

# MÉRÉSI JEGYZŐKÖNYV

---

## 2. MÉRÉS – RÖNTGEN VONALPROFIL ANALÍZIS

LABORVEZETŐ: GUBICZA JENŐ

SZILVÁSI ÁDÁM, FIZIKUS MSC  
MÉRŐTÁRSAK: MÁRTON ISTVÁN,  
ANGLER GÁBOR  
MÉRÉS DÁTUMA: 2010. OKTÓBER 7.  
LEADÁS DÁTUMA: 2010. DECEMBER  
24.

### 1) A MÉRÉS CÉLJA

A mérés célja a röntgen vonalprofil analízis módszereivel való megismerkedés egy erősen deformált réz minta mikroszerkezeti tulajdonságainak meghatározásán keresztül.

### 2) A MÉRÉSI MÓDSZER

A mérést egy nagyfelbontású forgóanódos diffraktométerrel készítettük, a réz  $\lambda = 0,15406 \text{ nm}$ -es  $K\alpha_1$  karakterisztikus röntgensugárzását használva. A diffraktált Debye-Scherrer gyűrűket három, a mintától  $r = 492 \text{ mm}$ -re helyezett imaging plate rögzítette, amelyeket azután a helyszínen kiolvastunk. Az IP által rögzített intenzitás-eloszlás közepéből választottunk ki egy-egy keskeny sávot, hogy a beeső nyaláb geometriájából fakadó seprűsödést kiküszöböljük, majd a sík IP-k miatt kapott íveket egyenes szakaszokba transzformáltuk egy erre a célra írt programmal. Az így kapott eloszlásokat adott szögre felintegráltuk, így kaptunk egy  $2\theta$  diffrakciós szög szerinti intenzitás görbét. Mivel a különböző IP-k nem pontosan egyformán érzékenyek, így az eloszlásokat úgy toltuk el, hogy a háttér azonos intenzitású legyen, majd a lemezek közötti üres szakaszokat egyenletes eloszlású adatpontokkal töltöttük fel egyesítés után, így megkaptuk a végleges intenzitás-eloszlást. (1. ábra) A diffrakciós csúcsok profilját vizsgáltuk, és kerestük a kiszélesedés lehetséges forrásait.

### 3) A MÉRÉS KIÉRTÉKELESE

#### A) A VONALSZÉLESÉDÉS OKAINAK FELTÁRÁSA WILLIAMSON-HALL MÓDSZERREL

A diffrakciós csúcsok helyeinek ( $2\theta$ ) és szélességének ( $2\Delta\theta$ ) meghatározása után beindexeltük őket a réz JCPDS kártyája alapján. Ezekből kiszámoltuk a csúcsok félértékszélességét és a diffrakciós vektort:

$$FWHM = \frac{\cos \theta \, 2\Delta\theta}{\lambda}; \quad g = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}.$$

A modellünk szerint, amennyiben a félértékszélesség konstans a diffrakciós vektor hosszának függvényében, a kiszélesedést csak a szemcsék véges mérete okozza, ha változik, akkor a rácsdeformációk is szerepet játszanak benne. Ennek vizsgálatára szolgál a Williamson-Hall ábrázolás. (2. ábra) Hogyha a deformáció anizotrop, a félértékszélesség nem csak  $g$  nagyságától, hanem irányától is függni fog, ilyenkor ez nem lesz monoton függvény. Ilyenkor használjuk a módosított Williamson-Hall ábrát, amelyben  $g$  helyett  $g^2\bar{C}$  szerint ábrázoljuk a félértékszélességet. Itt  $\bar{C}$  az átlagos diszlokáció kontraszt faktor:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2),$$

ahol  $\bar{C}_{h00}$  az átlagos diszlokáció kontraszt faktor a  $h00$  reflexiókra és

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2},$$

ahol  $hkl$  a diffrakciós csúcs indexei. A  $q$  paraméter az anyag rugalmas állandóitól és a mintában lévő diszlokációk típusától (pl. él vagy csavar) függ.  $\bar{C}_{h00}$  és  $q$  lehetséges értékeit táblázatból néztük ki. Ha a félértékszélesség az új ábrán már nagyjából monoton, akkor a kiszélesedést elsősorban a diszlokációkból eredő rácsdeformációk okozzák. A függvény nem nagyon érzékeny a  $\bar{C}_{h00}$ -ra, így vettük a szélső értékek átlagát (0,30525),  $q$ -t pedig úgy választottuk meg, hogy ránézésre monoton legyen a függvény. A  $q$  értékéből így becslést adhatunk az él- és csavardiszlokációk arányára, amely jelen esetben nekünk  $q = 2,2$  lett, ami azt mutatja, hogy a csavardiszlokációkból több található a mintában. Ha parabolát illesztünk a módosított Williamson-Hall ábra adatpontjaira, a tengelymetszet reciprokából becslést tehetünk a térfogattal súlyozott átlagos szemcseméretre is. (3. ábra)

