

dr inż. Feliks STALONY-DOBRZAŃSKI, dr inż. Paweł OSTACHOWSKI
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Kraków
E-mail: pawel.ostachowski@agh.edu.pl

Stereologiczna analiza tekstury jako metoda prowadzenia badań strukturalnych

Stereological analysis of texture as a structural research method

Streszczenie

W pracy zaprezentowano metodę i zastosowanie stereologicznej analizy figur biegunowych rejestrowanych dyfraktometrycznie przy użyciu koła Eulera. Omówiono podstawy, dla których taką analizę należy uznać za uzasadnioną i za wnoszącą nowe informacje w zakresie badań strukturalnych materiałów. Konkluzję, że badania strukturalne prowadzone pokazaną metodą dostarczają zasadniczych lub uzupełniających informacji o strukturze, jej przemianach, a także są pomocne w analizie przebiegu procesów technologicznych wzmocniono wybranymi przykładami. Przywołano powiązanie ze sobą skutków całego procesu z przyczynami strukturalnymi leżącymi w jego wcześniejszych etapach, możliwość badania płynięcia materiału w procesie jego odkształcania a także przypadek ustalenia warunku, którego spełnienie jest konieczne dla uzyskania zadawalającej przydatności materiału do odkształcania w procesach osiowo symetrycznych.

Abstract

This work presents the method of stereological analysis of pole figures registered diffractometrically with the use of Euler's circle. The reasons why such analysis is important and informative for structural research of materials are discussed. The conclusion that structural research conducted with the use of this particular method provides crucial or additional information regarding the structure of materials and its transformations and is helpful when analysing the course of technological processes is illustrated with selected examples. The links between the final results of the technological process and their structural causes occurring at its earlier stages as well as the possibility of observing the flow of a material during its deformation and the case of determining a condition, that needs to be met in order to obtain a material with satisfactory properties to undergo an axisymmetric plastic deformation process are all referred to.

Słowa kluczowe: tekstura, figura biegunowa, analiza stereologiczna

Keywords: texture, pole figure, stereological analysis

1. WPROWADZENIE

Pozyskiwanie nowych informacji, zwłaszcza w dziedzinach technicznych, wymaga badań prowadzonych z pełnym krytycyzmem, najlepiej – gdy to jest możliwe – przy użyciu kilku różnych wzajemnie uzupełniających się metod, z których każda dostarcza innego rodzaju danych. Pozwala to na ogląd badanego zjawiska z różnych punktów widzenia, umożliwiając nie tylko na krytyczną analizę rezultatów, ale i właściwe zestawianie ze sobą wniosków. Wymaga to nie tylko znajomości każdej z użytych metod, przynajmniej w zakresie zasad, na których są one oparte,

1. INTRODUCTION

Obtaining new information, particularly in technical domains, requires a highly critical approach to research, conducted preferably – if possible – with the use of a couple of different, mutually complementing methods, that provide different types of data. Such approach enables to look at a given problem from different points of view, allowing not only for critical analysis of the results, but also for appropriate comparison of conclusions. That in turn, requires not only the knowledge of each methods used, or at least the principles they are based on, but also the ability

ale również umiejętności oceny samego wyniku i co ważne, świadomości znaczenia pozyskanej informacji. Z kolei opracowanie wyników i właściwie wnioskowanie nie jest możliwe bez znajomości wcześniejszego stanu wiedzy. Dopiero złożenie tych elementów umożliwia podjęcie wyważonych prób krytycznego porównywania rezultatów każdego z testów i na zasadne próby ustalenia prawdziwości uzyskanych informacji. Dopiero to prowadzi do poznania nowych elementów wiedzy odnośnie badanego problemu.

Pytanie, co oznacza uzyskany wynik, a także skorzystanie z innej, nowej, wcześniej jeszcze nie stosowanej metodyki badawczej – nabierają podstawowego znaczenia. Również i negacja nowych, proponowanych metod, tylko dla rutynowego, z góry podjętego osądu, co jest poprawne a co nie. Także bezrefleksyjne, rutynowe, traktowanie wyniku pomiarowego uzyskanego w znanej i powszechnie stosowanej metodzie, może prowadzić wprost do fałszywej interpretacji rezultatów badań. Za tym idzie i niewłaściwa ocena rzeczywistości.

W wielu zagadnieniach dotyczących problemów materiałoznawczych (w tym też zjawisk strukturalnych zachodzących w trakcie odkształcania), niezbędne jest porównywanie i analiza wyników badań dostarczających danych pozyskanych ze skali submikroskopowej, mikroskopowej i makroskopowej. I tak, po stwierdzeniu zmian własności mechanicznej – co jest obserwacją uzyskiwaną w odniesieniu do całej testowanej próbki, a więc makroskopową – poszukuje się strukturalnych przyczyn stanu rzeczy. Badania w tym kierunku prowadzi się technikami mikroskopii optycznej, mikroskopii elektronowej (ME) i jej pokrewnymi – czyli zawsze w mikroskali. Techniki obserwacji mikroskopowej lub submikroskopowej – testują lokalne obszary badanego materiału. Rezultaty tych badań trudno uogólnić do skali makroskopowej, nawet tylko w odniesieniu do cech struktury. Zdiagnozowanie w badanej próbce śladów jakiegoś procesu strukturalnego – nie musi wcale implikować uprawnienia do wskazania, iż proces ten występuje w skali decydującej o stanie np. własności mechanicznych jako cechy makroskopowej. Oczywiście technika ME ujawnia takie elementy struktury, bez znajomości których rozpoznanie przyczyn zmian własności nie byłoby w ogóle możliwe – niemniej taka obserwacja od-

to assess the conclusions, and, more importantly, the awareness of the significance of the obtained information. The study of data and drawing correct conclusions, on the other hand, are not possible without the knowledge of the earlier state of the art. All of these elements combined allow for a balanced critical comparison of the results of each test and for valid attempts at determining the genuineness of the obtained information. Only then it is possible to learn new scientific facts about the problem in question.

The question about the meaning of a given result as well as the use of a new, different, research method, never applied before, become the crucial factors. Dismissing newly proposed methods, only because of a routine, assumed approach as to what is correct and what is not, as well as thoughtless, routine understanding of results obtained in a known and commonly used method, may even lead to false interpretation of research results. That, in turn, may lead to incorrect assessment of reality.

Many problems within the materials science and engineering domain (including structural aspects of plastic deformation processes) require the comparison and analysis of data obtained during submicroscopic, microscopic and macroscopic research. Thus, after a change in mechanical properties of a sample is established – which is a macroscopic kind of observation, because it concerns the tested sample as a whole – the structural causes of the change are searched for. This type of research is conducted with the use of optical microscopy and transmission electron microscopy (TEM) and related types of microscopy, i.e. always in micro scale. Microscopic and submicroscopic observation technologies test local areas of a given sample. It is difficult to generalise the results of such tests in a macroscopic scale, even with regards to structural properties of the material only. The fact that a particular structural process occurs in a given sample does not necessarily justify an assumption that the scale of the process is significant enough to determine e.g. the mechanical properties of the material in a macroscopic scale. Of course the TEM technology reveals some structural elements, without which it would not be at all possible to determine the reasons for the changes of properties in materials, nevertheless such observations apply

nosi się tylko do konkretnego submikroskopowego obszaru materiału, a to nie pozwala na wskazanie, iż owa przyczyna strukturalna jest istotnie decydująca. Wszak np. w początkowych etapach rekrytalizacji w objętości próbki można natrafić na obrazy właściwe temu procesowi. Jednak inne preparaty przygotowane nawet z tego samego obszaru, ze względu na to, że frakcja objętości materiału objętego procesem przebudowy struktury, w aktualnym etapie jego rozwoju, jest mała – mogą w ogóle nie zostać ujawnione. Nie pozyskujemy wtedy nawet informacji, iż ów proces przemiany w ogóle się rozpoczął. Na tym etapie, o skutkach obserwowanych we własnościach mechanicznych nie można jeszcze mówić, choć dany proces już trwa.

