MSc. Fizika Laboratóriumi Gyakorlatok
I. éves fizikus mesterszakosok számára

R V A*	a mérés időpontja: 2012-10-25
	a mérést vezette: Hegedűs Zoltán

A jegyzőkönyv szerzője:

csoport	név	szak	zh-jegy	jegyzőkönyv jegy:
	Nagy Dávid	Fizikus		
		a mérésvezető aláírása:		

A mérést vele együtt végző hallgatók:

csoport:	név: Lökös Sándor	csoport:	név:
csoport:	név: Rudd Balázs		

belépő zárthelyi pontozására egy javaslat (mindenki a sajátját használja):
3,0–3,4p → 2; 3,5 p →2/3; 3,6–4,4 p → 3; 4,5 p →3/4; 4,6–5,4 p → 4; 5,5=4/5; 5,6–6,0p → 5

a mérési feladatok:
1.

2.

3.

4.

A mérésvezető aláírása:	

Jegyzőkönyv készítési szempontok:

mértékegység, összefüggések indoklása minden számoláshoz szükséges
ami a mérésleírásban van, azt nem kell leírni
a mérés során keletkezett eredeti adatokat (pl. printek) a jegyzőkönyvhöz kell csatolni
a mérési jegyzőkönyv alapján a mérés megismételhető legyen!

A jegyzőkönyv beadásának dátuma:	átvette:

* *A mérés hárombetűs kódja kerül ide. Lehetőségek: FSS, GAM, XRD, RVA, AFM, IRS, ESR, TEM, SEM*

Bevezetés

A gyakorlat során röntgendiffrakciós módszer segítségével vizsgáltunk egy réz mintát. E mellé személyes feladatként egy alumíinium mintáról készült adatokat kaptam kiértékelésre. A gyakorlat alatt megcsináltuk a réz minta vonalprofil kiszélesedésének Williamson-Hall ábrával történő elemzését, illetve a CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile) módszerrel történő illesztést. További feladat a saját minta W-H ábrájának elkészítése illetve a CMWP illesztési paraméterekből a szemcseméret eloszlás és az átlagos szemcseméretek meghatározása.

1 Williamson-Hall

1.1 Réz minta

Az imaging platekről szkennelt képekből egy 500px-es tartományt vágtunk ki, amelynek sorait összeintegrálva egy hely - intenzitás eloszlást kaptunk. A teljes energiatartományt több IP fedte le, így az ezekből kapott eloszlásokat össze kellett fűzni hogy megkapjuk a teljes diffraktogrammot. Ezt ábrázolja a következő ábra.

