

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

odftex@ybb.ne.jp

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 バックグラウンド除去された T X T 2 データから d e f o c u s 曲線 T A B L E 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)
r a n d o mアルミニウム材

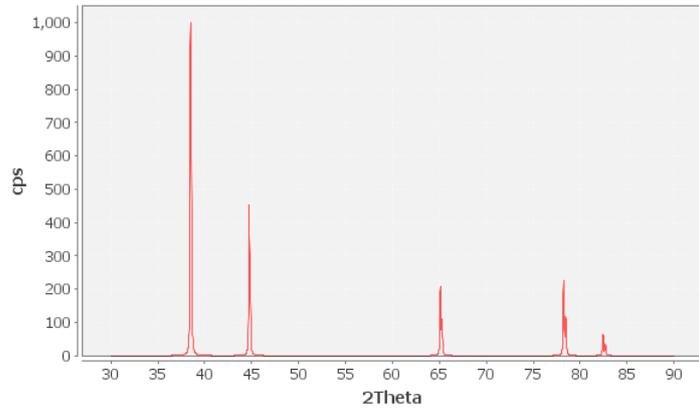
2. 測定

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)

1	1	1	100.0	38.473
2	0	0	47.0	44.722
2	2	0	22.0	65.099
3	1	1	24.0	78.232
2	2	2	7.0	82.439



(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、極点測定のパーク 2 θ 確度とバックグラウンド 2 θ 確度を決定する。

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 185 mm の集中法 ($\theta-\theta$ 測定)

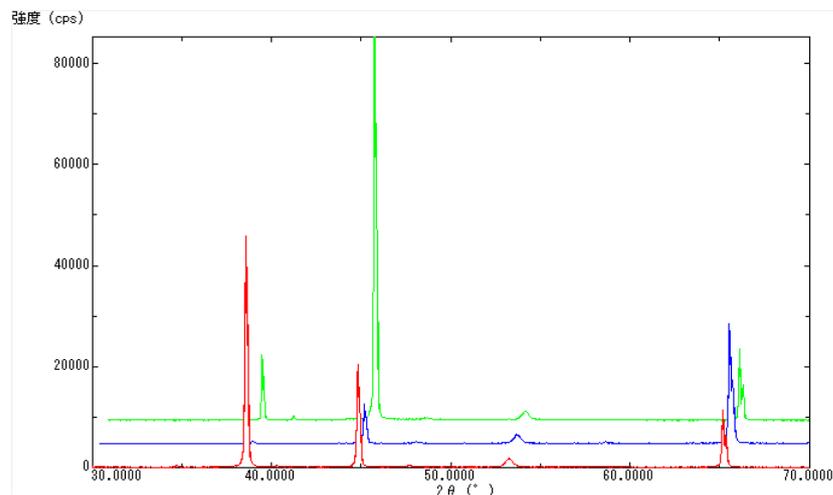
アタッチメント 多目的試料台 (Schulz スリットは用いない)

発散スリット 1/2 deg. (高さ制限 10 mm)

散乱スリット 1/2 deg. (高さ制限は用いない)

受光スリット 0.3 mm

θ/θ scans speed 5 deg./min 0.02 deg. サンプリング



赤 : random 試料、緑は H 材料、青は O 材料

(Rigaku-多重記録で表示)

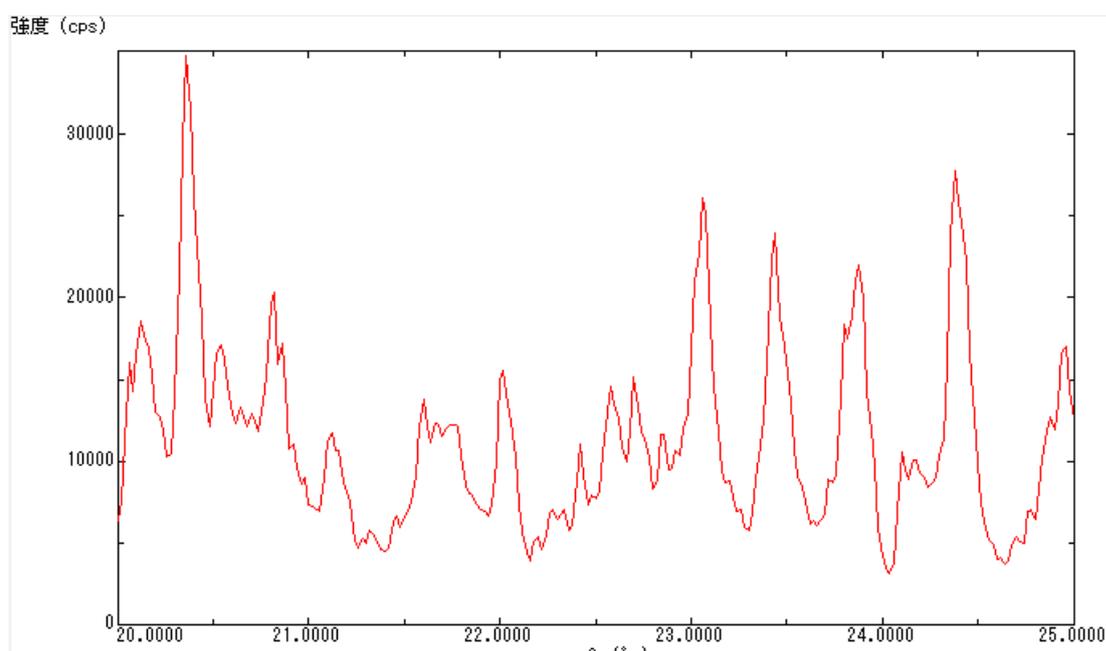
2. 3 ロッキングカーブ測定

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	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	
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 speed	5deg./min	0.02deg.サンプリング

O材のロッキングカーブ測定



粒径が粗大化している事が分かります。

(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(2sec.)、のため反周期以上の β scanスピードとする。

