アルミニウム材料の測定とデータ補正

2014年03月15日 *HelperTex Office* 山田 義行 <u>odftex@ybb.ne.jp</u>

- 目次
- 1. 概要
- 2. 測定
 - 2. 1アルミニウムのプロファイル比較
 - 2. 2プロファイル測定
 - 2. 3ロッキングカーブ測定
- 3. 極点測定
- 4. 測定データ補正
 - 4. 1 r a n d o m 測定から d e f o c u s 曲線の作成
- 4. 2バックグランド除去されたTXT2データからdefocus曲線TABLEの作成
- 5. アルミニウムH材のデータ処理
- 6. アルミニウム O 材のデータ処理
- 1. 概要

材料の異方性評価として、古くから X 線による極点測定が行われている。 しかし、参考書が少なく、経験者による指導で測定されているのが現状である。 そこで、アルミニウム材料による測定と測定データ補正、解析と評価を纏めてみます。

測定材料

アルミニウム材、冷間圧延材(H)と中間熱処理材(O)

randomアルミニウム材

2. 測定

2. 1アルミニウムのプロファイル比較

無配向のアルミニウム材、ICDD では

格子定数 4.0494 x 4.0494 x 4.0494 x 90 x 90 x 90 (Cubic-FCC)



(CTR-DataBaseTools-CreateProfile で表示)

2. 2プロファイル測定

極点図測定では、通常、受光モノクロメータは使用しないでフィルター法を用いる プロファイル測定でもモノクロメータ法で測定を行う。

プロファイル測定で、極点測定のピーク2θ確度とバックグランド2θ確度を決定する。 測定条件

X線管球 Cu管球 40kV-50mA (Ni-Filter)
 ゴニオメータ 半径185mmの集中法(θ-θ測定)
 アタッチメント 多目的試料台 (Schulzスリットは用いない)
 発散スリット 1/2deg.(高さ制限10mm)
 散乱スリット 1/2deg.(高さ制限は用いない)
 受光スリット 0.3mm

θ/θscanspeed 5deg./min 0.02deg.ψνζリνζ



赤:random 試料、緑はH材料、青はO材料

(Rigaku-多重記録で表示)

2. 3ロッキングカーブ測定

結晶粒の大きさを評価し、粒径が大きい場合、試料を揺動し、粒径数を増やして測定する。 測定条件

X線管球Cu管球40 kV - 50 mA (Ni-Filter)ゴニオメータ半径185mmの集中法(20固定、0測定)測定20角度プロファイル測定で最大強度20確度アタッチメント多目的試料台 (Schulzスリットを用いる)発散スリット1/2 deg. (高さ制限1mm 又は2mm)散乱スリット7mm (高さ制限スリット5mmを用いる)受光スリット7mm θ scan speed5deg./min 0.02deg.サンプリング

```
O材のロッキングカーブ測定
```



(Rigaku-多重記録で表示)

ロッキングカーブ測定は、極点測定を行う場合のγ揺動条件を判断する目的のため、 測定条件は、実際の極点測定と同じ条件で行います。

O材は、 γ 揺動を行いながら測定を行うので、 γ 揺動1周期(2 s e c.)、のため 反周期以上の β s a c n スピードとする。 3. 極点測定(ファイル名の先頭は反射指数とする)

極点測定は、ピーク位置における正味積分強度測定を目的にしています。 積分強度は、受光スリットを広げて測定を行い、周辺のバックグランドを測定する事で 正味積分強度を算出します。光学系補正のrandom測定と被検試料測定 測定条件

> X線管球 Cu管球 40kV-50mA (Ni-Filter) ゴニオメータ 半径185mmの集中法 (2 θ 固定、 θ 測定) 測定2 θ 角度 プロファイル測定で最大強度2 θ 確度 γ 揺動 ΟN アタッチメント 多目的試料台(Schulzスリットを用いる) 発散スリット 1/2deg. (高さ制限1mm 又は2mm) 散乱スリット 7mm(高さ制限スリット5mmを用いる) 受光スリット 7 mm バックグランド測定20角度 ピーク20角度±3度 β 測定範囲 0度から360度 15度から90度 5degステップ α 測定範囲 バックグランドβ位置 ピーク測定時の最低β位置 測定する反射 {111}、{200}、{220}

Random 試料

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



H材





(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



0材

4. 測定データ補正

測定データの補正には、平滑化、バックグランド削除、RD 補正、極点図対称操作、 吸収補正、defocus補正、強度の規格化があります。 重要なのは、バックグランド削除とdefocus補正です。

4. 1 r a n d o m 測定から d e f o c u s 曲線の作成

Al-random{111}極点図測定例



極点図はα軸、外側0度、中心を90度とした場合、15度から90度測定されている。 極点図、β方向の最大値:青、平均値:緑、最低値:赤



低角度バックグランド:黄、高角度バックグランド:紫で表現すると

(CTR-ODFPoleFigure2-Disp)

