

Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej

Praca magisterska

inż. Amadeusz Filipek

kierunek studiów: Fizyka techniczna

**Analiza dyfrakcyjnych pomiarów
mikrostruktury i naprężen sieci
krystalicznej dla materiałów
polikrystalicznych**

Opiekun: dr inż. Marianna Marciszko

26 czerwca 2017

Oświadczam, świadomym odpowiedzialności karnej za poświadczenie nieprawdy, że niniejszą pracę dyplomową wykonałem osobiście i samodzielnie i nie korzystałem ze źródeł innych niż wymienione w pracy.

.....
(czytelny podpis)

Kraków, 26 czerwca 2017

**Tematyka pracy magisterskiej i praktyki dyplomowej Amadeusza Filipka, studenta
V roku studiów kierunku fizyka techniczna, specjalności fizyka ciała stałego**

**Temat pracy magisterskiej: Analiza dyfrakcyjnych pomiarów mikrostruktury i na-
prężeń sieci krystalicznej dla materiałów polikrystalicznych**

Opiekun pracy: dr inż. Marianna Marciszko

Recenzenci pracy: Prof. dr hab. inż. Andrzej Baczmański

Miejsce praktyki dyplomowej: ACMiN AGH, Kraków

Program pracy magisterskiej i praktyki dyplomowej

1. Omówienie realizacji pracy magisterskiej z opiekunem.
2. Zebranie i opracowanie literatury dotyczącej tematu pracy.
3. Zapoznanie się z metodami wykorzystanymi w pracy.
4. Praktyka dyplomowa:
 - Odbycie szkolenia z zakresu obsługi dyfraktometru,
 - Przeprowadzenie pomiarów dyfraktometrycznych,
 - Wykonanie skanu próbki mikroskopem elektronowym,
 - Sporządzenie sprawozdania z praktyki.
5. Kontynuacja obliczeń związanych z tematem pracy magisterskiej.
6. Zebranie i opracowanie wyników obliczeń.
7. Analiza wyników obliczeń, ich omówienie i zatwierdzenie przez opiekuna.
8. Opracowanie redakcyjne pracy.

Termin oddania w dziekanacie: 27 czerwca 2017

.....
(podpis kierownika katedry)

.....
(podpis opiekuna)

Ocena pracy Promotora.

Ocena pracy recenzenta.

Praca wsparta infrastrukturą badawczą
Akademickiego Centrum Materiałów
i Nanotechnologii AGH.

Serdecznie dziękuję mojej promotor Pani dr inż. Mariannie Marciszko za opiekę naukową i cierpliwość w trakcie realizacji pracy.

Dziękuję także Panu Prof. dr hab. inż. Andrzejowi Baczmaniskiemu za cenne uwagi w trakcie powstawania pracy.

Spis treści

1 Wstęp	16
1.1 Wprowadzenie	16
1.2 Tensor naprężeń	17
1.3 Tensor odkształcenia	18
1.4 Prawo Hooke'a	19
1.5 Naprężenia własne	19
1.6 Metody pomiaru naprężeń	20
2 Dyfrakcyjne metody wyznaczania naprężeń	22
2.1 Prawo Bragga	22
2.2 Geometria układu pomiarowego	23
2.3 Metoda standardowa $\sin^2\psi$	24
2.4 Metoda wielo-refleksowa	25
2.5 Geometria stałego kąta padania	26
2.6 Dyfrakcyjne stałe sprężyste	29
2.7 Badanie metodą dyspersji energii	30
3 Charakterystyka badanych próbek	32
3.1 Własności wykorzystanych materiałów	32
3.2 Obróbka mechaniczna	33
4 Analiza wyników	34
4.1 Pomiar dyfrakcyjne	34
4.2 Przebieg obliczeń	35
4.3 Próbka wolframowa	36
4.4 Próbka tytanowa 1a	40
4.5 Próbka tytanowa 2a	45
4.6 Próbka tytanowa 5A	50
4.7 Porównanie wyników	55
5 Podsumowanie	56
6 Bibliografia	58
A Załącznik A	60

Rozdział 1

Wstęp

1.1 Wprowadzenie

Znaczna część ciał stałych posiada budowę krystaliczną, jednakże w naturze bardzo rzadko spotkać można pojedyncze kryształy, zazwyczaj materiał zbudowany jest z wielkiej liczby mikrokryształów. Materiały te określamy mianem materiałów polikrystalicznych. Obiektem badań w tej pracy są właśnie takie materiały. Materiały te znajdują zastosowanie praktycznie w każdej dziedzinie naszego życia. Taką strukturę mają wszelkie elementy metalowe oraz ceramiczne.

Materiały krystaliczne charakteryzują się pełnym uporządkowaniem atomów ułożonych w postaci sieci krystalicznej. Jednym z podstawowych parametrów charakteryzujących stan struktury krystalicznej materiału jest stan naprężeń. Stan naprężeń opisuje jakie siły wewnętrzne działają na pewne zdefiniowane powierzchnie wewnętrz materialu. Wszelkie procesy obróbki materialu pozostawiają w materiale stan naprężeń własnych. Analiza naprężeń własnych w materiale jest istotna z punktu widzenia projektowania części maszyn i urządzeń. Każdy element techniczny powinien być wykonany w taki sposób, aby był niezawodny i spełniał narzucone mu kryteria wytrzymałościowe.

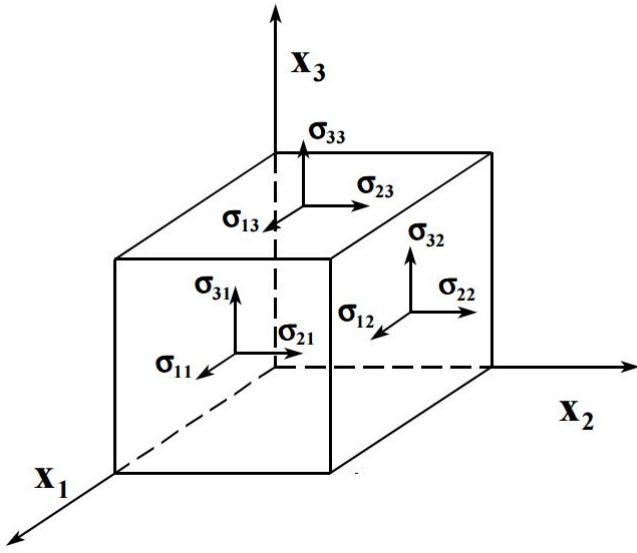
Istnieje wiele metod zarówno niszczących jak i nieniszczących pomiaru naprężeń. Dyfrakcja rentgenowska (XRD) jest nieniszczącą metodą badawczą pozwalającą wyznaczyć naprężenia w badanym materiale. Metoda ta pozwala zmierzyć wychylenia atomów tworzących płaszczyzny krystaliczne z położen równowagi w sieci krystalicznej i na tej podstawie obliczyć szukane naprężenia. Proces przeliczania odkształceń sieci na naprężenia jest istotnym punktem analizy naprężeń. Okazuje się, że często podstawowa metoda obliczeniowa $\sin^2\psi$ prowadzi do niespójnych wyników lub w ogóle nie może być zastosowana [1]. W pracy analizowana jest metoda $\sin^2\psi$, a także alternatywna metoda wielo-refleksowa [2].

Celem pracy jest analiza porównawcza dwóch metod obliczenia przypowierzchniowych profili naprężień resztkowych w badanych materiałach polikrystalicznych na podstawie uzyskanych danych dyfrakcyjnych. Badania przeprowadzone zostały na próbkach z tytanu oraz wolframu. Próbki tytanowe zostały poddane procesom szlifowania oraz polerowania w celu wprowadzenia odpowiednich naprężień własnych.

1.2 Tensor naprężeń

Aby zdefiniować współczynniki tensora naprężień rozważmy mały sześciian w materiale rys. 1.1. Każda ze ścian rozważanej kostki ma powierzchnię A oraz wektor normalny do powierzchni \mathbf{X}_j , który jest wektorem jednostkowym. Jeżeli na powierzchnię i działa siła \mathbf{F}_i , gdzie $i, j \in \{1, 2, 3\}$, to współczynniki tensora naprężień wyrażone są w sposób następujący [1]:

$$\sigma_{ij} = \frac{\mathbf{F}_i \cdot \mathbf{X}_j}{A} \quad (1.1)$$



Rysunek 1.1: Jednostkowy sześciian ilustrujący kierunki i płaszczyzny odpowiadające składowym naprężzeń [3].

Naprężenia diagonalne σ_{ii} są składowymi normalnymi, ponieważ działają prostopadle na ścianę, natomiast naprężenia o wskaźnikach mieszanych są składowymi ścińającymi i działają równolegle do ściany. Warunek równowagi statycznej rozważanego sześciianu implikuje pewne zależności pomiędzy składowymi tensora naprężień. Wypadkowy moment sił musi się zerować, zatem odpowiednie naprężenia ścińające powinny się równoważyć:

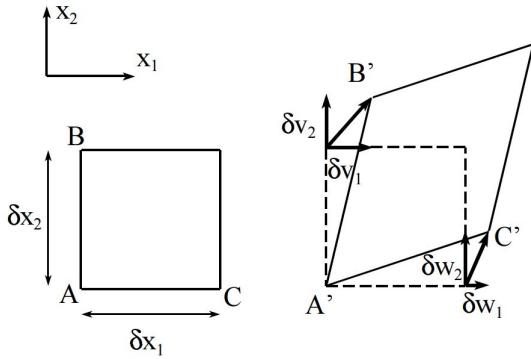
$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji} \quad (1.2)$$

Tensor naprężień jest zatem symetryczny. Warunek równowagi statycznej wymaga także aby wypadkowa siła działająca na sześciian wynosiła zero. Jeśli zatem stan naprężzeń w materiale jest jednorodny to siły działające na przeciwnielego ściany muszą być równej wartości oraz przeciwnego zwrotu, dając te same wartości naprężzeń ze względu na przeciwnie zwroty wektorów normalnych \mathbf{X}_j . Jeśli natomiast stan naprężzeń nie jest jednorodny to zerowanie się siły wypadkowej prowadzi do warunku[3]:

$$\sum_j \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = 0 \quad (1.3)$$

1.3 Tensor odkształcenia

Aby zdefiniować tensor odkształcenia należy wpierw wprowadzić tensor gradientu przemieszczenia. Współczynniki tensora gradientu przemieszczenia e_{ij} stanowią stosunek przemieszczenia j-tego odcinka w i-tym kierunku do początkowej długości j-tego odcinka (rys. 1.2) i dla dwuwymiarowego obiektu zdefiniowane są w sposób następujący [3]:



Rysunek 1.2: Ilustracja długości początkowych oraz po przemieszczeniu w dwóch wymiarach.

$$\begin{aligned} e_{11} &= \lim_{\delta x_1 \rightarrow 0} \frac{\delta w_1}{\delta x_1} = \frac{\partial w_1}{\partial x_1} & e_{12} &= \lim_{\delta x_2 \rightarrow 0} \frac{\delta v_1}{\delta x_2} = \frac{\partial v_1}{\partial x_2} \\ e_{21} &= \lim_{\delta x_2 \rightarrow 0} \frac{\delta w_2}{\delta x_1} = \frac{\partial w_2}{\partial x_1} & e_{22} &= \lim_{\delta x_2 \rightarrow 0} \frac{\delta v_2}{\delta x_2} = \frac{\partial v_2}{\partial x_2} \end{aligned} \quad (1.4)$$

Definicja ta łatwo daje się rozszerzyć na trzy wymiary. Oznaczenia na rys. 1.2 δw_i oraz δv_i możemy zastąpić polem przemieszczeń $u_i(x_1, x_2, x_3)$. Wtedy składowe tensora gradientu przemieszczenia w trzech wymiarach mają postać:

$$e_{ij} = \lim_{\delta x_j \rightarrow 0} \frac{\delta u_i}{\delta x_j} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \quad (1.5)$$

Na podstawie tensora e można teraz zdefiniować tensor odkształcenia. Tensor e zawiera informację zarówno o odkształceniu jak i o obrocie. Współczynniki tensora odkształcenia ε zdefiniowane są tak aby niezawierać informacji o sztywnym obrocie, a jedynie o odkształceniu materiału:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(e_{ij} + e_{ji}) \quad (1.6)$$

Tensor odkształcenia jest zatem symetryczny i ma sześć niezależnych składowych.

1.4 Prawo Hooke'a

Naprężenia oraz odkształcenia danego materiału są ze sobą ściśle związane. Przyłożenie siły do materiału skutkuje odkształceniem jego sieci krystalicznej oraz analogicznie, odkształcenie materiału wprowadza naprężenia. Wyróżnia się dwa zakresy zależności odkształceń od naprężeń – sprężysty oraz plastyczny. W zakresie sprężystym struktura krystaliczna materiału nie ulega zmianie, a atomy są jedynie wychylone z położenia równowagi, natomiast w zakresie plastycznym dane płaszczyzny krystaliczne pod wpływem naprężień przesuwają się względem siebie. W zakresie plastycznym zależność naprężeń od odkształceń jest nieliniowa za to zgodnie z uogólnionym prawem Hooke'a w zakresie sprężystym zależność ta jest liniowa [3]:

$$\begin{aligned}\sigma_{ij} &= C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \\ \varepsilon_{ij} &= S_{ijkl} \cdot \sigma_{kl}\end{aligned}\quad (1.7)$$

W powyższych wzorach wykorzystano konwencję sumacyjną po powtarzających się indeksach. Tensor \mathbf{C} jest tensorem sztywności a \mathbf{S} stanowi tensor podatności sprężystej. Tensory te są tensorami czwartego rzędu i są swoimi odwrotnościami tzn. $\mathbf{C}^{-1} = \mathbf{S}$. Ze względu na symetrię tensorów ε i σ tensorы \mathbf{C} oraz \mathbf{S} także są symetryczne, zatem liczba niezależnych wyrazów tych tensorów jest zredukowana z 81 do 36. Liczba niezależnych wyrazów podlega dalszej redukcji wraz ze wzrostem symetrii układu np. dla materiału quasi-izotropowego dwie liczby w pełni opisują tensorы \mathbf{C} oraz \mathbf{S} [3].

1.5 Naprężenia własne

Naprężeniami własnymi określa się stan naprężień w materiale, który jest w stanie równowagi z otoczeniem. O naprężeniach resztkowych można zatem mówić, gdy na materiał nie działają żadne zewnętrzne siły lub momenty sił oraz gradienty temperaturowe. Każdy materiał w stanie równowagi może posiadać naprężenia własne. Powstają one w skutek niejednorodności pomiędzy danymi obszarami materiału wprowadzonymi poprzez gradienty temperaturowe, deformacje plastyczne lub granice fazowe. Najczęstszymi źródłami naprężień własnych są produkcyjne procesy obróbki, jednakże środowisko pracy danego materiału może także przyczyniać się do wprowadzania naprężień.

Naprężenia własne na powierzchni materiału w kierunku normalnym do powierzchni ze względu na opisywane w rozdziale 1.2 (rów. 1.2) warunki statyczne muszą się zerować. Często wprowadza się zatem przybliżenie naprężzeń powierzchniowych gdzie $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$. Przybliżenie to stosuje się dla elementów płaskich takich jak blachy czy też powłoki. Naprężenia własne muszą także spełniać warunek ciągłości dany rów. 1.3, zatem naprężenia ściiskające z jednej strony materiału muszą być równoważone przez naprężenia rozciągające ze strony przeciwej. Warunki te często prowadzą do powstawania dużych gradientów naprężień resztkowych w obszarze przy powierzchni materiału. Powyższe stwierdzenia prowadzą do wniosku, że pełna informacja o stanie naprężień materiału nie jest zawarta w pojedynczym tensorze naprężień, a w pełnym trójwymiarowym rozkładzie tego tensora.

Stan naprężień resztkowych z technicznego punktu widzenia może być szkodliwy lub korzystny. W celu poprawy właściwości i długości życia materiału należy wprowadzić takie naprężenia resztkowe o odpowiednim znaku oraz wartości aby zewnętrzne obciążenia były przez nie równoważone. Analiza naprężień resztkowych pomaga także badać przyczyny uszkodzeń materiału np. pęknięcia. Stan naprężień resztkowych jest zatem szczególnie istotny podczas projektowania elementów każdego rozmiaru.

1.6 Metody pomiaru naprężeń

Na dzień dzisiejszy istnieje wiele opracowanych metod pomiaru naprężień resztkowych, w tym zarówno metody nieniszczące jak i niszczące. Do metod niszczących zaliczane są metody mechaniczne. Wśród metod nieniszczących wyróżnić można metody dyfrakcyjne, ultradźwiękowe oraz mikro-magnetyczne. Metoda ultradźwiękowa bazuje na zależności prędkości fali ultradźwiękowej rozchodzącej się w materiale w różnych kierunkach od odkształceń. Metoda ta jest tania, szybka i posiada dużą głębokość wnikania, jej rozdzielcość jest za to niska. Metody szumowe stanowią zbiór metod badających parametry magnetyczne próbki takie jak pętla histerezy, koercja, podatność magnetyczna, przenikalność magnetyczna oraz magnetostrykcja. Bazując na mikro-magnetycznej teorii magnetyzmu parametry te daje się przeliczyć na naprężenia. Pomiarów mikro-magnetycznych są tanie i szybkie, pozwalają też zbadać strukturę magnetyczną materiału, lecz stosowalne są tylko dla materiałów ferromagnetycznych.

Metody dyfrakcyjne są szczególnie atrakcyjne ze względu na możliwość wyznaczenia wartości pełnego tensora naprężzeń, a także oddzielną analizę poszczególnych faz materiałów. Wśród metod dyfrakcyjnych wyróżniamy dyfrakcję rentgenowską oraz dyfrakcję neutronową. Zaletą dyfrakcji neutronowej jest duża głębokość wnikania wiązki w próbce, jednakże aparatura dostępna jest tylko w ośrodkach naukowych posiadających reaktor badawczy lub źródło spalacyjne. Dyfrakcja rentgenowska jest najczęściej stosowaną metodą dyfrakcyjną ze względu na rosnącą dostępność aparatury w postaci dyfraktometrów z lampą rentgenowską. W niektórych ośrodkach naukowych (np. w Hamburgu, Berlinie czy w Grenoble) istnieje możliwość skorzystania z promieniowania synchrotronowego, które stanowi wysokiej jakości wiązkę rentgenowską o dużej kolimacji, szerokim paśmie widma oraz wysokim natężeniu. Należy pamiętać, że metody dyfrakcyjne stosowalne są tylko dla materiałów posiadających strukturę krystaliczną.

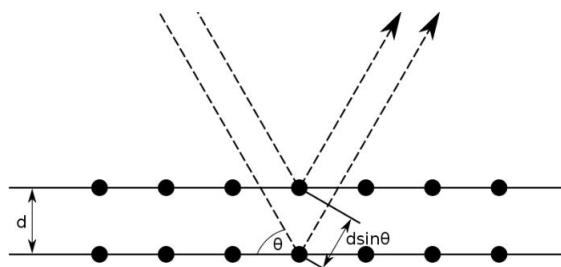
Rozdział 2

Dyfrakcyjne metody wyznaczania naprężeń

2.1 Prawo Bragga

Prawo Bragga jest podstawą wszelkich metod dyfrakcyjnych. Prawo to mówi, że promieniowanie padające na kryształ odbije się od płaszczyzn krystalicznych i dozna interferencji konstruktywnej jeśli różnice dróg przebytych przez wiązki ugięte na kolejnych płaszczyznach są równe wielokrotności długości fali padającej λ . Warunek ten sprowadza się do wzoru 2.1. Kąt θ we wzorze stanowi kąt pomiędzy wiązką padającą a daną płaszczyzną krystaliczną (rys. 2.1), hkl to wskaźniki Millera opisujące płaszczyznę, d jest odległością międzypłaszczyznową a n to liczba naturalna dodatnia. Odległość międzypłaszczyznowa d jest bezpośrednio związana z parametrem sieci krystalicznej oraz strukturą krystaliczną badanego materiału.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad (2.1)$$

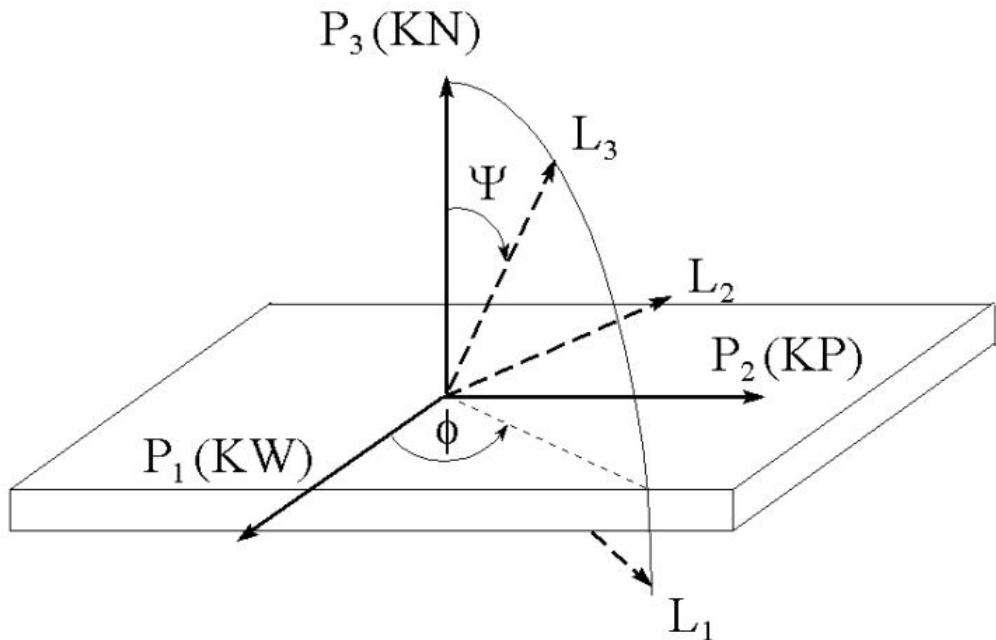


Rysunek 2.1: Dyfrakcja Bragga, rozpraszanie konstruktywne na kolejnych płaszczyznach krystalicznych.

