSZERREL .....	35
3.1. Kombinált Monte-Carlo és Marquardt-Levenberg algoritmus .....	36
3.2. NRAD-ML algoritmus .....	42
3.3. A kombinált MC+ML algoritmus tesztelése .....	44
3.4. Összefoglalás .....	48
4. MIKROSZERKEZET JELLEMZÉSE EGYEDI TEXTÚRAKOMPONENSEKBEN RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VONALPROFIL ANALÍZISSSEL: AZ X-TEX MÓDSZER ALAPELVEI ÉS ALKALMAZÁSA TEXTÚRÁLT TITÁNRA .....	50
4.1. Az X-TEX módszer alapelvei .....	51
4.2. Az X-TEX szoftver specifikációja .....	62
4.3. Alkalmazás nyújtással deformált textúrált titán mintákra .....	78
4.3.1. Az alkalmazott próbatestek .....	78
4.3.2. Textúra jellemzése EBSD-vel .....	79
4.3.3. Röntgendiffrakciós mérések .....	81
4.3.4. Textúra jellemzése a röntgendiffrakciós mérések alapján .....	84
4.3.5. Diffrakciós mérések vonalprofil analízis céljából .....	90
4.3.6. Mikroszerkezeti eredmények és diskusziójuk .....	103
4.4. Összefoglalás .....	112
5. MIKROSZERKEZET MEGHATÁROZÁSA EGYEDI TEXTÚRAKOMPONENSEKBEN NEUTRONDIFFRAKCIÓS VONALPROFIL ANALÍZISSSEL ÉS A MÓDSZER ALKALMAZÁSA TEXTÚRÁLT CIRKÓNiumRA .....	114
5.1. Az X-TEX módszer kiterjesztése neutrondiffrakcióra .....	115
5.2. Alkalmazás textúrált Zircaloy-2 ötvözetre .....	117
5.2.1. A hengerelt Zircaloy-2 textúrája .....	118
5.2.2. Neutrondiffrakciós mérések és kiértékelésük .....	120

5.2.3. Eredmények és diszkusszió.....	126
5.3. Összefoglalás.....	129
<b>FÜGGELÉK .....</b>	<b>131</b>
<b>ÖSSZEFOGLALÁS.....</b>	<b>134</b>
<b>SUMMARY .....</b>	<b>135</b>
<b>A DISSZERTÁCIÓBAN FELHASZNÁLT ÉS A TÉZISPONTOKHOZ KAPCSOLÓDÓ SAJÁT PUBLIKÁCIÓK .....</b>	<b>136</b>
<b>EGYÉB, A DISSZERTÁCIÓHOZ SZOROSAN NEM KAPCSOLÓDÓ SAJÁT PUBLIKÁCIÓK .....</b>	<b>136</b>
<b>IRODALOMJEGYZÉK.....</b>	<b>138</b>
<b>KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS.....</b>	<b>143</b>
<b>AZ ÉRTEKEZÉS TÉZISPONTJAI .....</b>	<b>144</b>

## Rövidítések jegyzéke

bcc	tércentrált köbös (kristályszerkezet)
CMWP	Convolutional Multiple Whole Profile (eljárás, szoftver)
CP	commercially pure, kereskedelmi tisztaságú
CRSS	Critical Resolved Shear Stress, kritikus csúsztatófeszültség
DS	Debye-Scherrer
EBSD	Electron BackScatter Diffraction, visszaszórt elektron diffrakció
fcc	lapcentrált köbös (kristályszerkezet)
FWHM	Full Width at Half Maximum, félértékszélesség
hcp	hexagonális szoros illeszkedésű (kristályszerkezet)
HEA	High-Entropy Alloy (nagyentrópiájú ötvözet)
HPT	High-Pressure Torsion (nagynyomású csavarás)
IP	imaging plate detektor
LB	Line Broadening, vonalszélesedés
m.u.d.	multiples of the uniform density
MC	Monte-Carlo (algoritmus)
ML	Marquardt-Levenberg (algoritmus)
ND	Normal Direction
ODF	Orientation Distribution Function, orientációs eloszlásfüggvény
RC	Rocking Curve
RD	Rolling Direction
sc	egyszerű köbös (kristályszerkezet)
SSR	Sum of Squared Residuals, reziduális négyzetösszeg
TD	Transverse Direction
TEM	Transmission Electron Microscopy, transzmissziós elektronmikroszkóp
TOF	Time of flight, repülési idő
TSDP	Texture-Specific Diffraction Pattern, textúra specifikus diffrakciós pattern
WH	Williamson-Hall (ábrázolás)
WSSR	Weighted Sum of Squared Residuals, súlyozott reziduális négyzetösszeg



## Bevezetés

A legtöbb anyag szilárd halmazállapotban kristályos szerkezetű, ezeknek többsége pedig polikristály. Egy polikristályos anyag sok egyedi mikroszkopikus egykristály (krisztallit) aggregátumának tekinthető, amelyek eltérő térbeli orientációval rendelkeznek. Az anyagtudományban a kristálytani textúra fogalmát használják az anyagot felépítő szemcsék orientációinak jellemzésére, ezt a továbbiakban az egyszerűség kedvéért csupán 'textúrának' nevezem. Ha a kristályszemcsék térbeli orientációja véletlenszerű, akkor a polikristályos anyagot textúramentésnek nevezzük, vagy pedig azt mondjuk, hogy random textúrával rendelkezik. Ilyen eset azonban a valóságban szinte sohasem fordul elő, mert az anyag gyártása, feldolgozása és megmunkálása során alkalmazott eljárásoknak szinte mindig van valamilyen funkcionálisan kitüntetett orientációja vagy iránya, ami miatt nem lesz véletlenszerű a kristályszemcsék orientációja. Ha az anyagban kialakul egy vagy több ilyen kitüntetett, preferált orientáció, akkor az ilyen anyagot textúrált anyagnak nevezzük. Ekkor a kristályszemcsék jelentős térfogati hányada közel azonos orientációjú, és ezt kíséri egy kisebb-nagyobb szórás ekörül az ideális orientáció körül. Az anyag végleges textúrája a feldolgozás teljes történetétől függ, a kialakult textúra pontos jellege az anyag és a gyártási/feldolgozási folyamatok komplex függvénye. A textúráról elmondhatjuk, hogy létezését tekintve inkább szabály, mint kivétel, sőt, amikor a gyakorlatban random textúrájú anyagra van szükség, annak előállítása sokszor nagyon bonyolult lehet.

Egykristályok vizsgálatából régóta ismert tény, hogy számos fizikai, mechanikai vagy kémiai tulajdonság a kristálytani iránytól vagy síkaktól függően változik. Egy textúrált polikristályban, amely hasonló orientációjú egykristályok összességének tekinthető, természetesen az anyagi tulajdonságok szintén anizotrop viselkedést mutatnak. Néhány ilyen fontos tulajdonság, amely anizotrópiát mutat, a rugalmassági és deformációs tulajdonságok, keménység, alakíthatóság, elektromos vezetőképesség, mágneses szuszceptibilitás, piezoelektromosság, fénytörés és hullámterjedés, hogy csak néhányat említsünk. Ezek a textúra által előidézett anizotrop tulajdonságok az anyag rendeltetészerű használatától függően lehetnek kívánatos vagy nemkívánatos tulajdonságok. Manapság a textúra szabályozására számos módszer létezik, melyek a feldolgozási folyamat változóinak megfelelő megválasztásával és optimalizálásával tervezett, a felhasználási szempontok szerint kedvező textúrák kialakítására adnak módot.

Egy anyag tulajdonságait a kristályszerkezetén kívül az anyagban lévő kristályhibák is nagyban befolyásolják, a kialakult textúra pedig hatással van ezekre a hibákra is. A kristályhibák által kialakított komplex struktúrákat mikroszerkezetnek nevezzük. A textúrált anyagban jelenlévő különböző textúrakomponensek mikroszerkezete eltérő lehet, ez pedig hatással van az anyag tulajdonságaira. Ezért a mikroszerkezet textúrakomponensenkénti vizsgálata és feltárása alapvető fontosságú a textúrált anyagokban lezajló folyamatok megértésében, ami nem csak tudományos szempontból érdekes, de hatással lehetnek a gyártástechnológia és ipari alkalmazás tökéletesítésére is.

A mikroszerkezet vizsgálatára számos módszer áll rendelkezésre, a mikroszkópos technikáktól a diffrakciós eljárásokig. Az utóbbi időben a röntgen- és neutrondiffrakciós vonalprofil analízis egy igen hatékony eszközhöz bizonyult a polikristályos anyagok mikroszerkezetének kvantitatív jellemzésében. Ezek olyan fontos mikroszerkezeti elemekről adnak információt, mint a diszlokációk és síkhibák típusai és mennyisége, vagy a szemcseméret. Ugyanakkor a vonalprofil módszerek önmagukban nem képesek arra, hogy az anyagban egyidejűleg létező különböző textúrakomponensek mikroszerkezetét egymástól elkülönítve határozzák meg, csupán átlagos eredményeket adnak. Korábbi munkák tettek ugyan kísérletet erre, de azok meglehetősen korlátozottak és csak néhány egyszerű esetben alkalmazhatóak.

A dolgozat célkitűzése egy olyan átfogó, röntgen- és neutrondiffrakciós vonalprofil analízisen alapuló módszer kifejlesztése volt, amellyel az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetét külön-külön meg lehet határozni. A disszertációt öt fő fejezetre osztjuk. Az első két fejezetben a textúráról és a diffrakciós vonalprofil analízisről szükséges irodalmi ismereteket foglalom össze, a többi fejezet a saját munkámat és az ezzel kapcsolatos tudományos eredményeket mutatja be. A harmadik fejezetben ismertetek egy olyan új algoritmust, amely a dolgozatban alkalmazott vonalprofil analízis technika esetén a mikroszerkezetet jellemző paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit szolgáltatja. A negyedik fejezetben bemutatom azt az új módszert, amivel az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezete elkülönítve határozható meg röntgendiffrakció esetén. Az ötödik fejezetben a módszert kiterjesztem neutrondiffrakcióra is.



# I. Irodalmi áttekintés

## 1. Az anyagok kristálytani textúrája

### 1.1. A textúra természete és forrása

Egy polikristály egy olyan nem folytonos rácsszerkezetű kristályos anyagot jelent, amely mikroszkopikus egykristály szemcsékből felépült kristálynak tekinthető. A polikristály szemcséinek különböző az orientációja, ami azt jelenti, hogy a kristálytani tengelyek eltérően állnak bennük. A textúra az anyagot alkotó ilyen szemcsék orientációinak statisztikus tendenciájára utal, a krisztallitok orientációeloszlását fejezzük ki vele. Ez az eloszlás rendkívül változatos lehet és bonyolult mintázatokat mutathat. Két elméleti szélső helyzetet érdemes megemlíteni. Az egyik véglet az, amikor a szemcsék eloszlása véletlenszerű, vagyis az anyagnak nincs textúrája. Ilyen eset a valóságban szinte sohasem következik be és a random textúra elérése a gyakorlatban sokszor igen nehéz. A másik véglet az, amikor minden szemcse orientációja pontosan megegyezik, ekkor természetesen egy egykristályt kapnánk vissza. A gyakorlatban általában azt figyelhetjük meg egy polikristályos anyagban, hogy bizonyos orientációjú szemcsék nagyobb valószínűséggel fordulnak elő, mint mások. Ilyenkor azt mondjuk, hogy az anyag szemcseszerkezete textúrával rendelkezik. A szemcsék számottevő hányada ilyenkor közel azonos orientációjú, ezt ideális vagy preferált orientációnak nevezik. A szemcsék orientációjának ekörül a kitüntetett orientáció körül a textúra élességétől függően kisebb-nagyobb mértékű szórása van, és több ilyen ideális orientáció is létezhet egy anyagban. Értelemszerűen azokat a szemcséket, amelyek a preferált orientációhoz nagyon hasonló orientációval rendelkeznek, egy textúrakomponenshez tartozónak tekintjük. Szokás random textúrakomponensről is beszélni, melyet azok a szemcsék alkotnak, amelyek nem tartoznak egyik kitüntetett orientációval rendelkező textúrakomponenshez sem és szemcséik orientációja közel véletlenszerű.

A textúra kapcsán meg szokták különböztetni a makro- és mikrotextúrát, amelyet globális, illetve lokális textúrának is neveznek. Makrotextúra esetén az egyes szemcsékre úgy tekintünk, mint egy statisztikus populáció részei, anélkül, hogy a pontos térbeli helyüket és a szomszéd szemcsékkal való kapcsolatukat ismernénk. A mikrotextúra ezzel szemben magában foglalja az egyes szemcsék térbeli elhelyezkedését, valamint a szomszédokkal való miszorientáció jellegét és mértékét. A mikrotextúra nyilvánvalóan teljesebb leírás és magában foglalja a makrotextúra leírásához szükséges információkat.

Ebben a dolgozatban csak a makrotextúra fogalmát használjuk, vagyis csak a mérés során megvilágított térfogatban lévő szemcsék orientációeloszlását tekintjük.

A textúra kialakul, illetve módosul a gyártás és anyagmegmunkálás szinte minden szakaszában. A létrejövő textúra pontos jellege és mértéke a kristályszerkezet, a kémiai összetétel, a folyási jellemzők, valamint a mechanikai és termikus kezelések komplex függvénye és a feldolgozás teljes történetétől függ, azaz a végső textúrát befolyásolhatják a korábbi fázisokban kialakult textúrák is [Suwas & Ray, 2014].

Hőkezelés és újrakristályosodás során például a textúra amiatt alakulhat ki, hogy a növekvő újrakristályosodott csírák és az eredeti szemcsék között orientációs kapcsolat lehet, de előfordulhat az is, hogy a csírák orientációja véletlenszerűen alakul ki újrakristályosodás közben, de ezek közül csak bizonyos orientációval rendelkező szemcsék tudnak elég gyorsan nőni [Cahn, 1991].

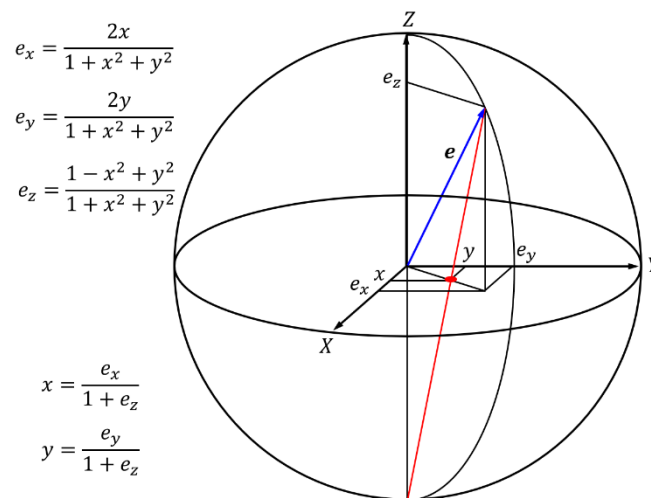
A hideg és melegalakítási eljárások (hengerlés, kovácsolás, sajtolás stb.) során kialakult deformációs textúra leginkább azzal kapcsolatos, hogy a diszlokációmozgás okozta csúszási folyamatok során a kristályrács úgy fordul el, hogy a csúszásirány igazodjon az alkalmazott külső feszültség irányához [Suwas & Ray, 2014]. Ezek a forgások nem véletlenszerűek, ami preferált orientációt vagy textúrát eredményez. Egy másik fontos deformációs mód, az ikresedés is orientációváltozással jár, hiszen a kristály és az ikerkristály egymás tükörképei. Deformációs textúrára tipikus példa a hcp fémek hengerlési textúrája, ahol a rácsállandók  $c/a$  hányada határozza meg a kialakult textúrát. Ez annak köszönhető, hogy a hcp szerkezetű anyagok különböző csúszási és/vagy ikresedési módok által deformálódnak. A dolgozatomban bemutatott két fő anyag is hengerlési textúrát mutató hexagonális fém, Zircaloy-2 ötvözet és tiszta titán, ezeket a megfelelő fejezeteknél részletesen ismertetem. Ezen a ponton érdemes megemlíteni azt a tényt, hogy bár az összes kristályos szerkezetű anyag esetén megfigyelték a tulajdonságok textúrától való függését, az ilyen függés az alacsonyabb kristályszimmetriájú anyagoknál erősebb. Emiatt a fizikai tulajdonságok nagyobb irányfüggést mutatnak hcp anyagoknál, mint köbös szerkezetűeknél.

A hagyományos feldolgozási módszerek mellett a textúra kialakul például elektrodepozíció során is, ahol az áram iránya szabja meg a kitüntetett irányt. A vékonyrétegekben kialakult textúra az áramerősség mellett nagymértékben függ a szubsztrát tulajdonságaitól is [Cahn, 1991].

## 1.2. A textúra ábrázolása

A textúra jellemzésére számos módszer létezik. Ezek közül a legteljesebb leírás az orientáció-eloszlás függvény (ODF) megadása [Sturcken & Croach, 1963]. Ebben a szemcsék orientációját három Euler-szöggel jellemzik, amelyek három, egymás utáni forgatásból erednek. Az ODF egy olyan matematikai függvény, amely az Euler-térben írja le az egyes kristályorientációk előfordulási gyakoriságát. Ez egy háromdimenziós függvény, amit a gyakorlatban úgy szokás ábrázolni, hogy az egyik tengelyt néhány fokok felbontással szeletenként tüntetik fel, és egy-egy ilyen szelet két tengelye a másik két Euler-szög, amelyek függvényében intenzitáserősségek mutatják az adott orientációhoz tartozó kristályszemcsék térfogati hányadát.

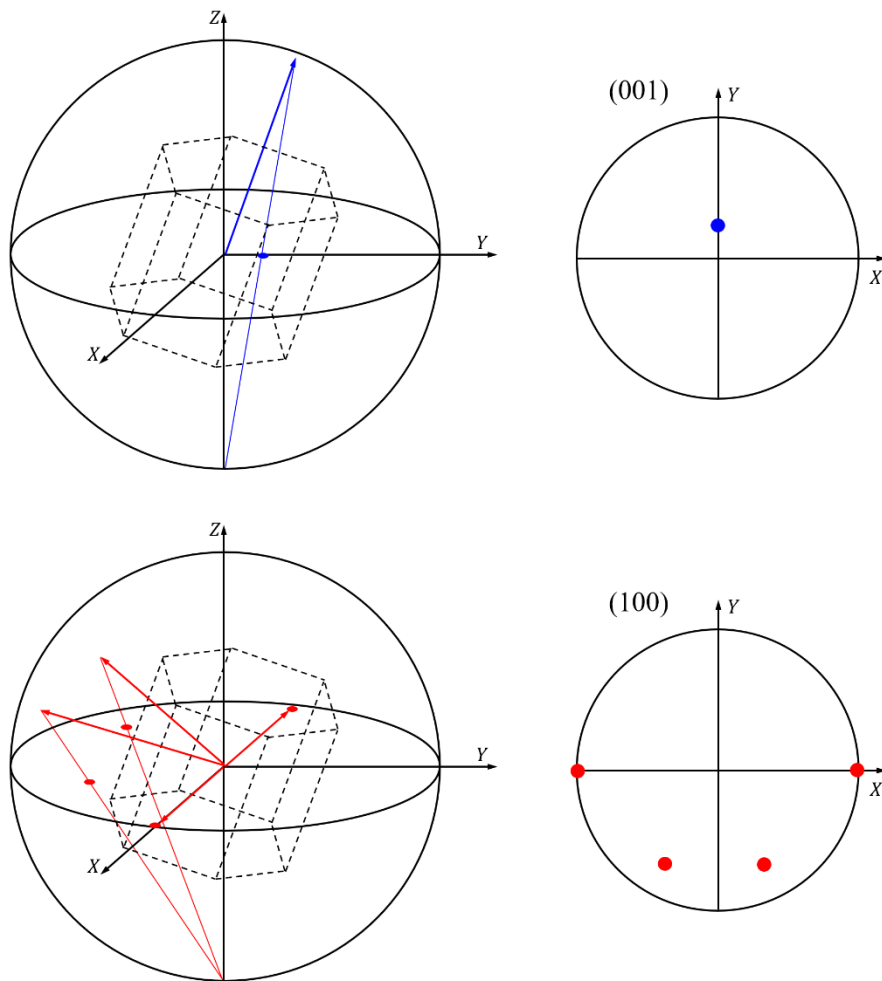
Egy másik ábrázolás a pólusábra módszer, amely egy sztereografikus leképezéssel adott  $hkl$  kristálytani irányok térbeli eloszlását mutatja a vizsgált minta geometriájához viszonyítva [Roe, 1965]. Ebben a dolgozatban a minták pólusábráit használom a textúra grafikus megjelenítésére, ezért ennek fogalmát és jellemzőit részletezem most jobban. Tekintsük az 1.1. ábrán látható egységvektort, melynek Descartes-koordinátáit jelöljük  $(e_x, e_y, e_z)$ -vel.



**1.1. Ábra.** Pólusábránál alkalmazott sztereografikus leképezés szemléltetése. Az  $e$  egységvektor végpontját összekötve az egységnyi sugarú gömb déli pólusával az összekötő vonal az egyenlítő síkját  $(x, y)$  pontban metszi. Ezzel a leképezéssel a teljes északi félgömböt síkra lehet levetíteni.

Erre a vektorra ezután egy olyan leképezést végzünk, hogy a vektor végpontját egyenes vonallal összekötjük a vektor köré rajzolt egység sugarú gömb déli pólusával. Az összekötő vonal  $X$ - $Y$  síkkal való metszéspontját jelöljük  $(x, y)$ -nal, ahogyan ez az 1.1. ábrán is látható, a koordináták közötti oda-vissza transzformációkkal együtt. A pólusábra maga az egyenlítő síkjának az ábrázolása, amelyen a mintát jellemző irányok is fel vannak

tüntetve. A pólusábrán látható pontok a leképezésnek megfelelő módon mutatják meg egyetlen elemi cella, vagy kristályszemcse orientációját a minta koordináta-rendszeréhez viszonyítva, ahogyan azt az 1.2. ábrán is láthatjuk példaként egy dőlt hexagonális cella két különböző  $hkl$  pólusábráján. Megjegyzem, hogy a pólusábrákon feltüntetett  $hkl$  Miller-indexeket a továbbiakban zárójelek közé téve tüntetem fel, míg diffrakciós csúcsok indexelésénél nem használok zárójelet.



**1.2. Ábra.** Adott módon orientált hexagonális cella  $hkl = 001$  és  $hkl = 100$  síkjai normálvektorainak sztereografikus leképezése, valamint a leképezésből kapott (001) és (100) pólusábrák.

Több kristályszemcse vagy cella esetén egy  $(x, y)$  ponthoz több szemcse is tartozhat, ezért az  $(x, y)$  pontban egy intenzitásértékkel adják meg azt, hogy a szemcsék mekkora hányada rendelkezik olyan orientációval, amelyekben a vizsgált  $hkl$  síkok normálvektorai az adott pólusábraponthoz tartoznak. Ezeket az intenzitásértékeket általában színskálával vagy pedig szintvonalakkal szokás ábrázolni, a további fejezetekben látunk majd példákat ilyen pólusábrákra.

A textúra meghatározása általában pólusábrák mérésével történik, akkor is, ha az ODF megadása a kitűzött cél, ODF-et különböző *hkl* indexek esetén mért pólusábrák összekombinálásával hoznak létre. Az ODF nyilvánvalóan teljesebb információt ad, mint egy egyedi pólusábra, hiszen az csupán egyetlen kristálytani irány eloszlását adja meg, nem a teljes orientációeloszlást. Több különböző *hkl* pólusábra megadásával azonban már általában jól jellemezhető egy anyag kristálytani textúrája, a tudományos publikációkban is gyakran találkozhatunk azzal, hogy néhány pólusábra bemutatásával jellemzik a textúrát az ODF helyett. A pólusábrák mérése általában röntgen- vagy neutrodiffrakcióval, illetve visszaszórt elektron diffrakciós (EBSD) módszerrel történik, ezek részleteit itt nem tárgyalom.

A textúrák lehetnek egyszerű típusúak, vagy meglehetősen komplexek attól függően, hogy az anyag milyen gyártási folyamatokon megy keresztül. Lehet egy, de akár több különböző textúrakomponens is az anyagban, amelyek más-más kitüntetett orientációhoz tartoznak. Érdeemes megemlíteni azt az esetet is, amikor nem egy kitüntetett orientáció, hanem egy kitüntetett irány jellemzi a textúrát. Ezt a textúratípust rost-textúrának nevezik, ilyenkor valamelyik kristálytani irány a kitüntetett iránnyal párhuzamos, az összes többi kristálytani irány pedig egyenletesen oszlik el ekörül a preferált irány körül.

Ebben a dolgozatban a textúrát a szemcseorientációk ideális orientáció körüli Gauss-eloszlásával közelítem. Ezáltal a textúra jól jellemezhető néhány olyan egyszerű paraméter segítségével, mint az ideális orientáció Euler-szögei, a Gauss-eloszlás kiterjedése és az egyes textúrakomponensek térfogati hányada. Látni fogjuk, hogy ezek segítségével könnyedén modellezhetjük bármelyik *hkl* pólusábrát, amelyeket összehasonlítva a mért pólusábrákkal megállapíthatjuk a modell-textúra helytállóságát. Az itt bemutatott textúrakomponensenkénti mikroszerkezet vizsgálathoz nem szükséges és nem is cél a textúra pontos, kvantitatív jellemzése, így a textúra ezen modellje is megfelelő közelítést ad számunkra. Megjegyzem továbbá, hogy több különböző ilyen Gauss-jellegű textúra alkotórészeként olyan bonyolultabb textúrák is jól közelíthetők, mint a rost-textúra.

### 1.3. A textúra hatása az anyag tulajdonságaira

A textúra az anyagok számos tulajdonságára hatással van [Kocks et al., 1998], ezek közül mi most ebben a disszertációban a szerkezeti anyagok mechanikai tulajdonságaira koncentrálnak. A gyakorlati alkalmazások szempontjából a textúra okozta anizotrop tulajdonságok lehetnek kívánatosak vagy nemkívánatosak. Az olyan mechanikai tulajdonságok, mint a szilárdság, alakíthatóság és szívósság javítása a mikroszerkezet és/vagy a textúra optimalizálásával érhető el. Megfelelő textúra kialakításával az anyagok élettartama és teljesítménye fokozható. A textúra ipari jelentőségére jó példa a mélyhúzással előállított acél alkatrészek gyártása. A mélyhúzás egy olyan képlékeny alakító eljárás, amellyel sík lemezből üreges testet állítanak elő. Ilyen elemeket használnak autók karosszériájában, de megtalálhatók olyan háztartási cikkekben is, mint a hűtőszekrény, mikrohullámú sütők, mosógépek stb. Az így készült alkatrészek esetén fontos, hogy az acéllapok magas mélyhúzhatósággal rendelkezzenek. Azt találták, hogy megfelelő hideghengerlés és hőkezelés alacsony széntartalmú acélokban olyan textúrát eredményez, amelyben az  $\{111\}$  kristálytani síkok párhuzamosak a lemez síkjával, ez a textúra pedig magas mélyhúzhatóságot eredményez [Seter et al., 1984]. Ezt a nagyon éles  $\{111\}$  típusú textúrát azonban ki kell egyensúlyozni más típusú textúrakomponensekkel, hogy ne alakuljanak ki nemkívánatos 'fülek' a mélyhúzás során.

Ezen a ponton érdemes szót ejteni röviden néhány olyan mechanikai tulajdonságról, ami függ a textúrától, a teljesség igénye nélkül. Jól ismert jelenség például a folyásfeszültség textúrafüggése. Hidegen hengerelt titán lapok esetén azt találták, hogy a folyáshatár irányfüggő, a hengerlés irányában (RD) a folyásfeszültség minimális, míg az erre merőleges transzverzális irányban (TD) maximális, a két irány között pedig közel lineárisan változik az értéke [Inagaki, 1992]. Mindezt megfigyelték különböző mértékben (50-90%) hengerelt lapok esetén, és a két irány közt meglehetősen nagy, mintegy 100 MPa különbség is lehet. Ez jól megvilágítja azt a lehetőséget, hogy alkalmas textúra felhasználásával olyan alkatrészek készíthetők, amelyek szilárdsága bizonyos irányokban nagyobb.

Közismert jelenség az is, hogy a Lankford-paraméter, vagy más néven  $R$ -érték, amely szorosan kapcsolódik a lemezek formázhatóságához, szintén textúrafüggő. Ez a paraméter a lap szélesség és vastagság szerinti deformációinak arányát jelenti. A nagyobb  $R$ -érték, vagyis a nagyobb szélesség irányú deformáció előnyösebb és jobb

mélyhúzzhatóságot eredményez, míg a kis  $R$ -érték korai töréshez vezet. A textúra miatt az  $R$ -érték is anizotrop lehet, ami miatt mélyhúzáskor a különböző irányok különbözőképpen hosszabbodnak és a már említett fülek keletkeznek a deformált tárgy szélei körül. A fülképződés előnytelen folyamat, mert a lap vastagságában fluktuációk jelennek meg és külön megmunkálás szükséges, hogy a tárgyat visszaalakítsuk a kívánt alakúra. A tiszta titánt például magas  $R$ -érték és jó mélyhúzzhatóság jellemzi. Számos vizsgálat megmutatta azonban, hogy hengerelt Ti lemezben TD irányban nagyobb  $R$ -érték jellemző, mint RD irányban [Inagaki, 1992]. Ti ötvözetekben azonban megfelelő adalékokkal és hőkezelési eljárásokkal bazális vagy közel bazális textúra kialakítását érték el, amivel a lap síkjában izotrop tulajdonságokhoz jutottak, és így további jelentős javulást figyeltek meg az alakíthatóságban [Fager & Spurr, 1968].

A textúra fontos szerepet játszik az anyagok ciklikus fárasztásában is. A fáradásos viselkedés anizotrópiája különösen jelentős hexagonális szerkezetű anyagokban. Ti-6Al-4V ötvözetben például olyan textúra esetén vizsgálták ezt, amelyben a bazális irány, vagyis a hexagonális cella  $c$  tengelyének iránya a lemez TD irányával párhuzamos. Azt találták, hogy TD irányú terhelés mellett nagyobb a folyásfeszültség és a szakítószilárdság, azonban alacsonyabb a fáradási élettartam, mint RD irányú terhelés esetén, tehát az optimális fáradásos tulajdonságok nem feltétlenül esnek egybe a nagyobb szilárdságot mutató iránnyal [Bache, 1999].

Azért, hogy az említett mechanikai tulajdonságokra magyarázatokat tudjunk adni, elsősorban az anyag mikroszerkezetében kell keresnünk a válaszokat. Már régóta ismert, hogy az anyag mechanikai tulajdonságait a mikroszerkezetük határozza meg. A felhasznált szerkezeti anyagok tulajdonságai legtöbbször azért változnak, mert a bennük lévő mikroszerkezet átalakul. A mikroszerkezet leírása olyan paraméterek megadását jelenti, mint például a diszlokációs szerkezet (sűrűség, típus és eloszlás), szemcseszerkezet (méret, méreteloszlás és forma) vagy a síkhibák típusa és sűrűsége. A képlékeny alakváltozás két fő módja a csúszás és az ikresedés. A polikristályos anyagokban a mikroszerkezetet az határozza meg, hogy hogyan működnek bennük a csúszó és ikresedési mechanizmusok. A legtöbb esetben a csúszás a leginkább domináns deformációs folyamat, ami diszlokációk folyamatos kialakulását és mozgását jelenti meghatározott síkokon és irányok mentén (a csúszás síkjának és a csúszás irányának együttes megadása jelenti a csúszási rendszert). A polikristályos anyagban kialakult mikroszerkezet meglehetősen komplex lehet, ami közvetlenül összefügg a deformációs folyamatok komplexitásával.

A mikroszerkezet teljes és részletes leírásának az említett mikroszerkezeti jellemzőkön túl tartalmaznia kell a szemcsék kristálytani orientációjával kapcsolatos ismereteket is, és figyelembe kell venni az anyagban kialakult preferált orientációk hatását. Ugyanis a csúszás és az ikeresedés egyaránt kristálytani jellegűek, így a deformáció során aktiválódott csúszási rendszerek függenek a szemcseorientációk külső feszültséghez való viszonyától is. Másképpen fogalmazva a textúrának hatása van a csúszási- és ikerrendszerek aktiválódására, a csúszáshoz vagy ikeresedéshez társuló tényleges síkok és irányok függenek attól, hogy melyik csúszási- vagy ikerrendszer éli meg a legnagyobb csúsztatófeszültséget adott terhelési körülmények között. Figyelembe kell venni azt is, hogy ellentétben egy terhelés alatt álló egykristály viselkedésével, amely általában szabadon változathatja az alakját, egy polikristály egyes szemcséi a szomszédos szemcsék miatti korlátokat tapasztalnak, és így minden szemcse egyedi módon deformálódik. Ennek eredményeként a polikristályos anyagok deformációja jóval bonyolultabb, és a deformációs folyamatok meglehetősen eltérőek lehetnek, mint egykristály esetén. Emiatt az ugyanazon textúrákomponenshez tartozó szemcsék, melyek orientációja nagyon hasonló egymáshoz, nem pontosan úgy viselkednek, mint egy hasonlóan orientált egykristály.

Mindezeket figyelembe véve a különböző textúrákomponensekben kialakult mikroszerkezet meghatározása lényeges információkat tartalmazhat a textúrától is függő folyamatok feltárásában. A gyártási eljárásoktól függően a különböző textúrákomponensekben nagyon eltérő mikroszerkezet alakulhat ki. Emiatt az egyedi textúrákomponensek mikroszerkezetének vizsgálata elengedhetetlen a szerkezeti anyagok mechanikai tulajdonságai és a bennük lejároló deformációs mikrofolyamatok jobb megértésében, amely mind alapkutatási, mind gyártástechnológiai szempontból fontos kérdés. A mikroszerkezet ilyen jellegű vizsgálatára az egyedi textúrákomponenseket szeparáltan figyelembe vevő diffrakciós technikát fejlesztettem ki, amit a dolgozat további fejezeteiben részletesen bemutatok.



## 2. Röntgen- és neutrodiffrakciós vonalprofil analízis

### 2.1. Diffrakciós alapfogalmak

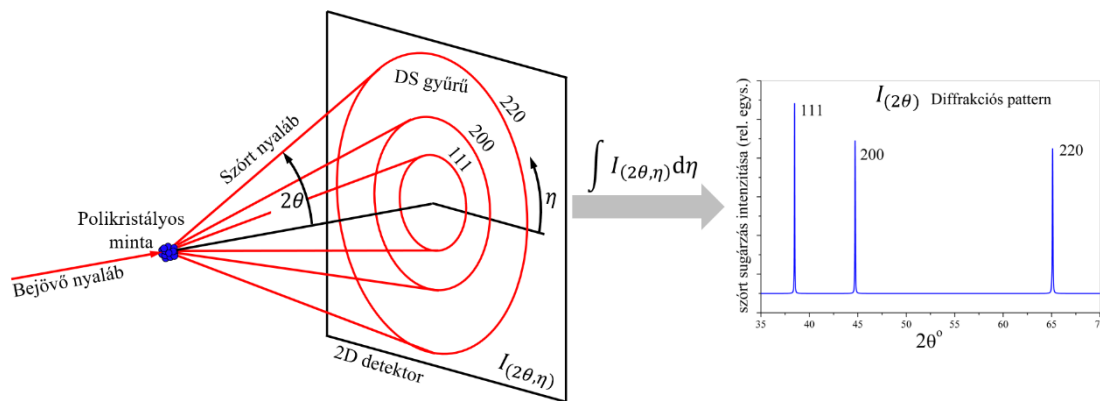
Ebben a fejezetben röviden összefoglalom a disszertációm további fejezeteiben használt, röntgen- és neutrodiffrakcióval kapcsolatos kifejezéseket és alapfogalmakat. A vonalprofil analízis során a diffrakciót a kinematikus szóráselmélet keretein belül tárgyaljuk, így a profilalakok elméleti tárgyalásánál nincs különbség a röntgen- és neutrodiffrakció között. A röntgen- és neutrodiffrakciós vonalprofil analízis közti különbségek csupán gyakorlati jellegűek, amelyek az adott részecske anyaggal való kölcsönhatásának jellegéből erednek. Ilyen eltérés például, hogy a neutronok szórási hatáskeresztmetszete nem monoton függvénye a rendszámnak, ezért a neutronok kiválóan alkalmasak lehetnek kis rendszámú elemek vizsgálatára is. Ezeket leszámítva azonban mindkét módszer egyaránt alkalmas vonalprofil analízis céljából, ezért a továbbiakban csak akkor teszek köztük különbséget, ha az gyakorlati okok miatt szükséges.

A diffrakció legegyszerűbben a Bragg-törvény alapján tárgyalható:

$$2d_{hkl}\sin\theta_B = \lambda, \quad (2.1)$$

ahol  $\lambda$  a sugárzás hullámhossza,  $d_{hkl}$  a  $hkl$  Miller-indexekkel jellemzett kristálytani síkseregben az ekvidisztáns síkok közti távolság,  $\theta_B$  pedig a Bragg-szög, amely a szórt nyaláb  $hkl$  síkokkal bezárt szögét jelenti. Ez a törvény azt fejezi ki, hogy csakis ennek a feltételnek a teljesülése esetén lép fel konstruktív interferencia, vagyis a szórt nyaláb intenzitásában a megfelelő irányban éles csúcs jelenik meg. Ez azt jelenti, hogy adott hullámhossz és adott  $hkl$  síksereg esetén szigorúan meghatározott  $2\theta_B$  irányban kapunk éles intenzitáscsúcsot, de azt is kifejezi, hogy tetszőleges  $2\theta_B$  irányban elhelyezett detektor esetén milyen hullámhosszú nyalábra van szükség ugyanehhez. Utóbbi értelmezésnek polikromatikus nyalábot használó neutrodiffraktométerek esetén lesz számunkra jelentősége. A Bragg-feltétel kifejezhető vektoriális alakban is (Laue-feltétel), amely szerint akkor lép fel erősítő jellegű interferencia, ha a bejövő és a szórt nyaláb hullámszámvektorának különbsége éppen a  $hkl$  indexekhez tartozó (a  $hkl$  síkokra merőleges) reciprokrács-vektor. A diffrakció feltételének Bragg- és Laue-féle megfogalmazása ekvivalens állítás, ugyanannak a feltételnek kétféle matematikai alakja. A Bragg-feltétel ahhoz hasonlatos, mintha a bejövő nyaláb valamely kristálytani síkon "tükröződne", ezért a feltételt teljesítő intenzitáscsúcsokat néha 'reflexióknak' is nevezik. A (2.1) Bragg-feltétel valójában nem fejezi ki tökéletesen a szórt nyaláb irányát a térben,

hiszen az csupán egyetlen szöget tartalmaz, a pontos irányfüggéshez figyelembe kell venni a reflektált nyaláb  $\eta$  azimut szögét is, ahogy azt a 2.1. ábra is mutatja.



**2.1. Ábra.** Debye-Scherrer (DS) geometria sematikus rajza. A bejövő monokromatikus, párhuzamos nyaláb polikristályos mintán szóródik, a minta stacionárius a mérés során. A szórt nyalábok a Bragg-feltételnek megfelelően  $2\theta_B$  félnyílásszögű kúppalástok mentén szóródnak. Sok kristallit esetén a nyalábok összeolvadnak és folytonos körök rajzolódnak ki a detektorképen, ezeket nevezzük DS-gyűrűknek. Az  $I(2\theta, \eta)$  kétdimenziós diffrakciós képet az  $\eta$  azimut szög mentén integrálva kapjuk egydimenziós függvényként az  $I(2\theta)$  diffrakciós patternnt, ami a szórési szög függvényében mutatja a szórt sugárzás intenzitását. A patternen a  $2\theta_B$  Bragg-szögeknél megfigyelhetőek a háttérből kiemelkedő éles diffrakciós csúcsok, melyek a különböző  $hkl$  Miller-indexű kristálysíkokhoz köthetők. Az ábrán példaként három különböző, 111, 200 és 220 Miller-indexekkel jellemezhető gyűrű, illetve diffrakciós csúcs van szemléltetve.

Az azimut szöget is figyelembe véve monokromatikus nyaláb esetén elmondhatjuk, hogy a szórt nyalábok kúppalástok mentén haladnak. Ha a minta egy egykristály, amelynek valamely  $hkl$  síkja teljesíti a Bragg-feltételt, és a mintát (és így a  $hkl$  síkot is) forgatjuk a bejövő nyaláb irányú forgástengely körül, akkor a szórt nyaláb iránya is forog a kúppalást mentén. Ez a jelenség ahhoz hasonlít, mint amikor egy lézerrel megvilágított tükröt forgatva a reflektált nyaláb is elfordul. Ha nem egykristály a minta, hanem több, különbözőképpen orientált kis egykristályt, kristallitot képzelünk el helyette, akkor a palást mentén több sugárnyalábot is megfigyelhetünk. Ha elég sok ilyen kis véletlenszerűen orientált kristallit van reflektáló helyzetben, akkor a nyalábok összeolvadnak és egy folytonos kör rajzolódik ki, ezt nevezzük Debye-Scherrer (DS) gyűrűnek. Ha az anyag textúramentes, azaz a kristallitok orientációja valóban véletlenszerű, akkor a gyűrűk mentén egyenletes az intenzitáseloszlás, míg textúrált anyagok esetén felborul ez az egyenletesség, a nem véletlenszerűen álló kristallitok miatt a gyűrű egyes szakaszain erős intenzitásmaximumok figyelhetők meg, míg más gyűrűszakaszokon az intenzitás értéke gyakorlatilag nulla is lehet. Látni fogjuk, hogy

textúrált anyagok esetén a textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározása éppen a szórt nyaláb gyűrű menti intenzitáseloszlásának vizsgálatán alapszik. A 2.1. ábra ún. Debye-Scherrer geometriát valósít meg, azaz a bejövő nyaláb monokromatikus, párhuzamos és a polikristályos minta stacionárius, a mérés során mozdulatlan. Ez a geometria a legalkalmasabb és legtöbbször alkalmazott módszer a röntgendiffrakciós vonalprofil analízishez az elérhető nagy szögfelbontás miatt. Másfajta röntgendiffrakciós technikák, mint például a Bragg-Brentano elrendezés, ahol mind a minta, mind a detektor forog a mérés során, természetéből fakadóan csak korlátozottan alkalmas textúrált anyagok textúrakomponensenkénti vonalprofil analízisére<sup>1</sup>, ezért ebben a dolgozatban nem foglalkozunk ezekkel a módszerekkel, csak a DS konfigurációt használjuk textúrált anyagok röntgendiffrakciós vonalprofil analízise során. DS geometria könnyedén kialakítható hagyományos röntgensöveket használó laboratóriumi diffraktométereknél is, de a jóval nagyobb intenzitást biztosító szinkrotronoknál is ezt az elrendezést alkalmazzák. Bár ebben a disszertációban csak labordiffraktométerrel elvégzett kísérleteket mutatok be, a módszer szinkrotronok esetén is alkalmazható. Míg a szinkrotronok transzmissziós üzemmódban mérnek, vagyis az alkalmazott hullámhossz miatt akár centiméteres méretű mintán is keresztül megy a nyaláb, addig laboratóriumi röntgensöveknél tipikusan csak néhányszor 10  $\mu\text{m}$  a röntgenfotonok behatolási mélysége, ami miatt nagyon vékony fóliákat leszámítva azok csak reflexiós üzemmódban alkalmazhatóak. Ez a tény azonban nincs hatással az ebben a dolgozatban bemutatott röntgendiffrakción alapuló textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározásra, az új módszer bármilyen DS geometria esetén általánosan alkalmazható. A különbségek csupán technikai jellegűek a szinkrotronok és a labordiffraktométerek között, amelyek a reflexiós és a transzmissziós üzemmód közti különbségekből adódnak. Reflexiós üzemmód esetén ugyanis figyelembe kell venni, hogy nem alkalmazható bármilyen mintaorientáció egy adott reflexió méréséhez, a mintaorientációnak teljesítenie kell azt a feltételt, hogy a szórt nyaláb irányát ne keresztezze maga a minta anyaga, hiszen nemcsak a bejövő, de a szórt nyaláb sem képes áthatolni azon, és ilyenkor a minta maga leárnyékolja a szórt nyalábot. Ilyen leárnyékolás tipikusan akkor valósulhat meg, ha a minta felületének a beeső nyalábbal bezárt szöge nagyobb, mint a reflexióhoz tartozó  $2\theta_B$  szög. Transzmissziós üzemmódnál általában nincs ilyen jellegű probléma, ezért azt

---

<sup>1</sup> A Bragg-Brentano elrendezésben a minta egy sík felületével párhuzamos *hkl* kristálytani síkokról szóródó röntgenfotonokat detektáljuk, ezek a síkok pedig nem feltétlenül esnek egybe valamely textúrakomponens síkjaival, így nehezen lehet a textúrakomponens jellemző vonalprofilokat mérni.

mondhatjuk, hogy textúrált anyagok vizsgálata szempontjából a labordiffraktométerek bonyolultabb helyzetet jelentenek, mint a szinkrotronos mérések, ahol a mintaorientáció megválasztása szabadon történhet, annak nincsenek ilyen jellegű korlátai.

A módszer alkalmazható neutrondiffrakció esetén is, azonban a DS geometriát használó neutrondiffraktométerek szögfelbontása általában jelentősen elmarad attól, amit a modern vonalprofil analízis technikák igényelnek. Az utóbbi évtizedekben azonban a spallációs neutronforrások megjelenésével nagyban javult a neutrondiffraktométerek felbontása, ami alkalmassá teszi őket a vonalprofil analízis számára is. Disszertációmban a textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározásának módszerét kiterjesztem egy, a DS geometriától eltérő, spallációs forrásból származó neutronokat használó geometriára is, így elmondható, hogy olyan új diffrakciós profilanalízis technikát dolgoztam ki, amely az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetének meghatározására széleskörűen alkalmazható, lefedve a napjainkban alkalmazott korszerű röntgen- és neutrondiffrakciós vonalprofil mérési módszereket.

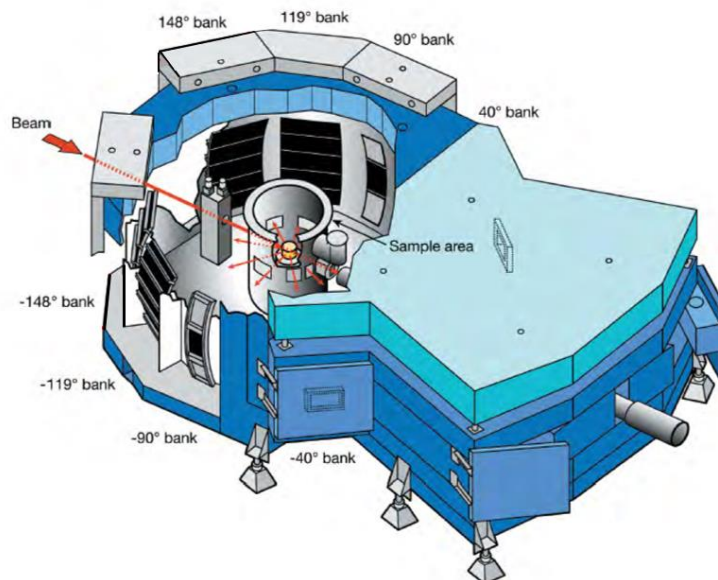
Térjünk vissza a 2.1. ábrán látható DS geometriára néhány, a dolgozatomban használt kifejezés jelentésének tisztázása végett. Ahogy az az ábrán is látható, általában kétdimenziós detektorral vesszük fel a szórt nyaláb intenzitásértékeit, ezt a kétdimenziós detektorképet nevezem a továbbiakban diffrakciós képnek. Megjegyzem, hogy egydimenziós vonaldetektor is alkalmas lehet a textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározására, azonban a kétdimenziós detektorok jóval több információt szolgáltatnak, és alkalmasabbak az egyedi textúrakomponensek vizsgálatára, ezért a továbbiakban a kétdimenziós (2D) detektorokkal felvehető intenzitáseloszlásra koncentrálok. Vondetektor esetén mindössze annyi a különbség, hogy az egyenletekben rögzített  $\eta$  azimut szöget kell tekinteni egy kiterjedt azimutális taromány helyett. A 2D detektorok lehetnek síkdetektorok, mint ahogyan az a 2.1. ábrán is szerepel, de lehetnek a mintát körülvevő, kör alakban meghajlított lapok is, melyek centrumában a minta van. Az ebben a dolgozatban bemutatott új módszer független az alkalmazott detektor jellegétől.

A diffrakciós képen látható intenzitáseloszlás a  $2\theta$  szórési szög és az  $\eta$  azimut szög függvénye. Vonprofil analízis során ezt az  $I_{(2\theta,\eta)}$  2D intenzitáseloszlást integráljuk  $\eta$  szög mentén egy adott  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  intervallumon, így jutunk ahhoz az egydimenziós  $I_{(2\theta)}$  függvényhez, amely az elhajlási szög függvényében mutatja a szórt sugárzás intenzitását. Ezt az egydimenziós függvényt ebben a dolgozatban az angol elnevezés

alapján diffrakciós 'pattern'-nek fogom nevezni. A 2.1. ábrán láthatjuk sematikusan a diffrakciós kép integrálásával meghatározható patternt is, amelyen megfigyelhetjük a Bragg-szögeknél található éles intenzitásmaximumokat is. A diffrakciós pattern Bragg-szögek körüli azon szakaszát, amelyen az intenzitásértékek kiemelkednek a háttérből, diffrakciós csúcsnak, Bragg-csúcsnak vagy reflexiónak nevezem a továbbiakban. A vonalprofil módszerek a diffrakciós csúcs profilalakjából határozzák meg a mikroszerkezetet jellemző paraméterek értékeit, melyet a következő fejezetben tárgyalok részletesebben. Mivel egy-egy ilyen diffrakciós csúcs egy meghatározott  $hkl$  Miller-számhármassal jellemezhető síkseregen szóródva jön létre, így a Miller-indexek a csúcsok azonosítására, indexelésére is használatosak. Megjegyzem, hogy ebben a dolgozatban minden esetben ezt a háromindexes  $hkl$  formátumot használom, noha hexagonális kristályszerkezetű anyagok esetén szokásos a négyindexes  $hkil$  jelölés is, ahol  $i = -(h + k)$ . Ezt a negyedik  $i$  indexet a diffrakciós csúcsok azonosításánál nem tüntetem fel, de az indexek permutációjának számításánál természetesen figyelembe van véve hexagonális anyagoknál.

Neutrodiffraktométerek esetén különbséget kell tenni az egyes mérési berendezések között abból a szempontból, hogy azok milyen neutronforrást használnak. Kétféle ilyen forrás létezik: reaktor vagy spallációs forrás. A reaktorokban található diffraktométerek nagyon hasonlítanak a röntgendiffraktométerekhez, általában monokromatizált nyalábot használnak és DS geometriában üzemelnek. Ilyen esetekben, ha a diffraktométerrel megfelelő szögfelbontású pattern mérhető, a textúrakomponensenkénti vizsgálati módszer ugyanúgy alkalmazható, mint röntgendiffrakció esetén. Általában azonban nem ez a helyzet és a felbontás ehhez nem megfelelő. Ezzel szemben a spallációs neutronforrásoknál polikromatikus nyalábot használnak, és repülési idő módszert (time of flight, TOF) alkalmaznak a neutronok energia (hullámhossz) szerinti felbontására. A detektor ilyenkor rögzített, konstans szórási szögnél méri a beütésszámot. Vagyis amíg DS geometriánál a Bragg-egyenletben  $\lambda$  rögzített és  $2\theta$  szórási szög a változó, addig itt  $2\theta$  rögzített és  $\lambda$  a változó. A beütésszámot azonban nem a hullámhossz, hanem a  $K = 1/d$  reciproktér hosszúság függvényében szokás ábrázolni, ilyen esetekben ez az  $I_{(K)}$  függvény jelenti a diffrakciós pattern-t, és a röntgendiffrakciós csúcsokhoz hasonlóan kell értelmezni a diffrakciós csúcsokat itt is. Megjegyzem, hogy ez a transzformáció röntgendiffrakció esetén is elvégezhető a  $K = 2\sin(\theta)/\lambda$  összefüggés alapján és ott is szokás  $I_{(K)}$  patternről

beszélni, mindkét alak használatos. Az alkalmazott detektorok természetesen általában neutronok esetén is valamelyest kiterjedtek, és így minden egyes kisebb egységük, 'pixelük' más-más  $2\theta$  szórési szögnél található, azonban ennek a szögnek az ismeretében pixelenként meghatározható egy-egy pattern, a teljes diffrakciós patternt pedig ezen pixelenkénti patternek eredője adja. Ez a spallációs forrást és TOF technikát alkalmazó módszer vonalprofil analízis szempontjából azért lényeges, mert a pattern felbontását így nem a detektor szögfelbontása, hanem a hullámhossz szerinti felbontás határozza meg, amivel lényegesen jobb minőségű, a vonalprofil módszerek szempontjából is alkalmas patternek mérhetők [Ungár et al., 2010; Balogh et al., 2012]. Általában több, különböző szögben elhelyezett detektort ('Bank'-ot) is alkalmaznak, mint ahogyan az példaként a 2.2. ábrán is látható, ami textúrált anyagok vonalprofil analízise szempontjából még előnyösebb.

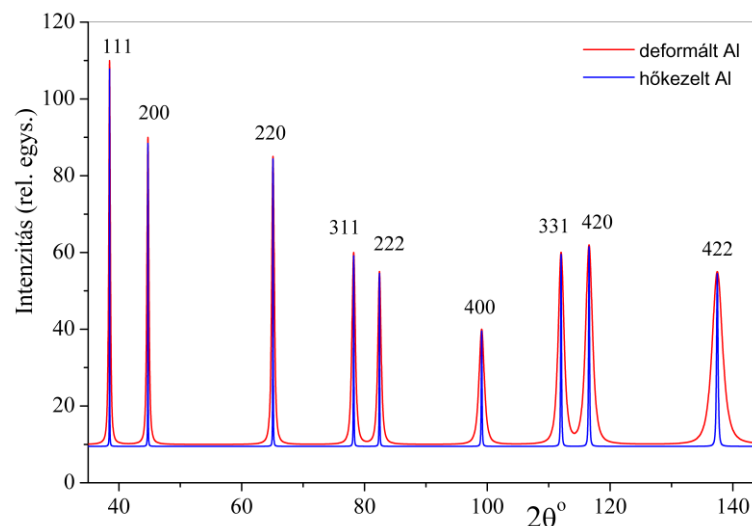


**2.2. Ábra.** Spallációs neutronforrást használó, vonalprofil analízisre is alkalmas, nagyfelbontású TOF neutrondiffraktométer (Neutron Powder Diffractometer, Los Alamos Neutron Science Center) sematikus rajza [Proffen et al., 2002]. A bejövő nyaláb (Beam) polikromatikus, a Bragg-törvénynek megfelelően szórt neutronokat különböző  $2\theta$  szórési szögeknél elhelyezett detektorok ('bank'-ok) detektálhatják. Ilyen geometria esetén az  $I_{(K)}$  diffrakciós pattern felvétele a neutronok sebességének (hullámhosszának) mérése alapján történik.

## 2.2. A vonalprofil analízis módszerei

Végtelen nagy méretű és tökéletesen szabályos, hibamentes kristályrács esetén a diffrakciós csúcsok delta-függvényhez lennének hasonlóak, azaz zéró szélességű, véges integrális intenzitású, éles csúcsok lennének. A valódi kristályok azonban nem ideálisak, mindig található bennük valamilyen eltérés a tökéletes rendtől, és a méretük sem lehet

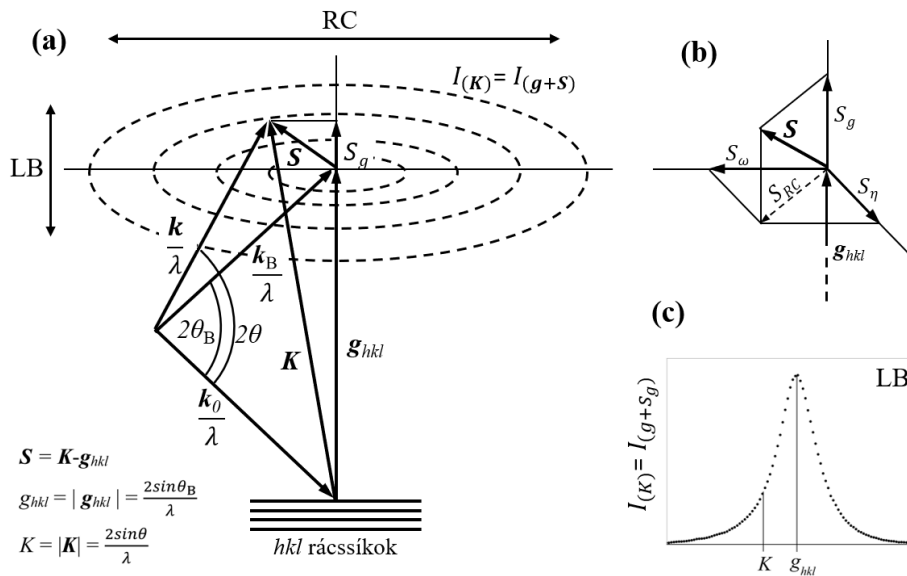
végtelen. Mindenfajta eltérés a szabályos szerkezettől, illetve a véges kristálméret hatással van a diffrakciós csúcsokra, azok kiszélesedését okozza. Ezt a jelenséget jól szemlélteti a 2.3. ábra, amelyen egy intenzív képlékeny alakításon átesett, kisszemcsés és sok kristályhibát tartalmazó, illetve egy magas hőmérsékleten hevített, nagyszemcsés és kevés kristályhibát tartalmazó alumínium minta diffrakciós patternje látható. Azt vehetjük észre, hogy a csúcsok pozíciója és intenzitásuk nagysága mindkét pattern esetén megegyezik, viszont az erősen deformált alumínium diffrakciós csúcsai jóval szélesebbek. Ezt a jelenséget, mely már régóta ismert, a szakzsargon diffrakciós vonalszélesedésnek nevezi (angolul: Line Broadening, LB). A Bragg-csúcsok pontos alakja kiváló lehetőséget nyújt az anyagban jelenlévő hibák jellegének és mennyiségének vizsgálatára, az ezzel foglalkozó tudományterületet diffrakciós vonalprofil analízisnek nevezik.



**2.3. Ábra.** Egy intenzív képlékeny alakítással erősen deformált, sok kristályhibát tartalmazó kisszemcsés (piros vonal), és egy erősen hőkezelt, kevés hibát tartalmazó nagyszemcsés (kék vonal) alumínium minta diffrakciós patternje. Ez az ábra jól szemlélteti a diffrakciós vonalszélesedés jelenségét.

Fontos megjegyezni, hogy a Bragg-csúcs körüli intenzitáseloszlás valójában egy reciproktérbeli háromdimenziós (3D) intenzitáseloszlás [Zilahi et al., 2015], amint azt a 2.4. ábra is szemlélteti. A kristályrács és a reciprokrács közti matematikai kapcsolatot Fourier-transzformáció adja meg. A diffrakciós képen voltaképpen a reciprokrácsot látjuk, ami egyben a kristályrács Fourier-transzformáltja is. Egy tökéletes kristály reciprokrácspontjai pontszerűek lennének, a rácshibák miatt azonban kiszélesednek és háromdimenziós diffrakciós ellipszoidot alkotnak. A rácshibák okozta rácstorzulás és a diffrakciós csúcsok szélesedése közti kapcsolat szintén Fourier-transzformációval adható

meg. A 2.4. ábrán sematikusan láthatjuk a valós- és reciproktérbeli jelöléseket és a reciproktérben háromdimenzióban kiszélesedett Bragg-reflexiót. Végtelen nagy kristály és rácshibák jelenléte nélkül csakis a  $\mathbf{g}_{hkl}$  diffrakciós vektor (a  $hkl$  síkokhoz tartozó reciprokrács-vektor) által megszabott matematikai pontban kapnánk delta-függvényszerű intenzitáscsúcsot. A rácshibák miatt ez a pont kiszélesedik, a 3D intenzitáseloszlást pedig az ábrán definiált, a diffrakciós vektor végpontjától mért  $\mathbf{S}$  vektor vagy pedig a  $\mathbf{K}$  tetszőleges reciproktérbeli vektor függvényeként adhatjuk meg.



**2.4. Ábra.** A reciproktérben kiszélesedett Bragg-csúcs szemléltetése. (a) A  $\mathbf{g}_{hkl}$  diffrakciós vektor körüli 3D intenzitáseloszlás sematikus rajza. A 3D intenzitáseloszlás a  $\mathbf{K}$  tetszőleges reciproktérbeli vektor ( $I_{(\mathbf{K})}$ ) vagy a diffrakciós vektor végpontjából húzott  $\mathbf{S}$  vektor függvényeként adható meg ( $I_{(\mathbf{S})}$ ).  $\mathbf{k}$  és  $\mathbf{k}_0$  a bejövő és a szórt nyaláb irányú egységvektorok,  $\mathbf{k}_B$  a Bragg-feltételnek megfelelő szórt nyaláb irányú egységvektor,  $\lambda$  a nyaláb hullámhossza,  $\theta_B$  a Bragg-szög,  $\theta$  pedig a szórás szög. LB a diffrakciós vektorral párhuzamos, a mikroszerkezettel kapcsolatos 'Line Broadening' vonalszélesedés, RC pedig a diffrakciós vektorra merőleges, a  $hkl$  síkok elfordulásával kapcsolatos 'Rocking Curve' kiszélesedést jelenti. (b) Az  $\mathbf{S}$  vektor komponenseinek jelölése. (c) A 3D intenzitáseloszlás diffrakciós vektorra merőleges síkban alkalmazott integrálása adja az LB vonalszélesedést, vagyis a diffrakciós vektor irányú egydimenziós  $I_{(\mathbf{K})}$  intenzitáseloszlást.

