

粒径の大きなFe試料の測定

LaboTexと周辺アプリケーション

LaboTexは測定された極点図データから機械的に結晶方位の体積率を計算します。

測定した極点図は正しいのか？

測定極点図は正しいのか？評価方法をツール群を用いて説明します。

アプリケーション

リガク正極点

リガクASCII変換

PFtoODF

LaboTex

ツール群

DefocusCalc

ValueODF

InverseDisp

Cluster

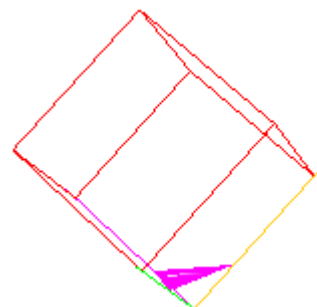
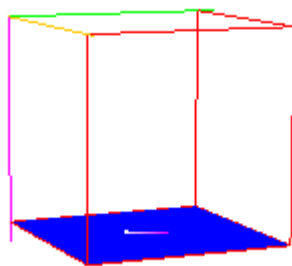
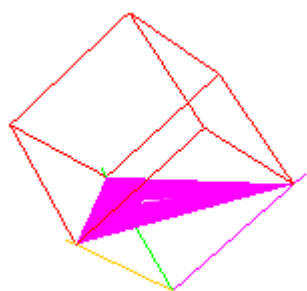
CubicCODisp

今回検出された結晶方位

$\{111\}$ $\{-1-12\}$

$\{001\}$ $\langle 310 \rangle$

$\{233\}$ $\langle 01-1 \rangle$



2008年05月27日

結晶粒径が大きく、配向が弱いF e 試料の測定は難しい。

結晶粒径の確認

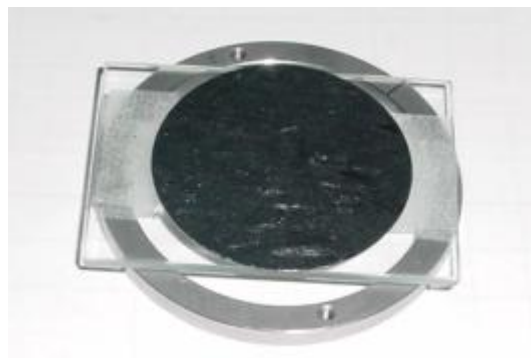
XRDによる粒径の確認は、ロッキングカーブで確認出来る。

測定条件は、回折強度の強い反射の周辺を θ scanを行えば、間接的に確認出来ます。

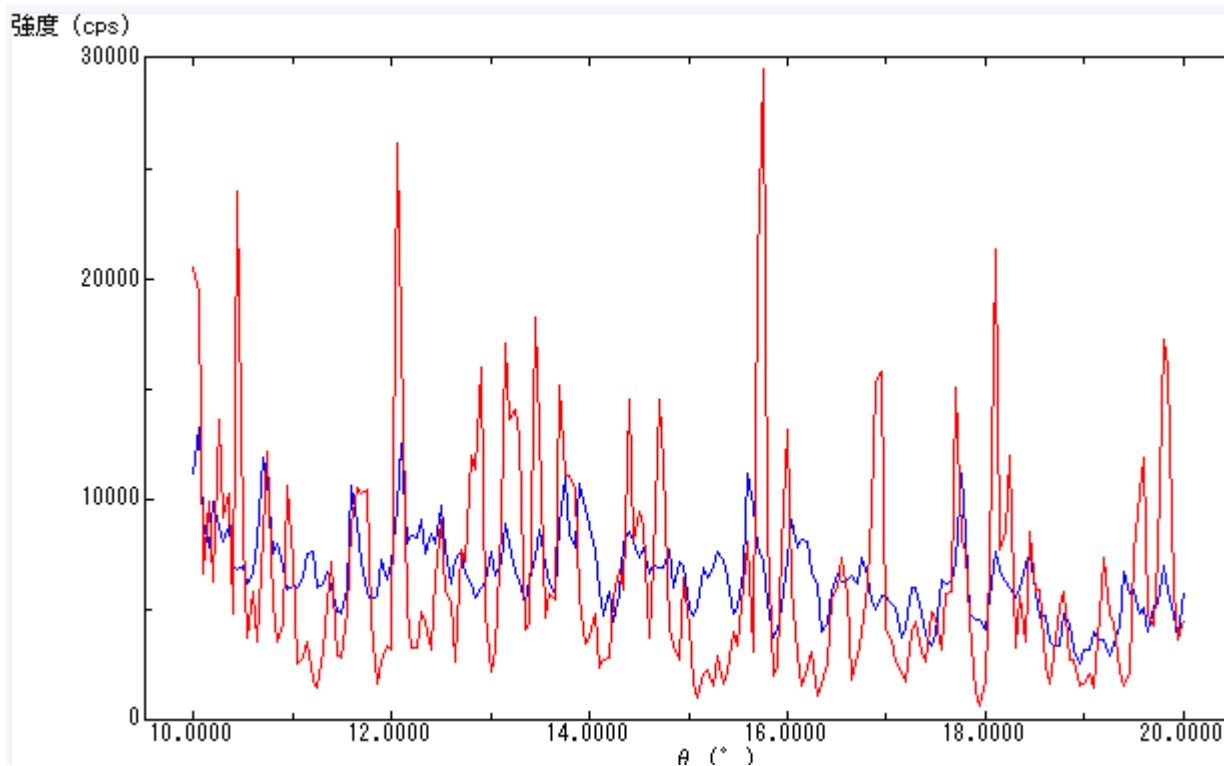
又、 γ 揺動を行うことで、粒径の影響を確認出来ます。以下に γ 揺動ありなしの比較を行う。

測定条件

×線条件	50kV - 300mA (line)
ターゲット	Mo (Zrフィルタ)
ゴニオ半径	285mm
DS	1/3度
Shultzスリット	あり
SS	1mm
RS	1mm
測定軸	θ
2θ 固定角度	28.654度
測定間隔	0.05度
測定スピード	1度/分



測定試料はガラス試料板の上に張り付けて取り付ける。このようにすると、試料ホルダーより小さい試料の測定が出来ます。



{200} 面の測定

赤：揺動なし

青：20 mm揺動あり

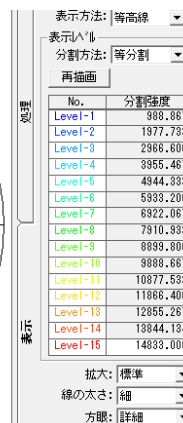
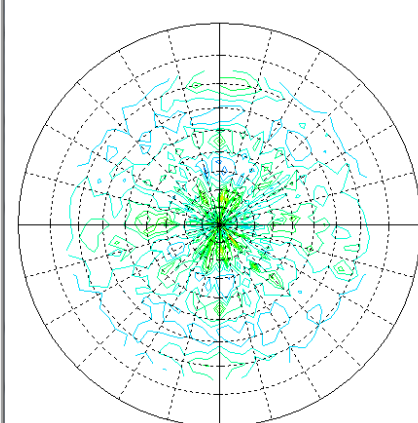
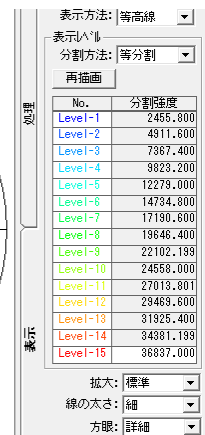
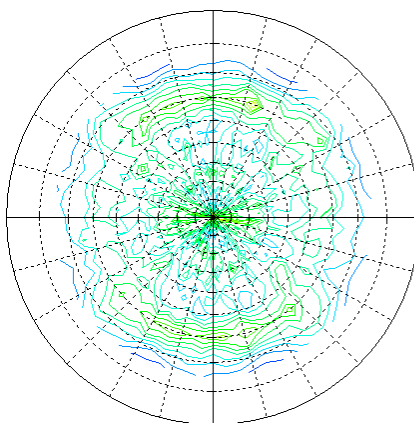
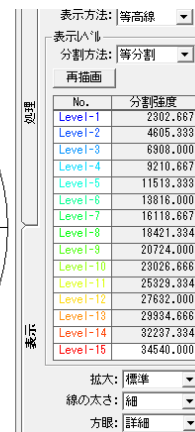
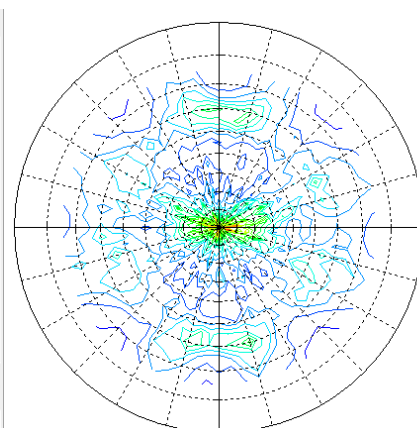
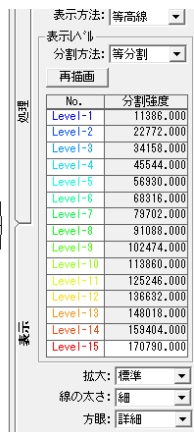
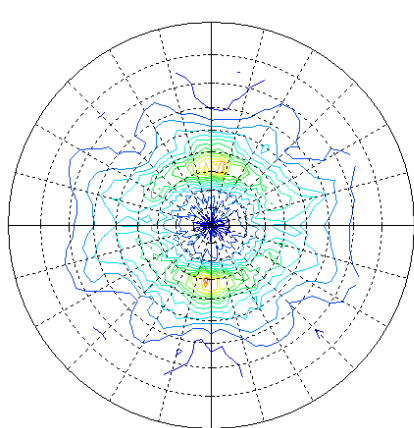
100 μ 弱の結晶粒径と思われる。

反射極点測定

結晶粒径が大きいので、 γ 揺動は必須

測定条件

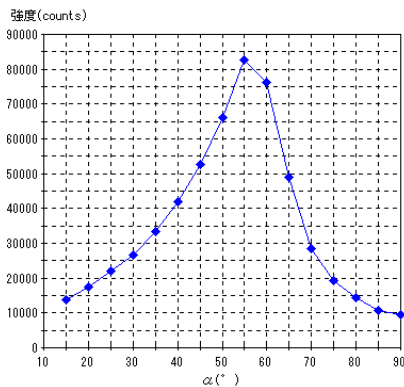
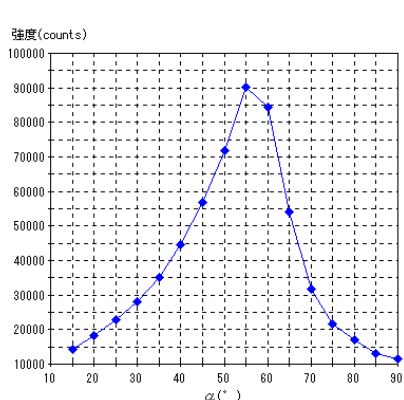
×線条件	50kV - 300mA (line)
ターゲット	Mo (Zrフィルタ)
ゴニオ半径	285mm
DS	1/4度
Shultzスリット	あり
SS	7mm
RS	7mm
測定軸	β
測定間隔	5度
測定スピード	120度/分
γ 揺動	20mm
バックグランドRS	2mm
バックグランド	20度/分



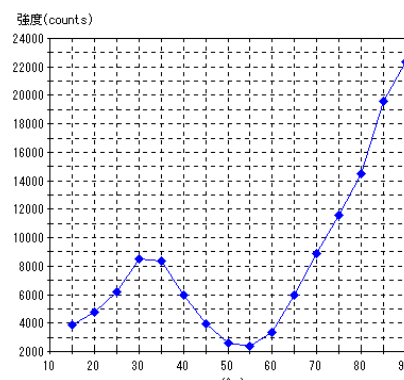
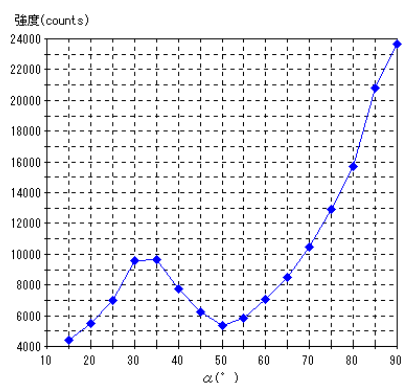
正しく測定されているか確認