緑が、バックグランド除去前にdefocus曲線です。



α角度の低角度部分でピーク強度の広がりの影響度持ち上がっています。 ピーク位置に対して±3degでも、受光スリット7mmではピークの影響を受けます。 受光スリットが広いとdefocus曲線の改善に効果があります。 対策 バックグランド曲線を修正する

MODFPoleFigure2 3.23YT[14/10/31] by CTR	
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet	BGMode Defocus Cond
Files select ASC(RINT-PC)	Measure
Calcration Condition	Straight(Option)
Previous Next C:¥Temp¥Al_random	Defocus(Option)
Backgroud delete mode	Measure(Calc)

ODFPoleFigure2 ソフトウエアの BGMode を Defocus に切り替える



バックグランドもdefocusの影響を受けます。

バックグランドのα軸が高い位置の強度から、バックグランド曲線を予測しています。 予測バックグランド:水色 同じように {200}、{220} も確認する







$\mathcal{N} \mathcal{I} \mathcal{A} \mathcal{B} \mathcal{O} \mathcal{I} \mathcal{I} \mathcal{I} \mathcal{I}$			
¤³ 111	2014/03/13 7:40	RINT200077+-	17 KB
ua 200	2014/03/13 7:40	RINT2000774-	17 KB
u 220	2014/03/13 7:40	RINT2000774-	17 KB
📳 111_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
📳 200_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
🖷 220_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB

バックグランド除去と規格化が行われた TXT2 データ

4. 2バックグランド除去されたTXT2データからdefocus曲線TABLEの作成

M ODFPoleFigure2 3.23YT[14/10/31] by CTR
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode
Files select ASC(RINT-PC) III ASC 200 ASC 220 ASC III ASC 200 ASC 220 ASC
Calcration Condition Previous Next C#Temp#Al_random#111.ASC
Backgroud delete mode Smoothing DoubleMode SingleMo LowMode HighMode Nothing BG defocus DSH12mm*Schulz*RSH5mm Minimum mo
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm V PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp
AbsCalc Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Penetration dep 0.2 cm 2Theta 38.58 deg. 0 1/Kt Profile
Defocus file Select
© Defocus function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm ▼ Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) ▼
DSH12mm+Schulz+RSHbmm
Smoothing for ADC Cycle 2 Points 4 Disp V Asc(Pole) OAsc(Pole) Cancel Calc Exit&ODF ODF
Filemake success !!

複数のファイルを一括選択

▲ 開く	
ファイルの場所(I):	🕕 Al_random 🔹 🦻 🗁 🖽 -
最近使った項 目	111_chFB02S_2 120_chFB02S_2 120_chFB02S_2
デスクトップ	 ファイル名(N): 開((O) ファイルのタイプ(T): *txt*.Txt*.TXT

ファイルを選択すると、計算されたdefocus近似曲線ファイルが登録され、表示される。

O Defocus functions file	C¥Temp¥Al_random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT	
Make defocus function fi	es by TXT2 🛛 Files 🔹 🗹 Standardize 🛛 🚘	

TxtDisp で多項式近似式が表示される。

TextDisplay 1.11S C:¥Temp¥Al_random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT	
File Help	
filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n,mm, 14/03/15 3.10 for DefocusCalc,	
111_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,1.0,0.9964352435013348,0.007548925162447637,-5.991665369836513E-	4,1.87443
200_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,1.0,0.998091162447476,-1.2882822679029194E-4,7.333960461265471E-5	5,-4.66220
220_ChFB02S_2.1X1,16,0.0,5.0,5,1.0,1.0043298675817023,-0.00926070440029016,7.268435158341374E-4	,-2.66770;
	Þ

作成された defocus のホルダ	入力データ		
퉬 defocus	2014/03/15 17:53	ファイル フォル	
4 111	2013/11/22 10:04	生データ	24 KB
E 200	2013/11/22 10:19	生データ	24 KB
E 220	2013/11/22 10:34	生データ	24 KB
B 111	2014/03/13 7:40	RINT2000774-	17 KB
E 200	2014/03/13 7:40	RINT2000774-	17 KB
B 220	2014/03/13 7:40	RINT2000774-	17 KB
111_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
200_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
🖺 220_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB

defocusホルダ

多項式近似ファイル	複数の多項式近似ファイル	E x c e l 表示用ファイル	
🖳 0_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	В
🖳 1_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	в
₽ <u>2_1</u> F	2014/03/15 17:53	- テキスト文書 1 K	в
DEFOCUS_F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	В
🖳 real0_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	В
🖳 real1_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	в
🖳 real2_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書 1 K	В

既に登録されているdefocusデータに対し、別のTXT2を新規登録する場合

00100	
V	Defocus functions file C:¥Temp¥Al_random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT
	Make defocus function files by TXT2 🛛 🔽 🔽 🐨 Files 💌 🖉 Standardize
	ファイル選択画面で、ファイル選択せずに取り消す。

既に計算されているdefocusファイルを選択

O Defocus functions file	
Make defocus function files by TXT2 🛛 🔽 🔽 🐨 Files 🔹 🖉 Standardize	