A vonalprofil analízis módszerek különbséget tesznek az  $\mathbf{S}$  vektor  $\mathbf{g}_{hkl}$  vektorral párhuzamos ( $S_g$ ) és arra merőleges ( $S_\omega$ ,  $S_\eta$ ) komponensei között, a diffrakciós vektorral párhuzamos kiszélesedés (LB) jelenti a már említett diffrakciós vonalszélesedést [Wilkins, 1970], a merőleges irányú szélesedést pedig 'Rocking Curve' (RC) szélesedésnek hívják [James, 1962]. Ez utóbbi szubszemcsék elfordulásával, dőlésével kapcsolatos, amellyel ebben a disszertációban nem foglalkozunk és a továbbiakban csak az atomi távolságok megváltozásához közvetlenül köthető LB vonalszélesedést és az



ezzel foglalkozó vonalprofil módszereket tekintjük. A háromdimenziós  $I_{(K)}$  intenzitáseloszlásból a  $\mathbf{g}_{hkl}$  vektorra merőleges síkban alkalmazott integrálás adja a  $\mathbf{g}_{hkl}$  irányú egydimenziós  $I_{(K)} = I_{(g+S_g)}$  intenzitáseloszlást, vagyis a LB vonalszélesedést. Ez az integrálás a hagyományos diffrakciós mérések során a minta lengetésével és a diffrakciós kép azimut szög menti integrálásával valósulhat meg (előbbi jelenti az  $S_\omega$ , utóbbi az  $S_\eta$  szerinti integrálást), így kapva meg a 2.1. fejezetben már ismertetett  $I_{(K)}$  egydimenziós diffrakciós patternt.

A vonalprofil módszerek tárgyalásánál különbséget kell tenni azon eljárások közt, amelyek csupán a diffrakciós csúcsok szélességeivel foglalkoznak, és azok közt, amelyek figyelembe veszik a csúcsok teljes profilalakját. Az előbbi technikák, mint például a Williamson-Hall (WH) eljárás [Williamson & Hall, 1953], inkább csupán kvalitatív analízisre alkalmasak, a mikroszerkezeti paraméterek kvantitatív meghatározására nem. A csúcsok alakját figyelembe vevő módszerek ezzel szemben jóval kifinomultabbak, és megbízhatóan adják meg a mikroszerkezetet jellemző mennyiségeket. Az első ilyen technikát Warren és Averbach dolgozta ki [Warren & Averbach, 1952], ők a csúcsprofil Fourier-transzformáltjának Taylor-sorfejtését vizsgálva megállapították, hogy a belső feszültségek okozta vonalszélesedés az  $\langle \varepsilon^2 \rangle$  deformációs tér négyzetének térbeli átlagolásával skálázható. Azonban, mint azt Krivoglaz megmutatta, ha a belső feszültség diszlokációktól származik, akkor  $\langle \varepsilon^2 \rangle$  értéke végtelennek adódik, aminek az az oka, hogy a diszlokációk feszültségtere a magjuktól mért távolsággal fordítottan arányos. Ez azt jelenti, hogy a Warren-Averbach analízis nem alkalmazható diszlokációkra. Krivoglaz és társai kidolgoztak egy olyan analitikus formulát a Fourier-transzformáltra, amely teljesen random diszlokációeloszlásra érvényes [Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963]. Ezzel a kifejezéssel azonban az a probléma, hogy divergál a kristály méretével. Ezt a problémát először Wilkens oldotta fel azzal, hogy bevezette az ún. korlátozottan véletlen diszlokációeloszlást [Wilkens, 1970]. A Wilkens-modellben a korlátozás jellege abban áll, hogy felteszi, hogy a diszlokációvonalakra merőleges keresztmetszetben vannak olyan  $F$  méretű tartományok, amelyeket pontosan  $N_F = \rho F$  számú diszlokációvonal keresztesz ( $\rho$  a diszlokációsűrűség). Ezzel szemben a teljesen véletlenszerű diszlokációk esetében a tartományt keresztesző diszlokációk számának várható értéke lenne  $N_F$ . Wilkens ezzel a diszlokációeloszlással két paraméter segítségével írta le a vonalprofilokat, az egyik az átlagos diszlokációsűrűség, a másik a tartományok méretét megadó korrelációs hossz. A Wilkens-modell legnagyobb problémája, hogy az

alkalmazott diszlokációeloszlás meglehetősen mesterséges, ad hoc jellegű. Ennek ellenére számos kutatás igazolta, hogy kellőképpen jó közelítéssel, tipikusan 10%-os hibahatáron belül képes megadni a paraméterek értékeit. A diszlokációk vonalszélesedésének egy általánosabb aszimptotikus leírását Groma és munkatársai adták meg [Groma, 1998], amely a diszlokációk eloszlásától függetlenül képes megadni a diszlokációsűrűséget. Ebben a leírásban megmutatták, hogy diszlokációk következtében a diffrakciós csúcprofil köbös lecsengést mutat, ami nem függ a diszlokációk elhelyezkedésétől, ha átrendezzük a diszlokációkat úgy, hogy a diszlokációk vonalhossza nem változik, akkor a profil aszimptotája nem változik (a profil központi része természetesen módosul). Ez remek lehetőséget kínál a diszlokációsűrűség meghatározására, azonban nagy pontatlanságot eredményez az a tény, hogy a profilok zaja az aszimptotikus tartományban általában nagy, így közvetlen függvényt erre a szakaszra nehéz illeszteni. Groma és munkatársai ennek kezelésére vezették be az ún. 'korlátozott momentumok' módszerét, amely a profil súlypontjára szimmetrikus határokig integrált momentumok vizsgálatát jelenti. Az integrálás következtében immár az aszimptotikus szakaszon is kicsi a görbe szórása, azokra könnyű függvényillesztést alkalmazni, amellyel a diszlokációsűrűség általában néhány százalék pontossággal meghatározható. Megjegyzem, hogy a korlátozott momentumok módszerével ellentétben a Wilkens-modell esetén ún. teljesprofil-illesztés valósítható meg, ami azt jelenti, hogy a mért csúcsokra egy mikroszerkezeti modell alapján meghatározott, mikroszerkezeti paraméterektől függő elméleti profilfüggvények illeszthetőek közvetlenül. A teljesprofil-illesztés és a korlátozott momentumok módszere között az a lényeges különbség, hogy utóbbinál nincs szükség előzetes mikroszerkezeti modellre, ugyanakkor a korlátozott momentumok módszere nem alkalmazható átlapoló profilok esetén, ami például hexagonális szerkezetű, vagy annál még alacsonyabb szimmetriával rendelkező anyagok esetén gyakori. Ebben a disszertációban a mikroszerkezeti paramétereket teljesprofil-illesztéssel határoztam meg, azonban kijelenthető, hogy az itt bemutatott, egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetének meghatározására kidolgozott új módszer független attól, hogy a vonalprofil analízis melyik módszerével határozzuk meg a mikroszerkezeti paramétereket. Ugyanis a módszer lényege az, hogy olyan krisztallitokról szóródó diffrakciós csúcsokat határozzunk meg, amelyek ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartoznak, így a mért csúcsok az egyes textúrakomponensekre jellemző profilokat adnak, a kiértékelés módja és a mikroszerkezeti paraméterek kinyerése a profilokból pedig egy ettől független, további lépés.

### 2.3. A CMWP eljárás és profilfüggvényei

Az ebben a dolgozatban bemutatott diffrakciós paternekre az ELTE Anyagfizikai Tanszékén kifejlesztett, ún. 'konvolúciós többszörös teljesprofil-illesztés' (Convolutional Multiple Whole Profile, CMWP) módszerét alkalmazva kaptam meg a mikroszerkezet jellemző paraméterek értékeit [Ribárik et al., 2004; Ribárik et al., 2019 (S2)]. A CMWP módszer során fizikai modelleken alapuló elméleti paternt illesztünk a mért diffrakciós paterne. Ezt a mért egydimenziós intenzitáseloszlást a kiértékelő szoftvernek megadhatjuk akár  $2\theta$  vagy  $K$  függvényében is, de a  $2\theta$  szerint megadott paterne is áttanszformálódna reciproktér-koordináták függvényévé a  $K = 2\sin(\theta)/\lambda$  összefüggés alapján. A módszer nagy előnye, hogy a mikroszerkezeti paraméterek több különböző  $hkl$  diffrakciós csúcs profilalakjának egyidejű figyelembevétele alapján kerülnek meghatározásra, ami nemcsak a paraméterek pontosabb meghatározását teszi lehetővé, de átlapoló csúcsok vagy az anyagban jelenlévő különböző fázisoktól származó csúcsok kezelését is lehetővé teszi. Ebben a fejezetben röviden ismertetem a CMWP eljárás elméleti hátterét és a fizikai modelleken alapuló elméleti profilfüggvényeket.

A különböző mikroszerkezeti elemektől származó  $hkl$  intenzitásprofil az egyes elemek konvolúciójaként adható meg [Warren & Averbach, 1952]:

$$I_{(K)}^{hkl} = I_{hkl(K)}^S * I_{hkl(K)}^D * I_{hkl(K)}^{PF} * I_{hkl(K)}^{Instr}, \quad (2.2)$$

ahol a '\*' szimbólum a konvolúciót jelöli, az  $I_{hkl(K)}^S$  mérethatásból,  $I_{hkl(K)}^D$  a disztorziótól,  $I_{hkl(K)}^{PF}$  a síkhibáktól származó profilfüggvény,  $I_{hkl(K)}^{Instr}$  pedig az instrumentális hatás profilfüggvénye. A  $K$  pontban a teljes intenzitást az egyes  $hkl$  reflexiók összege (beleértve az anyagban található különböző fázisok reflexióit is), illetve a háttérintenzitás járuléka adja:

$$I_{(K)} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} I_{(K)}^{hkl} + I_{(K)}^{BG}, \quad (2.3)$$

ahol  $I_0^{hkl}$  a  $hkl$  csúcs maximumát megadó intenzitásérték,  $I_{(K)}^{BG}$  pedig a háttérintenzitás értéke a  $K$  pontban. Ha áttérünk a Fourier-térbe, akkor az egyes hatások járulékaira konvolúció helyett szorzás lesz érvényes, amit a numerikus számítások gyorsasága miatt célszerű megtenni. Így a (2.2) képlettel megadott  $hkl$  intenzitásprofil Fourier-transzformálja:

$$A_{(L)}^{hkl} = \text{FT}(I_{(K)}^{hkl}) = A_{hkl(L)}^S \cdot A_{hkl(L)}^D \cdot A_{hkl(L)}^{\text{PF}} \cdot A_{hkl(L)}^{\text{Instr}}, \quad (2.4)$$

ahol  $L$  a Fourier-változó. Ha  $A_{(L)}^{hkl}$  ismert, akkor a  $hkl$  profilfüggvényeket inverz Fourier-transzformálással kapjuk:

$$I_{(K)}^{hkl} = \text{FT}^{-1}(A_{(L)}^{hkl}) = \int_{-\infty}^{+\infty} A_{(L)}^{hkl} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL. \quad (2.5)$$

A CMWP eljárás során a különböző mikroszerkezeti hatások profilfüggvényeinek  $A_{(L)}$  Fourier-transzformáltjait egy fizikai modell alapján meghatározva, majd a szorzatukat inverz Fourier-transzformálva kapjuk tehát az elméleti profilokat.

A mérethatás profilfüggvényét a CMWP módszerben olyan modell alapján kapjuk, ahol gömb alakú kristályszemcséket tételezünk fel, a méreteloszlásukra pedig lognormális eloszlást használunk. Jelöljük ennek a szemcseméreteloszlásnak a mediánját  $m$ -mel, a szórását pedig  $\sigma_{\text{LN}}$ -nel. Ezeket a gömb alakúnak feltételezett kristályszemcséket a diffrakciós vektorral párhuzamosan infinitezimális keresztmetszetű oszlopokra bontva meghatározható a mérethatás Fourier-transzformáltja [Ungár et al., 2001]. A számításokat itt nem részletezve az eredmény a következő,  $m$ -mel és  $\sigma_{\text{LN}}$ -nel paraméterezhető függvény lesz:

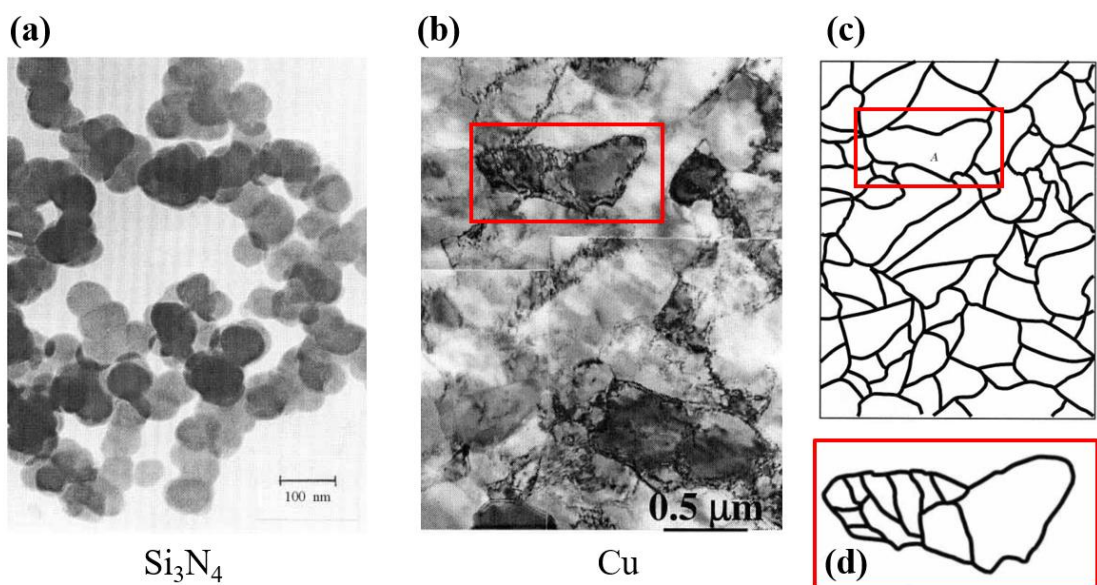
$$\begin{aligned} A_{hkl(L)}^S = & \frac{1}{2} \operatorname{erfc} \left[ \frac{\ln \left( \frac{|L|}{m} \right)}{\sqrt{2} \sigma_{\text{LN}}} - \frac{3}{2} \sqrt{2} \sigma_{\text{LN}} \right] - \\ & - \frac{3}{4m e^{2.5\sigma_{\text{LN}}^2}} |L| \operatorname{erfc} \left[ \frac{\ln \left( \frac{|L|}{m} \right)}{\sqrt{2} \sigma_{\text{LN}}} - \sqrt{2} \sigma_{\text{LN}} \right] + \\ & + \frac{1}{4m^3 e^{4.5\sigma_{\text{LN}}^2}} |L|^3 \operatorname{erfc} \left[ \frac{\ln \left( \frac{|L|}{m} \right)}{\sqrt{2} \sigma_{\text{LN}}} \right], \end{aligned} \quad (2.6)$$

ahol 'erfc' a komplementer hibafüggvény:

$$\operatorname{erfc}[x] = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_x^{\infty} e^{-t^2} dt. \quad (2.7)$$

Vegyük észre, hogy a gömb alakú szemcsék modelljével a (2.6) képlettel megadott vonalprofil  $hkl$  független, azaz a szemcsék okozta vonalszélesedés minden egyes  $hkl$  diffrakciós csúcsra egyforma. Megjegyzem, hogy anizotrop szemcsealak esetén a vonalprofil már  $hkl$  függővé válik, amellyel azonban itt nem foglalkozunk, képlékenyen alakított polikristályos anyagok szemcsealakja általában jól közelíthető gömbbel.

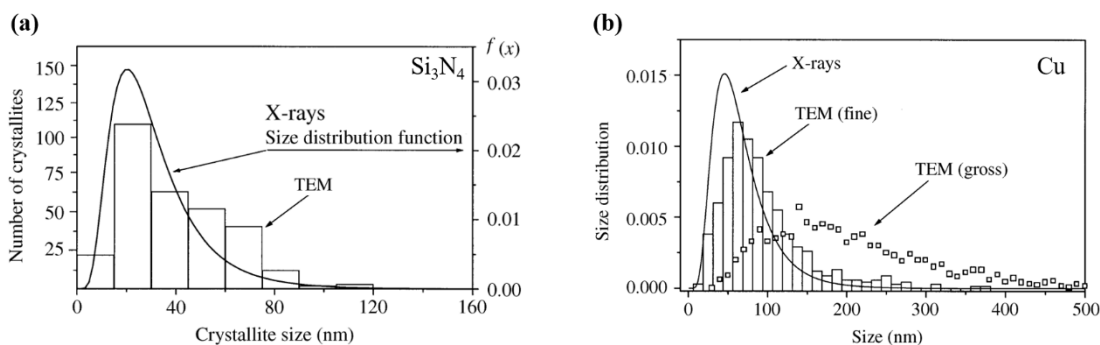
Fontos hangsúlyozni, hogy a diffrakciós profilból meghatározható szemcseméret, amelyet gyakran kristallitméretnek is neveznek, a koherens szórótartomány méretét jelenti, ami sok esetben nem egyezik meg a klasszikus, mikroszkóppal meghatározott szemcsemérettel. Erre a különbségre világít rá a 2.5. ábra, amelyen egy  $\text{Si}_3\text{N}_4$  por és egy képlékenyen alakított Cu minta transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) felvétele látható [Ungár et al., 2001]. A  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kerámia por plazmaszintézissel készült és a por részecskéinek mérete megegyezik a klasszikus szemcsemérettel. Ezzel szemben intenzív képlékeny alakítással deformált Cu mintában azt találták, hogy a TEM felvételeken a klasszikus szemcséket – melyeket nagyszögű szemcsehatárok választanak el egymástól – erős kontúrvonalak mutatják, de jobban megfigyelve gyengébb kontúrvonalakkal láthatóvá válnak a kisszögű szemcsehatárokkal körülvett szubszemcsék is.



**2.5. Ábra.** (a)  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kerámia por TEM felvétele. (b) Képlékenyen alakított polikristályos Cu TEM felvétele. (c) A Cu TEM képén látható nagyszögű szemcsehatárok kontúrvonalai. (d) Az egyik szemcsén belüli szubszemcsék kontúrvonalai, amelyek kisszögű szemcsehatárokat jelentenek [Ungár et al., 2001].

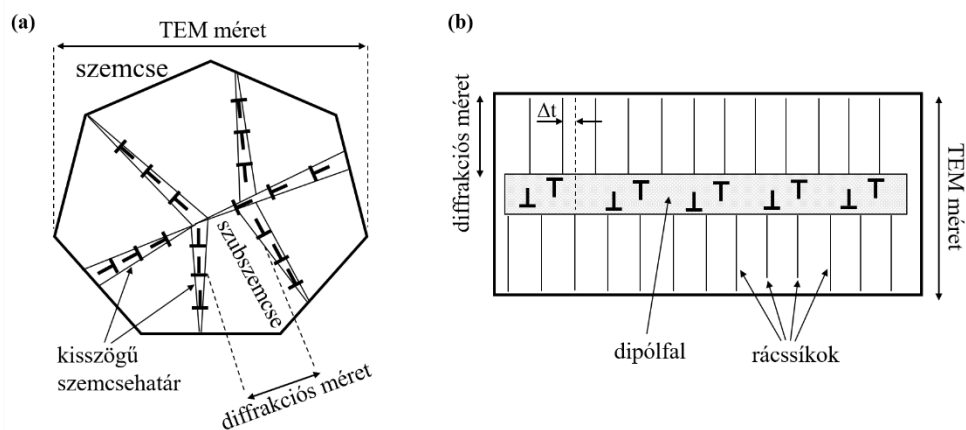
A TEM vizsgálaton kívül röntgendiffrakciós vonalprofil analízissel is meghatározták a két anyag szemcseméreteloszlását, ezt mutatja a 2.6. ábra. Ezen az látható, hogy a  $\text{Si}_3\text{N}_4$

por esetén a TEM-mel és röntgennel meghatározott szemcseméreteloszlás nagyon hasonló eredményt ad, ekkor a röntgennel kapott szemcseméret a klasszikus szemcsemérettel egyezik meg. Ezzel szemben Cu esetén a röntgennel meghatározott szemcseméret inkább a TEM-mel megállapított szubszemcsék méretéhez áll közelebb, vagyis a koherens szórótartomány mérete a szubszemcsék méretével egyezik meg. Általánosan is elmondható, hogy képlékenyen deformált anyagok szemcséi több, kisebb szubszemcséből állnak és a diffrakciós profilanalízissel meghatározott szemcseméret ilyenkor inkább a szubszemcsék méretét jelenti.



**2.6. Ábra.** (a)  $\text{Si}_3\text{N}_4$  por TEM-mel (oszlopdiaagram) és röntgendiffrakciós vonalprofil analízissel (folytonos vonal) meghatározott szemcseméreteloszlása. (b) Nagymértékben deformált Cu minta szemcseméreteloszlása röntgendiffrakcióval meghatározva (folytonos vonal) és TEM-mel kétféle módon jellemezve: (i) négyzet szimbólumok mutatják a klasszikus szemcsék méreteloszlását, (ii) oszlopdiaagram mutatja a szubszemcsék méreteloszlását [Ungár et al., 2001]. A diffrakcióval kapott szemcseméret közelebb áll a szubszemcsék méretéhez, amelyeket kisszögű szemcsehatárok választanak el egymástól.

A koherensen szóró tartomány mérete azonban nemcsak azt a szubszemcseméretet jelentheti, ahol a tartományok közt orientációkülönbség van. Egy másik tanulmányban [Ungár et al., 2005] azt találták, hogy diszlokációkból álló dipólfalak (2.7. ábra), melyek a tartományok eltolódását eredményezik (de nem okoznak orientációeltérést) szintén megbonthatják a szórás koherenciáját, ilyenkor ezek a tartományok jelentik a diffrakcióval meghatározható méretet. A szórás koherenciájának megbomlása azt jelenti, hogy a különböző tartományokon szóródott sugaraknál random fáziseltolódás alakul ki, ami azt eredményezi, hogy a teljes intenzitás a különböző tartományokon szórt intenzitás összege lesz és a vonalszélesedésben ezen tartományok átlagos mérete mutatkozik meg. Összességében az mondható el, hogy a vonalprofil analízisből kapható krisztallitméret általában kisebb a mikroszkópos módszerekkel megállapított klasszikus kristálytani szemcsék méreténél, vagy legfeljebb egyenlő azzal.



**2.7. Ábra.** A diffrakcióból meghatározható koherens szórótartomány jelentésének illusztrációja. (a) Diszlokációkból felépülő kisszögű szemcsehatárok a kristálszemcséket olyan szubszemcsékre bontják, amelyek között néhány fokos orientációkülönbség van. (b) Diszlokációkból felépülő dipólfalak nem okoznak dőlést a különböző tartományok között, de a rácssíkok  $\Delta t$  eltolódása a szórásban fáziseltolódást okoz. Mind a kisszögű szemcsehatárok, mind a dipólfalak megbontják a koherens szórást, vagyis a diffrakcióval meghatározható szemcseméret ezen objektumok méretét jelenti, amely általában kisebb a TEM-mel meghatározott szemcseméretnél [Ungár et al., 2005].

A szemcseméreteloszlás mediánjából és szórásából olyan különböző átlagos szemcseméretet határozhatók meg, mint például a szemcseátmérők számtani közepe ( $\langle x \rangle_{\text{arit}}$ ), a felülettel ( $\langle x \rangle_{\text{area}}$ ) vagy a térfogattal ( $\langle x \rangle_{\text{vol}}$ ) súlyozott átlaga. A disszertációm további részében a szemcseméret alatt a koherensen szóró tartomány méretét értem, és az átlagos krisztallitméret jellemzésére  $\langle x \rangle_{\text{area}}$ -t használom, amely a következő összefüggéssel adható meg:

$$\langle x \rangle_{\text{area}} = m \exp(2.5\sigma_{LN}^2). \quad (2.8)$$

A szemcseméret csökkenésével a diffrakciós csúcsok szélesednek, és fordítva, minél nagyobb a szemcsék mérete, annál keskenyebbek a diffrakciós csúcsok. A diffrakciós profilanalízisből meghatározható maximális szemcseméret nagyjából  $1 \mu\text{m}$ . Ennél nagyobb szemcseméretet a mindig fellépő instrumentális vonalszélesedés miatt már nem határozhatók meg.

A CMWP eljárásban a disztorzió vagy más néven rácsdeformáció okozta profilfüggvényt a már említett Wilkens-modell alapján határozzuk meg. A vonalprofil Fourier-transzformáltját a következőképpen írjuk fel [Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963]:

$$A_{hkl(L)}^D = \exp(-2\pi^2 L^2 g_{hkl}^2 \langle \varepsilon_{L,g_{hkl}}^2 \rangle), \quad (2.9)$$

ahol  $g_{hkl}$  a diffrakciós vektor hossza,  $\langle \varepsilon_{L,g_{hkl}}^2 \rangle$  pedig a diffrakciós vektor irányával megegyező irányú deformáció négyzetének átlaga. A rácsdeformációt főképp rácshibák okozzák, melyek közül a ponthibák deformációs tere hamar lecseng, a hibától számított  $r$  távolság köbének reciprokával, azaz  $1/r^3$  szerint csökken, vagyis a ponthibák nem okoznak szélesedést a diffrakciós csúcokban. Ezzel szemben a diszlokációk deformációs tere  $1/r$  szerint változik, ami jelentős szélesedést eredményez a csúcsokban is. Diszlokációk okozta rácsdeformáció esetén a deformáció négyzetének átlaga a következőképpen írható [Wilkens, 1970]:

$$\langle \varepsilon_{L,g_{hkl}}^2 \rangle = \frac{\rho C_{hkl} b^2}{4\pi} f(\eta), \quad (2.10)$$

ahol  $\rho$  az átlagos diszlokációsűrűség,  $C_{hkl}$  a diszlokációk kontrasztfaktora,  $b$  a diszlokációk Burgers-vektorának hossza,  $f(\eta)$  pedig a Wilkens-függvényt jelöli:

$$\begin{aligned} f(\eta) = & -\ln \eta + \left( \frac{7}{4} - \ln 2 \right) + \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} + \frac{2}{\pi} \left( 1 - \frac{1}{4\eta^2} \right) \int_0^\eta \frac{\text{asin} V}{V} dV - \\ & - \frac{1}{\pi} \left( \frac{769}{180} \frac{1}{\eta} + \frac{41}{90} \eta + \frac{2}{90} \eta^3 \right) \sqrt{1 - \eta^2} - \\ & - \frac{1}{\pi} \left( \frac{11}{12} \frac{1}{\eta^2} + \frac{7}{2} + \frac{1}{3} \eta^2 \right) \text{asin} \eta + \frac{1}{6} \eta^2, \quad \eta < 1 \\ f(\eta) = & \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} - \left( \frac{11}{24} + \frac{1}{4} \ln(2\eta) \right) \frac{1}{\eta^2}, \quad \eta \geq 1 \end{aligned} \quad (2.11)$$

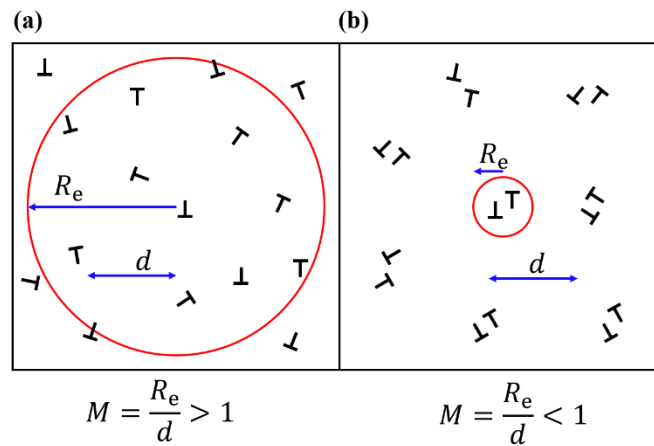
ahol  $\eta = \frac{1}{2} e^{1.75} \frac{L}{R_e}$ . Ebben a kifejezésben  $R_e$  a diszlokációk effektív külső levágási sugara, amely azt fejezi ki, hogy a diszlokációk deformációs tere a diszlokáció magjától számítva milyen távolságnál tekinthető elhanyagolhatóan kicsinek. Amint már említettem, a diszlokációk deformációs tere egyetlen diszlokáció esetén hosszú hatótávú,  $1/r$  szerint csökken, azonban több diszlokáció esetén az ellentétes előjelű diszlokációk leárnyékolhatják egymás deformációs terét. Egy diszlokációsokaság esetén emiatt az árnyékolóhatás miatt  $R_e$  függ a diszlokációk elrendeződésétől, erősebb árnyékolás esetén a levágási távolság kisebb lesz.  $R_e$  függ a diszlokációsűrűségtől is, ha például két különböző diszlokációsűrűségű rendszerem van, de a leárnyékolási effektus ugyanolyan természetű, akkor a kisebb diszlokációsűrűségű rendszerben nagyobb lesz a levágási távolság. A leárnyékolás természetének objektívebb jellemzése céljából emiatt  $R_e$



mennyiség helyett Wilkens bevezette a dimenzióatlan diszlokáció elrendeződési paramétert:

$$M = R_e \sqrt{\rho}. \quad (2.12)$$

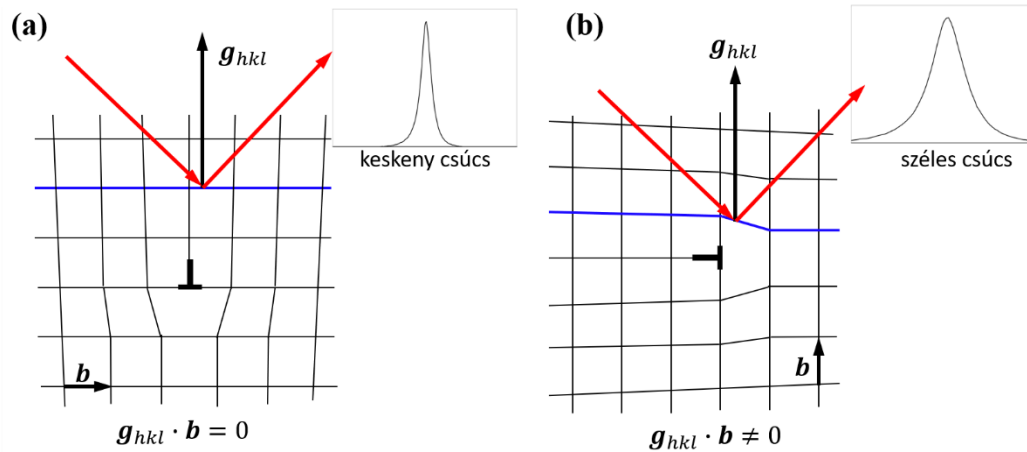
Mindezt szematikusan szemlélteti a 2.8. ábra, amely kétféle diszlokációelrendeződést mutat ugyanolyan diszlokációsűrűség mellett. Mivel a két terület egyenlő, így a diszlokációk közötti átlagos  $d$  távolság is egyforma. Az (a) ábrán a diszlokációk elrendeződése véletlenszerű és jól elválnak egymástól, míg a (b) ábrán a diszlokációk szűk dipólokba vannak rendeződve. A leárnyékolás így az (a) esetben gyenge, a (b) esetben pedig erős, ami miatt a random elrendeződésnél  $R_e$  nagyobb a  $d$  távolságnál, az erős árnyékolást adó konfiguráció esetén pedig  $R_e$  kisebb  $d$ -nél. Mivel a diszlokációsűrűség és a diszlokációk közti távolság között  $d\sqrt{\rho} = 1$  összefüggés áll fenn, ezért random elrendeződésnél  $M > 1$ , a dipól konfigurációnál pedig  $M < 1$ . Minél erősebb a leárnyékolás a diszlokációk deformációs terében, annál kisebb  $M$  értéke.



**2.8. Ábra.** Kétféle diszlokációelrendeződés, amely gyengébb vagy erősebb leárnyékolást okoz a diszlokációk deformációs terében, és az  $M$  diszlokáció elrendeződési paraméter illusztrációja a két különböző konfiguráció esetén. A két elrendeződésnél egyforma a  $\rho$  diszlokációsűrűség és így a diszlokációk közötti átlagos  $d$  távolság is. (a) Véletlenszerű diszlokációelrendeződésnél gyenge az árnyékolás, az  $R_e$  külső levágási sugár nagyobb, mint a diszlokációk közötti átlagos  $d$  távolság, vagyis ilyen konfiguráció esetén  $M > 1$ . (b) Ezzel szemben egy olyan elrendeződésben, ahol a diszlokációk szűk dipólokba rendeződnek erős árnyékolás alakul ki, és emiatt a levágási sugár kisebb, mint  $d$ , vagyis ilyenkor  $M < 1$ .

A diszlokációk  $C_{hkl}$  kontrasztfaktora azt a jelenséget veszi figyelembe, hogy mivel a diszlokációk deformációs tere anizotrop, ezért a diszlokációk okozta vonalszélesítő hatás függ attól, hogy a  $\mathbf{g}_{hkl}$  diffrakciós vektor, a diszlokációk  $\mathbf{l}$

vonalektora és a  $\mathbf{b}$  Burgers-vektor hogyan állnak egymáshoz képest. Ezt szemlélteti sematikusán a 2.9. ábra, amely egy édiszlokáció esetén mutat két szélső helyzetet. Amikor a diffrakciós vektor merőleges a Burgers-vektorra, azaz  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ , akkor a reflektáló kristálysíkokra gyakorlatilag nincs hatással a diszlokáció okozta rácsdeformáció, ami keskeny diffrakciós csúcsot eredményez. Ezzel szemben, amikor a két említett vektor párhuzamos, a reflektáló síkokat nagy mértékben eltorzítja a jelenlévő diszlokáció, ami széles csúcsot ad.



**2.9. Ábra.** A  $C_{hkl}$  kontrasztfaktor jelentésének illusztrációja. Mivel a diszlokációk deformációs tere anizotrop, ezért a vonalprofil szélessége függ a  $\mathbf{g}_{hkl}$  diffrakciós vektor, az  $\mathbf{l}$  diszlokáció-vonalektora és a  $\mathbf{b}$  Burgers-vektor egymáshoz viszonyított állásától. Ezt szemlélteti az ábra a diffrakciós vektorhoz viszonyítva két különböző irányú Burgers-vektorú édiszlokáció esetén. A piros nyilak a beeső és a szórt nyalábot jelzik. (a) Ha  $\mathbf{g}_{hkl}$  merőleges  $\mathbf{b}$ -re, akkor a reflektáló síkokra (egy ilyen síkot jelez a vastag kék vonal) nincs hatással a diszlokáció okozta rácsdeformáció, ami keskeny diffrakciós csúcsot eredményez. (b) Ha azonban  $\mathbf{g}_{hkl}$  párhuzamos  $\mathbf{b}$ -vel, akkor a reflektáló síkok jelentősen torzulnak, a kristály szabályos szerkezetétől való eltérése pedig a csúcsok kiszélesedését okozza.

Egyetlen diszlokáció  $C_{hkl}$  kontrasztfaktora az  $\mathbf{l}$ ,  $\mathbf{g}_{hkl}$  és  $\mathbf{b}$  vektorok és az anyag rugalmassági állandóinak figyelembevételével numerikus módszerekkel meghatározható [Wilkens, 1970; Groma et al., 1988; Borbély et al., 2003], ez azonban csak egy bizonyos típusú diszlokációt vesz figyelembe. A valóságban számos különböző típusú diszlokáció lehet jelen a kristályban, amelyek különböző csúszási rendszerekben vannak, különböző Burgers-vektorral és kevert él vagy csavar jelleggel. Ha több ilyen diszlokáció van az anyagban, akkor ezen diszlokációk egyfajta átlagos hatását látjuk a kontrasztfaktorban. Ha a vizsgált anyag egy textúramentes polikristály, vagy ideális porminta, akkor egy adott  $hkl$  reflexió kontrasztfaktora az összes lehetséges  $hkl$  permutációra vett kontrasztfaktorok számtani átlagaként adható meg, jelöljük ezt az átlagos kontrasztfaktort  $\bar{C}_{hkl}$ -l. Olyan

esetben, ha a különböző csúszási rendszer típusokon belül minden lehetséges Burgers-vektorú diszlokáció egyenlő mértékben fordul elő, azaz az adott Burgers-vektorhoz tartozó parciális diszlokációsűrűségek egyenlők, ugyanez az átlagolás érvényes, a teljes kontrasztfaktor pedig a különböző csúszási rendszer típusokra kapott átlagos kontrasztfaktorok súlyozott átlaga lesz. Figyelembe véve azt is, hogy a különböző csúszási rendszer típusok esetén a Burgers-vektorok is különböző hosszúságúak lehetnek, a deformáció négyzetének átlagát leíró (2.10) képletbe a következő átlagos mennyiséget kell írni:

$$\overline{C_{hkl}b^2} = \sum_{i=1}^N f_i \bar{C}_{hkl}^i b_i^2, \quad (2.13)$$

ahol  $N$  a lehetséges csúszási rendszerek száma,  $\bar{C}_{hkl}^i$  az  $i$ -edik csúszási rendszer átlagos kontrasztfaktora,  $b_i$  az  $i$ -edik csúszási rendszerben a Burgers-vektor hossza,  $f_i$  súlyfaktor pedig azt fejezi ki, hogy a teljes diszlokációsűrűség mekkora hányada tartozik az  $i$ -edik csúszási rendszer típushoz.

Köbös kristályszerkezetű anyagok esetén általában csak egy Burgers-vektor típus aktiválódik, mely típushoz tartozó Burgers-vektorok ugyanolyan hosszúságúak, ámde különböző irányúak. A  $\bar{C}_{hkl}$  átlagos kontrasztfaktor akkor alkalmazható, ha az összes ilyen lehetséges Burgers-vektor azonos mértékben fordul elő. Köbös anyagok esetén ez az átlagos kontrasztfaktor a következő egyszerű alakban írható fel [Ungár & Tichy, 1999; Ungár et al., 1999]:

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (2.14)$$

ahol  $H^2 = (h^2k^2 + h^2l^2 + l^2k^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$ ,  $\bar{C}_{h00}$  a  $h00$  típusú reflexiók átlagos kontrasztfaktora,  $q$  pedig az anyag rugalmassági állandóitól és a diszlokációk típusától függő paraméter. A csúszási rendszer és a rugalmassági állandók ismeretében  $\bar{C}_{h00}$  és  $q$  elméleti értékei numerikusan meghatározhatók tiszta él és csavar diszlokációkra [Dragomir, 2002, Borbély et al., 2003]. Az elméleti  $q$  értékeket összehasonlítva a profilillesztésből kapott értékkel a mintában lévő diszlokációk él vagy csavar jellegére következtethetünk.

Hexagonális kristályszerkezetű anyagok esetén 11 különböző csúszási rendszer típust figyeltek meg [Honeycombe, 1984]. Ezekben belül három különböző Burgers-vektor típus lehetséges,  $\langle a \rangle$ ,  $\langle c \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$ , amelyeknek különböző a hosszúsága is. Ha

egy adott csúszási rendszer típuson belül minden lehetséges Burgers-vektorú diszlokáció egyenlő mértékben fordul elő, akkor az  $i$ -edik csúszási rendszer típusra az átlagos kontrasztfaktor a következőképpen írható [Dragomir & Ungár, 2002]:

$$\bar{C}_{hkl}^i = \bar{C}_{hk0}^i (1 + q_1^i x + q_2^i x^2), \quad (2.15)$$

ahol  $x = (2/3)(l/g_{hkl}a)^2$ ,  $a$  és  $c$  a hexagonális rendszer rácsparaméterei,  $\bar{C}_{hk0}^i$  az  $i$ -edik csúszási rendszerre a  $hk0$  típusú reflexiók átlagos kontrasztfaktora,  $q_1^i$  és  $q_2^i$  paraméterek pedig a csúszási rendszer típusától, az anyag rugalmassági állantóitól és a  $c/a$  hányadtól függő paraméterek. A  $\bar{C}_{hk0}^i$ ,  $q_1^i$  és  $q_2^i$  paraméterek elméleti értékei numerikusan meghatározhatók az egyes csúszási rendszerekben [Dragomir, 2002, Borbély et al., 2003]. A CMWP eljárás során a profilfüggvények illesztéséből csak egy ilyen paraméterpárt kapunk, amelyeket jelöljünk  $q_1^m$  és  $q_2^m$ -mel ("m" arra utal, hogy a mért profilból kapott mennyiségről van szó). Ezeket a  $q_{1,2}^m$  értékeket összehasonlítva az elméleti  $q_{1,2}^i$  értékekkel, az  $\langle a \rangle$ ,  $\langle c \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  típusú Burgers-vektorú diszlokációk  $h_{\langle a \rangle}$ ,  $h_{\langle c \rangle}$  és  $h_{\langle c+a \rangle}$  relatív hányadai numerikus módon meghatározhatók [Máthis et al., 2004; Ungár et al. 2007]. Ha ismerjük ezeket a hányadokat, akkor az illesztésből kapott diszlokációsűrűséget a hányadoknak megfelelő súlyozással újrászámolva kapjuk meg a valódi diszlokációsűrűséget [Ungár et al. 2007].

Megjegyzem, hogy abban az esetben, amikor az egyes csúszási rendszereken belül nem egyenlő mértékben fordul elő minden lehetséges Burgers-vektorú diszlokáció, akkor a (2.14) és (2.15) képlettel felírt átlagos kontrasztfaktor nem alkalmazható. Ebben az esetben a CMWP eljárásban a profilok kiértékelése más módon történik és a vonalprofilok illesztéséből csak a  $\rho C_{hkl}^{\text{ind}}$  szorzat határozható meg, ahol  $C_{hkl}^{\text{ind}}$  a  $hkl$  csúcs individuális kontrasztfaktora. Az elméleti és az individuális kontrasztfaktorok összevetéséből ebben az esetben következtetni lehet az aktiválódott csúszási rendszerre és azon belül a lehetséges Burgers-vektorok előfordulásának eloszlására is, valamint meghatározható az anyagban lévő átlagos teljes diszlokációsűrűség, illetve az egyes csúszási rendszerekhez tartozó parciális diszlokációsűrűségek is [Ribárik & Ungár, 2010; Ungár et al., 2014]. Individuális kontrasztfaktorok használata egykristály minták vagy erősen textúrált polikristályos anyagok esetén lehet indokolt. Általában azonban még textúrált anyagok esetén is gyakran jól alkalmazható az átlagos kontrasztfaktor, a disszertációmban lévő textúrált anyagok vonalprofiljainak kiértékelése során is átlagos kontrasztfaktorokat alkalmaztam. Az átlagos kontrasztfaktorok alkalmazásának

jogossága könnyen eldönthető a profilillesztés minőségéből vagy a csúcsok szélesedésének vizsgálatából, például módosított Williamson-Hall (mWH) módszer alapján [Ungár & Borbély, 1996]. Mivel ugyanis a kontrasztfaktor tartalmazza a  $hkl$  függő csúcsszélesítő hatást, az átlagos kontrasztfaktor használata csak jól meghatározott csúcsszélesség mintázatokat tud adni a  $hkl$  csúcsokra, így az elméleti függvény rosszul illeszkedik a mért adatokra abban az esetben, ha az átlagos kontrasztfaktorok nem képesek megfelelően leírni a csúcsszélesedéseket. A mWH analízisben pedig ez a hatás olyan módon mutatkozik meg, hogy a mért csúcsok szélességei semmilyen  $q$  (vagy  $q_1$  és  $q_2$ ) paraméterek alkalmazása mellett sem esnek egy jól meghatározott görbére.

Érdemes még szót ejteni a disztorziós vonalprofil  $hkl$  függéséről. A (2.9) kifejezésből azt láthatjuk, hogy a diffrakciós csúcsok  $hkl$  függését  $C_{hkl}$  és  $g_{hkl}^2$  tartalmazza. A  $g_{hkl}^2$  köbös, illetve hexagonális kristályszerkezetű anyagok esetén eltérő, és a következőképpen néz ki:

$$\text{köbös eset: } g_{hkl}^2 = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}, \quad (2.16)$$

$$\text{hexagonális eset: } g_{hkl}^2 = \frac{4}{3} \frac{h^2+hk+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}. \quad (2.17)$$

Növekvő  $g_{hkl}^2$ -tel csökken a profil Fourier-transzformáltjának szélessége, vagyis az inverz transzformálással kapott diffrakciós csúcs szélessége  $g_{hkl}^2$ -tel nő. Azonban a különböző  $hkl$  indexű csúcsok eltérő mértékű, nem monoton szélesedést mutatnak  $g_{hkl}^2$  függvényében, ezt a nem monoton viselkedést veszi figyelembe a diszlokációk kontrasztfaktora. Megállapíthatjuk, hogy a diszlokációk hatása a profilfüggvényekre jelentősen eltérő  $hkl$  függést mutat, mint a szemcsehatás esetén láthattuk, így ezeket a hatásokat több különböző  $hkl$  indexű csúcsprofil figyelembevételével jól el lehet különíteni, ezáltal mind a szemcseméreteloszlást, mind a diszlokációkat jellemző mikroszerkezeti paramétereket hatékonyan meg lehet határozni a CMWP módszerrel.

A CMWP módszerben a síkhibáktól származó  $I_{hkl(K)}^{PF}$  profilfüggvény fcc szerkezetű anyagok esetén kétféle rétegződési hibára (extrinsic vagy intrinsic) és ikerhatárra, hcp szerkezetű anyagok esetén pedig a négy leggyakoribb, piramidális síkon megjelenő ikerhatár típusra lett meghatározva [Balogh et al., 2006; Balogh et al., 2009]. A profilfüggvény paramétere, amelyet az illesztésből kaphatunk meg, a síkhiba-sűrűség, amely azt fejezi ki, hogy adott síkseregen belül mekkora a vizsgált síkhiba előfordulásának valószínűsége, azaz a síkok átlagosan hány százaléka rétegződési hiba

vagy ikerhatár. Egy  $hkl$  reflexió  $I_{hkl(K)}^{PF}$  profilfüggvénye több alprofil súlyozott összegeként adható meg, amelyek a  $hkl$  indexek különböző permutációihoz köthetők [Warren, 1959]. Az alprofilok különböző típusúak lehetnek, különböző lehet a szélességük és eltolódásuk, ezek mind függenek az anyag kristályszerkezetétől, a rácsparamétereiktől, a síkhiba jellegétől és mennyiségétől, valamint a  $hkl$  indexek adott permutációjától. Az alprofilok fcc szerkezetű anyagok esetén Lorentz-függvénnyel írhatók le abban az esetben, ha a  $hkl$  indexek összege nem osztható hárommal. Ellenkező esetben delta-függvénnyel adhatók meg, ami azt fejezi ki, hogy a szóban forgó alprofilra nincs hatással a síkhiba. A CMWP eljárásban a Lorentz-függvénnyel jellemzett alprofilok félértékszélességei és eltolódásai ötödfokú polinomokkal vannak kifejezve, amelyek függenek a síkhiba-sűrűségtől. A hcp szerkezetű anyagok esetén a síkhibák profilfüggvénye az  $\{101\}\{102\}$  és  $\{112\}\{113\}$  kompressziós, valamint az  $\{102\}\{101\}$  és  $\{111\}\{116\}$  dilatációs ikresedési rendszereket veszi figyelembe, amelyek leggyakrabban előforduló ikertípusok ezekben az anyagokban. Míg fcc anyagokban az ikresedés a szoros illeszkedésű síkokon jelenik meg, és minden harmadik ilyen sík önmaga ismétléseként fogható fel, addig hcp anyagokban az említett piramidális síktípusokon ezzel az egyszerű ismétléssel nem építhető fel a hcp kristály. Ebből következően a hcp anyagok piramidális síkjain megjelenő ikerhibák diffrakciós profilokra gyakorolt hatása is másképp tárgyalható, mint fcc anyagok esetén. Balogh és munkatársai egy egyszerű modell segítségével megállapították, hogy hcp kristályokban az alprofilok egy szimmetrikus és egy antiszimmetrikus Lorentz-függvény összegeként adhatók meg [Balogh et al., 2009]. Ebben az esetben a szélességek és az antiszimmetria paraméterek (az fcc-hez hasonlóan) szintén ötödfokú polinomokkal vannak kifejezve, amelyek függenek az ikerhatár-sűrűségtől. Balogh és munkatársai az alprofilok súlyfaktorait és a polinomok együtthatóit meghatározták néhány fcc és hcp kristályszerkezetű anyag esetén, a CMWP szoftver az ezekből készített adattáblázatok alapján számítja a síkhibák profilfüggvényeit. Ezeket konvolválva a diszlokációk és szemcseméret profilfüggvényeivel, majd ezeket az elméleti profilfüggvényeket a mért adatokra illesztve a többi mikroszerkezeti paraméterrel egyetemben meghatározható a megfelelő síkhiba-sűrűség is.

## II. Saját eredmények

### 3. Mikroszerkezeti paraméterek meghatározásának optimalizálása kombinált Monte-Carlo és Marquardt-Levenberg módszerrel

A röntgen- és neutrodiffrakciós vonalprofil analízis egy igen hatékony módszernek bizonyult a polikristályos anyagok mikroszerkezetének kvantitatív jellemzésében [Ribárik et al., 2001; Borbély & Groma, 2001; Scardi & Leoni, 2002; Ribárik et al., 2004; Ribárik & Ungár, 2010; Ribárik et al.; 2019 (S2)]. Ezen technikák a diffrakciós csúcsok profilalakjából következtetnek az anyagban lévő kristályhibák jellegére és mennyiségére olyan módon, hogy különböző paramétereiktől függő elméleti profilfüggvényeket illesztnek a mért profilokra. A vonalprofil módszerek alapvetően kétféle megközelítést alkalmaznak erre. A 'fentről lefelé' irányuló megközelítésben olyan jól ismert, standard profilfüggvényeket illesztnek a mért adatokra, mint például Gauss-, Lorentz-, pseudo-Voigt- vagy Pearson-függvények. Ebben a megközelítésben azonban a függvényparaméterek nehezen összekapcsolhatók a mikroszerkezetet leíró fizikai paraméterekkel. A 'lentől felfelé' építkező megközelítésben viszont jól alátámasztott fizikai modellek alapján meghatározott elméleti profilfüggvényeket használnak, ahol a függvényparamétereknek konkrét fizikai jelentésük van. Ilyen az ELTE Anyagfizikai Tanszékén kifejlesztett CMWP módszer is, amelyben a profilfüggvények olyan mikroszerkezeti paramétereiktől függenek, mint a szemcseméreteloszlás mediánja és szórása, a rétegződési hiba- és ikerhatár sűrűség, illetve a diszlokációsűrűség és a diszlokációk típusát, elrendeződését jellemző paraméterek. A különböző kristályhibák vonalprofilokra gyakorolt együttes hatását a különböző profilfüggvényeik konvolúciója adja meg, mivel azonban ezek a hatások nagyon eltérően függenek a *hkl* Miller-indexektől, így a CMWP eljárásban jól el lehet választani ezeket az eltérő hatásokat több különböző *hkl* indexű csúcsprofil egyidejű illesztésével. Ezeket a fizikai modelleken alapuló profilfüggvényeket úgy illeszthetjük a mért profilokhoz, hogy valamilyen algoritmus segítségével változtatjuk a függvény paramétereit, és közben keressük a legjobb egyezést az elméleti és a mért adatpontok között. A folyamat végén így olyan optimalizált paramétereket kapunk végeredményül, amelyek a modell érvényességének keretein belül a lehető legjobban leírják az anyag tényleges mikroszerkezetét. A profilfüggvények általában nemlineáris módon tartalmazzák a függvényparamétereiket, ezért valamilyen iterációs vagy statisztikai eljárás szükséges a nemlineáris optimalizációs

probléma megoldásához. A CMWP módszerben ezt hagyományosan Marquardt-Levenberg (ML) iterációs algoritmus végzi, amelyben a legjobb egyezést a mért és elméleti profilok közt a súlyozott reziduális négyzetösszeg (Weighted Sum of Squared Residuals, WSSR) minimuma jelenti. Bár ez az algoritmus általában gyors és hatékony, a CMWP módszerben mégsem ad mindig egyértelmű eredményt. Ennek oka elsősorban az lehet, hogy az iterációs eljárásoknál szükséges a paraméterek kezdeti értékének tetszőleges megadása. Mivel a paramétertéren vett WSSR függvénynek lokális minimumai lehetnek, vagy a globális minimum lapos lehet, a ML algoritmus nem minden esetben elég hatékony, és nem tudja bármilyen kezdeti paraméterértékek megadása mellett megtalálni a WSSR abszolút minimumát. Ez egy jól ismert problémája a ML algoritmusnak, amely nem minden függvénytípusra és nem minden kezdeti értékre ad konvergens megoldást. A CMWP módszerben a bonyolult, Fourier-transzformációkat is tartalmazó profílfüggvények és a paraméterek nagy száma miatt az ML algoritmus gyakran nem ad jó eredményt, ha a tetszőlegesen megadott kezdeti paraméterértékek távol esnek az optimális értékektől. Ebben a fejezetben bemutatok egy olyan új eljárást, amiben egy kombinált, váltakozó Monte-Carlo (MC) és ML algoritmus alkalmazásával jóval hatékonyabban lehet megtalálni a WSSR globális minimumát, függetlenül a megadott kezdeti paraméterértékektől. Ezt a MC módszert szerzőtársaimmal közösen fejlesztettünk ki és ma már része a CMWP eljárásnak. A disszertáció további fejezeteiben bemutatott mikroszerkezeti paramétereket ezzel az új, kombinált algoritmust használó CMWP módszerrel határoztam meg, amely a paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit szolgáltatja. Az új technikát és annak hatékonyságát referált nemzetközi folyóiratban mutattuk be [Ribárik et al., 2019 (S2)], melynek eredményeit ebben a fejezetben ismertetem röviden.

### 3.1. Kombinált Monte-Carlo és Marquardt-Levenberg algoritmus

Jelöljük a mért diffrakciós patteredt  $I_{(2\theta)}^{\text{mért}}$ -tel, a fizikai modellek alapján számolt diffrakciós patteredt pedig  $I_{(2\theta|a_i)}^{\text{számolt}}$ -tal, ahol  $2\theta$  szórási szög a független változó,  $a_i$  pedig az  $i$ -edik függvényparaméter. A feladat azoknak az  $a_i$  paramétereknek a megtalálása, amelyek a



$$\text{WSSR} = \sum_j \frac{\left( I_{(2\theta_j)}^{\text{mért}} - I_{(2\theta_j|a_i)}^{\text{számolt}} \right)^2}{w_j^2} \quad (3.1)$$

súlyozott reziduális négyzetösszeg globális minimumát adják. Az egyenletben  $j$  az egyes adatpontokat jelöli,  $w$  pedig súlyfaktor. A globális minimum megtalálására egy kombinált, speciális MC és ML algoritmus ötvözését dolgoztuk ki, amelyek váltakozva működnek, egymás után többszörös ismétlődéssel. A CMWP eljárásban a csúcsok pozíciójának és intenzitásmaximumának nincs fizikai paraméterekhez kötött jelentése, azok másodlagos paraméterek, de a legtöbb esetben a helyes fizikai paraméterek megtalálása érdekében ezeket a másodlagos paramétereket is optimalizálni kell. Az új algoritmus MC szakaszában csakis a fizikai paramétereket változtatjuk, az ML szakaszban pedig az összes paramétert illeszthetjük, beleértve a másodlagos paramétereket is. A MC algoritmus egy olyan numerikus eljárást jelent, amikor egy véletlenszám generálásával random 'mozgást' végzünk a paramétertérben, ezzel szemben az ML eljárás a vizsgált függvény paraméter szerinti deriváltja alapján határozza meg a legjobb elmozdulás irányát és nagyságát ebben a térben. Ebből az következik, hogy a ML esetén lényegesen kevesebb számítási ciklusra van szükség a konvergencia eléréséhez. MC esetén ráadásul minél több az optimalizálandó paraméter, annál több lépés, és így jóval hosszabb futtatási idő szükséges ehhez. Ez az oka annak, hogy csak a fizikai paramétereket optimalizáljuk az MC szakaszban, melyek száma általában lényegesen kevesebb, mint a másodlagos paraméterek száma. Itt most a speciális MC eljárást ismertetem részletesebben, a következő fejezetben pedig röviden bemutatok egy általam fejlesztett ML implementációt is.

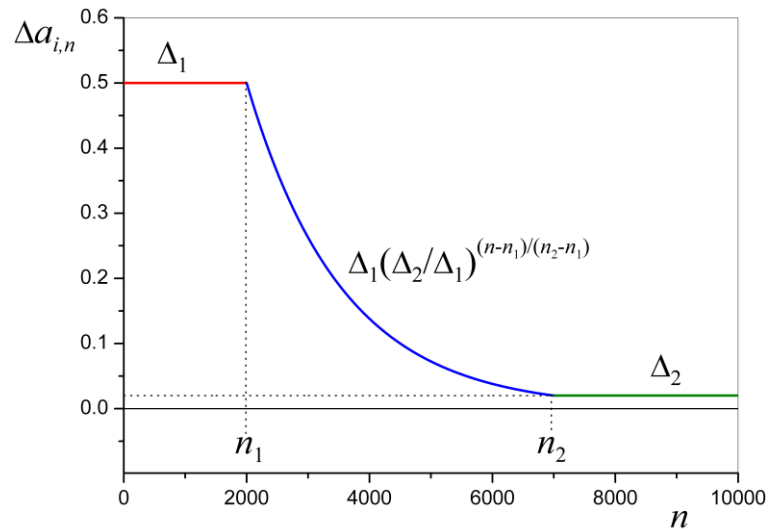
A MC algoritmus  $n$ -edik lépése során egy új  $a_{i,n}$  paraméterértéket a korábbi,  $(n - 1)$ -edik érték körüli tartományban keresünk:

$$a_{i,n} \in [a_{i,n-1} - \delta ; a_{i,n-1} + \delta], \quad (3.2)$$

ahol  $\delta = a_{i,n-1} \cdot \Delta a_{i,n}$  és  $\Delta a_{i,n}$  az  $n$  lépésszám függvénye:

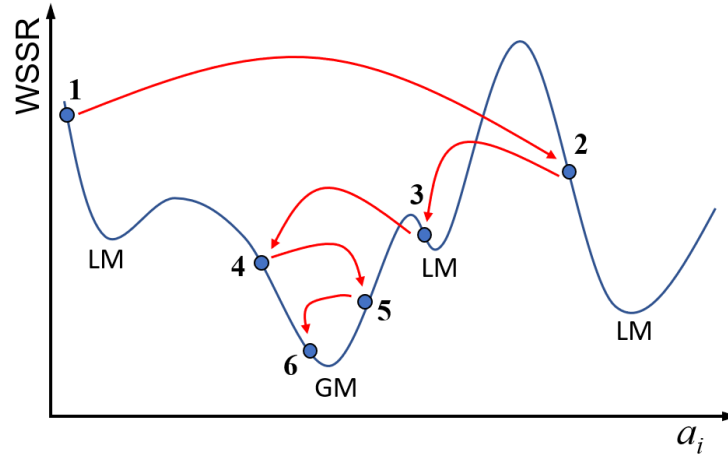
$$\Delta a_{i,n} = \begin{cases} \Delta_1, & n \leq n_1 \\ \Delta_1 \cdot \left( \frac{\Delta_2}{\Delta_1} \right)^{\frac{n-n_1}{n_2-n_1}}, & n_1 < n \leq n_2 \\ \Delta_2, & n_2 < n \end{cases} \quad (3.3)$$

A (3.3) függvény alakja a 3.1. ábrán látható néhány tetszőlegesen megadott  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\Delta_1$  és  $\Delta_2$  paraméterrel. A függvény három szakaszra osztható. Az első szakaszban, amely  $n_1$  lépésig tart,  $\Delta a_{i,n} = \Delta_1$  konstans érték. A második szakaszban  $\Delta a_{i,n}$  egy hatványfüggvény szerint csökken le  $\Delta_1$ -ről egy minimális  $\Delta_2$  értékig, amelyet  $n_2$  lépésnél ér el. Ezután  $\Delta a_{i,n}$  már nem változik a további lépések során, végig  $\Delta_2$  marad.



**3.1. Ábra.** A MC algoritmus során véletlenszerűen mozgunk a paramétertérben, a lehetséges mozgástartományt azonban nem konstansnak választottuk, hanem az ábrán látható függvény szerint változik az  $n$  lépésszám függvényében, amely három szakaszra bontható (piros, kék és zöld vonalak jelzik az egyes szakaszokat). A kezdetben megengedett nagy mozgástartomány a lokális minimumok elkerülését szolgálja és a globális minimum közelébe jutunk, majd a finomodó intervallum célja az abszolút minimum még jobb megközelítése.

