# DISZLOKÁCIÓRENDSZEREK POLARIZÁCIÓJÁNAK VIZSGÁLATA RÖNTGENPROFIL VONALANALÍZISSEL

**Tüzes Dániel**

Témavezető:

**Dr. Groma István**

Eötvös Lóránd Tudományegyetem

BSc fizikusképzés

Szakdolgozat

2010.

# Tartalomjegyzék

# Bevezetés

## Egykristályok és rácshibáik

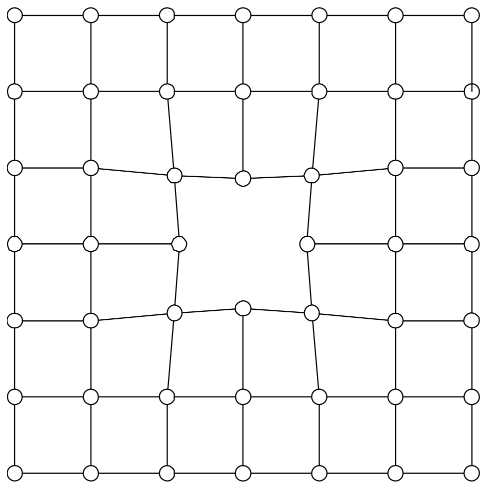
Szilárdtest-fizikai szigorú értelemben véve a kristály fogalma alatt az atomok vagy molekulák térben ismétlődő, periodikus mintázatát értjük. Az ismétlődés lehet a tér egy, kettő vagy három irányában, miszerint léteznek egy-, két- illetve háromdimenziós kristályok. Ezen meghatározás alapján a valóságban nem léteznek kristályok, hisz nem engedi meg a kristály határának létezését. Ettől eltekintve, egykristálynak nevezzük azokat az anyagdarabokat, melyben a kristályrács az egész mintára, annak határáig folytonosan kiterjed törés nélkül. Az egykristályok a természetben ritkák, vagy igen kicsi méretűek. Az olyan anyagokat, melyek sok, általában igen apró egykristályokat tartalmaznak, polikristályoknak nevezzük.

Noha energetikailag mind a poli-, mind az egykristályok stabil képződmények, kialakulásuk során vagy utána történt behatások nyomán a kristályrácsban szabálytalanságok, rácshibák lépnek fel, melyek energetikai viszonyainak, eloszlásainak és stabilitásának vizsgálatára statisztikus fizikai eszközöket használhatunk. A rácshibák gyakran megváltozatják, befolyásolják, olykor alapvetően meghatározzák a kristály szilárdtest-fizikai tulajdonságait, úgy mint például a keménységet. Kellően kevés rácshiba esetén azok kezelhetőek perturbációként, így a kristályok tárgyalásában alkalmazott számításokat megfelelő módosítással valódi, hibákat is tartalmazó – tehát szigorúan nézve nem valódi – kristályoknál is alkalmazhatjuk. A csak ideális kristályra elvégzett számítások eredményeképp kapott szilárdtest-fizikai mennyiségek nem egyeztek meg a valódi kristályos anyagok esetén mért értékekkel. A rácshibák figyelembe vételével a nagyfokú eltérések is magyarázhatók.

Egynemű anyagok esetén kiterjedés alapján négyféle csoportba gyűjtjük a rácshibákat: pont-, vonal-, felületi- és térfogati hibák. Az egykristályok szélei a polikristályos anyagban felületi hibák, térfogati hiba lehet egyszerre sok közeli helyen több atom hiánya a rácsból. Az első két rácshibát tekintsük át alaposabban!

### Ponthibák

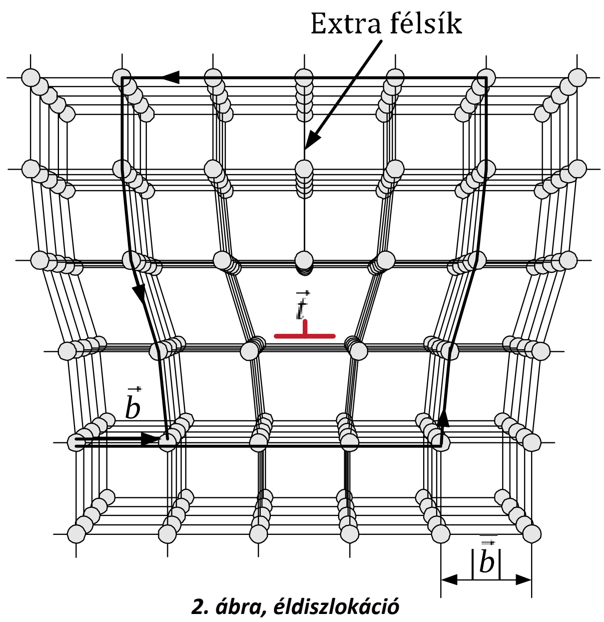
Ebbe a csoportba azok a rácshibák tartoznak, melyet 1-1 atom hiánya vagy többlete okoz. Előbbit vakanciának, utóbbit intersztíciós helyzetű atom okozta rácshibának nevezzük. Az atom többlet vagy hiány a rácsban nem csak a jelzett atom helyén okoz eltérést az ideális rácstól, hanem néhány rácsállandónyi távolsággal odébb is, azonban a hatás hamar lecseng. Mivel egy atom okozza egy helyen, szokták nulladimenziós hibának nevezni. Valamennyi csoportra, így a ponthibákra is jellemző, hogy változatosságuk nő a kristályt alkotó anyagok fajtájának számával. Ponthiba típusú rácshibát láthatunk az 1. ábrán.



***1. ábra, vakancia típusú ponthiba***

## Diszlokációk

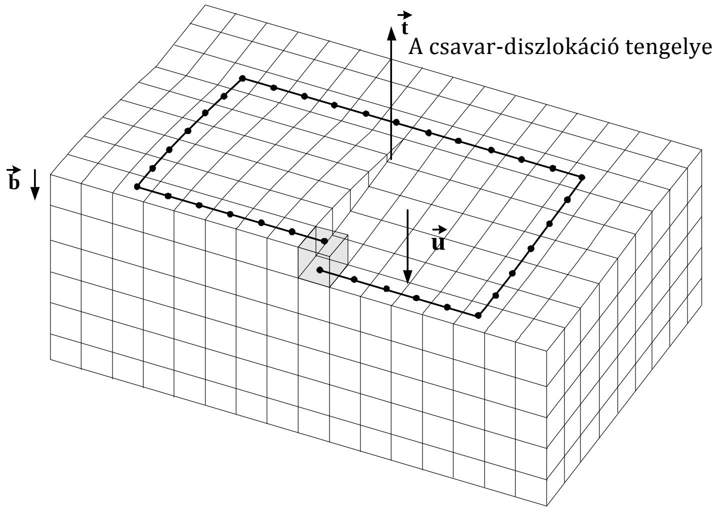
A diszlokációk az előzővel ellentétben egydimenziós hibának szokták nevezni, mert a szabályos rácstól való eltérés egy vonal mentén történik. Két fajtája az él- és csavardiszlokációk, melyeket a 2. és 3. ábrán láthatjuk. Ha a kristály diszlokációt tartalmaz, az maradandó alakváltozást (elcsúszást) hoz létre, így a diszlokációt jellemezni lehet az elcsúszás irányával és nagyságával. Erre szolgál az ábrákon jelölt Burgers-vektor, és annak nagysága. A Burgers-vektort megkaphatjuk a hibát tartalmazó rész körüljárásával. Ehhez egy pontból elindulva egy ideális rács szerint tett kör lépéseit (előre $n_1$-et, balra fordulni, előre $n_2$-t, balra fordulni, előre $n_1$-et, balra fordulni, előre $n_2$-t) megismételjük a hibát tartalmazó rácsban is úgy, hogy az egyes irányok alatt nem a szigorúan vett irányokat, hanem azok a hiba által diffeomorf módon transzformált új irányok mentén haladunk. A művelet elvégzése után nem jutunk vissza a kiinduló pontba, a különbség vektora a Burgers-vektor. A diszlokációk jelölésére használatos egy T alakú forma, melynek középső szára az extra félsík síkjába esik és párhuzamos a ráccsal, a felső szára pedig merőleges az extra félsík síkjára.




***2. ábra, éldiszlokáció***

A diszlokációk egy anyagban sokféle háromdimenziós hálózatot alkothatnak, de egyszerű esetben az extra félsíkok mind egymással párhuzamosak mind. Ekkor definíció szerint egy diszlokáció pozitív előjelű, ha „felülről" csúsztatjuk be a félsíkot, és negatív, ha „alulról". Ekkor a probléma 2D-ssá egyszerűsíthető, ha a kristály egy, az extra félsíkokra merőleges síkkal vett metszetét vesszük.

Az éldiszlokációt egy ráccsík kristályon belüli végetérése okozza. A csavardiszlokációt a kristály egy tömbjének egy rácssík mentén történő elcsúszása okozza. Képzeljünk el papírlapokat egymás fölé helyezve, majd egy papírlapokat vágjuk be, mindegyiket ugyan ott. A vágás eredményeképp létrejövő jobb oldalát a papírnak rögzítsük a felette levő bal oldalához, a bal oldalát pedig az alatta levő jobb oldalához, és ezt ismételjük meg mindegyik papírlapra. Ezzel modellezhetjük ezt a fajta diszlokációt, ahol papírlapok az egyes rácssíkokat jelölik.

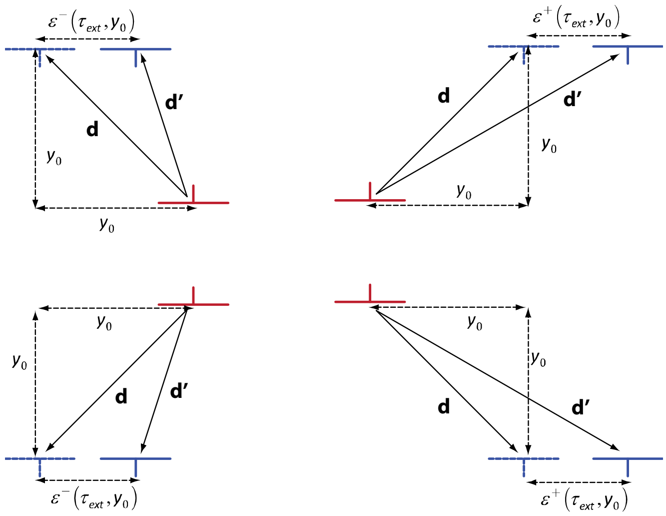



***3. ábra, csavardiszlokáció***

A diszlokációk vizsgálata sok dologra magyarázatot ad az anyagok tulajdonságát illetően. Alapvetően határozzák meg az anyagok mechanikai tulajdonságát, úgy, mint a rugalmasságot és képlékenységet. A diszlokációk az anyagban feszültségteret hoznak létre, egymással kölcsönhatnak.

## Diszlokáció dipólok, polarizáltság

A diszlokációk feszültségterei egymással kölcsönhatnak, s szemléletesen is látható, hogy ellentétes előjelű diszlokációk vonzzák egymást. Két igen közeli diszlokáció feszültségtere gyorsan lecsökken. Az elektrosztatikában alkalmazott multipól-sorfejtést itt is alkalmazhatjuk, s ebben az értelemben léteznek a diszlokáció dipólok. Megmutatható, hogy energetikailag stabilis, ha 45°-os szöget zár be a diszlokációk tengelye egymással. A lehetséges 4 fajta ilyen helyzetű dipólokat mutat a 4. ábra is. Ha a rendszerre vízszintes irányú $\tau_{ext}$



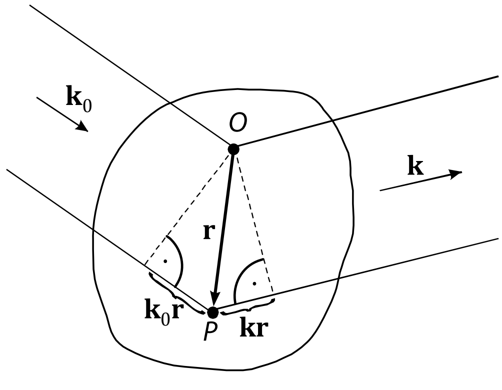

***4. ábra, diszlokáció dipólok 4 fajtája nyírófeszültség esetén, a diszlokációk a szaggatott vonalról elmozdulnak, d helyett d' lesz az új dipólmomentum***

nyírófeszültséget kapcsolunk, a diszlokációk elmozdulnak egymáshoz képest, a dipólmomentum megváltozik, ebben az értelemben beszélhetünk a diszlokációk polarizáltságáról. Az elmozdulás mértéke függvénye a dipólok $y_0$ távolságának.

# A röntgendiffrakció alapjai

## Röntgensugarak elhajlása egykristályokon, Miller index és Bragg-egyenlet

Az atomok létének igazolására és a röntgensugárzás elektromágneses hullám mivoltának egyidejű igazolásaként tekinthetünk a röntgendiffrakcióra. Röntgendiffrakció során az elektromágneses hullám a kristály atomjain szóródik, és mivel a hullámhossza összemérhető az atomok távolságával, interferencia kép jön létre. Vizsgáljuk meg az intenzitás térbeli eloszlását!




***5. ábra, röntgensugárzás szóródása két atomon***

Tekintsünk két atomot, mint szórócentrumot – O-t és P-t –, és legyen az egyik az origóban, a másik az $\mathbf{r}$ helyvektorral jelölt helyen, mint ahogyan azt az 5. ábrán láthatjuk! A beérkező hullám iránya legyen párhuzamos $\mathbf{k}_0$ -lal, ahol $|\mathbf{k}_0| = 2\pi/\lambda$, és $\lambda$ a beérkező hullám hullámhossza. Bevezetve a $-\mathbf{K} = \mathbf{k}_0 - \mathbf{k}$ vektort, a $\mathbf{k}$ irányba szórt sugárzás amplitúdója az alábbi alakban írható fel:

$$A(\mathbf{k}) = A_0 e^{i(\mathbf{k}_0 - \mathbf{k})\mathbf{r}} = A_0 e^{-i\mathbf{K}\mathbf{r}}, \tag{1.1}$$

ahol $A_0$ a bejövő intenzitástól és a szórás erősségétől függ. Több szórócentrum együtteseként az eredő amplitúdó az egyes szórócentrumok amplitúdójának összegeként írható, mely egyszerű átalakítások után, *N* darab elemi cellát és cellánként *P* darab atomot feltételezve

$$A(\mathbf{k}) = A_0 \sum_{n=1}^{N} \left( \sum_{p=1}^{P} S_p e^{-i\mathbf{K}\mathbf{r}_p} \right) e^{-i\mathbf{K}\mathbf{R}_n}, \tag{1.2}$$

formában írható, ahol az *n*-edik elemi cella *p*-edik atomjának helyvektora $\mathbf{r}_{n,p} = \mathbf{R}_n + \mathbf{r}_p$, vagyis egy konkrét atom helyvektorát előállítjuk az elemi cellájának $\mathbf{R}_n$ helyvektorának és az atom elemi cellán belüli $\mathbf{r}_p$ helyvektorának összegeként, $S_p$ az elemi cella $p$. atomjának szórását jellemző mennyiség (más néven atomi formafaktor), mely az anyagi minőségen kívül függ a szórás irányától. Bevezetve az $F(\mathbf{K}) = \sum_{p=1}^{P} S_p e^{-i\mathbf{K}\mathbf{r}_p}$ jelölést, felírhatjuk az intenzitást:

$$I(\mathbf{k}) = \left|A(\mathbf{k})\right|^2 = \left|A_0 \cdot F(\mathbf{K})\right|^2 \cdot \left|\sum_{n=1}^{N} e^{-i\mathbf{K}\mathbf{R}_n}\right|^2 . \tag{1.3}$$

