

AUTOMATIZACION DE LAS MEDICIONES DE FIGURAS DE POLOS EN UN GONIOMETRO DE TEXTURA COMERCIAL TZ6

J.H. Espina¹ y F. Caleyó²

¹Laboratorio de Análisis Estructural, Instituto de Materiales y Reactivos, Facultad de Física, Universidad de La Habana, Cuba

²Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, México, D.F.

RESUMEN

Un Goniómetro de Textura comercial TZ6, destinado a la determinación de figuras de polos por difracción de rayos X, ha sido modificado para lograr una automatización completa de este equipo. Se diseñó una tarjeta interfase para computadoras personales y se desarrolló un programa encargado del control automático de la posición del portamuestra y de la adquisición de los conteos en el TZ6. Esta nueva configuración fue probada satisfactoriamente midiendo las figuras de polos {111}, {200} {220} y {113}, y calculando la Función de Distribución de Orientaciones en una muestra laminada 48 % Ni - 0.5 % Mn-Fe, cuya textura fue caracterizada previamente por difracción de neutrones. Las Funciones de Distribución de Orientaciones obtenidas a partir de estas dos experiencias resultaron muy similares, mostrando diferencias relativas menores que el 5 %.

ABSTRACT

A commercially available TZ6 texture goniometer, intended for pole figure determination by X-ray diffraction, has been modified in order to provide fully automated measurements. An electronic interface card and a dedicated software were developed for their use in a personal computer, to make possible the automatic control of the cradle position and to improve counts acquisition in the TZ6. This new configuration of the TZ6 was successfully tested by measuring the {111}, {200}, {220} and {113} pole figures and by calculating the orientation distribution function of a cold rolled 48 % Ni - 0.5 % Mn-Fe sample for which the texture had already been characterized by neutron diffraction. The calculated orientation distribution functions from X-ray and neutron diffraction were largely similar showing differences less than 5 %.

INTRODUCCION

La mayoría de los análisis cuantitativos de textura son llevados a cabo mediante la difracción de rayos X o neutrones, y se basan en la determinación de la función de densidad de distribución de polos conocida como figuras de polos (FPs). A partir de estos datos, se calcula la Función de Distribución de Orientaciones (ODF) para obtener una descripción cuantitativa completa de la textura de los materiales policristalinos [1]. La determinación de las FPs se realiza registrando la distribución espacial de intensidades que resulta de la difracción en una familia de planos {hkl}. Para obtener una FP, se utiliza un difractómetro equipado con un goniómetro donde se encuentra el portamuestras conocido como cuna de Euler. El propósito de este artículo es presentar la automatización de un goniómetro de textura comercial TZ6 utilizando una computadora personal (PC) como elemento de control central. Como resultado del presente trabajo se ha logrado

la automatización completa de las mediciones de FPs por difracción de rayos X cuando se utiliza el método de reflexión [1].

MODIFICACIONES DEL TZ6

Como la Figura 1 muestra, la configuración básica del TZ6 se compone de: (i) un bloque de radiación (RB) el cual incluye el tubo de rayos X (Co ó Cu) y una fuente de alto voltaje capaz de suministrar 30 mA a 30 kV ; (ii) el goniómetro (G) donde se encuentra la cuna de Euler (C) y (iii) el bloque de detección (DB) que incluye un detector de centelleo seguido por un sistema analizador para la conformación y discriminación de pulsos. Todos los movimientos angulares (polar $[\chi]$, azimutal $[\varphi]$ y movimientos de integración) del TZ6 son ejecutados por tres motores de pasos de reluctancia variable y una sección [2], [3]. La exactitud de la posición en los ejes χ y φ es de 0.02° en operación de un solo paso.

Como parte del presente trabajo se diseñó y se construyeron las tarjetas de excitación unipolar (MD, Figura 1) encargadas de manejar las corrientes de trabajo de los motores de pasos, así como una tarjeta interfase para PC (IC, Figura 1) destinada al control de la posición de la cuna de Euler a través de un control a lazo abierto con frecuencia de trabajo constante [2], [3]. La tarjeta IC es usada también en el conteo de los pulsos provenientes del bloque de detección. Estos pulsos (con niveles lógicos TTL) son introducidos a un contador digital, que forma parte de la tarjeta IC, capaz de registrar hasta 2^{32} eventos a una ocurrencia máxima de $2 \cdot 10^6 \text{ s}^{-1}$. Finalmente, se desarrolló un programa en lenguaje de programación C con una interfase a usuario gráfica, con el objetivo de controlar los elementos antes mencionados y así automatizar las mediciones de figuras de polos.