Można więc stwierdzić, iż przydatne by było uzupełnienie istniejących metod badania struktury wskazaniem takiej techniki badawczej, w której sygnał generowany ze skali submikroskopowej byłby odbierany z makroskopowej objętości materiału.

Tak postawiony wymóg zwraca uwagę na szanse, jakie daje wykorzystanie zjawiska dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Dyfrakcja zachodzi na płaszczyznach krystalograficznych – czyli sygnał jest generowany w skali atomowej, będąc związanym z budową komórki elementarnej. Efekt dyfrakcyjny jest więc generowany w skali submikroskopowej. W trakcie pomiaru prowadzonego na litej, polikrystalicznej próbce, wiązką jest obejmowana makroskopowa objętość próbki. Nie jest co prawda wiadome, z jakiego konkretnego miejsca submikroskopowego pochodzi generowany sygnał – ale wiemy, że pochodzi on z nawet najmniejszego obszaru należącego do makroskopowej próbki a objętego wiązką. W dyfrakcji daje on sygnał informujący o swym istnieniu.

W teście – pomiarze dyfraktometrycznym, spełnienie przez płaszczyznę o danej odległości międzypłaszczyznowej prawa Bragga [1–3] w postaci: $n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$; gdzie: λ – długość fali promieniowania, d – odległość międzypłaszczyznowa, θ – kąt padania wiązki powoduje powstanie efektu dyfrakcyjnego – sygnału. Jego intensywność i rozmiary katowe zależą nie tylko od cech geometrycznych wiązki pierwotnej i rodzaju badanego materiału, ale i od doskonałości krystalitu.

only to a specific submicroscopic area of a given material and do not allow for an indication that the structural reason is in fact decisive. For instance, at the early stages of recrystallization, it is possible to observe images typical for this particular process in a bulk sample. However, in other specimens, even those taken from the same area, such processes might not be revealed due to the fact that the fraction of bulk material undergoing the process of structural reconstruction at the particular stage of development is small. In that case even the information that the transformation process has started is not obtained. At this stage we cannot even talk about the results observed in mechanical properties, even though the process that leads to them has already started.

Therefore, we can conclude that it would be useful to add to existing methods of structure testing such a technology, in which the signal generated in a submicroscopic scale could be received at a macroscopic level of bulk material.

Such a condition draws attention to the possibilities of using the phenomenon of x-ray diffraction. Diffraction occurs in crystallographic planes – i.e. the signal is generated at an atom's scale and is linked to the composition of the primitive cell. Thus, the diffraction effect is generated at a submicroscopic scale. During measurements conducted on a homogeneous polycrystalline sample, the ray covers a macroscopic bulk sample. It is not clear which exact submicroscopic spot the generated signal comes from, but we know that it comes from even the tiniest area that belongs to the macroscopic sample covered by the ray. It signals its existence through diffraction.

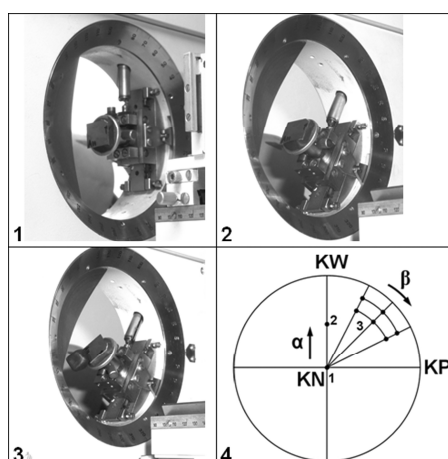
In a diffractometric measurement test, a compatibility of a plane with a given spacing between planes with Bragg's law [1–3] in the form of: $n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$; where: λ – radiation wave length, d – spacing between planes, θ – angle of incident ray, leads to a diffraction effect – a signal. Its intensity and angle measurements depend not only on the geometrical properties of the initial ray and the type of material in question, but also on the excellence of the crystallite.

Na tym opiera się propozycję doświadczenia, w którym nie tylko będzie można testować, w jakich położeniach znajdują się krystality tworzące badany polikryształ (dyfraktometryczne badanie tekstury) [1, 4–7], lecz również będzie też można wyznaczać ich rzeczywistą orientację przestrzenną w większej objętości materiału, wskazywać osie rotacji pojedynczych lub grup krystalitów, a także wnioskować o ich doskonałości [8, 9]. Są to informacje przydatne w rozwiązywaniu wielu zagadnień materiałoznawczych. Krystality, z których zbudowany jest materiał pozostający pod wpływem naprężeń (np. w stanie zgniecionym) i te w stanie wyżarzonym, równowagowym lub te strukturalnie zbliżające się do równowagowego, różnią się cechami uzyskiwanych od nich efektów dyfrakcyjnych.

Zasada pomiaru prowadzonego w dyfrakto-metrze wyposażonym w koło Eulera, sprowadza się do rotacji próbki w stosunku do stałego położenia detektora i wiązki pierwotnej. Położenie detektora spełnia warunek Bragga dla danego, testowanego, rodzaju płaszczyzn i stosowanej długości fali. Rotacja próbki naprowadza na pozycję zgodną z prawem Bragga (czyli powoduje powstanie dyfrakcji) płaszczyzny typu $\{hkl\}$ – o tych samych wartościach d w poszczególnych ziarnach, czy ich grupach. Zaznaczając dane o intensywności dyfrakcji na rzucie stereograficznym, w którym płaszczyznę rzutowania jest powierzchnia zewnętrzna próbki (rys. 1 i 2), otrzymuje się obraz – mapę przestrzennego usytuowania tych płaszczyzn w próbce. Na tak uzyskanej „mapie” kolorem albo stopniem szarości można wskazywać zarejestrowaną intensywność dyfrakcji – co odpowiada gęstości obłożenia tego położenia biegunami badanego typu. Upraszczając, otrzymujemy obraz analogiczny do wyglądu kuli ziemskiej oglądanej od strony bieguna, z zaznaczonymi na sferze położeniami biegunów płaszczyzn badanego typu $\{hkl\}$. Podkreślić należy, że nie jest wiadomym, gdzie, w którym miejscu, znajduje się w próbce płaszczyzna o określonej orientacji. Otrzymuje się jednak informację o jej obecności i cechach.

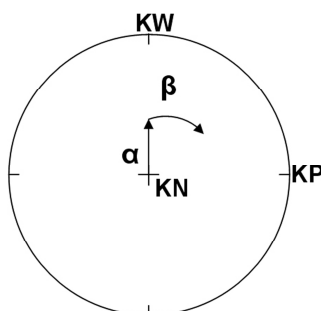
This is the basis for a proposed experiment, which will enable to not only test the location of crystallites that the researched polycrystal is made of (diffractometric texture test) [1, 4–7], but also to determine their actual spatial orientation in a larger bulk of material, determine rotation axes of separate crystallites or groups of crystallites, as well as to conclude about their excellence [8, 9]. These data are useful in resolving many problems in the materials science and engineering. Crystallites that materials remaining under stress are made of (e.g. deformed) and those in the state of annealing, equilibrium or structurally similar to equilibrium, differ in terms of their diffraction effect properties.

The principle of measurements, conducted in a diffractometre equipped with Euler's circle, comes down to a rotation of a sample around a motionless detector and an initial ray. The location of the detector meets the Bragg's condition for a given type of planes tested and the applied wavelength. The sample's rotation puts the $\{hkl\}$ type of planes – with the same d values in separate grains or groups of grains – in a position in accordance with the Bragg's law (i.e. causes diffraction). By marking the data on the diffraction intensity on a stereographic projection, where the projection plane is the outer surface of the sample (Fig. 1 and 2), an image (map) of the spatial location of those planes in the sample is obtained. The registered intensity of diffraction – which corresponds with the density of tested types of poles in the location – can then be indicated on that “map” by colour or gradient of grayscale. In other words, an image resembling the globe pictured from the side of one of its poles with the location of tested types of plane poles $\{hkl\}$, marked on the sphere, is obtained. It is noteworthy that it is not clear where, in which place, the plane with a particular orientation is located in a sample. However it provides an information about its occurrence and properties.