A csúcsok adatai illetve a számolt értékek:

$2\theta$ [°]	$2\Delta\theta$ [°]	h	k	l	$H^2$	$\bar{C}$	$g$ [nm <sup>-1</sup> ]	$g^2\bar{C}$ [nm <sup>-2</sup> ]	FWHM [nm <sup>-1</sup> ]
43,30	0,14	1	1	1	0,3	0,081	4,79	1,87	0,0144
50,39	0,23	2	0	0	0	0,305	5,53	9,32	0,0240
74,13	0,26	2	2	0	0,25	0,137	7,82	8,41	0,0237
89,90	0,40	3	1	1	0,157	0,200	9,17	16,81	0,0325
95,08	0,29	2	2	2	0,3	0,081	9,58	7,47	0,0222
116,96	0,70	4	0	0	0	0,305	11,07	37,39	0,0415

A módosított Williamson-Hall ábrára illesztett parabola ( $ax^2 + bx + c$ ) paraméterei:

$$a = (2,1 \pm 0,1) \times 10^{-5} \text{ nm}^3$$

$$b = (16,0 \pm 0,6) \times 10^{-4} \text{ nm}$$

$$c = (11,4 \pm 0,4) \times 10^{-3} \text{ nm}^{-1}$$

Ebből a térfogattal súlyozott szemcseméretre adott becslés:

$$\langle x \rangle_{vol} \approx 1/c (1 \pm \delta c) = 88 \pm 3 \text{ nm}$$

#### B) A MIKROSZERKEZETI PARAMÉTEREK MEGHATÁROZÁSA A CMWP ILLESZTÉSI MÓDSZER SEGÍTSÉGÉVEL

A következő lépésben a Konvolúciós Teljes Profil Illesztés módszerét alkalmazva meghatároztuk a minta különböző mikroszerkezeti paramétereinek értékeit. Az ehhez használt program szimultán illeszti az összes csúcsra a mikroszerkezeti paraméterektől függő elméleti függvényt.

Bemenő paraméterek között szerepel a kristályrács típusa (köbös), rácsparamétere ( $a = 0,3615 \text{ nm}$ ), az ebből számolt Burgers-vektor ( $|\vec{b}| = 0,256 \text{ nm}$ ),  $\bar{C}_{h00} = 0,3$ , a diffrakciós csúcsok  $hkl$  indexei, pozíciói és relatív intenzitásai. Meg kell adnunk a háttérét is, amelyet a csúcsok közötti adatpontok vonalában vehetünk fel. A csúcsok pozíciói és intenzitásai az illesztés során pontosításra kerülnek.

Az illesztéssel öt paramétert kapunk, amelyekből egyenesen meghatározhatók a szemcseméret eloszlást meghatározó  $m$  és  $\sigma$  paraméterek,  $q$  diszlokációk típusára jellemző paraméter,  $\rho$  diszlokáció-sűrűség és a diszlokációk effektív  $R_e^*$  külső levágási sugara, amely a diszlokációk dipólmomentumáról ad információt. Utóbbi helyett hasznosabb az  $M^*$  diszlokáció elrendeződési paramétert használni. A program nem a fizikai paraméterekre illeszt, hanem – a  $q$ -t leszámítva – egyre normált paramétereket illeszt a stabilitás érdekében. A paraméterekre a következő eredmények jöttek ki:

	Érték	Relatív hiba	Átskálázott
a	2,07751	0,2352%	2,07751
b	0,949001	0,2147%	3,796
c	1,22839	0,6356%	0,614195
d	0,604912	0,5642%	60,4912
e	1,77199	1,402%	0,0885995

