На правах рукописи

Антонова Анастасия Олеговна

Влияние параметров проведения EBSD эксперимента на достоверность вычисления текстурных характеристик поликристаллического материала

Специальность 05.13.18 – математическое моделирование, численные методы и комплексы программ

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

31 МАЙ 2017

006657116

Москва – 2017

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ».

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор Савелова Татьяна Ивановна

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор Яковлев Виктор Борисович, кафедра высшей математики, Национальный исследовательский университет «МИЭТ»

кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, Лычагина Татьяна Анатольевна, Лаборатория нейтронной физики ОИЯИ

Ведущая организация: Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

Защита состоится «22» июня 2017 года в 15 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д212.130.09 в Национальном исследовательском ядерном университете "МИФИ" по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, д. 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ.

Автореферат разослан «22» мая 2017 года.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор физико-математических наук, профессор Леонов А.С.

Общая характеристика работы

Актуальность темы

В большинстве поликристаллических материалов зерна, одиночные кристаллы, ориентированы определенным образом. Преимущественная ориентация зерен, называемая текстурой материала, определяет анизотропию его физических, оптических, химических свойств. Изучение текстуры позволяет получить более глубокое понимание и использование физических процессов, протекающих в поликристаллах при их обработке и эксплуатации.

В последние годы развитие и автоматизация метода дифракции отраженных электронов (EBSD – Electron Backscattering Diffraction) дает возможность получать большое количество измерений отдельных кристаллографических ориентаций и вычислять текстурные характеристики по набору отдельных ориентировок. Кроме этого, метод EBSD, в отличие от рентгеновского и нейтронного экспериментов, предоставляет исследователям данные о пространственном распределении ориентаций. Пространственное расположение ориентаций дает доступ к исследованию большого спектра особенностей микроструктуры материала [1]: размер, форма зерен; разориентация между зернами; изменения ориентации внутри отдельного зерна; соотношение, разделение фаз; границы раздела зерен и фаз; вычисление функции распределения ориентаций (ФРО), прямых и обратных полюсных фигур (ПФ) напрямую по ориентациям зерен и т.д.

Широкий спектр информации, получаемой из EBSD эксперимента о микроструктуре материала, способствовал росту популярности данного метода среди исследователей. Это подтверждается увеличением числа публикаций с использованием методов электронной микроскопии на последних конференциях по текстурам материалов ICOTOM 15, ICOTOM 16, ICOTOM 17.

В настоящее время все возрастающий интерес замечен к 3D EBSD технике. Развитие 3D микроскопии позволяет получить более полную характеристику микроструктуры (дислокации, форма зерна, зеренные границы и границы фаз) для изучения физических и химических свойств материалов.

EBSD эксперимент имеет широкие возможности, но вместе с этим существует целый ряд не до конца исследованных вопросов, касающихся обработки и интерпретации результатов эксперимента. Во многих работах, представленных на последней конференции по текстуре материалов ICOTOM 17 и посвященных математическим аспектам EBSD эксперимента, было отмечено, что существует большое количество вопросов, требующих дополнительных исследований [2–6].

Одними из основных и наиболее важных параметров EBSD эксперимента являются шаг сканирования и пороговый угол разориентации между

соседними зернами. Важность аккуратного выбора шага сканирования объясняется тем, что данный параметр оказывает существенное влияние на полную картину текстуры материала [6].

Работы [3, 4] посвящены изучению влияния шага сканирования на точность EBSD измерений и вычисление различных характеристик материалов. В [3] исследуется вероятность перекрывания дифракционных полос, и как следствие, ошибки расчета напряжения, в зависимости от шага. Показано, что чем меньше шаг, тем вероятнее попадание узла сетки сканирования вблизи границы и искажение величины напряжения.

В работе [4] проводится сопоставление профилей функции распределения ориентаций (ФРО) сплава FePd, полученных с помощью рентгеновского и EBSD методов. Дается количественная оценка их сходства с помощью смешанного коэффициента корреляции Пирсона. Получено, что для текстуры 50% холодной прокатки со средним размером зерна 20 мкм, совпадение ФРО наблюдается при шаге до 24 мкм, в то время как для текстуры 88% холодной прокатки со средним размером зерна 2 мкм, совпадение ФРО наблюдается при шаге до 1 мкм. На основании сравнения результатов рентгеновского и EBSD методов авторы делают вывод, что малый шаг измерения не нужен для получения компонент макротекстуры.

Значимость порогового угла разориентации для получения корректных результатов EBSD эксперимента обусловлена его влиянием на определение количества и размеров зерен [2]. В работе [5] отмечается, что выбор данного параметра является сложным вопросом и требует дополнительных исследований. Подчеркивается, что пороговый угол разориентации имеет значительное влияние на определение размеров зерен. Авторы с сожалением отмечают, что пользователи коммерческих программ обработки EBSD данных редко меняют данный параметр.

Несмотря на существующие в литературе исследования, вопросы выбора основных параметров эксперимента остаются недостаточно изученными. Т.к. подготовка образца для EBSD измерений является процессом весьма трудоемким и время затратным, то представляется целесообразным изучить влияние основных параметров на вычисление характеристик образца с использованием математического моделирования. В диссертационной работе предложен метод математического моделирования поликристаллического образца и EBSD эксперимента, который позволяет сравнивать характеристики, вычисляемые по результатам эксперимента, с характеристиками модельного образца. Моделирование дало возможность провести ряд исследований по вычислению текстурных характеристик на основе EBSD данных, полученных при варьировании параметров эксперимента.

Целью диссертационной работы является исследование влияния основных параметров измерений, шага сканирования и порогового угла разориентации, при проведении EBSD эксперимента на достоверность получаемых результатов в виде текстурных характеристик материала.

Для достижения поставленной цели ставились и решались следующие **задачи:**

1) создать математическую модель образца поликристаллического материала, обладающего заданными характеристиками, и математическую модель результатов EBSD эксперимента, позволяющую варьировать основные параметры измерений (шаг сканирования, пороговый угол разориентации);

2) разработать алгоритмы и комплексы программ по проведению модельного эксперимента с модельными образцами;

3) провести серию численных модельных экспериментов для задаваемых модельных образцов при различных параметрах эксперимента;

4) выполнить сравнение вычисляемых по результатам модельного эксперимента характеристик с характеристиками исследуемого модельного образца;

5) провести реальное EBSD исследование материала, сопоставимого по характеристикам с моделируемыми образцами, при различных параметрах измерений;

6) выполнить анализ сравнения результатов вычисления текстурных характеристик поликристаллических материалов, полученных из реальных и модельных EBSD данных;

7) разработать некоторые рекомендации для выбора параметров при проведении EBSD эксперимента.

Методы исследования

Для получения ориентаций, подчиняющихся заданному распределению, использовался специализированный метод Монте-Карло, основанный на центральной предельной теореме на SO(3), позволяющий моделировать дискретные нормальные распределения. Для моделирования размеров зерен в образце, подчиняющихся заданному распределению, был использован метод Неймана. Для вычисления ФРО и ПФ по набору отдельных ориентаций применялся ядерный метод. Реализация численных алгоритмов проводилась с помощью программного пакета Maple 13.

