

Določanje teksture z metodo jedkalnih figur

Determination of microtexture by method of etch figures

M.Godec, M.Jenko, F.Vodopivec, *IMT, Lepi pot 11, Ljubljana*

M.Ambrožič, D.Mandrino, *IJS, Jamova 39, Ljubljana*

L.Kosec, *FNT Montanistika, Aškerčeva 12, Ljubljana*

M.Lovrečič Saražin, *IMT, Lepi pot 11, Ljubljana*

V prispevku je opisan postopek določanja teksture s pomočjo jedkalnih figur. Klasično metalografsko metodo smo izpopolnili tako, da smo za opazovanje jedkalnih figur uporabili vrstični elektronski mikroskop. Metoda je postala tako bolj natančna in veliko hitrejša. Primerjava simuliranih figur z dobljenimi nam da teksturo, ki jo z uporabo računalniškega programa prikažemo v grafični obliki, kot gostoto polovih figur.

Ključne besede: tekstura, jedkalne figure, metoda jedkalnih figur

The evaluation of texture by etch pitting method is described. Scanning electron microscope has been used to improve the conventional method used in metallography. The improved method is more exact and much quicker. By comparing the actual etch figures in SEM images and modelled figures simulated by computer the texture is obtained and represented graphically in the form of pole figures density.

Key words: texture, etch figures, methods of etch figures

1 Uvod

Polikristalne kovine in zlitine so zgrajene iz zrn z različno velikostjo, obliko in razporeditvijo. Geometrijske parametre mikrostrukture opišemo s (xyz) koordinatami. Kristalna zrna imajo tudi različno kristalografsko orientacijo glede na ravnino vzorca, ki jo podamo s kotnimi koordinatami ($\Phi_1 \Phi \Phi_2$). V kovinskih polikristalnih materialih je orientacija zrn praviloma odvisna od mehanske in toplotne obdelave in je le izjemoma naključna. V splošnem raste del zrn z enako ali le malo različno orientacijo. Za tako kovino pravimo, da ima teksturo. Tekstura je orientacijska porazdelitev kristalnih zrn v polikristalnem vzorcu. Teksturo podajamo s funkcijo orientacijske porazdelitve. Orientacija zrn (g) je lahko podana na več načinov¹ in sicer, kot orientacijska matrika, lahko je podana z kristalografskimi indeksi ali z Eulerjevimi koti (enačba 1).

$$g = \begin{bmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{bmatrix} = (h \ k \ l) [u \ v \ w] = \{\Phi_1 \Phi \Phi_2\} \quad (1)$$

S funkcijo orientacijske porazdelitve ponavadi prikažemo področja enakih gostot v orientacijskem prostoru. S funkcijo neorientacijske porazdelitve prikažemo orientacijske razlike kristalnih in faznih mej.

Teksturo materiala lahko določimo z uporabo rentgenske, elektronske ali nevtronske uklonske metode. Teksturo posameznega zrna ugotovljamo s Kikuchijevo metodo in z metodo jedkalnih figur. Z uklonsko metodo polikristalnega vzorca dobimo makroteksturo, medtem ko nam meritve teksture po posameznih zrnih dajo mikroteksturo.

Večina vseh teksturnih analiz je izdelanih z uklonskimi metodami. Rezultat teh meritev je kotna porazdelitev normal mrežne ravnine (hkl), tako imenovane (hkl) polove figure. Poleg uklonske metode je zelo pomembna tudi Kikuchijeva metoda. Njena prednost je v izredni natančnosti. S to metodo lahko istočasno določimo tako geometrijske kot tudi orientacijske parametre.

Običajna metoda določanja teksture z jedkalnimi figurami je dolgotrajna in nenatančna. Na tem področju je bilo že pred leti narejenih veliko raziskav². Z uporabo vrstičnega elektronskega mikroskopa (SEM) in z uporabo računalnika za obdelavo podatkov pa smo uspeli to metodo zelo poenostaviti.