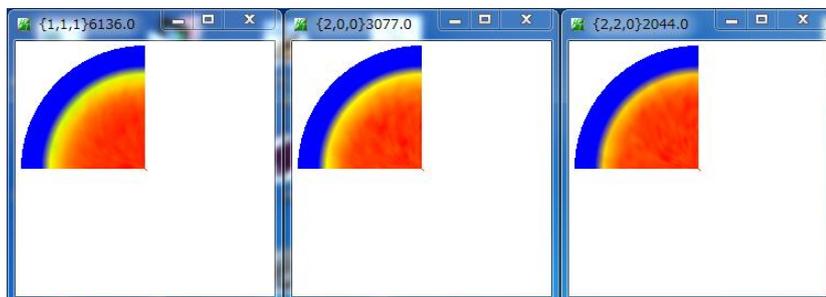
3. 極点測定 (ファイル名の先頭は反射指数とする)

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、周辺のバックグラウ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 r a n d o m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 (2θ固定、θ測定)
測定2θ角度	プロファイル測定で最大強度2θ確度
γ揺動	ON
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	7mm
バックグラウンド測定2θ角度	ピーク2θ角度±3度
β scans speed	180deg./min. 5deg. サンプリング
β測定範囲	0度から360度
α測定範囲	15度から90度 5degステップ
バックグラウンドβ位置	ピーク測定時の最低β位置
測定する反射	{111}、{200}、{220}

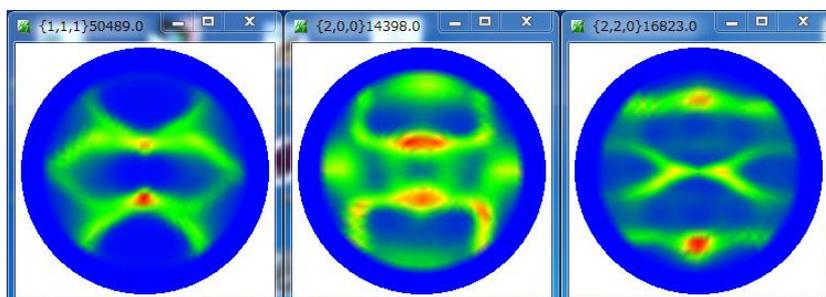
Random 試料

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



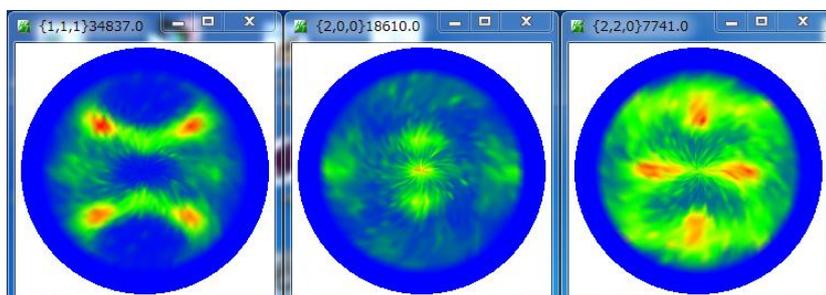
H材

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



O材

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



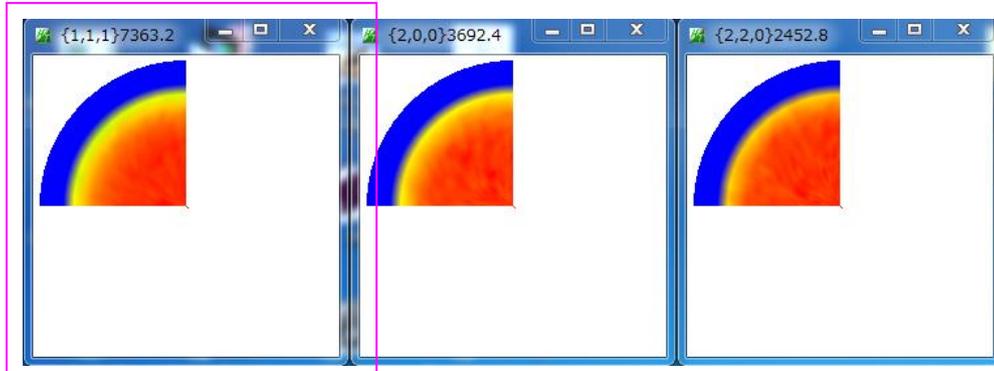
4. 測定データ補正

測定データの補正には、平滑化、バックグラウンド削除、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、バックグラウンド削除とdefocus補正です。

