

Diszlokációsűrűség meghatározása köbös rácsú fémekben visszaszórtelektron-diffrakcióval

Csóré András – III. évfolyam

Konzulens: Dr. Szabó Péter János

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Természettudományi Kar



2014. május 2.

Tartalomjegyzék

Kivonat	3.
1. Bevezetés	4.
1.1. Diszlokációk	4.
2. Diszlokációk mennyiségének meghatározása	8.
2.1. A pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) felépítése	8.
2.1.1. Visszaszórt elektron-diffrakció – EBSD	10.
2.2. A mérés alapgondolata	11.
3. Matematikai háttér	12.
3.1. Matematikai és fizikai definíciók	12.
3.1.1. Deformálható test alakváltozása	12.
3.1.2. Einstein-féle összegkonvenció	13.
3.1.3. Katerniók	14.
3.2. Nye-tenzor bevezetése	14.
3.3. A mérés algoritmus	17.
4. Az implementáció (C# nyelven)	22.
5. A szoftver tesztelése	24.
5.1. Kilagyított és kaliberhengerezett ausztenites acélminták vizsgálata	24.
5.2. Kilagyított és könyöksajtolt réz minták vizsgálata	26.
5.2.1. Hexagonális és négyzetes mérések összehasonlítása	29.
5.2.2. Az egyszemcsés mérések összehasonlítása	31.
5.3. Összegzés	32.
6. További célkitűzések	33.
Irodalomjegyzék	35.

Kivonat

Napjainkban a fémeket nagyon széles körben használják fel. Fémekből és ötvözetekből készülnek a legerősebb mágnesek, a szerkezeti anyagok jelentős része, valamint az elektromos vezető kábelek, de még említhetnénk sok egyéb alkalmazási területet is. Éppen ezért fontos az, hogy legyen információnk a fizikai (pl. mechanikai, optikai, vezetési) tulajdonságaikról. Ezek a jellemzők nem csupán az adott fém kémiai minőségétől függenek, hanem nagy mértékben befolyásolja őket a rács- és a szemcseszerkezet is.

A gyakorlatban minden esetben hibás a rácsszerkezet. A rácshibákat térbeliségük alapján négy csoportba sorolhatjuk: pontszerű, vonalmenti, felületi és térfogati hibák. Kutatásunk során a vonalmenti (egydimenziós) hibákkal, a diszlokációkkal foglalkoztunk.

Tekintsünk egy tökéletes kristályt. Ha a kristály egy részét elcsúsztatjuk egy sík vagy félsík (csúszósík) mentén, akkor a rács deformálódni fog és feszültségek ébrednek benne. A diszlokáció az a vonalszerű tartomány, amely elválasztja a rács elcsúszott és el nem csúszott részét. Kristályorientáció alatt annak a koordinátarendszernek az irányítottságát értjük, amelyet a rács egy részletére illesztünk. A koordinátarendszer állását egy – a vizsgált mintához rögzített - referencia koordinátarendszerhez viszonyítjuk. Világos, hogy a diszlokáció orientációváltozást eredményez az anyagon belül. (Orientációváltozást okoznak a felületi és térfogati hibák is, például a szemcsehatárok, de a számítás során egy bizonyos feltétel figyelembevételével ezeket kiküszöböljük.) A kutatás során kidolgozott mérés technika erre a korrelációra épít: a fémen belüli orientációváltozásból meghatározható a diszlokációk mennyisége.

Elektronmikroszkóp segítségével meghatározzuk az adott minta egyes pontjainak orientációját (EBSD funkcióval – **E**lectron **B**ack**S**cattering **D**iffraction). A mikroszkóp szoftvere egy adatbázist állít elő, amely tartalmazza – többek között – a vizsgált pontokhoz illesztett koordinátarendszereknek - a referencia rendszerhez viszonyított - Euler-szögeit. Ezekből az adatokból egy matematikai algoritmus segítségével meghatározható a minta egy pontjára vonatkoztatott Nye-féle diszlokációsűrűség-tenzor, amely a minta egészére átlagolással kapható meg. Tekintve, hogy a mintán több száz, több ezer pont orientációját vizsgáljuk, manuálisan ezt lehetetlen kiértékelni. Ezért írtunk egy – grafikus kezelőfelülettel is rendelkező – programkódot C# nyelven, amelynek segítségével a lemért minta adatbázisából meghatározható a Nye-tenzor.

1. fejezet

Bevezetés

Az anyagok fizikai (mechanikai, elektromos, optikai) tulajdonságai erősen függenek a rácsszerkezettől. A gyakorlatban a kristályos anyagokra csak nagyon ritkán alkalmazható a kontinuum modell. A kontinuum modell azt teszi fel, hogy egy anyagon belül egyféle rács található meg rácshibák nélkül, azaz ideális egykristály-közelítésben modellezhetjük az anyagszerkezetet. Ez a gyakorlatban általában nem így van.

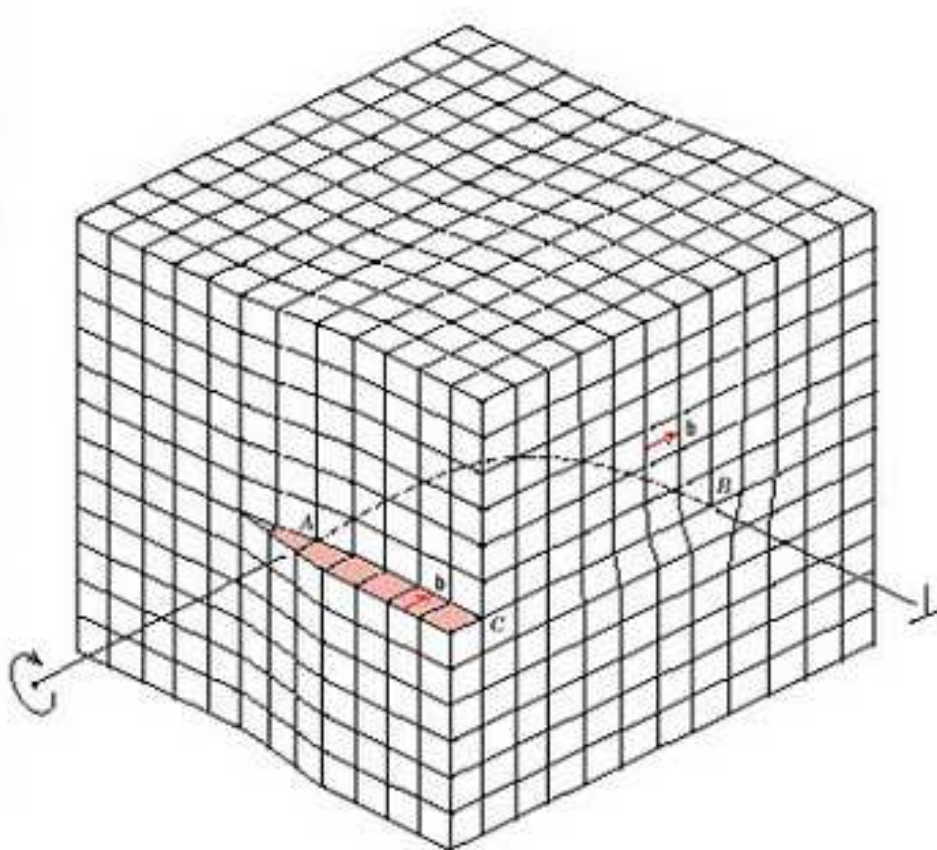
A valóságban az anyagok szemcsékből állnak, ezeket szemcsehatárok választják el egymástól. Ezt interpretálhatjuk úgy is, mint egy egykristály „összetöredezése”. A szemcsehatárok felületszerű hibák, hiszen háromdimenziós tartományokat választanak el egymástól. A szemcsehatárokon kívül egyéb rácshibák is vannak, ezeket dimenziójuk alapján csoportosíthatjuk: pontszerű hibák (pl. vakancia, intersztíciós atom), vonalmenti hibák (diszlokációk), felületszerű hibák (pl. szemcsehatárok) és térfogati hibák (pl. üreg, zárvány). A fizikai tulajdonságok meghatározása végezt fontos, hogy legyen információnk az adott anyagban található rácshibák minőségéről és mennyiségéről.

1.1. Diszlokációk

A diszlokációk vonalmenti kristályrács-hibák, ebből kifolyólag kvalitatíve jól jellemezhetők egy görbével, amelyet a *diszlokáció vonalának* nevezünk. A diszlokáció vonala az a térgörbe, amely elválasztja egymástól a rácsszerkezet elcsúszott és el nem csúszott tartományait. Ezek a görbék lehetnek kristályon belüli, önmagukba záródó görbék, vagy felületen kezdődnek és ott is végződnek. Különböző diszlokációk vonalai találkozhatnak csomópont(ok)ban.

Háromféle diszlokáció létezik: *éldiszlokáció*, *csavardiszlokáció* és ezek keveréke, a *kevert diszlokáció*. Azt a síkot (vagy félsíkot), amely tartalmazza a diszlokáció vonalát, *csúszósíknak* nevezzük. Az elnevezés onnan ered, hogy a diszlokációkat létrehozó folyamatokat nyírással (vagy csavarással) modellezzük. Azaz veszünk egy szabályos kristályrács-darabot, és ennek egyik részét elcsúsztatjuk (vagy elcsavarjuk) a másikkal képest.

Speciálisan éldiszlokációk esetében a következőket mondhatjuk. A csúszás nem pillanatszerű, hanem a kristálysíkok diszkrét „ugrálásával” történik. Először az a kristálysík deformálódik, amelyre közvetlenül hat az erő (rá merőlegesen), majd amikor elegendő energia halmozódott fel, akkor a kristálysík odébb ugrik egy rácshellyel - fenntartva ezzel a diszkrét translációs szimmetriát - és ezzel a deformáció is tovább terjed. Az ugrás első pillanatában felszakadnak az atomi kötések, az utolsó pillanatában pedig újak keletkeznek, egy lépéssel arrébb. Amikor egy kristálysík más helyre kerül, akkor onnan kiszorítja az addig ott tartózkodó síkot és így tovább. A kötések felszakadása után, de még az új kialakulása előtt a kristálysík egy félsíkot képez, amelynek nincsen folytatása a rácson belül. Ezt *extrasíknak* nevezzük. Az extrasíkot lezáró görbe a diszlokáció vonala. A diszlokációkat az 1.1. ábra szemlélteti.