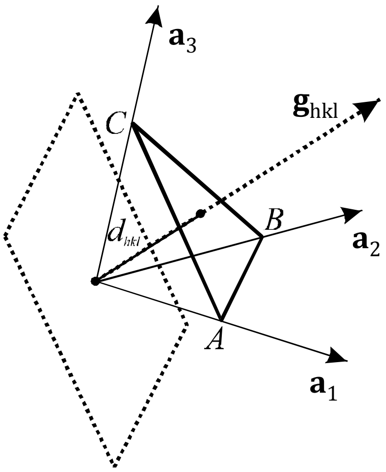
Látható, hogy ennek maximuma van akkor, ha $\mathbf{K}$ vektorra teljesül, hogy $\mathbf{K} \cdot \mathbf{R}_n = 2\pi m$ , $m \in \mathbb{Z}$ . Írjuk fel $\mathbf{R}_n$ -et az elemi bázisvektorokkal, $\mathbf{a}_1$ -gyel, $\mathbf{a}_2$ -vel és $\mathbf{a}_3$ -mal! Ekkor $\mathbf{R}_n = m_1\mathbf{a}_1 + m_2\mathbf{a}_2 + m_3\mathbf{a}_3$ , ahol $m_i$ -k egészek. Láthatjuk, hogy csak olyan $\mathbf{K}$ vektorok esetén lesz maximuma az intenzitásnak, melyek $\mathbf{K} = h \cdot \mathbf{b}_1 + k \cdot \mathbf{b}_2 + l \cdot \mathbf{b}_3$ alakban írhatóak, ahol *h, k* és *l* egészek, illetve $\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{b}_j = 2\pi\delta_{ij}$ , ahol $\delta_{ij}$ a Kronecker-delta szimbólum. Ekkor $\mathbf{b}_i$ -k konstruktívan megadhatók $\mathbf{a}_j$ -kel:

$$\mathbf{b}_1 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}{(\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3)} \quad \mathbf{b}_2 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1}{(\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3)} \quad \mathbf{b}_3 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_1}{(\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3)} . \tag{1.4}$$

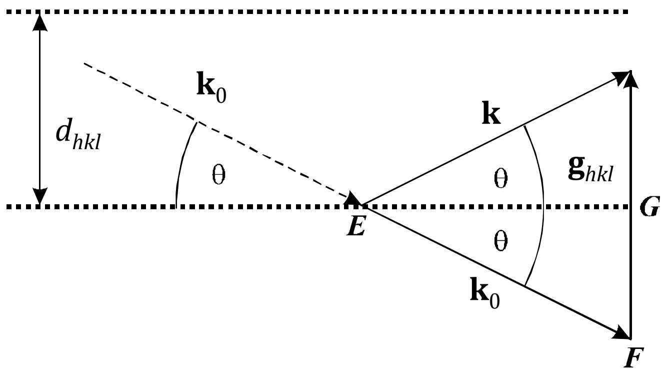
Összefoglalva azt mondhatjuk, hogy olyan irányokban van intenzitás-maximum, melyre teljesül az alábbi kitétel:

$$\mathbf{K} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = h \cdot \mathbf{b}_1 + k \cdot \mathbf{b}_2 + l \cdot \mathbf{b}_3 := \mathbf{g}_{hkl} . \tag{1.5}$$

Fektessünk le párhuzamos síkokat a kristályrácsban úgy, hogy egy síkon legalább három rácspont legyen! Ekkor belátható, hogy mindegyik síkon végtelen sok rácspont van, és az összes rácspontra fektethetünk párhuzamos síkot.




*7. ábra, a Miller indexek meghatározása*




*6. ábra, a Bragg-egyenlet, szóródás a kristálysíkokon*

Az így kapott síksereg irányát többféleképp is megválaszthatjuk, az irány megadására szolgálnak az ún. Miller indexek, melyeket az alábbiak szerint kaphatunk meg. A síksereg egyikének tetszőleges *O* rácspontjában vegyünk fel az elemi rácsvektorokkal párhuzamos félegyeneseket, és az azokon levő első rácspontok legyenek az *A, B* és *C* pontok, mint ahogy azt a 6. ábrán láthatjuk. Ekkor belátható, hogy $OA = \mathbf{a}_1 / h$, $OB = \mathbf{a}_2 / k$, illetve $OC = \mathbf{a}_3 / l$, és hogy az *ABC* pontok meghatározta sík a síksereg része, és az *O*-hoz legközelebbi, távolságuk legyen $d_{hkl}$! Ekkor belátható továbbá, hogy

$$d_{hkl} = 2\pi / \mathbf{g}_{hkl}.$$

Ennek felhasználásával az (1.5) egyenlet feltétele más formában is felírható, az ún. Bragg-egyenletben, mely megadja, hogy mely $\theta$ -val jellemzett irányokban van az intenzitásoknak maximuma (lásd 7. ábra):

$$\sin\theta = \frac{GF}{FE} = \frac{|\mathbf{k}-\mathbf{k}_0|}{2|\mathbf{k}_0|} = \frac{2\pi\cdot\lambda}{d_{hkl}\cdot 2\cdot 2\pi} = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \tag{1.6}$$

## Rácshibák hatásai a röntgenprofilra

Végtelen sok elemi cella és hibátlan rács esetén az intenzitások maximumai divergálnak, és ahol nincs maximum, ott 0 az intenzitás, vagyis az intenzitás-eloszlást konstansszor Dirac-delta függvénnyel adhatjuk meg. A véges cellaszám, vagyis az egykristály véges mivolta, és a rácshibák külön-külön is az intenzitáscsúcsok kiszélesedését okozzák. Az egydimenziós intenzitáseloszlást nevezzük röntgenprofilnak. A különféle rácshibák lényegesen különböző fajta elváltozást okoznak a röntgenprofilban, ezért ennek vizsgálatával számos információ kapható az anyag szerkezetéről.

Egy kristályos anyagban, ahol az atomok elmozdultak az ideális rácsponti helyüktől, mely elmozdulást egy $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ elmozdulásmezővel adható meg, a röntgenprofil (egydimenziós intenzitáseloszlás) közelítő alakja az alábbi alakban írható:

$$I(q)=\frac{I_0S^2}{V}\int \exp(2g\pi iqL)\int \exp\left\{2\pi i\mathbf{g}\left[\mathbf{u}\left(\mathbf{r}+\frac{L}{2}\mathbf{t}\right)-\mathbf{u}\left(\mathbf{r}-\frac{L}{2}\mathbf{t}\right)\right]\right\}d^3r\cdot dL\,, \tag{1.7}$$

ahol *V* a kristály mérete (vagy annak besugárzott része), *S* az atomszórási tényező, $\mathbf{g}$ a releváns reciprokrács-vektor, mely a vizsgált kiszélesedett csúcs irányát jellemzi. Továbbá

$$q=2(\sin\theta-\sin\theta_0)/\lambda\,, \tag{1.8}$$

ahol $\lambda$ a röntgensugárzás hullámhossza, $\theta$ a röntgensugár fél-eltérülés szöge (mint ahogyan azt a 7. ábrán láthatjuk), mely a rácshibák miatt nem tökéletesen egyezik meg $\theta_0$ értékével, ami az elméletileg, a tökéletes kristály esetén várt fél-eltérülés szög, $\mathbf{t}$ pedig a $\mathbf{g}$ irányú egységvektor. Fontos megjegyezni, hogy az (1.7) egyenlet nem csak egyszerűen az egy egyenes mentén vett intenzitás-eloszlás, hanem a háromdimenziós intenzitáseloszlás diffrakciós vektorokra vett összegzése. Ezt az értéket úgy mérhetjük, hogyha a mintát a besugárzás tengelyére merőleges tengely körül egyenletes szögsebességgel forgatjuk egy szükséges szögtartományban. Szokás ezt a minta lengetésének is nevezni.

Látható, hogy a deformációk okozta szélesedés, melyet a (1.7) egyenlet ad meg, a Fourier-transzformáltját tartalmazza az alábbinak:

$$A(L)=\frac{1}{V}\int \exp\left\{2\pi i\mathbf{g}\left[\mathbf{u}\left(\mathbf{r}+\frac{L}{2}\mathbf{t}\right)-\mathbf{u}\left(\mathbf{r}-\frac{L}{2}\mathbf{t}\right)\right]\right\}d^3r\,. \tag{1.9}$$

Ennek a tulajdonságainak részletes vizsgálatával foglalkozott az (1) cikk. Közelítései során vezették be a később vizsgálódásunk középpontjába kerülő $\left\langle s^{(2)}\right\rangle$ mennyiséget. A részletes számítások elvégzése nélkül tekintsük át a mennyiséghez vezető egyenleteket! Legyen az elmozdulásmező *N* db diszlokáció okozta $\mathbf{u}_s(\mathbf{r})$ mező összege, vagyis

$$\mathbf{u}(\mathbf{r})=\sum_{j=1}^{N}\mathbf{u}_s(\mathbf{r}-\mathbf{r}_j)\,! \tag{1.10}$$

Definiáljuk a disztorziót ennek hely szerinti deriváltjaként:

$$\beta_{i,j} = \frac{\partial \left( \mathbf{u}_s \left( \mathbf{r} \right) \right)_i}{\partial r_j}, \tag{1.11}$$

valamint definiáljuk még az alábbiakat!

$$\Lambda = |\mathbf{b}| \cdot |\mathbf{g}| \cdot C = \oint_{|\mathbf{r}|=1} g_i \beta_{i,j} \left( \mathbf{r} \right) \beta_{ij} \left( \mathbf{r} \right) g_i ds \tag{1.12}$$

$$\begin{aligned} T\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) = &\left[\rho_+ \left(\mathbf{r}_1\right) + \rho_- \left(\mathbf{r}_1\right)\right] \cdot \left[\rho_+ \left(\mathbf{r}_1\right) - \rho_- \left(\mathbf{r}_1\right)\right] \cdot \\ &+ d_{--}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) + d_{++}\left(\mathbf{r}_2, \mathbf{r}_1\right) - d_{--}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) - d_{--}\left(\mathbf{r}_2, \mathbf{r}_1\right) + \\ &+ d_{-+}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) + d_{-+}\left(\mathbf{r}_2, \mathbf{r}_1\right) - d_{+-}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) - d_{+-}\left(\mathbf{r}_2, \mathbf{r}_1\right) \end{aligned} \tag{1.13}$$

Előbbi egyenletben *C* neve kontraszt foktor. Utóbbi egyenletben $\rho_+$ a pozitív, $\rho_-$ a negatív előjelű diszlokációk sűrűségeloszlása, valamint $\rho_{s1,s2}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right) = \rho_{s1}\left(\mathbf{r}_1\right) \cdot \rho_{s2}\left(\mathbf{r}_2\right)\left[1 + d_{s1,s2}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right)\right]$, ahol s1 és s2 a pozitív vagy negatív jel és $\rho_{s1,s2}\left(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2\right)$ az s1, s2 előjelű, $\mathbf{r}_1$, $\mathbf{r}_2$ helyű diszlokációk párkorrelációs függvénye. Ha a diszlokációrendszert véletlenszerűen elhelyezkedő, fix dipól-momentumú diszlokáció dipólok építik fel, akkor $d_{+-}\left(\mathbf{r}\right)$ értéke egzaktul számolható (2):

$$d_{+-}\left(\mathbf{r}\right) = \frac{2}{N/A} \delta\left(y - y_0\right) \delta\left(x - y - \varepsilon^+\left(\tau_{ext}, y_0\right)\right) - \frac{2}{N}, \tag{1.14}$$

ahol *A* a minta keresztmetszete. A további mennyiségek a *4*. ábra által definiáltak.

Most már definiálható $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$:

$$\left\langle s^{(2)} \right\rangle = \pi \frac{g_l g_m}{|\mathbf{g}|} \Lambda \int \int T\left(\mathbf{r}, \mathbf{r} - \mathbf{r}_1\right) \beta_{lm}\left(\mathbf{r}_1\right) d^2 r_1 \cdot d^2 r \tag{1.15}$$

A későbbi számolás során felhasználjuk $A(L)$ sorfejtését kicsi *L*-ekre:

$$\ln\left(A\left(L\right)\right) = \Lambda \left\langle \rho \right\rangle \ln\left(\frac{L}{R_1}\right) + i\left\langle s^{(2)} \right\rangle L^3 \ln\left(\frac{L}{R_2}\right) + \frac{1}{2}\Lambda^2 \left[\left\langle \rho^2 \right\rangle - \left\langle \rho \right\rangle^2\right] L^4 \ln\left(\frac{L}{R_3}\right) \ln\left(\frac{L}{R_4}\right), \tag{1.16}$$

melynek levezetése megtalálható a (3) cikkben. Az egyenletben $\left\langle \rho \right\rangle$ a diszlokációsűrűség átlaga, $\left\langle \rho^2 \right\rangle - \left\langle \rho \right\rangle^2$ a diszlokációsűrűség ingadozás átlaga, $R_1$, $R_2$, $R_3$ és $R_4$ pedig hossz-dimenziójú paraméterek, melyeket a különböző diszlokáció - diszlokáció korrelációs függvények definiálnak.

# Szilárdtestfizikai mennyiségek kiszámolásának új módszere

## A momentum módszer ismertetése

Az előző fejezetben a röntgenprofil Fourier transzformáltjának néhány tulajdonságát tekinthettük át analitikus formában. Ebben a fejezetben az intenzitás-eloszlásból számolt *k*-adrendű momentumainak és szilárdtest-fizikai mennyiségeknek a kapcsolatát adjuk meg.

Mint ismeretes, egy $I(q)$ függvény *k*-adik momentumát az

$$m_k = \int_{-\infty}^{\infty} q^k I(q)dq \Bigg/ \int_{-\infty}^{\infty} I(q)dq \tag{1.17}$$

egyenlet definiálja, ami kifejezhető $I(q)$ Fourier-transzformáltjából, mégpedig

$$m_k = \left(\frac{i}{2\pi}\right)^k \frac{1}{A(0)} \frac{d^k}{dL^k} A(L)\bigg|_{L=0} . \tag{1.18}$$

Részletes vizsgálódás során azt találhatjuk, hogy a diszlokációk okozta vonalkiszélesedést megadó $A(L)$ függvényt a (1.18) egyenletbe helyettesítve, a másod és magasabb rendű momentumok végtelenek. Tehát a momentumokat ebben a formában nem lehet meghatározni a mérési eredményekből.

