Исследование структуры и свойств

Физические методы исследования и контроля

УДК 539.26.01

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТАТИСТИЧЕСКОЙ ЗАВИСИМОСТИ ЭЛЕМЕНТОВ ВЫБОРКИ ПРИ EBSD ИЗМЕРЕНИЯХ НА ПОГРЕШНОСТЬ ВЫЧИСЛЕНИЯ ФУНКЦИИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРИЕНТАЦИЙ

© **А. О. Антонова, Т. И. Савелова**[1]

Статья поступила 26 мая 2014 г.

Проведено моделирование статистически зависимых ориентаций специализированным методом Монте-Карло для центрального нормального распределения (ЦНР). Результаты статистического моделирования, сглаженные ядерным методом, представлены в виде трехмерных поверхностей. Сравниваются количественные характеристики функций распределений ориентаций (ФРО): смещение координат максимума ФРО, увеличение значения максимума, отклонение от точной ФРО в метриках L_1 и L_2. Проверена гипотеза о совпадении смоделированной плотности распределения ориентаций с точной с помощью критерия согласия χ^2 для полюсных фигур (ПФ).

Ключевые слова: метод EBSD; специализированный метод Монте-Карло; функция распределения ориентаций (ФРО); статистическая зависимость ориентаций.

В последние годы активно развиваются методы электронной микроскопии, в частности метод дифракции отраженных электронов (EBSD — Electron Back Scattering Diffraction) [1, 2]. Одним из преимуществ данного метода является возможность получать большое количество измерений (порядка 10^4 – 10^7) отдельных кристаллографических ориентаций. Кроме того, метод предоставляет обширную информацию о локальной текстуре материала (микротекстуре): позволяет изучать размеры зерен, границы между зернами, углы разориентации между соседними зернами и глобальную текстуру (макротекстуру). Последнее обстоятельство дает возможность вычислять ФРО и различные ПФ непосредственно из ориентаций отдельных зерен, а не измерений ПФ, получаемых рентгеновским или другими методами [3 – 6]. В настоящее время проводятся исследования, посвященные достоверности получаемых результатов на основе измерений EBSD-техникой. В работах [7, 8] отмечено наличие статистической зависимости при получении ориентировок зерен. В [9 – 12] рассматриваются некоторые вопросы выбора параметров при EBSD измерениях и их влияние на погрешность вычисления ПФ и ФРО.

[1] Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия; e-mail: aoantonova@mail.ru

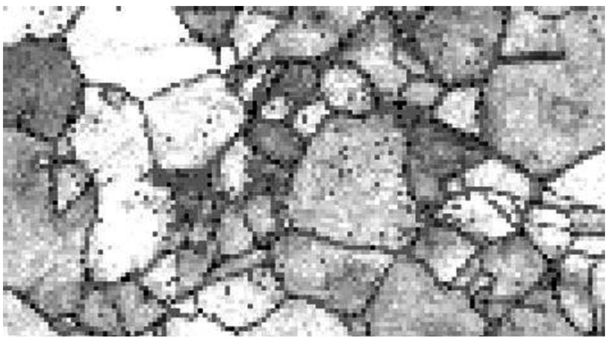

Рис. 1. Неиндексируемые области (EBSD карта стали)