Научная новизна

1) Создана математическая модель образца поликристаллического материала, включающая заданные вероятностные характеристики материала, и математическая модель результатов EBSD эксперимента, позволяющая варьировать основные параметры измерений (шаг сканирования, пороговый угол разориентации);

2) Разработаны алгоритмы численной реализации и комплексы программ, позволяющие проанализировать влияние выбора параметров измерений на достоверность получаемых результатов в виде текстурных характеристик исследуемого материала;

3) С помощью проведения серии численных экспериментов показано, что в зависимости от выбора параметров измерений результаты вычислений таких текстурных характеристик, как функция распределения ориентаций, полюсные фигуры, индекс текстуры, могут быть некорректными;

4) Получено увеличение погрешности вычисления полюсных фигур по результатам EBSD измерений при ослаблении остроты текстуры;

5) Получено, что уменьшение значений параметров модельного эксперимента приводит к увеличению количества фиктивных зерен, отсутствующих в модельном образце;

6) Указаны некоторые рекомендации для выбора параметров EBSD эксперимента с учетом цели исследования и априорной информации о характеристиках образца;

7) На примере расчета индекса текстуры показана количественная зависимость индекса текстуры от параметров измерений, результаты модельных расчетов подтверждены поведением индекса текстуры, вычисленным по EBSD данным стали EP823;

8) На примере EBSD исследования стали EP823 показано совпадение основных выводов относительно выбора параметров эксперимента.

Практическая и теоретическая значимость

Полученные результаты позволяют избежать некоторых ошибок в процессе подбора основных параметров измерений: шага сканирования и порогового угла разориентации, – для исследования образцов с различными характеристиками до проведения EBSD эксперимента. Предварительное модельное исследование по подбору параметров, учитывающее конечные цели эксперимента, дает возможность получить достоверные результаты по расчету целевых характеристик. Подобное модельное исследование по подбору параметров для конкретного образца позволяет снизить время проведения эксперимента в разы (в работе, например, наблюдалось снижение

более чем в 4 раза) и выполнить больший объем измерений без существенного изменения результатов вычисления необходимых величин.

Основные положения, выносимые на защиту

1) математическая модель однофазного образца поликристаллического материала, включающая заданные вероятностные характеристики материала;

2) алгоритм моделирования результатов EBSD эксперимента и программный комплекс, позволяющий проводить измерение ориентаций и размеров зерен модельного образца с возможностью варьирования параметров эксперимента: шага сканирования и порогового угла разориентации;

3) рекомендации по выбору параметров измерений при использовании дополнительной информации о материале для увеличения объема выборки измеренных зерен и сокращения времени проведения эксперимента;

4) результаты численных экспериментов по анализу поведения функции распределения ориентаций в зависимости от параметров измерений;

5) результаты вычисления полюсных фигур по модельным EBSD данным, выявившие неустойчивость значений текстурных характеристик от параметров измерений;

6) результаты серии численных экспериментов по изучению характеристик распределения размеров зерен, в том числе выявившие в EBSD данных зерна, отсутствующие в модели образца, и увеличение их количества при уменьшении значений параметров эксперимента;

7) подтверждение достоверности результатов моделирования на основе сопоставления с результатами вычисления функции распределения ориентаций и полюсных фигур стали EP823, полученных при различных значениях параметров EBSD эксперимента;

8) результаты расчета зависимости индекса текстуры от параметров проведения эксперимента, подтверждение результатов на примере расчета индекса текстуры стали EP823.

Обоснованность и достоверность результатов работы

Результаты, полученные методом моделирования EBSD эксперимента при различных значениях параметров эксперимента не противоречат результатам, известным из литературных источников. Сопоставление результатов модельного эксперимента с реальными данными EBSD, полученных на примере стали EP823 (12Cr-Mo-W-Si-V-Nb-B) в лаборатории "Электронной микроскопии" НИЯУ МИФИ совместно с Джумаевым П.С., показали совпадение в поведении характеристик материала при изменении параметров эксперимента.

Результаты модельных и реальных EBSD данных апробованы на примере вычисления индекса текстуры и подтвердили правильность полученных в работе выводов.

Апробация результатов работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих научных семинарах и конференциях:

1) научная сессия НИЯУ МИФИ, Москва, 2014–2015 гг.;

2) международная конференция "Бесконечномерный анализ, стохастика, математическое моделирование: новые задачи и методы", РУДН, Москва, 15–18 декабря, 2014г.;

3) 22-я Всероссийская межвузовская научно-техническая конференция студентов и аспирантов "Микроэлектроника и информатика", НИУ МИЭТ, Зеленоград, 22–24 апреля, 2015г.;

4) международный семинар по обратным и некорректно поставленным задачам, МГУ, Москва, 19–21 ноября, 2015г.;

5) V международная конференция "Проблемы математической и теоретической физики и математическое моделирование", НИЯУ МИФИ, Москва, 5–7 апреля 2016г.;

6) международная конференция "International Conference on Smart Materials and Technologies", Москва, Россия, 18–20 мая 2016г.;

7) научный семинар по методам обработки экспериментальных данных текстурных экспериментов, ОИЯИ, Дубна, Россия, 30 мая 2016г.;

8) научный семинар "Обратные и некорректно поставленные задачи" под рук. Яголы А.Г., Бакушинского А.Б., Тихонравова А.В., ВЦ МГУ, Москва, Россия, 8 февраля 2017г.

Публикации

Всего по теме диссертации опубликовано 16 работ в научных журналах и сборниках трудов конференций, в том числе 8 в реферируемых журналах из перечня ВАК, из них 5 статей индексированы системами Scopus и Web of Science.

Объем и структура диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, трех приложений и списка литературы. Диссертация содержит 148 машинописных страниц, 48 рисунков и 45 таблиц. В список литературы включено 119 наименований.

Краткое содержание работы

Во *введении* обсуждается актуальность темы исследования, приводится общая характеристика диссертационной работы, а также ее структура, дается краткий обзор литературы по тематике работы.

В *первой главе* излагаются основные понятия количественного текстурного анализа: функция распределения ориентаций (ФРО), полюсная фигура (ПФ), индекс текстуры – используемые в диссертационной работе в качестве текстурных характеристик поликристалла.

Пусть ФРО $f(g)$, $g(\varphi,\theta,\psi) \in \mathrm{SO}(3)$, $-\pi \le \varphi,\psi < \pi, 0 \le \theta \le \pi$ представляется в виде ряда по обобщенным шаровым функциям $T^l_{mn}(g)$:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m,n=-l}^{l} C^l_{mn} T^l_{mn}(g). \tag{1}$$

Тогда индекс текстуры имеет вид:

$$J = \int_{SO(3)} f^2(g)dg = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m,n=-l}^{l} \frac{1}{2l+1} \left|C^l_{mn}\right|^2. \tag{2}$$

ПФ используется для описания плотности распределения заданного семейства кристаллографических плоскостей $\vec{h}_i = \{\varphi,\theta\}, -\pi \le \varphi < \pi, 0 \le \theta \le \pi$ в поликристалле и вычисляется с помощью интегрального соотношения, связывающего ФРО $f(g)$ и ПФ $P_{\vec{h}_i}(\vec{y})$:

$$P_{\vec{h}_i}(\vec{y}) = \frac{1}{4\pi} \int_0^{2\pi} \left\{ f\left(\left\{\vec{h}_i,\psi\right\}^{-1}\{\vec{y},0\}\right) + f\left(\left\{-\vec{h}_i,\psi\right\}^{-1}\{\vec{y},0\}\right)\right\} d\psi, \tag{3}$$

где $\vec{y} = \{\eta,\chi\}$, $0 \le \eta \le 2\pi$, $0 \le \chi \le \pi$.