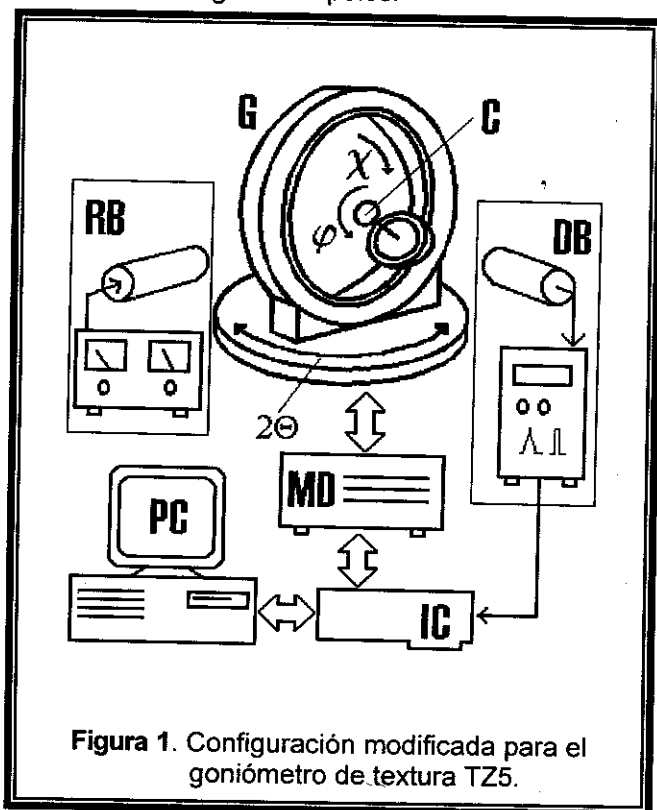


Figura 1. Configuración modificada para el goniómetro de textura TZ5.

Después de estas modificaciones el TZ6 brinda las siguientes posibilidades:

- Determinación de FP incompletas usando el método de reflexión.
- Medición y corrección de intensidades de fondo.
- Flexibilidad en los parámetros de medición, tales como: tiempo de conteo y posición de la cuna del portamuestras en todos los ejes.

Tabla 1. Condiciones para la determinación de FP por Rayos X, usando el TZ6 modificado, y por difracción de neutrones.

Experiencia	Rayos-X	Neutrones
Difractómetro	TZ6 modificado	6T1
Condiciones	Radiación $\text{CoK}\alpha_1$ 30 kV, 30 mA	$\lambda = 0.1155 \text{ nm}$
Tipo de FP	Incompleta	Completa
Rango angular FP	$\chi: 0.75^\circ \Delta\chi: 5^\circ$ $\varphi: 0-360^\circ \Delta\varphi: 5^\circ$	$\chi: 0.90^\circ \Delta\chi: 5^\circ$ $\varphi: 0-360^\circ \Delta\varphi: 5^\circ$
Muestra*	Lámina de $1 \text{ cm}^2 \times 0.02 \text{ cm}$	Cubo de 1 cm^3
Correcciones PF	Fondo + defocalización	Fondo

* Lámina de 340μ de espesor. Cortada, pulida mecánicamente y electropulida para difracción de rayos-X. Solo cortada y apilada para difracción de neutrones.

Una vez realizada las correcciones de fondo la FP medida es almacenada en fichero con formato estándar, i.e. formato de FP para el programa Beartex [4]. De esta manera se asegura compatibilidad con programas comerciales para el análisis cuantitativo de textura.

RESULTADOS

La textura de una muestra laminada 48 % Ni-0.5 % Mn-Fe (en peso), cuya textura se había determinado con anterioridad a través de la difracción de neutrones, fue caracterizada midiendo las figuras de polos $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ y $\{113\}$ con ayuda de esta nueva configuración del TZ6. En ambos casos las condiciones experimentales utilizadas se muestran en la tabla I mientras que la Figura 2 muestra la FP experimental $\{111\}$ y las secciones $\varphi_2 = 45^\circ$, en el Espacio de Euler, de las ODF_s calculadas a partir de estas FPs. Las ODF fueron calculadas por el método ADC [5], asumiendo una simetría de muestra ortorrómbica para el material estudiado.

Para estimar de manera cuantitativa la exactitud de los resultados obtenidos con el sistema modificado, relativos a los resultados obtenidos por difracción de neutrones, se calculó el error relativo tanto para las ODFs como para las FPs medidas.

En el caso de las FPs las diferencias relativas entre ambas experiencias se cuantificaron utilizando la siguiente expresión:

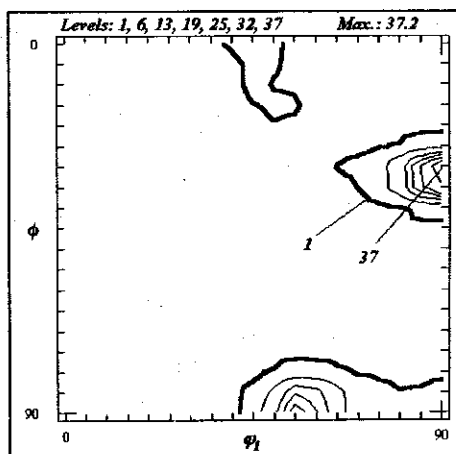
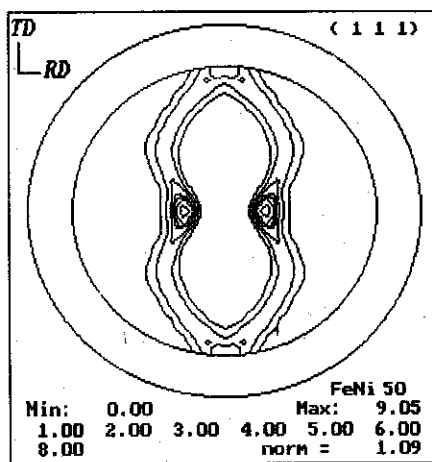
$$RE_{PF} = 100 \% \cdot \frac{1}{N_{PF}} \sum_i \sum_k \left| \frac{P_{ik}^{Neut} - P_{ik}^{Xray}}{P_{ik}^{Neut}} \right|$$