4. 1 random測定からdefocus曲線の作成

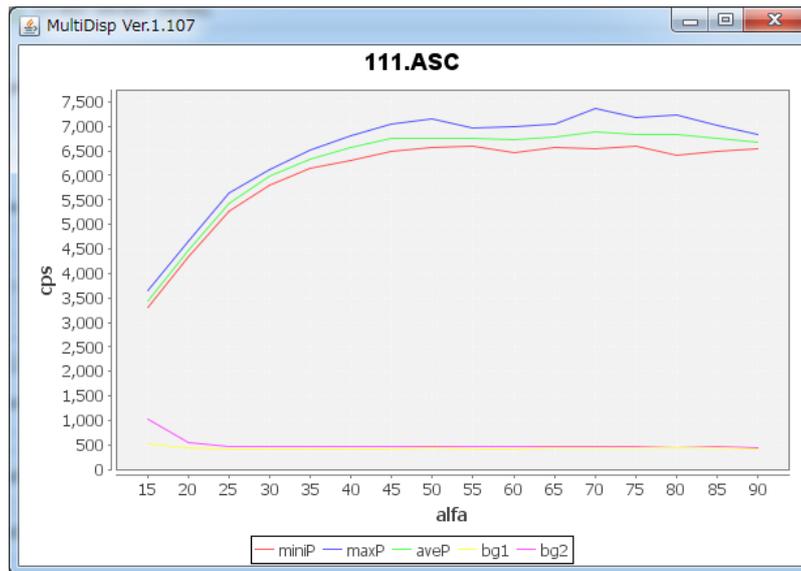
Al-random{111}極点図測定例



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

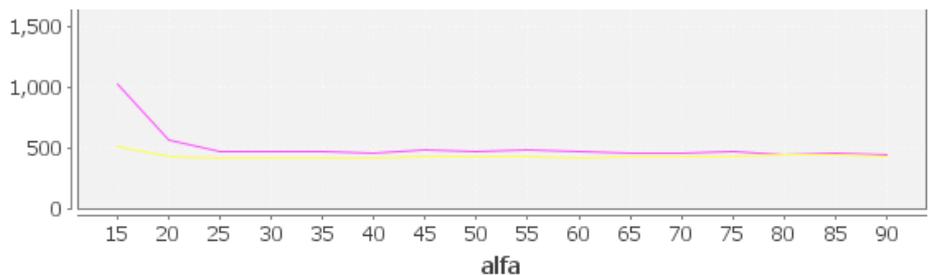
低角度バックグラウンド：黄、高角度バックグラウンド：紫で表現すると



(CTR-ODFPoleFigure2-Disp)

緑が、バックグラウンド除去前にdefocus曲線です。

バックグラウンドを拡大すると

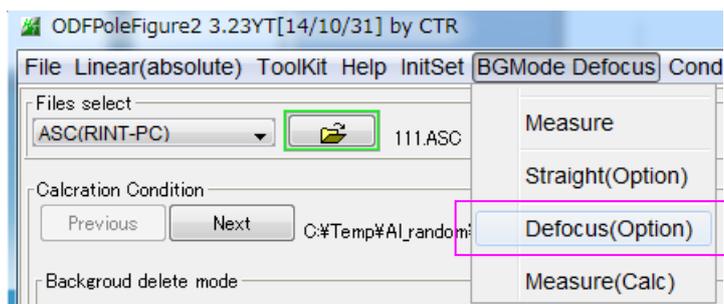


α 角度の低角度部分でピーク強度の広がりの影響度持ち上がっています。

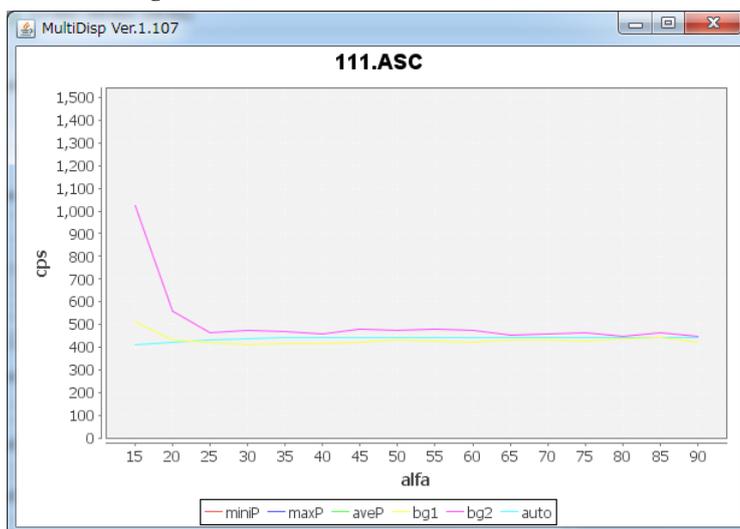
ピーク位置に対して $\pm 3\text{deg}$ でも、受光スリット7mmではピークの影響を受けます。

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 バックグラウンド曲線を修正する



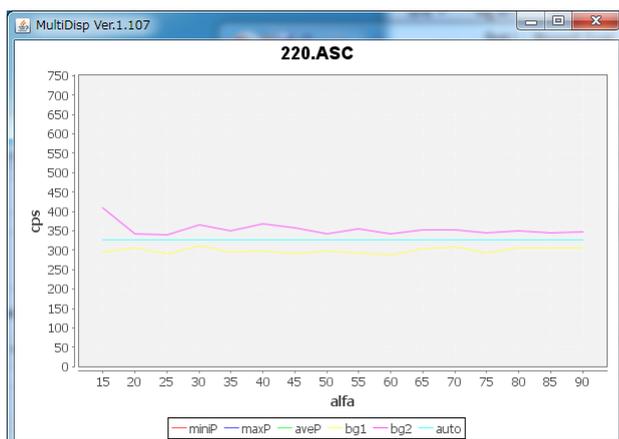
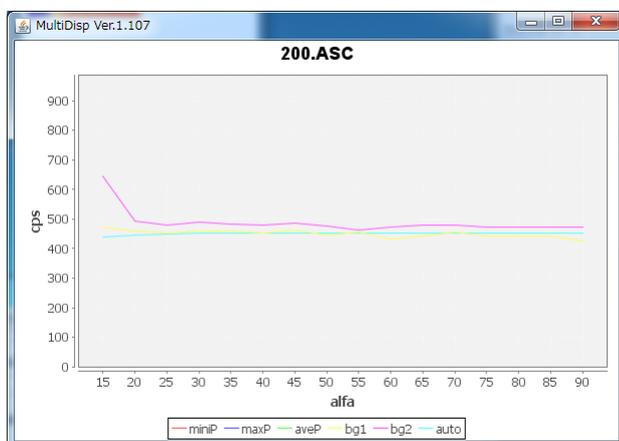
ODFPoleFigure2 ソフトウェアの BGMode を Defocus に切り替える