В диссертационной работе используется ФРО в виде центрального нормального распределения (ЦНР):

$$f(t)dt = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1)\exp\{-l(l+1)\varepsilon^2\}\,\chi_l \frac{1}{\pi}\sin^2\frac{t}{2}dt\,, \tag{4}$$

где параметр $t \in [-\pi;\pi]$ связан с углами Эйлера соотношением $\cos\frac{t}{2} = \cos\frac{\varphi+\psi}{2}\cos\frac{\theta}{2}$; $\chi_l = \sin\left(l+\frac{1}{2}\right)t/\sin\frac{t}{2}$ – характеры представлений группы SO(3); $\frac{1}{\pi}\sin^2\frac{t}{2}dt$ – инвариантная мера; ε – параметр ЦНР (аналог дисперсии), характеризующий остроту текстуры.

В этом случае индекс текстуры имеет вид

$$J = \frac{1}{\pi}\int_0^{\pi} f^2(t)\sin^2(t)\,dt = \sum_{l=0}^{\infty}\left|C^l\right|^2, C^l = \frac{1}{\pi}\int_0^{\pi} f(t)\chi_l(t)\sin^2(t)\,dt. \qquad (5)$$

Для ЦНР ПФ преобразуется к виду:

$$P_{\vec{h}_l}(\chi) = \sum_{l=0}^{\infty}(2l+1)\exp\{-l(l+1)\varepsilon^2\}P_l(\cos\chi)\frac{1}{2}\sin\chi\,d\chi\,, \qquad (6)$$

где $P_l(x)$ – полиномы Лежандра.

В главе рассматривается учет наличия симметрии кристаллической решетки при расчете текстурных характеристик. Излагается специализированный метод Монте-Карло моделирования дискретных нормальных распределений на группе SO(3).

Описывается экспериментальный метод исследования текстуры с помощью дифракции электронов (SEM – Scanning Electron Microscope, TEM – Transmission Electron Microscope, EBSD), задачей которого является получение набора ориентаций отдельных зерен образца поликристаллического материала. Схема SEM с EBSD приставкой представлена на рис. 1.

Приводится обзор литературных источников, освещающий исследования последних лет, посвященные вопросам обработки и интерпретации результатов EBSD эксперимента. Одной из задач, с которой сталкиваются исследователи, является вопрос выбора значений параметров эксперимента индивидуально для конкретного поликристаллического образца. В качестве ключевых параметров рассматриваются шаг сканирования и пороговый угол разориентации, т.к. данные величины оказывают существенное влияние на полную картину текстуры материала.

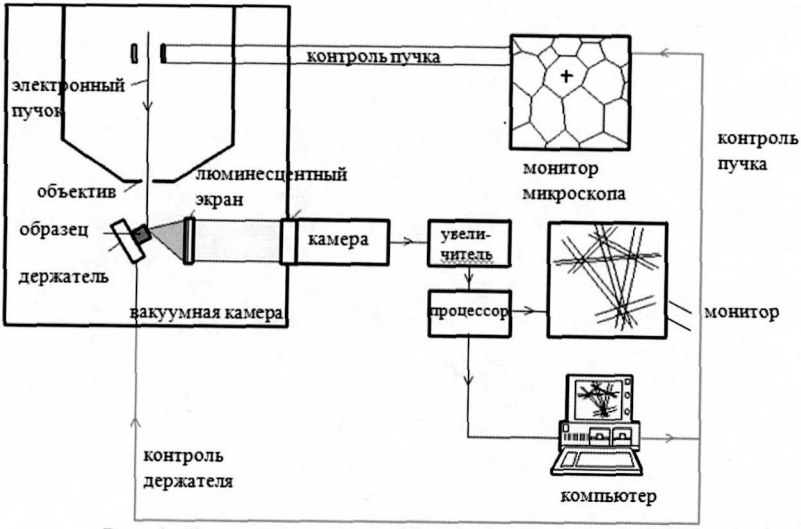


Рис. 1. Схема сканирующего электронного микроскопа

Необходимость в дополнительном изучении влияния указанных параметров на вычисление характеристик материала отмечена в работах [4, 5]. Таким образом, представляет интерес разработка методики подбора данных параметров для каждого образца в отдельности.

Вторая глава посвящена разработке модели поликристаллического образца как источника интересующей нас информации о материале (количество зерен, ФРО, средний размер зерна, долю границ зёрен в образце) и алгоритма моделирования EBSD эксперимента с параметрами (h, ω_0), h – шаг сканирования SEM, ω_0 – пороговый угол разориентации между соседними зернами.

С целью исследования влияния параметров на достоверность результатов EBSD эксперимента в виде структурных и текстурных характеристик поликристалла ставится следующая задача.

Пусть задается случайный вектор

$$\vec{U} = [x, \omega, g(\varphi, \theta, \psi), \delta], \tag{7}$$

компоненты которого независимы с заданными законами распределения (ЗР). $\vec{U}$ является моделью зерна, а компоненты вектора соответствуют характеристикам зерна $\vec{U}$: x – размер, равный диаметру круга, эквивалентного по площади сечению зерна; $g(\varphi, \theta, \psi)$ – ориентация; ω – угол разориентации с последующим зерном; δ – граница между зерном $\vec{U}$ и последующим зерном.

Пусть задан выборочный вектор

$$\vec{S}_N = \{\vec{U}_i, i = 1, \dots, N\}, \tag{8}$$

являющийся моделью поликристаллического образца, состоящего из N зерен.

$\Phi(\vec{S}_N, h, \omega_0)$ – оператор, моделирующий результат исследования образца $\vec{S}_N$ с помощью EBSD техники с параметрами (h, ω_0), где $h \in (0, H), H > 0$ – шаг сканирования, $\omega_0 \in \Omega_0 \subseteq (0, \pi)$ – пороговый угол разориентации.

Преобразованный выборочный вектор $\vec{S}_N$ имеет вид

$$\begin{aligned} \vec{\tilde{S}}_{\tilde{N}} = \Phi(\vec{S}_N, h, \omega_0) &= \left\{\vec{\tilde{U}}_i, i = 1, \dots, \tilde{N}\right\} \\ &= \left\{\left[\tilde{x}_i, \tilde{\omega}_i, \tilde{g}_i(\tilde{\varphi}_i, \tilde{\theta}_i, \tilde{\psi}_i)\right], i = 1, \dots, \tilde{N}\right\}. \end{aligned} \tag{9}$$

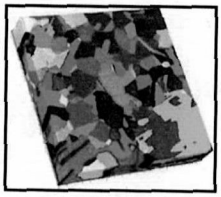
Рассматриваются гипотезы:

H_1: $X(x) = \tilde{X}(\tilde{x})$ – ЗР для размеров $x, \tilde{x}$ сохраняются;
H_2: $W(\omega) = \tilde{W}(\tilde{\omega})$ – ЗР для углов разориентации $\omega, \tilde{\omega}$ сохраняются;
H_3: $F(g) = \tilde{F}(\tilde{g})$ – ЗР для ориентации $g, \tilde{g}$ сохраняются;
H_4: $P(\vec{y}) = \tilde{P}(\vec{\tilde{y}})$ – ЗР для нормалей кристаллографических плоскостей $\vec{y}, \vec{\tilde{y}}$ сохраняются.