Következésképpen a (3.3) egyenlet olyan módon változtatja a (3.2)-vel leírt paramétertartományt a MC lépések során, hogy a tartomány az első szakaszban konstans, majd leszűkül egy adott minimális értékre, amely nem változik tovább. Ez a tartomány lehetne konstans végig a folyamat során, azonban, ha az értékét túl nagyra választjuk, akkor valószínűleg az optimális paraméterértéknek csak a közelébe jutunk, vagyis nagy lesz a paraméter hibája, ha pedig túl kis értéket választunk, akkor ez az algoritmus is beragadhat lokális minimumokba. Az általunk alkalmazott 'időben' változó tartománnyal viszont kezdetben nagy intervallumból választhatunk új  $a_{i,n}$  paraméterértéket, amivel elkerülhetjük a lokális minimumokat, és a globális minimum közelébe jutunk, majd a finomodó tartomány miatt egyre nagyobb valószínűséggel jutunk még közelebb az optimális értékhez, ezt szemlélteti a 3.2. ábra is. Az  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\Delta_1$  és  $\Delta_2$  konstansok, de a felhasználó által szabadon megválasztható értékek a program futtatásakor, akár csak a MC lépések maximális száma.



**3.2. Ábra.** Fiktív WSSR függvény a paramétertérben több lokális minimummal (LM) és egy globális minimummal (GM). A piros nyilak a MC algoritmus egyes lépéseit szimbolizálják. Kezdetben nagy lépések megengedettek (hosszú piros nyilak), majd egyre finomabb lépésközzel jutunk a GM-hoz (a piros nyilak hosszúsága rövidül a leszűkített lehetséges mozgástartomány miatt).

Most, hogy megkötöttük azt a paramétertartományt, amelyben a paraméter új értékét keressük az egyes MC lépések során, definiáljuk a paraméterválasztás valószínűségét is. A (3.2) képlettel megadott tartományban nem egyenletes valószínűséggel keresünk új paraméterértéket, hanem a következő köbös valószínűséggel:

$$a_{i,n}^* = a_{i,n-1} \cdot \Delta a_{i,n} \cdot (2x_{i,n} - 1)^3 + a_{i,n-1}, \quad (3.4)$$

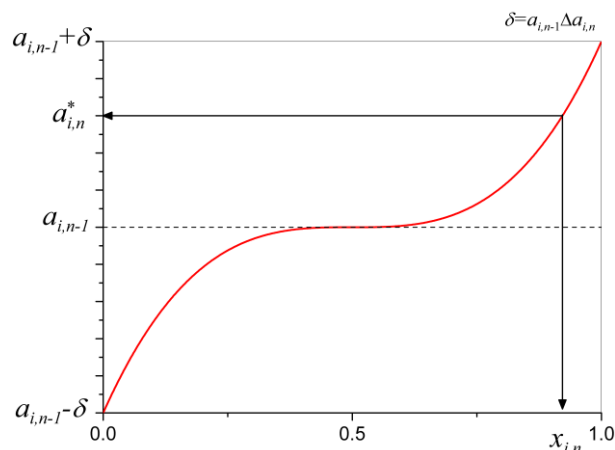
ahol  $x_{i,n} \in [0,1]$  véletlen szám,  $a_{i,n}^*$ -ben pedig a \* szimbólum azt jelenti, hogy a kiválasztott új paramétert egyelőre még nem tekintjük elfogadott értéknek. Ez a köbös valószínűségfüggvény a 3.3. ábrán látható alakú. Ezzel az önkényesen választott függvénnyel nagyobb valószínűséggel kapunk a korábbi  $a_{i,n-1}$ -hez közeli új értéket, a tartomány széleihez közel pedig kisebb valószínűséggel jutunk.

A (3.2) megengedett tartományban kiválasztott (3.4) új paraméterértéket csak akkor tekintjük elfogadottnak az  $n$ -edik lépésben, ha az optimálisabb eredményt ad, azaz csökkenti a WSSR értékét:

$$a_{i,n} = \begin{cases} a_{i,n}^*, & WSSR_n < WSSR_{n-1} \\ a_{i,n-1}, & WSSR_n \geq WSSR_{n-1} \end{cases} \quad (3.5)$$

A (3.5) feltétellel WSSR értéke vagy nem változik, vagy csökken, így jutunk egyre jobb, azaz egyre kisebb WSSR-t adó paraméterértékekhez.

A konvergenciakritériumok a következők: (i) a MC lépések száma elér egy maximális, előre megadható értéket, vagy (ii) a harmadik szakaszban (azaz  $n_2$  lépés után) számoljuk, hogy egymás után összesen hány lépésben nem csökken WSSR értéke, és ha ez meghalad egy előre megadott értéket, akkor az illesztést konvergensnek tekintjük. A paraméterek relatív hibáját  $\Delta_2$  adja meg.



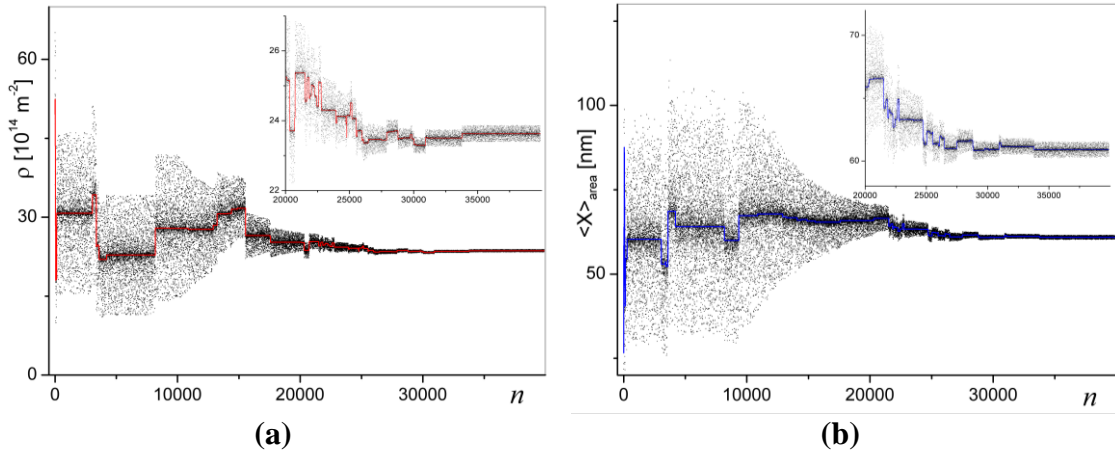
**3.3. Ábra.** Egy  $x_{i,n} \in [0,1]$  random számból köbös valószínűséggel származtatott lehetséges új  $a_{i,n}^*$  paraméterérték szemléltetése. Ezt az összefüggést (3.4) egyenlet adja meg, amely figyelembe veszi a paraméter megengedett  $a_{i,n-1} \pm \delta$  keresési tartományát.

A MC és a ML algoritmusok kombinálása abban áll, hogy bizonyos, a felhasználó által megadható számú lépés után a MC algoritmust felváltja egy ML algoritmus, amikor az összes paraméter finomodik (beleértve a profilok intenzitásmaximumait és pozícióit is). Ekkor a ML algoritmus számára a kezdő paraméterértékeket a MC lépések során addig meghatározott értékek jelentik. A ML algoritmus előre megadható számú iteráció után befejeződik, és a MC algoritmus folytatódik tovább. Ez a folyamat ismétlődik bizonyos lépésközönként, vagyis MC és ML folyamatosan váltja egymást az (i) vagy (ii) konvergenciakritérium teljesüléséig.

A csúcsprofilok intenzitásmaximuma és pozíciója a legtöbb esetben jól meghatározhatóak akár ránézésre is, még több, az anyagban egyidejűleg jelenlévő fázis esetében is. Ezért ezek kezdeti értéke általában az optimális értékhez közel van. A többi, fizikai paraméterre ugyanez már nem mondható el. A MC algoritmus alkalmazása azonban már a folyamat elején gyorsan talál az optimális fizikai paramétereket jól közelítő értékeket is, így már a később bekapcsolódó ML algoritmusnál sem esnek nagyon távol annak kezdő paraméterértékei az optimális megoldástól, ami javítja a ML

hatékonyságát. MC és ML folyamatos váltakozása a paraméterek egyre finomabb értékeit adják, és a fent ismertetett MC algoritmus miatt sem lokális minimumokban, sem egy lapos globális minimumban nem akad meg a folyamat. A kombinált algoritmust a továbbiakban MC+ML módon jelölöm.

A MC+ML algoritmus futásának egy tipikus esete látható a 3.4. ábrán. Az algoritmus itt egy több textúrakomponensű, 23%-os mértékben nyújtással deformált Ti minta random textúrakomponenséhez tartozó két fizikai paraméterének változását mutatja az  $n$  lépésszám függvényében. (Megjegyzem, hogy ezen minta diffrakciós patternje és az arra illesztett vonalprofilok a következő fejezet 4.22. ábráján láthatóak.) Az egyik fizikai paraméter a  $\rho$  diszlokációsűrűség, amely esetén  $50 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  kezdőértékről, a másik paraméter az  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  szemcseméret, amely esetén pedig 30 nm kezdőértékről lett elindítva az optimalizálási folyamat. Az optimalizálás során alkalmazott MC algoritmus futását meghatározó paraméterek értékei a következők voltak:  $n_1 = 10000$ ,  $n_2 = 30000$ ,  $\Delta_1 = 0.5$  és  $\Delta_2 = 0.01$ . A fekete pontok a (3.4) képlettel megadott próbálkozásokat, a folytonos vonal pedig a (3.5) feltétellel elfogadott értékeket jelentik. A ML algoritmus 20000 lépés után kapcsolódott be az optimalizálásba, ezután tíz ML iteráció valósult meg minden ezredik MC lépés után.



**3.4. Ábra.** Bolyongás szemléltetése a paramétertérben a MC algoritmus során két fizikai paraméter, (a) a  $\rho$  diszlokációsűrűség és (b) az  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  szemcseméret esetén. A fekete pontok a véletlenszám-generátorral kapott  $a_{i,n}^*$  lehetséges értékek, a folytonos vonalak pedig az elfogadott, egyre kisebb WSSR-t adó  $a_{i,n}$  értékek. Jól látható a megengedett választási tartomány összeszűkülése és a köbös kiválasztási valószínűség eredménye is (a folytonos vonal közelében sűrűbbek a pontok). A beszűrt rész az ábra nagyítása 20000 fölötti lépésszámnál, amelyen jól látszik a konvergencia.

Az ábrákon jól látható, hogy már az első szakaszban is – amikor a paraméterek változásának viszonylag nagy,  $\pm 50\%$ -os relatív mértéke megengedett – az optimális

megoldáshoz jelentősen közelebb kerülünk. Ezután a választási tartomány fokozatos csökkenése még tovább javítja az eredményt, majd végül a MC és ML együttes ereje láthatóan konvergens eredményt ad.

Megjegyzem, hogy az itt bemutatott MC+ML eljárásban a paramétereknek a hagyományos ML algoritmustól eltérően van abszolút minimum és maximum határa is, amelyen kívülre nem kerülhet a paraméter értéke sem a ML, sem a MC szakaszban. Ha az új választott paraméter kívül esik ezen megadható tartományon, akkor a paraméternek új értéként a tartomány határát adjuk meg. Ezek a megkötések fizikai megfontolásokon kell alapuljanak, például a szemcseméret vagy a diszlokációsűrűség nem lehet negatív, vagy például a CMWP eljárásban a  $q$ ,  $q_1$  és  $q_2$  paramétereknek jól meghatározott tartománya van, amely az anyag rugalmas állandóitól függ.

### 3.2. NRAD-ML algoritmus

A CMWP szoftver hagyományos ML implementációja a gnuplot programcsomagon alapszik. Ez a gnuplot alapú verzió azonban néha a kezdeti paraméterek megadásától erősen függően tudja csak megtalálni az optimális paraméterértékeket. Ennek több oka is lehet, kezdve az illesztendő paraméterek nagy számától (például köbösnél bonyolultabb kristályszerkezet vagy több fázis egyidejű illesztése esetén) a gyengébb minőségű diffrakciós patterneken át (rosszabb szögfelbontás, kis intenzitású zajos csúcsok) az esetleges lokális WSSR minimumok (vagy lapos globális minimum) paraméterterületi létezéséig. A következőkben össze fogom hasonlítani a ML, a MC és MC+ML módszerek hatékonyságát néhány példán keresztül, azaz megmutatom, hogy a kezdeti paraméterek függvényében ezek az eljárások milyen pontossággal tudják megtalálni az optimális paraméterértékeket. Ebben az összehasonlításban kétféle ML algoritmust is alkalmazok, az egyik a már említett gnuplot alapú ML, a másik pedig egy általam fejlesztett ML programkód. A kétféle, meglehetősen eltérő koncepciójú ML implementációnak eltérőek a konvergenciatulajdonságai, így velük hathatósabban lehet tanulmányozni a MC és ML algoritmusok eredményességbeli különbségeit is.

A ML algoritmus során a (3.1) kifejezést minimummá tevő  $\mathbf{a} = (a_1, a_2, \dots, a_m)$  paramétereket iterációs módon keressük, azaz minden iterációnál  $\mathbf{a} \rightarrow \mathbf{a} + d\mathbf{a}$  szerint változtatjuk a paraméterek értékeit. A feladat tehát egy iteráció során olyan  $d\mathbf{a}$  megtalálása, amely hatékonyan csökkenti WSSR értékét. Ezt a  $d\mathbf{a}$  paraméterváltozást –

itt most nem részletezve az erre vezető számításokat – a ML algoritmusban a következő egyenlet határozza meg [Marquardt, 1963; Levenberg, 1944]:

$$(\hat{f}^T \hat{f} + \varepsilon \cdot \text{diag}(\hat{f}^T \hat{f})) \mathbf{d}\mathbf{a} = \hat{f}^T (\mathbf{y} - \mathbf{f}), \quad (3.6)$$

ahol  $\varepsilon \in \mathbb{R}$ ,  $\mathbf{y} = (I_{(2\theta_1)}^{\text{mért}}, I_{(2\theta_2)}^{\text{mért}}, \dots, I_{(2\theta_k)}^{\text{mért}})$ ,  $\mathbf{f} = (I_{(2\theta_1|\mathbf{a})}^{\text{számolt}}, I_{(2\theta_2|\mathbf{a})}^{\text{számolt}}, \dots, I_{(2\theta_k|\mathbf{a})}^{\text{számolt}})$ ,  $\hat{f}$  az elméleti profilfüggvény paraméterek szerinti deriváltjaiból képezett Jacobi-mátrix:

$$\hat{f} = \begin{pmatrix} \frac{\partial f_1}{\partial a_1} & \dots & \frac{\partial f_1}{\partial a_m} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial f_k}{\partial a_1} & \dots & \frac{\partial f_k}{\partial a_m} \end{pmatrix}, \quad (3.7)$$

$\hat{f}^T$  a transzponált mátrixot, 'diag' pedig a főátlót jelenti. A (3.6) egy  $\hat{A} \mathbf{d}\mathbf{a} = \mathbf{b}$  alakban felírható,  $m$  számú egyenletből álló egyenletrendszert jelent, amit valamilyen jól ismert standard módszerrel megoldva megkapjuk  $\mathbf{d}\mathbf{a}$ -t. A gnuplot ML illesztőalgoritmus a Jacobi-mátrix elemeit, vagyis az illesztendő függvény paraméterek szerinti deriváltjait nem analitikus formában használja, hanem numerikusan számítja. Ennek nyilvánvaló előnye az általánosság, nevezetesen, hogy a gnuplot-tal tetszőlegesen definiált függvény illeszthető egyszerűen anélkül, hogy a deriváltakat is ki kellene számolni és meg kellene adni. Az általam fejlesztett ML programkódban a diszlokációk és szemcseméreték profilfüggvényeiben analitikusan megadott deriváltakat használok. Ezek az általam számolt analitikus deriváltak megtalálhatók a Függelékben. Az implementációm alapjául a Numerical Recipes könyv ML kódja szolgált [Press et al., 1992], amelybe beleépítettem a CMWP eljárásnak megfelelő profilfüggvényeket és az említett analitikus deriváltakat, az algoritmus lépései pedig röviden a következők:

- 1)  $\mathbf{a}_{\text{ini}}$  kezdő paraméterértékekkel  $WSSR_{(a)}$  kiszámítása.
- 2) Választunk egy kezdeti  $\varepsilon$  értéket, jelen esetben legyen  $\varepsilon = 0.001$ .
- 3) Gauss-Jordan eliminációval megoldjuk az  $\hat{A} \mathbf{d}\mathbf{a} = \mathbf{b}$  lineáris egyenletrendszert  $\mathbf{d}\mathbf{a}$ -ra, majd kiszámítjuk  $WSSR_{(a+d\mathbf{a})}$ -t.
- 4) Ha  $WSSR_{(a+d\mathbf{a})} \geq WSSR_{(a)}$ , akkor növeljük  $\varepsilon$  értékét a tízszeresére ( $\varepsilon \rightarrow 10 \cdot \varepsilon$ ), és visszatérünk a 3. ponthoz.

- 5) Ha  $WSSR_{(a+da)} < WSSR_{(a)}$ , akkor csökkentjük  $\varepsilon$  értékét a tizedére ( $\varepsilon \rightarrow 0.1 \cdot \varepsilon$ ), elfogadjuk új paraméterként az  $a + da$  értéket ( $a \leftarrow a + da$ ), és visszatérünk a 3. ponthoz.

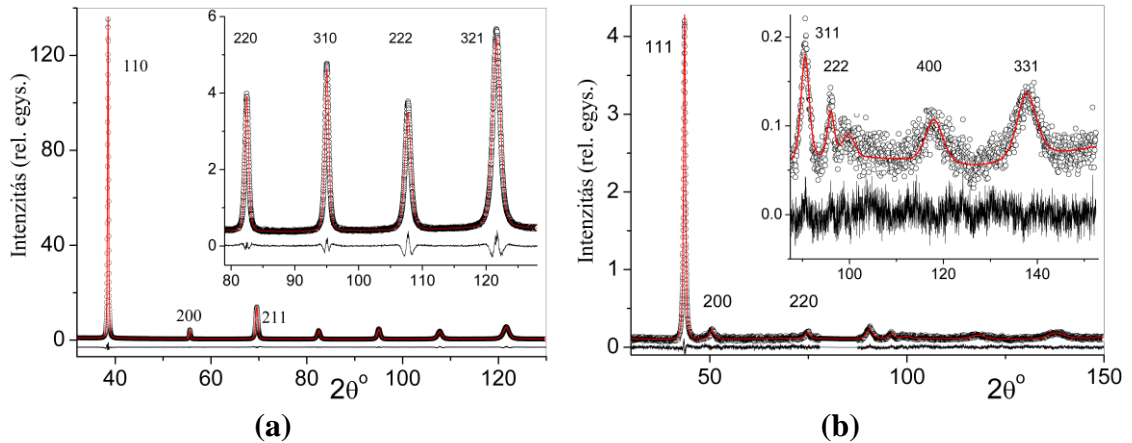
Mindez addig folytatódik, amíg a következő feltételek közül valamelyik teljesül: (i) elérjük a felhasználó által megadott maximális számú iterációt, (ii) WSSR relatív változása egy adott érték alá csökken, vagy (iii)  $\varepsilon$  értéke elér egy maximális értéket. A továbbiakban ezt a saját fejlesztésű ML kódot NRAD-ML jelöléssel rövidítem (NR a Numerical Recipes könyvre, AD az analitikus deriváltakra utal), a CMWP szoftver hagyományos, gnuplot alapú algoritmusát pedig GNU-ML-lel. A legújabb CMWP szoftververzió tartalmazza mind az NRAD-ML kódot, mind a kombinált MC+ML algoritmus implementációját (amelyben GNU-ML vagy NRAD-ML használata tetszőlegesen választható). Ez a MC+ML algoritmus egy igen hatékony módszernek bizonyult a mikroszerkezeti paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeinek feltárásában [Ribárik et al., 2019 (S2); Ribárik et al., 2020 (S6)].

### 3.3. A kombinált MC+ML algoritmus tesztelése

Ebben a fejezetben két egyszerű példán keresztül össze fogom hasonlítani, hogy a kétféle ML algoritmus (GNU-ML és NRAD-ML) milyen mikroszerkezeti eredményeket ad egymáshoz képest, illetve milyen eredményeket ad összevetve pusztán a MC, illetve a MC+ML kombinált algoritmusokhoz képest.

Mindkét példaként felhozott diffrakciós pattern esetében a minta egy nagynyomású csavarással (High-Pressure Torsion, HPT) deformált, 8 mm átmérőjű korong volt, az egyik egy tiszta Nb [Jóni et al., 2013 (S20)], a másik egy Cantor-típusú nagy entrópiájú ötvözet (High-Entropy Alloy, HEA) [Skrotzki et al., 2017 (S15); Skrotzki et al., 2020 (S7)]. A HPT deformáció paraméterei a következők voltak a két mintánál: Nb esetén 4 GPa hidrosztatikus nyomás és 1/4 csavarás, HEA-nál pedig 7.8 GPa és 5 teljes csavarás. A Nb minta diffrakciós mérése a korong közepéről készült, a HEA mérése pedig a korong széléről, így a HEA minta esetében jóval nagyobb nyírási deformációról beszélhetünk ( $\gamma_{Nb} = 0.3$  és  $\gamma_{HEA} = 164$ ), ami jellemzően szélesebb diffrakciós csúcsokat jelent. A két diffrakciós pattern a 3.5. ábrán látható, az optimális fizikai paraméterekkel számolt elméleti görbékkel együtt. Mindkét pattern mindössze hét diffrakciós csúcsot tartalmaz, és mindkét anyag köbös kristályszerkezetű, ami a CMWP eljárás szempontjából a legkevesebb számú fizikai paramétert jelenti.



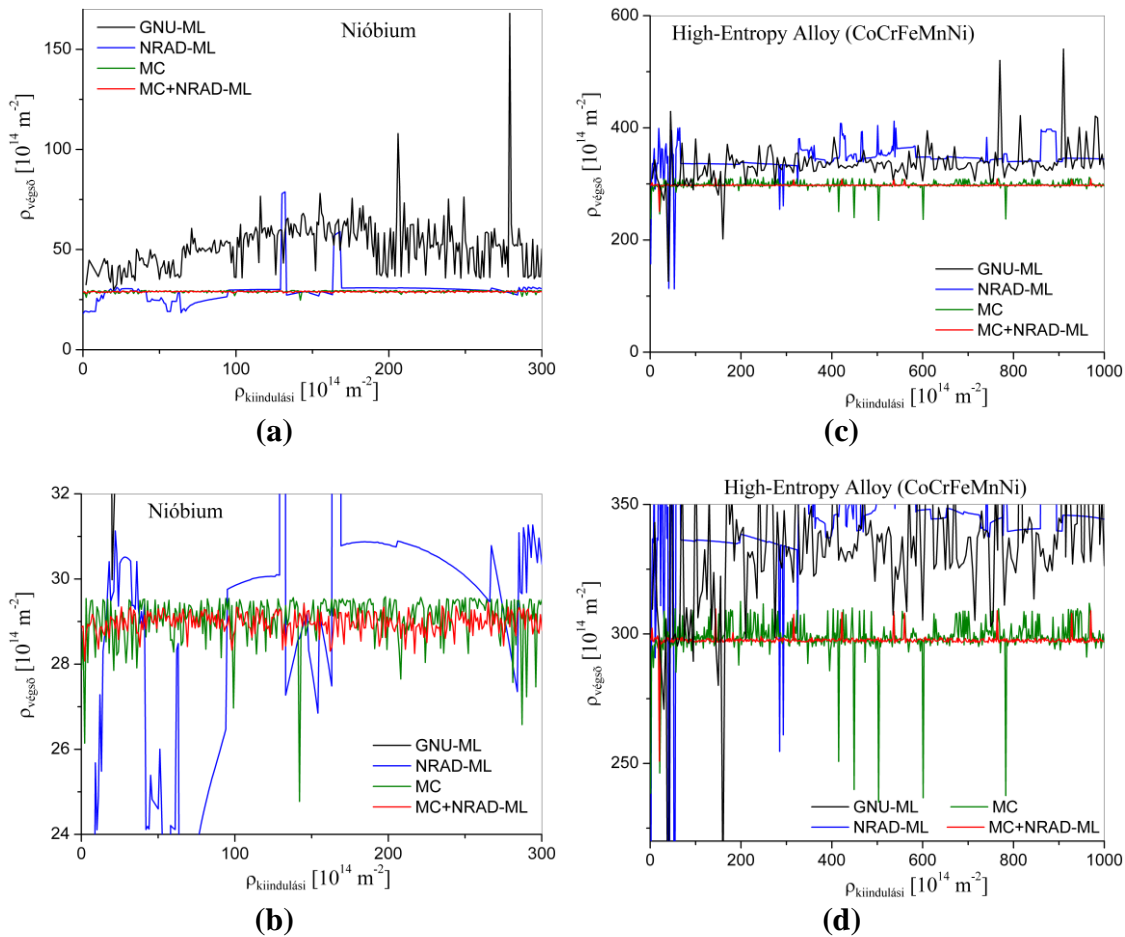


**3.5. Ábra.** Két erősen deformált fém tipikus diffrakciós patternje. (a) HPT deformált tiszta Nb, 4 GPa hidrosztatikus nyomással és 1/4 fordulattal csavarva. A mérés a korong alakú minta közepéről készült. (b) Cantor-típusú nagy entrópiájú ötvözet (CoCrFeMnNi), 7.8 GPa nyomás és 5 fordulat mellett HPT deformálva. Ez a mérés a korong alakú minta széléről készült, ahol jóval nagyobb a deformáció, mint a minta közepén. A fekete körök a mért, a piros vonal pedig az optimális paraméterekkel számolt elméleti patternt jelölik. A fekete vonal a pattern alatt a mért és számolt adatok különbsége. A jobb felső sarokban a pattern nagyobb szögű tartományának nagyítása látható. A HEA patternje zajos, széles, kis intenzitású csúcsokból áll.

A tesztelés során mindössze öt fizikai paraméter, a szemcseméreteloszlás mediánja ( $m$ ) és szórása ( $\sigma_{LN}$ ), a diszlokációsűrűség ( $\rho$ ), a diszlokáció elrendeződési paraméter ( $M$ ) és a diszlokációk típusát jellemző paraméter ( $q$ ) volt optimalizálva, a másodlagos paraméterek (csúcsok pozíciója és intenzitásmaximuma) esetén már előre optimalizált értékeket használtam. Ez jelentősen csökkenti az optimalizálandó paraméterek számát, ami egyszerűsíti az illesztést. A két mért pattern között minőségbeli különbség van, Nb esetén a csúcsok jobb statisztikájúak, míg HEA esetén rosszabb a jel/zaj viszony (erős a diffúz háttér, a csúcsok pedig szélesek, kis intenzitásúak és zajosak), ahogy az a 3.5. ábrán is látható. Emiatt azt várjuk, hogy a HEA esetében az optimális paraméterek megtalálása némiképp nehezebb lehet, mint a jobb minőségű Nb pattern esetén. Mindezek alapján összességében elmondható, hogy az illesztési folyamat szempontjából mindkét példa a lehető legegyszerűbb esetet valósítja meg egy könnyebben és egy valamivel nehezebben kiértékelhető, gyengébb minőségű patternen keresztül, de látni fogjuk, hogy a ML algoritmus még a legegyszerűbb esetben sem ad mindig egyértelmű eredményt.

A teszteléshez egy saját fejlesztésű programkódot használtam, amely egy pattern kiértékelésekor alkalmazni tudja mind az NRAD-ML illesztést, mind a 3.1. fejezetben ismertetett speciális MC algoritmust, illetve ezek kombinációját is (MC+NRAD-ML).

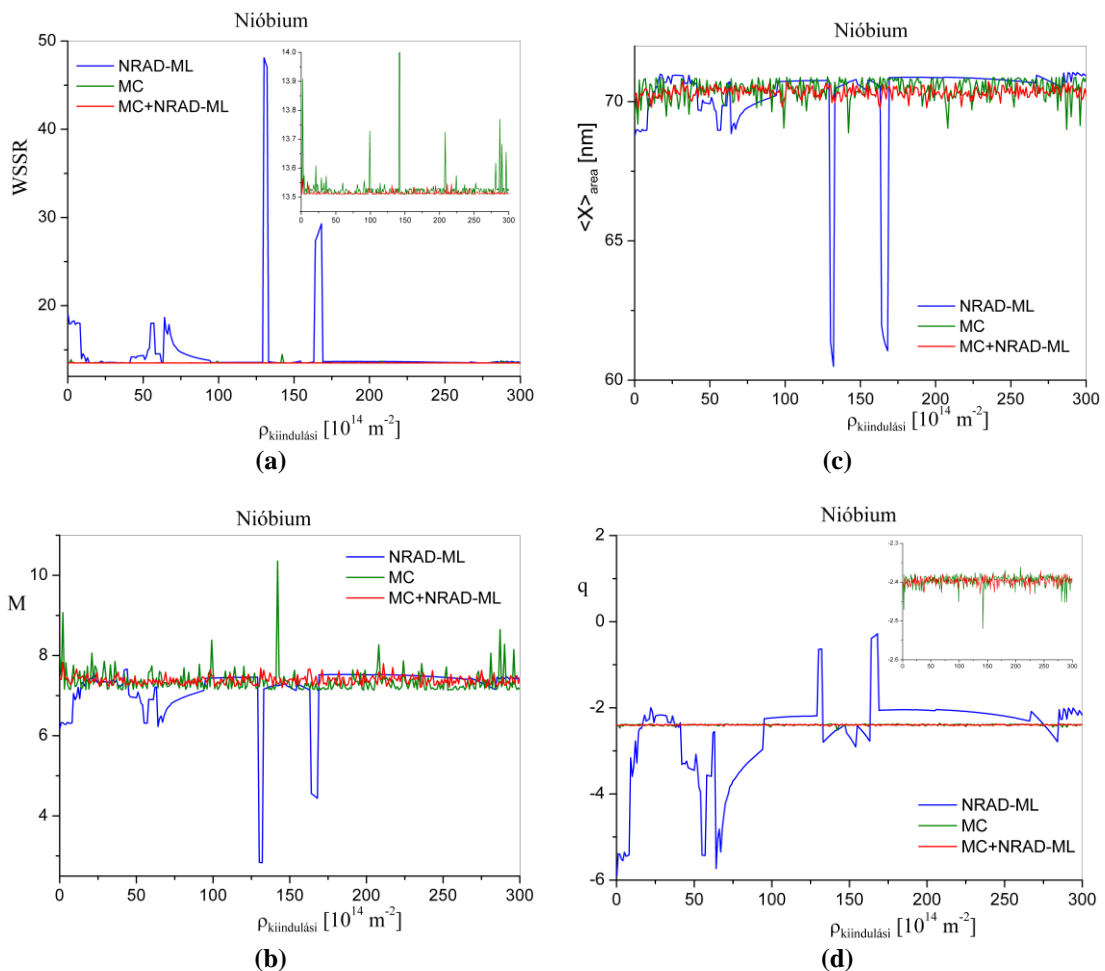
Ezt a programkódot C++ nyelven írtam és a szoftver Windows és Linux operációs rendszeren is működik. A program a CMWP módszerben ismertetett elméleti profilfüggvényeket használja, a profilfüggvényekben található Fourier-transzformációkat Filon-integrálással végzi [Davis & Rabinowitz, 2014]. A szoftvert lehet olyan pásztázó üzemmódban is futtatni, amikor az illesztési művelet az egyik fizikai paraméter fokozatosan változó kiindulási értékei mellett zajlik le egy megadható paramétertartományban és lépésközzel. Ily módon meg lehet vizsgálni, hogy az egyes algoritmusok valamely paraméter kiindulási értékének megadásától függően milyen végeredményeket szolgáltatnak. A példaként hozott Nb és HEA patterneknél a diszlokációsűrűsége elvégzett ilyen pásztázás eredménye látható a 3.6. ábrán.



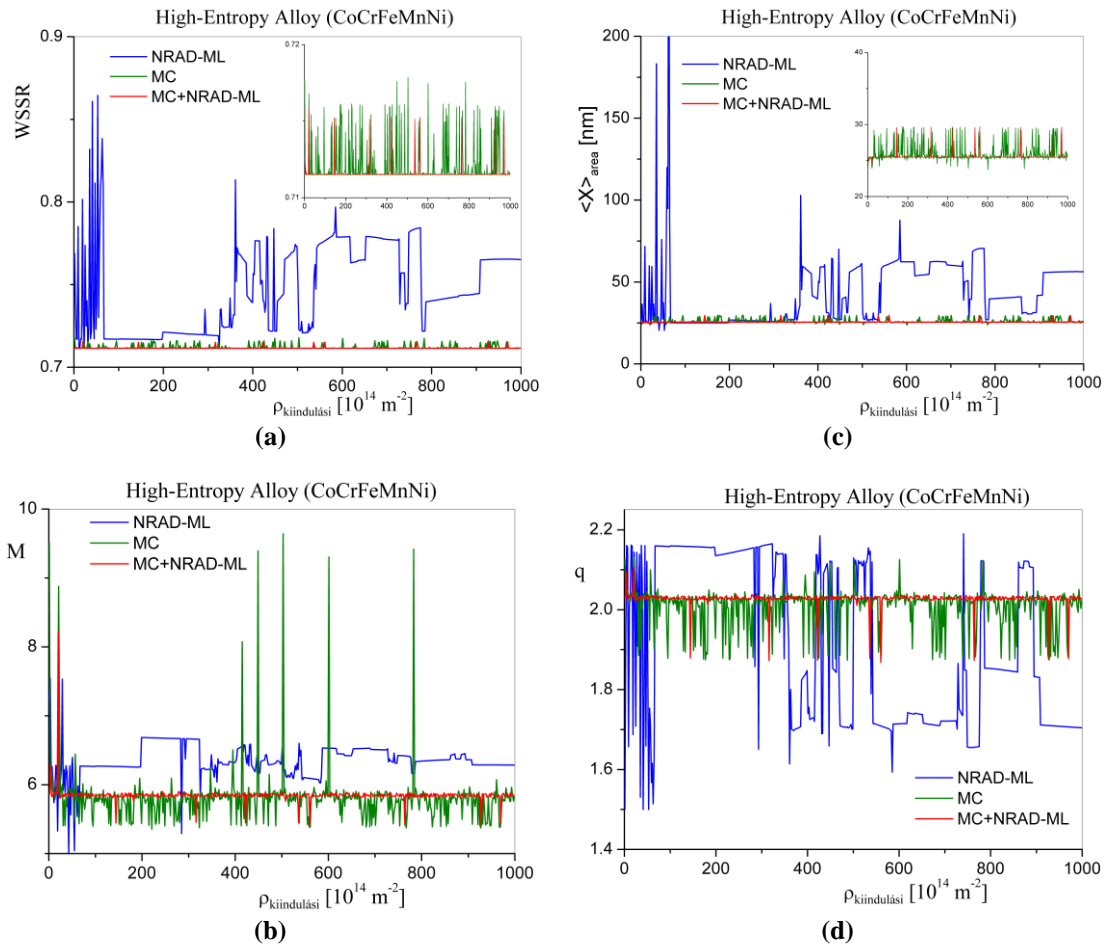
**3.6. Ábra.** A számolt diszlokációsűrűség ( $\rho_{\text{végso}}$ ) végeredmények a kiindulási diszlokációsűrűség ( $\rho_{\text{kiindulasi}}$ ) függvényében különböző algoritmusokkal végezve az optimalizálást. (a) és (b) a Nb, (c) és (d) a HEA eredményeit mutatja, különböző nagyításokban a jobb láthatóságért.

A pásztázás során a szoftver szkennelő funkciójával külön-külön vizsgáltam a MC, az NRAD-ML és a MC+NRAD-ML algoritmusok hatékonyságát, valamint ezek mellett feltüntettem a CMWP szoftver hagyományos GNU-ML algoritmusával kapott

eredményeket is. A 3.6. ábrán különböző kiindulási diszlokációsűrűség értékek mellett látjuk az egyes algoritmusokkal kapott végső diszlokációsűrűségeket Nb (3.6. (a) és (b) ábra) és HEA (3.6. (c) és (d) ábra) esetén. A 3.6. (b) és (d) ábrákon más nagyításban láthatjuk a 3.6. (a) és (c) ábrákat, amelyen jobban kivehető az MC és MC+NRAD-ML módszerek közti különbség is. A 3.6. ábra azt mutatja, hogy a legjobb eredményt a MC és a ML eljárás kombinálása adja, ennél a legkisebb az adatok szórása az optimális érték körül (Nb-nál 0.87%, HEA-nál 0.94%), MC esetén ez a szórás valamivel nagyobb (Nb-nál 1.95%, HEA-nál 2.91%) míg a ML algoritmusok önmagukban sok esetben szolgáltatnak pontatlan eredményeket, néha 100%-ot is meghaladó hibával (GNU-ML szórása Nb-nál 90%, HEA-nál 17%, NRAD-ML szórása Nb-nál 24%, HEA-nál 18%). A 3.7. ábrán a Nb, a 3.8. ábrán pedig HEA esetén láthatjuk a WSSR,  $\langle x \rangle_{\text{area}}$ ,  $M$  és  $q$  paraméterek végeredményeit is ugyanazon pásztázással, azaz különböző kiindulási diszlokációsűrűség értékek használata mellett.



**3.7. Ábra.** Különböző  $\rho_{\text{kiindulási}}$  diszlokációsűrűség mellett kapott (a) WSSR, (b)  $M$ , (c)  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  és (d)  $q$  paraméterek végeredményei a Nb patternnél, NRAD-ML, MC és MC+NRAD-ML algoritmusok esetén.



**3.8. Ábra.** Különböző  $\rho_{\text{kiindulasi}}$  diszlokációsűrűség mellett kapott (a) WSSR, (b)  $M$ , (c)  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  és (d)  $q$  paraméterek végeredményei a HEA patternnél, NRAD-ML, MC és MC+NRAD-ML algoritmusok esetén.

A 3.7. és 3.8. ábrák ugyancsak azt mutatják, hogy a legpontosabb, legmegbízhatóbb mikroszerkezeti eredményeket a kombinált MC+ML algoritmus biztosítja, így ennek a módszernek a kidolgozása nagyban javítja a CMWP eljárás hatékonyságát.

### 3.4. Összefoglalás

Ebben a fejezetben bemutatam egy olyan speciális MC és ML kombinált algoritmust, amellyel a CMWP módszer mikroszerkezeti paraméterei pontosabban, megbízhatóbban határozhatók meg. A CMWP szoftverben hagyományosan használt ML algoritmus gyakran nem elég hatékony és nem tudja megtalálni WSSR globális minimumát a paramétertérben. Ezt a problémát hivatott orvosolni egy speciális MC algoritmus alkalmazása, melynek célja, hogy bármilyen kezdeti paraméterértékek megadása mellett, a felhasználó tapasztalatától függetlenül megtalálja az optimális mikroszerkezeti paraméterek értékeit.

Az ötlet, hogy MC algoritmus alkalmazásával javítható lehet a CMWP eljárás hatékonysága, tőlem és *dr. Ribárik Gábortól* származik, egymástól függetlenül tettünk javaslatot erre a megoldási lehetőségre. Az én részem továbbá az itt bemutatott MC módszer részleteinek konkrét kidolgozásában a (3.3) képlettel leírt, a folyamat lépései során változó paraméterválasztási intervallum, valamint részben a (3.4) köbös paraméterválasztási valószínűség alkalmazásának ötlete volt. A MC és ML módszerek összehasonlítására egy, a CMWP szoftver hagyományos, gnuplot alapú ML eljárásától eltérő konvergenciatulajdonságokkal rendelkező ML kódot fejlesztettem (NRAD-ML), hogy két különböző ML implementáció hatékonyságát is össze tudjam vetni a MC alapú módszerrel. Az új MC+ML eljárás hatékonyságát teszteltem egy olyan, saját fejlesztésű programkóddal, amely a paraméterek különböző kezdőértékei mellett hajtja végre az illesztési procedúrát, így széles tartományban vizsgálható az egyes algoritmusok érzékenysége a kezdeti paraméterek megadására. Ez a pásztázó szoftver Windows és Linux operációs rendszeren is működik, és a programkódba beépítettem mind az MC, mind az NRAD-ML algoritmusokat, valamint természetesen ezek kombinációját is.

Az új MC+ML módszer hatékonyságát két példán (Nb és HEA) keresztül mutattam be, amelyek az illesztési folyamat szempontjából a legegyszerűbb esetet valósítják meg (egyetlen fázis, köbös kristályszerkezet, legkevesebb illesztendő paraméter), különbség köztük mindössze a diffrakciós patternek minőségében volt (Nb esetén jobb, HEA esetén kevésbé jó minőségű a pattern, rosszabb jel/zaj viszonyal). Ezek a tesztelések azt mutatták, hogy a ML algoritmusok gyakran nem adnak pontos eredményeket még ilyen egyszerű esetekben sem, egyes paraméterek esetén akár 100% fölötti hibát szolgáltatnak. Ezzel szemben a MC módszer szignifikánsan pontosabb, a két módszer kombinációja (MC+ML) pedig még ennél is jobb eredményeket nyújt. Az új MC+ML eljárás mód ma már része a CMWP szoftvernek is, melynek implementálását *dr. Ribárik Gábor* végezte. Ezzel egy átlagos, tapasztalatlan felhasználó számára is könnyebb a kiindulási értékek tetszőleges megadásától függetlenül optimális eredményt találni. Az eljárást és annak tesztelését referált nemzetközi folyóiratban mutattuk be [Ribárik et al., 2019 (S2)]. A disszertációm további részében bemutatott mikroszerkezeti eredményeket az új MC+ML módszerrel határoztam meg, ami biztosítja a pontosabb, megbízhatóbb értékeket.

#### **4. Mikroszerkezet jellemzése egyedi textúrakomponensekben röntgendiffrakciós vonalprofil analízissel: az X-TEX módszer alapelvei és alkalmazása textúrált titánra**

A különböző kristályhibák által kialakított komplex struktúrákat mikroszerkezetnek nevezzük. A mikroszerkezet alapvetően határozza meg az anyagok számos tulajdonságát, ezért ennek kutatása nélkülözhetetlen a fizikai folyamatok jobb megértéséhez és a mikroszerkezet szabályozása révén előnyösebb tulajdonságokkal rendelkező szerkezeti anyagok előállításához. A mikroszerkezet vizsgálatára számos kísérleti eljárás áll rendelkezésre, a mikroszkópos technikáktól kezdve a különböző diffrakciós módszerekig. Az utóbbi időkben a röntgen- és neutrondiffrakciós vonalprofil analízis különösen hatékony eszköznek bizonyult a polikristályos anyagok mikroszerkezetének jellemzésében [Ribárik et al., 2001; Borbély & Groma, 2001; Scardi & Leoni, 2002; Ribárik et al., 2004; Ribárik & Ungár, 2010; Ribárik et al.; 2019 (S2)], azonban ezek a módszerek önmagukban textúrált anyagok esetén nem képesek arra, hogy az anyagban szimultán létező különböző textúrakomponensek mikroszerkezetét egymástól elkülönítve határozzák meg, hanem az anyag átlagos mikroszerkezetét adják eredményül. Mivel a textúrakomponensek mikroszerkezete nagyon eltérő lehet, megváltoztatva ezzel az anyag tulajdonságait, ezért annak textúrakomponensenkénti feltárása alapvető fontosságú a szerkezeti anyagok deformációs folyamatainak jobb megértésében. Korábbi munkák ugyan kísérletet tettek arra, hogy meghatározzák egyes textúrakomponensek mikroszerkezetét, mindezidáig átfogó röntgendiffrakciós módszer nem létezett és ezek a korábbi eljárások csak korlátozottan működnek: vagy csak egyetlen textúrakomponenst vesznek figyelembe [Ribárik & Ungár, 2010; Csiszár et al., 2011], vagy csak egyetlen fő és a random textúrakomponenst képesek megkülönböztetni [Jóni et al., 2013 (S18)], vagy a textúrakomponensenkénti csúcsazonosítás csak a szórt nyaláb zéró azimut szögéhez nagyon közeli szögtartományában érvényes, ezáltal a Debye-Scherrer (DS) gyűrűknek csak nagyon limitált része használható ilyen célra [Fan et al., 2018 (S12)]. A probléma teljes körű megoldásához a diffrakciós csúcsok helyes azonosításánál az anyagban jelenlévő összes textúrakomponens intenzitásjárulékának figyelembevétele szükséges, és a módszernek működnie kell a DS-gyűrű bármely tartományán.

Ebben a fejezetben bemutatok egy olyan új, általam kifejlesztett röntgendiffrakciós vonalprofil analízisen alapuló átfogó módszert, amellyel textúrált

anyagok mikroszerkezete az egyedi textúrakomponensekben elkülönítve határozható meg. A módszer ötletének alapja az, hogy olyan diffrakciós csúcsokat mérjünk, amelyek ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartozó kristályszemcséktől származnak. Erre a szemcsék textúrakomponensekre jellemző orientációi adnak lehetőséget. Amennyiben sikerül a textúrakomponensekre jellemző diffrakciós csúcsokat mérni, úgy a csúcsok profilalakjából már tulajdonképpen bármely vonalprofil technika segítségével meghatározható a textúrakomponens mikroszerkezete. Érezhetően egy geometriai problémával állunk szemben, amelynek megoldása azonban nem merül ki annyiban, hogy a Bragg-helyzetnek megfelelően orientáljuk a mintadarabot, mintha egykristály reflexiókat szeretnénk megmérni. Figyelembe kell venni, hogy a textúra általában nem végtelenül éles, a textúrakomponenst alkotó kristályszemcsék orientációjának térbeli eloszlása van, ezért a többi textúrakomponensnek is számottevő intenzitásjáruléka lehet a szóban forgó diffrakciós csúcs esetén. A problémát úgy kell megoldani háromdimenzióban, hogy egy adott diffrakciós csúcs a lehető legkisebb mértékben származzon a többi, idegennek tekintett textúrakomponenstől, amiképp a lehető legnagyobb mértékben a vizsgált komponenst reprezentálhassa a profil kiértékelése során. Az itt kidolgozott módszer általánosan alkalmazható bármely monokromatikus, párhuzamos röntgennyalábot használó geometria esetén, így laboratóriumi röntgenberendezések mellett szinkrotronos mérések során is, és az eljárás a DS-gyűrűk teljes tartományán érvényes. A módszer elvei alapján kifejlesztettem egy ingyenesen elérhető szoftvert is (a módszer és a szoftver is az X-TEX nevet kapta), amely a szükséges diffrakciós mérések megtervezését és a csúcsok azonosítását segíti.

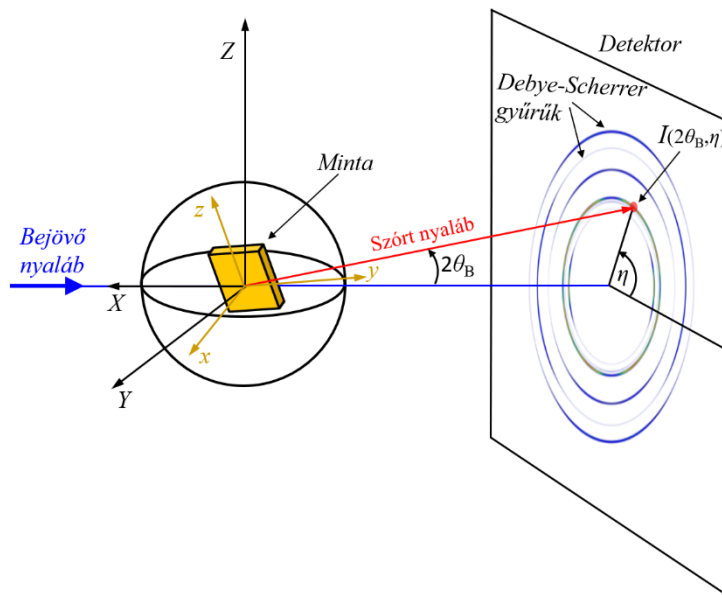
Ebben a fejezetben bemutatom az új módszer alapelveit, az X-TEX szoftver jellemzőit, valamint az eljárás alkalmazását nyújtással deformált textúrált titán mintadarabokon. A módszert és a textúrált titán mintákra kapott eredményeket referált nemzetközi folyóiratban publikáltuk [Jóni et al., 2020 (S1)], a cikk feldolgozását jelen fejezet tartalmazza.

#### 4.1. Az X-TEX módszer alapelvei

A kristálytani textúra teljes kvantitatív leírására csak az orientáció-eloszlás függvény (ODF) alkalmas. Ez a függvény azt mondja meg, hogy egy orientációhoz – amelyet a kristálytanban általában az Euler-szögekkel jellemeznek – a kristályszemcsék mekkora térfogati hányada rendelhető. Az X-TEX módszerben azonban nem az ODF-et használjuk a textúra jellemzésére, hanem közelítjük azt a textúrakomponensek preferált

orientációja körüli háromdimenziós Gauss-eloszlással. Látni fogjuk, hogy ez a közelítés akár 80-90%-os pontossággal képes leírni az anyag textúráját. Mivel az X-TEX módszerben a fő célunk nem a textúra pontos jellemzése, ezzel a közelítéssel is megfelelően társítani tudjuk az egyes röntgendiffrakciós csúcsokat a megfelelő textúrakomponensekkel. A közelítés nagy előnye, hogy a számítások sokat egyszerűsödnek így, és több ilyen Gauss-függvény eredőjeként komplex textúrákat is könnyen le tudunk írni néhány egyszerű paraméter segítségével. Ezzel a megközelítéssel bármely textúrakomponens intenzitásjáruléka a Debye-Scherrer-gyűrű (DS-gyűrű) egy tetszőleges pontjában az alábbi módon számítható.

A derékszögű  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  labor koordináta-rendszer tengelyeit a 4.1. ábrán látható módon definiáljuk. A mintára eső bejövő röntgennyaláb párhuzamos és ellentétes irányú a labor  $X$  tengelyével, a  $Z$  tengely a laborban fölfelé mutat, az  $Y$  tengely pedig a jobbsodrású rendszer szabályait követi. A mintához rögzített  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  derékszögű koordináta-rendszer kezdetben essen egybe a labor rendszerrel, azaz legyen  $x \parallel X$ ,  $y \parallel Y$  és  $z \parallel Z$ .



**4.1. Ábra.** Az X-TEX módszerben alkalmazott geometria és a röntgendiffrakciós mérés sematikus rajza.  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  a labor,  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  a minta koordináta-rendszere,  $\theta_B$  és  $\eta$  a szórt nyaláb Bragg- és azimut szöge. A bejövő röntgennyaláb  $-X$  irányú, a polikristályos minta  $hkl$  síkseregén reflektált sugarak kúpok palástjai mentén szóródnak. Egy ilyen kúppalást és a detektor metszeteként jelenik meg a  $hkl$  reflexiónak megfelelő Debye-Scherrer-gyűrű, melynek egy tetszőleges  $(\theta_B, \eta)$  pontjában kívánjuk meghatározni az egyes textúrakomponensektől származó intenzitások erősségét.

Ebben a  $\mathcal{K}_m = \mathcal{K}_L$  derékszögű rendszerben első lépésként írjuk fel a  $hkl$  Miller-indexszel jellemzett kristálytani síkok  $e_{hkl}$  normálvektorait – melyek egységvektorok – köbös,



illetve hexagonális szerkezetű anyagok esetén. Tekintsünk most csak egyetlen Bravais-cellát, melynek kristálytani tengelyei köbös esetben egybeesnek a derékszögű rendszer tengelyeivel, hexagonális esetben pedig két tengellyel párhuzamos, a harmadik tengellyel pedig  $30^\circ$ -os szöget zár be, melyet alább pontosabban definiálunk. Köbös kristályszerkezetek (fcc, bcc és sc) esetén a síkok normálvektorát a szakirodalomból jól ismert

$$\mathbf{e}_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}(h, k, l) \quad (4.1)$$

összefüggés adja meg, ahol a köbös Bravais-cella bázisvektoraira  $\mathbf{a}_1 \parallel x$ ,  $\mathbf{a}_2 \parallel y$  és  $\mathbf{a}_3 \parallel z$  teljesül. Hexagonális kristályszerkezetű anyagok esetén figyelembe kell vennünk, hogy az  $\mathbf{a}_1$ ,  $\mathbf{a}_2$  és  $\mathbf{c}$ -vel jelölt bázisvektorok egy olyan ferdeszögű rendszert alkotnak, amelyben a vektorok hosszai nem mind egyenlők ( $a_1 = a_2 \neq c$ ) és az  $\mathbf{a}_1$  és  $\mathbf{a}_2$  vektorok  $120^\circ$ -os szöget zárnak be egymással. Az  $\mathbf{e}_{hkl}$  normálvektorok ebben a ferdeszögű koordináta-rendszerben a következőképpen számíthatók:

$$\mathbf{e}_{hkl} = d_{hkl} \left[ \frac{2}{3a} (2h + k) \mathbf{e}_x + \frac{2}{3a} (h + 2k) \mathbf{e}_y + \frac{l}{c} \mathbf{e}_z \right], \quad (4.2)$$

ahol  $a$  és  $c$  a hexagonális rendszer rácsparaméterei,  $\mathbf{e}_x = \mathbf{a}_1/a$ ,  $\mathbf{e}_y = \mathbf{a}_2/a$  és  $\mathbf{e}_z = \mathbf{c}/c$  a ferdeszögű koordináta-rendszer bázisvektoraival párhuzamos egységvektorok,  $d_{hkl}$  a  $hkl$  síkok távolsága, ami hexagonális rendszerben:

$$d_{hkl} = \left( \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \right)^{-1/2}. \quad (4.3)$$

A (4.2) képletre vezető számításokat itt nem részletezem, azok megtalálhatók *dr. Balogh Levente* doktori disszertációjának 3. fejezetében [Balogh, 2009]. Fejezzük ki ezt a (4.2) képlettel leírt normálvektort derékszögű koordináta-rendszerben olyan hexagonális cella választással, hogy az  $\mathbf{a}_1$  bázisvektor  $30^\circ$ -os szöget zárjon be az  $x$  tengellyel,  $\mathbf{a}_2$  és  $\mathbf{c}$  pedig legyen párhuzamos rendre az  $y$  és  $z$  tengellyel. Ekkor a két koordináta-rendszer közti transzformáció a következőképpen vehető figyelembe:

$$\begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix}^{\text{hexagonális}} \rightarrow \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{3}}{2} x \\ y - x/2 \\ z \end{pmatrix}^{\text{Descartes}}. \quad (4.4)$$

A (4.4) koordináta transzformációval a bázisvektor irányú egységvektorok a derékszögű rendszerben a következők lesznek:

$$\mathbf{e}_x = \left( \frac{\sqrt{3}}{2}, -\frac{1}{2}, 0 \right), \quad (4.5)$$

$$\mathbf{e}_y = (0, 1, 0), \quad (4.6)$$

$$\mathbf{e}_z = (0, 0, 1). \quad (4.7)$$

Ezeket behelyettesítve a (4.2) képletbe eredményként megkapjuk a hexagonális rendszer  $hkl$  síkjainak normálvektorait derékszögű koordináta-rendszerben:

$$\mathbf{e}_{hkl} = d_{hkl} \left( \frac{2h+k}{\sqrt{3}a}, \frac{k}{a}, \frac{l}{c} \right). \quad (4.8)$$

A következő lépésben a köbös vagy hexagonális Bravais-cellát, illetve a (4.1) vagy (4.8) képletekkel felírt normálvektorokat szeretnénk elforgatni olyan módon, hogy először a cellát elforgatjuk a minta  $\mathcal{K}_m$  rendszerében egy ismert textúrakomponens preferált orientációjának megfelelő orientációba, majd a mintát és annak  $\mathcal{K}_m$  rendszerét elforgatjuk a labor  $\mathcal{K}_L$  rendszerében a röntgendiffrakciós mérés során alkalmazott mintaorientációnak megfelelően. Ezeket a forgatásokat az X-TEX módszerben a következő háromdimenziós forgatási mátrixszal valósítjuk meg:

$$\hat{R}_{(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)} = \hat{R}_Z(\alpha_1) \hat{R}_X(\alpha_2) \hat{R}_Z(\alpha_3) = \begin{bmatrix} c_{\alpha_1} c_{\alpha_3} - s_{\alpha_1} c_{\alpha_2} s_{\alpha_3} & -c_{\alpha_1} s_{\alpha_3} - s_{\alpha_1} c_{\alpha_2} c_{\alpha_3} & s_{\alpha_1} s_{\alpha_2} \\ s_{\alpha_1} c_{\alpha_3} + c_{\alpha_1} c_{\alpha_2} s_{\alpha_3} & c_{\alpha_1} c_{\alpha_2} c_{\alpha_3} - s_{\alpha_1} s_{\alpha_3} & -c_{\alpha_1} s_{\alpha_2} \\ s_{\alpha_2} s_{\alpha_3} & s_{\alpha_2} c_{\alpha_3} & c_{\alpha_2} \end{bmatrix}, \quad (4.9)$$

ahol  $s$  és  $c$  a szinusz és koszinusz függvényeket rövidíti,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  és  $\alpha_3$  a forgatás Euler-szögei. Ez a forgatás  $Z$ - $X$ - $Z$  konvenciót követ, ami azt jelenti, hogy felírható három,  $Z$ ,  $X$  és  $Z$  tengely körüli elemi forgatási mátrix szorzataként. Egy tetszőleges textúrakomponens preferált orientációját,  $\hat{R}_{(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)} \in SO(3)$ -t ilyen módon az

$$\hat{R}_{(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)} = \hat{R}_Z(\varphi_1) \hat{R}_X(\Phi) \hat{R}_Z(\varphi_2) \quad (4.10)$$

háromdimenziós forgatási mátrixszal adjuk meg, ahol  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  és  $\varphi_2$  a preferált orientáció Euler-szögei a minta koordináta-rendszerében. A (4.10) összefüggés egy olyan forgatást ír le, amellyel a Bravais-cellát először a  $z$  tengely körül  $\varphi_2$  szöggel, majd az  $x$  tengely körül  $\Phi$  szöggel, végül ismét a  $z$  tengely körül  $\varphi_1$  szöggel forgatjuk el, így jellemezve a cella preferált orientációját a minta  $\mathcal{K}_m$  rendszerében. Mivel a mérés során a mintát

tetszőlegesen orientálhatjuk, a minta orientációját a labor rendszerében egy újabb, szintén Z-X-Z konvenciót követő forgatási mátrixszal adjuk meg:

$$\hat{R}_{(\alpha,\beta,\gamma)} = \hat{R}_Z(\alpha)\hat{R}_X(\beta)\hat{R}_Z(\gamma), \quad (4.11)$$

ahol  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  a minta forgatásának Euler-szögei a labor koordináta-rendszerében. Hattatva egymás után ezeket a (4.10) és (4.11) forgatási mátrixokat a (4.1) vagy (4.8) vektorokra, a mérés során alkalmazott mintaorientáció és a mintában lévő ismert textúra esetén az  $i$ -edik textúrakomponens preferált orientációjához tartozó  $hkl$  sík normálvektora a következő lesz:

$$\mathbf{e}_{hkl}^i = \hat{R}_{(\alpha,\beta,\gamma)} \hat{R}_{(\varphi_1^i,\varphi^i,\varphi_2^i)} \mathbf{e}_{hkl}. \quad (4.12)$$

Ahhoz, hogy egy  $hkl$  sík éppen a DS-gyűrű valamely  $(2\theta_B, \eta)$  pontjába szórja a nyalábot, a sík orientációjának teljesítenie kell a Bragg-feltételt. Ehhez fejezzük ki a Bragg-feltételt vektoriális formában:

$$\frac{\mathbf{k} - \mathbf{k}_0}{\lambda} = \mathbf{g}_{hkl}, \quad (4.13)$$

ahol  $\mathbf{k}_0$  és  $\mathbf{k}$  a bejövő és a szórt nyaláb irányú egységvektorok,  $\lambda$  a nyaláb hullámhossza,  $\mathbf{g}_{hkl}$  pedig a  $hkl$  síkhoz tartozó, arra merőleges reciprokrács-vektor, vagy más néven diffrakciós vektor, melynek hossza  $|\mathbf{g}_{hkl}| = 1/d_{hkl}$ , ahol  $d_{hkl}$  a  $hkl$  síkseregben a síkok egymástól való távolsága. A  $\mathbf{k}_0$  és  $\mathbf{k}$  vektorok közötti szöget szokásosan  $2\theta_B$ -vel jelöljük, amely a Bragg-szöget jelenti, és mind  $\mathbf{k}_0$ , mind  $\mathbf{k}$  vektor  $\theta_B$  szöget zár be a  $hkl$  síkkal, ahogy az a 4.2. ábrán is illusztrálva van. Mivel a Bragg-feltétel kifejezhető ezzel a szöggel is  $\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_B$  alakban, ezért  $\mathbf{k}_0$  és  $\mathbf{k}$  vektorok különbségének hossza:

$$|\mathbf{k} - \mathbf{k}_0| = 2 \sin \theta_B. \quad (4.14)$$

Esetünkben a bejövő nyaláb  $-X$  irányú, vagyis  $\mathbf{k}_0 = (-1,0,0)$ , ezért a különbségvektor komponensekkel felírva:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = (k_X - 1, k_Y, k_Z). \quad (4.15)$$

Tekintsük a (4.15) különbségvektorral párhuzamos,  $\mathbf{s}_{hkl}$ -el jelölt egységvektort, vagyis normáljuk le a (4.15) vektort a (4.14) hosszúsággal:

$$\mathbf{s}_{hkl} = \frac{\mathbf{k} - \mathbf{k}_0}{2 \sin \theta_B} = \frac{1}{2 \sin \theta_B} (k_X - 1, k_Y, k_Z). \quad (4.16)$$

Fejezzük ki a  $\mathbf{k}$  vektor komponenseit térbeli polárkoordinátákkal:

$$k_X = -\cos 2\theta_B, \quad (4.17)$$

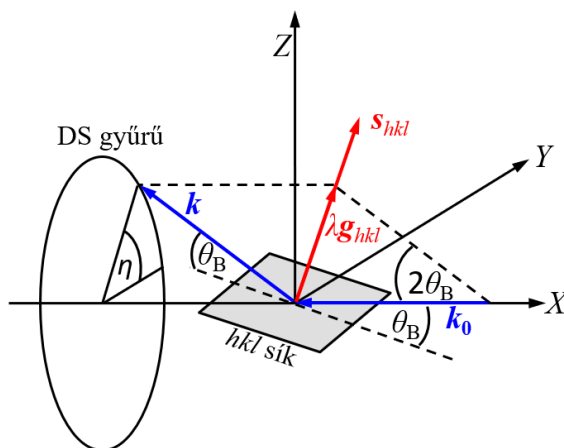
$$k_Y = \sin 2\theta_B \cos \eta, \quad (4.18)$$

$$k_Z = \sin 2\theta_B \sin \eta. \quad (4.19)$$

Ezekkel a diffrakciós vektor irányú egységvektor a következőképpen írható:

$$\mathbf{s}_{hkl} = \frac{1}{2 \sin \theta_B} (1 - \cos 2\theta_B, \sin 2\theta_B \cos \eta, \sin 2\theta_B \sin \eta). \quad (4.20)$$

Ez azt jelenti, hogy egy  $hkl$  sík csakis akkor fogja a nyalábot a  $(2\theta_B, \eta)$  irányba szórni, ha a sík úgy van orientálva, hogy annak normálvektorára teljesül az  $\mathbf{e}_{hkl} \parallel \mathbf{s}_{hkl}$  feltétel, vagyis esetünkben a (4.12) képlettel kifejezett, egy ismert textúrakomponens preferált orientációját és a mintaorientációt is figyelembe vevő  $\mathbf{e}'_{hkl}$  egységvektor egybeesik a (4.20) képlettel kifejezett egységvektorral.



