

Desenvolvimento de Programa de Computador para Cálculo da Função Distribuição de Orientações a partir de Figuras de Pólos Incompletas em Ambiente Windows[©]

E.Galego^a, A.F. Padilha^a, N.B.Lima^b

^aDepartamento de Engenharia Metalurgia e de Materiais – POLI-USP ^bInstituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP

Resumo

A função distribuição de orientações permite a análise quantitativa da orientação preferencial de um material policristalino e pode ser obtida através de dados experimentais obtidos por difração de raios-X, difração de nêutrons ou difração de elétrons retroespalhados. Esta sendo desenvolvimento de um programa computacional para tratamento matemático dos dados experimentais de figuras de pólo incompletas para a obtenção das figuras de pólo completas e da função distribuição de orientações utilizando-se o método dos harmônicos esféricos desenvolvido por Bunge⁽¹⁾ em ambiente Windows[©].

Palavras Chave: ODF, Textura, Difração de raio-X, Figuras de Pólos.

I. – Introdução.

A maioria das propriedades físicas de materiais cristalinos tais como, elasticidade, resistência mecânica, condutividade elétrica, propriedades magnéticas e expansão térmica são anisotrópicas, isto é, depende da direção cristalográfica na qual é medida. As propriedades macroscópicas de materiais policristalino são certamente valores médios das propriedades dos cristalitos que o compõem dependendo de sua distribuição de orientação ou textura. Uma das maneiras de se medir a textura dos materiais é através do levantamento de figura de pólo. Figuras de pólo são projeções estereográficas com orientação relativa à amostra, que exibe a variação de intensidade difratada de um plano cristalino pré-selecionado.

As figuras de pólo por difração de raios-X podem ser levantadas por dois métodos basicamente: transmissão e reflexão. Através da medida por estes dois métodos consegue-se a figura de pólo completa se convenientemente processado. No método de transmissão a amostra precisa ser de espessura fina o suficiente para que o feixe de raio-X o atravesse. Isto implica em problemas como: a precisão do corte para conseguir-se espessura correta, altera a textura que se deseja medir.

Bunge⁽¹⁾ desenvolveu um método matemático para o levantamento da figura de pólo completa utilizando somente o método de reflexão. A distribuição de orientação dos cristalitos pode ser descrita por meio da expansão em série da figura de pólo, cada figura de pólo $P(h_i, y)$ pode ser expandida em uma série de harmônicos esféricos:

$$Ph_i(y) = \sum_{\ell=0}^L \sum_{v=\ell}^{N(\ell)} \left\{ \frac{4\pi}{(2\ell+1)} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} C_{\ell}^{\mu v} \ddot{K}_{\ell}^{*\mu}(h_i) \right\} \cdot \dot{K}_{\ell}^v(y) \quad (1)$$

onde $h_j = (h_i, k_i, l_i)$ representamos índices de Miller do plano cristalográfico escolhido e representa o sistema de coordenadas da amostra (α, β) . $\ddot{K}_{\ell}^{*\mu}$ e \dot{K}_{ℓ}^{μ} são harmônicos esféricos de superfície simétricos e os pontos $(.., .)$ denotam a simetria do cristal e da amostra respectivamente e $C_{\ell}^{\mu v}$ são os coeficiente que devem ser calculados.

Os coeficientes $C_{\ell}^{\mu v}$ são facilmente obtidos utilizando as propriedades de ortogonalidade dos harmônicos esféricos de superfícies simétricas. Essas propriedades dependem da

faixa de integração e uma vez utilizado o método da reflexão para aquisição de valores $Ph_i(y)$ essa faixa não é satisfeita logo, essas integrais devem ser avaliadas explicitamente por processos numéricos.

Pelo método proposto por Bunge⁽¹⁾ é possível desenvolver um algoritmo computacional (cálculo numérico) para levantar a figura de pólo completa através de dados obtidos por medida de figura de pólo incompleta pelo método de reflexão.

