

r a n d o m試料がない場合のd e f o c u s補正

2018年11月26日

HelperTex Office

概要

XRDでは光学系補正を行うために、defocus補正を行います。

defocus補正は、無配向試料を測定し、測定データの逆数で補正を行います。

無配向試料の手持ちがない場合、以下の方法で行います。

- 1) 粒径の細かい(3 μ程度)粉末試料を代用する
 - 2) ODFPoleFigure2 の計算 defocus 補正を用いる
- 以下に使用方法を説明します。

粉末試料を用いる場合

粉末試料の購入

高純度化学研究所

極点試料台付属の粉末用試料容器に粉末を充填しアルコールで固める。

乾燥後、測定に使用する。

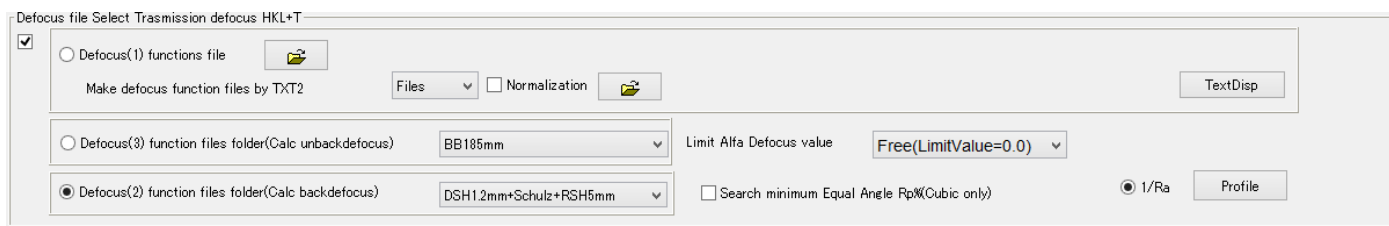
バルクと粉末ではパッキングファクタが異なるので、測定強度が異なるので、

random補正後の極密度はバルク材の極密度と異なります。

ODF解析の再計算極点図を用いてください。

ODFPoleFigure2 の補正を用いる場合

粉末試料と同じ



defocus補正の状態を確認

ODF解析後の再計算極点図と入力極点図のRp%をValueODFVFソフトウェアで確認する。

$$RP_{\{hkl\}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\{PF_{exp.}\}_i - \{PF_{calc.}\}_i}{\{PF_{exp.}\}_i} \right| \cdot 100\%$$

where :