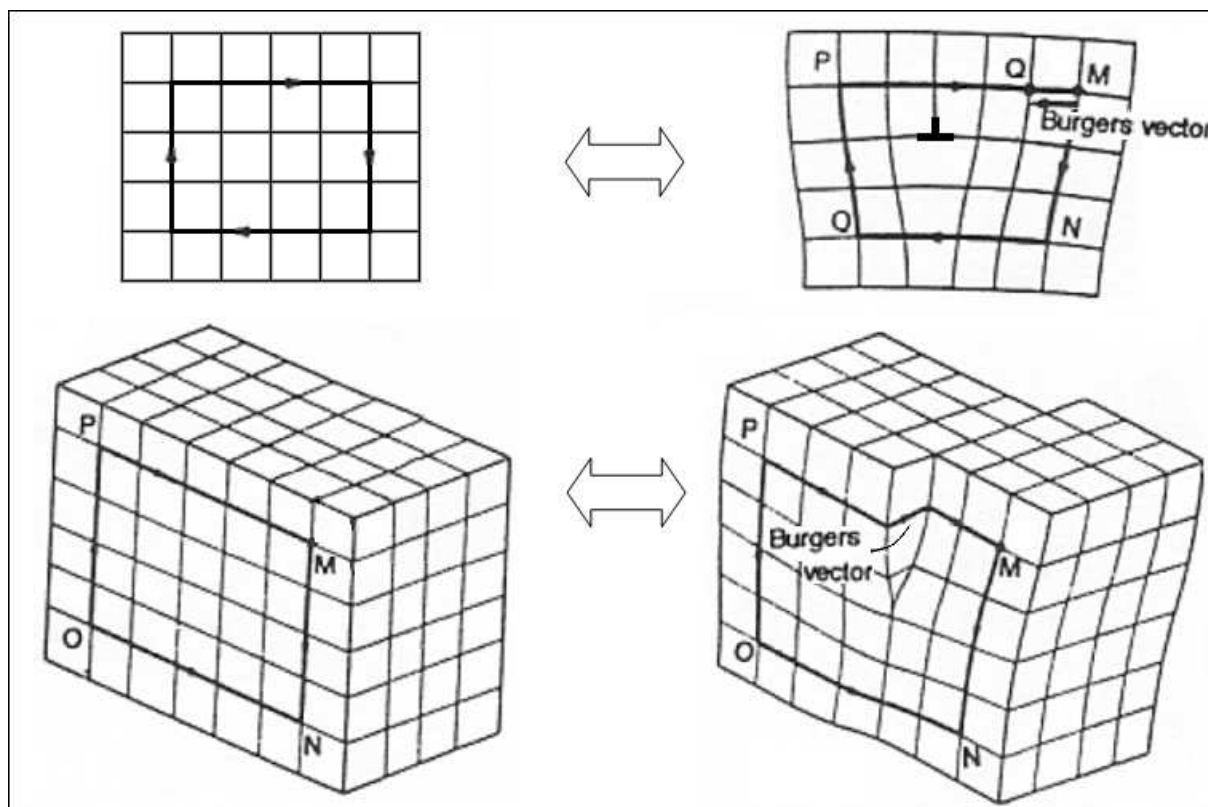


1.1. ábra

Kevert diszlokáció. Az A pontban a diszlokáció tisztán csavardiszlokáció, a B pontban pedig tisztán éldiszlokáció. Szaggatott vonallal jelölve látható a diszlokáció vonala.

Forrás: <http://moiespinedacaf.blogspot.hu/>

A diszlokáció okozta rácstorzulás irányát és nagyságát az ún. *Burgers-vektorral* tudjuk jól jellemezni (1.2. ábra).



1.2. ábra

A Burgers-vektor meghatározása egyszerű köbös rács esetén éldiszlokáció (felső ábrák) és csavardiszlokáció (alsó ábrák) esetén.

Forrás: http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/5/57/Vector_de_Burgers.PNG

Az egyszerű szemléltetés kedvéért tekintsünk egy – először tökéletes – primitív köbös rácsot, vegyük ennek az (100) kristálytani síkját. Ekkor egy négyzethálózhoz jutunk. A négyzethálón rajzoljunk be egy önmagába záródó görbét oly módon, hogy csak a hálón mozoghatunk. Ezt a zárt görbét *Burgers-körnek* nevezzük. A Burgers-kör ekkor egy téglalap. Most helyezzük el egy diszlokáció vonalának kezdőpontját a körön belülre úgy, hogy belőle a diszlokáció vonala a vizsgált felületre merőlegesen induljon ki. Éldiszlokáció esetén egy extrasík ékelődik be, a Burgers-kört tartalmazó sík torzul. Csavardiszlokáció esetén a diszlokáció beiktatásával a Burgers-kör a síkjára merőleges síkban torzul. A Burgers-vektor az egy diszlokáció által okozott elmozdulás nagysága és iránya. Így eljutottunk a diszlokáció fajtáinak egy definiáló tulajdonságához: éldiszlokáció esetén a Burgers-vektor merőleges a diszlokáció vonalára, csavardiszlokációnál pedig párhuzamos. Méréseink során lapon centrált köbös rácsú mintákat vizsgáltunk. A Burgers-vektor hossza FKK rács esetén: $|\mathbf{b}| = \sqrt{2}a$, ahol a a rácsparaméter.

A fentiekben már tettünk rá utalást, hogy a nyírás alkalmával a deformáció (ezzel az extrasík) hullámszerűen továbbterjed – azaz a diszlokációk mozognak - majd

végeredményben mindkét rácsrészlet ismét tökéletes lesz, csak egymáshoz képest el lesznek tolvá. Ez az állítás csak ebben az egyszerű magyarázó modellben igaz, amikor is feltettük, hogy egyetlen nyíróerő hat és ennek hatására diszlokációk ébrednek, majd „át is vonulnak” a rácson. Ez az anyag képlékenyalakításakor nem igaz. Ekkor ugyanis rengeteg erő ébred egy szemcsén belül, a diszlokációnak nincs lehetősége „elhagyni” rácsot. A megmunkálás végeztével, szobahőmérsékleten, pedig már nincsen meg az „átvonuláshoz” szükséges aktiválási energia, azaz ekkor a diszlokáció nem szűnik meg magától. (Persze, vannak diszlokáció-csökkentő eljárások, pl. lágyítás.) Ebből következik, hogy szinte minden anyag tartalmaz diszlokációt, ezért – főleg mennyiségi – vizsgálatuk nélkülözhetetlen.

2. fejezet

Diszlokációk mennyiségének meghatározása

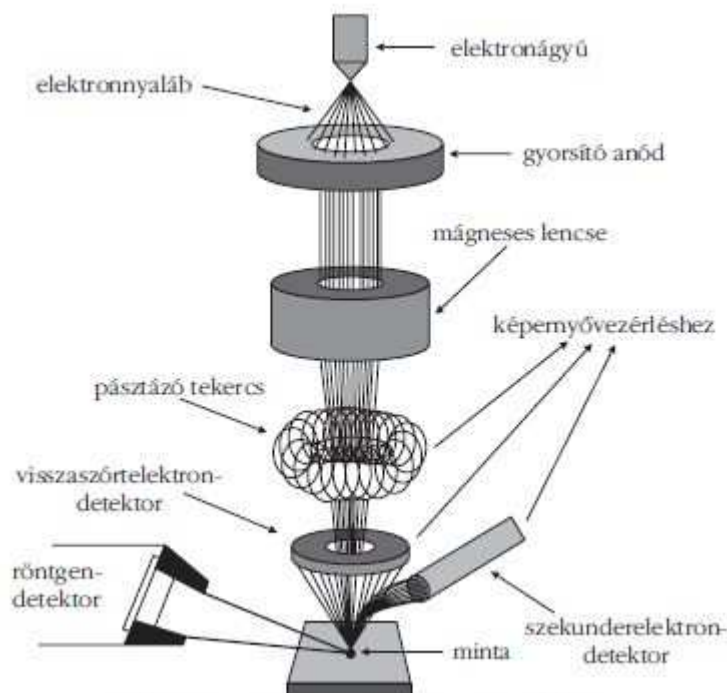
Ahogy az előző fejezetben említettük, a diszlokációk mennyiségének meghatározása fontos feladat. A kutatás során ezt a célt tűztük ki magunknak.

A diszlokációk lokális rácsstorzulást, deformációt okoznak. Egy adott minta felületén a deformációt jellemző mennyiségeket *pásztázó elektronmikroszkóp* segítségével jól tudjuk mérni. A mért adatokból pedig következtethetünk a rácsstorzulást létrehozó diszlokációk mennyiségére[1.][2.].

A továbbiakban röviden ismertetjük az elektronmikroszkóp felépítését, majd a méréshez használt visszaszórtelektron-diffrakciós (Electron BackScattering Diffraction, *EBSD*) technikát.

2.1. A pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) felépítése

A pásztázó elektronmikroszkóp (SEM – Scanning Electron Microscope) felépítését a 2.1. ábra szemlélteti.



2.1. ábra
A SEM felépítése

Forrás: <http://wwwold.kfki.hu/fszemle/archivum/fsz1110/havancsak1110.html>

A pásztázó elektronmikroszkóp működésének alapelve az, hogy egy vékony (5-50 nm) elektronnyalábbal végigpásztázzuk a minta felszínét, amelyből válaszjelek érkeznek az elektronsugár hatására. Ezeket a válaszjeleket megfelelő detektorokkal lehet érzékelni. A SEM a jeleket megfelelően feldolgozva, szinkronizálva az elektronsugár mozgásával egy képernyőn kijelzi. A képernyő egy katódsugárcső része, vagyis a képernyőt is egy elektronnyaláb pásztázza szinkronban a mintát pásztázó sugárral. Az elektronsugár az anyaggal olyan kölcsönhatásba lép, amelynek folytán az anyag belsejéből számos válaszjel érkezik. Ezáltal az anyag sok különböző tulajdonsága megjeleníthető a különféle jelek detektálásával, akár a minta felszínének képe is. A pásztázó elektronmikroszkóp az adott minta felszínéről nagy felbontású és mélységélességű képet képes létrehozni, ezért is ez a fő felhasználási területe.

Az elektronokat egy elektronágyúval biztosítjuk. Az elektronágyú kétféle lehet: izzókatódos (volfrám vagy lantán-hexaborid) vagy téremissziós. Az izzókatódos ágyúból az elektronok hő hatására lépnek ki, míg a téremissziós ágyúból elektrosztatikus tér kényszerítő hatására. Ezt a megoldást hívják hidegkatódos elektronágyúnak is. A forrásból kilépő elektronokat elektrosztatikus mező gyorsítja a kívánt energiára. Az elektrosztatikus teret az elektronágyú alatt elhelyezkedő anód kelti. A nyaláb fókuszálását az elektromágneses lencsék (pl. kondenzor lencse) végzik. A mágneses lencsék eltérítő hatása a Lorentz-erőnek köszönhető. Ez alatt található az objektív lencse, majd a mintatartó. Az elektronmikroszkópban vákuum uralkodik. A vákuumra az elektronok akadálytalan terjedése és a minta tisztántartása miatt van szükség. Az elektronmikroszkóphoz tartoznak a detektorok is. (A többféle válaszjel miatt több detektorra is szükség lehet.)

A mikroszkópba nem tehető be akármilyen minta. Követelmény, hogy a minta ne töltődjön, vagyis jó vezető legyen. A feltöltődés hibát okozhat a megfigyelésben. Ennek elkerülése végett a szigetelő anyagokat vizsgálatuk előtt be kell vonni egy vezető anyaggal (pl. arany). A felület tiszta kell, hogy legyen. Az anyag lehetőleg ne szublimáljon erősen. Vákuum hatására az anyag felületéről részecskék léphetnek ki, beszennyezve a vákuumot. Törekedni kell ennek a minimalizálására.

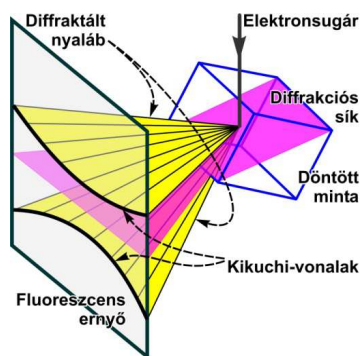
Mint fentebb említettük, az anyagból számos válaszjelet lehet detektálni, amelyekből különféle tulajdonságok határozhatók meg: Röntgen-sugárzás (kémiai összetétel), szekunder elektronok (topográfiai információk), visszaszórt elektronok (topográfiai információk, kémiai összetétel), Auger-elektronok (felületközelű összetétel), mintaáram (elektromos tulajdonságok).

