

# Alkalmazott fizikai módszerek laboratórium

## VI.: Röntgen vonalprofil analízis

Pál Balázs\*  
Somogyfoki Réka<sup>\*,m</sup>, Tuhári Richárd<sup>\*,m</sup>

2019. november 26.

### Abstract

Az *Alkalmazott fizikai módszerek laboratórium* hatodik és egyben utolsó alkalmán egy Cu anyagdarabon végzett röntgen vonalprofil analízis mérés eredményeinek kiértékelését végeztük el. A labor során elkészítettük a minta esetében a Williamson-Hall, valamint módosított Williamson-Hall ábráját, valamint meghatároztuk mikroszerkezeti paramétereit a CMWP módszer segítségével.

### I. BEVEZETÉS

A röntgensugárzással és annak diffrakciójának vizsgálatával történő analízis különböző módszerei az anyag, annak molekuláris szerkezetének nagyságrendjében történő feltérképezését teszi lehetővé, melyet számos tudományterületben széles körűen alkalmaznak.

A mérés során az ún. röntgen vonalprofil analízis módszerével ismerkedtünk meg, mely az anyag kristállysíkjai által létrehozott diffrakciós csúcsok vizsgálatával próbál az anyag mikroszerkezetére vonatkozó következtetéseket levonni.

### II. TECHNIKAI RÉSZLETEK

#### II.1. MÉRÉSI ÖSSZEÁLLÍTÁS

A labor során a mérőműszerrel nem kellett dolgoznunk, azt csak megtekintettük a laborvezető kíséretében, aki röviden ismertette annak működését.

Egy valódi mérés során a mintát egy precíziós goniométerre szerelt állványra van rögzítve. Ezzel nagy pontossággal beállítható a minta és a röntgensugár relatív pozíciója, mellyel különböző rácssík-seregek vizsgálata válik a minta precíz forgatásával lehetségessé. A mintából diffraktálódó röntgensugárzást egy ún. „image plate” segítségével fogjuk fel, mely az adott mérés természetéből fakadóan lehet lapos, vagy körívszerűen hajlított

is. Jelen esetben egy utóbbi image plate segítségével végzett mérés kiértékelésén dolgoztunk.

A mérés során a mintát lassan körbeforgatják és így a beesési szög függvényében kimérhetővé válnak az diffrakciós csúcsok maximumai és azok szélessége, mely információkból következtethetünk a rácssíkok elhelyezkedésére és a vizsgált anyag mikroszerkezetére.

#### II.2. IMAGE PLATE

Az image plate (ún. PSP plate – photosensitive phosphor plate), kialakításából fakadóan egy digitális tároló eszköz. Röntgenbesugárzás hatására a lapka érintett területein található fotoérzékeny anyag (sok esetben eurórium) atomjai gerjesztett állapotba kerülnek és ott ragadnak. Ezek a gerjesztéshez használnál alacsonyabb frekvenciájú, gerjesztésre már nem képes sugárzás hatására visszaállnak eredeti állapotukba. Ekkor karakterisztikus (eurórium esetén 400 nm hullámhosszú) sugárzást bocsátanak ki, mely fotonok intenzitását pontosan megmérhetjük, ezekből kapva egy végleges, digitális képet. Végezetül erős, megvilágított szobában található fénnel azonos intenzitású megvilágítás hatására a lapkán található információ teljesen „kitörlődik” és felhasználható további mérésekre.

\*Eötvös Loránd Tudományegyetem

<sup>m</sup>Mérőtársak

### III. A KIÉRTÉKELÉS MENETE

A kiértékelést tulajdonképpen több, célirányosan megírt, az ELTÉ-n elérhető szoftver használatával végeztük el. Első lépésben az image plate-ről beolvasott képeket alakítottuk át számunkra használható formába. Az előhívott képeken 7 különböző rácssíkból származó diffrakciós csúcs volt észlelhető. Ezeket a program és a Cu-re vonatkozó diffrakciós táblázat segítségével azonosítottuk és egy szög-intenzitás függvénnyé átalakítva azokat összefűztük. Továbbiakban az Origin szoftver segítségével kiszámítottuk az egyes csúcsok integrálját és ezzel meghatároztuk a  $\Delta(2\Theta)$  értéket, melyet a Williamson-Hall ábra elkészítéséhez használtunk fel. Az image plate szakaszosan történő kiolvasásából kapott nyers eredmények a (1)-es ábrán találhatóak. Az ábrából látszik többek között az is, hogy az itt használt szoftver a különböző beolvasásokat egy közös háttérre helyezi, majd azok között a hiányzó részeket megfelelő módon kiegészíti.