В настоящей работе исследуется влияние статистической зависимости ориентировок в выборке на погрешность вычисления функции распределения ориентаций. Одной из причин появления статистической зависимости является наличие неиндексируемых областей, т.е. областей, в которых при проведении эксперимента не удается определить направления ориентаций. На рис. 1 неиндексируемые области указаны черным цветом ([5], с. 158). Наличие таких областей может быть связано с плохой подготовкой или деформацией образца; ориентировки также плохо определяются на границах зерен. Неиндексируемым областям присваиваются усредненные значения соседних ориентировок. Таким образом, усреднение соседних ориентировок в неиндексируемых областях является одним из факторов появления статистической зависимости между ориентировками. Факт статистической зависимости возникает и при получении ориентации зерна путем усреднения ориентировок, попавших внутрь зерна [1, 2]. Каждый из указанных аспектов измерений влияет на точность результата эксперимента. Для вычисления ориентировок используется специализированный метод Монте-Карло [5], зависимые ориентировки создавались с помощью модели, изложенной в статье [11]. Приводятся количественные результаты сравнения модельной ФРО с точной в однопараметрическом виде в метриках L_1 и L_2, а также для трехмерного случая в метрике L_1. Сравниваются ПФ для ФРО и ПФ, отвечая ориентациям при наличии статистической зависимости элементов выборки, при помощи критерия χ^2.

Цель работы — исследование влияния статистической зависимости ориентировок на ФРО.

Для этого проводилось моделирование зависимых ориентировок специализированным методом Монте-Карло [5], подчиняющихся центральному нормальному распределению (ЦНР) на SO(3) со значением параметра $\varepsilon = 1/2$. Для создания зависимости между ориентациями использовалась модель статистической зависимости элементов выборки, представленная в работе [11]. В численных расчетах учитывалось количество сверток $n = 6$, число моделируемых ориентаций N выбрано равным 500 и 3000 для однопараметрического представления ФРО и трехмерного соответственно.

Центральное нормальное распределение с учетом меры на SO(3) имеет вид [5]

$$f(t) = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1)\exp[-l(l+1)\varepsilon^2] \frac{\sin(l+1/2)t}{\sin t/2} \frac{1}{\pi} \sin^2 \frac{t}{2},$$

$$t \in [-\pi; \pi],$$

$$\cos\frac{t}{2} = \cos\frac{\varphi+\psi}{2}\cos\frac{\theta}{2},$$

$$\text{где } \varphi, \psi \in [-\pi; \pi), \theta \in [0; \pi]. \qquad (1)$$

Везде под точной ФРО будет подразумеваться частичная сумма ряда Фурье (1) с числом слагаемых, определенным из соотношения [5]

$$l_{\max} = \frac{1}{\varepsilon}\sqrt{-\ln \delta_0},$$

что обеспечивает точность вычислений $\delta_0 = 10^{-5}$.

Проведено сглаживание результатов численных экспериментов по статистическому моделированию дискретных распределений при помощи аналога метода Розенблатта – Парзена[12] для функции (1):

$$F_N(t) = \frac{1}{Nh_N}\sum_{i=1}^{N} q\left(\frac{t-t_i}{h}\right), \qquad (2)$$

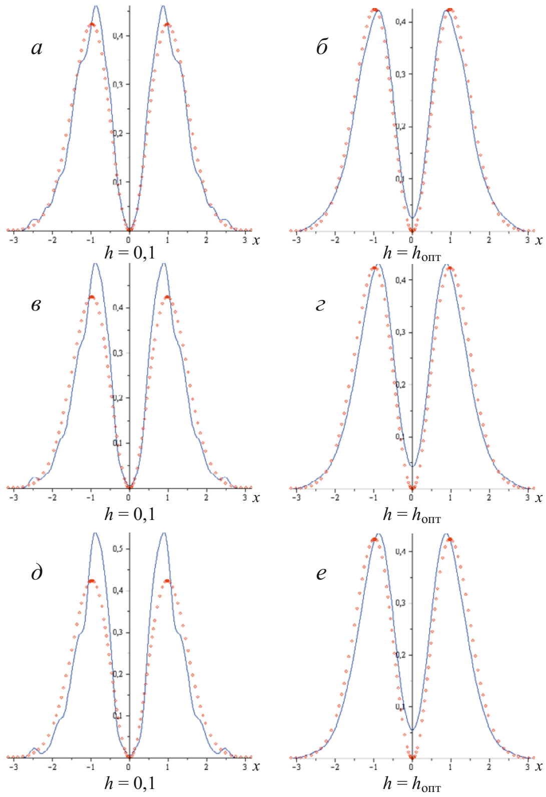

Рис. 2. Однопараметрическое представление ФРО статистической зависимости ориентировок для случаев 2 (*а*, *б*), 3 (*в*, *г*) и 4 (*д*, *е*)