新たにDEFOCUS. TXTファイルを選択する。

5. アルミニウムH材のデータ処理

M ODFPoleFigure2 3.23YT[14/10/31] by CTR	
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode	
Files select	
ASC(RINT-PC)	
	_hkl
	0,0,0 Change
Backgroud delete mode	Smoothing
📝 💿 DoubleMode 💿 SingleMo 💿 LowMode 💿 HighMode 💿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🔻 🗌 Minimum mo	□ 3 → Arithmetic mean → Disp
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm V Peak Slit 7 BG Slit BG Scope 80 deg. 90 deg. Set Disp	0.0 Interporation - V Full Disp
_ AbsCalc	Г
Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Penetration dep 0.2 cm 2The	eta 0.0 deg. 💿 1/Kt Profile
Defocus file Select	
O Defocus functions file C*Temp*Al_random*defocus*DEFOCUS_F.TXT	TextDisp
Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🕼 Standardize	
○ Defocus function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm	
Defocus function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm	LimitValue=0.0) • 0 1/Ra Protile
Smoothing for ADC Cycle 2 Points 4 Disp Standardize Cycle 2 Points 4 Disp Cance	Calc Exit&ODF ODF

開<	_	2 - Augusta	-	×
ファイルの場所(1):	<u> Aluminum-H</u>	▼	🦻 📂 🛄 -	
最近使った項 目	 a) 111 a) 200 a) 220 			
デスクトップ	ファイル名(N): ファイルのタイプ(T):	"111.ASC" "200.ASC" "220.ASC" *asc.*.ASC.*.Asc	•	開((O) 取消

複数同時選択で極点図とファイル名、指数、測定スリット幅、2θ角度などを表示

Files select ASC(RINT-PC) I11.ASC 200 ASC 220 ASC	
- Calcration Condition	
Previous Next C¥Temp¥Aluminum-H¥111.ASC	,1 Change
Backgroud delete mode	ean 🔹 Disp
Peak slit 70 mm BG Slit 70 mm 🖉 PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp	▼ Full Disp
AbsCalc Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Penetration dep 0.2 cm 2Theta 38.5 deg. 0 1/cm	'Kt Profile

処理条件をセット

24 ODFPoleFigure2 3.23YT[14/10/31] by CTR
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode
Files select ASC(RINT-PC) IIIASC 200 ASC 220 ASC
Calcration Condition Previous Next C¥Temp¥Aluminum-H¥111ASC 1,1,1 Change
Backgroud delete mode
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm 🗹 PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp 1.0 Interporation 🗸 🗌 Full Disp
AbsCalc AbsCalc Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Profile
Defocus file Select Image: Carter of the select Image: Carter of the select Image: Carter of the select Image: Carter of the select of the se
○ Defocus function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm ○ Defocus function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm
Smoothing for ADC Cycle 2 Points 4 Disp Standardize OutFiles TXT(Pole) Asc(Pole) TXT2(Pole) Cancel Calc Exit&ODF ODF

バックグランド条件とdefocus条件を指定する。

表示している極点図のdefocus曲線表示は Profile で行う。



r a n d o m 試料で測定した曲線の逆数を表示している。

この値を測定極点図に掛け合わせて補正を行う。 一般的に、測定20角度が高い、受光スリットが 広いと補正量が少なくなります。

Calc でバックグランド削除とdefous補正が行われる。



入力データファイルとデータ処理されたファイル

1220	2014/03/14 2:45	生データ	28 KB
b 111	2014/03/14 2:46	生データ	28 KB
뼈 200	2014/03/14 2:46	生データ	28 KB
a 111	2014/03/15 8:42	RINT200077+-	22 KB
u 200	2014/03/15 8:42	RINT200077+-	22 KB
u 220	2014/03/15 8:42	RINT200077+-	22 KB
🖳 DefocusMulti	2014/03/15 18:27	テキスト文書	1 KB
📳 111_chB02D1S_2	2014/03/15 18:32	テキスト文書	22 KB
📳 200_chB02D1S_2	2014/03/15 18:32	テキスト文書	22 KB
📳 220_chB02D1S_2	2014/03/15 18:32	テキスト文書	22 KB

6. アルミニウム O 材のデータ処理

同じように Aluminum-O 材を計算する。

上段が入力極点図、下段が処理後の極点図



¹²³ 111	2013/11/22 12:31	生データ	28 KB
뼈 200	2013/11/22 13:20	生データ	28 KB
떡 220	2013/11/22 14:08	生データ	28 KB
a 111	2014/03/13 9:39	RINT200077+-	22 KB
a 200	2014/03/13 9:39	RINT200077+-	23 KB
Ra 220	2014/03/13 9:39	RINT200077+-	22 KB
📳 111_chB02D1S_2	2014/03/15 18:37	テキスト文書	22 KB
📳 200_chB02D1S_2	2014/03/15 18:37	テキスト文書	22 KB
🛍 220_chB02D1S_2	2014/03/15 18:37	テキスト文書	22 KB