#### III.1. WILLIAMSON-HALL ÁBRÁZOLÁS

A szimpla Williamson-Hall ábrázolás során az egyes csúcsok FWHM értékét (félértékszélesség) ábrázoljuk a diffrakciós vektor hosszának függvényében. Ennek az ábrázolásnak a sajátossága, hogy a diffrakciós csúcsok kiszélesedését kizárólag a szemcseméretből származó hatást vesszük figyelembe.

Ehhez előbb ki kell számítanunk a félértékszélességet:

$$\text{FWHM} = \frac{\cos(\Theta) \cdot \Delta(2\Theta)}{\lambda} \quad (1)$$

Ahol  $\lambda$  a diffrakcióhoz használt röntgensugárzás hullámhossza, jelen esetben

$$\lambda = 0.15406 \text{ m}^{-9}$$

Az egyes  $\Theta$  szögek értékét nem mi határoztuk meg, hanem egy kész mérésből származó táblázat alapján azonosítottuk be őket. Ez alapján az egyes  $hkl$  rácssíkokhoz tartozó diffrakciós csúcsok pozíciói az alábbiak voltak:

$2\Theta$ [°]	$h$	$k$	$l$
43.297	1	1	1
50.433	2	0	0
74.13	2	2	0
89.931	3	1	1
95.139	2	2	2
116.919	4	0	0

A kapott FWHM adatokból végül megkapható a diffrakciós vektor hossza az egyes rácssíkokhoz tartozó diffrakciók esetében:

$$|g| = \frac{2 \sin(\Theta)}{\lambda} \quad (2)$$

Ezek függvényében ábrázolhatjuk az egyes FWHM értékeket, melyre megkapjuk az RVA mérés Williamson-Hall ábráját, mely a (3)-as képen látható. Ezt tovább pontosítandó, figyelembe kell vennünk a diffrakciós csúcsok, diszlokációkból eredő szélesedését is, ezzel megalkotva a módosított Williamson-Hall ábrázolást. Ehhez a  $g^2\overline{C}$  érték függvényében ábrázoljuk az FWHM értéket, ahol  $\overline{C}$  az átlagos kontrasztfaktor. Ez a faktor köbös rácok esetére kiszámítható az alábbi módon:

$$\overline{C} = \overline{C}_{h00} \cdot (1 - qH^2) \quad (3)$$

ahol  $\overline{C}_{h00}$  a  $hkl = h00$  rácssíkokhoz tartozó átlagos kontrasztfaktor,  $H^2$  pedig a  $hkl$  rácssíkok Miller-indexeiből kapott érték:

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (4)$$

Végül  $q$  az anyag rugalmas állandóitól, valamint a benne található diszlokációk típusától függő kontraszt. Mind a  $\overline{C}_{h00}$ , mind pedig a  $q$  mennyiségek értékét a laborleírásban található táblázatból néztük ki, melyek az alábbiak voltak a Cu esetére:

Diszl. típusa	$\overline{C}_{h00}$	$q$
Él	0.3076	1.67
Csavar	0.3029	2.33
Átlag	0.30525	2

A  $g^2\overline{C}$  – FWHM függvényt háromféle módon is ábrázoltuk. Első esetben kizárólagosan az éldiszlokációkra vonatkozó  $\overline{C}_{h00}$  és  $q$ , majd a csavardiszlokációkra vonatkozó értékek függvényében ábrázoltuk a félértékszélességet. Végül ezen értékek átlagára számítottuk ki a  $\overline{C}$  értéket és azt használtuk fel az ábrázoláshoz. Az így kapott függvény pontokra egy másodrendű polinom illeszthető, mely illesztésből megbecsülhető az adott mérés jósága. A módosított Williamson-Hall ábrák az említett sorrendben a (4)-(6) képeken láthatóak.