Rys. 1. Kolejne położenia stolika goniometru teksturewego TZ6: 1) $\alpha=0$, $\beta=0$; 2) $\alpha=n$, $\beta=0$; 3) $\alpha=n$, $\beta=m$; 4) zaznaczenie kolejnych położeń goniometru odpowiadających fotografiom 1, 2, 3. Dodatkowo na zdjęciu 3 przyklejoną kostką zaznaczono symbolicznie położenie komórki elementarnej w orientacji jaką napotykamy w materiale [9].

Fig.1. Consecutive positions of a texture goniometer TZ6: 1) $\alpha=0$, $\beta=0$; 2) $\alpha=n$, $\beta=0$; 3) $\alpha=n$, $\beta=m$; 4) marking of consecutive positions of the goniometer corresponding with photos 1,2,3. Additionally, in photograph 3 the added cube marks the symbolic location of the primitive cell with the orientation observed in the material.



Rys. 2. Sposób prezentacji danych w „układzie goniometru” dla obrotów koła Eulera wykonywanych w goniometrze teksturewym (TZ6) [9]

Fig.2. Data presentation within the „goniometer layout” for the rotation of Euler’s circle in a texture goniometer (TZ6) [9]

Uzyskany doświadczalnie obraz można traktować jak rodzaj wyobrażenia struktury, na którym podane położenia przestrzenne testowanych biegunów pozwalają na ocenę wcześniej wymienionych cech krystalitów budujących badany polikryształ.

Zazwyczaj, opisaną technikę pomiarową stosuje się do tego, by wskazać w polikryształe grupę (lub grupy) krystalitów, które tworząc polikryształ, zajmują zbliżoną orientację (lub orientacje), którą (lub które) można nazwać preferowaną (preferowanymi), czyli spotykaną (spotykanyymi) częściej niż inne.

The image obtained through the experiment can be treated as a structural model, containing the spatial location of tested poles, which allow for the assessment of the aforementioned properties of crystallites that the researched polycrystal is made of.

The presented measurement technology is usually used to indicate a group (or groups) of crystallites, which, when creating the polycrystal structure, take an approximate orientation (or orientations) that can be called “preferred orientation(s)”, i.e. occurring more often than others.

Dostosowując interpretację uzyskanego wyniku pomiarowego, dąży się do z góry przyjętej chęci opisanie orientacji idealnej. We właściwej ku temu procedurze [3, 4, 7, 10] określa się nie tylko, jaka to jest orientacja, a nawet ilościowo – jaka część objętości próbki jest zajęta w materiale przez krystality o danej orientacji. Opisuje się jakościowo i ilościowo stekstrowanie materiału jako cechę statystyczną struktury. Preferowaną orientację – opisywaną zresztą na różne sposoby – nazywa się składową tekstury [1, 6].

W tym sposobie interpretacji rezultatów doświadczenia odnosimy się do statystycznego rozkładu orientacji i ten – jako rezultat pomiaru, w którym wskazuje się przestrzenne usytuowanie krystalitów – jest opisywany dostępnym aparatem pojęciowym (opis orientacji wskaźnikami lub położeniem biegunów idealnego monokrystalu). Wynika to z pewnej konieczności. Płaszczyzny i proste sieciowe nie są bezpośrednio widoczne, stąd idealizacja opisu rezultatu do naszych wyobrażeń i opis oparty na tej idealizacji wydaje się być uprawniony.

Do tego samego wyniku testu można też podejść inaczej. Obraz figury biegunowej, można potraktować jak rodzaj obserwacji strukturalnej dokonywanej na takich elementach, jak prosta i płaszczyzna sieciowa, bez poszukiwania idealizacji wskazywaniem tekstury jako cechy statystycznej. By jednak taka „struktura” mogła być skutecznie obserwowana, należy – dla zwiększenia rozdzielczości uzyskanego obrazu – zmniejszyć krok kątowy, o jaki w czasie pomiaru jest zmieniane położenie próbki, zmniejszając rozmiaryątowe sieci pomiarowej, oraz przygotować narzędzia obróbki obrazu. Obraz o małej rozdzielczości może nie być czytelny. Tylko zwiększenie rozdzielczości rejestracji „obrazu” choć nadal uzyskiwanego drogą pośrednią (usytuowanie sieci „widzimy” nie bezpośrednio, a za pośrednictwem dyfrakcji) umożliwia obserwację jego cech morfologicznych. Obraz można potraktować jak rodzaj wyobrażenia „struktury”, na podobieństwo mikrostruktury uzyskiwanej w technikach mikroskopowych, tyle że nie odnoszącej się do morfologii granic i powierzchni ziarn, a do ich cech krystalograficznych.

W tym sposobie interpretacji pomiaru położenia sieci nie dąży się do uzyskania informacji o statystycznym rozkładzie orientacji, choć przeprowadzenie stosownej procedury opracowania

The adjustment of the interpretation of an obtained measurement result is an attempt to describe an assumed ideal orientation. In an appropriate procedure not only the orientation itself is described, but also its quantitative aspect – how much of the bulk sample is taken by crystallites with a given orientation – is described. The texturing of a material is described both qualitatively and quantitatively as a statistical property of the structure. The preferred orientation – described in many different ways – is called the texture component [1, 6].

This method of interpretation of results applies to statistical distribution of orientations, which, as a result of measurements that indicate the spatial location of crystallites, is described with the available conceptual approach – description of orientations through indicators or through the location of poles in an ideal monocrystal. That is a result of a certain necessity. The lattice planes and lines are not directly visible, therefore the description of results is idealised to match the expectations and the description based on such idealised version seems justified.

There is also a different approach to that test result. The pole figure image can be treated as a type of structural observation of such elements as lattice lines and planes, without looking for idealised description by indicating the texture as a statistical property. However, in order to be able to effectively observe such “structure” – to increase the image resolution – the incremental angle by which the location of sample is changed during the measurements needs to be decreased by decreasing the angle sizes in the measurement lattice and the tools for image processing need to be prepared. An image of low resolution might not be clear enough. Only an increase in the “image” resolution, even though it is still not captured directly (the location of lattice is not “visible” directly, but through diffraction), enables to observe its morphological properties. The image can be treated as a kind of expected “structure”, similar to the microstructure obtained with the use of microscopy – although it does not apply to the morphology of grain boundaries or their surface, but to their crystallographic properties.

This type of interpretation of the lattice locations measurements is not aimed at learning about statistical distribution of orientations, although

wyniku w tym kierunku jest jak najbardziej możliwe, lecz do obserwacji obrazu figury biegunowej jako źródła informacji strukturalnej.

2. CECHY MORFOLOGICZNE OBRAZU PRZYDATNE W ANALIZIE STRUKTURALNEJ

Po zaprezentowaniu przesłanek wykazujących możliwość innego podejścia do rezultatu pomiaru, warto zwrócić uwagę na kilka cech morfologicznych figur biegunowych, które są użyteczne do opisu stanu struktury badanego materiału. Te cechy obrazu, które pozwalają na analizę, pozostają często niezauważalne podczas opracowywania figur biegunowych tylko pod kątem określenia tekstury jako cechy statystycznej. Można to zrozumieć, gdyż w rutynie tylko poszukiwanie statystyki rozkładu orientacji uznaje się za zasadne i poprawne. Nie zauważa się, że siłą rzeczy ta interpretacja w istocie opiera się wprost na dostosowaniu wyniku doświadczenia do cech dostosowujących go do naszej wiedzy (czyli poprzez podanie orientacji idealnych). Cechy morfologiczne, o których mowa, pozostają niezauważone i dla wyobrażeń i dla rutyny stosowania zbyt dużej kątowno siatki punktów pomiarowych (na podstawie, których odtwarzany jest obraz figury biegunowej). Ta – przy ograniczeniach sprzętowych była uznana za wystarczającą do opisu poszukiwanych orientacji idealnych, czyli dla przyjętego, a uznawanego za poprawny, jedynie sensowny sposób interpretacji wyniku pomiarowego.