**4.2. Ábra.** A Bragg-feltétel szemléltetése a labor koordináta-rendszerben.  $\mathbf{k}_0$  és  $\mathbf{k}$  a bejövő és a szórt nyaláb irányú egységvektorok,  $\mathbf{g}_{hkl}$  a diffrakciós vektor,  $\mathbf{s}_{hkl}$  pedig a diffrakciós vektor irányú egységvektor.

Egy valós textúrált polikristályos anyag esetén természetesen nincs minden kristályszemcse pontosan a preferált orientációnak megfelelően orientálódva, hiszen a preferált orientáció azt jelenti, hogy a szemcseorientációknak ekörül az ideális orientáció körül van valamilyen statisztikus szórása. Emiatt nem kell szigorúan teljesülni az  $\mathbf{e}'_{hkl} \parallel \mathbf{s}_{hkl}$  feltételnek, mert a preferált orientációhoz közel álló szemcsék közül lesznek

olyanok, amelyeknek  $hkl$  normálvektora teljesíti a diffrakciós vektorral való párhuzamosságot. A  $(2\theta_B, \eta)$  irányba szórt nyaláb intenzitásának nagyságát az határozza meg, hogy a szemcsék mekkora térfogati hányada teljesíti ezt a feltételt. A kristályszemcsék relatív térfogati hányadát, amelyek úgy vannak orientálva, hogy a  $hkl$  síkjuk normálvektora egybeesik az  $\mathbf{s}_{hkl}$  vektorral, az  $i$ -edik textúrakomponens preferált orientációja körüli Gauss-eloszlással közelítjük:

$$\Psi^i = A^i \exp\left(\frac{-(s_x - e_x^i)^2}{2\Delta^2}\right) \exp\left(\frac{-(s_y - e_y^i)^2}{2\Delta^2}\right) \exp\left(\frac{-(s_z - e_z^i)^2}{2\Delta^2}\right) = A^i G_x G_y G_z, \quad (4.21)$$

ahol  $\Delta^2$  a Gauss-eloszlás varianciája,  $A^i$  pedig egy normálási tényező, amely figyelembe veszi az  $i$ -edik textúrakomponenshez tartozó szemcsék  $f^i \in [0,1]$  térfogati hányadát:

$$A^i = f^i / \int_{-\pi}^{\pi} \int_0^{\pi} G_x G_y G_z \sin \vartheta \, d\vartheta d\varphi. \quad (4.22)$$

A  $(2\theta_B, \eta)$  irányba szórt nyaláb  $I_{(2\theta_B, \eta)}^{\text{tot}}$  teljes intenzitását az egyes textúrakomponensek  $I_{(2\theta_B, \eta)}^i$  és a random textúrakomponens  $I_{(2\theta_B, \eta)}^r$  intenzitásjárulékainak összegzésével a következőképpen írjuk fel:

$$I_{(2\theta_B, \eta)}^{\text{tot}} = K \left( \sum_i \sum_{\{hkl\}} |F_{hkl}|^2 \Psi^i + \frac{f^r}{4\pi} \sum_{\{hkl\}} |F_{hkl}|^2 \right) = \sum_i I_{(2\theta_B, \eta)}^i + I_{(2\theta_B, \eta)}^r, \quad (4.23)$$

ahol  $F_{hkl}$  a szerkezeti tényező,  $f^r$  a random textúrakomponenshez tartozó szemcsék térfogati hányada,  $K$  a Lorentz-polarizáció, az összegzés  $\{hkl\}$ -re pedig magába foglalja a  $hkl$  indexek összes lehetséges permutációját.

A vonalprofil analízis során egy mért diffrakciós csúcsot általában olyan módon kapunk meg, hogy egy kétdimenziós detektorral mért intenzitáseloszlást integrálunk az  $\eta$  azimut szög mentén valamilyen  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  tartományon, majd az így kapott – immáron csak  $2\theta$ -tól függő –  $I_{(2\theta)}^{\text{mért}}$  intenzitásprofil alakjából határozzuk meg a mikroszerkezeti paramétereket a vonalprofil analízis valamely ismert módszerével. Ezért, ha egy diffrakciós csúcs (4.23) egyenlettel leírt elméleti intenzitásának nagyságát szeretnénk összehasonlítani a mért intenzitás nagyságával, akkor a (4.23) egyenletet is integrálnunk kell az  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  intervallumon:

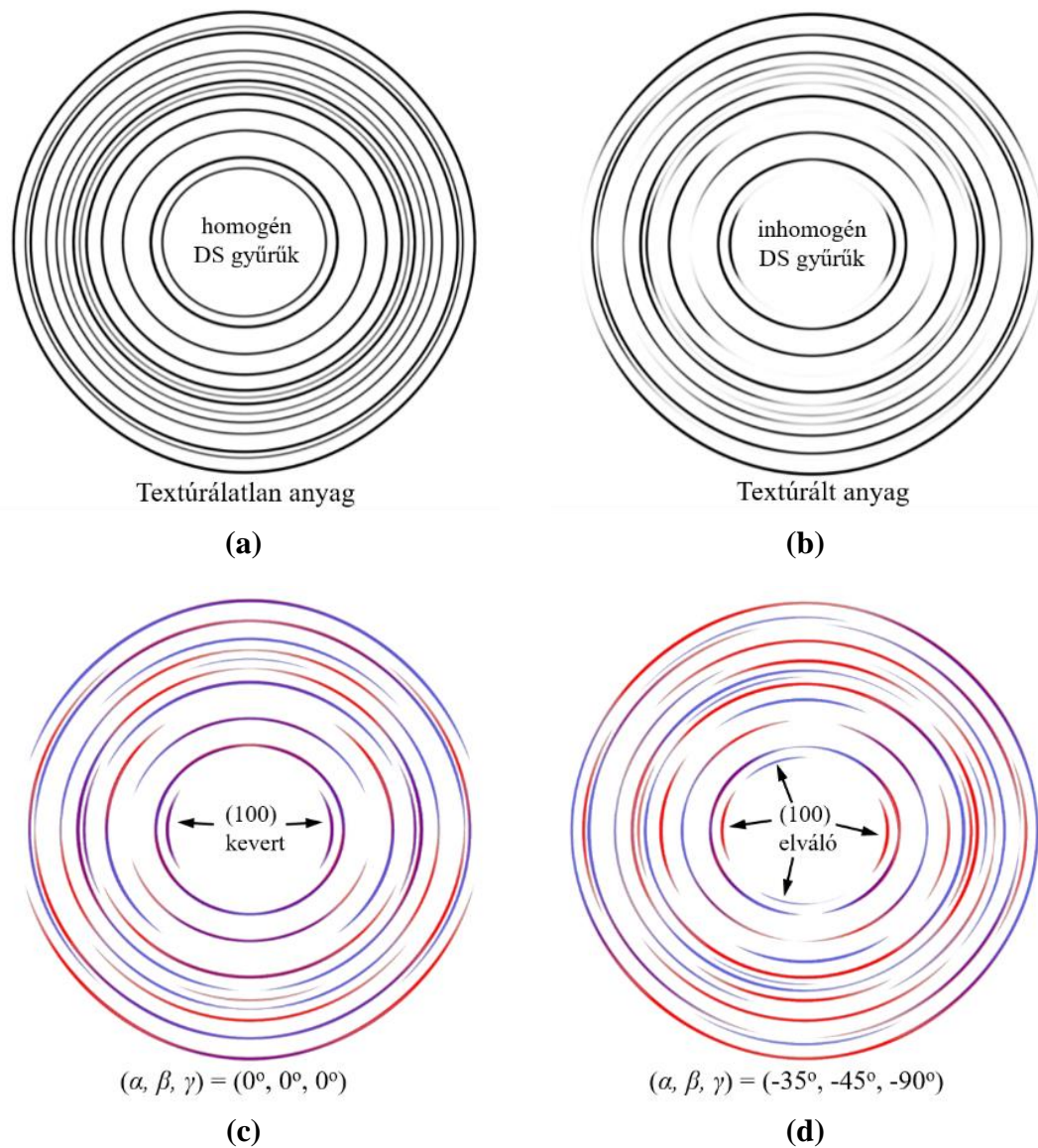
$$I_{(2\theta_B)}^{\text{tot}} = \int_{\eta_{\min}}^{\eta_{\max}} I_{(2\theta_B, \eta)}^{\text{tot}} d\eta = \sum_i I_{(2\theta_B)}^i + I_{(2\theta_B)}^r. \quad (4.24)$$

Megjegyzem, hogy a (4.24) egyenlet csak a  $2\theta_B$  Bragg-szögtől függ, ezért az összehasonlításhoz az  $I_{(2\theta)}^{\text{mért}}$  mért profil integrális intenzitását, vagyis  $2\theta$  szerinti integrálját kell használnunk. A (4.24) egyenlettel kiszámíthatjuk bármely  $hkl$  diffrakciós csúcshoz tartozó intenzitásának nagyságát egy modellezett textúrával egy adott mintaorientáció esetén, ami lehetőséget ad arra is, hogy meghatározzuk az egyes textúrakomponensek intenzitásjárulékát az adott csúcshoz. Ezt olyan módon valósítjuk meg, hogy képezzük a

$$\chi_{hkl}^i = \frac{I_{(2\theta_B)}^i}{I_{(2\theta_B)}^{\text{tot}}} \quad (4.25)$$

arányszámot, ami a  $hkl$  diffrakciós csúcshoz tartozó intenzitásának megadja, hogy az  $i$ -edik textúrakomponenshez tartozó kristályszemcsék mekkora szóró intenzitással járulnak hozzá a csúcshoz. Azokat a diffrakciós csúcsokat, amelyeknél ez a hányados egy bizonyos  $\chi_0$  küszöbérték fölé van, az adott textúrakomponenstől származó csúcshoz tekintjük. Ennek a küszöbértéknek a megválasztása ugyan tetszőleges, a módszer alkalmazása során meg fogom mutatni, hogy milyen szempontok szerint érdemes megválasztani az értékét. Azt is látni fogjuk, hogy megfelelő mintaorientációk megválasztásával – melyeket a módszeren alapuló X-TEX szoftver meg tud határozni – igen magas, 1-hez közeli arányszám is megvalósítható, amikor egy diffrakciós csúcshoz szinte teljes mértékben csak olyan szemcséktől származik, amelyek ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartoznak.

A fenti módszer lényegének és a benne rejlő lehetőségeknek a szemléltetéshez tekintsük a 4.3. ábrát. Megjegyzem, hogy ezek az ábrák csupán illusztrációk, az azokon látható DS-gyűrűk nem mérésből származó diffrakciós képek, hanem az X-TEX szoftverrel számolt elméleti intenzitáseloszlásokat láthatunk rajtuk. Továbbá a gyűrűk "vonaltagsága" itt nem releváns, azok nem mutatják a vonalprofil analízisben jól ismert anizotrop vonalszélesedés jelenségét, az ábrázolás kedvéért minden egyes gyűrűnek egyforma szélességű Gauss-függvénnyel adunk vastagságot. Ha egy polikristályos anyag textúra mentes, vagyis a kristályszemcsék térbeli orientációja véletlenszerű, akkor a DS-gyűrűk homogének, az intenzitás nagysága a gyűrűk mentén konstans (4.3. (a) ábra).



**4.3. Ábra.** (a) Textúrálatlan anyag röntgendiffrakciós képe, a DS-gyűrűk ilyen esetben homogének, a gyűrűk mentén körben az intenzitás erőssége állandó. (b) Két textúrakomponenst tartalmazó anyag diffrakciós képén láthatjuk, hogy a textúra inhomogénné teszi a gyűrűket. (c) Különböző (piros és kék) színekkel ábrázolva a két textúrakomponenstől származó intenzitásokat látható, hogy nem akármilyen  $\eta$  intervallumon vett integrálás ad tiszta diffrakciós csúcsokat, a lila színű részekben átfed a két komponens járuléka. Az 100 gyűrű esetén például teljes az átfedés, ami kevert diffrakciós csúcsot adna bármilyen  $\eta$  tartományon. (d) Alkalmos mintaorientáció megválasztásával az 100 gyűrű esetén is el tudjuk választani a két textúrakomponenstől származó intenzitásokat.

Ennek oka az, hogy mivel az anyag röntgennyalábbal megvilágított térfogatában a szemcsék véletlenszerűen orientáltak, ezért az ezektől származó szórt intenzitás is egyenletesen oszlik el a gyűrűk mentén. Természetesen ehhez az egyenletes eloszláshoz feltétel az is, hogy elég sok kristályszemcse legyen a megvilágított térfogatban, hogy az egyes szemcséktől származó intenzitásfoltok összefüggő gyűrűket hozzanak létre. Ez a

legtöbb polikristályos anyag röntgendiffrakciós mérése során teljesül még viszonylag nagyszemcsés anyagok estén is. Ha egy anyag textúrált, vagyis a kristályszemcsék orientációja nem véletlenszerű, akkor az intenzitáseloszlás egyenletessége is felborul, inhomogénné téve a DS-gyűrűket, ahogy azt példaként a 4.3. (b) ábra mutatja. Ezen az ábrán egy olyan textúrált anyag diffrakciós képe látható, amelyben két,  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (90^\circ, \pm 40^\circ, 0^\circ)$  Euler-szögekkel jellemzett textúrakomponens található. A szokásos vonalprofil analízis módszerek során használható  $I_{(2\theta)}$  diffrakciós csúcsokat úgy kapjuk meg a DS-gyűrűkből, hogy azokat integráljuk az  $\eta$  azimut szög mentén valamilyen  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  intervallumon. A célunk az, hogy olyan diffrakciós csúcsokat tudjunk előállítani, amelyek a lehető legnagyobb mértékben származnak az egyes textúrakomponensektől, mert így a diffrakciós csúcsokból a vonalprofil analízis módszerével meghatározott mikroszerkezeti paraméterek az adott textúrakomponensre lesznek jellemzők, vagyis lehetővé válik a mikroszerkezet meghatározása külön-külön az egyes textúrakomponensekben. Ha olyan diffrakciós csúcsokat szeretnénk előállítani, amelyek nagymértékben valamely textúrakomponenstől származnak, akkor egy nem megfelelő  $\eta$  tartományon vett integrálással az egyes textúrakomponensek intenzitásjárulékai keverednek. Azonban a 4.3. (b) diffrakciós képen önmagában semmilyen információ nem áll rendelkezésünkre arra vonatkozóan, hogy a gyűrűk mentén az intenzitás hogyan oszlik el textúrakomponensekre bontva, és hogy milyen intervallumon kellene elvégeznünk az integrálást ahhoz, hogy textúrakomponenseket jellemző diffrakciós csúcsokat kaphassunk. A (4.23) egyenlet viszont lehetőséget ad arra, hogy az egyes textúrakomponensek  $I_{(2\theta, \eta)}^i$  intenzitásjárulékait külön-külön számoljuk ki a gyűrűk bármely pontjában. A két textúrakomponenstől származó, egymástól piros és kék színnel megkülönböztetett intenzitásokat mutatja a 4.3. (c) ábra. Látható, hogy a gyűrűk mentén vannak jól elváló, tiszta piros vagy tiszta kék színű tartományok, ahol az integrálást elvégezve csak az egyik vagy csak a másik textúrakomponenstől származó diffrakciós csúcsok érhetők el. Vannak azonban olyan szakaszok is, ahol a két textúrakomponens intenzitásjárulékai átfednek egymással, itt a színük lilává válik és az ezeken a részeken elvégzett integrálás kevert diffrakciós csúcsokat adna. Az integrálási tartomány alkalmas megválasztása nem az egyetlen szempont, ami alapján a textúrakomponensekre jellemző diffrakciós csúcsokat kaphatunk, egy másik lényeges tényező a mintaorientáció megfelelő megválasztása is. A 4.3. (c) ábra például egy olyan,  $(\alpha, \beta, \gamma) = (0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$  Euler-szögekkel jellemzett mintaorientációnak megfelelő



diffrakciós képet mutat, amelyben a  $hkl = 100$  Miller-indexű DS-gyűrű esetén nem tudunk olyan  $\eta$  tartományt kiválasztani, amely esetén a két textúrakomponens intenzitása ne fedne át, emiatt ebben az esetben csak kevert 100 diffrakciós csúcsot tudunk az integrálással előállítani. A 4.3. (d) ábra ezzel szemben már egy olyan optimalizált,  $(\alpha, \beta, \gamma) = (-35^\circ, -45^\circ, -90^\circ)$  mintaorientációnak megfelelő diffrakciós képet mutat, amely esetén az 100 DS-gyűrű mentén a két textúrakomponenshez rendelhető intenzitások tökéletesen elválnak egymástól. Fontos megjegyezni, hogy általában nem csak egy optimális mintaorientáció létezik egy adott  $hkl$  csúcs esetén, hiszen egyrészt szimmetria okok miatt lehetnek ekvivalens mintaorientációk, másrészt találhatunk olyan orientációkat is, amelyek a gyűrűk mentén különböző azimut szög intervallumokban adnak jól szeparált intenzitásokat. Gyakran olyan gyakorlati szempontokat is figyelembe kell vennünk egy röntgendiffrakciós mérés során, hogy a detektor méretei miatt nincs lehetőségünk kimérni a teljes DS-gyűrűket. Szinkrotronos mérések esetén ez általában nem okoz gondot, de hagyományos röntgensöveket használó laboratóriumi diffraktométerek esetén – ahol a röntgensugár hullámhossza jóval nagyobb, mint szinkrotronnál, a szórt nyaláb nyílásszöge pedig emiatt szintén jóval nagyobb – irreálisan nagy detektorokra vagy nagyon kicsi minta-detektor távolságra lenne szükség a DS-gyűrű teljes tartományának kiméréséhez. A 4.3. (d) ábra egy olyan optimalizált mintaorientációt mutat, amely esetén az 100 reflexiók nemcsak jól elválnak egymástól, de éppen az  $\eta = 0^\circ$  azimut szög közvetlen környezetében van az intenzitás maximuma a piros színnel jelölt textúrakomponens esetén. Ilyen esetben tulajdonképpen nincs is feltétlenül szükségünk kétdimenziós detektorra, egy vonaldetektorral az  $\eta = 0^\circ$  azimut szög mentén is kimérhetjük a diffrakciós csúcsprofil (természetesen kétdimenziós detektorral több kristályszemcséről kapunk információt, amivel a mikroszerkezeti paraméterek statisztikailag jobban jellemzik az anyagot). Az alkalmazások szempontjából – ha például olyan többszörös profil illesztést szeretnénk alkalmazni, mint a CMWP eljárás, ahol minél több diffrakciós csúcsot veszünk bele a kiértékelésbe, annál megbízhatóbb eredményeket kapunk a mikroszerkezeti paraméterek meghatározása során – azt is figyelembe kell venni, hogy egy adott mintaorientáció nemcsak egyetlen  $hkl$  gyűrű esetén adhat nagy tisztaságú csúcsokat, ezért gyakran érdemes olyan kompromisszumot kötni a mintaorientáció megválasztásakor, amikor egyetlen méréssel több csúcsot is tudunk találni elfogadható mértékű tisztasággal. A tisztaság mértékét a (4.25) egyenlettel definiált  $\chi$  értékkel adjuk meg az X-TEX módszerben. Ennek megfelelően kétféle megközelítést fogunk bemutatni a módszer alkalmazása során. Az egyik megközelítésnél

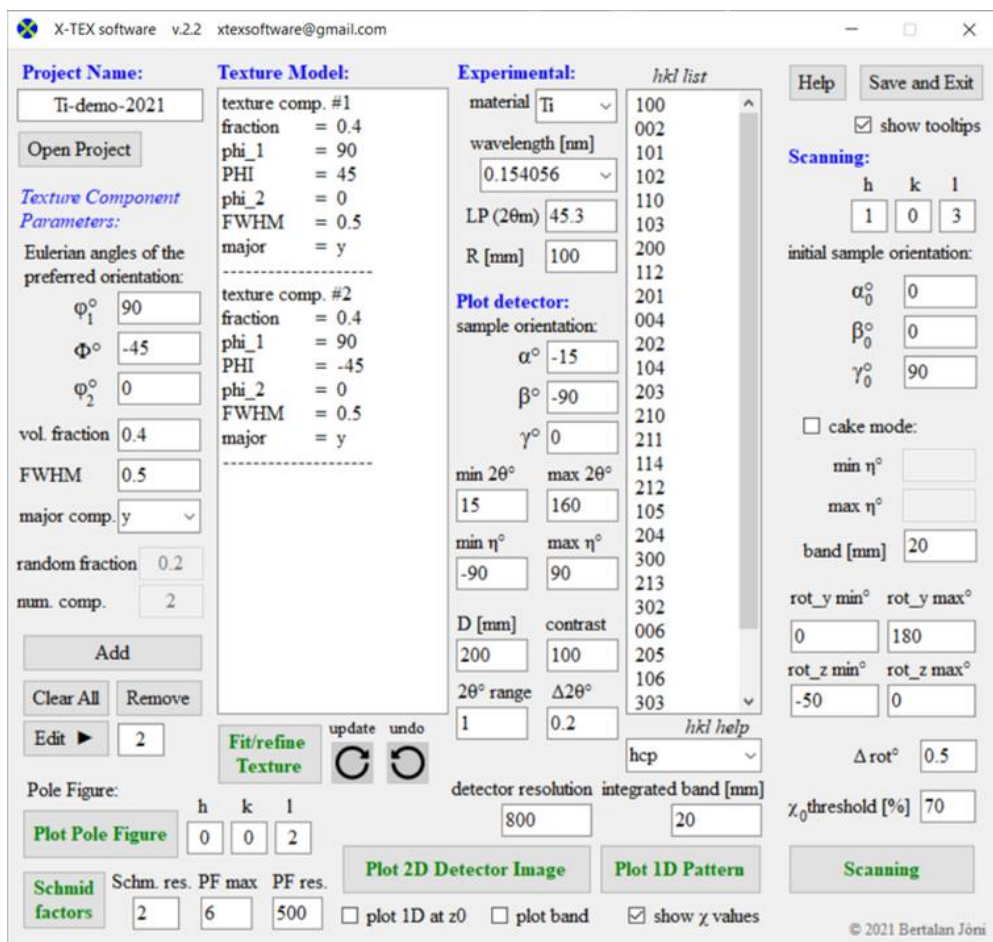
olyan mintaorientációkat fogunk alkalmazni, amikor minden textúrakomponenshez nagyon tiszta diffrakciós csúcsokat mérünk (a csúcsok  $\chi$  értéke magas), míg a másik megközelítésnél kevesebb méréssel egyszerre több, de kevésbé tiszta diffrakciós csúcsot mérünk, majd a kétféle megközelítés eredményét összehasonlítjuk. A kisebb  $\chi$  intenzitásjárulékkel rendelkező csúcsok mérésének nyilvánvaló előnye, hogy nem szükséges minden egyes  $hkl$  csúcsot egyesével kimérnünk, amivel sok időt és energiát takaríthatunk meg, ami különösen fontos hagyományos laboratóriumi diffraktométerek esetén, ahol egyetlen röntgendiffrakciós mérés akár több napot is igénybe vehet. Ez természetesen nem szempont szinkrotronos mérések esetén, ahol a röntgennyaláb intenzitása óriási, emiatt az expozíciós idő általában másodperc nagyságrendű, ezért itt érdemesebb a diffrakciós csúcsokat egyesével kimérni.

Az X-TEX módszer lényege abban áll, hogy az ebben a fejezetben ismertetett alapelvek és egyenletek segítségével meg tudjuk határozni, hogy adott mintaorientációval és adott  $\eta$  integrálási tartománnyal kapott diffrakciós csúcs esetén mekkora az egyes textúrakomponensek intenzitásjáruléka az adott  $hkl$  diffrakciós csúcshoz. Ilyen módon a diffrakciós mérések tervezhetővé válnak abban az értelemben is, hogy alkalmas mintaorientációk és integrálási tartományok megválasztásával lehetőség nyílik olyan diffrakciós csúcsok mérésére, amelyek nagy mértékben származnak az egyes textúrakomponensektől és csak kis mértékben tartalmaznak idegen, más komponensektől származó intenzitásjárulékot. Ezeket a diffrakciós csúcsokat valamely ismert vonalprofil módszerrel kiértékelve a vizsgált textúrakomponenst jellemző mikroszerkezeti eredményeket kaphatunk, vagyis lehetővé válik a mikroszerkezet meghatározása az egyedi textúrakomponensekben.

## 4.2. Az X-TEX szoftver specifikációja

Az előző fejezetben ismertetett egyenletek megoldása sok számítást igényel, ezért a diffrakciós mérések praktikus megtervezhetősége miatt egy szoftvert fejlesztettem ki, amely gyorsan és hatékonyan végzi el a szükséges számításokat, készíti el a kimeneti fájlokat és szemléletes ábrákat gyárt a gnuplot ábrázolóprogram segítségével. A szoftver (akárcsak a módszer) az X-TEX nevet kapta, amely a röntgen (angolul X-ray) és a textúra szavakra utal. A program C++ és C# nyelveken íródott, Windows operációs rendszer alatt működik és bárki számára ingyenesen letölthető a következő weboldalról: <http://metal.elte.hu/~berci/X-TEX.html>. Fontos hangsúlyozni, hogy az X-TEX szoftver segítségével célunk a textúrált anyagokban egyidejűleg létező textúrakomponensek

mikroszerkezetének meghatározása, ilyen módon pedig az X-TEX különbözik az olyan textúra elemző szoftverektől, mint az MTEX [Hielscher & Schaeben, 2008] vagy ATEX [Beausir & Fundenberger, 2017]. Az említett szoftverek célja a textúra pontos jellemzése röntgen vagy elektrondiffrakciós mérések alapján, míg az X-TEX szoftverrel nem a textúra leírása a fő cél, hanem a textúrakomponensekre jellemző röntgendiffrakciós csúcsok meghatározása, mely diffrakciós csúcsok alapján jellemezni lehet az egyes textúrakomponensek mikroszerkezetét. Ilyen módon az X-TEX szoftver a világon egyedülálló, funkcióját tekintve nem létezik hozzá hasonló program. Ebben a fejezetben az X-TEX szoftver specifikációit fogjuk megismerni néhány egyszerű példán keresztül.



4.4. Ábra. Az X-TEX szoftver kezelőfelülete.

A program kezelőfelülete a 4.4. ábrán látható. Első lépésként bemeneti adatként meg kell adnunk a szoftver számára a textúrát jellemző paramétereket, azaz minden textúrakomponens esetén a preferált orientációt jellemző  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  és  $\varphi_2$  Euler-szöveget, a (4.21) egyenletben lévő Gauss-eloszlás félértékszélességét ( $FWHM=2\sqrt{2\ln 2}\Delta$ ), illetve az adott textúrakomponenshez tartozó kristályszemcsék  $f^i$  térfogati hányadát. Fontos,

hogy a félértékszélességet nem fokban, hanem vektorkoordináta egységben kell megadni (dimenziótlan paraméter). A program számára beadott textúraparamétereket a "Texture Model" listaablakban láthatjuk. Ezek az adatok meghatározhatók hagyományos textúramérésekkel, de később megmutatjuk, hogy az X-TEX-nek is van olyan funkciója, ami ki tudja számítani ezeket a paraméterértékeket az alapján, hogy a röntgendiffrakciós képen az intenzitás erőssége hogyan változik a DS-gyűrűk mentén. Továbbá lehetőségünk van arra is, hogy több textúra alkotórészt összekössünk és egyetlen főkomponensként kezeljük őket. Ehhez minden egyes textúrakomponens esetén meg kell adnunk, hogy az adott komponens a főkomponenshez tartozik vagy sem. Erre azért lehet szükség bizonyos esetekben, mert a (4.21) egyenlet egy szimmetrikus Gauss-eloszlást ad, de a valós textúrák sokszor nem közelíthetők megfelelően ilyen módon. Ez az összekötési lehetőség viszont alkalmat ad arra, hogy több alkotórész eredőjeként komplex textúrakomponenseket is leírassunk. További bemeneti adatként meg kell adnunk a vizsgált anyag fajtáját. Az anyag rácsparamétereit és atomi formafaktorát a program egy adatfájlból olvassa be, ez a fájl könnyen szerkeszthető és így irodalomban megtalálható adatok alapján kiegészíthetjük a listát új anyagokkal is. Az X-TEX szoftver köbös és hexagonális kristályszerkezetű anyagokkal tud számításokat végezni, amelyek a gyakorlatban alkalmazott anyagok igen nagy hányadát lefedik. Az alapvető bemenő adatok megadása után számos opció áll rendelkezésünkre, nézzük ezeket sorra:

- (i) A program segítségével lehetőségünk van bármilyen *hkl* Miller-indexű pólusábra megjelenítésére. A pólusábrák az X-TEX módszerben sztereografikus projekciót mutatnak. Ez a funkció azért nagyon hasznos, mert a modellezett textúrával számolt elméleti pólusábrát vizuálisan összehasonlíthatjuk mért pólusábrákkal. Így lehetőségünk nyílik a megadott textúraparaméterek helyességének ellenőrzésére is. A program a pólusábrákat úgy számítja ki, hogy először a pólusábra  $(x, y)$  pontjához meghatározza a sztereografikus leképezés szabályai szerint tartozó egységvektort, amely komponensenként felírva:

$$u_z = \frac{1 - x^2 - y^2}{1 + x^2 + y^2}, \quad (4.26)$$

$$u_x = x(1 + u_z), \quad (4.27)$$

$$u_y = y(1 + u_z). \quad (4.28)$$

Ezt követően köbös szerkezet esetén a (4.1) vagy hexagonális esetben a (4.8) egyenletekkel jellemzett  $hkl$  síkok normálvektorait elforgatjuk a textúra preferált orientációjának megfelelően:

$$\mathbf{v}_{hkl}^i = \hat{R}_{(\varphi_1^i, \phi^i, \varphi_2^i)} \mathbf{e}_{hkl}. \quad (4.29)$$

Végül a (4.21) egyenlethez hasonlóan Gauss-eloszlással vesszük figyelembe az  $i$ -edik textúrakomponenshez tartozó kristályszemcsék azon hányadát, amelyek orientációja olyan, hogy a  $hkl$  síkjuk normálvektora egybeesik az  $\mathbf{u}$  vektorral:

$$\psi^i = A^i \exp\left(\frac{-(u_x - v_x^i)^2}{2\Delta^2}\right) \exp\left(\frac{-(u_y - v_y^i)^2}{2\Delta^2}\right) \exp\left(\frac{-(u_z - v_z^i)^2}{2\Delta^2}\right), \quad (4.30)$$

ahol az  $A^i$  normálási tényezőt a (4.22) egyenlet adja. Figyelembe véve a random textúrakomponenst is, egy  $hkl$  pólusábra  $(x, y)$  pontjában a pólus erőssége:

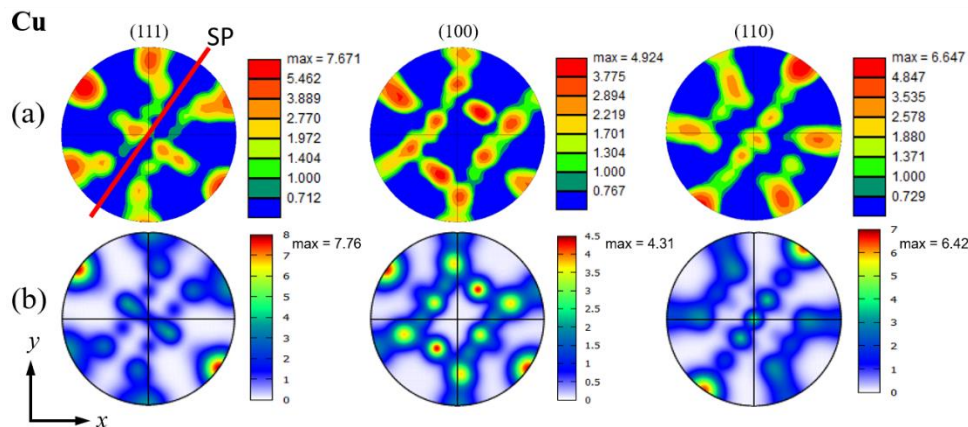
$$I_{(x,y)}^{hkl} = \sum_i \sum_{\{hkl\}} \psi^i + \frac{f^r m}{4\pi}, \quad (4.31)$$

ahol  $m$  a  $hkl$  Miller-index multiplicitása. A pólusábrákat általában nem így, hanem az ún. m.u.d. (multiples of the uniform density) egységben szokás megadni, ehhez a (4.31) egyenlettel kifejezett intenzitást normálni kell  $m/4\pi$  mennyiséggel:

$$I_{(x,y)}^{hkl} [\text{m. u. d.}] = \frac{4\pi}{m} \sum_i \sum_{\{hkl\}} \psi^i + f^r. \quad (4.32)$$

Az m.u.d. egységben kifejezett pólusintenzitás azt mutatja meg, hogy a pólusábra egy tetszőleges  $(x, y)$  pontjában az intenzitás hányszorosa a random eloszlásnak. Egy ideális textúramentes anyag esetén a (4.32) első tagja zérus és  $f^r = 1$ , vagyis a pólusábra minden pontjában konstans 1 a póluserősség. Ehhez képest egy textúrált anyag esetén (4.32) egy adott  $(x, y)$  pontban azt mondja meg, hogy a ponthoz tartozó szemcseorientációban álló kristályszemcsék térfogati hányada hányszorosa azoknak a szemcséknek, amelyek a random orientációhoz tartoznak. Az X-TEX szoftver a pólusábrákat egy megadható felbontással (PF res.) számítja ki, bemeneti paraméterként azt kell megadni, hogy az  $x = [-1, 1]$  és az  $y = [-1, 1]$  tartományt hány részre ossza fel. Az X-TEX a pólusábra intenzitásértékeit m.u.d. egységben számítja ki, és egy színskálával ábrázolja őket. Különböző  $hkl$  pólusábrák egységes

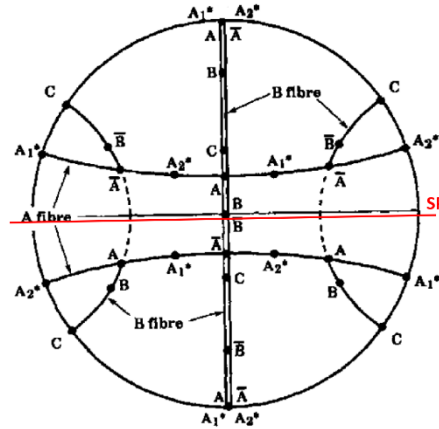
színskálájának megadásához beállítható, hogy a színskála maximuma mekkora intenzitáshoz tartozzon (PF max). A következőkben láthatunk két példát valós esetet tükröző mért és az X-TEX-szel modellezett pólusábrákra, melyek azt szemléltetik, hogy a módszerrel igen komplex textúrák is megfelelően modellezhetők. A 4.5. ábrán egy egyszerűen könyöksajtolt réz mintadarab néhány *hkl* pólusábrája látható.



**4.5. Ábra.** (a) Könyöksajtolt Cu mintadarab EBSD mérése alapján előállított (111), (100) és (110) pólusábrái, az *x* tengellyel  $55^\circ$ -ot bezáró nyírósíkkal (SP). (b) Ugyanazon pólusábrák az X-TEX szoftverrel modellezve, hét fő textúrakomponens figyelembe véve. A mért és modellezett eset minőségileg és mennyiségileg is jól egyező pólusábrákat mutat. Megjegyzem, hogy a mért és számolt pólusábrák esetén a színekódolás eltérő ugyan, de a feltüntetett színskálák segítségével összehasonlíthatók az intenzitás erősségek.

A mért pólusábrákat az ELTE SEM laborjában készítettem EBSD mérés alapján. A könyöksajtolás során az anyag egyszerű nyírási deformációt szenved, jelen esetben a nyírósík (az angol shear plane elnevezés alapján SP)  $55^\circ$ -os szöget zár be a pólusábra *x* tengelyével. A könyöksajtolás hatására erős, jellegzetes, SP-re szimmetrikus textúra alakul ki az anyagban hét lehetséges fő textúrakomponenssel, amelyek különböző orientációi a 4.6. ábrán láthatók. Ezen textúrakomponensek az irodalomból jól ismertek [Beyerlein & Tóth, 2009], tovább itt nem részletezem őket, célunk csupán a mért és modellezett pólusábrák összehasonlítása. Jelen esetben mind a hét fő komponens jól közelíthetjük a (4.21) egyenletnek megfelelő Gauss-eloszlással. Látható, hogy az X-TEX módszerben néhány egyszerű paraméter segítségével leírt textúra kvalitatíve és kvantitatíve is jó egyezést mutat a mért textúrával, mind a textúra mintázata, mind az intenzitások erőssége nagyon hasonló (itt a maximum értékek 88-99%-ban megegyeznek). Még egyszer

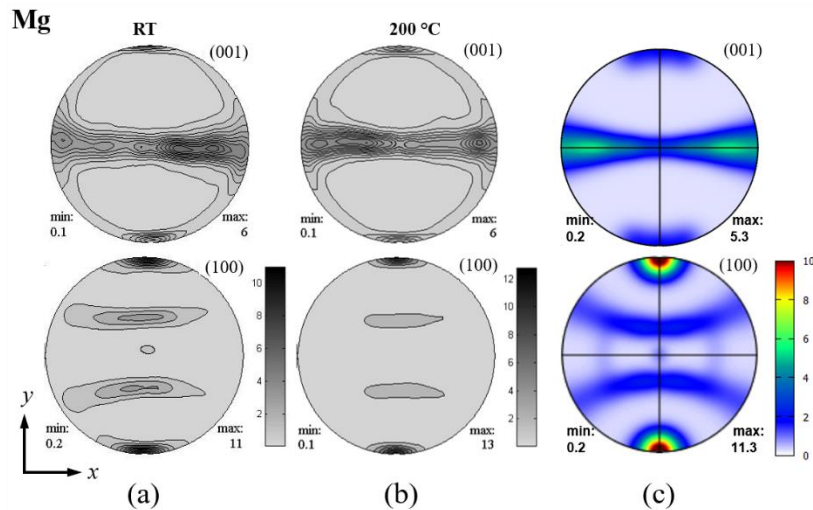
hangsúlyozom, hogy az X-TEX módszerben nem a textúra teljes kvantitatív leírása a célunk, a textúrát csak közelítjük szemcseorientációk ideális orientációk körüli Gauss-eloszlásával, a módszer fő célja (textúrakomponensre jellemző röntgendiffrakciós csúcsok mérése) szempontjából ilyen mértékű egyezőség abszolút megfelelő.



**4.6. Ábra.** Egyszerű nyírási deformáció során kialakuló textúrakomponensek irodalmi elnevezései ( $A, \bar{A}, A_1^*, A_2^*, B, \bar{B}, C$ ) és ideális orientációi (fekete pontok) az (111) pólusábrán fcc fémek esetén [Beyerlein & Tóth, 2009]. A nyírósíkot (SP) piros vonal jelzi.

A 4.7. ábrán másik példaként sajtolással deformált, majd utána két különböző hőmérsékleten nyújtott Mg minta mért és modellezett pólusábrái láthatók [Jóni et al., 2013 (S18)]. A sajtolás hatására erős rosttextúra alakult ki, ami olyan textúrát jelent, amikor a mintában nincs kitüntetett orientáció csak kitüntetett irány. Ezzel az iránnyal valamelyik kristálytani tengely párhuzamos, míg a többi kristálytani irány egyenletesen oszlik el körülötte, mintha a kristályszemcsék ekörül az irány körül lennének egyenletesen "körbefogatva". Ilyen textúra nem írható le egyetlen szimmetrikus Gauss-eloszlással, de az X-TEX módszerben közelíthetjük ezt a textúrát több Gauss-eloszlás eredőjeként. A modellezett pólusábrán 18 olyan textúra alkotókomponens Gauss-eloszlásának eredőjeként jelenítjük meg a rostot jellemző fő textúrakomponenst, melyek  $\Phi$  Euler-szögeit  $[-90^\circ, 90^\circ]$  szögtartományban  $10^\circ$ -os felosztással adtuk meg. Az alkotókomponensek eloszlásának átfedése miatt a rostot jól leíró textúramintázat rajzolódik ki. A különböző hőmérsékleteknek itt nincs jelentős hatásuk a textúrára, ahogyan az az ábrán is látható, ezért a textúra szempontjából megegyezőnek tekinthetjük őket. Egy második főkomponenst is megfigyelhetünk (a (001) pólusábrán az  $(x,y)=(0,1)$  környezetében megjelenő folt), amelyet szintén figyelembe veszünk három, kissé

eltérő Euler-szögekkel jellemzett alkomponenssel. Összességében elmondható, hogy a roston belüli ingadozásokat figyelmen kívül hagyva jó az egyezés, és egy ilyen meglehetősen bonyolult textúrát is elfogadhatóan jól tudunk közelíteni a módszerrel.

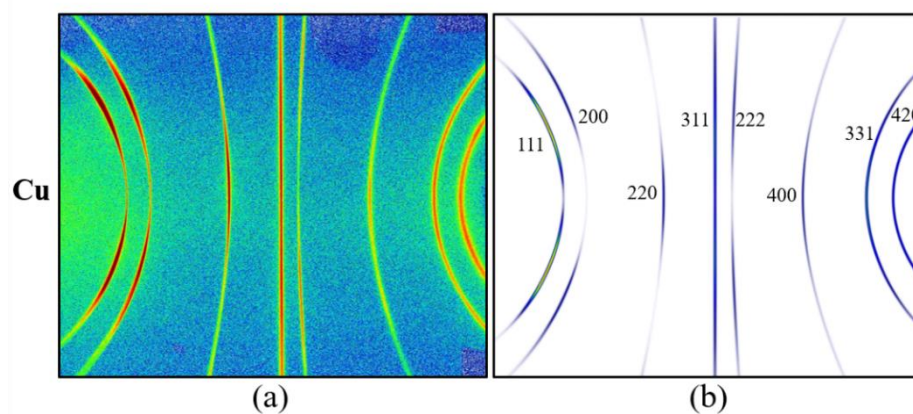


**4.7. Ábra.** Sajtolt, majd (a) szobahőmérsékleten és (b) 200 °C-on egytengelyű nyújtással deformált Mg (001) és (100) mért pólusábrái (a préselés és a nyújtás is y irányú). A préselés következtében erős rosttextúra alakul ki, nevezetesen az 100 kristálytani irány orientációja párhuzamos az y tengellyel, míg a 001 irány (többé-kevésbé) egyenletesen oszlik el körülötte. Ez a fajta textúra nem jellemezhető egyetlen, a (4.21) egyenlettel leírt szimmetrikus Gauss-eloszlással. (c) Az X-TEX módszerben azonban több textúra alkomponenst leíró szimmetrikus Gauss-eloszlás (jelen esetben 18) eredőjeként közelítettem a rosttextúrát. A két hőmérséklet esetében a textúra lényegében megegyezik, a rost mentén látható intenzitás ingadozást statisztikus hibának tekintettem, és a modellezett pólusábrán elhanyagoltam ezt az ingadozást.

- (ii) Az X-TEX szoftver segítségével lehetőségünk van arra is, hogy kiszámítsuk a szórt röntgennyaláb intenzitását a DS-gyűrűk mentén. Ezt ábrázolva vizuálisan összehasonlíthatjuk az elméleti intenzitáseloszlást egy kétdimenziós detektorral mért diffrakciós képpel. A program ehhez a (4.23) egyenlettel határozza meg az  $I_{(2\theta_B, \eta)}^{\text{tot}}$  teljes intenzitás értéket valamely  $hkl$  DS-gyűrű adott  $(2\theta_B, \eta)$  pontjában. A megfelelőbb ábrázolás miatt célszerű a gyűrűknek valamilyen vastagságot adni, hogy az intenzitások ne csak a  $2\theta_B$  értékeknél megjelenő Dirac-deltaszerű éles tűskék legyenek. Ez nagyon hasonló a diffrakciós csúcsok kristályhibák miatti vonalszélesedéséhez, azonban nem összetévesztendő vele. Az X-TEX módszerben minden egyes  $hkl$  gyűrűnek egy konstans szélességű Gauss-függvénnyel adunk vastagságot  $2\theta$  mentén. Ezt úgy valósítjuk meg, hogy az intenzitáseloszlást



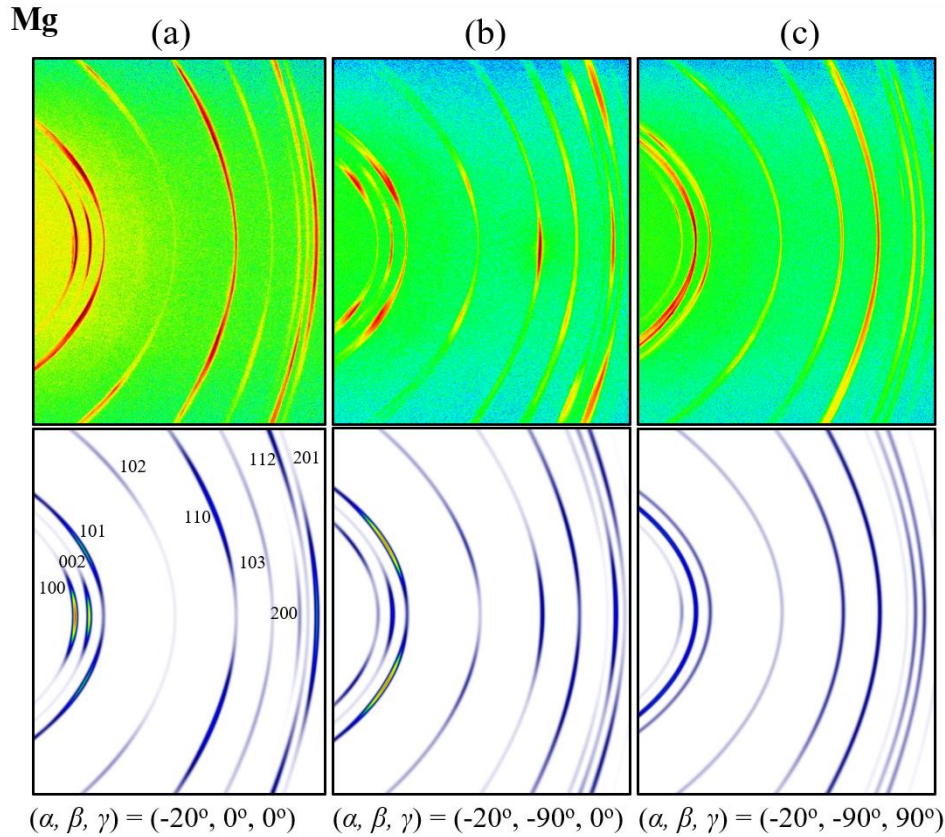
nemcsak  $2\theta_B$  értékeknél határozzuk meg, hanem  $2\theta$  függvényében egy  $I_{(2\theta_B, \eta)}^{\text{tot}}$  maximális intenzitású,  $2\theta_B$  közepű,  $\Delta 2\theta$  szélességű Gauss-függvény szerint kiszámítjuk az intenzitásokat. A  $\Delta 2\theta$  szélesség a programban a Gauss-függvény félértékszélességét jelenti és fokban kell megadni. Nem szükséges és számolási idő szempontjából nem is célszerű egy gyűrű intenzitását a teljes  $2\theta$  tartományon meghatározni, hiszen a gyűrűtől távolodva az intenzitás hamar lecseng, ezért a gyűrűket csak egy keskeny, megadható  $2\theta$  tartományon belül ábrázolja a program ( $2\theta$  range). Az elméleti detektorkép meghatározásához további bemeneti paramétereként meg kell adnunk a vizsgálni kívánt gyűrűk  $hkl$  Miller-indexeit, a röntgensugárzás hullámhosszát (*wavelength*), a minta-detektor távolságot ( $R$ ) és a Lorentz-polarizációt jellemző paramétert ( $LP$ ). Ez utóbbi az alkalmazott monokromátor egykristály  $hkl$  síkjának  $2\theta_m$  Bragg-szöge, fokban megadva. Meg kell adnunk továbbá a minta  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  Euler-szögekkel jellemzett orientációját is, valamint néhány, az ábrázoláshoz szükséges paramétert: a detektor magasságát ( $D$ ), felbontását (*detector resolution*), a minimum és maximum  $2\theta$  és  $\eta$  értékeket, amin belül az intenzitás értékeket ki szeretnénk számítani. A 4.8. és 4.9. ábrákon láthatunk néhány példát mért és az X-TEX szoftverrel számolt intenzitáseloszlásokra.



**4.8. Ábra.** Könyöksajtoló Cu mintadarab (a) kétdimenziós imaging plate (IP) detektortal mért, és (b) az X-TEX szoftverrel számolt elméleti diffrakciós képe  $(\alpha, \beta, \gamma) = (70^\circ, 90^\circ, -55^\circ)$  mintaorientáció és a 4.5. ábrán szemléltetett textúra esetén. Az egyes  $hkl$  gyűrűk mentén megfigyelhető, hogy a textúra okozta intenzitás ingadozások jó egyezést mutatnak, és a két esetben minőségileg nagyon hasonló képet kapunk.

Ezek az ábrák az (i) pontban ismertetett textúrájú Cu és Mg minták néhány diffrakciós képe látható, melyeket összehasonlítva megállapíthatjuk, hogy az

X-TEX módszerben modellezett textúrával jól lehet jellemezni egy röntgendiffrakciós mérés során kialakuló intenzitáseloszlást is.



**4.9. Ábra.** Sajtolt Mg mintadarab IP detektorral mért, és az X-TEX szoftverrel számolt diffrakciós képe három különböző mintaorientáció mellett: (a)  $(\alpha, \beta, \gamma) = (-20^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ , (b)  $(\alpha, \beta, \gamma) = (-20^\circ, -90^\circ, 0^\circ)$ , (c)  $(\alpha, \beta, \gamma) = (-20^\circ, -90^\circ, 90^\circ)$ . A textúrát itt a 4.7. ábrán mutatott pólusábrák jellemzik. Látható, hogy az egyes mintaorientációk mennyire különböző diffrakciós képeket adnak, ahogyan azt is megfigyelhetjük, hogy a számolt intenzitáseloszlások kvalitatíve jó egyezés mutatnak a mért képpel.

- (iii) Az X-TEX szoftverrel lehetőségünk van a diffrakciós csúcsok (4.25) egyenlettel leírt  $\chi_{hkl}^i$  értékeinek meghatározására adott mintaorientáció esetén. Ehhez meg kell adnunk, hogy a DS-gyűrűk menti intenzitáseloszlást milyen  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  azimutális intervallumon integrálva szeretnénk meghatározni a diffrakciós csúcskat. Erre a program kezelőfelületén két lehetőségünk van: 1) Mivel a gyakorlatban gyakran úgy végezzük el az integrálást, hogy a kétdimenziós detektornak egy függőleges irányban meghatározott  $[Z_{\min}, Z_{\max}]$  tartományú területén végezzük el azt, a programban lehetőség van ennek a detektor sávnak (*integrated band*) a megadására. Ekkor természetesen minden egyes  $hkl$  esetén különböző az  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  intervallum, és a szoftver meghatározza a megadott sáv nagysága alapján, hogy az

egy  $hkl$  gyűrűkre mekkora ez az  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  tartomány. 2) Ha a sáv nagyságának 0 értéket adunk meg, vagy nem adunk értéket neki, akkor a program a detektor képeinek ábrázolásánál megadott  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  tartományt használja erre a célra, és az lesz érvényes az összes  $hkl$  gyűrűre. Az előbbi lehetőség hagyományos laboratóriumi diffraktométerek használata során gyakran fordul elő, míg az utóbbi általánosabb módszer és bármilyen azimutális intervallumban számolhatunk vele (olyan szinkrotronos mérések esetén is használható, ahol akár a teljes DS-gyűrűket is ki lehet mérni). A számításokhoz szükséges egyéb bemeneti paramétereket a (ii) pontban már ismertettük. A szoftver minden megadott  $hkl$  diffrakciós csúcsra és minden egyes textúrakomponensre meghatározza a  $\chi_{hkl}^i$  intenzitásjárulékokat, ami által megvizsgálható, hogy az egyes csúcsok mekkora mértékben származnak az egyes textúrakomponensektől.

- (iv) Az X-TEX szoftverben van egy olyan pásztázó funkció is, amellyel egy kiválasztott  $hkl$  diffrakciós csúcs esetén megtalálhatjuk azt a legoptimálisabb mintaorientációt, amellyel a vizsgált csúcs intenzitásjáruléka az  $i$ -edik textúrakomponenstől eredően a lehető legnagyobb, miközben a többi textúrakomponenstől a lehető legkisebb mértékű. Ehhez bemeneti paraméterként meg kell adnunk a kérdéses  $hkl$  Miller-indexet, valamint azt az  $\eta$  intervallumot, amely mentén integrálva a DS-gyűrűt megkapjuk a  $hkl$  diffrakciós csúcsot. Ezt az integrálási tartományt a (iii) ponthoz hasonlóan meg lehet adni közvetlenül egy  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  intervallummal vagy egy  $[Z_{\min}, Z_{\max}]$  sávval (amelyből a program kiszámítja a megfelelő  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  tartományt) is. További fontos bemeneti paraméter a minta kiindulási orientációja, a program ehhez a mintaorientációhoz viszonyítva vizsgál  $Y$  és  $Z$  tengely körül mintaforgatásokat, jelöljük ezt az orientációt  $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$  Euler-szögekkel. A kiindulási mintaorientációt gyakran célszerű úgy megválasztani, hogy a röntgennyalábbal megvilágított, vizsgálni kívánt mintafelület párhuzamos legyen az  $X$  tengellyel, azaz a bejövő nyaláb irányával. Ez a választás gyakorlati okok miatt célszerű, hiszen ilyen kiindulási orientációból mind egy  $Y$ , mind egy  $Z$  tengely körüli forgatás könnyen értelmezhető, azonban ez a választás nem szükségszerű és bármilyen más kiindulási mintaorientáció is alkalmazható. Meg kell adnunk továbbá a forgatások határait, azaz a  $[ROT\_Y_{\min}, ROT\_Y_{\max}]$  és a  $[ROT\_Z_{\min}, ROT\_Z_{\max}]$  tartományokat, és a forgatások lépésközét is ( $\Delta rot$ ).

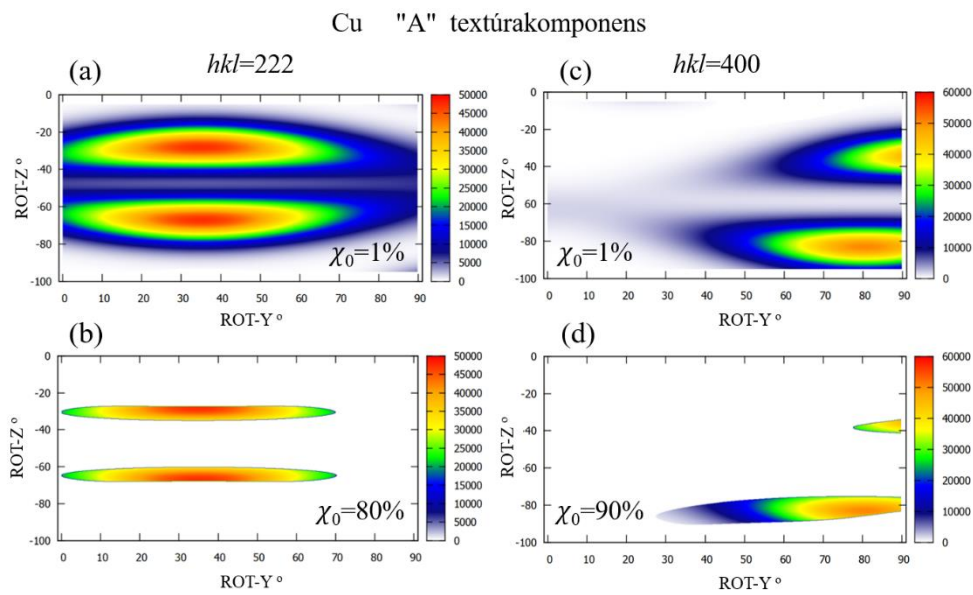
A program ezek alapján egy olyan forgatási térképet készít, ahol a forgatásoknak megfeleltethető mintaorientációval kiszámítja a vizsgált  $hkl$  diffrakciós csúcs (4.24) egyenlettel leírt  $I_{(2\theta_B)}^{\text{tot}}$  intenzitását, majd ezeket az intenzitásokat ábrázolja az  $Y$  és  $Z$  forgatási szögek függvényében. Ezen forgatások sorrendje nem felcserélhető, ezért fontos megadni, hogy a módszerben a sorrend úgy van definiálva, hogy először az  $Y$ , azután a  $Z$  körüli forgatást kell végrehajtani. A szoftver ezeket a forgatásokat úgy végzi el, hogy a (4.12) egyenlettel megadott egységvektorokra haddat még egy  $Y$  és egy  $Z$  tengely körüli elemi forgatási mátrixot is:

$$\mathbf{e}_{hkl}^i = \hat{R}_Z(ROT\_Z)\hat{R}_Y(ROT\_Y)\hat{R}_{(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0)}\hat{R}_{(\varphi_1^i, \phi^i, \varphi_2^i)}\mathbf{e}_{hkl}, \quad (4.33)$$

majd ezzel a (4.33) vektorral számítja ki a további szükséges (4.21)-(4.25) egyenleteket. A program minden egyes  $Y$ - $Z$  forgatási pár esetén kiszámolja a  $\chi_{hkl}^i$  értékeket is, amelyek megadják, hogy a csúcs teljes intenzitásának mekkora hányada származik a különböző textúrakomponensektől. A szoftver kezelőfelületén meg kell adnunk egy  $\chi_0$  küszöbértéket is, amelyet figyelembe véve a program a forgatási térképen csak a  $\chi_{hkl}^i > \chi_0$  értékeket jeleníti meg, ezzel szabályozhatjuk nemkívánatos textúrakomponensek megengedett maximális intenzitásjárulékát.