#### III.2. CMWP MÓDSZER

A CMWP illesztést egy újabb szoftver segítségével végeztük el, mely szinte interakció nélkül, egyszerűen néhány kezdeti paraméter megadása után elvégezte a teljes kiértékelést és az

illesztést. Eredményként megkaptunk számtalan mikroszerkezeti- és diffrakciós profil illesztési paramétert. A mért adatsorra illesztett görbe, valamint ezen kettő különbségének függvénye a (7)-es ábrán látható. Végeredményben az alábbi illesztési és mikroszerkezeti paramétereket adta vissza az illesztés:

Paraméter	Érték
<b>Skálázott illesztési paraméterek</b>	
$a_{sc}$	1.96102
$b_{sc}$	1.87793
$c_{sc}$	1.29529
$d_{sc}$	125.584
$e_{sc}$	0.00796278
<b>Méret-paraméterek</b>	
$m = e^{b_{sc}}$	6.539955 nm
$\sigma = \frac{c_{sc}}{\sqrt{2}}$	0.915908
$d$	137619 nm
$L_0$	4268.16 nm
<b>Deformáció-paraméterek</b>	
$q = a_{scaled}$	1.96102
$\varrho = \frac{2}{\pi \cdot (0.2556 \text{ nm} \cdot d_{sc})^2}$	0.00061786 nm <sup>-2</sup>
$R_e^* = \frac{e^{-1/4}}{2 \cdot e_{sc}}$	48.9026 nm
$M^* = R_e^* \cdot \sqrt{\varrho}$	1.21556

A kapott értékek alapján kiszámítható a szemcseméret várható eloszlása, log-normális eloszlást feltételezve. Felhasználva a CMWP illesztés során kapott  $m$ , szemcseméretekre vonatkozó medi-

ánértéket, és a  $\sigma$  szórást, a log-normális eloszlás sűrűségfüggvénye az alábbi módon írható fel:

$$F^{LN}(x, m, \sigma) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{\ln(x/m)}{2\sigma^2}} \quad (5)$$

A kapott görbe a (8)-as ábrán látható. Végezetül a fenti adatokból kiszámítható a szemcseméret átlagos, illetve annak felülettel, valamint térfogattal súlyozott értéke:

$$\langle x \rangle_{\text{arit}} = 9.95 \text{ nm} \quad (6)$$

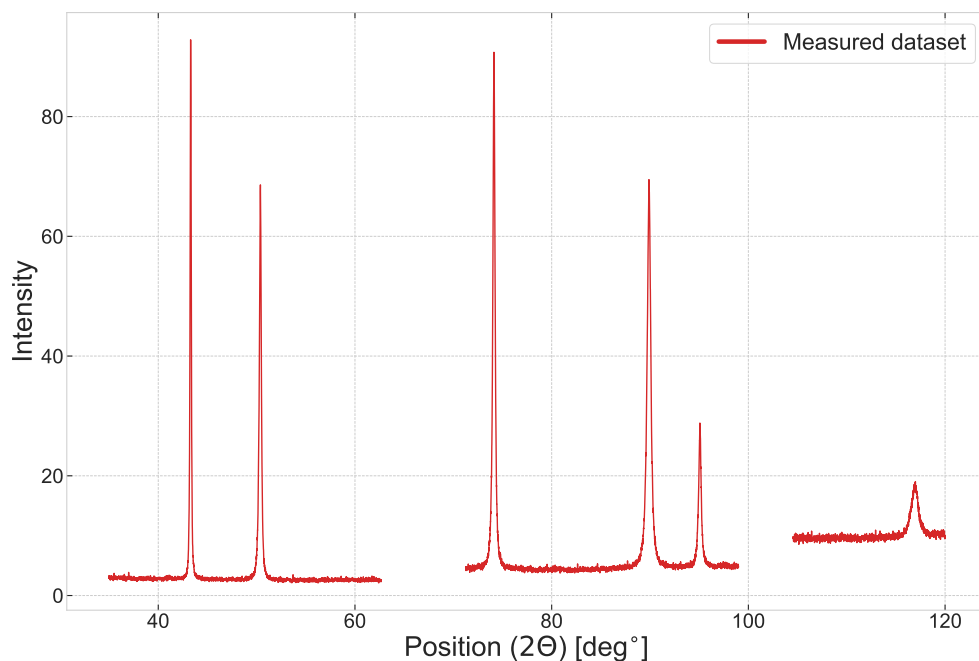
$$\langle x \rangle_{\text{area}} = 53.26 \text{ nm} \quad (7)$$