где

$$q\left(\frac{t-t_i}{h}\right) = \frac{\exp\left[-\frac{(t-t_i)^2}{2h^2}\right]}{\frac{1}{2}\int_0^{\pi}\exp\left[-\frac{(t-t_i)^2}{2h^2}\right]dt} \text{ —}$$

сглаживающее ядро; $t_1, ..., t_N$ — исходная выборка из зависимых ориентировок; h — сглаживающий параметр.

Моделировались N_1 независимых ориентировок, затем $N_2 < N_1$ ориентировок брались повторно, $N_3 < N_2$ — из второй группы и т.д.

Были рассмотрены одна независимая и три зависимых ориентации (2 – 4):

1) $k = 3$, $N_1 = 500$;

2) $k = 3$, $N_1 = 250$, $N_2 = 166$, $N_3 = 84$;

3) $k = 6$, $N_1 = 200$, $N_2 = 100$, $N_3 = 80$, $N_4 = 60$, $N_5 = 40$, $N_6 = 20$;

4) $k = 9$, $N_1 = 100$, $N_2 = 90$, $N_3 = 80$, $N_4 = 70$, $N_5 = 60$, $N_6 = 40$, $N_7 = 30$, $N_8 = 20$, $N_9 = 10$.

На рис. 2 представлены графики точной (1) (точки) и модельной функций (2) (сплошная линия) для случаев 2 – 4 соответственно. Рис. 2, *а*, *в*, *д* соответствуют $h = 0{,}1$; рис. 2, *б*, *г*, *е* — $h = h_{опт}$. При $h_{опт}$ достигается минимум отклонения модельной ФРО от точной:

$$h_{опт} = \arg\min_h \|F_N(t) - F(t)\|. \qquad (3)$$

В табл. 1 – 3 представлены основные количественные характеристики получаемых функций распределений ориентаций: смещение координат максимума ФРО, увеличение значения максимума, отклонение от точной ФРО.

В выражении (3) норма бралась в метриках L_1 и L_2, значения $h_{опт}$, определенные для L_1 и L_2, приведены в табл. 2 и 3.

В табл. 2 отклонение ФРО, полученной ядерным методом, от точной определено в метрике L_1:

$$\delta_1 = \min_h ||F_N(t) - F(t)||_{L_1} = \min_h \int_{-\pi}^{\pi} |F_N(t) - F(t)| dt. \quad (4)$$

Табл. 3 соответствует метрике L_2.

$$\delta_2 = \min_h ||F_N(t) - F(t)||_{L_2} = \min_h \sqrt{\int_{-\pi}^{\pi} [F_N(t) - F(t)]^2 dt}. \quad (5)$$

Использование $h_{опт}$ в L_1 (4) или L_2 (5) позволяет уменьшить погрешность в соответствующей норме L_1 или L_2, но при этом предполагает знание точной ФРО $f(t)$, что на практике не выполняется.

Далее используется обобщение метода Розенблатта – Парзена на группу SO(3) с учетом инвариантной меры. В качестве оценки плотности ФРО берется величина

$$F_N(t) = \frac{1}{N(h_N)^3} \sum_{i=1}^{N} q_1\left(\frac{\varphi - \varphi_i}{h}\right) \times$$

$$\times q_3\left(\frac{\psi - \psi_i}{h}\right) q_2\left(\frac{\cos\theta - \cos\theta_i}{h}\right) \quad (6)$$