Kezelhető mennyiségeket kapunk, amennyiben a momentumok definíciójában használt integrálási határokat változtatjuk, és a momentumok helyett ezen integrálási-határok definiálta mennyiséget vesszük:

$$v_k(q) = \int_{-q}^{q} \tilde{q}^k I(\tilde{q})d\tilde{q} \Bigg/ \int_{-\infty}^{\infty} I(\tilde{q})d\tilde{q} , \tag{1.19}$$

ahol $\tilde{q}$ értékét az intenzitás súlypontjától kell venni. Ez egyfajta kiterjesztése a momentumnak, és látható, hogy $v_k(\infty) = m_k$. A fizikai paraméterek kiszámolásához a végtelennel való számolási nehézségek elkerülése végett definiáljuk a

$$A_1(L) = A(L) - A(2L)/4 \tag{1.20}$$

mennyiséget, és ennek Fourier-transzformáltját:

$$I_1(q)=\int_{-\infty}^{\infty}A_1(L)\cdot e^{2\pi iLq}dL\ ! \tag{1.21}$$

Ekkor $A_1(L)$-nek $L$ szerinti második deriváltja szintén nulla. (1.16), (1.18) és (1.20) felhasználásával, hogy

$$\lim_{q\to\infty}\int_{-q}^{q}\tilde{q}^2 I_1(\tilde{q})d\tilde{q}=-\frac{1}{4\pi^2}\frac{d^2}{dL^2}A_1(L)\bigg|_{L=0}=\frac{\Lambda}{2\pi^2}\langle\rho\rangle\ln 2, \tag{1.22}$$

mely a (1.21) definíció alapján

$$\int_{-q}^{q}\tilde{q}^2 I_1(\tilde{q})d\tilde{q}=\left(v_2(q)-v_2(2q)\right)\int_{-\infty}^{\infty}I(\tilde{q})d\tilde{q}\,. \tag{1.23}$$

(1.22) és (1.23) felhasználásával elég nagy $q$ értékekre kapjuk, hogy

$v_2(q)-v_2(2q)=\frac{\Lambda}{2\pi^2}\langle\rho\rangle\ln 2$, mely általános megoldása

$$v_2(q)=\frac{\Lambda}{2\pi^2}\langle\rho\rangle\ln\left(\frac{q}{q_0}\right), \tag{1.24}$$

ahol $q_0$ egy konstans, amelnyek értékét a fenti gondolatmenet nem adja meg. Hasonlóan eljárva a harmad és negyedrendű kiterjesztett momentumokkal, az alábbiakat kaphatjuk:

$$v_3(q)=\frac{3}{4\pi^3}\left\langle s^{(2)}\right\rangle\ln\left(\frac{q}{q_1}\right) \tag{1.25}$$

és

$$v_4(q)=\frac{\Lambda}{4\pi^2}\langle\rho\rangle q^2+\frac{3\Lambda^2}{4\pi^4}\left\langle\rho^2\right\rangle\ln^2\left(\frac{q}{q_2}\right), \tag{1.26}$$

ahol $q_1$ és $q_2$ konstansok. (1.24), (1.25) és (1.26) egyenletekből következően a diszlokációk okozta röntgenprofil-kiszélesedés első közelítő rendben az alábbi formulával adható meg:

$$I(q)=\frac{\Lambda}{4\pi^2}\langle\rho\rangle\frac{1}{\left|q^3\right|}+\frac{3}{8\pi^3}\left\langle s^{(2)}\right\rangle\frac{q}{\left|q^5\right|}+\frac{3\Lambda}{8\pi^4}\left\langle\rho^2\right\rangle\frac{\ln\left(|q|/q_2\right)}{|q|^5}. \tag{1.27}$$

## Szakdolgozat célja

Jelen szakdolgozat célja, hogy az (3) cikkben levő számolási eredményt egy konkrét méréssel igazoljuk. A cikk kétdimenziós diszlokációrendszerekre ható külső erő folytán létrejövő belső feszültség valószínűség eloszlását tárgyalja, a kapott eredményeket a cikken belül numerikus szimulációval ellenőrzik, mely azonban nem helyettesítheti a konkrét fizikai ellenőrzését az állításoknak. A cikk szerint a diszlokációk polarizáltságát jellemző $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ mennyiség lineáris függvénye a feszültségtér-átlagnak, így kis alakváltozás esetén a mintára adott külső erőnek. $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ konkrét definíciója (1.15)-ben olvasható, és kiszámítása két konkrét diszlokáció-rendszerre megtalálható a (1) cikkben.

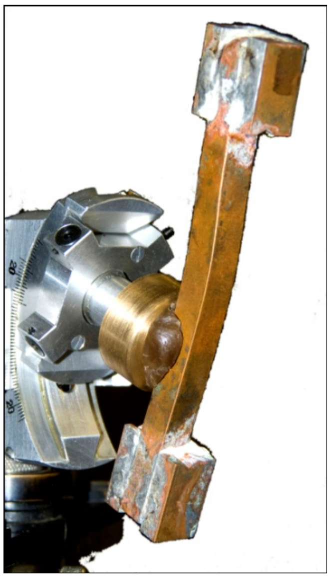
Szakdolgozatomban egy réz egykristállyal végzem el az ellenőrzést. A mintát előkészítés után egy megfelelő röntgen-diffraktométerbe helyezve, különböző nagyságú külső nyomóerők alkalmazása mellett az egyik reflexiónál megmérem a már az (1.7)-ben jelölt intenzitás-eloszlást a különböző erőknél. A mérést két mintán is elvégzem.

Az adatok elemzésének ezen fejezetben tárgyalt új módszerével lehetőség nyílik egyszerű módon szilárdtest-fizikai mennyiségek meghatározására, úgy mint a diszlokáció-sűrűség átlag, a diszlokáció-sűrűség négyzetének átlaga, valamint a már említett $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ mennyiség, s pont ezek külső tér hatására fellépő változását tárgyalja az (3) cikk. Szakdolgozatomban kiszámolom $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ értékét a különböző erőknél a két minta esetében, majd megadom az $\left\langle s^{(2)} \right\rangle(F)$ függvényt, ahol $F$ a külső nyomóerő – ami arányos a belső feszültség-tér átlaggal. Megadom továbbá a diszlokációsűrűséget is a két minta esetében, és megvizsgálom, hogy azok a mérés során mennyire maradtak állandóak a vártaknak megfelelően.

# A mérés előkészítése

## Az egykristály-darab kialakítása

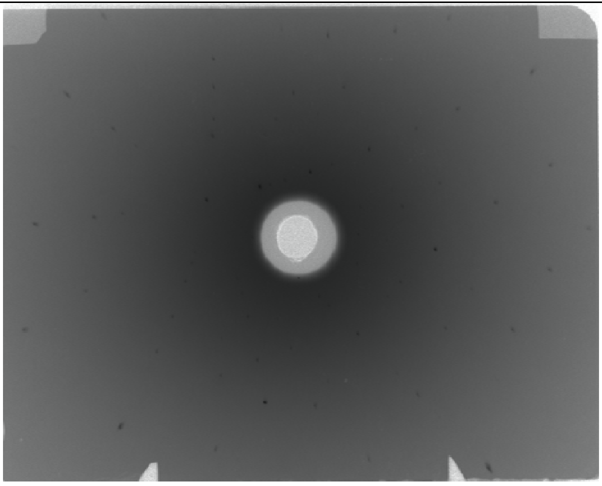
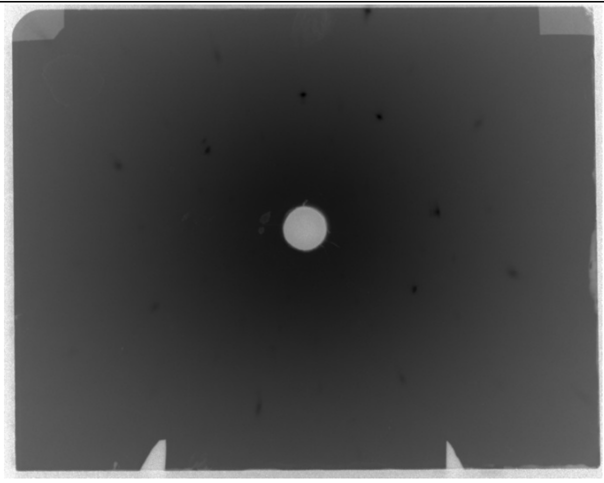
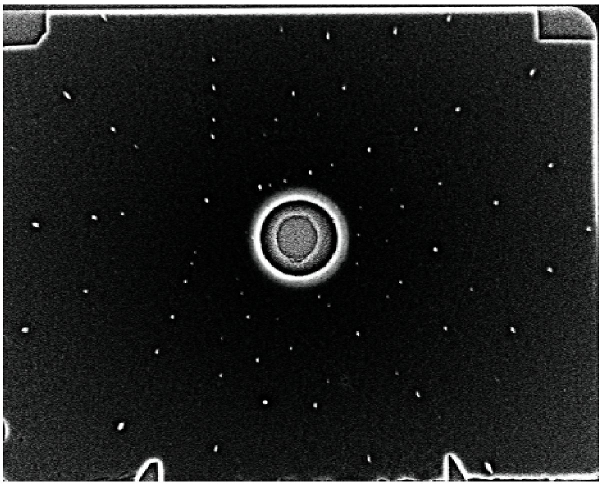
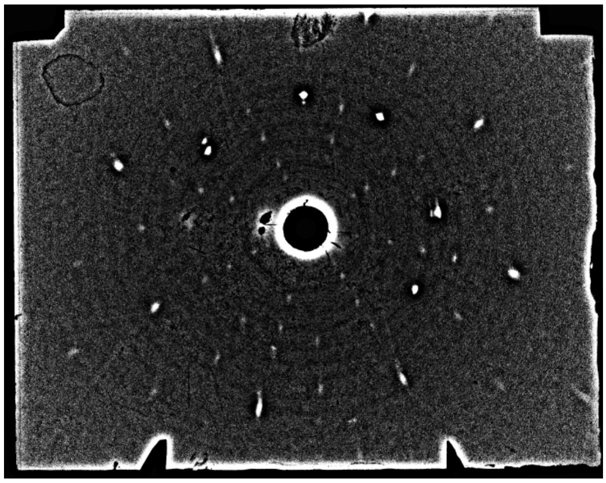
A méréshez szükséges minta mérete a berendezések méretéből adódóan kisebbnek kell lennie, mint a rendelkezésre álló réz egykristály. Továbbá nem ismert a kristály orientációja, vagyis nem tudható, hogy a kristálytani síkok hogyan állnak, így pedig a megfelelő reflexió megkeresése nagyon nehézkes volna. A kristály síklapjainak meghatározása, és azokkal párhuzamosan való, megfelelő méretűre való felszabdalása volt tehát feladat. Először meghatározzuk a síklapok irányait, majd egy ún. szikraforgácsoló géppel, precíziós vágási eljárással a kapott síkokkal párhuzamos elmetszük a mintát.



***8. ábra, orientált réz egykristály a Laue-gép goniométerében***

Laue-felvétel készítése során a mintát polikromatikus röntgensugárzással világítjuk meg, s elrendezésünkben a visszaverődő interferenciaképet használjuk fel. A mérési elrendezés és módszer részletes ismertetése megtalálható a (4) jegyzetben. A viszszaszórt sugarakat egy erre alkalmas lemezzel, ún. image platetel (IP) detektáljuk. Ez a röntgensugárzás fotólemeze. A lemezen kémiai változást hoz létre a sugárzás, s a keletkező új vegyület bizonyos hullámhosszúságú fény hatására elbomlik, és az ekkor keletkező fényt tudjuk detektálni. Ennek módja az, hogy az IP-t egy kiolvasó gépbe helyezzük, mely lézerfénnyel pásztázza végig azt, közben folyamatosan gyűjtve a bomlás során keletkező fotonokat. Így a röntgensugárzás intenzitásának helyfüggése egyszerűen rekonstruálható. Ennek elemzésével, egy OreintExpress nevű program segítségével megkapható (5), hogy egy kívánt ráccsík-irány beállításához mely tengely körül mennyire kell elforgatni a mintát. Ehhez a berendezésnek rendelkeznie kell egy olyan speciális goniométerrel, melynek képesnek kell lennie több tengely körül forgatnia a mintát anélkül, hogy az újrafelvétel során – mellyel ellenőrizzük az orientáció sikerességét – eltakarná a röntgenforrást. Továbbá az egész mintarögzítő rendszernek mozgathatónak kell lennie, hogy a szikraforgácsoló gépben megmunkálhassuk a mintát sikeres orientációt követően. (Sajnálatos módon a berendezés ezen része egy hibás konstrukciójú elemet – egy alumínium, aprómenetes csavart – tartalmazott, mely megsérült, így a goniométer szétszedése és a speciális alkatrész legyártása után lehetett csak az orientációt elvégezni. A hiba számomra komoly műszaki kihívást jelentett, melynek elhárítása sok napba telt.)

A 9. ábrán az orientálatlan mintáról készült kép bal oldalt, az orientáltról készült kép jobb oldalt látható, fent az eredeti kép, alattuk a digitálisan feljavított változat. Az OrientExpress programmal való kiértékelés során meggyőződtem arról, hogy a minta orientációja sikeres lett.

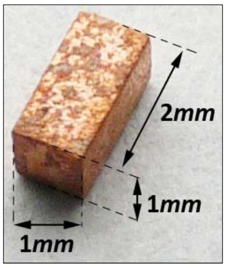
| | |
|---|---|
|  orientálatlan minta eredeti felvétele |  orientált minta eredeti felvétele |
|  orientálatlan minta felvételnek feljavított változata |  orientált minta felvételének feljavított változat |

*9. ábra, balra az orientálatlan, jobbra az orientált minta Laue-féle röntgdendiffrakcós képe*

A szikraforgácsolás egy olyan vágási eljárás, melynek során a kivágott minta minimális mechanikai károsodást szenved. Ezt azzal érik el, hogy egy vezető szálat felcsévélnek, folyamatosan feszítve tartva átcsévélik egy másik tekercsre – mint a magnó a magnószalagot –, és közben feszültséget kapcsolna rá és a mintára. A vezető szálat közel véve a mintához, ívkisülés történik, melynek mentén a minta felmelegszik, elpárolog. A minta további részének felmelegedését hűtőfolyadék akadályozza meg. A vezető szálat a minta körül mozgatva, így abba mintázat vágható anélkül, hogy a mintához konkrétan hozzáérne a vágószerszám. A szikraforgácsolás során kapott egyforma minták közül az egyiket láthatjuk a 10. ábrán.

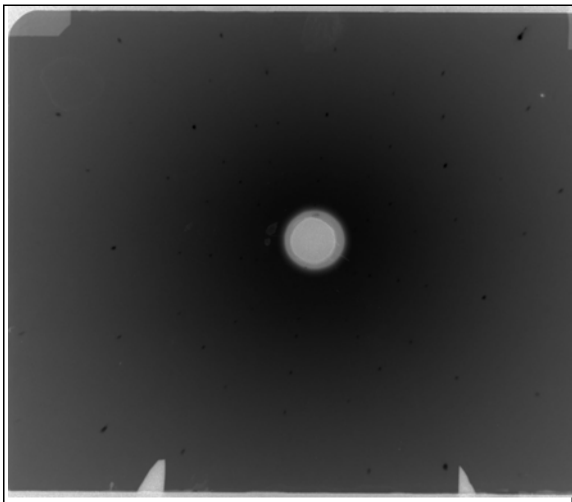
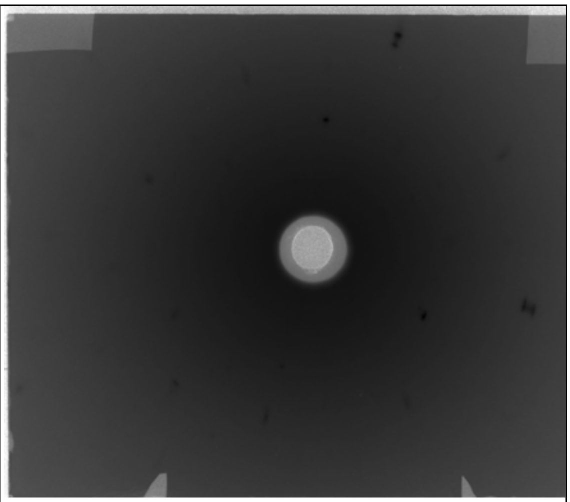
## Felületi kezelés

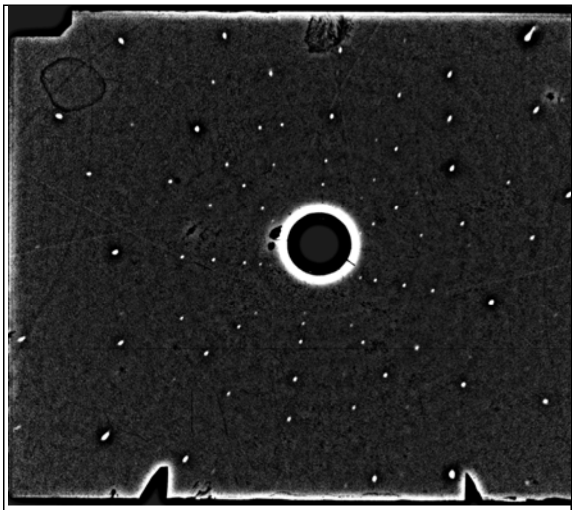
A szikraforgácsolással kapott minta felülete néhány *nm* vastagságban újra megszilárdult rezet tartalmaz, így annak orientációja nem feltétlenül egyezik a minta többi részével, ezért eltávolítandó. Ezt végezhetjük salétromsav vizes oldatával. Az eljárás sikeressége nem biztosított a különféle, a mintán megtapadó szennyeződések, illetve a salétromsav rézzel való reakciója miatt. Még híg salétromsav oldat alkalmazása esetén is buborékok képződnek a minta felületén, és ahol buborék van, ott nem tudja oldani a sav a rezet, ezért a buborékképződés ellen védekezni kell, melyet a minta intenzív rázogatásával oldottam meg. Tapasztalatom szerint ennek köszönhetően a minta felülete jóval simább, egyenletesebb lett.



