

CNEN/SP

ipen **Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares**

**ANÁLISE DE TEXTURA POR MEIO DE FIGURAS DE POLO
INCOMPLETA**

Nelson Batista de Lima, Eguilberto Gelego e Kengo Imakuma

PUBLICAÇÃO IPEN 95

FEVEREIRO/1986

SÃO PAULO

ISSN 0101 3084

PUBLICAÇÃO IPEN 95

FEVEREIRO/1986

ANÁLISE DE TEXTURA POR MEIO DE FIGURA DE POLO INCOMPLETA

Nelson Batista de Lima Egulberto Galego e Kengo Imakuma

DEPARTAMENTO DE PROCESSOS ESPECIAIS

**CNEN/SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SÃO PAULO - BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

B22 40

B23 40

ANISOTROPY

TEXTURE

ANÁLISE DE TEXTURA POR MEIO DE FIGURAS DE POLO INCOMPLETA

Nelson Batista de Lima Eguiberto Galego e Kengo Imakuma

RESUMO

O uso da figura de polo incompleta resulta na perda de ortogonalidade entre as funções harmônicas esféricas simétricas e torna-se necessário avaliar explicitamente essas integrais. Foi desenvolvido um programa computacional para avaliar essas integrais e levantar a figura de polo completa através das incompletas utilizando-se do método proposto por Bunge.

Essas soluções foram particularizadas para os planos (110), (200) e (211) pela técnica de reflexão de Schulz com ângulo máximo de inclinação 70° para uma chapa de Fe-Si com textura do tipo Goss.

TEXTURE ANALYSIS FROM INCOMPLETE POLE FIGURES

ABSTRACT

The use of incomplete pole figure results in the loss of orthogonality relations among the spherical surface harmonics functions and necessitates explicitly evaluating integrals of products of these functions. A computer programme in order to evaluate such integrals and to obtain the complete pole figure from the incomplete pole figures with the aid of a mathematical method proposed by Bunge was developed.

The solutions has been particularized for (110), (200) and (211) Schulz back reflection pole figures with 70° maximum inclination applied in a Goss textured Fe-Si sheet.

INTRODUÇÃO

A maioria das propriedades físicas de materiais cristalinos tais como elasticidade, resistência mecânica, condutividade elétrica, propriedades magnéticas e expansão térmica são anisotrópicas isto é dependem da direção cristalográfica na qual é medida. As propriedades macroscópicas de materiais policristalinos são certamente valores médios das propriedades dos cristalitos que o compõem dependendo de sua distribuição de orientação ou textura. Uma das maneiras de se medir a textura dos materiais é através do levantamento de figura de polo. Figuras de polo são projeções estereográficas com orientação relativa à amostra que mostra a variação de intensidade difratada de um plano cristalino pré-selecionado.

Para se levantar figuras de polo por difração de raios X existem basicamente dois métodos: transmissão e reflexão. Esses dois métodos se convenientemente trabalhados fornecem a figura de polo completa^[3].

Podem-se também obter figuras de polo completa juntando-se o método de reflexão e de amostra composta⁽³⁾

Todos esses métodos de obtenção de figuras de polo completa possuem suas limitações pelo método da transmissão a amostra deve possuir uma espessura tal que permita que o feixe difratado o atravesse. Na amostra composta o fator limitante é quantidade de amostra necessária e a precisão do ângulo de corte.

Bunge⁽¹⁾ desenvolveu um método matemático para o levantamento de figura de polo completa utilizando somente o método de reflexão. Uma vez que a distribuição de orientação dos cristalitos pode ser descrita por meio da expansão em série da figura de polo, cada figura de polo $Ph_i(\gamma)$ pode ser expandida em uma série de harmônicos esféricos simétricos⁽²⁾

$$Ph_i(\gamma) = \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\nu=1}^{N(\ell)} \left[\frac{4\pi}{2\ell+1} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_{\ell}^{\mu\nu} K_{\ell}^{\mu}(h_i) \right] K_{\ell}^{\nu}(\gamma) \quad (I)$$

onde $h_i = (h_i, K_i, \ell_i)$ representam os índices de Miller do plano cristalográfico escolhido e γ representa o sistema de coordenada da amostra (α, β)

K_{ℓ}^{μ} e K_{ℓ}^{ν} são os harmônicos esféricos de superfície simétricos e os pontos () denotam a simetria do cristal e da amostra respectivamente⁽¹⁾ e $C_{\ell}^{\mu\nu}$ são os coeficientes que devem ser calculados

