

XRD法データの取り扱いと解析

XRD測定の特徴を紹介し
測定特有なデータ補正
結晶方位解析を解説

2010年12月8日

HelperTex Office

山田 義行

odftex@ybb.ne.jp

測定対象

集合組織を持つ物質

高分子、金属、鉱物

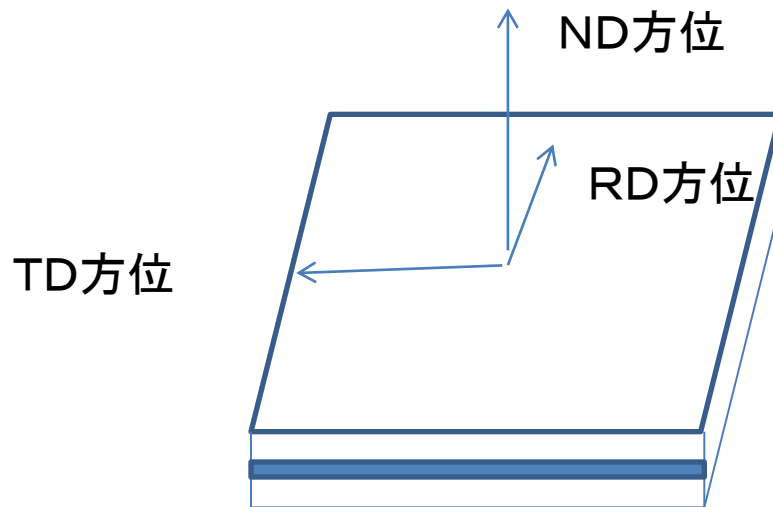
測定材料の大きさ

100 μ m Φ から50mm Φ 厚さ最大10mm程度

測定材料の形状

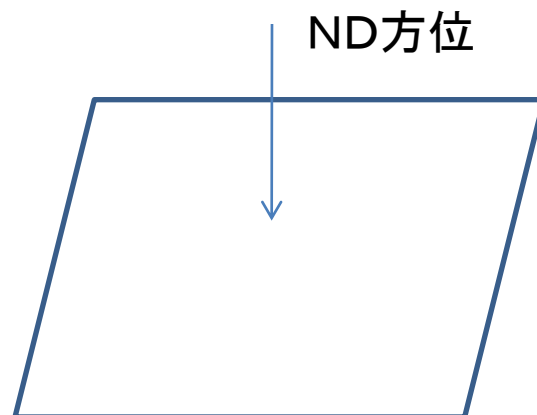
板状、シート、基板上の薄膜、パイプ、ワイヤー

板状試料測定部位

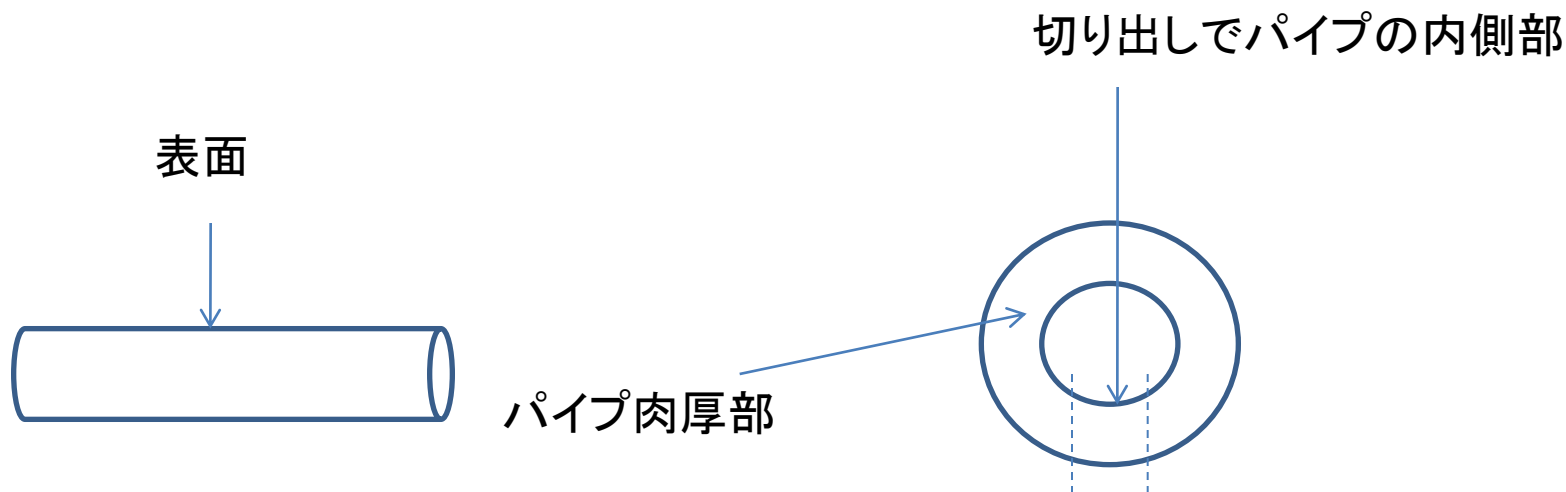


微小ビームで深さ方向の方位測定

シート、薄膜、基板上の薄膜測定部位

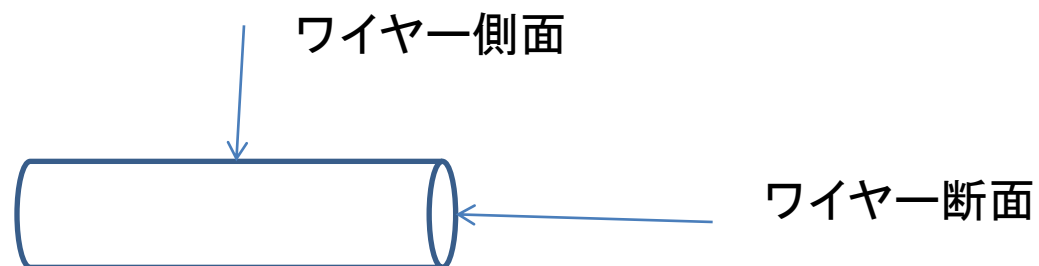


パイプの測定部位

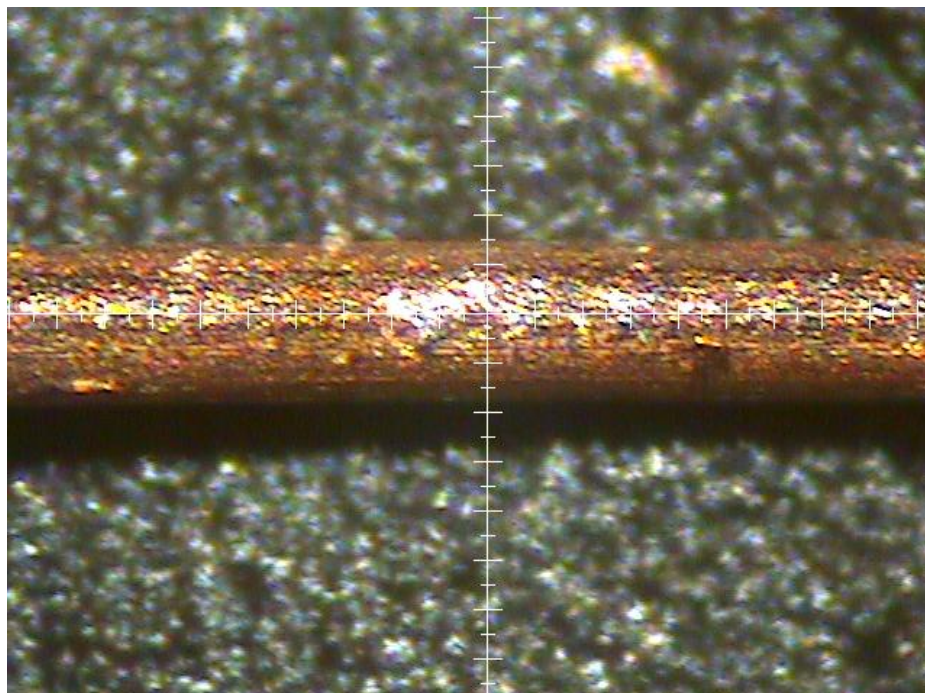


XRDでは測定面が多少湾曲していたりデコボコでも測定可能

ワイヤー



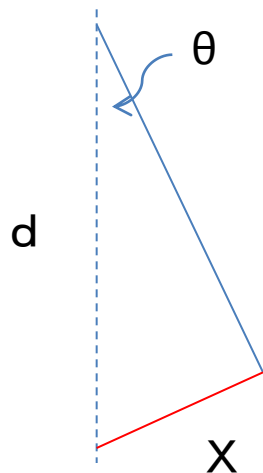
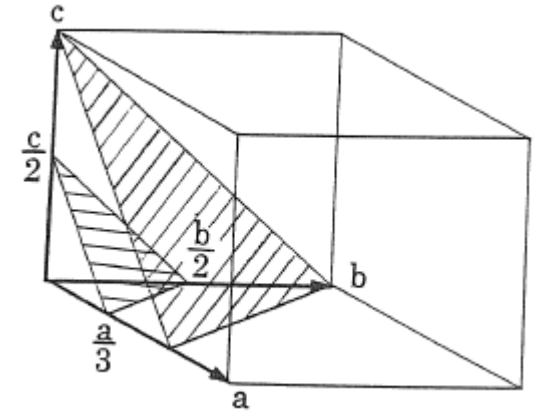
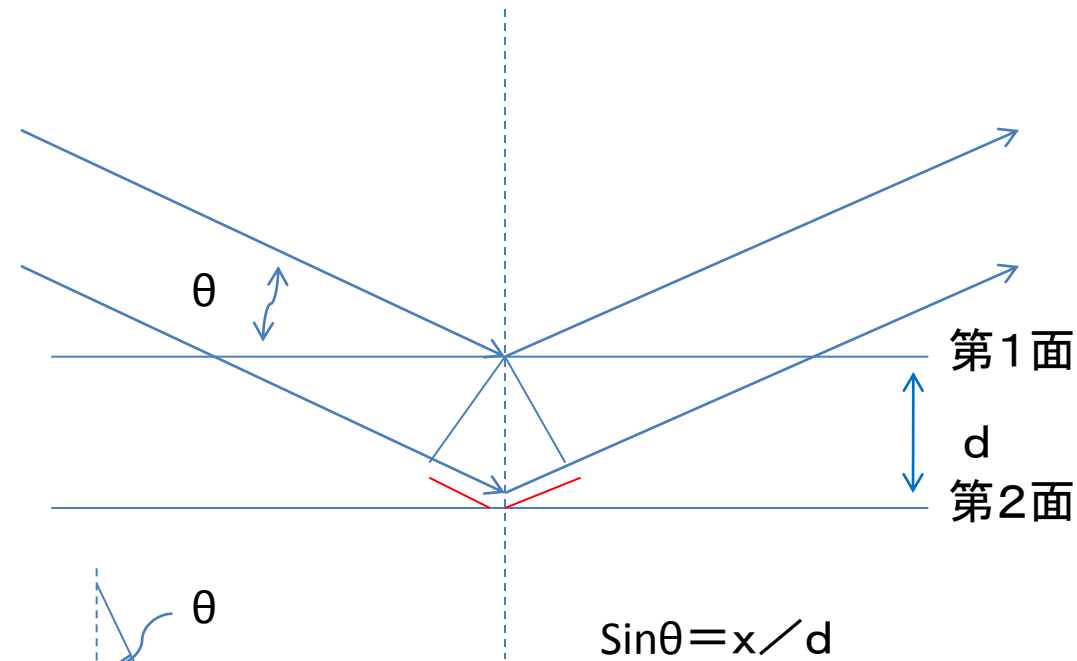
Goodfellow Cu005252/2 0.125mm