Neorientirani elektroplöčevini smo določali teksturo. Elektroplöčevina je material, ki se uporablja za generiranje, transformiranje in prenos električne energije. Izgube električne energije so v neposredni povezavi z orientacijo kristalnih zrn plöčevine. Pri izdelavi elektroplöčevine si zato prizadevamo izdelati plöčevino, katere zrna imajo pretežno orientacijo, (001)[uvw] oziroma (011)[uvw].

2 Določanje teksture s pomočjo jedkalnih figur

Če kovine, ki kristalizirajo v kubični prostorski centrirani strukturi (silicijevo železo), jedkamo v pravilno izbranem jedkalnem mediju, poteka proces raztapljanja tako, da nastane na površini kovine figura, ki predstavlja presek poliedra, omejenega z ravninami kocke (100), s površino kovine². Na kristalnih zrnih se pojavijo figure z različno obliko, ki je odvisna od prostorske orientacije zrna.

Posamezne faze določanja teksture s pomočjo jedkalnih figur so:

1. Priprava vzorca in jedkanje za nastanek jedkalnih figur
2. Določanje oblike figur ter meritve nagiba njihovih stranic glede na smer valjanja. Primerjava dobljenih jedkalnih figur s simuliranimi.
3. Vnos podatkov za izračun polovih figur in izdelava gostote polovih figur.

2.1. Jedkanje³

Za določanje teksture smo uporabili neorientirano elektropločevino brez in nizkolegirano z različno vsebnostjo antimona (vzorec 1: brez Sb, vzorec 2: 0,05% Sb, vzorec 3: 0,1% Sb). Iz pločevine debeline 0,5 mm smo izrezali vzorce vzporedno s smerjo valjanja z velikostjo 1×1 cm in jih nato mehansko zbrusili in spolirali. Tanek oksidni sloj, ki nastane na površini vzorca že po nekaj urah, smo odstranili s jedkalom kemične sestave: 10 ml HF (40%), 160 ml H₂O₂ in 30 ml H₂O. Čas jedkanja je bil med 10 in 15 sekundami. Jedkalne figure se pojavijo na površini vzorca pri jedkanju s podobnim jedkalom, le da je delež fluorovodikove kisline nekoliko večji (kemična sestava jedkala 2: 40 ml HF (40%), 160 ml H₂O₂ in 30 ml H₂O). Čas jedkanja je le 2 sekundi. Pri jedkanju je potrebna previdnost zaradi eksotermne reakcije. Vzorec takoj za tem potopimo v čisto HF in ga jedkamo 25 sekund. Jedkanje je uspešno, če poteka na površini vzorca burna reakcija, kar dosežemo le na pločevini, ki je tanjša od 0,5 mm. Masivne vzorce moramo predhodno pregrevati ali pa povečati vsebnost HF v jedkalu. Prednost zgoraj opisanega postopka jedkanja je v tem, da se lepe jedkalne figure pojavijo tako na nedeformiranih kot tudi na močno deformiranih vzorcih.

2.2 Jedkalne figure

Jedkalne figure smo opazovali v Jeol JSM-35 vrstičnem elektronskem mikroskopu. Slike kažejo jedkalne figure z vsemi topografskimi značilnostmi. Na vsakem zrnju se pojavi večje število figur, ki imajo enako obliko in orientacijo, njihova velikost pa je ponavadi različna (slika 1). V grobem lahko razdelimo jedkalne figure na tri vrste (4) (slika 2):