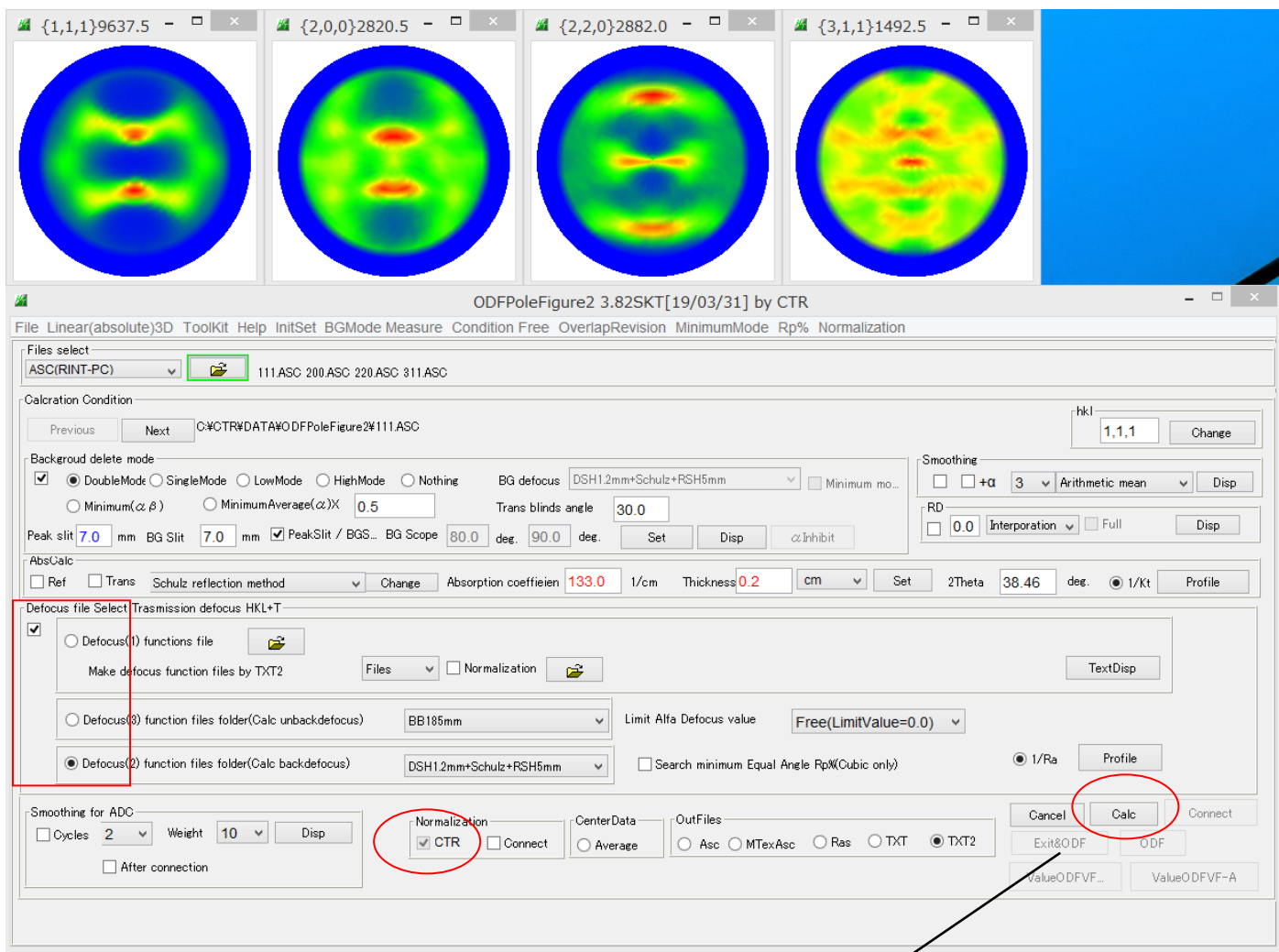
$RP_{\{hkl\}}$ - relative error for $\{hkl\}$ pole figure,

$\{PF_{exp.}\}_i$ - intensity of experimental (corrected and normalized) pole figure in point i,

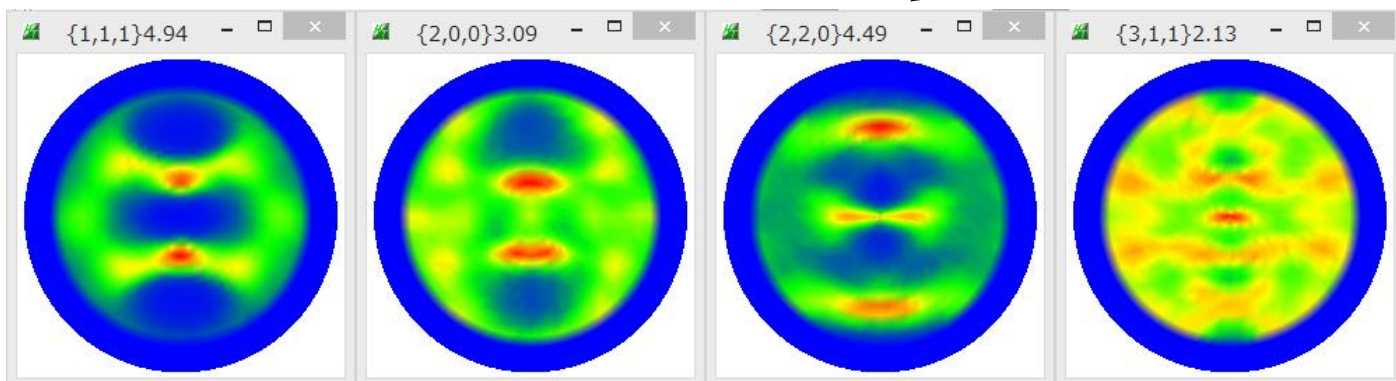
$\{PF_{calc.}\}_i$ - intensity of calculated pole figure in point i,

N - number of measured points on pole figure.