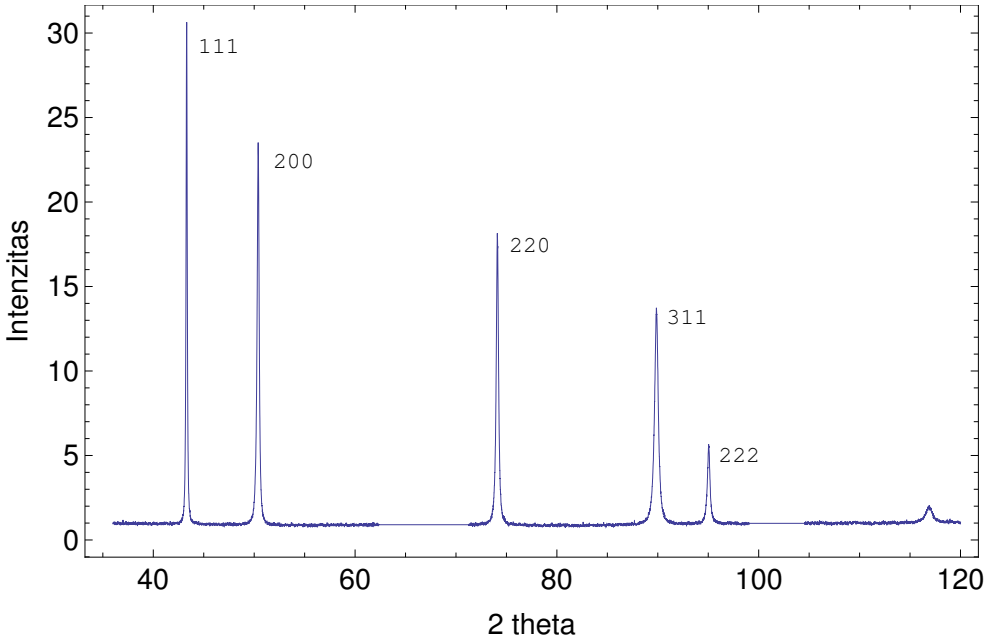

Figure 1: A réz minta diffraktogrammja

A további kiértékeléshez az OriginLab Origin 7.5 verzióját használtuk, amellyel levontuk minden csúcsból a hátteret, majd a csúcsok integrálása után az inflexiós ponttal közelítettük a maximumokat, illetve azonos magasságú és területű téglalap szélességéből a FWHM-t. A leírásban szereplő képletek alapján

$$\mathrm{FWHM} = \frac{\cos(\theta)\Delta(2\theta)}{\lambda}$$

és

$$g = \frac{2\sin(\theta)}{\lambda}$$

Ahol g a diffrakciós vektor hossza. Az így kapott FWHM(g) függvény adja a klasszikus W-H ábrát.

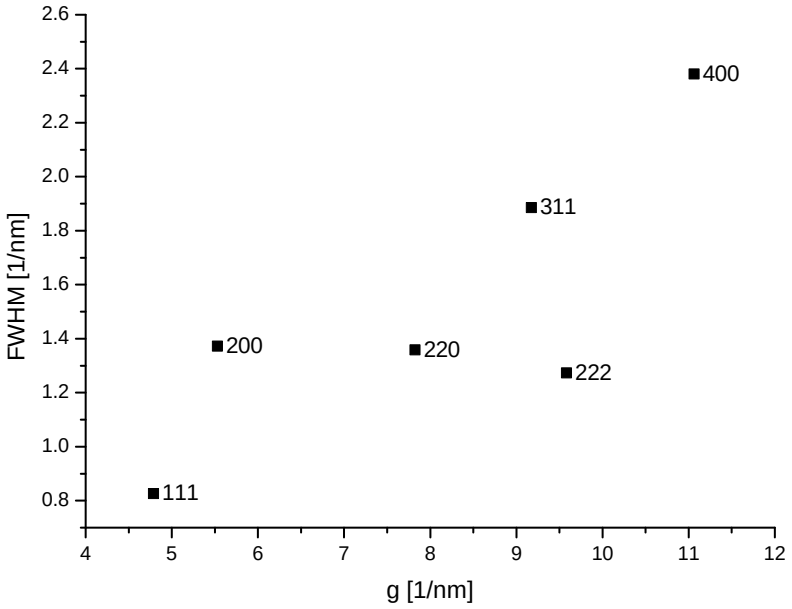

Figure 2: Cu minta klasszikus WH ábrája

Ha ezen a pontok egy vízszintes egyenes mentén helyezkednek el, akkor a szemcsék mérete okozza a kiszélesedést, míg ha monoton nő akkor valamilyen izotróp deformáció is hozzáadódik. Amennyiben a diffrakciós vektor irányától is függ a kiszélesedés, akkor valamilyen diszlokáció van jelen. A diszlokáció típusa a módosított W-H módszerrel kapható meg, ahol g helyett g^2C függvényében ábrázoljuk a FWHM-ot, ahol C az átlagos kontraszt faktor, amelyet a következő képlet segítségével kaphatunk meg

$$C = C_{h00}(1 - qh^2)$$

ahol h a miller indexekre, míg q a diszlokációk típusára jellemző paraméter.