バックグラウンドを差し引く前後のプロファイルを確認する事で、適性に測定が行われたか確認出来ます。発散スリットが広すぎないか、受光スリットが広すぎないか、余分な散乱を測定していないかの確認バックグラウンド削除あり、なし、で β 平均プロファイルで確認する。

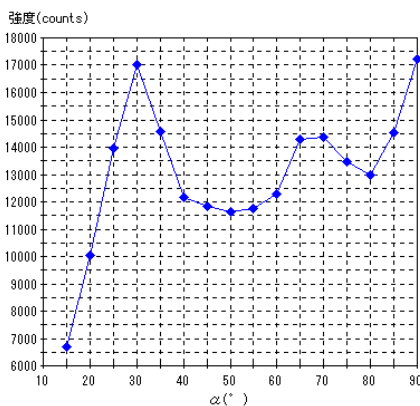
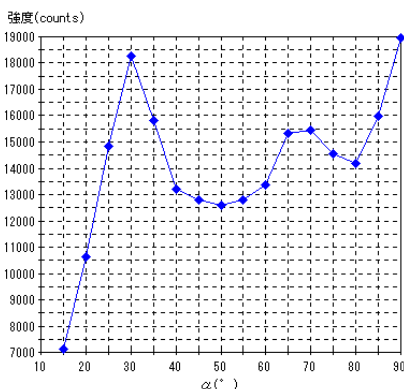
{110}



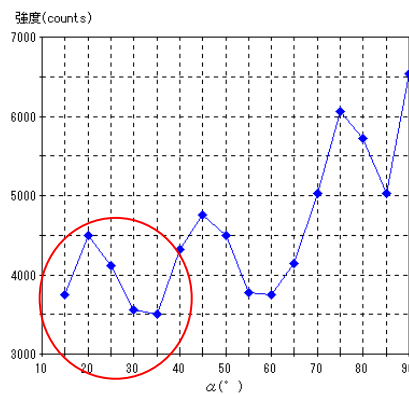
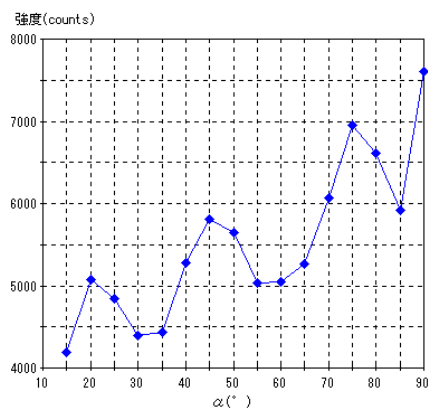
{200}



{211}



{310}



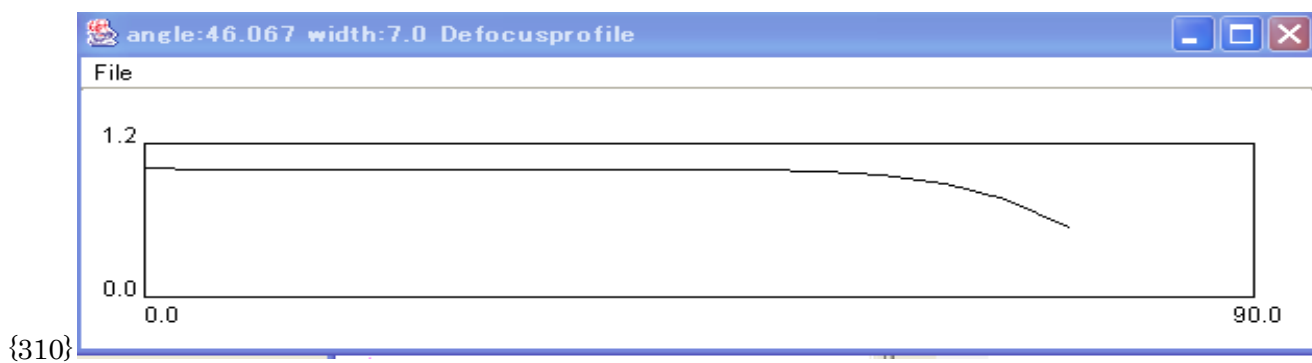
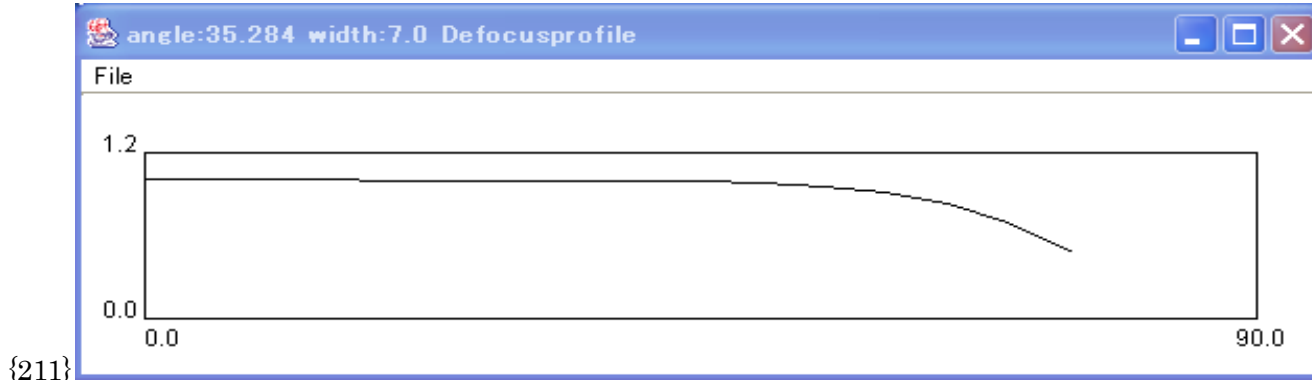
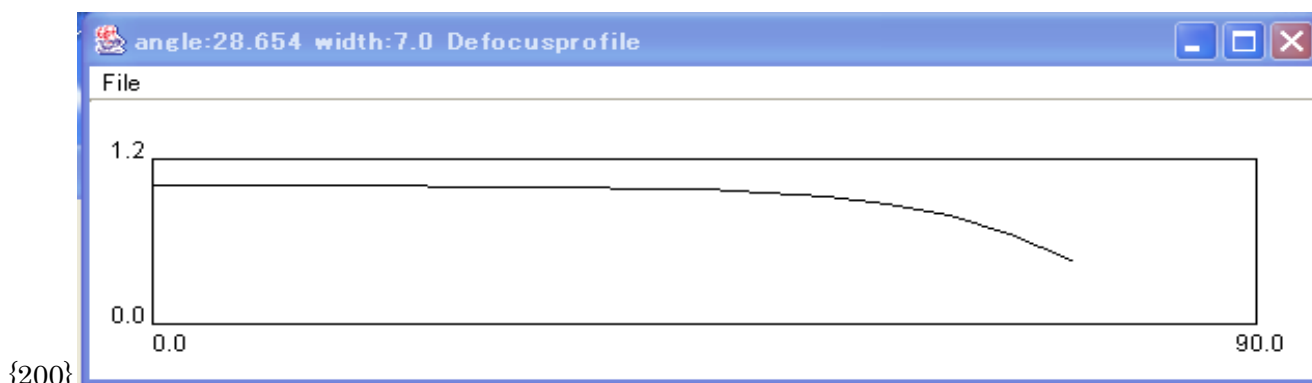
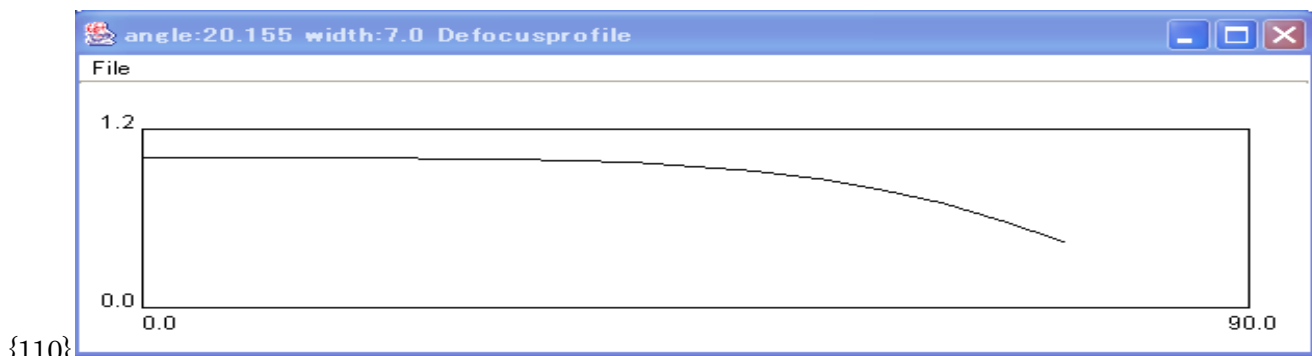
バックグラウンドを削除しても、削除前と比較して大きな変化がない事がバックグラウンドの適正を示す若干 {310} の動きが気になる。スリット 7 mm は広すぎる可能性がある。

Defocus補正 (DefocusCalcソフトウェアによる)

Defocus曲線は、測定 2θ 角度と測定受光スリット幅に大きく影響されます。

極点図	2θ 角度	受光スリット
{110}	20.155	7mm
{200}	28.654	7mm
{211}	35.284	7mm
{310}	46.067	7mm