по выборке зависимых ориентаций q_1, ..., q_N, $q_i = \{\varphi_i, \theta_i, \psi_i\}$, $i = 1, ..., N$, $N = 3000$. Здесь

$$q_1(\varphi) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\Phi(\pi)} \exp\left(-\frac{\varphi^2}{2}\right);$$

$$q_3(\psi) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\Phi(\pi)} \exp\left(-\frac{\psi^2}{2}\right);$$

$$q_2(\cos\theta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\Phi(1)} \exp\left[-\frac{(\cos\theta)^2}{2}\right];$$

$$-1 \le \cos\theta \le 1, \quad 0 \le \theta \le \pi. \quad (7)$$

Полученные ядерным методом оценки ФРО $F_N(t)$ (6), (7) строятся в виде трехмерных поверхностей. На рис. 3 показаны поверхности сечения ЦНР и их изолинии, вычисленные в углах Эйлера (φ, θ, ψ), $-\pi \le \varphi, \psi < \pi$, $0 \le \theta \le \pi$ при $\psi = \pi/2$.

Были рассмотрены одна независимая ориентация и три (2 – 4) зависимых:

1) $k = 1$, $N_1 = 3000$;

2) $k = 3$, $N_1 = 1500$, $N_2 = 1000$, $N_3 = 500$;

3) $k = 6$, $N_1 = 1000$, $N_2 = 800$, $N_3 = 600$, $N_4 = 300$, $N_5 = 200$, $N_6 = 100$;

4) $k = 9$, $N_1 = 700$, $N_2 = 600$, $N_3 = 500$, $N_4 = 400$, $N_5 = 300$, $N_6 = 200$, $N_7 = 150$, $N_8 = 100$, $N_9 = 50$.

На рис. 3, *а*, *б* представлено сечение ЦНР (1) и его изолинии.

На рис. 3, *в* – *з* изображены случаи сечения ЦНР и их зависимые изолинии для зависимых ориентировок 2 – 4. На каждом рисунке изображения соответствуют $h = 0{,}31$. Из полученных расчетов видно, что для восстановленных плотностей характерен эффект смещения max ФРО.

В табл. 4 представлены результаты сравнения количественных характеристик получаемых функций распределений ориентаций: смещение координат мак-

Таблица 1. Количественные характеристики ФРО ($h = 0$)

Группы (случаи)	$\dfrac{\max_t f_N(t) - \max_t f(t)}{\max_t f(t)}$, %	$\min_t f_N(t)$	$\arg\max_t f_N(t) - \arg\max_t f(t)$
2	9,0	0,0048	–0,109
3	17,7	0,0055	–0,092
4	27,2	0,0055	–0,089

Таблица 2. Количественные характеристики ФРО при $h_{опт}$, найденном в метрике L_1

Группы (случаи)	Норма L_1		$\dfrac{\max_t f_N(t) - \max_t f(t)}{\max_t f(t)}$, %	$\min_t f_N(t)$	$\arg\max_t f_N(t) - \arg\max_t f(t)$
	$h_{опт}$	δ_1, %			
2	0,170	10,3	0,1	0,024	–0,101
3	0,240	14,2	–0,1 (стал ниже)	0,050	–0,096
4	0,280	16,5	–0,3 (стал ниже)	0,066	–0,098

Таблица 3. Количественные характеристики ФРО при $h_{опт}$, найденном в метрике L_2

Группы (случаи)	Норма L_2		$\dfrac{\max_t f_N(t) - \max_t f(t)}{\max_t f(t)}$, %	$\min_t f_N(t)$	$\arg\max_t f_N(t) - \arg\max_t f(t)$
	$h_{опт}$	δ_2, %			
2	0,175	5,1	–0,4 (стал ниже)	0,026	–0,099
3	0,225	7,1	1,6	0,043	–0,101
4	0,260	8,5	2,5	0,056	–0,105

