

T i t a n i u mをS m a r t L a bで測定し

C T RソフトウェアとL a b o T e xで解析

2016年04月23日

HelperTex Office

1. 概要
2. SmartLab、受光スリット10mmのrandomデータ
3. SmartLabによる配向があるTitaniumの測定データ（シミュレーション）
4. randomデータからdefocus補正用ファイルを作成
5. 配向試料の解析
6. ODF向けファイルの作成
7. LaboTexでデータ読み込み
8. ODF解析結果
9. Error (Rp%) 計算（入力極点図と再計算極点図を比較）
10. 逆極点図
11. LaboTexの3指数をCTRで4指数表示
12. 結晶方位の定量
13. Titaniumのrandom試料が用意できない時の対策
14. マトメ

1. 概要

六方晶のTitaniumをSmartLabで測定し、LaboTexでVolumeFraction計算を行う手順(シュミレーション)を説明します。

測定はCu管球を用いたリガクSmartLabに $\alpha\beta$ アタッチメントを取り付けて極点測定を行う。受光スリットは10mmとします。結晶粒径が大きい場合、 γ 揺動を行う。

光学系補正はTitaniumのrandom試料を用いて行います。

しかし、入手出来ない場合、CTRパッケージの内臓defocusで補正を行う。

バックグラウンド除去、defocus補正を行い、LaboTexで解析を行います。

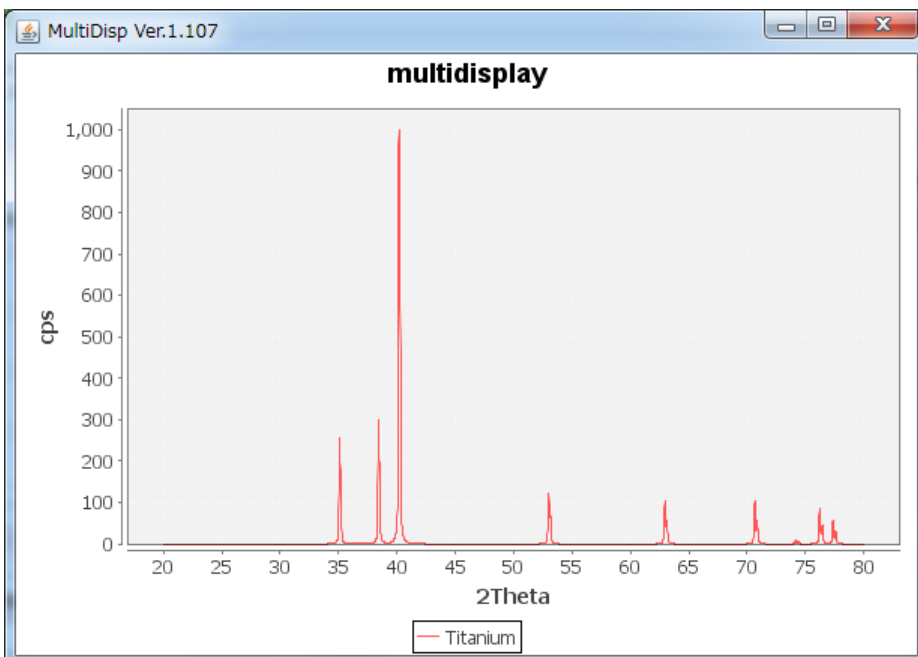
LaboTexのODFは3指数表示(Miller Notation)であるが、CTRソフトウェアで4指数(Miller-Bravais Notation X-axis [10-10])を行います。

又、LaboTexの逆極点図は、Plane表示であるが、CTRソフトウェアで4指数のPlane \leftrightarrow Direction切り替えを行います。