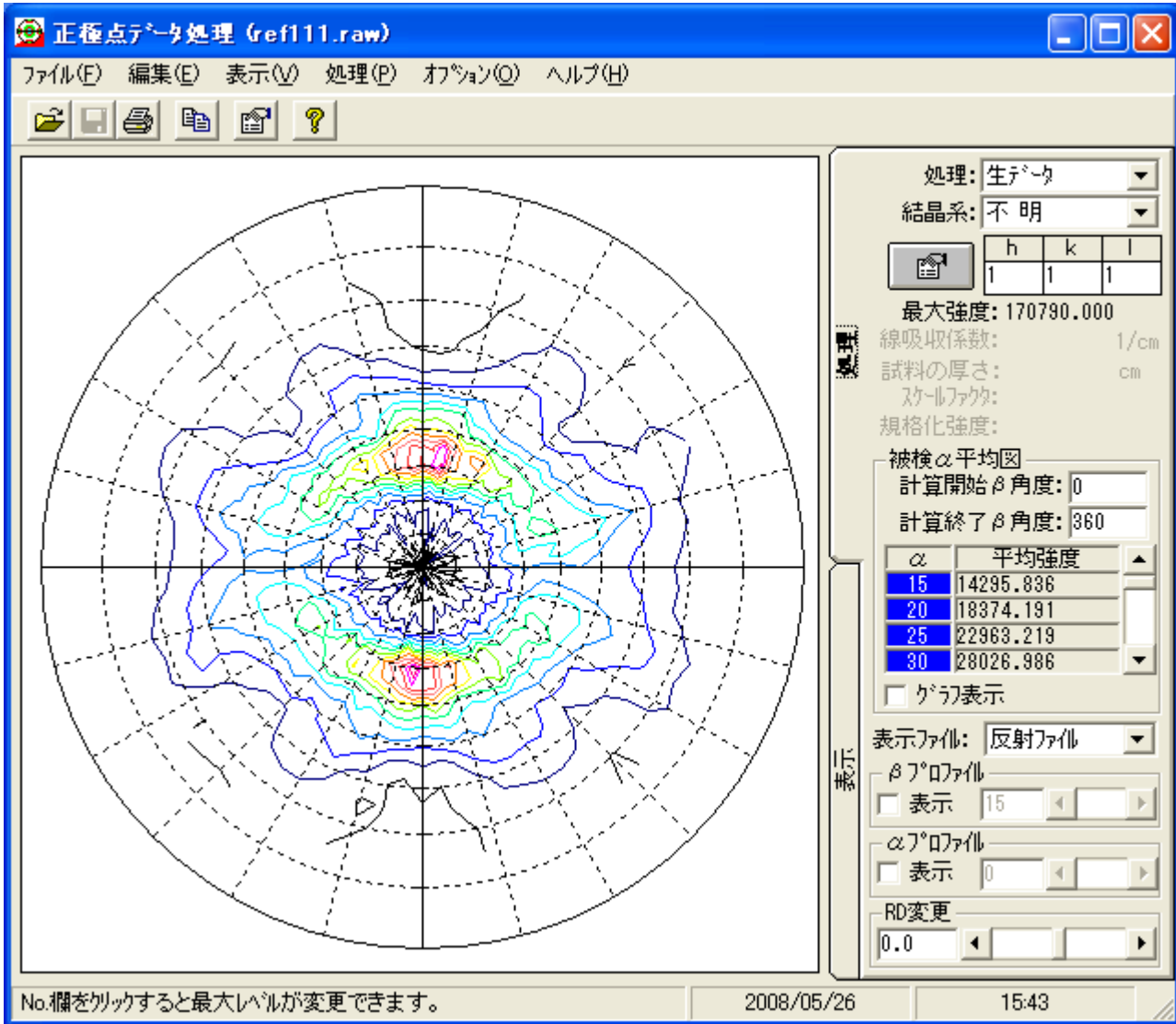
この測定条件のDefocus曲線を計算する。



補正曲線を得る。

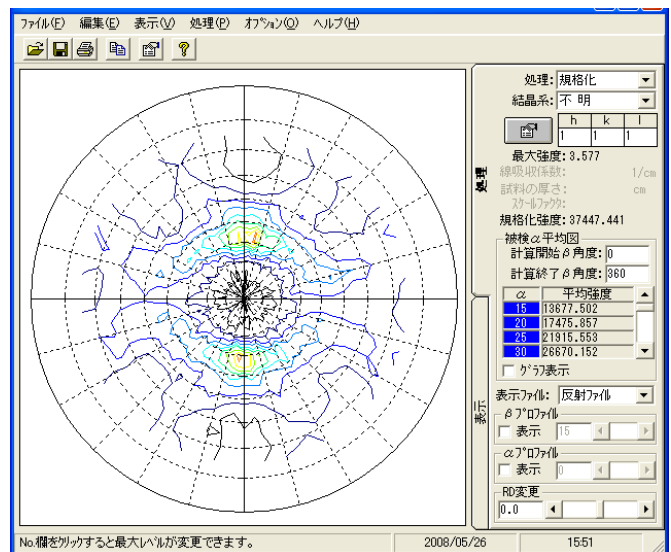
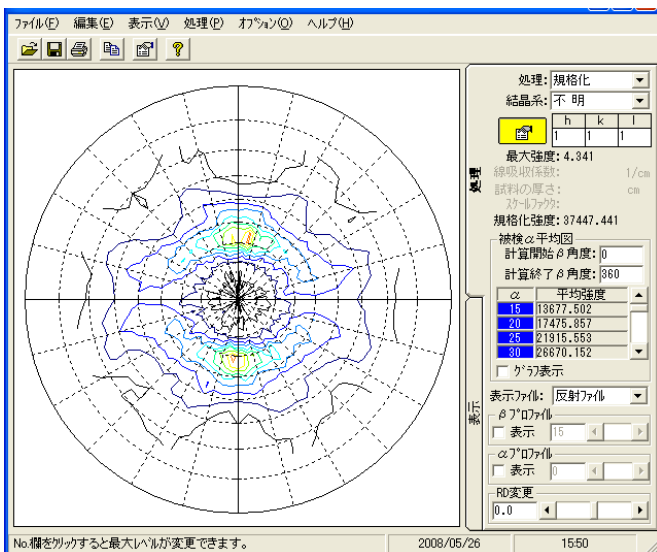
{110} に Defocus 補正を行う