$$\langle x \rangle_{\text{vol}} = 123.23 \text{ nm} \quad (8)$$

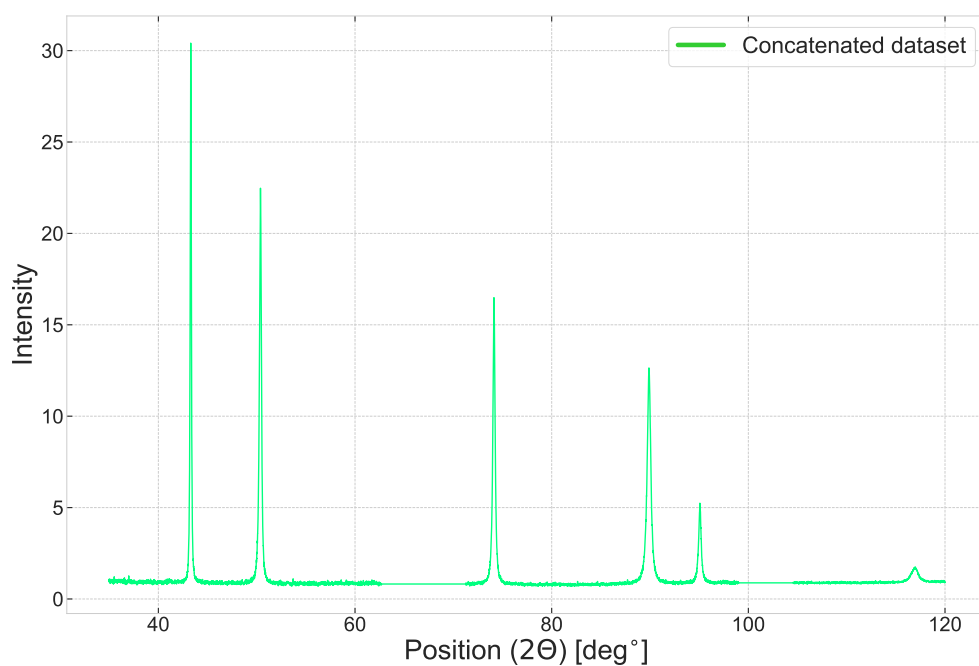
#### IV. DISZKUSSZIÓ

A labor során megismerkedtünk a röntgen vonalprofil analízis mérési módszerével és sikeresen megvalósítottuk a Williamson-Hall ábrázolást, valamint a CMWP-illesztést. Az előbbi módszer alapján olyan ábrákat készítettünk, melyek a vizsgált mintában található szemcseméret, valamint deformációk feltérképezéséhez nyújtanak segítségét. Az utóbbi módszer pedig részletes információkkal szolgál számunkra az anyag mikroszerkezetére vonatkozóan.