I.1- Fundamento Teóricos.

O método proposto por Bunge⁽²⁾ fundamenta-se no método de mínimos quadrados:

$$\sum_i \int_B [Ph_i(y)_{observado} - Ph_i(y)_{calculado}]^2 dy = \min \quad (2)$$

Onde i = número de figura de pólo incompleta;
 B = região analisada $(0 < \alpha < \alpha_{max})$ e $(0 < \beta < \pi/2)$.

Substituindo (1) em (2) e introduzindo um fator de normalização N_i temos:

$$\sum_i \int_B [N_i \hat{P}h_i(y)_{obs} - \sum_{\ell=0}^L \sum_{v=\ell}^{N(\ell)} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \frac{4\pi}{2\ell+1} C_{\ell}^{\mu v} \ddot{K}_{\ell}^{*\mu}(h_i) \cdot \dot{K}_{\ell}^v(y)]^2 dy = \min \quad (3)$$

onde: $N_i \hat{P}h_i(y)_{obs} = Ph_i(y)$.

N_i é obtido por meio da figura de Pólo completa da seguinte forma:

$$N_i = \frac{1}{2} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} Ph_i(y) dy$$

Para amostra que possuem simetria cristalina cúbica, podemos fazer a seguinte aproximação:

$$N_i = \frac{\int_B Ph_i(y) dy}{\int_B dy}$$

Voltando a equação (3) e derivando-a em relação à $C_{\ell}^{\mu v}$ temos:

$$\sum_i \int_B \ddot{K}_{\ell}^{*\mu}(h_i) \dot{K}_{\ell}^v(y) [N_i \hat{P}h_i(y)_{obs} - \sum_{\ell=0}^L \sum_{v=\ell}^{N(\ell)} \sum_{\mu=1}^{M(\ell)} \frac{4\pi}{2\ell+1} C_{\ell}^{\mu v} \ddot{K}_{\ell}^{*\mu}(h_i) \cdot \dot{K}_{\ell}^v(y)] dy = 0 \quad (4)$$

Substituindo alguns termos para simplificar chega-se a seguinte equação:

$$\sum_{l=0}^L \sum_{\mu}^{M(l)} C_l^{\mu\nu} \alpha_{\ell\ell'}^{\mu\mu'} \xi_{\ell\ell'}^{\nu\nu'} = \sum N_i A_{\ell}^{\mu\nu'}(h_i) \quad (5)$$

Esta é a equação válida para amostra com simetria cristalina cúbica e simetria de amostra ortorrômbica.

O sistema de equações lineares (5) possuem o número de equações iguais ao número de coeficientes $C_{\ell}^{\mu\nu}$ desconhecidos e este será limitado pelo valor máximo de ℓ .

II.1 – Implementação Computacional.

A implementação do programa segue o seguinte fluxograma de dados:

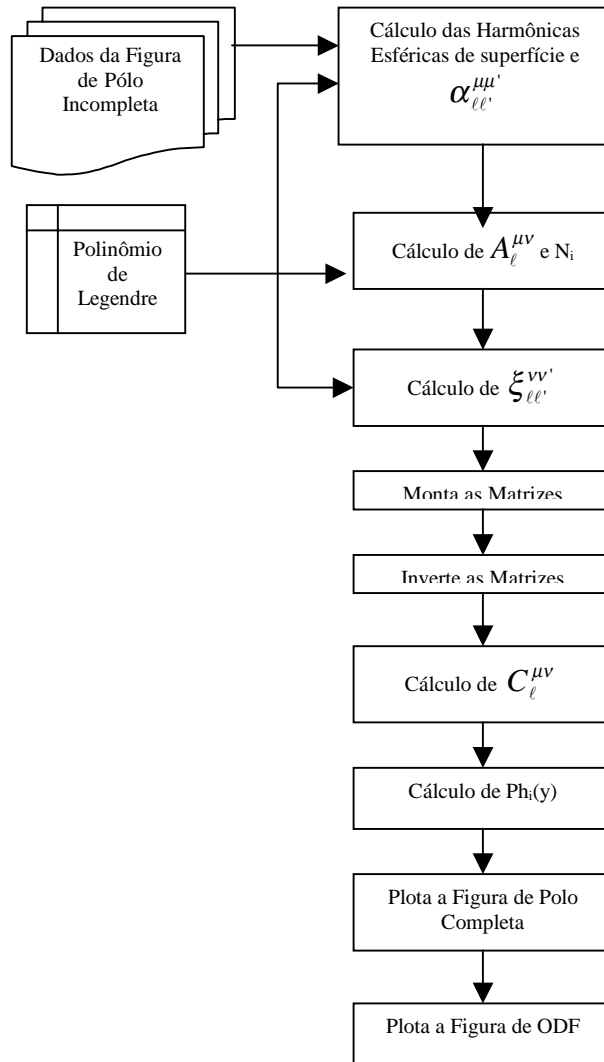


Figura 1 – Fluxograma do programa principal

A proposta do trabalho é o desenvolvimento de um programa computacional em ambiente Windows para tratamento de dados experimentais para análise de textura em materiais policristalino com simetria cúbica e da amostra ortorrômbica. Este desenvolvimento será um aprimoramento de programa computacional desenvolvido por Lima⁽³⁾ em sua tese de doutoramento. No trabalho de tese, foram implementadas e testadas todas as

etapas de calculo numérico em computadores de grande porte ("mainframe") da época, para a obtenção de figuras de pólo completas e da função distribuição de orientações e, para a visualização gráfica dos dados, foi utilizado o pacote gráfico SAS ("Statistical Analysis System") como a saída de dados na forma impressa. A idéia desta proposta é a de facilitar o processamento dos dados com computadores de mesa ("Desktop") em ambiente gráfico,

sendo que o aprimoramento principal dar-se-á na visualização gráfica em vídeo e depois, se necessário, na forma impressa melhorando a interface com o analista (usuário). Outro problema que se pretende resolver é a dependência do uso de pacotes de programação fechados como o SAS, na confecção de figuras de isolinhas utilizadas nas figuras de pólo e função de distribuição e orientação (FDO), adequando o programa de análise sem a necessidade de instalações de pacotes licenciados de alto custo.

O programa esta sendo desenvolvido em linguagem Delphi⁽⁵⁾ (Object Pascal) (©Borland) e OpenGL⁽⁶⁾ (©Silicon Graphics) para o sistema operacional Windows e consiste de três blocos principais. A Figura 1 apresenta o diagrama de blocos do programa em desenvolvimento, as etapas em cinza já foram implementadas.

O primeiro bloco visa a adequação dos dados obtidos em equipamento da Rigaku com câmera Multipurpose MPA-2000, que consiste em uma câmera com inclinação planar em relação à amostra α de 15 graus a 90 graus, com rotação da amostra β de 0 a 360 graus, aproximação Z (normal a amostra) de ± 10 mm e oscilação $\gamma \pm 10$ mm. Nesta etapa os dados do arquivo de análise experimental são adequados para o processamento posterior efetuando correções para eliminação da radiação de fundo (Background), efeito de desfocalização do feixe de raios-X, correções para deslocamento do ângulo β e α . Esta etapa já se encontra implementada. Para este primeiro estagio a adequação dos dados dar-se-á somente a arquivos gerado por equipamento da Rigaku. Um programa adicional pode ser implementado para compatibilizar os dados gerados por outros equipamentos de outros fabricantes.

O segundo bloco consiste da programação do algoritmo matemático para a obtenção dos coeficientes da equação (6) utilizando-se os dados gerados no primeiro bloco. A partir destes coeficientes são calculadas: a figura de pólo completa (PF), a função distribuição de orientações (ODF) e a figura de pólo incompleta (IPF).