A 4.10. és 4.11. ábrákon láthatunk néhány példát forgatási térképre az (i) pontban ismertetett textúrájú könyöksajtolt Cu minta esetén. A 4.10. ábra azt az esetet mutatja be, amikor a Cu minta "A" textúrakomponenséhez tartozó 222 és 400 Miller-indexszel jelölt diffrakciós csúcsait szeretnénk a lehető legtisztábban mérni a többi komponens zavaró járuléka nélkül. A 4.10. (a) ábrán azt láthatjuk, hogy a 222 csúcs esetén két olyan ekvivalens mintaorientációt is találhatunk, ahol erős, intenzív diffrakciós csúcsot mérhetünk. Az is látható a térképen, hogy vannak olyan tartományok, ahol az intenzitás nullához közeli érték, ilyen mintaorientációk esetén azok a kristályszemcsék, amelyek az "A" textúrakomponenshez tartoznak, messze vannak a Bragg-helyzettől és egyszerűen nem tudnak nyalábot szórni a detektor  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}]$  tartományába. A diffrakciós mérések megtervezésénél érdemes olyan forgatási párt alkalmazni, amikor az intenzitás a lehető legnagyobb a térképen, de ezenkívül figyelembe kell még vennünk a többi textúrakomponens intenzitásjárulékát is, amelyet minimalizálni szeretnénk. Míg a 4.10. (a) ábrán  $\chi_0$ -nak 1%-os értéket adtam meg, addig a 4.10. (b) ábra olyan esetet mutat, amikor

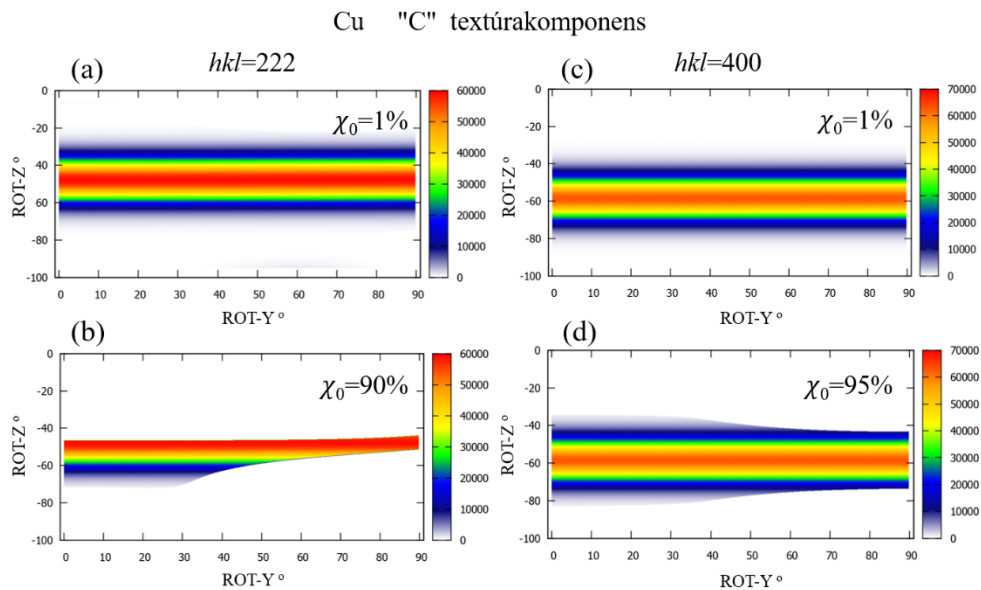
$\chi_0 = 80\%$  lett megválasztva, és így a szoftver csak azokat az intenzitásokat jeleníti meg a térképen, amelyeknél az "A" textúrakomponenshez tartozó szemcsék intenzitásjáruléka 80% fölött van (a maximális érték  $\chi_{222}^A=84.4\%$ ). A 4.10. (c) és 4.10. (d) ábrákon a 400 diffrakciós csúcs forgatási térképeit láthatjuk, és megfigyelhetjük, hogy mennyire más mintaorientációkra van szükség a 222 csúcshoz képest, és hogy akár 90% fölötti tisztasággal is mérhetjük ezt a csúcst (a maximális érték:  $\chi_{400}^A=93.5\%$ ).



**4.10. Ábra.** Könyöksajtolt Cu mintadarab "A" textúrakomponenséhez tartozó rotációs térképek a 222 és 400 diffrakciós csúcsok esetén. A DS-gyűrűk integrálási tartománya mindkét csúcsra  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}] = [-7^\circ, +7^\circ]$ , míg a kiindulási mintaorientációk: 222 csúcs esetén  $(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0) = (0^\circ, -90^\circ, 0^\circ)$ , 400 csúcs esetén pedig  $(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0) = (0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ . (a) A 222 csúcs térképén két intenzitásmaximumot láthatunk:  $(ROT\_Y, ROT\_Z) = (35^\circ, -28^\circ)$  és  $(ROT\_Y, ROT\_Z) = (35^\circ, -67^\circ)$  helyeken. A  $\chi_0$  küszöbértéket ebben az esetben kicsinek, 1%-nak választottam. (b)  $\chi_0 = 80\%$  választása esetén a térképen jól látszik, hogy hol van az a határ, amikor a 222 csúcs intenzitása legalább 80%-ban származik az "A" textúrakomponenstől. (c) A 400 csúcs térképén ( $\chi_0 = 1\%$  választással) a maximum helye:  $(ROT\_Y, ROT\_Z) = (80^\circ, -83^\circ)$ . (d) A térképen itt már csak az a tartomány látszik, amikor a 400 csúcs több, mint 90%-ban köthető az "A" textúrakomponenshez.

A 4.11. ábrán ugyanennek a 222 és 400 diffrakciós csúcsnak a forgatási térképeit figyelhetjük meg a "C" textúrakomponens esetében. Ezen az ábrán láthatjuk, hogy itt az  $Y$  tengely körüli mintaforgatás nincs hatással az intenzitásra, de itt is jól megfigyelhető a többi textúrakomponens zavaró járuléka bizonyos forgatási pároknál.

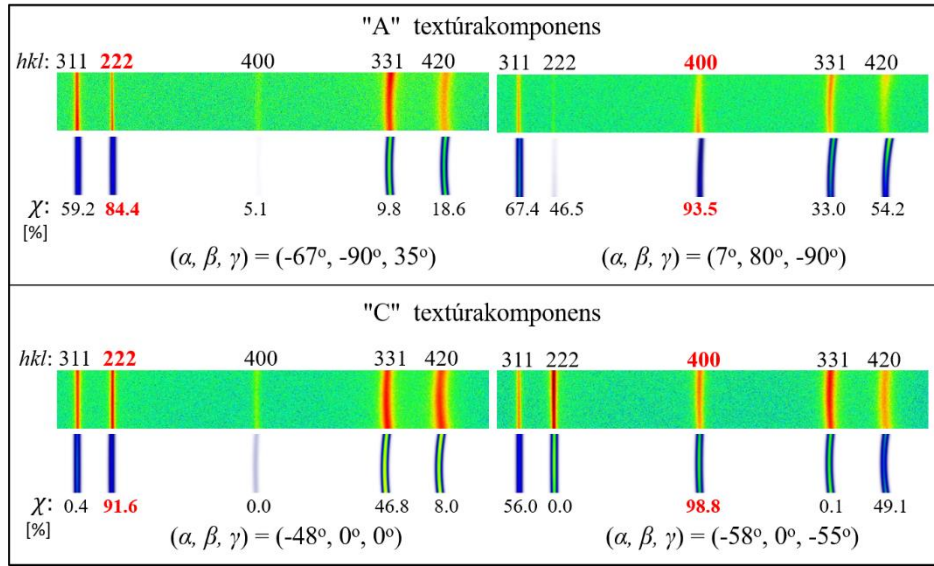
A forgatási térképeknél az intenzitás maximuma nem feltétlenül esik egybe a vizsgált  $\chi_{hkl}^i$  maximumával, például, ha az  $i$ -edik komponens térfogati hányada jóval kisebb, mint a többi komponensé. Az is előfordulhat, hogy két különböző diffrakciós csúcs esetén a térképek elfogadható tartománya átfed, és emiatt érdekesebb a két csúcsot egyetlen mérésel megmérni egy közös forgatási pár alkalmazásával.



**4.11. Ábra.** Könyöksajtolt Cu mintadarab "C" textúrakomponenséhez tartozó rotációs térképek a 222 és 400 diffrakciós csúcsok esetén. A kiindulási mintaorientációk: 222 csúcs esetén  $(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0) = (0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ , 400 csúcs esetén pedig  $(\alpha_0, \beta_0, \gamma_0) = (0^\circ, 0^\circ, -55^\circ)$ . A 222 csúcs térképe (a)  $\chi_0 = 1\%$ -os, illetve (b)  $\chi_0 = 90\%$  választással van ábrázolva, míg a 400 csúcs esetében ez (c) 1%, illetve (d) 95%.

Az X-TEX szoftver forgatási térképeinek vizsgálata alkalmas arra, hogy olyan röntgendiffrakciós mérési sorozatot tervezzünk, amikor a különböző textúrakomponensekhez a többi komponenstől elkülönítve, azok zavaró intenzitásjárulékait minimalizálva tudjuk megmérni a lehető legtöbb diffrakciós csúcsot. Az így mért diffrakciós csúcsokat a vizsgált textúrakomponenshez tartozónak tekinthetjük, és ezeket a csúcsokat a vonalprofil analízis módszerével kiértékelve a vizsgált textúrakomponens jellemző mikroszerkezetet határozhatjuk meg. A 4.12. ábrán a 4.10. és 4.11. forgatási térképeknek megfelelő, a 222 és 400 csúcsokra optimalizált diffrakciós mérések eredményét láthatjuk az "A" és a "C" textúrakomponens esetén. Az ábrákon fel vannak tüntetve a mért és az elméleti diffrakciós képek, valamint a  $hkl$  csúcsok  $\chi_{hkl}^i$  értékei is. Itt is látható, hogy a mért

és számolt intenzitáseloszlások jó egyezést mutatnak, szemléltetve a módszer hatékonyságát.



**4.12. Ábra.** Könyöksajtolt Cu mintadarab "A" és "C" textúrakomponenséhez tartozó, 222 és 400 csúcsokra optimalizált diffrakciós képei. A mért és számolt intenzitáseloszlást összehasonlítva látható a jó egyezés. Az ábrán fel vannak tüntetve a forgatási térképek alapján meghatározott mintaorientációk, valamint a csúcsok  $\chi_{hkl}^i$  értékei is.

- (v) Az X-TEX módszerben a textúrát jellemző paraméterek ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ,  $f$ , FWHM) értékeit megállapíthatjuk hagyományos textúramérésekből is, de az X-TEX szoftvernek is van olyan funkciója, ami egy Monte-Carlo algoritmussal meg tudja határozni ezen paraméterek értékeit az alapján, hogy a diffrakciós mérésekben hogyan változik az intenzitás a DS-gyűrűk mentén. A mért diffrakciós képet ehhez több keskeny, vízszintes sávra osztjuk fel. Jelöljük  $I_{N,hkl}^{\text{mért}}$ -tel a mért  $hkl$  DS-gyűrű  $N$ -edik ilyen sávjához tartozó, a sávnak megfelelő  $\eta$  tartományon vett integrálással meghatározott diffrakciós csúcs  $2\theta$  szerinti integrális intenzitását. A szoftver egy Monte-Carlo (MC) algoritmussal változtatja a textúraparaméterek értékeit és különböző paraméterértékek mellett, a (4.24) egyenletet felhasználva kiszámítja a  $hkl$  csúcsok  $I_{N,hkl}^{\text{számolt}}$  elméleti intenzitásait minden egyes sávra. Az algoritmus az optimális textúraparaméterek meghatározásához az

$$SSR = \sum_{N,hkl} (I_{N,hkl}^{\text{mért}} - I_{N,hkl}^{\text{számolt}})^2 \quad (4.34)$$

reziduális négyzetösszeget minimalizálja a következő módon. Jelöljük valamely textúraparamétert  $a$ -val. A program az MC algoritmus során egy véletlenszám

generátort használva a  $j$ -edik MC lépés során az aktuális  $a_j$  paraméterérték körüli  $[a_j - \Delta a, a_j + \Delta a]$  tartományban keres új  $a_{j+1}$  paraméterértékeket. A  $\Delta a$  tartomány változik a MC lépések számának függvényében olyan módon, hogy értéke a maximális  $MC_{\max}$  lépésszám harmadáig konstans  $\Delta a_{\max}$ , majd innen  $MC_{\max}$  kétharmadáig lineárisan lecsökken  $\Delta a_{\min}$ -re, az utolsó harmadban pedig konstans  $\Delta a_{\min}$  marad. Ezzel az lépések során változó, leszűkülő tartománnyal a paraméterek egyre finomabb értékeit lehet megkapni. A tartományon belül nem egyenletes valószínűséggel keres új paraméterértéket az algoritmus, hanem egy köbös valószínűséggel:

$$a_{j+1} = a_j + \Delta a(2x_{\text{rand}} - 1)^3, \quad (4.35)$$

ahol  $x_{\text{rand}} \in [0,1]$  random szám. Ilyen módon az aktuális  $a_j$  paraméterhez nagyobb valószínűséggel kerül kiválasztásra egy hozzá közelebbi új paraméter, ugyanakkor nagyobb változtatást is megengedünk kisebb eséllyel. Az SSR minimalizálása olyan módon történik, hogy az algoritmusban minden egyes lépés során  $a_{j+1}$  érték csakis akkor kerül elfogadásra új aktuális értéként, ha a hozzá tartozó SSR kisebb, mint a korábbi SSR volt, azaz  $SSR_{j+1} < SSR_j$ . Ezzel az eljárással megfelelő számú lépés után végül a textúraparaméterek optimalizált értékeihez jutunk. Az algoritmus futásához szükséges vezérlő paramétereket egy szerkeszthető fájlból olvassa be a program. Az X-TEX szoftver ezen textúraparaméter finomító algoritmusáért előnyös, mert így közvetlenül a módszerben alkalmazott paramétereket kapjuk meg, amelyeket más, hagyományos textúramérésekből sokszor problémás pontosan meghatározni. A másik előny, hogy így lehetőség van ugyanazzal a röntgendiffrakciós méréssel meghatározni a textúraparamétereket, mint amivel a vonalprofil analízist végezzük, ezáltal lehetséges a vizsgált minta ugyanazon térfogati tartományán elvégezni a kétfajta mérést. Ugyanakkor a textúra ismeretének teljes hiányában ez a MC módszer általában nem alkalmas a paraméterek megfelelő meghatározására, hiszen tudnunk kell legalább azt, hogy hány textúrakomponens található a vizsgált anyagban. A módszer ereje leginkább abban rejlik, hogy vele pontosabban meghatározhatók, finomíthatók a hagyományos textúramérések alapján közelítőleg már ismert textúraparaméterek, illetve a már említett módon az anyag ugyanazon térfogati tartományán lehet a



textúrát jellemző paramétereket meghatározni, mint amin a vonalprofil mérést is végezzük.

- (vi) Az X-TEX szoftverben lehetőség van a textúrakomponensek preferált orientációihoz tartozó Schmid-faktorok meghatározására. Ehhez egy bemeneti fájlban meg kell adnunk a külső terhelés irányát, valamint a vizsgálni kívánt csúsztatórendszereket, azaz a csúsztatósíkok és Burgers-vektorok  $hkl$  Miller-indexeit. Egy csúsztatórendszerben a diszlokációk mozgása akkor tud elindulni, ha a csúsztató irányába ható  $\tau$  feszültség eléri a kritikus csúsztatófeszültséget (CRSS). A Schmid-törvény a  $\sigma$  külső feszültség és a  $\tau$  csúsztatófeszültség között teremt kapcsolatot:

$$\tau = \cos \kappa \cos \xi \sigma, \quad (4.36)$$

ahol  $\kappa$  a külső feszültség iránya és a csúsztatósík normálisa közti szög,  $\xi$  a külső feszültség iránya és a csúsztató irányának közti szög, az  $m = \cos \kappa \cos \xi$  mennyiséget pedig Schmid-faktornak nevezzük. A (4.36) egyenlet azt fejezi ki, hogy a csúsztatósíkban fellépő feszültség függ a külső feszültség és a kristály relatív orientációjától. Polikristályos textúramentes anyagok esetén a különböző kristályszemcsék orientációja a külső erőhöz képest véletlenszerű, ezért a csúsztatófeszültség értéke is nagyon különböző az egyes szemcsékben. Emiatt polikristályos anyagok esetén Schmid-faktorok szemcsékre vett átlagértékét szokás használni, amit Taylor-faktornak nevezünk és  $M_T$ -vel jelöljük (pontosabban a Schmid-faktorok reciprokának átlaga az irodalomban használt Taylor-faktor). Textúrált polikristályos anyagok esetén azonban a kristályszemcsék orientációja nem véletlenszerű, emiatt a Taylor-faktor számítása is bonyolulttá válik. A Taylor-faktor számítása a textúra ismeretében lehetséges, de ebben a munkában ez nem célunk. Ehelyett itt megelégszünk az egyes textúrakomponensek preferált orientációihoz tartozó kristályszemcsék Schmid-faktorainak meghatározásával, amely Schmid-faktor jó közelítéssel jellemzi a preferált orientációhoz közeli orientációban álló szemcséket, vagyis a textúrakomponens szemcséit is. Ezekből a Schmid-faktor értékekből, amelyet az X-TEX szoftver is meg tud határozni, hasznos információkat szerezhetünk a mikroszerkezet és a deformációs tulajdonságok közti kapcsolatok vizsgálata során.

### 4.3. Alkalmazás nyújtással deformált textúrált titán mintákra

Ebben a fejezetben az X-TEX módszer alkalmazását fogom bemutatni textúrált, nyújtással deformált titán mintákon. A titán egy hexagonális kristályszerkezetű fém, amely nagy mechanikai szilárdsággal, alacsony sűrűséggel, jó alakíthatósággal és előnyös ötvöző tulajdonságokkal rendelkezik, előállítása azonban költséges. Fő felhasználási területe az előnyös tulajdonságai miatt manapság a repülőgépipar, a vegyipar, és mivel a tiszta, ötvözetlen titán biokompatibilis, a gyógyászatban implantátumok anyagaként használják [Leyens & Peters, 2003]. A tiszta titán szilárdsága azonban (az ötvöző atomok keményítő hatásának hiánya miatt) elmarad a titán ötvözetekétől és így önmagában nem alkalmas az implantátumoktól elvárt hosszútávú teherviselés és kopásállóság szempontjából. Nagymértékű képlékeny alakítással azonban jelentős szemcsefinomodás és szilárdságnövekedés érhető el [Valiev et al., 2000], az így megmunkált finomszemcsés tiszta titán már nemcsak biokompatibilitási, de szilárdsági szempontok szerint is alkalmas sebészeti implantátumok gyártására. A finomszemcsés tiszta titán deformációs alapmechanizmusainak jobb megértése és pontosabb feltárása az orvosi alkalmazások és fejlesztések szempontjából is fontos. Ebben a munkában a tiszta titánt elsősorban az X-TEX módszer bemutatása és tesztelése céljából használtam fel, ugyanakkor az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetének meghatározása részletesebb képet adott a deformációs mechanizmusokról is.

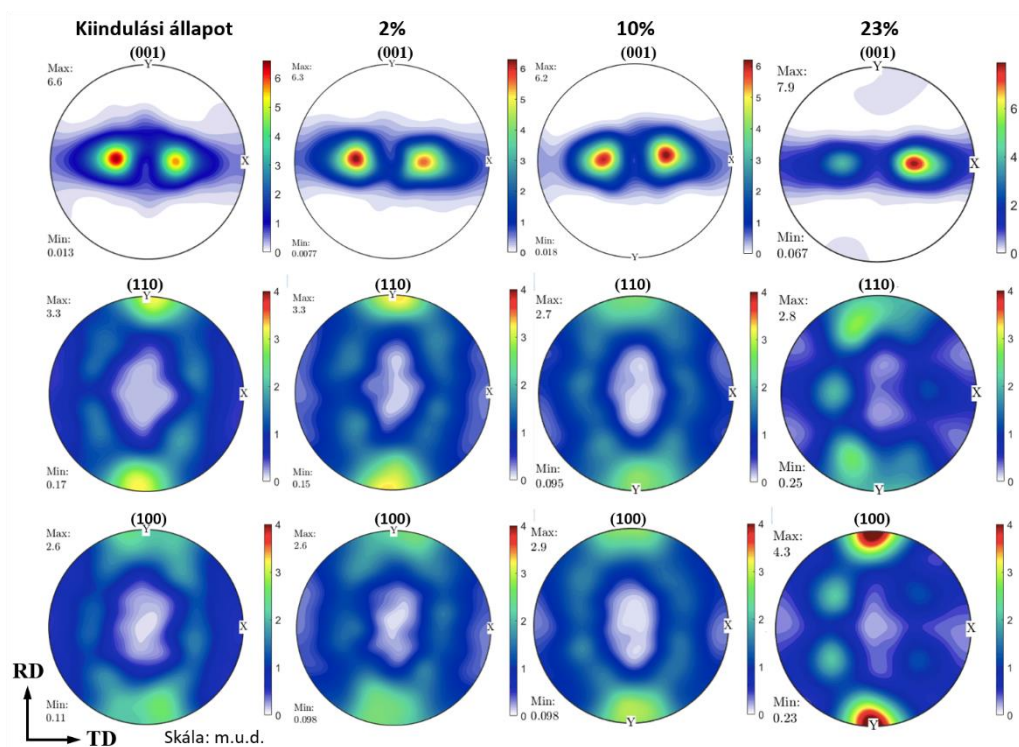
#### 4.3.1. Az alkalmazott próbatetek

A kísérletek során kereskedelmi tisztaságú (commercially pure, CP), ASTM grade 1 szabványnak megfelelő titán alapanyagot használtunk. Az alapanyag 1 mm vastagságú, hengerléssel készült lemez volt, melyet a hengerlés után hőkezelték, az anyag ezen állapotát nevezzük a továbbiakban kiindulási állapotnak. A hengerlés során erős, jellegzetes textúra alakul ki az anyagban, jelen esetben két fő textúrakomponenssel. Ez jó lehetőséget ad arra, hogy egy ilyen textúrával rendelkező rendszert deformálva megvizsgálhassuk az egyes textúrakomponensek deformációra adott válaszát és a folyamat során végbement mikroszerkezeti változásokat külön-külön az egyedi textúrakomponensekben. Egytengelyű nyújtóvizsgálatok céljából a lemezből három darab, 12.5 mm szélességű és 75 mm hosszúságú, kutyacsont alakú próbatestet vágunk ki olyan módon, hogy a nyújtás iránya egybeessen a korábbi hengerlés irányával (rolling direction, RD). A lemez legnagyobb felületére merőleges irányt a szakirodalomnak

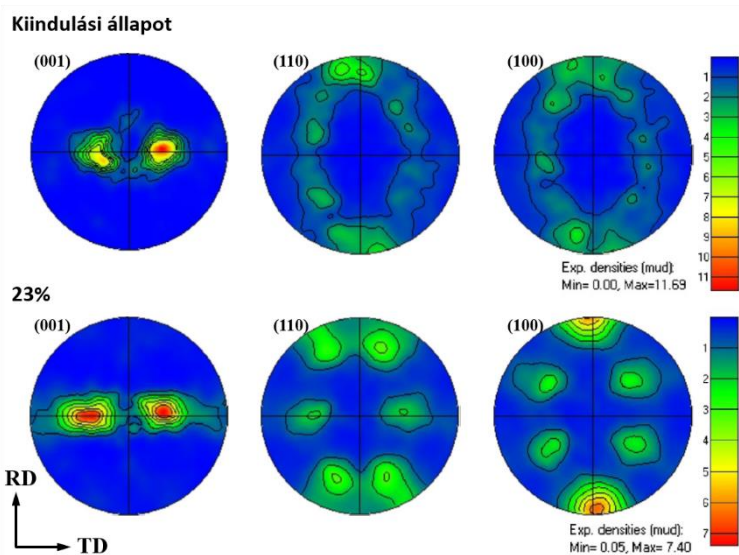
megfelelően jelölje ND (normal direction), míg az RD és ND irányokra merőleges harmadik irányt TD (transverse direction). A nyújtóvizsgálatok szobahőmérsékleten,  $2.2 \times 10^{-4}$  1/s deformációs sebességgel történtek, további részletek és a feszültség-deformáció diagrammok megtalálhatók a [Becker & Pantleon, 2013] folyóiratcikkben. A nyújtás során elért valódi plasztikus deformáció értéke 2%, 10% és 23% volt a három próbatest esetén. A továbbiakban ezekre a próbatestekre ezen deformációs értékek alapján fogok hivatkozni.

#### 4.3.2. Textúra jellemzése EBSD-vel

Az alkalmazott deformáció – jelen esetben a nyújtás – megváltoztathatja az anyag textúráját, ezért mind a kiindulási állapotú, mind a deformált próbatestek textúráját külön-külön megvizsgáltuk visszaszórt elektron diffrakciós (EBSD) módszerrel. Az EBSD mérések két különböző pásztázó elektronmikroszkóppal készültek: (1) Tescan Mira3 FEG-SEM mikroszkóp Oxford Instruments Symmetry EBSD detektorral felszerelve, és (2) Zeiss Supra 35 mikroszkóp Nordlys II EBSD detektorral felszerelve. Az EBSD-vel meghatározott orientációs térképek területe és lépésköze az előbbi esetén  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  és  $0.2 \mu\text{m}$ , míg utóbbi esetben  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  és  $0.6 \mu\text{m}$  volt. A két különböző készülékkel elvégzett EBSD méréseket a különböző célok indokolják: (1) esetén a textúra feltárása az anyag egy viszonylag nagyobb, több szemcsére kiterjedő területéről, míg (2) esetén az orientációs térképen az ikerhatárok azonosítása volt a fő cél. Az EBSD mérések orientációs adatai azonban mindkét készülék esetén alkalmasak a textúrát jól jellemző, jó minőségű pólusábrák meghatározásához, és az egymástól független mérések a textúra statisztikailag pontosabb jellemzését teszik lehetővé, ezért itt mind a két berendezéssel megmért textúrát bemutatom. Az EBSD mérésekkel meghatározott orientációs térképekből származtatott pólusábrák a 4.13. és 4.14. ábrákon láthatók. A hideghengerlésnek (újrakristályosodási hőmérséklet alatti hőmérsékleten elvégzett hengerlés, ami általában szobahőmérsékletet jelent) kitett hexagonális fémekben kialakuló textúra az irodalomból jól ismert [Wang & Huang, 2003]. Az így létrejött textúra a rácsparaméterek  $c/a$  aránya alapján három csoportra osztható: (1) az ideális 1.633 arány esetén (például Mg) ún. bazális rosttextúra alakul ki, (2)  $c/a > 1.633$  esetben (Zn, Cd) a (001) bazális pólus kétfelé,  $\pm\text{RD}$  irányokban dől, (3)  $c/a < 1.633$  esetén (Ti, Zr) pedig a bazális pólus  $\pm\text{TD}$  irányokban dől, az ND iránytól számítva  $\pm 20\text{--}40^\circ$  mértékben. Az általunk vizsgált titán minták pólusábrái pontosan a várt textúrát mutatják a két,  $+\text{TD}$  és  $-\text{TD}$  dőlésnek megfelelő szimmetrikus fő textúrakomponenssel.



4.13. **Ábra.** A kiindulási állapotú és a különböző mértékben nyújtott titán próbatestek (001), (110) és (100) pólusábrái Tescan Mira3 FEG-SEM mikroszkóp EBSD detektorával mért orientációs adatok alapján.



4.14. **Ábra.** A kiindulási állapotú és a 23% valódi plasztikus deformációnak megfelelő mértékben nyújtott titán próbatestek (001), (110) és (100) pólusábrái Zeiss Supra 35 elektronmikroszkóp EBSD detektorával mért orientációs adatok alapján.

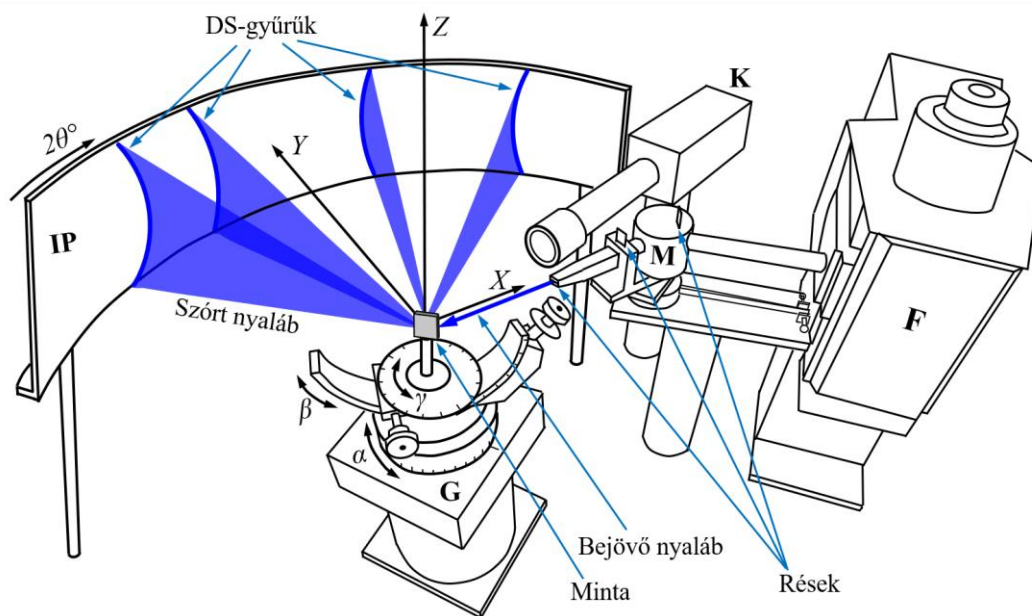
Ezt a fajta textúrát hengerléssel deformált titán esetén a prizmatikus  $\{100\}\{110\}$  és a bazális  $\{001\}\{110\}$  csúszások kombinációi eredményezik [Wang & Huang, 2003]. Esetünkben minden próbatestre igaz, hogy a (001) bazális pólus maximális intenzitása

nagyjából  $\pm 35\text{-}40^\circ$ -ban dől az ND iránytól TD irány felé. A bazális pólus végig a nyújtás során megtartja ezt a mértékű dölést, nem változik számottevően, a pólus eloszlása viszont kis mértékben szélesedik a növekvő deformációval TD irány mentén. Az ábrákon jól látható, hogy a két szimmetrikus (001) pólus maximális erősségei kissé ingadoznak, nem egyformák az egyes pólusábrákon belül. Mivel azonban a hengerlési irányra a két pólus szimmetrikus, semmi nem indokolja, hogy ugyanazon pólusábrán belül erősségükben eltérés legyen, az ingadozás oka valószínűleg a mérések statisztikus hibája. Ez jól látszik például a 23%-os mintadarab esetében, ahol a 4.13. ábrán a két pólus erősségében jelentős különbség látható, míg ugyanezen minta esetén a 4.14. ábrán a két pólus erőssége egyforma. Ezért a továbbiakban a két pólus erősségét (és így a két fő textúrakomponenshez tartozó kristályszemcsék térfogati hányadát is) egyenlőnek tekintem ugyanazon mintán belül. Az (110) és (100) pólusok esetében már jelentősebb változás figyelhető meg a deformáció során. Míg a kiindulási állapotban RD irányában az (110) pólus dominál, addig a 23%-os deformációnál már az (100) pólus a hangsúlyos ugyanebben az irányban, ami a kristályrács  $30^\circ$ -os elfordulását jelzi a hexagonális rendszer  $c$  tengelye körül a nyújtás során. Mivel, mint látjuk, a textúra minden egyes próbatest esetén különböző, ezeket a különbségeket figyelembe kell vennünk a röntgendiffrakciós csúcsok textúrakomponensek szerinti szétválasztása során is.

#### 4.3.3. Röntgendiffrakciós mérések

A röntgendiffrakciós méréseket egy speciális, nagyfelbontású, vonalprofil analízisre dedikált diffraktométerrel (RA-MultiMax9, Rigaku, Tokyo, Japan) végeztem az ELTE Anyagfizikai Tanszékén, a gép sematikus rajza a 4.15. ábrán látható. Az ábrán az X-TEX módszer 4.1. fejezetben definiált  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  labor koordináta-rendszerének tengelyei is fel vannak tüntetve. Ebben a mérési elrendezésben a röntgenforrás (F) egy ún. forgóanódos röntgengenerátor volt, amely 40 kV feszültség és 100 mA áram, azaz 4 kW teljesítmény mellett üzemelt. Egy ilyen berendezésnél az anód anyagát, ami jelen esetben réz, egy jól hűthető hengerre viszik fel, amivel a hagyományos röntgensövekhez képest nagyobb nyalábintenzitás érhető el. A nagyobb fényesség a vonalprofil analízisben használt keskeny sugárkeresztmetszet kompenzálása végett hasznos. A keletkező sugárzás az anód Cu anyagára jellemző spektrumú, amelyet a vonalprofil analízishez monokromatizálni kell. A nyaláb a forrásból kilépve egy párhuzamosító kollimátor csövön át érkezik be a monokromátor házba (M), ahol egy keskeny, 0.2 mm-es rés és egy Ge(110) egykristály segítségével monokromatizáljuk,

ezután már csak a  $\text{CuK}_{\alpha 1}$  karakterisztikus sugárzásnak megfelelő,  $\lambda = 0.15406$  nm hullámhosszú nyaláb halad tovább [Ungár et al., 1998].



**4.15. Ábra.** Az alkalmazott nagyfelbontású, vonalprofil analízisre használt röntgendiffrakciós mérési elrendezés vázlatos rajza. A forrás (F) egy forgóanódos generátor, amelyből kilépő nyaláb egy monokromátorházba (M) jut, ami kiszűri a nemkívánatos hullámhosszú sugárzásokat. A minta orientációja egy mintatartó goniométer (G) segítségével beállítható. A polikristályos mintára beeső monokromatizált nyaláb a Bragg-törvénynek megfelelően kúpfelületek mentén szóródik, a szórt sugárzást imaging plate (IP) detektorok detektálják. A szórt intenzitást a DS-gyűrűk mentén integrálva kapjuk meg a diffrakciós csúcsokat. Ennél a berendezésnél a diffrakciós csúcsok instrumentális szélesedése elhanyagolható.

A monokromátorházból kilépő nyaláb két további, egy vízszintes és egy függőleges nyalábhatároló résen halad át, amelyek után a mintára beeső nyaláb kiterjedése függőleges, azaz Z irányban 2 mm, vízszintes, azaz Y irányban pedig 0.2 mm volt. Fontos hangsúlyozni, hogy ennél a mérési elrendezésnél a minta stacionárius, a mérés során mozdulatlan, a mintaorientáció tehát állandó, szemben az ún.  $\theta$ - $2\theta$  diffraktométerekkel. A minta egy olyan mintatartó goniométeren (G) rögzíthető, amellyel a mintadarab a (4.11) egyenletben definiált, Z-X-Z konvenciót követő forgatások  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  Euler-szögei szerint orientálható a mérés során. Természetesen más konvenciót követő goniométerek esetén is alkalmazható az X-TEX módszer, hiszen a mintaorientáció független az alkalmazott konvenciótól, így  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  egyszerű megfontolások alapján meghatározható. A bejövő nyaláb egy kamera (K) és X-Y irányt megengedő mintamozgató csavarok segítségével precízen pozícionálható a minta felszínén. A polikristályos anyagra eső

monokromatikus röntgennyaláb a Bragg-törvény által meghatározott  $2\theta_B$  félnyílásszögű kúpfelületek mentén szóródik. A szórt sugárzást kétdimenziós imaging plate (IP) detektorokkal detektáltam, amelyek pixelmérete 50  $\mu\text{m}$ . Az IP detektorok a minta körül henger alakban meghajlítva álltak, melyek széles,  $2\theta = 20 - 140^\circ$  szögtartományt fedtek le, ezen a szögtartományon a titán 21 diffrakciós csúcsa mérhető az alkalmazott hullámhosszal. A szórt sugárkúpok az IP detektort ívben metszik, ezeket az íveket nevezzük Debye-Scherrer (DS) gyűrűknek, amit az ábrán kék ívek jelölnek sematikusán. A kétdimenziós detektorok különösen alkalmasak az X-TEX módszer használatakor, ugyanis ezek alkalmazásával az azimut szög menti intenzitásváltozásokat is figyelembe lehet venni. A diffrakciós mérések során kétféle, egy 100 mm-es és egy 300 mm-es minta-IP távolságot alkalmaztam. A rövidebb, 100 mm-es távolsággal kapott diffrakciós képeket csak az X-TEX módszerben ismertetett textúraparaméterek pontosabb meghatározására használtam, a nagyobb, 300 mm-es távolságot pedig a vonalprofil analízishez készült diffrakciós mérések során alkalmaztam a nagyobb szögfelbontás és az elhanyagolható mértékű instrumentális jelenség elérése érdekében. Az IP detektorokkal mért diffrakciós kép intenzitás értékeit az azimut szög szerint integrálva kapjuk meg az  $I_{hkl}^{\text{mért}}(2\theta)$  diffrakciós csúcsokat, amelyekből vonalprofil analízissel a mikroszerkezet meghatározható. Ennél a diffrakciós berendezésnél a vonalprofil analízis mérések esetén a nyaláb jó párhuzamossága (a nyaláb divergenciája  $5 \times 10^{-4}$  rad), a keskeny vízszintes nyalábkeresztmetszet (0.2 mm) és a nagy minta-detektor távolság (300 mm) miatt a diffrakciós csúcsok instrumentális effektus okozta vonalszélesedése elhanyagolhatóan kicsi, a diszlokációsűrűség értékekben kevesebb, mint  $10^{12} \text{ m}^{-2}$  mértékű hibát okoz [Gémes et al., 2010]. Az alkalmazott diffraktométer reflexiós üzemmódban mér, ami azt jelenti, hogy a bejövő nyaláb nem hatol át a mintán, mivel annak behatolási mélysége anyagtól függően néhányszor tíz mikron. Ilyen értelemben beszélhetünk a minták felületeinek méréséről, hiszen ez a dimenzió jóval kisebb, mint a nyalábkeresztmetszet méretei. Textúrától függő diffrakciós mérések esetén a mintákat általában több, különböző mintaorientációban mérjük, ami így itt a minta különböző felületeire eső nyalábot jelent. A minták felületét mechanikusan políroztam, majd hidrogén-fluorid savval marattam a vágások során keletkezett sérült felszíni réteg eltávolítása céljából, ezzel elérve, hogy csak a minták nyújtása során fellépő deformáció hatásai mutakozzanak meg a diffrakciós mérésekben.

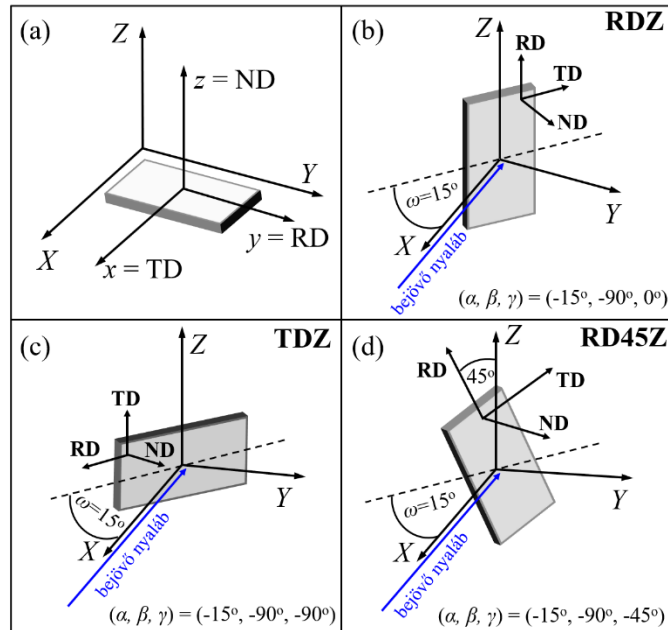
#### 4.3.4. Textúra jellemzése a röntgendiffrakciós mérések alapján

A vonalprofil analízis mérések előtt meg kell határoznunk az X-TEX módszerben a textúrát jellemző paraméterek pontos értékeit (a textúrakomponensek ideális orientációit leíró  $\varphi_1^i$ ,  $\Phi^i$ ,  $\varphi_2^i$  Euler-szögeket, a textúrakomponensek  $f^i$  térfogati hányadát és a textúrakomponensek szögkiterjedését jellemző  $\text{FWHM}^i$  értékeket), hiszen csak ezek ismeretében tudjuk megtervezni a textúrakomponensenkénti vonalprofil méréseket. Ezeknek a paramétereknek a meghatározása lehetséges hagyományos textúraméréssel is, de ez sokszor problémás. Például a 4.13. és 4.14. ábrákon mutatott textúramérések alapján a textúrakomponensek Euler-szögei jól meghatározhatóak, akár egy megfelelő szögskála (pl. Wulff-háló) segítségével is könnyedén leolvashatók. Ugyanakkor a másik két paraméter, a térfogati hányad és az FWHM értékek megadása már nehezebb. Az X-TEX módszerben azonban lehetőség van ezen paraméterek közvetlen meghatározására a diffrakciós kép alapján, amit a 4.2. fejezet (v). pontjában ismertettem részletesen, és itt a titán mintáknál is ezt alkalmaztam.

A diffrakciós kép mérésekor itt egy rövidebb, 100 mm-es minta-IP távolságot alkalmaztam azért, hogy a DS-gyűrűk minél nagyobb részét ki tudjam mérni. Ezáltal a gyűrűknek egy nagyobb azimutális szögtartományáról kapunk intenzitásértékeket, amivel pontosabbá válik a textúrameghatározás. A rövidebb IP távolság a diffrakciós csúcsok rosszabb szögfelbontását és erősebb instrumentális szélesedését eredményezi, ez azonban a textúra jellemzésénél nem játszik szerepet, ezek csupán a vonalprofil analízis méréseknél fontos szempontok. A diffrakciós méréseket több, különböző mintaorientáció mellett végeztem, ahogy az a 4.16. ábrán látható. A mintaorientációk jellemzéséhez először definiálni kell a minta koordináta-rendszerét és a minta forgatás előtti kiindulási orientációját. Ezt a megválasztást mutatja a 4.16. (a) ábra, vagyis a mintát jellemző RD, TD és ND irányok az X-TEX módszerben ismertett  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  minta koordináta-rendszer tengelyeinek az  $x = \text{TD}$ ,  $y = \text{RD}$  és  $z = \text{ND}$  módon vannak megfeleltetve, és a minta a labor  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  rendszerében elforgatás előtt  $X \parallel \text{TD}$ ,  $Y \parallel \text{RD}$  és  $Z \parallel \text{ND}$  módon van orientálva. Ebből a kiindulási mintaorientációból az  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  Euler-szögekkel történő forgatások során jutunk a diffrakciós mérés során alkalmazott mintaorientációba. A 4.16. (b-d) ábrák három ilyen, különböző  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  mintaorientációjú diffrakciós mérést mutatnak. Az X-TEX szoftverrel a textúraparaméterek meghatározása során lehetőség van több, különböző

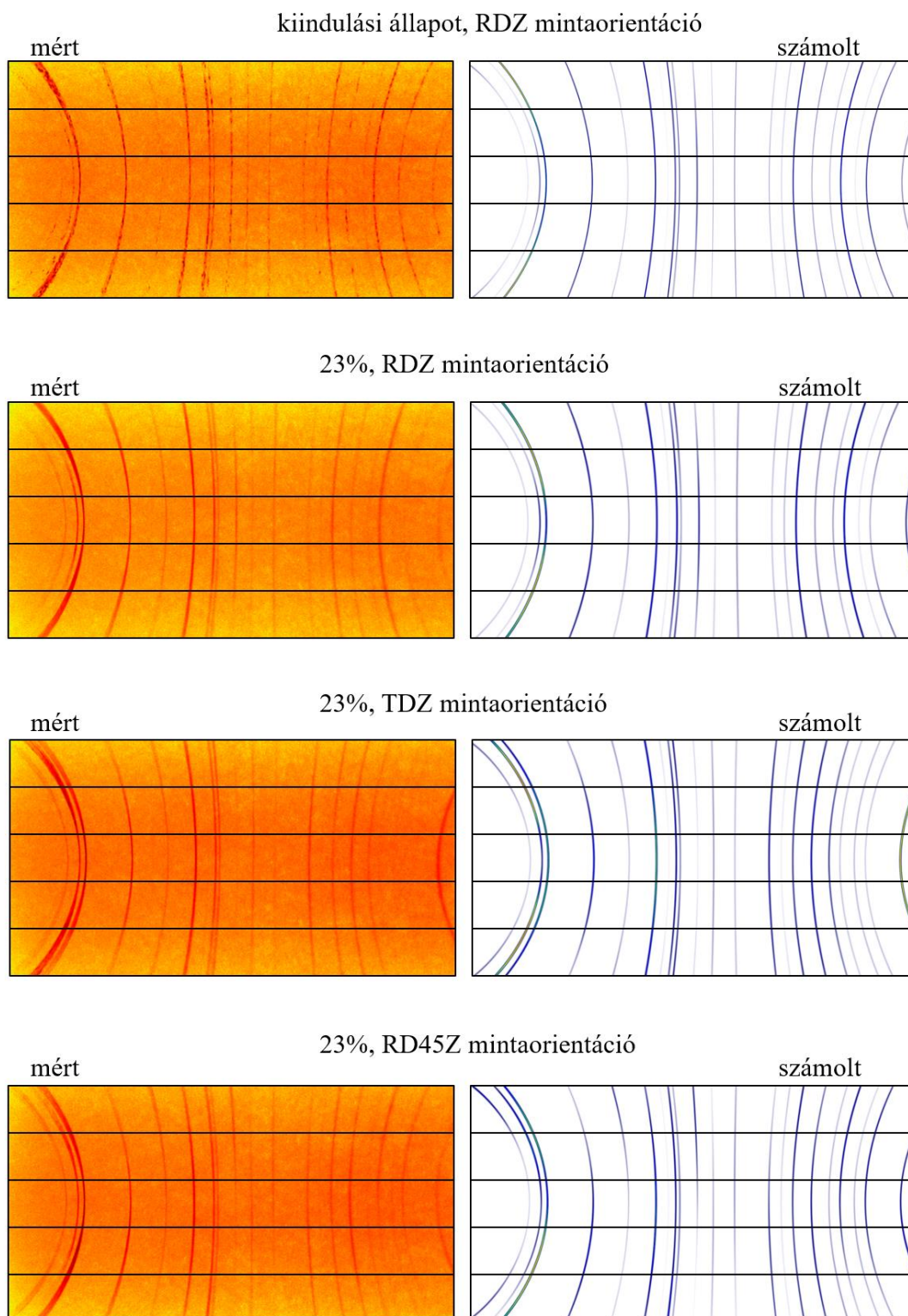


mintaorientációjú mérést is egyidejűleg figyelembe venni, amivel a textúra statisztikailag pontosabb jellemzése lehetséges.



**4.16. Ábra.** A textúraparaméterek meghatározásához használt különböző mintaorientációk a diffrakciós mérések során. (a) A minta koordináta-rendszerének definiálása, azaz az RD, TD és ND irányok megfeleltetése az X-TEX módszer  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  minta koordináta-rendszer tengelyeinek, valamint a minta kiindulási orientációjának definíciója a labor  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  koordináta-rendszerében. A kiindulási orientációból a (4.11) egyenletnek megfelelően a mintát  $\alpha, \beta, \gamma$  Euler-szögekkel elforgatva jutunk különböző orientációkhoz. Itt három alkalmazott mintaorientációt láthatunk: (b) esetben RD $\parallel$ Z, (c) esetben TD $\parallel$ Z, (d) esetben pedig RD 45°-os szöget zár be Z-vel, ezek jelölése rendre "RDZ", "TDZ" és "RD45Z".

A mintaorientációk jelölése az egyes mérések során a labor Z tengelyének és a minta valamely irányának egymáshoz viszonyulásán alapul: "RDZ" esetén a minta RD iránya párhuzamos Z tengellyel, "TDZ" esetben TD  $\parallel$  Z és "RD45Z" esetén RD 45°-os szöget zár be Z-vel. A bejövő nyaláb mindhárom esetben  $\omega=15^\circ$ -os szöget zárt be a minta felületével, az egyes mintaorientációkat leíró  $\alpha, \beta, \gamma$  Euler-szögek pedig az ábrákon láthatók. A textúraparaméterek meghatározásakor a 23%-os mértékben deformált Ti mintánál mindhárom orientációt alkalmaztam, a kiindulási állapotnál "RDZ" és "TDZ" orientációkat használtam, míg a többi minta (2% és 10%) esetén megelégedtem egyetlen, az "RDZ" jelölésnek megfelelő méréssel. Néhány ilyen, a textúraparaméterek meghatározásához használt IP képet mutat a 4.17. ábra.

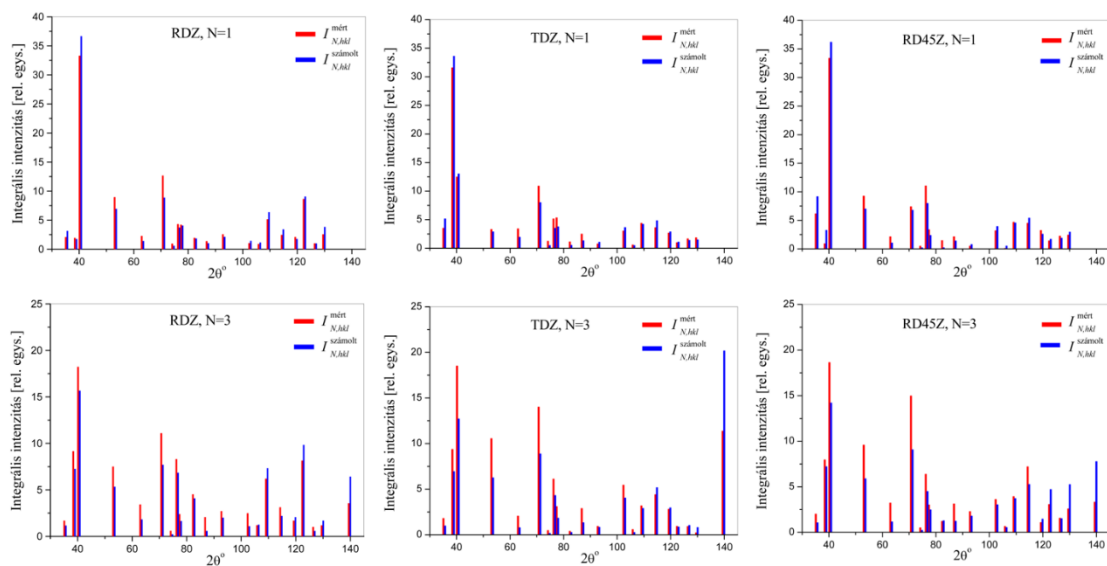


**4.17. Ábra.** Néhány, a textúraparaméterek meghatározásához használt, IP detektorral mért diffrakciós kép és a hozzá tartozó, az optimalizált textúraparaméterek alapján számolt elméleti diffrakciós kép a 4.16. ábrán jelölt különböző mintaorientációknak megfelelően. A paraméterek meghatározásához az IP képek öt vízszintes csíkra lettek felosztva, amelyek  $N$  sorszámozása az ábrákon lentől felfelé nő.

A mért diffrakciós képeket öt keskeny, egyenlő méretű vízszintes sávra osztottam fel, ahogy az az ábrákon is látszik. Az intenzitáseloszlást az azimut szög mentén, az egyes sávok tartományán belül integrálva megkapjuk a diffrakciós patterneket az egyes sávokra. Ezekre a patternekre az egyes  $hkl$  csúcsok integrális intenzitását véve pedig megkapjuk az  $N$ . sáv  $hkl$  diffrakciós csúcsainak  $I_{N,hkl}^{\text{mért}}$  intenzitásait. Az X-TEX szoftver a 4.2. fejezet (v). pontjában részletezett módon egy Monte-Carlo algoritmussal változtatja a textúra paramétereit és ezekkel a paraméterekkel kiszámítja a  $hkl$  csúcsok  $I_{N,hkl}^{\text{számolt}}$  elméleti intenzitásait minden egyes sávra. Az algoritmus az optimális textúraparaméterek meghatározásához a (4.34) egyenlettel definiált SSR reziduális négyzetösszeget minimalizálja. A 4.17. ábrán a mért diffrakciós képek mellett az optimalizált textúraparaméterekkel számolt elméleti IP képek is ábrázolva vannak, melyeket a 4.2. fejezet (ii). pontjában ismertetett módon számol ki az X-TEX szoftver. A különböző IP képeket szemügyre véve láthatjuk, hogy az anyag textúrája miatt a különböző mintaorientációkkal mért diffrakciós képek mennyire eltérőek, a DS-gyűrűk erősségei egymáshoz képest is teljesen mások, és a gyűrűk menti intenzitásváltozásaik is eltérőek. Láthatjuk azt is, hogy az elméleti intenzitáseloszlás jól egyezik a mérttel, ami nemcsak a különböző orientációk esetében mutatkozik meg, de az egyes gyűrűk menti intenzitásváltozások is jól követik a mért adatokat. A textúra szempontjából fontos megjegyezni, hogy a kiindulási állapot és a 23%-os deformációjú minta RDZ orientációjú IP képeit összehasonlítva megfigyelhetjük, hogy azok nagyon hasonlóak, de néhány gyűrű esetén észrevehető eltérések, aminek oka a nagyon hasonló, ámde mégsem teljesen megegyező textúra, ahogy azt a mért pólusábrák esetén is láttuk a 4.13. és 4.14. ábrákon. Később megmutatom, hogy ezeknek az eltéréseknek nagy jelentősége van a diffrakciós csúcsok textúrakomponensenkénti szétválasztásakor. Néhány egyéb dolog, amit a 4.17. ábrával kapcsolatban érdemes megjegyezni: 1) A kiindulási állapot és 23% RDZ orientációnak megfelelő mért diffrakciós képek összehasonlításán látszik a deformáció okozta vonalszélesedés, míg az elméleti képeken ez nem látható, mivel a gyűrűk "vastagsága" itt egyforma, a 4.2. fejezet (ii). pontjában részletezett módon. 2) A kiindulási állapot IP képén a gyűrűkön belül megfigyelhetőek intenzitás "pöttyök", "foltok", aminek oka az előzetes hőkezelés hatásaként jelentkező nagy, disztorziómentes szemcsék jelenléte ebben a mintában. 3) Az IP-k széle felé függőleges irányban látható, hogy a gyűrűk erősen kiszélesednek. Ez egy instrumentális jelenség, ami a rövid minta-detektor távolság és a mintára eső röntgennyaláb nagy függőleges kiterjedése miatt

jelenik meg. Ez az instrumentális jelenség nincs hatással a vonalprofil mérésekre, mert ott nagyobb minta-detektor távolságot alkalmaztam és az IP képeknek is csak azt a középső, keskeny szakaszt használtam a vonalprofilok meghatározásához, ahol ez a jelenség elhanyagolható mértékű.

A 4.17. ábra kvalitatívan megmutatja, hogy a mért és az elméleti diffrakciós képek mennyire jól egyeznek, ami jól demonstrálja az X-TEX módszer textúraparaméter meghatározó funkciójának hatékonyságát. A kvalitatív összehasonlításon túl a 4.18. ábrán láthatunk néhány példát az  $I_{N,hkl}^{\text{mért}}$  mért és az  $I_{N,hkl}^{\text{számolt}}$  elméleti integrális intenzitások összehasonlítására is. Ezen az ábrán az IP szélét ( $N=1$ ) és az IP közepét ( $N=3$ ) jellemző sáv van bemutatva mindhárom orientációban (RDZ, TDZ és RD45Z) a 23%-os Ti mintára. Itt is jól látható a textúra azon hatása, hogy a különböző mintaorientációk esetén mennyire más az egyes diffrakciós csúcsok erőssége, a teljes patterneket tekintve nagyon eltérő mintázatok rajzolódnak ki. Az ábrák azt mutatják, hogy a mért és a számolt intenzitások mind tendenciájukban, mind értékeikben jó egyezést adnak.



**4.18. Ábra.** A 4.17. ábrán mutatott DS-gyűrűk  $I_{N,hkl}^{\text{mért}}$  (piros oszlopok) és  $I_{N,hkl}^{\text{számolt}}$  (kék oszlopok) integrális intenzitásainak összehasonlítása a 23%-os Ti minta esetén, az RDZ, TDZ és RD45Z jelöléseknek megfelelő mintaorientációkban az  $N=1$  és  $N=3$  sorszámú sávokra.

Az eltérések oka abban keresendő, hogy egyrészt az X-TEX módszerben a textúrát csak közelítjük, másrészt az optimalizáció során néhány megkötést alkalmaztam a paraméterekre vonatkozóan, harmadrészt a három különböző mintaorientációjú diffrakciós mérés egyidejűleg lett figyelembe véve a textúraparaméterek

optimalizálásakor, melyek esetén más volt a mért mintafelszín, és ezeken a különböző helyeken valamelyest más lehet a lokális textúra.

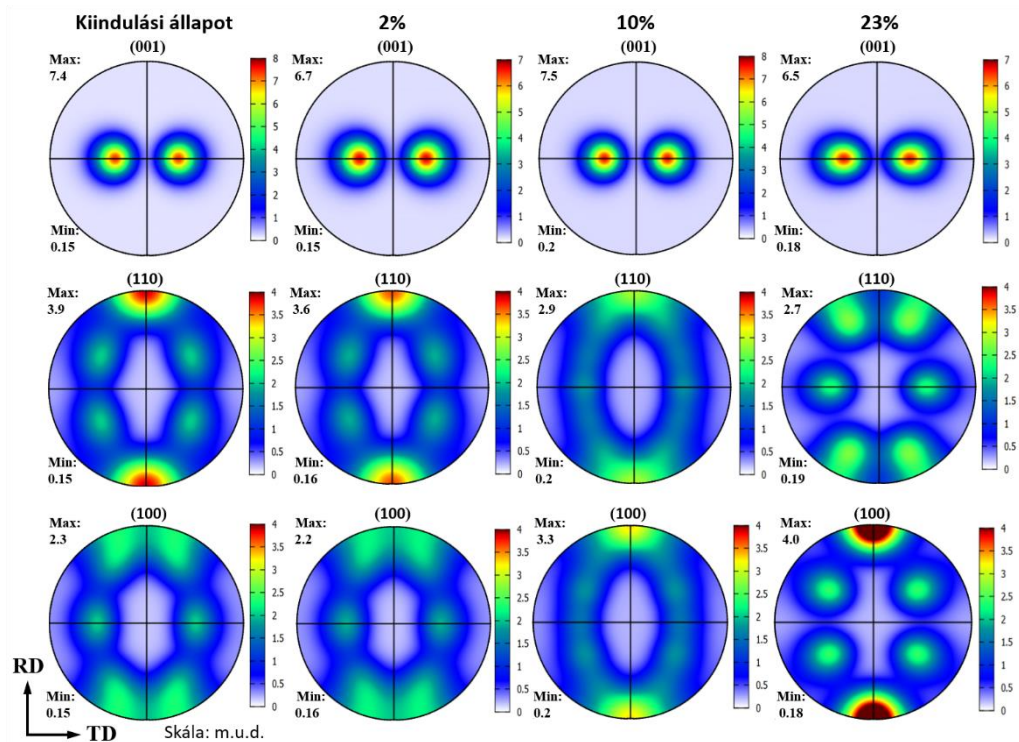
Az titán minták textúráit leíró paraméterek optimalizált értékei a 4.1. táblázatban találhatóak. A paraméterek meghatározásakor a két fő textúrakomponens (a bazális pólusok dőlésének megfelelően az egyiket pozitív  $\Phi$ , a másikat negatív  $\Phi$  jelzi) ideális orientációit leíró  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$  Euler-szögeket a hagyományos textúramérések, azaz a 4.13. és 4.14. pólusábrák alapján állapítottam meg, hiszen ezek az ábrákról jól és pontosan leolvasható értékek. A térfogati hányadok és az FWHM értékeket pedig a diffrakciós mérések alapján, az X-TEX szoftver textúraparaméter optimalizáló algoritmusával határoztam meg. A textúra pontosabb jellemzése miatt a két fő textúrakomponenst felosztottam további két-két alkomponensre, amely lehetőséget a szoftver specifikációját leíró 4.2. fejezetben részleteztem. A MC optimalizáló algoritmus során olyan megkötést alkalmaztam, hogy a két fő textúrakomponens  $f$  térfogati hányadai és a szögkiterjedésüket leíró FWHM értékei egyenlőek legyenek a két komponensben ugyanazon minta esetén. Ezek a megkötések a pólusábrák alapján indokoltak, azokon látható, hogy mind a két fő textúrakomponens pólusainak erőssége, mind szögkiterjedésük azonos mértékűnek tekinthető a statisztikai ingadozásokon belül. A táblázatban fel van tüntetve a random textúrakomponenshez tartozó kristályszemcsék  $f^r$  térfogati hányada is (értelemszerűen a random komponensnél nincs értelme az Euler-szögekről és az FWHM értékről beszélni).

mintadarab	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	$f$	$f^r$	FWHM
kiindulási áll.	90°	$\pm 36^\circ$	20°, 40°	0.425	0.15	0.57
2%	90°	$\pm 38^\circ$	20°, 40°	0.425	0.15	0.60
10%	90°	$\pm 36^\circ$	0°, 30°	0.4	0.20	0.55
23%	90°	$\pm 30^\circ, \pm 45^\circ$	0°	0.41	0.18	0.55

**4.1. táblázat.** A minták textúráját jellemző paraméterek értékei, azaz a fő textúrakomponensek ideális orientációinak  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  and  $\varphi_2$  Euler-szögei, a fő textúrakomponensek  $f$  térfogati hányada, a random komponens  $f^r$  térfogati hányada és a fő textúrakomponensek szögkiterjedését jellemző FWHM értékek a kiindulási állapotú és a különböző mértékben nyújtott Ti minták esetén. A két fő textúrakomponens (egyiket pozitív  $\Phi$ , a másikat negatív  $\Phi$  jelöli) további két-két textúra alkomponensre lett osztva a textúra pontosabb jellemzése céljából.