rawデータ



内部規格化

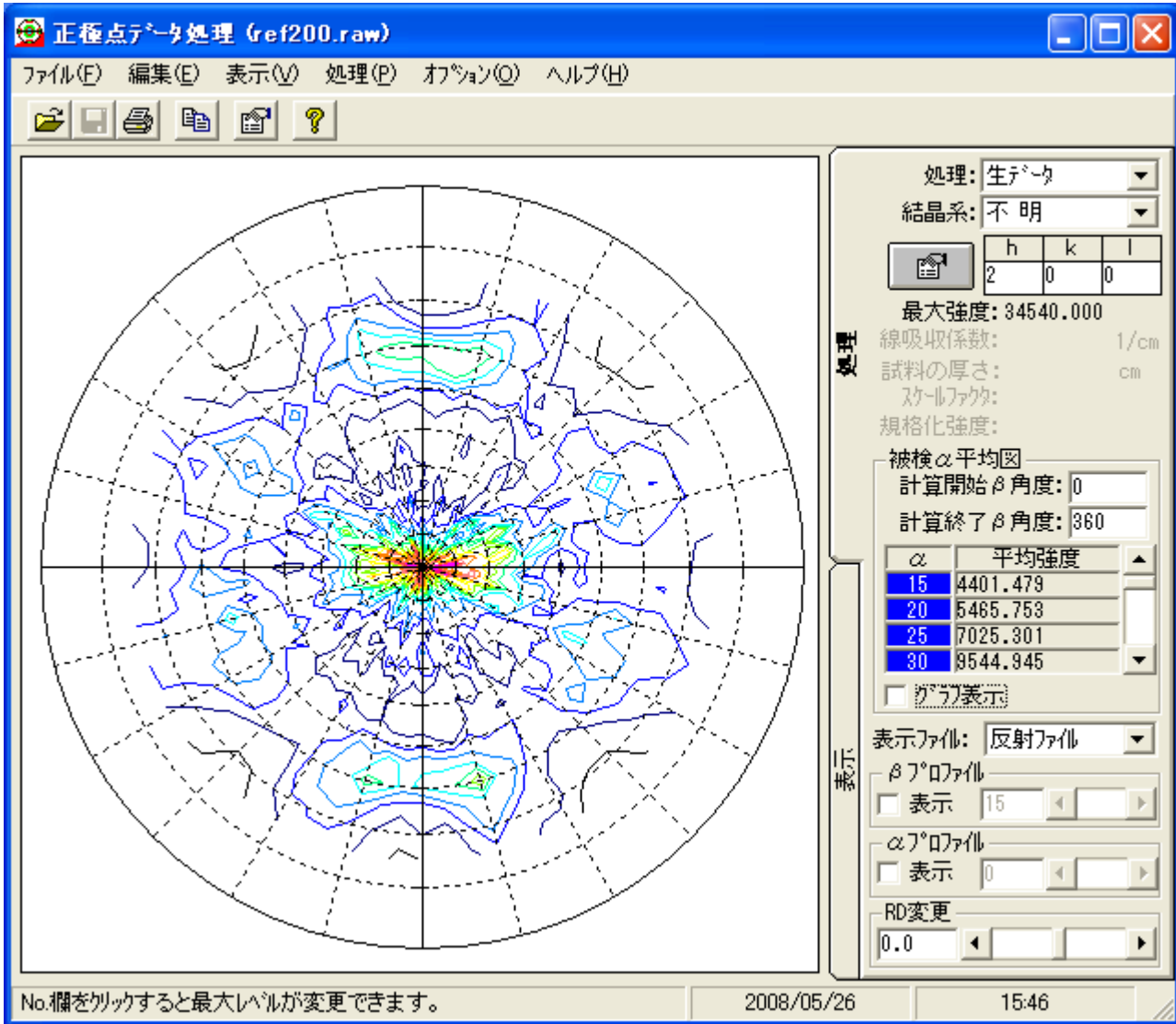
random規格化



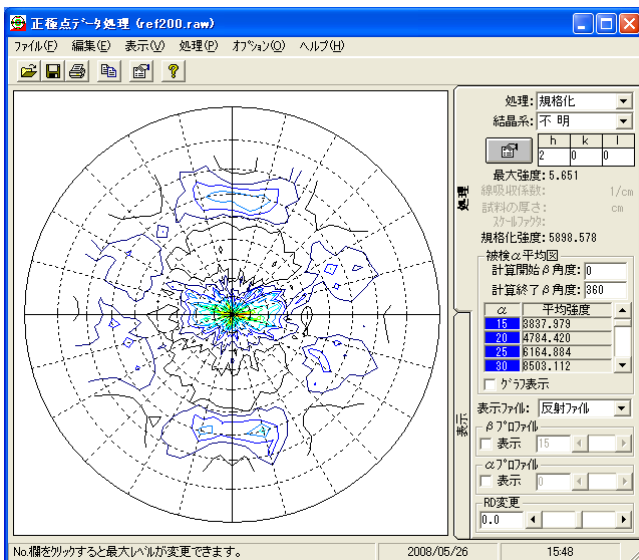
random規格化で極点図の外側に影響

{ 2 0 0 }

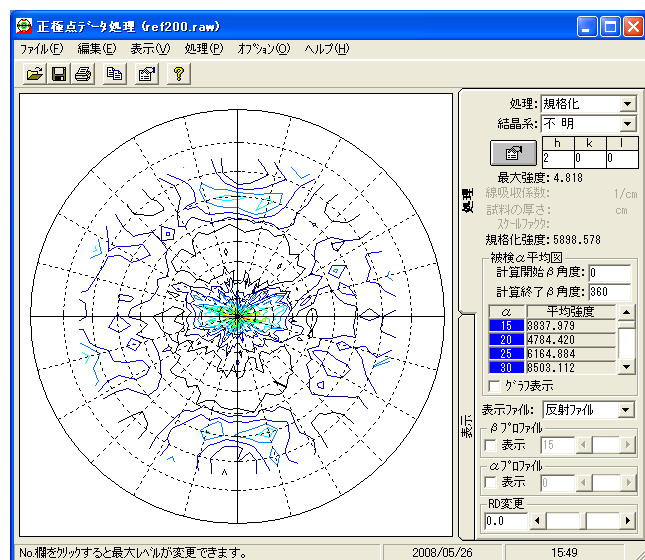
rawデータ



内部規格化

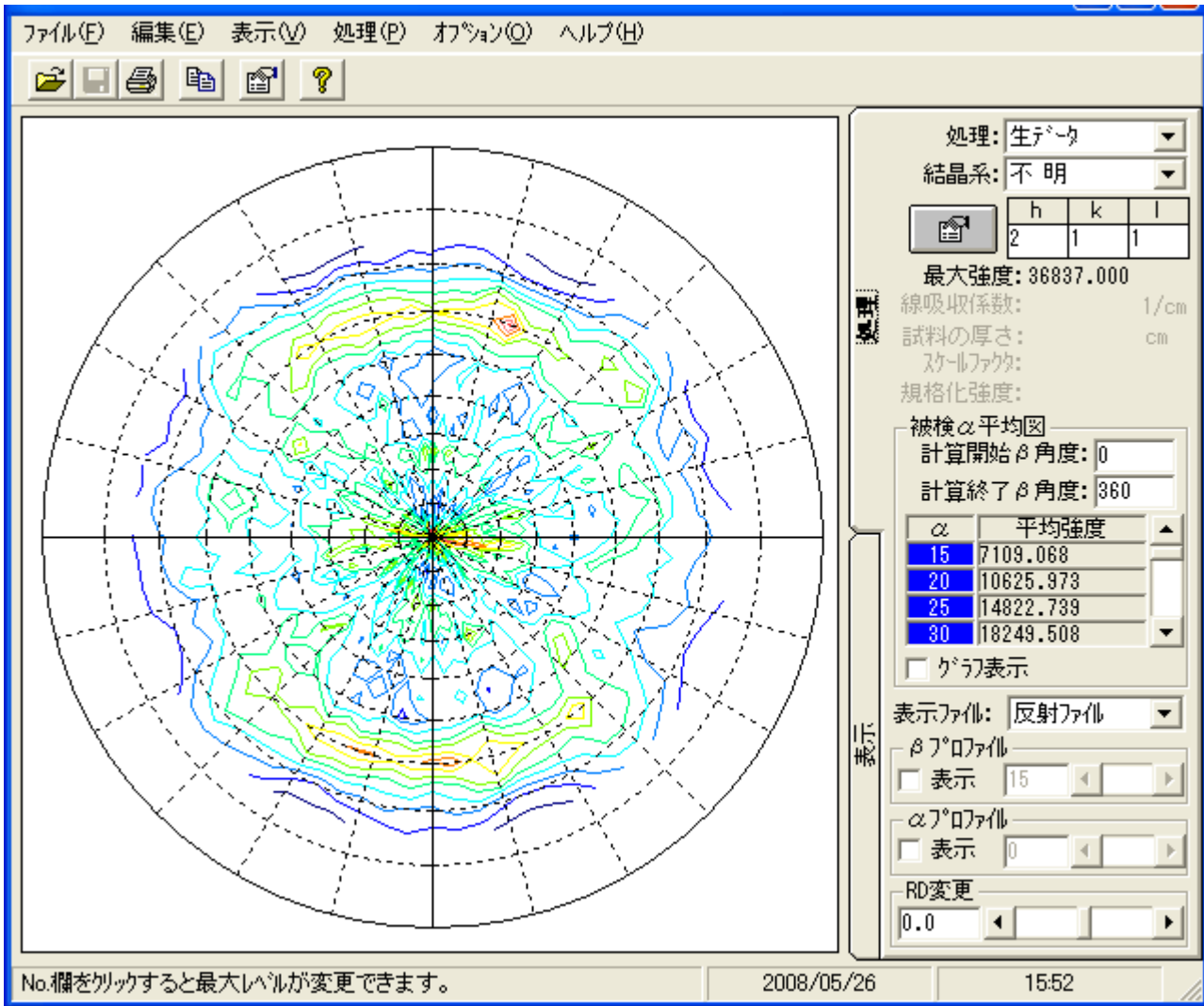


random規格化

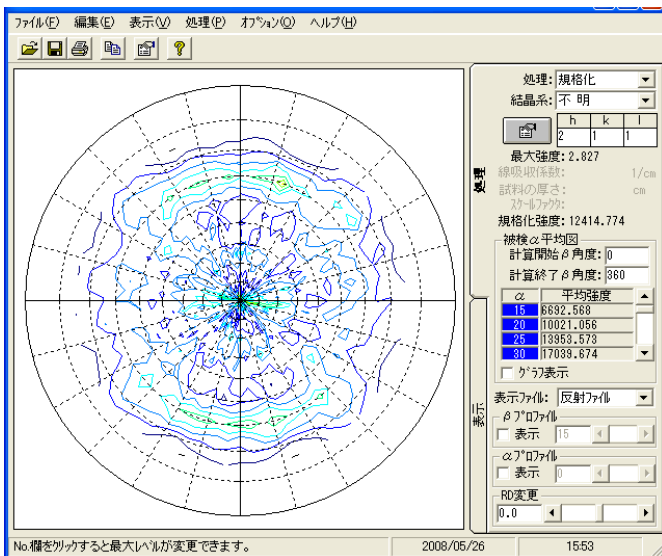


{ 2 1 1 }

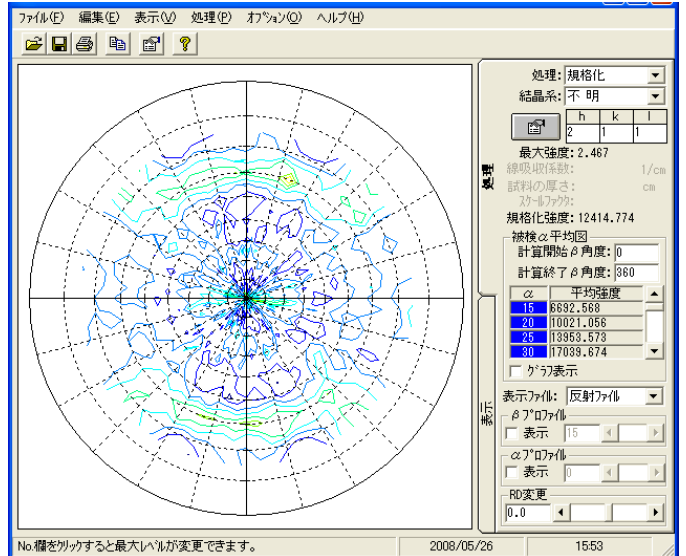
r a wデータ



内部規格化

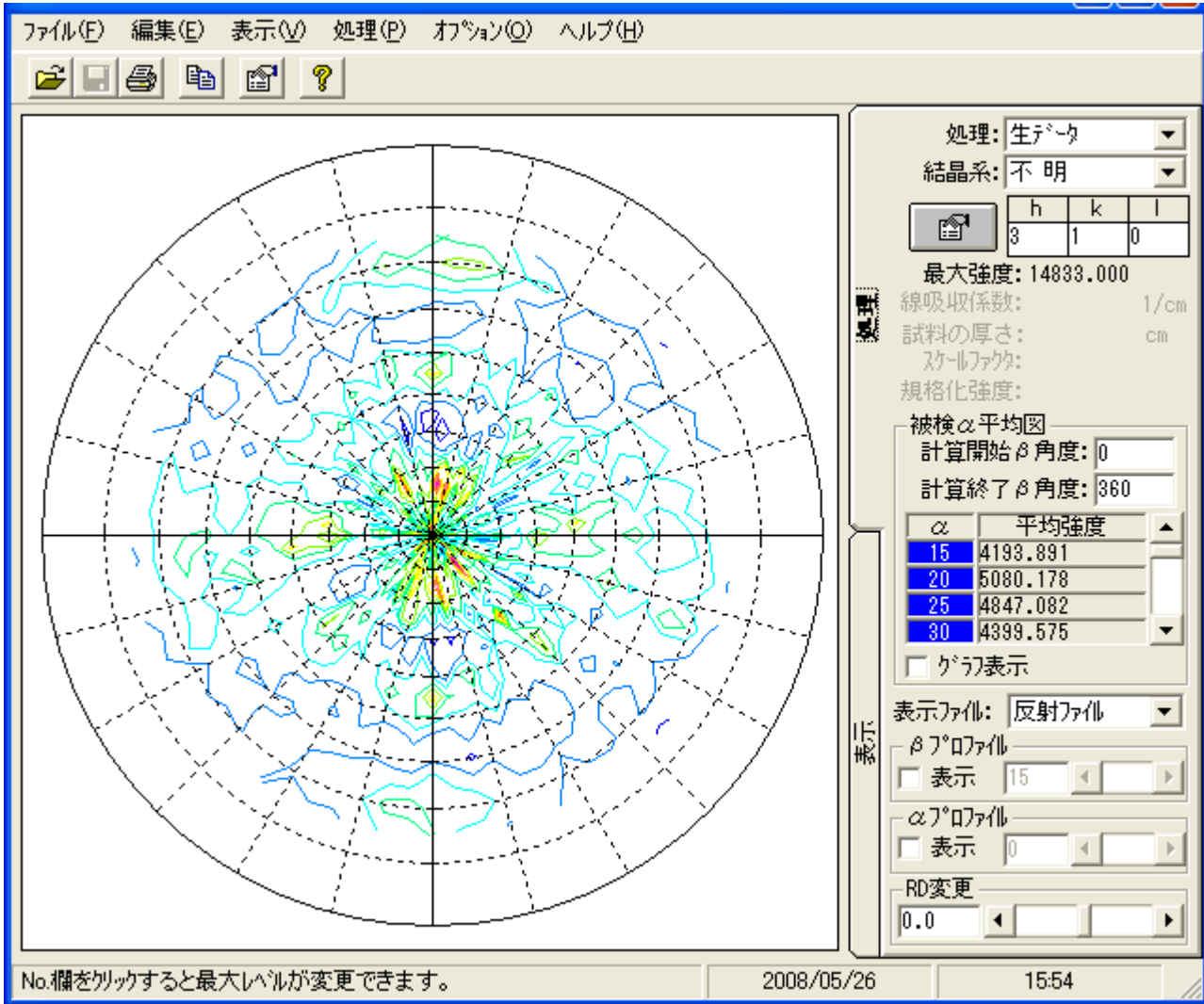


r a n d o m規格化



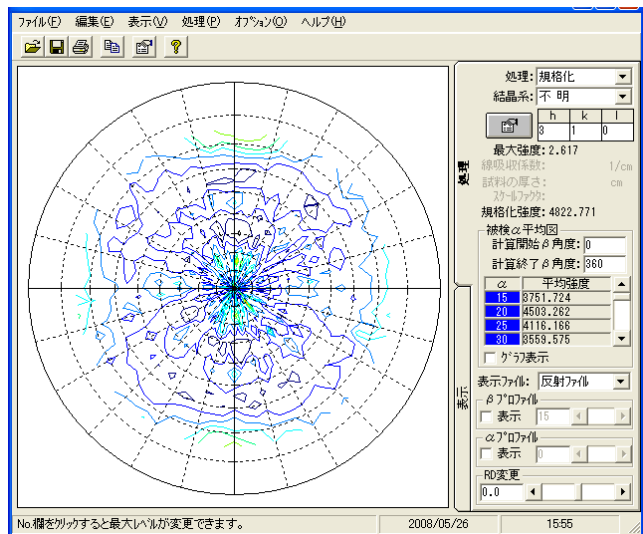
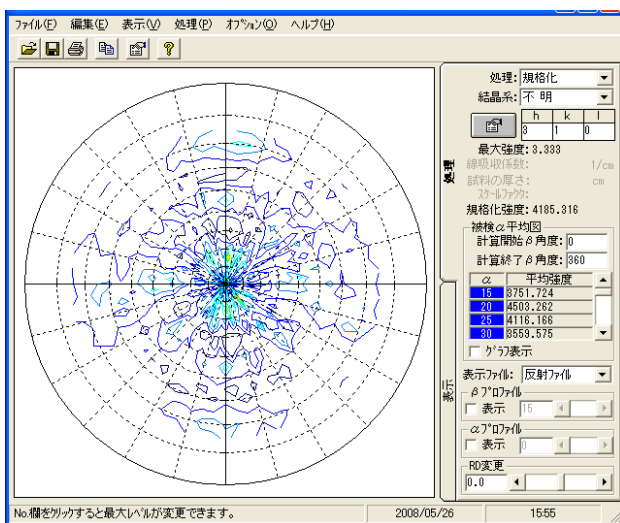
{310}