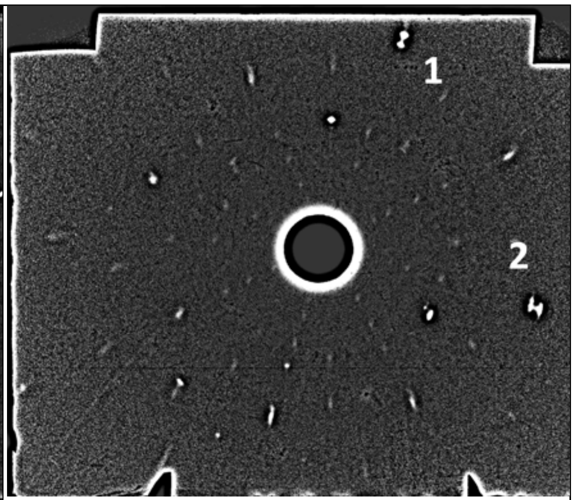

***10. ábra, az egyik minta, felülete részben oxidálódott***

A rendelkezésre álló több mintát különböző töménységű savval, különböző ideig felületkezeltem, majd a kapott mintákról újra Laue-felvételeket készítettem a felületkezelés sikerességének ellenőrzésére, illetve a helyes oldal megtalálására. Az egyik minta esetében az egész minta-előkészítési folyamat, és újrafelvétele nagyon sikeresnek mutatkozott, ugyanis Laue-felvételén éles pontok jelentek meg. Sajnálatos módon több minta esetében is a pontok duplázódása volt megfigyelhető, ami felvetette azt a gyanút, hogy a minta atomsíkjai már nem mind egy irányban állnak, vagyis már nem egykristály a minta. A 11. ábrán bal oldalt a legjobb minta, jobb oldalt egy másik minta Laue-felvétele látható, felül az eredeti, alattuk a digitálisan feljavított változat.

| | |
|---|---|
|  |  |
| legjobb minta eredeti felvétele | egy másik minta eredeti felvétele |



legjobb minta felvételének feljavított változata




egy másik minta felvételének feljavított változata

***11. ábra, az egykristályból kivágott két minta röntgendiffrakciós képe felületkezelés után***

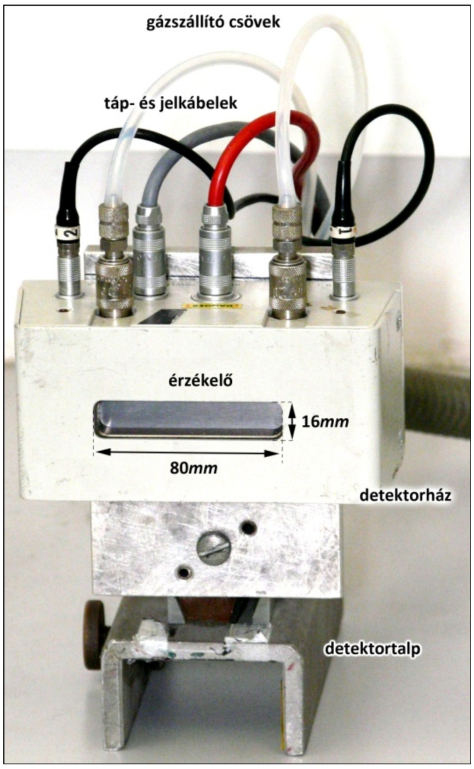
A jobb alsó képen 1-es és 2-es számmal jelöltem a már említett pontduplázódást, mely némely más pontokon is halványan megfigyelhető. A legjobb mintán viszont a pontok élesek, és nem duplázottak, a mérés során ez került használatra. Összesen hat minta esetében készítettem felvételt a felületkezelt mintákról, de csak egy esetében lett az eredmény ennyire meggyőző.

# A mérés kivitelezése és az adatok előkészítése

## Mérőeszközök

A mérés egyik legfontosabb egysége – a röntgenforrás – egy ENRAF NONIUS FR 591 típusú forgóanódos röntgengenerátor volt. A forgóanódos röntgengenerátorra a jól definiált hullámhosszú, nagy intenzitású sugárforrás miatt volt szükség. Az elektronok lassulásából származó fékezési röntgensugárzás és a réz anód céltárgy karakterisztikus röntgensugárzási hullámhossza egy germánium monokromátor segítségével elválasztható. A mérésben mi csak a réz $K_\alpha$ vonalát sugárzását használtuk. A berendezés a kijövő sugarat két részre bontja, így egyszerre a gép közelében két mérés is végezhető, számunkra elegendő volt az egyik használata.

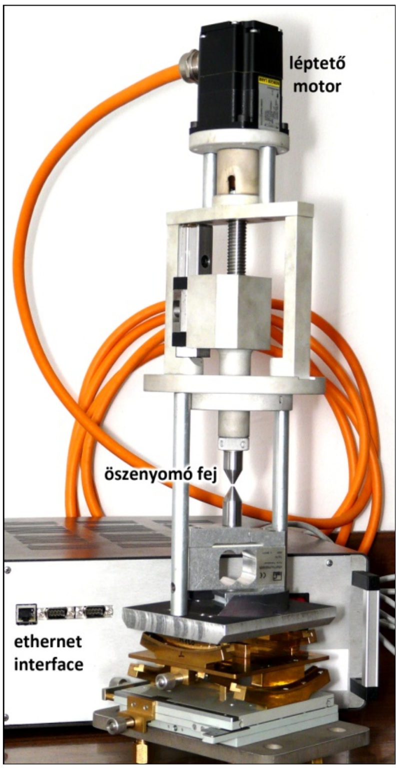
A berendezéshez szorosan hozzátartozik a goniométer, amelyre a mintát tesszük. Azért nem elegendő csupán egy rögzített alapra tenni a mintát, mert a már említett módon, a mintát lengetni kell a mérés során, azaz állandó szögsebességgel forgatni a $\theta_B$ körüli tartományban. Ezért a goniométer fejbe egy motor van építve, mely egyenletes szögsebességgel forgatja a mintát fok/perc-es nagyságrendű szögsebességgel. A goniométerre végkitérés-jelölők rögzíthetőek, melyek segítségével szabályozható, hogy a goniométer motorja mely intervallumokban lengesse a mintát: a goniométert elindítva egyik irányba addig halad, míg a jelölőt el nem éri, majd másik irányba forgatja a mintát.




***12. ábra, detektor***

A goniométeren (SIEMENS-HALSKE M386) kívül még fontos része a berendezésnek a detektortartó állvány, melynek segítségével a detektor úgy pozícionálható, hogy a szóródott röntgensugárzást detektálni tudja.

A detektor egy M BRAUN 100394 sériaszámú vonalérzékeny detektor volt (lásd 12. ábra). A detektor megfelelő működéséhez nemesgáz szükséges. A használaton kívüli detektor azon helyein, ahol a nemesgáz szükséges, idővel más gázok diffundálnak be, ezért fontos volt, hogy már a mérés megkezdése előtt jóval (1 nappal) elkezdjünk a detektoron keresztül argont fújatni. A detektor érzékelője 80*mm* hosszú és 16*mm* magas. Hosszában 2048 pozíciót tud megkülönböztetni, ezek a különböző csatornák. A detektor adatai egy PC és szoftver segítségével gyűjthető. A szoftver az adatokat csatornaszám-intenzitás adatpárokba rendezi és menti.

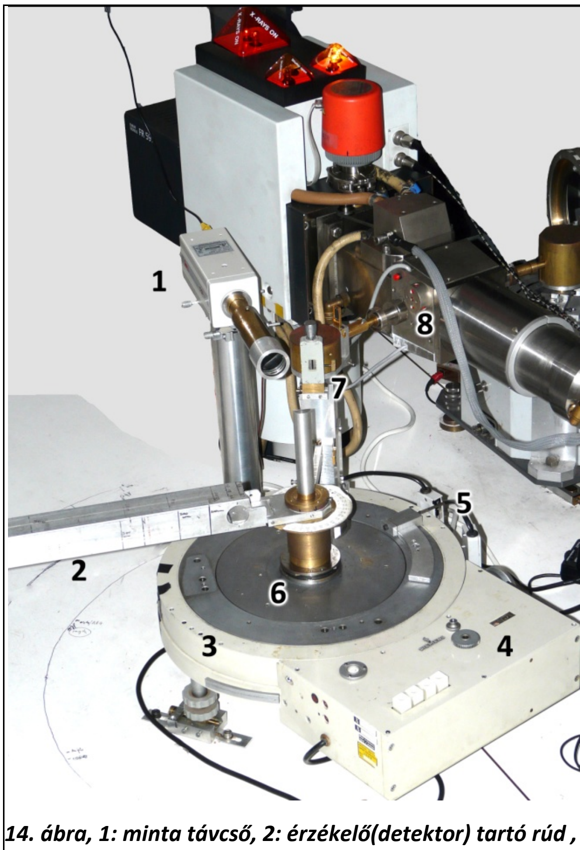



***13. ábra, összenyomó gép***

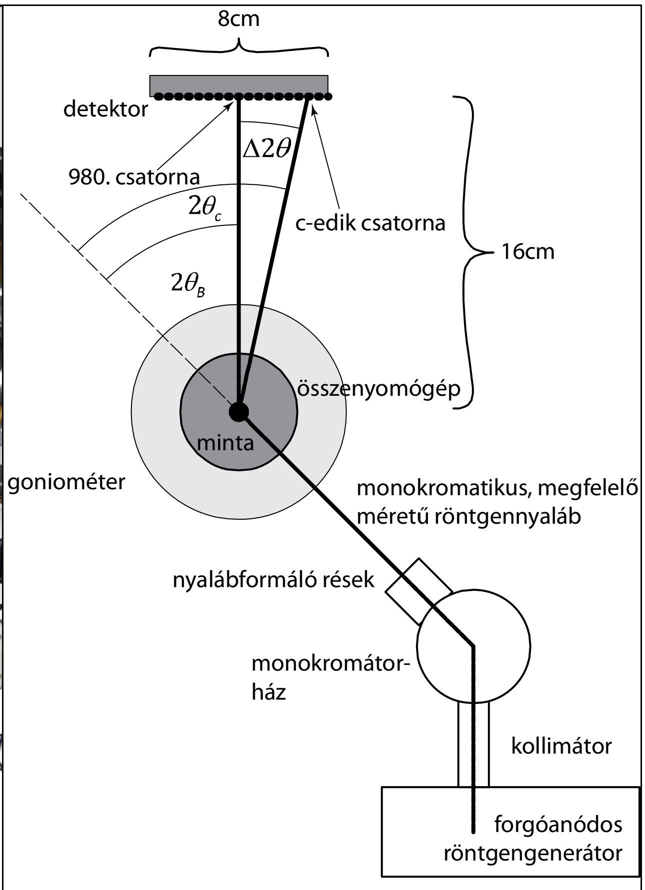
A mérés során az összenyomáshoz egy, a TMM-04 típusú csavaró gép mintájára elkészített összenyomó gép szolgált (lásd 13. ábra). A berendezésben erős léptetőmotor viszi egymástól távolabb, vagy közelebb a berendezés két pofáját, melyekre olyan fej is szerelhető, amivel a megfelelően kialakított minta nem csak nyomható, de húzható is, így nyomó és húzóerő is vizsgálható vele. A berendezés a mérés kezdetétől eltelt időt, az összenyomó erőt és mérés kezdetétől történő elmozdulást rögzíti, a mérési eredményeket ilyen mérési hármasokba rendezi és menti. A berendezés egy Ethernet porton keresztül vezérelhető, és ugyanezen keresztül gyűjthető az adat is.

## Mérési elrendezés

A mérési elrendezéshez tekintsük 15. ábra képét! Az ábra a mérési elrendezést felülnézetből ábrázolja. Középen világosszürke a goniométer, és sötétszürke az összenyomó gép. A goniométer a röntgenberendezés egységeivel közös alapra van rögzítve, és a goniométer pontosan a minta középpontú tengely mentén forgatható. A 14. ábra képén ezen berendezéseket láthatjuk, csak már nem az összenyomó géppel.




*14. ábra, 1: minta távcső, 2: érzékelő(detektor) tartó rúd , 3: goniométer, 4: goniométer vezérlő elektronikája, 5: helyzet érzékelők, 6: minta (machinátor) tartó, 7: nyalábformáló rések, monokromátor ház, kollimátor, 8: forgóanódos generátor nyalábválasztója*




*15. ábra, a mérési elrendezés sematikus ábrája*

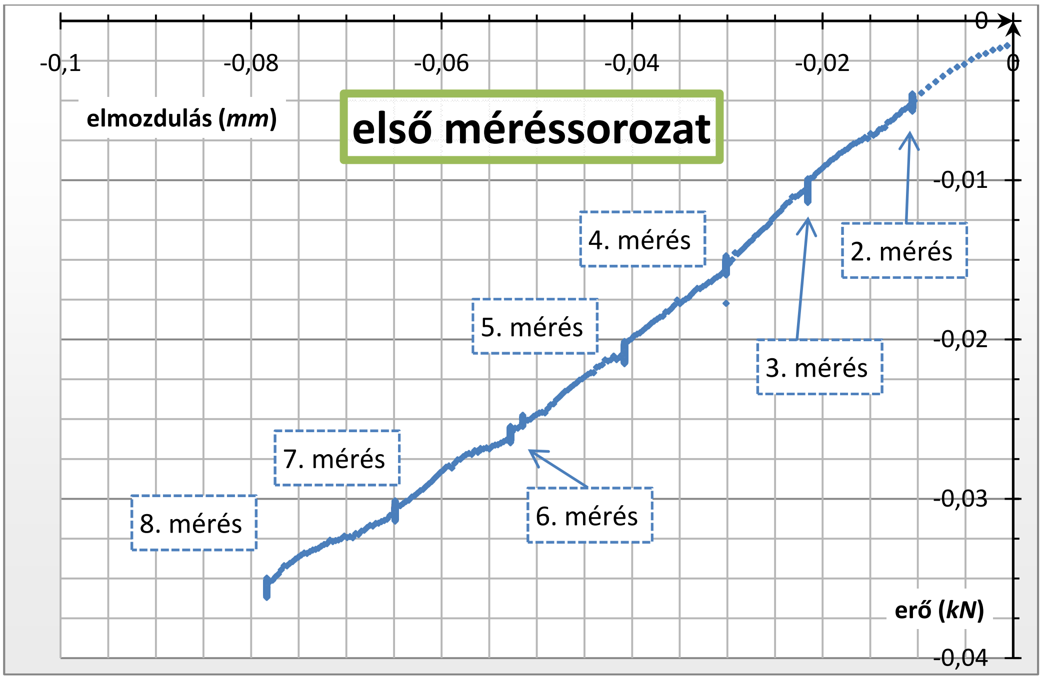
## Adatok begyűjtése, mérés elvégzése

A berendezés képességeihez képest alacsony teljesítmény volt csak használható a detektor miatt, ugyanis a detektorba érkező teljesítmény maximális értéke a detektor épségének megóvása végett véges. A berendezésre így 40$kV$ feszültséget és 20$mA$ áramerősséget kapcsolva a teljesítménye 800$W$ volt.