Os coeficientes $C_{\ell}^{\mu\nu}$ são facilmente obtidos se utilizarmos as propriedades de ortogonalidade dos harmônicos esféricos de superfícies simétricas. Essas propriedades dependem da faixa de integração e uma vez utilizado o método de reflexão para aquisição dos valores $Ph_i(\gamma)$ essa faixa não é satisfeita logo essas integrais devem ser avaliadas explicitamente por processos numéricos. Portanto o objetivo desse trabalho é a partir do método proposto por Bunge e de um microcomputador desenvolver uma rotina para levantamento da figura de polo completa a partir da incompleta (obtida pelo método de reflexão).

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

O método proposto por Bunge baseia-se na seguinte hipótese⁽¹⁾

$$\sum_i \int_B \left[Ph_i(\gamma)_{\text{observado}} - Ph_i(\gamma)_{\text{calculado}} \right]^2 d\gamma = \min \quad (II)$$

onde i = número da figura de polo incompleta

B = região analisada $0 < \alpha < \alpha_{\max}$

$0 < \beta < \pi/2$

Unindo-se I com II e introduzindo um fator de normalização N_i , temos

$$\sum_i \int_B \left[N_i Ph_i(\gamma)_{\text{obs}} - \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \sum_{\nu=1}^{N(\ell)} \frac{4\pi}{2\ell+1} C_{\ell}^{\mu\nu} K_{\ell}^{\mu}(h_i) K_{\ell}^{\nu}(\gamma) \right] d\gamma = \min \quad (III)$$

onde $N_i Ph_i(\gamma)_{\text{obs}} = Ph_i(\gamma)$

N_i é obtido por meio da figura de polo completa da seguinte forma

$$N_i = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} Ph_i(\gamma) d\gamma$$

Para amostras que possuem simetria cristalina cúbica podemos fazer a seguinte aproximação⁽⁷⁾

$$N_i = \frac{\int_B Ph_i(y) dy}{\int_B dy}$$

Voltando a equação III e derivando-a em relação a $C_{\ell}^{\mu, \nu}$ temos

$$\sum_i \int_B K_{\ell}^{\mu, \nu'}(h_i) K_{\ell'}^{\nu}(y) \times \left[N_i Ph_i(y)_{obs} - \sum_{\ell=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{\ell} \sum_{\nu=1}^{\ell} \frac{4\pi}{2\ell+1} C_{\ell}^{\mu, \nu} K_{\ell}^{\mu}(h_i) K_{\ell}^{\nu}(y) \right] dy = 0 \quad (IV)$$

Introduzindo as seguintes variáveis para simplificar

$$K_{\ell}^{\mu}(h_i) \int_B Ph_i(y)_{obs} K_{\ell'}^{\nu}(y) dy = A_{\ell}^{\mu, \nu}(h_i) \quad (V)$$

$$\int_B K_{\ell}^{\nu}(y) K_{\ell'}^{\nu'}(y) dy = \xi_{\ell \ell'}^{\nu, \nu'} \quad (VI)$$

$$\sum_i \frac{4\pi}{2\ell+1} K_{\ell}^{\mu}(h_i) K_{\ell'}^{\mu'}(h_i) = \alpha_{\ell \ell'}^{\mu, \mu'} \quad (VII)$$

a equação IV torna-se

$$\sum_{\ell=0}^L \sum_{\mu=1}^{\ell} \sum_{\nu=1}^{\ell} C_{\ell}^{\mu, \nu} \alpha_{\ell \ell'}^{\mu, \mu'} \xi_{\ell \ell'}^{\nu, \nu'} = \sum_i N_i A_{\ell'}^{\mu', \nu'}(h_i) \quad (VIII)$$

