

00362



Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad de Ciencias

**Diseño de la Óptica y Alineación
del
Difractómetro de Neutrones del ININ
para medir Texturas Globales**

Tesis para obtener el grado
de
Maestro en Ciencias

Presenta
José de Jesús Ramírez Torres

Director: Dr. Francisco Cruz Gandarilla.

México, D.F.

2005

m. 341480



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

En recuerdo:

a mis padres
Catalina y Emeterio

y

Rafael y Tere

A mi esposa
Rebeca

A mis hermanos
Guadalupe y Emeterio

A todos mis niños

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo reoepcional.

NOMBRE: JOSE DE JESUS
RAMIREZ TORRES

FECHA: 24 / 02 / 2005

FIRMA: 

Agradecimientos

Deseo expresar mi agradecimiento al Dr. Francisco Cruz Gandarilla por la confianza, paciencia y apoyo hacia mi persona durante el desarrollo de este trabajo. A su vez deseo expresar mi reconocimiento a sus esfuerzos por formar en México un grupo de profesionales en el análisis de Texturas Cristalográficas.

De igual forma agradezco al Dr. Juan Jaime Vega C., durante su permanencia al frente de la Gerencia de Ciencias Básicas del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares ININ, y al Dr. Juan A. Aspiazu F., jefe del Departamento del Acelerador Tandem del mismo Instituto, la libertad otorgada para incursionar en el área de la Ciencia de Materiales.

Agradezco también a todos los compañeros asociados al Reactor Triga Mark III su valiosa y entusiasta participación, sin la que hubiera sido imposible la realización de la parte física de este trabajo.

Índice	i
Resumen	iii
Introducción	iv
Capítulo 1. Fundamentos Teóricos	
1.1 Difracción	1
1.2 Fundamentos Teóricos de la Óptica	6
1.3 Fundamentos Teóricos del Análisis Cuantitativo de Texturas	8
1.3.1 Definición de la Función de Distribución de Orientaciones Cristalográficas (FDOC)	8
1.3.2 Determinación de la FDOC	12
1.3.3 Texturas fantasmas	16
1.3.4 Índice de textura	18
1.3.5 Componente de textura y componente ideal	19
1.3.6 Textura y aleaciones metálicas	19
Capítulo 2. Modelado de la óptica	
Generalidades	21
2.1 Modelado de las curvas de resolución (FWHM vs θ) y luminosidad L	22
2.2 Dependencia del FWHM y la luminosidad L respecto al monocromador	26
2.2.1 Monocromador de grafito pirolítico	26
2.2.2 Monocromador de cobre	27
2.3 Modelado del FWHM en función de λ	30
2.3.1 Resultados del modelado de la óptica	31
Capítulo 3. Experimento I. Medición del espectro térmico	
3.1 Medición del espectro térmico del reactor	33
3.2 Determinación de la resolución	35
3.3 Pérdida de intensidad	38
3.4 Selección experimental de la óptica	39
3.5 Selección de la longitud de onda	39
Capítulo 4. Experimento II. Medición de figuras de polos	
4.1 Descripción del proceso de medición	42
4.2 Medición de las figuras de polos de la aleación Fe50%Ni	44
Capítulo 5. Funciones de Distribución de Orientación Cristalográfica (FDOC)	
5.1 Obtención de la FDOC	47
5.2 Discusión de los resultados	49

5.3 Interpretación de la FDOC	51
Capítulo 6. Conclusiones	53
Anexo 1. Descripción del difractor y sistema de detección	
I. Difractor Mitsubishi NX - 1330	54
II. Sistema de detección	58
Anexo 2. Alineación del difractor	59
Anexo 3. Artículo publicado	63
Referencias	69

Resumen

Con el objeto de lograr poner en condiciones operativas el difractor de neutrones del ININ se plantearon las tareas que se describen. Las mismas tuvieron que ver con la evaluación del estado del difractor, la realización de posibles mejoras, la caracterización del estado del difractor después de realizarlas y, por último, con la proposición de mejoras futuras.

Las principales tareas fueron:

1. Medición del espectro térmico del Reactor Triga Mark III para evaluar las condiciones de operación y la óptica del difractor de neutrones. (Cap. 3).
2. Por la baja intensidad registrada en la medición del espectro térmico, se desensambló completamente el difractor para proceder a su alineación usando un láser y dispositivos auxiliares que se fabricaron conforme fueron requeridos. Para realizar la alineación fue necesario hacer trabajos de maquinado para modificar la base metálica, puesto que estaba anclada al piso de manera definitiva. (Anexo 2).
3. Para seleccionar el conjunto de colimadores que ofreciera la mejor resolución compatible con una intensidad adecuada, se revisó la teoría de la óptica de los difractómetros (Cap. 1), se modelaron las curvas de resolución y la luminosidad para diferentes combinaciones de ellos. Para seleccionar la longitud de onda λ del haz de neutrones que se usaría en las mediciones de figuras de polos, se modeló la dependencia de la resolución respecto a λ . Todos los modelados anteriores se efectuaron considerando el monocromador de grafito pirolítico existente. Con objeto de proponer mejoras en el futuro, se repitieron los modelados considerando monocromadores de grafito pirolítico y de cobre con diferentes anchos de mosaico (Cap. 2).
4. Una vez realizada la alineación, y teniendo como guía los resultados de los modelados, se midió nuevamente el espectro térmico, y se determinó la resolución del difractor para diferentes combinaciones de colimadores, lo que permitió seleccionar el conjunto de colimadores más adecuado para medir figuras de polos (Cap. 3).
- 5. Para verificar la calidad del trabajo realizado se midieron tres figuras de polos de una muestra de textura conocida, y se compararon con sus equivalentes medidas por difracción de rayos X. Esto permitió comprobar la calidad de la alineación y de la óptica seleccionada, así como el funcionamiento de todos los sistemas asociados al difractor, como son los motores, los programas de control de movimiento, la precisión en las rotaciones del goniómetro de texturas, etc. (Cap. 4).**
6. Como parte del entrenamiento del personal en las aplicaciones del equipo, se obtuvo la función de distribución de orientación cristalográfica de una muestra de la aleación Fe50%Ni, deformada al 90%, y se analizaron las componentes de textura (Cap. 5).

Introducción

Una de las principales herramientas en la investigación y aplicaciones de la Física Nuclear son los reactores nucleares y los dispositivos asociados a ellos como los difractómetros de neutrones.

Los neutrones producidos en un reactor nuclear pueden usarse en experimentos de difracción por materiales cristalinos, a condición de que su energía cinética se reduzca hasta unas fracciones de eV, para garantizar que la longitud de onda sea alrededor de 1 Å. La reducción se hace por la colisión elástica de los neutrones con un material rico en núcleos ligeros, por ejemplo agua. A este material se le llama "moderador", y al proceso "termalizado". Después de haber sido termalizados, la energía de los neutrones (o la longitud de onda), presenta una distribución de Maxwell-Boltzmann (espectro térmico), lo que obliga a seleccionar los neutrones que tengan una longitud de onda del orden del espaciado interplanar de la muestra bajo estudio. La selección se hace difractando los neutrones con un cristal, llamado por su función, cristal monocromador. Adicionalmente, el haz de neutrones extraído del reactor es un haz divergente, debiendo procesarse para obtener trayectorias paralelas. Esto se efectúa usando colimadores, tipo Soller, colocados antes y después del monocromador. Los colimadores, el monocromador, los diferentes círculos del difractómetro y del goniómetro, su **alineación** y sus relaciones geométricas, constituyen la "óptica" del difractómetro.

Los difractómetros de neutrones se han utilizado en general para realizar los siguientes estudios:

- a._ Análisis de propiedades extensivas (análisis volumétricos), facilitados por la alta penetrabilidad de los neutrones. Por ejemplo, *determinación de texturas globales* a partir de la medición de *figuras de polos*, de materiales con grano o cristales grandes, como aleaciones y metales recristalizados (difractómetros de baja y mediana resolución).
- b._ Estudios de estructura cristalográfica de materiales compuestos por elementos ligeros o contiguos en número atómico, consecuencia del comportamiento no monótono de las secciones eficaces de los isótopos (difractómetros de alta resolución) (Bacon 1975, Hewat 2004).
- c._ Análisis de materiales magnéticos, realizables a través de la interacción del espín neutrónico con el espín electrónico.

El análisis de textura, orientación preferencial de las cristalitas en un sólido, es importante porque afecta directamente las propiedades físicas de materiales anisótropos.

El Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) cuenta con un difractómetro de neutrones marca Mitsubishi NX 1330, anexo al Reactor Triga Mark III (Anexo 1), único en México, que acondicionado adecuadamente puede usarse en el estudio de efectos estructurales y microestructurales de materiales sólidos de alta simetría, como metales y aleaciones.

Para lograr el acondicionamiento del mismo, debe tenerse en cuenta que cada difractómetro de neutrones se construye de manera única, por lo cual, cada uno tiene características físicas propias, debiéndose diseñar su óptica, alinear, y calibrar la misma de manera individual (ver por ejemplo, Chunhua, Meven 2003). Siendo esta una diferencia importante respecto a los difractómetros de rayos X, que se construyen en serie.

Lo anterior hace necesario que cada laboratorio tenga personal especializado en la teoría y práctica del diseño de la óptica.

A su vez, se requiere que el usuario del difractómetro conozca la influencia de la óptica en los datos obtenidos en las mediciones (difractogramas), para el procesamiento adecuado de ellos y la correcta interpretación de los resultados.

El difractograma de una muestra cristalina presenta varios máximos (picos), cuya calidad está determinada por varios parámetros. En los difractómetros de neutrones de baja resolución el perfil de los máximos de difracción puede describirse mediante una función gaussiana, y en tal caso, los parámetros que caracterizan al máximo son la anchura medida a la mitad de la altura del máximo (**F**ull **W**idth at **H**alf **M**aximum), que caracteriza la resolución, la posición del máximo del pico $2\theta_{m\acute{a}x}$ y la luminosidad L , que es directamente proporcional a la intensidad integral I del haz difractado.

El $FWHM$ y la luminosidad dependen tanto de la óptica como de las características estructurales y microestructurales de la muestra: son la convolución de ambas contribuciones.

El efecto de la óptica sobre la calidad de los máximos se mide usando muestras ideales, es decir, muestras cuyos picos contribuyen mínimamente al perfil observado. Los difractómetros de neutrones de baja resolución tienen un $FWHM$ instrumental del orden de 2° , y prácticamente cualquier muestra se comporta como ideal.

Para mejorar la calidad de los perfiles, es decir, para aumentar la luminosidad y reducir el $FWHM$ es necesario diseñar la óptica y alinear el difractómetro.

En medidas convencionales de textura todo el pico de difracción pasa por la rejilla de entrada del detector (porque el área del máximo es proporcional al volumen difractante), lo que implica que la resolución es importante pero no es una exigencia fundamental como en la determinación de otras propiedades microestructurales que se reflejan en la forma del perfil, el tamaño de cristalita por ejemplo. En el presente estudio se aplicó el criterio generalizado de que es suficiente que la parte inferior de los picos ($2FWHM$) sea menor o igual que la apertura del detector para poder realizar la medición de textura.

Adicionalmente, es indispensable optimizar la óptica para reducir el tiempo empleado en el experimento, dado el bajo flujo de neutrones.

Los dos objetivos fundamentales de esta tesis fueron:

- 1. Modelar y obtener experimentalmente una óptica que permitiera mejorar la resolución del difractómetro de neutrones del ININ, combinada con una intensidad aceptable, para poder utilizarlo en estudios de texturas globales de metales y aleaciones.**
- 2. Adquirir los conocimientos necesarios sobre la óptica, la medición de figuras de polos y la determinación e interpretación de las texturas globales.**

Para cumplir con el objetivo anterior se realizaron los siguientes trabajos:

1. Diseño teórico de la óptica.
2. Alineación del difractómetro.
3. Medición del espectro térmico y selección de la longitud de onda (λ) de trabajo.
4. Medición de los *FWHM* calculados en (1) y comparación teoría-experimento.
5. Medición de figuras de polos de una aleación Fe50%Ni deformada y comparación con las equivalentes obtenidas por difracción de rayos X.
6. Determinación de la función de distribución de orientación cristalográfica usando las figuras de polos medidas, e interpretación de las componentes de textura presentes en la muestra.

Los puntos 3 y 4 también ayudaron a verificar el funcionamiento total del difractómetro: rotación de los motores, desplazamiento de la mesa y brazo del monocromador, desplazamiento de la mesa y brazo de la muestra, etc.

Capítulo 1. Fundamentos Teóricos

En este capítulo se presenta la teoría de la óptica del difractor de neutrones y su influencia en el *FWHM* de los perfiles medidos y la luminosidad. Se define también la función de distribución de orientaciones cristalográficas y su relación con las figuras de polos medidas experimentalmente.

1.1 Difracción

En los sólidos cristalinos los átomos forman estructuras geométricas periódicas, lo que permite estudiar las mismas por difracción de electrones, de rayos X o de neutrones.

El fenómeno de difracción se presenta cuando un tren de ondas incide sobre un material cristalino. Las ondas son dispersadas coherente o incoherentemente por los átomos del cristal. Las coherentes interfieren de manera constructiva y destructiva dando origen a patrones de difracción característicos. La geometría del proceso se muestra en la figura 1.1, donde se plantea la difracción como si fuera una reflexión por los planos cristalinos definidos por los átomos.

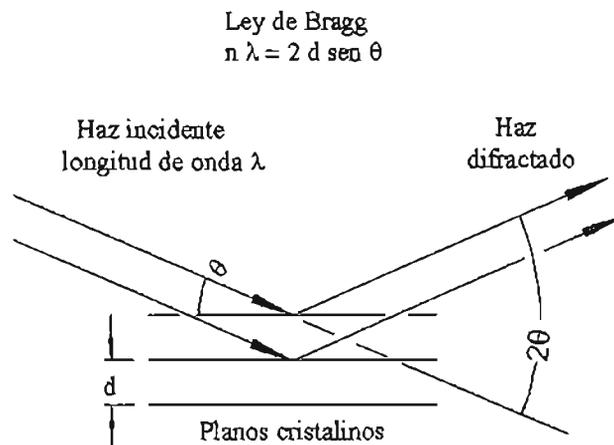


Fig. 1.1. Condiciones de difracción.

El resultado de un experimento de difracción de rayos X o de neutrones, cuando se usa un difractor, es una lista de intensidades y_i vs ángulo de difracción $2\theta_i$. La lista se denomina difractograma, y es el número de fotones o de neutrones colectados por el detector a intervalos angulares y temporales predeterminados. Con estos datos se construye un gráfico que presenta una serie de picos. Cada pico del difractograma se caracteriza por su posición, forma de perfil, *FWHM* y altura. Un observable adicional que proporciona el difractograma es

es el fondo continuo. Con estos datos se obtiene la información buscada, que puede ser, parámetros de red, ángulos de la celda cristalina, tamaño de cristalita, etc.

La posición angular θ de los picos correspondientes a una muestra ideal, está dada por la parte escalar de la ley de Bragg

$$(1.1) \quad n \lambda = 2d \operatorname{sen} \theta,$$

donde

n = orden de la difracción,

λ = longitud de la onda difractada,

d = distancia entre los planos paralelos que intervienen en la difracción, y

θ = ángulo de difracción. Fig. 1.1.

Los perfiles medidos experimentalmente son la convolución de tres componentes:

- a. la distribución de las longitudes de onda en el haz incidente,
- b. las características intrínsecas del difractómetro (óptica del equipo, colimadores, condiciones cristalográficas del monocromador, etc.), y
- c. la contribución de la muestra debida a su estado microestructural (microtensiones, tamaño de cristalita, etc.).

Las dos primeras componentes definen la función instrumental, que puede obtenerse experimentalmente o proponiendo una forma analítica a partir de la convolución de los componentes de la óptica (Klug 1974). Las funciones utilizadas deben permitir construir curvas que reflejen los principales efectos de la óptica sobre el perfil, por ejemplo: el desplazamiento $\Delta\theta$ de la posición real, la asimetría y el ensanchamiento ($FWHM$) del máximo. Si se utiliza una función p -Voigt $= \eta L + (1-\eta)G$ (Young 1993), las curvas son:

- a) corrimiento del máximo, $\Delta\theta$ vs. 2θ ,
- b) parámetro de mezcla, η vs. 2θ , y
- c) curva de resolución, $FWHM$ vs. 2θ .

Las curvas de resolución c) describen el comportamiento, fundamental en la caracterización de cualquier difractómetro, del $FWHM$ en función del ángulo de difracción. La Fig. 1.2 muestra las curvas de resolución pertenecientes a varios difractómetros.

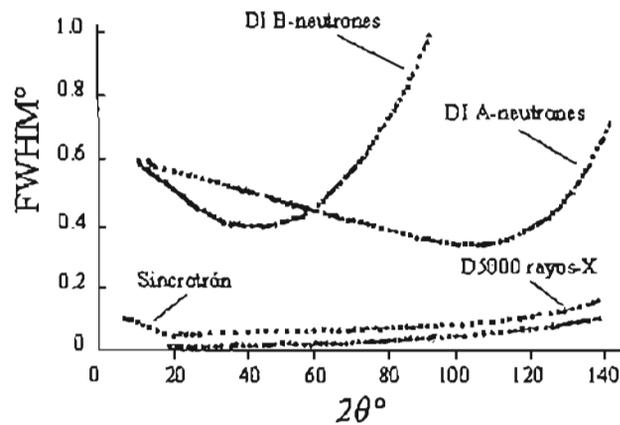


Fig. 1.2. Curvas de resolución (Pannetier 1995).

En el caso de los difractómetros de neutrones de baja resolución, la contribución de la muestra al perfil generalmente puede ignorarse por tener un *FWHM* mucho menor que el instrumental. Fig. 1.3.

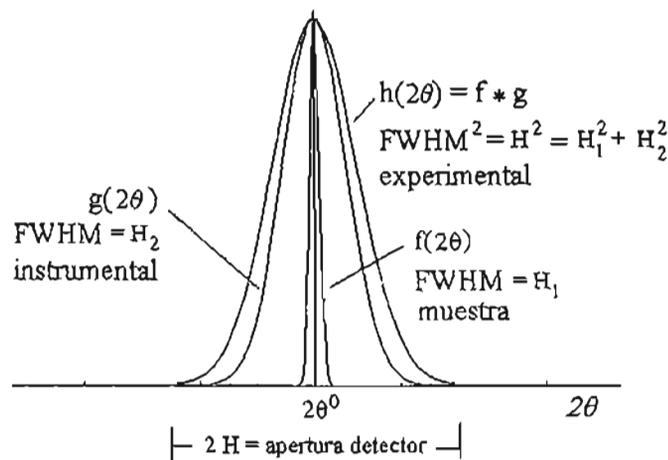


Fig. 1.3. Perfil experimental.

En las medidas de textura la intensidad integral es proporcional al volumen de las cristalitas con una orientación dada, por lo que se determina en una sola medición haciendo que el máximo esté totalmente comprendido en la apertura del detector. Esto exige que la *apertura del detector* $\geq 2FWHM$.

Por lo anterior, en este trabajo sólo se estudiará experimentalmente la curva de resolución.

El perfil experimental (Fig. 1.3) $h(2\theta)$ es la convolución de dos funciones: $f(\theta)$, contribución de la muestra, que incorpora los efectos del tamaño de cristalita, microdeformaciones, etc., y la función instrumental $g(2\theta)$ (Hideo T. 1993),

$$(1.2) \quad h(2\theta) = \int f(2\theta - 2\theta')g(2\theta')d(2\theta').$$

La función h también puede escribirse como

$$(1.3) \quad h(2\theta)_k = \phi_k(2\theta_i - 2\theta_k),$$

donde k es un índice que denota los planos (hkl), y $2\theta_k$ la posición del máximo del perfil.

La intensidad de la señal en un punto i del difractograma es la suma de la intensidad producida por cada fase j existente en la muestra, más la producida por el fondo (Young 1993),

$$(1.4) \quad y_i = \sum_j y_{i,j} = \sum_j S_j \sum_k L_{k,j} F_{k,j}^2 \phi_{k,j}(2\theta_i - 2\theta_{k,j}) P_{k,j} A + y_{b,i}.$$

$y_{i,j}$ es la contribución de la fase j a la intensidad total en el punto i .

$F_{k,j}$ es el factor de estructura de la k -ésima reflexión de Bragg en la fase j . Incluye efectos térmicos.

$2\theta_i$ es el ángulo del punto que se está analizando, y $2\theta_{k,j}$ el ángulo de Bragg del máximo de la reflexión k de la fase j .

$P_{k,j}$ es una función que describe la orientación preferencial.

A = factor de absorción.

$y_{b,i}$ = fondo en el punto i del difractograma.

$L_{k,j}$ = producto del factor de Lorentz por la multiplicidad de la reflexión k de la fase j , $m_{k,j}$.

S_j = factor de escala correspondiente a la fase j .

Para neutrones:

$$(1.5) \quad L_{k,j} = \frac{m_{k,j}}{\text{sen}2\theta_k \text{sen}\theta_k}, \text{ y}$$

$$(1.6) \quad S_j = Q \frac{I_0 \lambda^3}{8\pi} \frac{V_j}{V_{cd,j}} \frac{\rho'}{\rho}.$$

Q es un factor que incorpora las condiciones geométricas de la medición, el tiempo de exposición, etc.

I_0 = intensidad del haz incidente.

λ = longitud de onda de la radiación.

V_j = volumen de la fase j irradiado por el haz incidente.

$V_{cd,j}$ = volumen de la celda unitaria correspondiente a la fase j .

ρ' = densidad de la muestra en polvo (si se analiza un polvo).

ρ = densidad de la muestra sólida.

El factor de estructura es

$$(1.7) \quad F_{k,j} = \sum_l b_{0l} N_l T_l \exp(2\pi i \vec{k} \cdot \vec{x}_l).$$

La suma es sobre los l átomos de la celda unitaria.

N_l = número de ocupación

b_0 = longitud de dispersión nuclear coherente

T_l = factor térmico.

$\vec{x} = (x_l, y_l, z_l)$ coordenadas fraccionarias del l -ésimo átomo.

El índice k es el contador correspondiente al plano de difracción con índices de Miller (hkl).

Para los difractómetros de neutrones de baja resolución, la función $\phi(2\theta)$ más adecuada es la de un perfil de forma gaussiana (Young 1993, Rodríguez-Carvajal 2001),

$$(1.8) \quad \phi(2\theta) = \frac{2}{H} \left[\frac{\ln 2}{\pi} \right]^{1/2} \exp\left(\frac{-4 \ln 2}{H^2} (2\theta - 2\theta_k)^2 \right),$$

aunque en general pueden usarse otras funciones (Young 1993). Esta ecuación permite caracterizar la óptica a través del $FWHM$ (H).

1.2 Fundamentos Teóricos de la Óptica

La figura 1.4 es un esquema de la óptica de un difractómetro de neutrones. S_1 , S_2 , y S_3 son colimadores tipo Soller, caracterizados por su divergencia angular α_1 , α_2 , α_3 respectivamente (Sailor 1956). Ver Fig. A1.4. S_1 , está colocado entre la fuente de neutrones y el monocromador, S_2 entre el monocromador y la muestra, y S_3 entre la muestra y el detector. Cuando el detector está colocado de manera que el haz del reactor y el difractado por la muestra tienen la "misma dirección", se dice que tienen geometría paralela. Si tienen direcciones opuestas la geometría se denomina antiparalela (Bacon 1975).

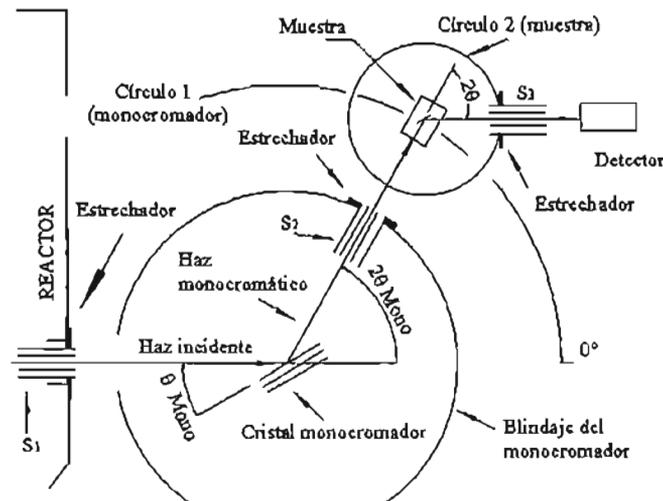


Fig. 1.4. Difractómetro de neutrones. Geometría paralela.

