

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

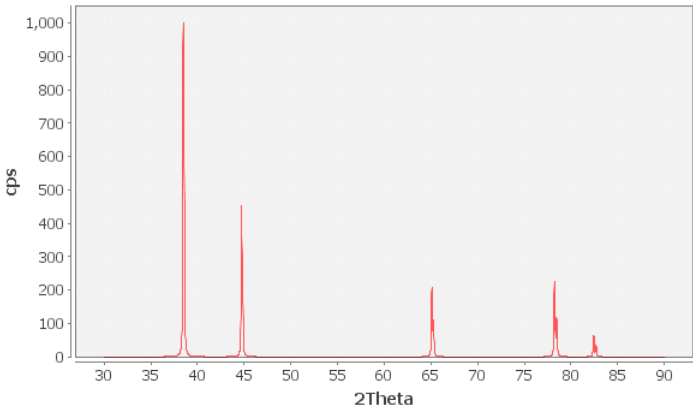
2. 測定

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)

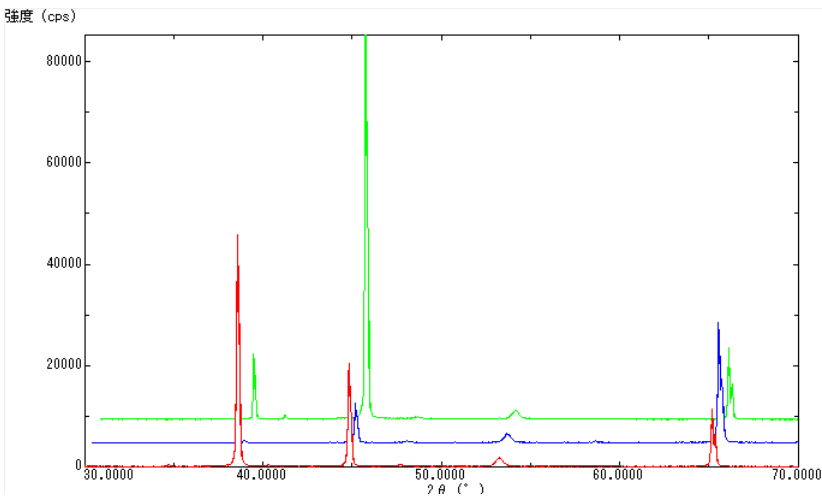
2. 2 プロファイル測定

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、極点測定のピーク 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 (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 1／2 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 5deg./min 0.02deg.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)

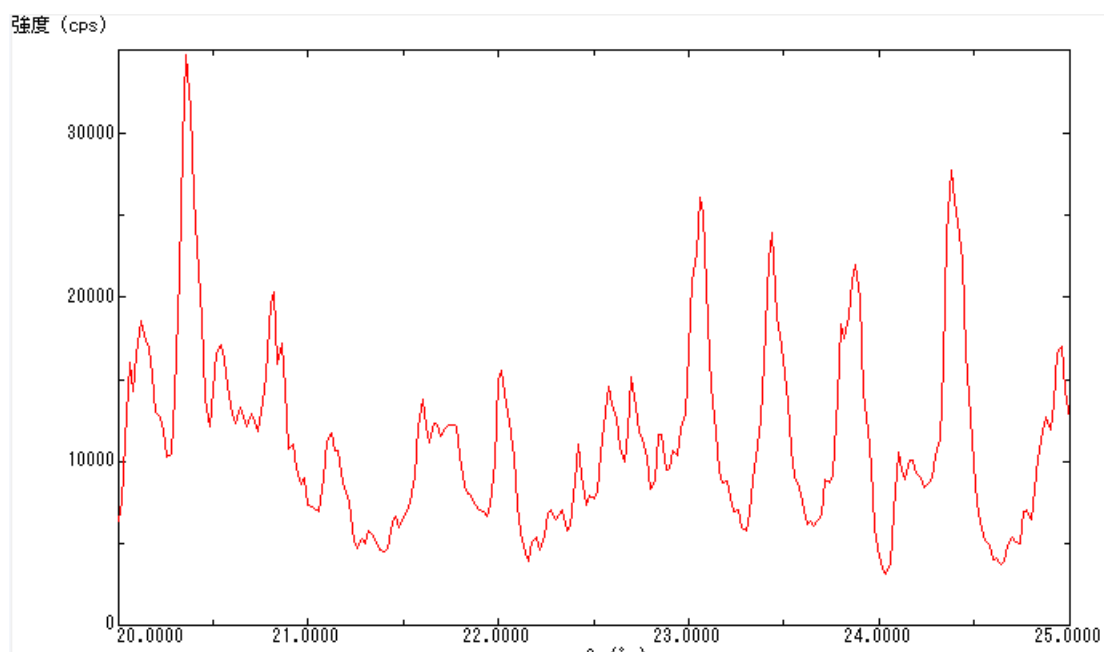
2. 3 ロッキングカーブ測定

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 40 kV-50 mA (Ni-Filter)
ゴニオメータ	半径 185 mm 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
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 1 mm 又は 2 mm)
散乱スリット	7 mm (高さ制限スリット 5 mm を用いる)
受光スリット	7 mm
θ scan speed	5 deg./min 0.02 deg. サンプルング