A variável $\xi_{\ell \ell'}^{\nu, \nu'}$ mantém ainda as relações de ortogonalidade entre as funções dependente do ângulo β e supondo-se a amostra com simetria ortorrômbica os harmônicos esféricos de superfície $K_{\ell}^{\nu}(y)$ tornam-se

$$K_{\ell}^{\nu}(y) = \frac{E^{\nu}}{\sqrt{2\pi}} \frac{\bar{P}_{\ell}^{\nu}(\cos \alpha)}{\ell^{\nu}} \cos[(2\nu-1)\beta]$$

$$E^{\nu} = 1 \text{ para } \nu = 1$$

$$\sqrt{2} \text{ para } \nu \neq 1$$

\bar{P}_{ℓ}^{μ} são os polinômios de Legendre associados e

$\xi_{\ell\ell'}^{\nu\nu'} = \xi_{\ell\ell'}^{\nu} \delta_{\nu\nu'}$ onde δ é a função delta. O sistema de

equação VIII torna-se

$$\sum_{\ell=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_{\ell}^{\mu\nu} \alpha_{\ell\ell'}^{\mu\nu'} \xi_{\ell\ell'}^{\nu} = \sum_i N_i A_{\ell'}^{\mu'\nu'}(h_i) \quad (IX)$$

e é válida para amostras com simetria cristalina cúbica e simetria de amostra ortorrômbica

OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS

O sistema de equações lineares (IX) possui o número de equações iguais ao número de coeficientes $C_{\ell}^{\mu\nu}$ desconhecidos e este será limitado pelo valor máximo de ℓ . Em nosso caso específico truncamos a série em 16 e uma vez que os máximos $N(\ell)$ e $M(\ell)$ dependem da simetria do cristal e da amostra Figura 1 foram tomadas para o cristal simetria cúbica e para a amostra a simetria ortorrômbica. Assim o sistema decompõe-se em matrizes com ordens que dependem do valor de ν vide Tabela I.

O erro no cálculo dos coeficientes $C_{\ell}^{\mu\nu}$ depende do número de figuras de pólo analisadas (n) e o ângulo máximo de inclinação (α_{\max}). O erro envolvido devido as variáveis acima foram calculados por Pos piech e Jura⁽⁶⁾ e é apresentado na Figura 2.

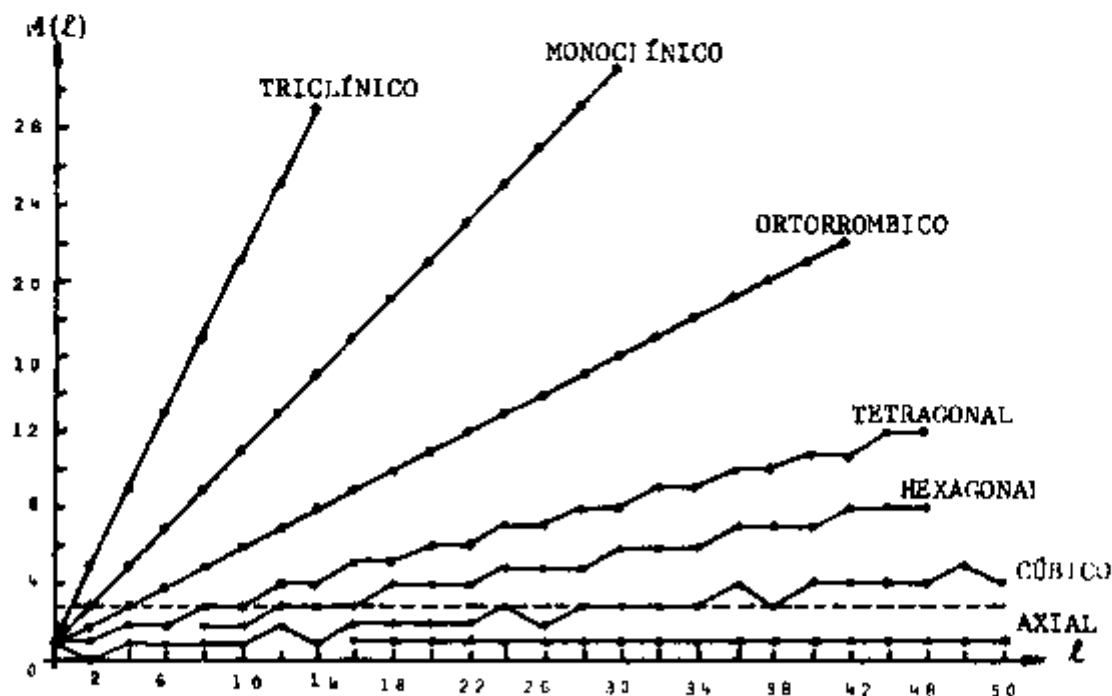


Figura 1 — Número de Harmônicas Esféricas Simétricas Linearmente Independentes em Função do Grau ℓ