Nagyon fontos megjegyezni azt, hogy a SEM nem folytonosan pásztázza a felületet, hanem *diszkrét pontokban* mér, állítható lépésközzel, azaz szomszédos pontok közti állítható távolsággal).

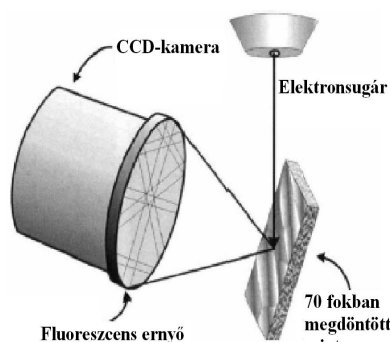
2.1.1. Visszaszórt elektron-diffrakció – EBSD

Részletesebb tárgyalásra a *visszaszórt elektronok* kerülnek, mivel a kutatás során ezt a válaszjelet mértük. A méréshez a mintát megdöntve helyezzük be a vákuumkamrába. A visszaszórt elektronok úgy keletkeznek, hogy a primer elektronnyaláb behatol az anyagba, először egy rugalmatlan szóródáson megy keresztül, majd egyes kristálytani síkokról visszaverődik, azaz az elektronsugár elhajlást (diffrakciót) szenved. Innen az elnevezés: **Electron BackScattering Diffraction**. A visszaverődés a Bragg-feltételnek[9] megfelelően történik. A visszaszórt elektronok pályája függ annak a pontnak az *orientációjától*, amelyről az elektron visszaverődött. (Az elektronsugár keresztmetszete nyilván nem pontszerű, hanem egy kiterjedéssel rendelkező tartomány. Vagyis a mért pont sem pont a szó szoros értelmében, hanem a minta felületének egy nagyon kis tartománya. Egy mérési pont orientációja alatt tehát az ehhez a tartományhoz tartozó kristályrács-részlethez rögzített koordinátarendszer irányítottságát értjük. Ilyen értelemben az EBSD laterális felbontóképessége termoemissziós elektronágyú esetén kb. 100 nm, téremissziós elektronágyú esetén kb. 10 nm.)

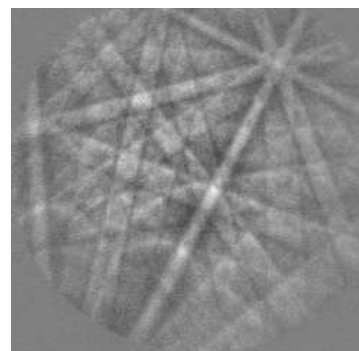
Az ilyen módon visszaszórt elektronok tehát információt hordoznak az adott pont orientációjáról, amelyet számszerűen is ki tud értékelni az EBSD szoftvere. (Erről részletesebben lesz szó a 3.2. alfejezetben.) Az elektronok két kúppalást mentén verődnek vissza (2.2a. ábra). A diffrakciós kép az ún. *Kikuchi-ábra* (2.2b. ábra) lesz, amely egy megfelelően elhelyezett fluoreszcens ernyő és az elektronok által létrehozott kúppalások metszésvonalából adódik. Az információt (az ernyő felvillanásait) egy CCD (**Charge-Coupled Device**) kamera alakítja elektromos jelekké és továbbítja a szoftver felé (2.2c. ábra). Az ábra a *Kikuchi-vonalakból* áll, amelyek elhelyezkedéséből, és az egymáshoz képesti viszonyából meghatározható a vizsgált pont és környezetének orientációja.



2.2a. ábra
Visszaszórt elektronok „befogása”



2.2b. ábra
Jelek detektálása és átalakítása



2.2c. ábra
Kikuchi vonalak

2.2. A mérés alap gondolata

Ahogy azt már az előbbieken említettük, a diszlokációk lokálisan rácsstorzulást, a rács egyes pontjai között orientációváltozást okoznak. Ez azt is jelenti, hogy az egyes diszkrét mérési pontokban – nagy valószínűséggel – más rácsorientációt fogunk tapasztalni. (Természetesen két pont orientáció-különbségéhez hozzájárulnak az egyéb rácshibák is, mint pl. a szemcsehatárok, de ezek hatását a mérés során - a 3.3. alfejezetben ismertetett módon - kiküszöböljük.) Ha veszünk két szomszédos mérési pontot és megmérjük az orientációjukat, majd képezzük ezek különbségét (itt nem a kivonás műveletre gondolunk, szintén a 3.3. alfejezetben tisztázzuk, hogy mit értünk ez alatt), azaz a két pont ún. *miszorientációját*, akkor ebből következtethetünk a két pont közti tartományban lokálisan jelenlévő diszlokációk mennyiségére[1][2], amelyek okozzák a második pont miszorientációját az elsőhöz képest.

Ha a vizsgált felület összes szomszédos mérési pontjára képezzük a miszorientációt, és kiszámoljuk ebből a diszlokációk lokális mennyiségét, akkor összegzésükkel megkaphatjuk a felületre globálisan jellemző diszlokáció-mennyiséget. Itt tulajdonképpen a diszlokációk darabszámát határozzuk meg. Ennek a mennyiségnek a hibája viszont nagyon nagy. Gondoljunk bele, hogy egy diszlokáció egy adott pontnak nem csupán egyetlen szomszédjára hathat, hanem a többinél is okozhat miszorientációt. Ekkor az összegzésnél többször számoljuk az adott diszlokáció hatását.

A fenti okok miatt inkább egy – a végigpásztázott felületre átlagosan jellemző – mennyiségre van szükségünk. Ez a mennyiség a *diszlokációsűrűség*, amely fogalom már átvezet a 3. fejezetbe.

3. fejezet

Matematikai és fizikai háttér

Most tekintsünk át néhány fizikai és matematikai definíciót, formulát, amelyeket a 3.2. és 3.3. alfejezetekben fogunk felhasználni.

3.1. Matematikai és fizikai definíciók

3.1.1. Deformálható test alakváltozása

Amikor egy *merev testre* makroszkopikus erők hatnak, akkor a testnek változhat a mozgásállapota, valamint deformálódhat. Most tekintsük azt az esetet (ami egyébként gyakorlatilag mindig igaz), amikor a test a kezdeti és végállapotban is nyugalomban van, azaz csak a test deformációját vizsgáljuk.

A test pontjainak - egy testen belüli referencia ponthoz viszonyított - helyvektorai a kezdeti és végállapothoz képest a következő hatások miatt változhatnak. Makroszkopikus *transzláció* (vektor, $\mathbf{s}_0$): ekkor a test pontjainak helyvektorai nem változnak egymáshoz képest, ugyanolyan mértékben és irányban eltolódnak a kezdeti állapothoz képest. Makroszkopikus *rotáció* (tenzor, $\underline{\omega}$): a pontok helyvektorai ugyanakkora szöggel elfordulnak egy referencia pont körül. *Deformáció* (tenzor, $\underline{\epsilon}$): a test pontjainak helyvektorainak nagysága és iránya is változik pontonként eltérő mértékben. Vegyünk most egy referencia pontot (pl. tömegközéppont) a testen belül, legyen $\mathbf{r}$ egy adott pont helyvektora. A pont $\mathbf{s}$ elmozdulását a kezdeti állapothoz képest a (3.1.) összefüggés adja meg.

$$\mathbf{s}(\mathbf{r}) = \mathbf{s}_0 + \underline{\omega}\mathbf{r} + \underline{\epsilon}\mathbf{r} \quad (3.1.)$$

Egy anyagmintán belüli rácsrészlet (legyen ez egy mérési ponthoz tartozó rácsrészlet) pontjainak mozgását képlékenyalakítás hatására modellelhetjük a fent leírt merev testtel. A (3.1.) formula első tagját elhanyagolhatjuk, azaz feltesszük, hogy a rácsrészlet nem végez makroszkopikus transzlációt a rács többi részéhez képest, vagy ha igen, akkor elhanyagolhatóan kismértékűt. Ezt mondhatjuk, hiszen a rácsrészlet határai erősen korreláltak a rács többi részével, és ez a helyén tartja a vizsgált tartományt. Vagyis a fenti formula a (3.2.) képletté egyszerűsödik, ahonnan megkapható a $\underline{\epsilon}$ *deformációs tenzor* a (3.3.) alapján.

$$\mathbf{s}(\mathbf{r}) = \underline{\omega}\mathbf{r} + \underline{\epsilon}\mathbf{r} \quad (3.2.)$$

$$\mathbf{G} = \boldsymbol{\omega} + \boldsymbol{\varepsilon} \quad (3.3.)$$

(Ahogy látható $\mathbf{G}$ és $\boldsymbol{\varepsilon}$ tenzort is deformációs tenzornak hívjuk. A matematikai különbség világos, ám az elnevezés megtéveszthető lehet. Ennek az az oka, hogy a magyar nyelvben erre nincs más szavunk. Angolul: $\mathbf{G}$: „distortion tensor” és $\boldsymbol{\varepsilon}$: „elastic strain tensor”).

3.1.2. Einstein-féle összegkonvenció

A levezetésekben több helyen - pusztán formai – egyszerűsítéseket fogunk alkalmazni. Ez az egyszerűsítés az ún. *Einstein-féle összegkonvenció*, amely egy indexelési mód az ún. *Ricci-kalkulusban*. A Ricci-kalkulus foglalja össze az egyszerűsítő indexelési módszereket (többek között az einsteini konvenciót is) és az ezekkel való műveleteket tenzorokra és tenzor-mezőkre[7].