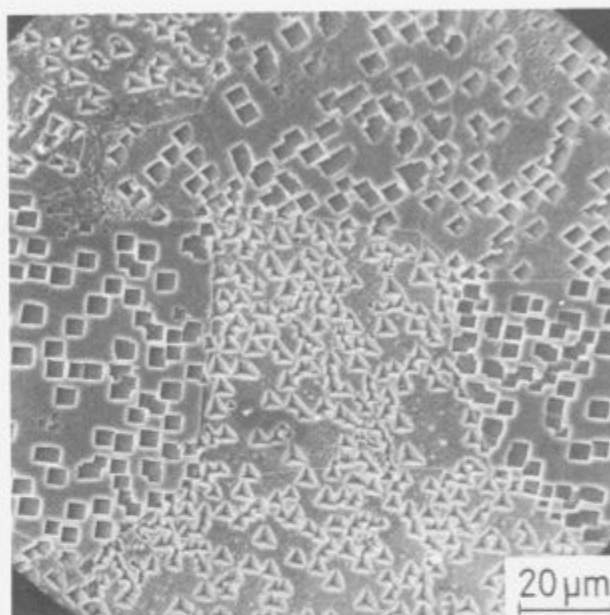
- kvadratne jedkalne figure, ki predstavljajo orientacijo $\{001\}\langle uvw \rangle$
- pravokotne jedkalne figure, ki predstavljajo orientacijo $\{0kl\}\langle uvw \rangle$ in
- trikotne jedkalne figure, ki predstavljajo orientacijo $\{hkl\}\langle uvw \rangle$.

2.3 Vrednotenje jedkalnih figur

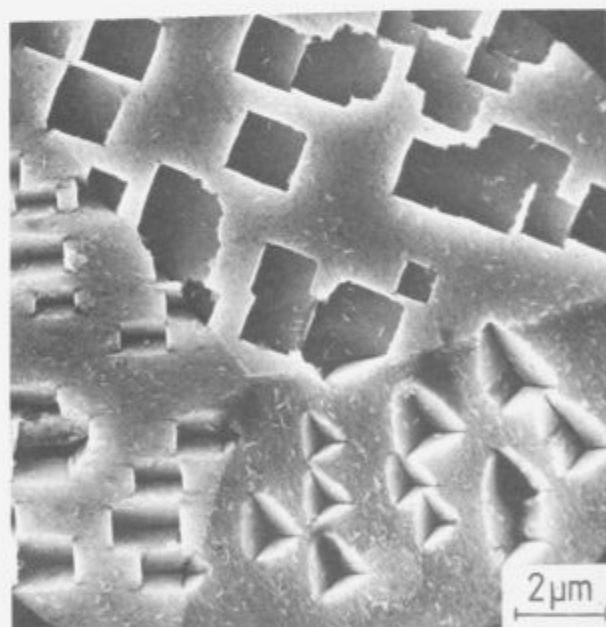
Orientacijo kristalnih zrn na katerih so nastale figure smo določili tako, da smo jih primerjali s figurami, ki smo jih dobili pri simulaciji presekov kocke z ravnino, z uporabo

AVTOCAD12 programa z dodanim programom za modeliranje.

Način izdelave modelnih jedkalnih figur (jedkalne figure dobljene s simulacijo) je opisan v odstavku 2.4