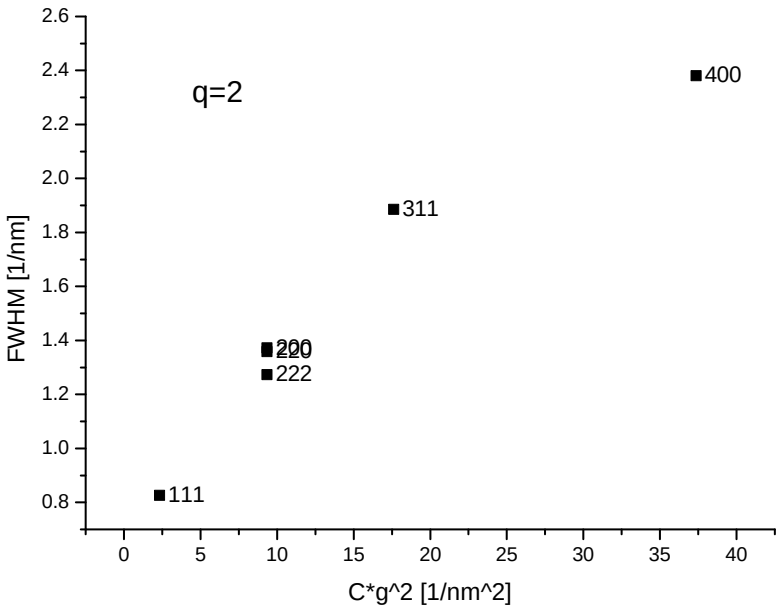

Figure 3: Cu minta módosított WH ábrája

Az így kapott ábrán monoton függést kapunk, ha a kiszélesedést diszlokációk okozzák. Innen g értékére 2-t kaptunk, ami azt jelenti, hogy közel megegyező mennyiségű csavar- és éldiszlokáció található a mintában.

1.2 Alumínium minta

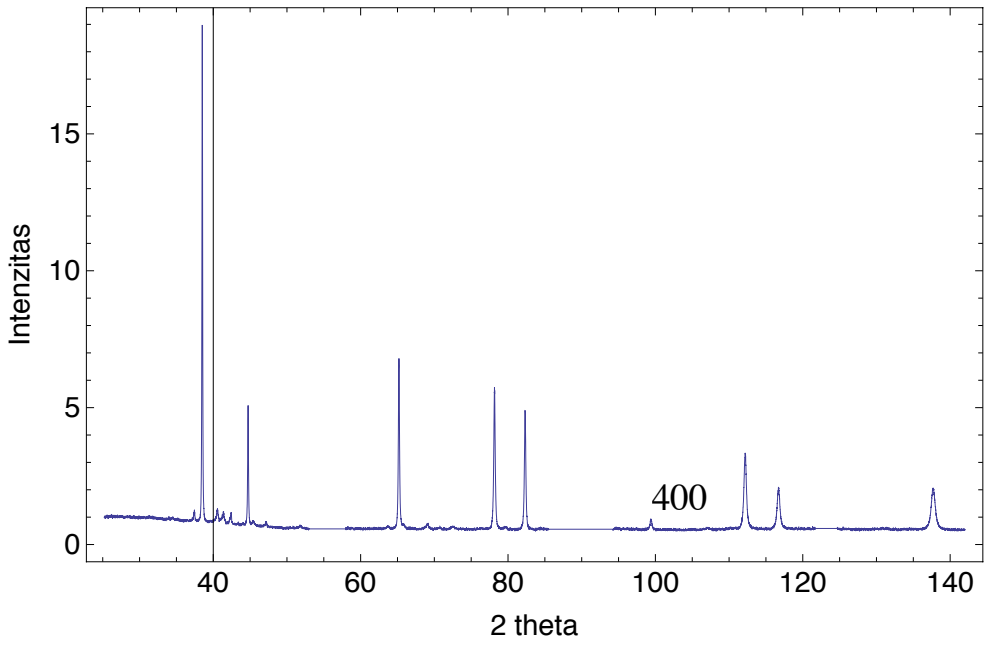

Figure 4: Az Al minta diffraktogrammja. Láthatóan a 400 miller indexű csúcs intenzitása jóval alacsonyabb mint a többi, ez indokolhatja hogy a W-H ábrákon outliernek tűnik.