El cristal monocromador se caracteriza por los planos difractantes (hkl), por el ángulo de difracción $2\theta_M$ y por el ancho de mosaico β , que es el $FWHM$ de la distribución de las normales a los planos difractantes de las cristalitas que lo conforman.

La teoría que desarrollaron para la óptica Sailor (1956), Caglioti (1958, 1962) y Hewat (1975), proporciona la siguiente expresión para el $FWHM$ instrumental de un difractómetro de neutrones,

$$(1.9) \quad FWHM^2 = H^2 = U \tan^2 \theta \pm V \tan \theta + W ,$$

donde el signo (+) se aplica a la dirección antiparalela y el (-) a la paralela. Como el $FWHM$ es menor para esta última, en este trabajo se analiza solamente la dirección paralela. En la ecuación anterior,

$$(1.10) \quad U = \frac{4(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \beta^2 + \alpha_2^2 \beta^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2) \tan^2 \theta_M} ,$$

$$(1.11) \quad V = \frac{-4\alpha_2^2(\alpha_1^2 + 2\beta^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)\tan\theta_M}$$

y

$$(1.12) \quad W = \frac{\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + 4\beta^2(\alpha_2^2 + \alpha_3^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)}$$

y

$$(1.13) \quad L = \frac{\alpha_1\alpha_2\alpha_3\beta}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)^{\frac{1}{2}}}$$

para la luminosidad.

En estas ecuaciones θ es el ángulo de difracción de la muestra, θ_M el correspondiente al monocromador, β el ancho de mosaico del mismo y α_i la divergencia angular de los colimadores.

Analizando el caso particular $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = \alpha = \beta$, puede constatarse que H varía con α , en tanto que L lo hace con α^3 . De manera que si se reduce α para tratar minimizar H , la luminosidad puede bajar drásticamente, razón por la que no es posible optimizar simultáneamente ambas propiedades, y es necesario buscar un compromiso donde H tenga un valor lo suficientemente bueno sin reducir considerablemente L .

Caglioti (1958) propone el siguiente criterio para escoger los colimadores y obtener la mejor relación entre $FWHM$ y L :

$$(1.14) \quad \alpha_1 < \alpha_2 < \alpha_3.$$

Con el mismo objeto, Hewat propone

$$(1.15) \quad \alpha_1 = \alpha_3 = \alpha,$$

$$(1.16) \quad \alpha_2 = 2\beta$$

y

$$(1.17) \quad \beta = 2\alpha.$$

En la tabla 1.1 se dan valores representativos de los parámetros característicos de algunos difractómetros de neutrones (Pannetier 1995).

Tabla 1.1 Parámetros de difractómetros de neutrones.

Tipo de Difractómetro	λ (Å)	<i>FWHM</i> (2θ)°	<i>U</i> (grado) ²	<i>V</i> (grado) ²	<i>W</i> (grado) ²
Mediana Resolución	2.5	0.35- 2.0	2.1	-1.6	0.40
Alta Resolución	1.9	0.15 - 0.3	0.15	-0.34	0.33

1.3 Fundamentos Teóricos del Análisis Cuantitativo de Texturas

La textura cristalográfica, o sea, la orientación preferencial de las cristalitas de un material policristalino, es una de las fuentes predominantes de la anisotropía de las propiedades físicas y tecnológicas, y puede ser deseable o perjudicial. Otra anisotropía es, desde luego, la intrínseca del monocristal.

Los cambios de textura en un material, cambios en la orientación cristalográfica de las cristalitas, están asociados con los procesos de elaboración del material como pueden ser la deformación plástica, recristalización o transformaciones de fase. Así, los estudios de textura puedan usarse como una herramienta para la investigación y el control de procesos, y para la predicción y optimización de propiedades físicas de policristales formados por monocristales anisotrópicos (Cruz 1998, Bunge 1982a, 1969, Wenk 1988).

Uno de los objetivos fundamentales del análisis de texturas es conocer la distribución de las orientaciones de las cristalitas dentro de una muestra policristalina. Otros objetivos son interpretar la distribución en base a los procesos de elaboración del material, y establecer la relación entre la distribución y las propiedades macroscópicas observadas (Matthies 1988).

1.3.1 Definición de la Función de Distribución de Orientaciones Cristalográficas (FDOC)

La descripción matemática completa de la microestructura de un material monofásico policristalino requiere de la especificación de la orientación de los ejes cristalográficos, y otras variables para cada cristalita en la muestra. Normalmente esta descripción es demasiado complicada para ser práctica, por lo que es preferible usar funciones de distribuciones estadísticas como son el tamaño medio de grano, la distribución de granos o la forma promedio de ellos y la *función de distribución de orientaciones cristalográficas* (FDOC) o *textura* del material.

Para determinar la orientación de una cristalita se requieren dos sistemas de coordenadas: K_A fijo en la muestra y K_B ligado a la cristalita.

En los materiales laminados el sistema ligado a la muestra es un sistema ortonormal con sus ejes paralelos a la dirección de laminado **DL**, a la dirección transversal **DT** y a la dirección normal **DN** respectivamente. El sistema ligado a la cristalita también es un sistema ortonormal relacionado con los ejes del cristal, pero que no coincide necesariamente con los de la celda unitaria. En la Fig. 1.5 se representa para un cristal cúbico.

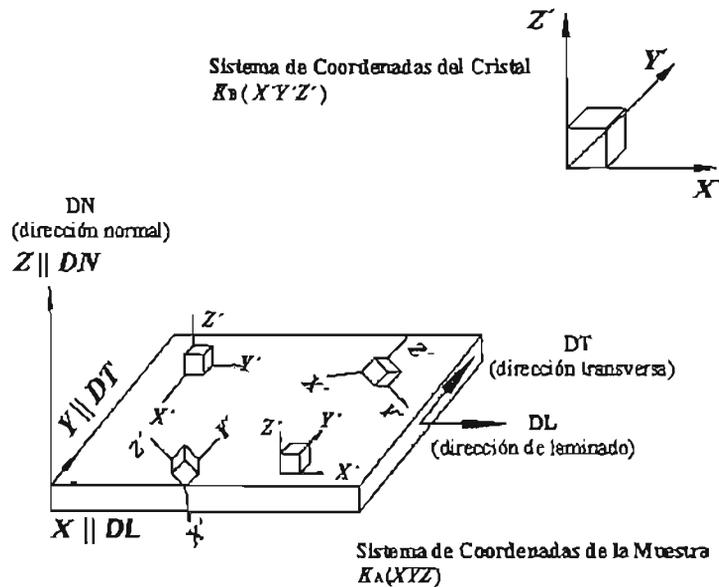


Fig. 1.5. Sistemas de coordenadas.

Análíticamente la orientación relativa de los dos sistemas está determinada por un operador de rotación g , que representa las rotaciones sucesivas que deberán efectuarse para hacer coincidir ambos sistemas de coordenadas,

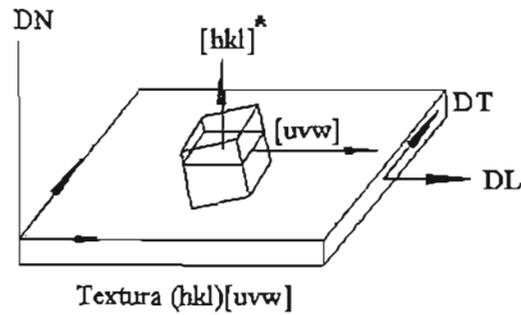
$$(1.18) \quad \mathbf{K}_B = g\mathbf{K}_A.$$

g es una matriz que tiene diferentes representaciones (Bunge 1982a, 1982b), como es la basada en los cosenos directores, la cristalográfica, usada especialmente en metalurgia, y la basada en ángulos de Euler.

Cada representación tiene su propia notación. En la notación cristalográfica se especifican los índices de Miller del plano cristalino paralelo a la superficie de la lámina y de la dirección del cristal paralela a la dirección de laminado,

$$(1.19) \quad g = (hkl)[uvw].$$

Esta notación se usa para la componente ideal de textura (Bunge 1982a), que se definirá adelante. Fig. 1.6.



(hkl) plano paralelo a la superficie de la muestra
 [uvw] dirección paralela a la dirección de laminado DL

Fig. 1.6. Representación cristalográfica de una orientación.

En esta representación

$$(1.20) \quad \mathbf{g} = \begin{matrix} & \text{DL} & \text{DT} & \text{DN} \\ \begin{bmatrix} u & r & h \\ v & s & k \\ w & t & l \end{bmatrix} \end{matrix}$$

El vector [u,v,w] denota una dirección paralela a la de laminado, [r,s,t] una paralela a la dirección transversal y [h,k,l]* una paralela a la dirección normal, como indica el renglón que aparece en la parte superior externa de la matriz. (*) se usa para indicar que el vector pertenece al espacio recíproco.

La representación en ángulos de Euler se denota por

$$(1.21) \quad \mathbf{g} = \mathbf{g}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2).$$

La definición de los ángulos de Euler (selección de Bunge) se ilustra en la Fig. 1.7. Originalmente el sistema \mathbf{K}_B ligado a la cristalita coincide con el sistema \mathbf{K}_A ligado a la muestra. Después se efectúan tres rotaciones de \mathbf{K}_B :

1. φ_1 alrededor del eje Z' : $X' \rightarrow X'_{\varphi_1}, Y' \rightarrow Y'_{\varphi_1}, Z' = Z'$.
2. Φ alrededor de X'_{φ_1} : $X'_{\varphi_1} = X'_{\varphi_1}, Y'_{\varphi_1} \rightarrow Y'_{\Phi}, Z' \rightarrow Z'_{\Phi}$.
3. φ_2 en torno a Z'_{Φ} : $X'_{\varphi_1} \rightarrow X'_{\varphi_2}, Y'_{\Phi} \rightarrow Y'_{\varphi_2}, Z'_{\Phi} = Z'_{\Phi}$.

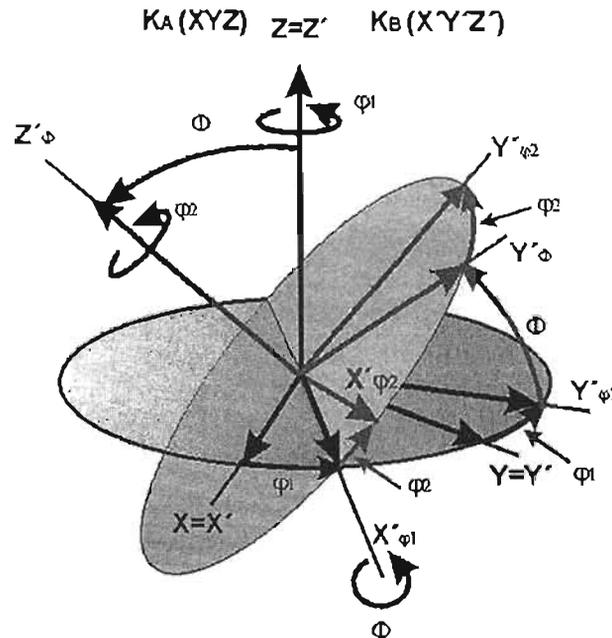


Fig. 1.7. Ángulos de Euler (selección de Bunge).

En esta representación

$$(1.22) \quad g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 \cos \Phi & \operatorname{sen} \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 \cos \Phi & \operatorname{sen} \varphi_2 \operatorname{sen} \Phi \\ -\cos \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 - \operatorname{sen} \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \operatorname{sen} \Phi \\ \operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \Phi & -\cos \varphi_1 \operatorname{sen} \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix}$$

Los ángulos de Euler definen un espacio de orientaciones constituido por tres ejes ortogonales, Fig. 1.8, conocido como *espacio de Euler (EE)*, donde se representa la función de distribución de orientaciones cristalográficas. El *EE* no es la única forma de representarla, pero sí la más extendida (Bunge 1982a, Wenk 1987). En este espacio, la rotación g está representada por el punto $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$.

El material tiene textura si g no se distribuye uniformemente en el espacio de Euler.

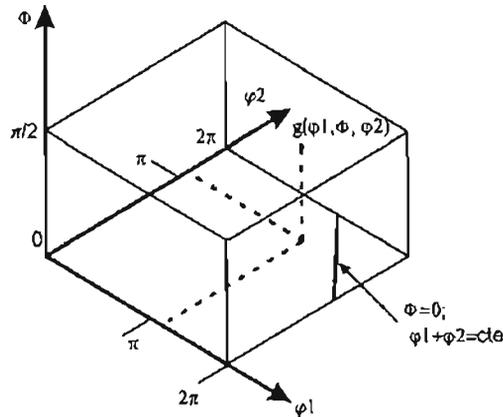


Fig. 1.8. Espacio de Euler.

1.3.2 Determinación de la FDOC

Experimentalmente existen dos grandes conjuntos de métodos para determinar la FDOC (Bunge 1982b, Matthies 1985, 1988, Caleyó 2001, Tarasiuk 1998, Schaeben 2001): los métodos locales, aplicables cuando se investigan, por ejemplo, gradientes de textura o propiedades que dependen de la orientación relativa de las cristalitas, y los métodos globales, usados en el estudio de propiedades representativas de toda la muestra como el módulo de Young. Entre los métodos locales están la difracción de electrones con el microscopio electrónico de transmisión (TEM), y la EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) en el SEM (OIM™ Orientation Imaging Microscopy), en ambos casos se determina la orientación individual de cada cristalita perteneciente a una muestra. En los métodos globales se miden propiedades que dependan del volumen correspondiente a cada orientación sin importar la zona específica de la muestra. En estos casos se miden, *figuras de polos* o *figuras inversas de polos*, por difracción de rayos X o de neutrones, y a partir de ella se determina la FDOC.

Una figura de polos, FP (Klug, 1974), es la distribución espacial de una dirección cristalográfica $[hkl]^*$ respecto al sistema de referencia de la muestra DL, DT, DN. Fig. 1.9a.

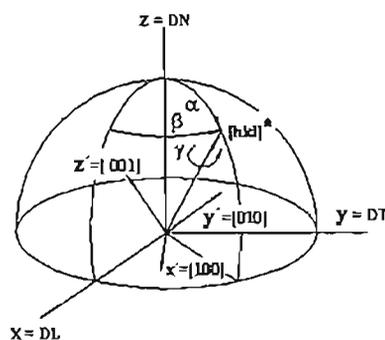


Fig. 1.9a. Figura de polos. Definición de las coordenadas $(\alpha \beta \gamma)$.

Más precisamente, la FP es la proyección estereográfica de la densidad de polos correspondiente a una dirección cristalográfica $[hkl]^*$ paralela a una dirección $\gamma(\alpha, \beta)$ en el sistema de la muestra. Fig. 1.9b. $[hkl]^*$ es la normal del plano de difracción (hkl) .

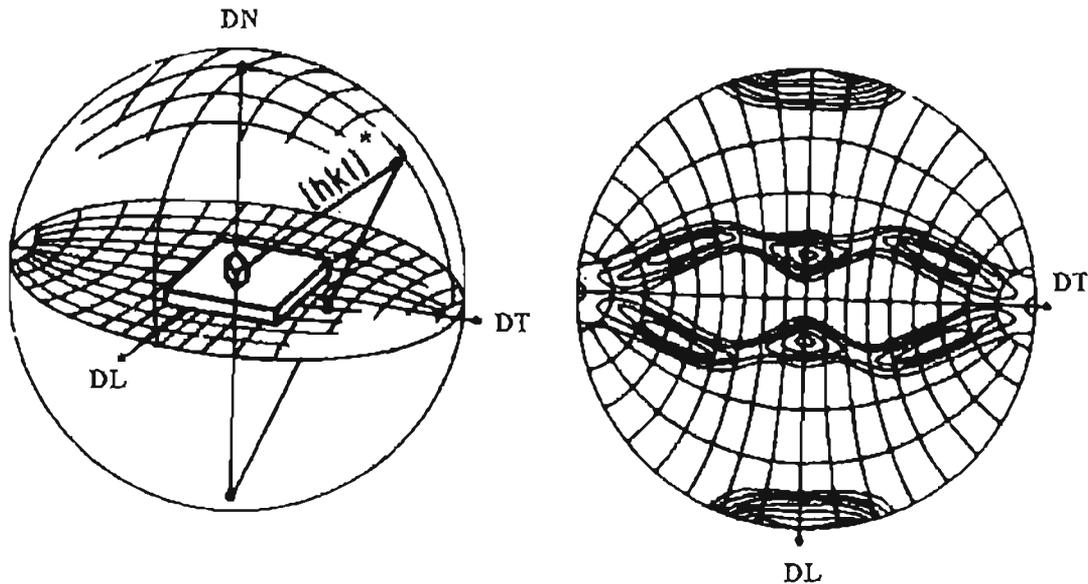


Fig. 1.9b. Figura de polos. Proyección estereográfica (Bunge 1982b).

γ describe una rotación del cristal en torno a $[hkl]^*$, inmedible por métodos globales. Su valor es desconocido para una FP. Todas las cristalitas con igual (α, β) contribuirán a la densidad de polos en el mismo punto, independientemente del valor de γ .

Otra forma de describir la textura es por medio de la figura inversa de polos FIP, que es la proyección estereográfica de diferentes direcciones $[hkl]^*$ de las cristalitas paralelas a una dirección $\hat{\gamma}$ de la muestra, por ejemplo DL, DT o DN. Fig. 1.9c.

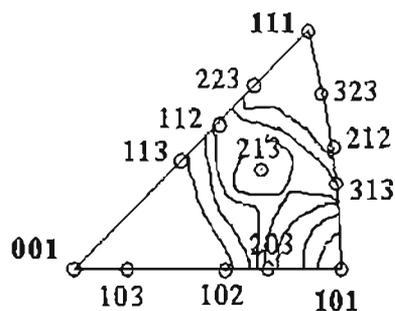


Fig. 1.9c. Figura inversa de polos.

La FDOC, $f(g)$, se obtiene ignorando la forma y posición de la cristalitas individuales.

Si $dV(g)$ es el volumen de las cristalitas que tienen orientación g , y V_{total} el volumen total de la muestra, la FDOC está definida por

$$(1.23) \quad \frac{dV(g)}{V_{total}} = f(g)dg.$$

Definiendo el elemento de orientación dg , en el caso de los ángulos de Euler, como

$$(1.24) \quad dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin\Phi d\Phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (\Phi \in [0, \pi], \varphi_1 \in [0, 2\pi], \varphi_2 \in [0, 2\pi]),$$

la función $f(g)$ se normaliza de forma tal que para una distribución aleatoria de orientaciones:

$$(1.25) \quad \int f(g) dg = 1.$$

Así,

$$(1.26) \quad \int \frac{dV(g)}{V_{total}} = \int f(g)dg = \frac{1}{8\pi^2} \iiint f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \sin\Phi d\Phi d\varphi_1 d\varphi_2 = 1$$

En el caso de una distribución no aleatoria, $f(g)$ es un múltiplo de la densidad aleatoria y se expresa en unidades *mrd* (del inglés "multiples of a random distribution").

La relación entre la densidad de polos $P_h(\bar{y})$ y la FDOC se establece mediante el operador de proyección

$$(1.27) \quad \hat{O}f(g) = P_h(\bar{y}),$$

que es el operador integral

$$(1.28) \quad P_h(\bar{y}) = \frac{1}{2\pi} \int_{\alpha, \beta = cte} f(g) d\gamma.$$

La densidad de polos se obtiene integrando a lo largo de trayectorias adecuadas en el espacio de Euler (integral de línea). La ecuación (1.28) es conocida como la **ecuación fundamental de texturas**.

Por lo expuesto, una figura de polos es la proyección bidimensional de la FDOC sujeta a las condiciones

$$(1.29) \quad 0 \leq \gamma(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \leq 2\pi, \quad \alpha = \alpha(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = cte_1, \quad \beta = \beta(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = cte_2.$$

$f(g)$ tiene infinitas proyecciones bidimensionales y cada línea de proyección genera un punto en la FP, lo que significa que por cada punto $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ del EE pueden pasar varias de líneas de proyección Fig.1.10.

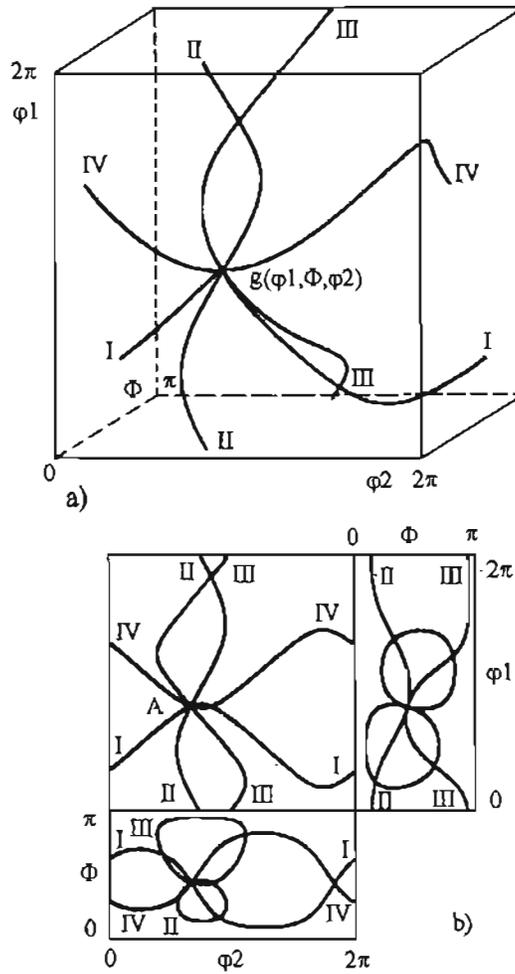


Fig. 1.10. Trayectorias de integración en el EE (Morawiec 1989).

La geometría de la FP dependerá de que proyección se realice. Ver Fig. 1.11.

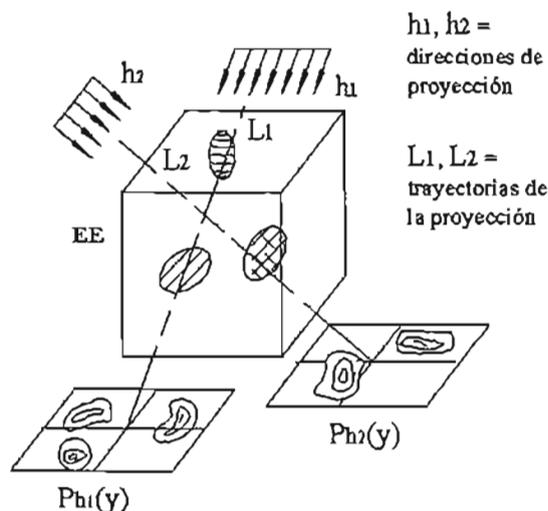


Fig. 1.11. Proyección de la FDOC (Matthies 1985).

En la literatura, resolver la ecuación integral (1.28) se denomina "invertir la figura de polos". La FDOC $f(g)$ se construye invirtiendo (1.28) a partir de la medición de varias figuras de polos.

Los métodos de inversión pueden ser continuos o discretos. Entre los continuos destacan el método de expansión en serie de armónicos esféricos (Bunge 1982a), que permite analizar múltiples propiedades de la FDOC, y el de componentes, que aplica la ecuación (1.35). Entre los métodos discretos sobresalen el vectorial y el WIMV (Williams, Imhof, Matthies y Vinel), que es el aplicado en este trabajo (Matthies 1982).