Mierząc natężenie wiązki ugiętej pod różnymi kątami 2θ uzyskujemy dyfraktrogram. Na jego podstawie można zbadać natężenia, położenia i szerokości połówkowe pików dyfrakcyjnych. Położenia pików dyfrakcyjnych są powiązane z odległościami d dla poszczególnych płaszczyzn zależnością 2.1. Jeśli znana jest stała sieci wolna od naprężeń a_0 to można wyznaczyć teoretyczne wartości d_0 wolne od naprężeń oraz odpowiadające im położenia pików. Piki wyznaczone z pomiaru są przesunięte co związane jest z odkształceniem odległości d i bezpośrednio przekłada się na naprężenia. Zatem na podstawie pomiaru dyfrakcyjnego można wyznaczyć naprężenia. Co więcej, pomiar dyfrakcyjny pozwala także na analizę strukturalną oraz fazową badanego materiału o strukturze krystalicznej.

2.2 Geometria układu pomiarowego

Podczas pomiaru odkształceń sieci krystalicznej wyróżniamy dwa układy odniesienia: układ laboratoryjny L oraz układ próbki P . Wszelkie pomiary wykonywane są w układzie laboratoryjnym, z którego informację należy przetransformować do układu próbki. Standardowa geometria pomiarowa przedstawiona jest na rysunku 2.2. Układ próbki zdefiniowany jest arbitralnie dla każdej próbki. W szczególności jeśli próbka pochodzi z walcowanej blachy to za standardową orientację przyjmuje się układ walczania gdzie KW – kierunek walczania, KP – kierunek po przeczny oraz KN – kierunek normalny do płaszczyzny blachy. Układ laboratoryjny natomiast zdefiniowany jest poprzez wektor rozpraszania L_3 , który jest zawsze normalny do dyfrakcyjnych płaszczyzn krystalicznych. Wektor L_2 leży w płaszczyźnie próbki P_1P_2 i jest zorientowany prostopadle do wektora L_3 . Pozostały wektor L_1 jest uzyskany z iloczynu wektorowego L_2 oraz L_3 . Przejście pomiędzy oboma układami opisane jest za pomocą kątów ψ oraz ϕ (rys. 2.2).



Rysunek 2.2: Zestawienie układów odniesienia próbki P oraz laboratoryjnego L [3].

2.3 Metoda standardowa $\sin^2\psi$

Metoda standardowa wyznaczania naprężeń $\sin^2\psi$ powstała w roku 1961 i była wielkim przełomem w dziedzinie dyfrakcyjnej analizy naprężeń [1]. W trakcie pomiaru wektor rozpraszania L_3 jest zawsze prostopadły do dyfraktujących płaszczyzn krystalicznych, zatem w układzie laboratoryjnym mierzona jest zawsze składowa tensora odkształceń ε_{33}^L :

$$\langle \varepsilon_{33}^L(\psi, \phi) \rangle_{hkl} = \frac{\langle d(\psi, \phi) \rangle_{hkl} - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \quad (2.2)$$

Zmierzone odległości stanowią wartości uśrednione po obszarze, z którego pochodzi pomiar. Obszar ten stanowi grupa ziaren dyfraktujących. Odległość d_{hkl}^0 jest odległością międzypłaszczyznową płaszczyzn o wskaźniku hkl w stanie wolnym od naprężeń. Pomiar przeprowadzany jest w układzie laboratoryjnym, dlatego w celu wyznaczenia naprężeń w układzie próbki należy dokonać transformacji. Przejście z układu próbki do układu laboratoryjnego opisane jest macierzą orientacji, która zależna jest od kątów ψ oraz ϕ :

$$a_{ij} = \begin{bmatrix} \cos\phi\cos\psi & \sin\phi\cos\psi & -\sin\psi \\ -\sin\phi & \cos\phi & 0 \\ \cos\phi\sin\psi & \sin\phi\sin\psi & \cos\psi \end{bmatrix} \quad (2.3)$$

Transformacja tensora naprężeń z układu próbki P do układu laboratoryjnego L przebiega następująco:

$$\sigma_{ij}^L = a_{ik}\sigma_{kl}^P a_{lj} \quad (2.4)$$

Następnie korzystając z prawa Hooke'a można powiązać zmierzone odkształcenie z szukanym naprężeniem:

$$\varepsilon_{33}^L(\psi, \phi)_{hkl} = S_{33ij}^L(\psi, \phi)\sigma_{ij}^L \quad (2.5)$$

Współczynniki tensora podatności sprężystej S_{33ij}^L w powyższym wzorze są zdefiniowane dla monokryształu, pomiar jednakże przeprowadzany jest na grupie ziaren dyfraktujących, która w trakcie pomiaru zmienia się wraz z kątami ψ oraz ϕ . Zakłada się zatem istnienie takiego tensora efektywnego \mathbf{R} dla grupy ziaren dyfraktujących, że:

$$\langle \varepsilon_{33}^L(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = \langle S_{33ij}^L(\psi, \phi)\sigma_{ij}^L \rangle = \langle S_{33ij}^L(\psi, \phi) \rangle \sigma_{ij}^L = R_{ij}^L(\psi, \phi) \sigma_{ij}^L \quad (2.6)$$

Współczynniki tensora \mathbf{R} określa się mianem dyfrakcyjnych stałych sprężystych, znajomość ich jest niezbędna w dyfrakcyjnej analizie naprężeń. Współczynniki te daje się wyznaczyć zarówno doświadczalnie jak i teoretycznie. Liczba współczynników tensora \mathbf{R} zależy od symetrii próbki. Dla polikryształu quasi-izotropowego symetria tensora podatności sprężystej \mathbf{S} sprowadza się do dwóch parametrów ale grupa ziaren dyfraktujących ma niższy stopień symetrii, mianowicie wykazuje symetrię względem obrotu ziaren wokół wektora rozpraszania. Wypadkowa symetria uśrednionego tensora podatności sprężystej $\langle \mathbf{S} \rangle$ jest zatem symetrią cylindryczną o osi obrotu równoległej do wektora L_3 . Tensor $\langle \mathbf{S} \rangle$ dla materiału polikrystalicznego ma pięć niezależnych współczynników i w notacji skróconej ma następującą postać:

$$\langle S_{mn}^L(\psi, \phi) \rangle = \begin{bmatrix} S_{11}^L & S_{12}^L & S_{13}^L & & 0 \\ S_{12}^L & S_{11}^L & S_{13}^L & & S_{44}^L \\ S_{13}^L & S_{13}^L & S_{33}^L & & S_{44}^L \\ & & & S_{44}^L & S_{66}^L \\ 0 & & & & \end{bmatrix} \quad (2.7)$$

Przy takiej postaci uśrednionego tensora podatności sprężystej, równanie 2.6 w notacji skróconej przyjmuje postać:

$$\langle \varepsilon_3^L(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = \langle S_{3m}^L(\psi, \phi) \rangle \sigma_m^L = S_{13}^L \sigma_1^L + S_{13}^L \sigma_2^L + S_{33}^L \sigma_3^L \quad (2.8)$$

Do powyższego równania należy teraz wstawić przetransformowane współczynniki tensora naprężenia wyrażone w układzie próbki P . Wyrażenia znacznie się upraszczają jeśli założymy płaski, przypowierzchniowy stan naprżeń tzn. gdy $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$. Podczas pomiarów dyfrakcji rentgenowskiej badana jest cienka przypowierzchniowa warstwa, zatem założenie to jest jak najbardziej realistyczne. Przetransformowane składowe tensora naprżeń mają postać:

$$\begin{aligned} \sigma_1^L &= \sigma_{11}^L = \sigma_{11}^P \cos^2 \phi \cos^2 \psi + \sigma_{22}^P \sin^2 \phi \cos^2 \psi \\ \sigma_2^L &= \sigma_{22}^L = \sigma_{11}^P \sin^2 \phi + \sigma_{22}^P \cos^2 \phi \\ \sigma_3^L &= \sigma_{33}^L = \sigma_{11}^P \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \sigma_{22}^P \sin^2 \phi \sin^2 \psi \end{aligned} \quad (2.9)$$

Po podstawieniu wyrażeń 2.9 do równania 2.8 i dokonaniu przekształceń przy wykorzystaniu podstawowych tożsamości trygonometrycznych końcowe równanie przyjmuje postać:

$$\langle \varepsilon_{33}^L(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = (S_{33}^L - S_{13}^L)(\sigma_{11}^P \cos^2 \phi + \sigma_{22}^P \sin^2 \phi) \sin^2 \psi + S_{13}^L (\sigma_{11}^P + \sigma_{22}^P) \quad (2.10)$$

Wyrażenie 2.10 pozwala wyznaczyć naprężenia σ_{11} oraz σ_{22} na podstawie pomiarów odległości międzypłaszczyznowych dla danego refleksu hkl w funkcji kąta ψ . Jeżeli pomiar wykonywany jest dla kąta $\phi = 0$ to z dopasowania współczynnika nachylenia prostej ε_{33} vs $\sin^2 \psi$ daje się wyznaczyć wartość σ_{11} . Aby uzyskać wartość σ_{22} pomiar należy powtórzyć dla kąta $\phi = 90^\circ$. Wynik ten, mimo założenia quasi-izotropowości próbki ma podstawowe znaczenie w badaniach naprżeń ze względu na częste występowanie izotropowych materiałów polikrystalicznych.

2.4 Metoda wielo-refleksowa

Metoda wielo-refleksowa w odróżnieniu od metody standardowej $\sin^2 \psi$ wykorzystuje refleksy o różnych wskaźnikach hkl . W metodzie tej piki pochodzące od różnych płaszczyzn można analizować równocześnie, wiąże się to z krótszym czasem pomiaru i lepszą statystyką. Dodatkowo do wykonania pomiaru wykorzystuje się geometrię stałego kąta padania, która posiada wiele zalet w stosunku do geometrii standardowej [2]. Rozważmy równanie 2.6 i korzystając z zależności 2.2 zapiszmy je przy użyciu odległości międzypłaszczyznowych d :

$$\langle d(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = (R_{ij}^L(\psi, \phi) \sigma_{ij}^L) d_{hkl}^0 + d_{hkl}^0 \quad (2.11)$$

Powyższe równanie można przeskalać z odległości międzypłaszczyznowych d do stałej sieci a za pomocą odpowiednich funkcji zależnych od wskaźników hkl oraz parametru c/a w przypadku struktury heksagonalnej:

$$a = \begin{cases} d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} & \text{struktura regularna} \\ d \sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2 + \frac{l^2}{(c/a)^2})} & \text{struktura heksagonalna} \end{cases} \quad (2.12)$$

Równanie 2.11 przyjmuje zatem postać:

$$\langle a(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = (R_{ij}^L(\psi, \phi) \sigma_{ij}^L) a_0 + a_0 \quad (2.13)$$

a po przetransformowaniu naprężeń z układu laboratoryjnego (σ_{ij}^L) do układu próbki (σ_{ij}^P) otrzymujemy:

$$\langle a(\psi, \phi)_{hkl} \rangle = (F_{ij}(\psi, \phi)\sigma_{ij}^P)a_0 + a_0 \quad (2.14)$$

gdzie F_{ij} to tzw. uogólnione stałe sprężyste.

W powyższym wzorze a_0 stała sieci wolna od naprężień jest parametrem niezależnym od wskaźników refleksu hkl i jest stała dla badanego materiału. Jeżeli znamy wartości dyfrakcyjnych stałych sprężystych \mathbf{F} oraz stałą sieci wolną od naprężień a_0 to na podstawie pomiaru położenia pików dla różnych refleksów hkl możemy wyznaczyć stan naprężień σ_{ij}^P . Zauważmy, że w tym przypadku zależność $\langle a(\psi, \phi)_{hkl} \rangle$ od kąta ψ jest nieliniowa i szukane naprężenia nie dają się wyznaczyć metodą prostej regresji liniowej. W tym przypadku stosowana jest procedura dopasowywania metodą najmniejszych kwadratów. Procedura ta polega na iteracyjnym poszukiwaniu minimum parametru χ^2 zdefiniowanego w następujący sposób :

$$\chi^2 = \frac{1}{N - M} \sum_{n=1}^N \frac{1}{\delta_n^2} [\langle a^{exp}(\psi_n, \phi_n)_{hkl} \rangle - a^{calc}(\psi_n, \phi_n)_{hkl}]^2 \quad (2.15)$$

Parametr ten wyraża różnicę pomiędzy zmierzonymi wartościami stałej sieci a^{exp} , uzyskanej przy parametrach pomiaru ψ_n, ϕ_n, hkl , gdzie n jest n -tym punktem pomiarowym (refleksem), od wartości a^{calc} wyznaczonej z obliczeń w danym kroku iteracyjnym. Liczba N określa liczbę punktów pomiarowych, natomiast M określa liczbę nieznanych parametrów. Wartość a^{calc} obliczona jest na podstawie sprawdzanych przez algorytm naprężień σ_{ij}^{calc} zgodnie ze wzorem 2.13.

Parametr δ_n we wzorze 2.15 określa niepewność n -tego pomiaru parametru sieci a i we wzorze pełni funkcję parametru wagowego, pomiary o mniejszej niepewności mają większy wpływ na wartość parametru χ^2 . Niepewność pomiarowa wynika z jakości zmierzonego piku, a także z wartości kąta rozpraszania 2θ i oszacowana jest na podstawie niepewności wyznaczenia pozycji piku $2\theta_n$ przy wykorzystaniu prawa Bragga:

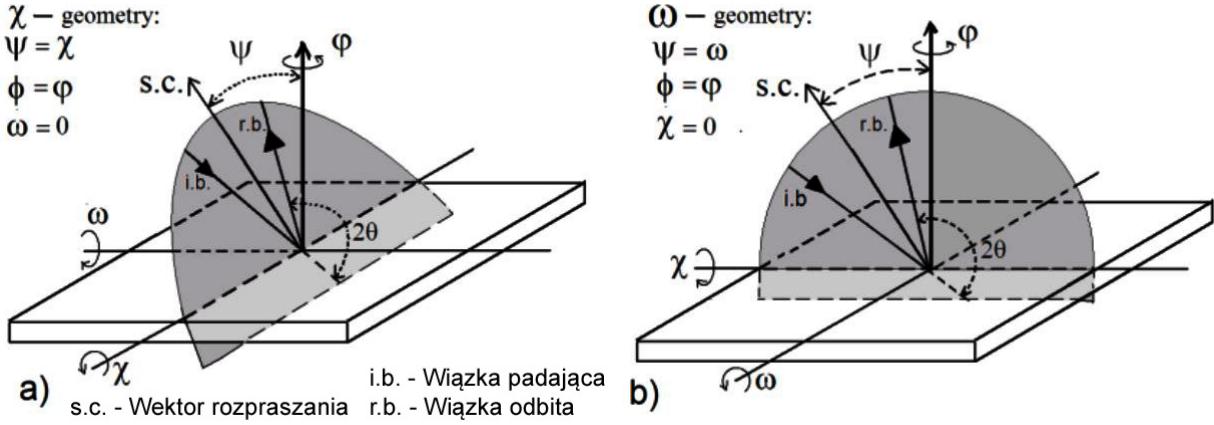
$$\delta_n = \langle a^{exp}(\psi, \phi)_{hkl} \rangle \operatorname{ctg}(\theta_n) \delta(\theta_n) \quad (2.16)$$

Należy zaznaczyć, że metoda ta ma ograniczenia podobne do metody standardowej $\sin^2\psi$ tzn. ilość możliwych niewiadomych do wyznaczenia zależy od orientacji pod jakimi dokonane zostały pomiary. Jednakże, jeśli dysponujemy odpowiednią ilością danych to metodę tą można rozszerzyć na przypadek gdy nieznany jest parametr stałej sieci a_0 . Wtedy parametr traktowany jest tak samo jak reszta nieznanych naprężień. To samo dotyczy materiałów o symetrii heksagonalnej, dla której sieć krystaliczna posiada dodatkowy parametr c/a . Parametr ten również jest możliwy do wyznaczenia metodą wielo-refleksową i jest traktowany w sposób analogiczny do a_0 [2].

2.5 Geometria stałego kąta padania

W praktyce pomiar naprężień może być zrealizowany w różnych geometriach. Geometrie te różnią się sposobem orientacji próbki względem źródła i detektora oraz sposobem obracania próbki (zmiana orientacji wektora rozpraszania względem próbki). Wśród geometrii standarodowych wyróżniane są takie geometrie jak χ oraz ω [4]. Obie geometrie przystosowane są do metody $\sin^2\psi$ i cechują się pomiarem jednego, stałego refleksu hkl przy stałym kącie ϕ . Między

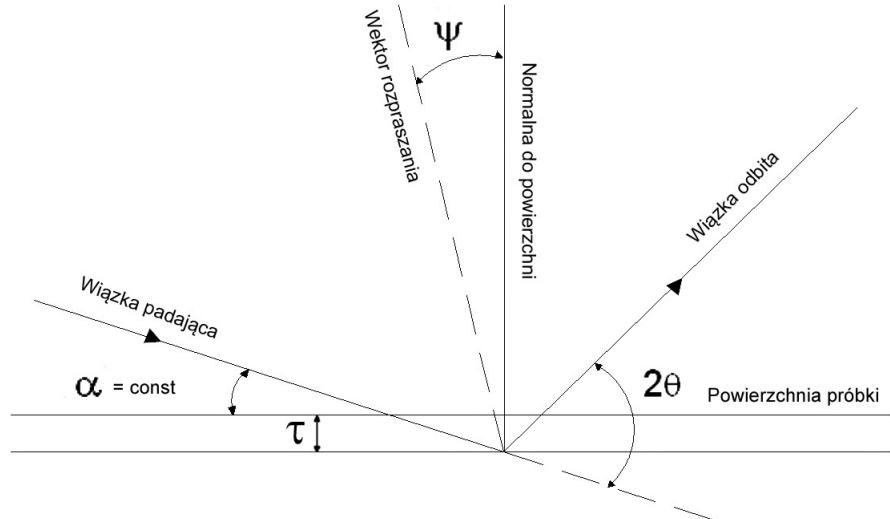
sobą różnią się metodą zmiany kąta ψ . W geometrii χ płaszczyzna dyfrakcji jest przechylana od jednej krawędzi próbki do drugiej, wiąże się to z obrotem próbki w goniometrze. Geometria ω natomiast polega na jednoczesnej zmianie orientacji wiązki padającej oraz odbitej (obie wiązki leżą w płaszczyźnie dyfrakcji), co może być wykonane za pomocą obrotu próbki w goniometrze lub reorientując zarówno lampę jak i detektor. Schematy obu omawianych geometrii przedstawione są na poniższym rys. 2.3.



Rysunek 2.3: Schemat geometrii pomiarowej χ po lewej oraz ω po prawej stronie [4].

Na szczególną uwagę zasługuje geometria stałego kąta padania (z ang. grazing incidence geometry), w której wiązka pada na próbce pod małym, stałym kątem α co przedstawiono na rys. 2.4. W geometrii tej pomiar wykonywany jest dla różnych refleksów hkl , które ustawiane są za pomocą zmiennej kąta 2θ . Kąt ψ pomiędzy wektorem rozpraszenia i normalną do próbki dany jest zależnością:

$$\psi_{hkl} = \theta_{hkl} - \alpha \quad (2.17)$$

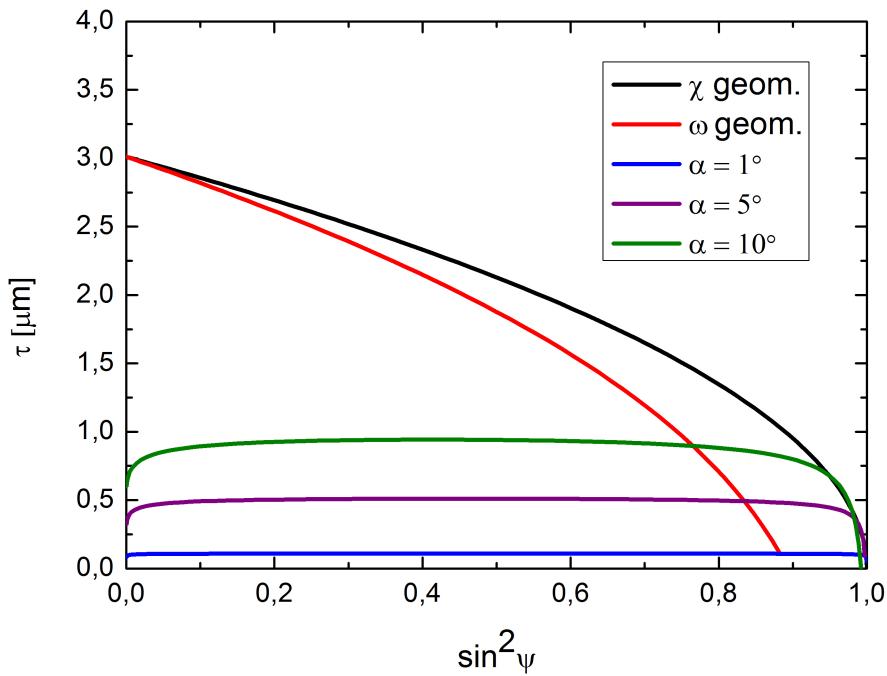


Rysunek 2.4: Schemat geometrii pomiarowej metodą stałego kąta padania (α – kąt padania wiązki, 2θ – kąt ugięcia wiązki i τ – głębokość wnikania promieniowania).