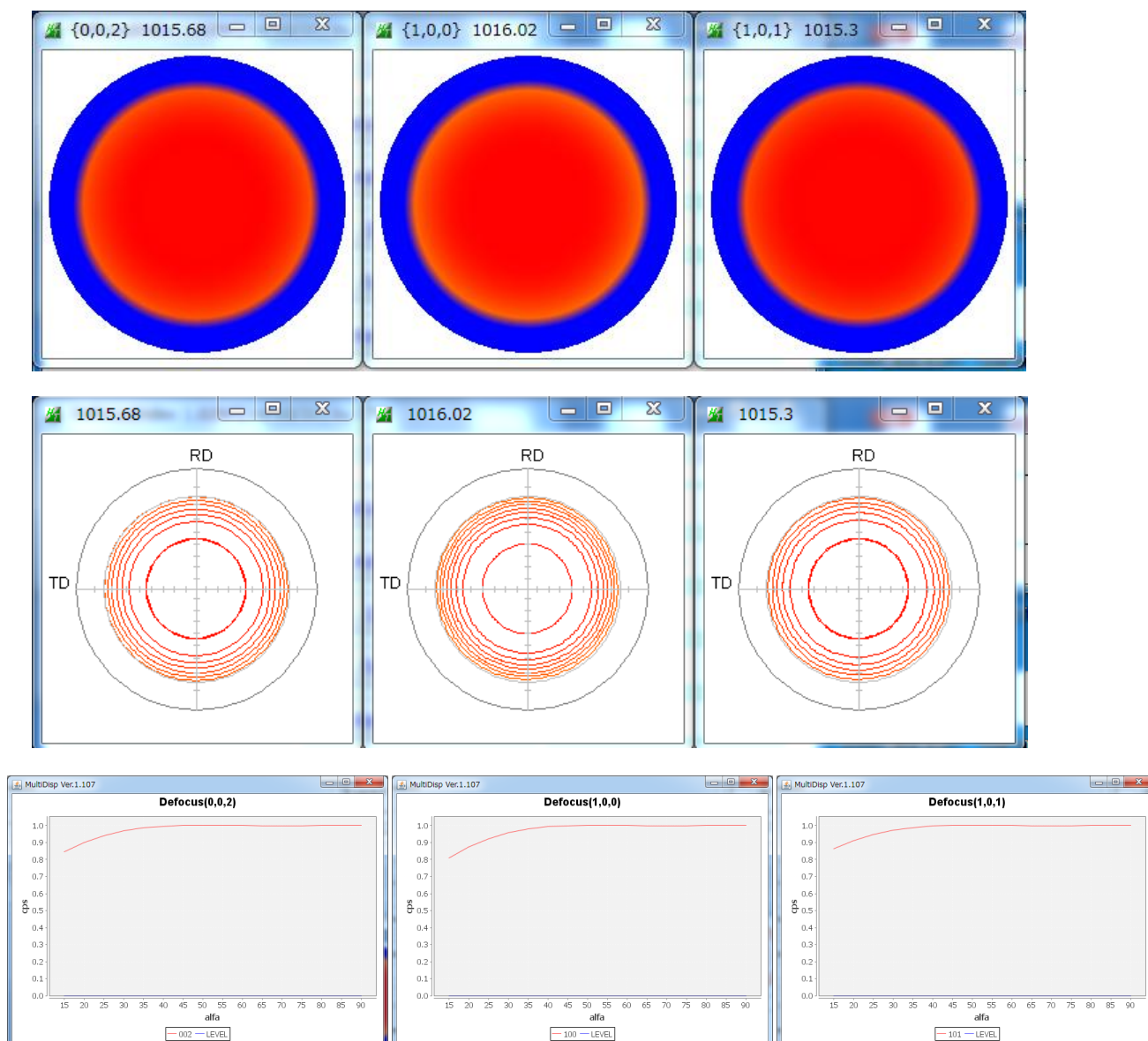
極点測定は、低角度側の反射3面を測定します。

```
TitaniumDISP
Hexagonal
2.9505 (1.0)
2.9505 (1.0)
4.6826 (1.5871)
90.0
90.0
120.0
1.54056
9
```

1	0	0	25.0	2.5552	35.09
0	0	2	30.0	2.3413	38.416
1	0	1	100.0	2.243	40.17
1	0	2	13.0	1.7262	53.003
1	1	0	11.0	1.4753	62.951
1	0	3	11.0	1.332	70.66
2	0	0	1.0	1.2776	74.157
1	1	2	9.0	1.2481	76.215
2	0	1	6.0	1.2326	77.357