O terceiro bloco consiste do desenvolvimento das representações gráficas: da figura de pólos por projeção estereográfica, da figura de pólos inversa e da função distribuição de orientações, para visualização em vídeo, geração de arquivos de imagem no formato JPEG e saída impressa.

III. - Fases Implementadas.

O arquivo de dados experimentais adquiridos pela medida da figura de pólos utilizando-se o difratômetro Rigaku é um arquivo em ASCII, consistindo de um cabeçalho onde são descritas as condições de análise tais como faixa de ângulo α e β , passo utilizado em cada uma das varreduras, valor da radiação de fundo para cada ângulo α , etc. A intensidade medida é disposta na forma de quatro dados de intensidade por linha, separados por vírgula.

Para o cálculo dos coeficientes da série harmônica ($C_{\ell}^{\mu\nu}$) são necessários os dados de quatro figuras de pólos incompletas para reflexões distintas, isto é, não coplanares. A necessidade de quatro figuras é devido ao erro gerado nos cálculos dos coeficientes⁽³⁾.

III.1- Correção para a Radiação de Fundo (Background).

A correção para a radiação de fundo pode ser realizado em dois ângulos 2θ s distintos identificados como HighBG e LowBG no cabeçalho do arquivo de dados gerados pelo programa do goniômetro. O programa identifica estes valores e calcula do valor a ser descontado utilizando a equação⁽⁴⁾:

Equação para desconto do BG:

$$BG = \frac{LowBG + HighCG}{2} \quad (6)$$

onde:

$$LowBg = \left[\frac{*Low}{*COUNT} \right] x (*Speed)$$

e

$$HighBg = \left[\frac{*High}{*COUNT} \right] x (*Speed)$$

Sendo: *Low e *High \rightarrow contagens, mais baixa e mais alta na tomada de dados respectivamente; *count \rightarrow contagem no ângulo e, *Speed \rightarrow velocidade de contagem ou tempo fixo na aquisição do dado⁽⁴⁾.

O valor obtido utilizando a equação (6) é subtraído de todos os valores de intensidade medidos. Quando a medida é realizada em dois pontos para o BG, é feito um ajuste de uma reta e interpolado. O valor de 2θ da reflexão o valor obtido é então subtraído dos valores de intensidade medidos. O programa mostra ao operador que tipo de calculo foi realizado, podendo o mesmo cancelar a decisão tomada pelo computador, forçando ao outro método se possível.

Em alguns casos, devidos a problemas na escolha do ângulo 2θ , o valor medido de BG, é maior que o valor da intensidade medida, neste caso foi implementada uma rotina que alerta o usuário para a existência de valor de BG maiores que a intensidade medida considerando-se o desvio padrão.

III.2 - Correção para Deslocamento do Ângulo β .

O deslocamento do ângulo β pode ocorrer devido a erro no posicionamento da direção de laminação da amostra quando posta no goniômetro. Este erro é bastante comum pois, o goniômetro, não possui referência para a

posição de $\beta=0$ graus no porta amostra e o posicionamento só se dá na inicialização do goniômetro. Outra possibilidade é o desconhecimento da direção de laminação da amostra pelo usuário. Este tipo de erro pode ser facilmente identificado pela figura de pólo em amostras com simetria ortorrômbica, uma vez que as mesmas são simétricas em relação aos quatro quadrantes.

Neste caso, o usuário, identifica qual a defasagem angular melhor corrige os dados e introduzindo o valor em campo apropriado para cada arquivo.

