

極点解析における Defocus 補正

はじめに

極点測定は、試料の結晶方位やその方位の体積率を算出するための重要な測定手法です。反射極点測定では α 軸(あおり軸)を用いて測定を行いますが、試料をあおることで、光学系の集中点が広がってしまい、スリット幅を固定して測定すると極点図形の外側に向けて測定強度が真の強度に比べて減少します。これをDefocusと呼び、このDefocusによる強度減少を無配向標準試料で補正することによって、正しい極点図形が得られます。

測定・解析例

図1にFe(111)の極点図形とDefocus曲線を示します。横軸は極点図の中心を $\alpha = 0^\circ$ (極点図自体は中心を $\alpha = 90^\circ$ で表わします)とした場合の α の角度、縦軸は、 $\alpha = 0^\circ$ の強度を1とした時の相対強度です。特に配向の小さい試料から極点図を得るには、Defocus補正を行わなければ正しい極点図形を得ることができません。

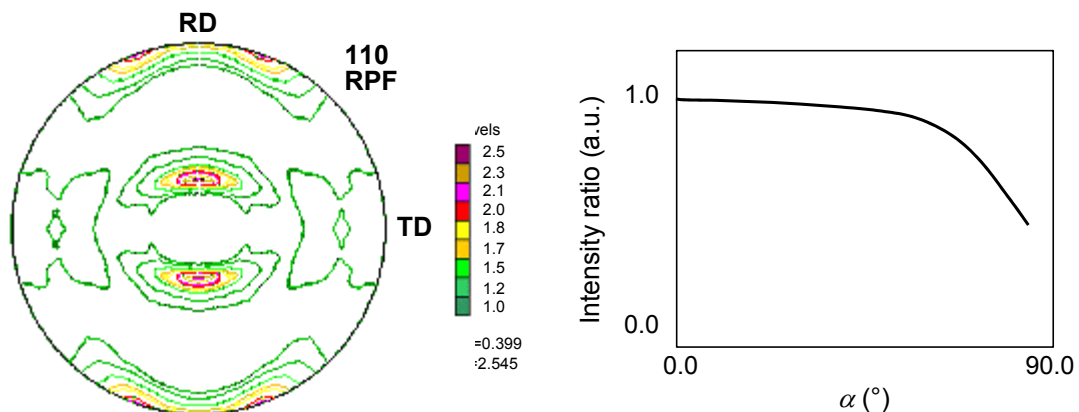


図1 Fe(111)の極点図形とDefocus曲線

平均結晶粒径の大きい電磁鋼板(平均結晶粒径40 μm)をショットピーニング処理すると、結晶方位が均一化され、規格化強度は1に近づき、無配向状態に近くなります。図2にショットピーニング後の極点図形を示します。左図はDefocus補正を行った場合、右図はDefocus補正を行っていない場合の極点図形です。

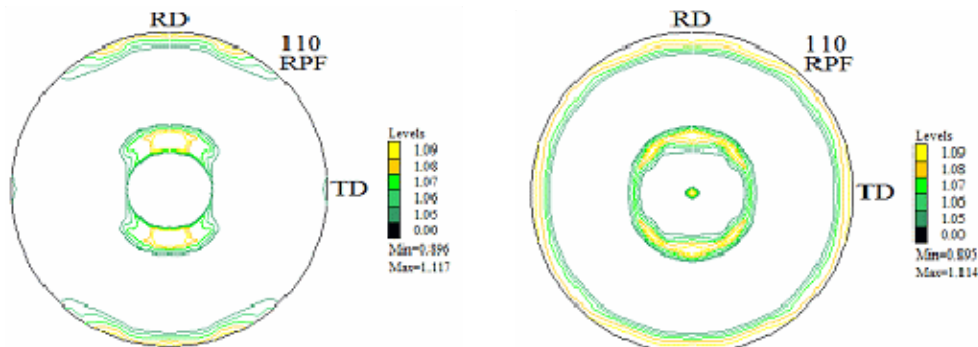


図2 ショットピーニング後のFe(111)の極点図形(左図:Defocus補正あり 右図:Defocus補正なし)

Defocus補正を行うことで、ショットピーニング処理後でもわずかな結晶方位の偏りが存在することがわかります。しかし、Defocus補正を行わない場合、正確な結果を得ることができません。Defocus曲線は、無配向試料や粉末試料による実測定や理論計算により得られます。

推奨装置

- ▶ 試料水平型多目的X線回折装置 Ultima IV + 多目的測定アタッチメント ML4
- ▶ 全自動水平型多目的X線回折装置 SmartLab + $\alpha\beta$ アタッチメント