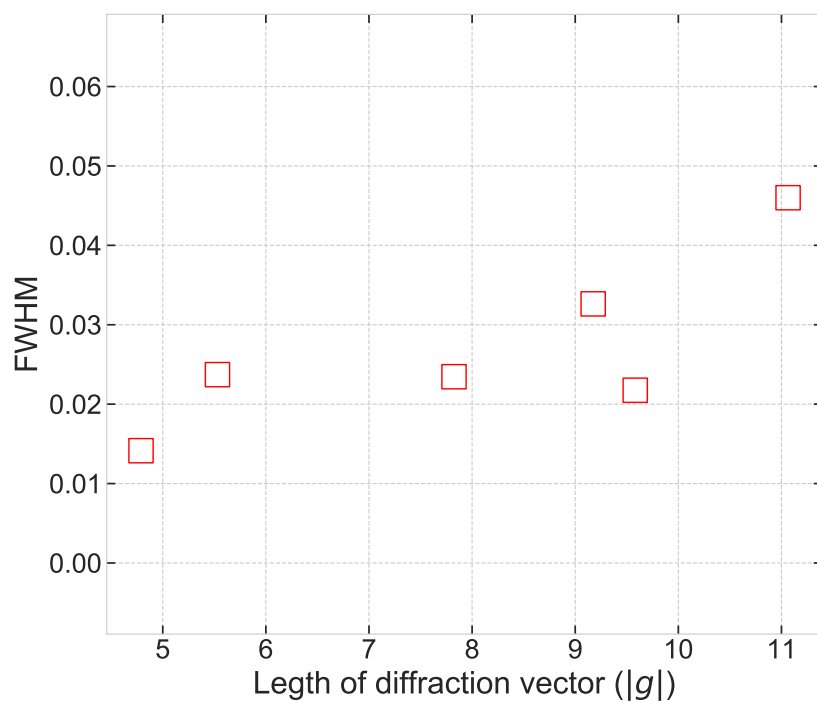
## APPENDIX A. – ÁBRÁK



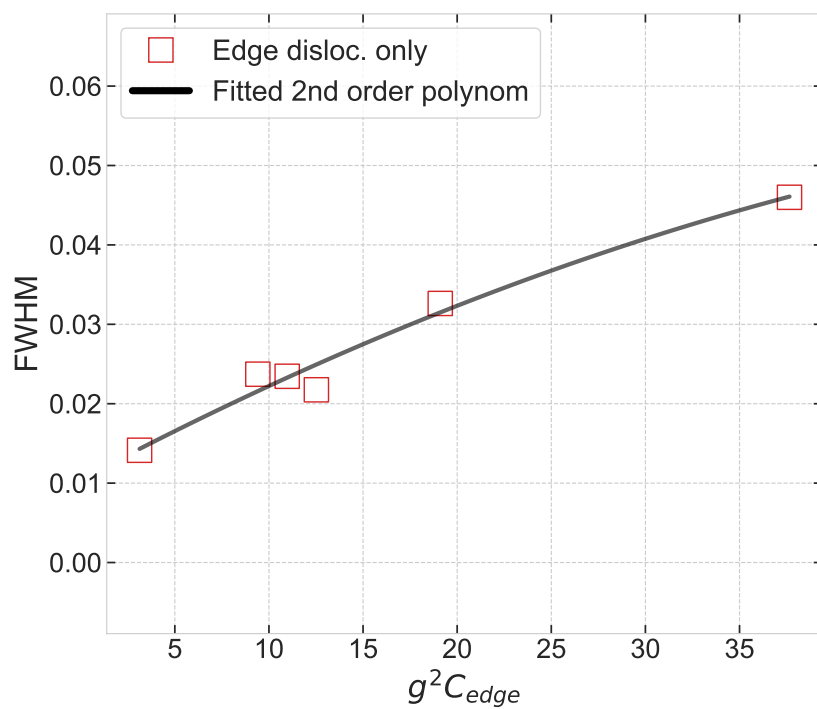
1. ábra. Az image plate kiolvasása szakaszosan több részletben történt. A kapott individuális képeket az ELTÉ-n megtalálható szoftver segítségével kiértékeltek és belőlük a diffrakciós csúcsok szög-intenzitás függvényét hoztuk létre. Az egyes képekre kapott függvényeket ugyanezzel a programmal összeillesztettük, hogy meghatározhassuk a csúcsok alatti területek méretét.



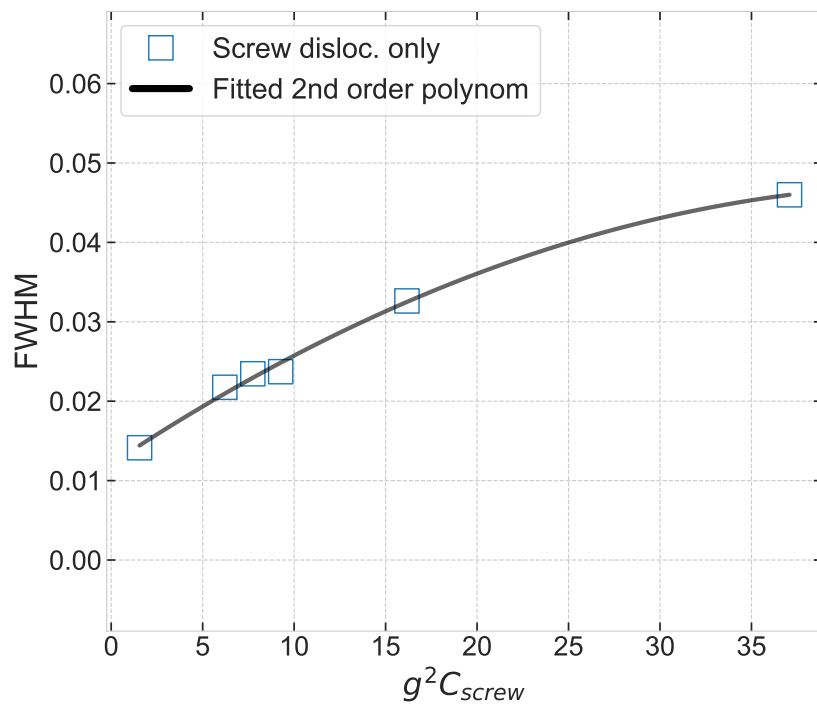
2. ábra. Az image plate beolvasásánál kapott 3 különálló szakasza a diffrakciós csúcsok szög-intenzitás függvényének. A szoftveres elemzés többek között ezen szakaszok azonos háttérre történő helyezését végezte el.