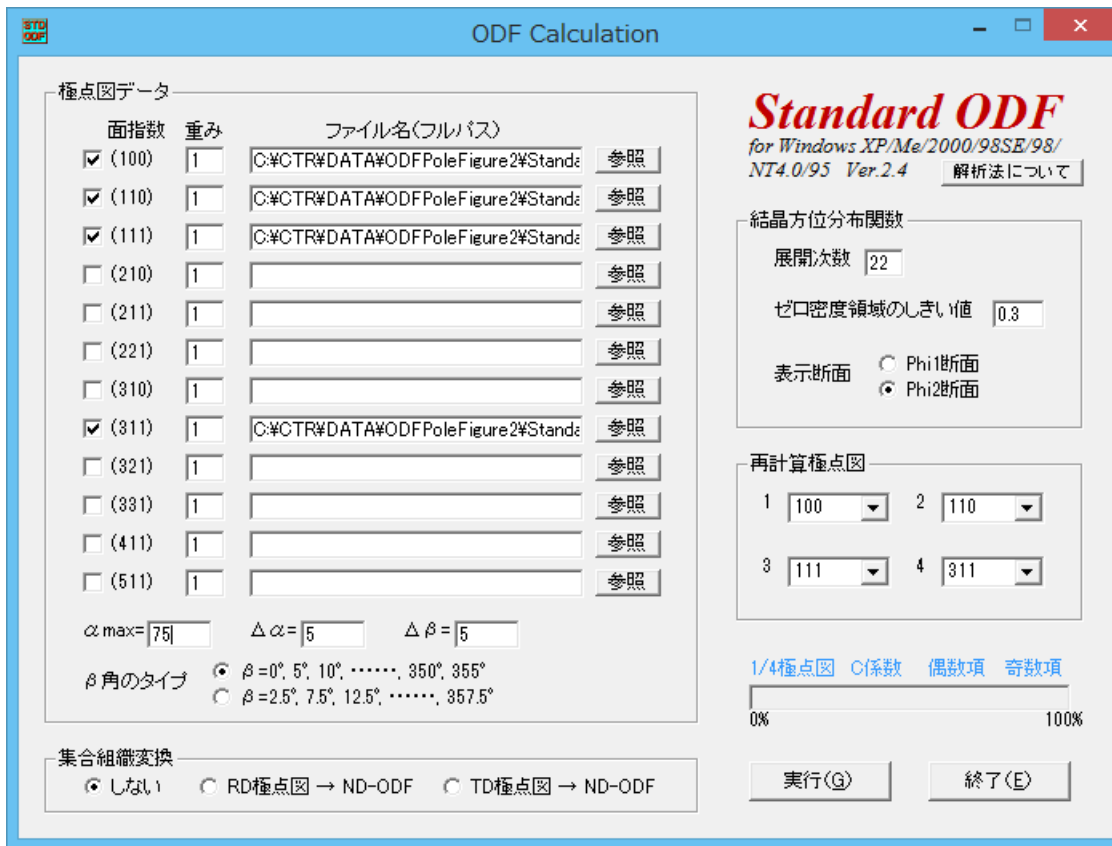
ODFPoleFigure2 ソフトウェアによる計算 defocus の操作



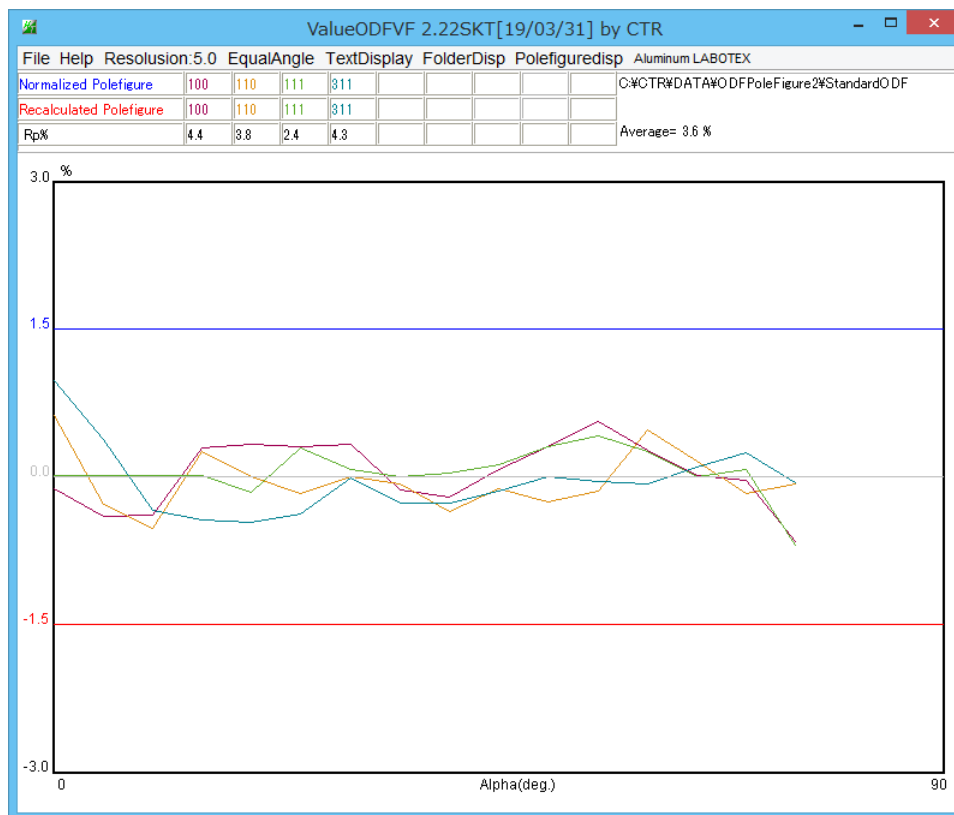