表面研磨は不要

回折

結晶面を考える X線は特性X線で波長を λ とすると 干渉は
ブラッグの公式 $2d\sin\theta = n\lambda$ で発生する。

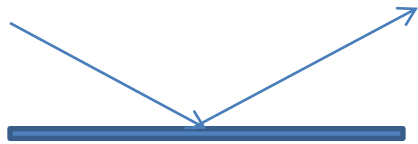


$$\sin\theta = x/d$$

2倍の $d\sin\theta$ が波長と一致するとき

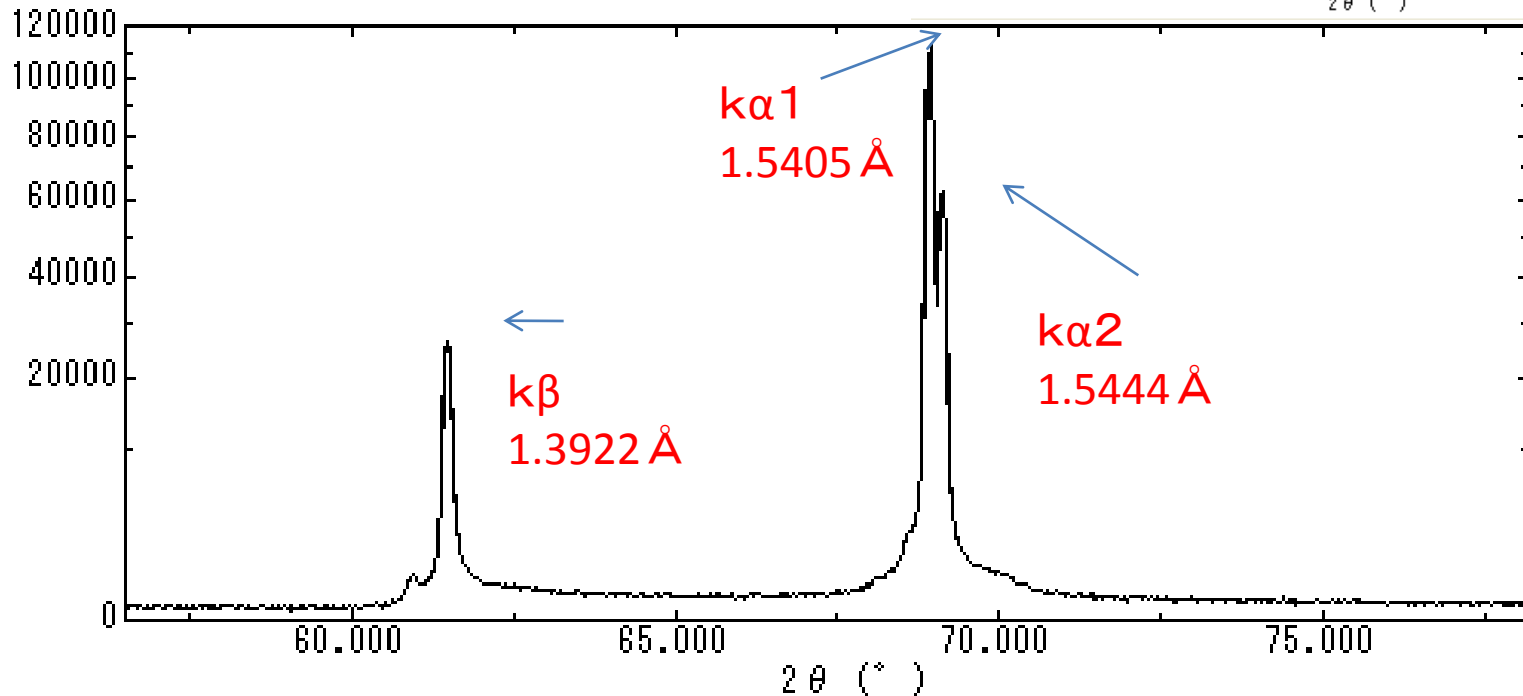
連続X線の分光

連続X線

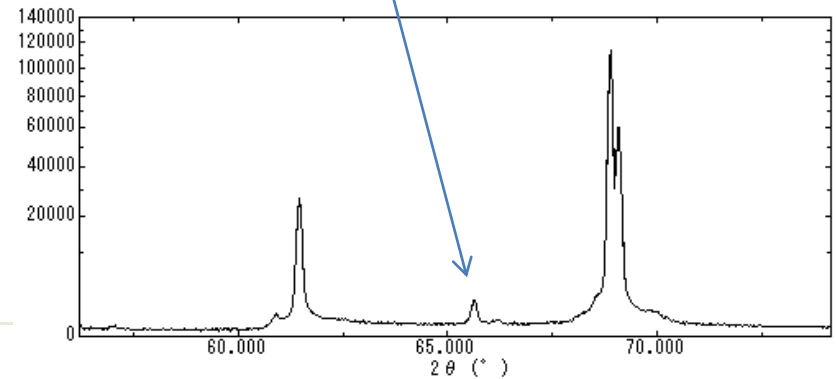


Si単結晶(400)

強度 (cps)



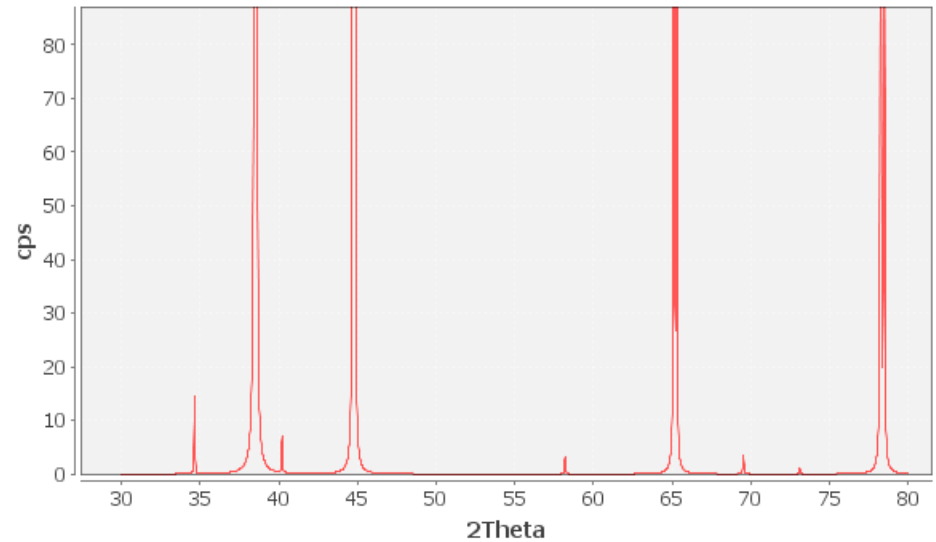
使いこんだ管球



Cu $k\alpha_1$ 、 $k\alpha_2$ 、 $k\beta$ が観測される。

アルミニウムの回折

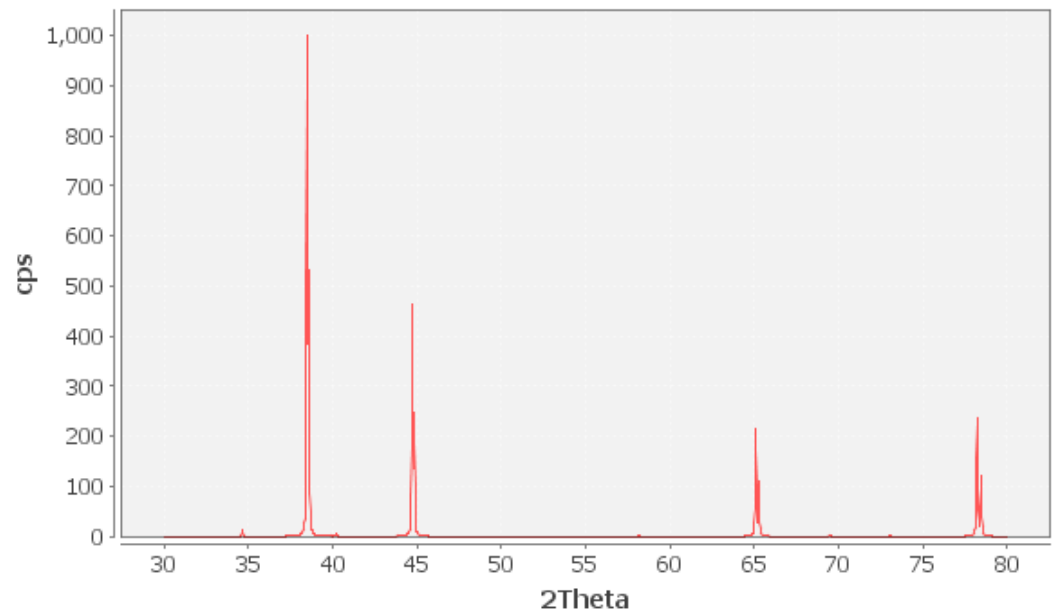
Cubic				
4.0494	(1.0)			
4.0494	(1.0)			
4.0494	(1.0)			
90.0				
90.0				
90.0				
1.54056				
9				
1	1	1	100.0	38.473
2	0	0	47.0	44.722
2	2	0	22.0	65.099
3	1	1	24.0	78.232
2	2	2	7.0	82.439
4	0	0	2.0	99.084
3	3	1	8.0	112.024
4	2	0	8.0	116.574
4	2	2	8.0	137.462



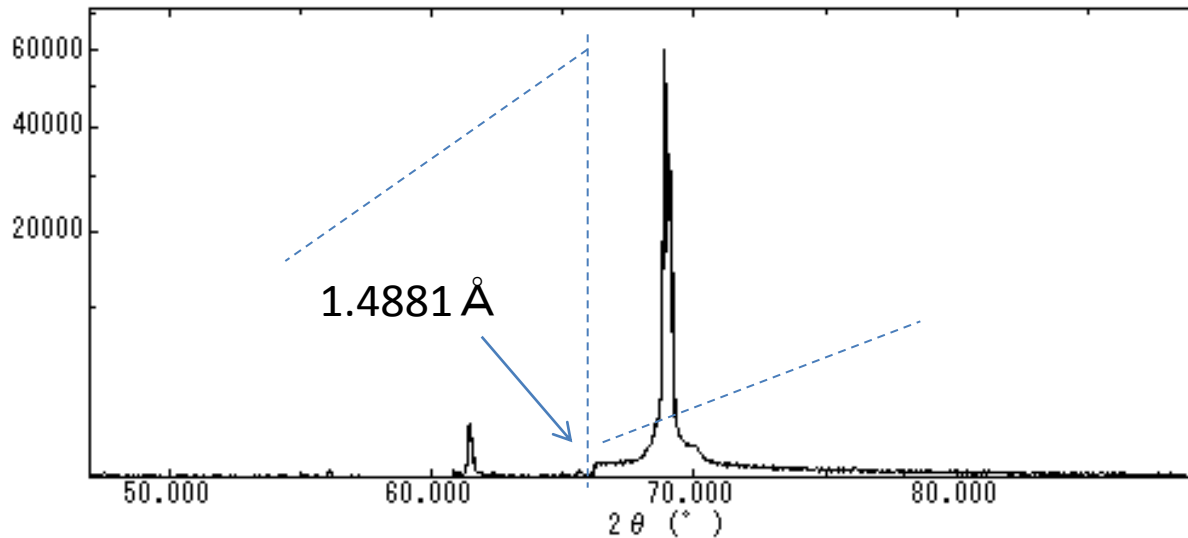
拡大

測定はNiフィルタ(15 μ m)を用い
k β /k α を1/100にして測定

(111)回折位置の裾野に
(200)のk β が存在する。



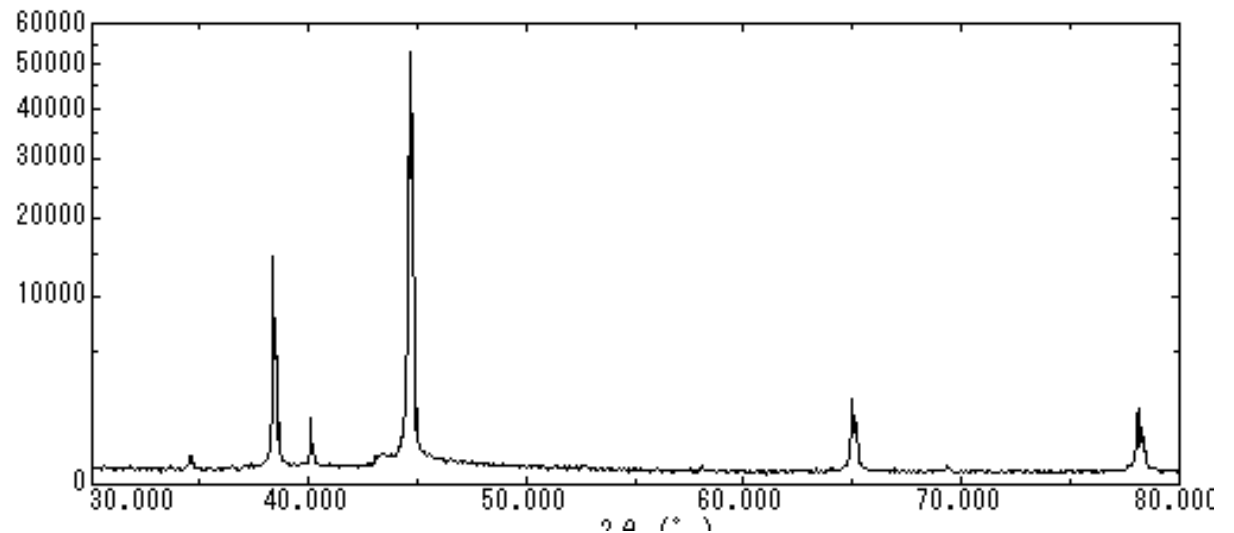
Niフィルタ吸収端の影響



Niフィルタを用いた
分光測定

波線はNiの
質量吸収係数曲線

Al測定では
(200)の低角度位置に
影響が出る



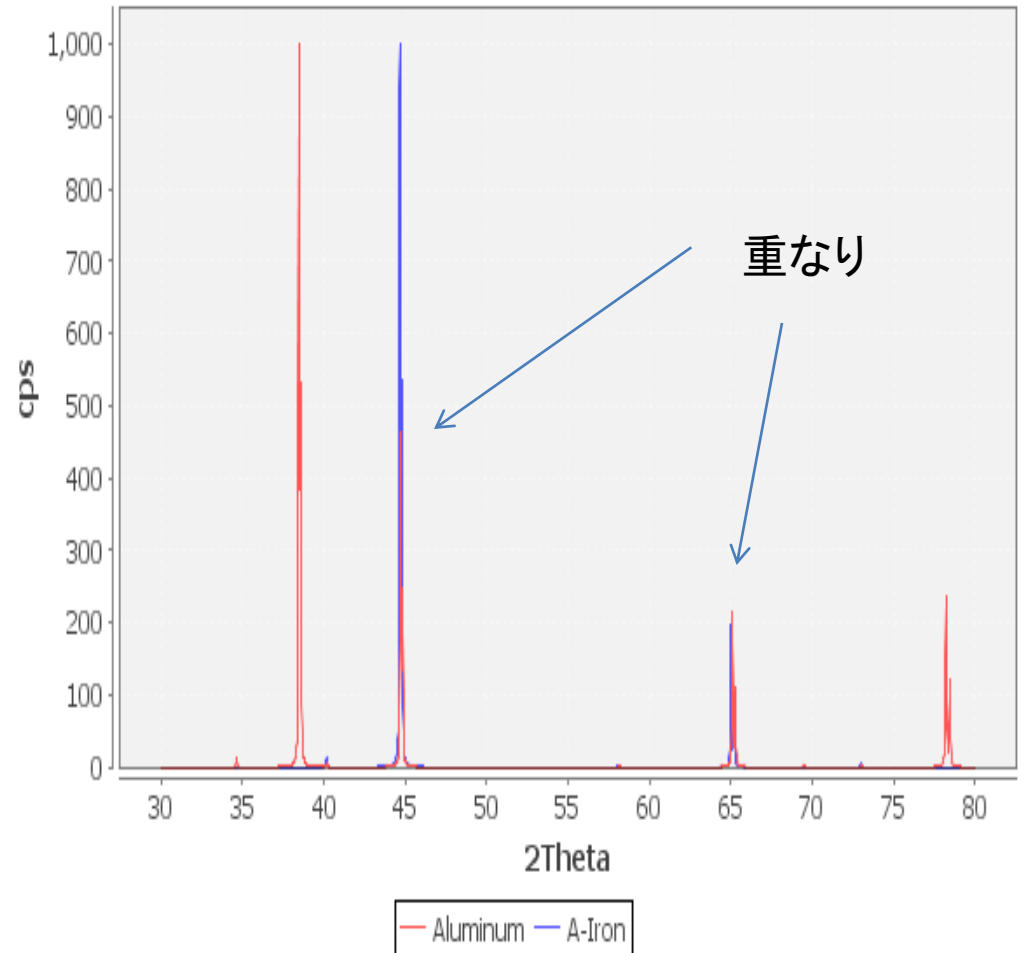
複合材 (Al+Fe)