1.3.3 Texturas fantasmas

La determinación de texturas por métodos globales, como es la difracción de neutrones, introduce máximos ficticios en la FDOC, llamados texturas fantasmas (Lücke 1981, Matthies 1982, Cruz, 1988). Estos máximos son consecuencia de la centrosimetría de la difracción (ley de Friedel), que introduce un centro de inversión en las FP's medidas aun cuando el cristal no sea centrosimétrico. La centrosimetría de las FP hace indistinguibles las direcciones cristalinas h y $-h$.

En el formalismo de armónicos esféricos la FDOC puede expresarse como

$$(1.30) \quad f(g) = \tilde{f}(g) + \bar{\tilde{f}}(g).$$

El término $\tilde{f}(g)$ solamente contiene armónicos esféricos pares y $\bar{\tilde{f}}(g)$ sólo armónicos esféricos impares. $\tilde{f}(g)$, denominada FDOC reducida, es la parte con la que se reconstruye la FP medida (que, como se dijo antes, siempre es centrosimétrica y, por lo mismo, expresable

expresable en armónicos esféricos pares). $\tilde{f}(g)$ es la única parte de la FDOC que puede reproducirse a partir de las FP's medidas. $\tilde{f}(g)$ no puede evaluarse a partir de experimentos normales de difracción, y al omitirse en la reconstrucción de la FDOC propicia el surgimiento de máximos fantasmas (texturas fantasmas), y a regiones con valores negativos carentes de significado físico. Los errores introducidos pueden variar entre 20% y 30% (Matthies 1982).

Como producto de los fantasmas, $\tilde{f}(g)$ tendrá valores negativos en determinadas zonas, pero al ser una función de distribución $f(g) \geq 0$, siendo esta condición la usada para calcular $\tilde{f}(g)$.

La condición de positividad de la FDOC, $f(g) \geq 0$ es la única condición que no depende de método alguno para la recuperación de la información perdida. El uso explícito de esta condición da resultados satisfactorios cuando se tienen máximos aislados y pronunciados, es decir, en donde están rodeados por regiones extensas con densidad $P_h(\bar{y}) \ll 1$. Sin embargo, comúnmente ocurre lo contrario, solamente en regiones pequeñas $P_h(\bar{y}) \ll 1$, lo que genera la posible existencia de muchas soluciones correctas $f(g) \geq 0$ para las mismas figuras de polos. Para obtener una solución inambigua tienen que introducirse condiciones adicionales sobre la FDOC.

En el método WIMV (Matthies 1982, 1985), implementado como algoritmo el programa Beartex (Wenk 1998), los autores introducen el concepto de corrección condicional de textura fantasma, que propone que la FDOC que tenga la mínima cantidad de máximos compatible con la figura de polos y el fondo más alto es la correcta.

Una vez obtenida la FDOC, a partir de ella se reconstruyen las figuras de polos (FP's recalculadas). El algoritmo WIMV de BEARTEX ejecuta automáticamente la corrección condicional, escogiendo entre todas las posibles soluciones la FDOC que presenta la menor discrepancia entre las FP's experimentales y recalculadas. La discrepancia está medida por el promedio de las desviaciones relativas (Matthies 1988),

$$(1.31) \quad RPO = \frac{1}{N} \sum_i \frac{|P_i^{calc} - P_i^{exp}|}{P_i^{exp}} \cdot 100\% ,$$

si $P_i^{exp} > 0$ (compara casi toda la figura de polos), y

$$(1.32) \quad RPI = \frac{1}{N} \sum_i \frac{|P_i^{calc} - P_i^{exp}|}{P_i^{exp}} \cdot 100\% ,$$

si $P_i^{exp} > 1$ (compara la zona texturada).

Para representar gráficamente a $f(g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2))$ se requieren cuatro dimensiones, pero existen dos convenciones para simplificar el problema:

- a. En el EE usar isosuperficies para valores de $f(g) = cte.$ y lograr una representación volumétrica, y
- b. Representar $f(g)$ en el EE por isolíneas obtenidas al hacer cortes con φ_1 ó $\varphi_2 = cte$ (Fig.1.12).

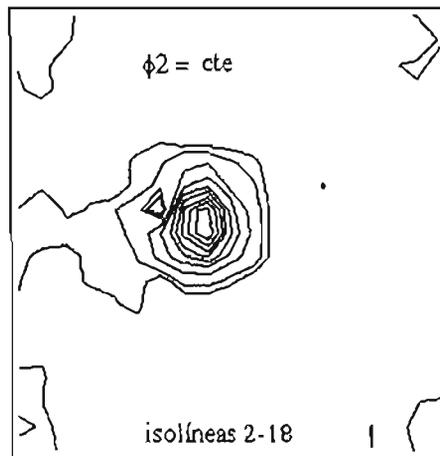


Fig. 1.12. Isolíneas en el EE . φ_2 cte.

1.3.4 Índice de textura

Una medida de que tan intensa es la textura de un material es el *índice de textura* (Bunge 1982a, Cruz 1991), definido por

$$(1.33) \quad I_T = \int_{EE} [f(g)]^2 dg,$$

$I_T = 1$ para una distribución aleatoria e
 $I_T \rightarrow \infty$ para el monocristal.

La integral se extiende a todo el espacio de Euler..

Cuando se reproduce la FDOC por un método discreto el índice de textura se expresa como

$$(1.34) \quad F_2 = \frac{1}{8\pi} \sum_i [f(g_i)]^2 \Delta g_i.$$

1.3.5 Componente de textura y componente ideal

En el espacio de Euler la *i*-componente de textura $f_i(g, g_i, H_i)$ está definida por su posición, intensidad y *FWHM*. Analíticamente la distribución de las orientaciones en torno al centroide g_i puede representarse mediante una curva de Gauss o una de Lorentz. La textura de una muestra es la suma de las componentes existentes,

$$(1.35) \quad f(g) = \sum_i w_i f_i(g, g_i, H_i) + F ,$$

w_i es la fracción del volumen total que tiene la componente f_i en el *EE*, g_i la posición central de la componente, y H_i la semianchura. F es el fondo, o sea la parte aleatoria en el *EE*. La condición de normalización exige que

$$(1.36) \quad \sum_i w_i + F = 1 .$$

La *componente ideal de textura* (1.19) está definida solamente por la posición de un punto $g_i(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ en el espacio de Euler, sin *FWHM* ni intensidad. Para los cristales cúbicos la relación entre sus índices de Miller y los ángulos de Euler está dada por (Bunge 1982a):

$$(1.37) \quad \begin{aligned} \varphi_1 &= \arcsin \left[\frac{w}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \cdot \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{h^2 + k^2}} \right] \\ \Phi &= \arccos \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \\ \varphi_2 &= \arccos \frac{k}{\sqrt{h^2 + k^2}} = \arcsin \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2}} . \end{aligned}$$

1.3.6 Textura y aleaciones metálicas

Como se dijo al principio de la sección 1.3, los cambios de textura en un material, están asociados con los procesos a los que es sometido. La evolución de cada proceso, por ejemplo el porcentaje de deformación en los metales laminados, la energía de defecto de apilamiento, etc., se manifiesta principalmente en los cambios en la proporción de las componentes de textura involucrados. Por su importancia, la tabla 1.3.1 presenta las principales componentes de textura de deformación en metales fcc laminados en frío, y la tabla 1.3.2 las componentes de recristalización (Humphreys 1995).

Tabla 1.3.1. Componentes de textura en metales fcc laminados.

Componente, símbolo	{hkl}	<uvw>	φ_1	Φ	φ_2
Cobre, C	112	111	90	35	45
Aluminio, S	123	634	59	37	63
Goss, G	011	100	0	45	90
Latón, B	011	211	35	45	90
Dillamore, D	4,4,11	11,11,8	90	27	45
Cubo	001	100	0	0	0

Tabla 1.3.2. Componentes de textura de recristalización en metales fcc.

Componente	Índices de Miller	Ángulos de Euler		
		φ_1	Φ	φ_2
Cubo	{001}<100>	0	0	0
	{236}<385>	79	31	33
Goss (G)	{011}<100>	0	45	0
Aluminio (S)	{123}<634>	59	37	63
P	{011}<122>	70	45	0
Q	{013}<2 $\bar{3}$ 1>	58	18	0
R	{124}<211>	57	29	63

Capítulo 2. Modelado de la óptica

Generalidades

En este capítulo se modela la óptica para tener una guía en la selección del conjunto de colimadores que garanticen la mejor resolución y luminosidad compatibles con el monocromador de grafito pirolítico existente. Se estudia la dependencia del *FWHM* respecto a la longitud de onda λ y, para proponer ulteriores mejoras, también se modela la óptica para monocromadores de grafito pirolítico con diferentes anchos de mosaico y para monocromadores de otros materiales.

El ángulo máximo que sustenta la apertura del detector del difractómetro del ININ es de 144 minutos. Tomando como criterio que el ancho en la base del perfil a medir debe ser $2FWHM$ para realizar una medición confiable de textura, el *FWHM* del perfil debe ser menor o igual a 72 minutos (Fig. 1.3.).

Para modelar los patrones de difracción se consideró una muestra de Ni, por la semejanza entre su celda y la de la fase γ de la aleación Fe50%Ni. Ambas son FCC y pertenecen al grupo espacial $Fm\bar{3}m$ (225). El parámetro de red utilizado fue el del Ni: $a = 3.52 \text{ \AA}$, ligeramente diferente al de la aleación.

La tabla 2.1 muestra las distancias interplanares (PC-PDF, 04-850) de la celda de Ni, y los ángulos de difracción 2θ para neutrones de longitud de onda $\lambda=1.4 \text{ \AA}$, correspondiente a la intensidad máxima del espectro térmico del reactor. Ver curva No. 2 en Cap. 3, Fig. 3.1.2.

Tabla 2.1. Ángulos de Difracción Ni.

Plano	d Å	θ grados	2θ grados
1 1 1	2.034	20.07	40.14
2 0 0	1.762	23.34	46.67
2 2 0	1.246	34.07	68.14
3 1 1	1.062	41.07	82.14
2 2 2	1.017	43.33	86.66
4 0 0	0.881	52.40	104.80
3 3 1	0.808	59.70	119.41
4 2 0	0.788	62.35	124.70

Las figuras de polos que se medirán en la aleación son las correspondientes a los planos (111), (200) y (220). De la tabla se observa que los planos (220) presentan el mayor ángulo de difracción, y que los perfiles de los mismos tendrán el *FWHM* más grande, puesto que de acuerdo a la tendencia observada en otras curvas de resolución, Fig. 1.2, a mayor ángulo mayor *FWHM*. El valor que adquiera este *FWHM* durante el modelado y las mediciones será la referencia para comparar con la apertura del detector durante la optimización de la óptica.

La tabla 2.2 muestra la apertura angular α_i de los colimadores tipo Soller, o solleres, que se usarán en las ecuaciones 1.9 a 1.13.

Tabla 2.2. Aperturas de los solleres.

Soller No.	Apertura α (min)
1-1	10
1-2	10
1-3	10
2-1	20
2-2	20
2-3	20
3-1	60
3-2	30
3-3	30

En las mismas ecuaciones se aplicarán los siguientes datos:

$\beta = 60$ min, ancho de mosaico del monocromador de grafito pirolítico.

$\theta_M = 12^\circ$, ángulo de Bragg de los planos (002) ($d = 3.36 \text{ \AA}$) del monocromador de grafito pirolítico ($\lambda = 1.4 \text{ \AA}$).

$\theta = 34^\circ$, ángulo de Bragg de los planos (220) de la muestra de Fe50%Ni.

2.1 Modelado de las curvas de resolución ($FWHM$ vs. θ) y luminosidad L

Las combinaciones de solleres que se usaron en los cálculos se obtuvieron haciendo todas las combinaciones posibles de tres elementos de la tabla 2.2, y se muestran en la tabla 2.1.1 junto con el criterio que cumplen. Se ignoraron las que no satisfacían el criterio de Caglioti (Ec. 1.14) o el de Hewat (Ecs. 1.15 y 1.16), salvo las No. 17 y 18. El criterio de Hewat se satisface de manera aproximada porque no existen colimadores con $\alpha = 2\beta = 120$ min.

Tabla 2.1.1.

# Comb.	($\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$)	Criterio
1	10 20 30	Caglioti
2	10 20 60	"
3	20 30 60	"
4	10 20 82*	"
5	20 30 82	"
6	10 20 10	Hewat
7	10 30 10	"
8	10 60 10	"
9	10 69* 10	"

* sin colimador

Tabla 2.1.1. (Cont.).

# Comb.	$(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)$	Criterio
10	20 30 20	Hewat
11	20 60 20	"
12	20 69 20	"
13	30 60 30	"
14	30 69 30	"
15	20 69 30	"
16	20 30 30	~ Caglioti
17	20 30 10	
18	20 69 10	

Para seleccionar los colimadores, se calculó el $FWHM$ (Ec. 1.9) en función de 2θ para todas las combinaciones de la tabla anterior. En los cálculos se mantuvieron constantes el ancho de mosaico $\beta = 60 \text{ min}$, y el ángulo de Bragg del monocromador, $\theta_M = 12^\circ$. Se varió el ángulo de Bragg θ de la muestra.

Las curvas de resolución modeladas se muestran en la figura 2.1.1a y 2.1.1b. El rectángulo formado por la horizontal correspondiente a $FWHM$ de 72 min y la vertical $2\theta = 70^\circ$ limita las curvas aceptables.

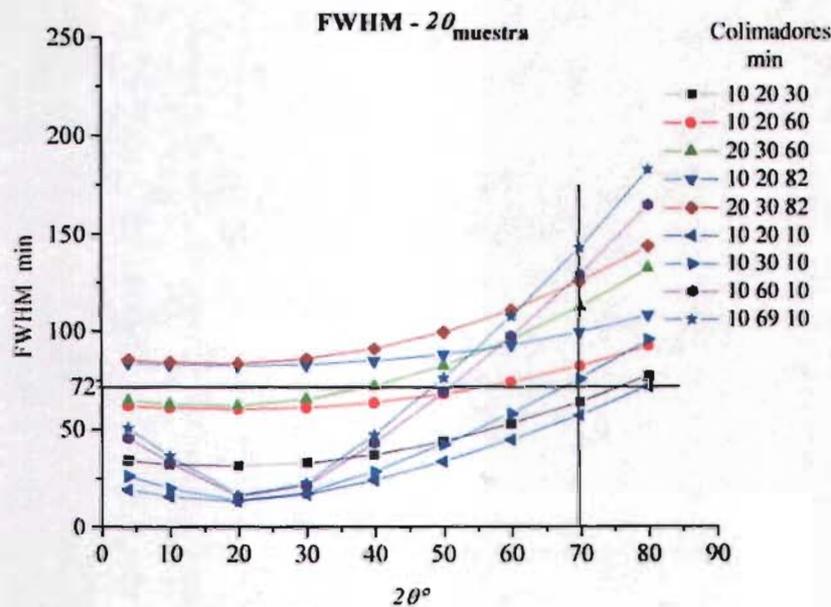


Fig. 2.1.1a. Curvas de resolución $FWHM$ vs. $2\theta_{muestra}$.

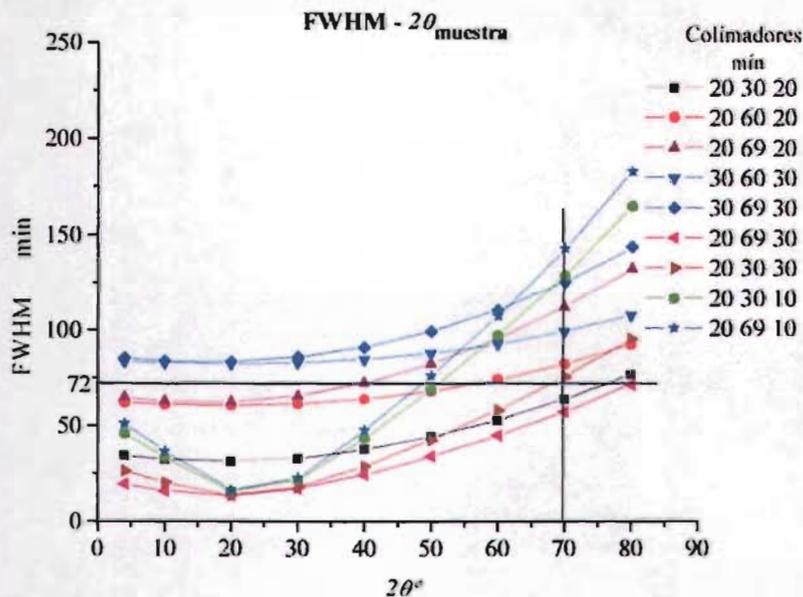


Fig. 2.1.1b. Curvas de resolución $FWHM$ vs. $2\theta_{muestra}$.

Las curvas que están dentro de los límites señalados en las gráficas anteriores se muestran en la Fig. 2.1.2. A la derecha de las combinaciones está indicada la luminosidad correspondiente.

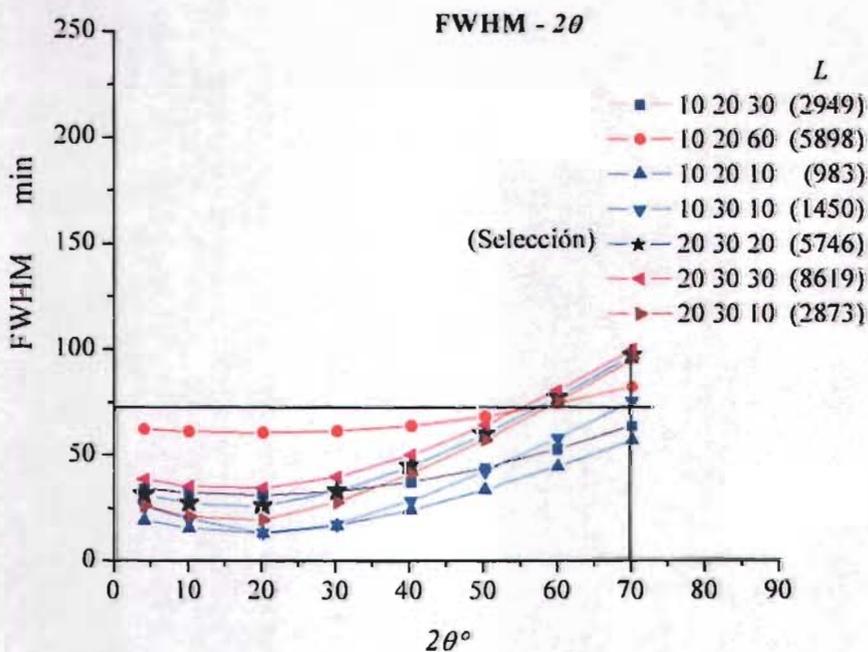


Fig. 2.1.2. Curvas de resolución. $FWHM$ vs. $2\theta_{muestra}$.

Para simplificar la presentación de los valores del *FWHM*, en la tabla 2.1.2 se muestra su valor para $2\theta = 68^\circ$, posición del máximo de difracción por los planos 220 de la muestra. En la tabla también aparecen los valores de la luminosidad. (•) se refiere a las curvas de la Fig. 2.1.2.

Tabla 2.1.2. *FWHM* y *L* ($\theta_{muestra} = 34^\circ$).

Combinación No.	$(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)$ min	Criterio	<i>FWHM</i> min	<i>L</i> min ³
1	• 10 20 30	Caglioti	61	2949
2	• 10 20 60	"	80	5898
3	20 30 60	"	109	17239
4	10 20 82*	"	98	8061
5	20 30 82	"	122	23560
6	• 10 20 10	Hewat	55	983
7	• 10 30 10	"	72	1450
8	10 60 10	"	122	2676
9	10 69* 10	"	136	2983
10	• 20 30 20	"	93	5746
11	20 60 20	"	138	10616
12	20 69 20	"	151	11840
13	30 60 30	"	160	23568
14	30 69 30	"	172	26307
15	20 69 30	~ Hewat	152	17761
16	• 20 30 30	~ Caglioti	96	8619
17	• 20 30 10		91	2873
18	20 69 10		150	5920

Analizando las curvas de la Fig. 2.1.2 y los valores de la tabla 2.1.3, en la que se presentan nuevamente los valores de las combinaciones marcadas con (•), se observa que las combinaciones (20 30 20) y (20 30 30) presentan las mejores características de resolución y luminosidad, aun cuando el *FWHM* sea ligeramente mayor de 72 min entre 60° y 70°. En la tabla también se indica porque se ignora la combinación correspondiente.

Tabla 2.1.3.

$(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)$ min	<i>FWHM</i> min	<i>L</i> min ³	Eliminado por
10 20 30	61	2949	Baja luminosidad
10 20 60	80	5898	<i>FWHM</i> alto
10 20 10	55	983	Baja luminosidad
10 30 10	72	1450	Baja luminosidad
20 30 20	93	5746	
20 30 30	96	8619	
20 30 10	91	2873	Baja luminosidad

Para efectuar los siguientes modelados y realizar las medidas del *FWHM* en el difractor, se decidió usar la combinación de colimadores (20 30 20) por tener mejor resolución global.

2.2 Dependencia del *FWHM* y la luminosidad *L* respecto al monocromador

A continuación se estudian las posibles mejoras a la óptica como resultado del cambio en los parámetros relacionados con el monocromador. Se modelan las curvas de resolución y luminosidad considerando dos monocromadores: uno de grafito pirolítico y otro de cobre, como se dijo al principio del capítulo.

2.2.1 Monocromador de grafito pirolítico

Se procede a modelar el *FWHM* y *L* para monocromadores de grafito pirolítico con diferente ancho de mosaico. Se usa el conjunto de colimadores con apertura angular (20 30 20) min y se aplican a las ecuaciones 1.9 a 1.13. En los cálculos se considera que el monocromador está orientado a $\theta_M = 12^\circ$ ($\lambda = 1.4 \text{ \AA}$), y se varía el ángulo de difracción de la muestra. Para facilitar la comparación, la figura 2.2.1 exhibe la superposición de las curvas obtenidas.

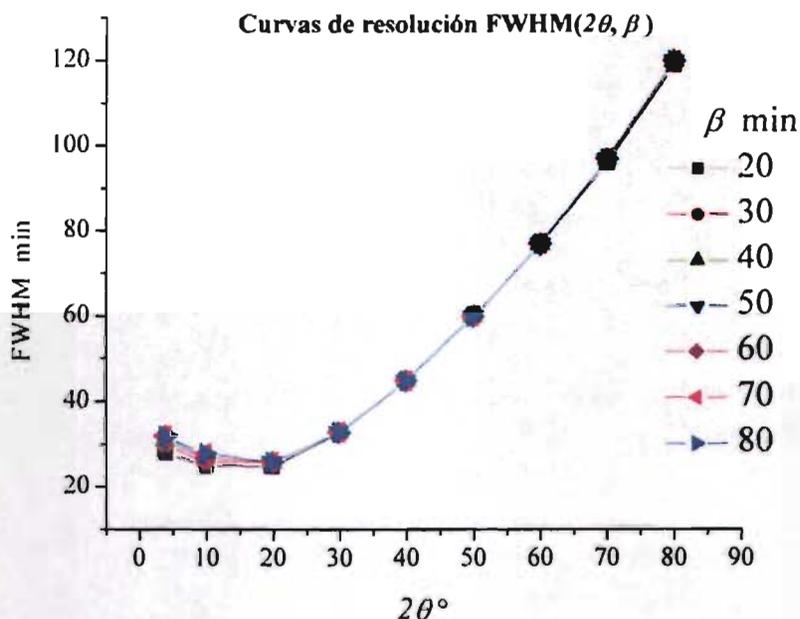


Fig. 2.2.1. Curvas de resolución para diferentes anchos de mosaico. Monocromador de grafito pirolítico.

Obsérvese que las curvas son prácticamente iguales, de donde se induce que el ancho de mosaico β no tiene una influencia determinante en el ensanchamiento del pico de difracción y que debe buscarse otra forma de mejorar la resolución.

Para modelar la luminosidad también se usó el conjunto de colimadores 20 30 20 min, y se varió β . Los resultados se muestran en la tabla 2.2.1 y en la Fig. 2.2.2. La luminosidad aumenta con el valor de β , pero la diferencia entre el valor mínimo y el máximo es 34%, que no es un cambio apreciable.