Kąt ϕ ustalony jest arbitralnie i nie podlega zmianie w trakcie pojedynczego pomiaru. Każda z geometrii cechuje efektywna głębokość wnikania wiązki τ , która określa głębokość próbki przy której $(1 - 1/e)$ natężenia wiązki padającej zostało zaabsorbowane. Efektywna głębokość wnikania jest zatem parametrem, który określa głębokość z jakiej pochodzi informacja zmierzona przez dyfraktometr. Głębokość ta zależy od drogi jaką przebywa wiązka padająca oraz ugięta w obszarze próbki. W trakcie pomiaru wykonywane obroty zmieniają tą drogę co przekłada się na zmianę efektywnej głębokości wnikania. Zależności efektywnej głębokości wnikania wiązki τ od zmienianego kąta ψ dla opisanych geometrii wyrażone są wzorami:

$$\begin{aligned}\chi : \tau &= \frac{1}{2\mu} \cos\psi \sin\theta_{hkl} \\ \omega : \tau &= \left[\frac{\mu}{\sin(\theta_{hkl} - \psi)} + \frac{\mu}{\sin(\theta_{hkl} + \psi)} \right]^{-1} \\ \text{grazing} : \tau &= \left[\frac{\mu}{\sin\alpha} + \frac{\mu}{\sin(2\psi + \alpha)} \right]^{-1}\end{aligned}\quad (2.18)$$

gdzie μ jest liniowym współczynnikiem absorpcji wiązki. Zestawienie efektywnej głębokości wnikania dla rozpatrywanych geometrii zostało przedstawione na poniższym rys. 2.5. Efektywna głębokość wnikania została policzona dla refleksu 211 tytanu przy ustalonym kącie $2\theta_{211} = 142^\circ$ dla geometrii χ i ω oraz dla trzech wybranych kątów $\alpha = 1^\circ, 5^\circ, 10^\circ$ dla geometrii stałego kąta padania (przy założeniu długości fali wiązki $\lambda = 1.789 \text{ \AA}$ co odpowiada linii K_α kobaltu, liniowy współczynnik absorpcji wiązki $\mu = 1570 \frac{1}{\text{cm}}$ na podstawie [5]).



Rysunek 2.5: Efektywne głębokości wnikania dla trzech analizowanych geometrii pomiarowych (dla Ti, dla refleksu $hkl = 211$ dla geometrii χ i ω , przy $\lambda = 1.789 \text{ \AA}$ oraz $\mu = 1570 \frac{1}{\text{cm}}$).

Na powyższym wykresie widać, że geometrie standardowe χ i ω są nieodpowiednie do mierzenia niejednorodnych stanów naprężeń ze względu na znaczną zmianę efektywnej głębokości

wnikania, z której pochodzi informacja o badanym naprężeniu. Natomiast geometria stałego kąta padania jest zaprojektowana w taki sposób, aby parametr τ był stały w szerokim zakresie kątowym ψ . Na rys.2.5 widać, że τ jest stałe w obszarze $\sin^2\psi \in [0.1, 0.9]$. Stwierdzenie to jest prawdziwe dla małych kątów α . Wynika to z faktu, że droga przebyta w materiale przez wiązkę ugiętą przy malejących kątach α dąży do zera. Wraz ze wzrostem kąta α zakres stałego τ jest coraz mniejszy. Z geometrią tą wiąże się jeszcze jedna zaleta, mianowicie dobierając kąt α można regulować głębokość wnikania wiązki, co pozwala na badanie gradientu naprężen w głębi próbki. Dodatkowo, niskie kąty α pozwalają na pomiary cienkich warstw o mikrometrowych lub nanometrowych wymiarach np. dla $\alpha = 1^\circ \tau = 108$ nm.

2.6 Dyfrakcyjne stałe sprężyste

Dyfrakcyjne stałe sprężyste, których znajomość jest niezbędna do wyznaczenia naprężen, można wyznaczyć na podstawie obliczeń teoretycznych. Problem sprowadza się do wyznaczania podatności sprężystej uśrednionej po grupie ziaren dyfrakujących, podczas gdy pojedyncze ziarna mogą mieć różną orientację w przestrzeni oraz nieizotropowe własności elastyczne. Dodatkowo, ziarna mogą mieć anizotropowy rozkład orientacji w przestrzeni, wtedy materiał posiada teksturę krystalograficzną. Modele teoretyczne pozwalające wyznaczyć te stałe przeszły długi rozwój. Model Reussa [6] oraz Voigta [7] to pierwsze i najprostsze ale wciąż popularne modele ze względu na prostotę wykonywanych obliczeń. Model Reussa zakłada stan jednorodnych naprężen w całej próbce, co jest założeniem bardzo silnym i w sposób oczywisty sprzecznym z anizotropowym charakterem oddziaływań między krystalitami. Model Voigta natomiast zakłada jednorodny stan odkształceń w obrębie całego materiału. Bardziej zaawansowany jest model Krönera [8], który rozpatruje pojedyncze ziarno jako elipsoidalną inkoluzję w ciągłym, jednorodnym i izotropowym medium reszty materiału. Model ten uwzględnia geometrię i orientację przestrenną ziaren. We wzorze 2.6 szukane naprężenia zostały wyrażone w układzie laboratoryjnym L . Dla przypadku ogólnego wygodnie jest przejść do układu próbki P , w którym to szukane są naprężenia, a dyfrakcyjne stałe sprężyste wyrazić za pomocą ogólnych uogólnionych stałych dyfrakcyjnych F :

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon_{33}^L(\psi, \phi)_{hkl} \rangle &= R_{ij}^L(\psi, \phi) \sigma_{ij}^L = R_{ij}^L(\psi, \phi) a_{ik} \sigma_{kl}^P a_{lj} \\ F_{kl}(\psi, \phi) &= a_{lj} R_{ij}^L(\psi, \phi) a_{ik} \end{aligned} \quad (2.19)$$

Model Krönera zakłada, że odkształcenia elipsoidalnej inkoluzji są równe [9]:

$$\varepsilon_{ij} = [S_{ijkl} + t_{ijkl}] \sigma_{kl} \quad (2.20)$$

gdzie S_{ijkl} jest makroskopowym tensorem podatności sprężystej (z założenia znanym) a t_{ijkl} jest tensorem odchylenia własności sprężystych rozpatrywanej inkoluzji od uśrednionych własności otoczenia. Tensor \mathbf{t} zależy od kształtu inkoluzji, podatności sprężystej pojedynczego krystalitu a także od tensora \mathbf{S} . Średnia liczona po całej próbce z tensora \mathbf{t} musi się zerować. Wyrażenie końcowe na ogólne stałe dyfrakcyjne ma postać :

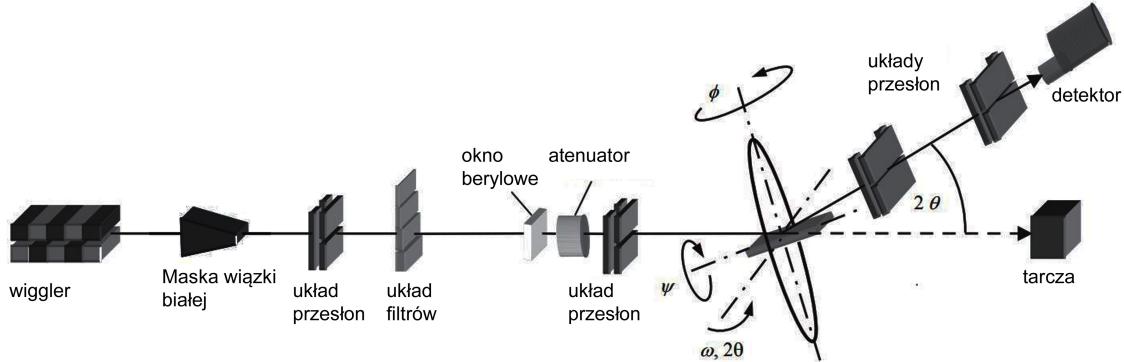
$$F_{kl} = \frac{\int_0^{2\pi} m_i m_j [S + t(g)]_{ijkl} f(g) d\gamma}{\int_0^{2\pi} f(g) d\gamma} \quad (2.21)$$

gdzie m jest wersorem kierunkowym równoległy do wektora rozpraszania, f stanowi funkcję rozkładu orientacji krystalitów w przestrzeni kątów Eulera g . Całkowanie odbywa się po pełnym zakresie kąta γ , który jest kątem obrotu krystalitu wokół wektora rozpraszania prostopadłego do rozważanych płaszczyzn hkl . W literaturze nie ma jednoznacznie wskazanego

modelu, która daje najlepsze przybliżenie rzeczywistych pomiarów, jednakże w wielu pracach model Krönera prowadził do dobrych rezultatów [9, 10, 11]. Dobranie odpowiedniego modelu w dużej mierze podyktowane jest badaną próbką.

2.7 Badanie metodą dyspersji energii

W dyfraktometrze z lampą rentgenowską pomiar wykonywany jest w funkcji kąta 2θ dla wiązki monochromatycznej. Innym sposobem pomiaru jest wykorzystanie wiązki polichromatycznej np. wiązki synchrotronowej (tz. białej), wtedy pomiar wykonywany jest dla ustalonego kąta 2θ . Geometria układu pomiarowego przy wykorzystaniu wiązki synchrotronowej przedstawiona jest na rys. 2.6 [12] i stanowi geometrię χ . Średnia głębokość wnikania wiązki zależy od jej energii, zatem pomiar wykonywany wiązką białą od razu daje całe spektrum informacji pochodzących od różnych głębokości próbki. Kolejną zaletą wiązki synchrotronowej jest dużo szybszy czas pomiaru, dla jednego ustawienia kątów 2θ , ψ i ϕ uzyskiwany jest cały dyfraktogram, podczas gdy dla jednej konfiguracji w standardowym dyfraktometrze uzyskiwany jest jeden punkt dyfraktogramu. Co więcej, wiązka synchrotronowa ma setki tysięcy razy większe natężenie, co pozwala na krótszy czas ekspozycji wymagany do zebrania zadawalającego sygnału. Większe natężenie oraz większa maksymalna energia wiązki synchrotronowej pozwalają na uzyskanie informacji z głębszych warstw materiału.



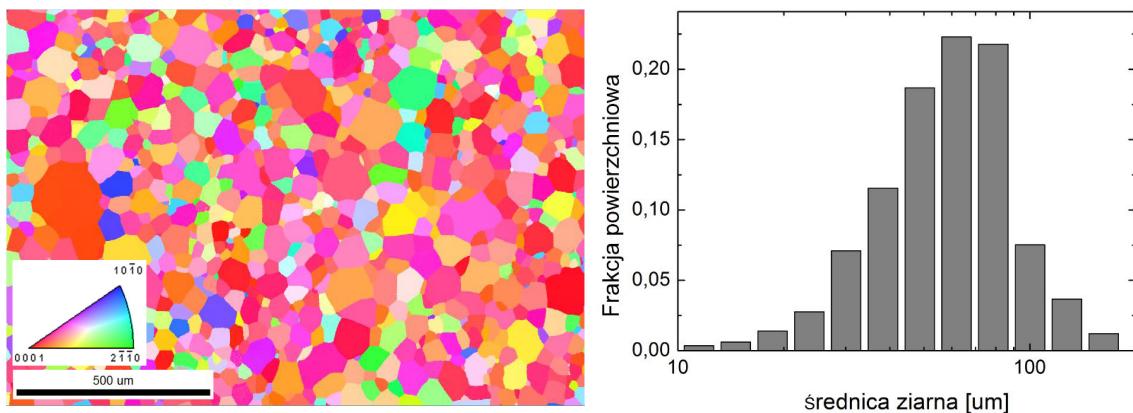
Rysunek 2.6: Schemat dyfrakcyjnego układu pomiarowego metodą dyspersji energii wykorzystującego wiązkę synchrotronową [12].

Rozdział 3

Charakterystyka badanych próbek

3.1 Właściwości wykorzystanych materiałów

W ramach pracy zmierzone zostały dwa materiały: tytan oraz wolfram. Badane materiały są metalami i mają strukturę polikrystaliczną. Mikrostruktura powierzchni tytanu została zbadana przy użyciu mikroskopu elektronowego metodą dyfrakcji wstecznie rozproszonych elektronów (EBSD) [13]. Na rys. 3.1a przedstawiono mapę orientacji ziaren, a na rys. 3.1.b przedstawiono rozkład wielkości ziaren. Średnia średnica ziaren wynosi ok. $60 \mu\text{m}$. W badaniach wykorzystano tytan gatunku 2-go (grade 2), który posiada domieszki o składzie wagowym: 0.131% O, 0.109% Fe, 0.02% Ni, 0.01% C, 0.01% N. Badany wolfram jest natomiast komercyjnie czysty. Wybrane materiały różnią się od siebie zarówno strukturą krystaliczną jak i właściwościami sprężystymi. Wolfram posiada strukturę regularną przestrzennie centrowaną podczas gdy tytan występuje w postaci heksagonalnej. Wolfram jest wyjątkowym materiałem ponieważ charakteryzuje się w pełni izotropową sprężystością, natomiast tytan wykazuje lekką anizotropię właściwości sprężystych. Świadczą o tym parametry anizotropii Zenera A^Z oraz anizotropii uniwersalnej A^U przedstawione w poniższej tabeli 3.1 mające na celu porównanie i uszeregowanie materiałów pod względem anizotropii ich właściwości sprężystych [14].



(a) Struktura ziaren krystalicznych. (b) Powierzchniowy rozkład średnicy ziaren.

Rysunek 3.1: Analiza powierzchni tytanu mikroskopem elektronowym metodą EBSD.

Tablica 3.1: Składowe tensora \mathbf{c} i parametry anizotropii: Zenera A^Z oraz uniwersalnej A^U [14].

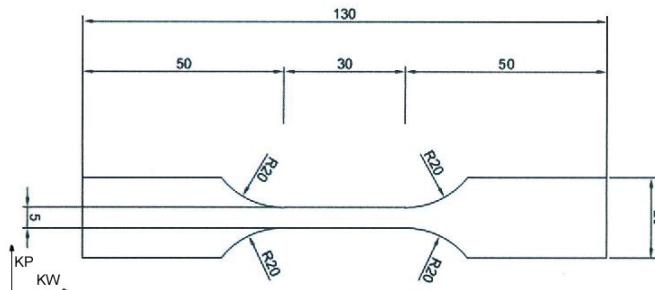
Materiał	c_{11}	c_{12}	c_{13}	c_{33}	c_{44}	c_{66}	A^Z	A^U
W	501	198	198	501	151	151	1.01	$1 \cdot 10^{-7}$
Ti	162	92	69	180	47	35	–	0.035

Z powyższych względów wolfram jest jednym z najprostszych materiałów do badań dyfrakcyjnych i jest dobrym kandydatem na pomiary referencyjne mające na celu porównanie wyników obliczeń obu metod wyznaczania profili naprężeń. Tytan jest materiałem o strukturze heksagonalnej zatem do obliczeń wprowadza utrudnienie w postaci parametru sieci c/a , który nie jest znany i należy go wyznaczyć równolegle z naprężeniami i stałą sieci wolną od naprężen a_0 . Pomiary naprężeń dla tytanu mają na celu zweryfikowanie czy nowo opracowana metoda wielo-refleksowa radzi sobie z wyznaczeniem parametru c/a jednocześnie dając spójne wyniki profili naprężeń oraz stałej sieci a_0 .

3.2 Obróbka mechaniczna

W celu wprowadzenia odpowiednich naprężeń resztkowych badane próbki zostały poddane procesom szlifowania lub polerowania. Próbka tytanowa o sygnaturze 5A polerowana była na przemian w dwóch prostopadłych kierunkach KW i KP (rys. 3.2) przy użyciu papierów ściernych o rosnących ziarnistościach w kolejności: 180, 320, 800 i 2000 ziaren na cm^2 . Papiery o ziarnistościach 180 i 360 posiadają grube ziarna i wprowadzają duże naprężenia własne do materiału, podczas gdy papiery o małych ziarnistościach miały za zadanie zmniejszyć chropowatość powierzchni. Jeśli chropowatość powierzchni jest porównywalna ze średnią głębokością wnikania wiązki to pomiar jest mocno zaburzony. Próbka wolframowa była polerowana w ten sam sposób lecz tylko i wyłącznie papierami o małych ziarnistościach.

Próbki szlifowane były za pomocą koła ścierającego ustawionego w kierunku równoległym do KW przy prędkości obrotowej ściernicy $22 \frac{m}{s}$ oraz przy prędkości posuwu osiowego stołu $5 \frac{m}{s}$. Próbka tytanowa 1a została zeszlifowana na głębokość $5 \mu m$ przy użyciu ściernicy z tzw. korundu zol-żel, podczas gdy próbka tytanowa 2a została zeszlifowana na głębokość $20 \mu m$ przy użyciu koła ze standardowego materiału ściernego Al_2O_3 . Wszystkie próbki zostały wycięte na kształt „kości” (z ang. bone-shape) tak aby były gotowe do testu jednoosiowego rozciągania tak jak przedstawiono na poniższym rysunku 3.2. Wszelkie naprężenia mierzone są w szyjkach próbek. Analizowane w niniejszej pracy pomiary naprężeń zostały przeprowadzone dla próbek wyjściowych a następnie po przeprowadzeniu testu rozciągania.



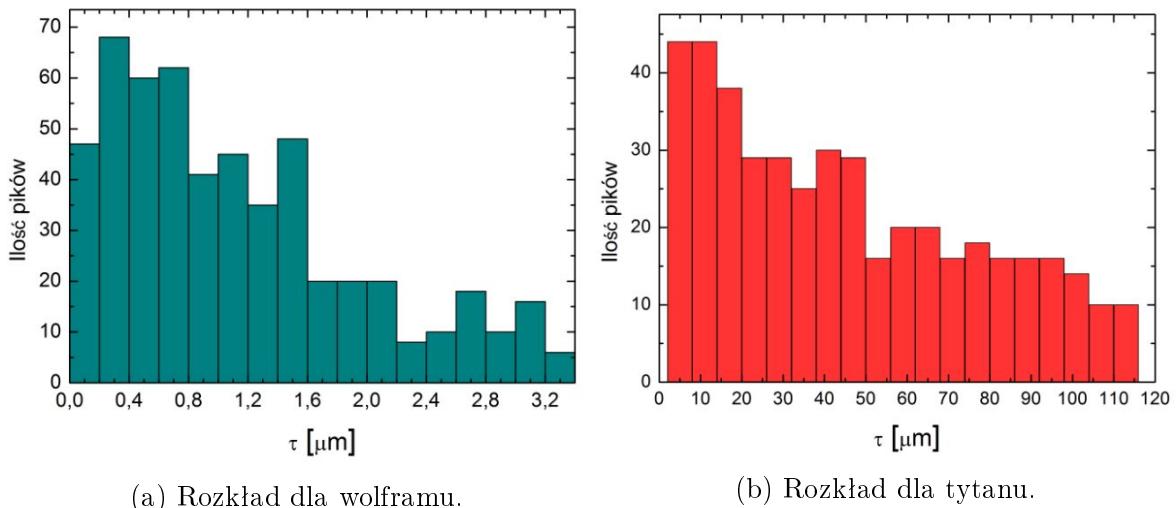
Rysunek 3.2: Schemat geometrii przygotowanych próbek, wymiary wyrażone w mm.

Rozdział 4

Analiza wyników

4.1 Pomiary dyfrakcyjne

Przygotowane próbki zostały zbadane metodą dyspersji energii na linii pomiarowej EDDI w synchrotronie BESSY w Berlinie [12]. Dla każdej z próbek wykonano dwa osobne pomiary dla dwóch kątów $2\theta = 10^\circ, 16^\circ$. Każdy pomiar przeprowadzony został dla kątów $\phi = 0^\circ, 90^\circ$. Dla każdej konfiguracji pomiar przebiegał po kątach ψ w zakresie od 0° do 72° z krokiem 4° , następnie z krokiem 2° w zakresie od 72° do 80° i na końcu z krokiem 1° w zakresie od 80° do 90° . Czas ekspozycji dla każdej konfiguracji kątowej wynosił ok. 110 sekund. Uzyskano w ten sposób 128 widm dyfrakcyjnych dla każdej próbki. Dla każdego widma w sposób automatyczny dopasowano wybrane piki dyfrakcyjne przy użyciu funkcji pseudo–Voigt, która stanowi kombinację liniową funkcji Gaussa oraz Lorentza [15]. Do fitowania wykorzystano skrypt w środowisku Matematica udostępniony przez ośrodek BESSY [12]. Piki wybrane zostały ze względu na ich intensywność oraz jakość dopasowania fitów. Wybrane piki o odpowiadających im wskaźnikach hkl przedstawione są w załączniku A. Próbki tytanowe po rozciąganiu jednoosiowym zostały zmierzone w ten sam sposób. Wykres 4.1 przedstawia rozkład ilości zmierzonych pików w funkcji efektywnej głębokości wnikania wiazki w próbce.



Rysunek 4.1: Uzyskane rozkłady ilości pików w funkcji efektywnej głębokości wnikania.

Każdą z próbek zbadano także za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego Panalytical Empyrean znajdującego się w Laboratorium Skaningowej Mikroskopii tunelowej i Dyfrakcji Rentgenowskiej w ośrodku ACMiN AGH w Krakowie. Pomiar wykonany został przy użyciu geometrii

stałego kąta padania. Każda z próbek zmierzona została dla czterech kątów $\alpha = 5^\circ, 10^\circ, 15^\circ, 20^\circ$. Dla każdego kąta α pomiar przeprowadzony został dla dwóch kątów $\phi = 0^\circ, 90^\circ$. Pomiar przy użyciu dyfraktometru wykorzystuje metodę dyspersji kątowej, kąt 2θ zmieniany był w zakresie od 30° do 152° z krokiem 0.03° . Wykorzystano geometrię wiązki równoległej. Wiązkę pierwotną uformowano za pomocą szczelin wejściowych 0.5×4 mm, szczelin Sollera 2.5° oraz zwierciadła Goebla. Na drodze wiązki ugiętej wprowadzono szczeliny Sollera 2.5° oraz kolimator 0.18° . Wiązka mierzona była przy użyciu detektora proporcjonalnego Xe. Pomiary przeprowadzono w temperaturze pokojowej. Czas ekspozycji dla każdej konfiguracji kątowej wynosił ok. 10 sekund. Pomiary wykonane zostały przy użyciu lampy miedzianej o długości fali $K_{\alpha_1} = 1.54059$ Å oraz $K_{\alpha_2} = 1.54442$ Å. Uzyskano w ten sposób 8 widm dyfrakcyjnych dla każdej próbki. Dla każdego widma ręcznie dopasowano piki do funkcji pseudo–Voigta przy użyciu oprogramowania *winPLOTR* [16].