Aluminum

0				
4.0494				
4.0494				
4.0494				
90.0				
90.0				
90.0				
1.54056				
9				
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
4	0	0	2.0	99.084
3	3	1	8.0	112.024
4	2	0	8.0	116.574
4	2	2	8.0	137.462

A-Iron

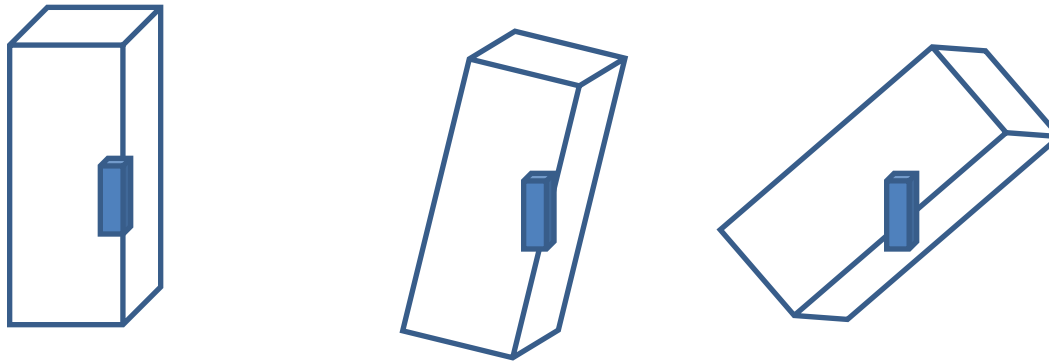
0				
2.8664				
2.8664				
2.8664				
90.0				
90.0				
90.0				
1.54056				
6				
1	1	0	100.0	44.672
2	0	0	20.0	65.021
2	1	1	30.0	82.332
2	2	0	10.0	98.942
3	1	0	12.0	116.378
2	2	2	6.0	137.151



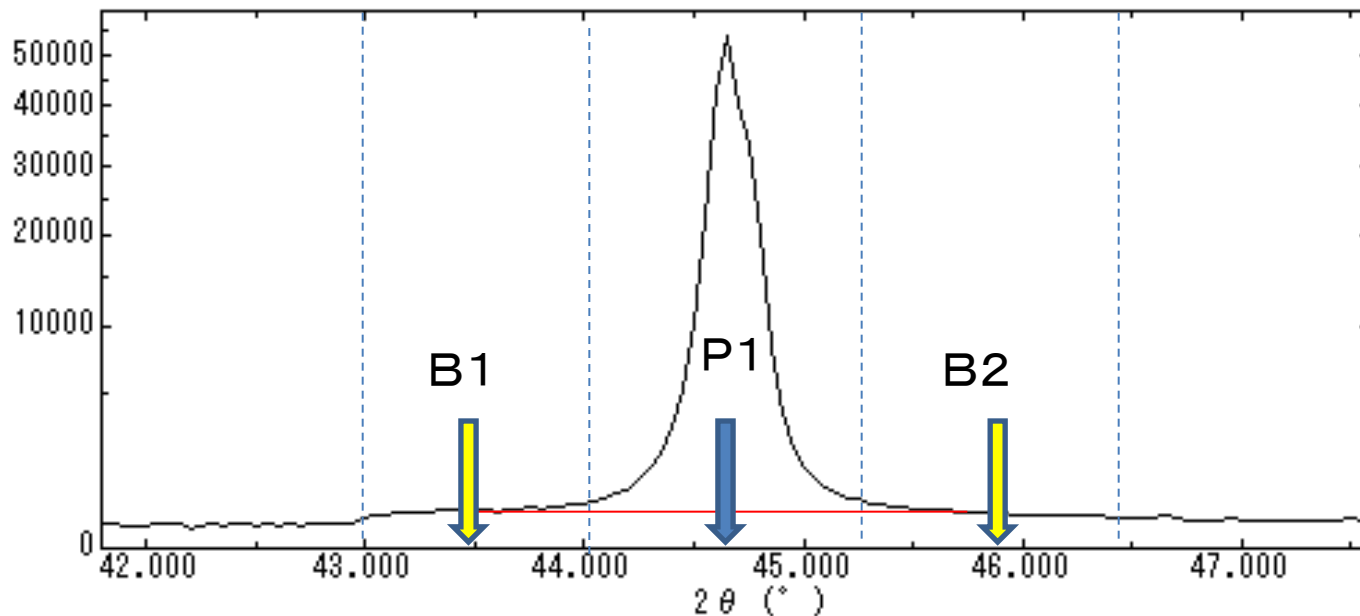
重なりを避ける

極点測定

測定試料のあらゆる方向に対する正確な強度測定を行う。

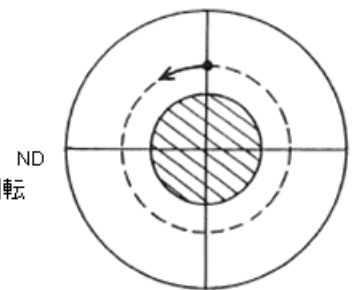
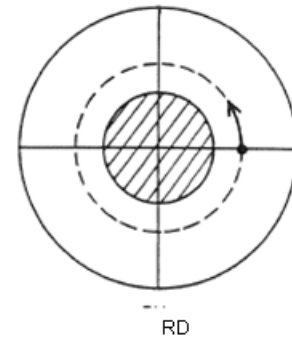
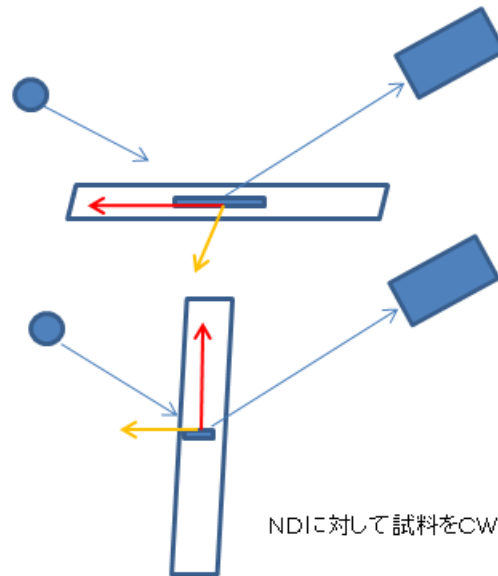
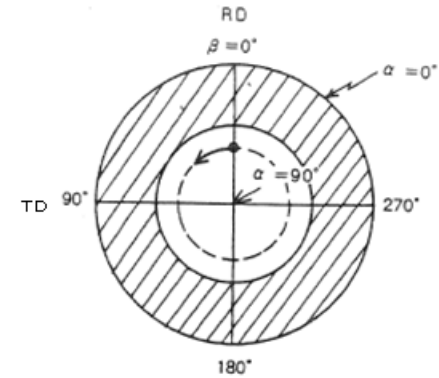
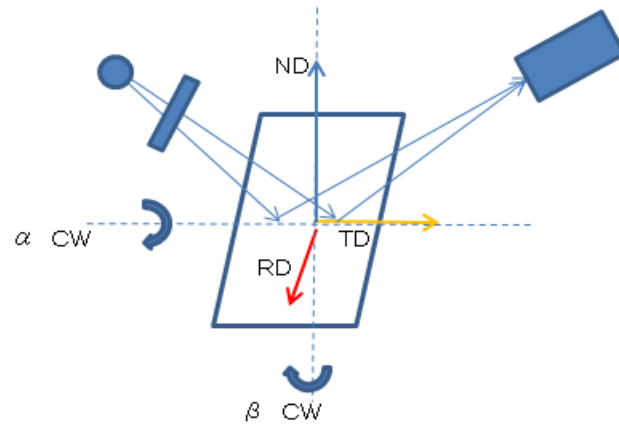


回折線の広がりを含めた面積を求める。(バックグラウンドを削除する)

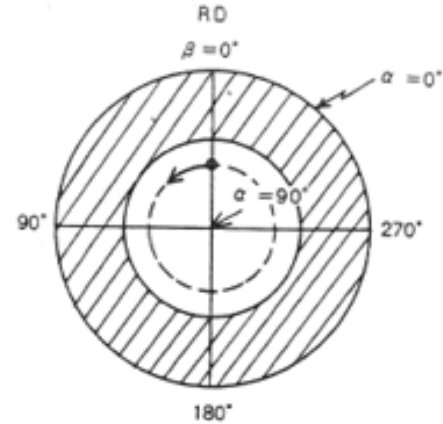
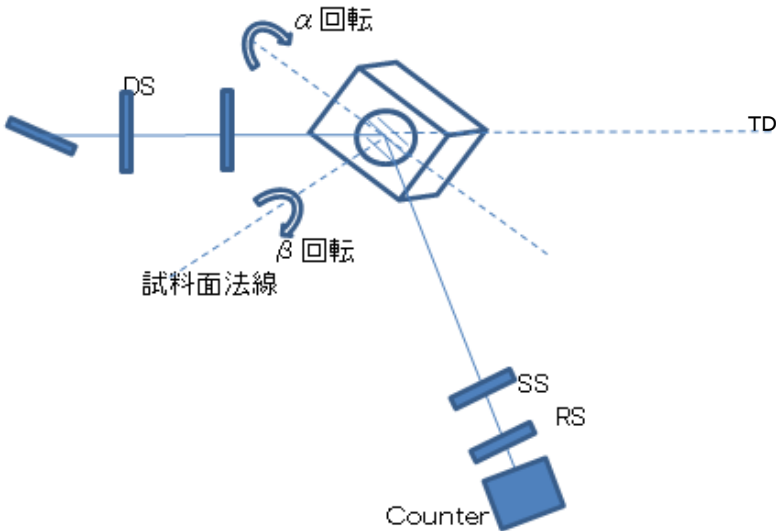


測定はP1, B1, B2位置で測定し、**バックグラウンド処理**でP1の赤線より上の積分強度を計算する。

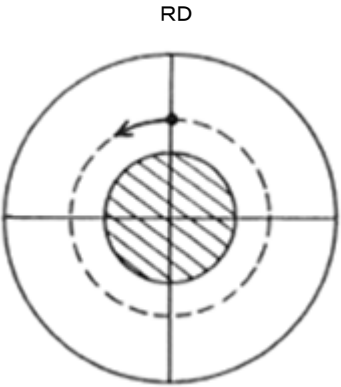
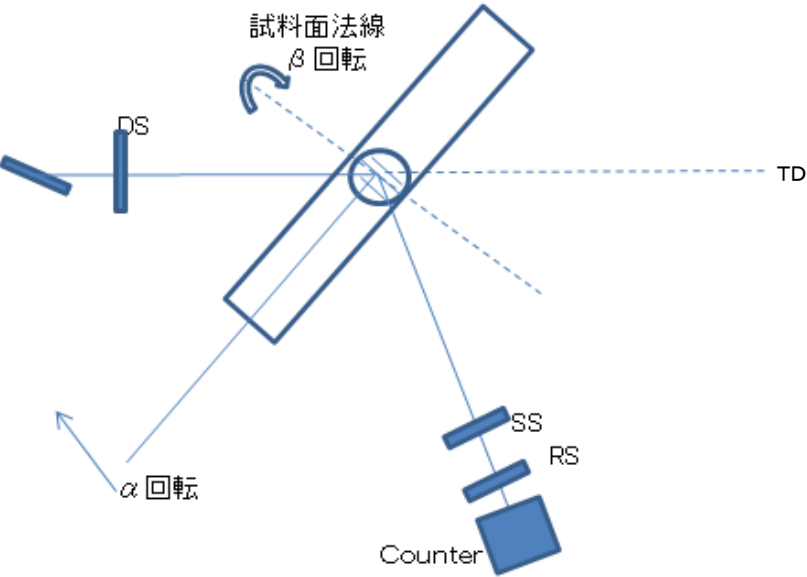
測定光学系