Inaczej sprawa wygląda, gdy idealizacji liczbowej wcale nie poszukujemy. Chcemy zobaczyć rzeczywistość, a nie jej opis dostosowany do naszej wiedzy i wyobrażeń.

Nie negując potrzeby czy raczej możliwości poszukiwania opisu sytuacji poprzez wskazanie orientacji idealnych, powiedzmy, że taki opis bywa wprost fikcją, nawet nieświadomie wymuszoną przyjętym a priori sposobem interpretacji doświadczenia pomiarowego.

Spróbujemy pokazać charakterystyczne cechy morfologii figur biegunowych, z którymi można się spotkać po ujawnieniu ich dzięki rejestracji promieniowania po dyfrakcji, z użyciem elektronicznego toru pomiarowego o dużej czułości i zastosowaniu programu umożliwiającego

it is definitely possible to apply a relevant procedure to obtain such information, but at observing the image of a pole figure as a source of structural information.

2. MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF THE IMAGE USEFUL IN STRUCTURAL ANALYSIS

Apart from presenting the possibilities of different approaches to the results of measurements, it is worth to point out some morphological properties of pole figures that are useful in describing the structural state of a tested material. These properties are usually omitted when pole figures are researched only in order to determine texture as a statistical property. It is understandable, as routinely only searching for the statistics of orientation distribution is thought to be justified and correct. It remains unnoticed that such interpretation is in fact based on adapting the result of an experiment with the properties that match our knowledge (i.e. by describing ideal orientations). The morphological properties in question are omitted in expected images and in routinely applied lattice of measurement points with overly large angle sizes (on the basis of which the image of pole figures is reconstructed). The latter – due to equipment limitations – was considered sufficient enough to describe ideal orientations that were sought for, i.e. to interpret the measurement result in an accepted and thought to be the only sensible and correct way.

It is a different case though, if the ideal image is not what we are looking for – when we want to see the reality and not its description adapted to our knowledge and expectations.

Without dismissing the need or possibility to describe the ideal orientations, it needs to be said that such a description is often a complete, if unintended, fiction – an a priori accepted way of interpreting measurements.

Our aim is to present typical morphological properties of pole figures that can be revealed by recording the radiation following diffraction with the use of an electronic measurement chain with high sensitivity and an image processing programme [8, 11, 12]. Such an approach to measurement

obróbkę obrazu [8, 11, 12]. Po takim opracowaniu rezultatów pomiarów można analizować cechy morfologiczne obrazu, a także wyróżnić inne cechy ujawniające się na figurze biegunowej. Można to zrobić wybierając każdorazowo do prezentacji wyniku selektywnie: pełny, wysoki lub bardzo niski zakres eksponowanych na obrazie intensywności.

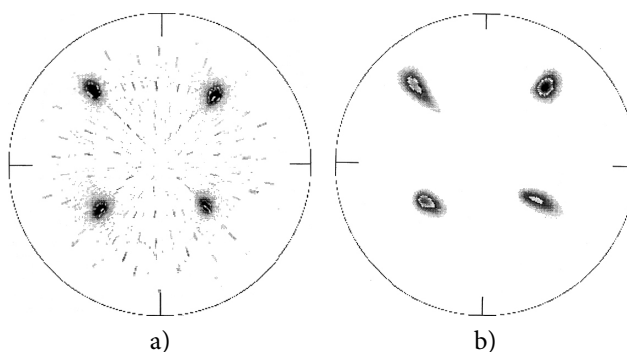
Stosując taką technikę, po dokonaniu rejestracji na monokryształe o dobrej doskonałości, otrzymuje się nie tylko informację o położeniu przestrzennym płaszczyzn testowanego typu, lecz również dzięki równoczesnym zarejestrowaniu słabych dyfrakcji jakie zaszyły na płaszczyznach innych typów, (dzięki istnieniu w wiązce nieskutecznie odfiltrowanych składowych białego promieniowania), uzyskuje się bezpośrednio gotowy rzut stereograficzny ujawniający rzeczywiste położenie sieci tego monokryształu w stosunku do układu referencyjnego KW/KP/KN. Płaszczyzny o innych wskaźnikach niż te, które były testowane (i testowanych odległościach między płaszczyznowych), spełniając warunek Bragga, w położeniach ku temu właściwych, dają dyfrakcję, ale tylko wtedy, gdy w nieodfiltrowanej części promieniowania białego znajdują się długości fal spełniające warunek Bragga, dla tych płaszczyzn. Efektem rejestracji jest w takim przypadku gotowy rzut stereograficzny podający obrazem orientację badanego monokryształu. Idąc dalej w sprzeczności z zasadami pomiaru dyfraktometrycznego, można by było właściwie używać promieniowania białego – a ramię dyfraktometru ustawić pod kątem Braggowskim dla płaszczyzn danego typu i długości fali promieniowania używanej anody tylko dla wzmocnienia intensywności dyfrakcji na wybranych płaszczyznach.

Obraz (rys. 3a) poprzez małe rozmiary pików na figurze dostarcza również informacji o doskonałości monokryształu. Z kolei obraz, jaki został zarejestrowany na monokryształe po odkształceniu (rys. 3b) czyli o mniejszej doskonałości sieci krystalograficznej, nie tylko pozwala na stwierdzenie zaniku refleksów od składowych promieniowania białego (co świadczy o spadku doskonałości struktury monokryształicznej), lecz również ujawnia zniekształcenie, rozmycie pików uformowanych przez bieguny, może ujawnić inne cechy odkształconej sieci.

results enables to analyse morphological properties of the image and to distinguish other properties of the pole figure. That can be done through presenting the result selectively either in full or very high or very low range of displayed intensities.

After registering an image with the use of aforementioned technology on a monocrystal of good excellence both, an information about the spatial location of tested planes as well as (due to simultaneous registration of weak diffraction processes taking place on planes of different types as a result of the existing components of white radiation remaining after unsuccessful filtering process) a final stereographic projection with exact lattice locations of the monocrystal in comparison with the reference system RD/TD/ND are obtained. Planes with different types of indicators than those tested (and different distances between planes) in accordance with Bragg's law when in relevant locations can lead to diffraction, but only if the unfiltered part of white radiation includes wavelengths that are in accordance with Bragg's law for those planes. The registration in that case results in a final stereographic projection indicating the orientation of the tested monocrystal. Acting in a manner contrary to the principles of diffractometric measurements, it would be technically possible to use the white radiation and position the arm of the diffractometre at a Bragg's angle for planes of a particular type and radiation wavelengths for the anode in use, exclusively in order to intensify the diffraction processes in selected planes.

Fig. 3a shows an image providing an information about the excellence of the single crystal due to small sizes of peaks on the figure. The image registered on the single crystal after a deformation process, i.e. with a lower excellence of the crystallographic lattice (Fig. 3b), does not only allow to conclude that the reflects off the white radiation components disappear (which means that the excellence of the single crystal structure is lower), but also reveals a certain distortion – softening of peaks formed by the poles, which can reveal other properties of the distorted lattice.

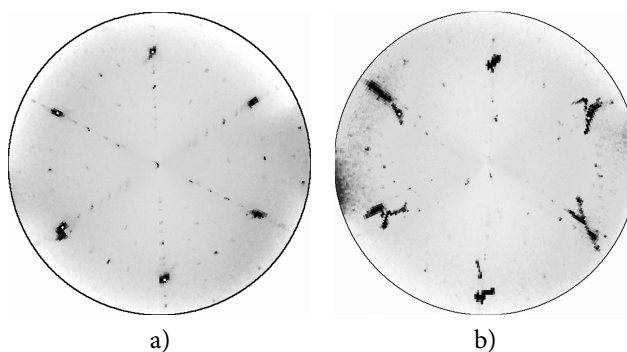


Rys. 3. Figura biegunowa {111} monokryształu Cu: a) przed odkształceniem; b) po odkształceniu przez walcowanie $\epsilon=1.08$; figury biegunowe mierzone z krokiem $1^\circ \times 1^\circ$ [9]

Fig.3. Pole figure {111} of a Cu single crystal: a) before deformation; b) after deformation through rolling $\epsilon=1.08$; pole figures were measured with an incremental angle of $1^\circ \times 1^\circ$ [9]

W przypadku monokryształu heksagonalnego (rys. 4a) o orientacji specyficznej i korzystnej z punktu widzenia ujawnienia pokazanego efektu, obserwuje się trajektorię przemieszczania rejestrowanego bieguna po powstaniu w tym monokryształe zniekształcenia sieci na skutek powstania pasma przejściowego – uruchomienia innego mechanizmu strukturalnego (rys. 4b).