Tabla 2.2.1. Luminosidad.

Ancho de mosaico min	Luminosidad L min ³
20	4457
30	5143
40	5470
50	5644
60	5746
70	5810
80	5853

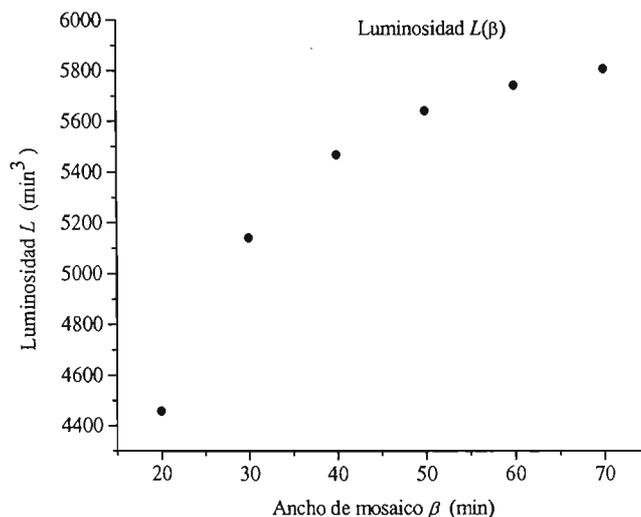


Fig. 2.2.2. Luminosidad (β).

De los modelados anteriores se concluye que si se cambiara el monocromador actual por otro de grafito pirolítico, pero con diferente ancho de mosaico, no se obtendrían grandes cambios ni en la resolución ni en la luminosidad. Como se dijo antes, debe optarse por otro material.

2.2.2 Monocromador de cobre

En las ecuaciones 1.10 y 1.11 se observa que el ángulo de difracción del monocromador aparece en el denominador a través de la función $\tan\theta_M$, lo que sugiere que si se aumenta este valor, el $FWHM$ adquirirá valores menores. Por la ley de Bragg $\theta_M \sim 1/d^2$, de modo que si se tienen distancias interplanares menores a las del grafito pirolítico $\tan\theta_M$ será mayor.

La distancia entre planos del Cu se da en la tabla 2.2.2 (PDF 4-836). A continuación se estudia su influencia en la óptica del difractómetro.

Tabla 2.2.2.
Distancia interplanar en Cu.

(h k l)	d (Å)
(111)	2.088
(200)	1.808
(220)	1.278

Nuevamente se usaron las Ecs. 1.9 a 1.12 y el conjunto de colimadores 20 30 20 min. Se consideraron los mismos anchos de mosaico que en el caso del monocromador de grafito. La longitud de onda fue 1.4 Å. Las figuras 2.2.3 a 2.2.5 muestran las curvas obtenidas para cada conjunto de planos.

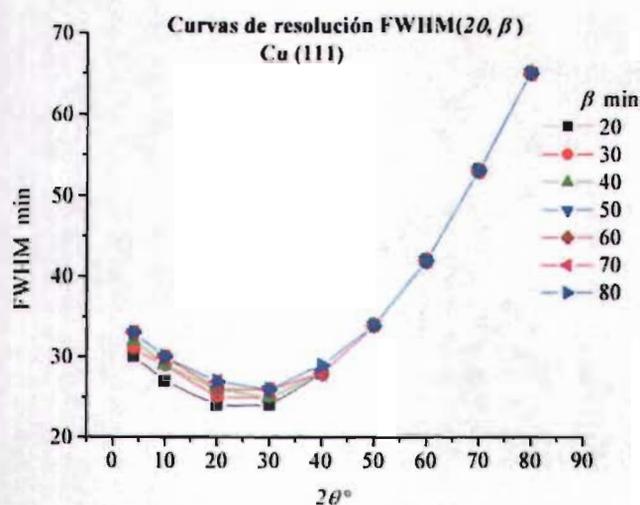


Fig. 2.2.3. Curvas de resolución (111) del Cu.

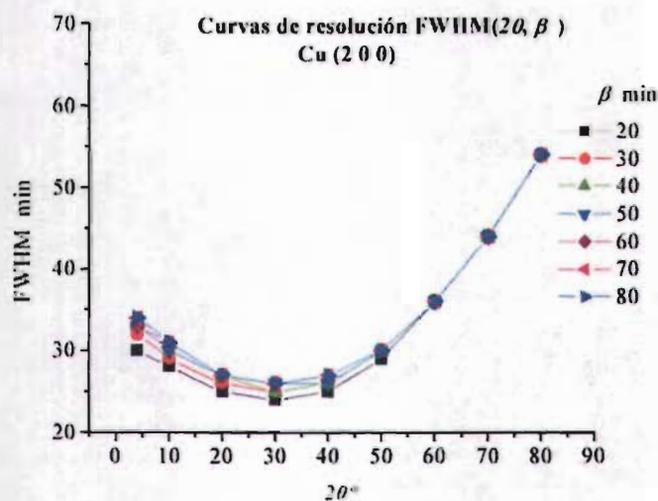


Fig. 2.2.4. Curva de resolución (200) del Cu.

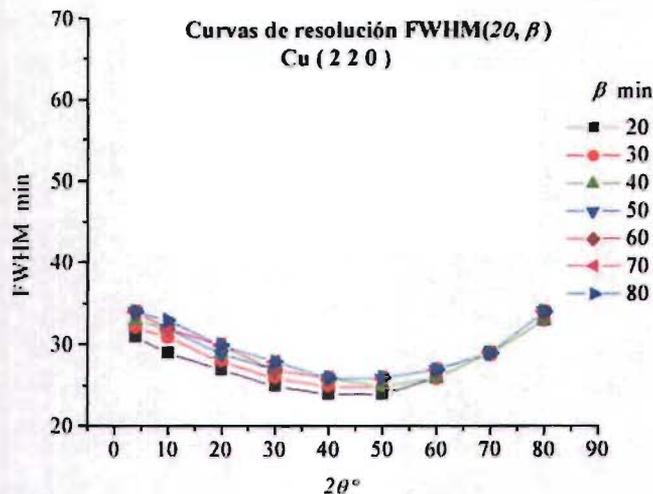


Fig. 2.2.5. Curva de resolución (220) del Cu.

El comportamiento exhibido por las curvas de la Fig. 2.2.5 es similar al mostrado por Santoro (2001) para monocromadores de Cu, aunque se refiere a un difractómetro de alta resolución.

Comparando las curvas de resolución obtenidas para monocromadores de grafito, Figs. 2.1.2 y 2.2.1, con las correspondientes a monocromadores de cobre, Figs. 2.2.3, 2.2.4 y 2.2.5, se observa que las últimas presentan un *FWHM* menor. Para resaltar este hecho, en la Fig. 2.2.6 se muestran las curvas para $\beta = 60$ min, usando el conjunto de colimadores 20 30 20 min y los planos (220) del Cu y (002) del grafito.

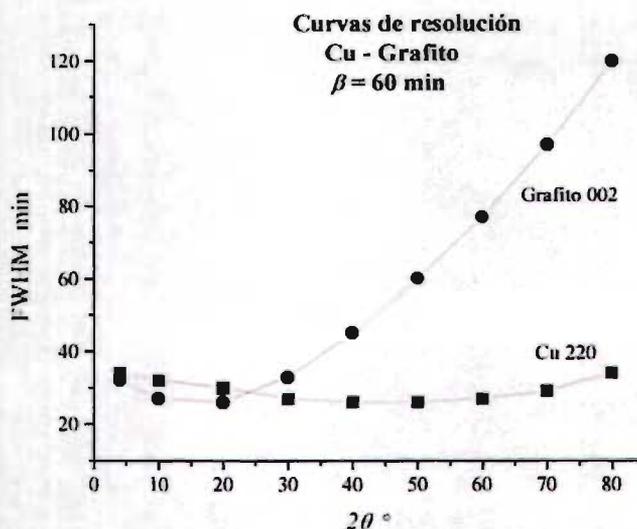


Fig. 2.2.6. Curvas de resolución para cobre y grafito.

La Fig. 2.2.7 muestra los difractogramas de una muestra de Fe50%Ni, modelados con $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$, para el monocromador de grafito pirolítico (002) y para uno de cobre (220). Entre paréntesis se indica el *FWHM* de cada pico y el monocromador correspondiente. Es evidente que con el monocromador de Cu se obtendría mejor resolución.

El modelado de la luminosidad genera los mismos resultados que los presentados en la tabla 2.2.1.

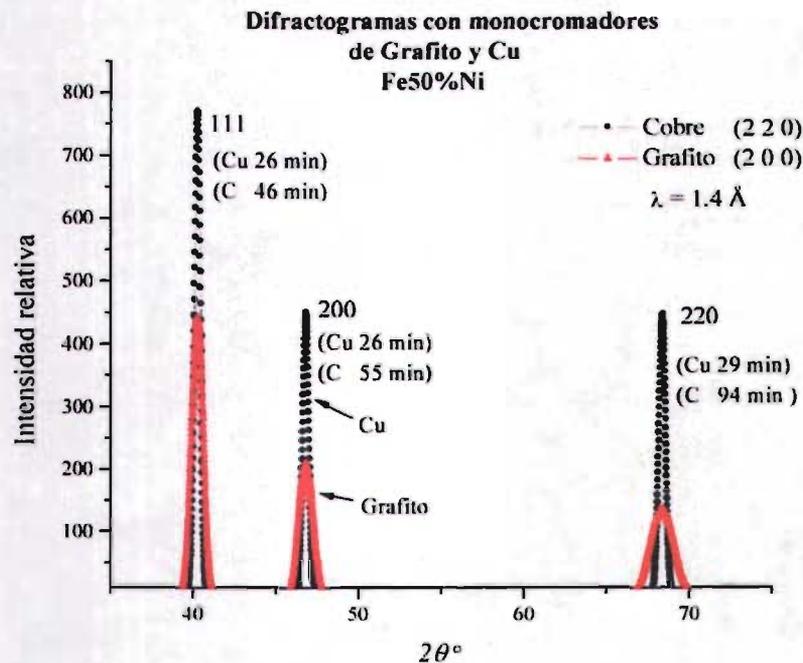


Fig. 2.2.7. Difractogramas modelados.

2.3 Modelado del *FWHM* en función de λ

Desde el punto de vista de la rapidez y la estadística del experimento es ideal trabajar con una longitud de onda cercana al máximo de intensidad del espectro térmico del reactor, lo cual puede introducir máximos espurios en el difractograma debido a la contribución de la difracción de segundo orden del monocromador, por lo que puede resultar necesario escoger una λ diferente (Cap. 3). Lo anterior obliga a conocer la manera en que los cambios en la longitud de onda afectan la resolución (Loopstra 1966). Con este objetivo se modelaron las curvas $FWHM(\lambda)$ para un monocromador de grafito pirolítico con planos reflectores (200), y para un monocromador de cobre con planos (220), ambos con $\beta = 60 \text{ min}$. En el modelado el ángulo de la muestra fue $\theta = 34^\circ$ (Ni), y (20 30 20) min el conjunto de colimadores. Las curvas se presentan en la Fig. 2.3.1. Las líneas verticales se dibujaron a partir de $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$ y $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$. Estas gráficas ayudarán a seleccionar la longitud de onda de trabajo.

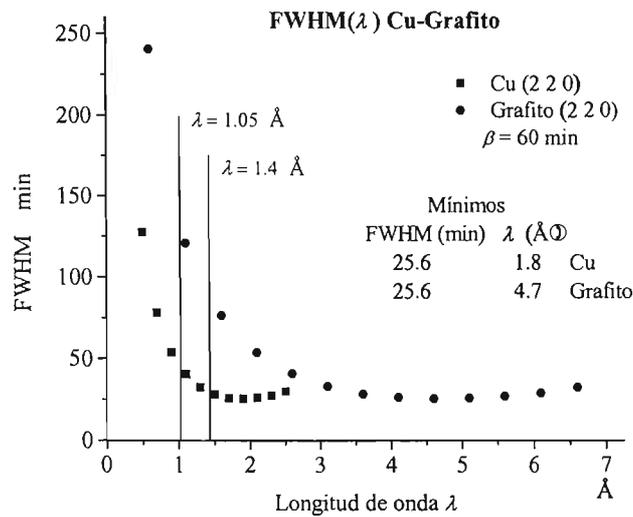


Fig. 2.3.1. Dependencia de *FWHM* respecto a λ .

Desde el punto de vista de la resolución se observa que la curva del monocromador de grafito presenta un mínimo de 25.6 min en $\lambda = 4.7$ Å, en tanto que para monocromador de Cu está en $\lambda = 1.8$ Å. Lo anterior tiene consecuencias importantes:

a. Monocromador de grafito pirolítico.

A partir de la Fig. 3.1.2 del Cap. 3 (espectro térmico), se ve que si se usa $\lambda = 4.7$ Å para tener el mínimo *FWHM*, la intensidad se reduciría considerablemente. Por otro lado, al trabajar con $\lambda = 1.4$ Å para tener la máxima intensidad, $2FWHM \approx 180$ min $>$ 144 min, como se ve en la Fig. 2.3.1. Aspecto que se estudia en la sección 3.3.

b. Monocromador de cobre.

Un monocromador de cobre permitiría trabajar con $\lambda = 1.4$ Å, o sea con el máximo de intensidad, porque a esta longitud de onda $2FWHM \approx 80$ min $<$ 144 min. Sin embargo no queda resuelto el problema de la difracción de segundo orden.

2.3.1 Resultados del modelado de la óptica

a. Para medir texturas globales es posible usar el monocromador de grafito pirolítico actual con el conjunto de colimadores (20 30 20) min, aunque para ángulos de difracción de la muestra $2\theta > 60^\circ$ no se cumple la condición $2FWHM < 144$ min (Fig. 2.1.2).

b. Si se usa un monocromador de Cu es posible trabajar en la zona de máxima intensidad del espectro térmico, y en la zona donde *FWHM* es mínimo, teniendo por consecuencia alta luminosidad, con la mejor resolución posible.

c. Para cualquier tipo de monocromador la luminosidad tiene el comportamiento mostrado en la Fig. 2.2.2, por lo que es recomendable tener el mayor ancho de mosaico posible. La luminosidad es mínima para los cristales que tienden a ser perfectos.

d. De acuerdo a los modelados, el difractómetro del ININ se clasifica como de mediana resolución, como puede verse en la tabla 2.3.1. *FWHM*, *U*, *V* y *W* son los obtenidos en los cálculos de las curvas de resolución, Fig. 2.2.6. Se comparan con los valores dados por Pannetier (1995).

Tabla 2.3.1.

Tipo de Difractómetro	λ (Å)	<i>FWHM</i> (2θ)°	<i>U</i> (grado) ²	<i>V</i> (grado) ²	<i>W</i> (grado) ²
Mediana Resolución	2.5	0.35 - 2.0	2.1	-1.6	0.40
<i>ININ Grafito(002)¹</i>	1.4	0.45 - 1.6	7.9	-2.28	0.35
<i>ININ Cu(220)¹</i>	1.4	0.43 - 1.25	0.83	-0.74	0.35
Alta Resolución	1.9	0.15 - 0.3	0.15	-0.34	0.33

1. $10^\circ \leq 2\theta_{\text{máx}} \leq 80^\circ$.

Capítulo 3. Experimento I

Este capítulo comienza con la descripción de la obtención del espectro térmico del reactor después de alinear el difractómetro (Anexo 2). Se compara su intensidad con la anterior a la alineación. Se presentan los resultados de las mediciones de la resolución y se comparan con los valores teóricos obtenidos en los modelados. Usando los perfiles obtenidos experimentalmente se evalúa cuanta intensidad se pierde por tener un valor de $2FWHM$ mayor a 144 min. Finalmente, de acuerdo a los puntos anteriores, se selecciona el conjunto de colimadores que proporcione la mejor resolución e intensidad y se selecciona la longitud de onda para medir figuras de polos.

3.1 Medición del espectro térmico del reactor

El objeto de medir el espectro térmico es conocer la distribución de longitudes de onda para seleccionar la más adecuada, en este caso, para medir figuras de polos.

En la medición se usó la geometría de Bragg-Brentano, $\theta - 2\theta$, con centro en el eje del monocromador. Fig. 3.1.1.

El espectro térmico completo se obtuvo moviendo el cristal monocromador y el detector de manera acoplada para satisfacer la ley de Bragg. θ_{Mono} se incrementó en pasos $\Delta\theta_{Mono} = 0.5^\circ$ entre 1° y 22.5° . Consecuentemente, $2\theta_M$ varió desde 2° hasta 45° en incrementos $\Delta(2\theta_{Mono}) = 1^\circ$.

El monocromador empleado fue el de grafito pirolítico descrito en el Anexo 1. Se usó un detector proporcional con gas BF_3 . El reactor se operó a 300 KW de potencia.

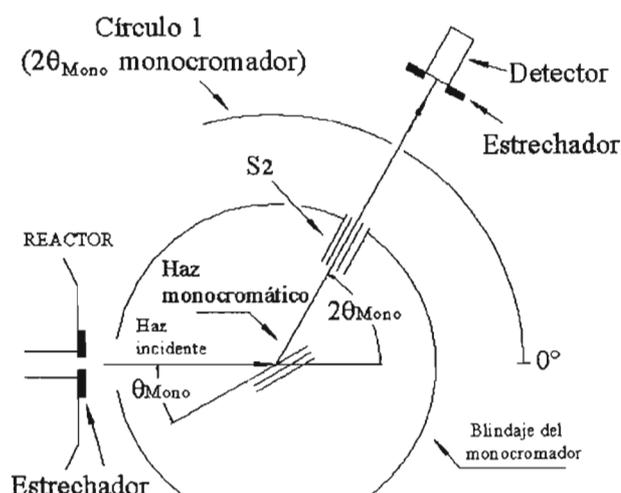


Fig. 3.1.1. Geometría para obtener el espectro térmico.

Se midieron varios espectros, Fig. 3.1.2, cambiando los elementos de la óptica.

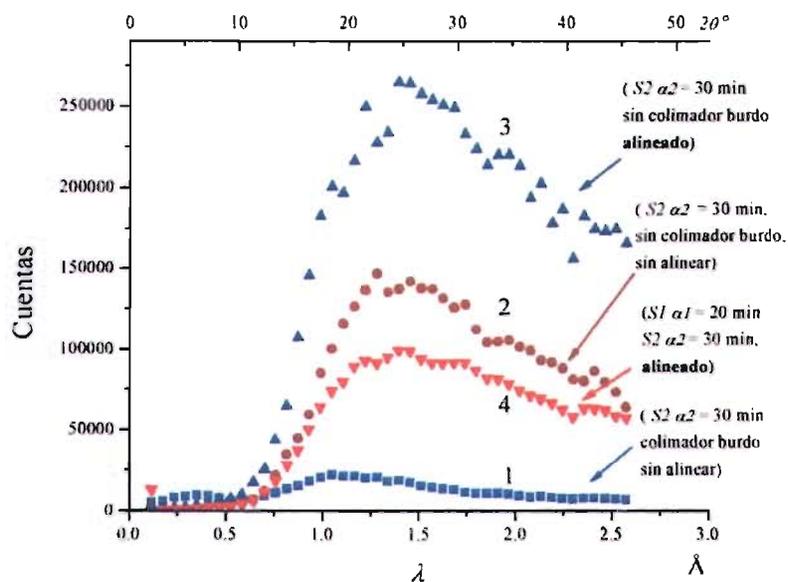


Fig. 3.1.2. Espectro térmico del reactor.

A continuación se describen los resultados obtenidos.

Espectro No. 1.

La medición de este espectro fue el comienzo de los trabajos de evaluación y corrección de la óptica del difractor. Se hizo antes de la alineación. Los elementos de la configuración inicial fueron un colimador burdo dentro de la boca del reactor, el monocromador de grafito pirolítico y un soller S_2 con divergencia angular α_2 de 30 min.

Espectro No.2.

Se midió después de extraer el colimador burdo de la boca del reactor. El monocromador y el soller S_2 fueron los mismos que se usaron en el espectro No.1.

Espectro No.3.

Se midió después de realizar el trabajo más importante: la alineación del difractor (Anexo 2). Los elementos de la óptica fueron los mismos que en el espectro No.2.

Espectro 4.

Se obtuvo después de alinear. Los elementos usados fueron un soller S_1 con divergencia angular $\alpha_1 = 20$ min colocado antes del monocromador, el monocromador, y el soller S_2 con $\alpha_2 = 30$ min. Es decir, se agregó S_1 a la óptica para mejorar la resolución de los máximos de difracción.

Comparando el espectro 1, que representa las condiciones en que se operaba el difractor, con el espectro 3, que representa las condiciones existentes después de alinear, se observa que la intensidad aumentó considerablemente. Alrededor de 12 veces. Esto permitió

intercalar el soller S_1 para incrementar la resolución, aunque la intensidad se redujo (espectro 4).

El máximo de la distribución se presenta alrededor de la longitud de onda $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$.

3.2 Determinación de la resolución

En el Cap. 2 se obtuvo la combinación de solleres (20 30 20) como la mejor para medir figuras de polos. Sin embargo, se procedió a realizar una serie de medidas experimentales para validar los resultados y considerar cualquier efecto de la desalineación sobre el *FWHM*. La teoría de Caglioti y Hewat no lo incluye y el *FWHM* puede, en general, ser mayor.

La resolución instrumental se determinó midiendo el *FWHM* de los perfiles de la difracción de neutrones por los planos (220) de una muestra de Fe50%Ni laminada en frío, cuya contribución al *FWHM* total se considera pequeña comparada con la instrumental (patrón relativo). La geometría del difractor se muestra en la figura 1.4 (óptica de Debye-Scherrer).

El perfil de difracción se obtuvo cerrando el estrechador frente al soller 3 para tener una apertura de 0.2° , y desplazando el detector entre $2\theta = 62^\circ$ y 73° en incrementos de 0.2° , dado que el máximo (220) de la muestra se localiza alrededor de $2\theta = 68^\circ$. Ver tabla 2.1. La exposición fue de 10 s por punto. El monocromador se orientó para tener neutrones con $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$ (máxima intensidad).

Se decidió medir el *FWHM* para cada una de las combinaciones E_i de solleres indicadas en la tabla 3.2.1.

Tabla 3.2.1. Combinaciones de solleres para medir la resolución.

Nombre	α_1 min.	α_2 min.	α_3 min.	Criterio
E1	20	69*	10	
E2	20	30	10	
E3	20	30	20	Hewat
E4	20	30	82*	Caglioti
E5	20	69*	20	Hewat
E6	20	69*	30	\approx Hewat
E7	20	30	30	\approx Hewat

* sin soller

E1, E2, E4, E5 y E6 se incluyeron con objeto de validar los cálculos teóricos y tenerlos de referencia por si las aberraciones tuvieran gran influencia.

La tabla 3.2.2 muestra los parámetros representativos de los perfiles obtenidos mediante el ajuste de una función gaussiana. La figura 3.2.1 muestra los perfiles correspondientes.

Tabla 3.2.2 *FWHM* Experimental.

Nombre	α_1 min.	α_2 min.	α_3 min.	<i>FWHM</i> min.	Centroide grados	Intensidad cuentas
E1	20	69*	10	109	66.9	911
E2	20	30	10	88	67.0	444
E3	20	30	20	86	67.0	1131
E4	20	30	82*	154	67.1	12822
E5	20	69*	20	107	67.0	2154
E6	20	69*	30	115	66.9	4633
E7	20	30	30	90	67.0	2467

* sin soller

El valor medio de la posición del centroide es $2\theta = 67.0^\circ$.