Most két szimbólum definícióját ismertetjük, amelynek segítségével a későbbiekben felhasznált formulák egyszerűbb alakban állnak elő. Ez a két szimbólum az ún. *Levi-Civita szimbólum* és a *Kronecker delta*. Ezek definíciója rendre a (3.4a., 3.4b., 3.4c.) és (3.5a., 3.5b.).

$$\varepsilon_{jkl} = 1, \text{ ha } (j, k, l, \dots) \text{ az } (1,2,3 \dots) \text{ egész számok páros permutációja} \quad (3.4a.)$$

$$\varepsilon_{jkl} = -1, \text{ ha } (j, k, l, \dots) \text{ az } (1,2,3 \dots) \text{ egész számok páratlan permutációja} \quad (3.4b.)$$

$$\varepsilon_{jkl} = 0, \text{ ha } (j, k, l, \dots) \text{ elemek közül legalább kettő megegyezik} \quad (3.4c.)$$

Egész számok permutációja páros, ha a növekvő sorrendből képezett új sorrendben páros számú elemcsere történt, pl. $1,2,3 \rightarrow 2,3,1$, itt kicserélve először a 3-ast és az 1-est, majd az 1-est és a 2-est (azaz 2 cserét elvégezve) megkapjuk az eredeti 1,2,3 sorozatot. Páratlan permutációról akkor beszélhetünk, ha páratlan számú elemcsere történt.

$$\delta_{jk} = 1, \text{ ha } j = k \quad (3.5a.)$$

$$\delta_{jk} = 0, \text{ ha } j \neq k \quad (3.5b.)$$

A fenti szimbólumok használatát és az einsteini konvenciót a (3.6a., 3.6b., 3.6c.) példákon keresztül tudjuk a legegyszerűbben megérteni.

$$\sum_i \mathbf{G}_{ii} = \mathbf{G}_{ii}; \text{ az einsteini konvenció lényege: egyszerűen elhagyjuk a szummát} \quad (3.6a.)$$

$$\sum_{j,k} \delta_{jk} \mathbf{G}_{jk} = \delta_{jk} \mathbf{G}_{jk}; \text{ ez épp a (3.6a.) – val ekvivalens állítás} \quad (3.6b.)$$

$$\mathbf{q}_j = \sum_{j,k} \varepsilon_{jkl} \mathbf{G}_{kl} = \varepsilon_{jkl} \mathbf{G}_{kl}; \text{ legyen } j = 1, \text{ ekkor az összeg a (3.6cb.) szerint alakul} \quad (3.6ca.)$$

$$\mathbf{q}_1 = \mathbf{G}_{23} - \mathbf{G}_{32}, \text{ mivel: } \varepsilon_{123} \mathbf{G}_{kl} = 0, \text{ ha } k = 1 \text{ vagy } l = 1 \quad (3.6cb.)$$

A szimbólumokat és a konvenciókat a fentiekben a teljesség igénye nélkül tárgyaltuk. A szimbólumoknak sok további tulajdonsága van és az einsteini konvenciónak is további következményei vannak, de ezek a levezetésekhez nem szükségesek, ezért most nem kerülnek tárgyalásra.

3.1.3. Kvaterniók

A kvaterniókat csak nagyon röviden, matematikai precizitás nélkül vezetjük be, inkább csak a használatukra fektetünk hangsúlyt, mivel az algoritmusban „csak” formailag egyszerűsítő szerepet töltenek be.

A kvaterniók elemei egy skalár és egy háromelemű vektor (3.7.) [8]. A műveletek közül csak a továbbiakban felhasználtakat ismertetjük, amelyek a következők[8]: *konjugálás*(3.8.), *invertálás*(3.9.), speciálisan egy másik kvaternió inverzével vett *Hamilton-szorzat*(3.10.)[4].

$$\mathbf{q} = \begin{pmatrix} q_0 \\ \bar{\mathbf{q}} \end{pmatrix} = q_0 + x_1 \bar{\mathbf{i}} + x_2 \bar{\mathbf{j}} + x_3 \bar{\mathbf{k}} \quad (3.7.)$$

$$\mathbf{q}^* = q_0 - x_1 \bar{\mathbf{i}} - x_2 \bar{\mathbf{j}} - x_3 \bar{\mathbf{k}} \quad (3.8.)$$

$$\mathbf{q}^{-1} = \frac{\mathbf{q}^*}{|\mathbf{q}|^2} \quad (3.9.)$$

$$\mathbf{q}_A \mathbf{q}_B^{-1} = \begin{pmatrix} q_0^B q_0^A + \bar{\mathbf{q}}^B \cdot \mathbf{q}^A \\ -q_0^B \bar{\mathbf{q}}^A + \mathbf{q}^B q_0^A - \bar{\mathbf{q}}^B \times \mathbf{q}^A \end{pmatrix} \quad (3.10.)$$

A fentiekben vastagon szedtük a kvaterniókat, a vektorokat vastagon szedve és felülvonással jelöltük.

3.2. A Nye-tenzor bevezetése

Vizsgálataink során – a már említett - EBSD technikával mértünk, ezzel egy minta felületéről kaphatunk információkat. A Nye-tenzort is két dimenzióban fogjuk bevezetni egy egyszerű köbös rács egy kristálytani síkjában 1 db éldiszlokáció segítségével (az egyszerű szemléltetés kedvéért). A levezetés három dimenzióban, más típusú rácsokra és diszlokációkra is elvégezhető, de bonyolultabb és kevésbé kézzelfogható.

Vegyük a tökéletes egyszerű köbös rács (100) *Miller indexű* síkját; ez gyakorlatilag egy négyzetháló. Rajzoljunk be egy extrasíkot, ezzel kapunk egy éldiszlokációt. A diszlokáció hatására a négyzetháló torzul: a diszlokációhoz közel a legnagyobb mértékben, távolodva tőle

egyre kisebb a diszlokáció torzító hatása, egy bizonyos távolság után pedig már elhanyagolható. Rajzoljuk be a Burgers-kört úgy, hogy a körön kívül a diszlokáció hatása már elhanyagolhatóan kicsi legyen. Itt a torzulás mértékét zérusnak vesszük. (Minél nagyobb kört rajzolunk ez a feltételezés annál erősebb, végtelen nagy kör esetén helytálló.) Tehát azt tesszük fel, hogy a diszlokáció csak a Burgers-kör (kerülete legyen B) belsejében torzítja a felületet. A körülzárt területet jellemezzük a felületre merőleges $\mathbf{S}$ vektorral.

Ezután osszuk fel a Burgers-kör által határolt felületet elemi kis felületegységekre, ezek normálvektora legyen $d\mathbf{s}$. Ekkor a teljes $\mathbf{S}$ felületet leírhatjuk a (3.11.) összefüggéssel, ahol $\mathbf{n}$ az elemi felületelemek egységnormálisa, ds a felület nagysága.

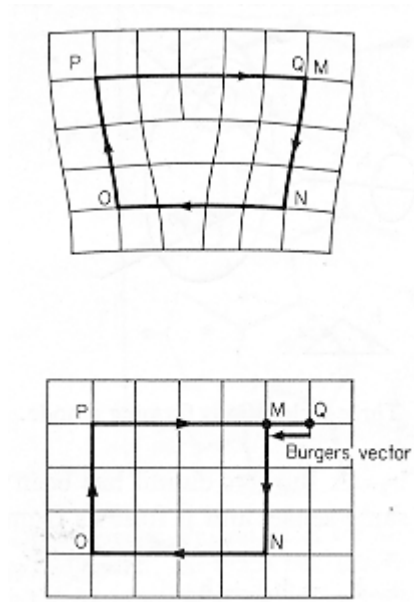
$$\mathbf{S} = \iint d\mathbf{s} = \iint \mathbf{n} ds \quad (3.11.)$$

A továbbiakban tekintsük a diszlokációk hatását a kis felületeken. Ez a hatás, azaz a felületek deformációja egy folytonos eloszlással reprezentálható a Burgers-körön belül, amely eloszlás sűrűségfüggvényének maximuma a diszlokáció egy infinitezimálisan kis környezetében van. Maga a diszlokáció is jellemezhető sűrűségfüggvénnyel (innen a *diszlokációsűrűség* elnevezés): úgy vesszük, hogy minden elemi felületen átmegy egy olyan diszlokációvonal, amelynek torzító hatása pontosan akkora az adott elemi felületen, amekkorát a valódi „nagy” diszlokáció okoz az adott elemi felületegységen (és más elemi ds felületeken 0). A torzulást a $\mathbf{G}$ deformációs tenzorral jellemezhetjük a (3.12.) alapján, ahol ds a torzatatlan, ds' a torzult elemi felületet jelzi.

$$ds' = \mathbf{G} ds \quad (3.12.)$$

Ha ezeket a kis diszlokációkat összegezzük, akkor megkapjuk az eredeti „nagy” diszlokációt. Itt a „darab” mértékegység absztrakt általánosításáról van szó: ha összegezzük a kis diszlokációkat, megkapjuk az 1 nagyot, tehát a kis diszlokációk darabszáma nem egész.

Most tekintsük a berajzolt Burgers-kört. A kör alakulását a diszlokáció hatására a 3.1. ábra mutatja.



3.1. ábra

A Burgers-kör torzulása a deformáció hatására.

Forrás: http://www.princeton.edu/~maelabs/mae324/04/04mae_14.htm

A kialakuló Burgers-vektort leírhatjuk az elemi ds felületek torzulását jellemző $d\mathbf{b}$ elemi Burgers vektorok összegzésével a (3.13.) képlettel.

$$\mathbf{b} = \iint d\mathbf{b} \quad (3.13.)$$

Az elemi – még torzítatlan – felületelemek és a torzítás után kialakuló elemi Burgers-vektor közti kapcsolatot fejezi ki a Nye-tenzor ($\boldsymbol{\alpha}$) [5] a (3.14.) formula alapján, amelyből integrálással kapjuk a globális Burgers-vektort (3.15.) alapján, ahol S' a torzult felület.

$$d\mathbf{b} = \boldsymbol{\alpha} ds = \boldsymbol{\alpha} n ds \quad (3.14.)$$

$$\mathbf{b} = \iint_{S'} \boldsymbol{\alpha} ds \quad (3.15.)$$

A Burgers-vektort egy másik módszerrel is megkaphatjuk. A kerületet osszuk fel infinitezimálisan kicsi szakaszokra. Képezzünk ezekből vektorokat a Burgers-körre tekintve pozitív körüljárással. Legyenek ezek: $d\mathbf{x}$ a torzítás előtt és $d\mathbf{x}'$ a torzítás után. Ezek közt is $\mathbf{G}$ teremtsen kapcsolatot a (3.16.) szerint.

$$d\mathbf{x}' = \mathbf{G} d\mathbf{x} \quad (3.16.)$$

A vektorok összegzése a torzítás előtt a (3.17a) szerint alakul, torzítás után pedig a (3.17b.) szerint, ahol $\mathbf{B}'$ -vel a torzult Burgers-kört jelöljük.

$$\oint_B d\mathbf{x} = 0 \quad (3.17a.)$$

$$\oint_{B'} d\mathbf{x}' = \oint_B \mathbf{G} d\mathbf{x} = -\mathbf{b} \quad (3.17b.)$$

A (3.17b.) formula a *Stokes-féle integrálátalakító tétel* segítségével (3.18.)-ra átírható. Tehetjük ezt azért, mert a torzult S' felület határoló görbéje épp B' .

$$\oint_{B'} \mathbf{G} d\mathbf{x} = \iint_{S'} \text{rot}(\mathbf{G}) d\mathbf{s} = -\mathbf{b} \quad (3.18.)$$

Ebből - egyenlővé téve (3.18.)-at (3.15.) -1-szeresével - kapjuk (3.19a.) egyenletet, majd ebből a (3.19b) differenciális formulát.

$$\iint_{S'} \text{rot}(\mathbf{G}) d\mathbf{s} = \iint_{S'} \boldsymbol{\alpha} d\mathbf{s} \quad (3.19a.)$$

$$-\text{rot}(\mathbf{G}) = \boldsymbol{\alpha} \quad (3.19b.)$$

A (3.19b.) képletet most felírjuk Einstein-féle összegkonvencióban, a Levi-Civita szimbólum segítségével, mert a továbbiakban szükségünk lesz rá; ezt a (3.20.) mutatja.