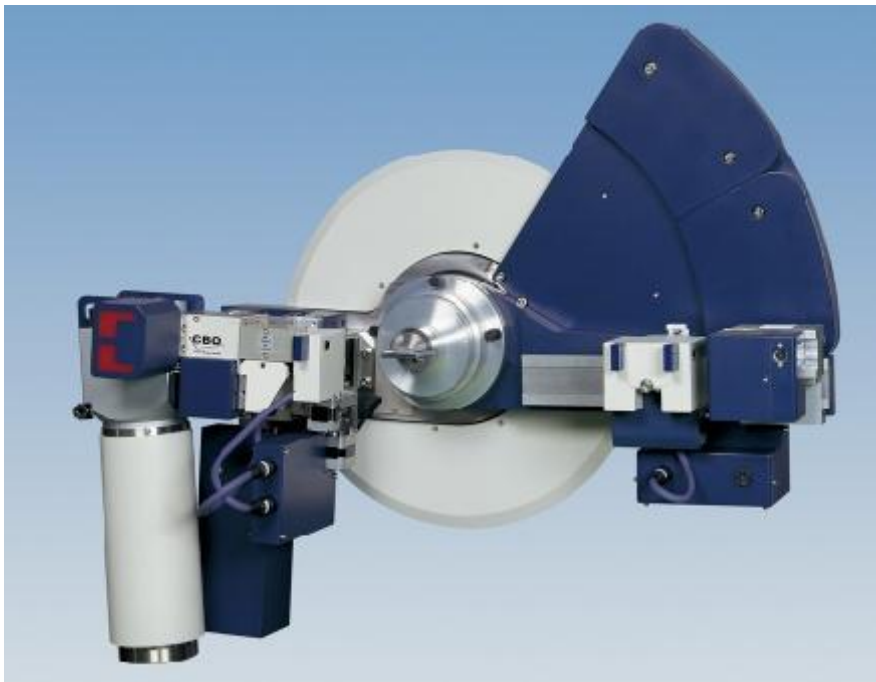
反射法



透過法



40mm ϕ 試料の測定



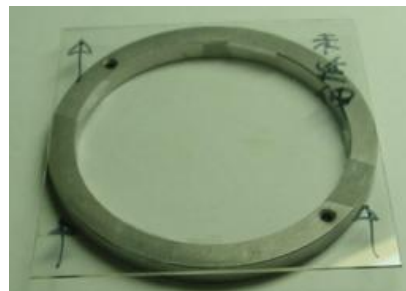
ゴニオメータ、 θ/θ scan



極点試料台、 α 、 β 、 γ 揺動



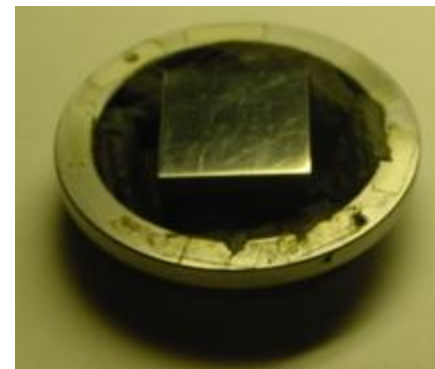
板状



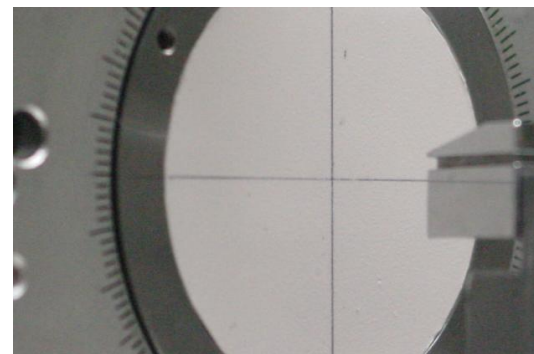
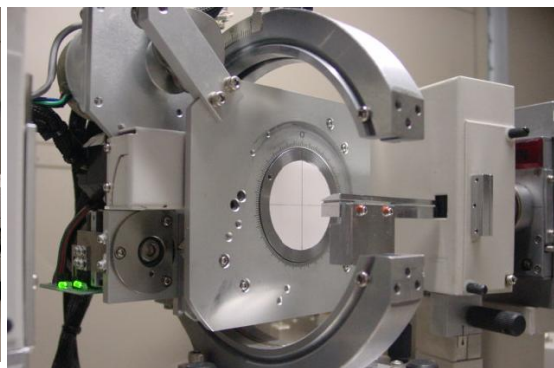
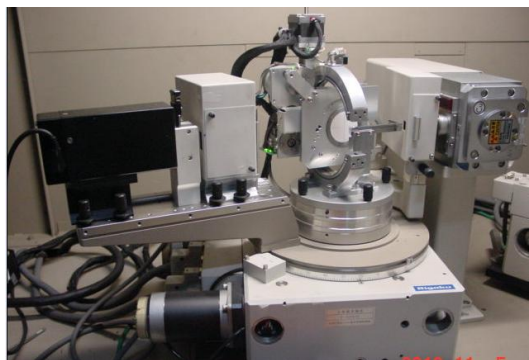
高分子



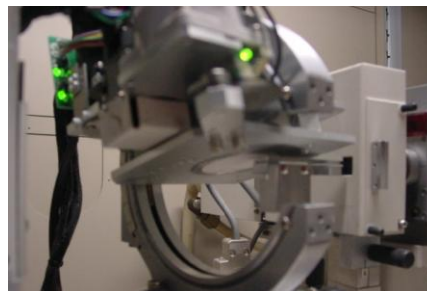
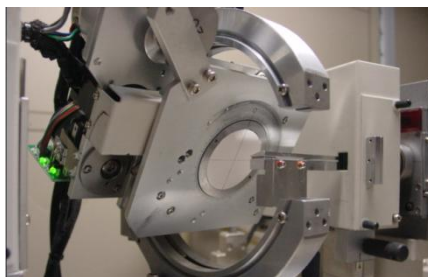
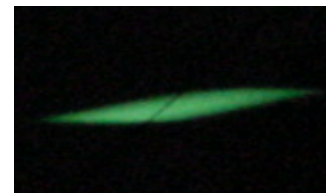
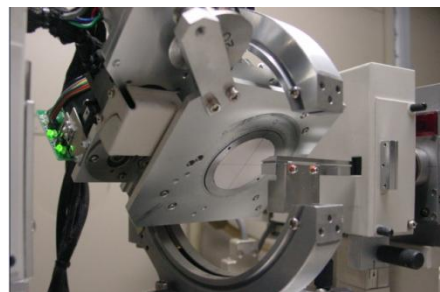
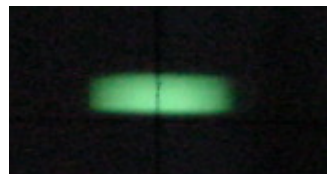
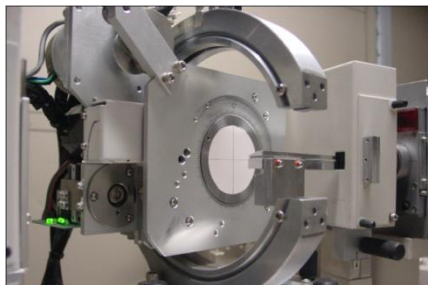
小さな試料



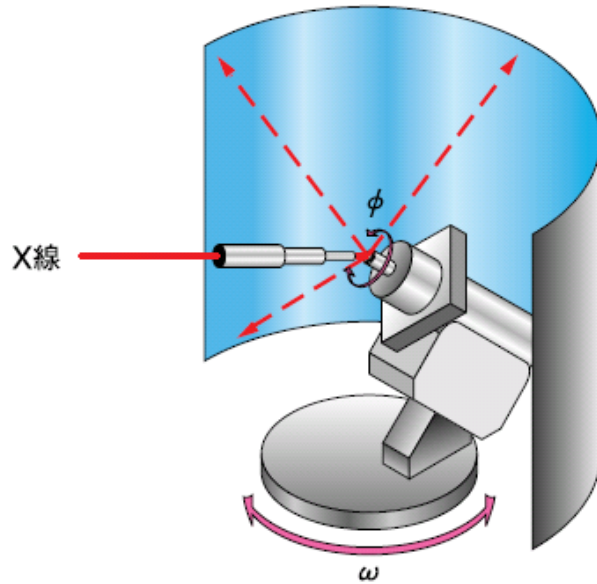
ブロック状試料



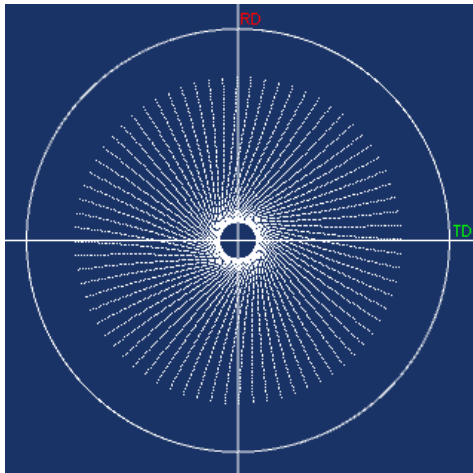
DS=1/2deg、入射角度19.0degにおける試料位置のX線照射エリア



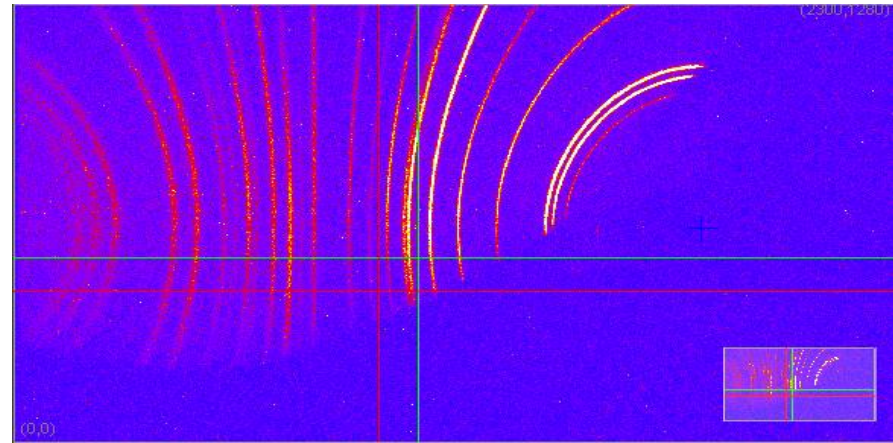
微小領域測定



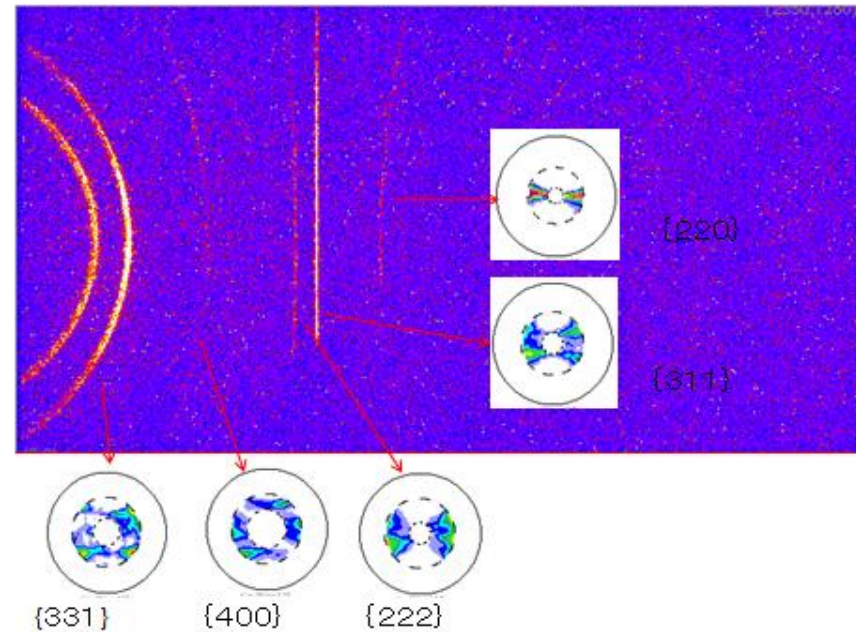
最小コリメータは10 μ m ϕ



Imageデータから極点図を計算

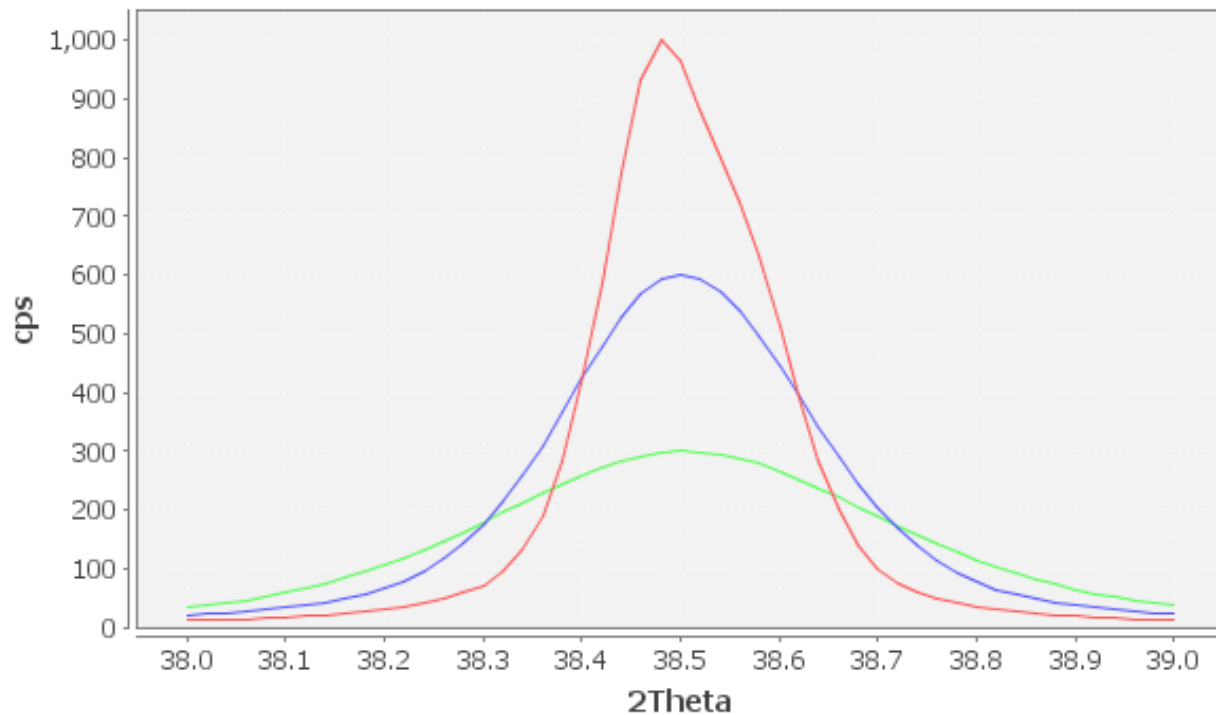
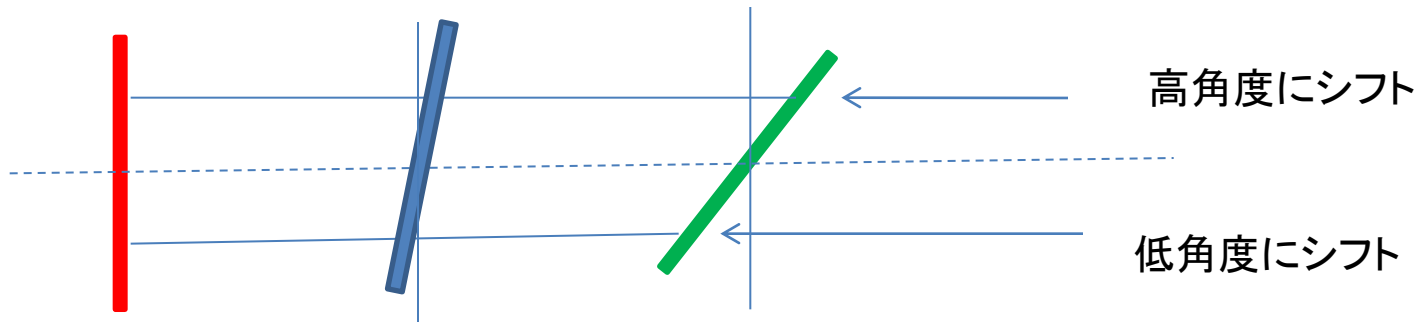