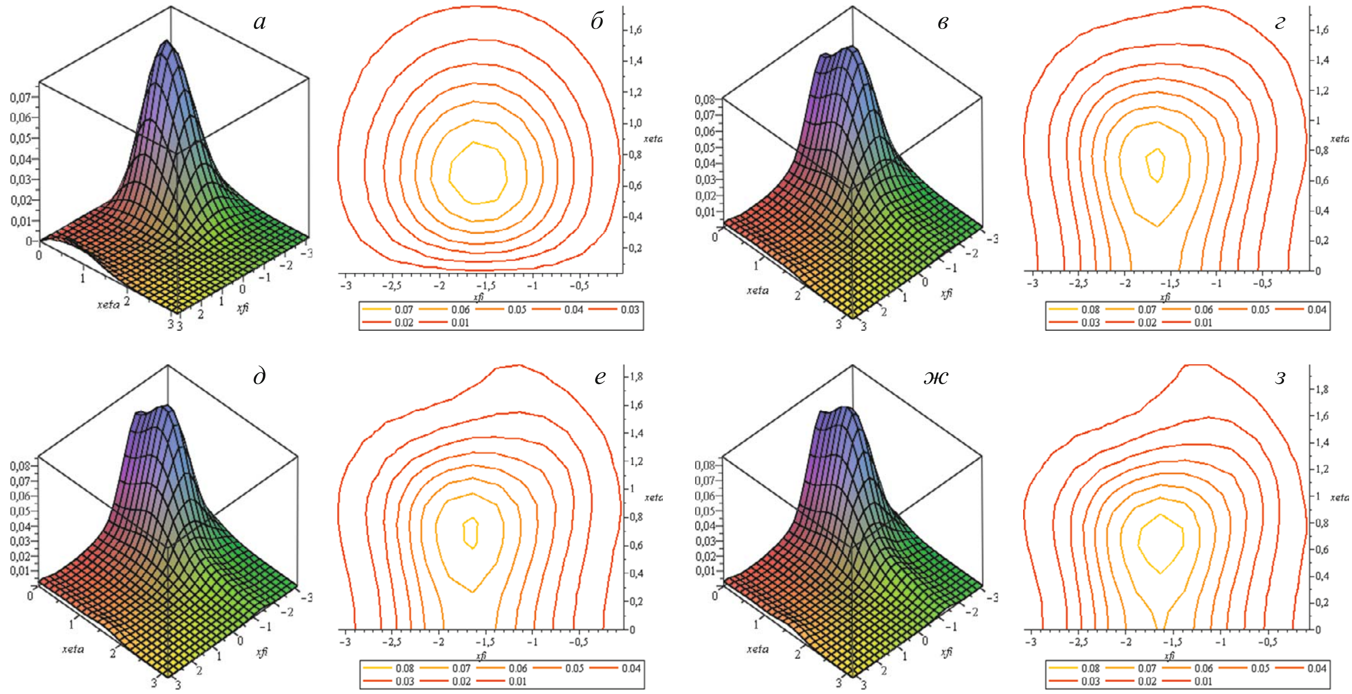

Рис. 3. Сечение точного ЦНР (*а*) и его изолинии (*б*) для случаев 2 (*в*, *г*), 3 (*д*, *е*), 4 (*ж*, *з*) зависимых ориентировок

симума ФРО $\Delta\varphi_{max}$ и $\Delta\theta_{max}$, увеличение значения максимума Δ_{max} (относительно максимума точной ФРО), отклонение от точной ФРО в метрике L_1. Здесь

$$\Delta_{max} = \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f_N(\varphi,\theta) - \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f(\varphi,\theta);$$

$$\Delta\varphi_{max} = \arg_{\varphi} \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f_N(\varphi,\theta) - \arg_{\varphi} \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f(\varphi,\theta);$$

$$\Delta\theta_{max} = \arg_{\theta} \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f_N(\varphi,\theta) - \arg_{\theta} \max_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f(\varphi,\theta);$$

$$||\Delta f||_{L_1} = \int_0^{\pi}\int_{-\pi}^{\pi} |f_N(\varphi,\theta) - f(\varphi,\theta)| d\varphi d\theta;$$

$$\delta = \frac{\int_0^{\pi}\int_{-\pi}^{\pi} |f_N(\varphi,\theta) - f(\varphi,\theta)| d\varphi d\theta}{\int_0^{\pi}\int_{-\pi}^{\pi} f(\varphi,\theta) d\varphi d\theta} \cdot 100\%.$$