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 (2 sec.)、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）

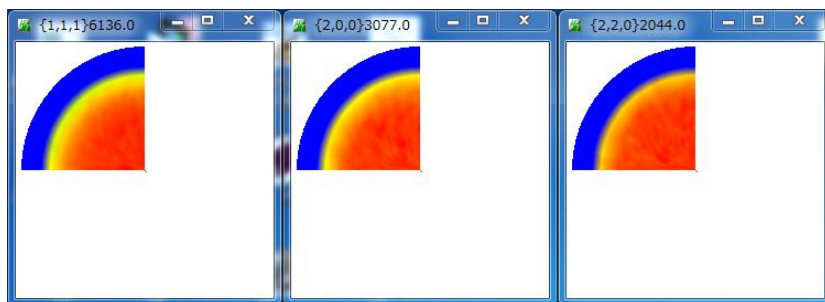
極点測定は、ピーク位置における正味積分強度測定を目的にしています。

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 40 kV－50 mA (N i－F i l t e r)
ゴニオメータ	半径185 mm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	ON
アタッチメント	多目的試料台 (S c h u l zスリットを用いる)
発散スリット	1 / 2 d e g. (高さ制限1 mm 又は2 mm)
散乱スリット	7 mm (高さ制限スリット5 mmを用いる)
受光スリット	7 mm
バックグラウンド測定2 θ 角度	ピーク2 θ 角度 \pm 3度
β s c a n s p e e d	180 d e g. / m i n. 5 d e g. サンプルング
β 測定範囲	0度から360度
α 測定範囲	15度から90度 5 d e g 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}

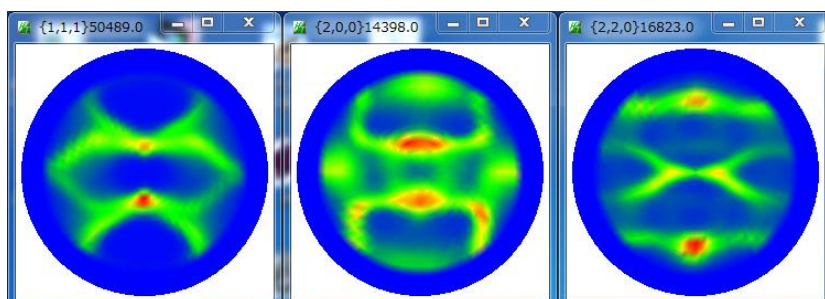
Random 試料

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



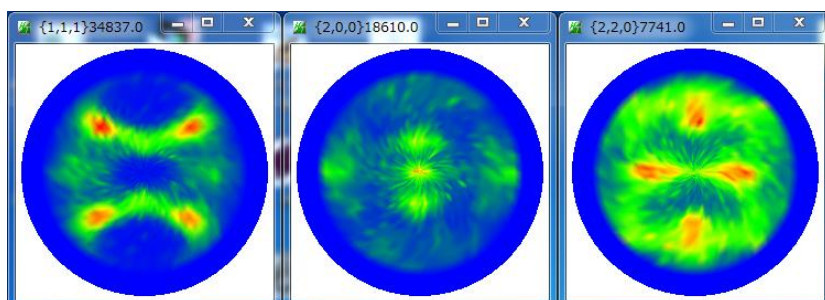
H 材

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



O 材

(CTR-ODFPoleFigure2 で同時表示)



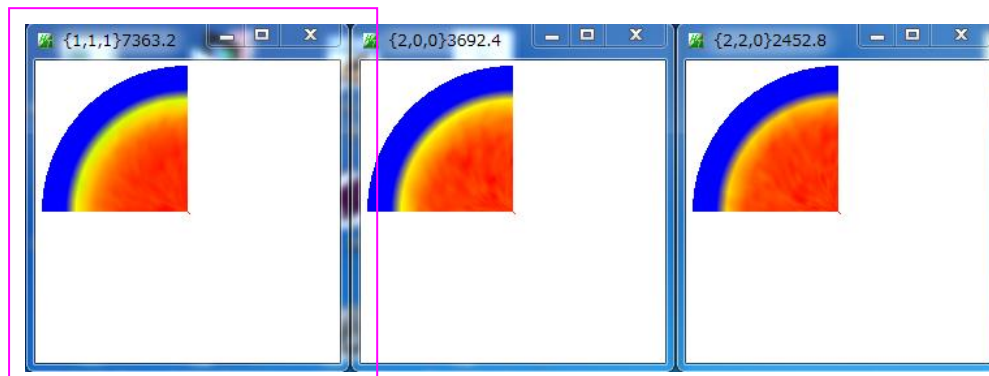
4. 測定データ補正

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 r a n d o m測定から`defocus`曲線の作成

