

# Caracterización difractométrica rápida de texturas afiladas por modelación gaussiana

Luis Fuentes Cobas, Francisco Cruz Gandarilla, Juan García Rodríguez y Alberto Serra Jones  
Facultad de Física, Universidad de La Habana

## RESUMEN

---

Se propone una modificación al método de Harris para estimar la figura inversa de polos (FIP) correspondiente a la normal a la superficie de una muestra cuyo patrón de difracción ha sido tomado en la disposición de Bragg-Brentano. La modificación consiste en la modelación de la FIP como superposición de campanas gaussianas, ajustadas a la data experimental según un criterio de mínimos cuadrados. Se describen los programas de computadora con los cuales se ha sistematizado el procedimiento. Se presenta un ejemplo de aplicación del método.

## ABSTRACT

---

A modification to the Harris' Method of Inverse Pole Figure (IPF) estimation is proposed. IPF corresponding to the normal to sample surface in Bragg-Brentano configuration is considered. The propose modification consists of the representation of textures as a superposition of gauss-like surfaces, fitting the experimental data according to a least-squares algorithm. The associated computer programs are described. An application example is presented.

## INTRODUCCIÓN

---

El problema fundamental del análisis de texturas es la determinación de la Función de Distribución de Orientaciones (FDO) que caracteriza estadísticamente la estructura orientacional del policristal considerado. La solución de esta tarea, también llamada *Inversión de las Figuras de Polos*,

permite la predicción teórica y la optimización de las propiedades físicas de materiales texturados, los estudios fundamentales de transformaciones estructurales en aleaciones, cerámicas y semiconductores y la investigación geofísica de procesos de metamorfismo en rocas.

El método habitual de obtención de la FDO en los laboratorios de difracción de rayos X o neutrones consiste en la medición con un goniómetro de textura de las Figuras de Polos (FP) y el ulterior tratamiento computarizado de estas para calcular los coeficientes del desarrollo en armónicos esféricos generalizados de la FDO.

La realización completa de esta tarea puede tomar desde días hasta meses en dependencia, fundamentalmente, de la simetría de la muestra y de sus cristales.

La Figura Inversa de Polos (FIP) da una caracterización alternativa de la textura la cual contiene una información importante sobre la estructura del policristal. El promedio policristalino de propiedades físicas uniaxiales (módulo de Young por ejemplo) se obtiene directamente de la FIP asociada a la dirección de interés.

En texturas de fibras, la FIP es equivalente a la FDO. Normalmente la FIP se obtiene del mismo juego de coeficientes de la FDO calculados a partir de las FP.

En este trabajo se propone un método computarizado, rápido y sencillo, de estimar la FIP correspondiente a la normal a la superficie de la muestra a partir del patrón difractométrico obtenido por reflexión de los rayos-x o neutrones en dicha superficie. El método es válido si la textura está formada por la superposición de unas pocas componentes bien definidas.

La utilidad del método es máxima en texturas de fibras afiladas, donde se puede llegar a resolver el problema del análisis de textura en un tiempo de medición del orden de un 10 % del tiempo necesario para el método de medición de las FP. Además no es necesario el uso de un goniómetro de textura.

## FUNDAMENTACIÓN DEL MÉTODO, ALGORITMO Y PROGRAMAS

Sea un policristal cualquiera. La función de distribución de orientaciones  $f(g)$  está definida en el espacio  $G$  de las orientaciones de Euler, de modo que /1/:

$$\int_G f(g) dg = 1, \quad dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi \, d\phi_1 \, d\phi \, d\phi_2 \quad (1)$$

con

$$G: 0 \leq \phi_1, \phi_2 \leq 2\pi, \quad 0 \leq \phi \leq \pi \quad (2)$$

Si todas las cristalitas poseen igual forma y tamaño, entonces  $f(g)$  es la densidad de probabilidad para una cristalita de la muestra, de poseer la orientación  $g$ .