Tabela I

Variação da Ordem das Matrizes com o Índice ν

ν	ORDEM DA MATRIZ
1	9 x 9
2	9 x 9
3	9 x 9
4	8 x 8
5	7 x 7
6	6 x 6
7	6 x 6
8	3 x 3
9	2 x 2

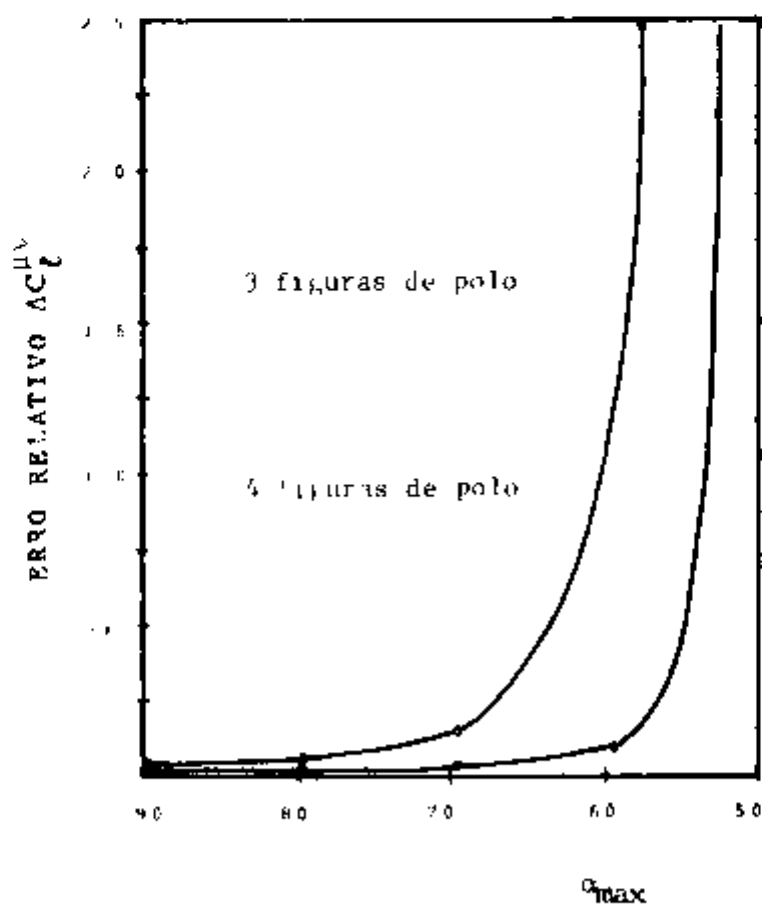


Figura 2 — Desvio Quadrático Médio do Coeficiente $C_L^{II\nu}$ que foi Calculado da Figura de Polo Incompleta em Relação a Figura de Polo Completa

Por motivo de memória disponível no microcomputador e com base nos dados apresentados na Figura 2 optamos pelas seguintes condições de análise $\alpha_{max} = 70^\circ$ e 3 figuras de polo

Utilizando um microcomputador da linha Apple (64Kbytes microprocessador 6502) e uma expansão de memória (128 Kbytes) foi desenvolvido um programa em linguagem basic de acordo com o diagrama mostrado na Figura 3