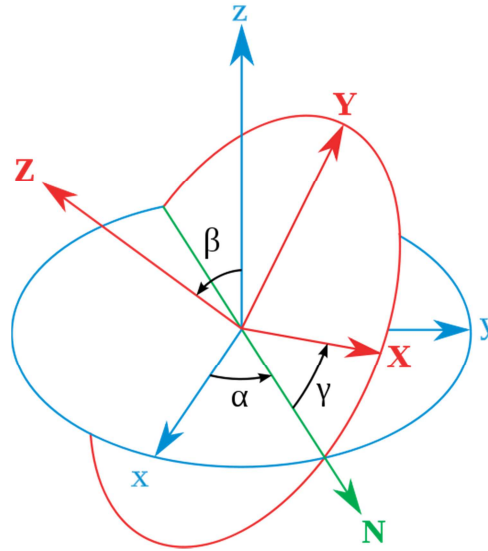
$$\alpha_{ik} = -\varepsilon_{klj} \frac{\partial G_{ij}}{\partial x_l} \quad (3.20.)$$

Ha az alakítás során a vizsgált rácsrészlet nem deformálódik, azaz csak rotáció van jelen, akkor a (3.21.)-es képletté egyszerűsödik a fenti összefüggés.

$$\alpha_{ik} = -\varepsilon_{klj} \frac{\partial \omega_{ij}}{\partial x_l} \quad (3.21.)$$

3.3. A mérés algoritmusa

Ahogy már említettük a méréseket elektronmikroszkóp segítségével végeztük. A visszaszórt-elektronokból információt kapunk az egyes mérési pontokban lévő rácorientációról. Egy adott pontban a rácorientációt a makroszkopikus mintához illesztett referencia koordinátarendszer és az adott mérési pontban lévő rácsrészlethez illesztett koordinátarendszer közti ún. *Euler szögekkel* lehet jellemezni. Az Euler szögek szemléletesen a 3.2. ábrán látszanak.



3.2. ábra

Két koordináta-rendszer közti Euler szögek

Forrás: <http://en.wikipedia.org/wiki/File:Eulerangles.svg>

Az algoritmus során más jelöléseket alkalmazunk: $\varphi_1 = \alpha$, $\varphi_2 = \gamma$, $\phi = \beta$ az ábra jelöléseinek megfelelően. A minta felületén tehát minden egyes mérési pont orientációját a $(\varphi_1, \varphi_2, \phi)$ szöghármassal jellemezzük. Ezekből megalkotható a Bunge-féle orientációs mátrix[6] mindegyik pontra a (3.22.)-es formulával jelzett módon.

$$\mathbf{g} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \quad (3.22.)$$

A továbbiakban áttérünk a kvaterniókra. Egy pont orientációját jellemző kvaternió skaláris részét a (3.23a.), a vektoriális részét a (3.23b.) formulával tudjuk megkonstruálni[1].

$$q_0 = \frac{1}{2} \sqrt{g_{ii} - 1} \quad (3.23a.)$$

$$q_i = -\frac{\varepsilon_{ijk} g_{jk}}{4q_0} \quad (3.23b.)$$

A mérési algoritmus lényege az, hogy minden szomszédos mérési pont orientációkülönbségét, azaz *miszorientációját* megvizsgáljuk. Négyzetesen mérünk, ami azt jelenti, hogy a minta felületén a mérési pontok egy négyzetrács csúcspontjaira illeszkednek. A felületet modellezzük egy síkkal (megfelelő mintaelőkészítés után), azaz a felületen x- és y irányok vannak. Minden szomszédos mérési pontra megvizsgáljuk a miszororientációt és az ennek mértékét jellemző - pár sorral lejjebb ismertetésre kerülő - matematikai objektumot

átlagoljuk külön az x és y irányokra. (Vagyis az x-irányú szomszédok és az y-irányú szomszédok miszorientációját külön-külön átlagoljuk.) Ennek oka az, hogy a Nye-tenzor elemeit külön a rotáció különböző irányok szerinti parciális deriváltjaival kapjuk a (3.20.) és (3.21.) szerint.

A fentiek szellemében, tehát szükség van egy miszorientációt jellemző mennyiségre. Tekintsünk két szomszédos pontot, jelöljük A-val és B-vel. Ekkor a miszorientációt (3.24.) alapján kiszámolt mátrix adja meg[3].

$$\mathbf{M}_i = \mathbf{g}_A \mathbf{g}_B^{-1} \mathbf{C}_i \quad (3.24.)$$

A (3.24.) formulában a $\mathbf{C}_i$ az i.-edik szimmetriamátrixot reprezentálja. A kutatás során speciálisan köbös rácsú rendszerekkel foglalkoztunk; az ilyen rácsoknak összesen 24 darab szimmetriamátrixa van[3]. Ez tehát azt jelenti, hogy két pont miszorientációját jellemző $\mathbf{M}$ mátrixból is 24 van. Ebből viszont csak egy a valós és azzal szeretnénk tovább számolni. Ezt úgy választjuk ki, hogy megkeressük azt, amelyhez tartozó miszorientációs szög a legkisebb. A miszorientációs szög(Θ) a két szomszédos ponthoz tartozó koordináta-rendszerek egy közös tengely mentén vett elforgatási szöge. Ezt a szöget a „kvaternió” konvencióval tudjuk könnyen számolni.

Megkonstruáljuk először $\mathbf{q}_A$ -t a (3.23.)-as formulák alapján. Ezután $\mathbf{q}_{B,i}^{-1}$ -t a $\mathbf{g}_B^{-1} \mathbf{C}_i$ mátrixból szintén a (3.23.)-as összefüggések segítségével. Ezekből megalkothatjuk a miszorientációt jellemző $\Delta \mathbf{q}_i$ mennyiséget a (3.10.)-es képlet segítségével[1]. A miszorientációs szöget a (3.25.) alapján számolhatjuk[1].

$$\theta_i = 2 \arccos(\Delta q_{0,i}) \quad (3.25.)$$

A 24 miszorientációs szögből megkeressük a legkisebbet és az ahhoz tartozó $\Delta \mathbf{q}$ -val számolunk tovább.

Ahogy az 1. fejezetben említettük, nem csak a diszlokációk okozhatnak miszorientációt, hanem egyéb rácshibák is (pl. szemcsehatárok). Erre a következő feltételt iktattuk be: ha $\Theta < 5^\circ$, akkor folytatjuk tovább $\Delta \mathbf{q}$ -val a számolást, ha $\Theta > 5^\circ$, akkor eldobjuk, mert ekkor nagy valószínűséggel másfajta rácshiba, tipikusan szemcsehatár (is) van a két szomszédos pont között.

Ezután a x és y irányokra jellemző $\Delta \mathbf{q}$ mennyiségeket átlagoljuk és ebből meghatározzuk a Nye-tenzor elemeit az alábbiak szerint.

A rotáció tenzort kifejezhetjük a (3.26.) formulával a rács-rotációs vektor (Θ) segítségével, amelynek elemei: $\Delta\Theta_{\mathbf{r}}$, ahol $\mathbf{r}$ vektor a forgástengelyt reprezentálja.[2]

$$\omega_{ij} = -\varepsilon_{ijk} \theta_k \quad (3.26.)$$

A (3.26.)-os egyenlet felhasználásával a (3.27.)-es képletté alakul a Nye-tenzor elemeit kifejező összefüggés.

$$\alpha_{lk} = \frac{\partial \theta_k}{\partial x_l} \approx \frac{\Delta \theta_k}{\Delta x_l} \quad (3.27.)$$

A (3.27.)-es formulában a közelítést csak akkor tehetjük meg, ha Δx_l elegendően kicsi. Ez azt vonja maga után, hogy négyzetes mérés esetén sorvégi (y-irány esetén oszlopvégi) és sor eleji (y-irány esetén oszlop eleji) elemeknek nem képezzük a miszorientációját, mivel túl messze vannak egymástól, így hibát okoznának.

A rács-rotációs vektor elemei a (3.28.)-as formulával számolhatók[2].

$$\Delta \theta_k = \Delta q_k \frac{2 \arccos(\Delta q_0)}{\sqrt{1-\Delta q_0^2}} \quad (3.28.)$$

Ezzel a diszlokációsűrűség-tenzor elemeinek általunk használt formája – behelyettesítve (3.28.)-at (3.27.)-be - a (3.29.).

$$\alpha_{lk} = \Delta q_k \frac{2 \arccos(\Delta q_0)}{\sqrt{1-\Delta q_0^2}} \frac{1}{\Delta x_l} \quad (3.29.)$$

Az utolsó két formulában a Δq_k és a Δq_0 paraméterek az x_l irányokhoz tartozó átlagos $\Delta \mathbf{q}$ kvaterniók k-adik, illetve a nulladik – skaláris - elemei.

A mérések során egy felületet pásztázunk végig, azaz a térfogati orientációviszonyokról nem kapunk információt, így nem tudjuk képezni az x-y síkra merőleges irányú átlagos $\Delta \mathbf{q}$ mennyiséget ezért a Nye-tenzor egy hiányos mátrix lesz. A meglévő elemek a mért felület diszlokációsűrűségéről ad információt, ezért ebből nem számolható a valódi, csupán a *látszólagos diszlokációsűrűség*. Ezt a (3.30.)-as képlet alapján számolhatjuk[1].

$$\rho^* = \frac{1}{b} (|\alpha_{12}| + |\alpha_{13}| + |\alpha_{21}| + |\alpha_{23}| + |\alpha_{33}|) \quad (3.30.)$$

A (3.30.)-as kifejezésében $\mathbf{b}$ a Burgers-vektor. Az utolsó tag az ún. *görbületi tenzor*ból (κ) származtatható. A görbületi tenzor és a Nye-tenzor kapcsolatát (3.31.) formula mutatja.

$$\alpha_{ij} = \kappa_{ji} - \delta_{ij}\kappa_{kk} \quad (3.31.)$$

A fent elmondottak miatt a látszólagos diszlokációsűrűség mértékegysége $[1/\text{m}^2]$.

4. fejezet

Az implementáció (C# nyelven)

Egy mérés alkalmával egy minta felületén több száz, több ezer, vagy akár több tízezer pont orientációját mérjük meg. Ennyi pontra elvégezni a 3.3. alfejezetben leírt algoritmust manuálisan, kézzel lehetetlen. Ezért szükség van az algoritmus automatizálására.

Az automatizálást az algoritmus leprogramozásával valósítottuk meg. A programot *C# nyelven* írtuk meg. Azért választottuk ezt, mert viszonylag egyszerűen tudunk a kódhoz grafikus kezelőfelületet rendelni. A szoftverünk grafikus kezelőfelülete a 4.1. ábrán látható.

The screenshot shows a graphical user interface (GUI) for a software application. The interface is divided into several sections:

- Szükséges adatok** (Required data): This section contains two input fields. The first is labeled "Adatfile sorainak száma []" (Number of lines in the data file []) and the second is labeled "Burgers-vektor hossza [m]" (Burgers vector length [m]).
- Látszólagos diszlokációsűrűség [1/m²]** (Apparent dislocation density [1/m²]): This section contains a single input field.
- Nye-tenzor elemei** (Nye tensor elements): This section contains a 3x3 grid of input fields for the components of the Nye tensor.
- Számolás végrehajtása** (Calculation execution): This section contains a large button labeled "Számolás végrehajtása" (Calculation execution).

4.1. ábra
Az általunk lekódolt szoftver kezelőfelülete.

A program bemenete az elektronmikroszkóp szoftvere által kiadott adatbázis (.txt kiterjesztésű fájl), amely a lemért felület pontjainak különböző adatait oszlopokban tartalmazza. Az első három oszlopban találhatóak az Euler szögek, a 4. és 5. oszlop tartalmazza a pontok mintához illesztett koordináta-rendszerben vett x és y koordinátáit. A fájl egyéb adatokat is tartalmaz a további oszlopokban, de ezekre a kiértékelés során nincs szükségünk, így ismertetésükre sem kerül sor.