Si la distribución de orientaciones posee la llamada simetría de fibra, entonces  $f(g)$  resulta independiente del ángulo  $\phi_1$ . Para este caso, a partir de  $f(g)$  se obtiene /2/ como caracterización bidimensional de la textura a la Figura Inversa de Polo  $R(\vec{h})$  asociada al eje de simetría de fibra de la muestra. Por definición la FIP es la integral de  $f(g)$  por todas las orientaciones de  $G$  para las cuales la dirección cristalina  $\vec{h}$  es paralela a la dirección de muestra  $\vec{y}$ , con  $\vec{y}$  constante.  $R(\vec{h})$  da la densidad de probabilidad de que las diferentes direcciones cristalinas  $\vec{h}$  sean paralela a una dirección determinada en la muestra. En nuestro caso la dirección seleccionada es la del eje de fibra ( $\vec{y}=\vec{0}$ ).

Para texturas de fibra, el método habitual de determinar  $R(\vec{h})$  es a través de la medición de las figuras de polo  $\hat{P}_h(\theta, \phi)$  y la obtención a partir de esta de los coeficientes  $C_1^m$  del desarrollo en armónicos esféricos  $Y_1^m$  de la FIP. En fórmulas:

$$R(\vec{h}) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} C_1^m Y_1^m(\vec{h}) \quad (3)$$

Harris /3/ ha introducido un método rápido de estimar la FIP midiendo solamente los puntos correspondientes al eje de fibra de las figuras de polos. Este método propone para  $R$  evaluada en la dirección  $\vec{h}_i$  la aproximación:

$$R(\vec{h}_i) = \frac{\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)}{\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)_r} \bigg/ \sum_i \frac{\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)}{\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)_r} \Delta S_i \quad (4)$$

donde:

$\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)$  = intensidad del pico  $\vec{h}_i$  en la orientación  $\vec{y}=\vec{0}$ , con la muestra texturada.

$\hat{P}_{h_i}^{\vec{y}}(0)_r$  = intensidad correspondiente a la anterior, con la muestra sin textura.

$\Delta S_i$  = elemento de superficie de la esfera polar en el entorno de  $\vec{h}_i$ .

Empleando (4) es posible representar la FIP de manera aproximada, en tantos puntos como máximos de Bragg se determinen en un experimento de difracción simétrica por reflexión (disposición de Bragg-Brentano).

Conocida la FIP en un número limitado de puntos debe resolverse entonces el problema de encontrar la superficie  $R(\vec{h})$  que mejor represente la data experimental. Bunge /2/ propone el desarrollo en armónicos esféricos (3), donde es posible hallar los primeros coeficientes  $C_1^m$  a partir de los  $R(\vec{h}_i)$  conocidos.

Aquí sugerimos adoptar una tendencia actual empleada en el análisis de las llamadas *Texturas Fantasma*, consistente en representar la FIP mediante funciones modelo /4/, y buscar específicamente la superposición de superficies gaussianas que mejor se ajuste al conjunto de puntos  $R(\vec{h}_i)$  dados, según un algoritmo de mínimos cuadrados.

El algoritmo propuesto ha sido sistematizado con los programas MODEL y REDUC escritos en lenguajes MS-FORTRAN y BASIC-N88. Estos se ejecutan en microcomputadoras NEC PC-9801F con 256kB, el diagrama de bloques de MODEL se muestra en la figura 1. El esquema general de trabajo es como sigue: Se representa la figura inversa de polos mediante la superposición de un número limitado de campanas gaussianas cuyo solapamiento mutuo es despreciable. La expresión matemática de estas componentes es la siguiente:

$$Y(\vec{h}) = Y(\theta, \varphi) = Y_0 \exp(-B\beta^2) \quad (5)$$

donde  $Y_0$  es la intensidad y  $B$  se asocia al semiancho  $w$  según:

$$w = \sqrt{\frac{0.693}{B}}$$

$\beta$  es la distancia angular entre el punto de observación  $\vec{h}$  y el centro de la componente considerada.