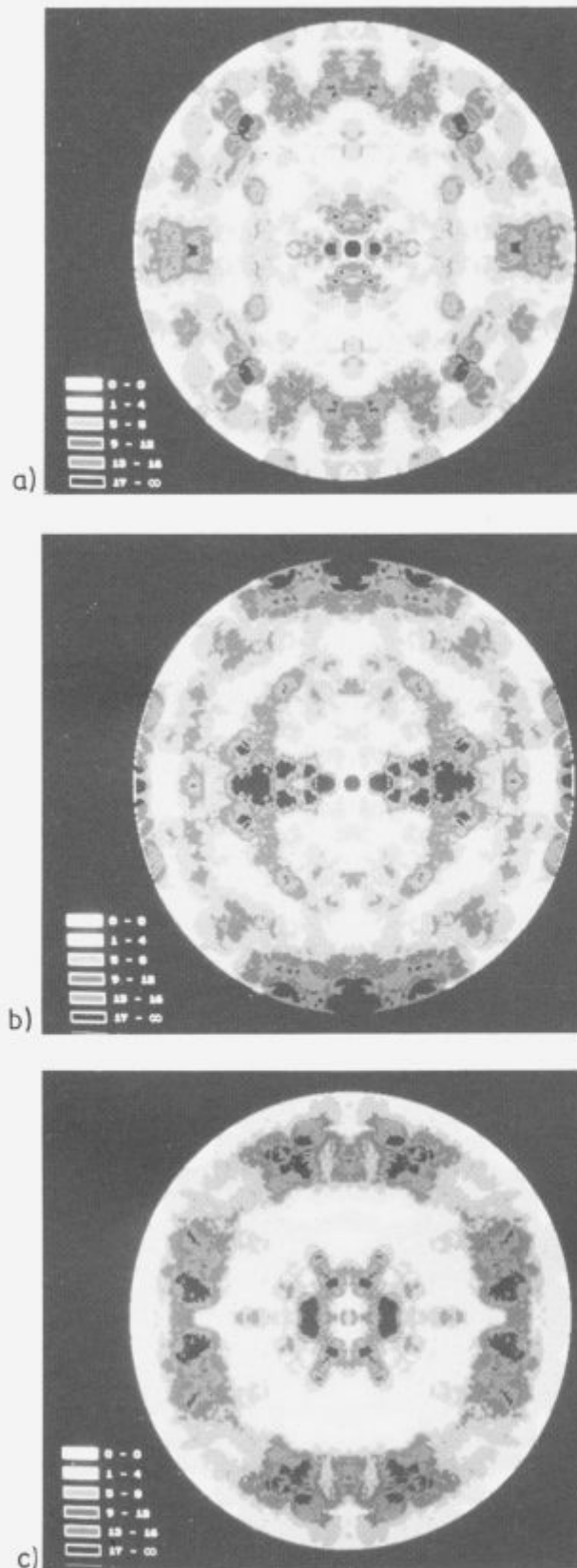
Slika 1. Jedkalne figure
Figure 1. Etch pits



Slika 2. Osnovni trije tipi jedkalnih figur: kvadratne, trikotne in pravokotne jedkalne figure.

Figure 2. The basic three types of etch figure: square, triangular and rectangular.

Standardni stereografski trikotnik smo razdelili na 51 prostorov (slika 3). Razlika med orientacijami posameznih prostorov v standardnem stereografskem trikotniku je pribli-



Slika 6. Gostota polovih figur za neorientirano elektro pločevino z 1,8% Si: a) brez Sb, b) z 0,05% Sb in c) z 0,1% Sb.

Figure 6. Density of pole figures of non-oriented electrical sheet with 1.8% Si: a) without Sb, b) with 0,05% Sb and c) with 0,1% Sb.

Parameter ξ pa predstavlja rotacijo (hkl) orientacije glede na smer valjanja. Parametri ω , ψ , ξ so z Eulerjevimi koti Φ_1 , Φ_2 v naslednji povezavi ⁵:

$$\sin \Phi_2 = \sin \psi$$

$$\sin \Phi_1 = \sin \psi \cdot \cos \xi + \cos \psi \cdot \sin \xi$$

$$\cos \Phi = \frac{\cos \psi}{\cos^2 \psi + \tan^2 \omega}$$

2.4. Izdelava modelnih jedkalnih figur

V programu AVTOCAD 12 smo za vseh 51 prostorov narisali kocko in jo rotirali v y osi za kot ω in v x osi za kot ψ . Tako rotirano kocko smo presekali z ravnino pogleda (ravnina ekrana). Ta presek predstavlja jedkalno figuro, ki jo dobimo pri kristalnemu zrnju enake orientacije. Upoštevati moramo, da so figure, ki jih dobimo z jedkanjem vzorca, za kot ξ odklonjene od smeri valjanja. Na sliki 4 smo v standardni stereografski trikotnik vrisali idealne figure za vse možne orientacije.