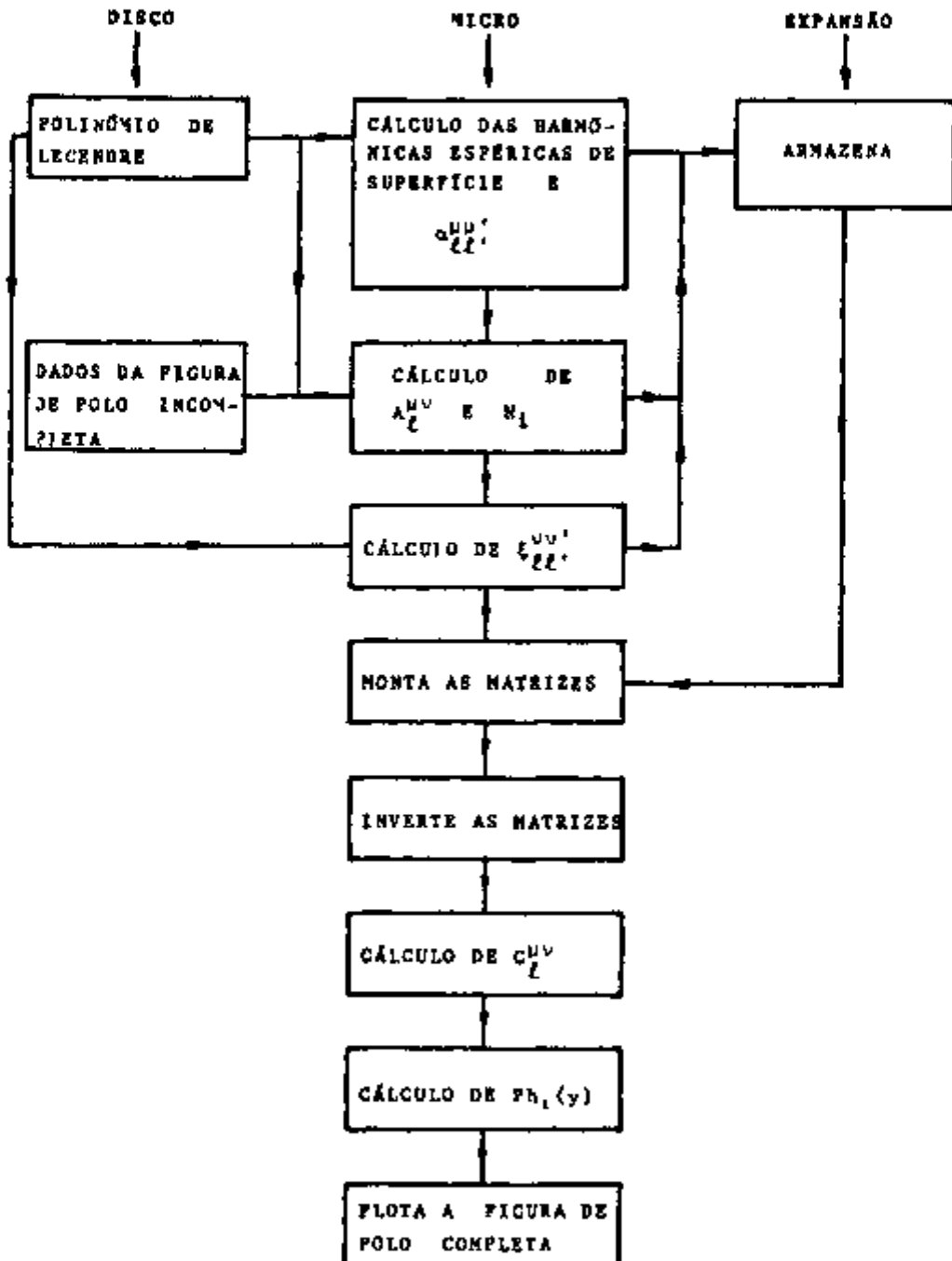


Figura 3 - Diagrama de Blocos do Sistema

EXEMPLOS

Foi utilizado como teste uma chapa de Fe-Si usado em transformadores de núcleo saturado e que possui textura de tipo Goss⁽⁴⁾. Os dados foram obtidos utilizando um goniômetro de textura totalmente automático comandado por um microcomputador⁽⁵⁾. A radiação utilizada foi de $MoK\alpha$ e α_{max} igual a 70° . As figuras de polo levantadas foram (110), (100) e (211). Uma vez processados os dados a figura de polo completa (100) foi comparada com a figura fornecida pela literatura⁽⁴⁾. Os resultados obtidos mostrados na Figura IV revelam uma grande concordância entre as figuras de polo no que tange as posições dos polos. Quanto à intensidade dos polos se compararmos com a figura de polo incompleta, no entanto, que estas se mantêm inalteradas na região comum entre essas figuras.