Calc



ODF 解析



ValueODFVF で Rp%の確認

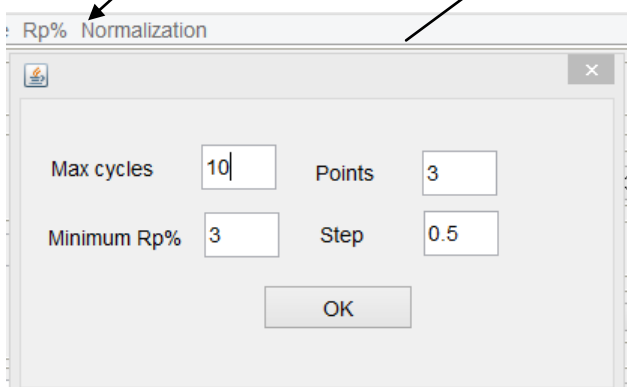
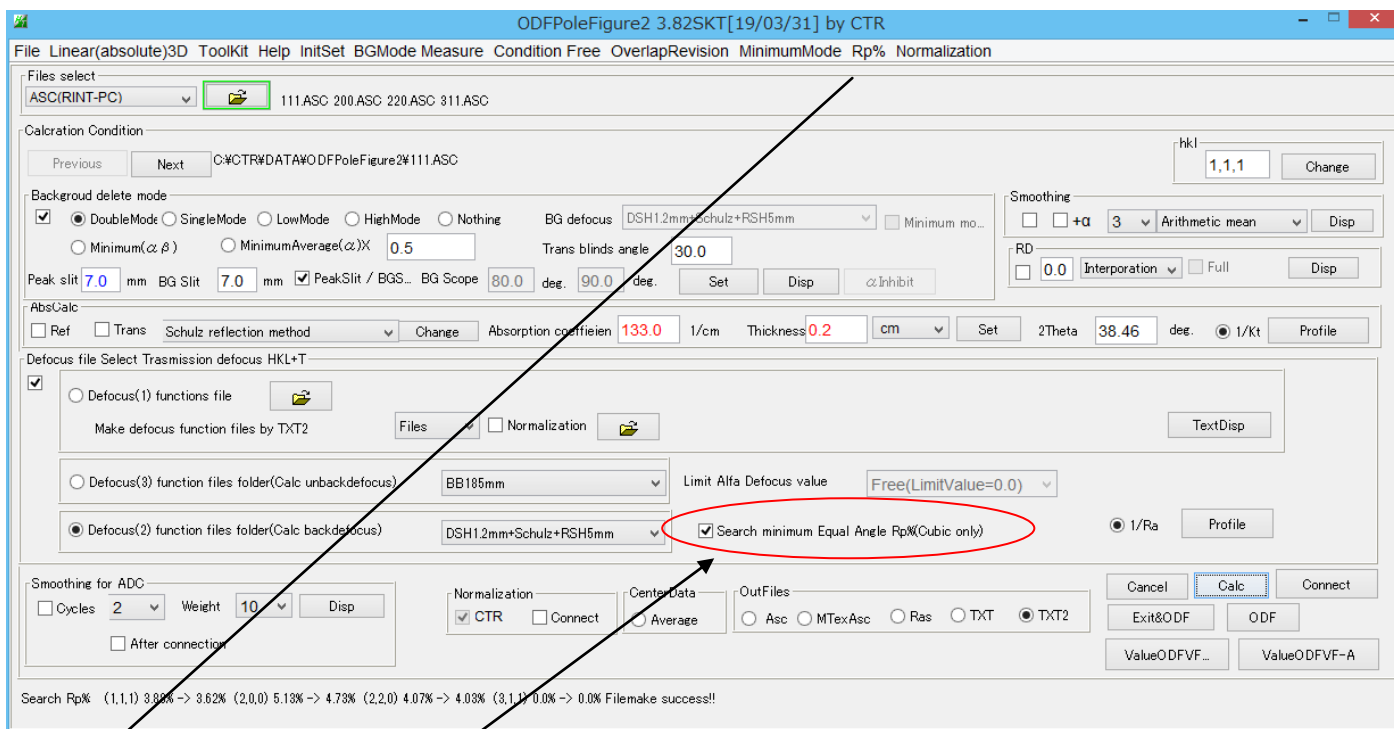