A felhasználónak meg kell adnia a kiértékelni kívánt adatbázis sorainak számát és a mintára jellemző Burgers-vektort. Ezután rákattintva a „Számolás végrehajtása” gombra

előugrik egy tállózó ablak, amelyben ki kell választanunk az adatbázist, amelyiket ki szeretnénk értékelni. A kiértékelési idő értelemszerűen az adatfájl sorainak számától függ. A kiértékelés után megkapjuk a látszólagos diszlokációsűrűséget [$1/m^2$] mértékegységben és ez alatt a Nye-tenzor elemeit, szintén [$1/m^2$] mértékegységben.

A C# nyelvben íródott programok általában eléggé memóriaigényesek. A program optimalizálása még nem került sor. (Optimalizálás alatt itt azt értjük, hogy a kódban ne legyenek felesleges számítások, pl. a nem használt segédváltozókat külön ne értékeljük ki, ha nem muszáj.) Azt is meg kell jegyeznünk, hogy a kiértékeléseket 2 magos processzorral és 4 GB RAM memóriával rendelkező laptopon végeztük. Ilyen feltételek mellett maximum kb. 35000 soros adatbázist tudtunk kiértékelni, azaz maximum 35000 mérési pontra tudjuk elvégezni az algoritmusunkat. Ez jellemzően nem okozott gondot a mérések során, ugyanis általában pár ezer soros adatbázisokat kaptunk az EBSD szoftverétől. Ezek kiértékelési ideje: kb. 0,5 sec – 4 min. Konkrétan egy 3985 soros adatbázis (ez a fejléc sorainak számát nem tartalmazza, csak azokat a sorokat, amelyekben releváns adatok vannak) kiértékelési ideje kb. 5 másodperc.

Természetesen a programkód további optimalizálásával, vagy esetleg az algoritmus más programnyelven történő megvalósításával a kiértékelhető sorok száma növelhető. A számítógép paramétereinek javításával szintén emelhetjük ezt az értéket (egy szuperszámítógépen elég magasan lehet a határ).

5. fejezet

A szoftver tesztelése

Az elkészült kiértékelő-programot két különböző mértékű képlékenyalakításon átesett FKK (Felületen Középpontos Kőbös) rácsú és különböző anyagi minőségű mintán teszteltük. A kapott eredmények a következő alfejezetekben láthatóak

Megjegyzés(1): A továbbiakban a látszólagos diszlokációsűrűség helyett csak egyszerűen diszlokációsűrűséget írunk.

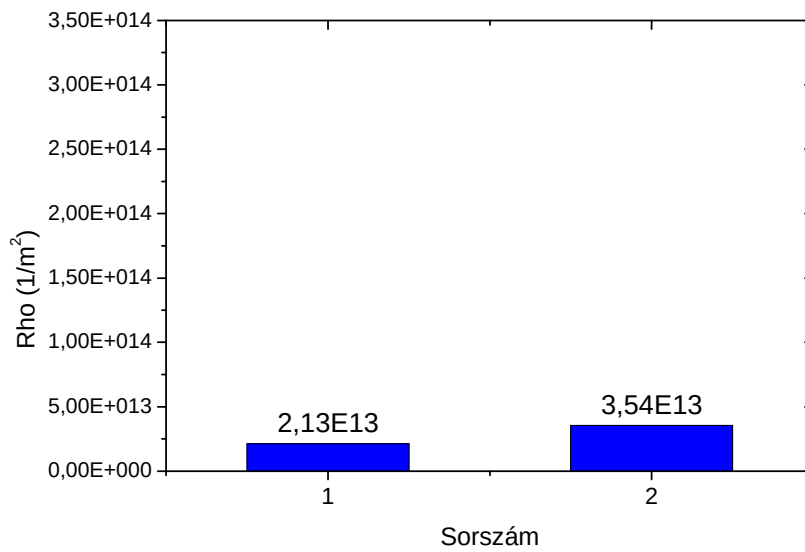
Megjegyzés(2): A diagramokat OriginPro 8.5 szoftverrel készítettük.

5.1. Kilágyított és kaliberhengerelt ausztenites acélminták vizsgálata

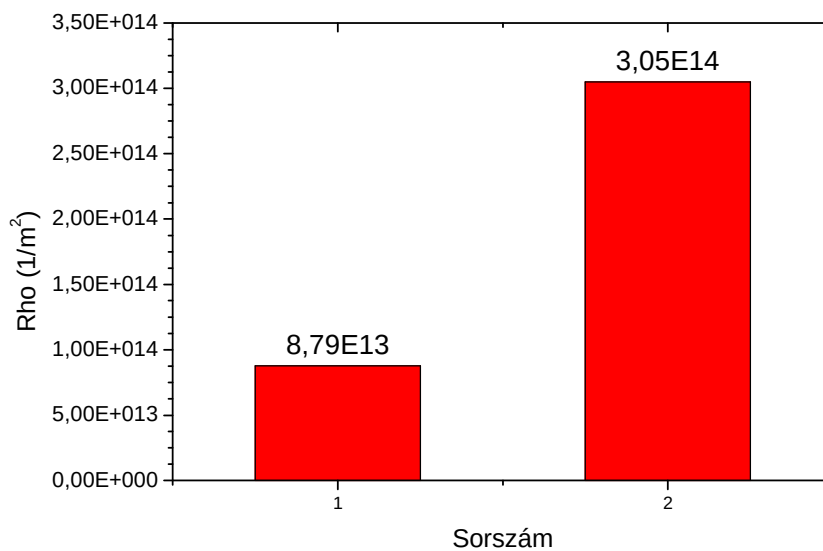
Az első tesztet ausztenites acélminták segítségével végeztük el. Az egyik minta hosszú ideig lágyított, a másik kaliberhengerelt, majd 10 percig hőkezelt minta volt. A minták felületéről két-két mérést készítettünk, különböző területekről. A kiértékelésnél a Burgers-vektor nagyságának $|b| = 2,51 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ -t vettünk. A mintákat négyzetesen mértük, 6 μm -es lépésközzel. (A lépésköz a szomszédos mérési pontok távolsága.) A diszlokációsűrűség adatokat az 5.1. táblázat tartalmazza. Az értékeket az 5.1. és 5.2. diagramokon ábrázoltuk.

Diszlokációsűrűség [$1/\text{m}^2$]		
Sorszám	Lágyított	Alakított
1	2,13E+13	8,79E+13
2	3,54E+13	3,05E+14

5.1. táblázat
Ausztenites acél diszlokációsűrűség adatai



5.1. diagram
Diszlokációsűrűség lágyított acélban

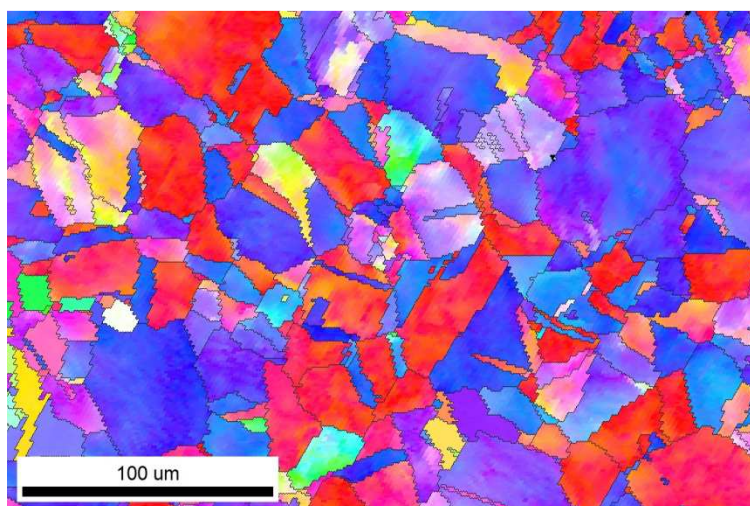


5.2. diagram
Diszlokációsűrűség kaliberhengerelt acélban

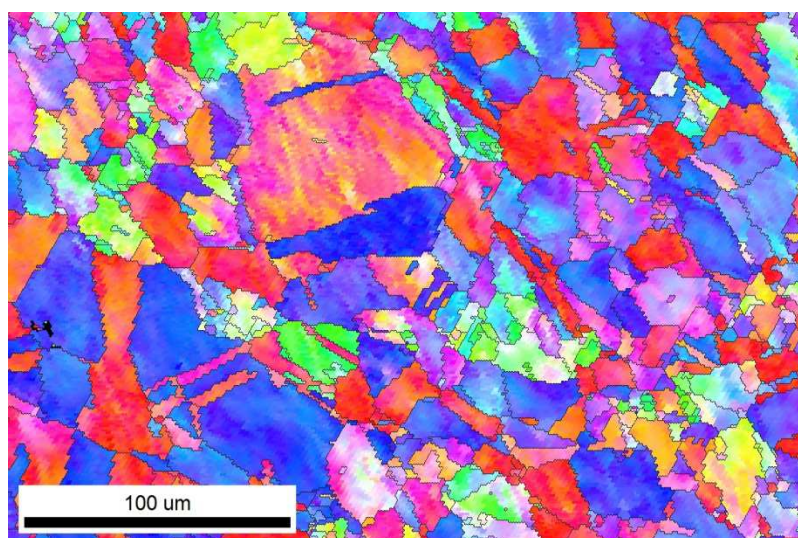
Az 5.1. táblázat értékei és az 5.1., 5.2. diagramok alapján azt mondhatjuk, hogy a kiértékelő szoftver valóban azt adja, amit várunk: az alakított mintában nagyobb a diszlokációsűrűség értéke, mint a lágyítottban. Az értékeket abszolút értelemben most nem minősítjük, de relatíve jól látszik a különbség. Az 5.3. alfejezetben részletesen is lesz szó arról, hogy a programmal kapott értékekre milyen kijelentéseket tehetünk és mekkora biztonsággal.

5.2. Kilagyított és könyöksajtott rézminták vizsgálata

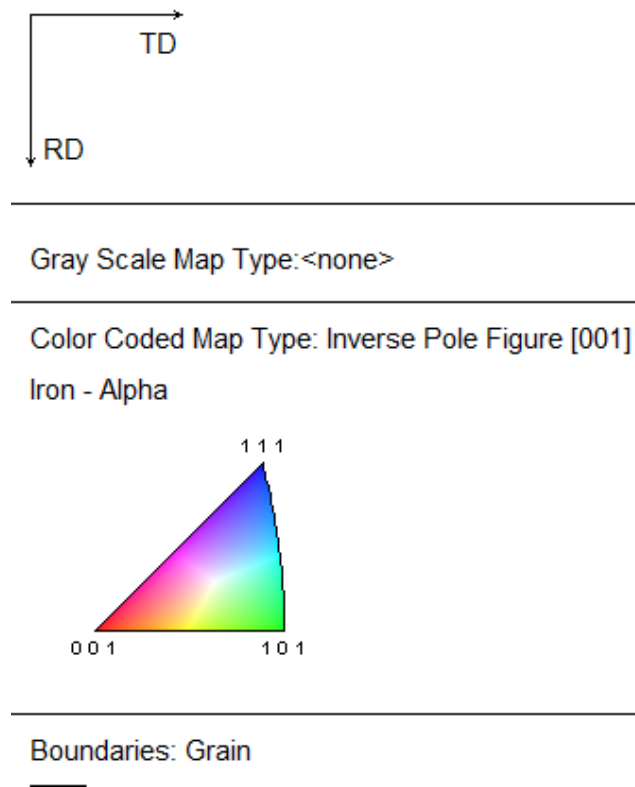
A második tesztet lágyított és könyöksajtott réz mintákról kapott adatbázisokkal végeztük. Ebben az esetben a lágyított és az alakított rézről is 7-7 mérést készítettünk. Ebből egy a minta egy területéről (hagyományos módon) készült, hat pedig ezen a felületen kiválasztott 2 különböző orientációjú szemcséről. A 2 szemcse orientációja jelentősen eltér egymástól: az egyik szemcsének az (111) kristálytani síkja, a másiknak a (001) síkja párhuzamos a minta felületével. A pólusábra jelöléseivel: az előbbi szemcsét *kék* színnel, az utóbbit *piros* színnel jelöltük a további diagramokon. Az 5.1. ábrán a lágyított, az 5.2. ábrán pedig a könyöksajtott mintán vizsgált felület szemcseszerkezete látható. Az 5.3. ábra mutatja ezek pólusábráját.