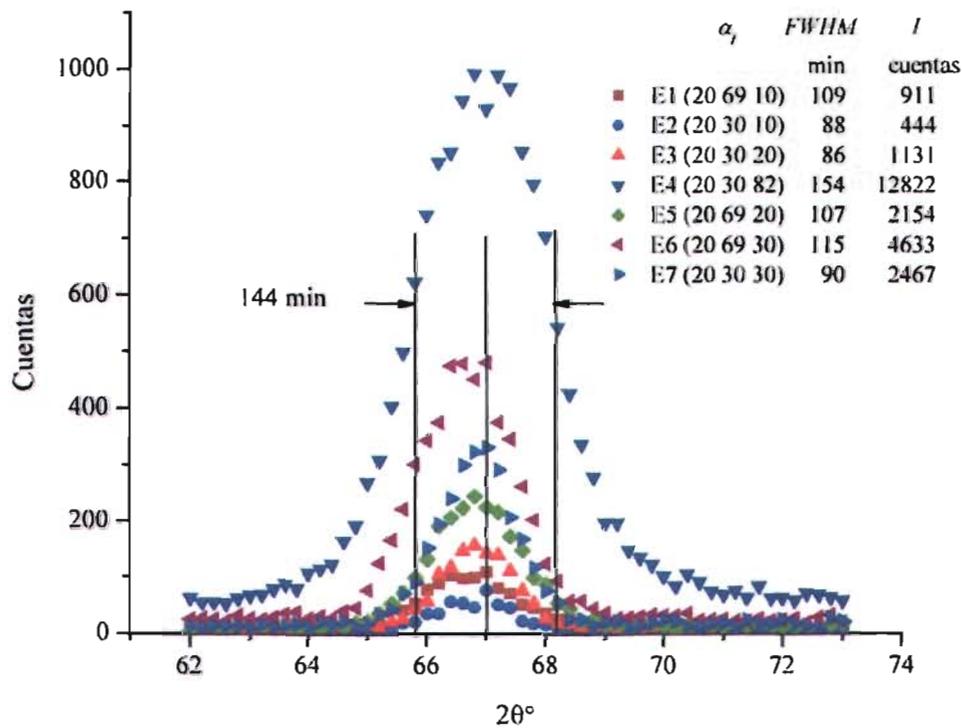


Fig. 3.2.1. Perfiles para determinar la resolución del difractómetro.

En referencia a la Fig. 1.3, debe recalcar que los perfiles obtenidos representan básicamente la función instrumental, de manera que el *FWHM* será prácticamente la resolución del difractómetro. La muestra de Fe50%Ni puede considerarse aproximadamente

ideal, dado que su contribución al perfil total es del orden de 5 min, en tanto que la instrumental está entre 80 y 120 min, como se ve en la tabla 3.2.2.

Para comparar con los valores teóricos se recalcularon el *FWHM* y *L* para las combinaciones de la tabla 3.2.1, usando el ángulo de Bragg de la aleación Fe50Ni determinado experimentalmente ($\theta = 33.5^\circ$). Tabla 3.2.3.

Tabla 3.2.3 *FWHM* y *L* teóricas (Fe50%Ni, $\theta = 33.5^\circ$).

Nombre	α_1 min.	α_2 min.	α_3 min.	<i>FWHM</i> min.	<i>L</i> min ³
E1	20	69*	10	146	5920
E2	20	30	10	89	2873
E3	20	30	20	91	5746
E4	20	30	82*	121	23560
E5	20	69*	20	147	11840
E6	20	69*	30	149	17760
E7	20	30	30	94	8619

* sin soller

En la tabla 3.2.4 se comparan los valores teóricos del *FWHM* con los experimentales. La cuarta columna muestra la diferencia porcentual entre ambos.

Tabla 3.2.4. Valores teóricos y experimentales de *FWHM* y *L* (Fe50%Ni).

Nombre	<i>FWHM</i> Teórico min.	<i>FWHM</i> Exp. min.	Diferencia Teó.-Exp. %	<i>L</i> Teórica min ³ .	Intensidad Exp. cuentas
E1*	146	109	25	5920	911
E2	89	88	1	2873	444
E3	91	86	5	5746	1131
E4*	121	154	21	23560	12822
E5*	147	107	27	11440	2154
E6*	149	115	23	17761	4633
E7	94	90	4	8619	2467

* sin un soller

En esta tabla se observa que para las combinaciones de solleres que tienen el *FWHM* más bajo, la concordancia entre los valores teóricos y los experimentales es buena, y que cuando falta un colimador la discrepancia es alta. El hecho de que la mayoría de los valores teóricos del *FWHM* sean mayores que los experimentales podría explicarse considerando que las divergencias angulares dadas en la Tabla 3.2.3 presentan discrepancias con las reales, principalmente cuando no se usa colimador.

3.3 Pérdida de intensidad

Las mediciones de textura se realizan dejando entrar el máximo de difracción completo dentro de la apertura del detector, esto se satisface si la *apertura del detector* $\geq 2FWHM$.

Los resultados teóricos y experimentales muestran que para los *FWHM* obtenibles con los colimadores existentes, $2FWHM$ excede los 144 min de la máxima apertura del detector, por lo que deberá estimarse cuanta intensidad se pierde al integrar solamente en una anchura de 144 min, y no en $2FWHM$. La estimación podría efectuarse calculando los valores de acuerdo a las gaussianas ajustadas, pero se optó por hacer la comparación usando los datos experimentales. La Fig. 3.3.1 muestra las regiones de integración. La tabla 3.3.1 presenta el total de cuentas y la diferencia porcentual entre ellas, es decir, lo que se pierde al tener una apertura menor que $2FWHM$.

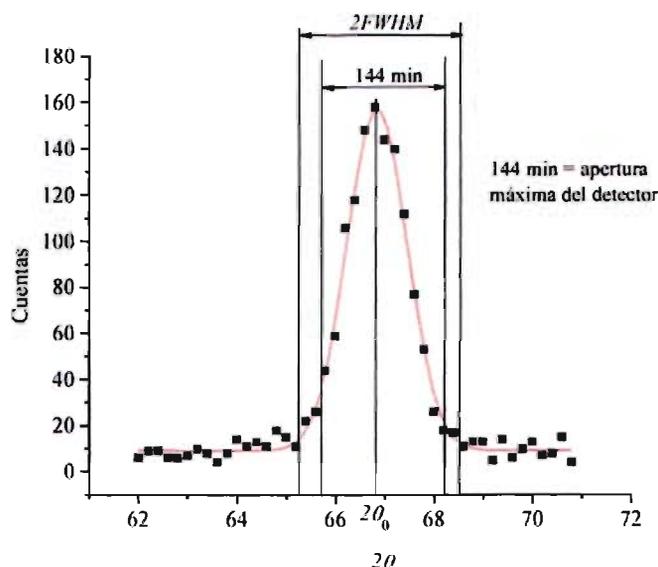


Fig. 3.3.1. Regiones de integración.

Tabla 3.3.1. Diferencias en la integración.

Combinación	<i>FWHM</i> Exp. min.	Integración <i>2FWHM</i> cuentas	Integración 144 min cuentas	Diferencia %
E1	109	1097	950	13
E2	88	520	500	4
E3	86	1244	1207	3
E4	154	14311	10749	25
E5	107	2366	2099	11
E6	115	5061	4413	13
E7	90	2715	2547	6

En la tabla se observa que con la combinación de solleres E3(20 30 20) se tiene la mínima pérdida de intensidad. Sin embargo, esta pequeña diferencia influirá al analizar las FP's medidas y las recalculadas.

3.4 Selección experimental de la óptica

Para seleccionar la combinación de solleres que proporcione la mejor resolución y luminosidad, en la tabla 3.4.1 se hace un resumen de los valores más importantes obtenidos anteriormente (tablas 3.2.3, 3.2.4 y 3.3.1).

Tabla 3.4.1. Comparación de resultados.

Nombre	<i>FWHM</i> Teórico min.	<i>FWHM</i> Exp. min.	Diferencia entre <i>FWHM</i> Exp. y Teórico %	Intensidad Integral (144 min) cuentas	Diferencia de integración entre <i>2FWHM</i> y 144 min %
E1	146	109	25	950	13
E2	89	88	1	500	4
E3	91	86	5	1207	3
E4	121	154	21	10749	25
E5	147	107	27	2099	11
E6	149	115	23	4413	13
E7	94	90	4	2547	6

De acuerdo a esta tabla el conjunto E3 presenta las siguientes características:

- a. Su *FWHM* experimental es menor que el de E2 y E7.
- b. La diferencia entre el *FWHM* teórico y experimental es solamente del 5%, aunque E2 y E7 tienen una diferencia menor.
- c. La intensidad integral en 144 min para E3 es mayor que el doble de la de E2, aunque es la mitad de E7. En cambio presenta la menor pérdida al integrar en 144 min y no en *2FWHM*.

Por la combinación de los efectos (a), (b) y (c) anteriores, es recomendable usar el conjunto de colimadores E3(20 30 20) para medir figuras de polos.

3.5 Selección de la longitud de onda

La longitud de onda con que se trabajará debe escogerse de manera que la contribución de la difracción de segundo orden ($\lambda/2$) del monocromador sea mínima (Bacon 1975, Loopstra 1966, Arzi 1997).

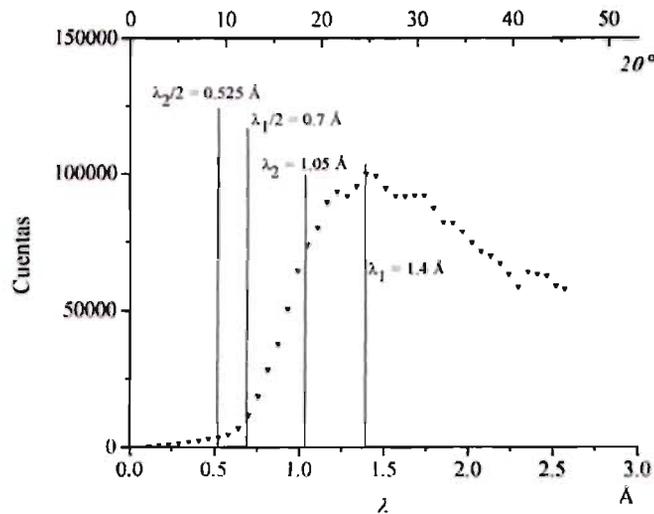


Fig. 3.5.1. Intensidad de la difracción de segundo orden.

De acuerdo a la figura 3.5.1, que es el espectro 4 de la figura 3.1.2 tomado con el monocromador de grafito pirolítico, para una longitud de onda $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$, la contribución de segundo orden $\lambda/2 = 0.7 \text{ \AA}$ es 12% del máximo. Por este motivo, en los difractogramas pueden aparecer pequeños picos que corresponderán a las distancias interplanares de los grandes máximos. Adicionalmente, pueden ocurrir varios traslapes, como se ve en la Fig. 3.5.2, que pueden ser una fuente importante de errores.

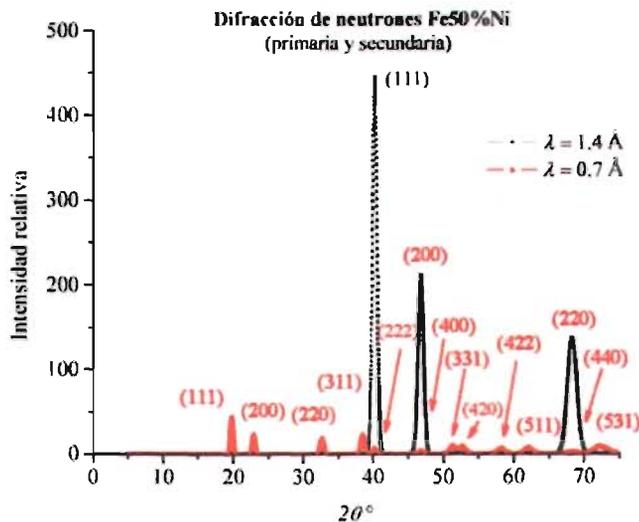


Fig. 3.5.2. Difracción primaria y secundaria del monocromador ($\lambda = 1.4 \text{ \AA}$).

Para la longitud de onda $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$, la contribución de la difracción de segundo orden es de 5%. Ante el compromiso de obtener máxima intensidad, pero minimizando la contribución de los máximos secundarios, es conveniente usar esta λ . La Fig. 3.5.3 muestra un difractograma modelado.

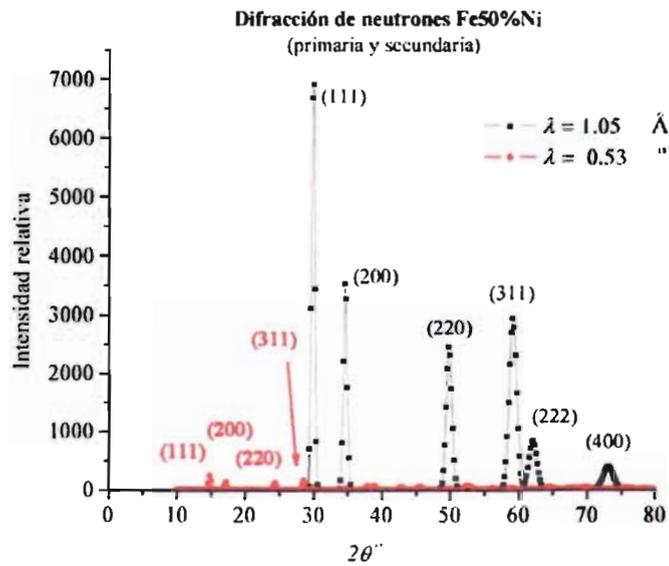


Fig. 3.5.3. Difracción primaria y secundaria del monocromador ($\lambda = 1.05 \text{ \AA}$).

De acuerdo a los resultados anteriores, la longitud de onda seleccionada para medir figuras de polos es $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$.

Capítulo 4. Experimento II. Medición de figuras de polos

En este capítulo se describe el procedimiento general para medir figuras de polos, y se presentan las FP's medidas por difracción de neutrones para una muestra de la aleación Fe50%Ni deformada. Se comparan con las obtenidas por difracción de rayos X.

4.1 Descripción del proceso de medición

La Fig.4.1.1 muestra un esquema del goniómetro de texturas. La proyección de la dirección $[hkl]^*$ de la cristalita, correspondiente a la figura de polos que se medirá, está definida respecto al sistema ligado a la muestra por las coordenadas polares (α, β) . El ángulo polar $\alpha \in [0, \pi/2]$, se mide a partir de la dirección normal (DN). El ángulo azimutal $\beta \in [0, 2\pi]$ se mide a partir de la dirección de laminado (DL).

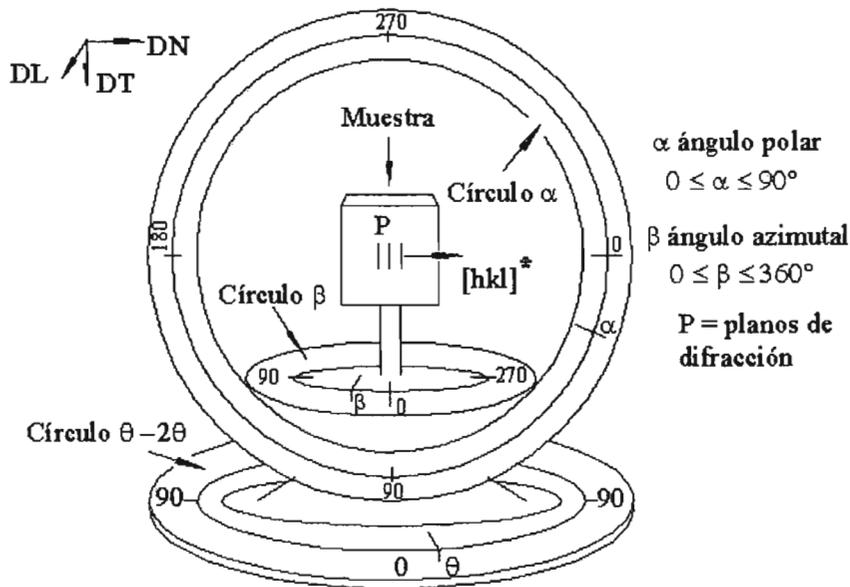


Fig. 4.1.1. Goniómetro.

Para medir una figura de polos la muestra se inclina un ángulo α teniendo como eje de giro su eje principal paralelo a la dirección de laminado. Después se gira un ángulo β en torno a la dirección normal de la muestra.

La Fig. 4.1.2. presenta, como ejemplo, la posición del goniómetro para medir el polo $(30, \beta)$, correspondiente a la dirección $[hkl]^*$. La Fig. 4.1.3 muestra la proyección estereográfica de la misma dirección para las orientaciones $(30, 0)$ y $(30, \beta)$ de la muestra.

El procedimiento general de medición es el siguiente:

1. En el círculo $\theta-2\theta$ del goniómetro se fija el ángulo $2\theta_{hkl}$ correspondiente a la figura de polos que se va a medir, según la muestra, manteniéndose constante durante todo el proceso.
2. Se posiciona el goniómetro en el ángulo inicial $\alpha = 0^\circ$.
3. Se posiciona el goniómetro en el ángulo inicial $\beta = 0^\circ$.
4. Se irradia la muestra durante el intervalo de tiempo Δt seleccionado.
5. Se incrementa β ($\Delta\beta = 5^\circ$) y se efectúa la nueva lectura. Se repite este paso hasta $\beta = 355^\circ$.
6. Se incrementa α ($\Delta\alpha = 5^\circ$), β pasa de 355° a 360° y se repiten los pasos 3-5 hasta que $\alpha = 90^\circ$.

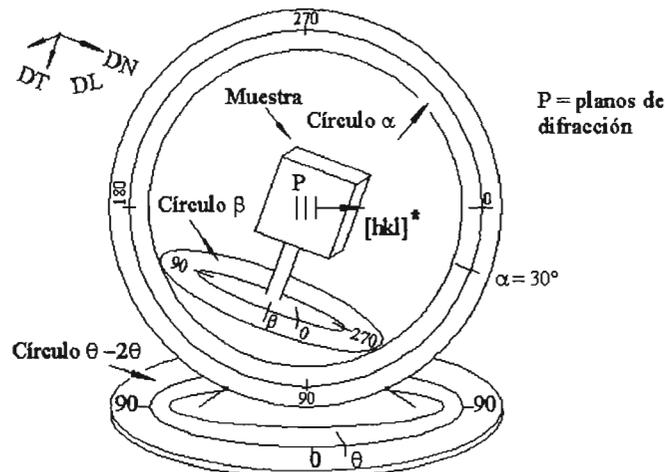


Fig. 4.1.2. Medición del polo $(30, \beta)$.

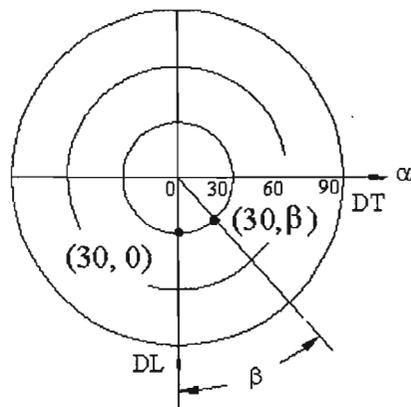


Fig. 4.1.3. Polos $(30, 0)$ y $(30, \beta)$

4.2 Medición de las figuras de polos de la aleación Fe50%Ni

En este trabajo la muestra consistió de un paquete de láminas de 0.3 mm de espesor cortadas rectangularmente a 30 (DL) x 25 (DT) mm de la aleación Fe50%Ni deformada al 90% en frío. El reactor se operó a 1 MW de potencia, y el cristal monocromador de grafito pirolítico se orientó para obtener neutrones con una longitud de onda $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$. El conjunto de solleres fue 20, 30, 20 (min), y 144 min la apertura del detector. El tiempo de irradiación para obtener cada punto de la figura de polos fue de 10 s.

Se midieron las figuras de polos (111), (200) y (220). Los ángulos de difracción son $2\theta = 29.9^\circ$, 34.7° y 49.8° respectivamente. El ángulo α se varió entre 0° y 90° , y β entre 0° y 360° . Ambos ángulos se incrementaron en pasos de 5° .

Los datos obtenidos se normalizaron usando el programa BEARTEX (Wenk 1998) y se graficaron con el programa Pol1-BearTex-Contour3d escrito en Mathematica 5.0™ con este propósito (Cruz 2004).

Las figuras 4.2.1a y 4.2.1b son proyecciones estereográficas de las densidades de polos $P_{\vec{h}}(\vec{y}) = P_{\{111\}}(\vec{y})$ normalizadas, usando superficies 3D expresadas en m.r.d. (múltiples of a random distribution), medidas por difracción de neutrones y de rayos X (Cruz 1996).

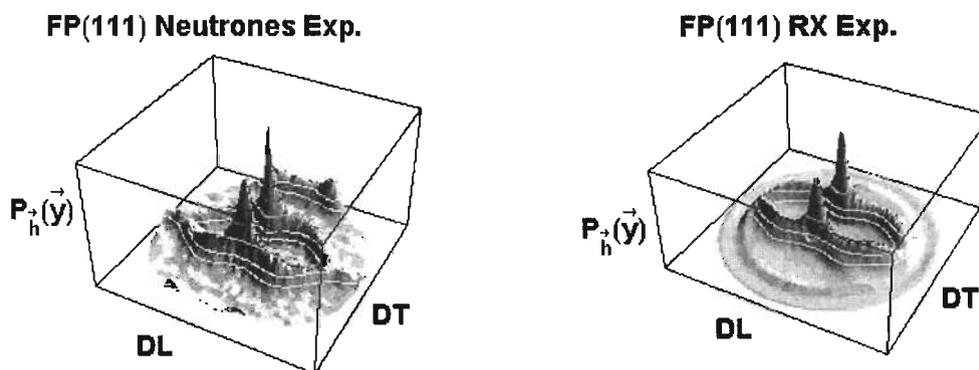
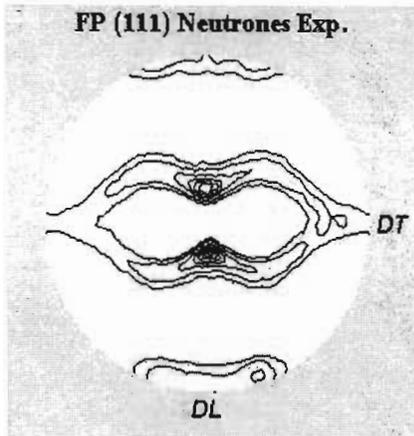


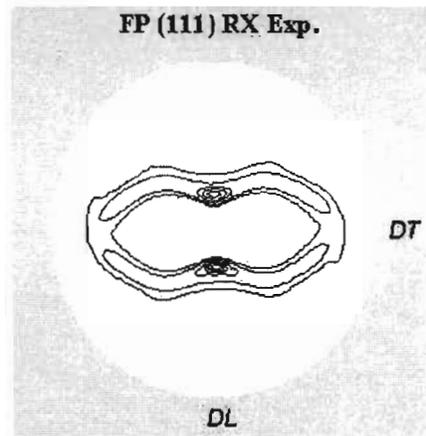
Fig. 4.2.1a. Densidad de polos (111) experimental. Neutrones.

Fig. 4.2.1b. Densidad de polos (111) experimental. Rayos X.

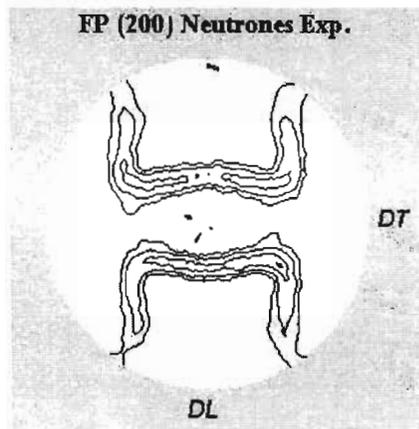
Las proyecciones estereográficas de las figuras de polos experimentales (normalizadas), usando isolíneas, se muestran en las figuras 4.2.2a, 4.2.3a, y 4.2.4a. Las obtenidas por difracción de rayos X se presentan en 4.2.2b, 4.2.3b y 4.2.4b. Los valores de las isolíneas y del máximo están en unidades m.r.d.