Teksturo smo določali na sledeč način: na jedkalne figure jedkan vzorec smo dali v vrstični elektronski mikroskop, izbrali velikostim figur primerno povečavo in jih primerjali s figurami dobljenimi s simulacijo. Za vsako figuro smo si zapisali številko (od 1 do 51) in hkrati z njo tudi kot zasuka ξ od smeri valjanja (5° natančno). Na ta način smo zajeli celoten orientacijski prostor z diskretnimi orientacijami.

2.5 Računalniški program za računanje polovih figur in gostote polov

Izdelali smo računalniški program za določanje stereografske projekcije. Za vsako orientacijo (hkl) nam ta program izriše polve figure. Vsako kristalno zrno ima tri polve figure, le zrna z ravnino kocke (011) v ravnini valjanja imajo 4 in zrna z ravnino kocke (001) v ravnini valjanja 5 polovih figur. Za zadnja dva primera program ne upošteva ene oziroma dveh polovih figur. Analiza 150 jedkalnih figur (kar smatramo za dovolj natančno) da 450 polovih figur ($150 \cdot 3$) (slika 5).

Pri računanju gostote polov smo izhajali iz sferične projekcije. Program je izdelan tako, da mu določimo prostorski kot stožca. Po krogelni kapici, ki jo stožec odreže na sferi program preštevava število polov. Z izborom prostorskega kota in števila polov za določeno barvo na sferi stožca, dosežemo optimalno sliko. Tako dobljena slika nam predstavlja teksturo našega vzorca (slika 6), imenovana tudi popolne polove figure. Teksturo lahko prikazemo tudi z inverznimi polovimi figurami, prikazanimi na sliki 7. Razlika med popolnimi in inverznimi polovimi figurami je, da slednje ne upoštevajo kota ξ oziroma zasuka orientacije kristalnega zrna glede na kot valjanja.

3 Rezultati

Analiza rezultatov na sliki 7 nam pokaže, da Sb, ki je v elektropločevini mikrolegiran, pri sekundarni rekristalizaciji segregira na površini in vpliva na orientacijo kristalnih zrn.

Poveča se delež zrn z orientacijo (001)[uvw]. V vzorcu 2 (0,05% Sb) je poleg teh orientacij tudi veliko zrn z (011)[uvw] orientacijo. Kristalna zrna v vzorcu 1 (brez Sb) in 3 (0,1% Sb) imajo s stališča magnetenja precej bolj neugodne lege. Rezultati dobljeni s popolnimi polovimi figurami nam dajo podobne rezultate, le da so informacije popolnejše. Iz slik lahko razberemo tudi kot jedkalne figure glede na smer valjanja (ξ).