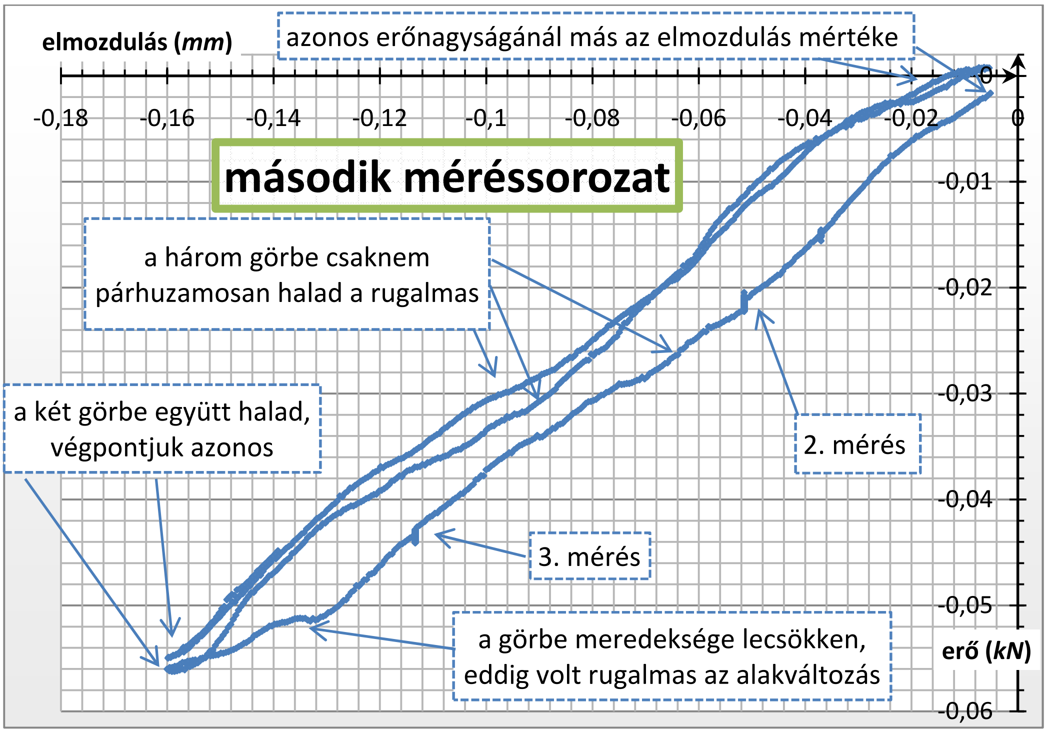
A lengetésnél a forgatást a majdnem szélsőhelyzetből kezdtem, s mikor hangjelzés kíséretében a goniométer motorja megfordította a forgatási irányt, akkor kezdtem el az adatok gyűjtését a detektorról a számítógép segítségével. A mérést a goniométer egy oda-vissza útja során mértem, vagyis addig tartott, míg a kezdeti, majdnem szélsőhelyzeten áthaladva a goniométer motorja ismét irányt váltott. Tekintve, hogy egy mérés jellemző időtartama 37,5 perc volt hozzávetőleg 5 másodperces szórással, az így, a mérés pontos indításának és leállításának hibája (az emberi 0,2s-os reflexidejének kétszerese) elenyésző a mérési időhöz képest. Valamint megjegyzendő, hogy a végkitérés környékén a detektorba jutó intenzitás igen csekély volt, így ez a hibaforrás feltételezhetően valóban elenyésző.

### Terhelési erő meghatározása, és a mérés felügyelete

Az összenyomó géppel a mintát befogatva több próbaösszenyomást végeztem, ugyanis fontos volt, hogy csak a rugalmas alakváltozás tartományában végezzük el a mérést, ugyanakkor a minta a mérés elkezdéséig már elszenvedjen valamekkora mértékű maradandó alakváltozást, hogy tartalmazzon diszlokációkat. A folyáshatárt megállapítva, annak ¾-ed részéig végeztem méréseket, a rendelkezésre álló erőtartományt hozzávetőleg egyenlő részekre osztottam be. Első méréssorozat alkalmával 7 mérést, majd a mintát hozzávetőleg 10%-kal maradandóan megdeformálva, újabb 3 mérést végeztem. A mérés teljes időtartama során folyamatosan gyűjtöttem az elmozdulás és terhelési erő adatpárokat, melyek segítségével az egyes mérések során használt erő nagy pontossággal meghatározható, illetve igazolható, hogy a mérés a helyes tartományban történt. Az első és második méréssorozat során kapott elmozdulás-erő adatokat tartalmazó grafikonokat láthatjuk a 16. és 17. ábrán.




*16. ábra, első méréssorozat elmozdulás-erő grafikonja, a grafikonon jól látható a 8 elvégzett mérésből 7*

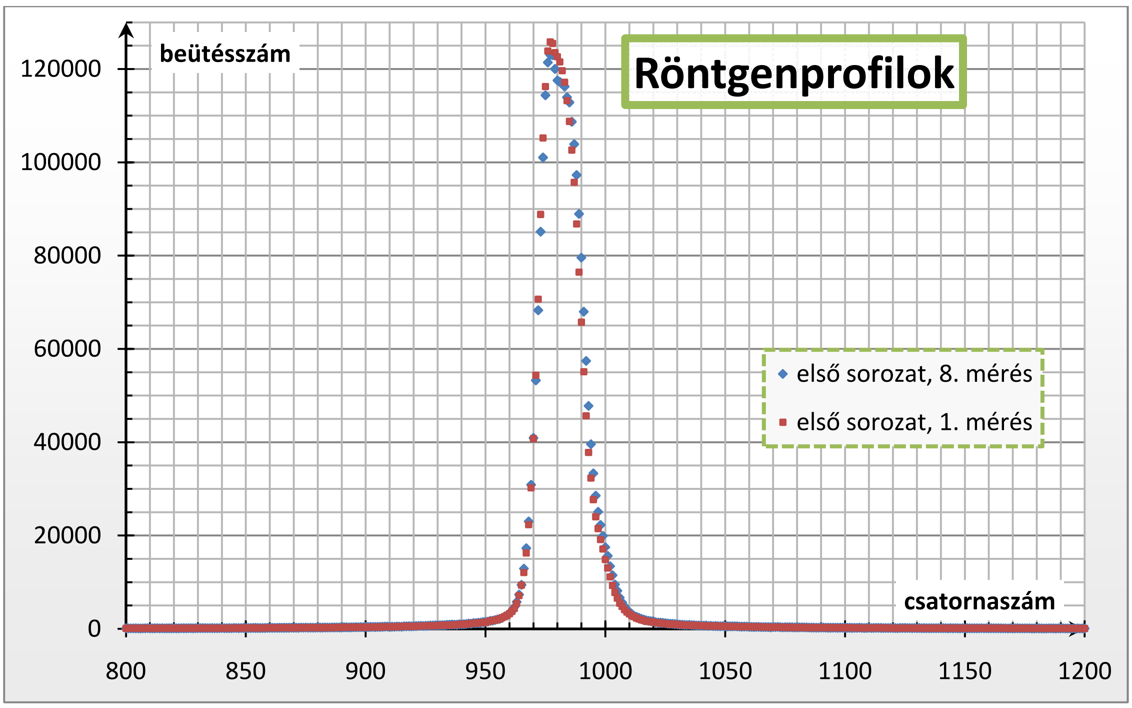



*17. ábra, a második méréssorozat elmozdulás-erő grafikonja, a méréssorozat elvégzése után a mintát a folysáhatáron túl terhelve, majd a relaxáció után újra leterhelve*

Habár a görbék valamelyest eltérnek az ideálisan várt görbétől, jól felismerhetőek azok jellegzetességei. A folyáshatárt elérve a görbe kevésbé lesz meredek, majd az erőt csökkentve állandó, a kezdeti meredekséggel megegyezően megy vissza a görbe, és újbóli terhelés során, ha ugyanaddig nyomjuk össze a mintát, az első összenyomással párhuzamos görbét kapunk, és meredeksége számottevően nem változik. Az előkészítés miatt az első görbe már azt mutatja, melynek során a röntgenprofilt is felvettük. A 37 perces várakozások során különböző erő értékeket jelzett ki a gép adott összenyomásnál, így a pontos erő értékért ezt később még elemezni kell. Sajnálatos módon az adatok csak az első röntgenprofil felvétele után kerültek rögzítésre mindkét méréssorozat esetében, így az ottani erők értékét csak a mérés során kézzel is írt eredmények alapján határozhatjuk meg. Mint majd láthatjuk, ez a mérés végeredményét nem befolyásolja.

### Röntgenprofil felvétele

A diffrakciós sugár útjába kellett helyezni a detektort, melynek elvégzése nem egyszerű feladat, mivel a sugár szabad szemmel nem látható, és a közvetlen vagy szóródó sugárba beleérni egészségügyi okok miatt nem lehet. Továbbá a detektornak célszerű volt olyan helyzetben lennie továbbá, hogy a reflexiós sugár a detektor közepét találja el, mind vízszintesen, mind függőlegesen. Ezt tette lehetővé a detektor valósidejű intenzitás-csatornaszám kijelzése. Az intenzitás maximuma alapján a függőleges, a csúcs csatornaszámbeli helye alapján a vízszintes pozícionálás volt megoldható. A megfelelő előkészületek – goniométer motorjának elindítása és összenyomó-erő beállítsa – után a PC-vel az adatokat begyűjtöttem. A mérési eredmények közti különbség szemmel elenyésző, ennek szemléltetésére két mérés eredménye grafikusan látható a , a csúcs körüli szűkebb tartomány ábrázolásával.




***18. ábra, két mérés során felvett röntgenprofil középső tartományának ábrázolásával***

## Röntgenprofil adatok feldolgozása

A mérés kiértékeléséhez a csatornaszámból a (1.8) egyenletnél definiált $q$ mennyiségből az (1.19) egyenlet alapján használhatót kell kifejezni a mérési eredmények feldolgozásához. Vagyis a csatornaszámból a Bragg-szöghöz tartozó $q_B$-től való eltérését kell kifejezni. Legyen a vizsgált ordináta csatornaszám értéke *c*, a hozzá tartozó *q* értéke $q_c$, a hozzá tartozó fél-eltérülés szög $\theta_c$! Ekkor a mérési elrendezés (*15. ábra*) alapján $\Delta 2\theta = 2\theta_c - 2\theta_B$ egyenletét felhasználva

$$q = q_c - q_B = \frac{2\sin\theta_c}{\lambda} - \frac{2\sin\theta_B}{\lambda} = \frac{2}{\lambda}\left(\sin\left(\frac{\Delta 2\theta_c + 2\theta_B}{2}\right) - 2\sin\theta_B\right). \tag{3.1}$$

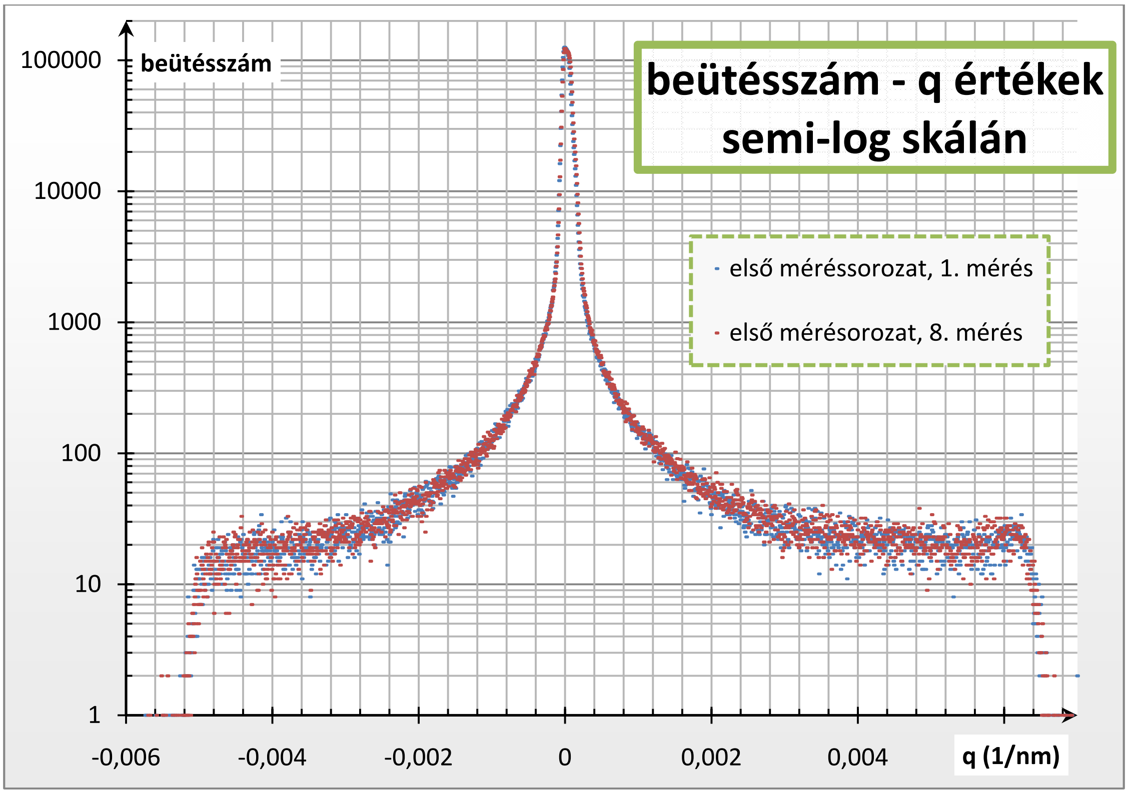
$\Delta 2\theta_c$ értéke az ábra alapján tisztán geometriai úton meghatározható. Mivel a 8*cm* széles detektoron 2048 csatorna található, és a detektor 16*cm*-re található a mintától, adódik, hogy

$$\Delta 2\theta_c = \arctan\left(\frac{980 - c}{2048}\cdot\frac{8}{16}\right), \tag{3.2}$$

ahol 980 a csúcs közepe, vagyis a Bragg-szöghöz tartozó csatornaszám, melyet a profil rövid elemzésével kaphatunk. (Tehát a Bragg-szögnek megfelelő csatornaszámot nem a geometriai elrendezésből határoztuk meg, hanem a mérési eredményből, mivel feltételeztük, hogy a maximum a Bragg-szögnél van. Ez a feltételezés azonban egzaktul nem helytálló, hisz pont a röntgenprofil változását várjuk, mely oly mértékben és módon változik meg a minta összenyomásának következtében, hogy a csúcs a növekvő csatornaszám irányába mozdul el 5-10 csatornaszámnyit. Jó tudni, hogy Bragg-szög csatornaszám értéke nem szükséges ilyen nagy pontossággal, csupán a közelítő értéke a fontos, annyira, hogy a csatornaszám - q transzformáció kellőképp pontos legyen. Szerencsére ez a görbe a kis szórási szög miatt nem sokkal tér el a lineáristól, ezért nem okoz nagy problémát, hogy a közepe nem határozható meg pontosan.) Ezt visszahelyettesítve kapjuk a formulát:

$$q = \frac{2}{\lambda}\left[\sin\left(\frac{\arctan\frac{(980 - c)\cdot 8}{16\cdot 2048} + 2\theta_B}{2}\right) - 2\sin\theta_B\right]. \tag{3.3}$$

Az így áttranszformált ordináta függvényében ábrázolva a beütésszámot logaritmikus skálán, még mindig szemmel alig megkülönböztethető eredményt kapunk, ezt láthatjuk a 19. ábrán.