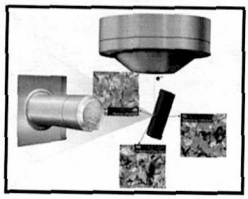
Ставятся следующие задачи:

1) найти, при каких наборах параметров из рассматриваемого дискретного множества $D = \{(h_i, \omega_{0_i}), h_i \in (0, H), H > 0, \omega_{0_i} \in \Omega_0, i \in \mathbb{N}\}$ выполняются гипотезы $H_i, i = 1,2,3,4$. Для проверки гипотез применяется критерий однородности χ^2;
2) определить влияние параметров (h, ω_0) на математическое ожидание и дисперсию x, ω;
3) оценить влияние параметров (h, ω_0) на вычисление ФРО и функционалов от ФРО: ПФ $P_{\vec{h}_i}$ и индекса текстуры J. Для вычисления ФРО и ПФ по наборам отдельных зерен (8) и (9) применялся ядерный метод.

На рис. 2 приведен алгоритм решения поставленных задач, изложены сравниваемые текстурные характеристики, рассчитанные для модельного образца и по результатам модельного эксперимента, и критерии их сравнения.



Шаг сканирования h
Пороговый угол разориентации ω_0



Модельный образец

$\{(x_i, g_i, \omega_i), (x_N, g_N)\}$,
$i = 1,2, \dots N-1$

Результаты модели EBSD измерений

$\{(\tilde{x}_i, \tilde{g}_i, \tilde{\omega}_i), (\tilde{x}_{\tilde{N}}, \tilde{g}_{\tilde{N}})\}$,
$i = 1,2, \dots \tilde{N}-1$

характеристики	Метод моделирования
количество зерен N	
ПРЗР $\{x_1, \dots, x_N\}$	Метод Неймана
доля границ от общей площади зерен	Генератор случайных чисел
ФРО $\{g_1, \dots, g_N\}$	Метод Монте-Карло на SO(3)
ПРУР $\{\omega_1, \dots, \omega_{N-1}\}$	

Статистические и интегральные характеристики модельного образца $X, W, f(g), P, J$	Критерии сравнения количественных характеристик	**Статистические и интегральные характеристики результатов модельных измерений** $\tilde{X}, \tilde{W}, \tilde{f}(\tilde{g}), \tilde{P}, \tilde{J}$
X – ПРЗР и его основные характеристики	критерий однородности χ^2, основные характеристики распределений	$\tilde{X}$ – ПРЗР и его основные характеристики
W – ПРУР и его основные характеристики		$\tilde{W}$ – ПРУР и его основные характеристики
$f(g)$ – ФРО	критерий однородности χ^2 значение и положение максимума	$\tilde{f}(\tilde{g})$ – ФРО
P – ПФ	Отклонение в пространстве L_1 RP фактор	$\tilde{P}$ – ПФ
J — индекс текстуры	Относительная погрешность	$\tilde{J}$ — индекс текстуры

Рис. 2. Схема моделирования образца и EBSD эксперимента

На рис. 2 введены сокращения: ПРЗР – плотность распределения зерен по размерам, ПРУР – плотность распределения углов разориентации между соседними зернами. RP-фактора, указанный на схеме как критерий, используется для оценки погрешности ПФ и вычисляется по следующей формуле:

$$RP = \frac{1}{I}\sum_{i,j=1}^{n_i,n_j}\frac{\left|\hat{\hat{P}}_N(\eta_i,\chi_j) - \hat{P}_N(\eta_i,\chi_j)\right|}{\hat{P}_N(\eta_i,\chi_j)}\cdot 100\%, \qquad (10)$$

Реализованный комплекс программ позволяет варьировать характеристики моделируемого образца: параметр остроты текстуры, характеристики ПРЗР (средний размер зерна и дисперсию), – также задавать параметры измерений.

В главе приводится обоснование выбора модели зеренной структуры в поликристаллическом образце.

В *третьей главе* проводится сравнение характеристик модельного образца с соответствующими характеристиками, рассчитанными по результатам моделирования эксперимента. Т.к поликристаллический образец рассматривается как статистический объект, то представляют интерес следующие характеристики: ПРЗР; ПРУР между соседними зёрнами; ФРО.

Знание ФРО, ПРУР и ПРЗР образца позволяет сравнить полученные данные из модельного эксперимента с соответствующими характеристиками материала. Моделирование EBSD эксперимента производится для различных значений параметров (h, ω_0). В главе исследуются три модельных образца с различными характеристиками ПРЗР с целью изучения влияния данных характеристик на выбор шага сканирования. Результаты вычисления ПРЗР и ПРУР представлены на графиках в виде гистограмм.

Приводятся результаты расчета оценок характеристик ПРЗР и ПРУР: математического ожидания и дисперсии для образца и измерений с различными параметрами.

Проверяются гипотезы H_1, H_2 о совпадении ПРЗР, ПРУР в образце и в измерениях по критерию однородности χ^2. Получено, что для подтверждения критерием χ^2 гипотезы о совпадении ПРЗР с уровнем доверия 95% следует выбирать шаг сканирования, соответствующий доле зерен с размером, меньше шага, не более 25%, и при пороговом угле разориентации не больше 10°. Критерий однородности χ^2 для ПРУР допускает только пороговый угол разориентации 5° при любом шаге измерения.

Анализ исследуемых характеристик двух модельных образцов, различающихся средним размером зерна, при различных шагах измерения показал, что кроме среднего размера зерна в образце, необходимо использовать информацию о доле зёрен в образце с размером, меньшим шага.

Проверяется соответствие однопараметрических представлений ФРО образца и измерений (гипотеза H_3) по критерию однородности χ^2, вычисляемых по формуле

$$f_N(t) = \frac{1}{\alpha}\sum_{i=1}^{N} C_i q\left(\frac{t-t_i}{\alpha}\right), C_i = \frac{x_i}{\sum_{i=1}^{N} x_i}, \quad t \in [-\pi;\pi],\ \cos\frac{t}{2} = \cos\frac{\varphi+\psi}{2}\cos\frac{\theta}{2}. \tag{11}$$

$q(t)$ – гауссовское ядро сглаживания, α – параметр сглаживания.

Гипотеза H_3 о совпадении однопараметрических ФРО отклоняется при $\omega_0 = 20^\circ$, в остальных случаях она принимается с уровнем доверия 0.95.

Рассматривается также трехмерных случай ЦНР. Результаты представлены в работе в виде графиков поверхностей и изолиний сечения ФРО при фиксированном угле Эйлера $\psi = \frac{\pi}{2}$. Показано, что существенное влияние на получаемые результаты измерений оказывает выбор порогового угла разориентации. Для его выбора следует иметь предварительное представление об остроте текстуры и использовать знание способа изготовления образца. Так, для восстановления ФРО сильно текстурированных образцов следует выбирать небольшой пороговый угол разориентации. Уменьшение шага сканирования незначительно улучшает восстановление ФРО по отдельным ориентировкам. При этом оно существенно сокращает статистическую выборку.