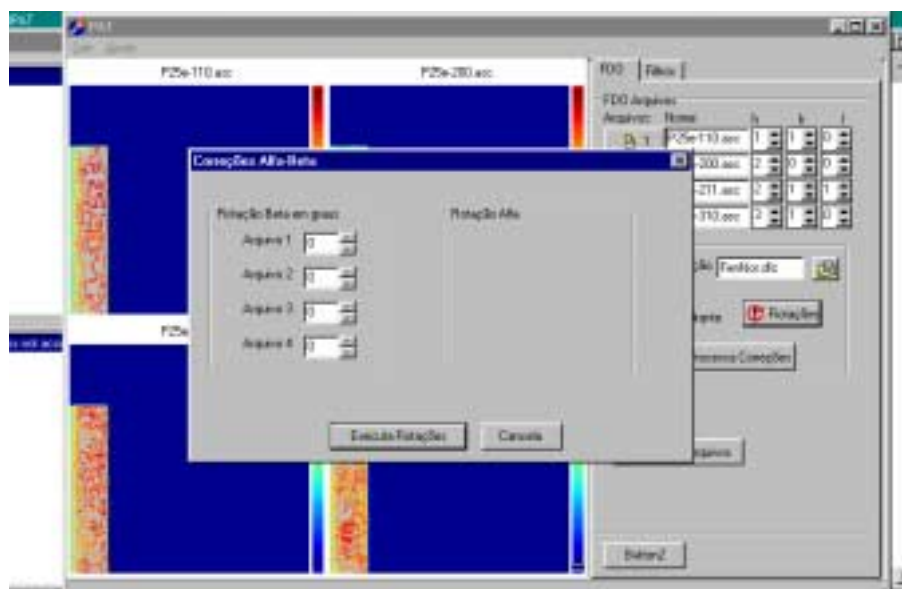


Figura 2 – Janela para corrigir rotação de β para os arquivos (figura mostra programa em tempo de projeto).

Existente também uma correção que pode ser implementada, que é a correção de α (como pode ser visto na figura 2). Esta correção é difícil execução e ainda não foi implementada e testada.

III.3 - Correção para Desfocalização.

A varredura do ângulo α implica em uma alteração da área irradiada pelo feixe de raios-x fazendo com que haja variação da intensidade medida em função dos ângulos α , do ângulo

2θ e do conjunto de fendas de divergência, espalhamento e recepção utilizados.

Para se realizar esta correção é necessário a medida de uma amostra que não apresente orientação preferencial, que no caso para este trabalho foi realizado utilizando Silício em pó. A figura 3, 4 e 5 apresenta os gráficos obtidos para as curvas de desfocalização medidas para os três conjuntos de fendas mais utilizados: Grossas: 1° , 5mm e 4mm; Normal: $1/2^\circ$, 5mm e 4mm; Finas: $1/4^\circ$, 4mm e 3mm;

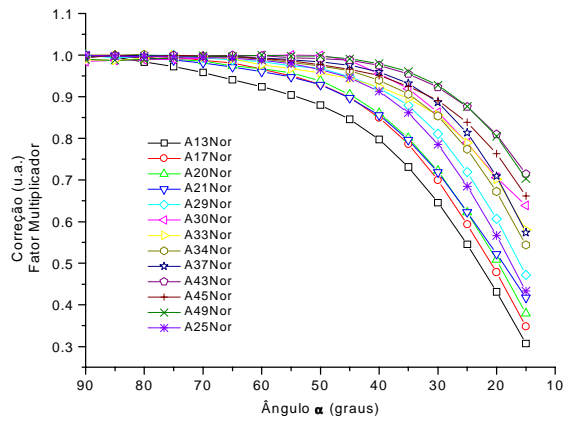


Figura.3: Curva de desfocalização para conjunto de Fendas Grossas.

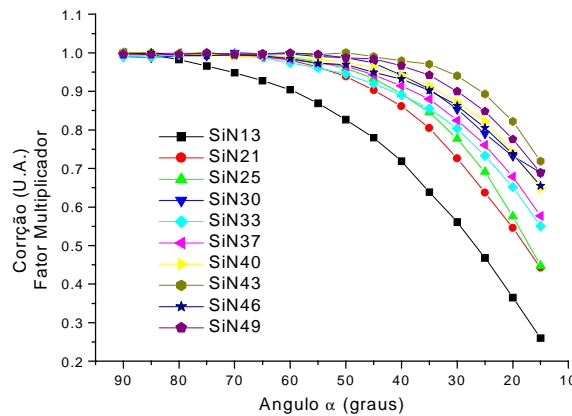


Figura.4: Curva de desfocalização para conjunto de Fendas Normais.