バックグラウンドも defocus の影響を受けます。

バックグラウンドの α 軸が高い位置の強度から、バックグラウンド曲線を予測しています。

予測バックグラウンド：水色 同じように {200}、{220} も確認する



defocus 補正曲線は、バックグラウンド除去のみを行います。

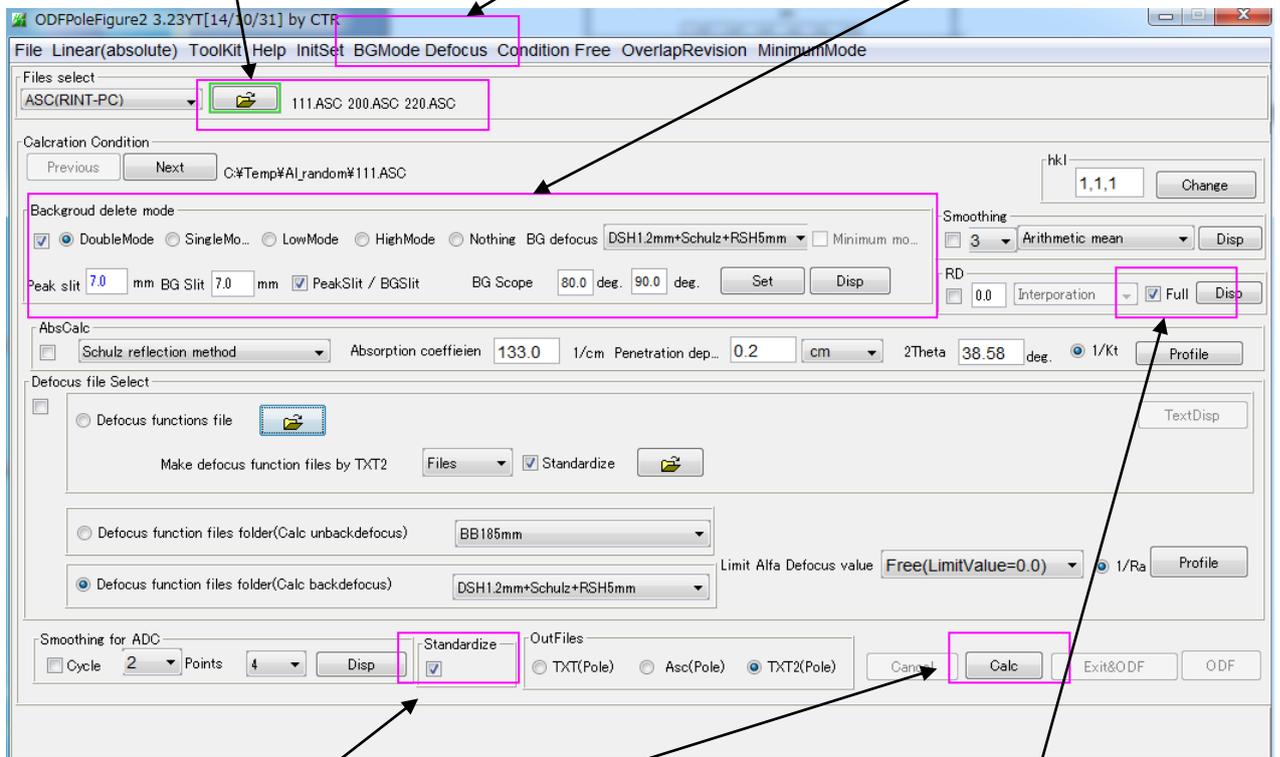
ODFを目的なら、強度の規格化を行います。

ODFPoleFugre2 の場合

複数の ASC ファイルを選択

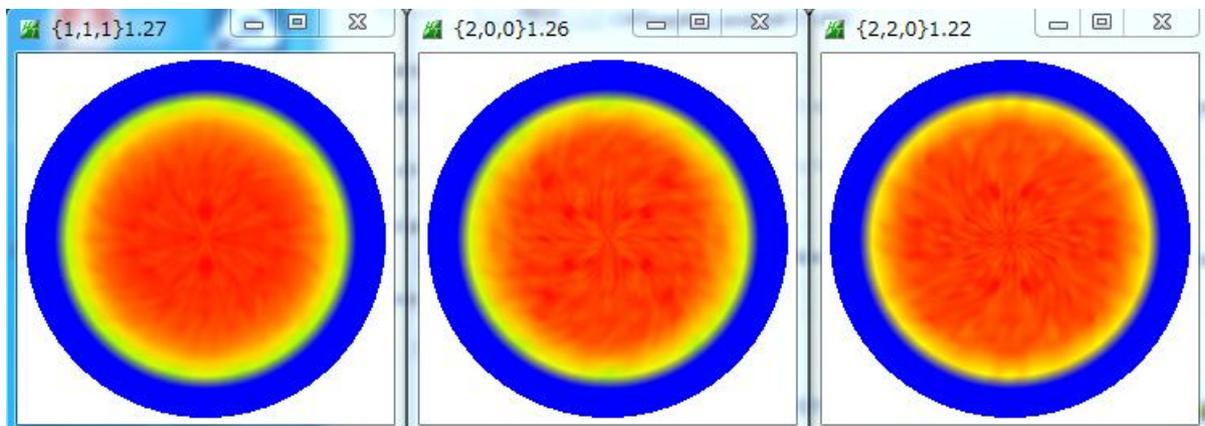
BG-defocus モード

バックグラウンド削除



強度の規格化

Calc を行えばバックグラウンド処理が行われます。(極点図の対称操作は Full で)