4.2 Przebieg obliczeń

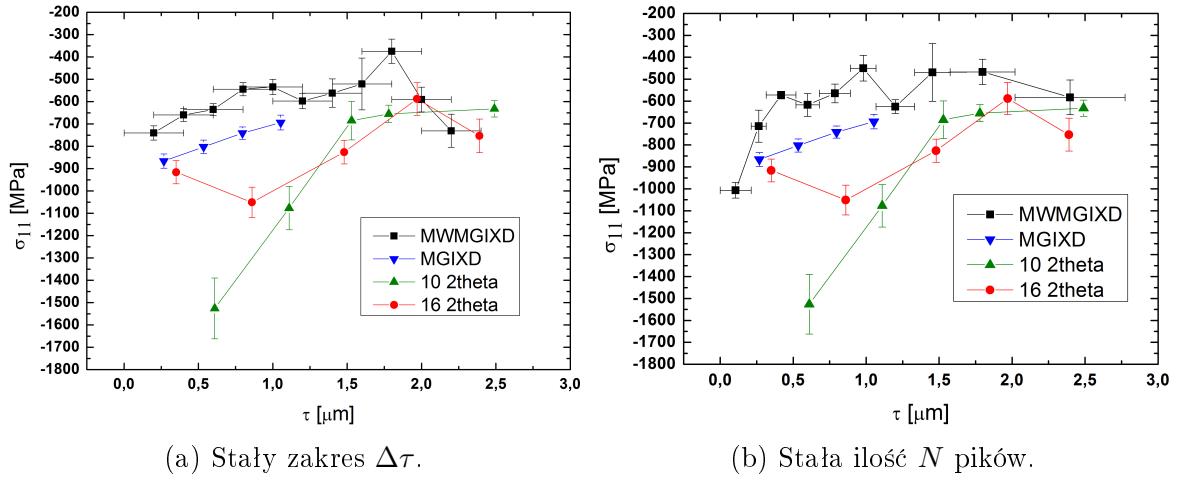
Na podstawie wyników pomiarów dyfrakcyjnych wyznaczono profile naprężeń przypowierzchniowych. Metodą standardową $\sin^2\psi$ wykorzystano do analizy danych synchrotronowych podczas gdy metodą wielo–refleksową przeanalizowano zarówno dane synchrotronowe jak i pochodzące z dyfraktometru. Efektywna głębokość wnikania τ dla każdego punktu uzyskanego metodą standardową wyznaczona jest jako średnia z ekstremalnych głębokości wnikania pików:

$$\tau = \frac{\tau_{min} + \tau_{max}}{2} \quad (4.1)$$

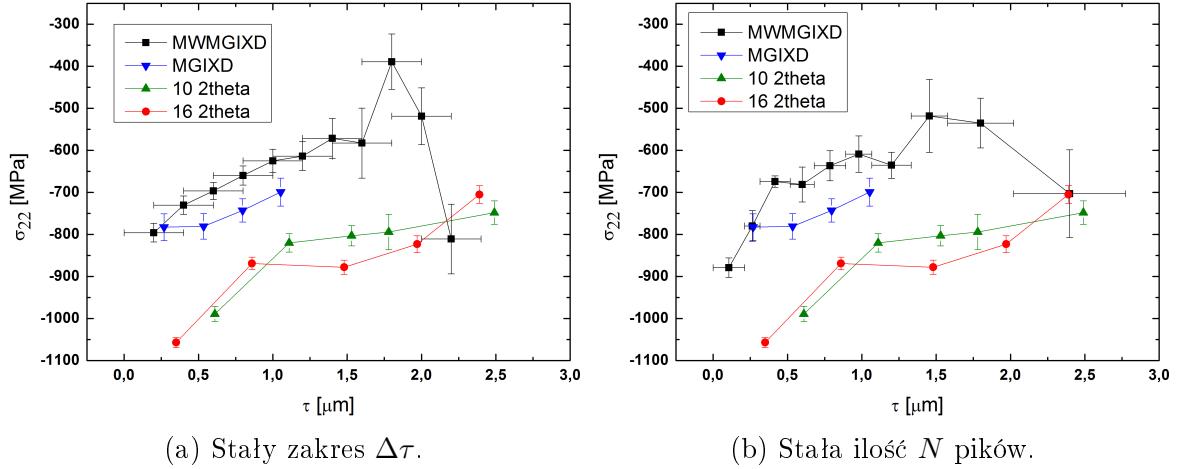
Dla metody wielo–refleksowej wszystkie uzyskane piki należy uprzednio posortować względem ich wartości τ . Aby naprężenia dały się wyznaczyć, dla każdego punktu należy wykorzystać przynajmniej trzy piki, ponadto zakres położenia pików w funkcji kąta ψ powinien być jak najszerszy ze względu na proces fitowania. W pracy, dla zakresu pików narzucono warunek: $\Delta \sin^2\psi > 0.4$. Dobór ilości pików do wyznaczenia każdego punktu podyktowany jest dwoma przeciwnymi intencjami: chcią uzyskania jak największej ilości punktów o maksymalnej rozdrobniołości przestrzennej oraz chcią uzyskania dopasowań dobrej jakości o niskim błędzie. W skrajnym przypadku uzyskać można maksymalną ilość punktów o dużych niepewnościach pomiarowych ze względu na niską jakość dopasowania wynikającą z małego zakresu położenia pików w funkcji kąta ψ oraz słabą statystyką analizowanych pików. Z drugiej strony do wyznaczenia naprężeń można wykorzystać wszystkie posiadane piki, wtedy uzyskiwana jest jedna uśredniona wartość po całym badanym obszarze w głąb próbki. Chcąc uzyskać profil naprężeń uzyskany na podstawie dobrych dopasowań o małej wartości niepewności pomiarowej niezbędny jest kompromis. W pracy zaproponowano dwa podejścia posortowania pików. W pierwszym podejściu piki zostały posortowane względem τ i do wyznaczenia każdego punktu naprężeń wzięto piki pochodzące z określonego zakresu $\Delta\tau$. Kolejne zestawy pików zostały uzyskane przesuwając zakres co $\Delta\tau/2$. W ten sposób uzyskane punkty naprężeń zlokalizowane są w środku zakresu a niepewność τ dla każdego punktu jest równa szerokości zakresu. Drugie podejście zakłada określoną ilość N pików przypadających na każdy punkt. Uzyskane w ten sposób zakresy są zmienne i zależą od profilu rozkładu ilości pików w głąb próbki.

4.3 Próbka wolframowa

Dla próbki wolframowej poddanej polerowaniu, do obliczeń naprężeń metodą wielo-refleksową, wykorzystano oba podejścia sortowania pików. Dla stałych zakresów koszykowania pików ustalono $\Delta\tau = 0.4 \mu\text{m}$ podczas gdy w drugim podejściu dobierano $N = 25$ pików na każdy punkt naprężeń. Na poniższych wykresach (rys. 4.2 oraz 4.3) zestawione są uzyskane profile naprężeń. Skróty na wykresach oznaczają: MWMGIXD (Multiwavelength and Multireflection Grazing Incidence X-ray Diffraction) - naprężenia uzyskane metodą wielo-refleksową na podstawie danych synchrotronowych, MGIXD (Multireflection Grazing Incidence X-ray Diffraction) - naprężenia uzyskane metodą wielo-refleksową na podstawie danych z dyfraktometru oraz 2theta - naprężenia uzyskane metodą standardową na podstawie danych synchrotronowych z danego ustawienia kątowego 2θ .



Rysunek 4.2: Profil naprężień σ_{11} w głąb próbki wolframowej.

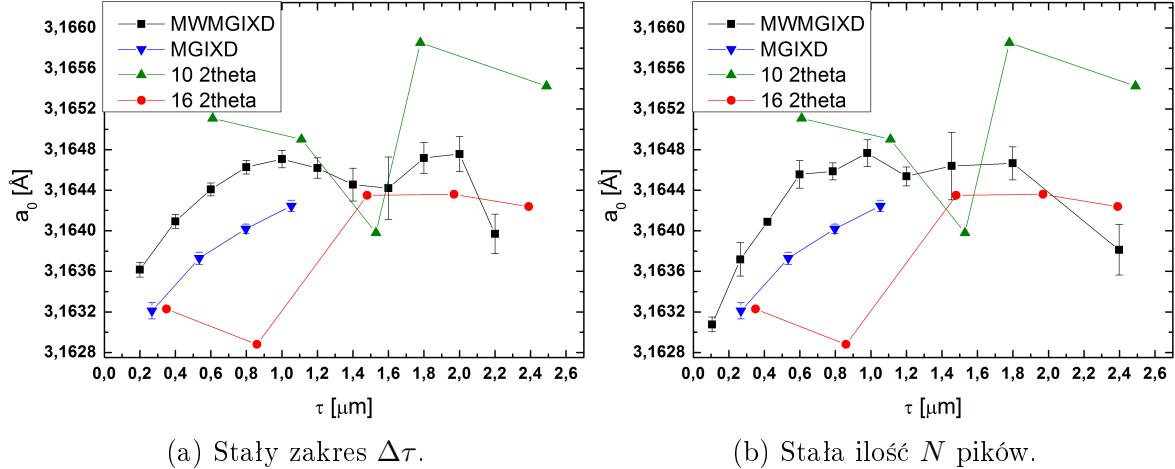


Rysunek 4.3: Profil naprężień σ_{22} w głąb próbki wolframowej.

Wszystkie uzyskane wyniki pokazują wzrastający ku powierzchni profil wysokich naprężzeń ściskających. Na powyższych wykresach widać, że wyniki naprężień uzyskane metodą standar-dową dla niskich głębokości τ są rozbieżne względem pozostałych wyników uzyskując wyższe wartości naprężień ściskających. Wyniki uzyskane na podstawie danych z dyfraktometru (metodą MGIXD) prezentują profil zgodny z profilem naprężień MWMGIXD i co do wartości są

im bliskie. Wyniki MWMGIXD uzyskane różnymi metodami segregacji pików są nieznacznie różne. Rezultat ten spowodowany jest różnymi ilościami pików wchodzących w skład obliczeń oraz różnymi zakresami τ , z których pochodzą. Sposób sortowania pików prowadzi zatem do odmiennych wyników i jest istotnym elementem metody-wielorefleksowej. Dla każdego punktu pomiarowego, odpowiadającego danej głębokości wnikania promieniowania wyznaczono także wolną od naprężień stałą sieci a_0 .

Na poniższym wykresie 4.4 zestawione są uzyskane wartości stałej a_0 .

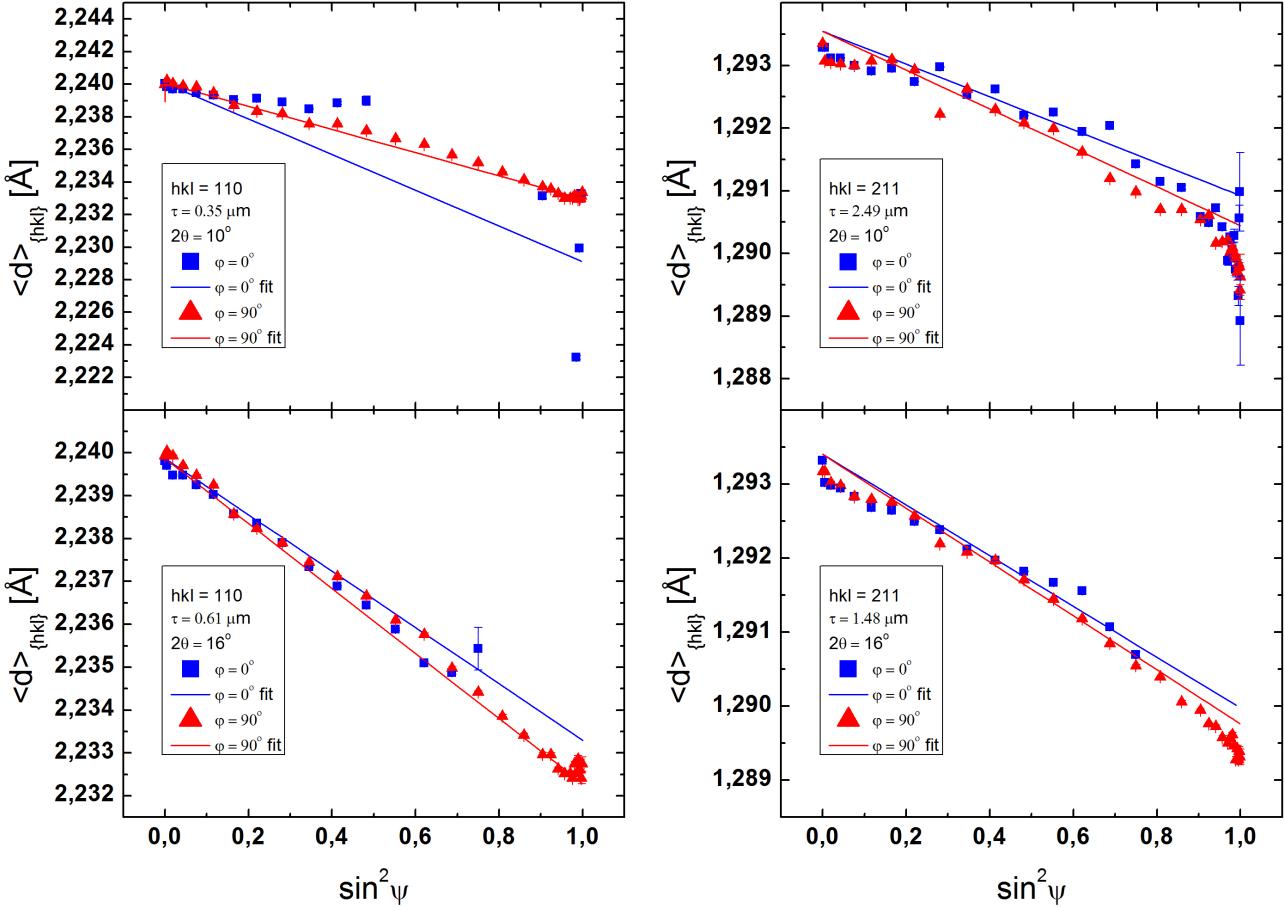


Rysunek 4.4: Wartości stałej sieci a_0 wyznaczone dla równych głębokości w próbce wolframowej.

Na powyższych wykresach widać, że wartości a_0 uzyskane metodą wielo-refleksową odzwierciedlają profile naprężień co sugeruje, że wyznaczone naprężenia i stałe sieci a_0 są ze sobą skorelowane. Zmienność stałej sieci a_0 może być związana z niezerową wartością składowej naprężenia σ_{33} , która prawdopodobnie występuje na większych głębokościach. Wyniki MGIXD są bliskie wynikom MWMGIXD, natomiast wyniki uzyskane metodą standardową dla obu kątów 2θ prezentują znaczną rozbieżność. Segregacja pików przy zastosowaniu stałych zakresów $\Delta\tau$ osiągnęła mniejsze zróżnicowanie stałej a_0 . Wyznaczone wartości stałej a_0 prezentują najmniejsze odchylenia w zakresie głębokości pośrednich $\tau = [0.8, 2]$ co może być związane z większą różnorodnością refleksów hkl (5 refleksów rys. 4.6) wykorzystanych do wyznaczenia tych punktów. Na poniższych wykresach (rys. 4.5) przedstawiono zmierzone odległości międzypłaszczyznowe $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z liniowym dopasowaniem metodą standardową dla dwóch wybranych refleksów. Dla porównania zaprezentowano także wyniki pomiarów przeliczone na stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z dopasowaniem metodą wielo-refleksową dla trzech wybranych głębokości τ przy stałym przyroście głębokości $\Delta\tau$ na rys. 4.6 oraz przy stałej ilości pików na rys. 4.7.

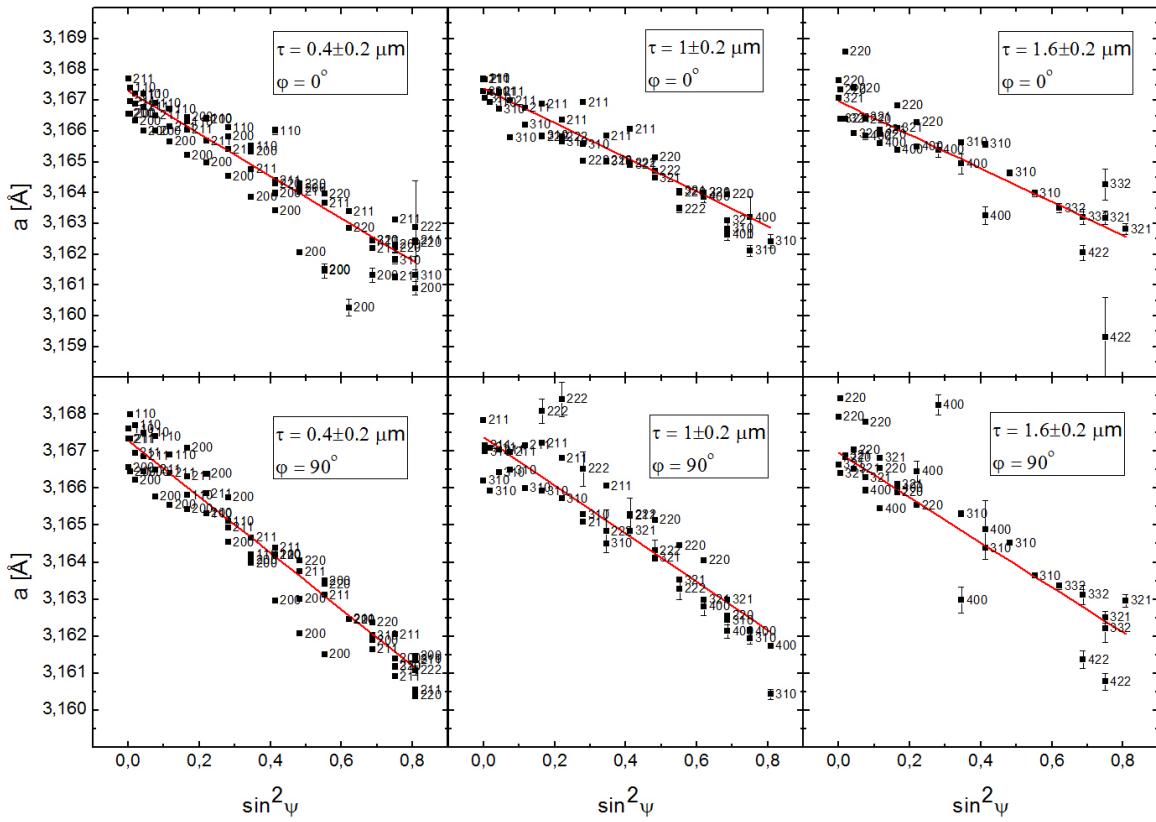
Zmierzone wartości odległości międzypłaszczyznowych, przedstawione na rys. 4.5, poza krzywą na lewym górnym grafie, dobrze układają się wzdłuż linii prostej. Brak części punktów na wykresach wynika z niemożności dofitowania pików dla tychże widm (uzyskane piki posiadały zbyt niskie amplitudy w stosunku do tła). Pomimo dopasowania wysokiej jakości, uzyskane wartości wykazują duże rozbieżności względem metody MWMGIXD. Dzieje się tak, ponieważ każdy pik wnosi inną informację o naprężeniach ze względu na gradient naprężień występujący w próbce. Zgodnie z zależnością głębokości wnikania od kąta ψ dla geometrii χ (rys. 2.5) punkty pochodzące z niskich kątów ψ niosą informacje z najgłębszego obszaru, podczas gdy punkty z wysokich kątów ψ pochodzą z obszaru przypowierzchniowego. Co więcej, zgodnie z równaniem 2.10 wpływ naprężen na punkty jest skalowany przez $\sin^2\psi$. Zatem duże naprężenia

przypowierzchniowe silniej wpływają na dopasowanie niż niskie naprężenia w głębszym obszarze próbki. Wszystkie te zjawiska razem powodują, że uzyskane naprężenia posiadają dużo większe wartości. Wadą metody standardowej jest przede wszystkim to, że informacja o odległościach międzypłaszczyznowych pochodzi z różnych głębokości τ , dla których naprężenia znacznie się różnią.

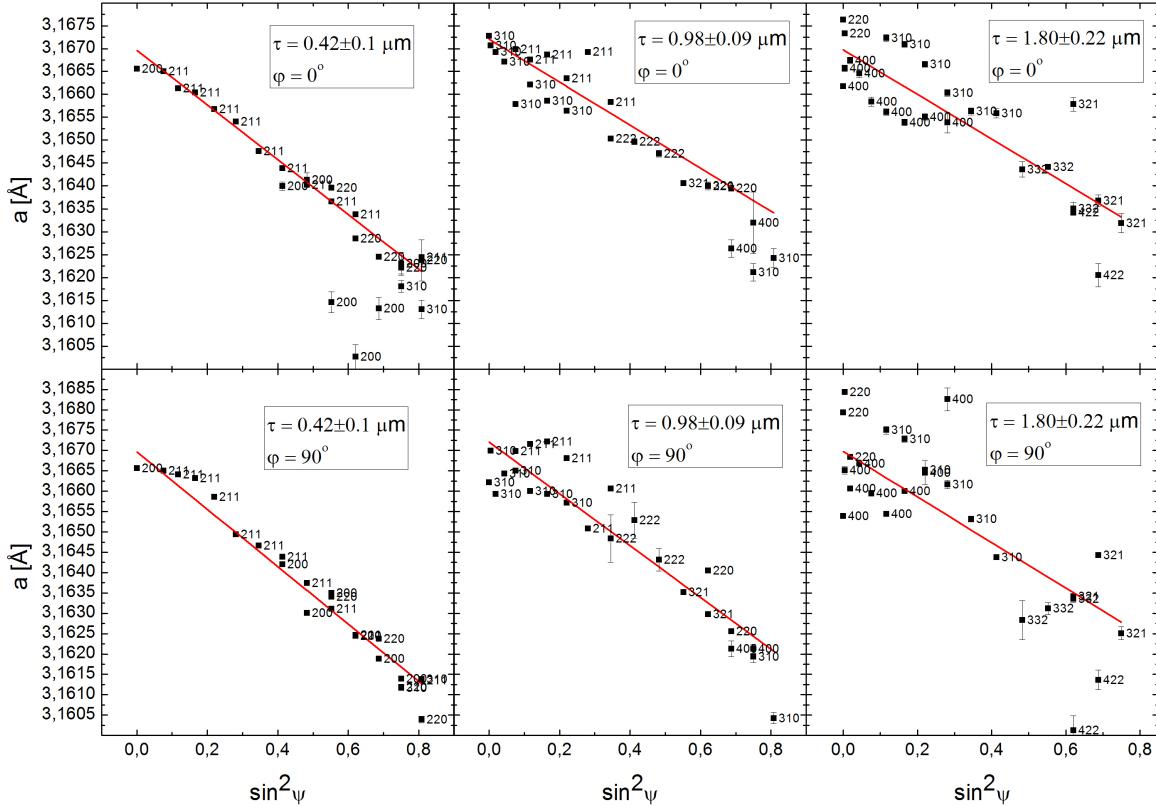


Rysunek 4.5: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową.