A fizikai paramétereket a program automatikusan kiszámolta. A mikroszerkezeti paraméterek és az illesztett paraméterek közötti összefüggések, hibaszámítás és a végeredmények:

$$m = \exp b (1 \pm b\delta b) = 44,5 \pm 0,4 \text{ nm}$$

$$\sigma = \frac{c}{\sqrt{2}} (1 \pm \delta c) = 0,434 \pm 0,003$$

$$q = a(1 \pm \delta a) = 2,078 \pm 0,005$$

$$\rho = \frac{2}{\pi(|\vec{b}|d)^2} (1 \pm 2\delta d) = 0,00265 \pm 0,00003 \text{ nm}^{-2}$$

$$R_e^* = \frac{\exp(-0,25)}{2e} (1 \pm \delta e) = 4,40 \pm 0,06 \text{ nm}$$

$$M^* = R_e^* \sqrt{\rho} (1 \pm (\delta e + \delta d)) = 0,226 \pm 0,004$$

Az illesztett profil, illetve az adatsor, és az illesztés különbség görbéje a 4. ábrán látható.

#### C) A SZEMCSEMÉRETELOSZLÁS ÁBRÁZOLÁSA, ÉS A KÜLÖNBÖZŐ ÁTLAGOS SZEMCSEMÉRETEK KISZÁMÍTÁSA

Az illesztéshez alkalmazott modellben gömb alakú szemcséket, és a szemcsék átmérőjének lognormális eloszlását feltételeztük. Az eloszlás két paraméterrel adható meg, ezek az  $m$  medián és  $\sigma$  szórás, amelyeket fenn megkaptunk. A lognormális eloszlást az  $x$  szemcseméret függvényében a következő formula adja meg:

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma x} \exp\left(-\frac{\ln(x/m)^2}{2\sigma^2}\right).$$

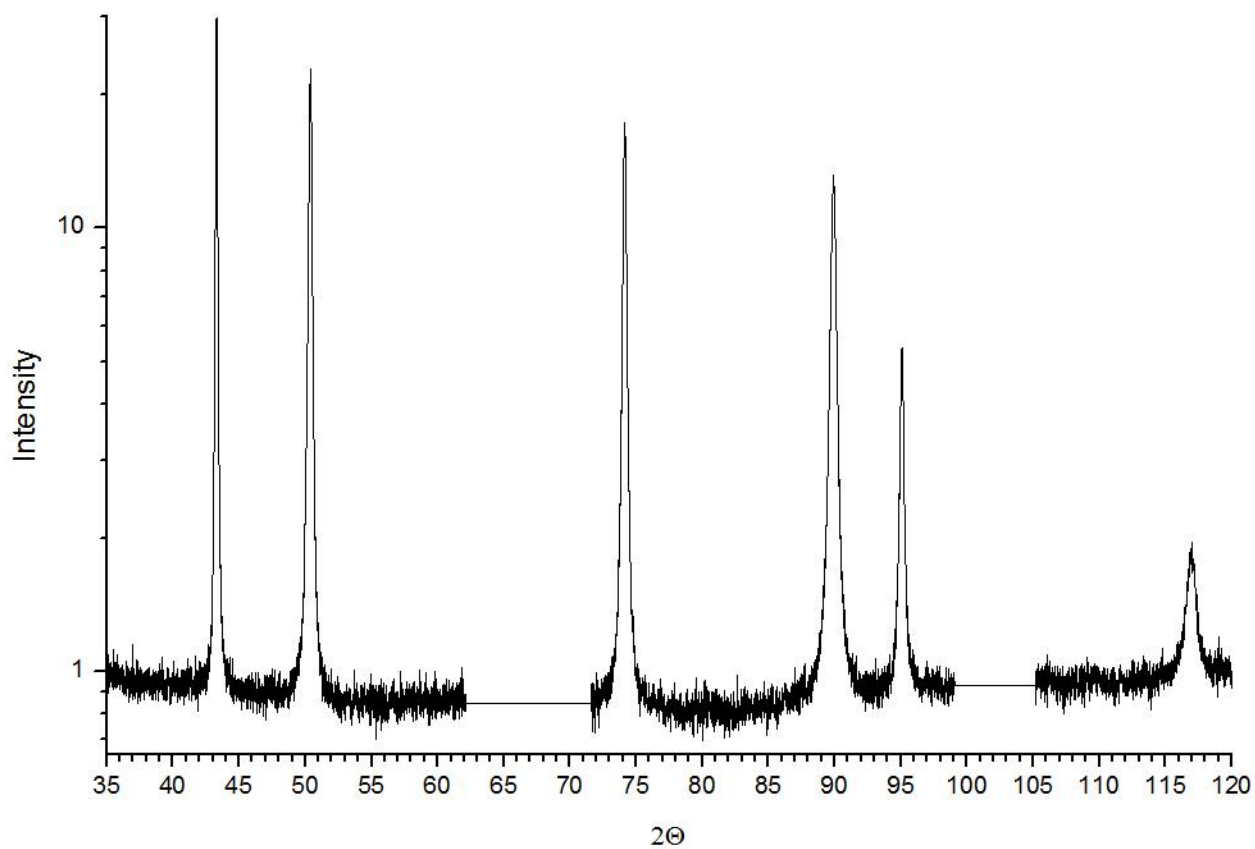
Az eloszlás mediánjából és szórásából kiszámíthatjuk a szemcseméretek számtani, felülettel súlyozott, illetve térfogattal súlyozott átlagát:

$$\langle x \rangle_{arit} = m \exp(0,5\sigma^2) (1 \pm (\delta m + \sigma\Delta\sigma)) = 48,9 \pm 0,5 \text{ nm}$$

$$\langle x \rangle_{area} = m \exp(2,5\sigma^2) (1 \pm (\delta m + 5\sigma\Delta\sigma)) = 71,3 \pm 1,0 \text{ nm}$$

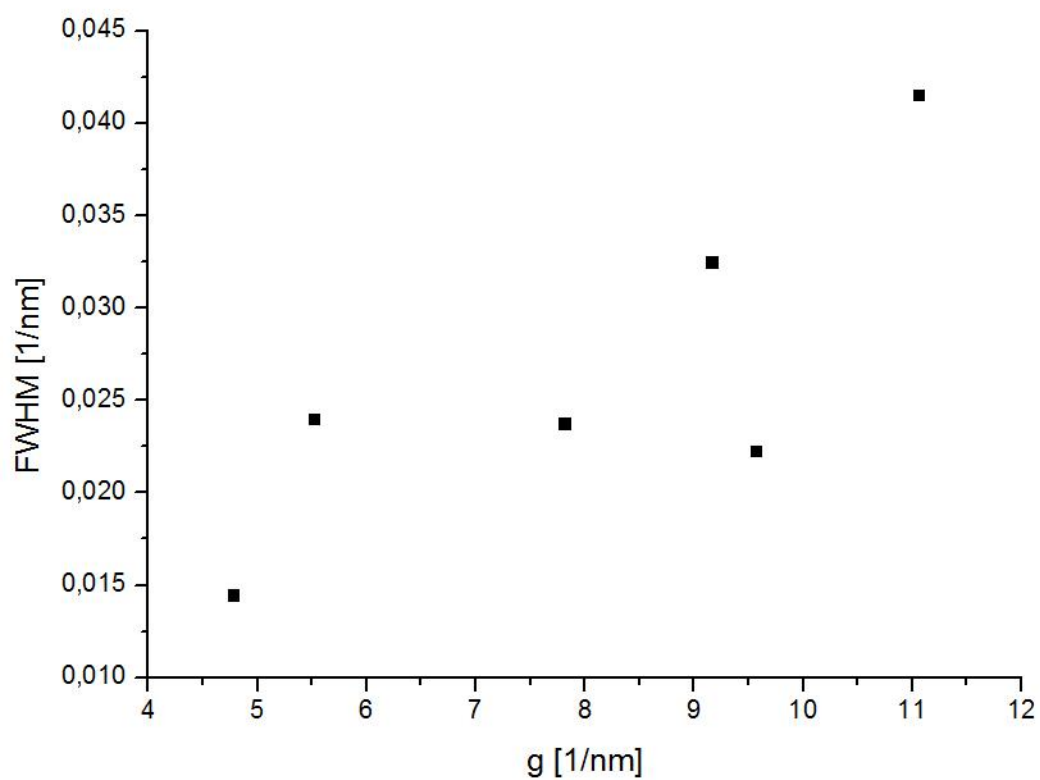
$$\langle x \rangle_{vol} = m \exp(3,5\sigma^2) (1 \pm (\delta m + 7\sigma\Delta\sigma)) = 86,0 \pm 1,5 \text{ nm}$$