Из табл. 4 видно, что с увеличением зависимости ориентировок максимум ФРО возрастает, что объясняется многократным измерением некоторых ориентировок. При увеличении количества зависимых ориентировок и их фактора повторяемости возрастает величина максимума ФРО. В работах [7, 8, 11] отмечается увеличение дисперсии при вычислении ФРО при наличии статистической зависимости ориентировок.

С помощью критерия согласия χ^2 для полюсных фигур проверяется гипотеза о совпадении смоделированной плотности распределения ориентаций с точной. Точная ПФ для ЦНР вычислялась по формуле [5]

$$P_{\mathbf{h}}(\mathbf{y}) = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1)\exp[-l(l+1)\varepsilon^2] P(\cos\tau),$$

$$\cos\tau = (\mathbf{h}, \mathbf{y}), \quad \mathbf{y} = \{\eta, \chi\}, \quad \mathbf{h} = \{\varphi, \theta\}. \tag{8}$$

При выбранном $\mathbf{h} = \{0,0,1\}$ ПФ принимает следующий вид:

$$P_{\mathbf{h}}(\mathbf{y}) = \sum_{l=0}^{\infty} (2l+1)\exp[-l(l+1)\varepsilon^2] P(\cos\chi). \tag{9}$$

По ориентировкам, полученным с помощью численного эксперимента методом Монте-Карло, находятся их проекции на сферу S^2 по формуле $\mathbf{y} = g\mathbf{h}$: (η, χ), $0 \le \eta < 2\pi$, $0 \le \chi \le \pi$. Пространство (η, χ) разбивается на ячейки.

Таблица 4. Количественные характеристики трехмерных ФРО ($h = 0{,}31$)

Группы (случаи)	$\|\|\Delta f\|\|_{L_1}$	δ, %	$\dfrac{\Delta_{max}}{\max\limits_{\substack{-\pi\le\varphi<\pi\\0\le\theta\le\pi}} f(\varphi,\theta)}$, %	$\Delta\varphi_{max}$	$\Delta\theta_{max}$
1	0,030	18,8	–3,4	–0,052	0,052
2	0,057	35,8	6,5	–0,084	0,042
3	0,050	31,4	6,3	–0,084	0,021
4	0,061	38,3	11,6	–0,048	0,006

Таблица 5. Значения статистики Пирсона

ε	Z				$\chi^2_{0,95,,\nu}$
	1	2	3	4	
0,25	36,829	36,829	36,829	66,508	66,339
0,125	11,484	11,484	11,484	20,548	

Для разбиения ПФ составлялась статистика Пирсона:

$$W = N\sum_{i=1}^{\nu+1}\frac{1}{p_i}\left(\frac{n_i}{N}-p_i\right)^2, \qquad (10)$$

где n_i — число ориентировок (η, χ), попавших в i-ую ячейку; N — число полученных ориентировок;

$$p_i = \frac{1}{2\pi}\int_{S_i} P_{\mathbf{h}}(\mathbf{y})\frac{\sin\chi}{2}\mathrm{d}\varphi \mathrm{d}\chi \text{ —}$$

вероятность попадания ориентировки в i-ую ячейку S_i.

Рассмотрено количество ячеек $\nu + 1 = 50$.

Статистики W (10), рассчитанные для разбиения ПФ на ячейки, представлены в табл. 5 для значений параметра ε, равного 1/4; 1/8.

Видно, что для случаев 1 – 3 статистики удовлетворяют критерию согласия с уровнем доверия 0,95, следовательно, гипотеза о совпадении ПФ принимается. В случае 4 критерий согласия не выполняется только при неострой текстуре. Более того, для 1 – 3 статистики совпадают. Таким образом, выявить зависимость ориентировок с помощью критерия χ^2 для ПФ в общем случае не удается.