73 Imageデータを測定



Good fellow0.125mm ϕ ワイヤーの極点図

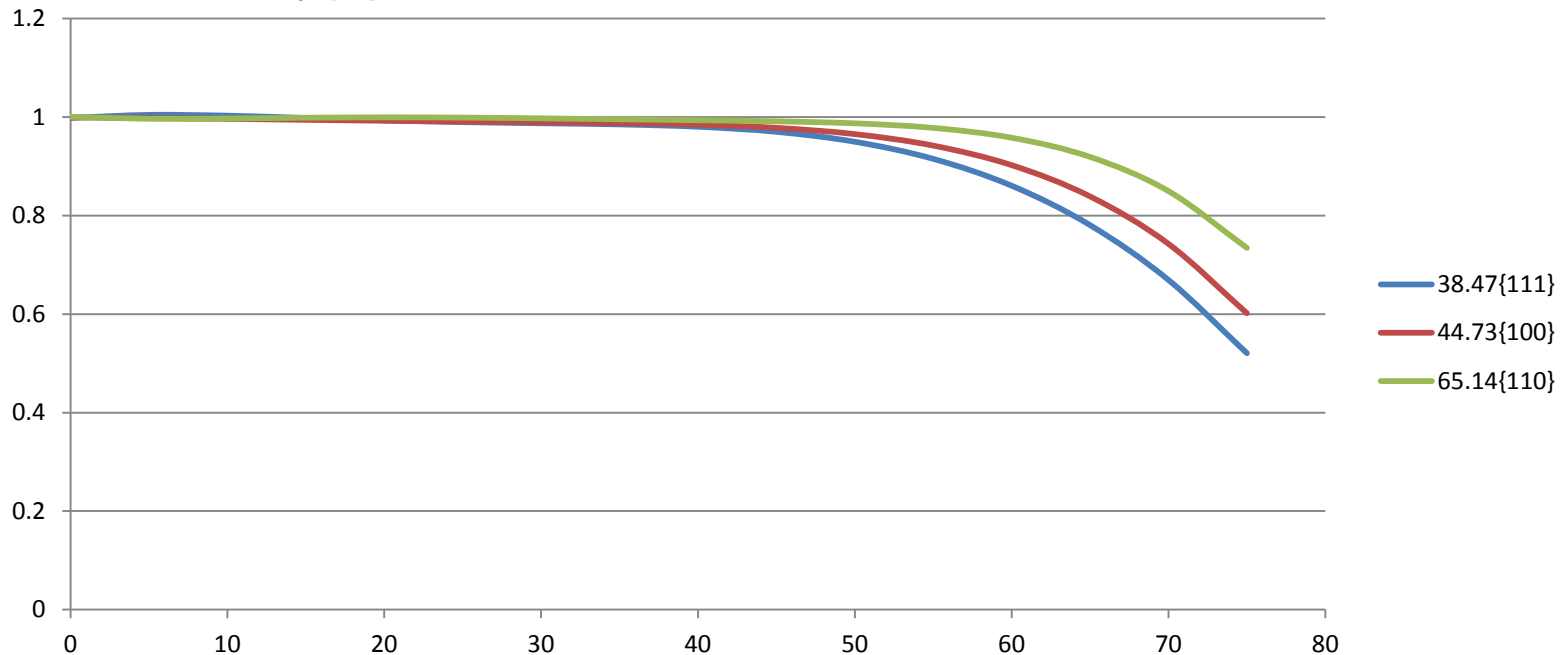
試料を傾けるとプロファイルが広がる(Defocus)



測定極点図では極点図の中心により外側は測定強度が低下する。

反射Schulz測定Defocus曲線

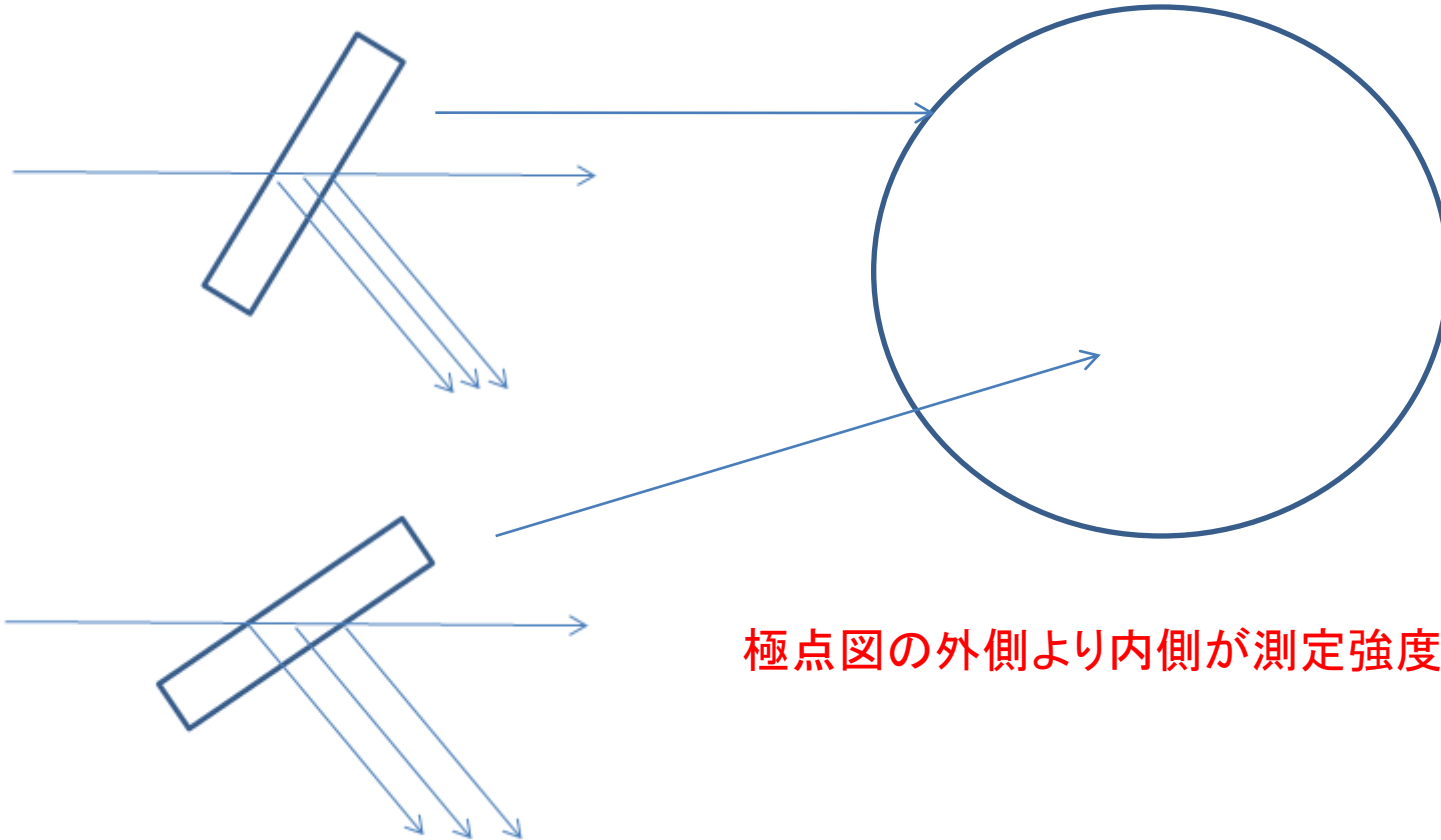
Defocus曲線は測定2 θ 角度と受光スリット幅により決定される。
DSスリットは関係しない



DSは如何なる場合でもX線照射エリアが試料からはみ出ないサイズを選択
SS, RSスリットは出来るだけ広いサイズ
「揺動」はON
K β フィルターは出来るだけ厚く
バックグランド位置に他の回折線が入らないように

吸収補正

透過法の場合



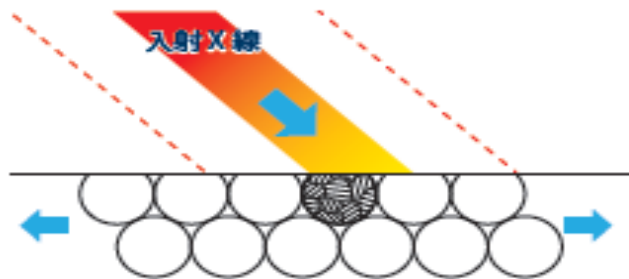
反射法の場合

薄膜では、極点図の内側より外側が測定強度が強くなる。

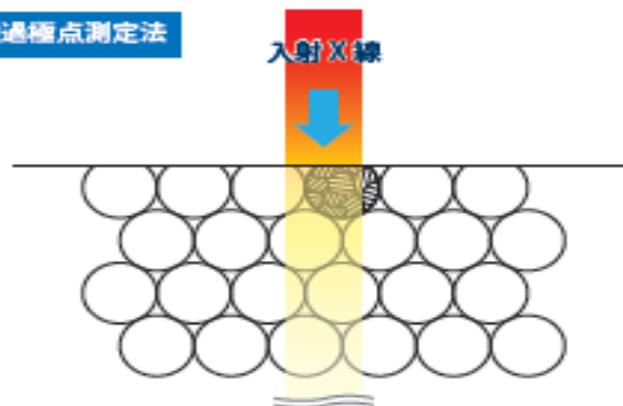
結晶粒が大きい場合

結晶粒の平均化: 透過や、反射法では揺動が効果がある。

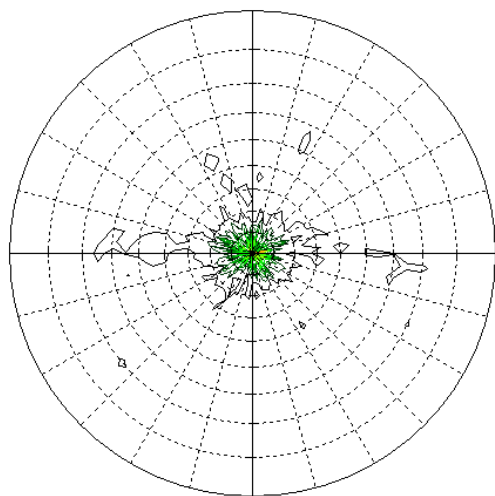
試料揺動付き反射極点測定法



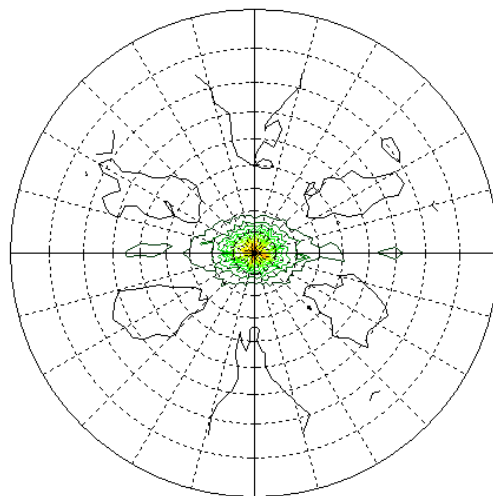
透過極点測定法



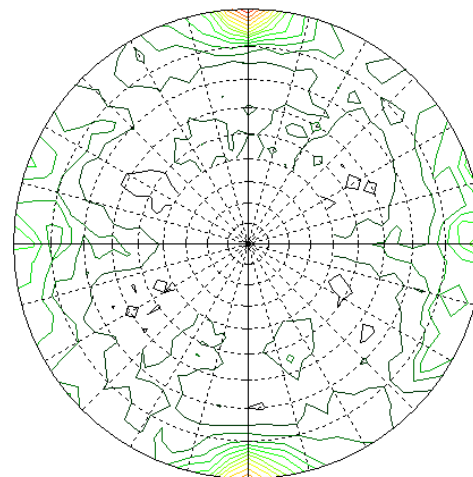
{001} 反射



揺動反射



透過法



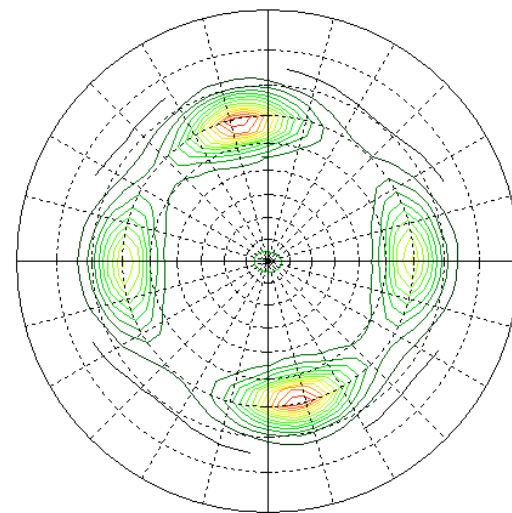
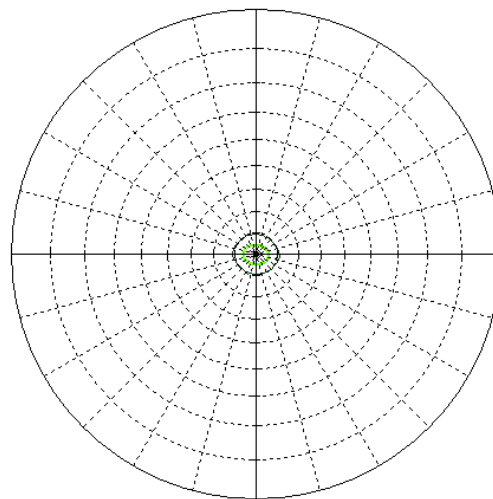
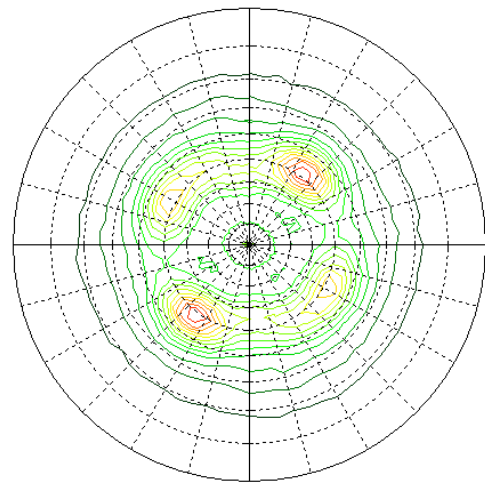
高分子材料の反射、透過極点図