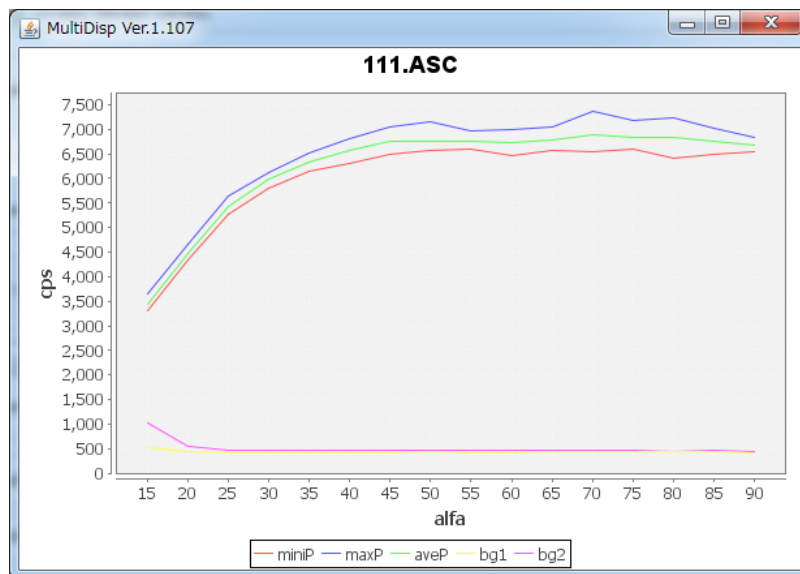
Al-random{111}極点図測定例



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

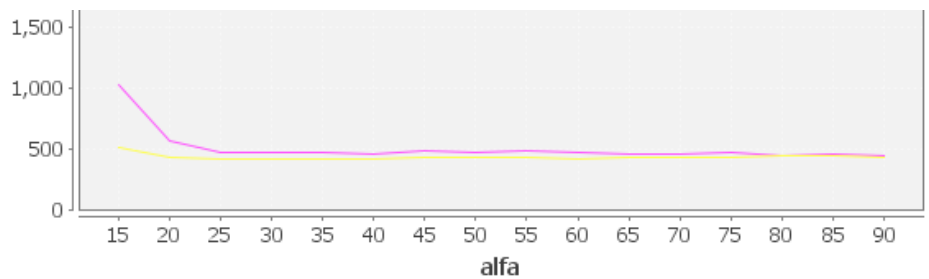
低角度バックグラウンド：黄、高角度バックグラウンド：紫で表現すると



(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

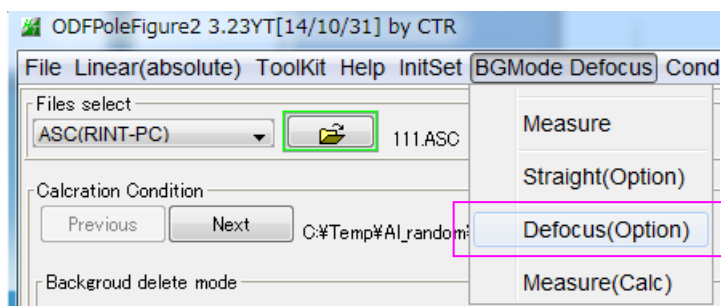


α 角度の低角度部分でピーク強度の広がりの影響度持ち上がっています。

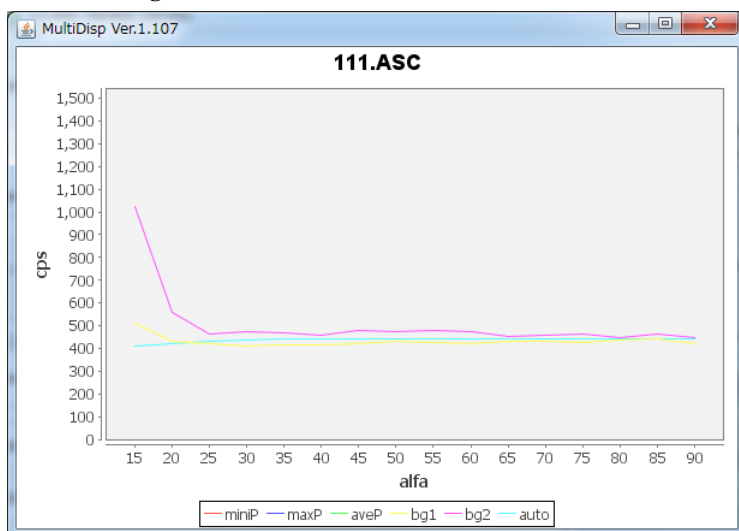
ピーク位置に対して $\pm 3\text{deg}$ でも、受光スリット7mmではピークの影響を受けます。