donde N_{PF} es el número de FP medidas y P_{ik} representa la densidad de polos en el punto k de la FP_{ima} . El valor de RE_{PF} fue calculado teniendo en cuenta solo la zona medida en las FPs incompletas obtenida con el TZ6 modificado (ver Tabla 1 y Figura 2).

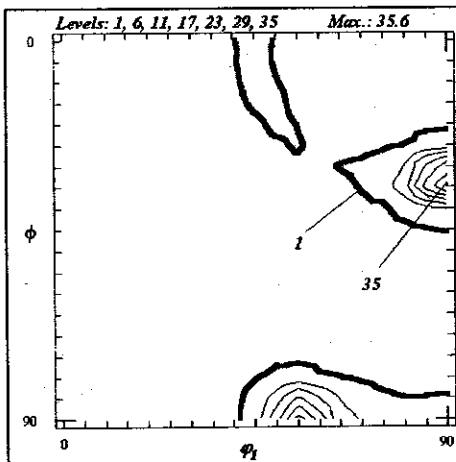
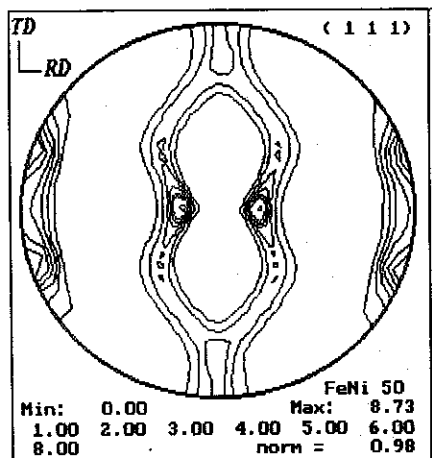
El error relativo para las ODFs fue calculado utilizando la siguiente expresión:

$$RE_{PF} = 8.5 \% \cdot \frac{\int_G (f(g)^{Neut} - f(g)^{Xray})^2 dg}{\int_G (f(g)^{Xray})^2 dg}$$

donde $f(g)$ designa el valor de la ODF para la orientación g en el espacio de Euler, el cual se denota por G .



(a)



(b)

Figura 2. Figuras de polos experimentales {111} y sección $\phi_2 = 45$ de la ODF en el Espacio de Euler para la muestra estudiada por :

(a) difracción de rayos-X con el TZ6 modificado,

(b) por difracción de neutrones

Los errores obtenidos fueron:

$$RE_{PF} = 8.5 \% \text{ y } RE_{ODF} = 4.2 \%$$

Estos valores de errores relativos demuestran que con ambas experiencias se obtienen resultados similares, no solo cualitativamente como muestra la Figura 2 sino también cuantitativamente. Es importante resaltar que los errores calculados confirman la confiabilidad del análisis cuantitativo de

textura realizado utilizando los datos experimentales obtenidos con esta nueva configuración del TZ6 [1].

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer al Ministerio de Relaciones Exteriores de Francia, a la Universidad de París Sud Orsay y al CEA de Saclay por la ayuda brindada a F. Caleyó para realizar una parte importante de este trabajo

REFERENCIAS

- [1] BUNGE, H. J. (1982): "Texture Analysis in Material Science", Butterworths & Co. Publishers, London, 593 pp.
- [2] ACARNLEY P.P. (1984): Stepping Motor, A Guide to Modern Theory and Practice (Peter Peregrinus LTD, London), 157 pp.
- [3] ESPINA HERNÁNDEZ, J. H (1998): Automatización de las mediciones de textura con el uso de un goniómetro comercial. Tesis de Maestría, ISPJAE, Facultad de Eléctrica.
- [4] WENCK, H. R., S. MATTHIES and J. DONOVAN (1996). "Beartex, a Windows Based Program System for Quantitative Texture Analysis", Texture of Materials, Proc. of ICOTOM 11, Xi'an, China, Ed. Zhide Liang, Liang Zuo and Youyi Chu, 2, 957-964.
- [5] PAWLIK, K. and J. POSPIECH (1987): A Method for ODF approximation in Arbitrarily Defined Cells from Poles Figures, 127-139. In Theoretical Methods of Texture Analysis. Ed. H. J. Bunge. (DGM, Oberrursel, Germany), 242 pp.