5.1. ábra
Kilagyított réz szemcseszerkezete



5.2. ábra
Könyöksajtott réz szemcseszerkezete



5.3. ábra
Pólusábra

Az 5.2.2. alfejezetben láthatjuk, hogy a „piros” és „kék” szemcsék diszlokációsűrűség-vizsgálatakor mit tapasztalunk. A méréseket elvégeztük négyzetes és hexagonális mérési pontrácscsal is, így lehetőségünk nyílik a kétféle mérés technika összehasonlítására az 5.2.1. alfejezetben.

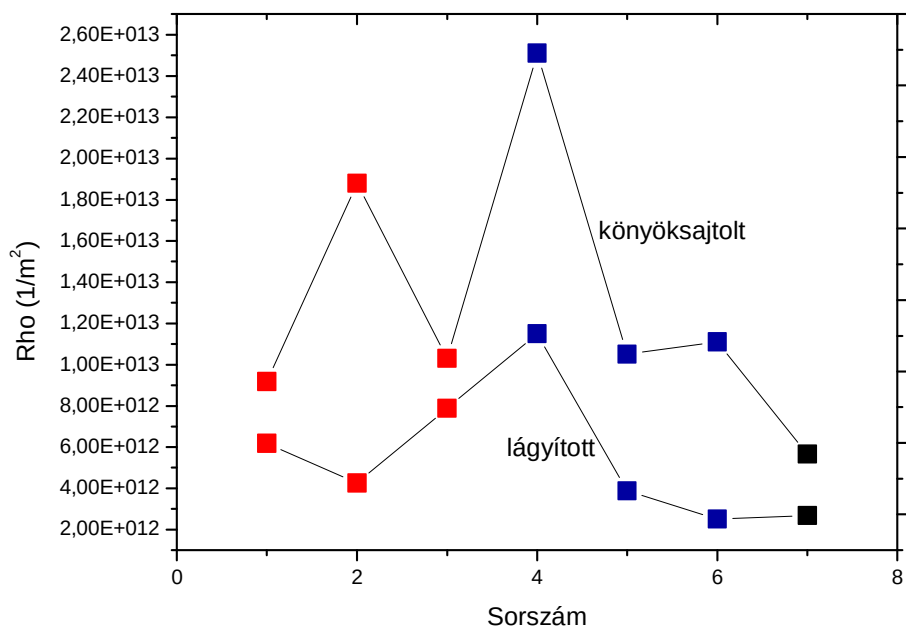
Most tekintsük a lágyított és könyöksajtoló szemcsék diszlokációsűrűségét. Az 5.2. és 5.3. táblázatokban összefoglaltuk az értékeket. Ezeket $2,55 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ nagyságú Burgers-vektorral számoltuk. Az 5.3. és 5.4. diagramokon a diszlokációsűrűséget ábrázoltuk első esetben a hexagonális, második esetben a négyzetes méréssel készült adatokból kiindulva. A diagramokon is a pólusábra színekódolását használtuk.

Diszlokációsűrűség [1/m ²], hexagonális		
Sorszám	Lágyított	Alakított
1	6,71E+12	7,89E+12
2	8,66E+12	2,20E+13
3	1,48E+13	2,64E+13
4	1,97E+13	1,78E+13
5	1,06E+13	1,12E+13
6	3,75E+12	2,39E+13
7	5,02E+12	5,90E+13

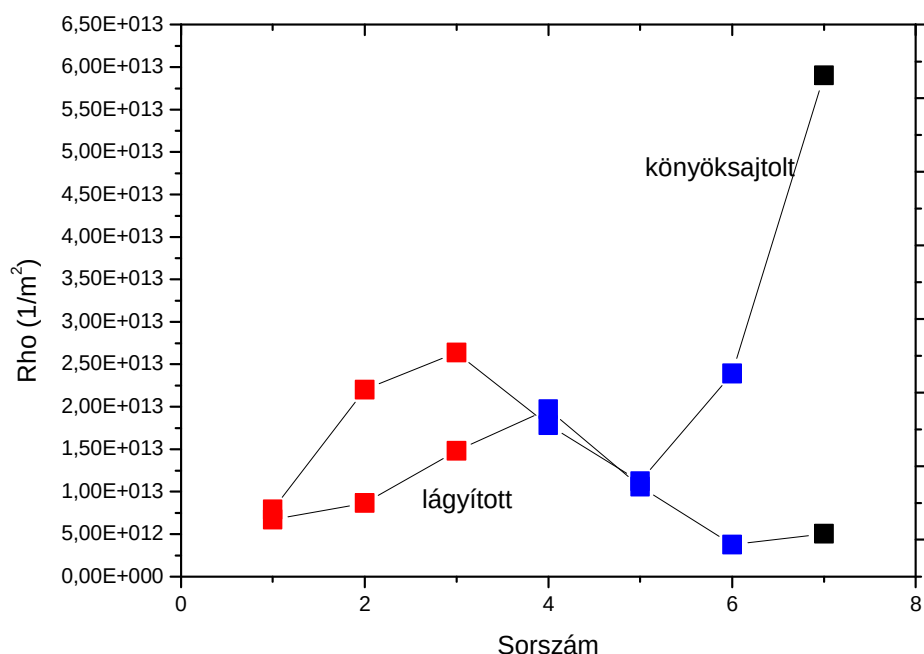
5.2. táblázat
Hexagonálisan mért réz diszlokációsűrűség adatai

Diszlokációsűrűség [1/m ²], négyzetes		
Sorszám	Lágyított	Alakított
1	6,18E+12	9,18E+12
2	4,26E+12	1,88E+13
3	7,88E+12	1,03E+13
4	1,15E+13	2,51E+13
5	3,87E+12	1,05E+13
6	2,51E+12	1,11E+13
7	2,68E+12	5,66E+12

5.3 táblázat
.Négyzetesen mért réz diszlokációsűrűség adatai



5.3. diagram
Diszlokációsűrűség négyzetesen mért réz mintában



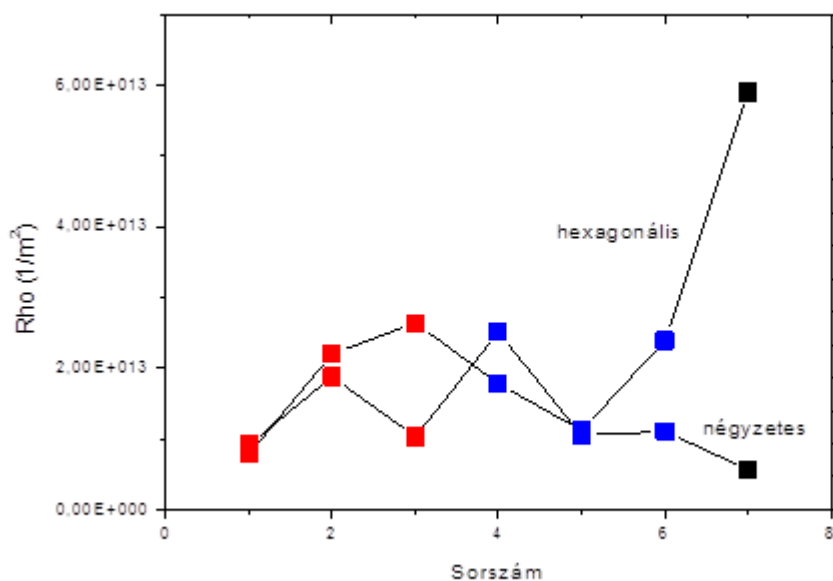
5.4. diagram
Diszlokációsűrűség hexagonálisan mért réz mintában

Az értékek és a diagramok alapján ebben az esetben is elmondhatjuk, hogy jól látszik a diszlokációsűrűség-különbség a lágútított és az alakított minta között. További következtetéseket az 5.2.1. és 5.2.2. alfejezetekben vonunk le.

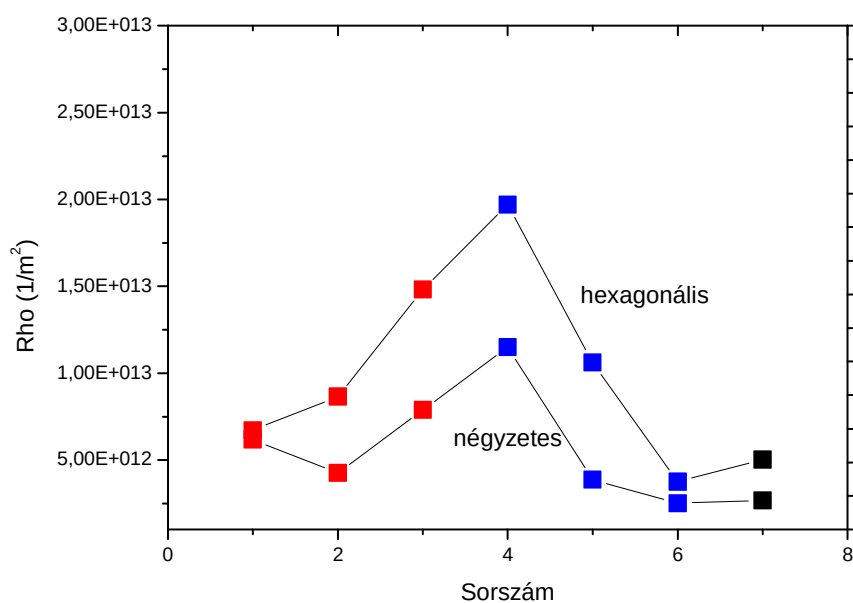
5.2.1. Hexagonális és négyzetes mérések összehasonlítása

Most összehasonlítjuk a hexagonális és négyzetesen lemerített rézre vonatkozó értékeket. Ez az összehasonlítás azért fontos, mert alapvetően a szoftverünk algoritmusában négyzetes méréssel kapott adatokat feltételezünk, így elméletileg a valóban négyzetes méréssel készült adatok kiértékelésével kell kapnunk a pontosabb eredményeket. Az EBSD-mérések eddigi történetében viszont többnyire a hexagonális letapogatást használtuk, így korábbi méréseink csak ilyen formában állnak rendelkezésre.