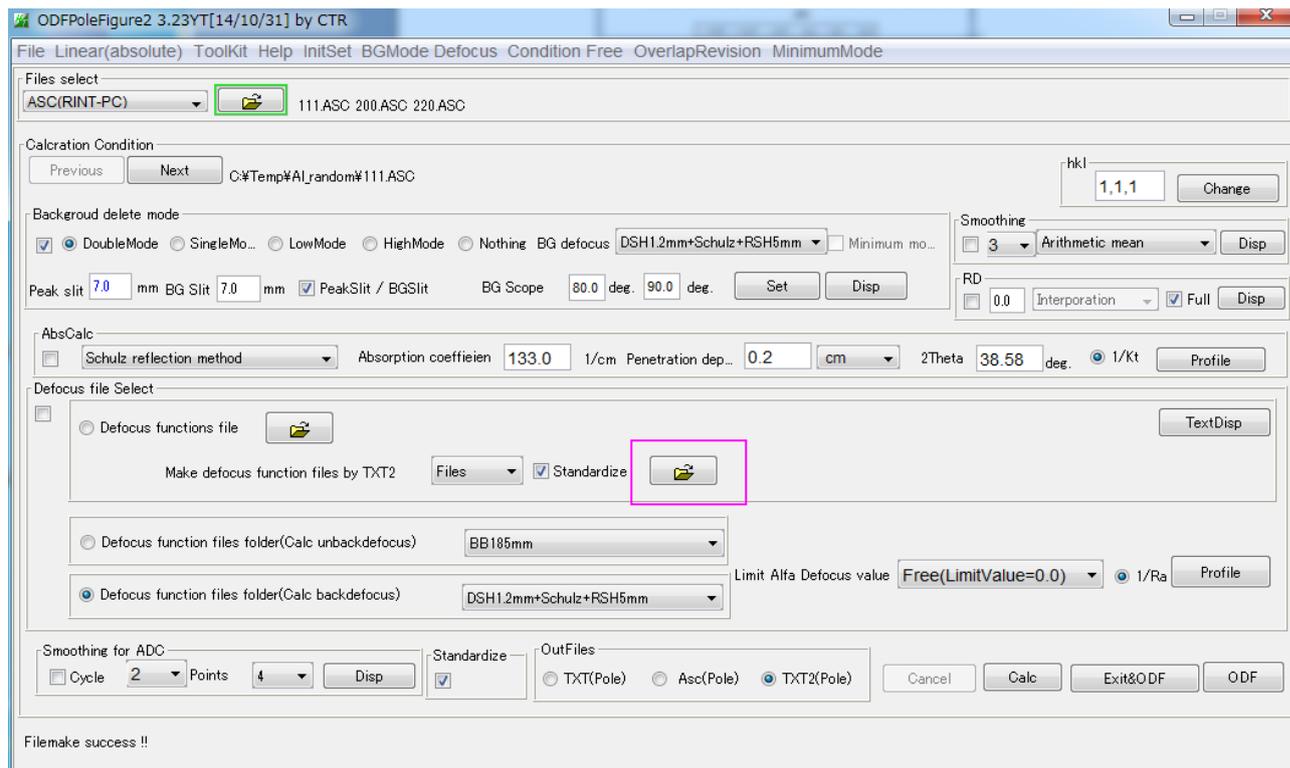


入力 ASC データ

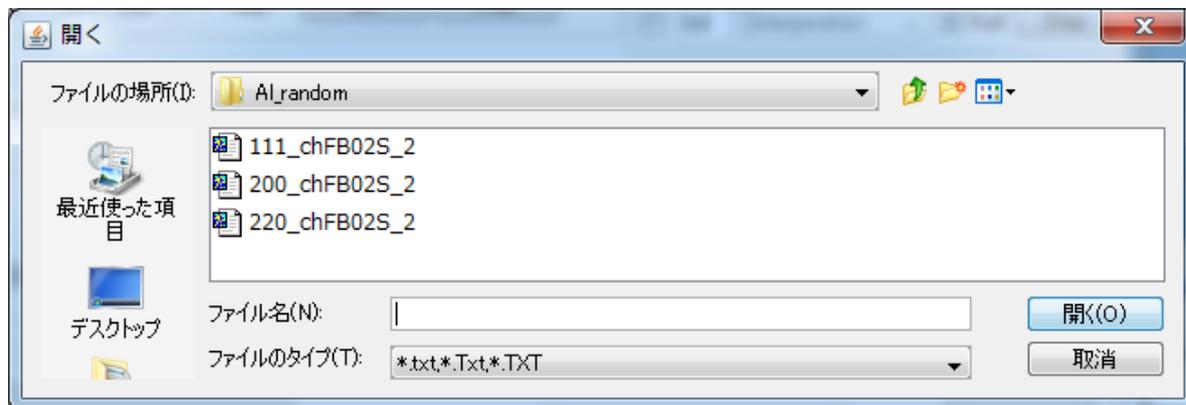
111	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
200	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
220	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
111_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
200_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
220_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB

バックグラウンド除去と規格化が行われた TXT2 データ

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



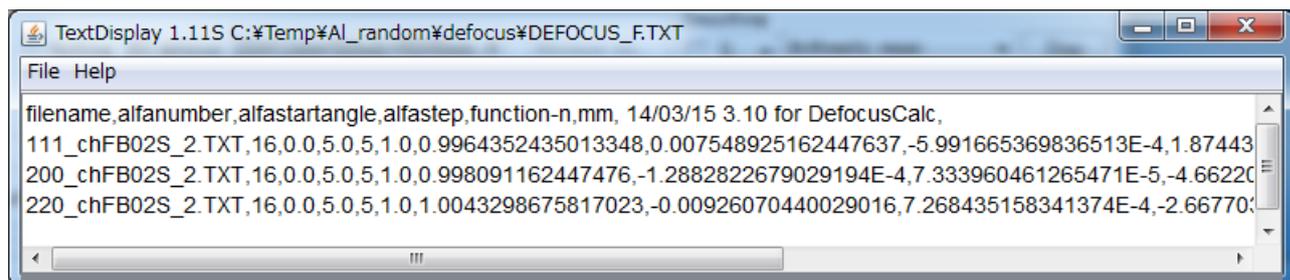
複数のファイルを一括選択



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。



TextDisp で多項式近似式が表示される。



作成された defocus のホルダ

入力データ

defocus	2014/03/15 17:53	ファイル フォル...	
111	2013/11/22 10:04	生データ	24 KB
200	2013/11/22 10:19	生データ	24 KB
220	2013/11/22 10:34	生データ	24 KB
111	2014/03/13 7:40	RINT20007ス...	17 KB
200	2014/03/13 7:40	RINT20007ス...	17 KB
220	2014/03/13 7:40	RINT20007ス...	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