Az EBSD és röntgendiffrakciós mérések alapján meghatározott és optimalizált, a 4.1. táblázatban felsorolt textúraparaméterekkel számolt pólusábrák láthatók a 4.19. ábrán. Megfigyelhetjük, hogy az X-TEX szoftverrel számolt és az EBSD-vel mért 4.13. és 4.14. pólusábrák jó egyezésben vannak egymással minden minta esetén, mind a

kirajzolódó mintázatok, mind a pólusintenzitások erősségei nagyon hasonlóak. Az is látható, hogy a pólusintenzitások maximális értékei 80-90% fölötti egyezést mutatnak a mért és számolt esetben, ami jól demonstrálja azt, hogy az X-TEX módszerben néhány egyszerű paraméter segítségével modellezett textúra is hatékonyan képes jellemezni az anyag valós kristálytani textúráját.



**4.19. Ábra.** A kiindulási állapotú és a különböző mértékben nyújtott titán próbatestek számolt (001), (110) és (100) pólusábrái a 4.1. táblázatban található textúraparaméterek alapján.

#### 4.3.5. Diffrakciós mérések vonalprofil analízis céljából

A textúra ismeretében a textúrakomponenseknek megfelelő, célzott vonalprofil mérések tervezhetők. Az X-TEX módszer tesztelése céljából a titán minták vonalprofil analíziséhez kétféle röntgendiffrakciós mérési sorozatot terveztem meg annak megfelelően, hogy a diffrakciós csúcsok  $\chi$  értékei alacsonyabbak vagy magasabbak. Ezen diffrakciós mérések során nagyobb, 300 mm-es minta-IP detektortávolságot alkalmaztam (szemben a textúraparaméterek meghatározásához használt 100 mm-es távolsággal) a nagyobb szögfelbontás és az elhanyagolható mértékű instrumentális vonalszélesedés elérése érdekében. A nagy szögfelbontás növeli egy  $hkl$  csúcs esetén a mérési pontok számát, az instrumentális korrekció kiküszöbölése pedig egy további, nem az anyag

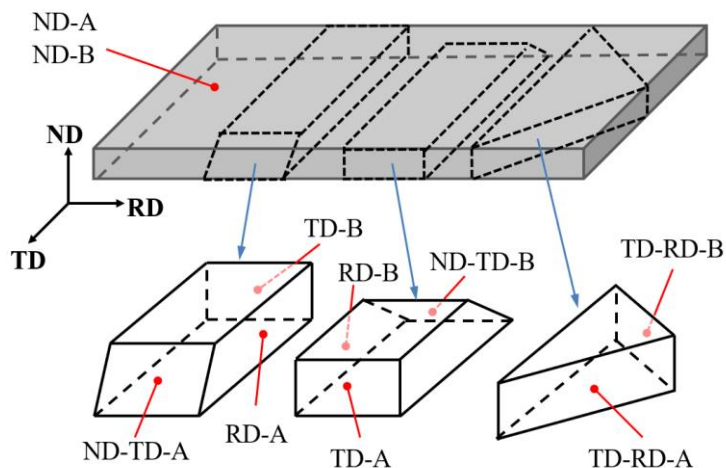
mikroszerkezetével kapcsolatos jelenségtől mentesíti a kiértékeléseket, ezek által a mikroszerkezeti eredmények pontosságát növelhetjük.

Az egyik mérési sorozatban a diffrakciós csúcsok magas  $\chi$  értékeinek elérése volt a cél, vagyis az, hogy a csúcsok intenzitásjáruléka a vizsgált textúrakomponenstől nagy legyen. Ez természetesen általában több, különböző mintaorientációval végrehajtott diffrakciós mérést igényel, hiszen egy adott orientáció esetén általában csak néhány csúcs  $\chi$  értéke magas. Legideálisabb esetben, a maximálisan elérhető  $\chi$  értékek érdekében minden egyes textúrakomponens minden egyes  $hkl$  csúcsára a 4.2 fejezet (iv). pontjában részletezett szkennelő funkcióval elvégzett optimális mintaorientáció keresés elvégzendő. Ez azonban csak abban az esetben célszerű, ha valamelyik egyprofilos technikát szeretnénk alkalmazni a mikroszerkezet meghatározásakor, vagy szinkrotronos mérések esetén, ahol az expozíciós idő rövideje miatt (általában néhány szekundum) sok diffrakciós csúcs is mérhető rövid idő alatt. Itt azonban a diffrakciós csúcsok vonalprofil analízise során a CMWP eljárást használtam, ami egy többprofilos módszer, ahol minél több  $hkl$  csúcsot szeretnénk kiértékelni egyidejűleg, az expozíciós idő pedig az alkalmazott kísérleti berendezéssel napokban mérhető. Ebben az esetben túlzottan sok időt venne igénybe, ha minden textúrakomponens minden egyes  $hkl$  csúcsát egyesével szeretnénk mérni a maximális  $\chi$  értékek elérése érdekében. Ezért ezeknél a méréseknél nem a maximális, de még mindig nagyon magas  $\chi$  értékek elérése volt a célkitűzés elfogadható számú diffrakciós mérés mellett.

A másik mérési sorozatban pedig az volt a cél, hogy egy kompromisszumos megoldásként a lehető legkevesebb diffrakciós mérést hajtsam végre amellet, hogy a csúcsok  $\chi$  értéke alacsonyabb, de még mindig elfogadható mértékű legyen. A kétféle megközelítéssel kapott eredmények összehasonlítása majd alkalmat ad annak vizsgálatára, hogy az X-TEX módszerrel elvégzett egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetének meghatározása mennyire érzékeny a csúcsok  $\chi$  értékének nagyságára.

Az egyes röntgendiffrakciós vonalprofil mérések alkalmával különböző mintaorientációkat alkalmaztam, melyek során a minták különböző felületeit mértem. Az egyes mérések során mért mintafelületek jelöléseit mutatja a 4.20. ábra. A felületek a minta ND, RD és TD irányai szerint vannak elnevezve, például az ND felület az ND irányra merőleges felületet jelöl, és így tovább. A mért felület megadása még nem jellemzi teljesen a mérések során alkalmazott mintaorientációt, de a továbbiakban az egyszerűség kedvéért ezeket a jelöléseket használom a mérések jelölésére, a mérésekhez

tartozó pontos mintaorientációkat leíró Euler-szögek megtalálhatók a 4.2. táblázatban. A felületek elnevezésének végén az "A" és "B" jelölés olyan mérési párokat jelöl, amelyek szimmetrikusak a textúra szempontjából, vagyis a két esetben a két textúrakomponens felcserélődik. Ezekkel a mérési párokkal elérhetjük, hogy ugyanaz a  $hkl$  diffrakciós csúcs az "A" mérés során az egyik, míg a "B" mérés során a másik fő textúrakomponenstől származó legyen.



**4.20. Ábra.** A vonalprofil mérésekhez használt mintafelületek elnevezései. Ezen felületek mérésekor alkalmazott mintaorientációt leíró Euler-szögek a 4.2. táblázatban találhatóak. Az "A" és "B" jelölés olyan mérési párokat jelent, amelyek szimmetrikusak a két fő textúrakomponensre. Az ND-A és ND-B az alacsonyabb  $\chi$  értékű mérések során lett alkalmazva az összes minta esetén, ezek ugyanazon ND felülethez tartozó két különböző orientációjú mérést jelölnek. A 23%-os mintából magasabb  $\chi$  értékű mérések kivitelezése céljából három kisebb darabot vágtam ki a lemezből, ezáltal konvencionális felületeken túl ferde felületek is elérhetővé váltak a mérések során.

A 23%-os minta esetén a mintából három kisebb darabot is kivágtam az ábrán látható módon, ezáltal a konvencionális ND, TD és RD felületeken túl egyéb, "ferde" felületek is elérhetővé váltak a diffrakciós mérések elvégzéséhez. Ez a módszer általánosan nézve további lehetőséget ad arra reflexiós üzemű diffrakciós berendezéseknél, hogy nagyobb  $\chi$  értékekkel rendelkező diffrakciós csúcsokat mérjünk abban az esetben, ha a hagyományos mintafelületek valamely  $hkl$  csúcsra nem tudnak kellően magas  $\chi$  értéket szolgáltatni. Az ilyen ferde felületek esetén alkalmazott jelölések (ND-TD és TD-RD) azt jelentik, hogy a vágott felület  $45^\circ$ -os szögben dől a két említett felülethez képest. Megjegyzem, hogy a transzmissziós módban működő szinkrotronoknál a helyzet egyszerűbb, a nyáláb áthatol a mintán, ezért nincs szükség különböző mintafelületekre, elegendő a minta orientációját figyelembe venni. A 4.2. táblázatban található Euler-szögek meghatározását a továbbiakban részletesen tárgyalom.



Az alacsonyabb  $\chi$  értékű méréseket az ND-A és ND-B mérések jelentik mind a négy titán minta (kiindulási állapot, 2%, 10%, 23%) esetén, míg a magasabb  $\chi$  értékű méréseket csak a 23%-os mértékben nyújtott mintadarabon, annak a 4.2. táblázatban szereplő további nyolc felületén hajtottam végre. Így az alacsonyabb  $\chi$  értékű mérésekkel megfigyelhetjük az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetének fejlődését a deformáció során, míg a 23%-os minta magasabb és alacsonyabb  $\chi$  értékű méréseinek összevetése alkalmas arra, hogy a módszer mennyire érzékeny a  $\chi$  paraméterre.

mért mintafelület	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
ND-A	-15°	-90°	0°
ND-B	-15°	-90°	180°
ND-TD-A	-32°	-45°	90°
ND-TD-B	-32°	-45°	-90°
RD-A	-130°	-45°	90°
RD-B	50°	45°	90°
TD-RD-A	37°	79°	-45°
TD-RD-B	-143°	-101°	45°
TD-A	78°	51°	0°
TD-B	-102°	-51°	0°

**4.2. táblázat.** A 4.20. ábrán jelölt mintafelületek röntgendiffrakciós vonalprofil mérései során alkalmazott mintaorientációk Euler-szögei. Az ND-A és ND-B mérések tartoznak az alacsonyabb, a többi pedig a magasabb  $\chi$  értékű mérésekhez.

Tekintsük először az alacsonyabb  $\chi$  értékű méréseket. Ezek az ND-A és ND-B méréseket jelentik minden minta esetén. Az ezeknek a méréseknek megfelelő mintaorientációt valójában már a textúraparaméterek meghatározásakor is láthattuk a 4.16. (b) ábrán. A mért felület az ND-A és ND-B méréseknél ugyanaz az ND felület, a különbség csak annyi közöttük, hogy a minta RD iránya az ND-A esetben a laborban felfelé, ND-B esetben lefelé mutat. Jelöljük a két fő textúrakomponenst a továbbiakban #1 (pozitív  $\Phi$ -hez tartozó) és #2 számozással (negatív  $\Phi$ -hez tartozó). Az ND-A és ND-B mérések esetén az #1 és #2 textúrakomponens felcserélődik, ezáltal azok a  $hkl$  diffrakciós csúcsok, amelyek az ND-A esetben az #1-es komponenshez tartoznak, az ND-B esetben a #2-es komponenshez fognak tartozni. Ekképpen ugyanazon  $hkl$  csúcsok lettek mérve mindkét fő textúrakomponenshez, ami javítja az két komponens összehasonlíthatóságát. Ha pedig valamelyik csúcs a random komponensből származik, akkor mindkét, ND-A és ND-B esetben is tőle származik. Példaként a 4.3. táblázatban láthatjuk az egyes  $hkl$

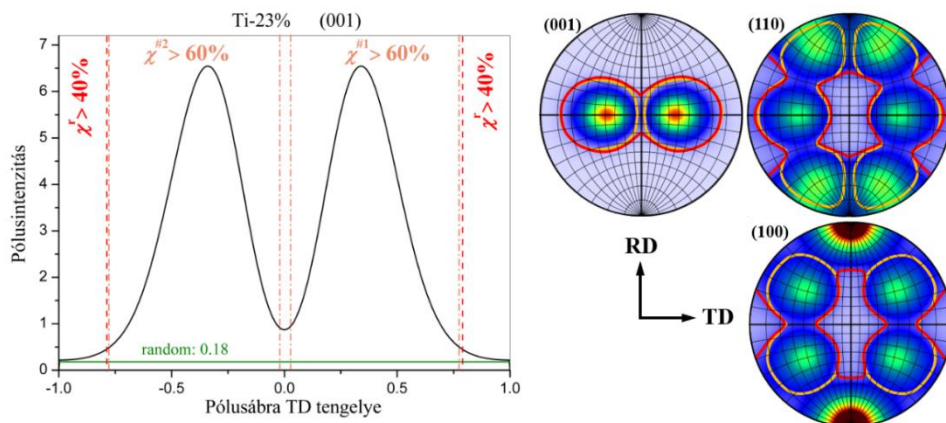
csúcsok  $\chi$  értékeit az #1, #2 és a random textúrákomponensre a kiindulási állapotú és a 23%-os Ti minták esetén.

<i>hkl</i>	kiindulási állapotú minta			23% mértékben deformált minta		
	$\chi^{\#1}$ [%]	$\chi^{\#2}$ [%]	$\chi^r$ [%]	$\chi^{\#1}$ [%]	$\chi^{\#2}$ [%]	$\chi^r$ [%]
100	0.7	2.4	<b>96.8</b>	0.8	2.1	<b>97.1</b>
002	<b>66.5</b>	15.2	18.2	<b>65.3</b>	16.7	18.1
101	17.7	59.1	23.2	20.6	44.8	34.6
102	34.2	57.5	8.3	41.9	44.8	13.3
110	0.02	19.7	<b>80.3</b>	0.03	44.7	<b>55.3</b>
103	<b>73.6</b>	16.1	10.3	<b>73.4</b>	13.8	12.8
200	0.0	50.8	<b>49.1</b>	0.01	28.6	<b>71.4</b>
112	1.6	<b>79.7</b>	18.7	1.9	<b>83.7</b>	14.4
201	0.03	<b>78.9</b>	21.0	0.1	51.1	<b>48.8</b>
004	<b>97.4</b>	0.01	2.6	<b>96.5</b>	0.02	3.5
202	0.2	<b>86.4</b>	13.4	0.8	<b>62.6</b>	36.6
104	<b>90.1</b>	0.7	8.5	<b>89.2</b>	0.8	10.0
203	3.1	<b>64.9</b>	32.0	5.5	39.9	<b>54.6</b>
210	0.0	<b>81.5</b>	18.6	0.0	<b>85.1</b>	15.0
211	0.0	<b>83.1</b>	16.9	0.0	<b>84.9</b>	15.1
114	57.9	3.7	38.3	53.0	7.0	<b>40.1</b>
212	0.1	<b>75.6</b>	24.3	0.1	<b>78.2</b>	21.7
105	<b>94.5</b>	0.01	5.5	<b>93.1</b>	0.01	6.9
204	53.9	4.1	<b>42.0</b>	50.0	2.6	<b>47.4</b>
300	0.0	<b>92.3</b>	7.7	0.0	<b>67.8</b>	32.2
213	9.6	38.0	<b>52.4</b>	7.7	50.2	<b>42.2</b>

**4.3. táblázat.** A két fő textúrákomponens (#1 a pozitív  $\Phi$ -hez tartozó, #2 a negatív  $\Phi$ -hez tartozó) és a random (r) textúrákomponens  $\chi$  értékei az egyes *hkl* diffrakciós csúcsokra a kiindulási és a 23%-os minta esetén az ND-A mintaorientációjú mérés során. A vastagított értékek jelölik, hogy a *hkl* csúcs mely textúrákomponenstől származónak van tekintve, melynek kiválasztása a  $\chi_0^{\#1,\#2} = 60\%$  és  $\chi_0^r = 40\%$  küszöbértékeknek megfelelően történt. Azok a csúcsok, amik nem teljesítik ezt a kritériumot, kevert csúcsoknak tekintendők.

Ezek a  $\chi$  értékek a mintaorientációk ismeretében az X-TEX szoftverrel lettek kiszámolva a 4.2. fejezet (iii) pontja alapján. A táblázatban csak az ND-A mérés eredményei láthatók, az ND-B esetben ugyanis csak annyi a különbség, hogy a  $\chi$  értékek felcserélődnek #1 és #2 esetén, míg a random komponenshez tartozó értékek ugyanazok maradnak a korábban említetteknek megfelelően. Vessünk egy pillantást a táblázatban szereplő értékekre. Ezen  $\chi$  értékek alapján kell eldöntenünk, hogy egy *hkl* diffrakciós csúcsot melyik textúrákomponenstől származónak tekintjük. Látható, hogy  $\chi$  értéke egyik esetben sem éri el a 100%-ot, nem beszélhetünk tökéletesen "tisztá" diffrakciós csúcsokról. A csúcsok többnyire valamelyik textúrákomponenstől származnak, de valamennyi intenzitásjáruléka mindig van a többi textúrákomponensnek is. Emiatt önkényesen választanunk kell egy  $\chi_0$

küszöbértéket, ami fölött az adott csúcsot valamelyik textúrakomponenshez rendeljük. Jelen esetben a két fő textúrakomponensnél  $\chi_0^{\#1,\#2} = 60\%$ -os, míg a random komponens esetén  $\chi_0^r = 40\%$ -os küszöbértéket választottam. Ezen határértékek fölötti  $\chi$  értékek a táblázatban vastagított számokkal vannak kiemelve, és ennek megfelelően társítjuk a csúcsokat a textúrakomponensekhez. Van néhány olyan csúcs, amely nem tesz eleget a kritériumoknak, ezeket kevert csúcsoknak tekintjük. Értelemszerűen minél "tisztább" diffrakciós csúcsokat szeretnénk kapni, annál magasabb  $\chi_0$  küszöbérték megválasztása a célszerű. A random komponenshez rendelt 40%-os küszöbérték emiatt túl kicsinek tűnhet, nem szabad azonban elfeledkeznünk  $\chi$  fizikai jelentéséről. Ez az érték nem azt jelenti, hogy a vizsgált diffrakciós csúcshoz intenzitásjórulékot szolgáltató kristályszemcsék térfogati hányadának 60%-a a fő textúrakomponenshez, 40% pedig a random komponenshez köthető, hanem olyan módon orientált szemcséktől származó szórt intenzitást jelent, amik esetén a fő textúrakomponens szögkiterjedését leíró Gauss-eloszlás és a random eloszlás konstans értékének aránya 60:40. Ennek magyarázatát mutatja szemléletesen a 4.21. ábra, ahol példaként a 23%-os minta pólusábráit és a (001) pólusábra egydimenziós metszetét láthatjuk a TD tengely mentén, valamint a fő és random komponens  $\chi_0$  küszöbértékeinek megfeleltethető határvonalakat.



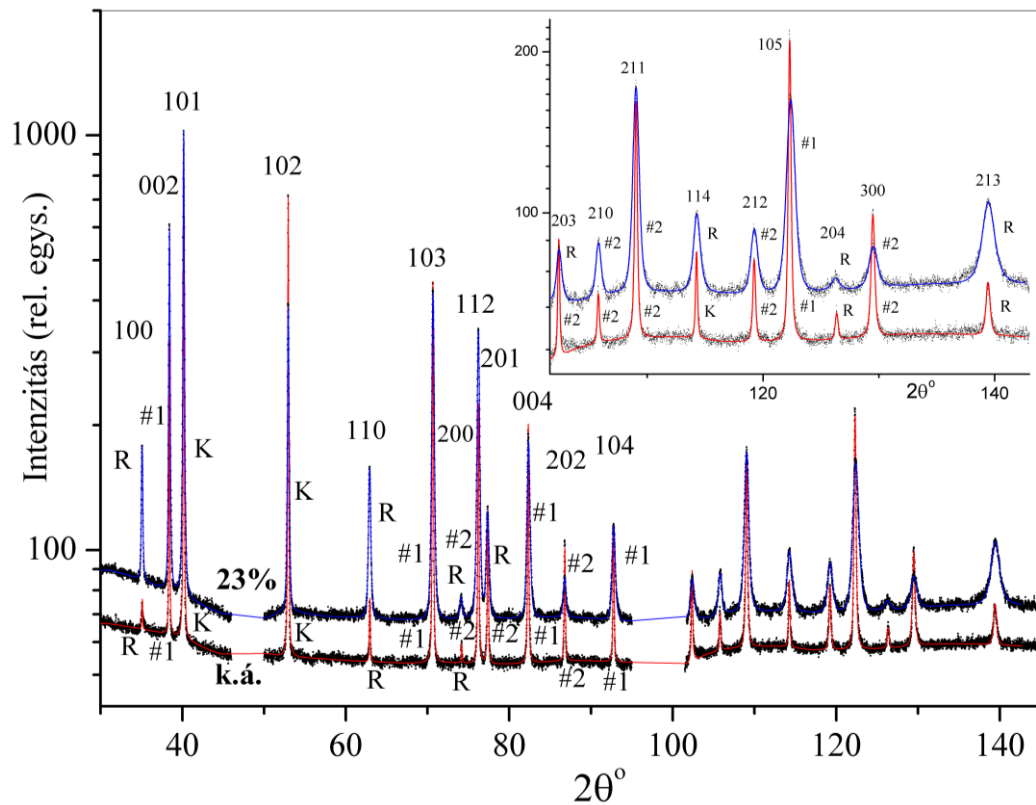
**4.21. Ábra.**  $\chi_0$  küszöbértékek szemléltetése a fő és a random textúrakomponensekre,  $\chi_0^r = 40\%$  és  $\chi_0^{\#1,\#2} = 60\%$  választással. A (001), (110) és (100) pólusábrákon narancs színű vonal jelzi a fő, piros vonal pedig a random komponens küszöbértékéhez tartozó határvonalat. A (001) pólusábra TD menti metszetét nézve szintén láthatók ezek a határok. Az ábrákon megfigyelhető, hogy  $\chi_0^r = 40\%$  megválasztása esetén olyan szemcséket tekintünk a random komponenshez tartozónak, amelyek több, mint  $30^\circ$ -os dőlésben vannak a fő textúrakomponensek pólusmaximumaitól.

Az egydimenziós metszet különösen jól szemlélteti a Gauss- és a konstans függvények értékeit, ahol a Gauss-függvények a két fő textúrakomponenst, a konstans függvény pedig

a random komponenszt írják le. Abban az esetben beszélhetünk éppen  $\chi^r = 40\%$  értékről, ha a Gauss- és konstans függvény értékeinek aránya 60:40. Ebben az esetben az adott szemcse orientációja olyan, hogy a (001) pólus több, mint 30°-os dőlésben áll a fő textúrakomponens pólusmaximumához képest. Figyelembe véve a fő textúrakomponens kiterjedésének mértékét, ez a 30° jelentős, és joggal mondhatjuk, hogy  $\chi^r > 40\%$  esetben olyan szemcséktől származik a szórt intenzitás, amik a random komponenshez rendelhetők. Talán még ennél is szemléletesebb, ha a pólusábrákat tekintjük a 4.21. ábrán. Az ábrákon narancs színű vonal jelzi a fő textúrakomponens  $\chi_0^{\#1,\#2} = 60\%$ , piros vonal pedig a random komponens  $\chi_0^r = 40\%$  küszöbértékéhez tartozó határvonalat. Ezek a határvonalak választják el a pólusábrán azokat a tartományokat, amelyeket a fő vagy a random komponenshez tartozónak tekintünk az alkalmazott küszöbértékek alapján. A pólusábrán egy 10°-os szögbeosztású Wulff-háló is fel van tüntetve, ezeken is jól megfigyelhető, hogy a random komponens határvonala minden esetben több, mint 30°-os szögtávolságra van a pólusmaximumoktól. Látható tehát, hogy az alkalmazott küszöbértékekkel igen jól sikerült elválasztani a random komponenszt a fő textúrakomponensstől, és a 40%-os küszöbérték a random komponensre jelen textúra esetén egyáltalán nem kicsi. A 4.3. táblázatban megfigyelhetjük azt is, hogy annak ellenére, hogy a kiindulási állapotú és a 23%-ban megnyújtott minta textúrája nagyon hasonló (pólusábráik hasonlóak), egyes csúcsok  $\chi$  értéke mégis jelentősen eltér a két esetben, és három csúcs is (201, 203 és 114) más besorolást kap.

A diffrakciós patterneket itt a CMWP módszer többfázisos módjával értékeltem ki a textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározása céljából olyan módon, hogy a patternben az egyes *hkl* csúcsokat a textúrakomponenseknek megfelelően csoportosítottam. Az ilyen csoportokat a CMWP eljárásban "fázisoknak" nevezzük. A textúrakomponensek természetesen nem fizikai értelemben vett különböző fázisok, de a diffrakciós pattern kiértékelése szempontjából ahhoz nagyon hasonlóak. A CMWP eljárás során ugyanazon fázishoz tartozó diffrakciós csúcsokat ugyanazok a mikroszerkezeti paraméterek írják le, így ez az eljárás alkalmas arra is, hogy az egyedi textúrakomponensek, mint kvázifázisok mikroszerkezete meghatározható legyen a csúcsok ilyen jellegű csoportosításával. A kiértékelés során a diffrakciós pattern egyes *hkl* diffrakciós csúcsait a 4.3. táblázat  $\chi$  értékei szerint rendelttem az egyes fázisokhoz aszerint, hogy azok mely textúrakomponenshez tartozónak lettek tekintve. A CMWP eljárás során a 3. fejezetben ismertetett, kombinált MC és ML algoritmust használó, saját

fejlesztésű programkódot használtam, ami a mikroszerkezeti paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit szolgáltatja. Az ND-A és ND-B mérésekhez tartozó diffrakciós patterneket egyidejűleg értékeltem ki, vagyis ugyanazok a mikroszerkezeti paraméterek jellemzik az ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartozó diffrakciós csúcsokat a két mérés esetében. A 4.22. ábrán láthatjuk a kiindulási állapotú és a 23%-os mértékben nyújtott minták ND-A méréséhez tartozó mért és elméleti diffrakciós patternjeit a  $hkl$  csúcsok textúrakomponensek szerinti hozzárendelésével. A mikroszerkezeti paraméterek eredményeit a következő fejezetben mutatom be.



**4.22. Ábra.** A kiindulási állapot (k.á.) és a 23%-os mértékben nyújtott minta ND-A mintaorientációjához tartozó mért (fekete pontok) és elméleti (folytonos vonalak) diffrakciós patternek, logaritmusos intenzitáskálán ábrázolva. A jelölések megmutatják, hogy egy  $hkl$  diffrakciós csúcs a két fő (#1 vagy #2) textúrakomponens valamelyikétől vagy a random (R) textúrakomponenstől származik-e, vagy kevertnek (K) tekintett. A jobb felső sarokban a pattern nagyobb szögű tartományának nagyítása látható.

Láttuk tehát, hogy mintánként mindössze két diffrakciós méréssel sikerült számos, elegendően nagy  $\chi$  értékű  $hkl$  csúcsot megmérnünk, de érdekes lehet megvizsgálni azt is, hogy milyen eredményeket kapunk, ha ennél magasabb  $\chi$  értékeket célzunk meg. Térjünk rá tehát a magasabb  $\chi$  értékű mérésekre, amelyeket a 23%-os mintán végeztem az ND-TD, RD, TD-RD és TD mintafelületeken, a mérések során

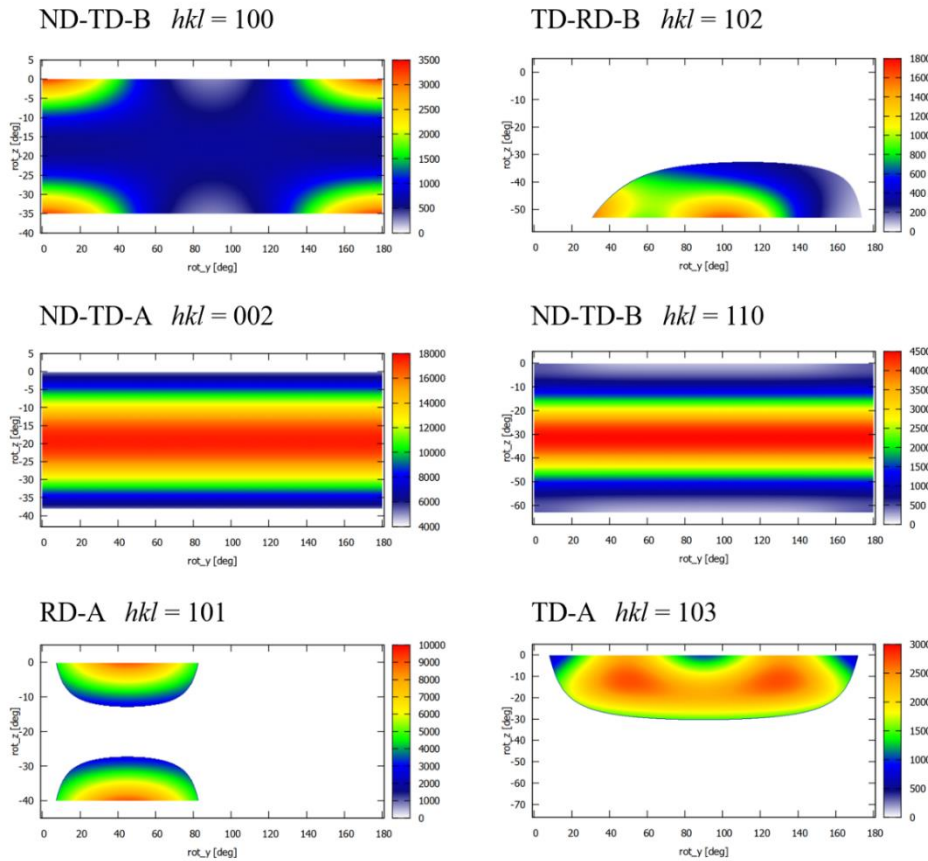
alkalmazott pontos mintaorientációk Euler-szögei a 4.2. táblázatban már szerepeltek. Ezeket az Euler-szögeket úgy határoztam meg, hogy megvizsgáltam, hogy az első hat diffrakciós csúcs (100, 002, 101, 102, 110 és 103) esetén milyen forgatási térképet ad az X-TEX módszer az egyes mintafelületekre a két fő textúrakomponensnél, a forgatási térképek alapján pedig megállapítottam a legalkalmasabb felületeket és a hozzá tartozó optimális mintaorientációkat, amelyeket a diffrakciós mérések során végül alkalmaztam. Ezt a vizsgálati módot a 4.2. fejezet (iv) pontjában részletesen tárgyaltam. Ezután a további *hkl* csúcsokra megvizsgáltam, hogy az alkalmazott mintaorientációkkal mekkora  $\chi$  értéke van az egyes csúcsoknak, és ha ez meghalad egy bizonyos  $\chi_0$  küszöbértéket több mérés során is, akkor kiválasztottam a legnagyobb értékűt, a vizsgált csúcsot pedig ebből a mérésből kapva vettem figyelembe a kiértékelés során. A random textúrakomponensnél szintén ezt a technikát alkalmaztam, minden *hkl* csúcsot minden mérésnél megvizsgálva a legnagyobb  $\chi$  értékűt választottam ki kiértékelés céljából. Azokat a *hkl* csúcsokat, amelyek egyik mérés során sem haladták meg a kívánt  $\chi_0$  küszöbértéket, nem tekintjük, kihagyjuk a kiértékelésből. Összehasonlításként az előző, alacsonyabb  $\chi$  értékű mérési sorozattal, itt magasabb,  $\chi_0^{\#1,\#2} = 75\%$  és  $\chi_0^r = 65\%$  alsó küszöbértékeket alkalmaztam, de látni fogjuk, hogy a legtöbb csúcs esetén ennél jóval magasabbak a  $\chi$  értékek. Az egyes felületekhez tartozó forgatási térképek készítéséhez először szükséges a minták forgatás előtti orientációit definiálni, amelyek Euler-szögei a 4.4. táblázatban láthatók.

mért mintafelület	$\alpha_0$	$\beta_0$	$\gamma_0$
ND-TD-A	0°	-45°	90°
ND-TD-B	0°	-45°	-90°
RD-A	0°	0°	0°
RD-B	0°	0°	180°
TD-RD-A	0°	0°	45°
TD-RD-B	0°	0°	-45°
TD-A	0°	0°	90°
TD-B	0°	0°	-90°

**4.4. táblázat.** Forgatási térképek készítéséhez használt, forgatás előtti mintaorientációk Euler-szögei az egyes mintafelületek esetén. Ezek olyan mintaorientációt jellemeznek, amelyben a vizsgálni kívánt felület párhuzamos a bejövő röntgennyalákkal ( $X$  tengellyel). A forgatási térképek ebből az orientációból indított,  $Y$  és  $Z$  tengely körüli mintaforgatások függvényében ábrázolt szórt intenzitásértékeket jelentenek.

Ezek a forgatás előtti orientációk olyanok, hogy a 4.16. (a) ábra szerinti,  $X \parallel TD$ ,  $Y \parallel RD$ ,  $Z \parallel ND$  módon definiált kiindulási mintaorientációból a 4.4. táblázatban megadott Euler-szögek szerint orientálva a mintát, a vizsgált mintafelület párhuzamos a beeső

röntgennyalábbal (vagyis az  $X$  tengellyel). A program ehhez a mintaorientációhoz viszonyítva  $Y$  és  $Z$  tengely körüli mintaforgatások során kiszámítja a diffrakciós csúcs intenzitásának nagyságát és a textúrakomponensekhez tartozó  $\chi$  értékeket is. A forgatási térképet az intenzitásértékek jelentik a két forgatási szög ( $rot\_Y$  és  $rot\_Z$ ) függvényében, értelemszerűen a mérések során minél nagyobb intenzitásérték elérése a cél. Meg kell adnunk egy  $\chi_0$  küszöbértéket is, amelyet figyelembe véve a szoftver a forgatási térképen csak a  $\chi > \chi_0$  kritériumnak eleget tevő intenzitásértékeket jeleníti meg, így szabályozhatjuk a nemkívánatos textúrakomponensek megengedett maximális intenzitásjárulékát. Az említett első hat diffrakciós csúcs esetén kiválasztott mintafelületek forgatási térképei láthatók a 4.23. ábrán az #1-es számozású textúrakomponensre. A #2-es számozású textúrakomponensre ugyanezen felületek érvényesek az "A" és "B" jelölések felcserélésével. Jelen esetben a  $Z$  tengely körüli forgatásoknál figyelembe kellett venni azt is, hogy azt korlátozza a vizsgált diffrakciós csúcs  $2\theta_B$  Bragg-szöge. Ugyanis, ha a Bragg-szögnél nagyobb  $Z$  tengely körüli mintaforgatást alkalmaznánk, akkor a vizsgált mintafelület beeső nyalábbal bezárt szöge meghaladná a Bragg-szöget, és így a szórt nyalábnak magán a minta tömbi anyagán kellene keresztül menni, ami figyelembe véve a nyaláb néhány száz mikronos behatolási mélységét és a minta milliméteres nagyságrendű vastagságát, nem lehetséges. Ezért az ábrán  $rot\_Z$  értékek csak a lehetséges szögtartományban vannak ábrázolva minden  $hkl$  esetén. Tekintsük példaként az ábrán a  $hkl=100$  csúcsot, ennek forgatási térképe az ND-TD-B felület esetén adja a legjobb eredményt. Látható, hogy a  $\chi_0$  küszöbértéket és a Bragg-szög ( $2\theta_{100} = 35^\circ$ ) miatti korlátozást is figyelembe véve  $(rot\_Z, rot\_Y) = (-35^\circ, 0^\circ)$  forgatásokkal kapjuk a legnagyobb intenzitású diffrakciós csúcsot (a többi maximumhely is alkalmas lehet, de technikai okok vagy ekvivalencia miatt nem azokat választottam). A mérés szögbizonytalansága miatt  $rot\_Z = -32^\circ$ -ot alkalmaztam, hogy biztosan elkerüljem azt, hogy a beeső nyaláb és mintafelület közti szög meghaladja a Bragg-szöget. Ezen mintaorientáció elérése egy  $Z$  tengely körüli forgatást jelent csak, ezért a 4.4. táblázatban ND-TD-B kiindulási Euler-szögei közül az  $\alpha$  szöghöz kell csak hozzáadnunk  $rot\_Z$  értékét, és ezzel megkapjuk a 4.2. táblázatban található Euler-szögeket.



**4.23. Ábra.** Az első hat  $hkl$  diffrakciós csúcs méréséhez használt mintafelületekhez tartozó forgatási térképek. A térképekről leolvashatók azok a  $rot_Y$  és  $rot_Z$  mintaforgatások, amelyeket alkalmazva a lehető legnagyobb szórt intenzitást érhetjük el az #1-es textúrakomponens esetén, miközben megfelelően megválasztott  $\chi_0$  küszöbértékekkel minimalizáljuk a többi textúrakomponens intenzitásjárulékát.

Hasonló megfontolásokkal, bármely  $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$  kiindulási orientációval és  $rot_Y$  és  $rot_Z$  forgatással jellemzett mintaorientáció megfeleltethető a 4.2. táblázatban szereplő  $\alpha, \beta, \gamma$  Euler-szögeknek. Vegyük észre, hogy a  $(rot_Z, rot_Y) = (-32^\circ, 0^\circ)$  forgatási párokkal beállított mintaorientáció a  $hkl=110$  diffrakciós csúcs esetén is jó eredményt ad az ND-TD-B felületet nézve, így ezzel a méréssel egyidejűleg mindkét diffrakciós csúcs megmérhető kellően nagy tisztasággal. Az egyes  $hkl$  csúcsok fő és random textúrakomponenshez tartozó  $\chi$  értékei a 4.5. táblázatban találhatóak, ahol fel van tüntetve a csúcsok mérése során alkalmazott mintafelület is. Azokat a csúcsokat, amelyek egyik felület esetén sem tudtak a  $\chi_0$  küszöbértéket meghaladó intenzitásjárulékot szolgáltatani, "-" szimbólum jelöli a táblázatban, ezeket a csúcsokat nem vesszük figyelembe a kiértékelés során. A 4.5. táblázatban megfigyelhetjük, hogy a  $\chi$  értékek átlagosan valóban magasabbak, mint a 4.3. táblázatban mutatott ND-A és ND-B jelölésű mérések esetén.

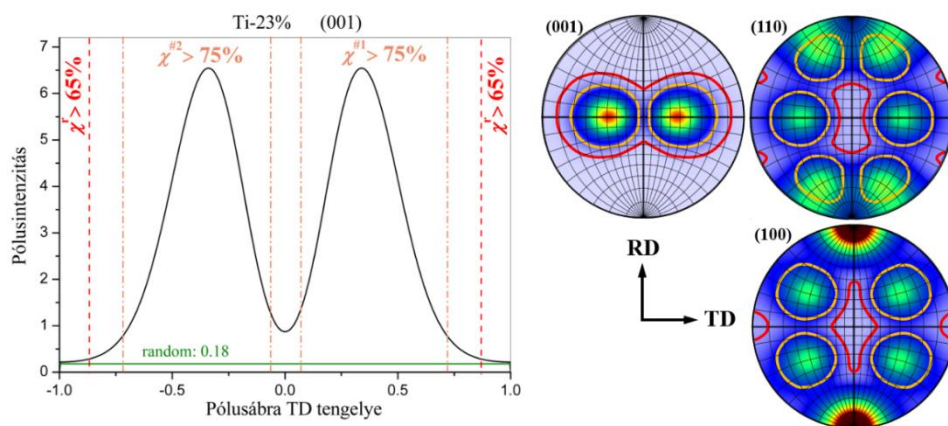


Az átlagos  $\chi$  érték a fő és random textúrákomponensre ott rendre 80% és 57% volt, míg jelen esetben 85% mind a fő, mind a random textúrákomponensre.

<i>hkl</i>	$\chi_{\#1,\#2}$ [%]	fő textúrákomponens		random textúrákomponens	
		mért felület #1-nél	mért felület #2-nél	$\chi_r$ [%]	mért felület
100	84.7	ND-TD-B	ND-TD-A	65.3	TD-A
002	95.2	ND-TD-A	ND-TD-B	99.9	RD-A
101	75.0	RD-A	RD-B	–	–
102	83.8	TD-RD-B	TD-RD-A	74.7	RD-B
110	91.1	ND-TD-B	ND-TD-A	–	–
103	83.5	TD-A	TD-B	99.3	RD-A
200	80.2	TD-B	TD-A	–	–
112	–	–	–	68.0	RD-B
201	78.1	TD-B	TD-A	–	–
004	96.1	ND-TD-A	ND-TD-B	97.3	TD-RD-B
104	91.2	ND-TD-A	ND-TD-B	71.8	TD-RD-B
210	82.7	TD-B	TD-A	–	–
211	79.1	TD-B	TD-A	–	–
114	85.6	TD-A	TD-B	86.3	RD-A
105	87.6	TD-A	TD-B	98.5	RD-A
204	79.9	TD-A	TD-B	–	–
300	91.5	ND-TD-B	ND-TD-A	–	–

**4.5. táblázat.** A magasabb  $\chi$  értékű diffrakciós mérésben az egyes *hkl* csúcsok fő és a random textúrákomponenseihez tartozó  $\chi$  értékei a 23%-ban nyújtott titán mintánál. A táblázatban a csúcsok mérése során alkalmazott mintafelület is fel van tüntetve.

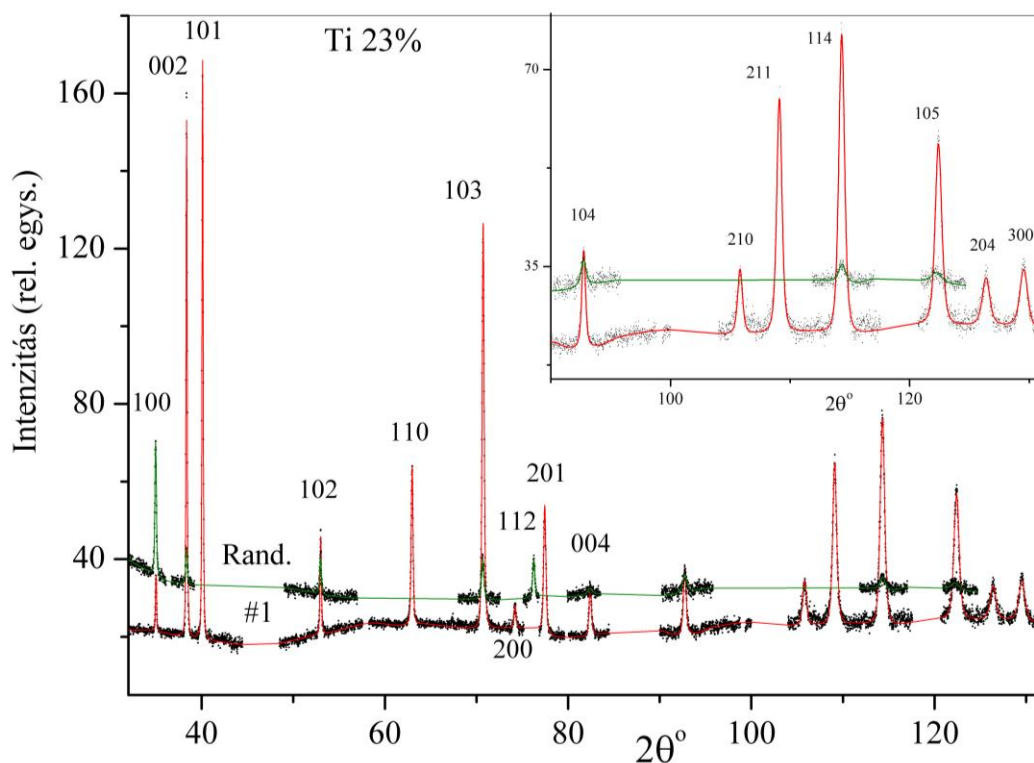
A 4.21. ábrához hasonlóan, a jelen esetben alkalmazott  $\chi_0^{\#1,\#2} = 75\%$  és  $\chi_0^r = 65\%$  küszöbértékekkel is megfigyelhetjük a pólusábrákat a 4.24. ábrán.



**4.24. Ábra.**  $\chi_0$  küszöbértékek szemléltetése a fő és a random textúrákomponensre,  $\chi_0^r = 65\%$  és  $\chi_0^{\#1,\#2} = 75\%$  választással. A (001), (110) és (100) pólusábrákon narancs színű vonal jelzi a fő, piros vonal pedig a random komponens küszöbértékéhez tartozó határvonalat. A (001) pólusára TD menti metszetét nézve szintén láthatók ezek a határok.

Az ábrán narancs és piros színű határvonalak jelölik ki azokat a tartományokat, amelyeket a fő vagy a random komponenshez tartozónak tekintünk az itt alkalmazott küszöbértékek alapján. Ez az ábra is jól mutatja azt, hogy itt a textúrakomponensek magasabb szintű szeparációját sikerült elérni.

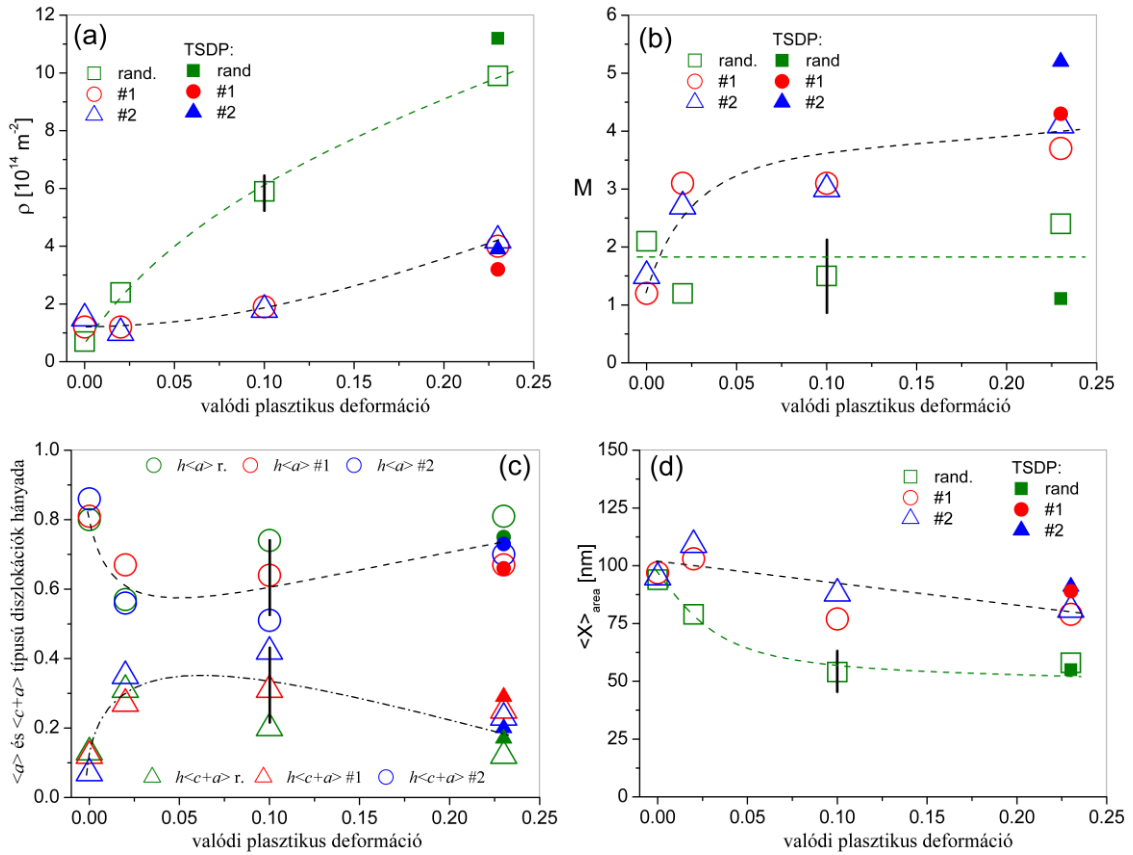
A diffrakciós mérések során kapott patternek csúcsait itt is a CMWP módszerrel értékeltem ki, de az alacsonyabb  $\chi$  értékű mérésekkel szemben itt nem a patterneken belüli  $hkl$  csúcsokat csoportosítottam különböző kvázifázisokba, hanem az egyes mérésekhez tartozó patternből a 4.5. táblázatnak megfelelően kivágtam, majd egy mesterséges patternben egyesítettem az ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartozó diffrakciós csúcsokat. Ezt a mesterséges pattern-t textúra specifikus diffrakciós patternnek (TSDP) nevezzük, mert a pattern összes csúcsa ugyanattól a textúrakomponenstől származik. A TSDP-eket a CMWP módszerrel hagyományosan kiértékelve megkapjuk az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetét jellemző paramétereiket. A 4.25. ábrán láthatjuk az #1-es számozású fő és a random textúrakomponens TSDP-jét. Az eredményül kapott mikroszerkezeti adatokat a következő fejezetben mutatom be.



**4.25. Ábra.** A 23%-os mértékben nyújtott minta #1-es fő és random textúrakomponensének textúra specifikus diffrakciós patternjei (TSDP). A fekete pontok a mért adatok, a folytonos vonalak CMWP módszerrel illesztett elméleti diffrakciós csúcsok. A jobb felső sarokban a pattern nagyobb szögű tartományának nagyítása látható.

#### 4.3.6. Mikroszerkezeti eredmények és diszkussziójuk

A 4.3.5. fejezetben ismertetett kétféle mérési sorozat (az egyik alacsonyabb, a másik magasabb  $\chi$  értékű diffrakciós csúcsokat képvisel) CMWP kiértékeléseinek eredményei a 4.26. ábrán láthatók.



**4.26. Ábra.** (a) A diszlokációsűrűség,  $\rho$ , (b) a diszlokáció elrendeződési paraméter,  $M$ , (c) az  $\langle a \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk hányada és (d) a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret,  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  a valódi plasztikus deformáció függvényében, külön-külön az #1 és #2 számozású fő és a random textúrákomponensekben. A nyitott szimbólumok jelölik a többfázisú kiértékelést, ahol a diffrakciós csúcsok alacsonyabb  $\chi$  értékűek, míg a kitöltött szimbólumok a 23%-os minta TSDP kiértékeléseinek eredményeit mutatják, amelyek a nagyobb  $\chi$  értékű méréseket reprezentálják. A szaggatott vonalak csupán szemvezető trendvonalak. A függőleges vonalak a paraméterek hibáit mutatják.

A kiértékelés során a mikroszerkezetet jellemző paraméterekkel leírt elméleti diffrakciós pattern-t illesztjük a mért patternhez egy WSSR minimalizáló eljárással, eredményül megkapva a mikroszerkezeti paraméterek optimalizált értékét. A kiértékelés során a 3. fejezetben ismertetett, kombinált MC és ML minimalizáló algoritmust használó, saját fejlesztésű programkódot használtam, ami a mikroszerkezeti paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit szolgáltatja. A mikroszerkezeti paraméterek ilyen módon kapott

eredményei textúrakomponensekre bontott ábrázolásban láthatók a 4.26. ábrán a valódi plasztikus deformáció függvényében. Az ábrán a nyitott szimbólumok jelölik a CMWP többfázisú módjával kiértékelt, alacsonyabb  $\chi$  értékű méréseket, amelyek eredménye megmutatja a textúrakomponensek mikroszerkezetének fejlődését a deformáció során. A kitöltött szimbólumok pedig a 23%-os minta TSDP eredményeit mutatják, amelyben a diffrakciós csúcsoknak magasabb a  $\chi$  értéke, azaz a csúcsok intenzitásjáruléka a vizsgált textúrakomponenstől magasabb, a többi komponens járuléka pedig kisebb. A TSDP sorozat eredménye a textúrakomponensek erősebb szeparációja révén lehetőséget ad a módszer  $\chi$  érzékenységének vizsgálatára.

A  $\rho$  diszlokációsűrűségek fejlődésében jelentős eltérést figyelhetünk meg a fő és a random komponensek között (4.26. (a) ábra). A kiindulási állapotban a diszlokációsűrűség mérési hibán belül egyforma minden textúrakomponensben. Növekvő deformációval a diszlokációsűrűség mindegyik textúrakomponensben megnő, azonban a random komponensben a növekedés jelentősen, mintegy háromszor nagyobb, mint a fő textúrakomponensekben, messze meghaladva a mérési hibát. A különbség a TSDP mérések esetében valamelyest még jobban megmutatkozik, azonban semmiképp sem számottevően. Ugyanez elmondható a többi mikroszerkezeti paraméter esetében is, a magasabb  $\chi$  értékű diffrakciós csúcsok mérésével sem kapunk szignifikánsan eltérő eredményeket. Mindez azt jelenti, hogy az X-TEX módszerben nem feltétlenül szükséges a lehetséges legmagasabb  $\chi$  értékek elérésére való törekvés. Ennél alacsonyabb  $\chi$  értékű, de még mindig megfelelő szeparációt jelentő mérések is alkalmasak a textúrakomponensek mikroszerkezete közötti különbségek feltárására.

A diszlokáció elrendeződési paraméter,  $M$ , minden textúrakomponensben, minden deformált állapotban 1 fölött van, ami azt jelzi, hogy a diszlokációk kevésbé árnyékolják egymás feszültségterét, vagyis a diszlokációk elrendeződése nem mutatja szűk diszlokáció dipólok jelenlétét (4.26. (b) ábra).  $M$  értéke a random textúrakomponensben a teljes deformáció alatt nagyjából konstans, 1 és 2 közötti érték, míg a fő textúrakomponens esetén értéke 4 fölé nő, amely még gyengébb árnyékolást mutat. Az  $M$  paraméter megint csak kissé nagyobb különbséget mutat a TSDP mérések, vagyis a nagyobb  $\chi$  értékű mérések esetén, de itt sem számottevően.

A diszlokációk típusainak arányát mutatja a 4.26. (c) ábra. A kiindulási állapotban főként  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk vannak a mintában, a hányaduk 80% fölötti minden textúrakomponensben. A deformáció eredményeként kezdetben megnő a  $\langle c + a \rangle$  típusú

diszlokációk aránya, elérve akár 40%-ot is, aztán növekvő plasztikus deformációval az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk aránya ismét dominánsabbá válik. A  $\langle c \rangle$  típusú diszlokációk aránya minden esetben elhanyagolható volt, ezért ezek az eredmények nincsenek feltüntetve az ábrán. A diszlokáció típusok arányában nem tapasztalható jelentős, a hibahatárt meghaladó különbség a fő és a random textúrakomponenseket illetően.

A felülettel súlyozott átlagos szemcseméret,  $\langle x \rangle_{\text{area}}$ , a kiindulási állapotban egyforma minden textúrakomponensben, majd növekvő deformációval az összes komponensben csökken a szemcseméret (4.26. (d) ábra). A szemcsefinomodás a random komponensben erőteljesebb, míg 23%-os deformációnál a fő textúrakomponensben nagyjából 80-90 nm-re csökken az értéke, addig a random komponensben 60 nm alá esik.

Mivel a CMWP kiértékelések hibahatáron belül zérus értéket szolgáltatnak az ikerhatár sűrűségeket illetően minden mintában minden ikresedési módra, ezeket az eredményeket az ábrákon nem prezentálom. Megjegyzem, hogy ezek az eredmények nem ütköznek a [Becker & Pantleon, 2013] folyóiratcikkben publikált eredményekkel, amely ugyanezen minták esetén vizsgálta az ikresedés jelenségét EBSD módszerrel, és egészen 30%-os ikerhatár gyakoriságot mutatott ki. Az EBSD-vel meghatározott ikerhatár gyakoriság ugyanis az ikerhatárok nagyszögű szemcsehatárokhoz viszonyított arányát jelenti, vagyis arra ad választ, hogy a nagyszögű szemcsehatárok hány százaléka ikerhiba határ, míg a vonalprofil analízissel meghatározott ikerhatár sűrűség annak valószínűségét fejezi ki, hogy egy adott kristálysík ikerhiba határ-e, vagyis az egymást követő kristálysíkok sorozatában a síkok hány százaléka ikerhiba határ. Szobahőmérsékleten számos ikresedési módot megfigyeltek kereskedelmi tisztaságú titánban más munkában is [Salem et al., 2003]. Azonban az ikresedés hatása csak akkor mutatkozik meg a vonalprofil mérésekben, ha az ikerhatárok közötti átlagos távolság kisebb, mint nagyjából 2  $\mu\text{m}$ , ami különböző típusú síkoktól függően legfeljebb 0.01%-os ikerhatár sűrűségnek felel meg. Esetünkben tehát a vonalprofil analízissel eredményül kapott ikresedés hiánya csupán annyit jelent, hogy nincsenek keskeny ikerlamellák az anyagban.

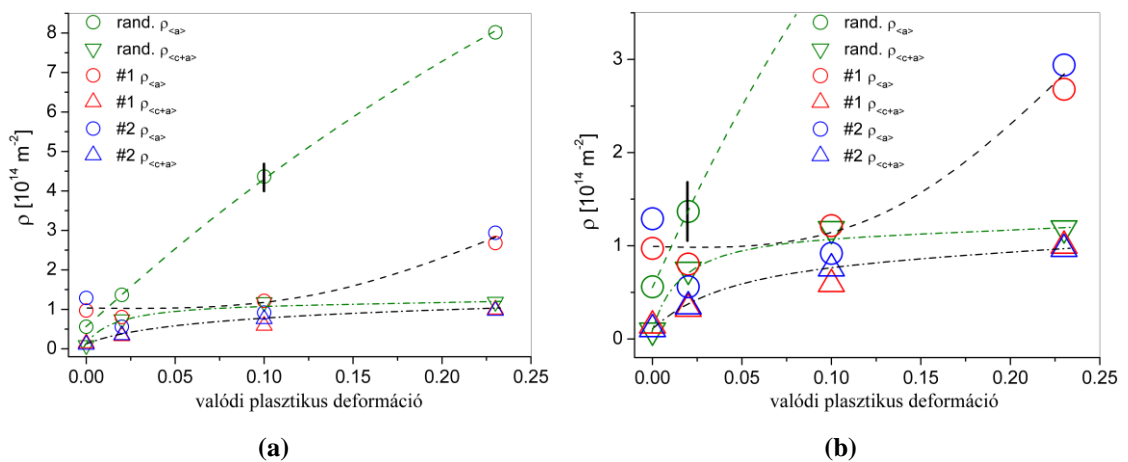
Az ábrákon azt is jól megfigyelhetjük, hogy a két fő textúrakomponens esetén kapott mikroszerkezeti paraméterek hibahatáron belül megegyeznek, ami kísérleti igazolása annak, hogy a két szimmetrikus textúrakomponensben a várakozásoknak megfelelően ugyanazok a deformációs folyamatok játszódnak le és a mikroszerkezetet jellemző paraméterek értékeiben sincs különbség köztük.

A titán mintákra kapott textúrakomponensenkénti mikroszerkezeti eredményeket publikáltuk a Crystals nevű referált nemzetközi folyóiratban [Jóni et al., 2020 (S1)],

amelyben szerzőtársaimmal az eredményeket a következőképpen diszkutáltuk. Jól ismert tény, hogy a fémek képlékeny deformációja diszlokációk aktiválása vagy pedig deformációs ikresedés útján mehet végbe. A polikristályos anyagok törésmentes alakításához legalább öt független csúszási rendszernek kell aktiválnia. Hexagonális szoros illeszkedésű (hcp) kristályszerkezettel rendelkező anyagok esetén ezt a kritériumot nem lehet teljesíteni csupán  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk aktiválásával, mert ezek csak négy független csúszási rendszert tudnak biztosítani [Yoo, 1981, Chun et al., 2005], ezért  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk aktiválódása vagy ikresedés is szükséges [Partridge, 1967]. A CMWP kiértékelés eredménye elhanyagolható mértékű ikerhatár sűrűséget adott (kevesebb, mint 0.01%). Ez a már említett EBSD vizsgálatokkal [Becker & Pantleon, 2013] nincs ellentmondásban, ahol körülbelül a nagyszögű szemcsehatárok 30%-át azonosították ikerhatárként. Az ikerhatárok közti átlagos távolság ott megállapított értéke mintegy 5  $\mu\text{m}$  volt, ami már nem kimutatható a vonalprofil analízissel. Az EBSD vizsgálatok arra is rámutattak, hogy 2%-os valódi plasztikus deformáció fölött  $64.6^\circ$   $\langle 100 \rangle$  kompressziós ikresedés jelenik meg, majd 10% deformációt követően emellett fellép még  $84.8^\circ$   $\langle 110 \rangle$  dilatációs ikresedés is. Csak 2%-os valódi plasztikus deformáció alatt nem mutattak ki semmilyen ikresedést sem. Ez magyarázatot adhat a vonalprofil analízissel megfigyelt,  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk erős növekedésére a deformáció kezdeti szakaszában, ez ugyanis az előbb elmondottak szerint szükséges a deformáció kompatibilitásához ikresedés hiányában. A deformáció későbbi szakaszában az EBSD eredmények alapján a deformáció egy része már ikresedéssel megy végbe, ami megmagyarázhatja azt, hogy a  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk sűrűségének növekedése itt már nem olyan erős. A deformáció ezen szakaszában az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk keletkezése és az ikresedés lehet a deformáció fő mechanizmusa.