Выявлено, что попадание на границу при расчетах может привести к возникновению в результатах "зерна", которого на самом деле в образце не существует. Ориентировка "зерна" будет отличаться от обеих соседних ориентировок на угол, больше ω_0. Т.к. слишком маленький шаг сканирования увеличивает количество попаданий на границу, то он способствует искажению результатов вследствие возникновения значительного числа "зёрен". Уменьшение порогового угла разориентации также увеличивает возможность образования "зерна". Для получения достоверных результатов эксперимента два рассматриваемых параметров проведения эксперимента должны быть подобраны так, чтоб если один повышает вероятность возникновения в результатах "зёрен" на границе, то другой параметр должен эту вероятность нивелировать. Описанную закономерность можно наблюдать на рис. 3.

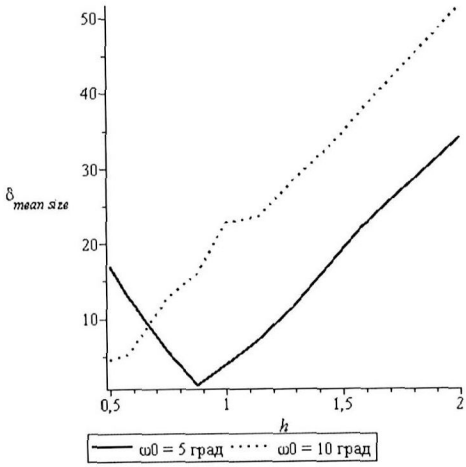


Рис. 3. Зависимость абсолютного значения относительной ошибки среднего размера зерна от шага сканирования h при двух значениях угла разориентации

В *четвертой главе* объектом для исследования влияния параметров проведения эксперимента выступают полюсные фигуры (ПФ). С целью изучения влияния остроты текстуры на вычисляемые характеристики производится моделирование двух образцов материалов гексагональной симметрии, различающихся параметром ФРО остроты текстуры: ε=1/8, 1/2.

По результатам модельного эксперимента вычисляются дискретные ПФ $\{0001\}$ и $\{10\bar{1}0\}$. Результаты вычисления представлены в работе в виде графиков ПФ. Для построения сглаженных ПФ по выборке ориентировок $g_i, i = 1, \dots, N$ использована статистическая оценка ПФ с ядром в виде ЦНР (4), имеющая вид

$$\hat{P}_{\vec{h}}(\vec{y}) = \sum_{l(2)=0}^{\infty} (2l+1)\exp\{-l(l+1)\alpha^2\} \sum_{i=1}^{N} C_i P^l\left(g_{\vec{y}}^{-1} g_i^{-1} g_{\vec{h}}(3,3)\right),$$
$$\vec{y} = \{\eta, \chi\}, \quad -\pi \le \eta \le \pi, \qquad 0 \le \chi \le \pi, \tag{12}$$
$$\vec{h} = \{\varphi, \theta\}, \qquad -\pi \le \varphi, \psi \le \pi, \qquad 0 \le \theta \le \pi,$$

где α – параметр ядра сглаживания (выступающий параметром регуляризации), P^l – полиномы Лежандра, $g_{\vec{y}}^{-1} g_i^{-1} g_{\vec{h}}(3,3)$ –элемент с индексом 3×3 матрицы вращения $g_{\vec{y}}^{-1} g_i^{-1} g_{\vec{h}}$, $g_{\vec{y}} = \{\vec{y}, 0\}, g_{\vec{h}} = \{\vec{h}, 0\}$, $C_i = \frac{1}{N} > 0, i = 1, \dots, N$ – веса, одинаковые для всех зёрен.

Проводится сравнение дискретных и сглаженных ядерным методом ПФ модельного образца и модельного эксперимента с помощью критерия однородности χ^2, величины максимума и его координат, расчета отклонения ПФ в пространстве L_1 и RP-критерия.

Получено, что критерий однородности χ^2 с уровнем доверия 0.95 при сравнении ПФ допускает широкий диапазон параметров EBSD измерения. В результате проведенных вычислений было обнаружено, что в случае измерений сильно текстурированного материала гипотеза H_4 не выполняется только для ПФ $\{10\bar{1}0\}$ при $\omega_0 = 20^\circ$. С уровнем доверия 0.95 для слабо текстурированного образца гипотеза H_4 о совпадении ПФ образца и измерений принимается для всех рассматриваемых значений параметров измерений в случае ПФ $\{0001\}$ и $\{10\bar{1}0\}$.

Вычисление отклонения ПФ δ_{L_1} в пространстве L_1 и RP-критерия (рис.4) показало, что пороговый угол разориентации является более важным параметром эксперимента для сильных текстур, чем для слабых, т.к. позволяет уменьшить значения δ_{L_1} и RP-критерия. Для слабо текстурированных материалов на результаты эксперимента большее влияние имеет шаг измерения (рис. 4 (б)). Для обоих образцов результаты ухудшаются при уменьшении шага измерения. Особенно четко ухудшение результатов вычисления ПФ при малых параметрах эксперимента видно по значениям RP-фактора на рис. 4. Все это указывает на неустойчивость, которая возникает при вычислении ПФ по выборке из отдельных ориентировок.

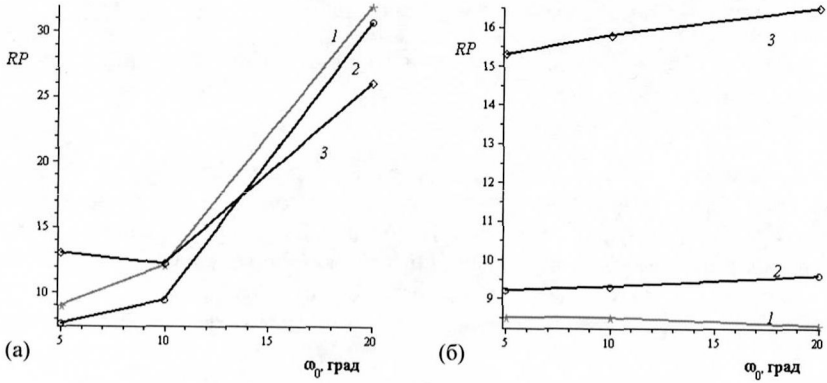


Рис. 4. Зависимость RP-фактора ПФ измерений от ПФ образцов с ε=1/8 (а) и ε=1/2 (б) от порогового угла разориентации при различных шагах сканирования *h*: 2.0мкм (1); 1.0 мкм (2); 0.5 мкм (3)

Проведено исследование поведения ПФ, вычисленных с учетом неоднородности размеров зерен, при различных параметрах эксперимента. В

качестве весов в формуле (12) вместо C_i были использованы величины, учитывающие размеры для каждого зерна: $B_i = \frac{x_i}{\sum_{i=1}^{N} x_i} > 0, i = 1, \dots, N$, где x_i– размер i-го зерна.

По результатам исследования поведения координат и значений максимумов получено, что неустойчивость вычисления ПФ относительно параметров эксперимента усиливается в случае, когда зёрна имеют одинаковые размеры.