In the case of a hexagonal single crystal (Fig. 4a) with a specific and favorable (in terms of revealing the presented effect) orientation, a trajectory of relocation of the registered pole is observed after a distortion of lattice – a result of the appearance of an interim band, i.e. activation of a different structural mechanism – occurs in the monocrystal.



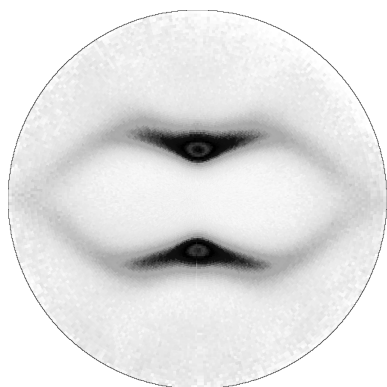
Rys. 4. Figura biegunowa (10-1) monokryształu Zn przed (a) i po odkształceniu (b); figura biegunowa mierzona z krokiem $1^\circ \times 1^\circ$ [9]

Fig.4. Pole figure (10-1) of a Zn single crystal before (a) and after deformation (b); the pole figure was measured with an incremental angle of $1^\circ \times 1^\circ$ [9]

Innym przykładem może być zestawienie obrazów tekstur dwóch różnych stopów aluminium posiadających według formalnego opisu teksturę typu metalu. Ciągły charakter obrazu figury biegunowej na rys. 5 zestawia się morfologią z rys. 6 zbudowaną z pojedynczych silnych i izolowanych od siebie biegunów pozostających w podobnych położeniach. W obu przypadkach formalny opis orientacji stekstrowania jest identyczny. W drugim jednak proces silnego zdrowienia spowodował, iż choć krystalicy nadal są w orientacji pochodzącej ze stanu po odkształceniu walcowniczym to, jako że po zdrowieniu

A comparison of texture images of two different aluminium alloys, which according to a formal description have metal type of textures, serves as another example. A continuous image of the pole figure in Fig. 5 is compared with the morphology in Fig. 6 comprising of separate strong and isolated poles remaining in similar positions/locations. In both cases the formal description of structural orientation is identical. In the second case however, an intense recovery process – even though the crystallites remain in an orientation caused by deformation by rolling and because after recovery the crystallites are

krystality są strukturalnie bardziej zbliżone do stanu równowagowego, mając sieć mniej zdeformowaną, każdy z nich daje odseparowany od innych sygnał. Obraz morfologii figury informuje o zaawansowaniu procesu zdrowienia, a także o tym, że kryształy w trakcie tego procesu generalnie nie zmieniają orientacji.

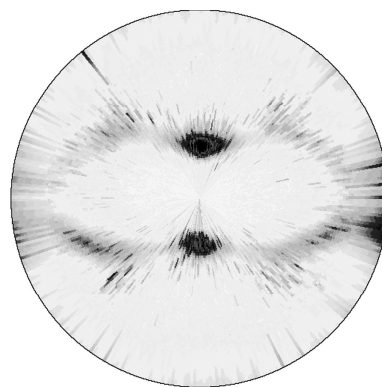


Rys 5. Figura biegunowa {111} blachy ze stopu Al 5182 w stanie twardym; figura biegunowa mierzona z krokiem $1^\circ \times 1^\circ$

Fig. 5. Pole figure {111} of an Al 5182 alloy hard sheet; the pole figure was measured with an incremental angle of $1^\circ \times 1^\circ$

Przy okazji dodatkowo zostaje wyjaśniona sytuacja obserwowana po rejestracji prowadzonej z dużym krokiem kątowym na materiale po zdrowieniu, gdy wynik zostaje opracowany pod kątem określenia preferencji orientacji. Mikroskopowo materiał jest widziany jako drobnoziarnisty, zaś wygląd figury biegunowej sugeruje jego gruboziarnistość (rys. 7a). Staje się widoczne, że rejestracja z dużym krokiem kątowym trafia swymi punktami pomiaru (węzłami sieci) tylko na niektóre, izolowane od siebie piki – co w opracowaniu figury biegunowej podaje błędną w istocie informację o gruboziarności (rys. 7b). Nie ziaren jest mało tylko, mając na uwadze niewielkie różnice orientacji krystalitów przy zastosowaniu siatki pomiarowej o dużych rozmiarach kątowych ($5^\circ \times 5^\circ$), są rejestrowane dyfrakcje jedynie od niektórych z nich, tych które akurat trafiają swym położeniem w węzły siatki pomiarowej.

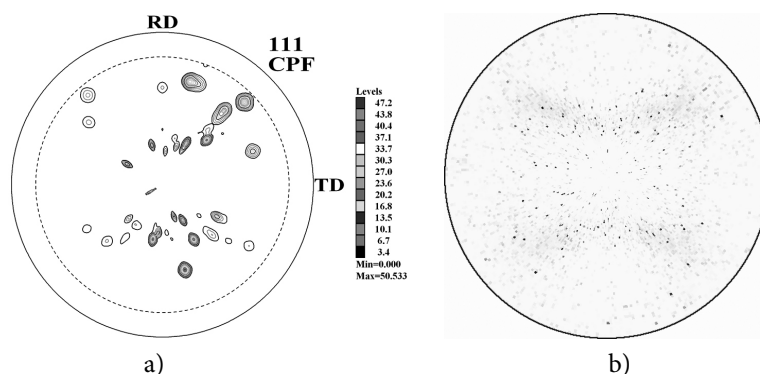
structurally closer to equilibrium as their lattices are less defected – lead to the fact that each crystallite produces a separate signal, isolated from other signals. The morphological image of the figure indicates an advanced recovery process and the fact that the crystals generally do not change orientation during that process.



Rys. 6. Figura biegunowa {111} taśmy ze stopu Al 3003, stan półtwardy; figura biegunowa mierzona z krokiem $1^\circ \times 1^\circ$

Fig. 6. Pole figure {111} of an Al 3003 alloy semi-hard strip; the pole figure was measured with an incremental angle of $1^\circ \times 1^\circ$

At the same time it is additionally possible to explain what is observed after the registration, conducted with a high incremental angle on a material which underwent a recovery process, when the result is interpreted in order to determine a preferred orientation. In a microscopic scale the material is seen as fine-grained, but the image of the pole figure suggests that it is coarse-grained (Fig. 7a). It becomes clear that the measurement points (lattice junctions) during registration with high incremental angle detect only some, isolated peaks – which leads to an in fact incorrect information about the coarse-grained structure of the pole figure during its interpretation (Fig. 7b). The number of grains is not low, but – due to the fact that the differences between the orientations of crystallites are small – when the measurements are made with the use of a lattice with high incremental angles ($5^\circ \times 5^\circ$) the diffractions registered come from only some of the grains – the ones that happen to be in the line of the junctions of the measurement lattice.