La medición de intensidades  $\hat{P}_{\vec{h}_i}^+(0)$  en la muestra texturada y  $\hat{P}_{\vec{h}_i}^+(0)_r$  en una muestra aleatoria permite proponer para la FIP una función del tipo (5) (o una superposición de tales funciones) de modo que la superficie modelo se aproxime satisfactoriamente a todos los puntos examinados. Se exige que:

$$\sum_{i=1}^N \{ \ln(Y_i^{\text{exp}}/Y_0) + B\beta_i^2 \}^2 \quad (7)$$

sea un mínimo respecto de variaciones en  $Y_0$  y  $B$ . Aquí:

$$Y_i^{\text{exp}} = \hat{P}_{\vec{h}_i}^+(0) / \hat{P}_{\vec{h}_i}^+(0)_r \quad (8)$$

El programa MODEL resuelve esta tarea a partir de la colección de  $Y_i^{\text{exp}}$  dados por el experimento. Habiendo determinado los parámetros de las diferentes componentes de la textura, se efectúa la superposición para calcular la FIP resultante. Se halla el factor de discrepancia  $R$ :

$$R = \frac{\sum |Y_i^{\text{exp}} - Y_i^{\text{teo}}|}{\sum Y_i^{\text{exp}}} \cdot 100$$

y se le da al investigador la opción de afinar en el caso de gaussianas solapadas el ajuste mediante modificación iterativa de los parámetros de entrada. Una vez obtenida una coincidencia satisfactoria entre los datos experimentales y la modelación se norma la FIP y se grafica en el impresor.

MODEL y REDUC admiten simetrías cristalinas cúbicas, hexagonales y tetragonales. Han proporcionado resultados satisfactorios en texturas de mediana intensidad formada por la superposición de hasta 3 picos.

## APLICACIÓN

---

El método propuesto ha sido aplicado a textura de fibra de materiales con estructura cristalina cúbica, tetragonal y hexagonal. Los resultados han sido comparados con los obtenidos por el método habitual de las figuras de polos /5//6//7/ coincidiendo satisfactoriamente con estos en todos los casos de texturas afiladas. Como ilustración exponemos a continuación el caso del Zirconio presentado en /7/.

En esta referencia la muestra bajo estudio fue examinada por difracción neutrónica de tiempo de vuelo, midiéndose sus figuras de polos con el empleo de un goniómetro de textura. Siguiendo el método de Bunge se determinaron los coeficientes de textura  $C_1^m$  y de ahí se sintetizó la FIP, que se reproduce en la figura 2.

Para aplicar el método aquí propuesto se tomaron las intensidades difractadas asociadas al eje de fibra de la muestra texturada y se dividieron por las correspondientes a una muestra aleatoria. Los valores así obtenidos fueron ploteados en la proyección estereográfica del triángulo irreducible de la simetría hexagonal obtenido con el programa REDUC el cual se muestra en la figura 3. Dando estos datos al programa MODEL se obtuvo la figura 4. La semejanza de esta con la figura 2 es evidente.

El factor de discrepancia entre los datos experimentales y la función modelo de la figura 4 es  $R = 16 \%$ .

La presentación de esta aplicación vale como muestra de las posibilidades del método propuesto.