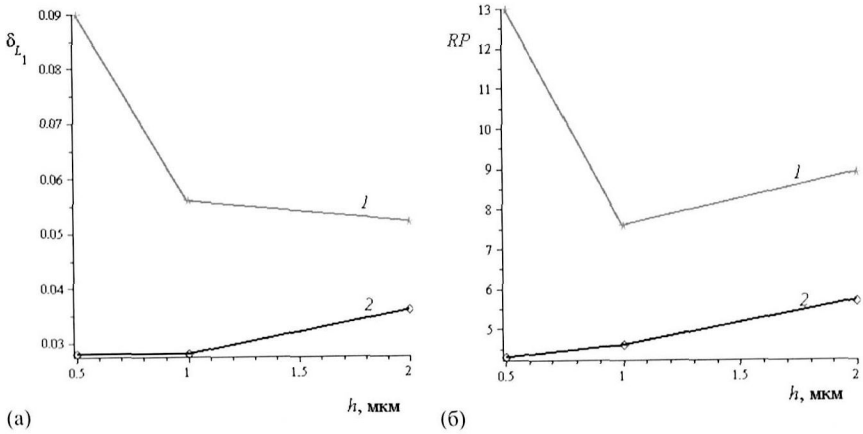


Рис. 5. Зависимость отклонения в метрике L_1(а) и RP-фактора (б) от шага измерения при $\omega_0 = 5^\circ$ и весах $\tilde{C}_i$ (1) и $\tilde{B}_i$ (2) в случае сильно текстурированного образца

Кроме того, учет размеров зёрен при вычислении ПФ образца и измерений приводит к увеличению точности измерений ПФ в метрике L_1 (рис. 5 (а)) и по значениям RP-фактора (рис. 5 (б)).

Выявлено, что величина и положение максимума ПФ неустойчивы относительно параметров измерения. Неустойчивость усиливается при уменьшении остроты текстуры. Неустойчивость проявляется в сдвиге координат положения максимума ПФ, его величины, могут появляться два максимума при более слабых текстурах. При ослаблении остроты текстуры вероятность возникновения второго максимума увеличивается (рис. 6).

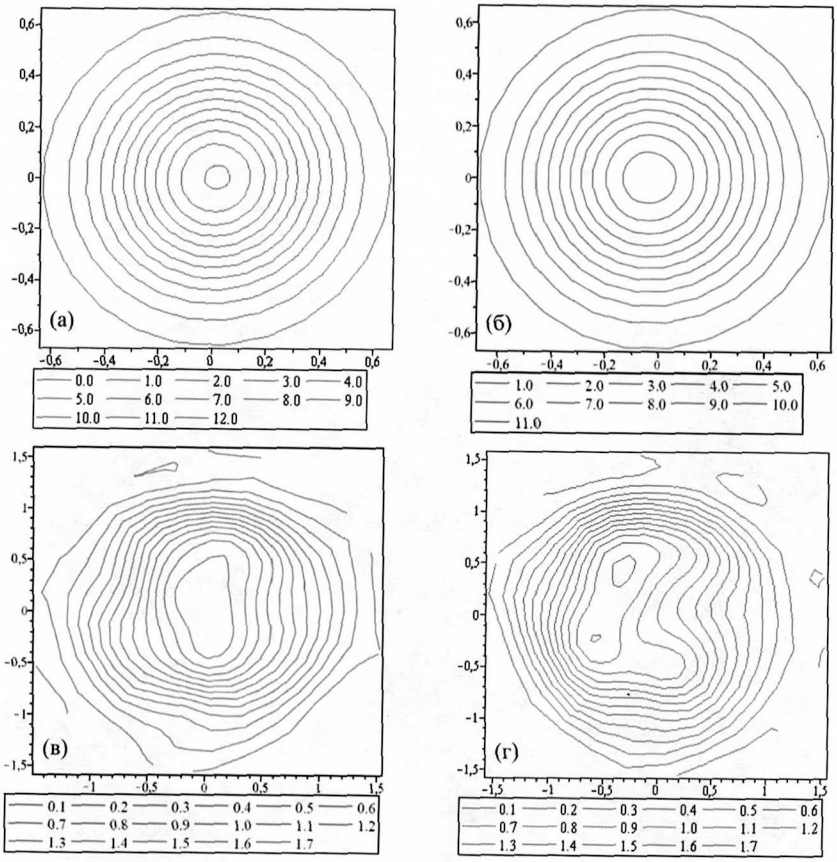


Рис. 6. Оценка ПФ образцов с остротой текстуры ε=1/8 (а) и ε=1/2 (в) и соответствующие оценки ПФ, вычисленных по результатам измерений (б, г) при $h = 0.5, \omega_0 = 10^{\circ}$

В *пятой главе* проведено сопоставление результатов вычисления ФРО и ПФ, полученных по EBSD данным модельного эксперимента и реального EBSD исследования стали при различных значениях параметров. По модельным и реальным EBSD данным проведены численные расчеты индекса текстуры при различных параметрах эксперимента. Исследование проводилось на основе реальных EBSD данных ориентировок зерен стали EP823 (12Cr-Mo-W-Si-V-Nb-B), полученных в лаборатории "Электронной микроскопии" НИЯУ МИФИ совместно с Джумаевым П.С. Приповерхностный слой стали обладает средним размером зерна 2 мкм и сильной текстурой, имеет однофазную равноосную зеренную структуру ОЦК типа с однородным распределением элементов сплава. Данные EBSD были получены при использовании программного обеспечения HKL CHANNEL 5

(Oxford Instruments, Великобритания) и сканирующего электронного микроскопа EVO 50 XVP SEM (ZEISS, Германия).

Выявлено сходство в поведении ПФ и ФРО, вычисленных из реального и модельного эксперимента, при изменении параметров измерений.

Получено, например, что на вычисление ПФ и ФРО имеет значительное влияние пороговый угол разориентации (сравним рис. 7 (б, в)), в то время как влияния шага на данные текстурных характеристик отражается не так заметно (рис. 7 (а, б)). Данное наблюдение находится в согласии с результатами модельного эксперимента, где отмечена важность порогового угла разориентации для сильно текстурированных образцов.