***19. ábra, két mérés röntgenprofilja logaritmikus ordináta skálán, abszcisszán a (3.3) egyenlet definiálta q***

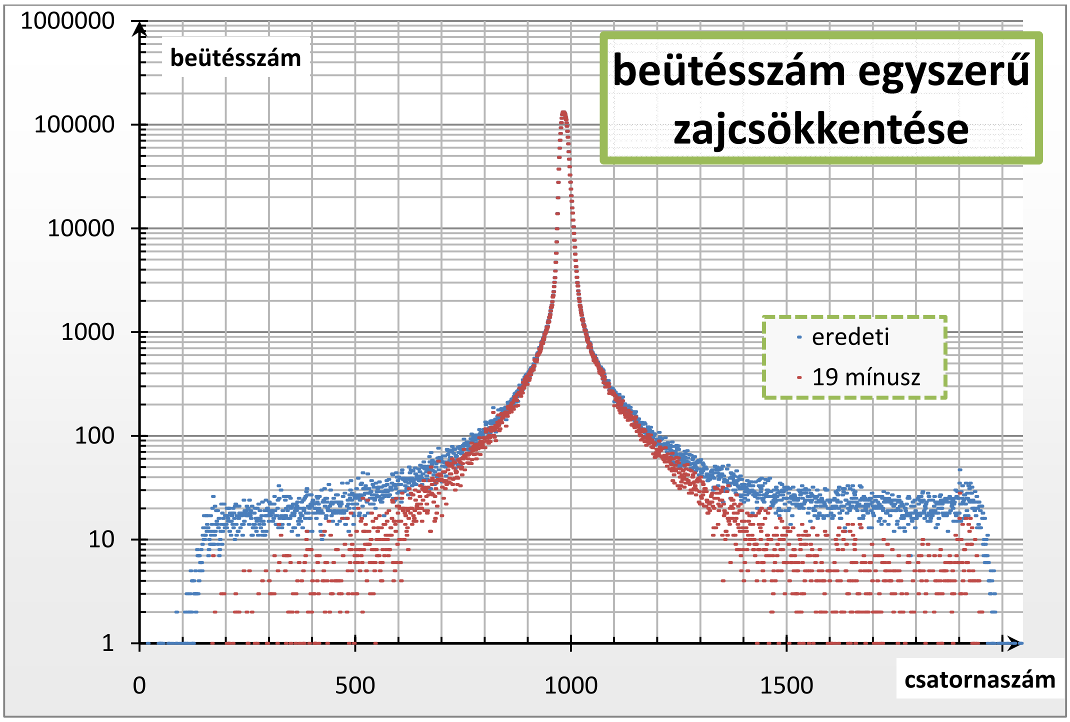
A csúcs kinagyításával látható, hogy az valóban elmozdult a nagyobb *q* érték irányába. Sajnos az értékek sok helyen fedik egymást, de apriori tudással azt láthatjuk, hogy a piros pontok a jobb oldalon csekély mértékben a kék fölé emelkednek.

# Számítások elvégzése, az eredmény értelmezése

## Másod-, harmad- és negyedrendű momentumok

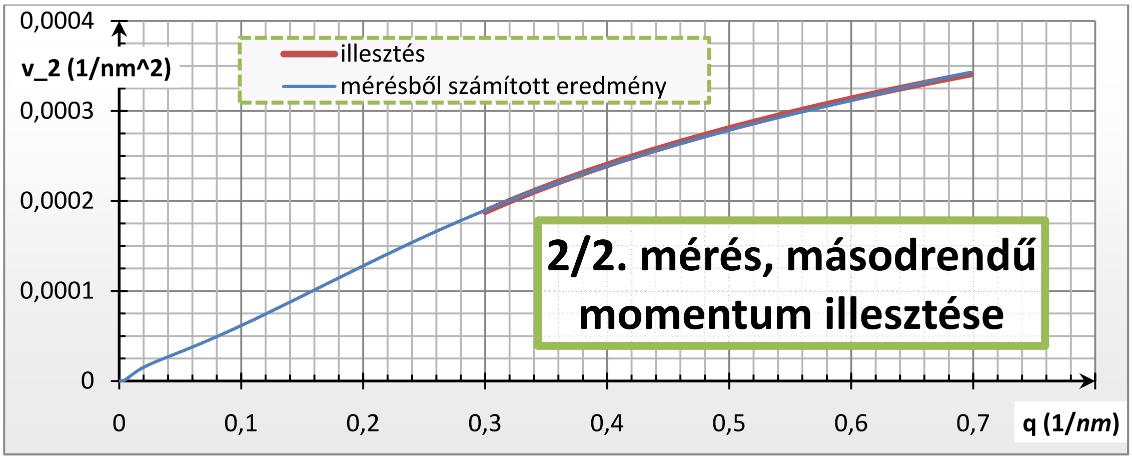
A (1.19) egyenletben szereplő kiterjesztett másod, harmad és negyedrendű momentumot kell meghatározni (pontosabban fogalmazva a negyedrendű momentum helyett, mint ahogyan a (1.26) egyenletből látható, a $v_4(q)/q^2$ mennyiség meghatározása a praktikusabb). A másod és negyedrendű momentumokból a diszlokációsűrűség, a harmadrendűből a diszlokációk polarizáltságtól függő $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ mennyiséggel fejezhető ki. Számunkra elegendő volna csak annak igazolása, hogy a (3) cikk szerint ez arányos a terhelőerővel, míg a diszlokációsűrűség lényegében nem változik.

A másod és negyedrendű momentumok számolásánál fontos, hogy a mérési eredményből a háttérzajt levonjuk, ez ugyanis összegződik a momentum definíciója alapján. A zaj levonását egyszerűen úgy végeztem, hogy a beütésszámból kivontam egy $n$ egész számot. A helyes $n$ értéket úgy határoztam meg, hogy megvizsgáltam, mely esetben ad a momentumszámolás korábban, mások által elvégzett eredménnyel összevethető eredményt. Valamint elvárt továbbá, hogy a másod- és negyedrendű momentumok közül azonos $\langle \rho \rangle$ diszlokációsűrűséget adjon. Ennél az értéknél elvárt volt, hogy ne legyen több mint a csúcstól távoli részeknél a beütésszám. Így adódott $n = 19$ érték. A harmadrendű momentum definíciójából látható, hogy itt a zaj nem összegződik, így ez a bizonytalan lépés nem növelte a hibalehetőségeket. Az egyik mérési eredményre elvégezve a kivonást, az alábbi grafikont kaptuk:

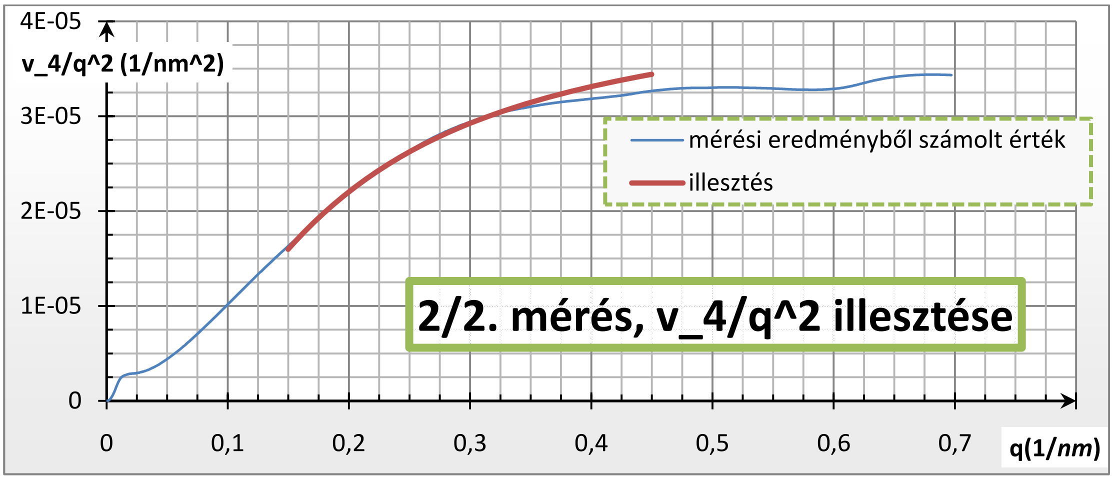



***20. ábra, a másod- és negyedrendű momentumok számolása érdekében elvégzett egyszerű zajcsökkentés a beütésszámokból való konstans, n=19 kivonásával***

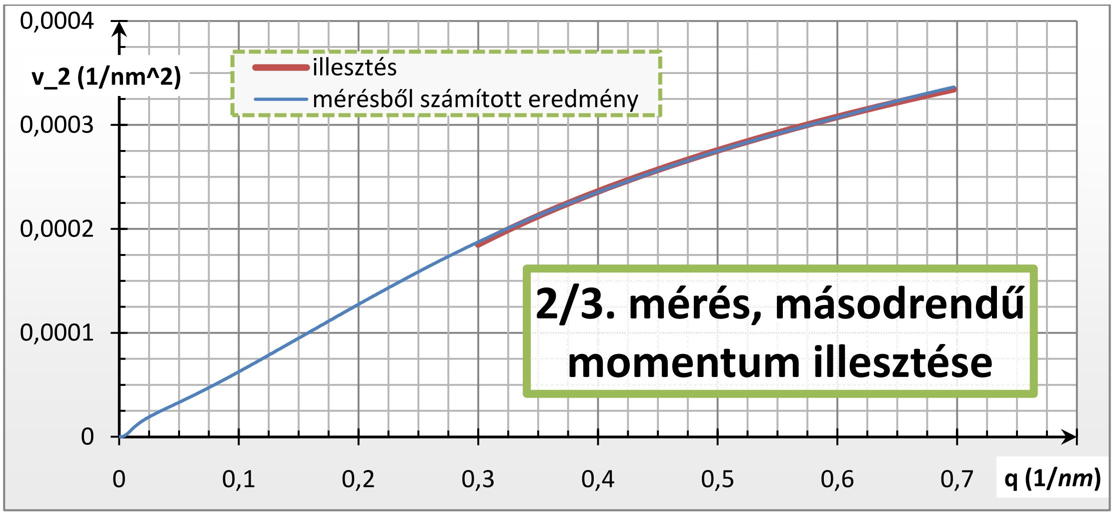
A kapott kiterjesztett momentum függvényeknek csak megfelelő részére szabad az illesztést elvégezni. Mint ahogy a (1.24) egyenlet kiszámolásánál is kihasználtuk, csak kellőképp nagy $q$ értékekre szabad elvégezni az illesztést, de nem szabad túl távoli értéket sem venni, ahol már jel nem, csak zaj van. Így az illesztési határok megadása nem triviális. Két mérés során a momentumokra való illesztést láthatjuk a 21-24. ábrákon, a másod- és negyedrendű momentumoknál 19-et, a harmadrendűnél 0-át vonva ki az eredeti beütésszámból. A momentumok számolása során a beütésszámot úgy normáltuk, hogy a teljes intenzitás - $q$ függvény integrálja 1 legyen.



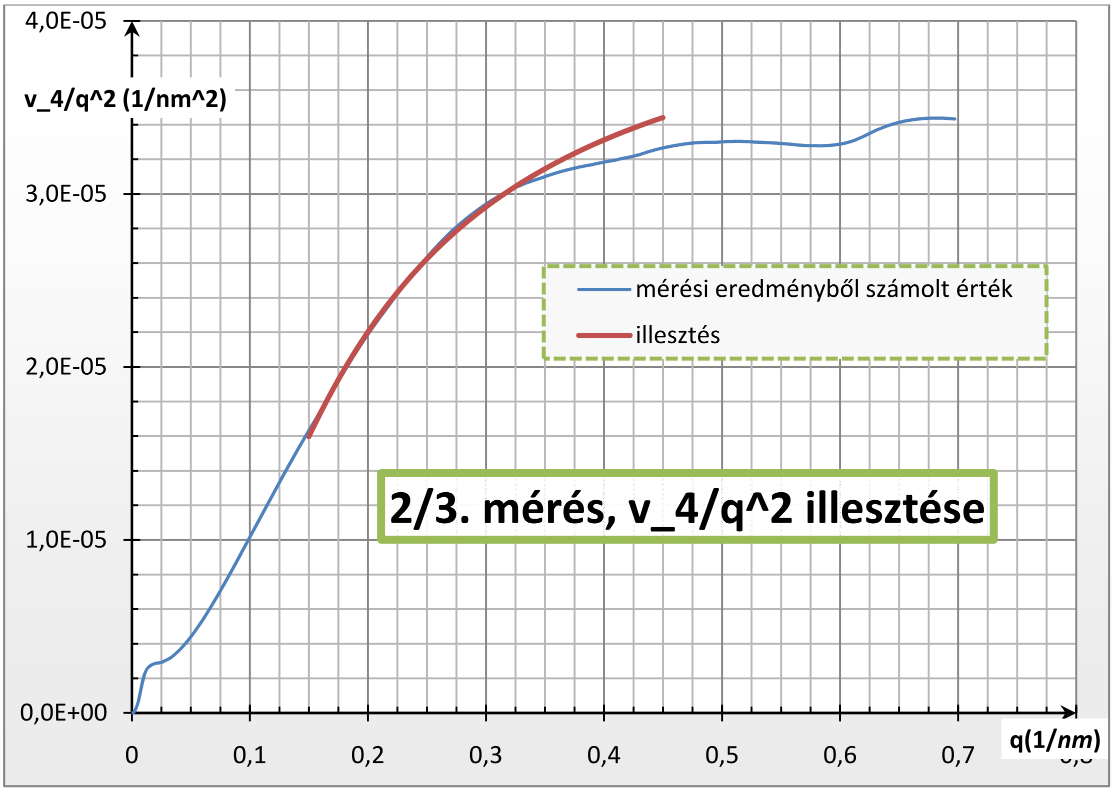

***21. ábra, második méréssorazat második méréséből a diszlokációsűrűség számolásához elvégzett, másodrendű momentumra vett illesztés***



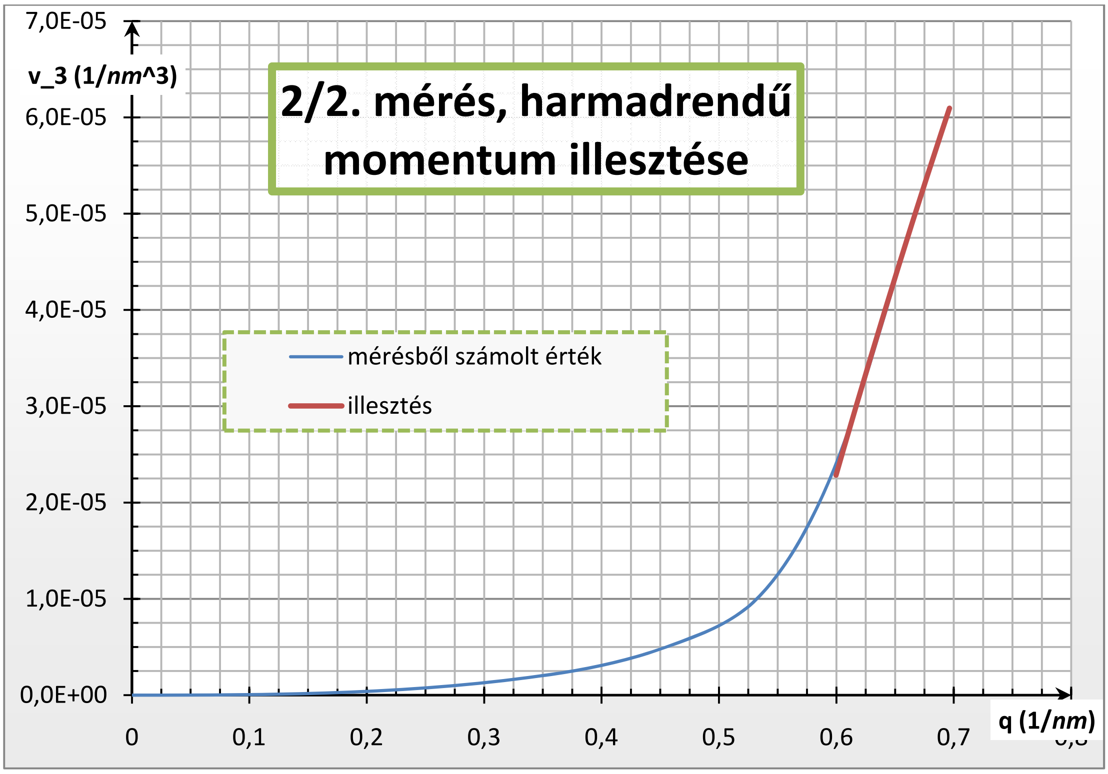

***22. ábra, a második méréssorazat második méréséből a diszlokációsűrűség számolásához elvégzett, negyedrendű kiterjesztett momentum / q^2-re vett illesztés***