rawデータ



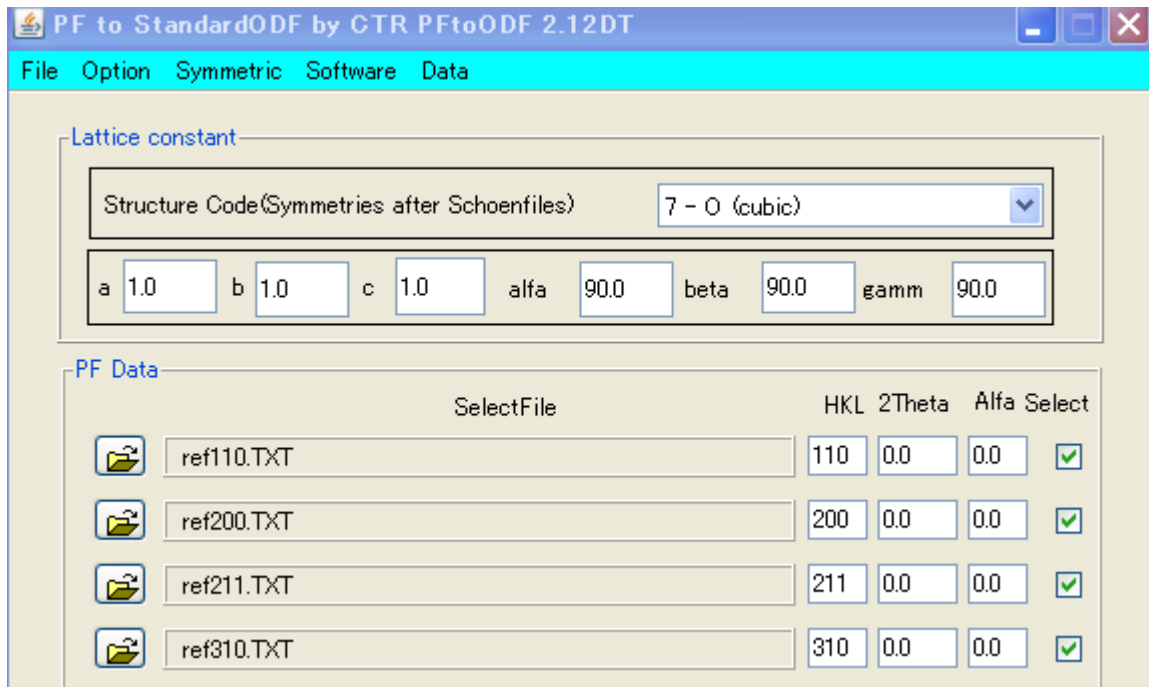
内部規格化

random規格化

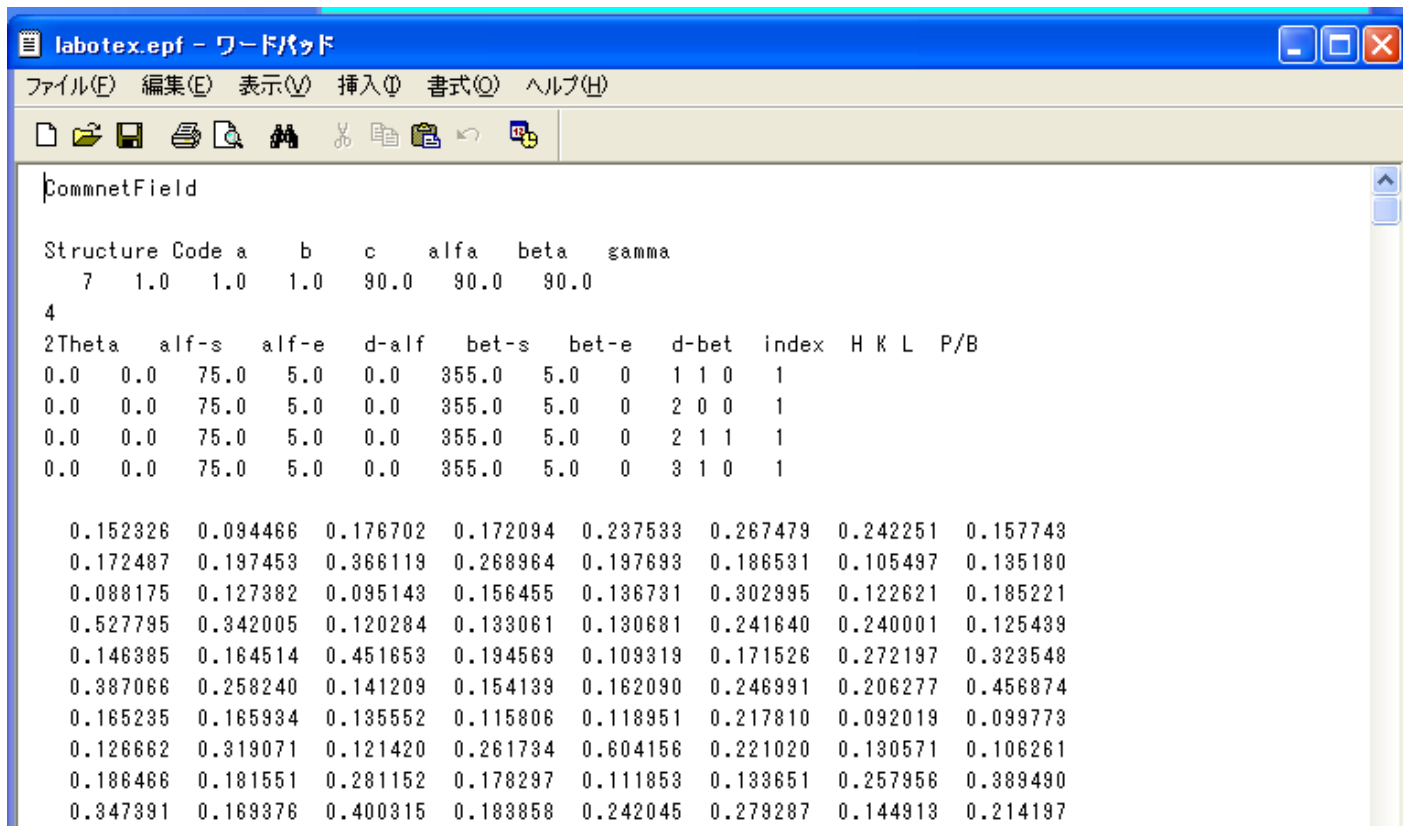


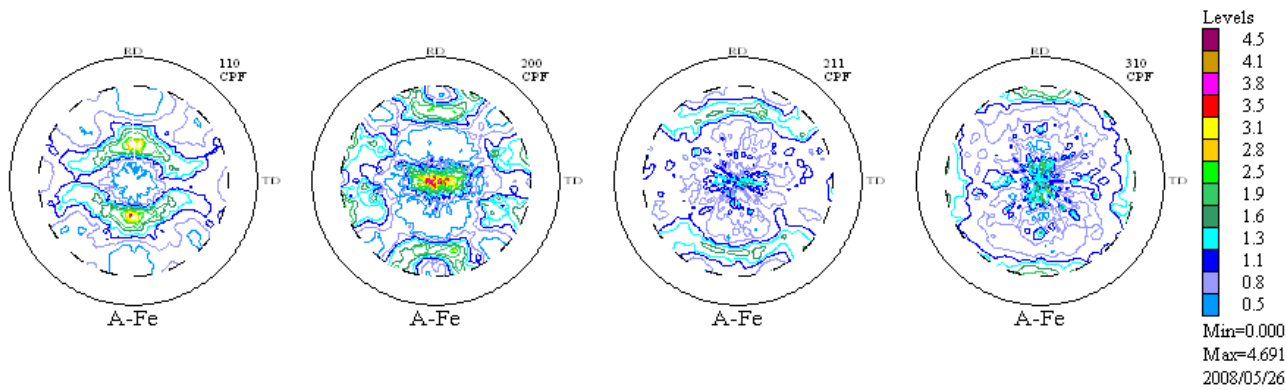
ARC I Iへ変換後PF t o ODFでフォーマット変換

S t a n d a r d O D F , T e x T o o l s , L a b o T e x で読み込めるテキストへ

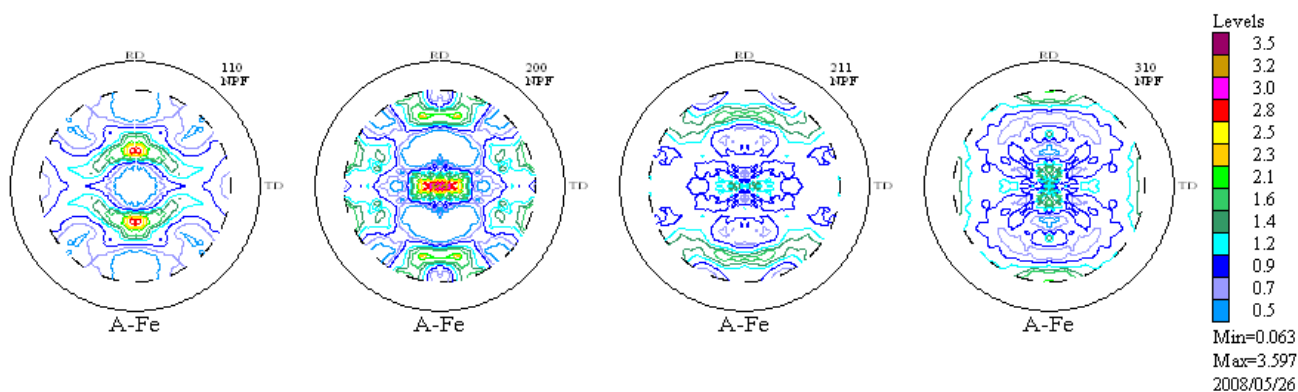


L a b o T e x の場合、E P F ファイルが作成される。

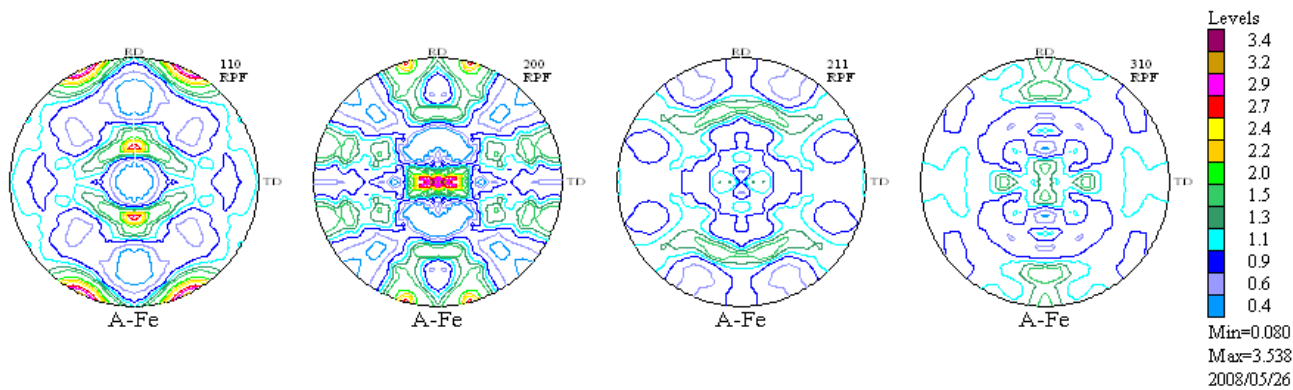




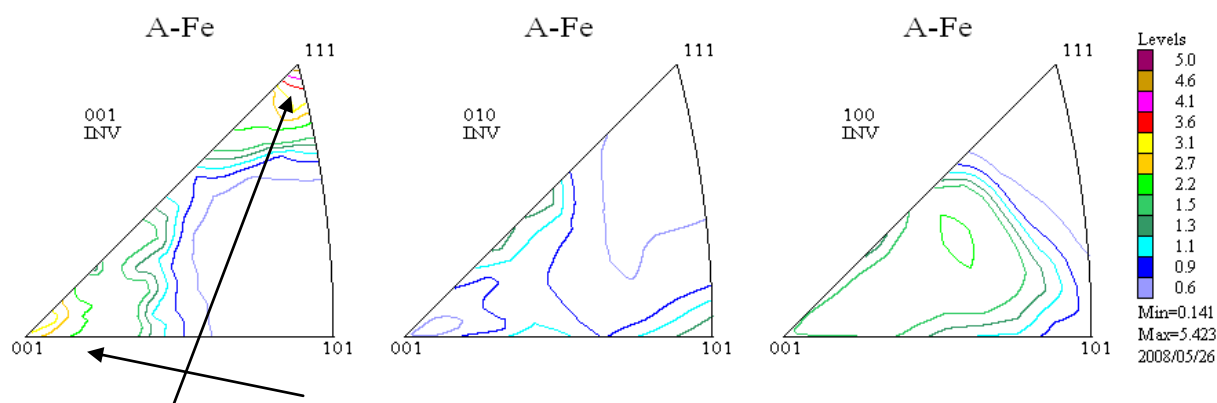
／ 4 対称処理



再計算極点図

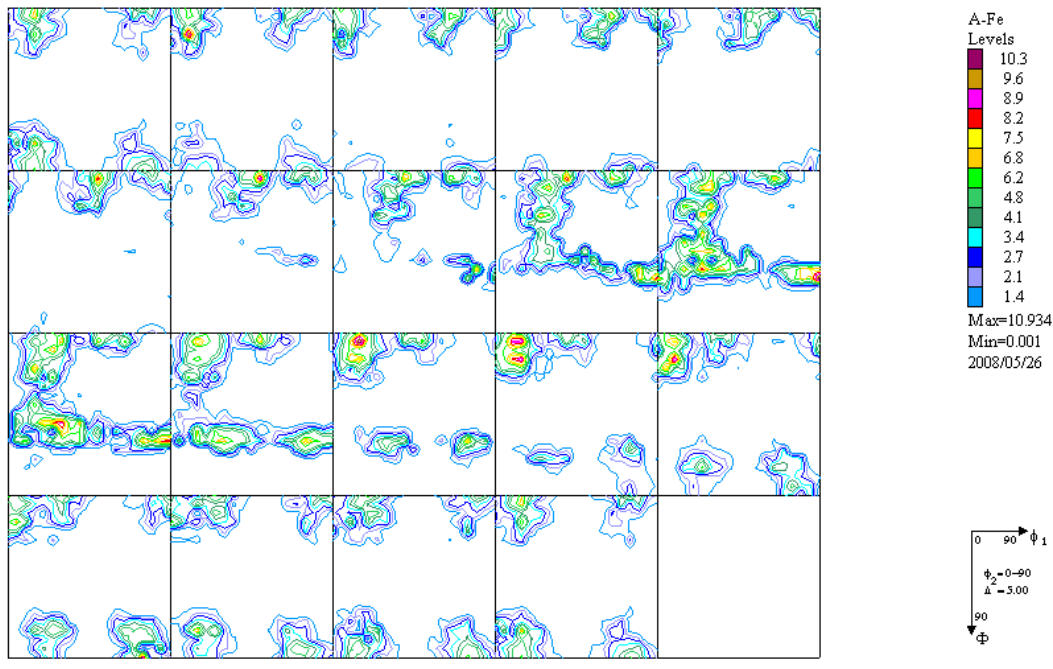


逆極点図



試料面に、 $\{111\}$ 、 $\{001\}$ が存在している事が分かる。

ODF 結果



Euler 角度 10 度半価幅の場合

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM ϕ_2	FWHM ϕ_3	Volume Fraction
1	{ 1 1 1 } < -1 -1 2 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	26 %
2	{ 0 0 1 } < 3 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	20 %
3	{ 0 0 1 } < 2 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	11 %
4	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
5	{ 0 0 1 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	8 %
6	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	8 %
7	{ 3 2 3 } < 1 -3 1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	6 %
8	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
9	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
10	{ 1 1 2 } < 1 -1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Linearity							Background 5 %