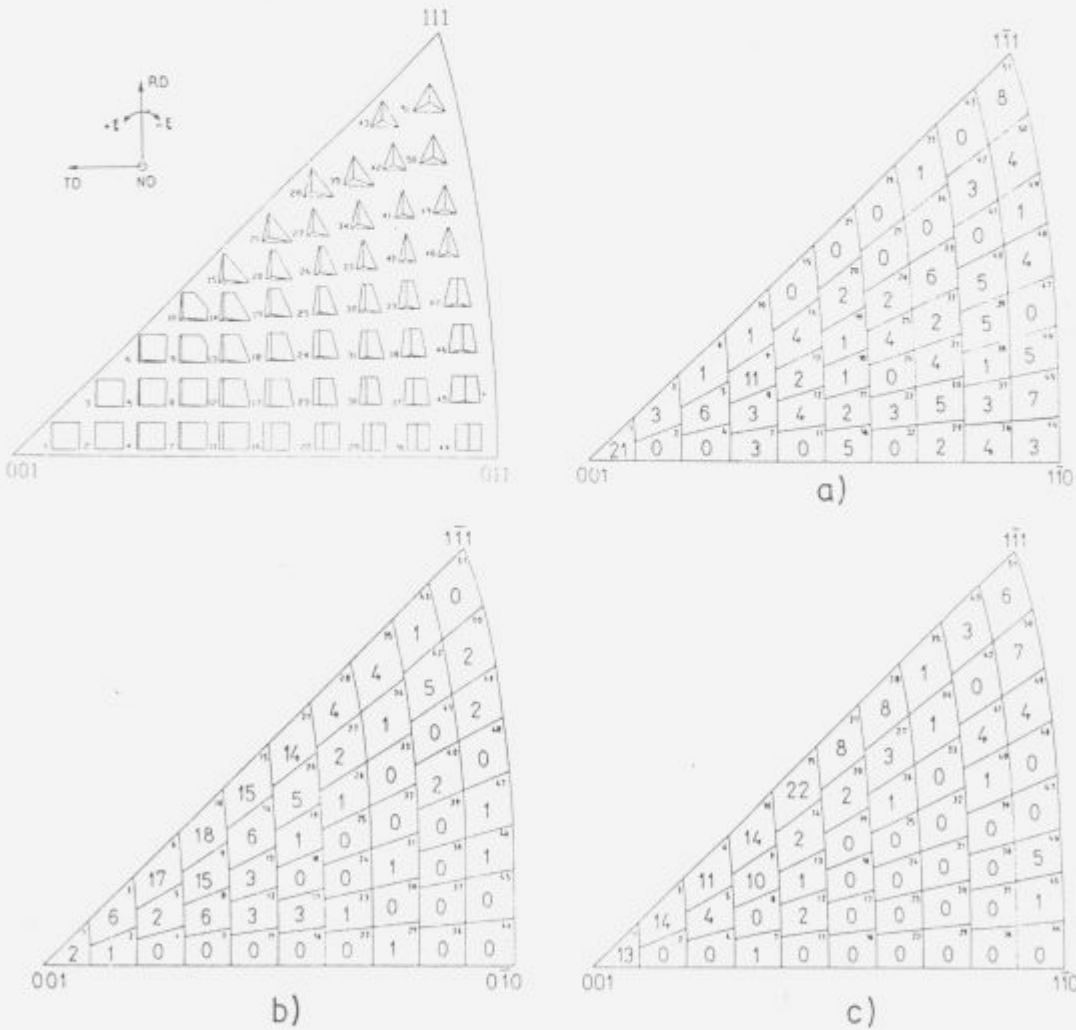
4 Zaključek

Izpopolnili smo metodo določanja teksture s pomočjo jedkalnih figur. Metoda zahteva analizo večjega števila zrn z uporabo vrstičnega elektronskega mikroskopa in primerjavo jedkalnih figur s simuliranimi. Kljub razvoju novih metod za določanje teksture je ta metoda še vedno zelo zanimiva, ker lahko s njo ugotovljamo tako makroteksturo kot mikroteksturo. Analiza je relativno hitra, enostavna, natančna in ne zahteva še dodatnih dragih aparatov, poleg tistih, ki jih normalno opre-

mljen laboratorij že ima. Naredili smo tudi računalniški program za grafični izpis polovih figur in gostote polovih figur.

5 Literatura

- 1 H.J.Bunge: Materials Technology, Steel Research 62 (1991) No.12
- 2 F.Vodopivec, L.Kosec, B.Bartelj, D.Gnidovec: Poročilo Metalurškega Inštituta v Ljubljani, Naloga 329, September 1964
- 3 J.Beguinet and P.Lesbats: Metallography, 1977, 10, 115-119
- 4 A.Bottcher, T.Gerber, and K.Lucke: Materials Science and Technology, Januar 1992, Vol.8
- 5 J.Harase, R.Shimizu and D.J.Dingley: Acta metall.Mater. Vol. 39, No. 5, pp 763-770, 1991



Slika 7. Inverzne polove figure za neorientirano elektro pločevino z 1,8% Si: a) brez Sb, b) z 0,05% Sb in c) z 0,1% Sb
 Figure 7. Inverse pole figures for non-oriented electrical sheet with 1.8% Si: a) without Sb, b) with 0,05% Sb and c) with 0,1% Sb