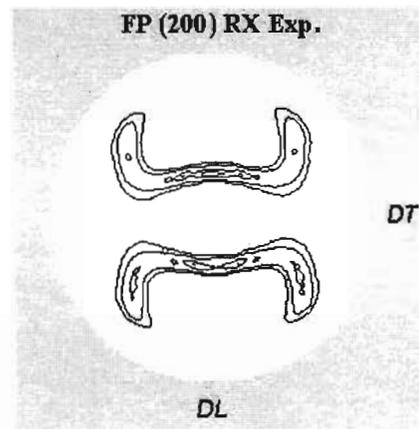
14, 12, 10, 8, 6, 4, 2, 1 (máx. = 15.2)
 Fig. 4.2.2a. Figura de polos (111) experimental. Neutrones.



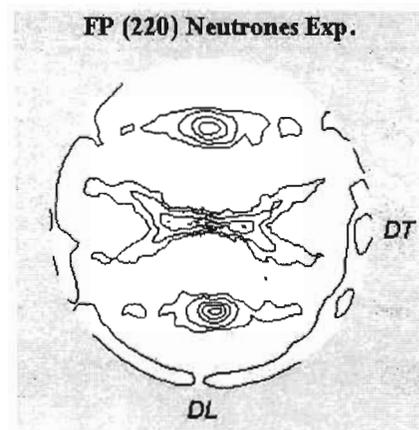
10, 8, 6, 4, 2, 1 (máx. = 12.1)
 Fig. 4.2.2b. Figura de polos (111) experimental. Rayos X.



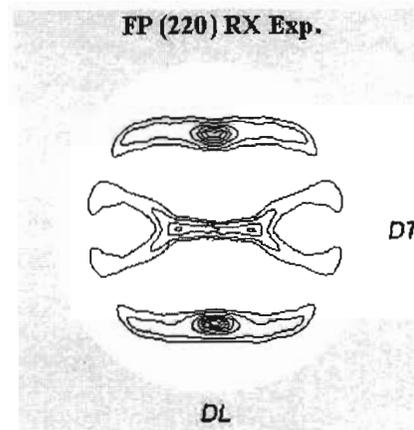
6, 4, 3, 2, 1 (máx. = 6.3)
 Fig. 4.2.3a. Figura de polos (200) experimental. Neutrones.



5, 4, 2, 1 (máx. = 5.6)
 Fig. 4.2.3b. Figura de polos (200) experimental. Rayos X.



8, 6, 4, 3, 2, 1 (máx. = 8.8)
 Fig. 4.2.4a. Figura de polos (220) experimental. Neutrones.



14, 12, 10, 8, 6, 4, 2, 1 (máx. = 16)
 Fig. 4.2.4b. Figura de polos (220) experimental. Rayos X.

Comparando las figuras obtenidas por difracción de neutrones con las obtenidas con rayos X se observa que, en lo general, presentan las mismas características, pero también exhiben diferencias que son atribuibles a la diferencia del volumen irradiado en cada técnica:

El volumen irradiado por neutrones es el de la muestra porque los neutrones la cruzan completamente, promediando la densidad de polos $P_h(\bar{y})$ sobre toda ella. En el caso de difracción de rayos X solamente se irradia un pequeño volumen próximo a la superficie. Por lo anterior, si existe un gradiente de textura se obtienen diferencias entre ambas mediciones.

Las figuras de polos medidas con neutrones son completas, es decir, figuras que cubren todo el plano de proyección ($0 \leq \alpha \leq 90^\circ$, $0 \leq \beta \leq 360^\circ$). Con difracción de rayos X, en general, las medidas se hacen por reflexión, obteniéndose figuras de polos incompletas ($0 \leq \alpha \leq 75^\circ$). De ahí la diferencia en los detalles de los bordes.

La tabla 4.2.1 muestra los máximos de las figuras de polos normalizadas, tanto para neutrones como para rayos X, las diferencias se explican por lo expuesto anteriormente.

Tabla 4.2.1. Máximos de las figuras de polos.

(hkl)	Neutrones m.r.d	Rayos X m.r.d
(111)	15.2	12.1
(200)	6.3	5.6
(220)	8.8	16.0

Los resultados anteriores permiten concluir lo siguiente:

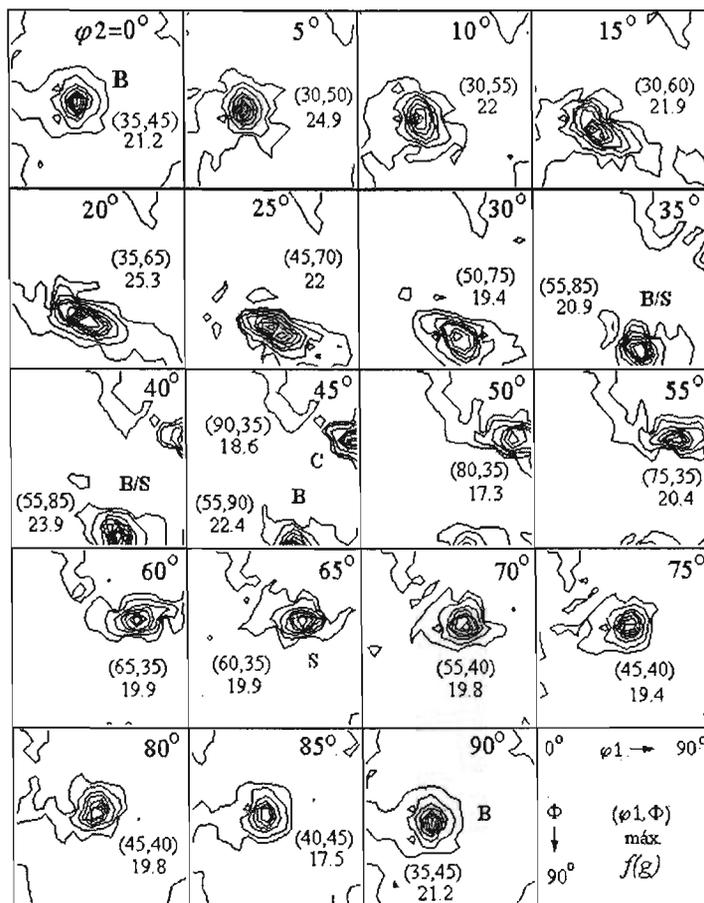
- a. Las rotaciones del goniómetro de texturas se realizan de manera adecuada, pues no se observan distorsiones en las figuras de polos. Figs. 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3 y 4.2.4.
- b. Los cambios realizados en la alineación y la óptica se justifican porque los valores de las densidades de polos $P_h(\bar{y})$ medidas son comparables a los que se obtienen por difracción de rayos X para todos los valores de α y β .
- c. **La calidad de las figuras de polos medidas, tanto cualitativa como cuantitativamente, es la garantía de que el trabajo de alineación realizado fue fructífero, al igual que el modelado e implementación de la óptica, que son parte de los objetivos centrales de este trabajo.**

Capítulo 5. Funciones de Distribución de Orientación Cristalográfica (FDOC)

En este capítulo se obtiene la FDOC de la muestra de Fe50%Ni a partir de las figuras de polos medidas con el difractómetro de neutrones del ININ. Se obtienen las figuras de polos recalculadas a partir de la FDOC y se comparan con las experimentales. Se compara la FDOC obtenida con neutrones con la obtenida con rayos X. Finalmente se interpreta la FDOC obtenida en el ININ con la FDOC de una muestra de Cu deformada, obtenida también por difracción de neutrones.

5.1 Obtención de la FDOC

La FDOC correspondiente a la muestra de Fe50%Ni se reprodujo a partir de las figuras de polos (111), (200) y (220) medidas experimentalmente como se describió en el Cap. 4. La reconstrucción se efectuó con el programa BEARTEX usando el algoritmo WINV. Los datos de salida se graficaron con el programa Odf-BearTEX-ortorrómbico escrito con Mathematica 5.0, usando curvas de nivel (cortes en el *EE* con $\varphi_2 = \text{cte}$). Fig. 5.1.1.



isolíneas 1, 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24

Fig. 5.1.1. FDOC para Fe50%Ni (90%). Neutrones.

En esta figura se indica en cada corte el valor de φ_2 , la posición (φ_1, Φ) del máximo $f(g)_{m\acute{a}x}$ y su valor en m.r.d. Los valores de las isolíneas están en la parte inferior. Las componentes de textura encontradas son **B** (Latón), **S** (Aluminio), **B/S** (Latón-Aluminio) y **C** (Cobre), que son componentes de textura en metales fcc laminados (ver Tabla 1.3.1).

En la Fig. 5.1.2 se presentan nuevamente las FP's experimentales, y las recalculadas a partir de la FDOC. Se indican los valores de las isolíneas y el máximo de la FP (m.r.d.). Las FP's correspondientes presentan en general la misma forma.

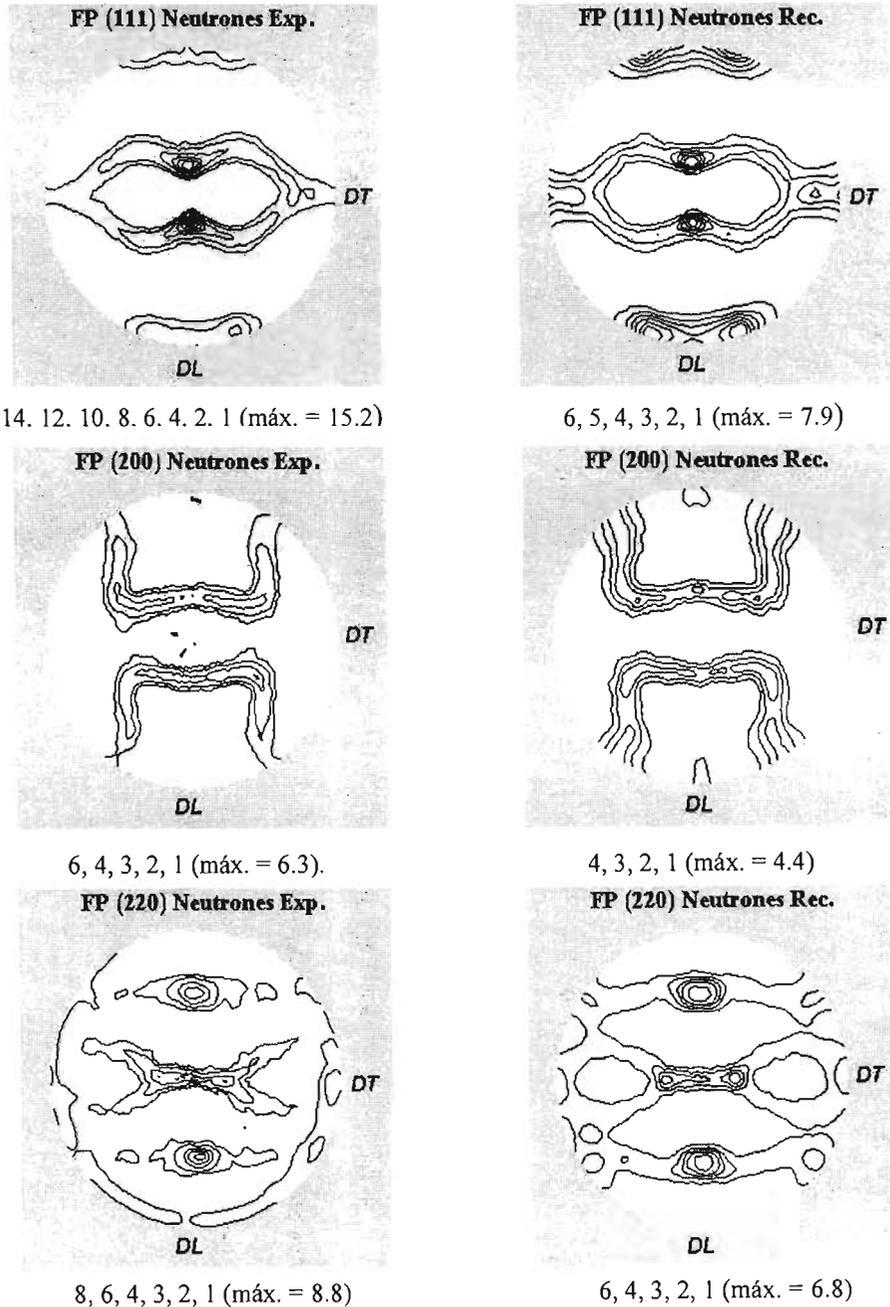


Fig. 5.1.2. Figuras de polos experimentales y recalculadas.

La comparación de las FP's experimentales con las recalculadas es uno de los principales criterios para juzgar la calidad del proceso de inversión.

En la tabla 5.1.1. están las estadísticas de los cálculos. FDOC min y máx son los valores mínimo y máximo de la función de distribución. A la derecha de RP0 y RP1 están los valores máx y min de las FP's.

Tabla 5.1.1. Estadísticas de los cálculos.

Neutrones						Rayos X				
FDOC min. = 0.0, máx. = 31.6						FDOC min = 0.0, máx = 84.3				
Índice de Textura = 8.4						Índice de Textura = 14.8				
Cálculo	h k l	RPO	RP1	min.	máx.	h k l	RPO	RP1	min.	máx.
		%	%	m.r.d.	m.r.d.		%	%	m.r.d.	m.r.d.
Exp. norm	1 1 1	44.8	42.9	0.0	15.2	1 1 1	16.0	15.4	0.0	12.0
Recal. norm				0.0	6.1				0.0	11.7
Exp. norm	2 0 0	36.5	33.2	0.0	6.3	2 0 0	19.2	13.3	0.0	5.7
Recal. norm				0.0	3.4				0.0	6.1
Exp. norm	2 2 0	40.8	33.8	0.0	8.8	2 2 0	14.3	13.2	0.0	16.0
Recal. norm				0.0	6.8				0.0	14.7

5.2 Discusión de los resultados

Para neutrones los valores de RP0 y RP1 (Ecs. 1.31, 1.32) son altos y el máximo experimental es mayor que el recalculado. Como se dijo en el Cap. 3, esto probablemente es consecuencia del traslape de picos contiguos debido a que $FWHM > 144$ min. También hay que considerar que las mediciones por difracción rayos X dan lugar a máximos más afilados, y que estos son más fáciles de ajustar por el método WIMV.

Las diferencias entre los valores del índice de textura (Ec. 1.33) y los máximos de la FDOC son producto de la diferencia en el volumen irradiado y a la existencia posible de un gradiente de textura en la muestra, como se explicó en el Cap. 4.

Para la muestra Fe50%Ni, la tabla 5.2.1 presenta las posiciones de los máximos $f(g)_{máx}$, y su valor en m.r.d, para cada corte de la FDOC, obtenida por neutrones y rayos X. En algunos puntos se indica la componente de textura a la que pertenecen.

Tabla 5.2.1. Máximos de la FDOC.

Neutrones		Rayos X	
$(\varphi_l, \Phi, \varphi_2)^\circ$	$f(g)_{máx}$ m.r.d	$(\varphi_l, \Phi, \varphi_2)^\circ$	$f(g)_{máx}$ m.r.d
35, 0, 45 B	21.2	35, 0, 45 B	33.3
30, 5, 50	24.9	35, 5, 55	36.6
30, 10, 55	22.0	30, 10, 50	29.9
30, 15, 60	21.9	35, 15, 60	40.4
35, 20, 65	25.3	40, 20, 65	28.5
45, 25, 70 C	22.0	45, 25, 70 C	32.5
50, 30, 75	19.4	45, 30, 70	46.3
55, 35, 85 B/S	20.9	55, 35, 80 B/S	20.2

Neutrones		Rayos X	
$(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)^\circ$	$f(g)_{\text{máx}}$ m.r.d	$(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)^\circ$	$f(g)_{\text{máx}}$ m.r.d
55, 40, 85 B/S	23.9	55, 40, 85 B/S	43.1
90, 45, 35 C	18.6	90, 45, 30 C	70.3
55, 45, 90 B	22.4	55, 45, 90 B	34.3
80, 50, 35 C	17.3	85, 50, 35 C	19.1
		55, 50, 90 B	23.9
75, 55, 35	20.4	75, 55, 30	33.6
65, 60, 35	19.9	70, 60, 30	37.0
60, 65, 35 S	19.9	55, 65, 35 S	88.5
55, 70, 40	19.8	55, 70, 35	69.0
45, 75, 40	19.4	55, 75, 35	45.0
45, 80, 40	19.8	45, 80, 35	33.5
40, 85, 45	17.5	40, 85, 40	42.0
35, 90, 45 B	21.2	35, 90, 45 B	33.3

En los cortes $\varphi_2 = 0^\circ, 25^\circ, 40^\circ, 45^\circ$ y 90° los máximos están en la misma posición (ver Fig. 5.2.1). En todos los demás, salvo en el de 75° , hay una diferencia de 5° en φ_1 o en Φ , que puede explicarse considerando las incertidumbres $\Delta\varphi_1 = \Delta\varphi_2 = \Delta\Phi = 5^\circ$ con que se calculó la FDOC. La Fig. 5.2.1 muestra la FDOC para neutrones y rayos X.

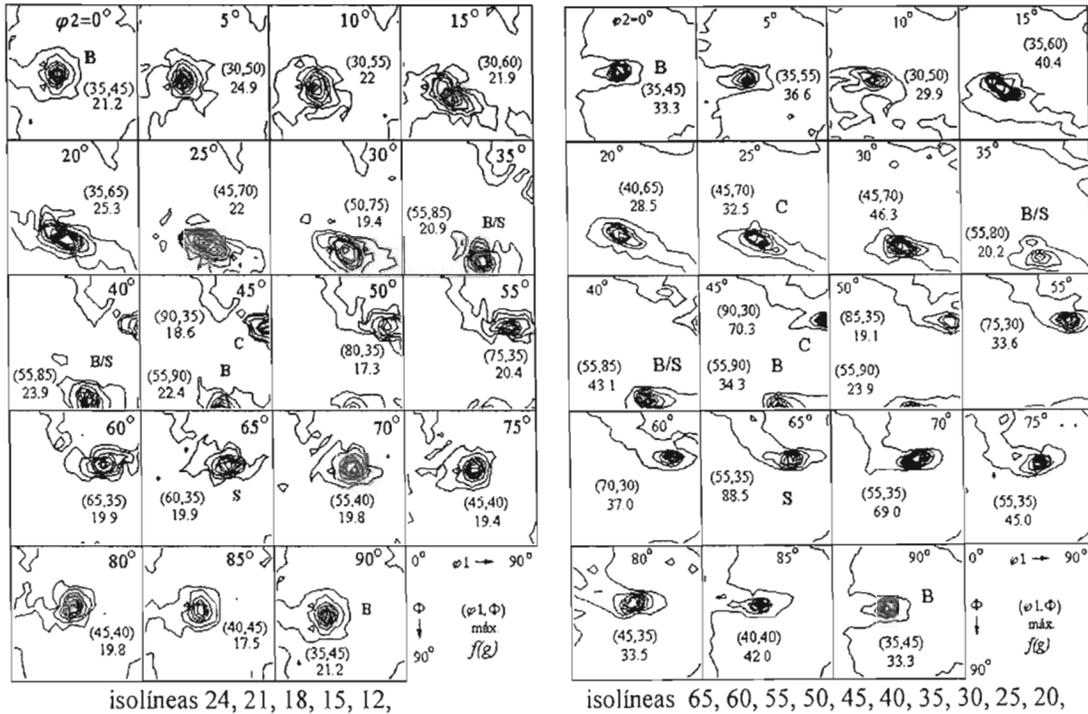


Fig. 5.2.1. FDOC neutrones (izquierda) y FDOC rayos X (derecha).

En la tabla 5.2.2 se presentan las posiciones de las componentes ideales (Tabla 1.3.1) en el espacio de Euler, y las de las componentes obtenidas a partir de las FP's medidas por difracción de neutrones. Comparando las dos últimas columnas, y considerando las incertidumbres mencionadas anteriormente, puede decirse que los centroides de las experimentales están en las posiciones esperadas. Adicionalmente, comparando con la tabla 1.3.2, puede verse que las componentes encontradas corresponden a texturas de deformación.

Tabla 5.2.2. Posición de los máximos de la FDOC.

Nombre de la componente	Componente ideal			Neutrones			
	{hkl}<uvw>	φ_1	Φ	φ_2	φ_1	Φ	φ_2
B (Latón)	{011}<211>	35	45	0	35	45	0
		55	90	45	55	90	45
		35	45	90	35	45	90
C (Cobre)	{112}<111>	90	35	45	90	35	45
B/S (Latón/Cobre)	{681}<112>	55	84	37	55	85	35
S (Aluminio)	{123}<634>	59	37	63	60	35	65

5.3 Interpretación de la FDOC

La Fig. 5.3.1 presenta la FDOC de la aleación Fe50%Ni (90%) obtenida en este trabajo, y la Fig. 5.3.2 la FDOC de una muestra de Cu laminado en frío también medida por difracción de neutrones (Bunge 1982a).

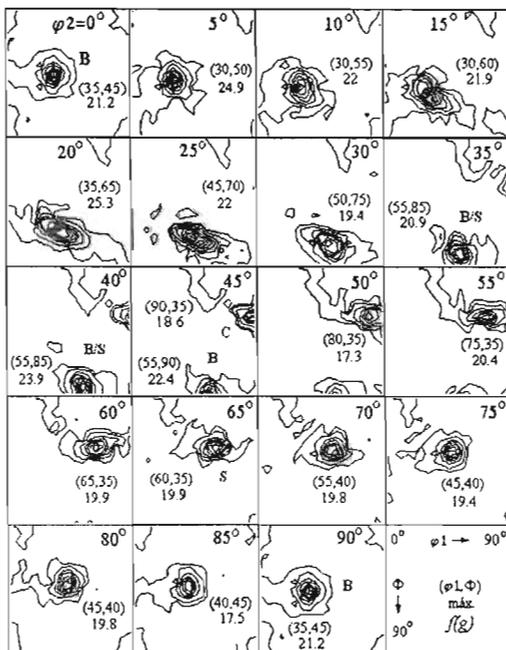


Fig. 5.3.1. FDOC correspondiente a Fe50%Ni deformada.

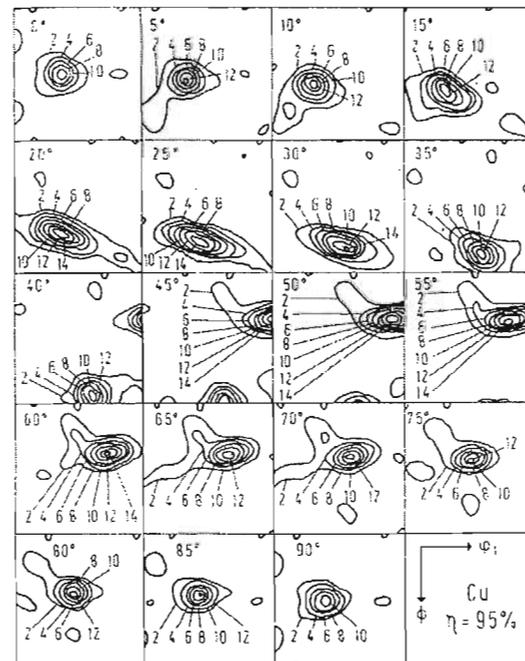


Fig. 5.3.2. FDOC correspondiente a Cu deformado (Bunge 1982a).

Comparando directamente ambas FDOC, se concluye que la muestra de Fe50%Ni presenta, en general, la misma textura que el cobre laminado, o sea que es tipo cobre, lo cual también coincide con los resultados de Cruz (1996), Fig. 5.2.1.

De los resultados de este capítulo puede concluirse que las figuras de polos medidas permitieron, determinar la FDOC de la aleación Fe50%Ni e interpretar coherentemente la textura.