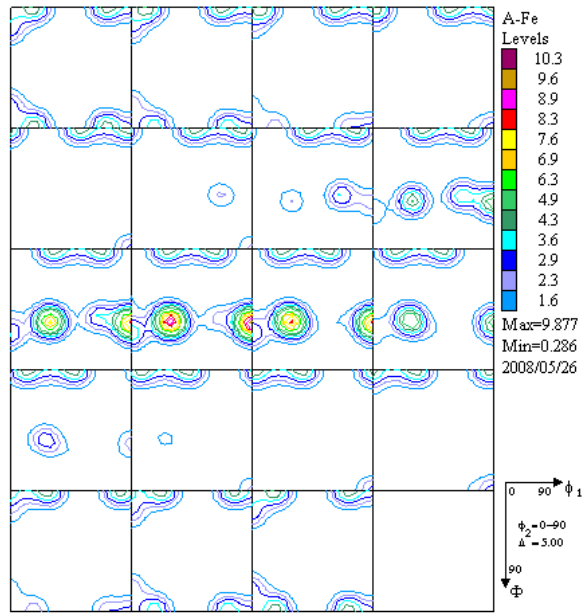
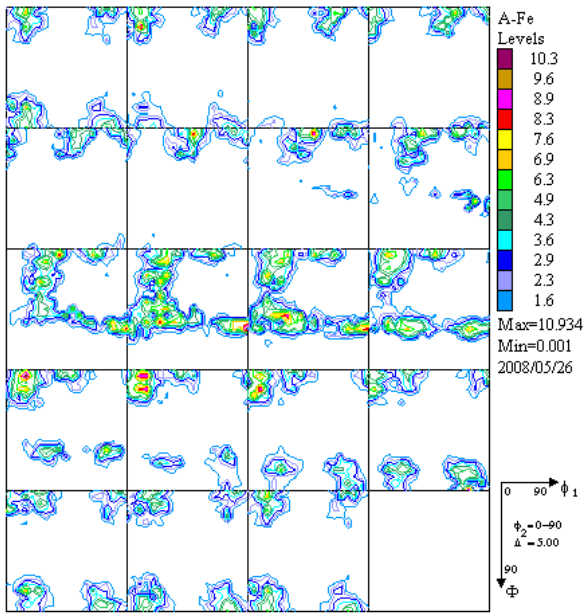
Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set

半価幅をフィッティングした場合

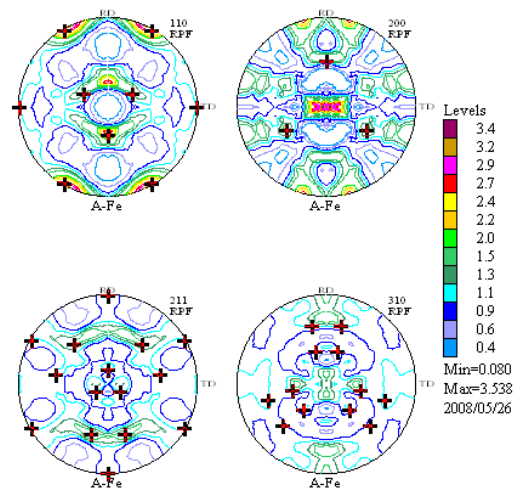
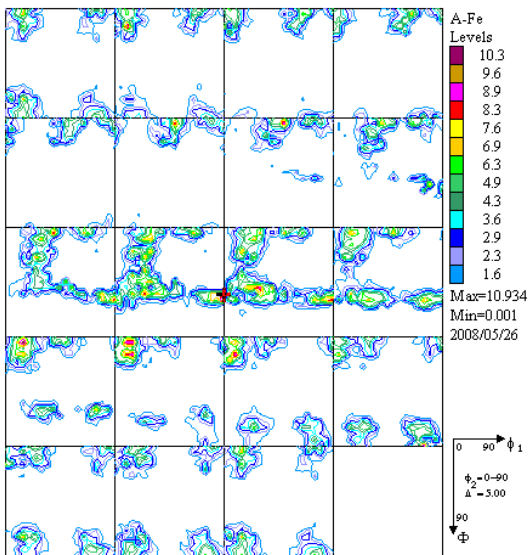
No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM ϕ_2	FWHM ϕ_3	Volume Fraction
1	{ 1 1 1 } < -1 -1 2 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.7	20.3	20.5	25 %
2	{ 0 0 1 } < 3 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.9	21.6	20.4	15 %
3	{ 0 0 1 } < 2 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.7	21.2	20.6	2 %
4	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.3	20.1	19.7	9 %
5	{ 0 0 1 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.7	20.5	20.4	2 %
6	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.8	20.2	21.5	7 %
7	{ 3 2 3 } < 1 -3 1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.2	20.1	20.5	4 %
8	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.4	20.1	1 %
9	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.3	20.4	20.4	3 %
10	{ 1 1 2 } < 1 -1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.3	20.2	20.1	3 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Linearity							Background 29 %

Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set

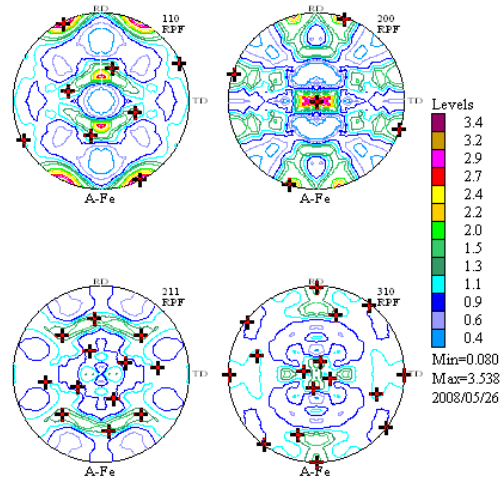
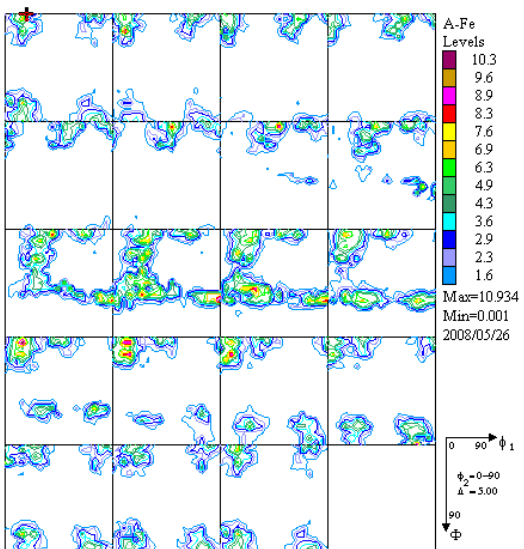
右側は上記体積率から再計算したODF