Zmierzone wartości stałej sieci a , przedstawione na rys. 4.6 oraz 4.7 również dobrze układają się wzdłuż linii prostej. Co więcej, dla niskich głębokości wnikania τ punkty lepiej układają się wzdłuż prostej niż punkty pochodzące z głębszych obszarów. Jest to związane z gorszą jakością pików (mniejsze natężenie) pochodzących z głębszych obszarów próbki o wyższych wskaźnikach hkl lub zmierzonych dla wyższych kątów ψ . Warto zaznaczyć, że wartość a_0 najbardziej odbiegająca od reszty na rys. 4.4b uzyskana została na podstawie rys. 4.7 dla $\tau = 0.42$, które posiadają najmniejszą różnorodność wskaźników hkl (200, 211 oraz dwa punkty o wskaźniku 310).



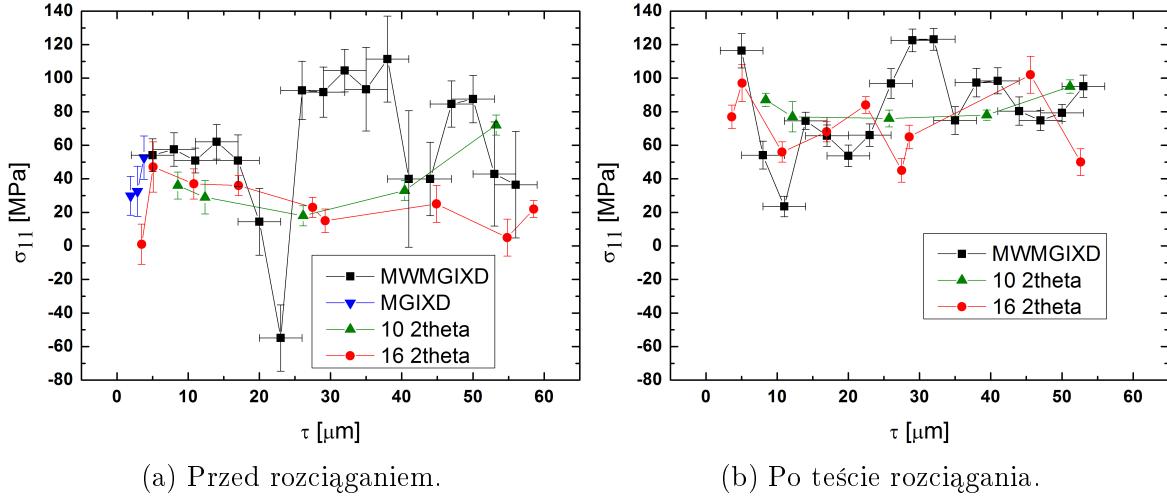
Rysunek 4.6: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo-refleksową w kolorze czerwonym. Analiza przeprowadzona dla stałego zakresu $\Delta\tau$.



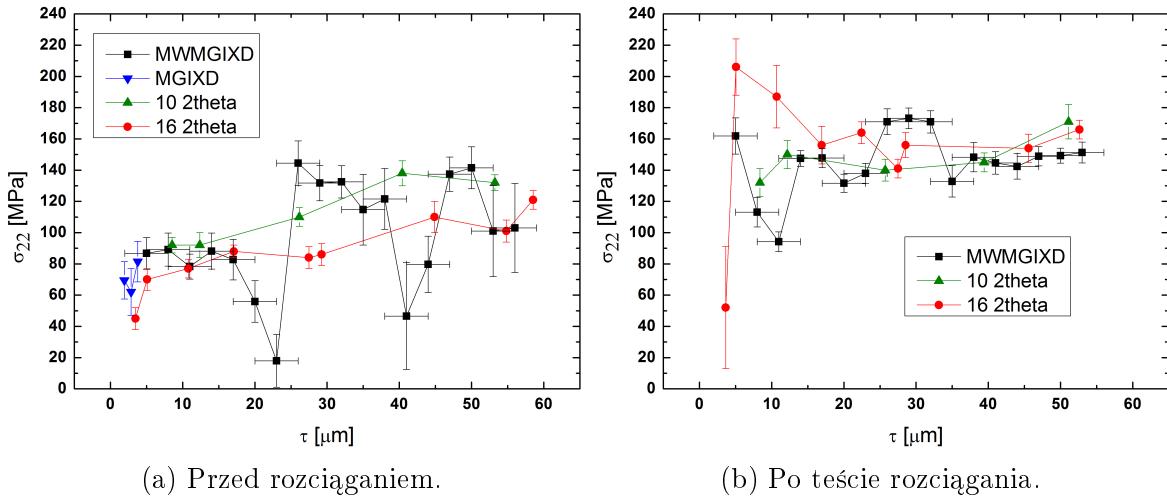
Rysunek 4.7: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo-refleksową w kolorze czerwonym. Analiza przeprowadzona dla stałej ilości N pików.

4.4 Próbka tytanowa 1a

Dla próbki tytanowej 1a, poddanej szlifowaniu, do obliczeń naprężeń metodą wielo-refleksową piki posortowane względem stałego przyrostu głębokości $\Delta\tau = 6 \mu\text{m}$. Na poniższych wykresach (rys. 4.8, 4.9) zestawione są uzyskane profile naprężeń σ_{11} oraz σ_{22} przed i po teście rozciągania jednoosiowego.



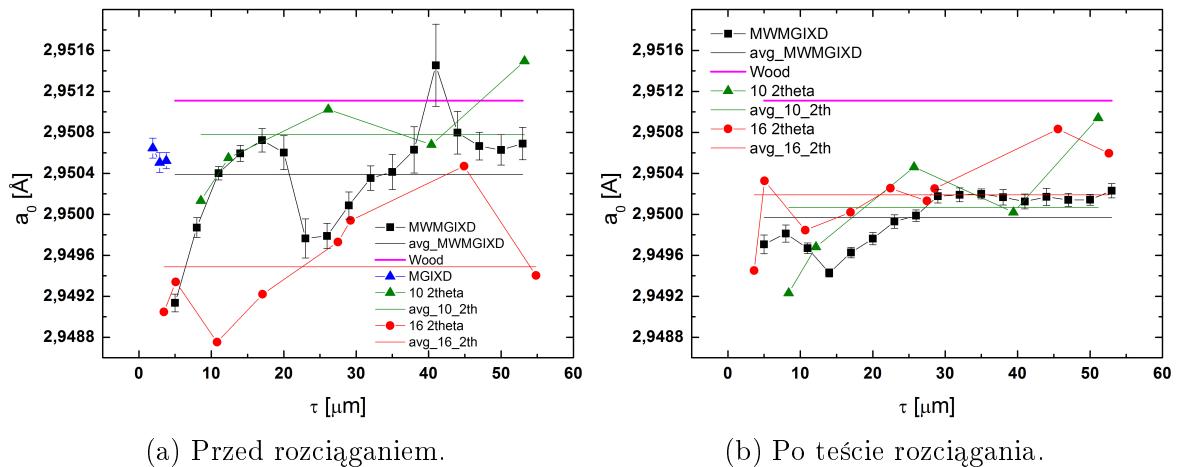
Rysunek 4.8: Profil naprężień σ_{11} w głąb próbki tytanowej 1a.



Rysunek 4.9: Profil naprężień σ_{22} w głąb próbki tytanowej 1a.

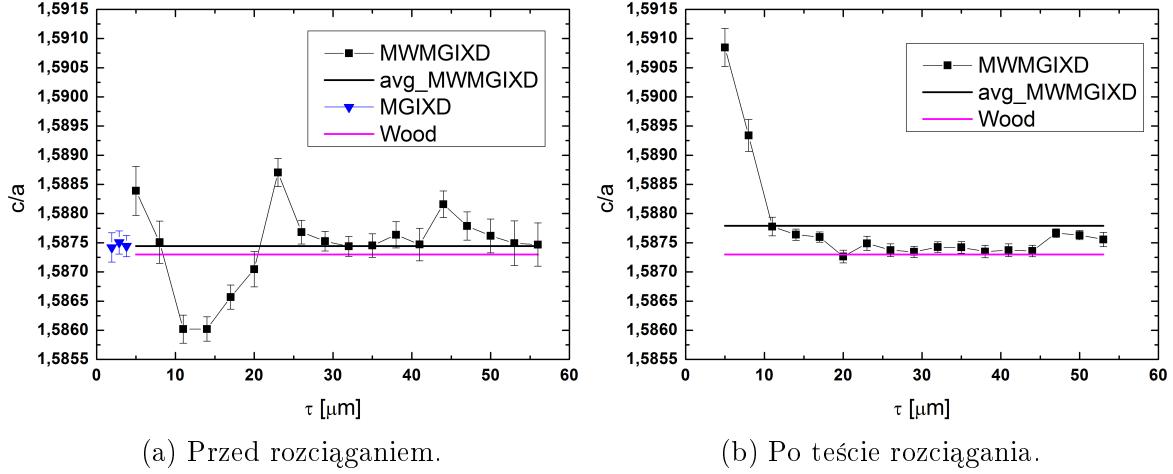
Wyniki naprężień zarówno σ_{11} jak i σ_{22} na rys. 4.8a i 4.9a uzyskane obiema metodami są zgodne z wynikami dyfraktometrycznymi otrzymanymi metodą MGIXD. Wyniki uzyskane metodą standardową prezentują mniejszą zmienność niż wyniki MWMGIXD. Oba wyniki posiadają zbliżone co do siebie wartości. W przypadku analizy metodą wielo-refleksową, profile naprężeń posiadają znaczny skok wartości przy niewielkiej zmianie głębokości w profilu naprężeń w okolicy $\tau = 30 \mu\text{m}$ podczas gdy analiza metodą standardową nie wykazuje znacznego skoku wartości przy niewielkiej zmianie głębokości. Rezultat ten może być związany z faktem, że piki wchodzące w skład obliczeń naprężień metodą standardową pochodzą z szerokiego zakresu głębokości wnikania wiązki zatem wyniki uzyskane tą metodą mogą być uśrednione po szerszym obszarze. Wobec tego metoda standardowa może być mniej czuła na lokalny charakter profilu naprężień od metody wielo-refleksowej.

Naprężenia σ_{11} przed testem rozciągania są bliskie naprężeniom σ_{22} zarówno co do wartości jak i profilu. Proces obróbki wykorzystujący ściernicę z korundu zol-żel miał wprowadzić naprężenia ścisające lub rozciągające o niskich wartościach co jest zgodne z wyznaczonymi wartościami blisko powierzchni. Naprężenia po teście rozciągania mają podobny profil jak przed rozciąganiem (choć nie obserwujemy skoku wartości dla $\tau = 30 \mu\text{m}$), jednakże naprężenia σ_{22} są znacznie większe od naprężen σ_{11} co związane jest z charakterem testu rozciągania oraz geometrią próbki. Rozciąganie przeprowadzone zostało w zakresie elastycznym, ale wskutek superpozycji przyłożonych do próbki naprężen i rozciągających naprężen własnych na powierzchni próbki prawdopodobnie wystąpiło odkształcenie plastyczne. Naprężenia σ_{11} po teście nieznacznie zrelaksowały, podczas gdy naprężenia σ_{22} zostały trwale zwiększone. Na poniższym rys. 4.10 zestawione są uzyskane wartości stałej a_0 towarzyszące wyznaczonym naprężeniom. Wyniki a_0 dla metody standardowej zostały uzyskane przy wykorzystaniu wartości parametru $c/a = 1.5873$, przyjętego na podstawie wartości otrzymanej przez Wooda(1962) dla tytanu o wysokiej czystości bez naprężen [17].



Rysunek 4.10: Wartości stałej sieci a_0 wyznaczone dla różnych głębokości w próbce tytanowej 1a.

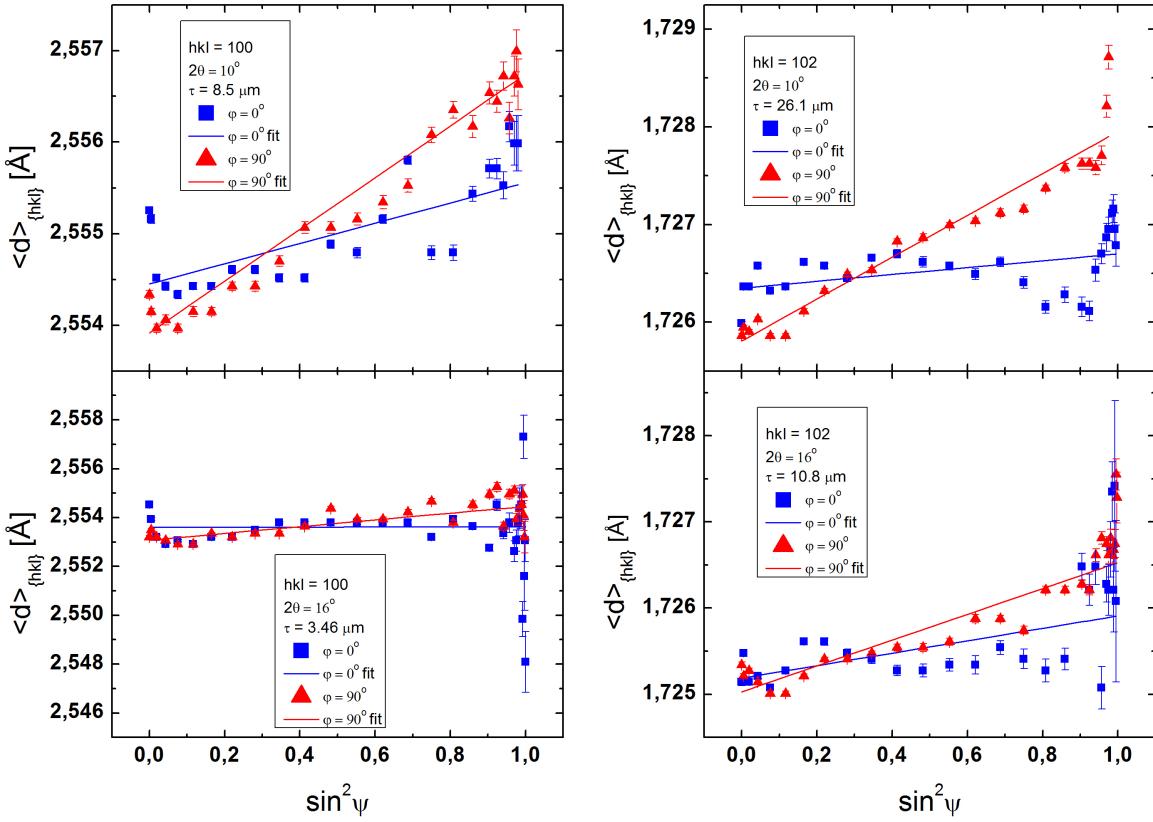
Wartości a_0 uzyskane metodą wielo-refleksową dla danych synchrotronowych zmieniają się w zakresie 0.0015 \AA przed rozciąganiem (rys. 4.10a) oraz 0.001 \AA po rozciąganiu (wykres 4.10b). Wyniki uzyskane metodą standardową w obu przypadkach prezentują szerszy zakres rozbieżności. Należy zaznaczyć, że wartości a_0 uzyskane metodą standardową dają się wyznaczyć tylko w przypadku gdy znany jest parametr c/a . Przy użyciu metod MWMGIXD i MGIXD wraz z wartościami naprężen oraz stałą a_0 wyznaczono także parametr sieci c/a . Uzyskane wartości parametru c/a porównano z wynikiem otrzymanym przez Wooda(1962) [17] i przedstawiono na rys. 4.11.



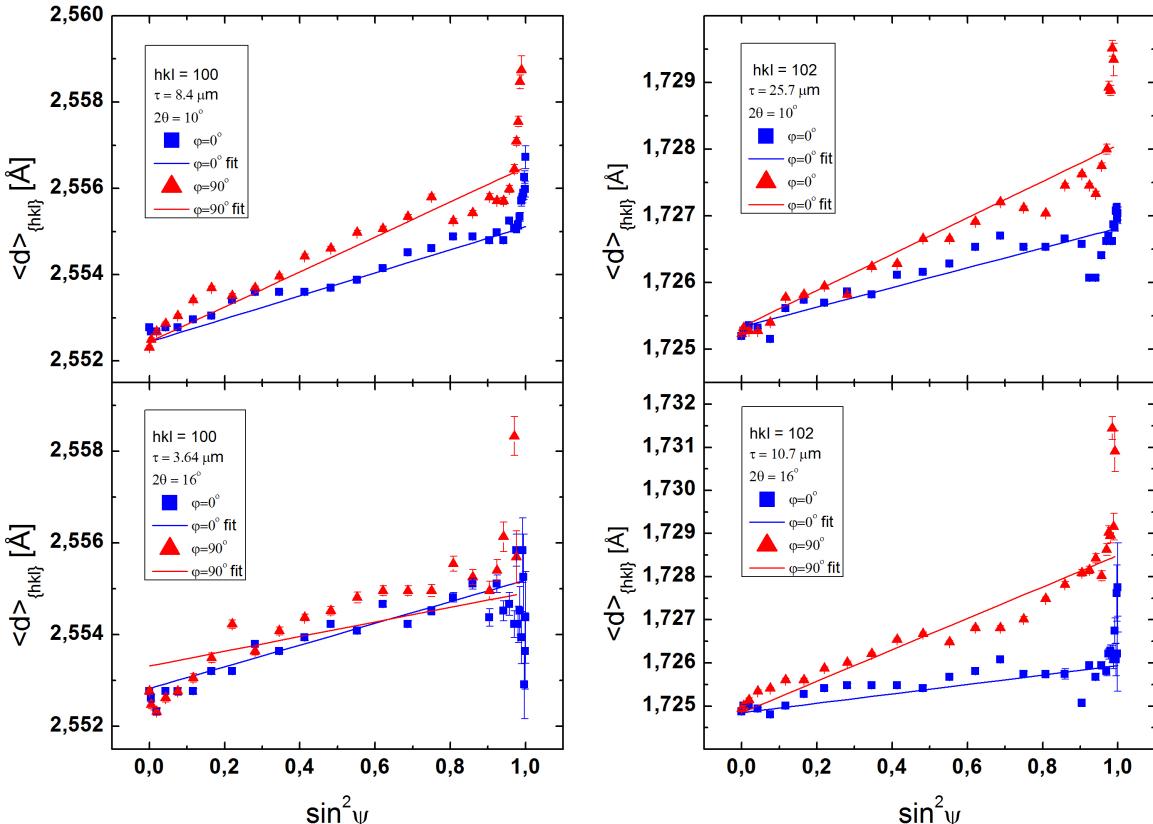
Rysunek 4.11: Wartości parametru c/a wyznaczone dla równych głębokości w próbce tytanowej 1a.

Wartości średnie parametru c/a otrzymane metodą MWMGIXD są zgodne zarówno z wartością uzyskaną przez Wooda jak i z wynikami uzyskanymi na podstawie danych z dyfraktometru metodą MGIXD. Podobnie jak dla próbki wolframowej, punkty pochodzące z małych głębokości τ prezentują największe rozbieżności. Fakt ten może być związany z mniejszą liczbą dostępnych refleksów hkl użytych do obliczeń dla tych punktów. Na poniższych wykresach (rys. 4.12, 4.13) przedstawiono zmierzone odległości międzypłaszczyznowe $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z liniowym dopasowaniem metodą standardową dla dwóch wybranych refleksów. Dla porównania na rys. 4.14 oraz 4.15 zaprezentowano wyniki pomiarów przeliczone na stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z dopasowaniem metodą wielo-refleksową. Wyniki przedstawiono dla trzech wybranych głębokości wnikania τ dla próbek przed (rys. 4.14) i po rozciąganiu (rys. 4.15).