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



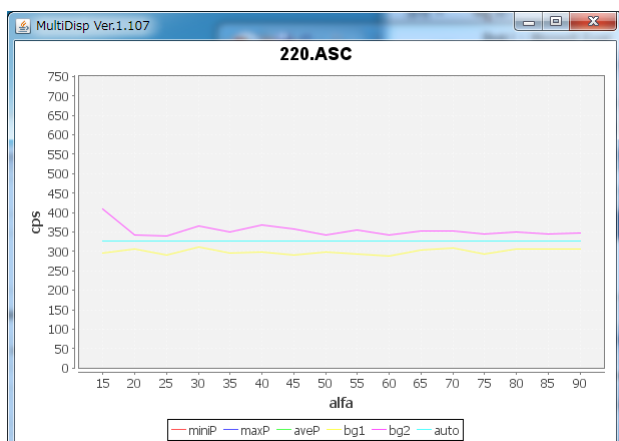
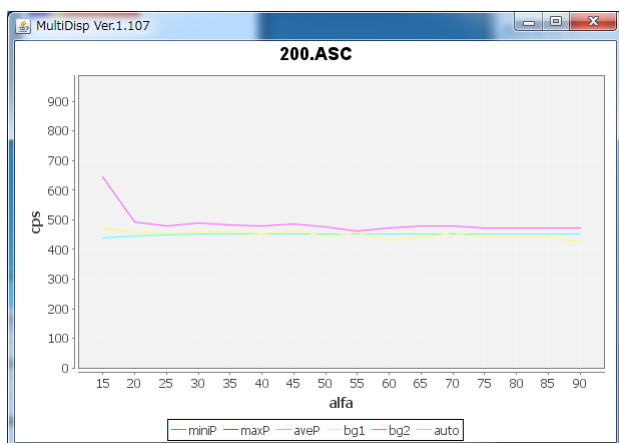
ODFPoleFigure2 ソフトウェアの BGMode を Defocus に切り替える