Rp%プロファイルが±1.5%以内、平均値が3.6%の良い値です。

若し、defocus 補正が悪いと極点図の外周付近が乱れます。

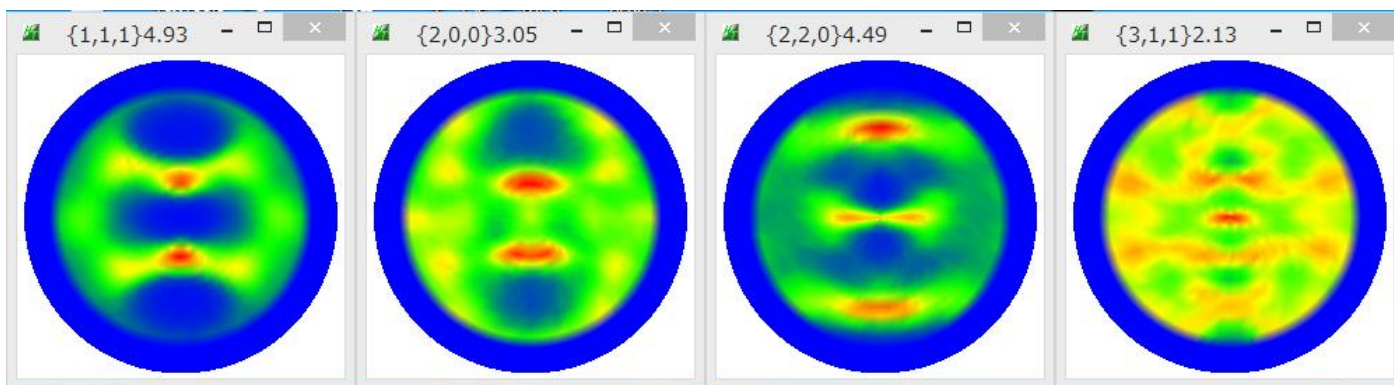
下がる場合、defocus 補正量が少ない、上がる場合、defocus 補正量の過多です。