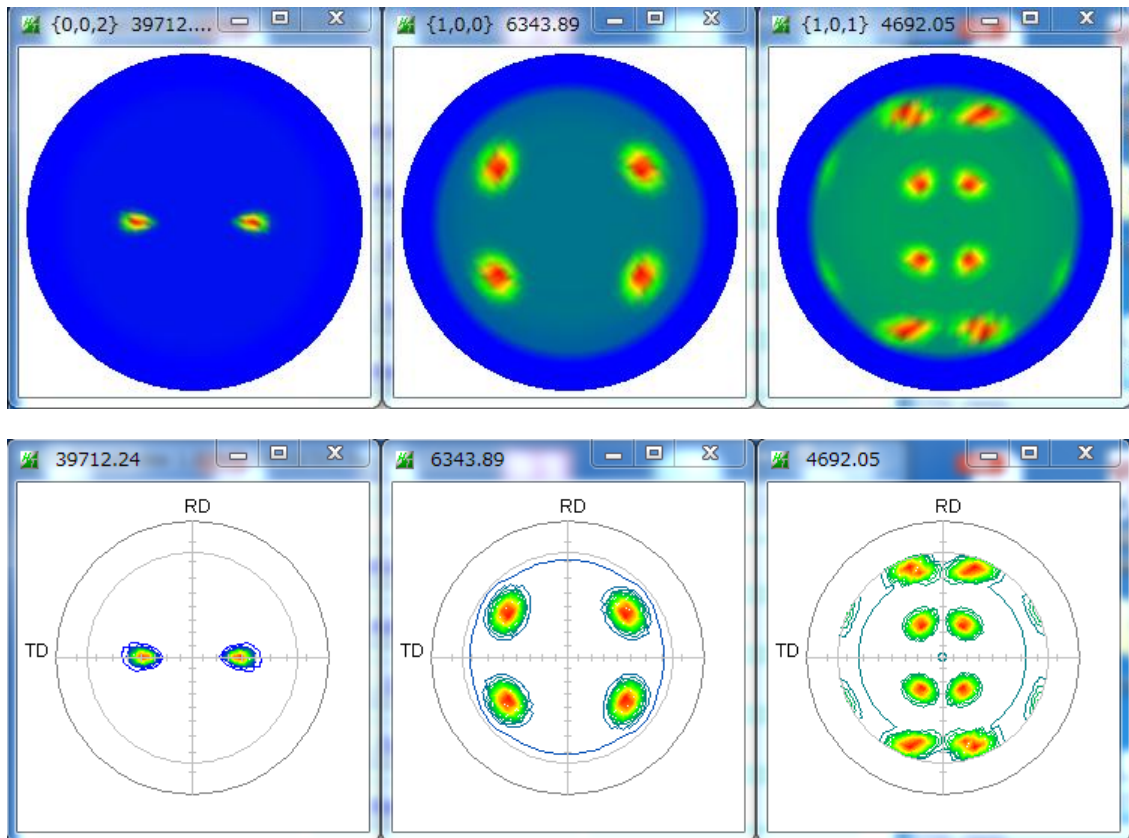


2. SmartLab、受光スリット10mmのrandomデータ
CTRパッケージのDefocusCalcソフトウェアで計算

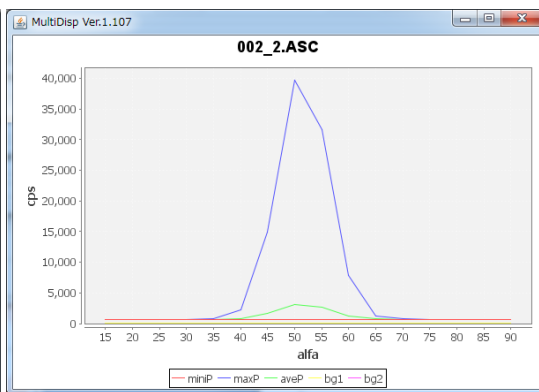
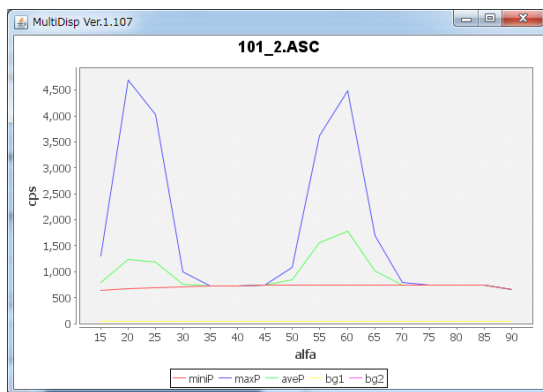
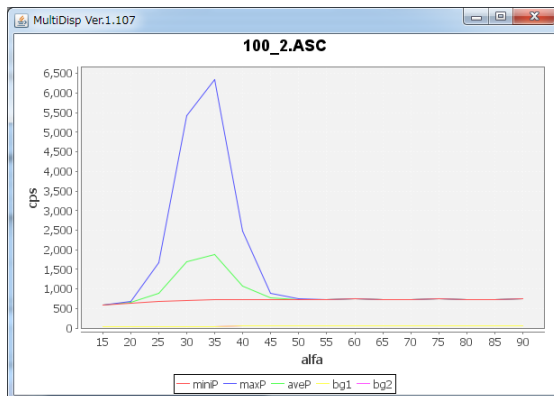