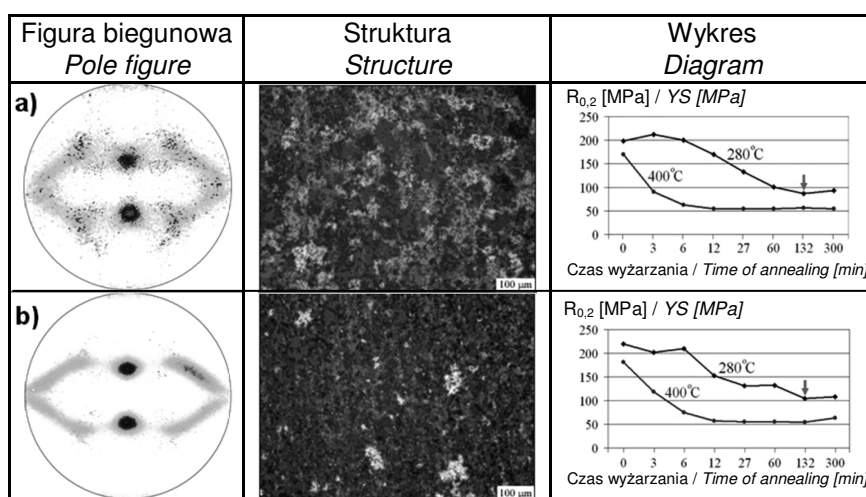


Rys. 7. Obrazy figur biegunowych {111} stopu Al 5754 po odkształceniu walcowniczym na gorąco (warunki przemysłowe – temperatura końca walcowania 357°C); rejestracja w siatce pomiarowej: a) 5°x5°; b) 1°x1° [9]

Fig. 7. Images of pole figures {111} in an Al 5754 alloy after hot-rolling deformation (in industrial conditions – final rolling temperature of 357°C); registration within the measurement lattice: a) 5°x5°; b) 1°x1° [9]

Inny technologiczny przypadek – to ujawnienie skutków strukturalnych w sposobie zachowania się materiału w wyżarzaniu po identycznym odkształceniu walcowniczym na zimno a wywołanych jedynie zmianą temperatury końca walcowania na gorąco (rys. 8). Zastosowanie testu teksturego jako obserwacji strukturalnej pozwala na powiązanie zmian na początku procesu technologicznego z efektami jego zakończenia wskazując różnice strukturalne trudne nawet do interpretacji po standardowej analizie struktur i tekstury jako jej cechy statystycznej [13, 14].

Revealing the structural effects in materials during annealing after an identical deformation through cold-rolling, caused exclusively by changing the final temperature of hot-rolling (Fig. 8) is another example. Observing the structure in a texture test enables to link the changes occurring at the beginning of the technological process with the end-effects shows structural differences that are difficult for interpretation even after a standard analysis of structures and texture as its statistical property [13, 14].



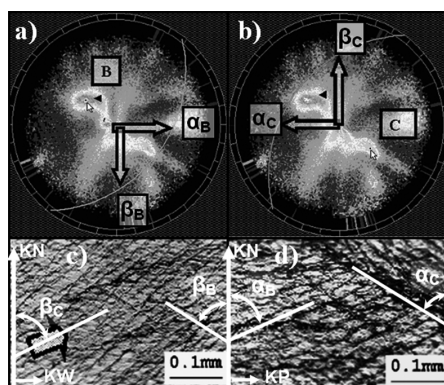
Rys. 8. Zestawienie figur biegunowych płaszczyzn {111} zarejestrowanych z krokiem 1°x1° ze strukturami oraz wykresami zmian wartości granicy plastyczności w funkcji czasu i temperatury wyżarzania dla stopu aluminium 3003 walcowanego na gorąco w 520°C; materiał po walcowaniu na zimno $\epsilon=2.8$:

- temperatura końca walcowania 352°C, stan po wyżarzaniu w 280°C przez 132 minuty;
- temperatura końca walcowania 320°C, stan po wyżarzaniu w 280°C przez 132 minuty [9, 14]

Fig.8. Comparison of pole figures planes {111} registered with an incremental angle of 1°x1° with structures and diagrams showing the changes of yield stress in time and temperature of annealing for aluminum alloy 3003 hot-rolled at 520°C; the material after cold-rolling $\epsilon=2.8$: a) final rolling temperature 352°C, after annealing in 280°C for 132 mins; b) final rolling temperature 320°C, after annealing in 280°C for 132 mins [9, 14]

Na przykładzie brązu B6, odkształcanego przez walcowanie ($\epsilon=1,5$) można z kolei zdemontrować efekty prowadzenia analizy śladów (rys. 9). W opracowaniu symetryzującym ten wynik (co jest racjonalne z punktu widzenia formalnego opracowania tekstury) pod kątem wyznaczenia orientacji idealnej, uzyskuje się informację o ukształtowaniu tekstury typu stopu $\{110\}\langle 112\rangle$. Jak się okazuje, dopiero analiza śladów pokazana schematycznie na rysunku (rys. 9), czyli skonfrontowanie ze sobą obserwacji mikroskopowych i obrazów dokładnie zarejestrowanych figur biegunowych $\{111\}$ pozwala zidentyfikować powierzchnie, po których następuje przemieszczanie się całych bloków materiału następujące w trakcie realizacji odkształcenia w sposób niejednorodny. Jak to uwidoczniło, powierzchnie te można wskazać położeniami ich biegunów. Ślady zaznaczone na figurze biegunowej (rys. 9a, b) na podstawie pomiaru kątów α i β wykonanych na obrazach mikrostruktury bocznej i czołowej (rys. 9c, d) okazują się być śladem płaszczyzny, co jest koincydentne z obrazem figury, na którym biegun znajduje się w maksimum pików teksturowego.

The example of bronze B6, deformed through rolling ($\epsilon=1.5$), enables to demonstrate the effects of trace analysis (Fig. 9). In a symmetrical interpretation of this result (which is a rational approach to a formal interpretation of texture) in the context of determining an ideal orientation – an information about the shape of texture in the type of alloy is obtained $\{110\}\langle 112\rangle$. As it turns out, only the trace analysis presented as a scheme in Fig. 9, i.e. confronting the microscopic observations and exact images of registered pole figures $\{111\}$ enables to identify the planes that whole blocks of material move on as a result of a non-homogeneous deformation process. As shown, the planes can be indicated by the locations of their poles. The traces marked on the pole figure (Fig. 9a, b) as a result of α and β angles measurements conducted on the side and frontal microstructure images (Fig. 9c, d), turn out to be the trace of a plane, which is coincidental with the image of a figure, in which the pole is located in a maximum value of a texture peak.



Rys. 9. Brąz B6, odkształcany przez walcowanie ($\epsilon=1.5$). Figury biegunowe $\{111\}$ (a, b). Ślady zaznaczone na figurze biegunowej na podstawie pomiaru kątów α i β wykonanych na obrazach mikrostruktury bocznej (c) i czołowej (d) okazują się być śladem płaszczyzny, której biegun znajduje się w maksimum pików teksturowego (a) [9].

Fig. 9. Bronze B6 deformed through rolling ($\epsilon=1.5$). Pole figures $\{111\}$ (a, b). Traces marked on the reciprocal pole figure as a result of α and β angles measurements conducted on images of side microstructure and frontal microstructure (d) turn out to be a trace of a plane, whose pole is located in the maximum value of texture peak (a) [9].

Powyższe badania mogą być też przywołane jako jedne z tych, które pozwalają na wskazanie, że zjawisko niejednorodnego odkształcenia wyjaśnia przyczyny, dla których materiały o identycznej sieci (RPC) – w wyniku odkształcenia walcowniczego zyskują różne tekstury – raz typu metalu (np. Cu) a raz stopu (mosiądz). W jakości-

The aforementioned research also enables to point out that the phenomenon of non-homogeneous deformation explains why materials with identical lattice (BCC) obtain different textures as a result of a rolling deformation – sometimes metal textures (e.g. Cu) and sometimes alloy textures (e.g. brass). In a qualitative texture analysis,

ciowej analizie tekstury składowa typu stopu $\{110\}\langle 112\rangle$, jak się okazuje, pojawia się wraz z udziałem mechanizmu niejednorodnego odkształcenia [15], co jest zbieżne z informacjami literaturowymi [16–18].