A két különböző méréssel készült adatokat az 5.5. és 5.6. diagramokon ábrázoltuk. A felhasznált értékek az 5.2. és 5.3. táblázatban láthatóak.



5.5. diagram
Diszlokációsűrűség könyöksajtoló réz mintában

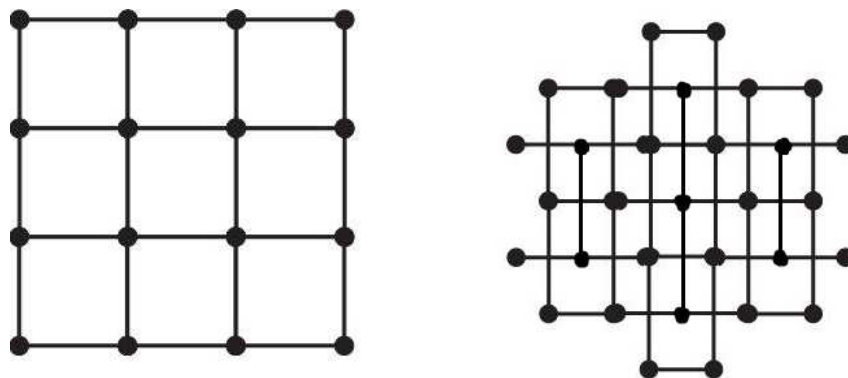


5.6. diagram
Diszlokációsűrűség kilágyított réz mintában

A diagramokon látható, hogy (az 1. mérési pont kivételével) azt látható, hogy hexagonális mérés esetén nagyobb diszlokációsűrűség értéket kapunk az algoritmusunkkal. Ennek az az oka, hogy a hatszöges rácsú elrendezésben a nem rácsszéli pontok esetében az x-irányban lévő szomszédos pontok közti diszlokációkat számoljuk y-irányú szomszédos pontok esetén is, azaz „keresztbe mérünk”. Ezt a legkönnyebben úgy láthatjuk, hogy ha veszünk egy négyzethálóra illeszkedő pontrácsot és ezekben minden x és y-irányú

legközelebbi szomszédot összekötünk, akkor nem lesznek olyan vonalak, amelyek metszenék egymást. Hatszöges mérés esetén, ha ugyanezt az algoritmust követjük, akkor lesznek olyan vonalak, amelyek metszik egymást, ebből következően lesznek olyan tartományok, amelyekben a diszlokációkat többször is mérjük. Egy magyarázó ábra látható az 5.1. ábrán.

Természetesen hatszöges mérésből is kihozhatunk helyes eredményt egy másik algoritmussal. A mi algoritmusunk egyik alappillére, hogy x és a rá merőleges y -irányban (azaz a négyzetháló bázisvektorainak irányában) számolja a miszorientációt. Négyzetes mérések esetén ez helytálló, hexagonális esetben viszont nem alkalmazható, mivel azt a rácsot nem lehet a négyzetháló bázisvektoraival leírni.



5.1. ábra

A minta vizsgált felületén lévő mérési pontok négyzetes (balra) és hexagonális (jobbra) mérés esetén. Az ábrákon összeköttöttük a szomszédos pontokat, amelyek közt számoljuk a lokális diszlokációsűrűséget. Jól láthatóak a metszéspontok, azaz összegzésnél vannak olyan tartományok, amelyekre jellemző diszlokációsűrűséget többször is számoljuk

5.2.2. Az egyszemcsés mérések összehasonlítása

Amint említettük a lemért felületből kivágtunk jelentős mértékben eltérő orientációjú szemcséket és ezeken is végeztünk méréseket.

Azt mondhatjuk, hogy a különböző szemcséken végzett mérések nem térnek el egymástól látványosan. A „kék” és „piros” szemcsékben mért diszlokációsűrűségek átlagát könyöksajtott és kilágyított mintákra az 5.4. táblázat tartalmazza.

Diszlokációsűrűségek átlaga [$1/m^2$]		
Szemcse, mérés technika	Lágyított	Alakított
"kék", négyzetes	5,96E+12	1,56E+13
"kék", hexagonális	1,14E+13	1,76E+13
"piros", négyzetes	6,11E+12	1,28E+13
"piros", hexagonális	1,01E+13	1,88E+13

5.4. táblázat

Eltérő orientációjú szemcsék diszlokációsűrűségének összehasonlítása

Ha tekintjük az egyes állapotú mintákat adott mérés technikával, akkor láthatjuk, hogy a „kék” és „piros” szemcsék diszlokációsűrűsége alig különbözik egymástól. Például a lágyított, hexagonálisan mért „kék” szemcse diszlokációsűrűsége $5,96 \cdot 10^{12} \text{ 1/m}^2$, a „piros” szemcsére jellemző érték pedig $6,11 \cdot 10^{12} \text{ 1/m}^2$.

Ez azért meglepő, mivel az egyes szemcsék csúszósíkjai más-más szöget zárnak be a deformáló erő vektorával, így – elméletileg – különböző mértékben kellene deformálódniuk. Valószínűleg azért kaptunk mégis egymáshoz ennyire közeli értékeket, mert a könyöksajtolás rendkívül nagy mértékű deformációt okoz és emiatt alakul ki a közel azonos diszlokációsűrűség.

5.3. Összegzés

Nagyon fontos megjegyezni, hogy a fenti mérésekkel nem a mintákat kíséreltük meg minősíteni, hanem a szoftverünket, ezzel az algoritmus működését teszteltük. Egy minta minősítéséhez ennél több mérésre van szükség. A szoftver megbízhatósága egyre javul a helyes(nek tűnő) kiértékelési eredmények számának növekedésével.

Az eredmények ígéretesnek tűnnek, az egyes esetekben valóban azt kaptuk, amit vártunk. Kilágyított és alakított minták vizsgálatakor az egymáshoz képesti relatív eredmény helyes, viszont az abszolút értelemben vett diszlokációsűrűségekről nem tehetünk messzemenő kijelentéseket. Ahhoz hogy ezt megtehessük, különböző alakításon átesett, de szerkezetileg azonos mintákon való vizsgálatok szükségesek. Az egyes képlékenyalakítási eljárások esetében meg tudjuk becsülni (ha csak nagyságrendileg is), hogy a rácsszerkezet mennyire torzul, milyen mértékben töredezik össze az anyag. Ha különböző eljárásokkal alakított, de ugyanolyan szerkezeti tulajdonságú minták között találunk – konzisztens - diszlokációsűrűség különbséget, akkor – a fent említett becslés segítségével - az abszolút értelemben vett diszlokációsűrűség érték is megbízhatóbbá válik.

6. fejezet

További célkitűzések

A tárgyalt mérési és kiértékelési eljárást a jövőben tovább szeretnénk fejleszteni. Az továbbiakban a kitűzött célokról és azok megvalósítási terveiről írunk pár sort a teljesség igénye nélkül.

Első és legfontosabb célunk a Nye-tenzor további elemeinek meghatározása, hogy ne „csupán” egy látszólagos értékét kapjuk meg a diszlokációsűrűségnek, hanem a valódi értékét. Ehhez információra van szükségünk a minta térfogatát tekintve is. Ennek a menete az lenne, hogy megmérjük egy adott minta felületén diszkrét pontokban a rácsorientációt EBSD-vel, majd a vizsgált réteget *elporlasztjuk*. Az elporlasztás után mérjük a felszínre került sík pontjainak orientációját, aztán ezt is elporlasztjuk, és így tovább. A porlasztást fókuszált ionnyalábbal (FIB = **F**ocused **I**on **B**eam) tehetjük meg. Ehhez a technikához speciális kétsugaras FIB-SEM-re van szükség.

A fent leírtak nyilvánvalóan sokkal több bemeneti adattal jár a szoftverünkre nézve. Gondoljunk bele, egy síkról kapunk átlagosan 4-5000 soros adatbázist. A rétegporlasztással sokkal több síkot tudunk vizsgálni, így a feldolgozandó adatok mennyisége a fent említett számnak a többszáz-, többezerszerese, függően attól, hogy hány egymás alatti sík orientációviszonyaira vagyunk kíváncsiak. Éppen ezért fontos cél a program optimalizálása is.

Alternatív megoldás lehet a mérés lépésközének növelése, így egy felületen a lemért pontok száma csökkenne. Ezt nem növelhetjük minden határon túl (már csak technikai okokból kifolyólag sem), mivel a Nye-tenzor elemeinek számításánál az utolsó lépésben egy parciális deriváltat egyszerűsítünk két „ Δ ”-val. Ezt csak akkor tehetjük meg, ha a nevezőben szereplő távolság a szomszédos pontok között elég kicsi. Persze ezt csökkenteni sem tudjuk a végtelenségig, így valami köztes megoldást kell találnunk, ami még nem rontja el a kiértékelés jóságát. Ez a gondolat vezet el a harmadik fontos célunkhoz: a mérés *lépésközének hatása* a kiértékelésre. (Természetesen az eddigiekben is próbálgattuk a méréseket különböző lépésközzel elvégezni, de csupán becsléseink vannak arra nézve, hogy kb. mekkora lépésközzel lehet a valóságnak megfelelő értékeket kapni. Ezt szeretnénk számszerűsíteni.)

Céljaink között szerepel a mérőprogram továbbfejlesztése, további funkciókkal való bővítése is. A C# nyelvben a megfelelő könyvtár inkludálásával relatíve könnyen tudunk

diagramokat, vagy akár hőtérképeket is létrehozni. Ezek a funkciók szemléletessé tehetik a diszlokációsűrűséget, vagy akár lehetőségünk nyílik több minta összehasonlítására, már a kiértékelő programon belül (nem lenne szükség, más diagram-létrehozó, táblázatkezelő programokba történő exportálásra).

Irodalomjegyzék

- [1] W. He, W. Ma, W. Pantleon, *Microstructure of individual grains in cold-rolled aluminium from orientation inhomogeneities resolved by electron backscattering diffraction*, Materials Science and Engineering A 494 (2008) 21–27
- [2] W. Pantleon, *Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction*, Scripta Materiala 58 (2008) 994-997
- [3] Hiromoto Kitahara, Rintaro Ueji, Masato Ueda, Nobuhiro Tsuji, Yoritoshi Minamino, *Crystallographic analysis of plate martensite in FE-28.5 at.% Ni by FE-SEM/EBSD*, Materials Characterization 54 (2005) 378-386
- [4] V.K. Gupta and S.R. Agnew (2010). *A simple algorithm to eliminate ambiguities in EBSD orientation map visualization and analyses: Application to fatigue crack-tips/wakes in aluminum alloys*. Microscopy and Microanalysis 16(06): 831-841.
- [5] C.S.Hartley, Y. Mishin, *Characterization and visualization of the lattice misfit associated with dislocation cores*, Acta Materiala 53 (2005) 1313-1321.
- [6] H.-J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods*, Cuvillier Verlag, Göttingen, 1993, pp. 1–19.
- [7] Synge J.L., Schild A. (1949), *Tensor Calculus*, first Dover Publications 1978 edition. pp. 6–108.
- [8] Boris Abramovich Rozenfel'd (1988), *The history of non-euclidean geometry: evolution of the concept of a geometric space.*, Springer. p. 385.
- [9] John M. Cowley (1975) *Diffraction physics* (North-Holland, Amsterdam) ISBN 0-444-10791-6.