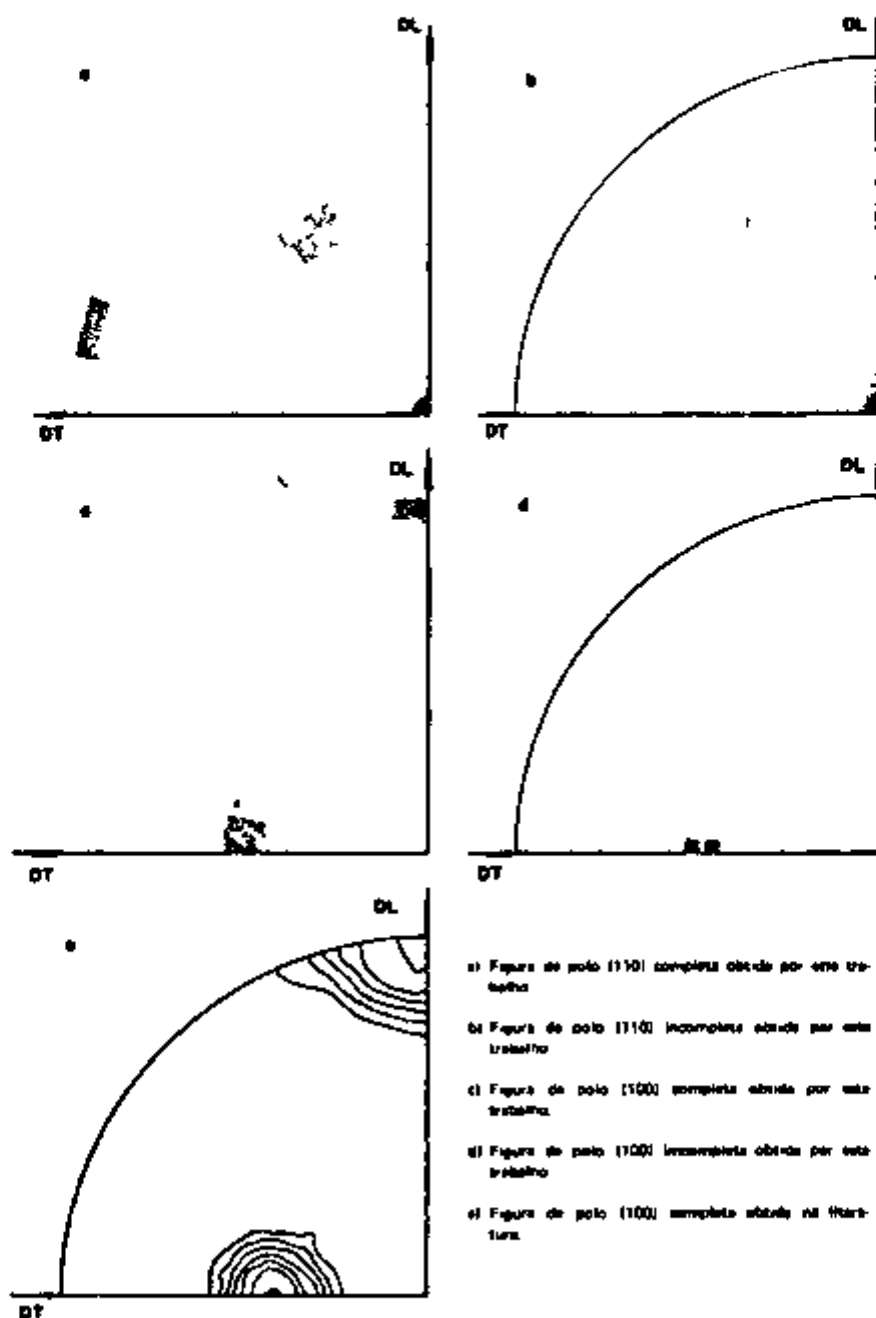


Figura 4 — Figuras de Polos (110) e (100) em uma Chapa Fe-Si Levantadas para o Teste do Método de Obtenção de figura de Polo Completa a Partir das Incompletas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 BUNGE H J *Texture analysis in Materials science Mathematical methods* London Butterworths 1982 p 85 8
- 2 BUNGE H J *Texture analysis in Materials science Mathematical methods* London Butterworths 1982 p 53 4
- 3 BUNGE H J & Esling C *Quantitative texture analysis* Berlin 1982 p 85 128
- 4 HAESNER F *Recrystallization of metallic materials* Stuttgart Germany Verlag 1978 p 131 2
- 5 LIMA N B de PONTES E W MONTEIRO P R B IMAKUMA K Projeto e construção de um goniômetro automático de textura In *Engenharia e Ciencia dos Materiais 6º Congresso brasileiro realizado 9 12 Dezembro 1984* p 290-4
- 6 POSPIECH J & JURA J Determination of the orientation distribution function from incomplete pole figures *Z Metallkd* 65:324 330 1974
- 7 VIANA C S and Ferran G Pole figure random intensity calculation using powder integrated ratios *Adv X ray Anal* 17:416 22 1974