SmartLabはゴニオ半径が300mmと従来のゴニオ半径より大きく
更に、広い受光スリットも利用でき、defocusが改善されています。

3. SmartLabによる配向があるTitaniumの測定データ (シミュレーション)

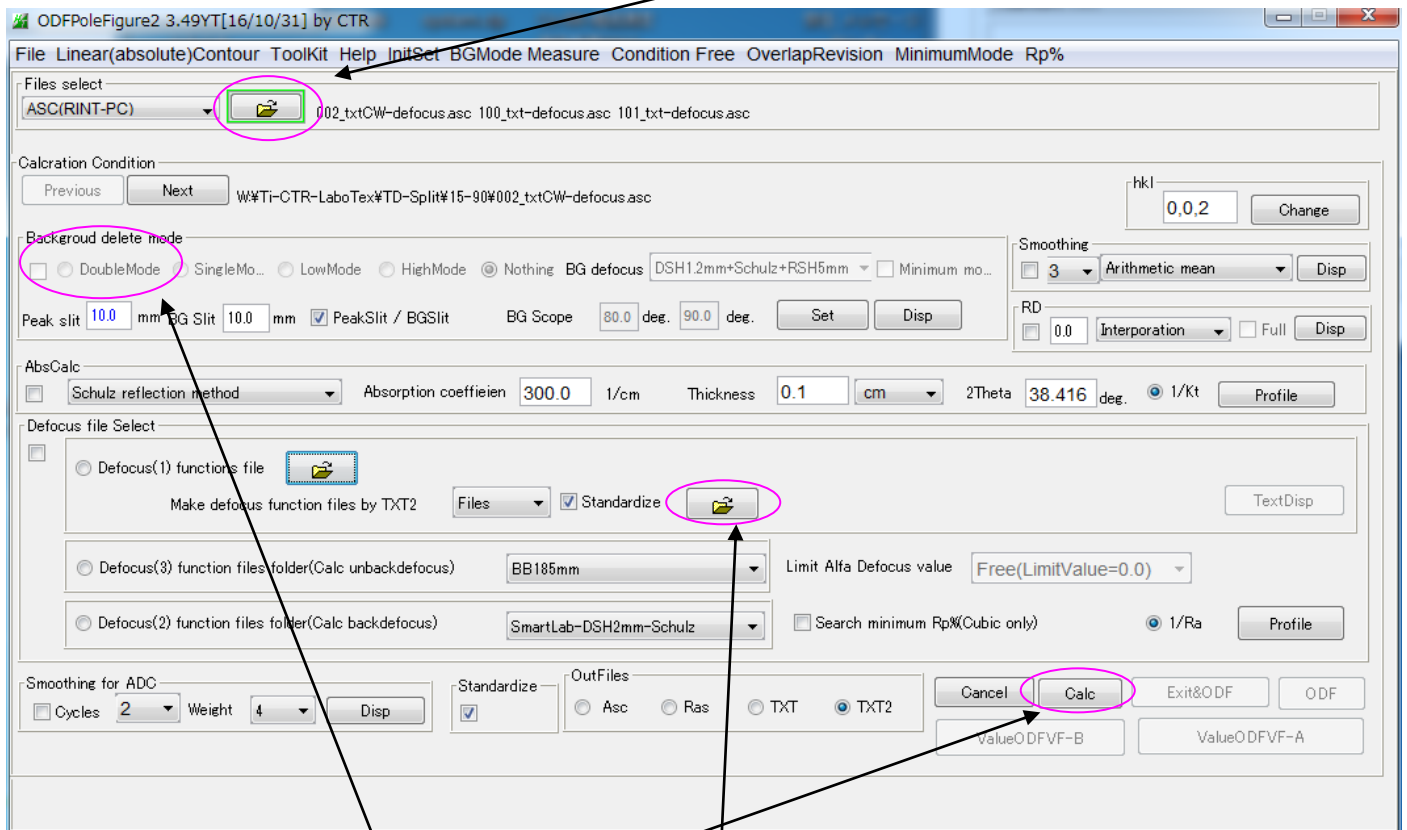


β 方向の最大、平均、最小、バックグラウンドを α 方向にプロットすると、