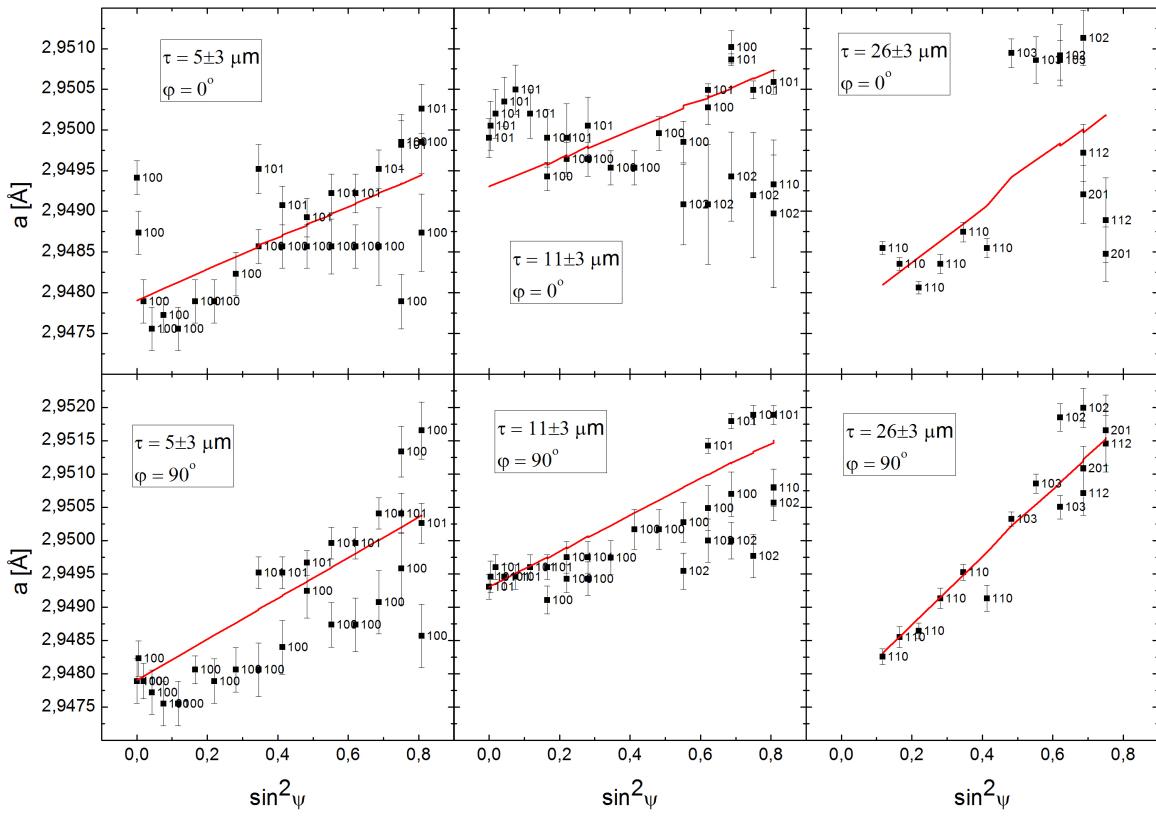
Punkty na rys. 4.12, 4.13, gdzie przedstawiono dopasowania wykresów $\langle d \rangle_{hkl}$ od $\sin^2\psi$ dla metody standardowej, prezentują zależności liniowe. Jednakże na wykresach tych widać nieznaczne zafalowanie i odchylenia punktów od trendu liniowego. Jest to związane ze zmiennością (gradientem) naprężeń w zależności od głębokości wnikania τ . Jak wspomniano wcześniej, wpływ naprężeń rośnie wraz z kątem ψ , podczas gdy głębokość wnikania τ maleje. Punkty z końcowego zakresu ψ wykazują znaczne rozbieżności co wynika ze złej jakości pików w widmach dla tych kątów (widać to także w przypadku niepewności pomiarowych dla tych punktów). Punkty na rys. 4.14, 4.15 także prezentują liniowy trend z pewnymi rozbieżnościami. Wykresy dla małych głębokości wnikania τ posiadają więcej pików a także prezentują mniejsze rozbieżności punktów. Na rys. 4.14 można zobaczyć też lepszą jakość dopasowania dla kątów $\phi = 90^\circ$, co związane jest z geometrią próbki. Przekrój wiązki synchrotronowej ma geometrię prostokątną, zatem dla kąta $\phi = 0^\circ$ nie cała wiązka pada na próbce, czego rezultatem jest gorszy sygnał pomiaru.



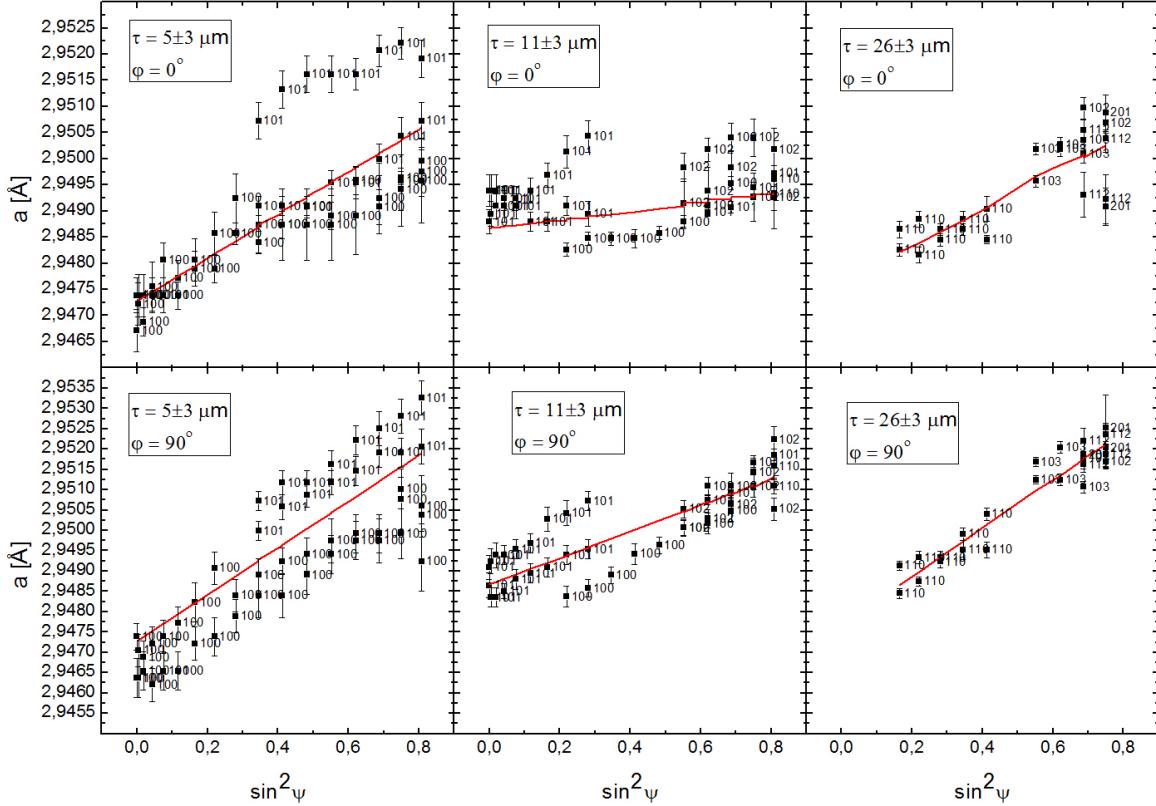
Rysunek 4.12: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową przed rozciąganiem.



Rysunek 4.13: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową po rozciąganiu.



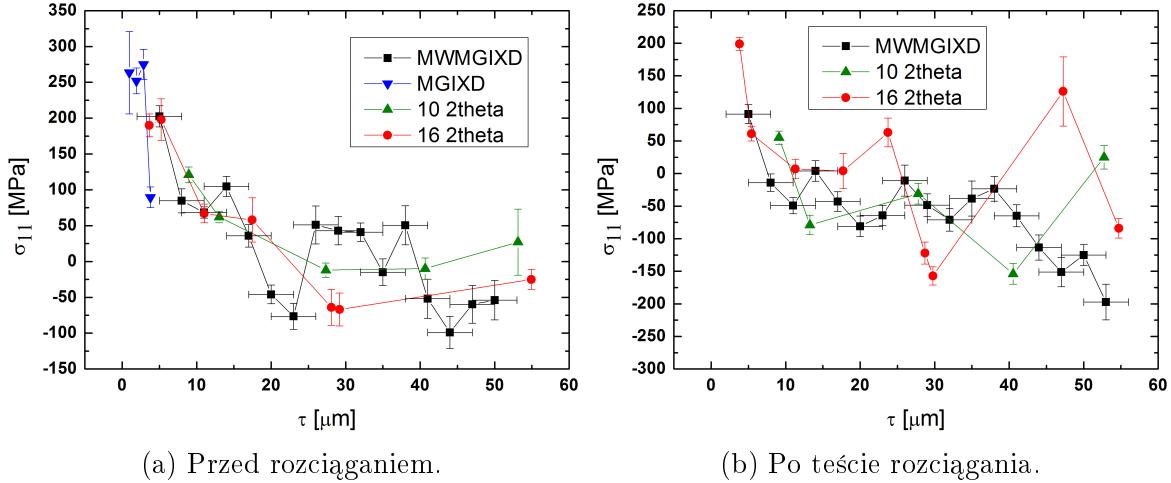
Rysunek 4.14: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 1a przed rozciąganiem.



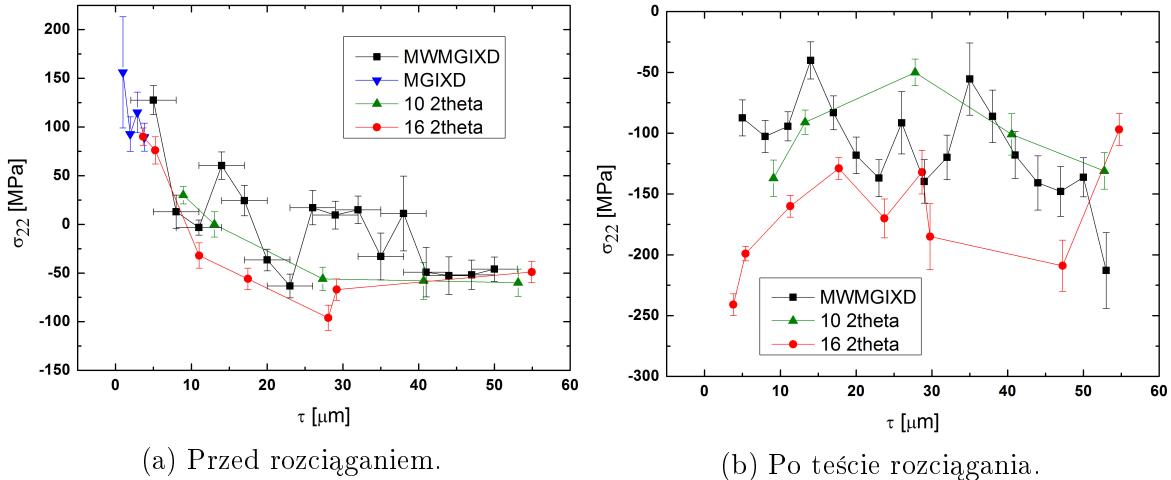
Rysunek 4.15: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 1a po rozciąganiu.

4.5 Próbka tytanowa 2a

Dla próbki tytanowej 2a (poddanej szlifowaniu), tak samo jak dla próbki 1a, do obliczeń naprężeń metodą wielo-refleksową piki posortowano względem stałego przyrostu głębokości $\Delta\tau = 6 \mu\text{m}$. Na poniższych wykresach (rys. 4.16, 4.17) zestawione są uzyskane profile naprężień σ_{11} oraz σ_{22} przed i po teście rozciągania jednoosiowego.



Rysunek 4.16: Profil naprężenia σ_{11} w głąb próbki tytanowej 2a.

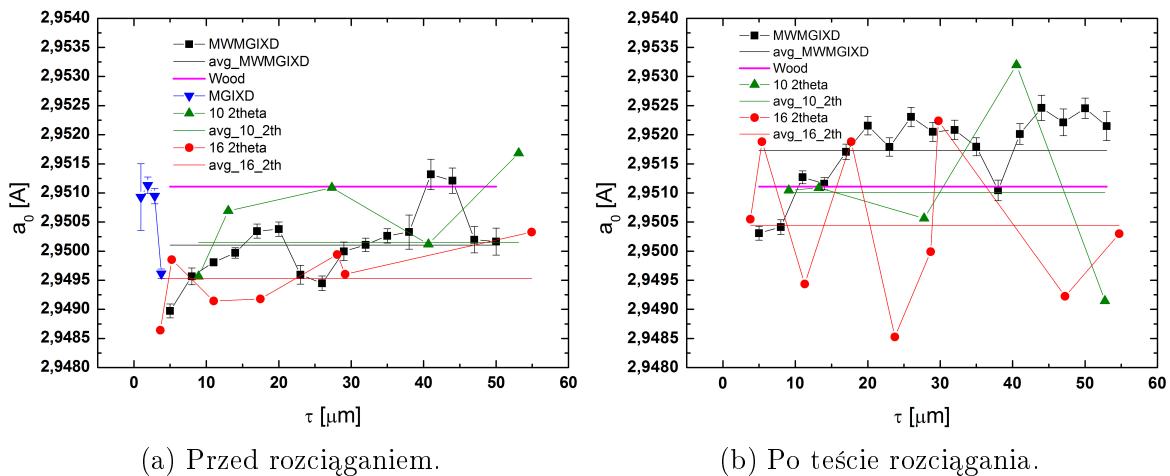


Rysunek 4.17: Profil naprężenia σ_{22} w głąb próbki tytanowej 2a.

Uzyskane wartości σ_{11} i σ_{22} dla próbki 2a przed rozciąganiem wskazują na istnienie wysokich naprężzeń rozciągających przy powierzchni próbki. Relaksują one silnie i schodzą poniżej zera do naprężzeń ściskających w głębszym obszarze próbki. Uzyskane profile są zgodne ze spodziewanym wynikiem obróbki powierzchniowej, wykonanej za pomocą koła szlifierskiego z materiału Al_2O_3 której celem było wytworzenie dużego gradientu naprężzeń rozciągających. Wyniki naprężzeń zarówno σ_{11} jak i σ_{22} na rys. 4.16a i 4.17a uzyskane obiema metodami są zgodne z wynikami metody MGIXD otrzymanymi na dyfraktometrze rentgenowskim. Profile naprężzeń przed rozciąganiem otrzymane metodą wielo-refleksową dobrze pokrywają się z wynikami uzyskanymi metodą standardową, jednakże posiadają (podobnie jak w przypadku próbki 1a) zmienność w okolicy $\tau = 40 \mu\text{m}$. Ta rozbieżność wyników może wynikać z faktu, że piki wykorzystane do obliczeń naprężzeń metodą standardową pochodzą z szerokiego zakresu τ co powoduje, że wynikowe

wartości naprężeń są uśrednione po szerokim obszarze głębokości. Zatem metoda standardowa jest mniej czuła na lokalne zmiany wartości naprężień. Warto zauważyć, że naprężenia otrzymane metodą MWMGIXD w okolicy $\tau = 40 \mu\text{m}$ posiadają większe słupki niepewności. Jest to uzasadnione, ponieważ piki wykorzystane do obliczeń takich punktów prezentują dużą rozbieżność wartości naprężień (prawdopodobnie występuje tam silny lokalny gradient naprężień). Próbka tytanowa 2a w teście rozciągania jednoosiowego została rozciągnięta poza zakres elastyczny, dlatego widoczna jest znaczna zmiana zarówno co do profilu jak i wartości naprężień. Wskutek procesu odkształcenia plastycznego próbki zaobserwowano widoczną relaksację obu składowych naprężień rozciągających w pobliżu powierzchni próbki, tzn dla $\tau < 10 \mu\text{m}$ (przy czym wartości σ_{22} zmieniły się z dodatnich na ujemne). Natomiast dla większych głębokości ($\tau > 10 \mu\text{m}$) występujące w próbce naprężenia ściskające praktycznie nie zmieniły się. Zaobserwowane zmiany stanu naprężień są efektem niejednorodności materiału w warstwie powierzchniowej oraz superpozycji naprężień własnych i tych przyłożonych do próbki. Ponadto, deformacji plastycznej materiału towarzyszy wzrost defektów oraz dyslokacji struktury krystalicznej. Defekty te wpływają na jakość pomiarów dyfrakcyjnych co widać na rys. 4.16b i 4.17b. Profile naprężień po rozciąganiu uzyskane metodą standardową wykazują znaczną rozbieżność względem wyników MWMGIXD.

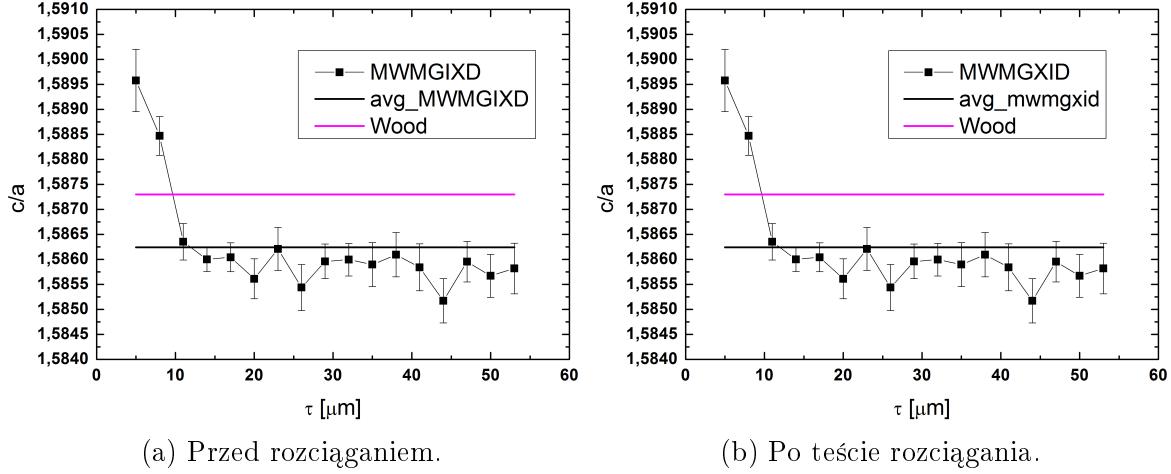
Na rys. poniżej 4.18 przedstawiono uzyskane wartości stałej sieci a_0 towarzyszące wyznaczonym naprężeniom.



Rysunek 4.18: Wartości stałej sieci a_0 wyznaczone dla różnych głębokości w próbce tytanowej 2a.

Wartości stałej sieci a_0 przed rozciąganiem uzyskane metodami MWMGIXD oraz standardową są sobie bliskie, jednakże wykazują nieznaczna rozbieżność względem wyników MGIXD, które uzyskały wartości zbliżone do wartości literaturowej (Wood [17]). Rezultaty obu metod na rys. 4.18b po rozciąganiu wykazują umiarkowane rozbieżności, przy czym metoda standardowa przedstawia największe różnice uzyskanych wartości. Rozbieżności te wynikać mogą z gorszego stosunku sygnału do szumu pomiarów ze względu na wzrost defektów struktury krystalicznej po deformacji plastycznej materiału.

Na rys. 4.19 przedstawiono wyznaczone wartości parametru c/a .

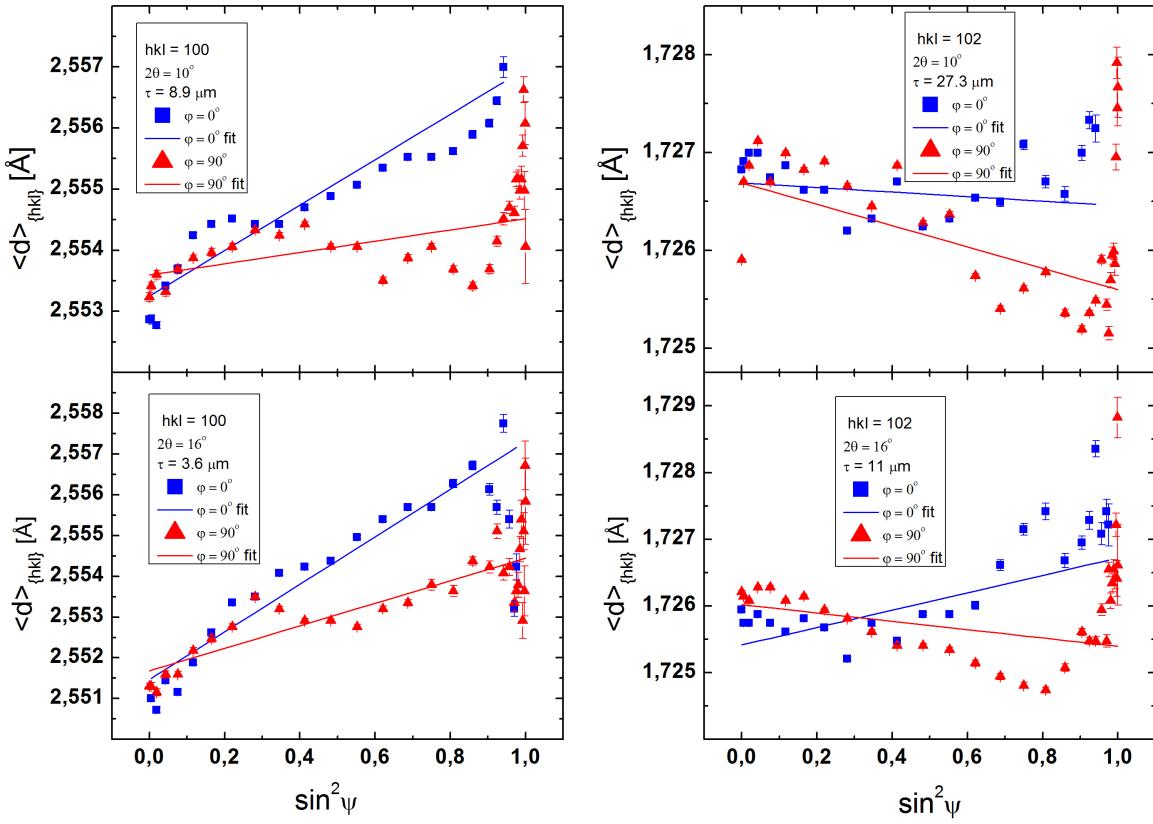


Rysunek 4.19: Wartości parametru c/a wyznaczone dla równych głębokości w próbce tytanowej 2a.