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。

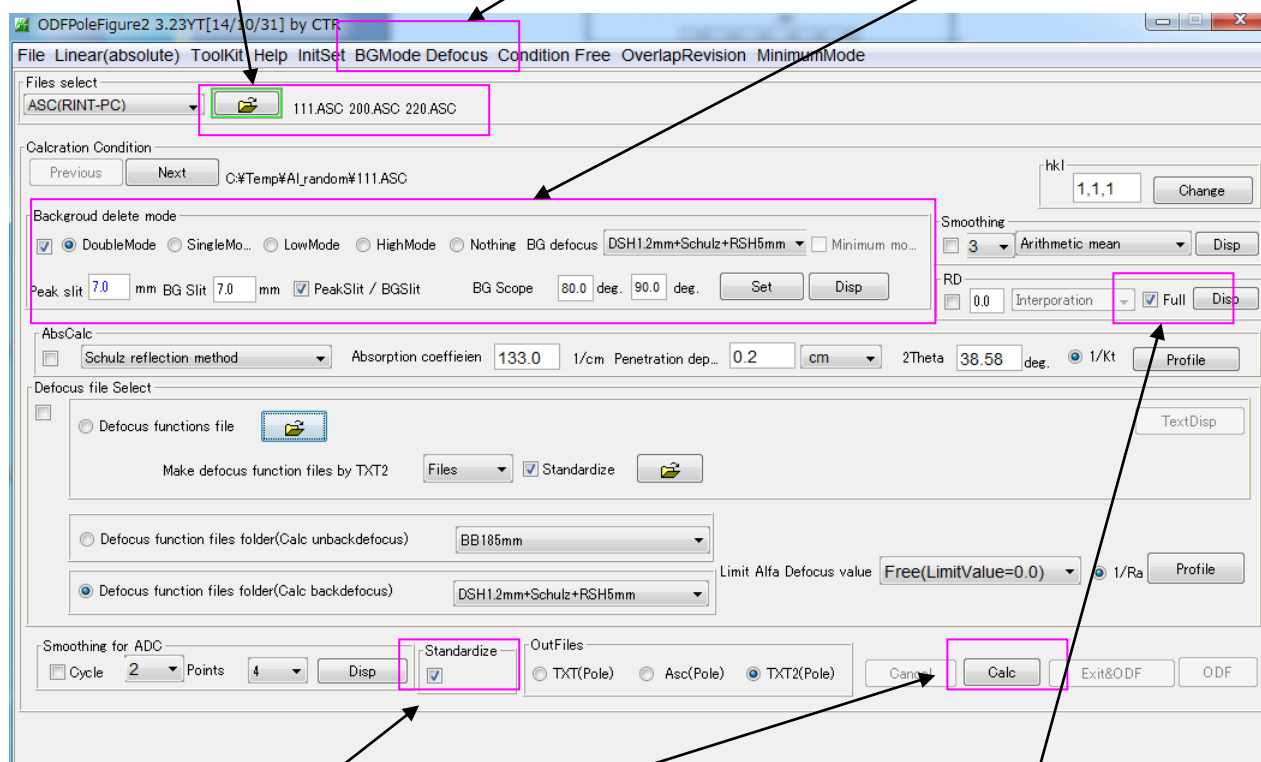
ODFを目的なら、強度の規格化を行います。

ODFPoleFugre2 の場合

複数の ASC ファイルを選択

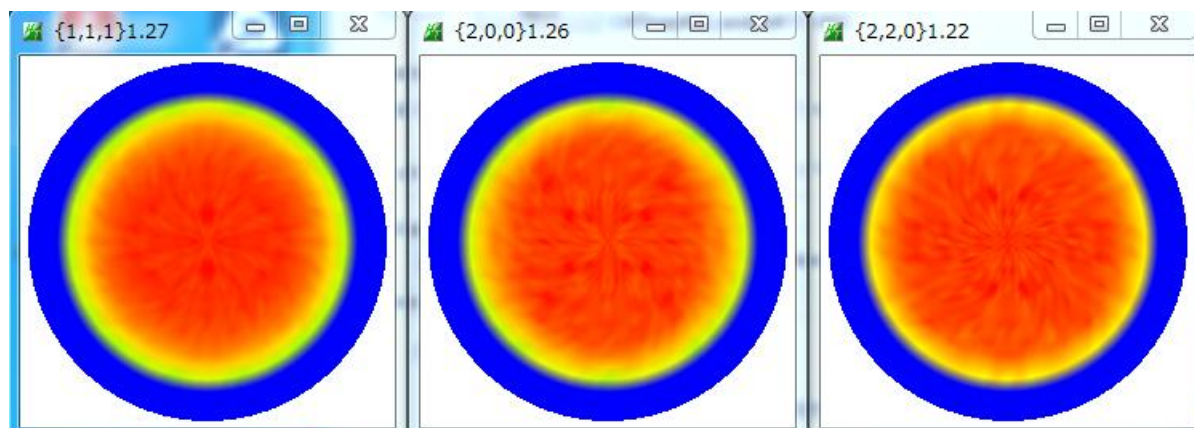
BG-defocus モード

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)

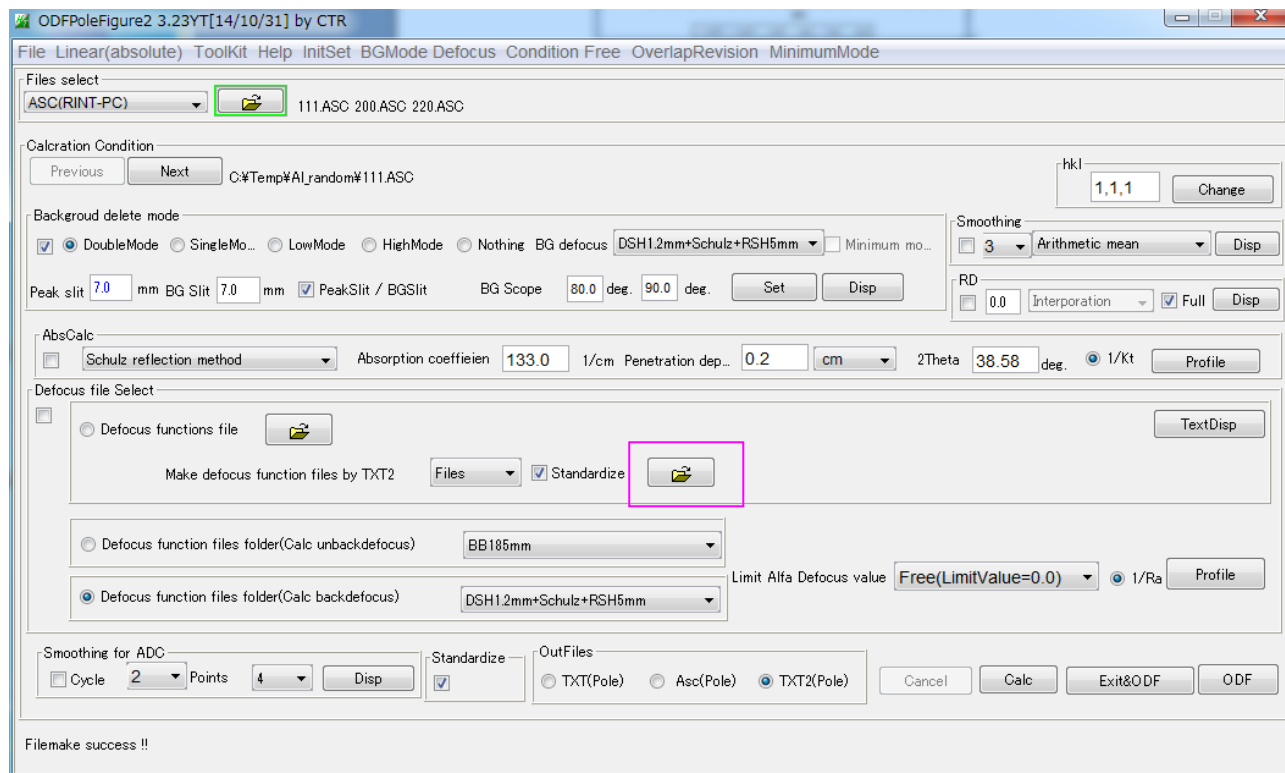


入力 ASC データ

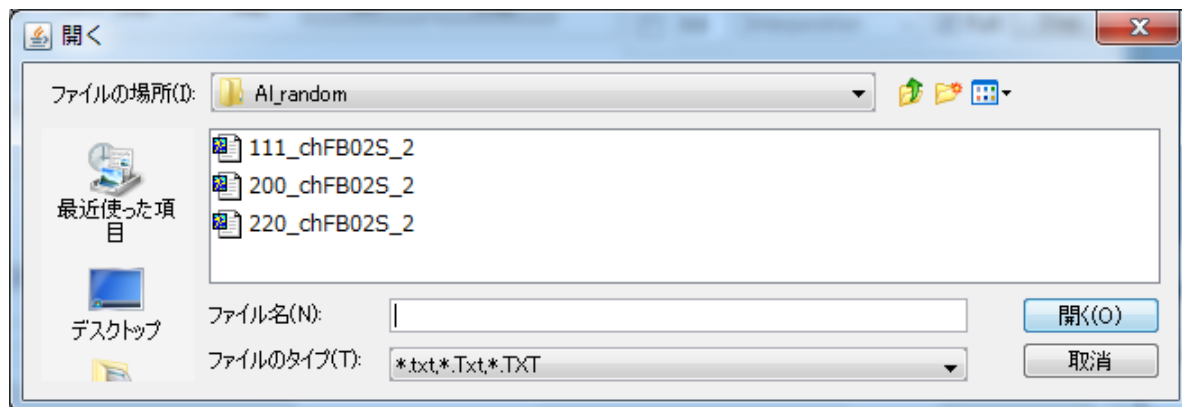
111	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
200	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
220	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷｰ	17 KB
111_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
200_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB
220_chFB02S_2	2014/03/15 9:45	テキスト文書	22 KB