Az otthoni munkához kapott minta kiértékelés teljesen hasonlóan zajlott.

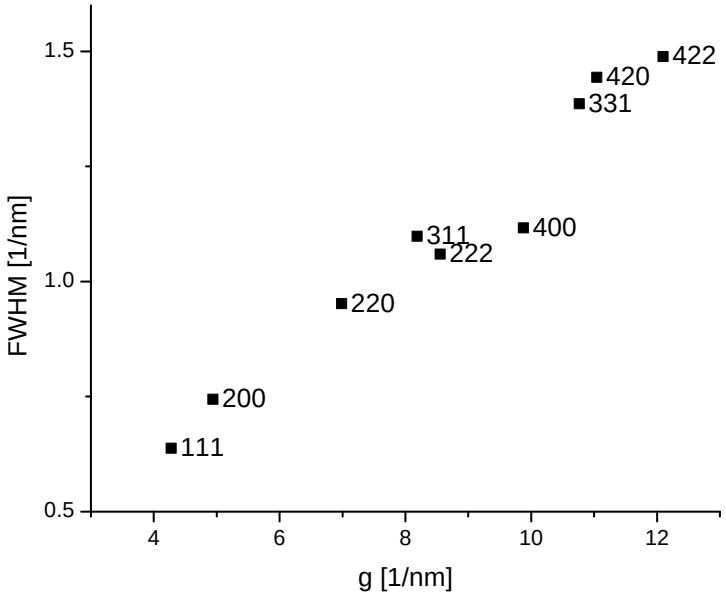

Figure 5: Al minta klasszikus WH ábrája

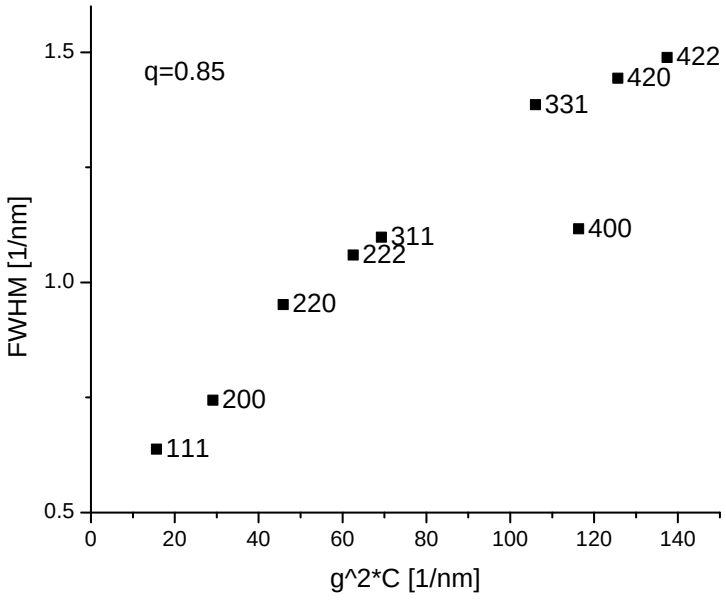

Figure 6: Al minta klasszikus WH ábrája

q=0.85 mellett a '400' csúcson kívül mindegyik egy monoton növő görbére illeszkedik, míg a többire ez nem igaz, így feltehetőleg hasonló mennyiségben találhatóak meg az él és csavardiszlokációk az alumínium mintában. Azt, hogy a klasszikus WH ábra is egy monoton növő egyenesre illeszkedik ,esetleg egy izotróp deformáció jelenléte magyarázhatja.