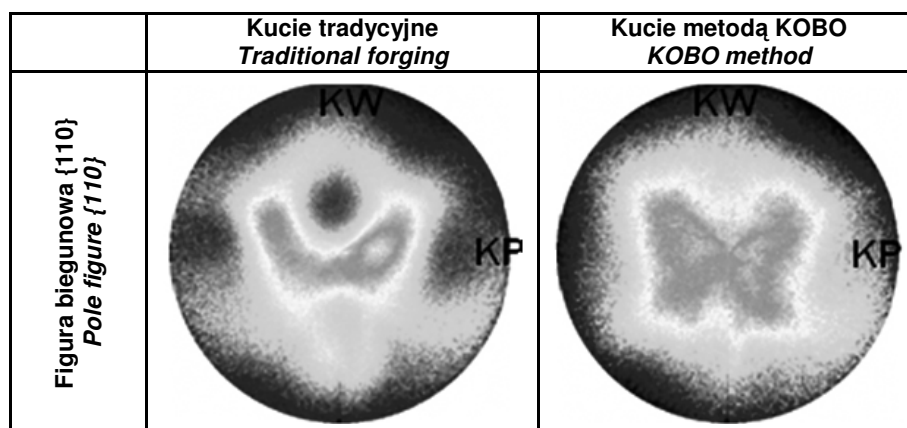
Pokazywana tu technika badawcza była też pomocna w analizie płynięcia i w wyjaśnieniu roli temperatury w procesie KOBO umożliwiającym nadawanie ekstremalnych odkształceń na materiałach trudno odkształcalnych [19–25], w analizie płynięcia materiału w trakcie kucia kół zębatych [22, 23] a także w rozwiązywaniu problemu powodów zmiennej przydatności tulei otrzymywanych różnymi drogami technologicznymi do ciągnięcia rur miedzianych [26, 27].

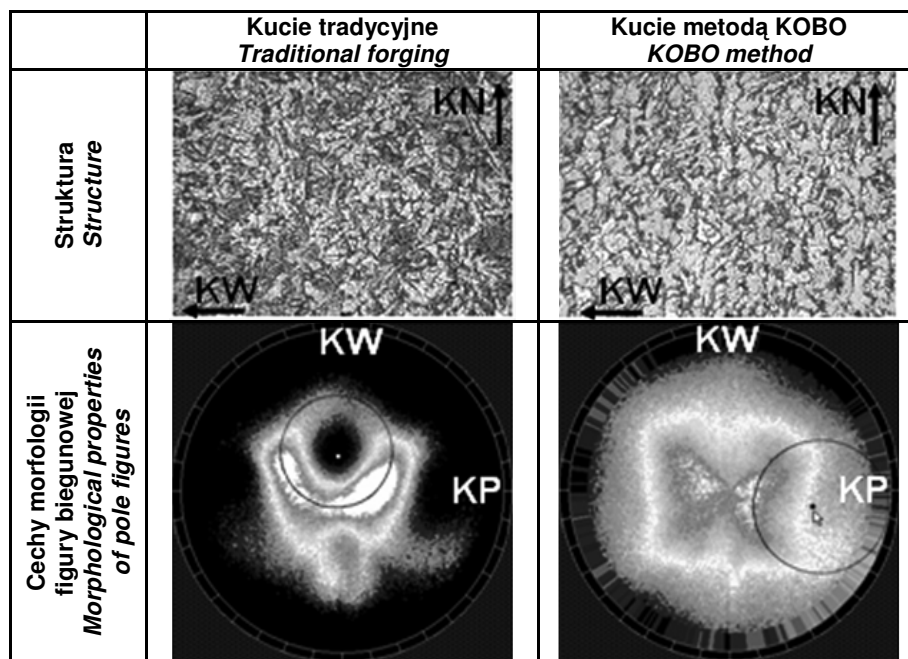
Omawiając przypadek analizy płynięcia w trakcie kucia kół zębatych należy przytoczyć obserwacje dokonane na przekroju zęba dla dwóch różnych realizacji procesu kucia. Rys. 10 ujawnia różnice w sposobie płynięcia odkształcanego materiału. Pokazane zestawienie obrazów figur biegunowych wskazuje (co jest zaznaczone kołem małym i jego biegunem w każdym z przypadków) na różne położenia przestrzenne osiowo symetrycznej strugi płynącego metalu wymuszonej różnymi sposobami nadawania odkształcenia. Położenie bieguna koła małego wskazuje kierunek osiowo symetrycznego płynięcia strugi materiału wymuszonego w trakcie kucia tradycyjnym i w metodzie KOBO. Jest widoczne, jak różnie w obu przypadkach jest kierowana struga materiału wypełniająca matrycę w trakcie procesu. Należy zwrócić uwagę, iż zaproponowana metoda badawcza podaje informację o płynięciu materiału, a ta innymi metodami byłaby trudnodostępna w tak bezpośredni sposób.

the alloy type component $\{110\}\langle 112\rangle$, as it turns out, appears simultaneously with the non-homogeneous deformation mechanism [15], which correlates with published data [16–18].

The research technology presented in his work has also been helpful in the flow analysis and the explanation of the role of temperature in the KOBO process, which allows for extreme deformations of materials of low-malleability [19–25], in the material flow analysis during cogwheel forging [22, 23], as well as finding the reasons for unstable usefulness of copper pipes, obtained in different technological processes [26, 27].

When it comes to the flow analysis during cogwheel forging it is important to point out some of the observations made on a cog intersection during two different types of forging processes. Fig. 10 shows the differences in the flow of the deformed material. The presented comparison of pole figure images shows different spatial locations of axi-symmetrical stream of flowing material, forced by different ways of deformation (which is marked by a circle of a sphere and its pole in each case). The pole location of the circle of a sphere shows the axi-symmetrical direction of the flow of the stream, forced during the traditional forging method and during the KOBO method. It is clear that the stream of material in the die is directed differently in both cases during the processes. It is noteworthy that the proposed research method provides data about the flow of material, which otherwise wouldn't be as readily available.





Rys. 10. Zestawienie figur biegunowych {110}, struktur i cech morfologicznych ich obrazu, dla dwóch sposobów kucia – konwencjonalnego i z zastosowaniem rewersyjnie skręcanej matrycy [9]

Fig. 10. Comparison of pole figures {110}, structures and morphological properties of their image for two different types of forging – conventional and with the use of reverse twisted die [9]

W przypadku produkcji tulei przeznaczonych do wytwarzania rur miedzianych, został ujawniony warunek konieczny dla uzyskania materiału, który będzie podatny do dalszej przeróbki plastycznej. Na podstawie tych wyników zaproponowano korektę oprzyrządowania stosowanej technologii otrzymywania rur instalacyjnych pozwalająca na opracowanie procedury technologicznej pozbawionej etapu wyciskania na gorąco [26, 27].

Przytaczając następane badania z zastosowaniem analizy stereologicznej figur biegunowych, można wskazać na poślinkowaniu nią w analizie struktury i tekstury blach Al-Li-Cu [28].

Nietypowym zastosowaniem – specjalnie pod tym kątem zmodyfikowanej i rozwijanej w trakcie prowadzenia eksperymentu metody badawczej odwołującej się w swej podstawie do obserwacji prowadzonych dyfraktometrycznie z użyciem koła Eulera, był cykl pomiarów zmierzających do wyjaśnienia zmian własności ceramiki korundowej i cyrkonowej pod wpływem tzw. kuleczkowania, ze wskazaniem strukturalnych przyczyn destrukcji osiągniętego stanu. Kuleczkowanie jest technologicznym sposobem uzyskiwania materiałów ceramicznych o najwyższej twardości i specjalnych własnościach. Problemem badawczym było nie tylko wyjaśnienie me-

In manufacturing fittings for copper pipe production, a precondition for obtaining a material that can undergo further plastic deformation processes was revealed. Based on these results, a correction of the technological instruments used for copper pipes production was put forward, which enables to establish a technological procedure without a hot extrusion stage [26, 27].

Further research with the use of stereological analysis of pole figures allows for the structural analysis of Al-Li-Cu sheets [28].