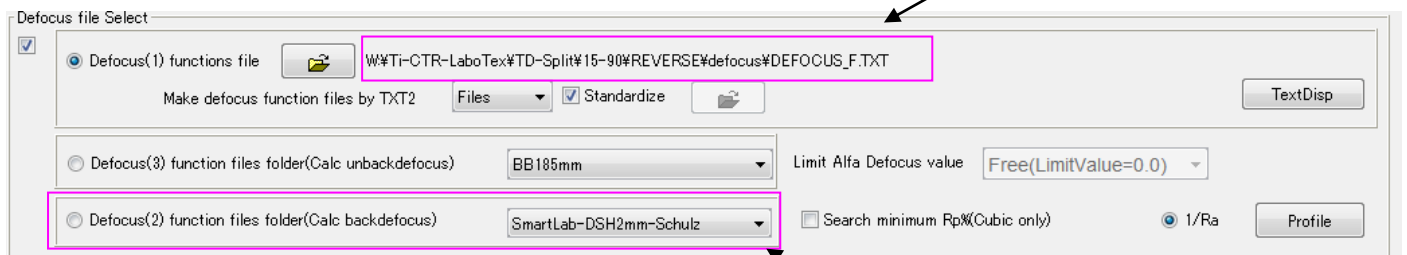


以上の r a n d o m データと配向データから結晶方位の定量を行います。

4. r a n d o mデータから d e f o c u s 補正用ファイルを作成
ODFPoleFigure2 ソフトウェアで random 試料測定データを選択