バックグラウンド除去と規格化が行われた TXT2 データ

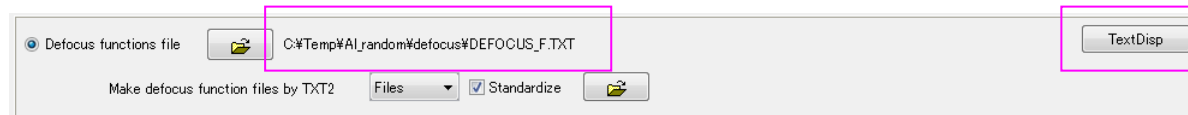
4. 2バックグラウンド除去されたT X T 2データからd e f o c u s 曲線T A B L Eの作成



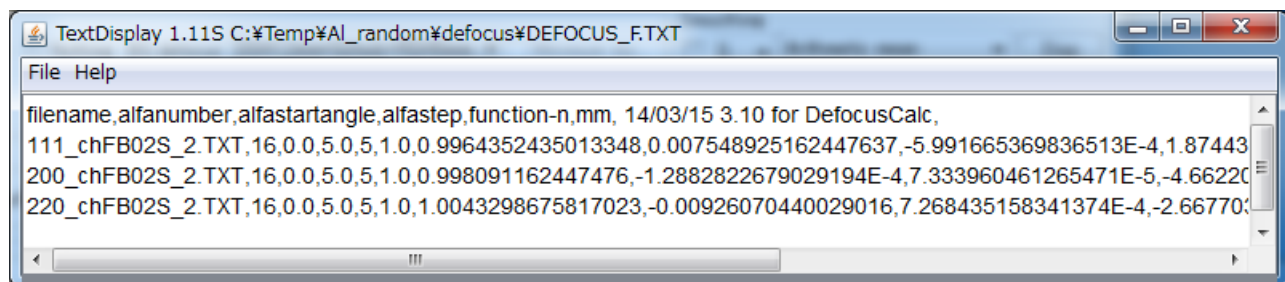
複数のファイルを一括選択



ファイルを選択すると、計算されたd e f o c u s 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