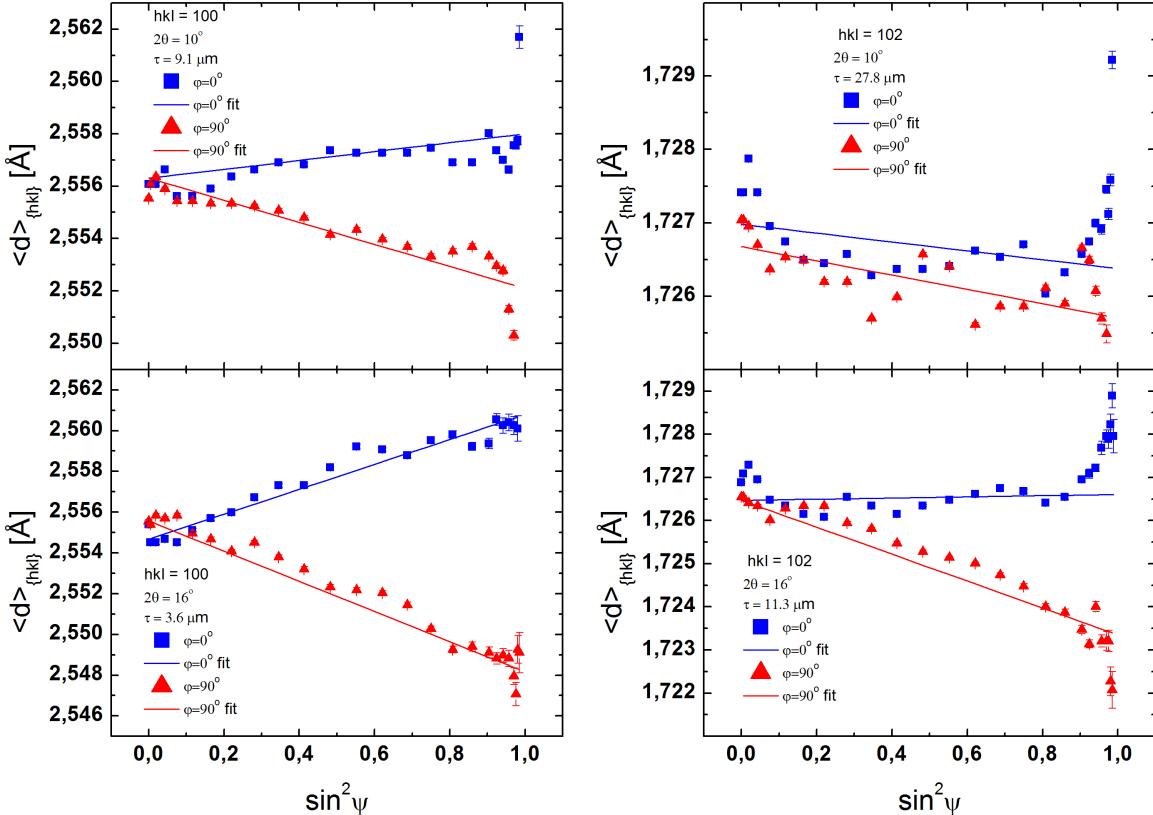
Na rys. 4.19a wyniki metody MGIXD dobrze pokrywają się z rezultatem Wooda [17] podczas gdy wyniki MWMGIXD wykazują 0.023% rozbieżności wartości średniej względem wartości Wooda [17]. Rezultaty dla próbki po rozciąganiu przedstawione na rys. 4.19b także prezentują pewną rozbieżność i uzyskana wartość średnia różni się o 0.036% względem wyniku Wooda. Wzrost rozbieżności wyników dla próbki po rozciąganiu związany jest z mniejszym natężeniem pików dyfrakcyjnych ze względu na wprowadzone defekty struktury krystalicznej.

Na poniższych rys. 4.20 oraz 4.21 przedstawiono zmierzone odległości międzypłaszczyznowe $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z liniowym dopasowaniem metodą standardową dla dwóch wybranych refleksów. Dla porównania zaprezentowano także wyniki pomiarów przeliczone na stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z dopasowaniem metodą wielo-refleksową. Rezultaty przedstawiono dla trzech wybranych głębokości τ dla próbki 2a przed rozciąganiem (na rys. 4.22) oraz po rozciąganiu (na rys. 4.23).

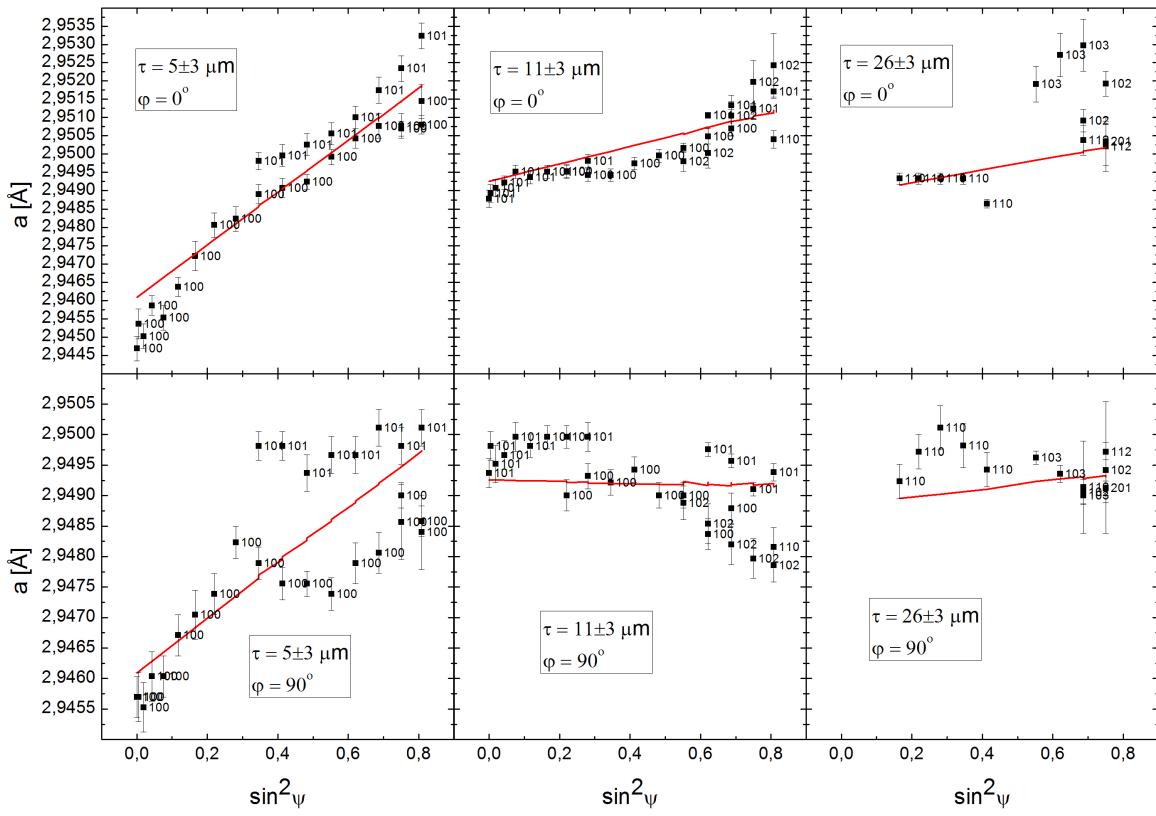
Na rys. 4.20 i 4.21 punkty układają się w linię prostą z lekkimi odchyleniami wynikającymi ze zmienności naprężeń w funkcji głębokości τ . Widać także znaczną zmianę trendu punktów w otoczeniu $\sin^2\psi = 1$, posiadającą one większe niepewności ze względu na niskie natężenia pików dla skrajnych kątów ψ . Zmiana nachyleń może być związana z wysokimi wartościami naprężeń w pobliżu $\tau = 0 \mu\text{m}$ skąd pochodzą piki dla wysokich kątów. Punkty dla refleksu $hkl = 102$ prezentują większe rozbieżności względem trendu liniowego, co związane jest z szerszym zakresem głębokości τ pików wchodzących do analizy. Na rys. 4.22 punkty eksperymentalne dobrze leżą na linii prostej. Wykresy dla głębokości $\tau = 5 \mu\text{m}$ posiadają dużą ilość pików i prezentują dopasowanie o wysokiej jakości, podczas gdy wykresy dla $\tau = 26 \mu\text{m}$ posiadają niewiele pików o większej rozbieżności względem dopasowania. Należy zaznaczyć, że na wykresie dla $\tau = 5 \mu\text{m}$ punkty pochodzą tylko od dwóch refleksów $hkl = 100, 101$ a wyznaczone parametry c/a oraz a_0 najbardziej odbiegają od wartości średniej. Punkty eksperymentalne na rys. 4.23 dla próbki po rozciąganiu wykazują większe niepewności, a także odchylenia od dopasowania, w szczególności dla $\tau = 5 \mu\text{m}$, $\phi = 0^\circ$ piki nie prezentują żadnej tendencji zatem wynik obarczony jest dużą niepewnością i można go uznać za nieakceptowalny. Na tym wykresie widać także, że pomiary dla $\phi = 90^\circ$ prezentują lepszą jakość dopasowania co związane jest z geometrią wiązki synchrotronowej oraz próbki.



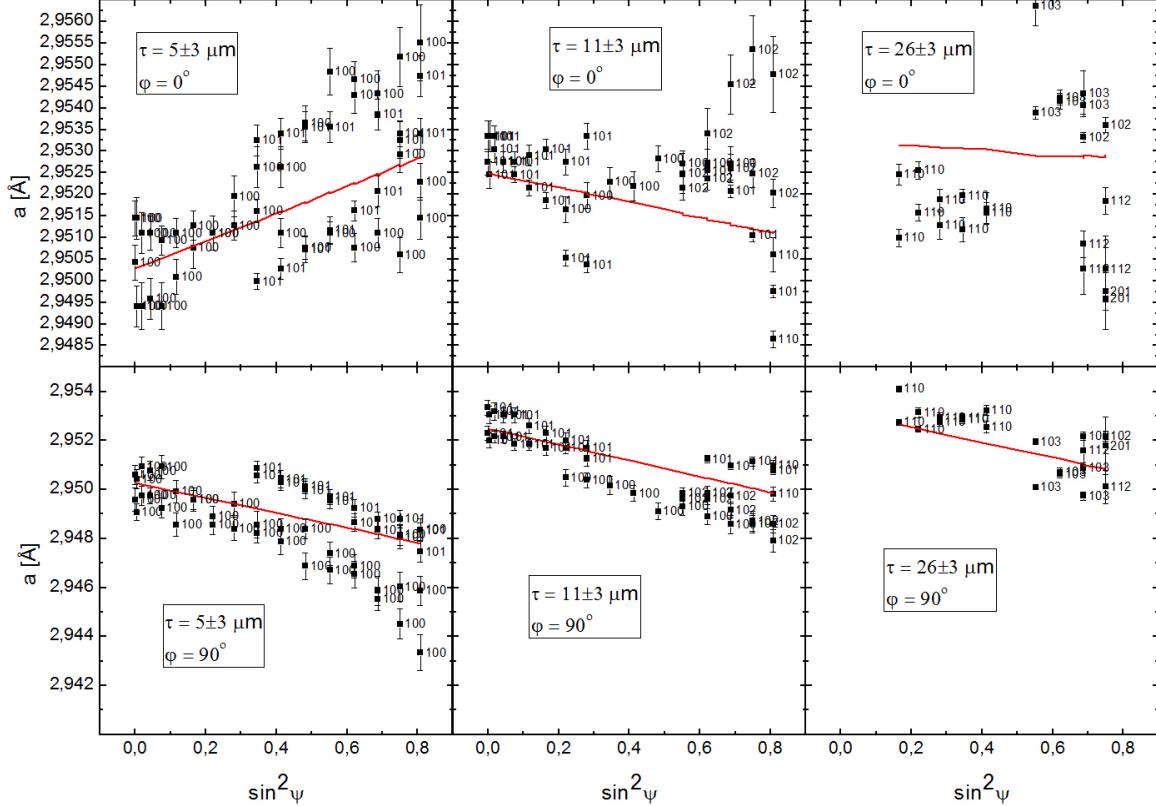
Rysunek 4.20: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową przed rozciąganiem.



Rysunek 4.21: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową po rozciąganiu.



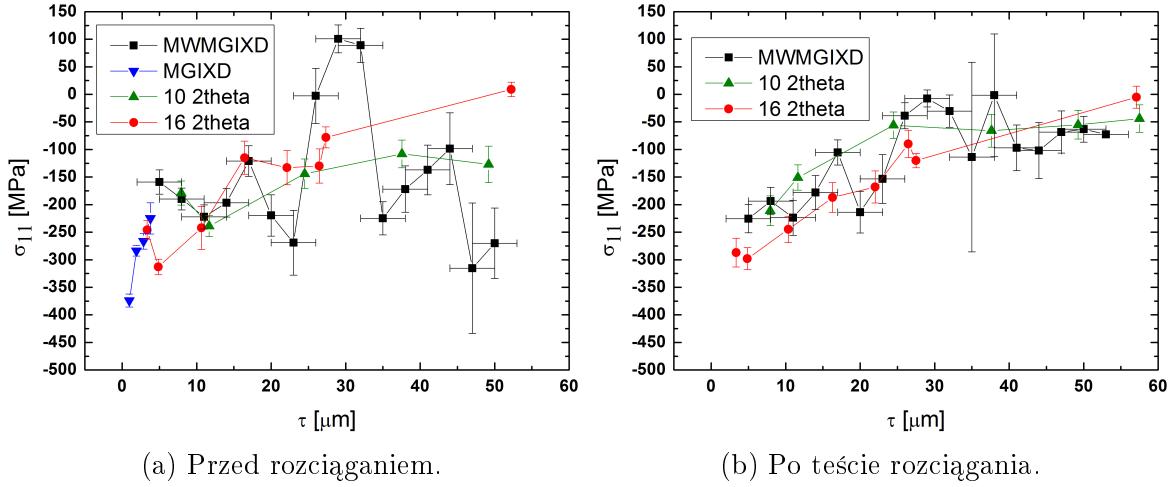
Rysunek 4.22: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 2a przed rozciąganiem.



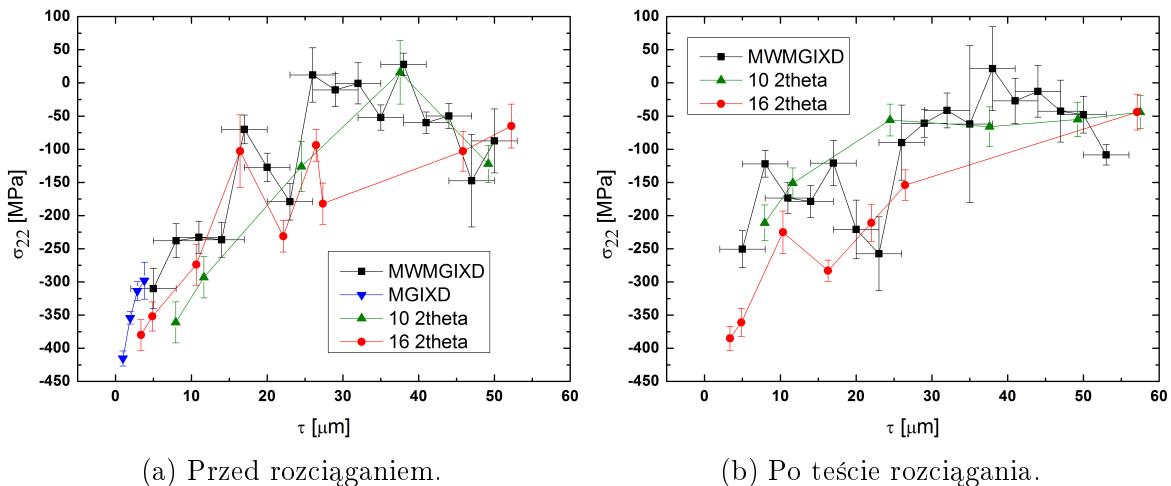
Rysunek 4.23: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 2a po rozciąganiu.

4.6 Próbka tytanowa 5A

Dla próbki tytanowej 5A, poddanej polerowaniu, do obliczeń naprężeń metodą wielo-refleksową pik posortowano względem stałego przyrostu głębokości wnikania $\Delta\tau = 6 \mu\text{m}$. Na poniższych rys. 4.24, 4.25 zestawione są uzyskane profile naprężeń σ_{11} oraz σ_{22} przed i po teście rozciągania jednoosiowego.



Rysunek 4.24: Profil naprężień σ_{11} w głąb próbki tytanowej 5A.

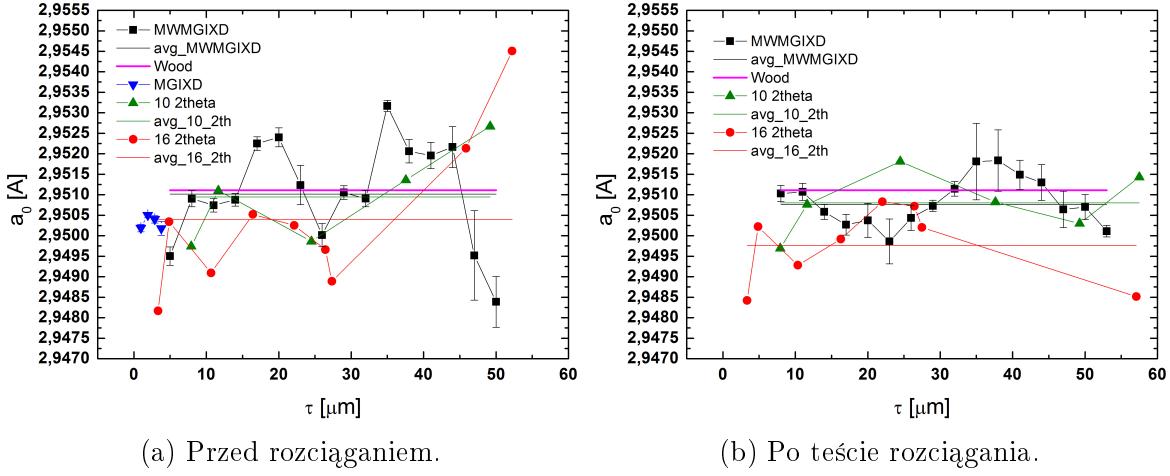


Rysunek 4.25: Profil naprężień σ_{22} w głąb próbki tytanowej 5A.

Wyniki MGIXD przedstawione na rys. 4.25a są zgodne z wynikami synchrotronowymi i stanowią kontynuację profilu naprężień podczas gdy na rys. 4.24a rezultaty te są od siebie nieznacznie oddalone. Wyniki MWMGIXD prezentują większą zmienność niż wyniki uzyskane metodą standardową przy czym obie metody pokazały obecność dużego gradientu naprężień ściskających. Uzyskane rezultaty są zgodne z oczekiwaniem, ponieważ proces polerowania powinien wprowadzić przypowierzchniowy stan naprężień ściskających. Polerowanie przy użyciu papieru o grubych ziarnach prowadzi do deformacji plastycznej ścinając i rozciągając ziarna po powierzchni próbki. Deformacji plastycznej materiału o charakterze rozciągającym towarzyszy stan naprężień ściskających co związane jest ze zjawiskiem wzmacnienia odkształceniowego. Uzyskane wartości naprężeń po teście jednoosiowego rozciągania w dużej mierze pokrywają się

z wynikami przed rozciąganiem co oznacza, że materiał został rozciągnięty w zakresie elastycznym i po usunięciu obciążenia powrócił do swego stanu przed testem.

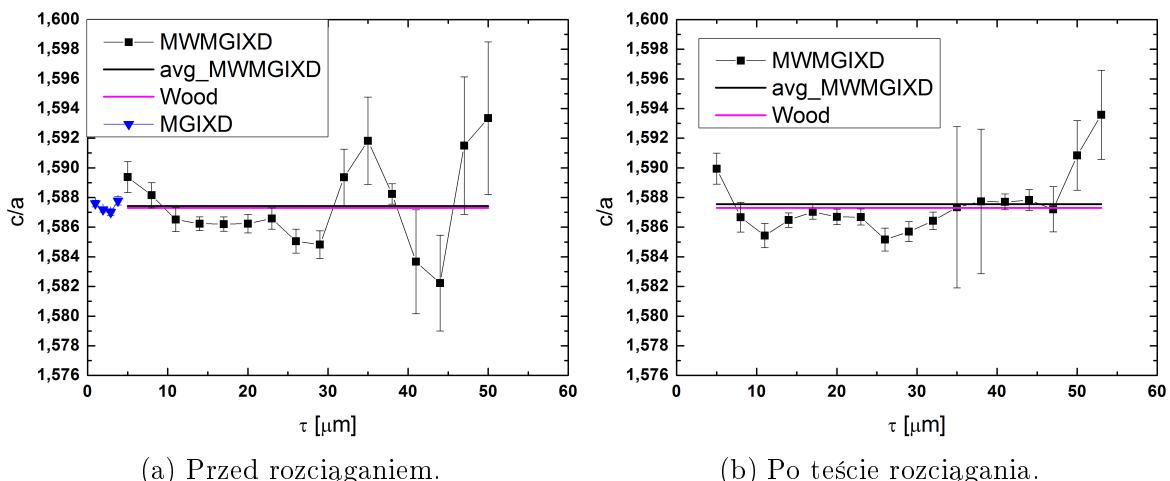
Na poniższym wykresie 4.26 przedstawiono uzyskane wartości stałej sieci a_0 towarzyszące wyznaczonym naprężeniom.



Rysunek 4.26: Wartości stałej sieci a_0 wyznaczone dla różnych głębokości w próbce tytanowej 5A.

Uzyskane wartości stałej sieci na rys. 4.26a są sobie bliskie co do wartości średniej. Średnia uzyskana metodą wielo-refleksową praktycznie pokrywa się z wartością otrzymaną przez Wooda [17]. Wyniki po teście rozciągania na wykresie 4.26b także leżą blisko siebie oraz nie odbiegają od rezultatu Wooda [17]. Jedynie w przypadku pomiaru metodą standardową dla kąta 2θ wyznaczone wartości a_0 są znacznie mniejsze od pozostałych. Wyniki MWMGIXD stałej a_0 po rozciąganiu, podobnie jak naprężenia, wykazują tendencję wzrostową co sugeruje pewną korelację wyznaczonych naprężień oraz wartości a_0 oraz prawdopodobnie obecność składowej σ_{33} dla większych głębokości.

Na poniższym rys. 4.27 przedstawiono uzyskane wartości parametru c/a .