反射

{001}

{110}

{100}

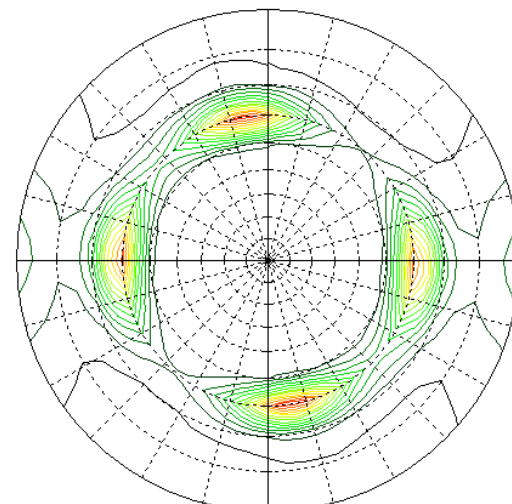
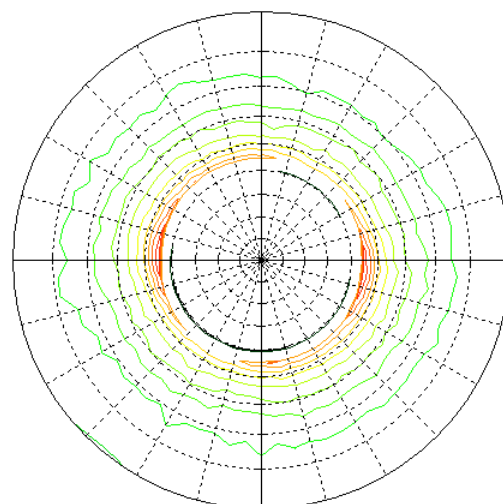
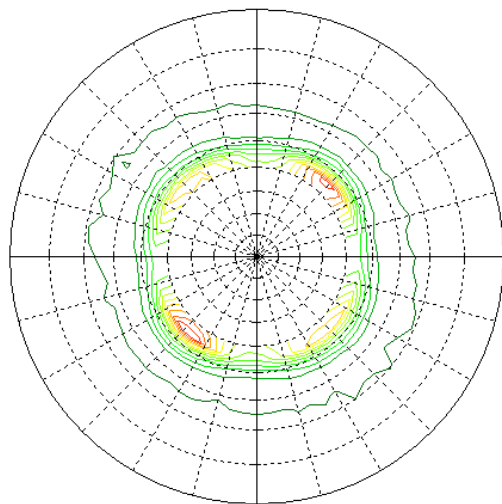


透過

{001}

{110}

{100}



実際の測定

正極点測定

ファイル(F) 編集(E) 表示(V) オプション(O) ヘルプ(H)

No.1 No.2 No.3 No.4 No.5 No.6 No.7 No.8 No.9 No.10 No.11 No.12 No.13

測定者: Administrator 機:

h k l 結晶系 試料厚[cm] 線吸収係数[1/cm] 試料径[mm] ☒ プロファイルを重ね書きする

1 1 1 立方晶系 0.0000000 0.0000 0.0000000

測定方法: 連続 計数単位: counts ☒ オートスケール 初期スケール: 1000

本測定

測定手法	α 開始角度	α 終了角度	α ステップ角度	電圧[kV]	電流[μ A]	BG測定
透過法	無し					
反射法	バルク反射	15.000	90.000	5.000	40	40 2測定

走査方法	β 開始角度	β 終了角度	β ステップ角度	β スキャン速度	γ 振動幅[mm]
同心円	0.00	360.00	5.0	60.00	20mm

2 θ 固定角度 発散狭孔制限 発散スリット 散乱スリット 受光スリット コメント

反射法 38.400 2.00mm 1/2° 7.00mm 7.00mm

バックグラウンド測定

BG走査方法	β 開始角度	β 終了角度	β ステップ角度	β スキャン速度
1点	0.00	90.00	5.0	60.00

α ステップ角度	BG1角度	散乱スリット	受光スリット	BG2角度	散乱スリット	受光スリット
透過法						
反射法	5.000	37.400	7.00mm	7.00mm	39.400	7.00mm 7.00mm

予想測定時間 透過法:0分 反射法:117分 14:57

指数

α 条件

β 条件

P1

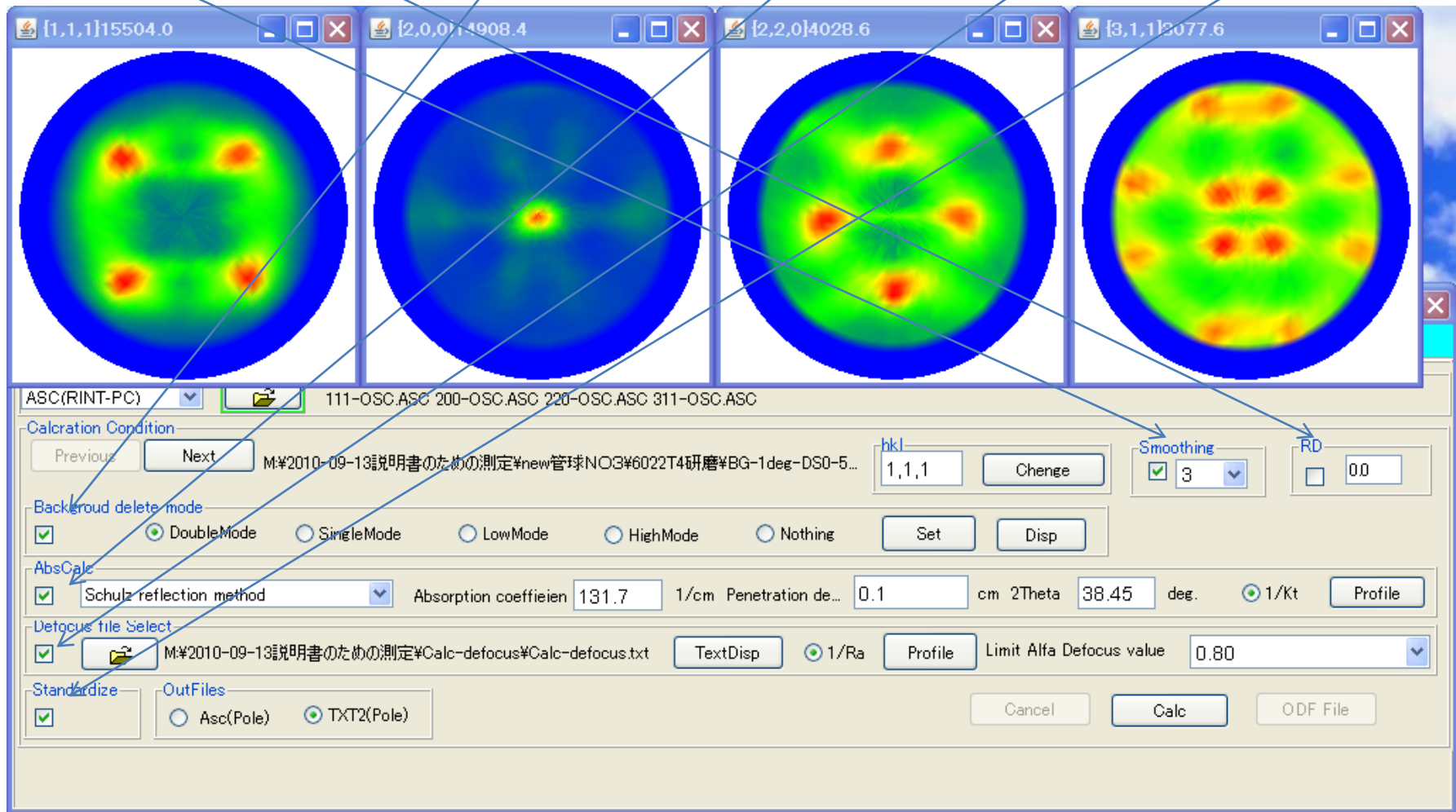
揺動

B1

B2

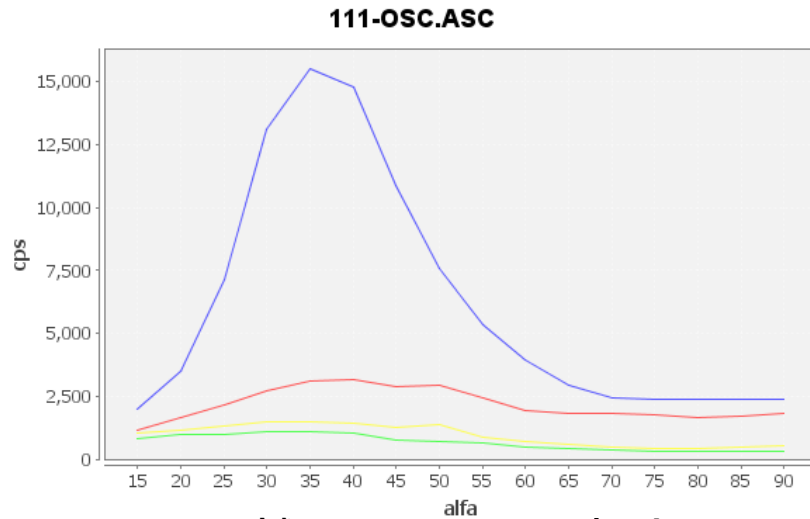
データ解析(複数の極点同時処理)

平滑化、RD補正、バックグラウンド除去、吸収補正、Defocus補正、規格化

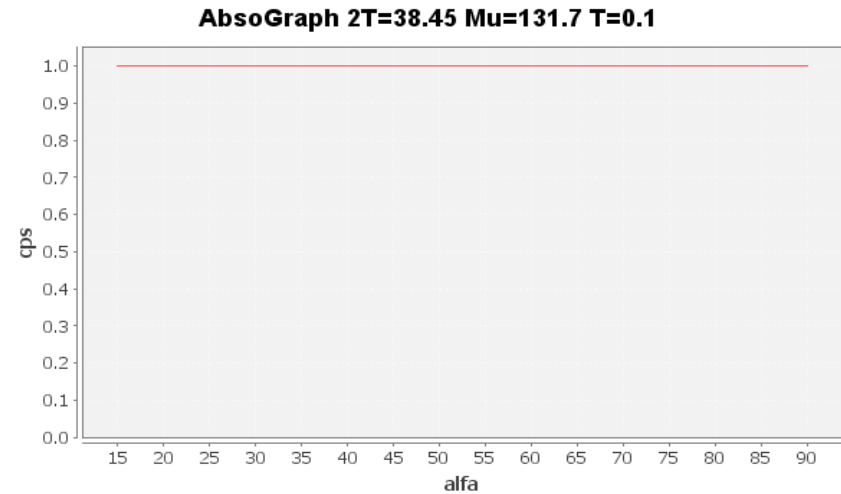


バックグラウンド、吸収補正量、Defocus補正量の確認

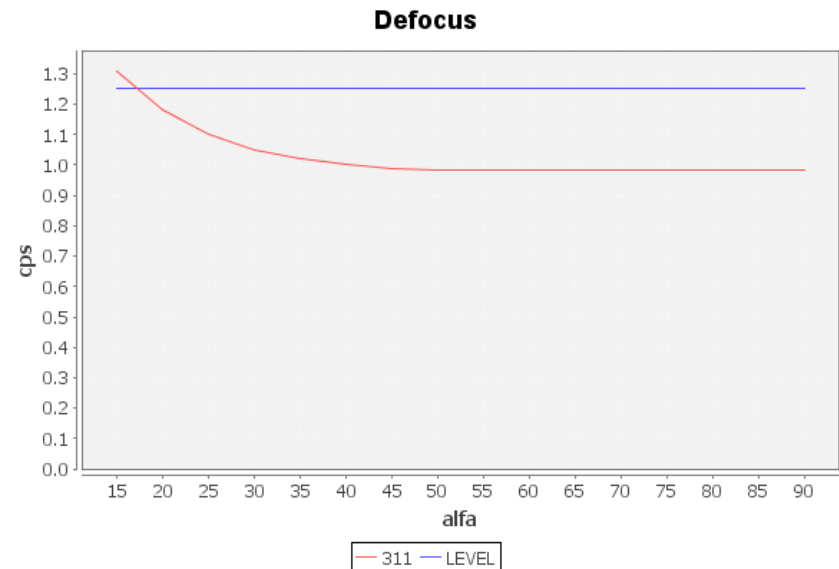
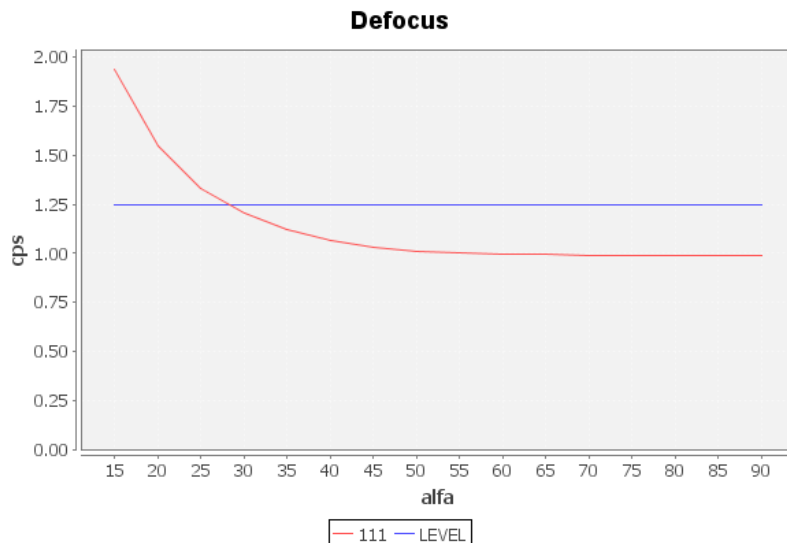
{111}極点図の α 方向プロファイル比較