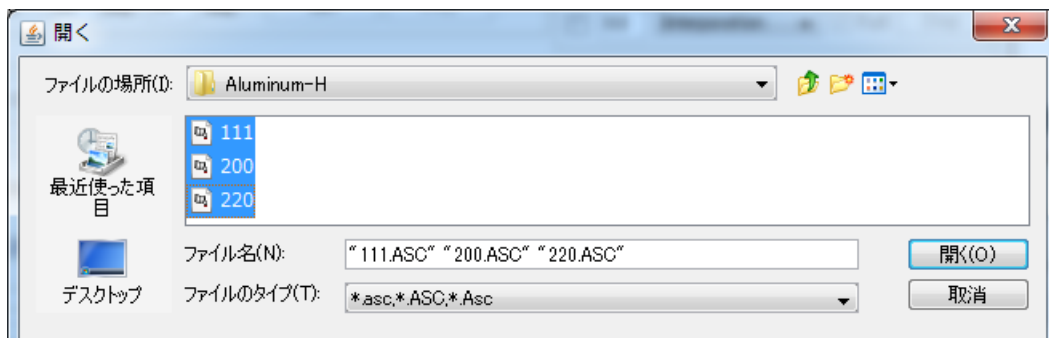
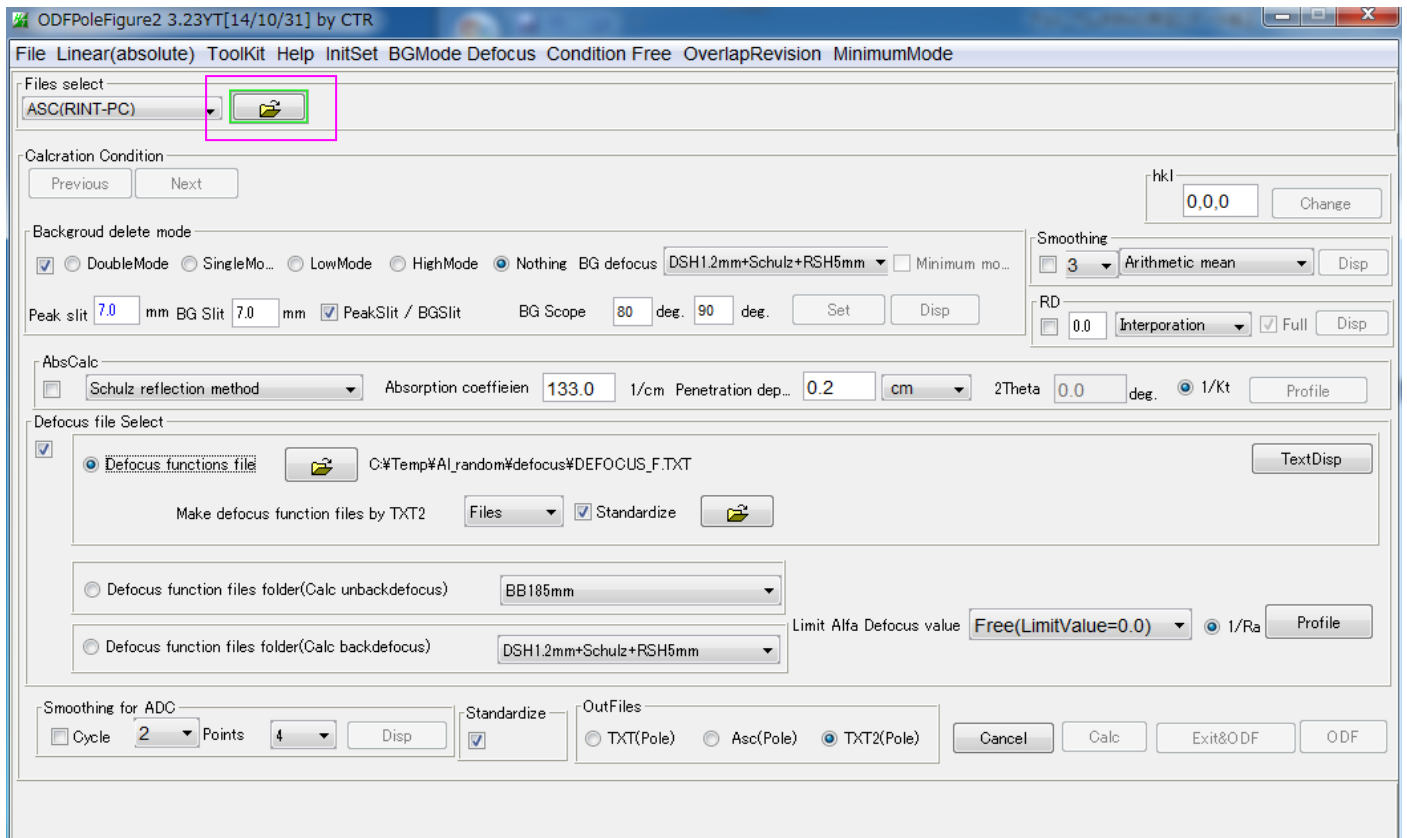
Defocus file select

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

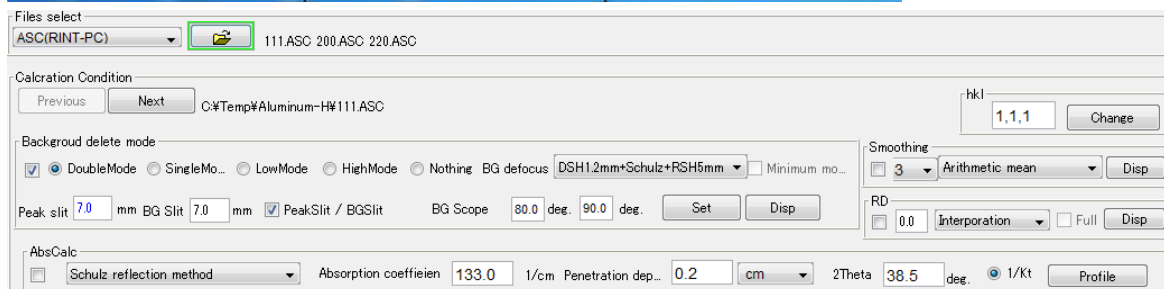
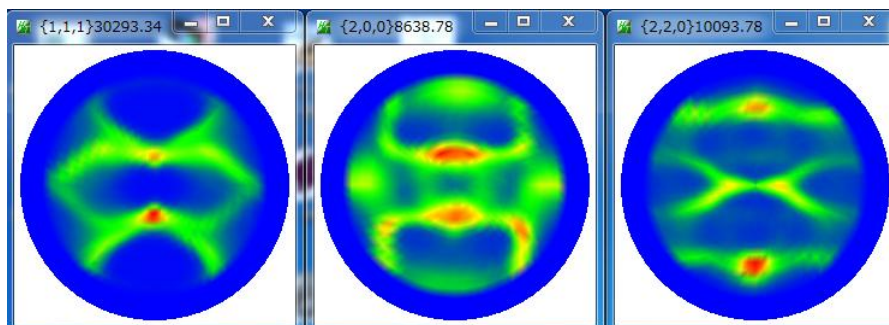
Make defocus function files by TXT2 ☒ Standardize