COMENZAR

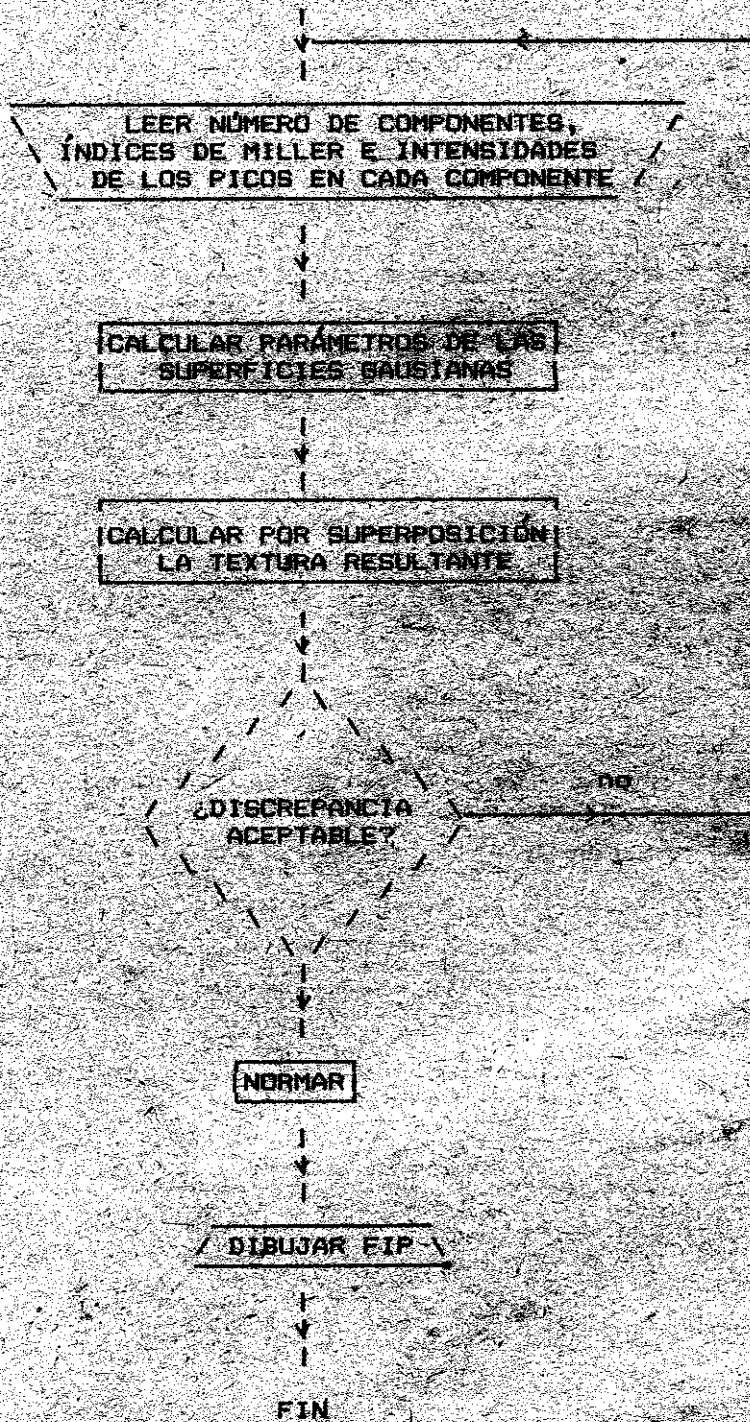


Diagrama de bloque del programa MODEL

Tabla de símbolos gráficos para la figura 2.

:	"MUY DEBIL"	DESDE	- .13	HASTA	.95
.	"DEBIL"	DESDE	.95	HASTA	2.03
:	"MEDIA"	DESDE	2.03	HASTA	3.11
/	"FUERTE"	DESDE	3.11	HASTA	4.19
X	"MAXIMA"	DESDE	4.19	HASTA	5.27