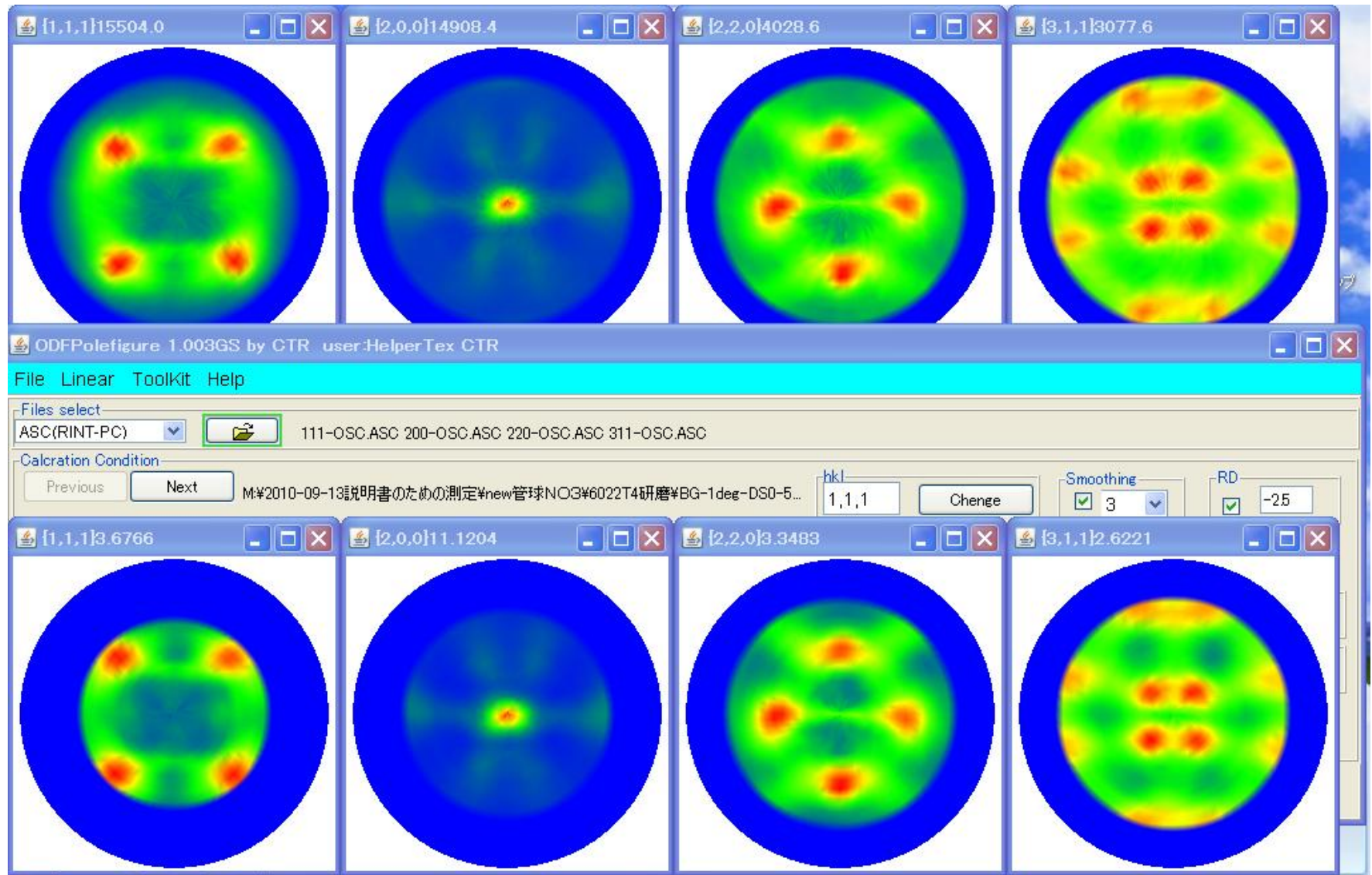
吸収補正は関係ない事が分かる



Defocus補正では{111}極点図では補正量が大きく、{311}極点図では少ない



処理結果



ODF用ファイルを作成

File Option Symmetric Software Data

Lattice constant

Material Aluminum.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenflies) 7 - O (cubic)

a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.0 alfa 90.0 beta 90.0 gamm 90.0

Initialize

Start

getHKL<-Filename

AllFileSelect

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
111-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt	1,1,1	38.45	0.0->60.0	0.0	60.0	✓
200-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt	2,0,0	44.65	0.0->65.0	0.0	65.0	✓
220-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt	2,2,0	65.0	0.0->70.0	0.0	70.0	✓
311-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt	3,1,1	78.15	0.0->70.0	0.0	70.0	✓

LaboTex

111-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt 200-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt :

Structure Code a b c alfa beta gamma

7 1.0 1.0 1.0 90.0 90.0 90.0

4

2Theta alf-s alf-e d-alf bet-s bet-e d-bet index H K L P/B

38.45 0.0 60.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 1 1 1 1

44.65 0.0 65.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 0 0 1

65.0 0.0 70.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 2 0 1

78.15 0.0 70.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 3 1 1 1

0.480100 0.493000 0.504600 0.505200 0.496000 0.479300 0

0.414700 0.401800 0.396200 0.400300 0.418400 0.439700 0

0.484300 0.478300 0.454600 0.427700 0.411100 0.404300 0

0.398500 0.400600 0.399800 0.397000 0.395800 0.404500 0

0.449800 0.452800 0.455900 0.458000 0.464500 0.477900 0

0.474000 0.454800 0.443500 0.436000 0.428300 0.418600 0

TexTools

0.0 0.0 0.71580

0.0 5.0 0.75650

0.0 10.0 0.79780

0.0 15.0 0.81400

0.0 20.0 0.78560

0.0 25.0 0.72420

0.0 30.0 0.67080

0.0 35.0 0.64910

0.0 40.0 0.63630

0.0 45.0 0.62600

0.0 50.0 0.62370

0.0 55.0 0.63820

0.0 60.0 0.65740

StandardODF

0.4801 0.4932 0.4938 0.4948 0.4958 0.4968 0.4978 0.4988 0.4998

popLA

popla 111-OSC_chMRUB0DL80S_2.txt 200-OSC_

111 5.0 60.0 5.0360.0 1 1 2 1 3 100 1

48 46 45 44 42 41 40 39 39 39 39 38 37

41 42 43 44 44 44 43 42 41 41 42 43 44

46 45 45 45 44 43 42 40 39 39 39 40 39

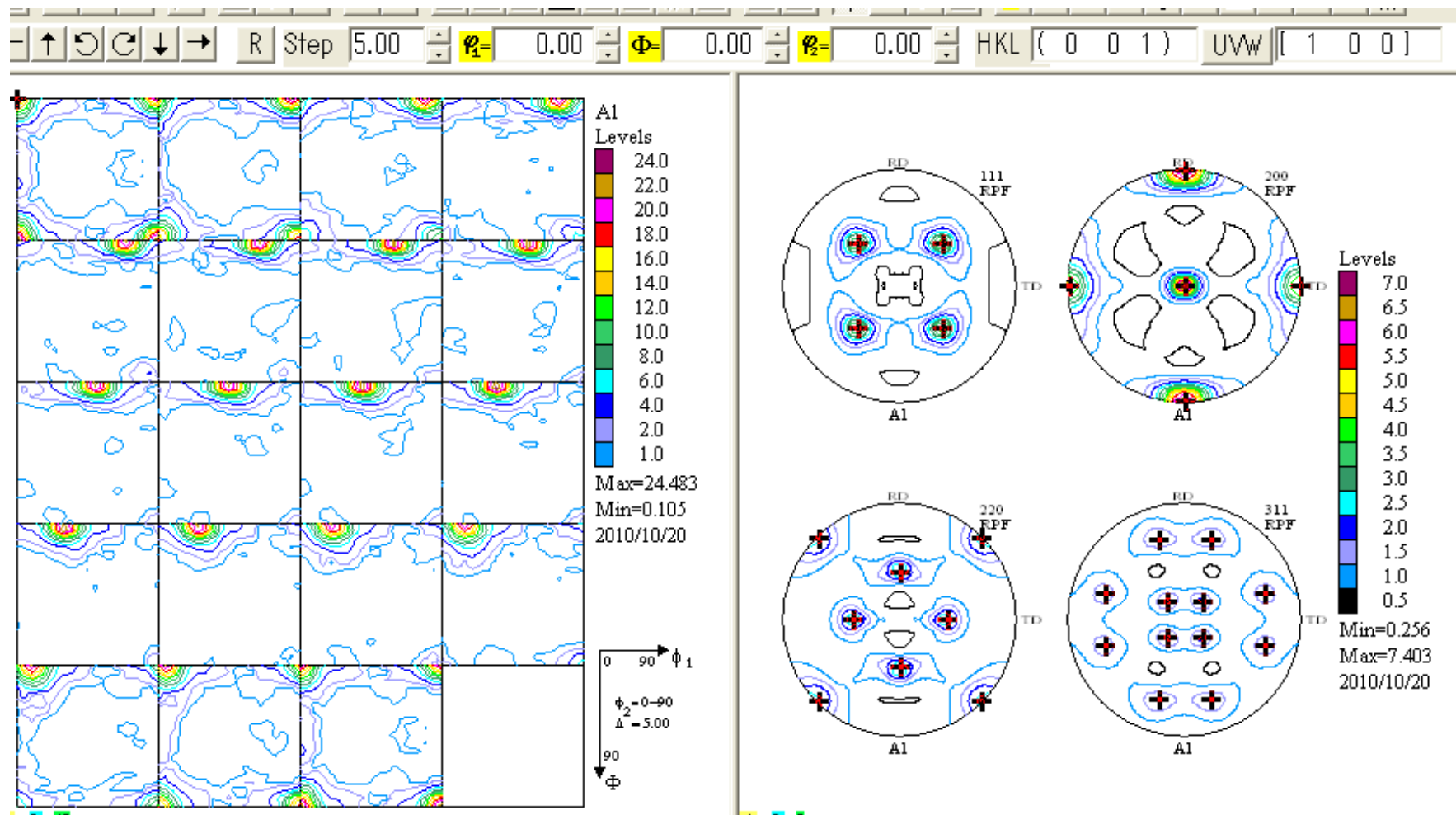
45 47 48 47 45 43 41 40 39 40 41 43 45

45 42 41 41 42 42 42 40 39 40 41 42 42

41 39 37 35 35 36 35 35 34 34 35 36 38

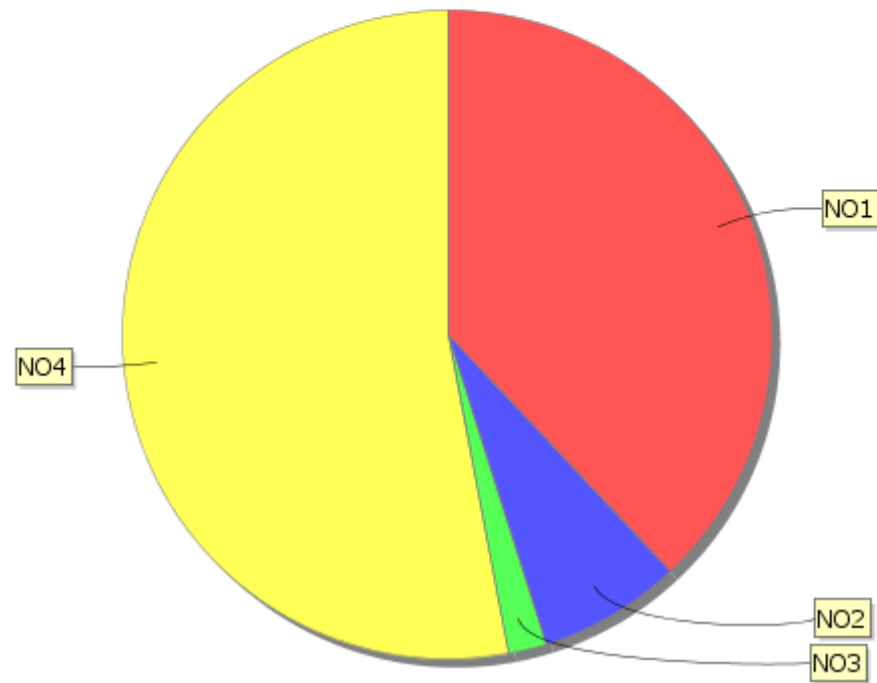
41 41 40 39 38 38 38 39 41 42 42 42 41

結晶方位解析

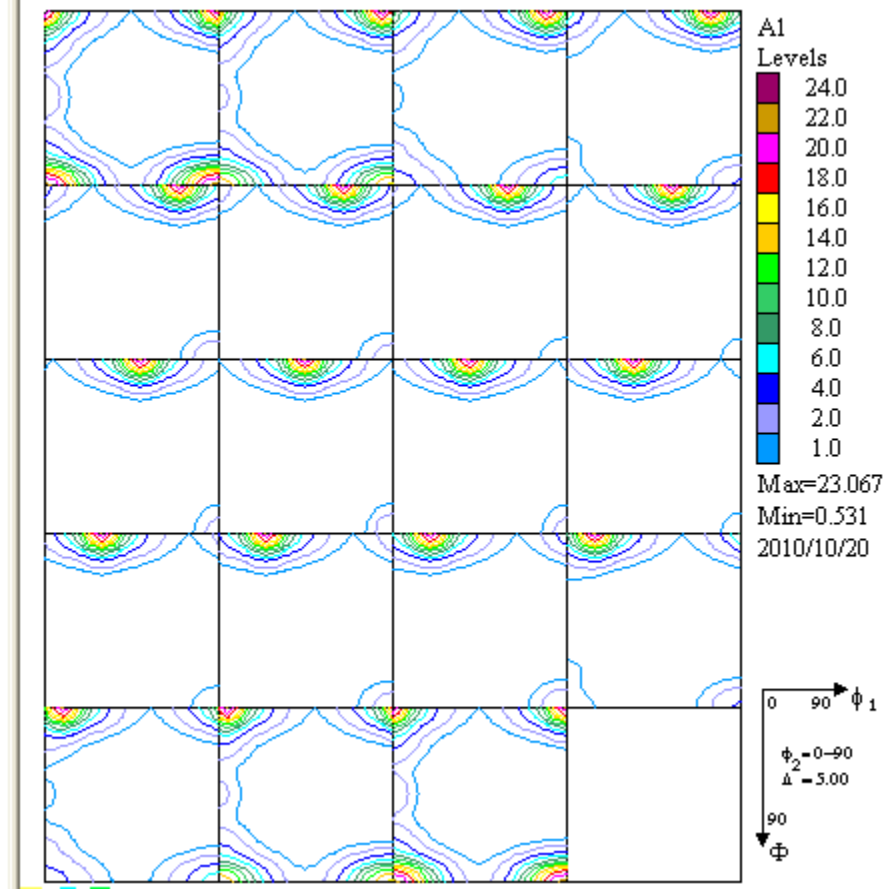
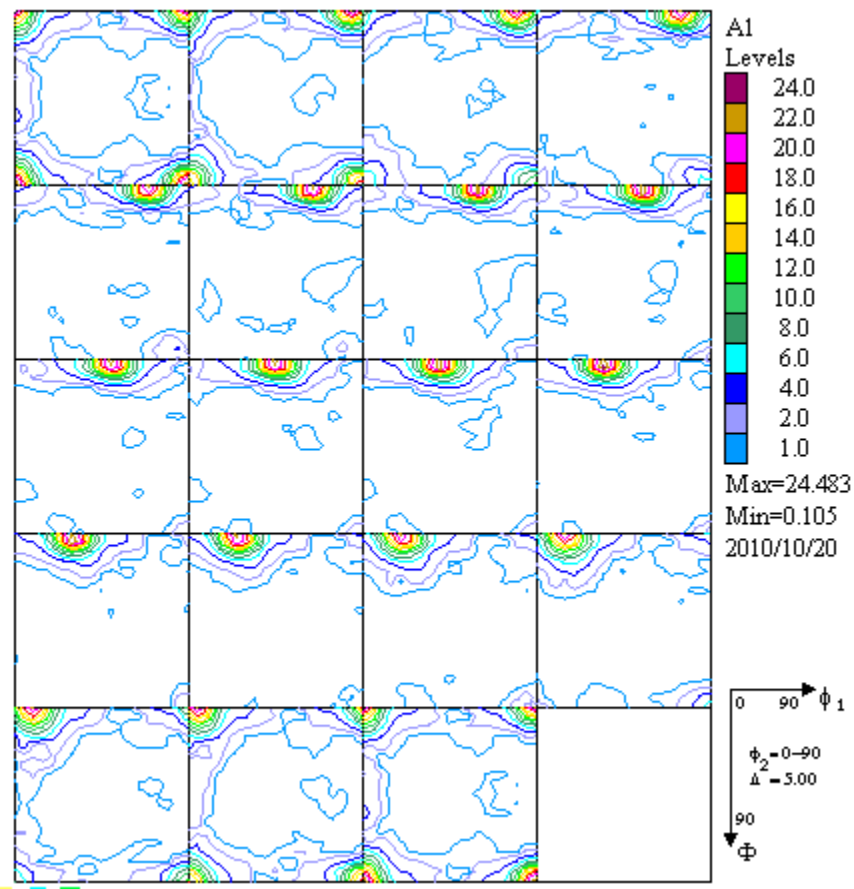


結晶方位の定量 (VolumeFraction)

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	38.0	38.1	17.5	13.0	{ 0 0 1 } K 1 0 0 > cube
2:	7.1	22.0	16.1	18.9	{ 0 1 3 } K 1 0 0 >
3:	1.9	15.2	17.8	13.1	{ 1 1 0 } K 0 0 1 > goss
4:	52.98	Background Volume Fraction			



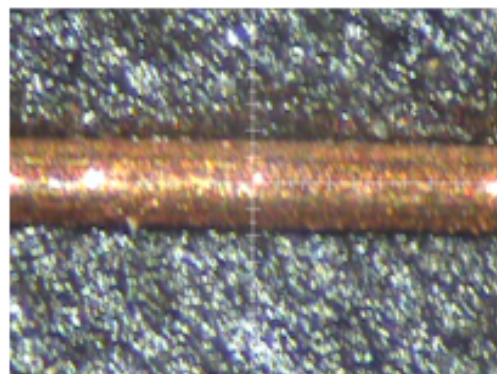
VolumeFraction結果の比較



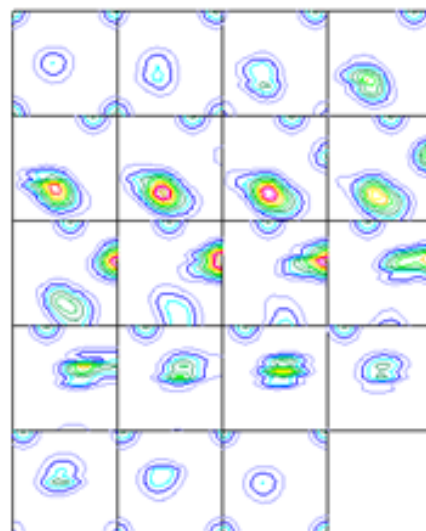
微小領域の結晶方位解析例

多結晶材料において、結晶粒の方位は材料特性に影響を及ぼす重要な因子です。
方位の統計的分布を表わす集合組織が材料の異方性を決定すると言われています。

Cuワイヤφ1.25mm

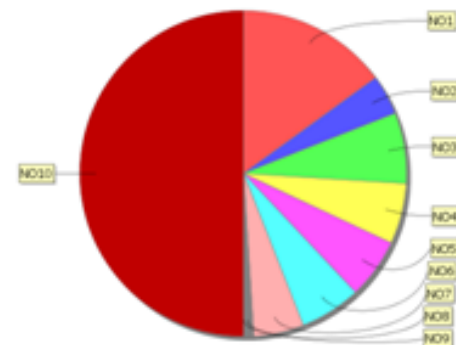


極点図からODF解析

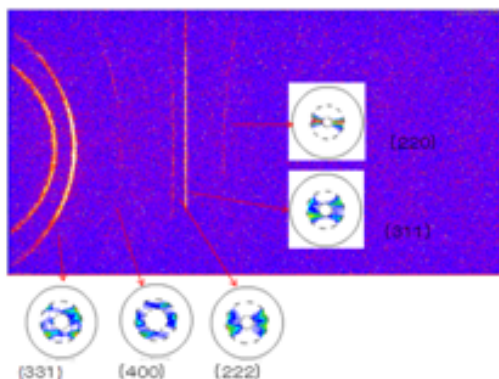


Co-Wire125
Levels
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
Max=6.494
Min=0.500
2010/02/26

VolumeFractionの円グラフ表示



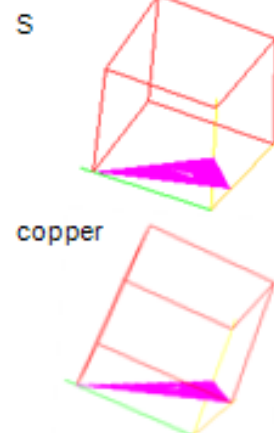
イメージデータから極点図作成



ODFから体積分率 (VolumeFraction) 計算

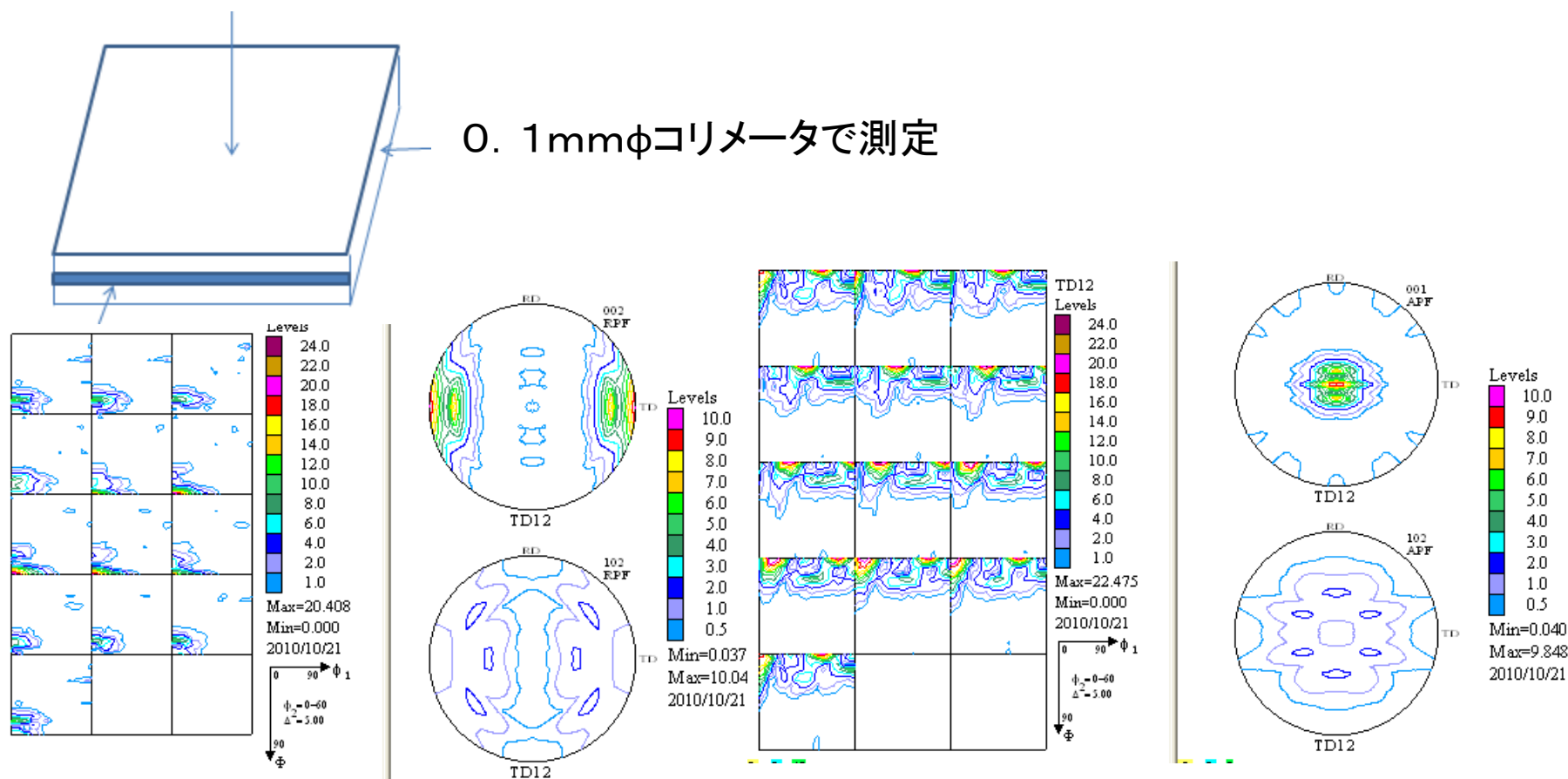
No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi2(FWHM)	Phi3(FWHM)	Orientation
1:	15.0	20.5	21.4	22.3	{ 1 1 2 } K 1 1 -1 > copper
2:	4.0	20.2	21.2	20.7	{ 0 0 1 } K 1 0 0 > cube
3:	7.0	30.2	18.6	26.4	{ 2 1 3 } K -3 -6 4 > S-3
4:	6.0	26.8	22.8	20.0	{ 1 3 2 } K 6 -4 3 > S-1
5:	6.0	29.0	20.3	21.6	{ 2 3 1 } K 3 -4 6 > S-2
6:	6.0	26.8	20.3	21.7	{ 2 3 1 } K -3 4 -6 > S-4
7:	5.0	26.1	21.0	20.5	{ 1 1 0 } K 1 -1 2 > brass
8:	1.0	20.5	20.5	20.4	{ 1 2 3 } K 4 1 -2 > R
9:	0.0	20.4	21.1	17.4	{ 1 1 0 } K 0 0 1 > goss
10:	50.00	Background Volume Fraction			

体積分率 主方位: S(25%) 副方位copper(15%)



Mg(AZ31圧延)材、TD→ND変換例

微小領域測定可能なシステムで、TD方向から測定し、
バックグランド処理、スムージング、Defocus補正を行い、
TD方向のODF解析を行い、TD→ND変換



TD方向解析

TD→ND変換後