2 Convolutional Multiple Whole Profile illesztés

Az illesztési paraméterekből a mikroszerkezeti paraméterek (sorban: diszlokáció kontraszt paraméter, szemcseméret eloszlást jellemző paraméterek (m és szigma), diszlokációsűrűség, diszlokáció levágási sugár) a következő összefüggésekkel határozhatóak meg

$$a = q$$

$$m = e^b$$

$$\sigma = \frac{c}{\sqrt{2}}$$

$$\rho = \frac{2}{\pi(bd)^2}$$

$$R_e = \frac{e^{-1/4}}{2e}$$

a paraméterek átváltott értékei is megtalálhatóak az illesztőprogram kimenetében:

$$\begin{aligned}
m &= e^{3.5b} = 49.1924nm \pm 0.3581nm \\
\sigma &= \frac{0.5c}{\sqrt{2}} = 0.402294 \pm 0.0015 \\
d &= 22.0025nm \pm 0.0067nm \\
L_0 &= 10.237nm
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
q &= a = 2.05143 \pm 0.00667 \\
\rho &= \frac{2}{(\pi(0.256nm \cdot 60d)^2)} = 0.0029418\frac{1}{nm^2} \pm 0.00004\frac{1}{nm^2} \\
Re^* &= \frac{e^{-\frac{1}{4}}}{2 \cdot 0.15e} = 3.70692nm \pm 0.06654nm \\
M^* &= Re^* \cdot \sqrt{\rho} = 0.201057 \pm 0.02263
\end{aligned}$$

A szemcseméreteket lognormális eloszlásúnak feltételezzük, amelynek sűrűségfüggvénye

$$P(szemcseméret = x) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{ln^2(x/m)}{2\sigma^2}}$$

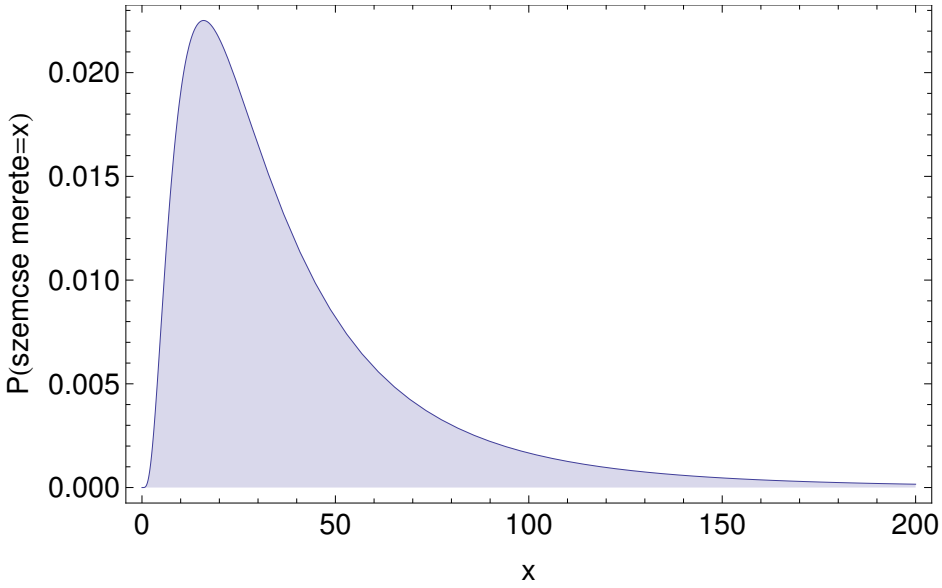

Figure 7: Szemcseméret eloszlása

A középértékek innen a megadott képletek alapján

$$< x >_{aritmetikai} = 53.34nm \pm 0.39nm$$

$$< x >_{terület} = 73.72nm \pm 0.58nm$$

$$< x >_{térfogat} = 86.68nm \pm 0.73nm$$