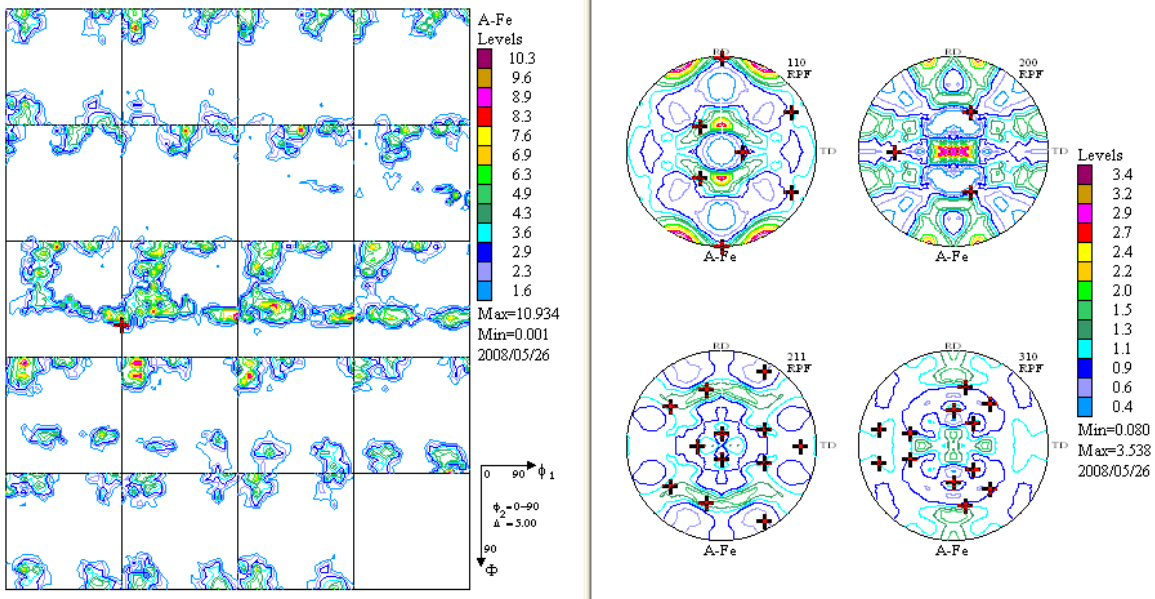
$\{111\} \langle -1-12 \rangle$



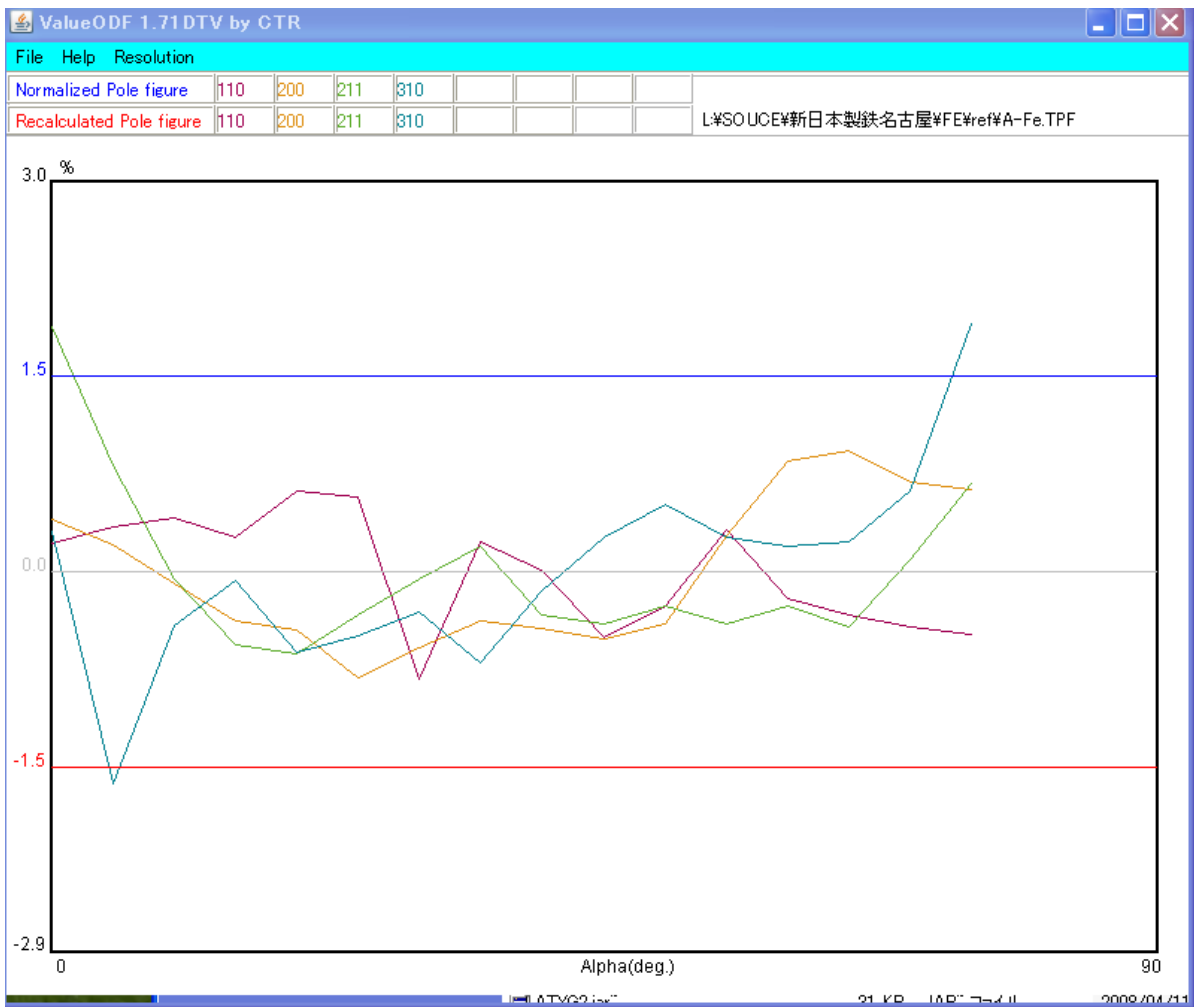
$\{001\} \langle 310 \rangle$



$\{233\} \langle 01-1 \rangle$

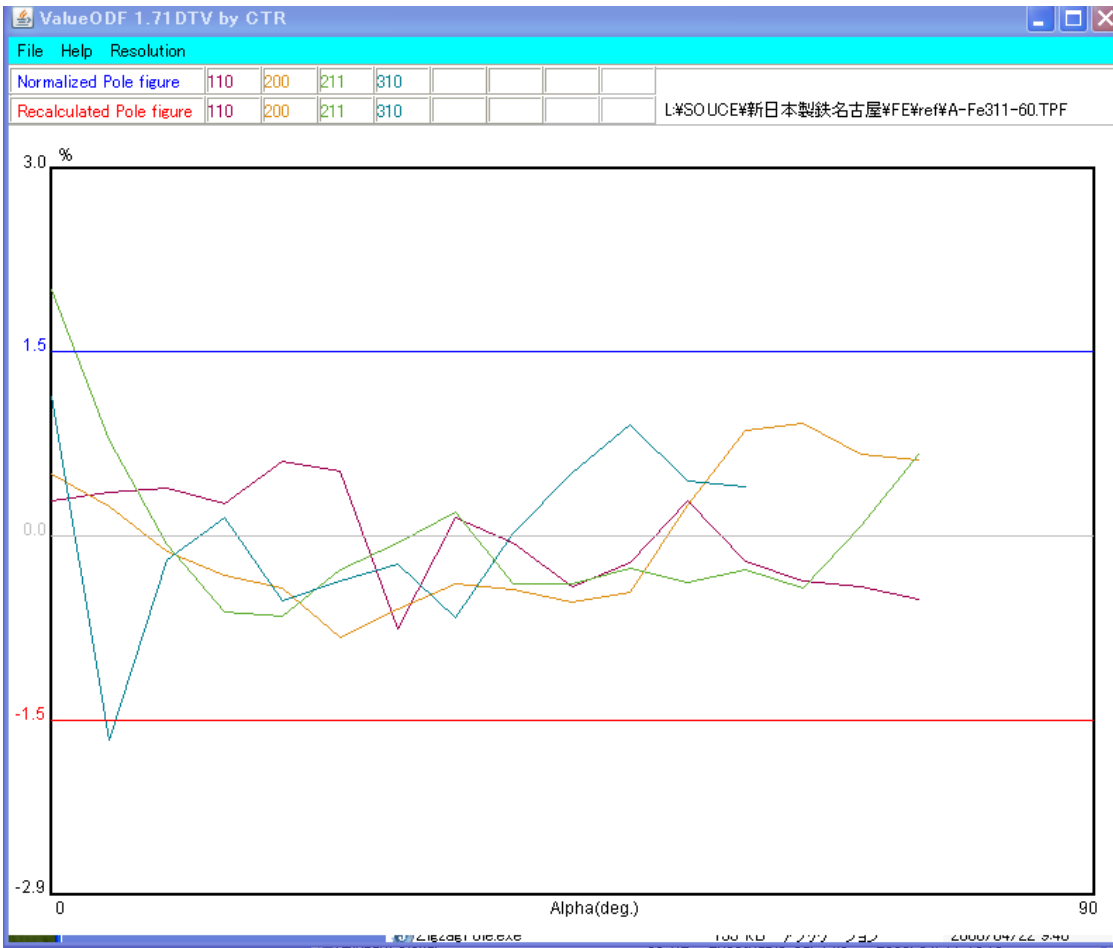


ODF入力極点図と再計算極点図の比較 (ValueODF)



$\{310\}$ 極点図の極点図外側が強すぎる。

{3 1 0} を75度から60度に変更すると

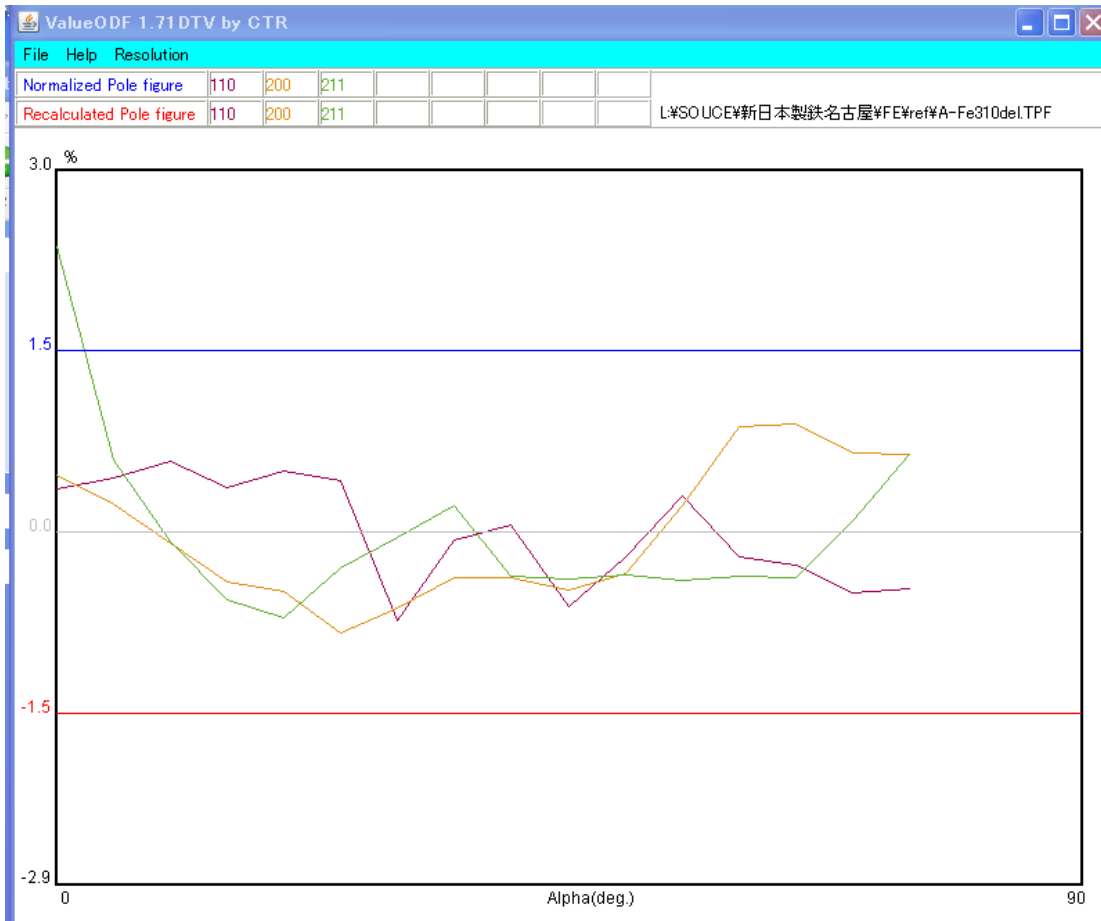


その時の定量値は

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM ϕ_2	FWHM ϕ_3	Volume Fraction
1	{1 1 1}<-1 -1 2>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	24 %
2	{0 0 1}<3 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	19 %
3	{0 1 3}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	11 %
4	{0 0 1}<2 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
5	{2 3 3}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
6	{0 0 1}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	8 %
7	{3 2 3}<1 -3 1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	6 %
8	{0 0 1}<1 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	3 %
9	{1 1 2}<1 -1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
10	{1 1 1}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Linearity Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set							Background 5 %

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM ϕ_2	FWHM ϕ_3	Volume Fraction
1	{1 1 1}<-1 -1 2>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.3	20.0	20.0	24 %
2	{0 0 1}<3 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.9	21.5	20.1	16 %
3	{0 1 3}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.9	20.0	20.1	11 %
4	{0 0 1}<2 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	1 %
5	{2 3 3}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.0	20.0	9 %
6	{0 0 1}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.1	20.1	2 %
7	{3 2 3}<1 -3 1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.0	20.0	6 %
8	{0 0 1}<1 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	1 %
9	{1 1 2}<1 -1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	2 %
10	{1 1 1}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	3 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Linearity Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set							Background 25 %