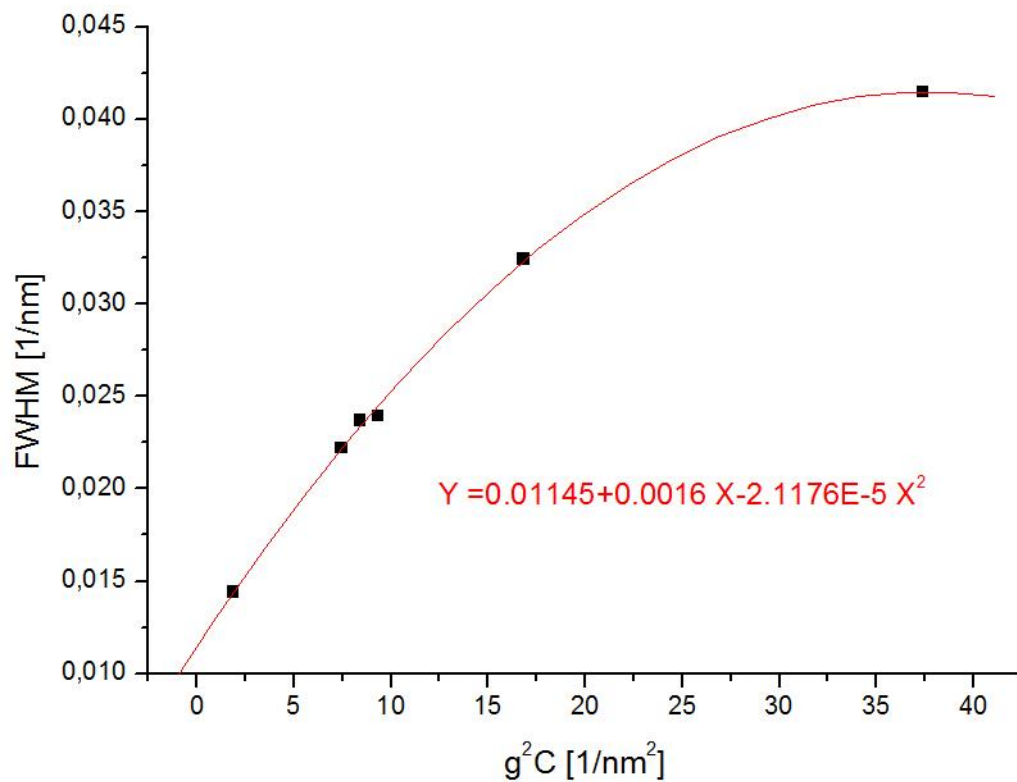
Az eloszlásfüggvényt az 5. ábrán láthatjuk a bejelölt átlagos szemcseméretekkal.