Таким образом, исследовалось влияние статистической зависимости элементов выборки и функции распределения ориентаций. В работе приведены количественные результаты сравнения модельной ФРО с точной в однопараметрическом виде в метриках L_1 и L_2, а также для трехмерного случая в метрике L_1.

При наличии статистической зависимости ориентировок наблюдается значительное возрастание максимума ФРО, что объясняется увеличением веса ориентировок, которых больше по объему в выборке. Это говорит о возрастании погрешности вычисления ФРО. Увеличение фактора зависимости между элементами выборки приводит к большему повышению погрешности вычисления ФРО.

Предпринята попытка выявления статистической зависимости между элементами выборки по полюсным фигурам, полученным из численного эксперимента, при помощи критерия согласия χ^2. Для рассматриваемых случаев зависимости ориентировок гипотеза о совпадении смоделированной плотности распределения ориентаций с точной принимается с уровнем доверия 0,95 для пяти случаев из шести. Только при текстуре $\varepsilon = 1/4$ и наличии большого фактора повторяемости ориентировок наблюдается невыполнение критерия согласия χ^2 с уровнем доверия 0,95.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Schwartz A. J., Kumar M. and Adams B. L.** (Editors). Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. — New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. — 337 p.
2. **Миронов С. Ю., Даниленко В. Н., Мышляев М. М., Корнева А. В.** Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе / Физика твердого тела. 2005. Т. 47. № 7. С. 1217 – 1225.
3. **Bunge H. J.** Physical Versus Mathematical Aspects in Texture Analysis / Textures and Microstructures. 1996. Vol. 25. P. 71 – 108.
4. **Савелова Т. И., Иванова Т. М.** Методы восстановления функции распределения ориентаций по полюсным фигурам (обзор) / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 78. № 7. С. 25 – 33.
5. **Савелова Т. И., Иванова Т. М., Сыпченко М. В.** Методы решения некорректных задач текстурного анализа и их приложения. — М.: НИЯУ МИФИ. 2012. — 268 с.
6. **Боровков М. В., Савелова Т. И., Серебряный В. Н.** Исследование статистических ошибок рентгеновского текстурного эксперимента по измерению полюсных фигур с использованием метода Монте-Карло / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2005. Т. 21. № 12. С. 19 – 24.
7. **Boogaart K. G.** Statistic for individual crystallographic orientation measurement. PHD thesis. — TU Freiberg, Germany, 2002. — 161 p.
8. **Boogaart K. G.** Statistical Errors of Texture Entities Based on EBSD Orientation Measurements / Material Science Forum. ICOTOM 14. 2005. P. 179 – 184.
9. **Bozzolo N., Gerpach F., Sawina G. and Wagner F.** Accuracy of Orientation Distribution Function Determination based on EBSD data. A case study of a recrystallized low alloyed Zr sheet / J. Microscopy. 2007. Vol. 227. P. 245 – 283.
10. **Сыпченко М. В., Савелова Т. И.** Некоторые проблемы измерений ориентаций отдельных зерен и вычисление усредненных упругих свойств магния / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76. № 6. С. 39 – 44.
11. **Савелова Т. И., Сыпченко М. В.** Оценка точности для восстановления функции распределения зерен по ориентациям для зависимых ориентаций и с учетом размеров зерен / Журнал вычислит. матем. и матем. физ. 2007. Т. 49. № 5. С. 879 – 890.
12. **Савелова Т. И., Сыпченко М. В.** Исследование точности моделирования текстуры поликристалла по данным измерений отдельных ориентировок / Кристаллография. 2010. Т. 55. № 4. С. 744 – 748.
13. **Лагутин М. Б.** Наглядная математическая статистика. — М.: Бином, 2013. — 471 с.