An unusual application of the presented research method – specially modified and developed during the experiment and based on diffractometric observations with the use of Euler's circle – was used in a cycle of measurements aimed at understanding the changes of properties in corundum and zirconia ceramics under the influence of so called shot-peening with the indication of structural causes to the obtained destruction state. Shot-peening is a technological process of obtaining ceramic materials of particular hardness and specific properties. The research was aimed at explaining the mechanism behind obtaining such high properties as well as

chanizmu uzyskiwania tych wysokich własności, ale i przyczyn, dla których mamy do czynienia ze zmieniającą się wartością graniczną uzyskiwanego stanu, po którym następuje gwałtowny spadek własności – nazywany przekuleczkowaniem [29–31].

Ostatnie ze wskazanych tu zastosowań opisywanej w niniejszym artykule metody badawczej są jedynie sygnalizowane, ich szczegółowe opisywanie czyniłoby opracowanie zbyt obszernym. Cytowane badania były już przedmiotem oddzielnych publikacji.

3. PODSUMOWANIE

Stereologiczna analiza obrazu figury biegunowej uzyskiwanej w dyfraktometrycznym badaniu materiałów z użyciem koła Eulera, może być użyta w wielu, też i technologicznych przypadkach jako zasadniczy lub pomocniczy sposób pozyskiwania informacji o strukturze, jej przemianach, a także do analizy przebiegu procesów technologicznych.

the causes of changing borderline values of the state, after which a rapid decrease – called overpeening – in the properties occurs [29–31].

The aforementioned application of the research method presented in this work is only outlined, as its detailed description would make this article far too broad. The research quoted above is included in separate publications.

3. SUMMARY

Stereological analysis of pole figure conducted as a result of diffractometric tests of materials with the use of Euler's circle can have a variety of applications, including technological processes, as a main or additional way of gathering information about the material's structure, its transformations as well as part of an analysis of the technological processes themselves.

LITERATURA / REFERENCES

- [1] Coulomb P.: *Tekstura w metalach o sieci regularnej*. PWN, Warszawa 1977.
- [2] Kelly A., W. Groves G.: *Krytalografia i defekty kryształów*. Tłum. S. Górczyca, A. Korbel, PWN, Warszawa 1980.
- [3] Cullity B.: *Elements of X-ray diffraction*. Addison – Wesley Publishing Company, London 1959.
- [4] Hansen J., Pośpiech J., Lücke K.: *Tables for texture analysis of cubic crystal*. Springer–Yerlag Berlin, Heideberg New York 1978.
- [5] Pawlik K., Pospiech J., Lücke K.: *The development of a new direct of ODF reproduction from pole figures and its testing with the help of model functions*. Eight International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8) 1988 ed. by J.S. Kallend and G. Gottstein, s. 105–110.
- [6] Bunge H.: *Mathematische methoden der texturanalyse*. Akademie – Verlag, Berlin 1969.
- [7] Roe R.: *Description of crystallite orientation in polycrystalline materials. General solution to pole figure inversion*. *Journal of Applied Physics* no. 36 (1965), s. 2024–2031.
- [8] Stalony-Dobrzański F., Czapnik P.: *Sposób wyznaczania figury biegunowej w dyfraktometrycznym badaniu tekstury*. Patent PL Nr 182318 (31.12.2001).
- [9] Stalony-Dobrzański F.: *Zastosowanie stereologicznej analizy tekstury w badaniach strukturalnych*. Wydawnictwa Naukowe AGH, Kraków 2008.
- [10] Jura J.: *Zastosowanie funkcji modelowych w ilościowej analizie tekstur metali o sieci regularnej*. *Metalurgia i Odlewnictwo* nr 148 (1993), Kraków.
- [11] Labotex–2 The Texture Analysis Software. www.labosoft.com.pl.
- [12] Musiał W.: *Elektronika Jądrowa*. www.w-musial.home.pl.
- [13] Stalony-Dobrzański F.: *Zastosowanie testu teksturewego do obserwacji strukturalnych efektów wyżarzania rekrystalizującego*. *Rudy i Metale Nieżelazne* nr 48 (2003), s. 505–509.
- [14] Śliwiński T., Stalony-Dobrzański F.: *Warunki obróbki cieplnej blach walcowanych na zimno ze stopu aluminium w gatunku 3003 na stan wyżarzony* – praca niepublikowana.
- [15] Stalony-Dobrzański F., Bochniak W.: *Effect of the mode of plastic deformation on the formation of the alloy-type texture*. *Scripta Metallurgica et Materialia* nr 32 (1995), s. 2067–2071.

- [16] Korbel A.: *Analiza zjawiska niejednorodnego odkształcenia w roztworach substytucyjnych*. Metalurgia i Odlewnictwo nr 65 (1974), Kraków.
- [17] Berveiller M., Naddari A., Fakri N., Korbel A.: *The role of shear bands in the evolution of copper texture*. *International Journal of Plasticity* nr 8 (1992), s. 857–865.
- [18] Major B.: *Rola ścinania w procesie tworzenia się tekstur w metalach i stopach o sieci Al*. *Metalurgia i Odlewnictwo* nr 112 (1987), Kraków.
- [19] Korbel A., Bochniak W.: *Sposób wyciskania wyrobów zwłaszcza metalowych*. Patent PL Nr 174474 (patent udzielono 31.08.1998).
- [20] Korbel A., Bochniak W., Ostachowski P., Błaż L.: *Visco-plastic flow of metal in dynamic conditions of complex strain scheme*. *Metallurgical and Materials Transactions* nr 42A (2011), s. 2881–2897.
- [21] Korbel A., Bochniak W.: *Lüders deformation and superplastic flow of metals extruded by KOBO method*. *Philosophical Magazine* nr 93 (2013), s. 1883–1913.
- [22] Stalony-Dobrzański F., Hanarz R.: *Obserwacje płynięcia materiału w procesie prasowania kół zębatych*. *Rudy i Metale Nieżelazne* nr 51 (2006), s. 201–206.
- [23] Bochniak W., Korbel A., Szyndler R., Hanarz R., Stalony-Dobrzański F., Błaż L., Snarski P.: *New forging method of bevel gears from structural steel*. *Journal of Materials Processing Technology* nr 173 (2006), s. 75–83.
- [24] Stalony-Dobrzański F.: *Test teksturowy jako źródło informacji strukturalnej na przykładzie technologii KOBO*. *Rudy i Metale Nieżelazne* nr 47 (2002), s. 519–521.
- [25] Korbel A., Pospiech J., Bochniak W., Tarasek A., Ostachowski P., Bonarski J.: *New structural and mechanical features of hexagonal materials after room temperature extrusion by KOBO method*. *International Journal of Materials Research* nr 102 (2011), s. 464–473.
- [26] Osika J., Stalony-Dobrzański F.: *Badanie wpływu odkształcania na strukturę i teksturę rur mosiężnych pielgrzymowanych na zimno*. *Rudy i Metale Nieżelazne* nr 45 (2000), s. 540–545.
- [27] Stalony-Dobrzański F., Osika J.: *Sposób określania zdolności do dalszej przeróbki plastycznej wsadu z tulei odlewanej w sposób ciągły*. Patent PL Nr 207583 (pat. udzielono 31.01.2011).
- [28] Stalony-Dobrzański F., Pięła K.: *Structure and texture of Al–Li–Cu sheet*. *Aluminium* 79 Jahrgang nr 10 (2003), s. 880–884.
- [29] Tomaszewski H., Godwod K., Diduszko R., Carrois F., Duchazeaubeneix J.: *Shot peening – a new method for improving mechanical properties of structural ceramics*. *Key Engineering Materials* nr 317–318 (2006), s. 277–280.
- [30] Stalony-Dobrzański F., Tomaszewski H., Godwod K., Ostachowski P.: *Badania strukturalne ceramiki korundowej poddawanej kuleczkowaniu wykonane testem teksturowym*. *Rudy i Metale Nieżelazne* nr 52 (2007), s. 829–836.
- [31] Tomaszewski H., Stalony-Dobrzański F., Ostachowski P., Sztwiertnia K., Faryna M.: *Shot peening in structural ceramics*. *Materiały Ceramiczne* nr 62 (2010), s. 266–271.