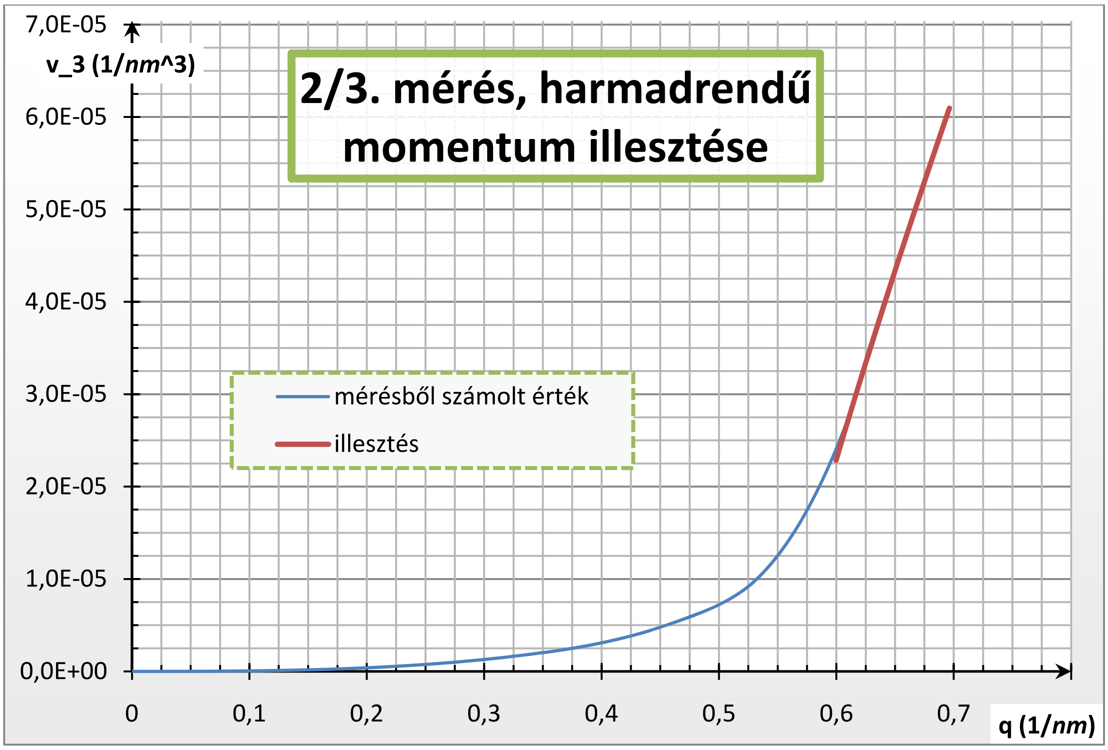

**23. ábra, *a második méréssorazat harmadik méréséből a diszlokációsűrűség számolásához elvégzett, másodrendű kiterjesztett momentumra vett illesztés***




**24. ábra,** ***a második méréssorazat harmadik méréséből a diszlokációsűrűség számolásához elvégzett, negyedrendű momentum / q^2-re vett illesztés***




**25. ábra,** ***a második méréssorazat második méréséből a*** $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ ***számolásához elvégzett, harmadrendű momentumra vett illesztés***




**26. ábra,** ***a második méréssorazat harmadik méréséből a*** $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ ***számolásához elvégzett, harmadrendű momentumra elvégzett illesztés***

A mérési eredményekből látható, hogy másodrendű momentumnál a $q = 0,3$ -tól kezdődő tartományra, addig negyedrendűnél a $(0,15;0,45)$ tartományra végeztem az illesztést, illetve harmadrendűnél $q = 0,6$ -tól kezdődően.

Hasonló módon elvégezve az illesztéseket az összes mérésre, az eredményeket az 1. táblázatban foglaltam össze.

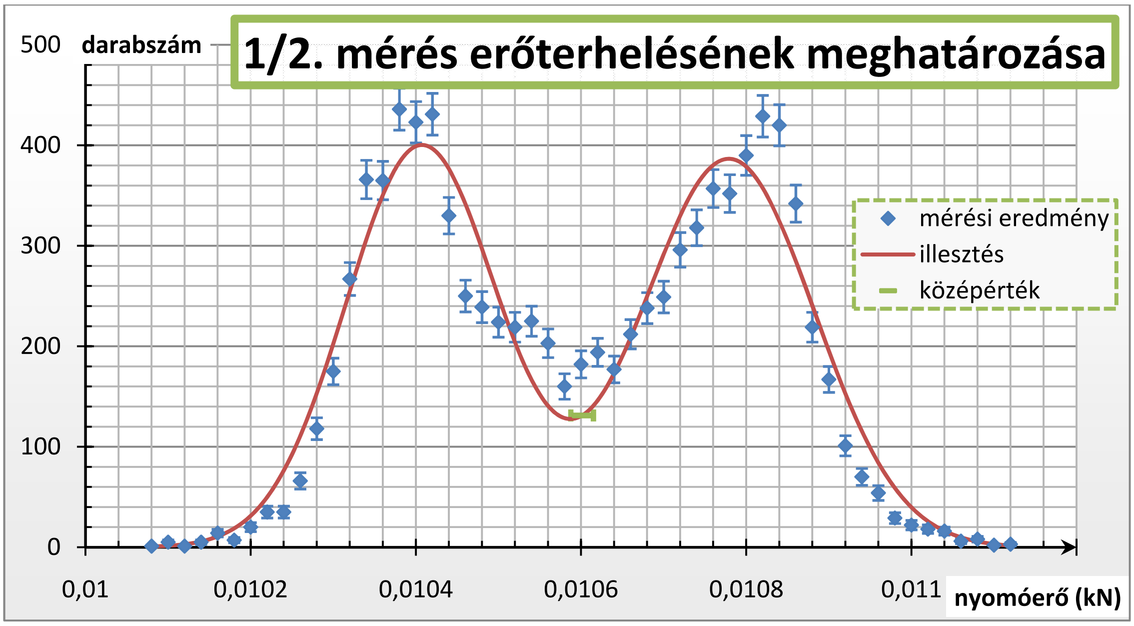
| mérés sorszáma | $\Lambda\langle\rho\rangle / 2\pi^2$ | $\Lambda\langle\rho\rangle / 4\pi^2$ | $3\langle s^{(2)}\rangle / 4\pi^3$ |
|---|---|---|---|
| 1/1 | 1.770E-04 | 4.418E-05 | 2.710E-04 |
| 1/2 | 1.930E-04 | 4.384E-05 | 2.780E-04 |
| 1/3 | 1.910E-04 | 4.803E-05 | 2.810E-04 |
| 1/4 | 1.950E-04 | 4.671E-05 | 2.810E-04 |
| 1/5 | 1.870E-04 | 4.577E-05 | 2.790E-04 |
| 1/6 | 1.950E-04 | 4.746E-05 | 2.720E-04 |
| 1/7 | 1.910E-04 | 4.818E-05 | 2.630E-04 |
| 1/8 | 1.870E-04 | 4.611E-05 | 2.700E-04 |
| 2/1 | 1.790E-04 | 4.280E-05 | 2.600E-04 |
| 2/2 | 1.810E-04 | 4.360E-05 | 2.670E-04 |
| 2/3 | 1.770E-04 | 4.248E-05 | 2.550E-04 |

***1. táblázat, a momentumok illesztéséből kapott mennyiségek összefoglaló táblázata***

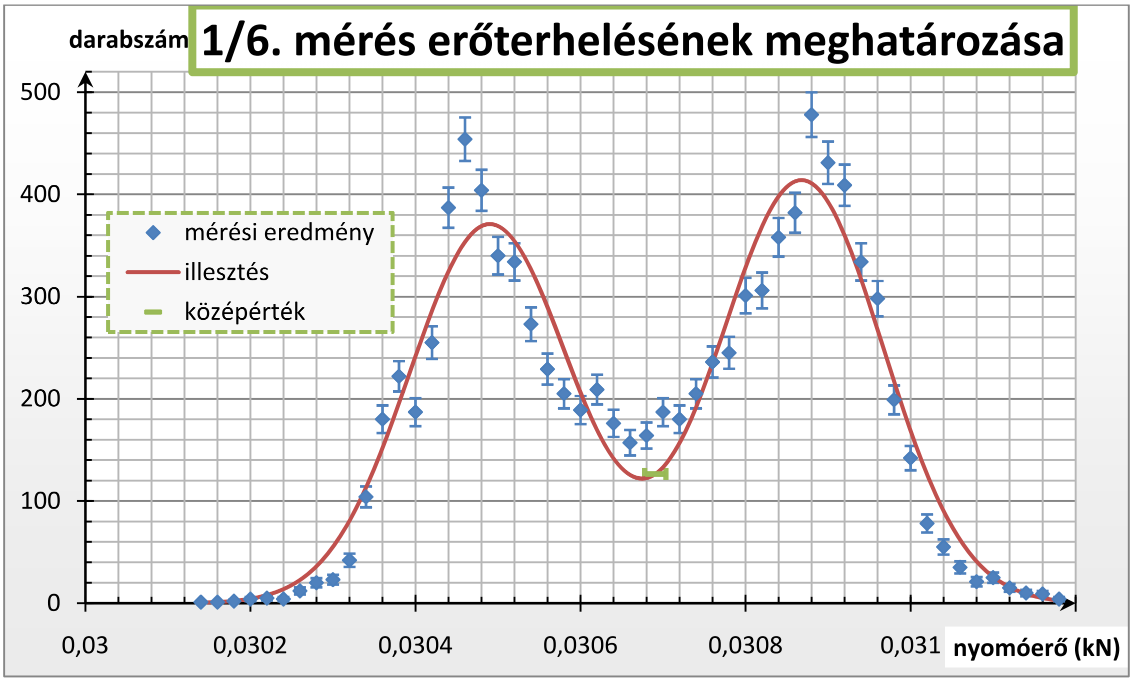
Az első oszlop adatai a másodrendű illesztésből, a második oszlop a negyedrendű illesztésből, míg az utolsó oszlop a harmadrendű momentum illesztéséből adódott. Látható, hogy második oszlop értéke jellemzően nem a fele az elsőnek, hanem annak harmada, negyede, tehát a diszlokációsűrűség pontos meghatározását nem tudjuk elvégezni. Az illesztések hibája jellemzően 0,5% alatti. Az illesztési határok bizonytalanságából adódó viszont (többfajta illesztést elvégzéséből tudhatóan) ennél jóval nagyobb, akár 5-10%-os is lehet, ehhez képest az illesztés hibája elenyésző. A terhelési erő függvényében való ábrázolásukhoz a terhelési erőt nagy pontossággal határozzuk meg!

## Terhelési erő meghatározása

Az említett momentumokat a feszültséggel csaknem teljesen arányos nyomerő függvényében fogom meghatározni. (Azért nem pontosan arányos, mert még a rugalmas alakváltozás során is változik a feszültség kiszámolásához szükséges keresztmetszet.) A terhelési erő – elmozdulás eredményei már ismertek. Az egyes mérések során megvizsgáltam a mért erők értékének az eloszlását, az erőket intervallumokra osztottam, majd hisztogramot építettem. Az egyes erő-intervallumok mérési darabszám abszolút hibájának – Poisson eloszlást feltételezve – azok gyökét vettem. A mérési eredményeket két mérés esetében a 27-es és 28-as grafikonok tartalmazzák.




*27. ábra, az első méréssorazat második mérése során mért erőértékekből épített hisztogram*




*28. ábra, az első méréssorazat második mérése során mért erőértékekből épített hisztogram*

Az egyes nyomóerő értékeknél feltüntetett darabszám azt jelenti, hogy hányszor mért a berendezés az azon és a rákövetkező értékek közötti nyomóerőt. Érdekes jelenség, hogy nem egy csúcs található, hanem kettő. Ennek részleteivel nem foglalkozva, jobb híján két normális eloszlást feltételezve származó Gauss-görbe összegét illesztettem az eredményekre, az illesztett függvény egyenlete: $f(x)=\frac{A}{\sigma\sqrt{2\pi}}e^{-\frac{(x-m)^2}{2s}}+\frac{A_2}{\sigma_2\sqrt{2\pi}}e^{-\frac{(x-m_2)^2}{2\sigma_2^2}}$.

A két görbe paramétereiből meghatározható az erő középértéke: a csúcsok területeivel súlyozva vettem a görbék közepének súlyozott átlagát. A hibát a görbék területéből és a középértékek hibájából számoltam, a hibák által adható két szélsőértékből. Lehetőség lett volna még a középérték meghatározására az összes hisztogram érték súlyozott közepét venni. Az mérésekhez tartozó hisztogramra való illesztést, és az abból kapott középértéket az alábbi táblázat tartalmazza:

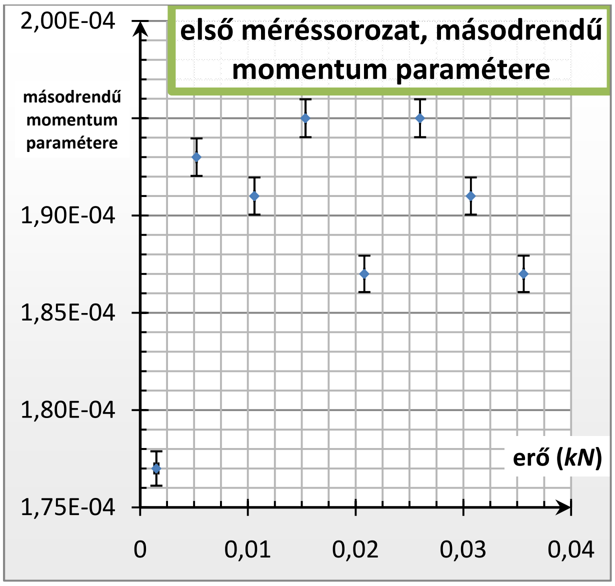
| | 1/2 | 1/3 | 1/4 | 1/5 | 1/6 | 1/7 | 1/8 | 2/2 | 2/3 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| A | 0,0106 | 0,0919 | 0,0968 | 0,090 | 0,527 | 0,090 | 0,092 | 0,667 | 0,045 |
| $\Delta A$ (%) | 7,9 | 4,7 | 4,2 | 4,2 | 5,0 | 4,5 | 6,6 | 4,2 | 5,4 |
| $\sigma$ | 1,16E-4 | 9,17E-5 | 9,53E-5 | 9,10E-5 | 1,04E-4 | 9,74E-4 | 8,82E-4 | 1,49E-4 | 1,51E-4 |
| $\Delta\sigma$ (%) | 9,4 | 5,5 | 5 | 4,9 | 5,8 | 5,3 | 7,7 | 5,1 | 6,3 |
| $m$ | 0,0051 | 0,0104 | 0,0152 | 0,0206 | 0,0258 | 0,0305 | 0,0354 | 0,0215 | 0,0434 |
| $\Delta m$ (%) | 0,094 | 0,047 | 0,030 | 0,020 | 0,023 | 0,017 | 0,019 | 0,033 | 0,021 |
| $A_2$ | 0,085 | 0,100 | 0,094 | 0,102 | 0,526 | 0,102 | 0,101 | 0,337 | 0,024 |
| $\Delta A_2$ (%) | 7,3 | 4,6 | 4,3 | 3,8 | 4,9 | 4,0 | 6,6 | 6,8 | 8,13 |
| $\sigma_2$ | 6,24E-5 | 1,04E-4 | 9,19E-5 | 1,00E-4 | 1,01E-4 | 9,86E-5 | 1,06E-4 | 8,71E-5 | 8,43E-5 |
| $\Delta\sigma_2$ (%) | 8,4 | 5,5 | 5,1 | 4,7 | 6,1 | 4,9 | 8,2 | 7,4 | 8,9 |
| $m_2$ | 0,0054 | 0,0108 | 0,0155 | 0,2100 | 0,0262 | 0,0309 | 0,0358 | 0,0219 | 0,0438 |
| $\Delta m_2$ (%) | 0,094 | 0,049 | 0,029 | 0,020 | 0,020 | 0,015 | 0,023 | 0,029 | 0,017 |
| $\overline{m}$ | **0,00523** | **0,01060** | **0,01534** | **0,02080** | **0,02597** | **0,030691** | **0,03559** | **0,021623** | **0,04353** |
| $\delta\overline{m}(\pm)$ | 1,9E-5 | 1,4E-5 | 1,3E-5 | 1,2E-5 | 1,5E-5 | 1,3E-5 | 2,0E-5 | 1,6E-5 | 2,0E-5 |