Excel表示用ファイル

0_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
1_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
2_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
DEFOCUS_F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
real0_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
real1_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB
real2_1F	2014/03/15 17:53	テキスト文書	1 KB

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

Defocus file select

Defocus functions file C:\Temp\AI_random\defocus\DEFOCUS_F.TXT

Make defocus function files by TXT2 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

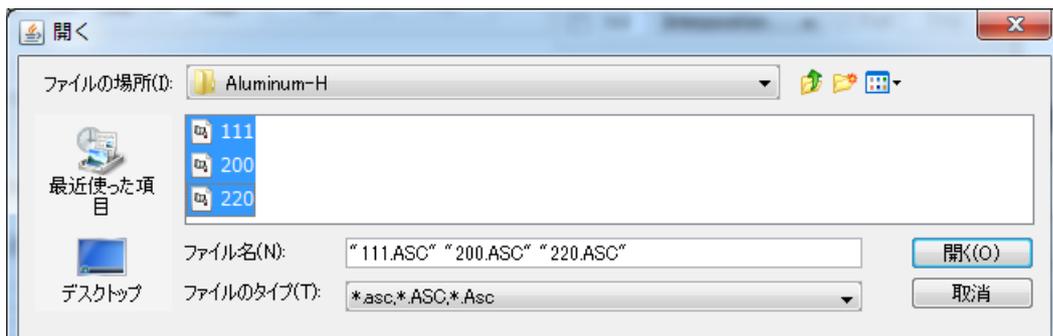
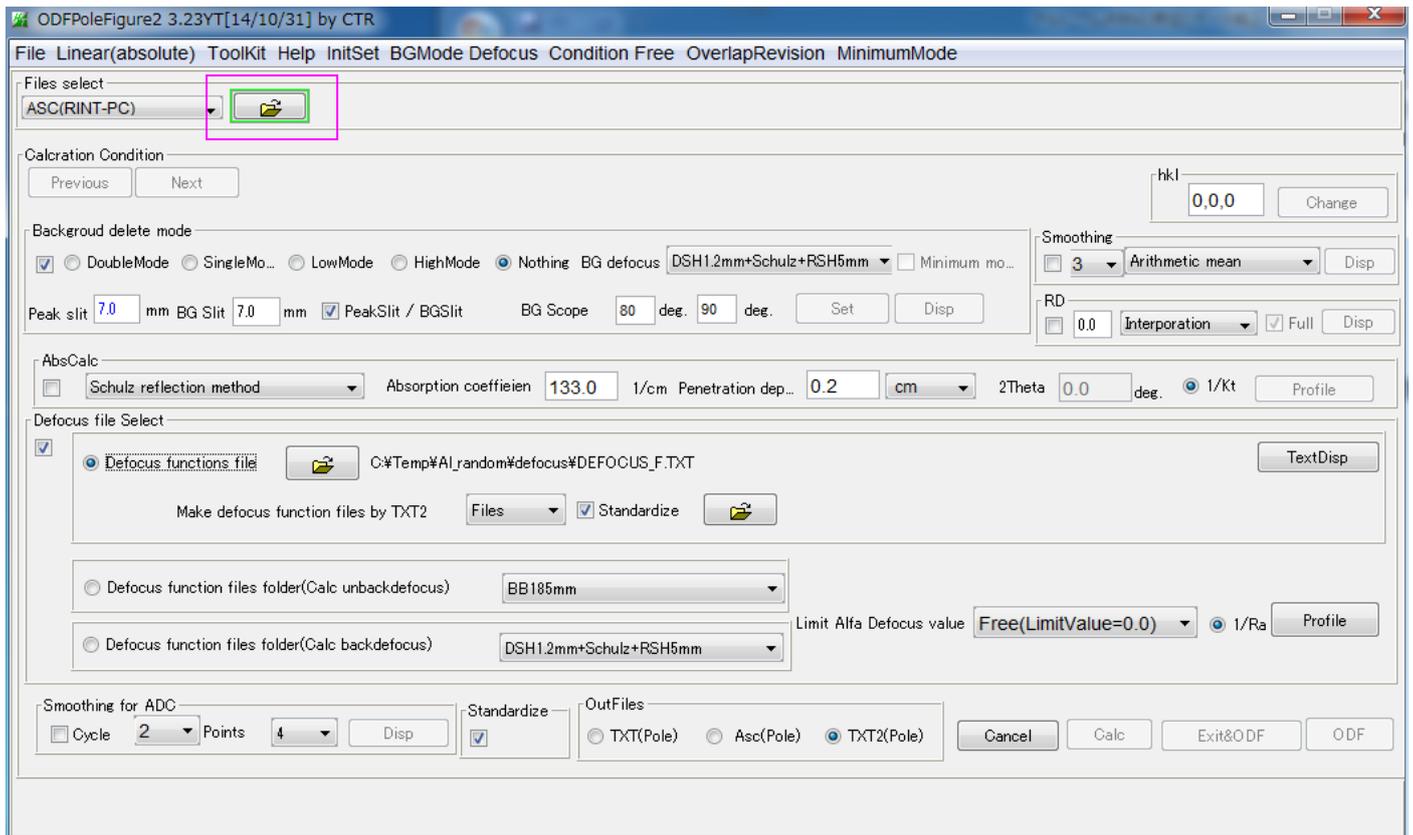
Defocus file select