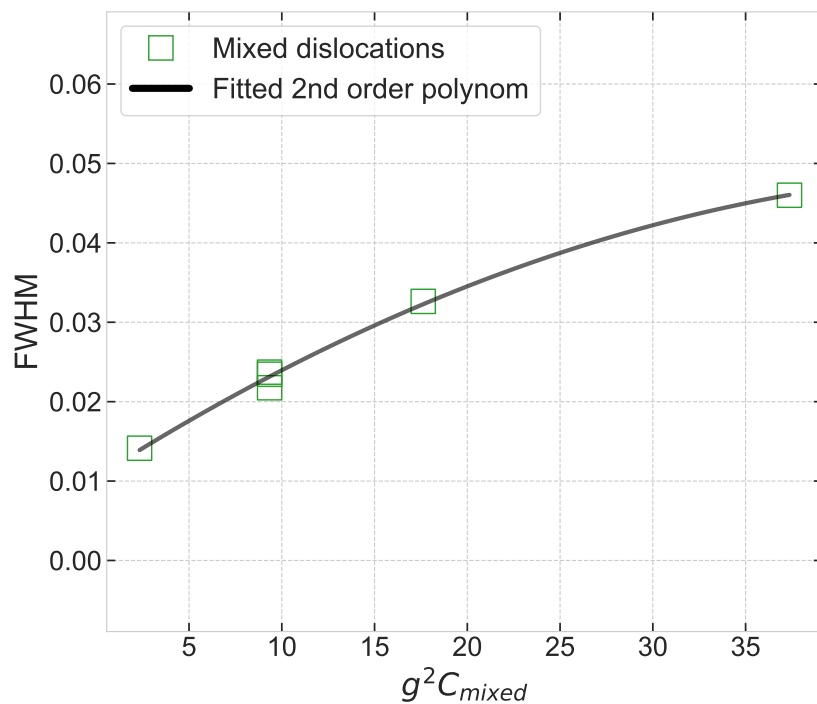
3. ábra. A Cu minta diffrakciós csúcsainak Williamson-Hall ábrázolása a diszlokációk figyelembevétel nélkül.



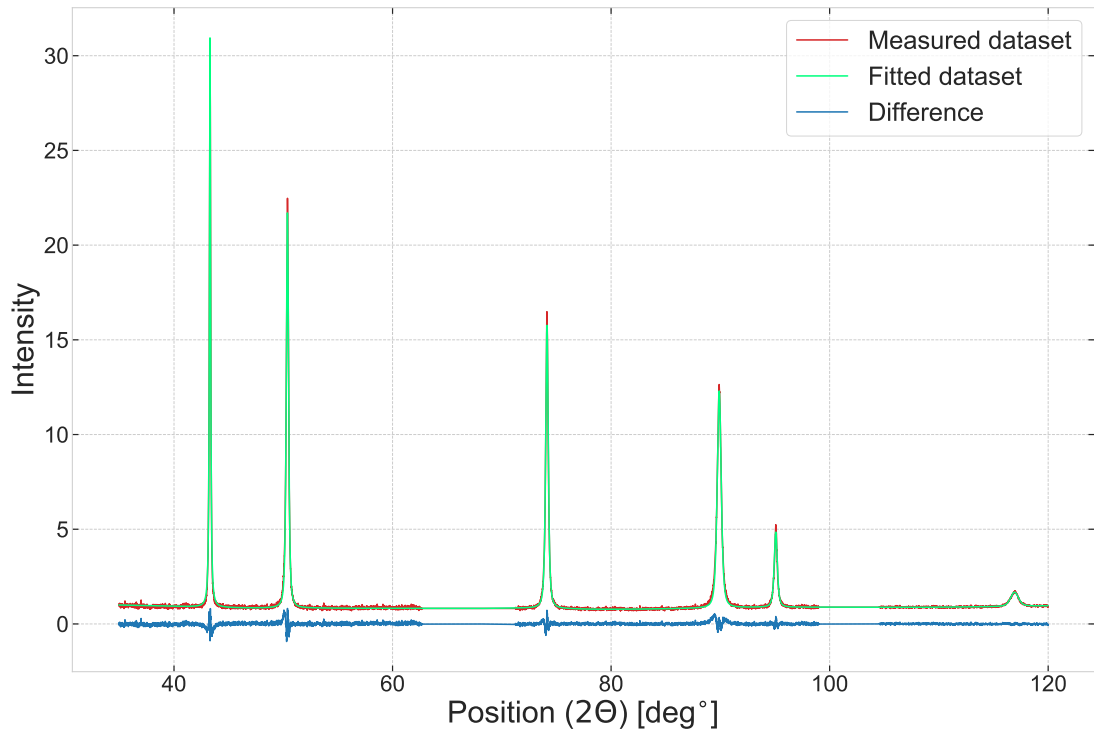
4. ábra. A Cu minta diffrakciós csúcsainak módosított Williamson-Hall ábrázolása, ahol kizárólag az éldiszlokációk hatását vettük figyelembe.