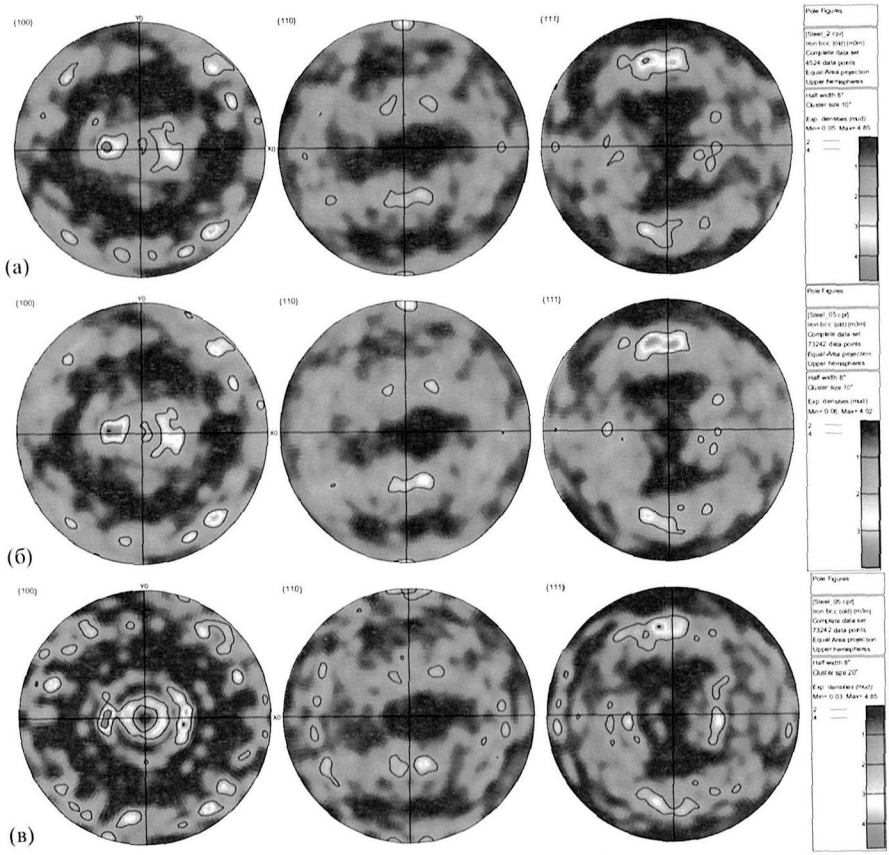


Рис. 7. ПФ при $h = 2.0$ мкм, $\omega_0 = 10°$ (а); $h = 0.5$ мкм, $\omega_0 = 10°$ (б); $h = 0.5$ мкм, $\omega_0 = 20°$ (в)

Отметим, что шаг, меньший среднего размера зерна более, чем в 4 раза, может привести к неоправданно большому времени измерений при

незначительном улучшении точности (в работе наблюдался рост времени измерений в 5-6 раз).

Выполнен расчет индекса текстуры на примере реальных данных EBSD стали ЕР823 при различных параметрах эксперимента, показано сходство поведения индекса текстуры, рассчитанного по модельным данным и данным стали.

Индекс текстуры является характеристикой, дающей представление о степени остроты ФРО. Для расчета индекса текстуры (2) по набору отдельных ориентаций $g_1 \dots g_N$, полученных из реального EBSD эксперимента по исследованию стали, используется оценка индекса текстуры

$$\hat{J}_{exp} = \sum_{l=0}^{L} \frac{1}{2l+1} \sum_{m,n=-l}^{l} \left|\hat{C}_{mn}^{l}\right|^2,$$
$$\hat{C}_{mn}^{l} = \frac{2l+1}{N} \sum_{i=1}^{N} \frac{1}{M} \sum_{j=1}^{M} \bar{T}_{mn}^{l}\left(g_{B_j} g_i\right). \tag{13}$$

где $\hat{C}_{mn}^{l}$ – оценка для коэффициентов C_{mn}^{l} в (2) с учетом наличия симметрии кристаллической решетки образца (образец стали имеет ОЦК решетку).

Выражение для $T_{mn}^{l}(g)$ имеет вид

$$T_{mn}^{l}(g) = e^{-i(m\varphi+n\psi)} P_{mn}^{l}(\cos\theta),$$
$$P_{mn}^{l}(x) = \frac{(-1)^{l-m} i^{n-m} \sqrt{(l+n)!}}{2^l \sqrt{(l-n)!\,(l+m)!\,(l-m)!}} (1-x)^{-\frac{n-m}{2}} \times$$
$$\times (1+x)^{-\frac{n+m}{2}} \frac{d^{l-n}}{dx^{l-n}} (1-x)^{l-m} (1+x)^{l+m}. \tag{14}$$

Т.к. при моделировании образца используется ФРО в виде ЦНР (4), то для расчета индекса текстуры модельного образца и результатов модельного EBSD эксперимента используется оценка для индекса текстуры (5)

$$\hat{J}_{mod} = \sum_{l=0}^{L} \left|\hat{C}^{l}\right|^2,$$
$$\hat{C}^{l} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \frac{\sin\left(l+\frac{1}{2}\right) t_i}{\sin\frac{t_i}{2}}, t \in [-\pi;\pi], \ \cos\frac{t}{2} = \cos\frac{\varphi+\psi}{2} \cos\frac{\theta}{2}. \tag{15}$$

Ниже на рис. 8 представлены графики зависимости индекса текстуры от параметров измерений для модельного и реального эксперимента, индекс текстуры модельного образца оказался равным $J_{\substack{model\\spec}}$=316.3. Из графиков видно, что при различных шагах и фиксированном ω_0 значения индекса

текстуры отличаются друг от друга не более чем на 2.5% в обоих экспериментах.

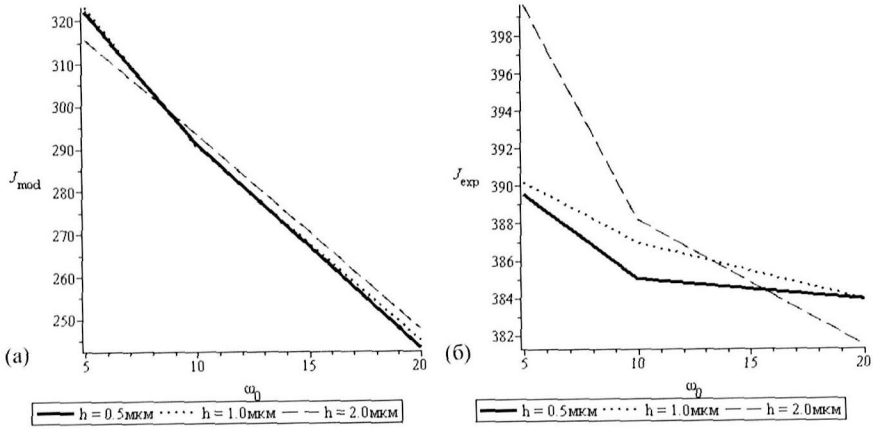


Рис. 8. Зависимость индекса текстуры от шага сканирования h и порогового угла разориентации ω_0 для (а) модельного и (б) реального эксперимента

При этом ω_0 имеет более сильное влияние на индекс текстуры: почти на 25% снижается значение индекса текстуры при увеличении ω_0 с 5° до 20° в модельном эксперименте (таблица 1), и на 5% – в реальном эксперименте.

Таблица 1. Погрешности вычисления индекса текстуры в модельном EBSD эксперименте

h, мкм	ω_0		
	20°	10°	5°
2.0	0.217	0.072	0.002
1.0	0.226	0.081	0.022
0.5	0.231	0.079	0.018

Таким образом, характер зависимости индекса текстуры от параметров измерений оказался схожим для модельного и реального эксперимента. Численные различия, полученные при оценке влияния порогового угла разориентации на индекс текстуры для модельного и реального экспериментов, могут быть обусловлены различными ФРО модельного образца и образца стали, а также неизвестностью остроты текстуры стали.

Сходство результатов модельного и реального EBSD экспериментов подтверждает правильность сделанных в работе выводов и позволяет использовать предложенную модель образца и EBSD эксперимента для подбора шага сканирования и порогового угла разориентации. Можно сделать вывод, что для однофазного сильно текстурированного материала с небольшой долей границ угол разориентации следует выбирать не более 10°.

Что касается шага измерения, то подходящим будет шаг, равный половине среднего размера зерна.