Defocus functions file C:\Temp\AI_random\defocus\DEFOCUS_F.TXT

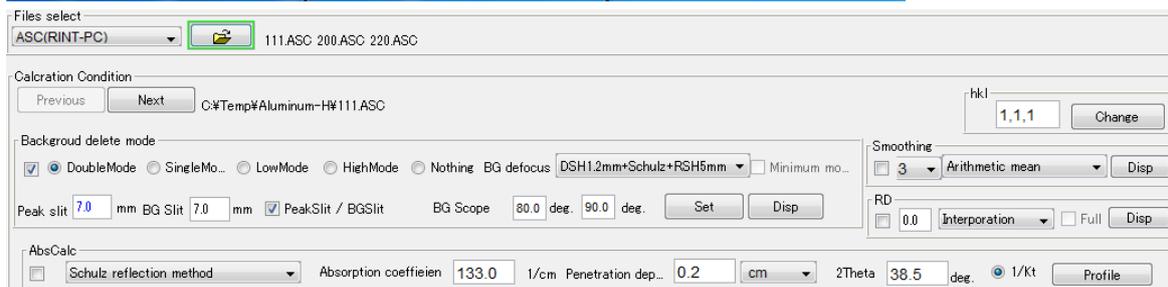
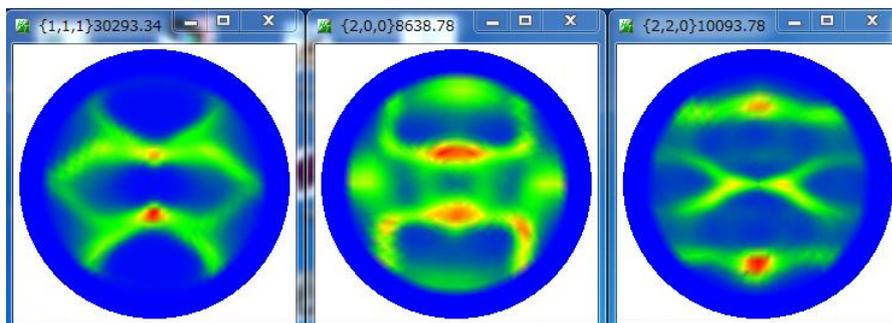
Make defocus function files by TXT2 Standardize