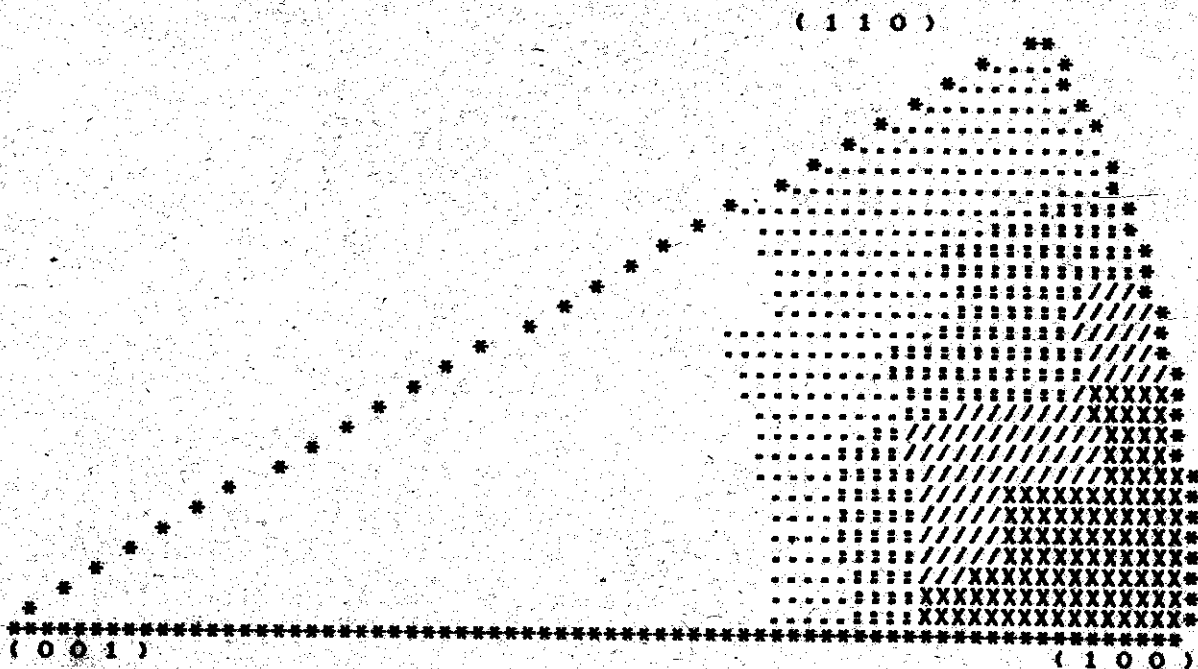


Figura 2. FIP obtenida según Bunge

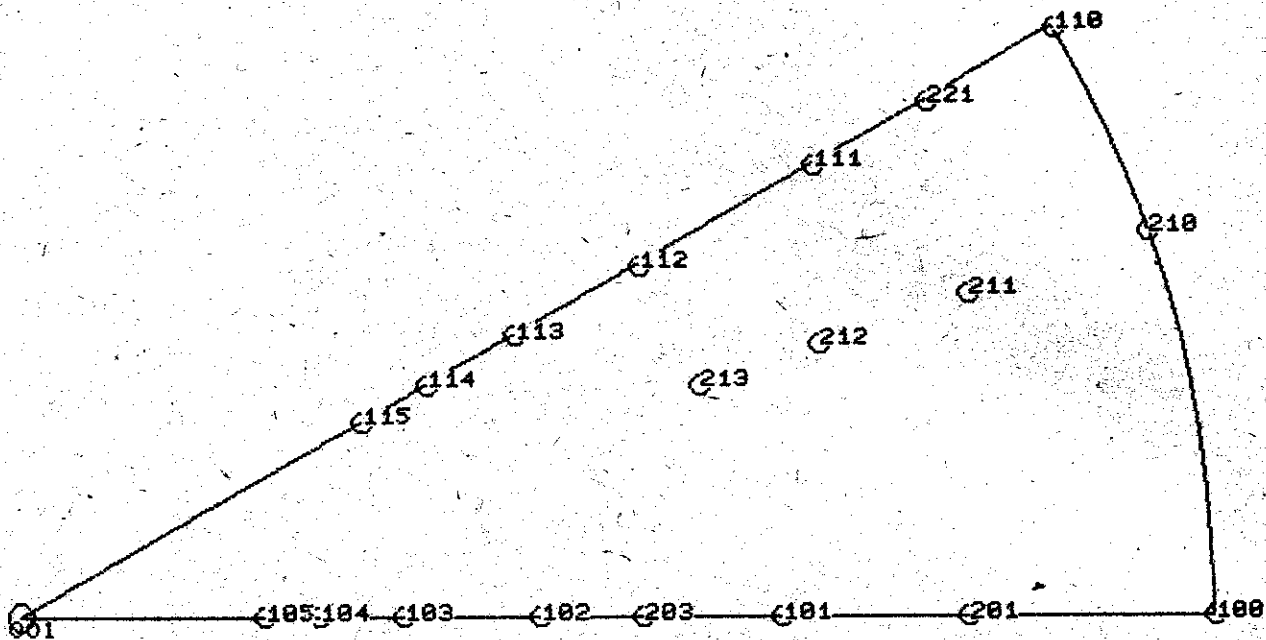


Figura 3. Zona irreducible para el sistema hexagonal obtenida con el programa REDUC

Tabla de símbolos gráficos para la figura 4.