Még több részletet figyelhetünk meg a 4.27. ábrán, ahol a random és a fő textúrakomponensek diszlokációsűrűségeit elkülönítve ábrázolom az  $\langle a \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  típusok szerint. Ez az ábra azt mutatja, hogy míg a random komponensben az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk mennyisége folyamatosan nő a deformációval, addig a fő textúrakomponensekben az  $\langle a \rangle$  típusú csúszási rendszerek nem aktiválódnak még 10%-os deformációnál sem, sűrűségük csak nagyobb, 23%-os deformációnál mutat növekedést. Ennek oka a következő lehet. Jól ismert, hogy CP titánban a fő csúszási rendszer a prizmatikus és a bazális  $\langle a \rangle$  típusú csúszási rendszer [Shechtman & Brandon, 1973], amelyek együtt összesen négy független csúszási rendszert tudnak biztosítani. Bár

elméletileg a piramidális  $\langle a \rangle$  típusú rendszer is megjelenhet, mint másodlagos csúszási rendszer, ez azonban mégsem valószínű, mert a kritikus csúszatófeszültség (CRSS) értéke ebben a csúszási rendszerben magasabb, mint a piramidális  $\langle c + a \rangle$  rendszerben [Li et al., 2013], ezért utóbbi megjelenése inkább előnyös. Esetünkben a két fő textúrakomponens ideális orientációja olyan, hogy az alkalmazott nyújtási iránnyal a Schmid-faktor értéke zérus a bazális  $\langle a \rangle$  rendszerre az összes minta esetén (az ideális orientációhoz közeli orientációkra pedig nagyon kicsi érték), ezért a fő textúrakomponenshez tartozó kristallitokban a bazális  $\langle a \rangle$  rendszer aktiválhatósága erősen lecsökken. Ennek következtében az aktiválható, független  $\langle a \rangle$  típusú rendszerek száma magasabb a random textúrakomponensben, mint a fő textúrakomponensekben, így a random komponensben az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk sűrűsége is nagyobb. A fő textúrakomponensekben a deformáció kezdeti szakaszában a nagyjából konstans diszlokációsűrűség az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk esetén szintén a bazális csúszásra érvényes zérus Schmid-faktorban gyökeredzik. Nagyobb deformációnál a prizmatikus  $\langle a \rangle$  típusú csúszási rendszer fokozott aktiválódása okozhatja a fő textúrakomponens  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációsűrűségében megfigyelt növekedést.



**4.27. Ábra.** (a) Diszlokációsűrűség a két fő és a random textúrakomponensben  $\langle a \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk szerinti felbontásban. (b) Az alacsonyabb diszlokációsűrűségű tartomány nagyított része a jobb láthatóságért.

Annak ellenére, hogy a  $\langle c + a \rangle$  diszlokációk CRSS értéke jóval magasabb, mint prizmatikus vagy bazális  $\langle a \rangle$  esetén,  $\langle c + a \rangle$  csúszási rendszereknek is aktiválódniuk kell, mivel látjuk a 4.27. ábrán, hogy a  $\langle c + a \rangle$  diszlokációsűrűség nő a deformáció során. A  $\langle c + a \rangle$  diszlokációsűrűség kezdeti növekedése a deformáció kompatibilitásának feltétele miatt szükséges, ikresedés hiányában ugyanis ez csakis bizonyos mértékű  $\langle c + a \rangle$

csúszások révén biztosítható. Növekvő deformációval a  $\langle c + a \rangle$  diszlokációsűrűség növekedése mérséklődik, aminek legvalószínűbb oka az ikresedés megjelenése.

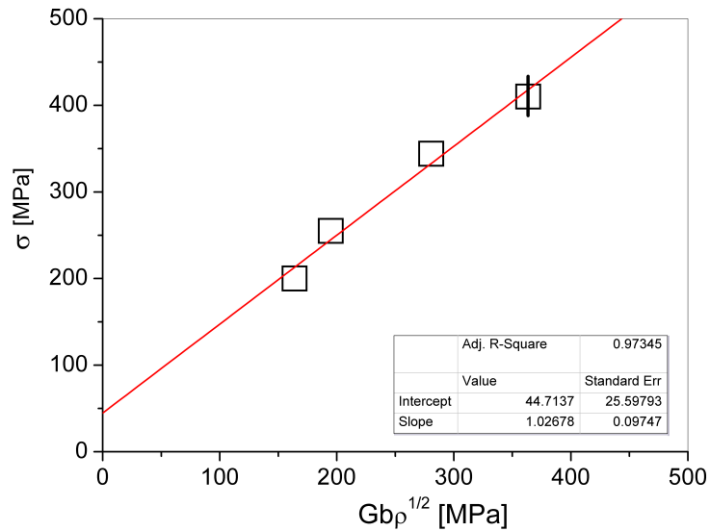
Az  $M$  diszlokáció elrendeződési paraméter alapján azt mondhatjuk, hogy ennek értéke esetünkben mindig 1 fölött van, amiből azt a következtetést vonhatjuk le, hogy a deformációval keltett diszlokációk egyik textúrakomponensben sem rendeződnek olyan konfigurációkba, amellyel leárnyékolják egymás feszültségterét (mint amilyenek a szűk diszlokáció dipólok). Ennek számos oka lehet: (i) a diszlokációsűrűség nem elég nagy ahhoz, hogy a diszlokációkat ilyen, kisebb energiájú konfigurációkba kényszerítse, (ii) a diszlokációk nem rendelkeznek elég háromdimenziós mobilitással ahhoz, hogy elérjenek ilyen konfigurációt, vagy (iii) a diszlokációk annihilációja nem elégséges ahhoz, hogy lehetővé tegye az ilyen elrendeződést. A fő textúrakomponensben megfigyelhető, hogy alacsonyabb a diszlokációsűrűség, mint a random komponensben, és az elrendeződési paraméter magasabb, ami az (i) feltevést látszik megerősíteni.

Az anyagok mechanikai tulajdonságait alapvetően a különböző kristályhibák alkotta mikroszerkezet határozza meg. A vonalprofil analízissel megállapított mikroszerkezet és az anyag keménysége közötti kapcsolatot a Taylor-összefüggéssel vizsgáltam meg, amely az anyag  $\sigma$  makroszkopikus folyásfeszültsége és  $\rho$  diszlokációsűrűsége közötti lineáris függvénykapcsolatot jelent [Taylor, 1934]:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha M_T G b \sqrt{\rho}, \quad (4.37)$$

ahol  $\sigma_0$  egy olyan "súrlódási" feszültséget jelent, ami egy hibamentes kristályban egy diszlokáció mozgásához szükséges,  $\alpha$  egy diszlokációk közötti kölcsönhatás jellemzésére használt, 0 és 1 közötti együttható,  $M_T$  a diszlokációcsúszáshoz tartozó Taylor-faktor,  $G = 44$  GPa a titán nyírási modulusza,  $b$  a Burgers-vektor hossza, ami az aktiválódott csúszási rendszerek hányada szerint súlyozottan átlagolt érték. Mivel a mikroszerkezetet külön-külön meghatároztam az egyes textúrakomponensekben, melyek térfogati hányada és diszlokációsűrűségük is eltérő lehet, a (4.37) képletben a textúrakomponenseknek megfelelő térfogati hányadokkal súlyozni kell a diszlokációsűrűség és Burgers-vektor értékeket. A  $\sigma$  folyásfeszültség értékeket a titán minták feszültség-deformáció görbéje alapján kaptam, amely a [Becker & Pantleon, 2013] műben megtalálható. A (4.37) képlet alapján az adatokra lineáris illesztést használva  $\sigma_0$ , azaz a tengelymetszet és  $\alpha M_T$  szorzat, azaz az egyenes meredeksége meghatározható, ahogyan az a 4.28. ábrán is látható.



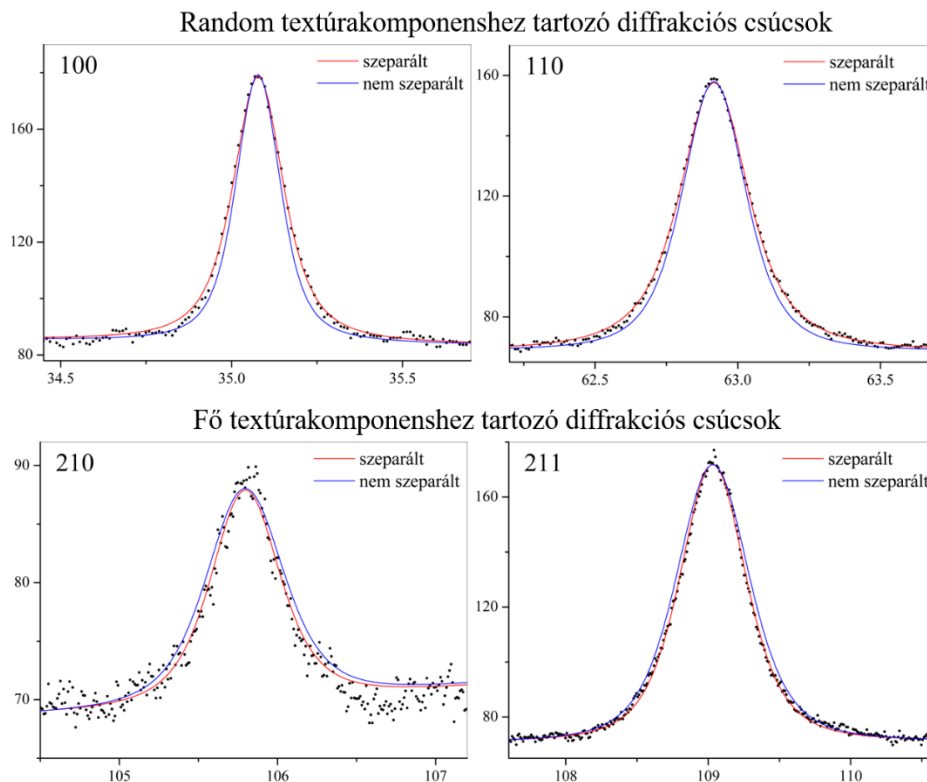


**4.28. Ábra.** Folyásfeszültség a diszlokációsűrűség négyzetgyökének függvényében. A lineáris illesztésből a Taylor-egyenlet paramétereit lehet meghatározni.

Az illesztésből kapott  $\sigma_0 = 45 (\pm 26)$  MPa eredmény közel van a hőkezelt CP titán  $\sigma_0 = 78$  MPa irodalmi standard értékéhez [Meyers & Chawla, 2009]. Az  $M_T$  Taylor-faktor irodalmi értéke 2.5 és 5.0 között változik [Dyakonov et al., 2015, Tanaka & Conrad, 1972]. Az anyag textúrájának ismeretében elvben lehetséges lenne  $M_T$  kiszámítása az  $\langle a \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  csúszások feltételezésével, de ez meghaladja a jelen munka kereteit. A Taylor-faktor 2.5 és 5.0 szélsőértékeinek felhasználásával azonban az  $\alpha$  együttható minimális 0.21 és maximális 0.41 értéke megkapható a lineáris illesztésből, ami jó egyezést mutat azzal, hogy az irodalomban ezt az értéket 0.1 és 0.5 közötti értéknek tekintik [Conrad, 1981]. A Taylor-relációval kapott jó leírás azt jelzi, hogy a diszlokációk aktivációja felelős leginkább a megfigyelt alakítási keményedésért annak ellenére, hogy ezzel egyidejűleg ikresedés is fellép.

A mikroszerkezeti eredmények és diszkussziójuk ismertetése után még vizsgáljuk meg az X-TEX módszerrel történt textúrakomponensenkénti diffrakciós mérések és kiértékelések néhány aspektusát. Felmerülhet a kérdés, hogy a módszerrel mennyire sikerült megfelelően szétválasztani a csúcsokat a textúrakomponenseknek megfelelően az ND-A és ND-B mérésekben. Itt a pattern egyes csúcsait a  $\chi$  értékük szerint hozzárendeltük valamelyik textúrakomponenshez, majd a CMWP kiértékelés során a textúrakomponenseknek megfelelően többfázisos illesztést alkalmaztunk. Eredményül az egyes textúrakomponensek, mint kvázifázisok mikroszerkezetét egymástól elkülönítve kaptuk meg, és láttuk, hogy a fő és random textúrakomponens mikroszerkezete jelentős különbségeket mutat a deformáció során, különös tekintettel a diszlokációsűrűsége.

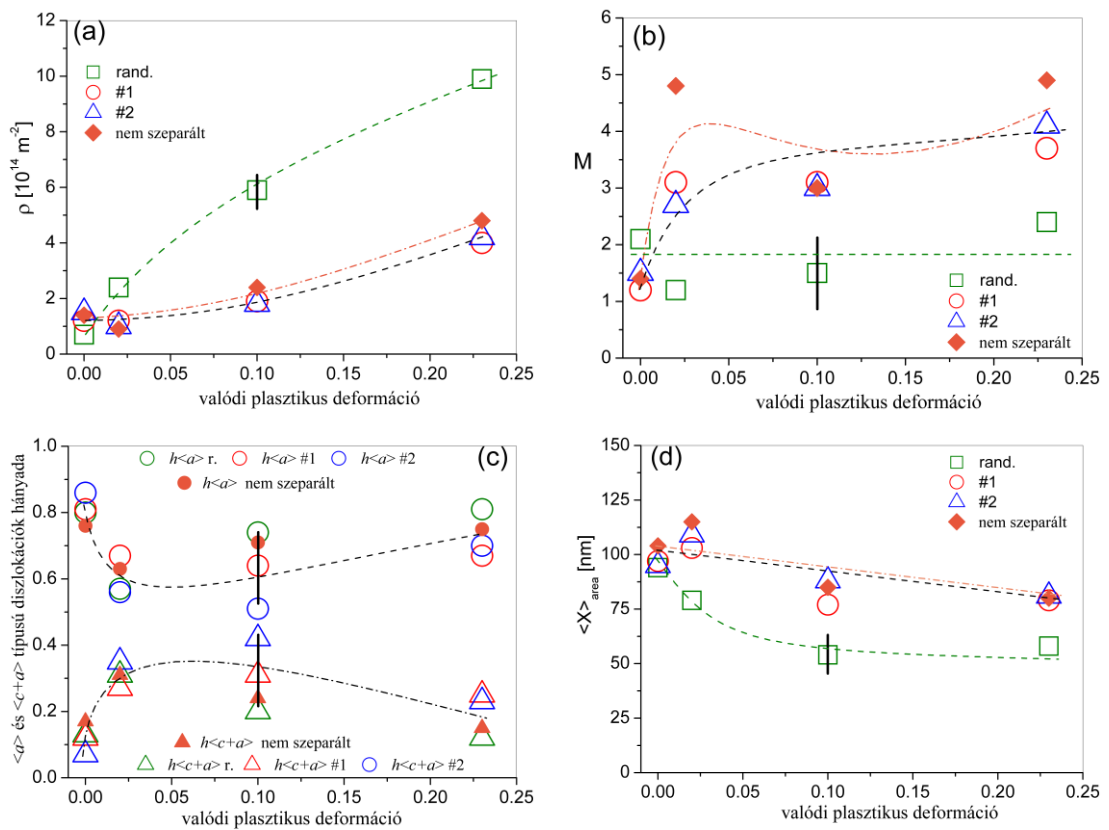
Annak igazolására, hogy a pattern csúcsainak szeparálása és a textúrakomponensenkénti mikroszerkezet meghatározása helyes eredményt adott, most ezeket az eredményeket összehasonlítom azzal az esettel, amikor nem alkalmazunk textúrakomponensenkénti csúcsszeparálást, az ND-A és ND-B mérések diffrakciós patternjeit nem osztjuk több fázisra a kiértékelés során. Ehhez nézzük meg először a 4.29. ábrát, amin az illesztések minősége kvalitatívan mutatja a szétválasztás jogosságát.



**4.29. Ábra.** Az 23%-os minta ND-A mérésének néhány mért (fekete pontok)  $hkl$  diffrakciós csúcsa és két különbözőképpen illesztett elméleti görbe (folytonos vonalak). Az egyik mód (piros vonal) a már ismertetett, 4.22. ábrán is látható textúrakomponensenkénti csúcsszeparálásnak megfelelő többfázisú illesztését mutatja, míg a másik esetben (kék vonal) nincs szétválasztás, a pattern összes csúcsa egy fázisként lett illesztve, így minden elméleti csúcsot azonos mikroszerkezeti paraméterek jellemezznek.

Az ábrán példaként az ND-A mérésből a 23%-os minta esetén láthatunk néhány mért diffrakciós csúcsot, illetve folytonos vonallal a CMWP illesztés elméleti görbéit a textúrakomponensenkénti szeparáció alkalmazásával és anélkül. Azon túl, hogy szétválasztást alkalmazva szemmel láthatóan jobb az illesztés, azt is látjuk, hogy a szeparálás során a random textúrakomponenshez rendelt diffrakciós csúcsok esetén az elméleti görbe a nem szeparált illesztéssel keskenyebb, a fő textúrakomponenshez tartozó csúcsok esetén pedig szélesebb, mint az elkülönítéssel kiértékelt elméleti görbe. Ez jól

mutatja kvalitatívan, hogy a random komponensben valóban magasabb a diszlokációsűrűség, hiszen jól ismert, hogy a nagyobb diszlokációsűrűség nagyobb mértékben szélesíti a diffrakciós csúcsokat. Szeparálás nélkül a fő és random textúrakomponensek mikroszerkezetének valamilyen átlagos hatása mutatkozik meg az elméleti görbéken, ezért a nagyobb diszlokációsűrűségű anyagi tartományoktól származó diffrakciós csúcsnál az elméleti csúcs keskenyebb, mint a mért csúcs. Mindez azt mutatja, hogy jogos volt a csúcsokat textúrakomponensek szerint felosztani és az X-TEX módszerrel helyesen társítottuk az egyes csúcsokat a komponensekhez. A 4.30. ábrán a valódi plasztikus deformáció függvényében láthatjuk a 4.26. ábrán már látott, szeparálással kapott mikroszerkezeti eredményeket kiegészítve a szóban forgó, nem szeparált illesztések eredményével.



**4.30. Ábra.** (a) A diszlokációsűrűség,  $\rho$ , (b) a diszlokáció elrendeződési paraméter,  $M$ , (c) az  $\langle a \rangle$  és  $\langle c+a \rangle$  típusú diszlokációk hányada és (d) a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret,  $\langle x \rangle_{\text{area}}$  a valódi plasztikus deformáció függvényében, külön-külön az #1 és #2 számozású fő és a random textúrakomponensekben, valamint abban az esetben, amikor nem alkalmazunk textúrakomponensenkénti szétválasztást.

Ez az ábra illusztrálja azt, hogy milyen eredményt kapnánk abban az esetben, ha nem foglalkoznánk a mikroszerkezet textúrakomponensenkénti meghatározásával, összevetve

a komponensekre bontott eredményekkel. Az ábra világosan megmutatja, hogy a textúrakomponensek mikroszerkezetének szeparált vizsgálata a mikroszerkezet részletgazdagabb eredményét szolgáltatja.

#### 4.4. Összefoglalás

Ebben a fejezetben egy általam kidolgozott, röntgendiffrakciós vonalprofil analízisen alapuló újfajta módszert mutattam be, amellyel textúrált anyagok mikroszerkezete az egyes textúrakomponensekben elkülönítve határozható meg. Ez a vizsgálati eljárás így a mikroszerkezet részletesebb jellemzését adja. A módszer alapelvei alapján kifejlesztettem egy ingyenesen elérhető szoftvert (a szoftver és a módszer is az X-TEX nevet kapta), amellyel olyan diffrakciós mérések tervezhetőek meg, melyekben a mért diffrakciós csúcsok intenzitása nagy mértékben valamelyik vizsgált textúrakomponenstől származik, minimalizálva a többi textúrakomponens intenzitásjárulékát. Az ilyen módon mért diffrakciós csúcsok a szóban forgó textúrakomponensre jellemzőek, így ezen csúcsok vonalprofil alakjából a vizsgált textúrakomponens mikroszerkezetét a többi komponenstől elkülönítve lehet jellemezni. A mikroszerkezeti paraméterek meghatározását CMWP vonalprofil analízis technikával végeztem, melynek a 3. fejezetben ismertetett, saját fejlesztésű változatát használtam, ami a mikroszerkezeti paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit szolgáltatja. Az X-TEX módszer alkalmazását különböző mértékben nyújtott, textúrált CP titán mintákon mutattam be. Ezekben a titán mintákban két fő és a random textúrakomponens volt jelen, a vizsgálat során mindhárom komponens mikroszerkezetét elkülönítve tanulmányoztam. A röntgendiffrakciós kísérletek és kiértékelésük kétféle megközelítését mutattam be, az egyikben alacsonyabb, a másikban magasabb volt a diffrakciós csúcsok vizsgált textúrakomponenstől származó intenzitásjáruléka. A két megközelítés nagyon hasonló eredményt adott, azt jelezve, hogy a módszer nem különösebben érzékeny arra, hogy a diffrakciós csúcsok intenzitása a vizsgált textúrakomponenstől származóan a lehető legmagasabb legyen, a textúrakomponensek mikroszerkezetében tapasztalható különbségek a valamivel alacsonyabb intenzitásjáruléku mérések alapján is megfelelően megállapíthatók voltak. Az X-TEX módszer használatával lehetségessé vált szeparáltan megfigyelni az egyes textúrakomponensek mikroszerkezetének fejlődését a deformáció során. Az eredmények szignifikáns különbséget mutattak a fő és random textúrakomponens diszlokációsűrűségei között. A random komponensben jelentősen több diszlokációt keltett a deformáció, amit a fő textúrakomponensekben a bazális  $\langle a \rangle$

csúszási rendszer korlátozott aktiválhatóságával magyaráztunk. Ennek oka, hogy a fő textúrakomponensek ideális orientációja a nyújtás irányához viszonyítva olyan, hogy a bazális  $\langle a \rangle$  csúszási rendszerre közel zéró Schmid-faktor adódik a fő komponensekben. Az eredmények azt is megmutatták, hogy a két fő, a nyújtás irányára nézve szimmetrikus textúrakomponens mikroszerkezeti paraméterei hibahatáron belül megegyeznek, ami kísérleti igazolása annak, hogy a két szimmetrikus komponensben a várakozásoknak megfelelően egyforma a mikroszerkezet végig a deformáció során. A textúrakomponensek térfogati hányadával súlyozott átlagos diszlokációsűrűség és a makroszkopikus folyásfeszültség közötti kapcsolatot a Taylor-összefüggéssel vizsgálva megállapítottam, hogy a megfigyelt alakítási keményedést a diszlokációk jelenléte képes észszerűen magyarázni annak ellenére, hogy EBSD vizsgálatok alapján ikresedés is fellép a deformáció alatt. Az X-TEX módszer leírását és a textúrált titán mintákra való alkalmazását referált nemzetközi folyóiratban publikáltuk [Jóni et al., 2020 (S1)].

## **5. Mikroszerkezet meghatározása egyedi textúrakomponensekben neutrondiffrakciós vonalprofil analízissel és a módszer alkalmazása textúrált cirkóniumra**

Az előző fejezetben bemutattam egy röntgendiffrakciós technikát, amellyel egyedi textúrakomponensek mikroszerkezete határozható meg. Ebben a fejezetben kiterjesztem a módszert neutrondiffrakciós vonalprofil analízisre is.

A neutrondiffraktométerek szögfelbontása általában lényegesen kisebb, mint a röntgendiffraktométereké. Az utóbbi évtizedekben azonban a spallációs neutronforrások megjelenésével jelentősen javult a neutrondiffraktométerek szögfelbontása, ami alkalmassá teszi őket a vonalprofil analízis számára is [Woo et al., 2010; Ahmed et al., 2016]. Első közelítésben a röntgen- és neutrondiffrakció közösen, a kinematikus szóráselmélettel tárgyalható. Ezen elmélet keretein belül maradván a profilalakok vizsgálata szempontjából sincs köztük különbség. A kétfajta vonalprofil technika közti gyakorlati különbségek csupán az alkalmazott részecskékből erednek. Míg a röntgensugarak főképp az atomok elektronfelhőivel lépnek kölcsönhatásba, addig a neutronok elsősorban az atommaggal. Emiatt a nagyobb rendszámú atomokon szóródott röntgennyaláb intenzitása nagyobb, mint kisebb rendszámú atomoknál. Neutronok esetén ez az intenzitásjárulék gyakran alacsony rendszámú atomoknál is nagy, és az egyes izotópokra is eltérő lehet. Másik fő különbség a röntgen- és neutronszórás között, hogy neutronok esetében a formafaktor szögfüggetlen. A szögfüggetlen formafaktor (szórási hossz) következtében a diffrakciós spektrumban nagy szögeknél is nagy intenzitású diffrakciós csúcsokat mérhetünk, szemben a röntgendiffrakcióval, ahol az atomi formafaktor a szög függvényében csökken, és emiatt a spektrumban nagyobb szögeknél kis intenzitásúak a csúcsok, ami vonalprofil analízis szempontjából nem előnyös. További fontos jellegzetessége a neutrondiffrakciós vonalprofil analízisnek, hogy a neutron alacsony szórási hatáskeresztmetszete miatt a használatos minták jóval nagyobbak, mint röntgen esetében, és emiatt az anyag nagyobb térfogati tartományáról kapunk információt.

Amint azt említettem, neutrondiffrakciós vonalprofil analízis céljából a spallációs neutronforrású diffraktométerek a legalkalmasabbak. Spallációs forrás esetén ún. repülési idő módszert (time of flight, TOF) alkalmaznak a detektált neutronok energia (hullámhossz) szerinti felbontására, vagyis a neutronnyaláb polikromatikus és nincs szükség monokromátorra. A detektor ebben az esetben konstans, rögzített szögnél van

pozicionálva a minta körül (illetve általában több detektor is van), vagyis más geometriával állunk szemben, mint röntgendiffrakció esetén. A Bragg-feltétel most is teljesül, azonban mivel a detektor helyzete rögzített, nem  $2\theta$  a változó a Bragg-egyenletben, hanem a hullámhossz. Ezért a diffrakciós pátterneket és csúcsokat itt nem  $2\theta$ , hanem  $1/d$  reciproktér hosszúság függvényében szokás ábrázolni. A textúrakomponensenkénti vizsgálatok céljából figyelembe kell vennünk továbbá a detektor pozíciójának  $\eta$  szög szerinti irányát, valamint azt is, hogy a detektorok nem tekinthetők pontszerűnek, jellemzően  $2\theta$  és  $\eta$  szög szerint is van nem elhanyagolható kiterjedésük.

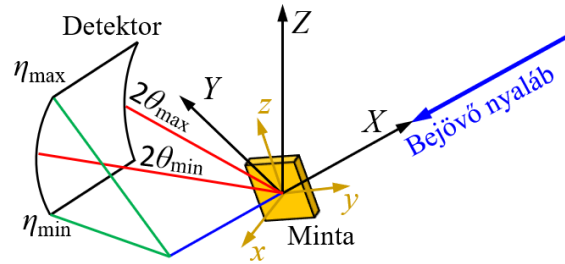
Ebben a fejezetben bemutatom a korábban ismertetett X-TEX módszer egy olyan, neutroindiffrakcióra kiterjesztett változatát, ami az említett rögzített detektorpozíciójú geometriával és TOF detektálás (polikromatikus nyaláb) mellett működik. Látni fogjuk, hogy a módszer neutroindiffrakcióra történő kibővítéséhez csupán néhány apró változtatásra van szükség. Ezt a neutroindiffrakciós vonalprofil technikát sikeresen alkalmaztam négy fő textúrakomponenssel rendelkező Zircaloy-2 ötvözetben; a diffrakciós méréseket a Los Alamos Neutron Science Center (LANSCE) spallációs neutronforrásánál végeztük. Az eredményeket, melyeket szerzőtársaimmal referált nemzetközi folyóiratban publikáltunk [Ungár et al., 2015 (S3)], szintén ismertetem ebben a fejezetben.

## 5.1. Az X-TEX módszer kiterjesztése neutroindiffrakcióra

Az X-TEX módszernél a (4.23) képlettel adtuk meg a szórt nyaláb intenzitásának nagyságát ( $2\theta_B, \eta$ ) irányban a DS-gyűrűk mentén, ahol a nyaláb monokromatizált volt (DS-geometria). A Bragg-törvény értelmében, amikor  $\lambda$  hullámhossz konstans, a  $2\theta_B$  szórás szög a  $d$  rácssík távolság függvénye, és a diffrakciós pátternt is a szórás szög függvényében mérik. Ha azonban az alkalmazott nyaláb polikromatikus, mint az esetünkben tárgyalt neutronnyaláb is, akkor nincs értelme DS-gyűrűkről beszélni. Ekkor egy polikristályos minta nemcsak jól meghatározott,  $2\theta_B$  félnyílásszögű kúpfelületek mentén szórja a nyalábot, hanem bármely  $2\theta$  irányt tekintve a különböző hullámhosszúságú sugarak között lesznek olyanok a nyaláb energiaspektrumában, amelyekkel teljesül a Bragg-feltétel (feltéve persze, hogy a nyaláb spektrumában valóban jelen van az ehhez szükséges összes hullámhossz). Ebben az esetben egy vagy több, konstans ( $2\theta, \eta$ ) szögeknél elhelyezett detektort használnak, ezáltal a Bragg-egyenletben a  $d$  rácssík távolság a de Broglie-összefüggésnek megfelelően a neutronok sebességének

függvényévé válik. Spallációs neutronforrásoknál a neutronnyaláb impulzusszerű, a neutronok repülési ideje így viszonylag könnyen mérhető, és a megtett út ismeretében a sebesség meghatározható. Mindezeket figyelembe véve a diffrakciós patternt  $d$ , vagy  $1/d$  reciproktér távolság függvényében szokás ábrázolni.

Az alkalmazott detektorok általában nem pontszerűek, nem egy jól meghatározott  $(2\theta, \eta)$  irányban detektálják a szórt neutronokat, hanem mind  $2\theta$ , mind  $\eta$  szög szerint van valamekkora kiterjedésük (tipikusan néhány fok). Ezt szemlélteti az 5.1. ábra is, ahol a detektor érzékelő felületét  $2\theta$  és  $\eta$  szögek minimum és maximum értékeivel jellemezzük. Ez a geometria hasonló a 4.1. ábrán bemutatott geometriához, a koordináta-rendszer választás is ugyanaz. A textúrakomponensek orientációját és a mintaorientációt is figyelembe véve a síkok  $e'_{hkl}$  normálvektorát az X-TEX módszerben ismertetett módon a (4.12) egyenlettel adjuk meg itt is.



**5.1. Ábra.** Polikromatikus neutronnyaláb esetén alkalmazott diffrakciós geometria sematikus rajza.  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  a labor,  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  a minta koordináta-rendszere, a bejövő neutronnyaláb  $-X$  irányú. Itt nem alakulnak ki DS-gyűrűk, mint monokromatikus nyaláb esetén, a polikristályos mintán szóródott sugarak most a tér minden irányába szóródnak. A detektor ezért nem a szög függvényében, hanem jól meghatározott, konstans  $(\theta, \eta)$  irányban gyűjti a szórt neutronokat, így mérve meg a diffrakciós patternt. A detektor azonban nem pontszerű, kiterjedésének mértékét  $\theta$  és  $\eta$  szög minimumával és maximumával adjuk meg.

Polikromatikus nyaláb esetén nemcsak meghatározott  $2\theta_B$  szögeknél kapunk szórt nyalábot, ami miatt a DS-gyűrűk is kialakulnak, hanem mivel a hullámhossz folytonos, bármely  $2\theta$  szögnél is. Azonban a Bragg-feltétel ekkor is teljesül, és a  $(2\theta_B, \eta)$  irányhoz tartozó (4.20) képlettel megadott  $s_{hkl}$  diffrakciós irányú egységvektor érvényes bármely  $(2\theta, \eta)$  irány esetén is, az X-TEX módszerben csak az alkalmazott konstans hullámhossz miatt tekintettük csupán a  $2\theta_B$ -nek megfelelő diffrakciós vektort. Így neutronok esetén annyi mindössze a különbség a korábban a (4.23) egyenlettel megadott,  $(2\theta, \eta)$  irányba szórt nyaláb  $I_{(2\theta, \eta)}^{\text{tot}}$  teljes intenzitásának felírásakor, hogy elhagyjuk a Lorentz-polarizációt és konstans formafaktort tekintünk. Ezután már csak a detektor  $2\theta$



és  $\eta$  szög szerinti kiterjedését kell figyelembe venni a szórt  $I_{(2\theta,\eta)}^{\text{tot}}$  intenzitás szögek szerinti integrálásával, és megkapjuk a teljes detektorfelülettel érzékelt, minden textúrakomponens intenzitásjárulékát figyelembe vevő teljes szórt intenzitás nagyságát az alkalmazott neutrodiffrakciós geometria esetén, amely valamely  $hkl$  síkseregére:

$$I_{hkl}^{\text{tot}} = \int_{2\theta_{\min}}^{2\theta_{\max}} \int_{\eta_{\min}}^{\eta_{\max}} \sum_i I_{(2\theta,\eta)}^i d\eta d2\theta = \int_{2\theta_{\min}}^{2\theta_{\max}} \int_{\eta_{\min}}^{\eta_{\max}} I_{(2\theta,\eta)}^{\text{tot}} d\eta d2\theta, \quad (5.1)$$

ahol  $I_{(2\theta,\eta)}^i$  az  $i$ -edik textúrakomponens intenzitásjáruléka  $(2\theta, \eta)$  irányban. Az intenzitás nagyságát kiszámíthatjuk az egyes textúrakomponensekre külön-külön is, így az  $i$ -edik komponens intenzitása:

$$I_{hkl}^i = \int_{2\theta_{\min}}^{2\theta_{\max}} \int_{\eta_{\min}}^{\eta_{\max}} I_{(2\theta,\eta)}^i d\eta d2\theta, \quad (5.2)$$

és a (4.25) képlethez hasonlóan definiálhatjuk itt is az egyes  $hkl$  diffrakciós csúcsok  $\chi_{hkl}^i$  értékét:

$$\chi_{hkl}^i = \frac{I_{hkl}^i}{I_{hkl}^{\text{tot}}}, \quad (5.3)$$

amely az  $i$ -edik textúrakomponens intenzitásjárulékát adja meg az adott csúcs teljes intenzitásához viszonyítva, vagy másképp megfogalmazva a  $hkl$  diffrakciós csúcs "tisztaságát" jellemzi olyan értelemben, hogy egy csúcs teljes integrális intenzitása mennyire tisztán, hány százalékban származik az  $i$ -edik textúrakomponenshez tartozó kristályszemcséktől. Mindezek alapján az X-TEX módszernél ismertetett módon tudunk az egyes textúrakomponensekre jellemző diffrakciós csúcsokat mérni és vonalprofil analízissel meghatározni az egyedi textúrakomponensek mikroszerkezetét.

## 5.2. Alkalmazás textúrált Zircaloy-2 ötvözetre

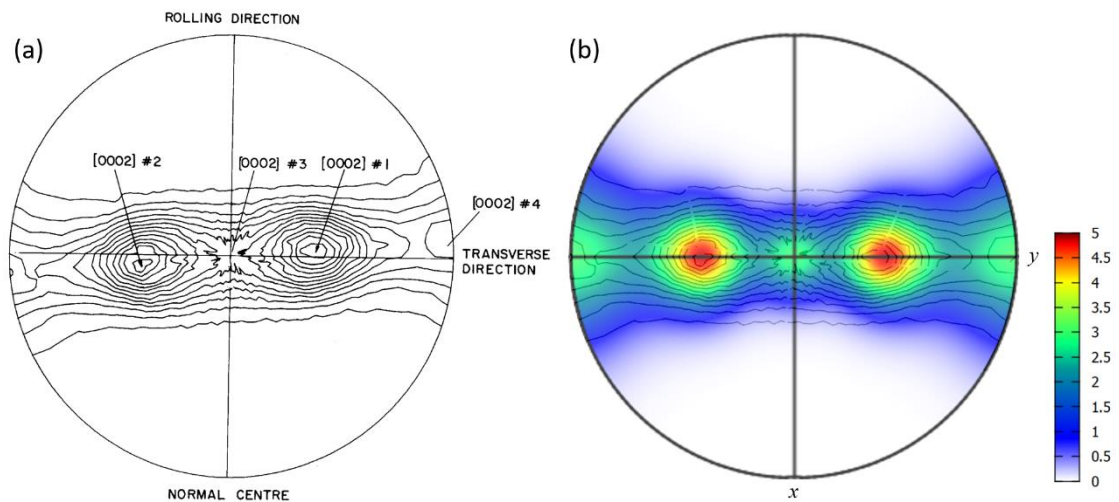
Ebben a fejezetben bemutatom az X-TEX módszer neutrodiffrakcióra kiterjesztett módosításának alkalmazását textúrált Zircaloy-2 ötvözetben. A Zircaloy-2 egy atomerőművekben használatos hexagonális kristályszerkezetű cirkónium ötvözet, melyet kis neutronbefogási hatáskeresztmetszete, jelentős mechanikai szilárdsága, jó alakíthatósága és korrózióállósága miatt alkalmaznak fűtőelem-burkolatként [Olander,

1976]. A Zircaloy-2 fő ötvözői az ón, a vas, a króm és a nikkel, összesen mintegy 2 wt% mennyiségben. A cirkónium csövek gyártása során alkalmazott hőkezelési és mechanikai eljárások miatt elkerülhetetlenül erős textúra és belső feszültségek alakulnak ki az anyagban. Ezek a nemkívánatos belső feszültségek a hexagonális anyagokra igen jellemző termikus, rugalmas és plasztikus anizotrópiákra vezethetők vissza, a különbözőképpen orientált kristályszemcsékben fellépő eltérő lokális feszültségek eredményeképp. A helyzetet tovább bonyolítja, ha a polikristályos anyag textúrált is, hiszen az önmaga is egy további anizotrópiát jelent az anyagban. A különböző mikromechanikai deformációs módok hozzájárulása a makroszkopikus deformációhoz összetett folyamat, ezek jobb megértése pedig nemcsak tudományos szempontból érdekes; a kutatási eredmények hatással lehetnek a gyártástechnológia tökéletesítésére, vagy az erőmű üzemviteli paramétereinek optimalizálására.

Számos vizsgálat megmutatta, hogy különbözőképpen megmunkált cirkónium ötvözetekben is nagyon hasonló textúra alakul ki; a bazális (001) pólusnak két jellegzetes, a deformációra szimmetrikus iránya jelenik meg. Ennek a tipikus textúrának a kialakulását megfigyelték csőhengerléssel megmunkált [Gurao et al., 2014] vagy extrudált Zircaloy-2 és Zircaloy-4 esetében [Tenckhoff & Rittenhouse, 1970], de ugyanezt a típusú textúrát találták hidegen hengerelt cirkónium esetén is [Wang & Huang, 2003]. Látni fogjuk, hogy az általunk vizsgált Zircaloy-2 mintadarab textúrája is ehhez nagyon hasonló, tipikus mintázatot mutat.

### *5.2.1. A hengerelt Zircaloy-2 textúrája*

A kísérletek során olyan Zircaloy-2 alapanyagot használtunk fel, amelyet 1116 K hőmérsékleten hengereltek. A hengerelt lemezből 8 mm átmérőjű, 4 mm magasságú korong alakú mintát vágtak ki, amelyet ezután vákuumban hőkezelték egy órán át 823 K hőmérsékleten, majd a vákuumban hagyták kihűlni [Holden et al., 2002]. A hengerlés irányát jelölje a szakirodalomnak megfelelően RD, a hengerelt felület normálisa ND, a harmadik irány pedig TD. A kivágott korong lapos felülete merőleges az ND irányra. A minta textúráját a Chalk River NRU reaktor L3 spektrométerével határozták meg [Holden et al., 2002]. A minta így mért és az X-TEX szoftverrel számolt (002) pólusábrája az 5.2. ábrán látható. A pólusábrák négy textúrakomponens jelenlétét mutatják, amelyeket az ábrán az #1, #2, #3 és #4 számozások jelölnek.



**5.2. Ábra.** Hengerelt Zircaloy-2 (a) mért és (b) az X-TEX szoftverrel számolt (002) pólusábrája. A számolt pólusábrán fel vannak tüntetve a mért pólusábra kontúrvonalai is.

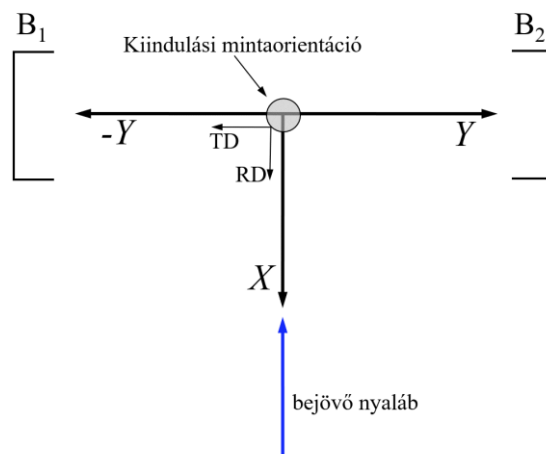
A pólusábrán felfedezhetjük a már említett, cirkónium esetén tipikusan kialakuló textúrát, a hengerlés irányára szimmetrikus, jobbra és balra nagyjából  $\pm 45^\circ$ -ban dőlő (002) pólussal (#1 és #2 textúrakomponens). Ezeknek a szögkiterjedése az ideális orientációktól számítva körülbelül  $\pm 20^\circ$ . Emellett a két fő textúrakomponens mellett megjelenik még a #3 és #4 mellék-textúrakomponens is. A mért pólusábrák alapján megállapítható, hogy az #1 és #2 pólus erőssége mintegy 5:3 arányban áll mind a #3, mind a #4 komponenshez viszonyítva. A továbbiakban a mikroszerkezet szempontjából az #1 és #2 jelölésű fő textúrakomponenseket ekvivalensnek tekintjük, mert azok a mért pólusábrák szerint mind intenzitásukban, mind szögkiterjedésben egyformák és a hengerlés irányára nézve is szimmetrikus a két komponens. Az előző fejezetben Ti minták esetén kísérletileg is megmutattam, hogy ez a két komponens valóban ekvivalensnek tekinthető; azokban a kristályszerkezetekben, amelyek az #1 és #2 textúrakomponensekhez tartoznak, a mikroszerkezet is egyforma. A textúrakomponenseket az X-TEX módszerben jellemző paraméterek, azaz a komponensek ideális orientációit leíró Euler-szögek, a textúrakomponensek térfogati hányada és szögkiterjedésüket jellemző FWHM értékek az 5.1. táblázatban vannak felsorolva. Ezeket a paramétereket a textúramérések alapján határoztuk meg. A diffrakciós mérések és kiértékelések során a random textúrakomponenst nem vizsgáltuk, mert annak térfogati hányada a többi textúrakomponenshez képest kicsi és a diffrakciós mérések során is csupán olyan gyenge diffrakciós csúcsok erednek a random komponenstől, amelyek már nem kiértékelhetőek vonalprofil analízissel.

textúrákomponens	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	$f$	FWHM
#1	0°	-45°	0°	0.31	0.6
#2	0°	45°	0°	0.31	0.6
#3	0°	0°	0°	0.19	0.6
#4	0°	-90°	0°	0.19	0.6

**5.1. táblázat.** A Zircaloy-2 mintában jelenlévő textúrákomponenseket jellemző paraméterek értékei, vagyis az ideális orientációit leíró  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  és  $\varphi_2$  Euler-szögek, a textúrákomponenshez tartozó kristályszemcsék  $f$  térfogati hányada és a textúrákomponensek szögkiterjedését jellemző FWHM értékek.

### 5.2.2. Neutrodiffrakciós mérések és kiértékelésük

A diffrakciós mérések előtt a korong alakú mintát a minta magasságát 6%-kal csökkentő mértékben az ND irányból összenyomtuk, hogy ezáltal vizsgáljuk a deformáció hatására a textúrákomponensekben kialakuló uralkodó csúszási rendszereket és diszlokációsűrűségeket. A szükséges nagyfelbontású neutrodiffrakciós méréseket a Los Alamos National Laboratory kutatóközpont spallációs neutronforrásának 'Spectrometer for Materials Research at Temperature and Stress' (SMARTS) diffraktométerével végeztük [Bourke et al., 2002]. Az alkalmazott mérési geometria sematikus rajza az 5.3. ábrán látható.



**5.3. Ábra.** Mérési geometria sematikus rajza a SMARTS diffraktométernél, és a minta forgatás előtti, kiindulási orientációja. A bejövő neutronnyaláb  $-X$  irányú, a két detektor, B1 és B2 a bejövő nyaláb irányához képest  $+90^\circ$  és  $-90^\circ$ -ban pozícionált.

A bejövő párhuzamos neutronnyaláb keresztmetszete  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  volt. A diffraktált nyalábot két, a bejövő nyaláb irányához képest  $+90^\circ$  és  $-90^\circ$ -ban álló, TOF technikával működő, B1 (Bank 1) és B2 (Bank 2) jelölésű detektorokkal mértük. A detektorok érzékelőfelülete vízszintes és függőleges irányban is  $\pm 6.5^\circ$ -os szögtartományt fedett le.

Ez az X-TEX módszerben használt jelölésekkel  $2\theta = \pm 90^\circ$  és  $\eta = 0^\circ$  irányú detektorokat jelent, amelyek esetén a szórt nyaláb intenzitásánál használt (5.1) vagy (5.2) egyenletben a detektorok szögkiterjedése  $[2\theta_{\min}, 2\theta_{\max}] = [-6.5^\circ, +6.5^\circ]$  és  $[\eta_{\min}, \eta_{\max}] = [-6.5^\circ, +6.5^\circ]$  módon adható meg.

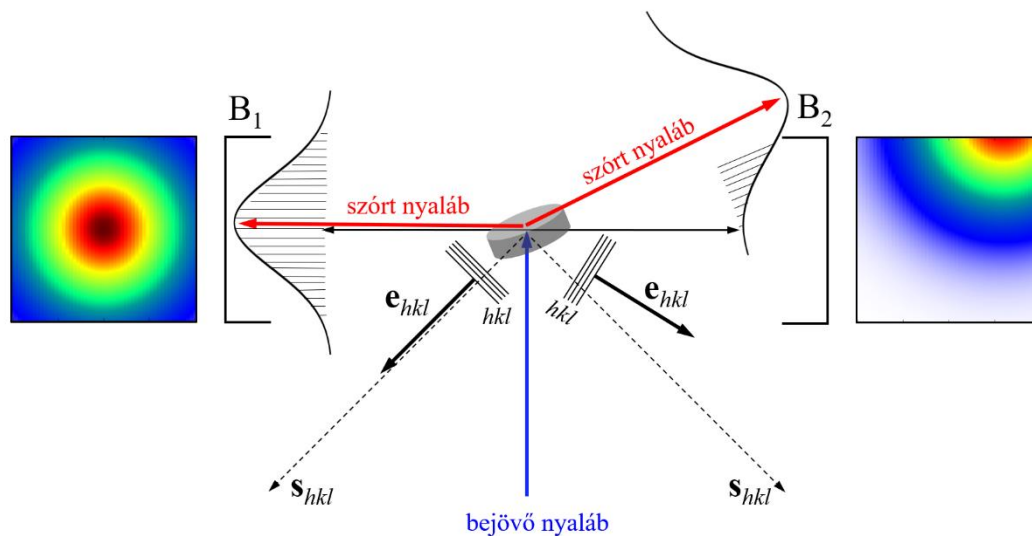
A mintára jellemző RD, TD és ND irányokat az X-TEX módszerben ismertetett  $\mathcal{K}_m = \{x, y, z\}$  minta koordináta-rendszer tengelyeinek az  $x = \text{RD}$ ,  $y = \text{TD}$  és  $z = \text{ND}$  módon feleltettük meg, és a minta a labor  $\mathcal{K}_L = \{X, Y, Z\}$  rendszerében elforgatás előtt  $X \parallel \text{RD}$ ,  $Y \parallel \text{TD}$  és  $Z \parallel \text{ND}$  módon van orientálva, ahogyan az az 5.3. ábrán is látható. A minta egy háromtengelyű, Z-X-Z konvenciót követő goniométeren volt rögzítve. A forgatás előtti kiindulási mintaorientációból az  $\alpha$ ,  $\beta$  és  $\gamma$  Euler-szögekkel történő mintaforgatásokkal jutunk a diffrakciós mérés során alkalmazott mintaorientációkhoz. A diffrakciós mérések során hét különböző mintaorientációt alkalmaztunk, melyeknek az Euler-szögei az 5.2. táblázatban találhatók, a mintaorientációkat A-G betűkkel jelöljük.

Mintaorientáció jelölése	Mintaorientáció Euler-szögei		
	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
A	$-45^\circ$	$0^\circ$	$90^\circ$
B	$-45^\circ$	$50^\circ$	$180^\circ$
C	$-45^\circ$	$40^\circ$	$0^\circ$
D	$-45^\circ$	$21.5^\circ$	$109.3^\circ$
E	$-45^\circ$	$58.7^\circ$	$58^\circ$
F	$-45^\circ$	$7.1^\circ$	$-26.3^\circ$
G	$-45^\circ$	$21.5^\circ$	$-109.3^\circ$

**5.2. táblázat.** A neutrondiffrakciós mérések során alkalmazott hét különböző mintaorientáció Euler-szögei. Az egyszerűség kedvéért továbbiakban a táblázatban hozzá tartozó betűvel hivatkozunk az egyes mintaorientációkra.

A szórt nyaláb intenzitásának nagyságát az (5.2) képlet segítségével határoztam meg mind a négy textúrakomponensre mind a hét alkalmazott mintaorientáció esetén mindkét detektornál. Az 5.4. ábrán láthatjuk sematikusan két dimenzióban a detektorba jutó szórt intenzitás meghatározásának szemléltetését. A B1 és B2 detektorok két esetet mutatnak meg ezen az ábrán. A B1 detektornál azt az esetet látjuk, amikor valamely textúrakomponens preferált orientációja éppen olyan, hogy a szemlélt  $hkl$  sík  $\mathbf{e}_{hkl}$  normálvektora párhuzamos a detektor középpontjához tartozó  $\mathbf{s}_{hkl}$  diffrakciós vektor irányú egységvektorral. Ebben az esetben a  $hkl$  síkok a bejövő nyaláb azon hullámhosszhoz tartozó részét, amelyikre teljesül a Bragg-feltétel, a detektor középpontjába szórják. Más hullámhosszal nem tud teljesülni a Bragg-feltétel, ezért nem

jut szórt nyaláb erről a  $hkl$  síkról a detektor más pontjába. Ez azt jelenti, hogy a szórt nyaláb erőssége a detektor egy adott pontjában arányos a Bragg-feltételt teljesítő  $hkl$  síkok mennyiségével, amit pedig a textúra szab meg.

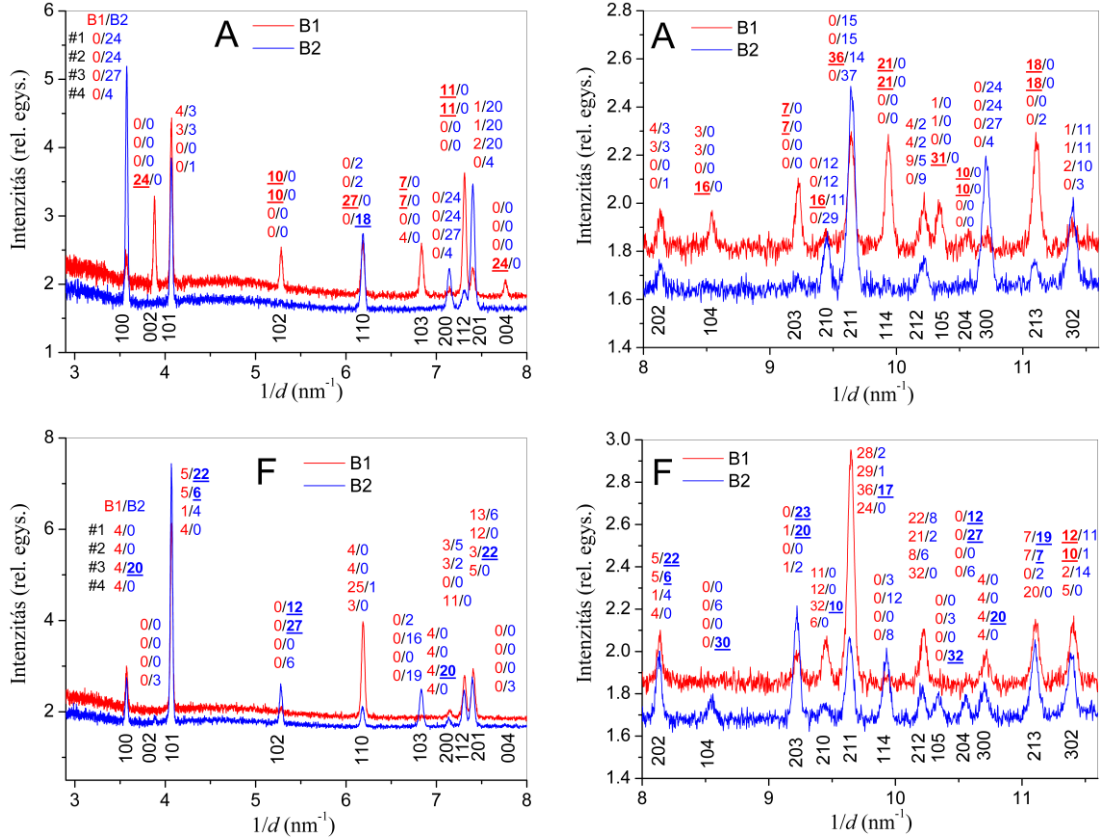


**5.4. Ábra.** A textúrakomponensektől származó intenzitások meghatározásának szemléltetése. Az intenzitást a detektor felületének és a textúrakomponens kiterjedését leíró Gauss-eloszlásnak az átfedése adja. A B1 detektor olyan esetet mutat, amikor a textúrakomponens ideális orientációja olyan, hogy a vizsgált  $hkl$  sík normálvektora párhuzamos a detektor középpontjához tartozó diffrakciós vektorral. B2 pedig olyan esetet mutat, amikor az ideális orientációhoz tartozó szórt nyaláb (Gauss-eloszlás közepe) már elkerüli ugyan a detektort, de az átfedésnek megfelelően így is jutnak neutronok a detektorba.

Ezzel szemben a B2 detektor esetén egy olyan orientációt látunk, amikor a  $hkl$  sík a nyalábot olyan irányban szórja, hogy a detektort már elkerüli a szórt nyaláb. Mindez csupán a textúrakomponens egzakt ideális orientációját írta le, figyelembe kell venni a textúrakomponensekhez tartozó kristályszemcsék orientációjának eloszlását, amelyet az X-TEX módszerben Gauss-eloszlással közelítünk. A teljes intenzitást így végül a detektor érzékelő felületének és a textúra kiterjedését figyelembe vevő Gauss-eloszlásnak az átlapolása adja, ahogy azt az ábrán is szemlélteti a sraffozott vonal, illetve az ábra két szélén feltüntetett színes detektorképek is, és ezt az átlapolást veszi figyelembe az (5.2) egyenlet is. Ez alapján a mért diffrakciós patternben az egyes  $hkl$  diffrakciós csúcsokra kiszámíthatjuk az összes textúrakomponens intenzitásjárulékát és megvizsgálhatjuk, hogy a csúcsok mekkora mértékben származnak az egyes textúrakomponensektől.

A mért diffrakciós csúcsok közül azokat tekintettük valamely textúrakomponenshez tartozónak, amelyek esetén a számolt intenzitások csak a szóban forgó textúrakomponensnél adnak lényeges nagyságú értéket. Ezáltal csak olyan

diffrakciós csúcsokat veszünk figyelembe a kiértékelés során, amelyek intenzitása a kiértékelés szempontjából kellőképpen nagy, de a többi, idegen textúrakomponenstől származó intenzitásjáruléka elhanyagolhatóan kicsi. Ezt szemlélteti a 5.5. ábra, ahol példaként az A és az F jelölésű mintaorientációkkal mért diffrakciós patternek láthatók.



**5.5. Ábra.** Mért neutrondiffrakciós patternek az A és az F jelölésű mintaorientáció esetén. A patternek a jobb láthatóság miatt fel vannak osztva két részre, a bal oldalon a  $3 \leq 1/d \leq 8$ , a jobb oldalon a  $8 \leq 1/d < 12$  tartomány látható. A patternek alatti fekete számok jelölik a csúcsok  $hkl$  indexeit. A piros vonal (felső) a B1, a kék vonal (alsó) a B2 detektorral mért pattern. A csúcsok fölött a számolt intenzitások vannak feltüntetve textúrakomponensekre bontva, fentről lefelé haladva az #1-től #4-ig jelölt textúrakomponenseknek megfelelően, B1/B2 módon felírva a két detektorra. Az #1 és #2 textúrakomponens ekvivalensnek tekintett. Azokat a csúcsokat, amelyeket valamelyik textúrakomponenshez tartozónak soroltunk be, az intenzitásértéküknél aláhúzással emeltük ki.

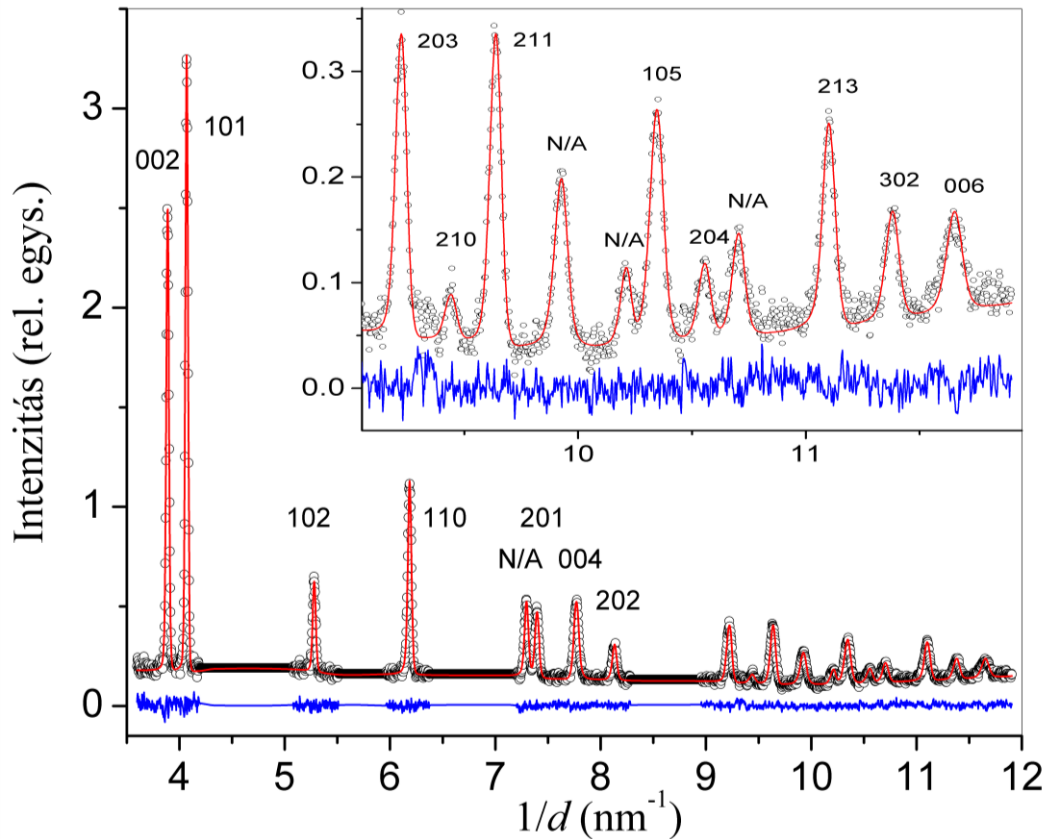
A patternek az  $1/d$  reciproktér távolság függvényében ábrázolják a szórt neutronok intenzitását. A jobb láthatóság kedvéért a patternek két szekcióra vannak osztva  $1/d$  szerint. Az ábrán a piros (felső pattern) szín jelöli a B1, kék (alsó pattern) a B2 detektorral mért patternet. A csúcsok fölött vannak feltüntetve az (5.2) képlettel számolt intenzitások nagyságai mind a négy textúrakomponensre. A B1/B2 jelölések azt mutatják, hogy az intenzitások melyik detektorra vonatkoznak. Fentről lefelé haladva pedig az intenzitásértékek az jelölik, hogy melyik textúrakomponenshez tartoznak, #1-től #4-ig

növekvő sorrendben. A korábbiaknak megfelelően az #1 és #2 számozású textúrakomponenst a kiértékelés szempontjából ekvivalensnek tekintjük, de ettől függetlenül a számolt intenzitásértékük külön-külön is fel van tüntetve az ábrán. A továbbiakban az #1 és #2 komponens közös jelölésére az #1&#2 jelölést használom. A kiértékelésbe csak azokat a diffrakciós csúcsokat vettük bele, amelyeknél csak az egyik textúrakomponens ad lényegi járulékot, azaz vagy az #1&#2, vagy #3, vagy pedig #4 számmal jelölt textúrakomponenstől származik legnagyobb mértékben. Ezeket az intenzitásértékeket az ábrán aláhúzással emeltem ki. Példaként láthatjuk, hogy az 'A' mintaorientáció esetén az 102, 103, 112, 203, 114, 204 és 213 csúcsok mind az #1&#2 textúrakomponenshez köthetők, míg a 110, 210 és 211 a #3-ashoz, a 002, 110, 004, 104 és 105 csúcsok pedig a #4-eshez. A többi csúcsot kevertnek tekintjük, ezeknél az intenzitásjárulékok több, mint egy komponenstől adnak lényegi járulékot. Azt is megfigyelhetjük az 'A' mérésnél, hogy az 110 csúcsot a B1 detektorral mérve a #3-as, míg a B2 detektorral mérve a #4-es komponenshez rendelhetjük. A csúcsokra az (5.3) képletnek megfelelően  $\chi$  értékeket is számolhatunk, ez alapján a kiválasztott csúcsok esetén elmondható, hogy azok intenzitása 70-100% mértékben származik valamelyik textúrakomponenstől minden esetben. A többi mintaorientációra meghatározott intenzitásértékeket az átláthatóság kedvéért itt nem sorolom fel, az adatok megtalálhatók az 'IUCr electronic archives' adatbázisban (referenciaszám: AJ5245). Az 5.5. ábrán azt is megfigyelhetjük, hogy a számolt intenzitások jól leírják a mért intenzitások tendenciáját is; ahol a számolt intenzitás nulla, ott a mért intenzitás is nulla, vagy egészen kis érték, ahol pedig a számolt összintenzitás nagy, ott a csúcsok is kimagaslóan erősek a többi csúcsához képest.