Заключение

В диссертационной работе получены следующие результаты:

1) Создана математическая модель образца поликристаллического материала и EBSD эксперимента, разработаны алгоритмы численной реализации и комплексы программ, позволяющие проанализировать влияние выбора параметров измерений на достоверность получаемых результатов в виде текстурных характеристик исследуемого материала;

2) С помощью проведения серии численных экспериментов показано, что в зависимости от выбора параметров измерений результаты вычислений таких текстурных характеристик, как функция распределения ориентаций, полюсные фигуры, индекс текстуры, могут быть некорректными;

3) Получено, что уменьшение значений параметров модельного эксперимента приводит к увеличению количества фиктивных зерен, отсутствующих в модельном образце;

4) Указаны некоторые рекомендации для выбора параметров EBSD эксперимента с учетом цели исследования и априорной информации о характеристиках образца;

5) На примере расчета индекса текстуры показана количественная зависимость индекса текстуры от параметров измерений, результаты модельных расчетов подтверждены поведением индекса текстуры, вычисленного по EBSD данным стали EP823;

6) На примере EBSD исследования стали EP823 показано совпадение основных выводов относительно выбора параметров эксперимента.

Все вышеизложенные численные результаты были получены с помощью комплекса программ, самостоятельно реализованных автором для проведения расчетов.

Автор выражает глубокую признательность своему научному руководителю проф. Т.И. Савеловой, а также П.С. Джумаеву за предоставленные экспериментальные данные исследования образца стали EP823 и возможность ознакомления с техникой проведения EBSD эксперимента.

Основные результаты диссертации представлены в работах:

1) Антонова А.О., Савелова Т.И. Вычисление функции распределения ориентаций и полюсных фигур для центрального нормального распределения SO(3) // Вестник НИЯУ МИФИ. – 2013. – Т. 2. – № 2. –С. 198–201.

2) Антонова А.О., Савелова Т.И. Вычисление зёренной структуры поликристалла гексагональной симметрии // Вестник НИЯУ МИФИ. – 2014. – Т. 3. –№ 3. – С. 336–339.

3) Antonova A.O., Savyolova T.I. Study of the Effect of Statistical Dependence of the Sample Elements upon EBSD Measurements on the Orientation Distribution Function Calculation Error // INORGANIC MATERIALS English translation of selected articles from Zavodskaya Laboratoriya. Diagnostika Materialov. – 2015. – V. 81. – Issue 1-I. – P. 26–30.

4) Антонова А.О., Савелова Т.И. Оценка погрешностей вычисления характеристик текстуры поликристаллов путём изменения параметров измерений методами электронной микроскопии // Журнал вычислит. матем. и матем. физ. – 2015. – Т. 55. – №2. – С. 322–334.

5) Антонова А.О., Савелова Т.И. Моделирование EBSD эксперимента и вычисление характеристик текстуры поликристаллов // Бесконечномерный анализ, стохастика, математическое моделирование: новые задачи и методы. Проблемы математического и естественно-научного образования: сборник статей международной конференции. под ред. А.И. Кириллова, С.А. Розановой. –М.: РУДН, 2015. – С. 181–186.

6) Антонова А.О., Савелова Т.И. Исследование методами электронной микроскопии влияния параметров эксперимента на вычисление полюсных фигур поликристаллических материалов // Кристаллография. – 2016. – Т. 61. – № 3. – С. 495–503.

7) Antonova A.O., Dzhumaev P.S., Savyolova T.I. Study of EBSD Experiment Parameters Influence on Computation of Polycrystalline Pole Figures and Orientation Distribution Function // MATEC Web of Conferences (ICMIE). – 2016. – Vol. 75. – 09007.

8) Антонова А.О., Савелова Т.И. Вычисление статистических характеристик индекса текстуры по набору ориентаций зерен поликристаллов // Вестник НИЯУ МИФИ. – 2017. – Т. 6, № 1. – С. 69–77.

9) Antonova A.O., Savyolova T.I. Comparison of the model EBSD experiment results with the PF and ODF obtained experimentally // Journal of Physics: Conf. Series. – 2017. Vol. 788, 012004.

10) Антонова А.О., Савелова Т.И. Исследование влияния статистической зависимости элементов выборки при EBSD измерениях на погрешность вычисления функции распределения ориентаций // Научная Сессия НИЯУ МИФИ–2014: тезисы докладов в 3 т. – М.: НИЯУ МИФИ, 2014. – Т.2. – С.225.

11) Антонова А.О., Савелова Т.И. Оценка погрешностей вычисления характеристик текстуры поликристаллов путём изменения параметров

измерений методами электронной микроскопии // Бесконечномерный анализ, стохастика, математическое моделирование: новые задачи и методы: тезисы и тексты докладов. – М.: РУДН, 2014. – С.177.

12) Антонова А.О., Савелова Т.И. Моделирование EBSD эксперимента и вычисление ПФ и ФРО // Научная Сессия НИЯУ МИФИ–2015: тезисы докладов в 3 т. – М.: НИЯУ МИФИ, 2015. – Т.2. – С. 263.

13) Антонова А.О. Влияние выбора параметров EBSD эксперимента на вычисление полюсных фигур поликристаллов // Микроэлектроника и информатика: сборник докладов. – Зеленоград, 2015. – С 135.

14) Антонова А.О., Савелова Т.И. Некорректное вычисление индекса текстуры по набору ориентаций зёрен поликристалла // Тезисы докладов международного научного семинара по обратным и некорректно поставленным задачам. –М.: МГУ, 2015. – С. 29.

15) Антонова А.О., Савелова Т.И. Сравнение результатов моделирования EBSD эксперимента с экспериментальными ПФ и ФРО // V международная конференция "Проблемы математической и теоретической физики и математическое моделирование": сборник докладов. – М.: НИЯУ МИФИ, 2016. – С. 14.

16) Antonova A.O., Dzhumaev P.S., Savyolova T.I. Study of EBSD experiment parameters influence on computation of polycrystalline Pole Figures and Orientation Distribution Function // ICSMT 2016, Conference Abstracts, 2016. – P.16.

Список цитируемой литературы

1. Randle V. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping: 2nd ed. / V. Randle, O. Engler. – Boca Raton, CRC Press, 2010. – 456 p.

2. Сыпченко М.В. Математическое моделирование функции распределения ориентаций по кристаллографическим ориентировкам на группе SO(3): Дис. канд. физ.-мат. наук: 05.13.18 / Сыпченко Мария Владимировна – М., 2010. – 123 с.

3. The effect of pattern overlap on the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction measurements / Tonga V., Jianga J., Wilkinsonb A.J., Brittona T.B. // Ultramicroscopy. – 2015. – Vol. 155. – P. 62–73.

4. Comparison of deformation texture in FePd alloy via X-ray diffraction and electron backscatter diffraction techniques / Lin H.P., Ng T.S., Chen C.L., Kuo J.C., Ding S.X. // Micron. – 2013. – Vol. 44. P. 433–441.

5. Wright S.I. A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements / Wright S.I. // Practical Metallogr. – 2010. – Vol. 47, N. 1. – P.16–33.

6. Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе / С.Ю. Миронов, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев, А.В. Корнева // ФТТ. – 2005. – Т. 47, № 7. – С. 1217–1225.