Capítulo 6. Conclusiones

Los principales resultados obtenidos en este trabajo son:

- Se alineó y ajustó el difractómetro de neutrones para mejorar la intensidad. Se aumentó en un factor de 12.
- Se modeló la óptica para obtener el mejor balance entre resolución e intensidad, lo cual se verificó experimentalmente. El conjunto de colimadores (S_1 , S_2 , S_3) seleccionado, para medir figuras de polos, fue el de (20, 30, 20) min de divergencia angular.
- Con objeto de proponer mejoras futuras a la óptica, se modelaron las curvas de resolución para monocromadores de Cu. El modelado sugiere usar uno con planos difractantes (220) y 60 min de ancho de mosaico.
- Se seleccionó la longitud de onda $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$ para medir figuras de polos.
- Se midieron las figuras de polos (111), (200) y (220) de una muestra conocida (Fe50%Ni) para verificar la alineación y el funcionamiento integral de todo el equipo: motores, detectores, goniómetro, etc. Los resultados fueron validados por las figuras de polos medidas por difracción de rayos X al encontrarse que son similares, de donde se concluye que la alineación y el funcionamiento general del difractómetro son aceptables.
- Se determinó la función de orientación cristalográfica de una muestra de la aleación Fe50%Ni, y se interpretó su textura, identificándola como de tipo cobre.

Sobre la base de los resultados obtenidos, puede concluirse que en el estado actual el difractómetro de neutrones del ININ puede aplicarse a la medición de texturas globales de sistemas de alta simetría cristalina (pocos máximos en el difractograma), y que la resolución es susceptible de mejoras si se cambia el monocromador de grafito pirolítico por uno de cobre. Adicionalmente puede decirse que se ha puesto en operación un equipo único en el país.

Anexo 1. Descripción del difractorómetro y sistema de detección

I. Difractorómetro Mitsubishi NX-1330

La Fig. A1.1 muestra una fotografía del difractorómetro, y la Fig. A1.2 un dibujo esquemático.



Fig. A1.1. Difractorómetro.

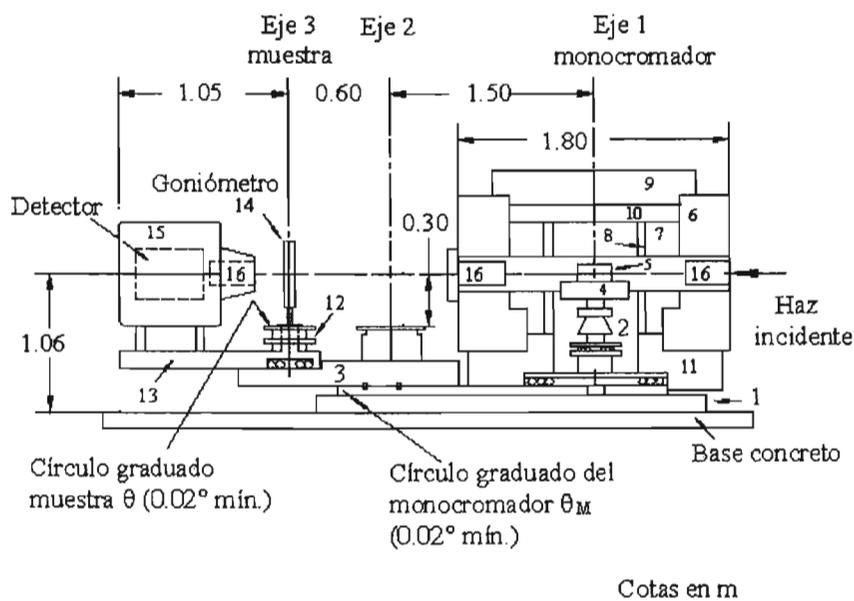


Fig. A1.2. Esquema del difractorómetro.

El difractor tiene tres ejes que corresponden a: (1) monocromador, (2) auxiliar, (3) muestra y goniómetro.

Los ángulos de giro respecto a los ejes se miden en escalas circulares graduadas y con vernier (0.02° por división). La muestra se orienta respecto al haz monocromático por medio de un goniómetro.

El peso total del difractor es de 20 ton. Sus principales componentes, referidas a Fig. A1.2, (el número a la izquierda del nombre corresponde al indicado en el dibujo) son:

1 Base metálica

Está formada con placas semicirculares de acero de 10.4 cm de espesor soldadas y anclada sobre cimientos especiales mediante barrenos. Tiene un hueco en el centro para montar el monocromador y su blindaje, dos pistas concéntricas para girar el conjunto, y en el exterior, una placa graduada semicircular para medir el ángulo θ_m del monocromador. Peso 3300 Kg.

Conjunto del Monocromador

2 Polo central del eje 1.

Es una pieza maquinada montada en el eje 1 del difractor, sobre la cual giran la mesa del monocromador y el brazo principal, y soporta el blindaje. Su eje está sujetado al barreno central de la base del difractor. Acero. Peso 142 Kg.

3 Brazo del eje 1

Se usa para orientar la muestra en la dirección $2\theta_M$ del monocromador. Está formado por placas rígidas de acero. Se mueve manualmente. Acero. Peso 150 Kg.

4 Mesa del cristal monocromador

Sirve para, de acuerdo a la λ requerida, colocar el monocromador en la dirección θ_M respecto al haz proveniente del reactor. Intervalo angular de 0 a 360°. Acero. Peso 300 Kg.

5 Cristal monocromador y soporte

Monocromador de grafito pirolítico con planos difractantes (002) Union Carbide ZYC de 10.2 (4") x 5.1 (2") x 0.2 (1/16") cm. Distancia entre planos de 3.36 Å y 60 min de ancho de mosaico.

El soporte tiene cuatro grados de libertad:

- traslación en la dirección perpendicular al haz incidente (dirección X). Desplazamiento ± 10 mm.
- traslación paralela al haz incidente (dirección Y). Desplazamiento ± 10 mm.
- rotación alrededor del eje X, RX. Desplazamiento angular $\pm 4^\circ$.

d. rotación alrededor del eje Y, RY. Desplazamiento angular $\pm 4^{\circ}$.

Cuatro micromotores controlados por computadora efectúan los movimientos.

Blindajes del monocromador

Se usan para evitar las radiaciones del reactor procedentes de zonas diferentes a las del haz incidente, y para atenuar las reflejadas por el cristal monocromador en direcciones diferentes a $2\theta_M$. El ensamble completo está constituido 2 por tapas o blindajes superiores, 1 blindaje externo, 2 internos, 1 de sector (madera) y 1 inferior.

6 Blindaje exterior. Diámetro exterior 1.800 m, diámetro interior 1.000 m, altura 1.000 m. Parafina boratada y acero. Peso 3400 Kg.

7 Blindaje interior 1. Diámetro exterior 1.000 m, diámetro interior 0.600 m, altura 0.650 m. Acero y plomo. Peso 2600 kg.

8 Blindaje interior 2. Diámetro exterior 0.600 m, diámetro interior 0.360 m, altura 0.648 m. Parafina boratada y acero. Peso 210 Kg.

9 Blindaje superior 1. Diámetros de 1.200 y 1.000 m, altura 0.4 m. Parafina boratada y acero. Peso 520 Kg.

10 Blindaje superior 2. Diámetro 1.000 m, altura 0.100 m. Plomo y acero. Peso 827 Kg.

Blindaje del sector. Madera (no mostrado).

11 Blindaje inferior. Diámetro exterior 1.300 m, diámetro interior 0.360 m, altura 0.447 m. Concreto de alta densidad con bórax y acero. Peso 210 Kg.

Conjunto del eje 3

12 Polo del goniómetro del eje 3. Es similar al del eje 1. Soporta el goniómetro, el brazo del detector, la mesa de la muestra y el goniómetro de texturas. Aleación de aluminio. Peso 150 Kg.

13 Brazo del eje 3. Se mueve entre -90 y $+90$ grados. Está formado por placas de una aleación anticorrosiva de aluminio. En la parte superior está fijo un banco sobre el cual puede deslizarse el blindaje del detector. Peso 50 Kg.

Contrapeso (no mostrado en el dibujo). Se usa para balancear el peso del brazo del goniómetro, del blindaje del detector y del goniómetro de la muestra. Consiste de una caja llena de bloques de plomo.

14 Goniómetro de Texturas. Tiene un círculo $\theta_m-2\theta_m$ para fijar el ángulo de difracción de la muestra y dos círculos para determinar las coordenadas (α, β) en la medición de figuras de polos. Fig. A1.3.

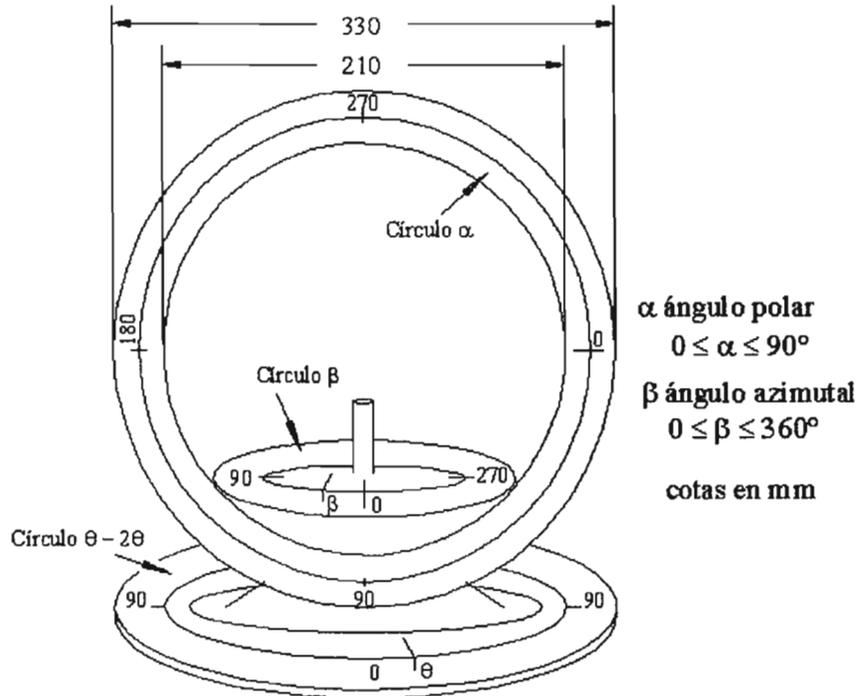


Fig. A1.3. Goniómetro de texturas.

15 Blindaje del detector. Consiste de un cilindro exterior de aluminio anticorrosivo y un cilindro interior de madera cubierto con una placa de cadmio. El espacio entre ambos está relleno de parafina boratada. Está montado sobre el brazo del goniómetro y puede deslizarse a lo largo de él para variar la admitancia.

Obturador del detector (no mostrado en el dibujo). Se usa para aislar el detector del haz incidente cuando se desea medir la radiación de fondo. Se mueve con un micromotor. Aleación de aluminio recubierta con una capa de cadmio y otra de resina de metacrilato de boro.

Detector (no mostrado). Es un detector proporcional BF_3 de 2.5 cm de diámetro y 24 cm de longitud, y apertura angular máxima de 144 min respecto al centro de la muestra.

Estrechadores del haz (3 piezas no mostradas en el dibujo). Se usan para definir independientemente la anchura y altura del haz. Son tres. El primero se localiza en la boca del tubo de salida del reactor. El segundo a la salida del blindaje externo del monocromador y el tercero a la entrada del blindaje del detector. Están formados por dos compuertas horizontales y dos verticales de una aleación de aluminio recubierta con cadmio y metacrilato de boro.

16 Colimadores

9 piezas. Fig. A1.4. Se usan para definir la divergencia angular horizontal del haz de neutrones. Son del tipo Soller formados por una rejilla de láminas delgadas de acero con cadmio electrodepositado. Entre ellas se usan espaciadores de aluminio. Los extremos de la lámina se cortan en forma parabólica para compensar la expansión térmica. Se tienen con divergencia angular de 10, 20, 30 y 60 minutos.

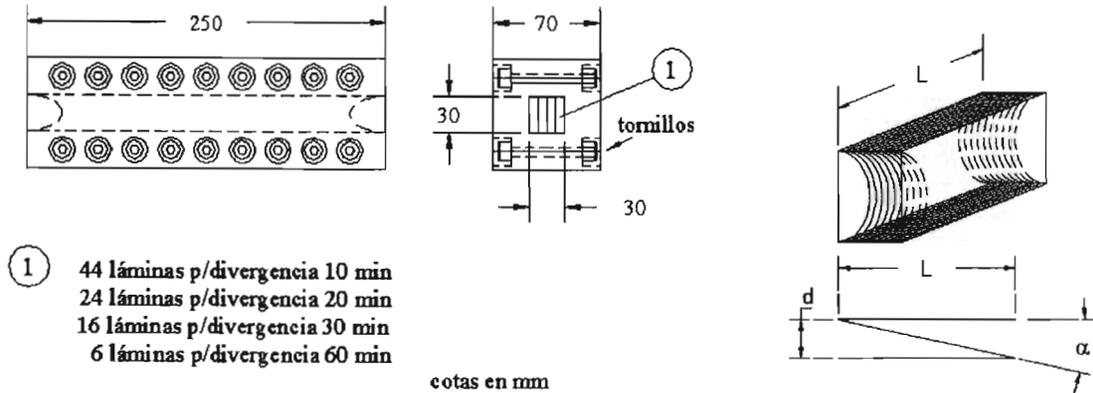
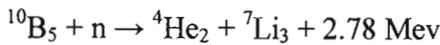


Fig. A1.4. Colimador Soller.

II. Sistema de detección

El detector contiene gas BF₃ enriquecido al 90 % con ¹⁰B, que tiene una sección de absorción de neutrones térmicos de 2300 barn.

La detección se realiza a través de la reacción (n,α)



El gas es ionizado por el He y el Li. La carga se colecta para formar un pulso de voltaje. La Fig. A1.5 muestra el sistema de detección.

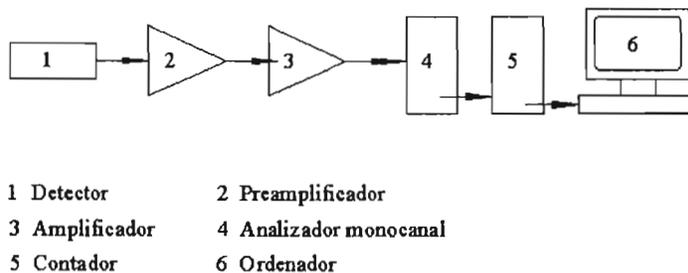


Fig. A1.5. Sistema de detección.

Anexo 2. Alineación del difractómetro

El principal objetivo de la alineación es hacer coincidir el eje 1, el eje 3, el centro del monocromador, el centro de la muestra y el centro y ejes de los otros elementos de la óptica, con el eje del canal de extracción del reactor Fig. A2.1, y que queden a la altura de éste último (1.06 m). Fig. A2.2.

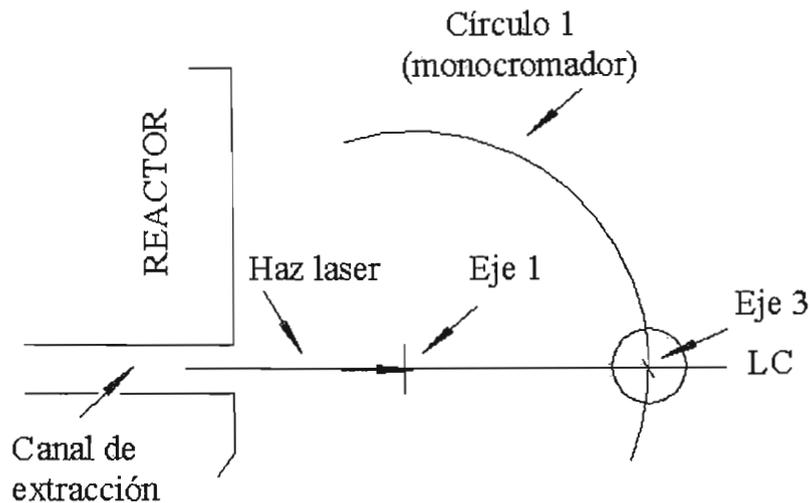


Fig. A2.1. Alineación de los ejes.

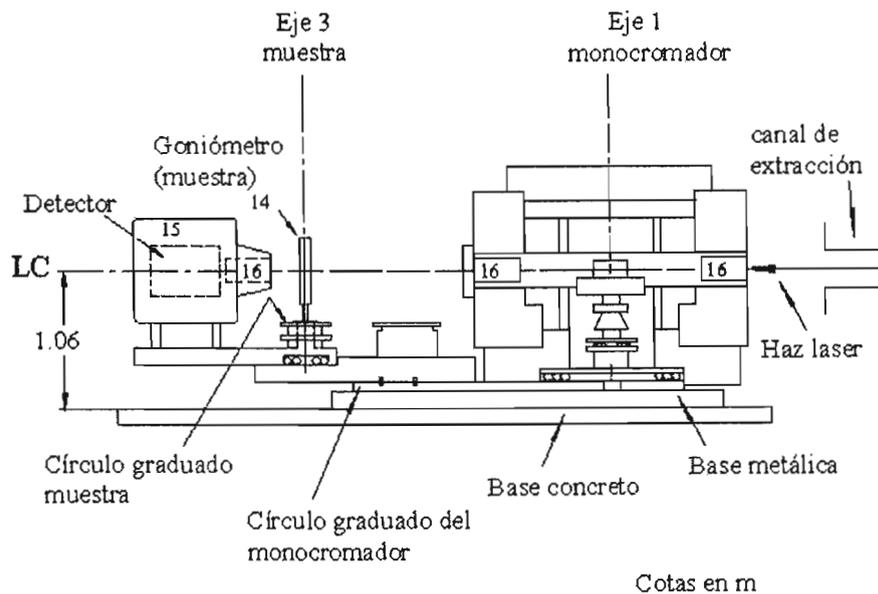


Fig. A2.2. Alineación de la altura.

Para alinear el equipo se utilizaron dos procedimientos: un láser para el ajuste inicial, y el haz de neutrones para el ajuste fino.

Antes de usar el láser se construyeron varios dispositivos auxiliares, como la aguja mostrada en la Fig. A2.3, para señalar la posición de los ejes.



Fig. A2.3. Aguja para centrado.

Con la ayuda del láser se encontró que el eje LC del tubo de salida del reactor y el eje 1 del difractor, no se interceptaban de acuerdo a la Fig. A2.1.

También se encontró que la altura del difractor respecto al eje del tubo de salida no era correcta, y que el difractor estaba inclinado; el haz del láser pasaba rasante al blindaje, como se muestra en la Fig. A2.4. Con neutrones debería ocurrir lo mismo, de manera que la intensidad se reduciría drásticamente y el *FWHM* sería muy grande.

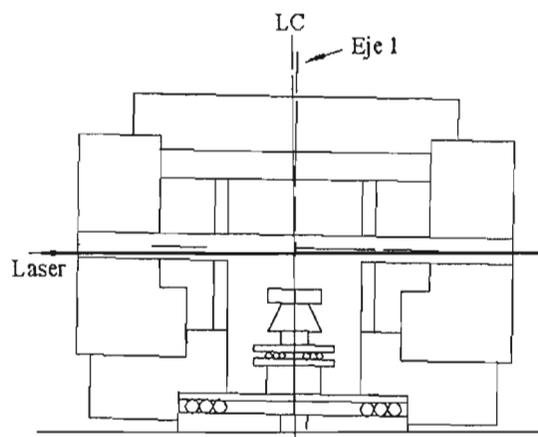


Fig. A2.4. Altura incorrecta.

En base a lo anterior se procedió a desensamblar completamente el difractor. Fig. A2.5.

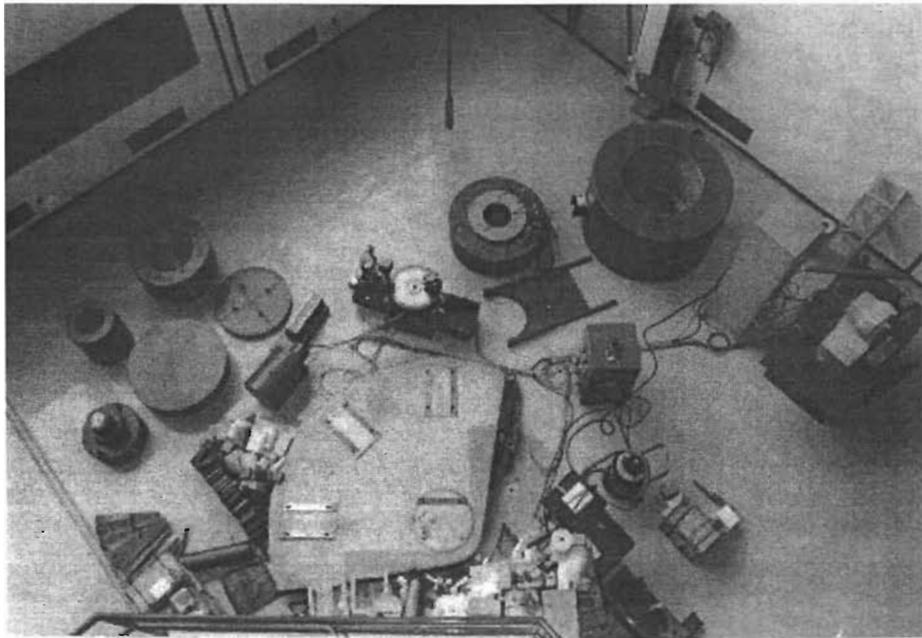


Fig. A2.5. Difractor desensamblado. Base de concreto en primer plano.

Para hacer coincidir al eje 1 con LC, era necesario desplazar todo el difractor. La base metálica Fig. A2.6, debería ser rotada, perdiéndose la coincidencia entre los tornillos de anclaje a la base de concreto y los barrenos de la metálica. Se hicieron nuevos barrenos, desplazados respecto a los originales. Fig. A2.7.

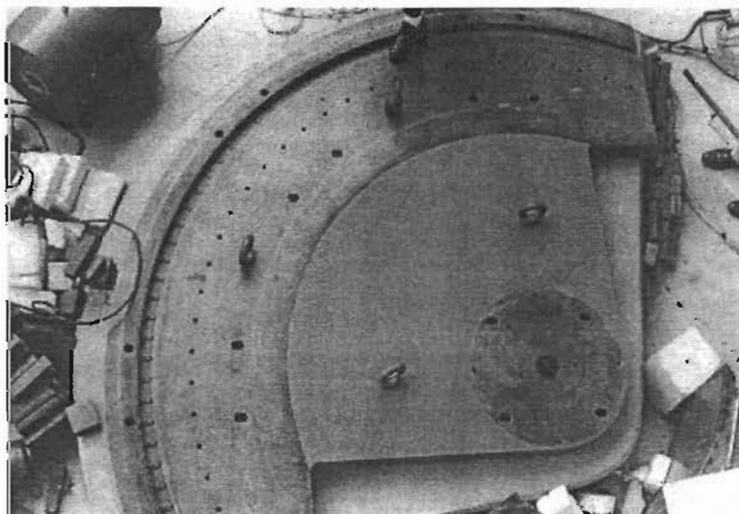


Fig. A2.6. Base metálica.

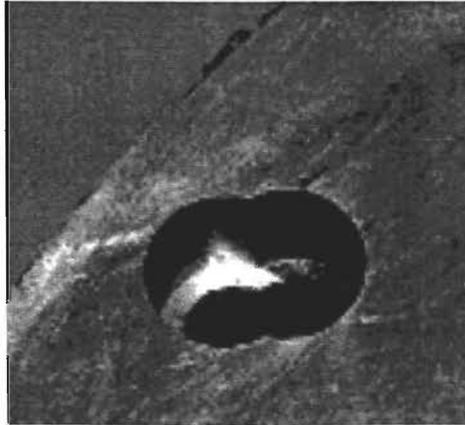


Fig. A2.7. Barrenos nuevos.

La altura e inclinación se corrigieron montando el difractor sobre placas de acero colocadas sobre la base.