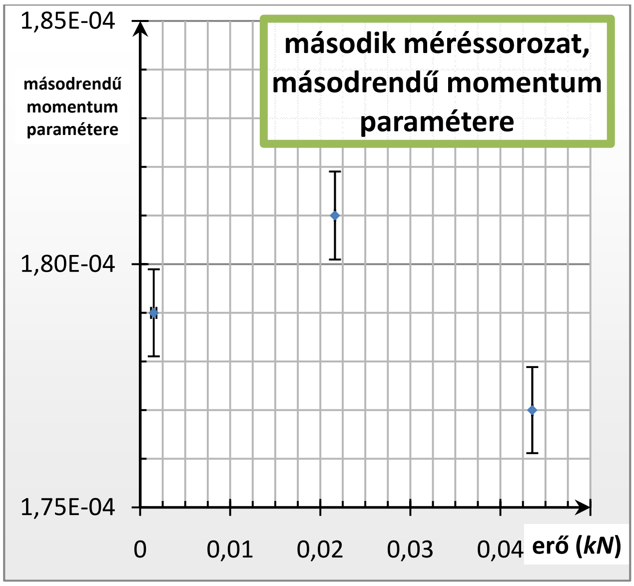
***2. táblázat, a pontos erőmeghatározás végett elvégzett, hisztogramokra vett illesztés paramétereinek összefoglaló táblázata***

A legfontosabb $\overline{m}$, melynek értékét a táblázatból kiolvashatjuk *kN* mértékegységben, és az abszolút hibáját. Az első és második méréssorozat első méréshez tartozó erőt a mérés során kézzel rögzített adatokból tudhatjuk meg, értékük rendre $(1,5 \pm 0,2)N$, illetve $(1,5 \pm 0,3)N$.

## Diszlokációsűrűség – erő, polarizáltság – erő, összefüggés vizsgálata, értelmezése

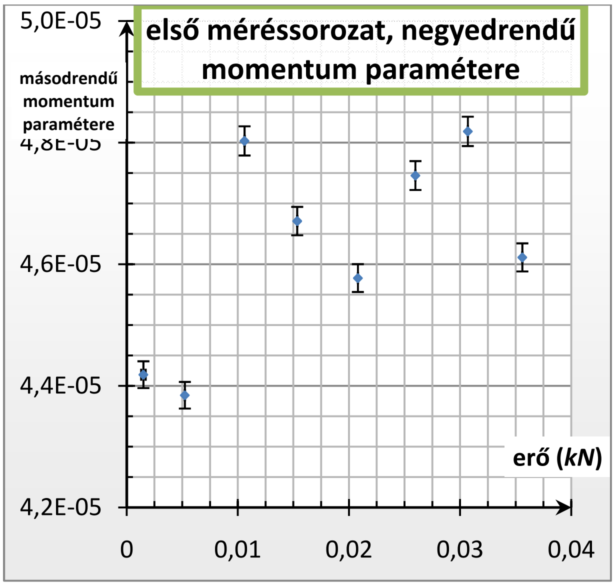
A 29-32-ig ábra a másod és negyedrendű momentumokból nyert paramétereket az erő függvényében mutatják.

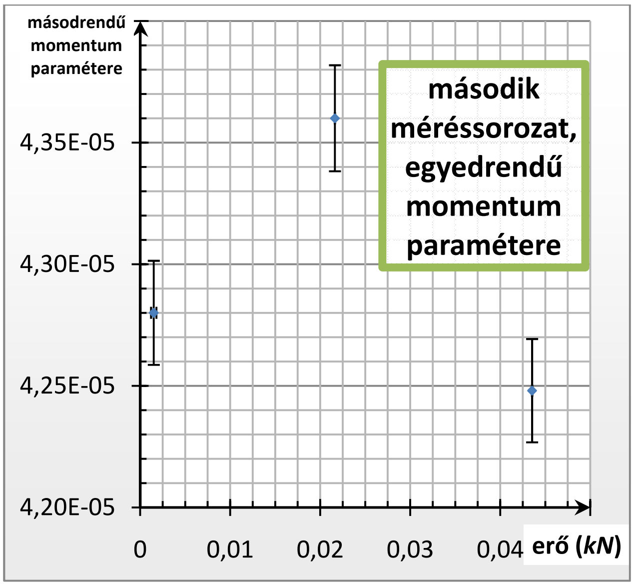



*29. ábra, az első méréssorozatból a másodrendű momentum alapján számolt, diszlokációsűrűséggel arányos mennyiség*

*30. ábra, a második méréssorozatból a másodrendű momentum alapján számolt, diszlokációsűrűséggel arányos mennyiség*



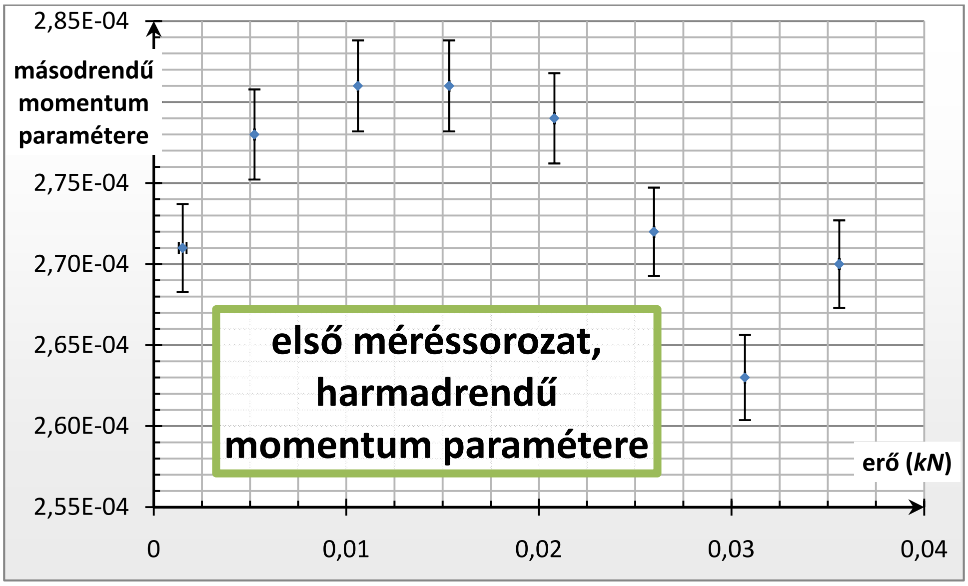




*31. ábra, az első méréssorozatból a negyedrendű momentum alapján számolt, diszlokációsűrűséggel arányos mennyiség*

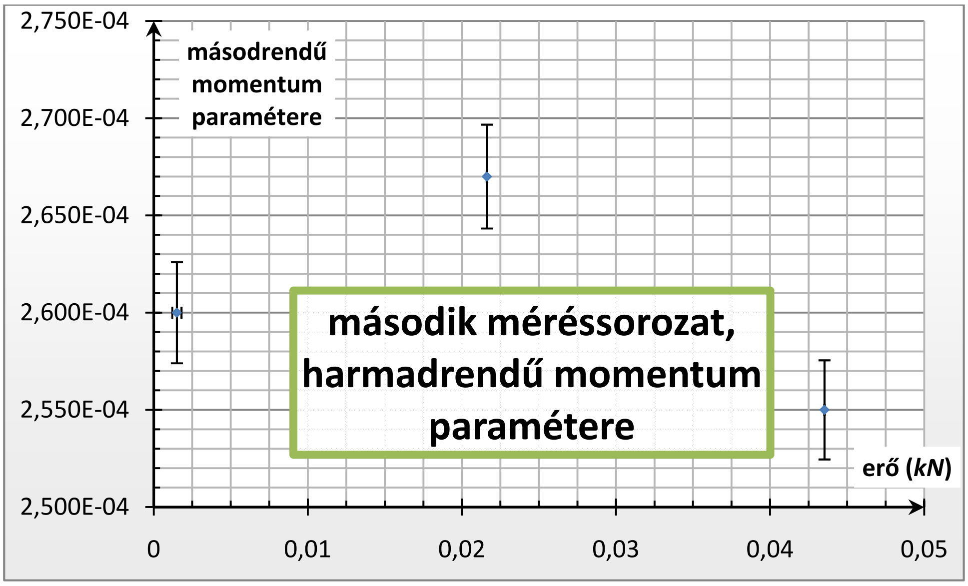
*32. ábra, a második méréssorozatból a negyedrendű momentum alapján számolt, diszlokációsűrűséggel arányos mennyiség*

Látható, hogy a diszlokációsűrűség szórási hibán belül álladó, tehát nem függ az alkalmazott erőtől. Ez jelentheti azt, hogy ekkora a mérés hibája, vagyis az egyes mérések közötti eltérések egyszerűen csak a mérési hibának köszönhető. Az ábrázolt pontoknál feltüntettem mind a kétirányú hibát úgy, hogy a paraméter hibájának az illesztés hibáját felülbecsülve, 0,5%-os hibát vettem. Látható, hogy az erőmérés hibája lényegesen kisebb, illetve a méréssorozatok első mérésének pontos erő meghatározásának lehetetlensége nem befolyásolja a kiértékelést. A mérési eredményekből az is látszik, hogy számottevő diszlokációsűrűség-különbséget nem tudunk kimutatni a mérésből.

A harmadrendű momentumokra vett illesztési paramétereket az erő függvényében a 33. és 34. ábra mutatja. Itt a jellemző hiba 1%.




***33. ábra, az $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$-tel arányos mennyiség ábrázolása az erő függvényében***




***34. ábra, , az $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$-tel arányos mennyiség ábrázolása az erő függvényében***

Sajnálattal konstatáljuk, hogy a mérési eredmények látványosan nem esnek egy egyenesre, vagyis a (3) cikk jóslatával ellentétben nincs lineáris kapcsolat a $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ mennyiség és az erő között a vizsgált tartományban. A mérések alapján azonban látható a $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ értékek szisztematikusan változnak a szórási hibát meghaladó módon. Ha csak az erő feléig, vagy a felétől vizsgálódnánk, akkor a lineáris kapcsolatot igaznak vélhetnénk. Az eredmények alapján úgy tűnik (tekintve, hogy az maximálisan alkalmazott erő a folyáshatárnak hozzávetőleg ¾-ed részénél van), hogy a folyáshatár harmadáig a vizsgált $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ mennyiség nő, majd csökken. Ennek igazolása azonban további vizsgálatokat igényel.

# Összefoglalás

A szakdolgozat célja a (3) cikk által számolt, a (1) cikkben bevezetett egyik anyagszerkezeti paraméter változás igazolása volt. Habár a jelenséget numerikusan már szimulálták, valódi fizikai méréssel történő bizonyítása még nem történt meg. A dolgozat ezt tűzte ki célul.

A mérés elvégzéséhez szükséges megfelelő minta előállítása fontos feladat volt. Ehhez egy réz egykristályt kellett orientálni, majd szikraforgácsolással a mintát kialakítani. A kialakított minta enyhén megolvasztott felületét eltávolítandó, azt felületileg kémiai úton meg kellett tisztítani. Több minta szikraforgácsolással való előállításával, és tisztításával sikerült megfelelő mintát elállítani, mellyel az orientációs ellenőrzések is pozitívak voltak.

A kialakított mintát az összenyomó gépbe helyezve és monokromatikus röntgensugárzással besugározva vizsgáltuk az egyik Bragg-reflexióját egy vonalérzékeny detektorral, a profilt a minta lengetése mellett felvettük. Két méréssorozatban 8 és 3 mérést végeztünk.

A profilok másod-, harmad- és negyedrendű momentumain túl meghatároztuk az egyes mérések során a terhelési erő nagyságát, melyekkel a mintát nyomtuk. A másod- és negyedrendű momentumokból megállapítható, hogy a mérések során a diszlokációsűrűségekben lényeges változás nem történt. A harmadrendű momentum – erő adatpárokat ábrázolva azt vártuk, hogy a párok egy egyenes mentén szórjanak. A mérés ezt nem igazolta. Ugyanakkor $\left\langle s^{(2)} \right\rangle$ a mérési hibát lényegesen meghaladva szisztematikus változást mutatott: a folyáshatár harmadáig nő, illetve utána tendenciózusan csökken. Tehát a (3) cikk jóslatát nem sikerült teljesen igazolni, de a diszlokációrendszerben külső feszültség függvényében történő polarizáció valóban megjelent.

Cél, hogy a mérést egy nagyobb mintán, nagyobb $q$ tartományban, hosszabb idővel, kisebb zajjal, több mérési pont és minta mellett megismételjük. Érdemes lenne kihasználni továbbá, hogy a mintát nem csak összenyomni, hanem húzni is lehet. Lehetséges, hogy a mérési eredmények az itteniekkel összhangban lesznek. Ebben az esetben az elméletet újra kell gondolni, és meg kell fontolni, hogy milyen más jelenségek lehetnek még hatással a harmadrendű momentum ilyen jellegű változására.

# Hivatkozások és köszönetnyilvánítás

## Hivatkozások


1. *X-ray Peak Broadening Due to Inhomogeneous Dislocation Distribution.* **Groma, István és Borbély, András.**

2. **Ispánovity, Péter Dusán.** Statisztikus módszerek a diszlokáció dinamikában. *Doktori értekezés.* 2009..

3. *The probability distributin of internal stresses in externallay loaded 2D dislocation systems.* **Ispánovity, Péter Dusán és Groma, István.**

4. **Balogh, Levente, Gubicza, Jenő és Zsoldos, Lehel.** *Egykristály röntgendiffrakció.* [Online] 2009. 12 04. [Hivatkozva: 2010. 05. 04.] http://szft.elte.hu/~gubicza/egykristaly_diffrakcio.pdf.

5. **Laugier, Jean és Bochu, Bernard.** Basic Demonstration of OrientExpress for orienting a single crystal from a single Laue Photograph. *Az OreintExpress kiértékelőprogram.* [Online] http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/lmgp/orientexpress.htm.

6. BME Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány gyakorlatához használt jegyzet (ábrák). [Online] 2006. 10. 16. [Hivatkozva: 2010. 05. 03.] http://anyagtan.atw.hu/Realis_racs_DR.pdf.

7. **Ribárik, Gábor.** Gábor Ribárik's homepage, a kiértékelő program elérési helye. *Downloads.* [Online] http://www.renyi.hu/~ribarik/downloads/MOMENT-100513.tar.gz.


## Köszönetnyilvánítás


Köszönetemet fejezem ki Groma István témavezetőmnek, aki nem csak a feladat elméleti ismertetésében, de gyakorlati kivitelezésében is segített, Ribárik Gábornak, aki a Laue-gép használatán felül nagy segítséget adott az adatok kiértékelésében, Csiszár Gábornak, aki a mérés során segített a detektort pozícionálni, a monokromátort, goniométert és az egész berendezést megfelelően beállítani, Gubicza Jenőnek, Ö. Kovács Alajosnak és Nguyen Quang Chinhnek, akik technikai segítséget nyújtottak a minta előkészítésében, és Danyi István szikraforgácsolónak, aki mint a Biró Kft alkalmazottja, bárminemű ellenszolgáltatás nélkül segített szakdolgozatom előrehaladtában.