新たに DEFOCUS.TXT ファイルを選択する。

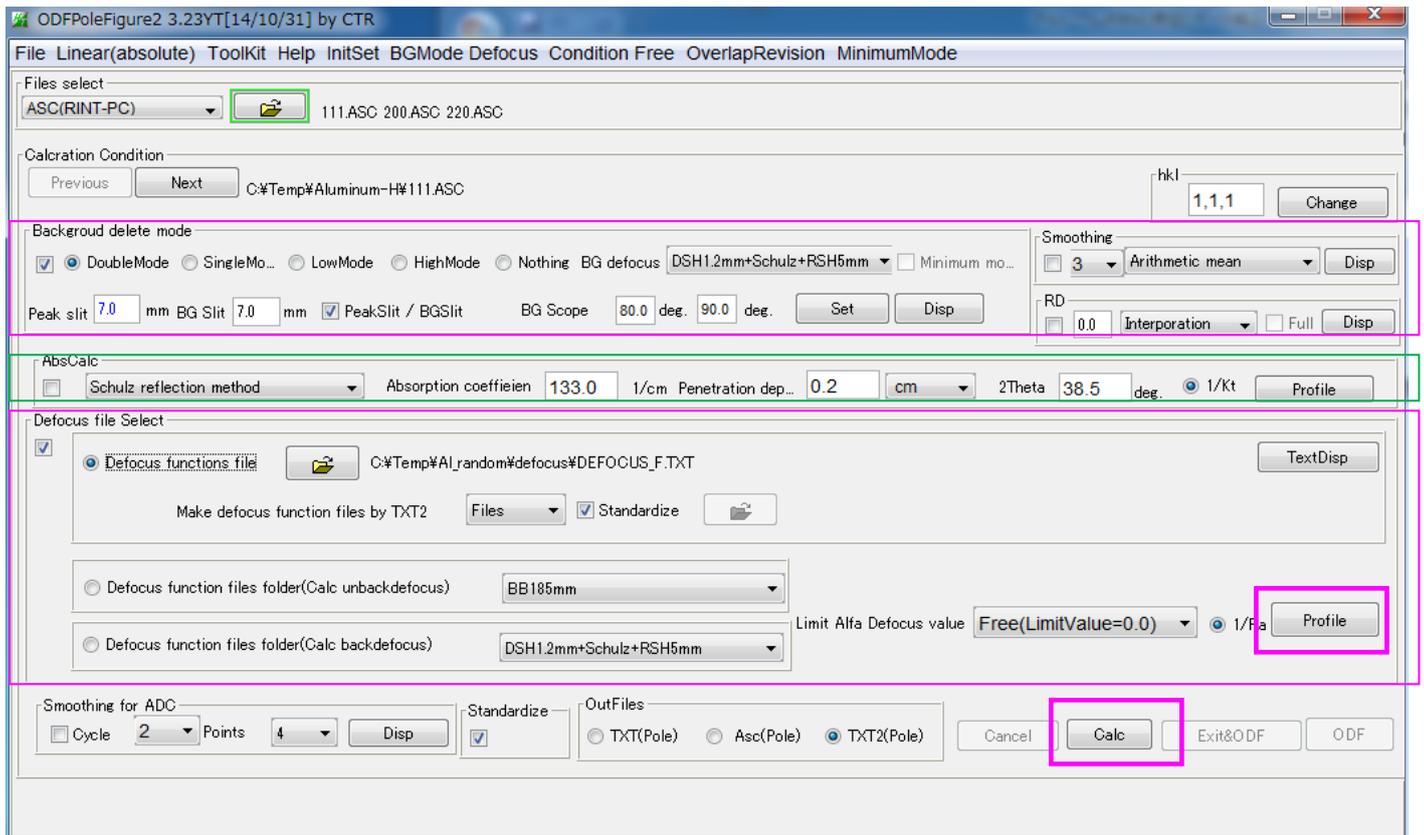
5. アルミニウムH材のデータ処理



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

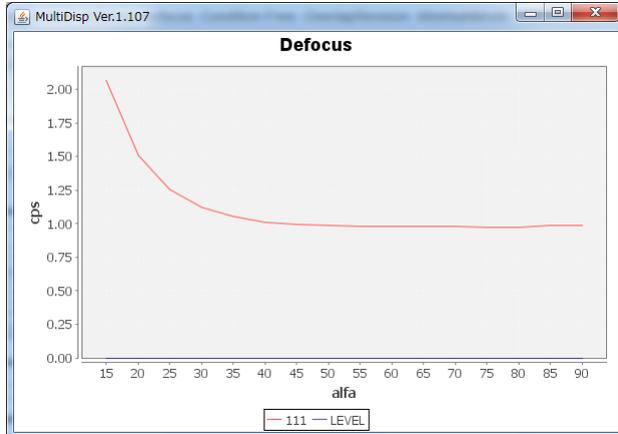


処理条件をセット



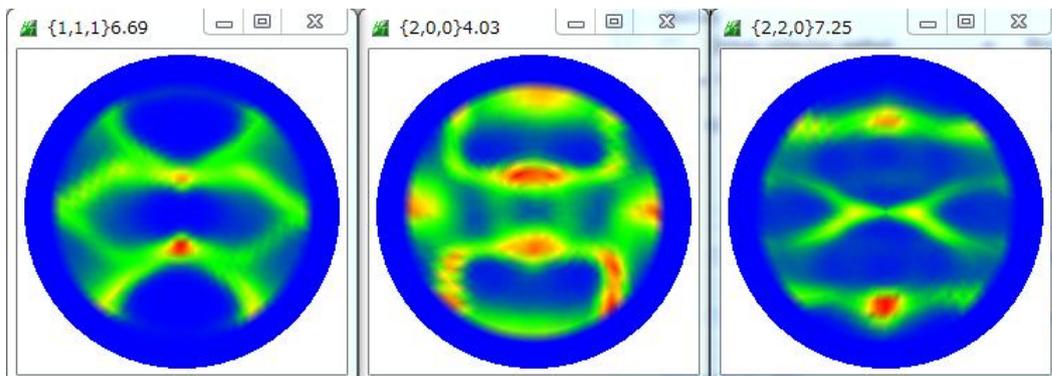
バックグラウンド条件と `defocus` 条件を指定する。

表示している極点図の `defocus` 曲線表示は `Profile` で行う。



`random` 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 2θ 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` でバックグラウンド削除と `defous` 補正が行われる。



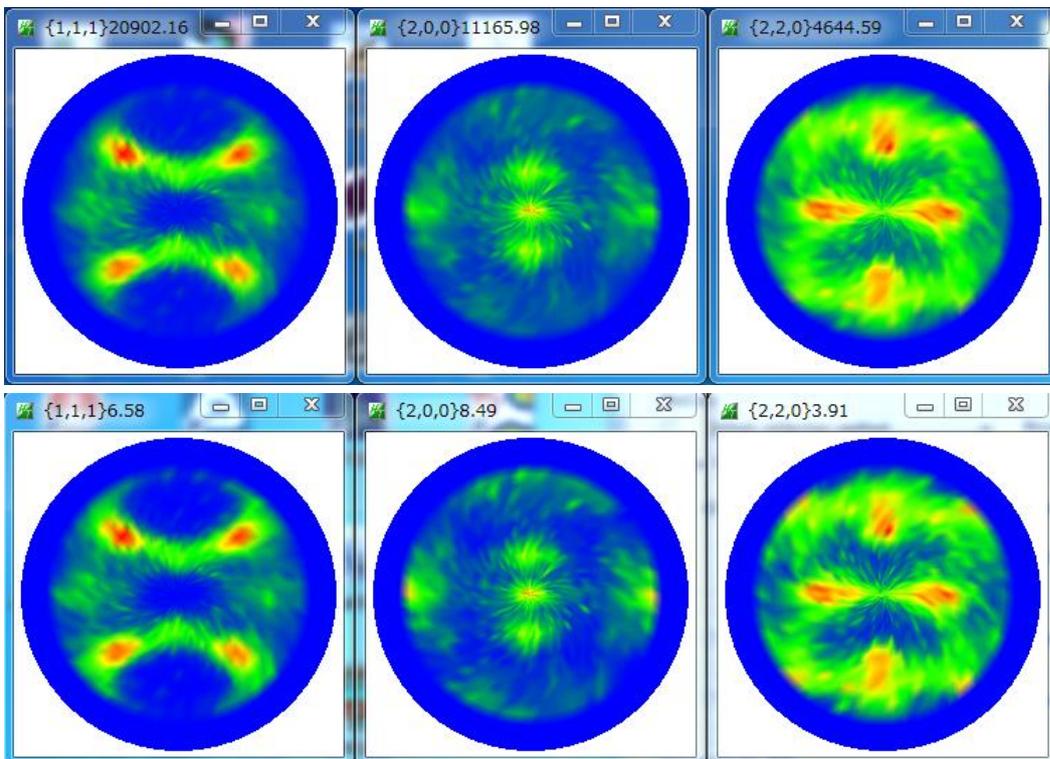
入力データファイルとデータ処理されたファイル

220	2014/03/14 2:45	生データ	28 KB
111	2014/03/14 2:46	生データ	28 KB
200	2014/03/14 2:46	生データ	28 KB
111	2014/03/15 8:42	RINT20007ｽｷｰ	22 KB
200	2014/03/15 8:42	RINT20007ｽｷｰ	22 KB
220	2014/03/15 8:42	RINT20007ｽｷｰ	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



111	2013/11/22 12:31	生データ	28 KB
200	2013/11/22 13:20	生データ	28 KB
220	2013/11/22 14:08	生データ	28 KB
111	2014/03/13 9:39	RINT20007ｽｷｰ	22 KB
200	2014/03/13 9:39	RINT20007ｽｷｰ	23 KB
220	2014/03/13 9:39	RINT20007ｽｷｰ	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