:	"MUY DEBIL"	DESDE	.00	HASTA	.94
.	"DEBIL"	DESDE	.94	HASTA	1.88
:	"MEDIA"	DESDE	1.88	HASTA	2.82
/	"FUERTE"	DESDE	2.82	HASTA	3.76
X	"MAXIMA"	DESDE	3.76	HASTA	4.70

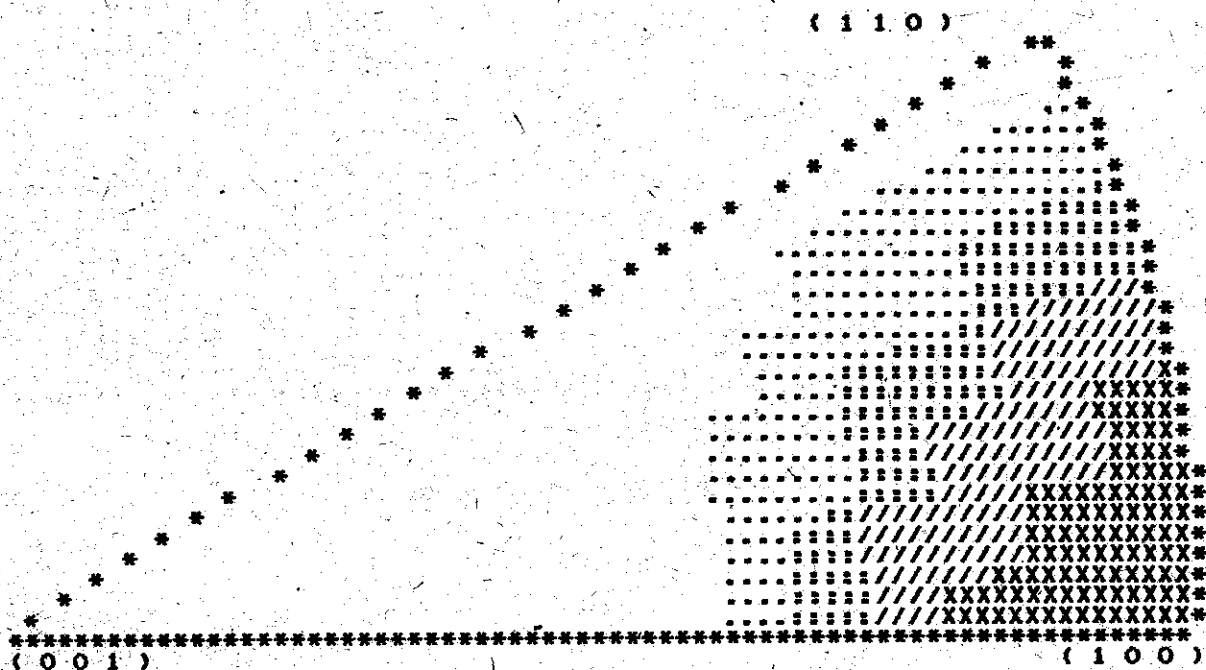


Figura 4. FIP obtenida con el programa MODEL



## BIBLIOGRAFÍA

---

- /1/ Matthies, S. y K. Melming  
Phys. Stat. Sol. (b) 113, 569 (1982).
- /2/ Bunge, H.J.  
Texture Analysis in Materials Science. p. 53. Ed. Butterworths  
(1969).
- /3/ Harris, G.B.  
Phil. Mag. 43, 113 (1952).
- /4/ Matties, S.  
Phys. Stat. Sol. (b) 112, 705 (1982).
- /5/ Fuentes, L.; K. Walthes; K. Felmann; L.P. Drechsler; E.N. Vlasova;  
V.I. Matorin y M. Betzl  
Crystal Res. & Technol. 20, 179 (1985).
- /6/ Walter, K. y J. Dörfel  
Investigation of Texture Formation for Body-Centred Cubic Metals /  
Model Calculations / P17-84-452. Communication of the Joint  
Institute for Nuclear Research. Dubna (1984).
- /7/ Feldmann, K.; M. Betzel; K. Walther y W. Matz  
Crystal Research and Technology 16, 1165 (1981).