1. ábra – A kapott adatsor

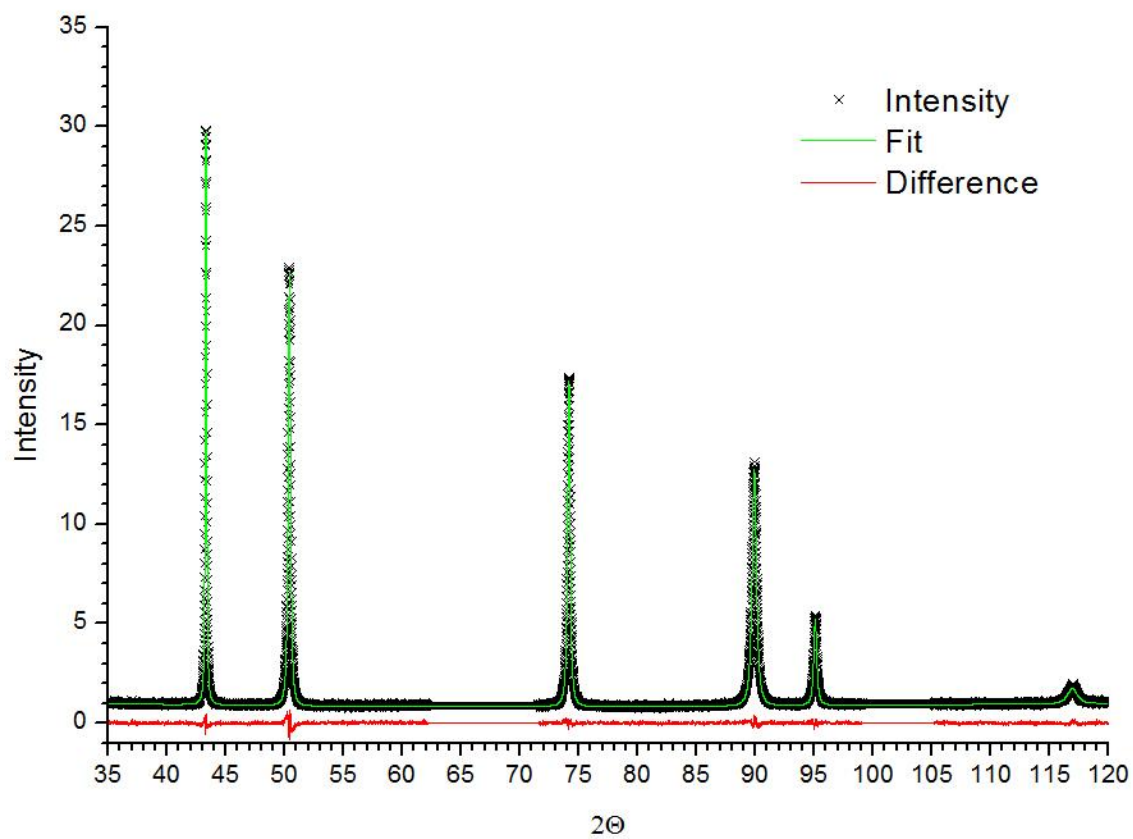
2. ábra – Williamson-Hall ábrázolás

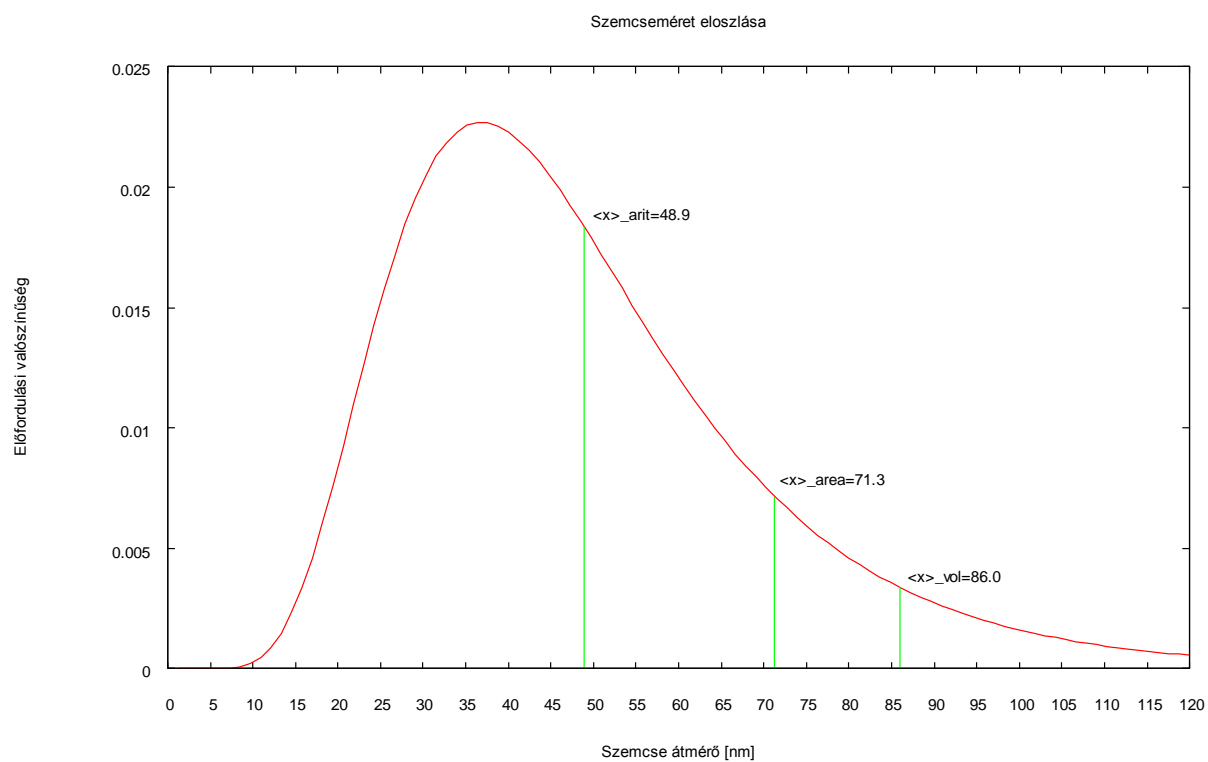




3. ábra – módosított Williamson-Hall ábra

4. ábra – Az illesztett profil és az adatsortól való eltérés a CMWP módszer alapján





5. ábra – A szemcseméret eloszlása és az átlagos szemcseméretek