ODFPoleFigure2 による最小 Rp%のサーチ機能を使う。

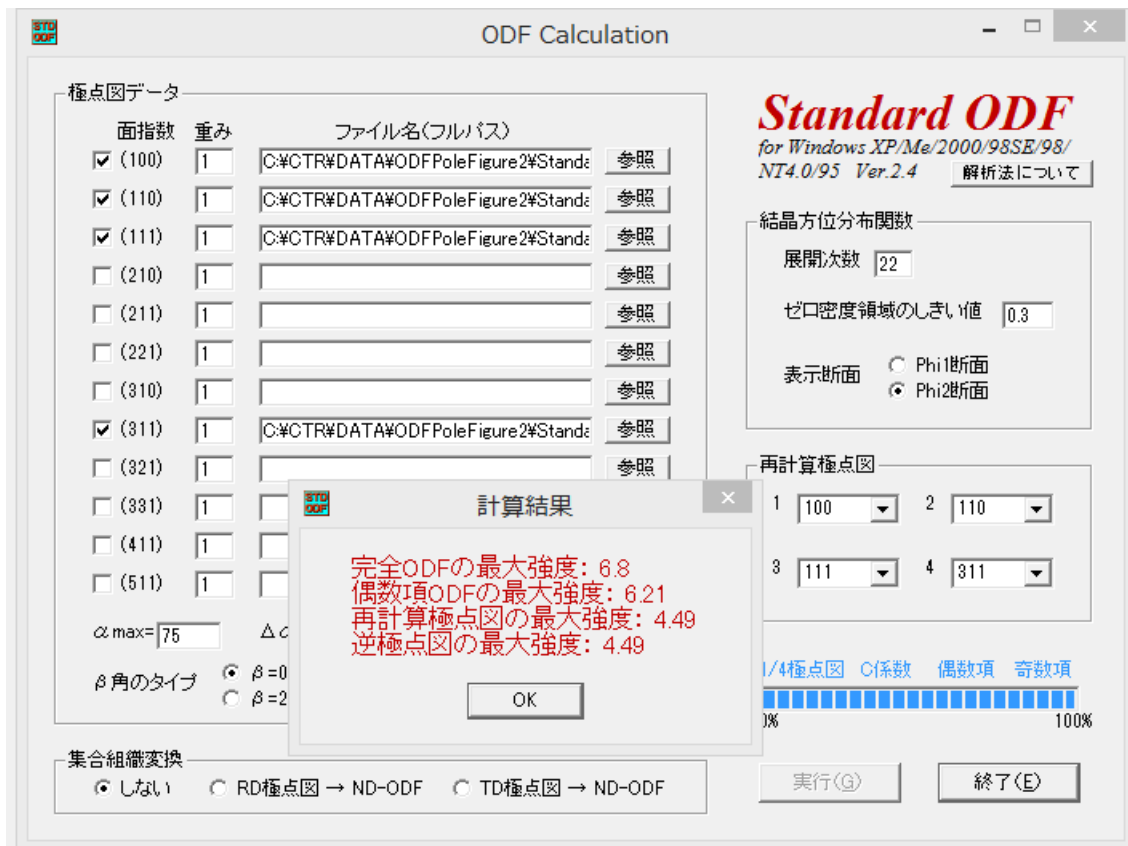


Search Rp% (1,1,1) 3.88% -> 3.62% (2,0,0) 5.13% -> 4.73% (2,2,0) 4.07% -> 4.03% (3,1,1) 0.0% -> 0.0% Filemake success!!