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



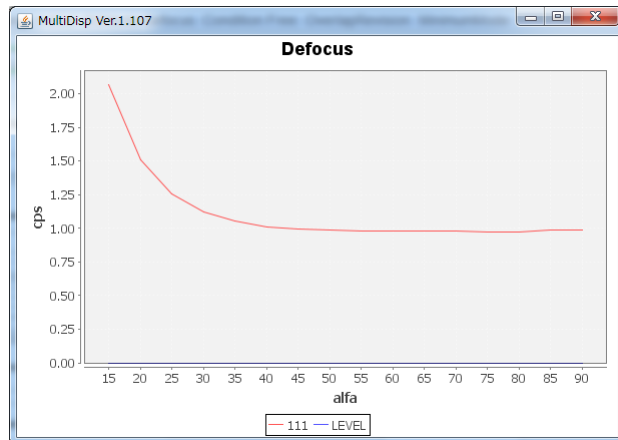
複数同時選択で極点図とファイル名、指数、測定スリット幅、 2θ 角度などを表示



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。

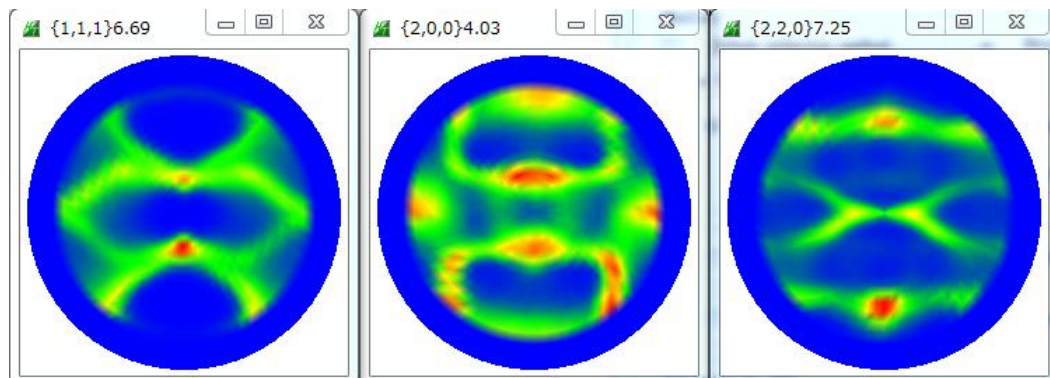
表示している極点図の `defocus` 曲線表示は `Profile` で行う。



`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 `defocus` 補正が行われる。



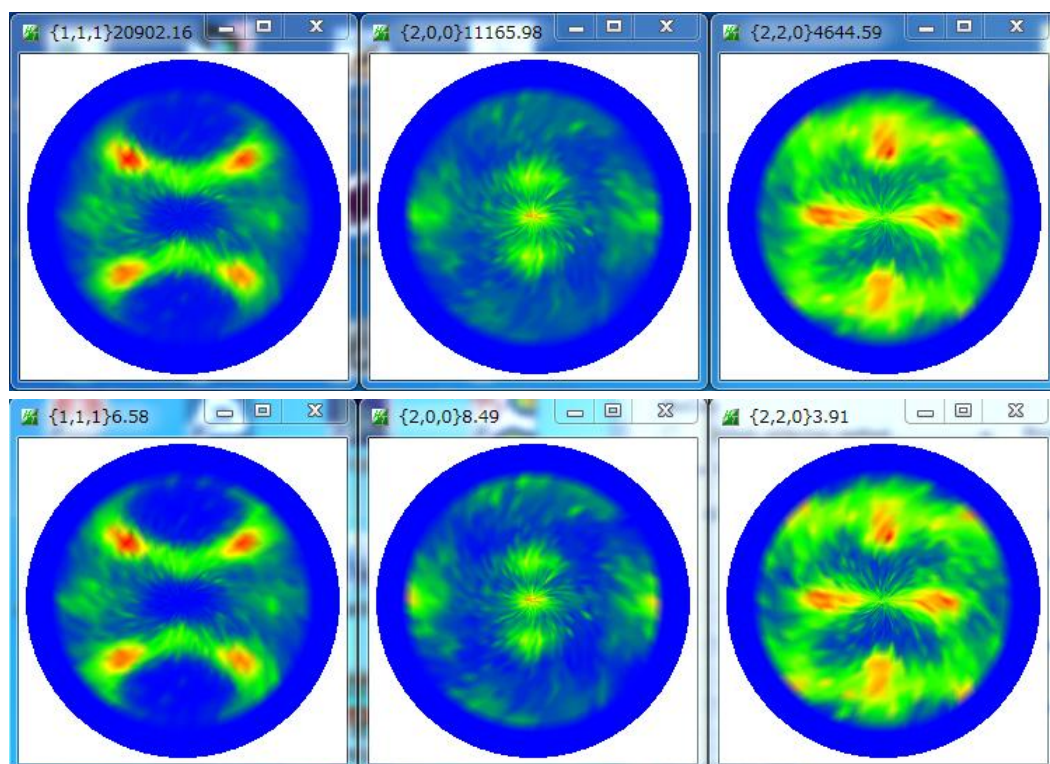
入力データファイルとデータ処理されたファイル










	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	RINT2000加工	22 KB
	200	2014/03/15 8:42	RINT2000加工	22 KB
	220	2014/03/15 8:42	RINT2000加工	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	RINT2000加工	22 KB
	200	2014/03/13 9:39	RINT2000加工	23 KB
	220	2014/03/13 9:39	RINT2000加工	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