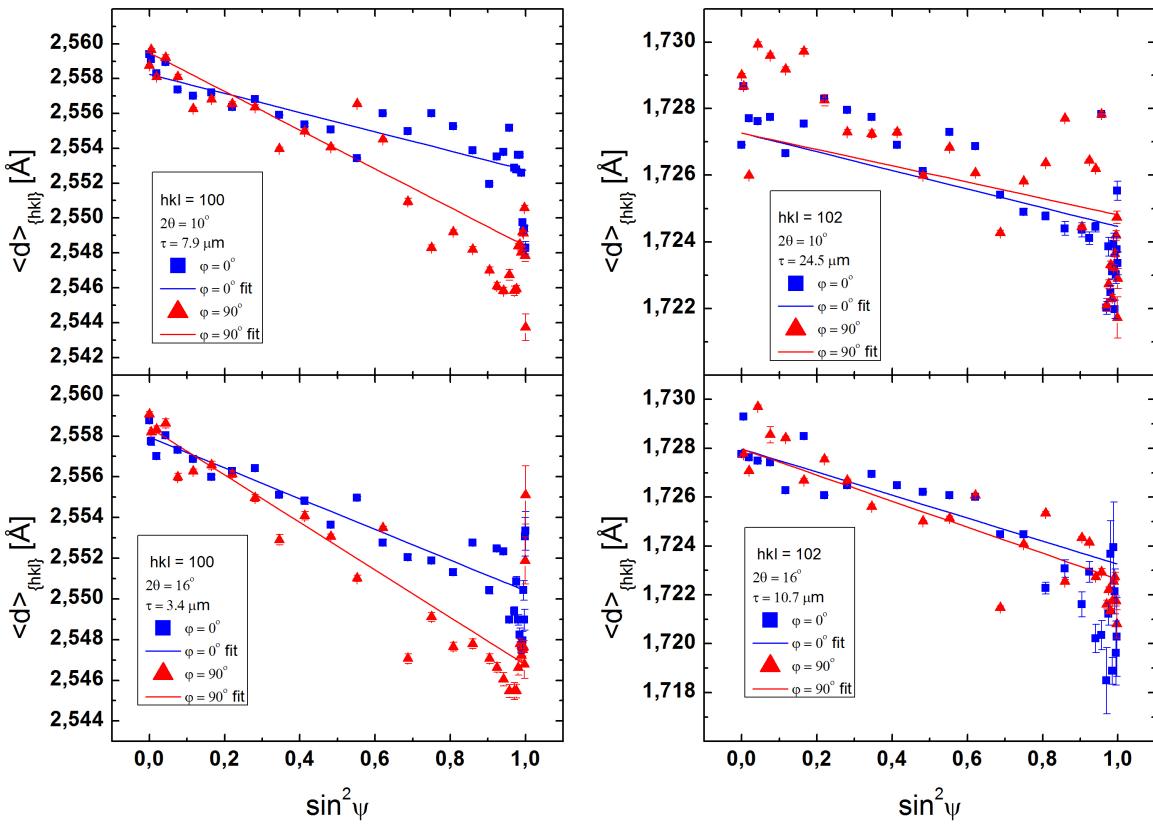


Rysunek 4.27: Wartości parametru c/a wyznaczone dla różnych głębokości w próbce tytanowej 5A.

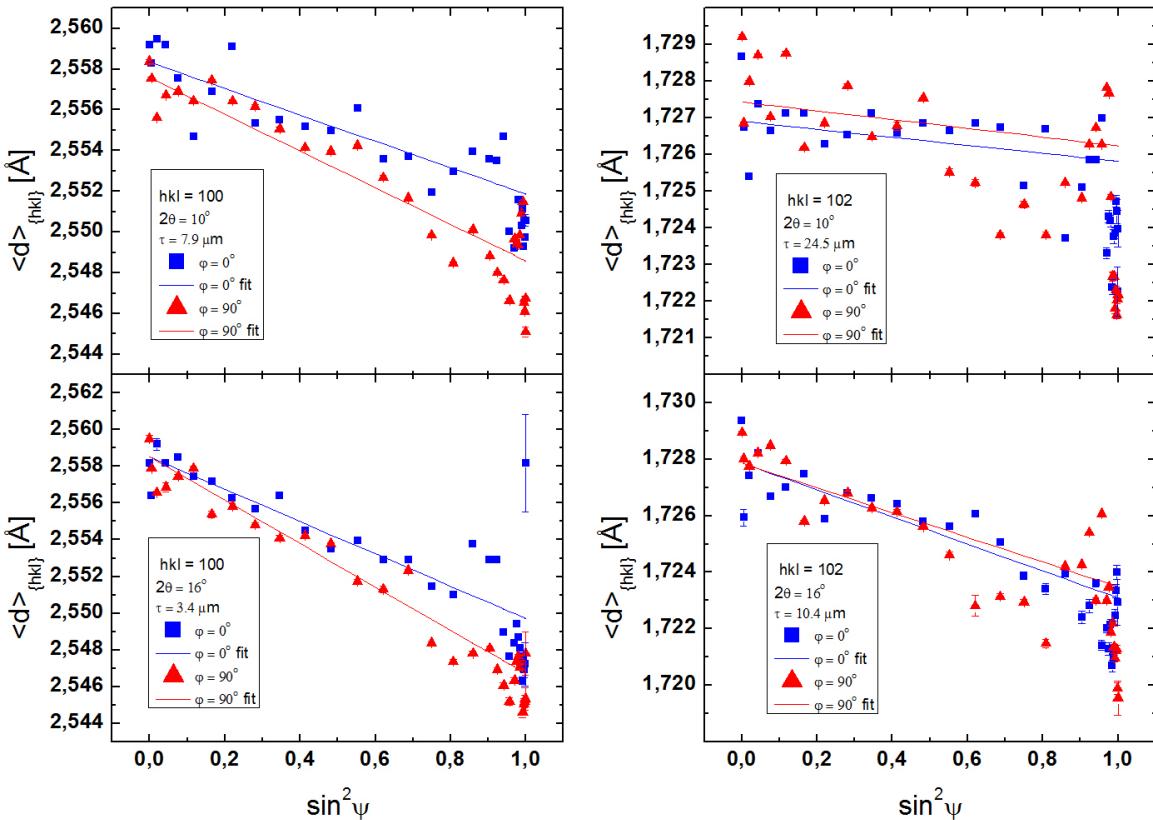
Wartości parametru c/a uzyskane metodą MGIXD i przedstawione na rys. 4.27a dobrze zgadzają się z wartością średnią rezultatów metody wielo-refleksowej oraz wyniku Wooda [17]. Na obu wykresach wyniki MWMGIXD co do wartości średniej są bardzo bliskie wartości Wooda [17], jednakże należy zwrócić uwagę na skalę wykresu, która jest większa w stosunku do wykresów dla poprzednich próbek ze względu na końcowe punkty o dużej rozbieżności oraz niepewności. Na wykresie 4.27b widać dwa punkty o bardzo dużych słupkach niepewności ($\tau = 35, 38 \mu\text{m}$), które widoczne są także na wykresach 4.24b, 4.25b. Punkty te, co do wartości nie odstają od pozostałych, jednakże duże niepewności świadczą o znacznej rozbieżności pików wchodzących w skład obliczeń i o niskiej jakości uzyskanych dopasowań.

Na poniższych rys. 4.28, 4.29 przedstawiono zmierzone odległości międzypłaszczyznowe $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z liniowym dopasowaniem metodą standardową dla dwóch wybranych refleksów. Dla porównania zaprezentowano także wyniki pomiarów przeliczone na stałe sieci a w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z dopasowaniem metodą wielo-refleksową. Rezultaty przedstawiono dla trzech wybranych głębokości τ dla próbki 5A przed rozciąganiem (na rys. 4.30) oraz po rozciąganiu (na rys. 4.31).

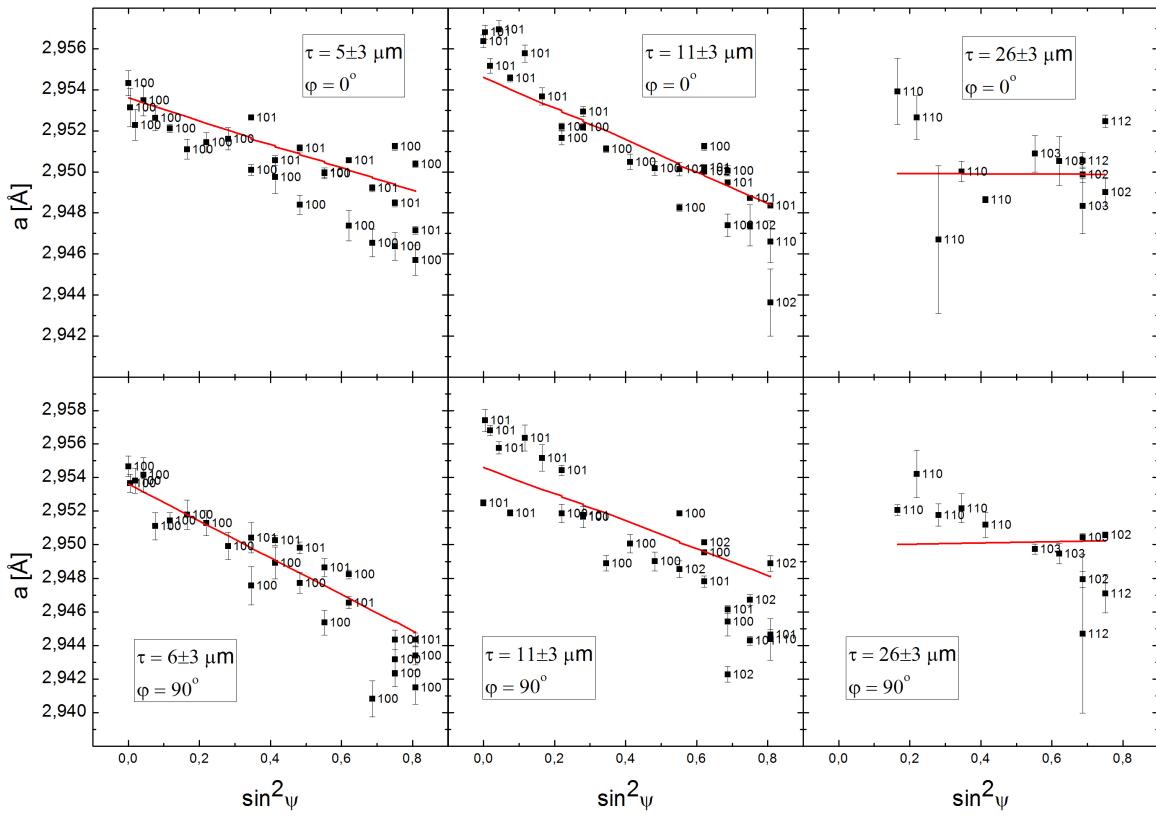
Punkty przedstawione na rys. 4.28 i 4.29 układają się w linię prostą z odchyleniami wynikającymi ze zmienności naprężeń w funkcji głębokości τ . Widać także znaczną rozbieżność punktów w otoczeniu $\sin^2\psi = 1$, dodatkowo posiadają one większe niepewności ze względu na niskie natężenia pików dla skrajnych kątów ψ . Rys. 4.22 dla głębokości $\tau = 5 \mu\text{m}$ i $\tau = 11 \mu\text{m}$ prezentują dobre dopasowanie krzywej teoretycznej do punktów pomiarowych, podczas gdy na wykresach dla $\tau = 26 \mu\text{m}$ punkty prezentują większe rozbieżności względem krzywej teoretycznej. Co więcej, wykresy odpowiadające mniejszym głębokościom posiadają wiele punktów, które pochodzą z szerokiego zakresu kątów ψ , podczas gdy dla większej głębokości τ punktów jest mniej oraz układają się one na małym zakresie kątów ψ co wprowadza większą niepewność dopasowania krzywej teoretycznej. Warto także zwrócić uwagę na liczbę refleksów hkl , która dla płytowych obszarów jest niewielka natomiast dla obszarów głębszych w skład dopasowania wchodzi wiele różnych refleksów hkl .



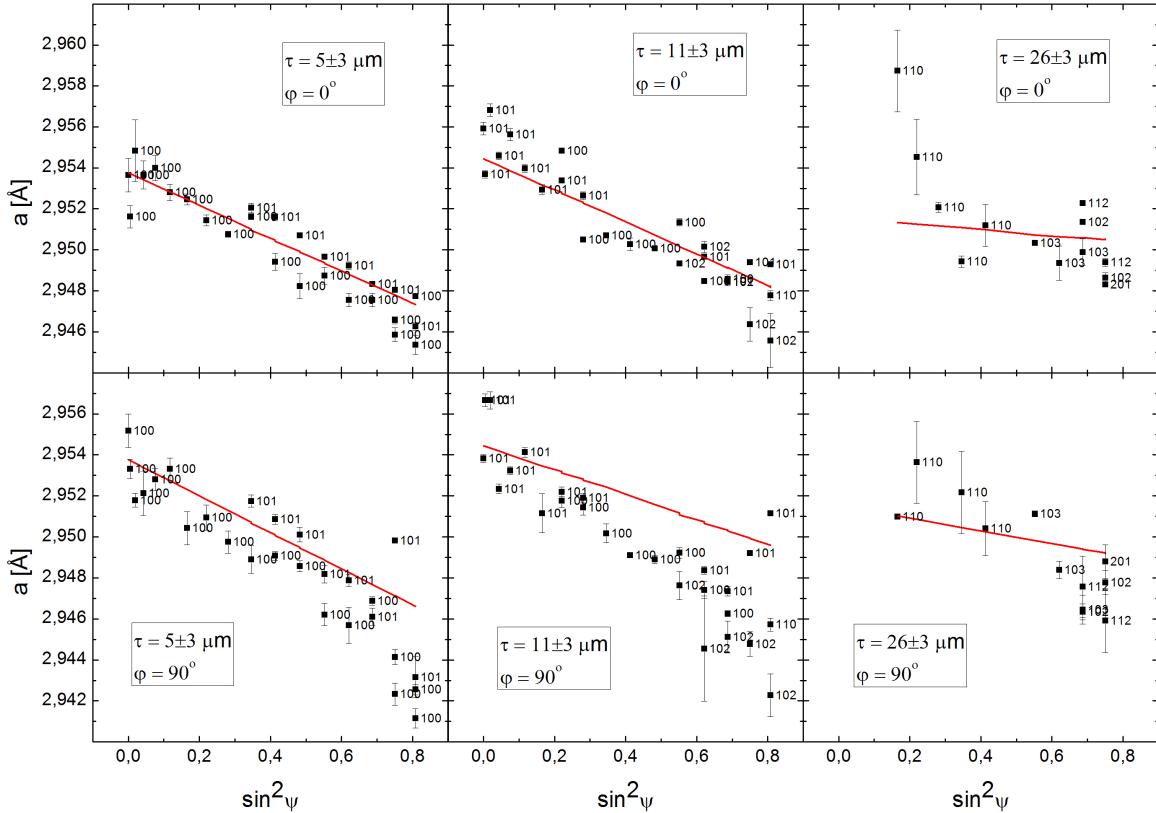
Rysunek 4.28: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową przed rozciąganiem.



Rysunek 4.29: Zmierzone odległości $\langle d \rangle_{hkl}$ w funkcji $\sin^2\psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą standardową po rozciąganiu.



Rysunek 4.30: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 5A przed rozciąganiem.



Rysunek 4.31: Zmierzone stałe sieci a w funkcji $\sin^2 \psi$ wraz z krzywą dopasowaną metodą wielo–refleksową (w kolorze czerwonym) dla próbki tytanowej 5A po rozciąganiu.

4.7 Porównanie wyników

Wszystkie mierzone próbki tytanowe pochodzą z tej samej blachy, zatem wartości parametrów a_0 oraz c/a nie powinny się różnić. Parametry te nie powinny się zmieniać pod wpływem wszelkich mechanicznych obróbek oraz testów wykonanych na próbkach. Porównano zatem uzyskane wartości tych parametrów między sobą oraz z rezultatami przedstawionymi przez Wooda [17]. Uzyskane metodą MWMGIXD wartości średnie parametrów a_0 i c/a wraz z odchyleniem standardowym oraz względną rozbieżnością względem rezultatów Wooda przedstawione są w poniższej tabeli 4.1. W tabeli 4.2 przedstawiono także analogiczne zestawienie dla wyników MGIXD.

Tablica 4.1: Uzyskane metodą MWMGIXD wartości średnie oraz odchylenia standardowe parametrów a_0 i c/a porównane z rezultatami Wooda[17] dla pomiarów próbek tytanowych przed i po rozciąganiu.

		Średnie a_0 [\AA]	Odchylenie standardowe [\AA]	Rozbieżność wzgl. Wooda [%]	Średnie c/a	Odchylenie standardowe	Rozbieżność wzgl. Wooda [%]
1a	przed	2.95039	0.00053	0.024	1.58744	0.00072	0.0048
	po	2.94997	0.00025	0.039	1.58779	0.00092	0.0166
2a	przed	2.95010	0.00059	0.034	1.58798	0.00088	0.0229
	po	2.95173	0.00066	0.021	1.58624	0.00110	0.0358
5A	przed	2.95107	0.00126	0.001	1.58742	0.00305	0.0041
	po	2.95076	0.00064	0.012	1.58756	0.00212	0.0087

Otrzymane wartości parametrów a_0 oraz c/a , zarówno dla MWMGIXD jak i MGIXD, pokrywają się z rezultatami Wooda [17] w żadnym wypadku nie przekraczając 0.04% względnego odchylenia od tych wartości. Wynik ten pokazuje, że metoda wielo-refleksowa nadaje się do jednoczesnego wyznaczania naprężeń, stałej sieci a_0 oraz parametru c/a dla materiałów o strukturze heksagonalnej.

Tablica 4.2: Uzyskane metodą MGIXD wartości średnie oraz odchylenia standardowe parametrów a_0 i c/a porównane z rezultatami Wooda[17] dla pomiarów próbek tytanowych przed rozciąganiem.

	Średnie a_0 [\AA]	Odchylenie standardowe [\AA]	Rozbieżność wzgl. Wooda [%]	Średnie c/a	Odchylenie standardowe	Rozbieżność wzgl. Wooda [%]
1a	2.95056	0.00006	0.019	1.58746	0.00004	0.0053
2a	2.95066	0.00061	0.015	1.58763	0.00035	0.0113
5A	2.95032	0.00014	0.027	1.58739	0.00031	0.0031

Rozdział 5

Podsumowanie

W zakresie pracy przeanalizowano synchrotronowe dane dyfrakcyjne badanych próbek i wyznaczono profile współczynników tensora naprężeń σ_{11} , σ_{22} oraz stałą sieci a_0 . Dodatkowo dla próbek tytanowych o strukturze heksagonalnej wyznaczono parametr c/a . Przeprowadzoną analizę wsparto pomiarami dyfrakcyjnymi przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego. Do obliczeń wykorzystano standardową metodę $\sin^2\psi$ oraz nową metodę wielo-refleksową.

Grupowanie pików z otrzymanych w pomiarach synchrotronowych danych jest jednym z niezbędnych kroków w celu wyznaczenia profilu naprężeń metodą wielo-refleksową. Zaobserwowano, że sposób sortowania pików wpływa na ilość pików w procedurze fitowania a w konsekwencji na rezultat metody wielo-refleksowej. W pracy zaprezentowano dwie metody grupowania pików dla metody wielo-refleksowej, które prowadzą do konsystentnych, nieznacznie odbiegających od siebie wyników. Wykazano także, że metoda wielo-refleksowa dobrze radzi sobie z materiałami o strukturze heksagonalnej i pozwala jednocześnie wyznaczyć profil przypowierzchniowych naprężeń, stałą sieci a_0 oraz współczynnik c/a . Co więcej, wysunięto hipotezę, że większa liczba różnych refleksów hkl prowadzi do lepszego wyznaczenia parametrów a_0 oraz c/a . Pokazano też, że w przypadku gdy w próbce występuje gradient naprężeń, metoda standardowa prowadzi do wyników obarczonych dużą niepewnością.

Bibliografia

- [1] V. Hauk, *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier, Amsterdam, 1997.
- [2] A. Baczański, *Stress field in polycrystalline materials studied using diffraction and self-consistent modelling*, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków, 2005.
- [3] K. Wierzbanowski, *Materiały do wykładu Rzeczywista Struktura Materiałów*, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków, 2014.
- [4] M. Marciszko, *Diffraction study of mechanical properties and residual stress resulting from surface processing of polycrystalline materials*, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2013.
- [5] <https://www.nist.gov/pml/x-ray-mass-attenuation-coefficients> (dostęp: 19.06.2017)
- [6] A. Reuss, *Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle*, Z. Angew. Math. Mech., vol. 9, 49, 1929.
- [7] W. Voigt, *Lehrbuch der Kristallphysik*, Leipzig, BG Teubner Verlag, 1928.
- [8] E. Kröner, *On the plastic deformation of polycrystals*, Acta Metall., vol. 9, 155, 1961.
- [9] T. Gnaupel-Herold, A. A. Creuziger, M. Iadicola, *A model for calculating diffraction elastic constants*, J. Appl. Cryst., 2012.
- [10] M. Marciszko, A. Baczański, C. Braham, M. Wróbel, W. Seiler, S. Wroński, K. Berent, *Analysis of stresses and crystal structure in the surface layer of hexagonal polycrystalline materials: a new methodology based on grazing incidence diffraction*, J. Appl. Cryst., 49, 85-102, 2016.
- [11] S. J. Skrzypek , A. Baczański, *Progress in X-ray diffraction of residual macro-stress determination related to surface layer gradients and anisotropy*, Advances in X-ray Analysis, vol. 44, 2001.
- [12] Ch. Genzel, I. A. Denks, J. Gibmeier, M. Klaus, G. Wagener, *The materials science synchrotron beamline EDDI for energy-dispersive diffraction analysis*, Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res., A 578, 23-33, 2007.
- [13] E. Łąkiewka, *Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich, elektronów i neutronów*, Uniwersytet Śląski, 2015.
- [14] C. M. Kube, *Elastic anisotropy of crystals*, AIP Advances, 6, 095209, 2016.
- [15] T. Ida, M. Ando, H. Toraya, *Extended pseudo-Voigt function for approximating the Voigt profile*, J. Appl. Cryst., 33, 1311-1316, 2000.

- [16] http://www-lrb.cea.fr/fullweb/winplotr/wpl_ins.htm (dostęp: 19.06.2017)
- [17] R. M. Wood, *The lattice constants of high purity alpha titanium*, Proc. Phys. Soc. 80, 783–786, 1962.
- [18] W. Reimers, A. R. Pyzalla, A. Schreyer, H. Clemens, *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science*, Wiley–VCH, 2008.

Załącznik A

Tablica A.1: Wskaźniki hkl wykorzystanych refleksów.

Wolfram $2\theta = 10^\circ$			Wolfram $2\theta = 16^\circ$			Tytan $2\theta = 10^\circ$			Tytan $2\theta = 16^\circ$		
h	k	l	h	k	l	h	k	l	h	k	l
1	1	0	1	1	0	1	0	0	1	0	0
2	0	0	2	0	0	1	0	1	1	0	1
2	1	1	2	1	1	1	0	2	1	0	2
2	2	0	2	2	0	1	1	0	1	0	3
3	1	0	3	1	0	1	1	2	1	1	2
3	2	1	2	2	2	2	0	1	2	0	1
			4	0	0	1	0	4	1	0	4
			3	3	2				2	0	3
			4	2	2				2	1	1
									1	1	4