{310} をすべて外した場合



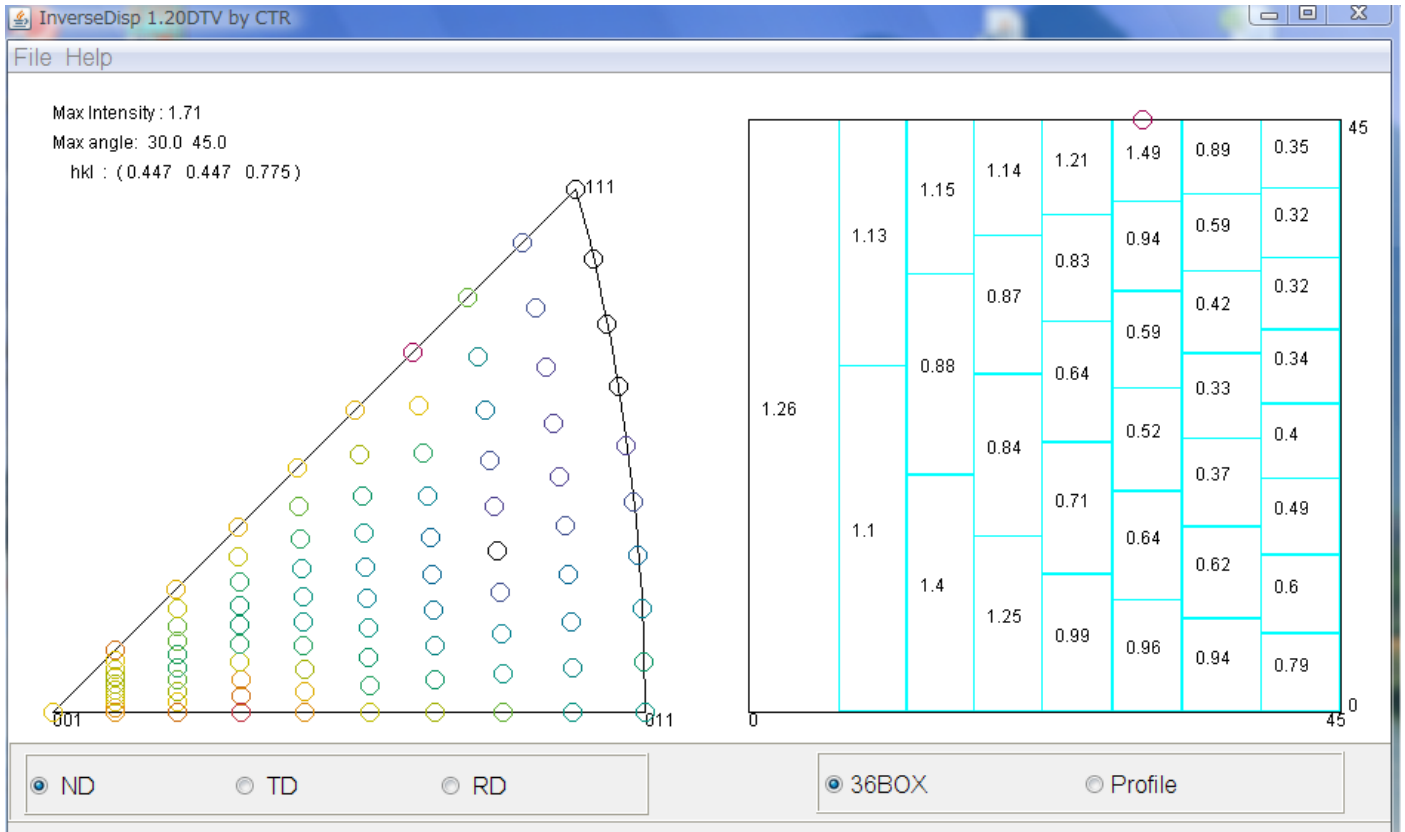
No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM Φ	FWHM ϕ_2	Volume Fraction
1	{1 1 1}<-1 -1 2>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	22 %
2	{0 0 1}<3 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	19 %
3	{1 1 1}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	15 %
4	{2 3 3}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
5	{0 0 1}<2 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	9 %
6	{0 1 3}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	6 %
7	{0 0 1}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	6 %
8	{3 2 3}<1 -3 1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	6 %
9	{1 1 2}<1 -1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	2 %
10	{0 0 1}<1 1 0>	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set Background: 5 %							

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM Φ	FWHM ϕ_2	Volume Fraction
1	{1 1 1}<-1 -1 2>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.0	20.0	22 %
2	{0 0 1}<3 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	21.8	20.1	16 %
3	{1 1 1}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.2	20.0	20.0	15 %
4	{2 3 3}<0 1 -1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.0	20.0	7 %
5	{0 0 1}<2 1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	0 %
6	{0 1 3}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.0	20.0	5 %
7	{0 0 1}<1 0 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.1	20.1	2 %
8	{3 2 3}<1 -3 1>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	6 %
9	{1 1 2}<1 -1 0>	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	20.0	20.0	4 %
10	{0 0 1}<1 1 0>	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set Background: 23 %							

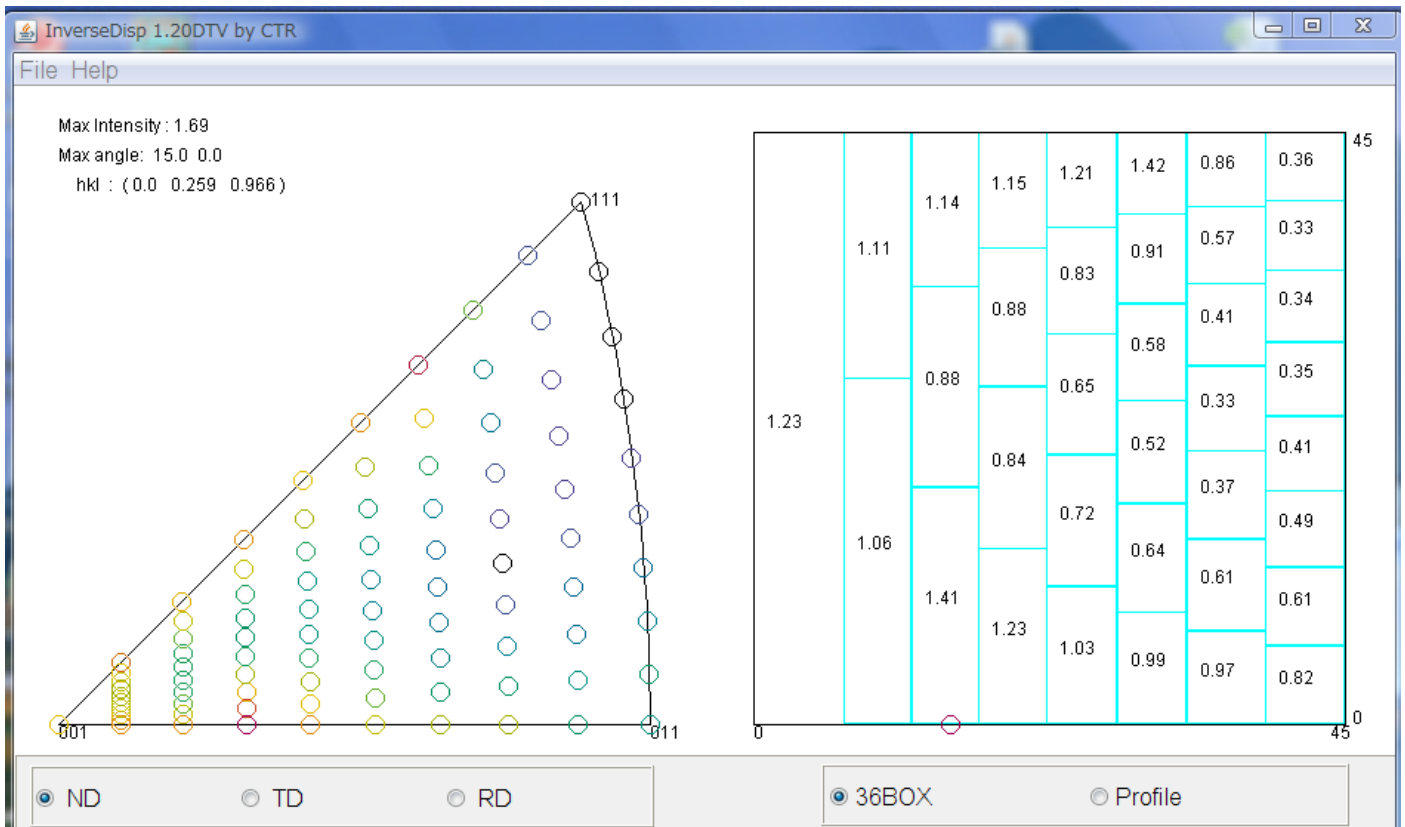
ValueODFで評価し、LaboTexの入力データを変更しないで、LaboTexのソフト内で再評価が行えます。

更に結果がどの程度違うかは、InverseDispソフトウェアで比較する事が出来ます。

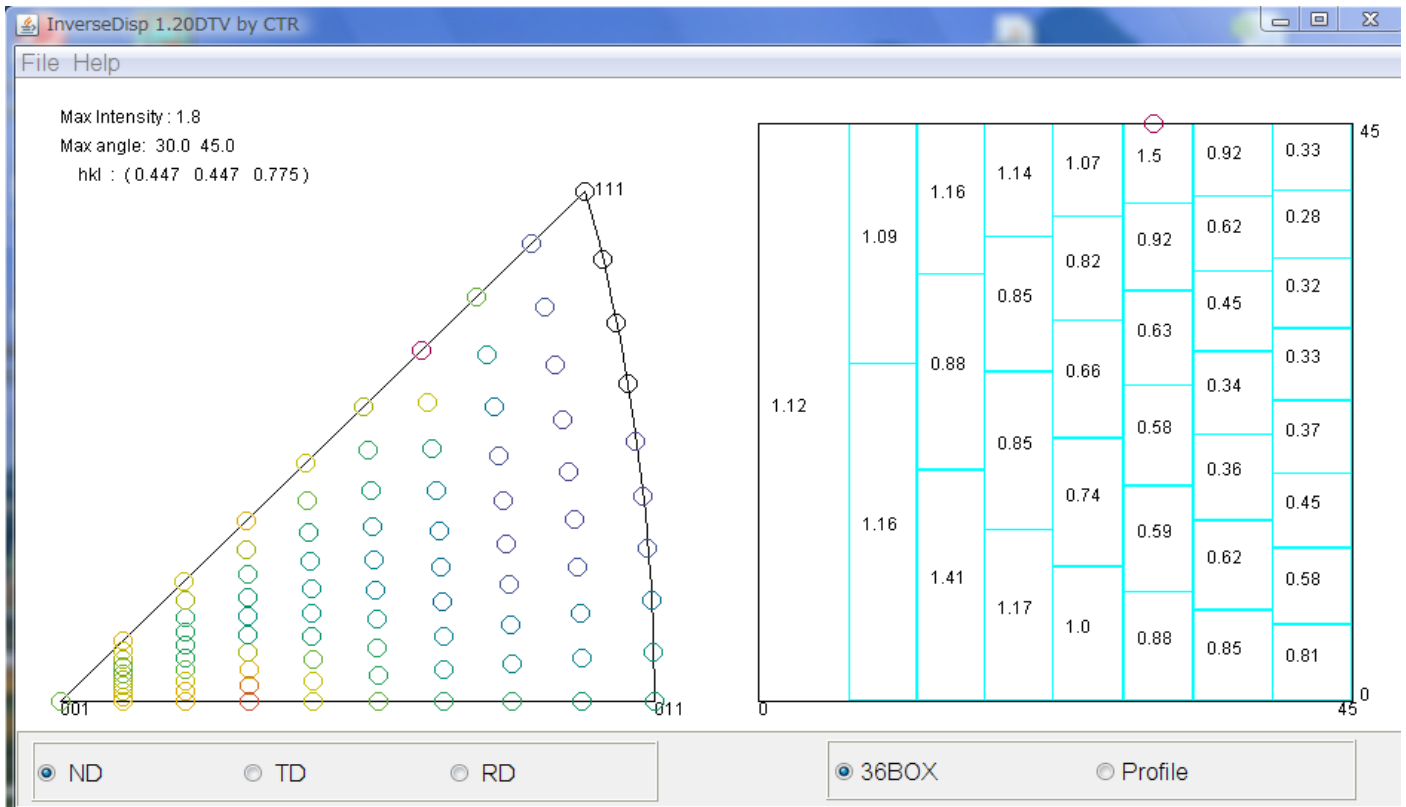
すべての極点図を使った場合



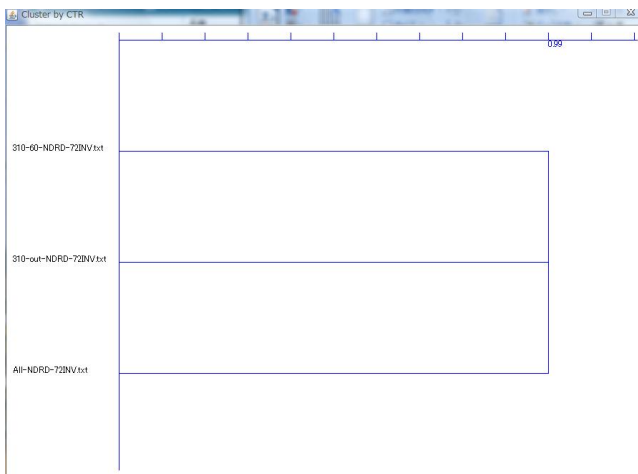
{310} の0→75度を0→60とした場合



{310} を全て外した場合



Cluster アプリケーションでND-RDプロファイルを比較する
相関係数0.99で一致する。



最大強度では

使用した極点図	逆極点図NDの最大強度	最大強度出現の位置
極点図4面で計算	1.71	30.0, 45.0
{310}を0->75を0->60に制限	1.69	15.0, 0.0
{310}を使わない場合	1.80	30.0, 45.0

でほとんど同じ結果である。