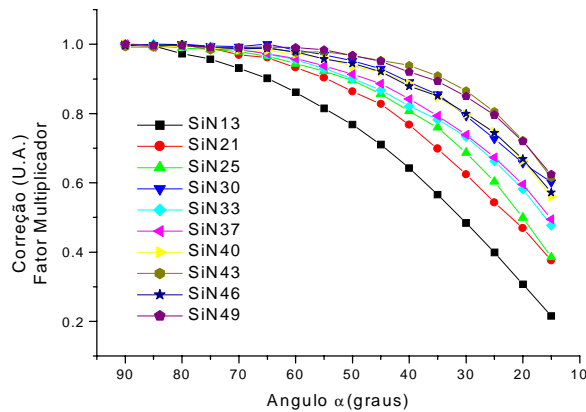


Figura 5: Curva de desfocalização para conjunto de Fendas Finas

Na legenda interna das figuras os valores numéricos referem-se ao ângulo 2θ que foi realizada a medida. Na implementação do programa, o usuário deve identificar corretamente o arquivo de desfocalização referente a tomada de dados, como pode ser

visto na figura 6 onde, se a correção de desfocalização esta acionada, o arquivo em usado para a desfocalização é mostrado á direita do acionamento desta correção. Na figura 6, encontra-se acionado o dialogo de escolha do arquivo de desfocalização.

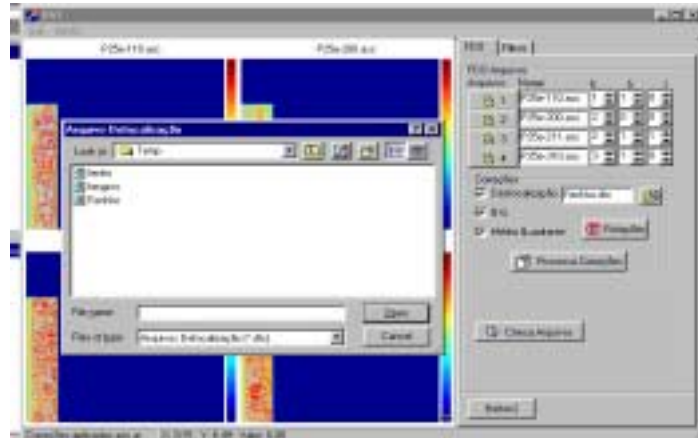


Figura 6 – Janela de diálogo para escolha do arquivo de correção para a desfocalização, dado o conjunto de fendas utilizado.

III.4 - Média de Quadrante.

No programa esta implementada a rotina de correção que calcula a média dos quadrantes. Esta média refere-se a soma dos

valores medidos nos ângulos ortogonais entre si de cada quadrantes, onde se calcula a soma e em seguida a média, obtendo um só quadrante.