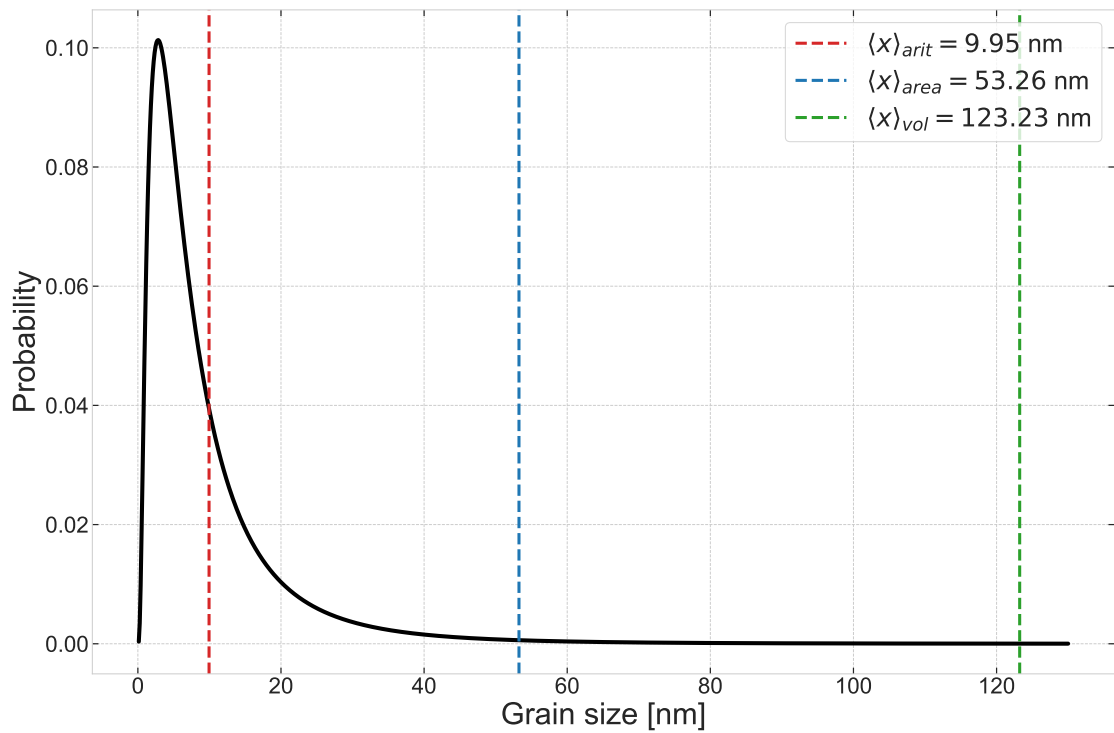
5. ábra. A Cu minta diffrakciós csúcsainak Williamson-Hall ábrázolása, ahol kizárólag a csavardiszlokációk hatását vettük figyelembe.



6. ábra. A Cu minta diffrakciós csúcsainak módosított Williamson-Hall ábrázolása, ahol az él-, valamint a csavardiszlokációk hatásának átlagát vettük figyelembe.



7. ábra. A CMWP módszer által a mért adatsorra illesztett elméleti profil és a kettő görbe különbsége.



8. ábra. A szemcseméret lehetséges értékei, log-normális eloszlást feltételezve.