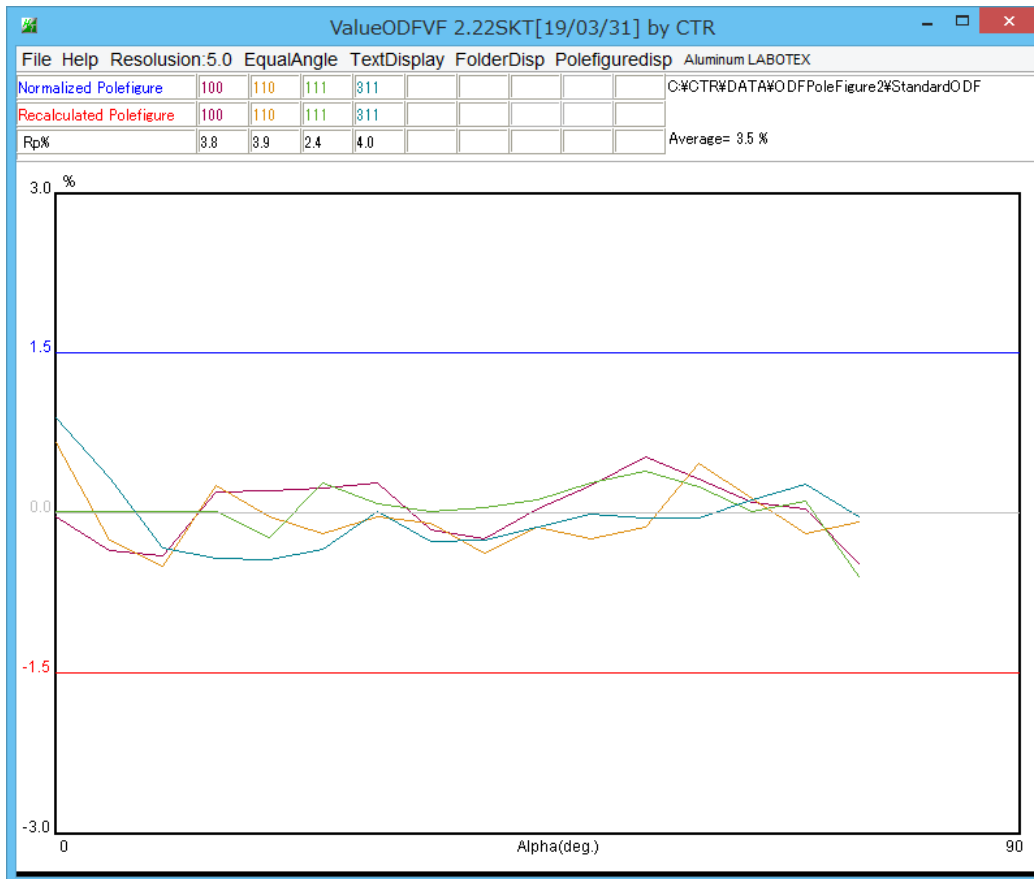
に改善された極点図



改善されたRp%データを用いたODF解析

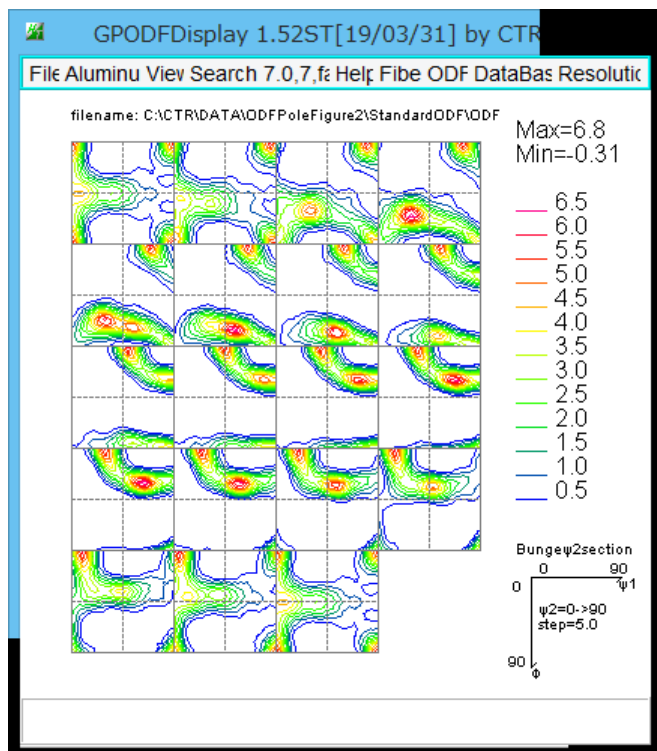
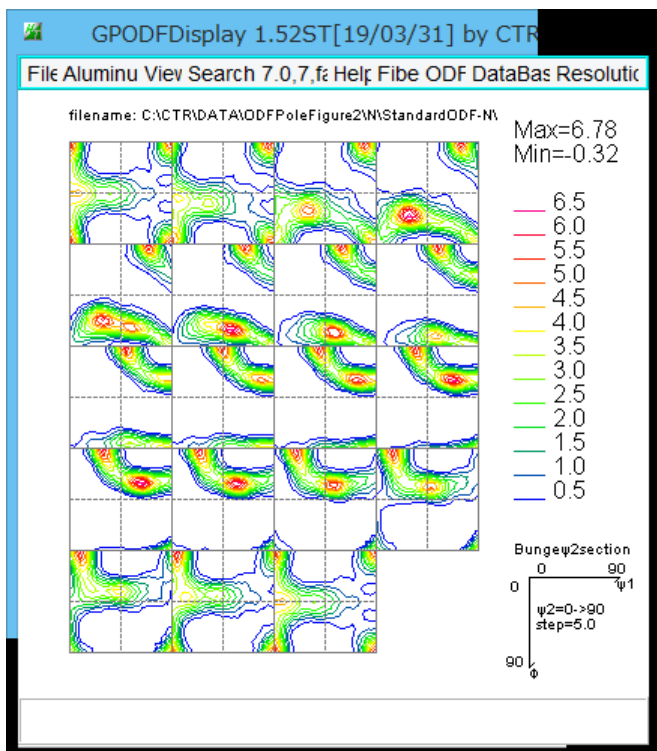