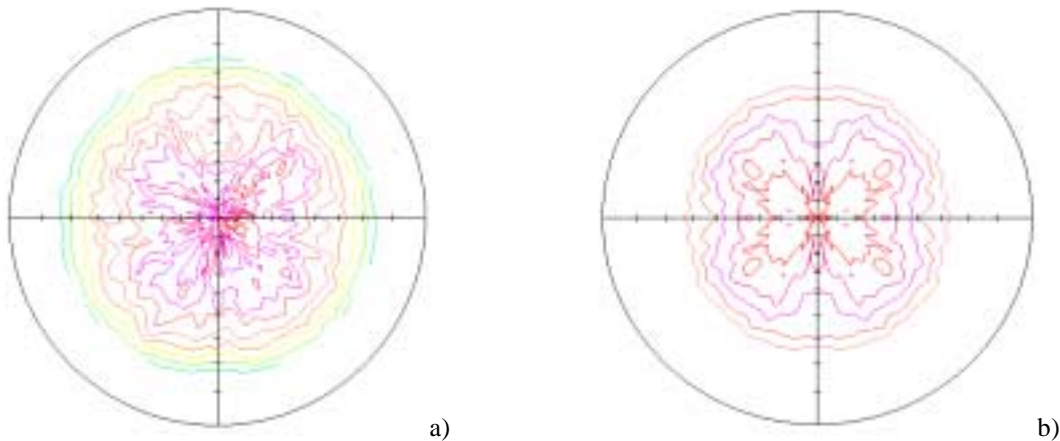


Figura 7 – Exemplo de figura de pólo com processamento de média de quadrantes. a) antes da média; b) depois da média.

A média dos quadrantes somente é utilizada para amostras com simetria ortorrômbica.

III.5 - Índice de Miller para determinação dos valores das Funções Harmônica Esférica Cúbica automática.

Os valores das funções da harmônica esférica simétrica, específica para sistemas cúbicos, podem ser facilmente adquirido através de tabela, em vez de calculo. Os valore são arquivados em biblioteca para acesso pelo programa figura (1).

No programa os índices são mostrados ao lado do nome do arquivo. O índice é digitado pelo operador diretamente no programa de aquisição de dados. Se houver erro neste índice o usuário poderá muda-lo facilmente através das setas atuante em cada janela do índice. Ao processar os arquivos o programa verifica automaticamente os valores de $h k l$ e verifica o sistema cúbico (CCC ou CFC). Se houver algum erro neste índice, isto é, se o operador confundiu o sistema, o programa avisará o usuário para que se faça o acerto.



Figura 8 – Caixas de verificação dos índices

h k l.

III.6 – Filtros.

No programa, também, foram implementadas rotinas de filtros para manipulação de arquivos e pré-processamento para análise de textura, como: 1) Conversão dos arquivos gerados em WINDOWS para arquivos de sistema HP-UX (UNIX) utilizados por workstation Rigaku; 2) Média das intensidades para α fixo e varredura completa em β , para cálculo de β médio utilizado para o cálculo de $\langle \cos\theta \rangle$ de amostras de simetria radial, como magnetos permanentes⁽⁷⁾; 3) Média dos dados de figura de Pólo para uma mesma amostra com levantamento de dados para regiões diferentes, para cálculo de figura de pólo média.



Figura 9 – Paleta de controle para programas e sub-rotinas de filtragens

V - Conclusões

Várias etapas já foram implementadas como foi mostrado neste trabalho. Implementações

gráficas e de processamento para cálculo de $C_{\ell}^{\mu\nu}$, já se encontra em estágio final. As etapas descritas neste trabalho já se encontram em uso pelo grupo de difração do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. Para o processamento final dos dados esta sendo usado programa desenvolvido em FORTRAN em ambiente DOS⁽³⁾.

VI – Agradecimentos.

Os autores agradecem ao apoio financeiro da FAPESP

VII – Referências Bibliográficas.

1. Bunge, H. J. *Texture analysis in Materials Science*. Mathematical Methods. London, Butterworths, 1982, P.85-8.
2. Bunge, H. J. *Texture analysis in Materials Science*. Mathematical Methods. London, Butterworths, 1982, P.53-4.
3. Batista, N.B, *Influência da Textura em Medidas de Tensão Residual*, Tese de Doutorado, 1991, IPEN-CNEN/SP, USP.
4. Rigaku Corporation, *BackGround Calculation*, Comunicação privada, 2001.
5. Inprise Corporation, Borland Delphi Interprise, 1999.
6. Jacobs, J.Q. *Delphi developer's Guide to OpenGL*, Wordware Publishing, Inc, Texas, USA.
7. Castro, A. R. M. de; *Textura Cristalografica e Avaliação de Domínios Magnéticos em Imãs de PrFeB*, Tese de doutorado, 2001, IPEN-CNEN/SP, USP