Azokat a diffrakciós csúcsokat, amelyeket az eddig elmondottak szerint ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartozónak tekintettünk, összegyűjtöttük, kivágtuk a különböző mért patternekből, majd egyesítettük őket, létrehozva mind a négy textúrakomponensre egy-egy mesterséges TSDP-t. Azokból a *hkl* csúcsokból, amelyek több mért pattern esetén is ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartoztak, a nagyobb mért intenzitásút használtuk a TSDP elkészítésekor. Egy ilyen tipikus TSDP látható az 5.6. ábrán. A TSDP patterneket a CMWP módszerrel értékeltük ki, a fekete körök mutatják a mért adatokat, a piros vonal az elméleti görbét, a kék vonal pedig a mért és elméleti adatok közti különbséget. Azokban az esetekben, amikor a TSDP készítésekor a mért patternben egy csúcs egy szomszédos csúccsal átlapol, a teljes átlapoló részt kivágtuk a mért patternből, és beletettük a TSDP-be. Ezekben az esetekben a szomszédos, nemkívánatos



diffrakciós csúcsot egy második fázisként kezeltük a CMWP kiértékelés során. Természetesen csak a releváns fázis, azaz csak a vizsgált textúrákomponenshez tartozó fázis eredményeit tárgyaljuk a továbbiakban, az idegen átlapoló csúcsok mikroszerkezeti eredményeivel nem foglalkozunk. Ezek az idegen átlapoló csúcsok az ábrán N/A jelöléssel vannak feltüntetve.



**5.6. Ábra.** Az #1&#2 textúrákomponenshez tartozó, B2 detektorral mért tipikus TSDP. A fekete körök a mért adatok, a piros vonal a CMWP eljárással számolt elméleti pattern, a kék vonal a mért és számolt adatok különbsége. Az ábrán látható *hkl* csúcsok ugyanahhoz a textúrákomponenshez rendelhetők (jelen esetben #1&#2), az N/A jelölés pedig olyan idegen csúcsokat jelent, amelyeket a vizsgált *hkl* csúccsal szomszédos, átlapoló csúcsok miatt volt szükséges belevenni a TSDP-be. Ezek az idegen csúcsok második fázisként lettek kezelve a CMWP kiértékelés során. A beszűrt rész a nagyobb *1/d* tartomány nagyított része.

A TSDP patterneket a CMWP módszerrel kiértékelve jelen esetben szükséges instrumentális korrekció is. Az instrumentális pattern mérésére standard  $\text{CaF}_2$  pormintát használtunk. A mérés során alkalmazott B1 és B2 detektor felbontása kissé eltérő volt, ezért a két detektorral mért csúcsokat elkülönítve kezeltük, és mindkét detektor esetén külön-külön TSDP-ket határoztunk meg, majd a paraméterek eredményét átlagoltuk a két detektor esetén, és ezeket az értékeket tekintjük végeredményeknek. A CMWP kiértékeléssel kapott mikroszerkezeti eredményeket a következő fejezetben ismertetem.

### 5.2.3. Eredmények és diszkusszió

A TSDP-k CMWP kiértékeléséből kapott, B1 és B2 detektorok és a különböző textúrakomponensek esetén meghatározott mikroszerkezeti paraméterek eredményei az 5.3. táblázatban láthatók. Ezek a paraméterek a szemcseméret lognormális eloszlásának mediánja ( $m$ ) és szórása ( $\sigma_{LN}$ ), a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret ( $\langle x \rangle_{area}$ ), a diszlokációsűrűség ( $\rho$ ) és a diszlokációk típusainak hányadai ( $h_{(a)}$ ,  $h_{(c)}$  és  $h_{(c+a)}$ ). A táblázatban látható paraméterek hibáit az illesztés során különböző kezdeti paraméterek és kissé eltérő háttérintenzitások mellett futtatott CMWP kiértékelések eredményeinek szórása adja [Ribárik et al., 2004; Ribárik & Ungár, 2010].

textúrakomponens	detektor	$m$ (nm)	$\sigma_{LN}$	$\langle x \rangle_{area}$ (nm)	$\rho$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$h_{(a)}$	$h_{(c)}$	$h_{(c+a)}$
#1&#2	B1	240	0.57	550 (70)	4.9 (0.5)	0.70	0.10	0.20
#1&#2	B2	50	0.71	180 (25)	3.8 (0.5)	0.70	0.10	0.20
#3	B1	24	0.71	85 (15)	2.5 (0.3)	0.35	0.20	0.45
#3	B2	41	0.71	150 (20)	4.0 (0.5)	0.35	0.20	0.45
#4	B2	33	0.71	120 (20)	4.2 (0.5)	0.70	0.10	0.20

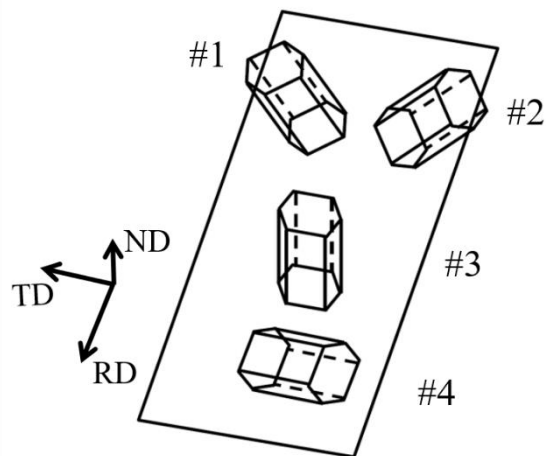
**5.3. táblázat.** A különböző textúrakomponensek esetén meghatározott szemcseméreteloszlás mediánja ( $m$ ) és szórása ( $\sigma_{LN}$ ), a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret ( $\langle x \rangle_{area}$ ), a diszlokációsűrűség ( $\rho$ ) és a diszlokációk típusainak hányadai ( $h_{(a)}$ ,  $h_{(c)}$  és  $h_{(c+a)}$ ). Az értékek a B1 és B2 detektorral mért diffrakciós patternek esetén elkülönítve lettek meghatározva. Zárójelben az értékek hibái láthatóak, a  $h_{(a)}$ ,  $h_{(c)}$  és  $h_{(c+a)}$  paraméterek hibája  $\pm 0.1$ .

A B1 és B2 detektorral kapott mikroszerkezeti eredményeket átlagoltuk, ezek eredménye látható az 5.4. táblázatban. A #4-es komponensnél B1 detektorral mérve túlságosan kevés számú diffrakciós csúcs adódott a megfelelő CMWP kiértékeléshez, ezért itt csak a B2 detektorral kapott méréseket vettük figyelembe.

textúrakomponens	$\langle x \rangle_{area}$ (nm)	$\rho$ ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$ )	$h_{(a)}$	$h_{(c)}$	$h_{(c+a)}$
#1&#2	350 (150)	4.4 (0.5)	0.70	0.10	0.20
#3	120 (40)	3.2 (0.4)	0.35	0.20	0.45
#4	120 (20)	4.2 (0.5)	0.70	0.10	0.20

**5.4. táblázat.** A különböző textúrakomponensekben meghatározott átlagos mikroszerkezeti paraméterek értékei, azaz a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret ( $\langle x \rangle_{area}$ ), a diszlokációsűrűség ( $\rho$ ) és a diszlokációk típusainak hányadai ( $h_{(a)}$ ,  $h_{(c)}$  és  $h_{(c+a)}$ ). Az értékek a B1 és B2 detektorral kapott értékek átlagolásából származnak. Zárójelben az értékek hibái láthatóak, a  $h_{(a)}$ ,  $h_{(c)}$  és  $h_{(c+a)}$  paraméterek hibája  $\pm 0.1$ .

Az #1&#2 fő textúrákomponens esetén azt láthatjuk, hogy a diszlokációk 70%-ban  $\langle a \rangle$  és 20%-ban  $\langle c + a \rangle$  típusúak, a  $\langle c \rangle$  típus aránya pedig a hiba nagyságával megegyező mértékű, vagyis gyakorlatilag elhanyagolható. Ugyanez az eredmény figyelhető meg a #4 mellék-textúrákomponensnél is. A #3 mellékkomponensnél azonban ehhez képest jelentős eltérést látunk, a diszlokációk csupán 35%-ban  $\langle a \rangle$  típusúak, míg 45% a  $\langle c + a \rangle$  és 20% a  $\langle c \rangle$  hányada. Az átlagos diszlokációsűrűségek nagyon hasonló eredményeket mutatnak az összes textúrákomponensben; a #3-as komponensben valamivel kisebbnek mondható ugyan az átlagos diszlokációsűrűség, de nem jelentős mértékben. Mivel a felülettel súlyozott átlagos szemcseméret relatíve nagy mindegyik textúrákomponensben, a vonalszélesedés nagyrészt a diszlokációk okozta rácsstorzulásnak tulajdonítható. A CMWP kiértékelés során a diszlokáció elrendeződési paraméter  $2 \leq M \leq 3$  tartományban volt mindegyik textúrákomponensben, ami nem mutatja a diszlokációk olyan elrendeződését, amelyek leárnyékolják egymás feszültségterét. Mivel ezek az értékek nem mutatnak lényeges különbséget a textúrákomponensek között, jelen munkában ezen eredmények interpretálásával nem foglalkozunk. Megjegyzem továbbá, hogy a CMWP eljárás során nem volt megállapítható a hibahatárt meghaladó ikerhiba sűrűség egyik TSDP kiértékelése során sem.



**5.7. Ábra.** A négy textúrákomponens ideális orientációját mutató hexagonális cellák sematikus rajza. A mintát ért összenyomás ND irányú.

Az eredmények értelmezéséhez tekintsük a mintát ért összenyomás irányához viszonyítva a négy textúrákomponens preferált orientációit reprezentáló hexagonális Bravais-cellákat sematikus az 5.7. ábrán. Az #1 és #2 textúrákomponensek esetén a cella  $c$  tengelye dőlt az ND-vel párhuzamos irányú egytengelyű összenyomás irányához

viszonyítva. A #3-as textúrakomponensben a  $c$  tengely párhuzamos ND-vel, a #4 esetén pedig  $c$  merőleges ND-re. Emiatt a geometria miatt az #1, #2 és #4 textúrakomponensekben az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk könnyen aktiválhatók, míg a #3-as komponensben az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációkra a csúsztatófeszültség nulla, ugyanis ezen diszlokációk Burgers-vektora minden esetben merőleges a külső feszültség irányára. A  $\sigma$  külső feszültség és a  $\tau$  csúsztatófeszültség kapcsolatát a (4.36) képlet adja meg, vagyis a Schmid-faktor teremt köztük kapcsolatot. Az egyes textúrakomponensekben ND irányú külső feszültség esetén kiszámított Schmid-faktorok értékei az 5.5. táblázatban láthatók a hexagonális rendszerben lehetséges különböző csúszási rendszerekre. Ebben a táblázatban látható, hogy a #3-as számozású komponensben mindegyik  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációra zéró Schmid-faktor érték adódik, ami jó egyezésben van a diffrakciós eredményekkel és magyarázatot adhat arra, hogy ebben a komponensben miért aktiválódott jóval kevesebb  $\langle a \rangle$  típusú diszlokáció, mint a többi textúrakomponensben.

csúszási rendszer	csúszósík típus	Burgers-vektor típus	Schmid-faktor		
			#1&2	#3	#4
$\langle 110 \rangle \{001\}$	bazális	$\langle a \rangle$	0.50	0.0	0.0
$\langle 110 \rangle \{100\}$	prizmatikus	$\langle a \rangle$	0.22	0.0	0.43
$\langle 110 \rangle \{101\}$	piramidális	$\langle a \rangle$	0.31	0.0	0.38
$\langle 113 \rangle \{100\}$	prizmatikus	$\langle c + a \rangle$	0.48	0.0	0.23
$\langle 113 \rangle \{112\}$	piramidális	$\langle c + a \rangle$	0.28	0.45	0.45
$\langle 113 \rangle \{111\}$	piramidális	$\langle c + a \rangle$	0.43	0.25	0.25
$\langle 113 \rangle \{101\}$	piramidális	$\langle c + a \rangle$	0.36	0.40	0.40
$\langle 001 \rangle \{100\}$	prizmatikus	$\langle c \rangle$	0.43	0.0	0.0

**5.5. táblázat.** A négy textúrakomponens ideális orientációjához tartozó Schmid-faktorok értékei ND irányú külső feszültség esetén a hexagonális rendszer különböző csúszási rendszereire.

Természetesen az egyes textúrakomponensekhez tartozó krisztallitok orientációja nem csupán az ideális orientációt valósítja meg, az orientációeloszlás kiterjedése miatt ezért a #3-as komponens esetén sem pontosan nulla a Schmid-faktorok értéke az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációkra. Ez, illetve plasztikus deformáció során mindig fellépő különböző diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatások magyarázhatják azt, hogy a #3-as komponensben mégis aktiválódtak  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk, mintegy 35%-os hányadot kitevő mértékben. A táblázatban látható, hogy a másik három textúrakomponens esetén relatíve nagy a Schmid-faktor mind az  $\langle a \rangle$ , mind a  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációkra. A  $\langle c \rangle$  típusú diszlokációk megjelenése pedig köztudottan nagyon valószínűtlen Zr-ban. Összességében elmondhatjuk, hogy mindössze ezek az egyszerű geometriai

megfontolások jó korrelációt mutatnak a neutrondiffrakciós mérésekből kapott eredményekkel a diszlokációsűrűség és diszlokáció típusok hányadait illetően.

A diffrakciós mérésekből kapott eredményeinket a szakirodalomban található eredményekkel összevetve a következőt találtuk. Xu és társai tipikus hengerlési textúrát mutató Zircaloy-2 polikristály deformációs mechanizmusait vizsgálták 'elasto-plastic self-consistent' (EPSC) modellezéssel [Xu et al., 2008]. A modellezésben prizmatikus  $\langle a \rangle$ , bazális  $\langle a \rangle$ , piramidális  $\langle c + a \rangle$  csúszásokat és az ikresedés hatásait vették figyelembe három nyomási és húzási deformáció során. A modellezés paramétereit makroszkopikus folyásgörbék és belső feszültség mérések alapján származtatták, és figyelembe vettek diszlokáció kölcsönhatásokat is különböző csúszási módok között. A szimulációkban azt találták, hogy TD és RD irányú deformáció során a bazális csúszás megjelenésekor indul el a makroszkopikus folyás húzás és nyomás esetén is. ND irányú húzásnál dilatációs ikresedés tölti be ezt a szerepet, ND irányú összenyomáskor (ami a mi esetünkkel egyezik meg) pedig azt találták, hogy a piramidális  $\langle c + a \rangle$  aktiválódása esik egybe a makroszkopikus folyással, miközben az  $\langle a \rangle$  típusú csúszások közül a bazális  $\langle a \rangle$  dominál, de a prizmatikus  $\langle a \rangle$  is jelentős, ikresedés pedig egyáltalán nem lép fel. Piramidális  $\langle c + a \rangle$  diszlokációkat pedig csakis ND irányú összenyomáskor figyeltek meg, az összes többi esetben közel nulla volt ezek aktivitása. Mindezek alapján elmondhatjuk, hogy a neutrondiffrakciós vonalprofil analízissel kapott eredményeink jó egyezésben vannak az EPSC modellezés eredményeivel is.

### 5.3. Összefoglalás

Ebben a fejezetben bemutattam, hogyan terjesztettem ki az X-TEX módszert neutrondiffrakciós vonalprofil analízisre. Ezzel a technikával az X-TEX módszerhez hasonlóan több textúrakomponenssel rendelkező textúrált polikristályos anyagokban az egyes textúrakomponensek mikroszerkezete külön-külön határozható meg. Ez a módszer a röntgendiffrakciónál alkalmazott Debye-Scherrer geometriától eltérően polikromatikus nyalábbal operál, amellyel spallációs neutronforrások esetén nagy szögfelbontást lehetővé tevő és így vonalprofil analízis használatához is alkalmas mérési mód valósítható meg. A neutrondiffrakciós vonalprofil analízis másfajta előnyöket rejt a röntgendiffrakcióhoz képest, ilyen például a kis rendszámú elemek mérésének lehetősége, vagy az a tény, hogy a szögfüggetlen formafaktor miatt neutronok esetén a diffrakciós spektrumban nagy szórási szögekhez tartozó csúcsok intenzitása is nagy, így kiértékelés szempontjából elérhetővé válnak további diffrakciós csúcsok, amik javítják a

mikroszerkezet meghatározásának megbízhatóságát. A röntgen- és neutrodiffrakciós módszerek együttesen így számos lehetőséget rejtenek a textúrált anyagok mikroszerkezetének textúrakomponensenkénti vizsgálatára. Az új neutrodiffrakciós módszert sikeresen alkalmaztam hengerlési textúrát mutató, négy különböző textúrakomponenssel rendelkező Zircaloy-2 ötvözetben, amely egy gyakran alkalmazott reaktorszerkezeti anyag. A diffrakciós mérések előtt a mintát 6%-os mértékben összenyomtuk az ND irányból. A neutrodiffrakciós méréseket a Los Alamos Neutron Science Center kutatóközpont spallációs neutronforrásának SMARTS diffraktométerével végeztük. A mért neutrodiffrakciós patternekből az X-TEX módszer jellemzésénél leírtakhoz hasonlóan kiválogattuk azokat a diffrakciós csúcsokat, amelyek nagy mértékben valamelyik vizsgált textúrakomponenstől származnak, a többi komponens intenzitásjáruléka pedig minimális. Ezeket a csúcsokat összeválogatva TSDP-eket készítettünk mind a négy textúrakomponens esetén, a TSDP-eket pedig a CMWP módszerrel kiértékelve kaptuk meg az egyes textúrakomponensek mikroszerkezeti paramétereinek értékét. Azt találtuk, hogy az #1-es és #2-es ekvivalens textúrakomponensekben és a #4-es számozású komponensben is hibahatáron belül ugyanaz a diszlokációsűrűség és a diszlokációk típusainak hányada, az  $\langle a \rangle$  és  $\langle c + a \rangle$  Burgers-vektorú diszlokációk aránya rendre mintegy 70%, illetve 20% mindhárom komponensben. A #3-as komponensben azonban csaknem 25%-kal kisebb volt a diszlokációsűrűség, mint a másik három textúrakomponensben, és az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk aránya is jóval kisebb, mintegy 35%, a  $\langle c + a \rangle$  típusú diszlokációk aránya pedig jelentősen nagyobb, körülbelül 45%. Ezeket az eredményeket egyszerű geometriai okokra vezettük vissza, amelyek kvalitatív magyarázatot adnak a mért diszlokációsűrűségek és aktiválódott csúszási rendszerek arányaira is. Az ND irányú összenyomás esetén ugyanis a #3-as komponensben mindegyik  $\langle a \rangle$  típusú csúszási rendszerre közel nulla a Schmid-faktor értéke, vagyis alacsony a diszlokációkra ható csúsztatófeszültség, ami miatt az  $\langle a \rangle$  Burgers-vektorú diszlokációk kevésbé tudnak aktiválódni, és így mind a hányaduk, mind a teljes diszlokációsűrűség alacsonyabb ebben a textúrakomponensben. A mért eredményeink jó egyezést mutatnak az irodalomban található plaszticitási modellezésből kapott eredményekkel is. Az eredményeinket referált nemzetközi folyóiratban publikáltuk [Ungár et al., 2015 (S3)].

## Függelék

Az NRAD-ML algoritmus számára szükséges megadni a CMWP eljárás profilfüggvényeinek a mikroszerkezeti paraméterek szerinti analitikus deriváltjait. Ez a (2.3) egyenlet deriváltjait jelenti, melyek sorra a következők:

- A szemcseméreteloszlás mediánja szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial m} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\partial A_{hkl(L)}^S}{\partial m} A_{hkl(L)}^D A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\begin{aligned} \frac{\partial A_{hkl(L)}^S}{\partial m} = & \frac{e^{-x_1^2}}{\sqrt{2\pi} m \sigma_{LN}} - \frac{3|L|}{4m^2} e^{-2.5\sigma_{LN}^2} \left( \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{e^{-x_2^2}}{\sigma_{LN}} - \operatorname{erfc}(x_2) \right) + \\ & + \frac{|L|^3}{4m^4} e^{-4.5\sigma_{LN}^2} \left( \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{e^{-x_3^2}}{\sigma_{LN}} - 3\operatorname{erfc}(x_3) \right), \end{aligned}$$

$$\text{ahol: } x_1 = \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sqrt{2}\sigma_{LN}} - \frac{3}{2}\sqrt{2}\sigma_{LN}, \quad x_2 = \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sqrt{2}\sigma_{LN}} - \sqrt{2}\sigma_{LN}, \quad x_3 = \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sqrt{2}\sigma_{LN}}.$$

- A szemcseméreteloszlás szórása szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial \sigma_{LN}} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\partial A_{hkl(L)}^S}{\partial \sigma_{LN}} A_{hkl(L)}^D A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\begin{aligned} \frac{\partial A_{hkl(L)}^S}{\partial \sigma_{LN}} = & \frac{e^{-x_1^2}}{\sqrt{2\pi}} \left( \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sigma_{LN}^2} + 3 \right) - \\ & - \frac{3|L|}{4m} e^{-2.5\sigma_{LN}^2} \left( \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{\pi}} e^{-x_2^2} \left( \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sigma_{LN}^2} + 2 \right) - 5 \sigma_{LN} \operatorname{erfc}(x_2) \right) + \\ & + \frac{|L|^3}{4m^3} e^{-4.5\sigma_{LN}^2} \left( \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{\pi}} e^{-x_3^2} \frac{\ln\left(\frac{|L|}{m}\right)}{\sigma_{LN}^2} - 9 \sigma_{LN} \operatorname{erfc}(x_3) \right). \end{aligned}$$

- A diszlokációsűrűség szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial \rho} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} A_{hkl(L)}^S \frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial \rho} A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial \rho} = -A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 C_{hkl} L^2 \left( f(\eta) + \rho \frac{\partial f(\eta)}{\partial \rho} \right).$$

- A diszlokáció elrendeződési paraméter szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial M} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} A_{hkl(L)}^S \frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial M} A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial M} = -A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 C_{hkl} L^2 \rho \frac{\partial f(\eta)}{\partial M}.$$

Az  $\frac{\partial f(\eta)}{\partial \rho}$  és  $\frac{\partial f(\eta)}{\partial M}$  a Wilkens-függvény  $\rho$  és  $M$  szerinti deriváltjai:

$\eta < 1$  esetén:

$$\begin{aligned} \frac{\partial f(\eta)}{\partial \rho} &= -\frac{1}{2\rho} - \frac{128}{45\pi\rho\eta} + \left( \frac{\eta}{\pi\rho} - \frac{1}{4\pi\eta\rho} \right) \frac{\partial}{\partial \eta} \left( \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV \right) + \frac{1}{2\pi\rho\eta^2} \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV - \\ &\quad - \frac{1}{\pi\rho\sqrt{1-\eta^2}} \left( \frac{41}{180}\eta(1-2\eta^2) + \frac{1}{90}\eta^3(3-4\eta^2) - \frac{769}{360\eta} \right) - \\ &\quad - \frac{1}{12\pi\rho} \left( \frac{1}{\sqrt{1-\eta^2}} \left( \frac{11}{2\eta} + 21\eta + 2\eta^3 \right) + \left( 4\eta^2 - \frac{11}{\eta^2} \right) \text{asin}\eta \right) + \frac{\eta^2}{6\rho} \\ \frac{\partial f(\eta)}{\partial M} &= \frac{1}{M} + \frac{512}{90\pi\eta M} + \frac{2}{\pi M} \left( \left( \frac{1}{4\eta} - \eta \right) \frac{\partial}{\partial \eta} \left( \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV \right) - \frac{1}{2\eta^2} \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV \right) - \\ &\quad - \frac{1}{\pi M\sqrt{1-\eta^2}} \left( \frac{769}{180\eta} + \frac{41}{90}\eta(2\eta^2-1) + \frac{2}{90}\eta^3(4\eta^2-3) \right) - \\ &\quad - \frac{1}{12\pi M} \left( \left( \frac{22}{\eta^2} - 8\eta^2 \right) \text{asin}\eta - \frac{1}{\sqrt{1-\eta^2}} \left( \frac{11}{\eta} + 42\eta + 4\eta^3 \right) \right) - \frac{\eta^2}{3M} \end{aligned}$$

ahol az egyenletben szereplő integrál és annak deriváltja sor alakban adható meg:

$$\begin{aligned} \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV &= \eta + \frac{1}{2 \cdot 3 \cdot 3} \eta^3 + \frac{1 \cdot 3}{2 \cdot 4 \cdot 5 \cdot 5} \eta^5 + \frac{1 \cdot 3 \cdot 5}{2 \cdot 4 \cdot 6 \cdot 7 \cdot 7} \eta^7 + \dots \\ \frac{\partial}{\partial \eta} \left( \int_0^\eta \frac{\text{asin}V}{V} dV \right) &= 1 + \frac{1}{2 \cdot 3} \eta^2 + \frac{1 \cdot 3}{2 \cdot 4 \cdot 5} \eta^4 + \frac{1 \cdot 3 \cdot 5}{2 \cdot 4 \cdot 6 \cdot 7} \eta^6 + \dots \end{aligned}$$



$\eta > 1$  esetén:

$$\frac{\partial f(\eta)}{\partial \rho} = \frac{1}{\rho \eta^2} \left( \frac{1}{3} + \frac{1}{4} \ln 2 \eta - \frac{128}{45\pi} \eta \right)$$

$$\frac{\partial f(\eta)}{\partial M} = \frac{1}{M \eta^2} \left( \frac{512}{90\pi} \eta - \frac{2}{3} - \frac{1}{2} \ln 2 \eta \right)$$

- A diszlokációk kontrasztfaktora szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial C_{hkl}} = I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} A_{hkl(L)}^S \frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial C_{hkl}} A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial C_{hkl}} = -A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 L^2 \rho f(\eta)$$

- Átlagos kontrasztfaktorokkal köbös kristályszerkezet esetén (2.14)-nek megfelelően a  $q$  paraméter szerinti derivált:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial q} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} A_{hkl(L)}^S \frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial q} A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial q} = A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 \bar{C}_{h00} H^2 L^2 \rho f(\eta)$$

- Átlagos kontrasztfaktorokkal hexagonális kristályszerkezet esetén (2.15)-nek megfelelően a  $q_1$  és  $q_2$  paraméter szerinti deriváltak:

$$\frac{\partial I_{(K)}}{\partial q_{1,2}} = \sum_{hkl} I_0^{hkl} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} A_{hkl(L)}^S \frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial q_{1,2}} A_{hkl(L)}^{PF} A_{hkl(L)}^{Instr} e^{i2\pi \cdot L \cdot (K - g_{hkl})} dL,$$

ahol:

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial q_1} = -A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 \bar{C}_{hk0} x L^2 \rho f(\eta)$$

$$\frac{\partial A_{hkl(L)}^D}{\partial q_2} = -A_{hkl(L)}^D \frac{\pi b^2}{2} g_{hkl}^2 \bar{C}_{hk0} x^2 L^2 \rho f(\eta)$$

## Összefoglalás

Doktori disszertációmban egy röntgen- és neutrondiffrakciós csúcsprofil analízisen alapuló újfajta módszert fejlesztettem ki, amellyel textúrált anyagok mikroszerkezete az egyes textúrakomponensekben egymástól elkülönítve határozható meg, ez pedig a mikroszerkezet részletesebb jellemzését teszi lehetővé. A módszer az egyes textúrakomponenseket alkotó kristályszemcsék orientációeloszlását Gauss-eloszlással közelítve veszi figyelembe, a random komponens pedig egyenletes eloszlással. A textúrakomponensek orientációeloszlásainak kiterjedése miatt bizonyos mérési változók (mintaorientáció, detektorpozíció, diffrakciós csúcs azimutális integrálási tartománya) függvényében egy adott diffrakciós csúcs intenzitásában nagyon eltérő lehet az egyes textúrakomponensek intenzitásjáruléka. A cél megfelelő mérési változók alkalmazásával olyan diffrakciós csúcsok mérése, amelyek intenzitása nagy mértékben a vizsgált textúrakomponenstől származik, minimalizálva a többi, idegennek tekintett komponens intenzitásjárulékát. Az így mért csúcsok - mivel azok túlnyomóan ugyanahhoz a textúrakomponenshez tartozó kristályszemcséktől származnak - a szóban forgó textúrakomponensre jellemzők, így a csúcsok profilalakjából a vonalprofil analízis valamelyik ismert módszerével a vizsgált textúrakomponens mikroszerkezete a többitől elkülönítve jellemezhető. A profilok kiértékelése során itt a CMWP vonalprofil technika egy olyan Monte-Carlo algoritmust használó saját fejlesztésű változatát alkalmaztam, amely a mikroszerkezeti paraméterek pontosabb, megbízhatóbb értékeit nyújtja.

Az új módszer implementálása érdekében egy ingyenesen elérhető szoftvert fejlesztettem ki, amellyel a szükséges mérési változók meghatározása révén az egyedi textúrakomponensekhez tartozó diffrakciós csúcsok mérése tervezhető meg. A módszer és a szoftver is az X-TEX nevet kapta. Az X-TEX módszer sikeres alkalmazását és tesztelését különböző mértékben nyújtott textúrált Ti mintákon mutattam be, melyben két szimmetrikus orientációjú fő- és a random textúrakomponens mikroszerkezetének fejlődését szeparáltan jellemeztem. Az X-TEX módszert kiterjesztettem neutrondiffrakciós vonalprofil analízisre is, ennek keretében Zircaloy-2 ötvözet négy fő textúrakomponensének mikroszerkezetét határoztam meg. A főbb eredményeket és értelmezésüket a megfelelő fejezetekben diszkutáltam és tézispontokban soroltam fel. Megállapítottam, hogy a deformáció során az egyes textúrakomponensekben jelentősen eltérő mikroszerkezet alakulhat ki, amely sok esetben jól magyarázható egyszerű geometriai megfontolásokkal is.

## Summary

I developed a new method based on X-ray and neutron diffraction in my dissertation, by that it is possible to determine the microstructure of different texture components separately which allows a more detailed description of the microstructure in textured polycrystals. In this method the orientation distribution of the major texture components is considered with Gaussian functions and the random component is taken into account with a uniform distribution. Because of the spread of the orientation distributions, the contribution of different texture components to the intensity of a given diffraction peak can vary significantly depending on certain measurement conditions (sample orientation, detector position, azimuthal range of the integration of the peak). The goal is to measure peaks with optimal measurement settings so that in the obtained peak the intensity comes in large part from the examined texture component while minimizing the contribution of other alien components. Peaks measured this way, since they originate from crystallites belonging to the same texture component, are characteristic for the chosen texture component and by evaluation with any method of line profile analysis the microstructure of the texture component can be obtained separately. In the present work I used a newly developed version of the CMWP line profile technique for the evaluations which uses a Monte-Carlo algorithm and gives more precise and reliable results for the microstructural parameters.

As an implementation of the new method, I developed a freely available software which can be used to plan measurements and determine the optimal measurement conditions in which diffraction peaks belonging to the individual texture components can be measured. Both the software and the method are named X-TEX. I demonstrated the testing and successful application of the X-TEX method on tensile deformed textured Ti specimens and I described the microstructural evolutions of two major texture components with symmetrical orientations and the random texture component present in these samples separately. The method was extended for neutron diffraction as well, where I described the microstructure of four major texture components in Zircaloy-2. The main results and their interpretation are discussed in the corresponding chapters and are listed in thesis points. I concluded that the microstructure of different texture components may develop significantly differently during deformation and this behaviour can be explained well with simple geometrical considerations in many cases.

## A disszertációban felhasznált és a tézispontokhoz kapcsolódó saját publikációk

- [S1] Jóni, B.; Ódor, É.; Maric, M.; Pantleon, W.; Ungár, T. Microstructure Characterization in Individual Texture Components by X-ray Line Profile Analysis: Principles of the X-TEX Method and Practical Application to Tensile-Deformed Textured Ti. *Crystals* **2020**, *10*(8), 691. doi:10.3390/cryst10080691
- [S2] Ribárik, G.; Jóni, B.; Ungár, T. Global optimum of microstructure parameters in the CMWP line-profile-analysis method by combining Marquardt-Levenberg and Monte-Carlo procedures. *J. Mater. Sci. Technol.* **2019**, *35*, 1508-1514. doi: 10.1016/j.jmst.2019.01.014
- [S3] Ungár, T.; Holden, T.M.; Jóni, B.; Clausen, B.; Balogh, L.; Csiszár, G.; Brown, D.W. Dislocation structure in different texture components determined by neutron diffraction line profile analysis in a highly textured Zircaloy-2 rolled plate. *J. Appl. Cryst.* **2015**, *48*, 409-417. doi: 10.1107/S1600576715001338

## Egyéb, a disszertációhoz szorosan nem kapcsolódó saját publikációk

- [S4] Groma, I.; Szenthe, I.; Ódor, É.; Jóni, B.; Zilahi, Gy.; Dankházi, Z.; Ribárik, G.; Hózer, Z. Evolution of dislocation microstructure in irradiated Zr alloys determined by X-ray peak profile analysis. *J. Appl. Cryst.* **2021**, *54*, 280-286. doi: 10.1107/S1600576720015885
- [S5] Ódor, É.; Jóni, B.; Ribárik, G.; Chinh, N.Q.; Ungár, T.; Szabó, P.J. Deformation Induced Soft and Hard Lath Packets Enhance Ductility in Martensitic Steels. *Crystals* **2020**, *10*(5), 373. doi: 10.3390/cryst10050373
- [S6] Ribárik, G.; Jóni, B.; Ungár, T. The Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) Fitting Method, a Global Optimization Procedure for Microstructure Determination. *Crystals*. **2020**, *10*(7), 623. doi: 10.3390/cryst10070623
- [S7] Skrotzki, W.; Pukenas, A.; Ódor, É.; Jóni, B.; Ungár, T.; Völker, B.; Hohenwarter, A.; Pippan, R.; George, E.P. Microstructure, Texture, and Strength Development during High-Pressure Torsion of CrMnFeCoNi High-Entropy Alloy. *Crystals* **2020**, *10*(4), 336. doi: 10.3390/cryst10040336
- [S8] Podolskiy, A.V.; Shapovalov, Y.O.; Tabachnikova, E.D.; Tortika, A.S.; Tikhonovsky, M.A.; Jóni, B.; Ódor, É.; Ungár, T.; Maier, S.; Rentenberger, C.; Zehetbauer, M.J.; Schafner, E. Anomalous Evolution of Strength and Microstructure of High-Entropy Alloy CoCrFeNiMn after High-Pressure Torsion at 300 and 77 K. *Adv. Eng. Mater.* **2020**, *22*, 1900752. doi: 10.1002/adem.201900752

- [S9] Fan, Z.; Jóni, B.; Ribárik, G.; Ódor, É.; Fogarassy, Zs.; Ungár, T. The Microstructure and strength of a V–5Cr–5Ti alloy processed by high pressure torsion. *Mater. Sci. Eng. A* **2019**, *758*, 139–146. doi: 10.1016/j.msea.2019.04.094
- [S10] Kerber, M.; Spieckermann, F.; Schuster, R.; Jóni, B.; Schell, N.; Schafner, E. In-Situ Synchrotron Profile Analysis after High-Pressure Torsion Deformation. *Crystals* **2019**, *9*(5), 232. doi: 10.3390/cryst9050232
- [S11] Zhang, Z.; Ódor, É.; Farkas, D.; Jóni, B.; Ribárik, G.; Tichy, G.; Nandam, S.H.; Ivanisenko, J.; Preuss, M.; Ungár, T. Dislocations in Grain Boundary Regions: The Origin of Heterogeneous Microstrains in Nanocrystalline Materials. *Metall. Mater. Trans. A* **2019**, *51*, 513–530. doi: 10.1007/s11661-019-05492-7
- [S12] Fan, Z.; Jóni, B.; Xie, L.; Ribárik, G.; Ungár, T. Dislocation structure in textured zirconium tensile-deformed along rolling and transverse directions determined by X-ray diffraction line profile analysis. *J. Nucl. Mater.* **2018**, *502*, 301–310. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.02.026
- [S13] Prasitthipayong, A.; Frazer, D.; Kareer, A.; Abad, M.D.; Garner, A.; Jóni, B.; Ungár, T.; Ribárik, G.; Preuss, M.; Balogh, L.; Tumey, S.J.; Minor, A.M.; Hosemann, P. Micro mechanical testing of candidate structural alloys for Gen-IV nuclear reactors. *Nucl. Mater. Energy* **2018**, *16*, 34–45. doi: 10.1016/j.nme.2018.05.018
- [S14] Rashkov, R.; Zsurzsa, S.; Jóni, B.; Arnaudova, M.; Bakonyi, I.; Péter, L. Compositional, Structural and Magnetic Study of Layered Co-Mn-O-B Deposits Formed during Potentiostatic Electrodeposition Exhibiting Current Oscillations. *J. Electrochem. Soc.* **2017**, *164*(13), D908–D915. doi: 10.1149/2.1881713jes
- [S15] Skrotzki, W.; Pukenas, A.; Jóni, B.; Ódor, É.; Ungár, T.; Hohenwarter, A.; Pippan, R.; George, E.P. Microstructure and texture evolution during severe plastic deformation of CrMnFeCoNi high-entropy alloy. *IOP Mater. Sci. Eng.* **2017**, *194*, 012028–6. doi: 10.1088/1757-899X/194/1/012028
- [S16] Fekete, B.; Kasl, J.; Jandova, D.; Jóni, B.; Misják, F.; Trampus, P. Low cycle thermomechanical fatigue of reactor steels: Microstructural and fractographic investigations. *Mater. Sci. Eng. A* **2015**, *640*, 357–374. doi: 10.1016/j.msea.2015.05.093
- [S17] Szabó, P.J.; Field, D.P.; Jóni, B.; Horváth, J.; Ungár, T. Bimodal Grain Size Distribution Enhances Strength and Ductility Simultaneously in a Low-Carbon Low-Alloy Steel. *Metall. Mater. Trans. A* **2015**, *46*, 1948–1957. doi: 10.1007/s11661-015-2783-x
- [S18] Jóni, B.; Al-Samman, T.; Chowdhury, S.G.; Csiszár, G.; Ungár, T. Dislocation densities and prevailing slip-system types determined by X-ray line profile analysis in a textured AZ31 magnesium alloy deformed at different temperatures. *J. Appl. Cryst.* **2013**, *46*, 55–62. doi: 10.1107/S0021889812046705

- [S19] Skrotzki, W.; Eschke, A.; Jóni, B.; Ungár, T.; Tóth, L.S.; Ivanisenko, Yu.; Kurmanaeva, L. New experimental insight into the mechanisms of nanoplasticity. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 7271-7284. doi: 10.1016/j.actamat.2013.08.032
- [S20] Jóni, B.; Schafler, E.; Zehetbauer, M.; Tichy, G.; Ungár, T. Correlation between the microstructure studied by X-ray line profile analysis and the strength of high-pressure-torsion processed Nb and Ta. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 632-642. doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.008

## Irodalomjegyzék

- Ahmed, K.F.; Balogh, L.; Idrees, Y.; Yu, H.; Long, F.; Daymond, M.R. Quantitative characterization of the microstructure of heat-treated Zr-Excel by neutron line profile analysis. *J. Appl. Cryst.* **2016**, *49*, 1609-1623.
- Bache, M.R. Processing titanium alloys for optimum fatigue performance. *J. Fatigue.* **1999**, *21*, S105-S111.
- Balogh, L.; Ribárik, G.; Ungár, T. Stacking faults and twin boundaries in fcc crystals determined by x-ray diffraction profile analysis. *J. Appl. Phys.* **2006**, *100*, 023512.
- Balogh L. Síkhibák karakterizációja röntgen vonalprofil analízis alapján köbös és hexagonális kristályokban. PhD disszertáció, Eötvös Loránd Tudományegyetem, Budapest, **2009**.
- Balogh, L.; Tichy, G.; Ungár, T. Twinning on pyramidal planes in hexagonal close packed crystals determined along with other defects by X-ray line profile analysis. *J. Appl. Cryst.* **2009**, *42*, 580-591.
- Balogh, L.; Brown, D.W.; Mosbrucker, P.; Long, F.; Daymond, M.R. Dislocation structure evolution induced by irradiation and plastic deformation in the Zr-2.5Nb nuclear structural material determined by neutron diffraction line profile analysis. *Acta Mater.* **2012**, *60*, 5567-5577.
- Beausir, B.; Funderberger, J.J. Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, www.atex-software.eu, Université de Lorraine - Metz, **2017**.
- Becker, H.; Pantleon, W. Work-hardening stages and deformation mechanism maps during tensile deformation of commercially pure titanium. *Comp. Mater. Sci.* **2013**, *76*, 52-59.
- Beyerlein, I.J.; Tóth, L.S. Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Prog. Mat. Sci.* **2009**, *54*, 427-510.
- Borbély, A.; Groma, I. Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from X-ray Bragg peaks. *Applied Physics Letters* **2001**, *79*, 1772-1774.
- Borbély, A.; Dragomir-Cernatescu, I.; Ribárik, G.; Ungár, T. Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals. *J. Appl. Cryst.* **2003**, *36*, 160-162.

- Bourke, M.A.M.; Dunand, D.C.; Ustundag, E. SMARTS – a spectrometer for strain measurement in engineering materials. *Appl. Phys. Mater. Sci. Process.* **2002**, *74*, s1707-s1709.
- Cahn, R.W. Measurement and Control of Texture; Processing of Metals and Alloys; Wiley-VCH: Weinheim, Germany, **1991**, p. 429.
- Chun, Y.B.; Yu, S.H.; Semiatin, S.L.; Hwang, S.K. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium. *Mater. Sci. Eng. A* **2005**, *398*, 209-219.
- Conrad, H. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium. *Prog. Mater. Sci.* **1981**, *26*, 123-403.
- Csiszár, G.; Mirsa, A.; Ungár, T. Burgers vector types and the dislocation structures in sputter-deposited Cu–Nb multilayers. *Mater. Sci. Eng. A* **2011**, *528*, 6887-6895.
- Davis, P.J.; Rabinowitz, P. *Methods of Numerical Integration*, 2nd ed.; Academic Press, **2014**.
- Dragomir, I.C. Dislocation contrast factors in cubic and hexagonal crystal systems, PhD Dissertation, Eötvös University Budapest, Budapest, Hungary, **2002**.
- Dragomir, I.C.; Ungár, T. Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system, *J. Appl. Cryst.* **2002**, *35*, 556-564.
- Dyakonov, G.S.; Zemtsova, E.; Mironov, S.; Semenova, I.P.; Valiev, R.Z.; Semiatin, S.L. An EBSD investigation of ultrafine-grain titanium for biomedical applications. *Mater. Sci. Eng. A* **2015**, *648*, 305-310.
- Fager, D.N.; Spurr, W.F. Some characteristics of aqueous stress corrosion in titanium alloys. *ASM Trans. Quart.* **1968**, *61*, 283-292.
- Gémes, G.; Balogh, L.; Ungár, T. Evolution of grain-to-grain second order internal stresses during long-term service in a dry-steam pipe steel. *Metall. Mater. (Kovove Mater.)* **2010**, *48*, 33-39.
- Groma, I.; Ungár, T.; Wilkens, M. Asymmetric X-ray Line Broadening of Plastically Deformed Crystals. I. Theory, *J. Appl. Cryst.* **1988**, *21*, 47-53.
- Groma, I. X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution. *Phys. Rev. B* **1998**, *57*, 7535-7542.
- Gurao, N.P.; Akhiani, H.; Szpunar, J.A. Pilgering of Zircaloy-4: Experiments and simulations. *J. Nucl. Mater.* **2014**, *453*, 158-168.
- Hielscher, R.; Schaeben, H. A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm. *J. Appl. Cryst.* **2008**, *41*, 1024-1037.
- Holden, T.M.; Root, J.H.; Holt, R.A.; Turner, P.A. Thermally and plastically induced residual strains in textured Zircaloy-2 plate. *J. Nucl. Mater.* **2002**, *304*, 73-82.
- Honeycombe, R.W.K. *The Plastic Deformation of Metals*; Edward Arnold Publ. Ltd., London, UK, **1984**; pp. 112-118.

- Inagaki, H. Texture and mechanical anisotropy in cold-rolled and annealed pure Ti sheets. *Z. Metallkd.* **1992**, *83*, 40-46.
- James, R.W. The optical principles of the diffraction of X-rays. Bragg, W.L., Ed.; G. Bell & Sons, London, **1962**.
- Kocks, U.F.; Tomé, C.N.; Wenk, H.-R. Texture and Anisotropy: Preferred Orientation in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties; Cambridge University Press: Cambridge, UK, **1998**.
- Krivoglaz M.A.; Ryaboshapka K.P. Theory of x-ray scattering by crystals containing dislocations. Case of random distribution of screw and edge dislocations in the crystal. *Fiz. Met. Metall.* **1963**, *15*, 18-31.
- Levenberg, K. A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Q. Appl. Math.* **1944**, *2*, 164-168.
- Leyens C, Peters M. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*; Wiley-VCH: Weinheim, Germany, **2003**.
- Li, H.; Mason, D.E.; Bieler, T.R.; Boehlert, C.J.; Crimp, M.A. Methodology for estimating the critical resolved shear stress ratios of  $\alpha$ -phase Ti using EBSD-based trace analysis. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 7555-7567.
- Marquardt, D. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *SIAM J. Appl. Math.* **1963**, *2*, 431-441.
- Máthis, K.; Nyilas, K.; Axt, A.; Dragomir, I.C.; Ungár, T.; Lukáč, P. The evolution of non-basal dislocations as a function of deformation temperature in pure magnesium determined by X-ray diffraction. *Acta Mater.* **2004**, *52*, 2889-2894.
- Meyers, M.A.; Chawla, K.K. *Mechanical Behavior of Materials*, 2nd ed.; Cambridge University Press: Cambridge, UK, **2009**; p. 347.
- Olander, D.R. *Fundamental aspects of nuclear reactor fuel elements*, California University Press: United States, **1976**.
- Partridge, P.G. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metall. Rev.* **1967**, *12*, 169-194.
- Press, W.H.; Teukolsky, S.A.; Vetterling, W.T.; Flannery, B.P. *Numerical Recipes in C: The Art of Scientific Computing*, Cambridge University Press New York, NY, USA, **1992**.
- Proffen, T.; Egami, T.; Billinge, S.J.L.; Cheetham, A.K.; Louca, D.; Parise, J.B. Building a high resolution total scattering powder diffractometer – upgrade of NPD at MLNSC. *Appl. Phys. A* **2002**, *74*, s163-s165.
- Ribárik, G.; Ungár, T.; Gubicza, J. MWP-fit: a program for Multiple Whole Profile fitting of diffraction peak profiles by ab-initio theoretical functions. *J. Appl. Cryst.* **2001**, *34*, 669-676.



- Ribárik, G.; Gubicza, J.; Ungár, T. Correlation between strength and microstructure of ball-milled AlMg alloys determined by X-ray diffraction. *Mat. Sci. Eng. A* **2004**, 387-389, 343-347.
- Ribárik, G.; Ungár, T. Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis. *Mater. Sci. Eng. A* **2010**, 528, 112-121.
- Roe, R.J. Description of Crystallite Orientation in Polycrystalline Materials. III. General Solution to Pole Figure Inversion. *J. Appl. Phys.* **1965**, 36, 2024-2031.
- Salem, A.A.; Kalidindi, S.R.; Doherty, R.D. Strain hardening of titanium: Role of deformation twinning. *Acta Mater.* **2003**, 51, 4225-4237.
- Scardi, P.; Leoni, M. Whole powder pattern modelling. *Acta Crystallogr. A* **2002**, 58, 190-200.
- Shechtman, D.; Brandon, D.G. Orientation dependent slip in polycrystalline titanium. *J. Mater. Sci.* **1973**, 8, 1233-1237.
- Seter, B.; Bergstrom, U.; Hutchinson, W.B. Extra deep-drawing quality steels by continuous annealing. *Scand. J. Metall.* **1984**, 13, 214-219.
- Sturcken, E.F.; Croach, J.W. Predicting physical properties in oriented metals. *Trans. Metall. Soc. AIME* **1963**, 227, p934.
- Suwas, S.; Ray, R.K. Crystallographic Texture of Materials; Engineering Materials and Processes; Springer: London, UK, **2014**.
- Tanaka, T.; Conrad, H. Deformation kinetics for {10-10}<11-20> slip in titanium single crystals below 0.4T<sub>m</sub>. *Acta Metall.* **1972**, 20, 1019-1029.
- Taylor, G.I. The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I—Theoretical. *Proc. R. Soc. Lond.* **1934**, 145, 362-387.
- Tenckhoff, E.; Rittenhouse, P.L. Annealing textures in zircaloy tubing. *J. Nucl. Mater.* **1970**, 35, 14-23.
- Ungár, T.; Borbély, A. The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: A new approach to line profile analysis. *Appl. Phys. Lett.* **1996**, 69, 3173-3175.
- Ungár, T.; Ott, S.; Sanders, P.G.; Borbély, A.; Weertman, J.R. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. *Acta Mater.* **1998**, 46, 3693-3699.
- Ungár, T.; Tichy, G. The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals. *Phys. Stat. Sol. (a)* **1999**, 171, 425-434.
- Ungár, T.; Dragomir, I.; Révész, Á.; Borbély, A. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice, *J. Appl. Cryst.* **1999**, 92, 992-1002.
- Ungár, T.; Gubicza, J.; Ribárik, G.; Borbély, A. Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals. *J. Appl. Cryst.* **2001**, 34, 298-310.

- Ungár, T.; Tichy, G.; Gubicza, J.; Hellmig, R. Correlation between subgrains and coherently scattering domains. *Powder Diff.* **2005**, *20*, 366-375.
- Ungár, T.; Castelnau, O.; Ribárik, G.; Drakopoulos, M.; Bechade, J.L.; Chauveau, T.; Snigirev, A.; Snigireva, I.; Schroer, C.; Bacroix, B. Grain to grain slip activity in plastically deformed Zr determined by X-ray micro-diffraction line profile analysis. *Acta Mater.* **2007**, *55*, 1117–1127.
- Ungár, T.; Balogh, L.; Ribárik, G. Defect-Related Physical-Profile-Based X-Ray and Neutron Line Profile Analysis. *Metall Mater Trans A* **2010**, *41*, 1202-1209.
- Ungár, T.; Ribárik, G.; Zilahi, G.; Mulay, R.; Lienert, U.; Balogh, L.; Agnew, S. Slip systems and dislocation densities in individual grains of polycrystalline aggregates of plastically deformed CoTi and CoZr alloys. *Acta Mater.* **2014**, *71*, 264-282.
- Valiev, R.Z.; Islamgaliev, R.K.; Alexandrov, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Prog. Mater. Sci.* **2000**, *45*, 103-189.
- Wang, Y.N.; Huang, J.C. Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics* **2003**, *81*, 11-26.
- Warren, B.E.; Averbach, B.L. The Separation of Cold-Work Distortion and Particle Size Broadening in X-Ray Patterns. *J. Appl. Phys.* **1952**, *23*, 497-497.
- Warren, B.E. X-ray studies of deformed metals. *Prog. Met. Phys.* **1959**, *8*, 147-202.
- Wilkins, M. Theoretical Aspects of Kinematical X-Ray Diffraction Profiles from Crystals Containing Dislocation Distributions. In *Fundamental aspects of dislocation theory*, Simmons, S.A., de Wit, R., Bullough, R., Eds.; Nat. Bur. Stand. (US) Spec. Publ. No. 317, **1970**; vol. II., pp. 1195.
- Williamson, G.K.; Hall, W.H. X-ray line broadening from fcc aluminium and wolfram, *Acta Metall.* **1953**, *1*, 22-31.
- Woo, W.; Ungár, T.; Feng, Z.; Kenik, E.; Clausen, B. X-Ray and Neutron Diffraction Measurements of Dislocation Density and Subgrain Size in a Friction-Stir-Welded Aluminum Alloy. *Metall Mater Trans A* **2010**, *41*, 1210-1216.
- Xu, F.; Holt, R.A.; Daymond, M.R. Modeling lattice strain evolution during uniaxial deformation of textured Zircaloy-2. *Acta Mater.* **2008**, *56*, 3672-3687.
- Yoo, M.H. Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals. *Metall. Mater. Trans. A* **1981**, *12*, 409-418.
- Zilahi, G.; Ungár, T.; Tichy, G. A common theory of line broadening and rocking curves, *J. Appl. Cryst.* **2015**, *48*, 418-430.

## Köszönetnyilvánítás

Mindenekelőtt témavezetőmnek, *Ungár Tamásnak* szeretnék köszönetet mondani a doktori munkám során nyújtott folyamatos szakmai és emberi támogatásáért, segítőkészségéért, irányomba tapasztalt türelméért, az értekezés átnézéséért, hogy megismertette velem a témakört és legfőképp azért, mert mindvégig hitt bennem.

Köszönöm *Groma Istvánnak*, hogy tanszékvezetése alatt az ELTÉ-n dolgozhattam, hogy magas szintű kutatási lehetőségeket teremtett számomra is, valamint a doktori munkám során nyújtott folyamatos biztatásáért.

Köszönöm *Ódor Évának*, kutató- és egyben élettársamnak az emberi és szakmai támogatást, az X-TEX módszer kifejlesztésében való részvételt, az egyenletek ellenőrzését, a diffrakciós kísérletekben való segítséget és a disszertáció alapos átnézését.

Hálával tartozom *Balogh Leventének* a munkám kezdetén nyújtott segítségért, tanácsaiért, hogy bevezetett a programozásba és véleményt mondott az ötleteimről.

Köszönöm külföldi szerzőtársaimnak, akikkel együtt dolgozhattam számos publikáció elkészülésében, külön kiemelve néhányukat: *Werner Skrotzki, Erhard Schafner, Wolfgang Pantleon, Mia Maric, Donald W. Brown, Fan Zhijian*.

Külön köszönettel tartozom a tanszéki diffrakciós csapatunk tagjainak, *Ribárik Gábornak* és *Zilahi Gyulának* a rengeteg segítségért és támogatásért, s hogy mindig fordulhattam hozzájuk kérdéseimmel.

Köszönetemet szeretném leróni *Tichy Gézának*, aki számos munkám során nyújtott nélkülözhetetlen segítséget. Megtiszteltetés volt Őt ismerni, nyugodjon békében!

Köszönettel tartozom a tanszéki kollégáknak, hogy csak néhányukat említsem: *Nguyen Quang Chinh, Dankházi Zoltán, Révész Ádám, Ö. Kovács Alajos*.

Köszönöm *Verő Baláznak* a Dunaújvárosban, *Bakonyi Imrének* és *Péter Lászlónak* pedig a Wigner Fizikai Kutatóközpontban való munkám során kapott támogatást és segítséget.

Köszönet a mérési berendezések technikai segédletéért: *Szabó Tibornak, K. Papp Lászlónak* és *Kranauer Tamásnak*.

Köszönöm *Vlacsil Attilának* a programozásban nyújtott segítségét.

Végül, de nem utolsósorban köszönöm családomnak, szüleimnek és barátaimnak, hogy tanulmányaim során fáradhatatlanul támogattak és mindig mögöttem álltak.

## Az értekezés tézispontjai

**1. Tézis:** Egy új röntgen- és neutrondiffrakciós vonalprofil analízisen alapuló módszer kifejlesztésével széleskörűen lehetővé vált textúrált anyagok mikroszerkezetének meghatározása külön-külön az egyedi textúrakomponensekben, amellyel a mikroszerkezet részletesebb jellemzése érhető el. A módszerrel a különböző textúrakomponenseket alkotó kristályszemcsék orientációeloszlásait figyelembe véve olyan diffrakciós csúcsok mérhetők, melyek intenzitása nagy mértékben egy adott textúrakomponenstől származik, minimalizálva a többi, idegennek tekintett komponens intenzitásjárulékát. Az így mért diffrakciós csúcsok a szóban forgó textúrakomponensre jellemzők, így ezen csúcsok vonalprofil alakjából a vizsgált textúrakomponens mikroszerkezetét a többi komponenstől elkülönítve lehet jellemezni. Az új eljárás az X-TEX nevet kapta. [Jóni et al., 2020 (S1), Ungár et al., 2015 (S3)]

**2. Tézis:** Az új módszer implementálása érdekében egy ingyenesen elérhető szoftvert fejlesztettem ki, amellyel az egyedi textúrakomponensekhez tartozó diffrakciós csúcsok mérése tervezhető meg. A szoftver a módszer után szintén az X-TEX elnevezést kapta. [Jóni et al., 2020 (S1)]

**3. Tézis:** Az X-TEX módszer segítségével tipikus hengerlési textúrát mutató, a hengerlési iránnyal párhuzamosan, különböző mértékben egytengelyű nyújtásnak kitett kereskedelmi tisztaságú titán minták esetén két fő textúrakomponens és a random textúrakomponens mikroszerkezetének fejlődését vizsgáltam röntgendiffrakcióval a módszer tesztelése és a mikrodeformációs folyamatok feltárása céljából. A főbb megállapítások a következők [Jóni et al., 2020 (S1)]:

- (1) Kísérletileg igazoltam, hogy a két fő, a deformáció irányához viszonyítva szimmetrikus preferált orientációjú textúrakomponensben az elméleti várakozásnak megfelelően a mikroszerkezet azonos módon fejlődik.
- (2) Jelentősen, mintegy háromszor nagyobb diszlokációsűrűség alakult ki a random komponensben, mint a két fő textúrakomponensben, ami jól magyarázható azzal, hogy a random komponenssel ellentétben a fő textúrakomponensekben az egyik fő csúsztatórendszerben (bazális  $\langle a \rangle$ ) fellépő csúsztatófeszültség kicsi (Schmid-faktor közel nulla) az alkalmazott terhelési körülmények között.

(3) A diszlokációsűrűségek és a makroszkopikus folyásfeszültségek közti kapcsolatot a Taylor-összefüggéssel vizsgálva megállapítottam, hogy a megfigyelt alakítási keményedés a jelenlévő diszlokációkkal jól magyarázható az egyidejűleg fellépő ikresedés ellenére is.

**4. Tézis:** Az X-TEX módszert kiterjesztettem polikromatikus nyalábot használó neutrodiffrakciós mérésekre is. Ennek alkalmazásaként összenomással deformált, hengerlési textúrát mutató Zircaloy-2 ötvözetben négy különböző textúrakomponens mikroszerkezetét egymástól elkülönítve jellemeztem. Megállapítottam, hogy abban a textúrakomponensben, amelyben jelen terhelési körülmények közt az  $\langle a \rangle$  Burgers-vektorú diszlokációkra ható csúsztatófeszültség kicsi, az  $\langle a \rangle$  típusú diszlokációk hányada a mérések alapján csupán  $35 \pm 10\%$ , szemben a többi komponensben mért  $70 \pm 10\%$  értékekkel, és a diszlokációsűrűség is mintegy 25%-kal kisebb. A diffrakciós eredmények jó korrelációt mutatnak a Schmid-faktorokkal az aktiválódott csúszási rendszereket illetően. [Ungár et al., 2015 (S3)]

**5. Tézis:** Az egyedi textúrakomponensek röntgen- és neutrodiffrakciós vizsgálatai arra utalnak, hogy a textúrált anyagok textúrakomponenseiben a plasztikus deformáció során jelentősen eltérő mikroszerkezet alakulhat ki, és bár ezek a deformációs folyamatok meglehetősen komplexek, mégis jól magyarázhatók lehetnek a különböző orientációjú szemcsepopulációkban működő csúsztatófeszültségek nagyságával, ami jól megfelel a képlékeny deformáció Taylor-modelljének. [Jóni et al., 2020 (S1), Ungár et al., 2015 (S3)]

**6. Tézis:** Diffrakciós csúcsprofil-függvények illesztésénél a Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) vonalprofil analízis módszerben egy speciális Monte-Carlo (MC) és Marquardt-Levenberg (ML) algoritmus kombinálásával a mikroszerkezeti paraméterek szignifikánsan pontosabb, megbízhatóbb értékei határozhatók meg, mint pusztán ML algoritmussal. Míg ML használatával a kezdeti értékek függvényében kapott eredmények szórása az optimális érték körül még néhány egyszerű esetben is akár 20-90%, addig az MC és ML algoritmusok váltakozó alkalmazásával ez a szórás 1%-on belüli, ami jelentősen csökkenti a kiértékelési hiba lehetőségét. Az új algoritmus ma már része a CMWP szoftvercsomagnak is. [Ribárik et al., 2019 (S2)]