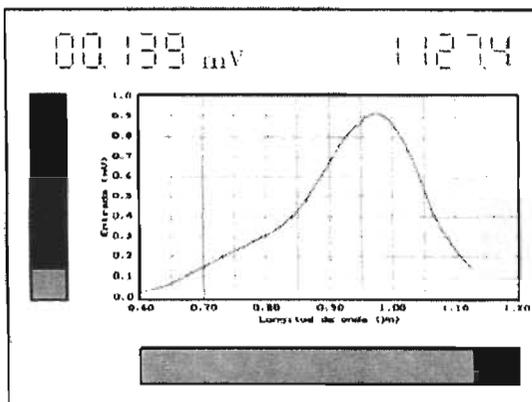
Después de ensamblar el difractor y haber verificado nuevamente la alineación con el láser, se procedió a colocar el monocromador en su posición óptima, y a efectuar ajustes finos hasta obtener la máxima intensidad en el haz de neutrones difractado.

Finalmente se procedió a medir nuevamente el espectro térmico que muestra la curva 3 de la Fig. 3.1.2.

Anexo 3. Artículo Publicado

Instrumentation & Development

CONTENTS



KINEMATIC DESIGN AND CONTROL OF A MOBILE ROBOT A. Segevitz, M. Garduño, A. Díaz	3-11
RESONANT NUCLEAR REACTION ANALYSIS USING A SEMIAUTOMATIC DEVICE O. G. de Lucio and J. Miranda	12-17
EXPERIMENT AUTOMATIZATION PLATFORM FOR MICROCOMPUTERS BASED ON A MULTITASKING SIMULATION A. A. Homs-Purón, R. A. Homs-Regajo	18-24
DESIGN OF THE OPTICS AND ALIGNMENT OF THE ININ ² NEUTRON DIFFRACTOMETER TO MEASURE GLOBAL TEXTURES F. Cruz, L. R. Macías, J. Ramírez, J. López, A. Muñoz	25-29
TWO THERMISTORS LOW-COST PYRANOMETER D. Riveros, H.G. Riveros, M. Mendoza, J. Fujioka, A. Mhuja	30-32
ULTRASONIC THICKNESS MEASURING SYSTEM P. Acevedo	33-39
PASSIVELY Q-SWITCHED LASER AS AN ALL-OPTICAL TRANSISTOR A.V.Kir'yanov, V.Aboites, N.N.Ilichev	40-43
INSTRUCTIONS FOR AUTHORS	44-46



Journal of the Mexican Society of Instrumentation

vol. 4, nr.2, 1999
ISSN 0187-8549

DESIGN OF THE OPTICS AND ALIGNMENT OF THE ININ² NEUTRON DIFFRACTOMETER TO MEASURE GLOBAL TEXTURES

F. Cruz¹, L. R. Macías², J. Ramírez², J. López², A. Muñoz²

ABSTRACT.

In studying global textures from bulk samples, which by their grain size can not be analyzed through the conventional X ray methods, neutron low-resolution diffractometers are used to perform measurements of pole figures. With the purposed of performing such measurements, in this work a new optical design and adjustment of the neutron diffractometer of the ININ² is presented. An illustrative application of these features is given.

1. INTRODUCTION

X-rays and neutrons interact with matter in a different way. X rays do it with the electronic layers through the electromagnetic force, while neutrons interact with the nuclei through the nuclear and magnetic forces. It confers to the neutron diffraction different characteristics of X-rays.

Neutron diffractometers are used to carry out the following studies [1]:

- Bulk analysis. For example, in determining global textures; due to the low absorption of the neutrons by studied samples.
- Elemental analysis of compound materials near or contiguous in atomic number; as consequence of the distinctive properties of the effective cross section of the isotopes whit atomic number.
- Analysis of magnetic materials; since the neuronic spin interacts with the magnetic atomic moments.

The spectrum of neutrons diffracted by an ideal crystalline sample presents several maxima or peaks, which are gaussian shaped for low and medium resolution diffractometers. The quality of maxima lies upon instrumental properties; resulting a function of the physical characteristics of each parts that compose the diffractometer, the geometric relationships between them and the structural state of the analyzed material. The physical elements of the diffractometer together with their geometric relationships are amed "optics of the diffractometer". The optics draw its

effects on the peak, so much in their design like in their adjustment (alignment), in two parameters; the FWHM (width) and the intensity

A fundamental request to measure pole figures, when using conventional detectors, is that the width of the inferior part of the peak must be smaller or equal than the width of the detector window. If the width of the inferior part of maxima can be consider approximately two times their FWHM, is possible to take as criterion to measurement of pole figures that two times the FWHM must be smaller or equal the width of the detector's windows. The fundamental objective of this work is to obtain an optics satisfying this condition.

Two important aspects need to be remarked. The first one is that in order to eliminate its influence on the peaks, the alignment should be made with the maximum achievable precision, because it does not exist a mathematical function that a priori allows to know its effects [2]. The second is that only if the alignment is guaranteed it take sense to do the design of the optics.

2. THEORETICAL FOUNDATIONS

Figure 1 shows the conventional optics of a neutron diffractometer [3]. S_1 , S_2 , and S_3 are the Soller collimators, characterized by their angular divergence α_1 , α_2 , and α_3 . While the mosaic width β characterizes the monochromator crystal [1].

In reference to the Fig. 1, Hewat [4] reports the following expression for the FWHM:

$$FWHM^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (1)$$

where:

$$U = \frac{4(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \beta^2 + \alpha_2^2 \beta^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2) \tan^2 \theta_M} \quad (2)$$

*1 Dpto. de Ciencia de Materiales, Escuela Superior de Físico Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, Edif 9, U.P.A.L.M. 07738 México D. F. E-mail feruz@esfm.ipn.mx 2 Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), Amsterdam No 46, 2a. Piso, Despacho 202, Col. Hipódromo Condesa, C.P. 06100, México D.F. Tel. 01 (5) 329 7200, fax 01 (5) 329 7301. E-mail irf@inuclear.inn.mx.
Received: October 13, 1998 Accepted: May 18, 1999*

$$V = \frac{-4\alpha_2^2(\alpha_1^2 + 2\beta^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2) \tan\theta_M} \quad (3)$$

$$W = \frac{\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + 4\beta^2(\alpha_2^2 + \alpha_3^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad (4)$$

In the above equations θ is the Bragg angle of the peak, and θ_M is the Bragg angle corresponding to the diffraction plane of the monochromator.

The same author writes the brightness like

$$L = \frac{\alpha_1\alpha_2\alpha_3\beta}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (5)$$

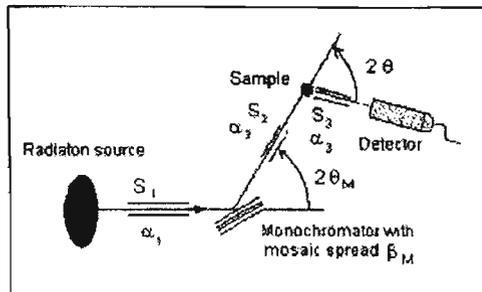


Figure 1. Optical components of a typical diffractometer.

Analyzing the case in which $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = \alpha = \beta$, it can be verified that the FWHM varies with α ; and L with α^3 . It means that if α takes small values to diminish the FWHM, the intensity could be decrease drastically.

Caglioti [5] suggests the following approach in order to choose the collimators to obtain the better relationship between the FWHM and the brightness:

$$\alpha_1 < \alpha_2 < \alpha_3 \quad (6)$$

With the same objective, Hewat [4] proposes

$$\alpha_1 = \alpha_3 = \alpha \quad (7)$$

$$\alpha_2 = 2\beta \quad (8)$$

and

$$\beta = 2\alpha \quad (9)$$

In Table 1 some typical values of characteristic parameters of neutron diffractometers are presented [3].

TABLE I

Type of diffractometer	λ (Å)	FWHM (2 θ)°	U(deg.)²	V(deg.)²	W(deg.)²
Medium resolution	2.5	0.35 - 0.0	2.1	-1.6	0.40
High resolution	1.9	0.15 - 0.3	0.15	-0.34	0.33

Table 1. Parameters of characteristic neutron diffractometers, medium and high resolution.

3. RESULTS

3.1 Diffractometer Alignment

For the coarse adjustment a laser beam was used, while fine tuning was performed by employing the neutron beam.

With assistance of the laser, it was found that the axis of the exit port of the reactor did not intercepted the axis 1 of the diffractometer (Fig. 2). It was also found that both, the height of the diffractometer and the height of the axis of the reactor port were not the same. The axes of the several goniometers were not in the right positions.

After the correction of the above problems, and with the purpose of comparing the new optics with that used up to 1996, just three optical elements were used to obtain a thermal spectrum of the nuclear reactor; the monochromator crystal, the Soller α_2 and the detector. The nuclear reactor power was of 300 kW during these measurements.

A notable increment in the intensity was observed, as can be seen in the thermal spectra of the Fig. 3. Curve 1 was measured in 1995. Curve 2 was obtained under the new conditions and can be observed an increment of almost 12 times. This fact allowed to introduce a collimator with $\alpha_1 = 20$ min. in the position S_1 , increasing the resolution. The spectrum captured using this Soller is shown in the curve 3.

3.2. Theoretical Calculations of Resolution and brightness. Comparison with Experimental Data

The JNIN diffractometer has a detector input of 144 min. Applying the criterion proposed in the introduction, then peaks width lesser of 72 min. (FWHM) are used in order to carry out a reliable texture measurement.

The mathematical modeling of the FWHM and brightness was made by applying Caglioti-Hewat criterion, and by varying α , β and θ_M , as well as the wavelength of the incident neutrons. Because in the Eqs. 1 to 3 mediates the angle of Bragg of the selected {hkl} family of lattice

spectrum is typical of a group of metals and alloys characterized by having a high crystalline symmetry.

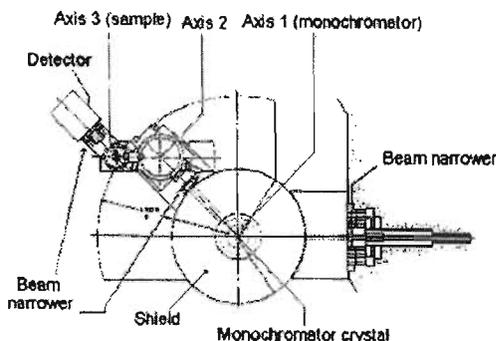


Figure 2 Detailed Optics. ININ's diffractometer.

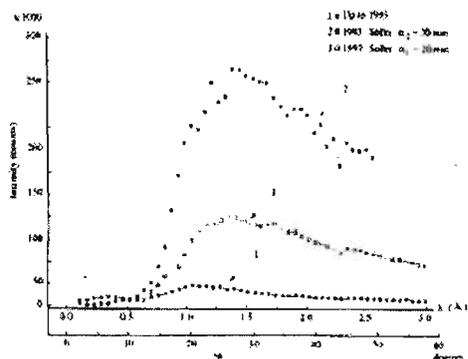


Figure 3 Thermal Spectrum.

The monochromator crystal in use at the ININ's neutron diffractometer is a Union Carbide ZYC 10.2 x 5.1 x 1.6 cm of pyrolytic graphite, with $\beta=60$ min., oriented with the (002) as reflecting plane.

The FWHM was modeling as a function of the optical components before mentioned. During the calculations, the neutron wavelength was fixed at $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$. This value belongs to the maximum of the distribution function of the nuclear reactor spectrum.

Table II shows the experimental and theoretical values. The collimators used in each case are also listed. The difference for the FWHM is of 20% (mean value). This difference, although large, is of the same order that that found in global measurements of textures performed by several laboratories [6]. It is not possible to make a direct

comparison between the first and third columns, since the first refers to the calculations of the brightness, as long as the third is the measured intensity, and there is a proportionality factor [5] that has not been determined in this work. However, the equivalent data in those columns have a similar behavior.

TABLE II

Theoretical		Experimental		Collimators (min.)		
I (min. ⁻²)	FWHM (min.)	INTENS. (Counts)	FWHM (min.)	α_1	α_2	α_3
5903.	146	58	87	20	69	10
2873.	90	91	104	20	30	10
5746.	92	146	84	20	30	20
11806.	148	225	106	20	69	20
8619.	94	306	88	20	30	30
17710.	149	454	114	20	69	30
23545	121	917	152	20	30	82

Table II. Theoretical and experimental values of FWHM and Intensities.

The best option to choose the optical components, in terms of the compromise brightness-resolution, is given by the set of collimators $\alpha_1 = 20$, $\alpha_2 = 30$ y $\alpha_3 = 20$ min. Although the corresponding FWHM (84 min.) is larger than the required (72 min.), it allows to continue the analysis.

As consequence that the maximum of diffraction does not remain completely inside the window detector, it is esteemed an error of 6% in the measurements of textures.

In order to improve even more the optics two extra studies about the resolution were done. The firsts one destined to observe the change of the FWHM when β decreases, and the second to study the FWHM variation as a function of the wavelength of the incident neutrons.

Figure 4 shows the FWHM as a function of 2θ for two mosaic widths; $\beta = 30$ and $\beta = 60$ min., calculated for the actual type of monochromator for the same diffraction planes. There can be seen that between the curves there is almost not differences, it means that if the actual monochromator is substituted by another of the same material, even if β had a small value, the FWHM would not be improved, and probably there could be a decrease in the intensity.

Results from modeling the FWHM in function of the wavelength are shown in Fig. 5. During calculations, the values associated with the maximum {220} of the Fe-50% alloy, and the optical parameters $\alpha_1 = 20$, $\alpha_2 = 30$, $\alpha_3 = 20$ and $\beta=60$ min., were keep constant. In this figure it is easy to see that a decrease of neutron wavelength will cause a decrease of the FWHM and therefore, an improvement in the resolution. However, if a wavelength $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$ is used instead of 1.4 \AA , the intensity decreases

in 33%. Table III show a comparison between some of the experimental and theoretical values of the FWHM for several values of the wavelength. INT-MAX is the measured intensity and INT-% the percent intensity, taking 370 counts like 100%. The experimental and theoretical value of β was 60 min.

λ (Å)	Experimental		Theoretical	
	WHM (min.)	INT-MAX	INT-%	WHM (min.)
1.40	91	370	100	96
1.05	82	250	67	83
0.94	81	150	40	82
0.82	67	110	29	81

Table III. Theoretical and experimental FWHM and intensities.

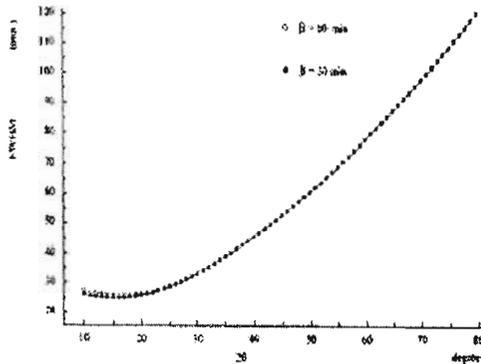


Figure 4 FWHM for two values of β .

3.3 Measurement of Pole Figures

From the analysis of the Fig. 5 and results summarized in table 3, it was decided to use $\lambda = 1.05 \text{ \AA}$ and the collimators were set at $\alpha_1=20$, $\alpha_2=30$ y $\alpha_3=20$ min to measure pole figures.

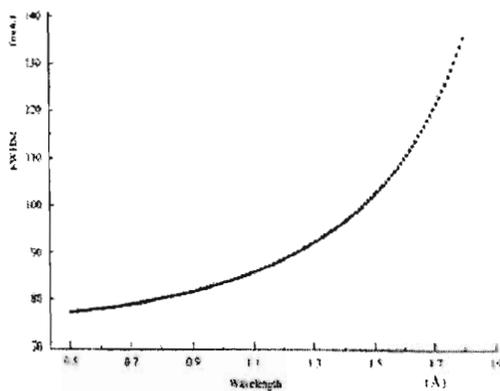


Figure 5. FWHM vs. Wavelength.

Table III

Figure 6 shows the pole figs. [7,8] corresponding to the {111} planes of a cold rolled Fe-50Ni alloy, obtained by both, X rays and neutron diffraction [9]. The last by using the previously discussed optics. Keeping in mind the characteristic discrepancies of both techniques [10], i.e. mesuration in surface and in volume, one can say in a first approach, that the ININ's neutron diffractometer can be used to measure pole figures of substances with not overlapped maxima, like metals and alloys of high crystalline symmetry.

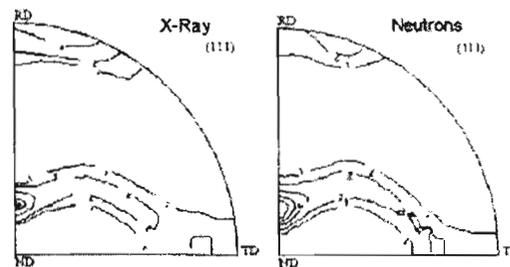


Figure 6. Pole Figures from Fe50%Ni.

3.4. Suggestions for a Future Improvement of the Optics

The last mathematical modeling performed was that of the resolution like a function of the Bragg angle of the monochromator. It was supposed a cooper monochromator with $\beta = 30$ min., and the neutron wavelength $\lambda = 1.4 \text{ \AA}$. The calculations were done maintaining constant the rest of the parameters. The behavior of the FWHM is observed in the fig. 7. It is evident that for a cooper monochromator the FWHM will be smaller than that of the graphite monochromator (see Fig. 5).

Accordingly the optics could be improved if the following step are taken;

- a) Substitute the actual monochromator of pyrolytic graphite by another with its maxim of diffraction at higher angles, a smaller mosaic width, and a larger thickness.

b) To install a position sensitive detector to improve the statistics without making too large the time of the global mensuration.

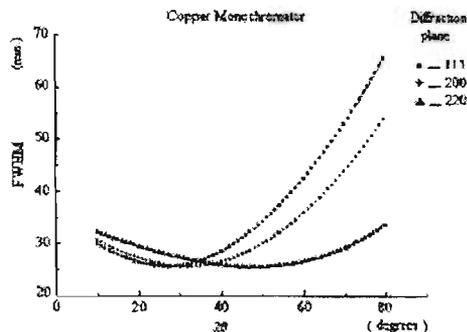


Figure 7. FWHM for different β .

4. CONCLUSIONS

1. As a result of the alignment and for the set of collimators selected an intensity improvement of almost 600% was achieved as can be seen comparing the curve 2 with the curve 1 of the Fig. 4.
2. The resolution was optimized, and made possible to measure poles fig.s with an error better than 6% in the mensuration of the integrated intensity.
3. The mathematical modeling suggests that in the future the optics can be improved substituting the actual monochromator by one having smaller mosaic width β and largest diffraction angle.
4. The actual FWHM of 84 min. suggests, according to Table 1, that the diffractometer of the ININ could be classified like one of medium resolution.

5. REFERENCES

1. E. Bacon, *Neutron Diffraction* (Clarendon Press, Oxford), 636, (1975).
2. H. P. Klug and L. E. Alexander, *X-Rays Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous materials*. (John Wiley & Sons, New York), 966, (1974).
3. J. Pannetier, *Techniques D'Analyse des Diagrammes de Diffraction des Rayons X et des Neutrons par les Poudres*, (Inst. Laue Langevin, Grenoble), 88, (1995).
4. A. W. Hewat, "Desing for a Conventional High-Resolution Power Diffractometer" *Nuc. Instr. and Meth.* 127, 361-370, (1975).
5. G. Caglioti, A. Paoletti and F.P. Ricci, "Choice of Collimators for a Crystal Spectrometer for Neutron Diffraction". *Nuc. Instr.* 3, 223-228, (1958).
6. H. E. Vatne et al., "Results from Round Robin Test on Textures Measured by X-Ray Diffraction", (Xi'an, China, ed Zhide LIANG; Liang ZUO and Youyi CHU. *Proceedings of the Eleventh International Conference on Textures of Materials. ICOTOM11*, International Academic Publishers) 1, 191-196, (1996).
7. Bunge H. J., *Texture Analysis in Materials Science* (Butterworths), 539, (1982).
8. B.D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*. (Addison-Wesley), 514, (1959)
9. F. Cruz, F. Caleyó, L. Macías and R. Penelle, "Texture Study in 48%Ni-0.5%Mn-Fe Alloys Following Different Thermal Treatments". *International Materials Research Congress, Mexico September*, (1996).
10. H. J. Bunge. "Advantages of Neutron Diffraction in Texture Analysis". *Textures and Microstructures*, 10, 265-307, (1989).

Referencias

- Arzi E. (1997). *Introduction to Neutron Powder Diffractometry*. International Union of Crystallography. www.za.iucr.org/iucr-top/comm/cteach/pamphlets/19/19.html.
- Bacon G. E. (1975). *Neutron Diffraction*. Clarendon Press, Oxford.
- Bunge H. J. and Roberts W. T. (1969). *J. Appl. Cryst.* **2**. 116-128.
- Bunge H. J. (1982a). *Texture Analysis in Materials Science*. Butterworths, London.
- Bunge H. J. (1982b). *Quantitative Texture Analysis*. (ed. H. J. Bunge and C. Esling), Deutsche Gesellschaft für Metallkunde.
- Caglioti G., et al. (1958). *Nuclear Instruments*. **3**, 223.
- Caglioti G., and Ricci F. P. (1962). *Nuclear Instruments and Methods*. **15**, 155.
- Caleyo F., et al. (2001). *The European Physical Journal. Applied Physics*. **15**. 85-96.
- Cruz G. F. (1991). Tesis Doctoral, Universidad de la Habana, Cuba.
- Cruz G. F., et al. (1996). *Texture Study in 48%Ni-0.5%MnFe Alloy Following Different Thermal Treatments*. International Materials Research Congress. Cancun96.
- Cruz G. F., (2004). Comunicación privada.
- Cruz G. F., et al. (1998). *Revista Mexicana de Física*. **44** (3), 222-230.
- Cruz G. F., et al. (1999). *Instrumentation and Development*. **4**, 2. 25-29.
- Chunhua H, Meven M. (2003). *Experimental Report of Neutron Scattering Experiments at the FRJ-2 Reactor*. Institut für Festkörperforschung - KFA - Jülich, Deutschland.
- Hideo T. (1993). *The Rietveld Method* (ed. R. A. Young). IUC, Oxford University Press.
- Hewat A. W. (1975). *Nuclear Instruments and Methods*. **127**, 361.
- Hewat A. W. (2004). *Submitted to World Scientific*. ("Neutron Powder Diffraction and New Materials").
- Humphrerys F. J., and Hatherly M., (1995). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Pergamon.
- Klug H. P. and Alexander L. E. (1974). *X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*. Wiley-Interscience Publication.
- Loopstra B. O. (1966). *Nuclear Instruments and Methods*. **44**, 181-187.
- Lücke K., et al., (1981). *Acta Metallurgica*. **29**. 167-185.
- Matthies S. and Vinel G. W. (1982). *Phys. Stat. Sol.* (b) **112**, K111.
- Matthies S., and Wenk H. R. (1985). *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*. (ed. Hans-Rudolf Wenk). Academic Press Inc. London.
- Matthies S. et al. (1988). *J. Appl. Cryst.* **21**. 285-304.
- Morawiec A. and Pospiech J. (1989). *Textures and Microstructures*. **10**. 243-264.

- Pannetier J.** (1995). *Techniques D'Analyse des Diagrammes de Diffraction des Rayons X et des Neutrons par les Poudres*. Institut Laue Langevin, Grenoble.
- Rodríguez-Carvajal J.** (2001). *FullProf 2000*. Laboratoire Léon Brillouin (CEA-CNRS) CEA/Saclay.
- Sailor V. L., et al.** (1956). *The Review of Scientific Instruments*. Vol. 27, 1, 26.
- Santoro A.** (2001). *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. **106**. 921-952.
- Schaeben H., Prestin J., and Potts D.** (2001). *Wavelet Representation of Diffraction Pole Figures*. International Center for Diffraction Data, Advances in X-ray Analysis, Vol. 44.
- Tarasiuk J., et al.** (1998). *Cryst. Res. Technol.* **33**. 1, 101-118.
- Wenk H. R. and Kocks U. F.** (1987). *Metallurgical Transactions A*. **18A**, 1083-1092.
- Wenk H. R., Johnson G. C. and Matthies S.** (1988). *J. Appl. Phys.* **63** (8), 2876-2879.
- Wenk H. R., et al.** (1998). *J. Appl. Cryst.* **31**. 262-269.
- Young R. A.** (1993). *The Rietveld Method* (ed. R. A. Young). IUC, Oxford University Press.