ValueODFVF でRp%の確認



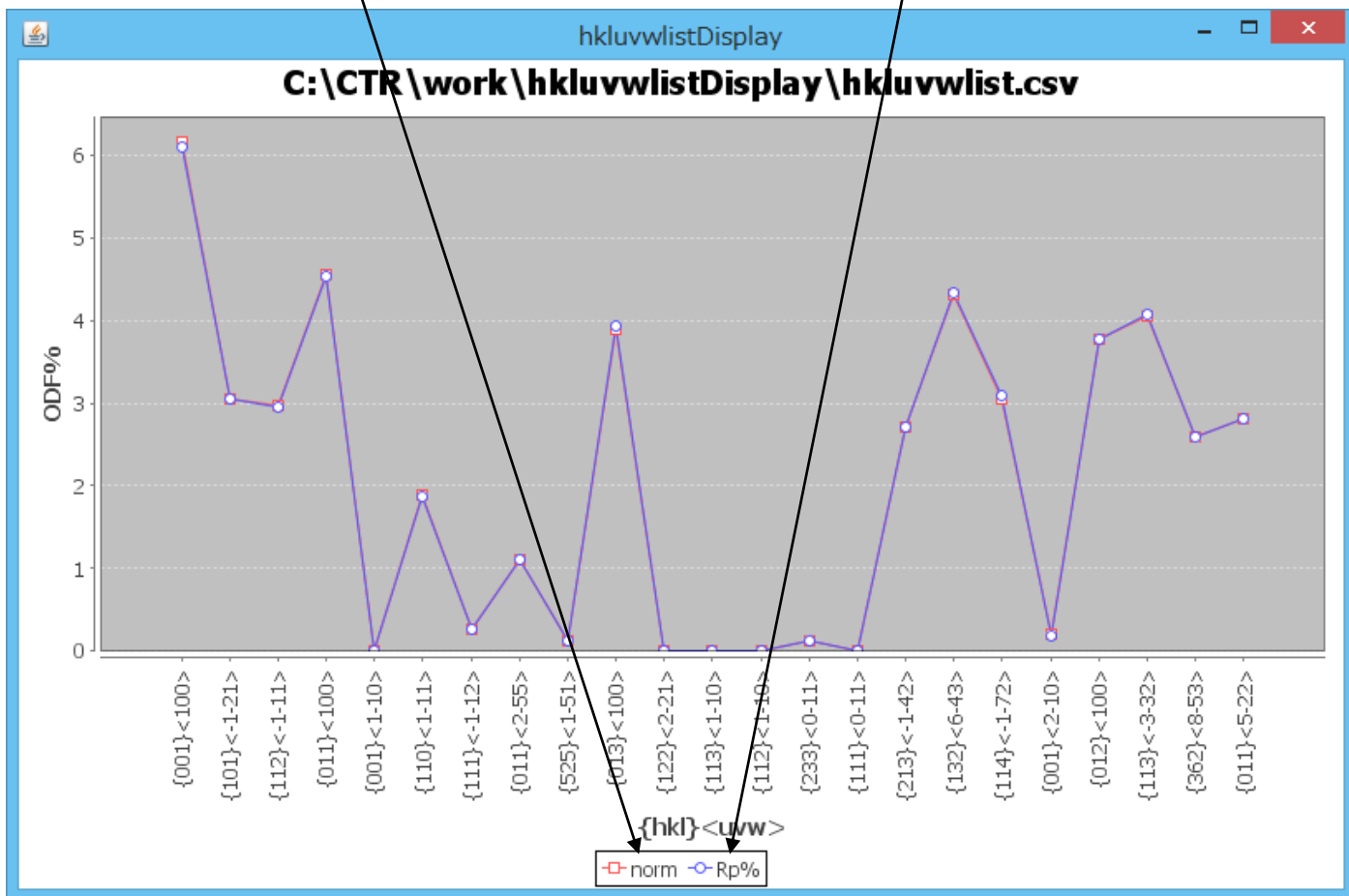
平均値が3.6%が3.5%に改善された。

ODF 図比較



右図が ODFPoleFigure2 による Rp%改善処理

結晶方位密度比較



ほとんど変わりません。

計算による d e f o c u s 補正でも良い結果が得られます。