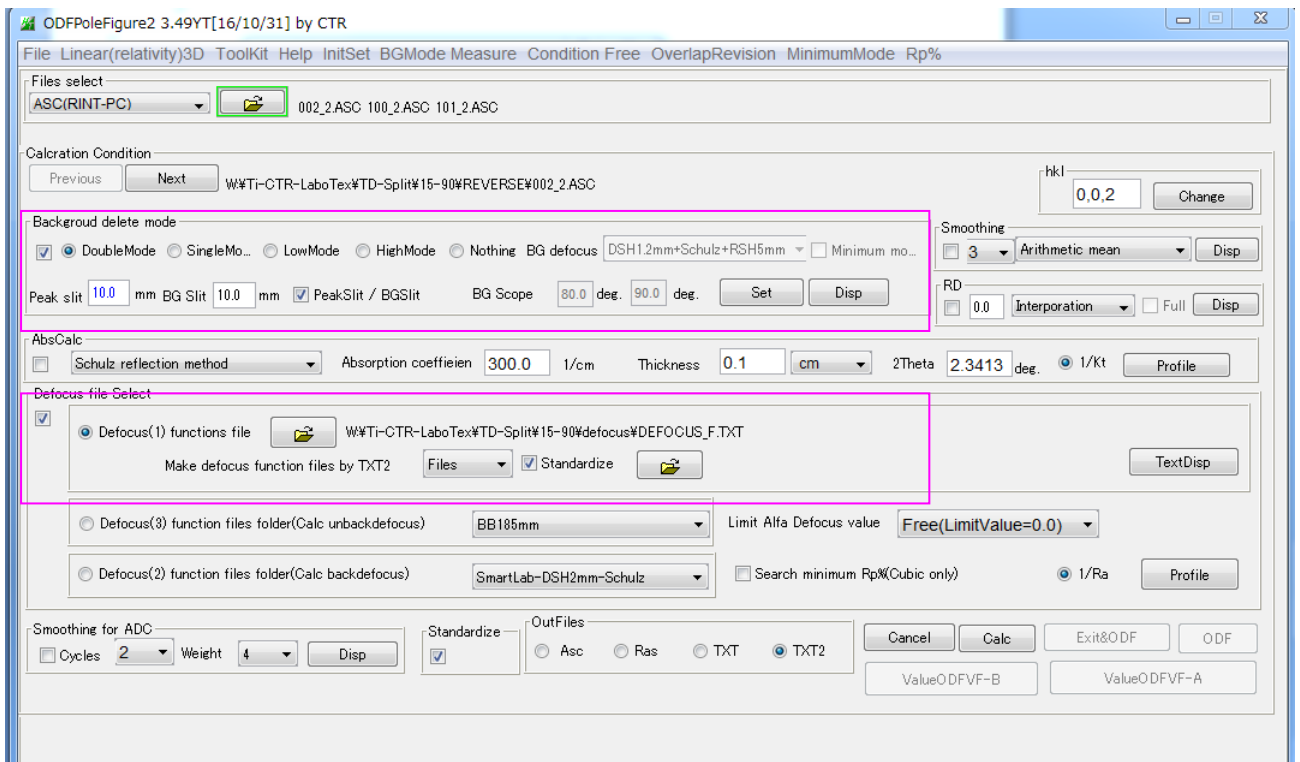
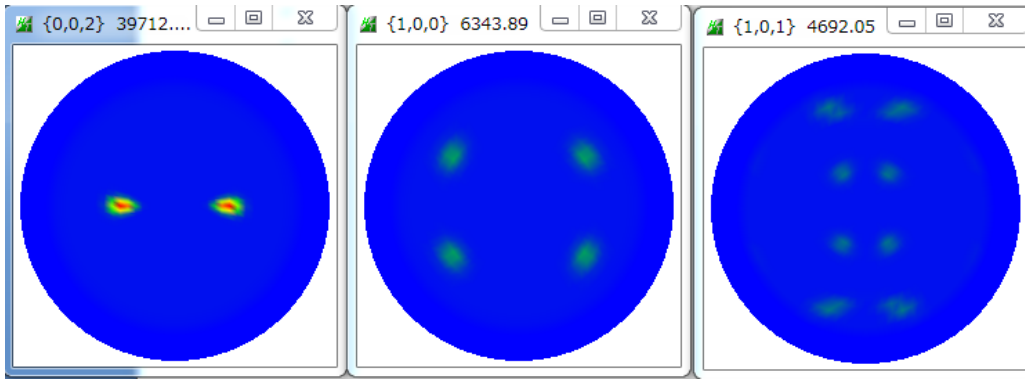
バックグラウンドを除去指定して 計算を行う。(本データには、バックグラウンド登録なし)
計算後、バックグラウンドを削除したデータを選択すると、DEFOCUS ファイルが作成される。



以降、同一スリットを用いた測定データの d e f o c u s 補正に defocus ファイルとして使用可能
若し、r a n d o m試料が入手できない場合、内臓 d e f o c u s を指定します。

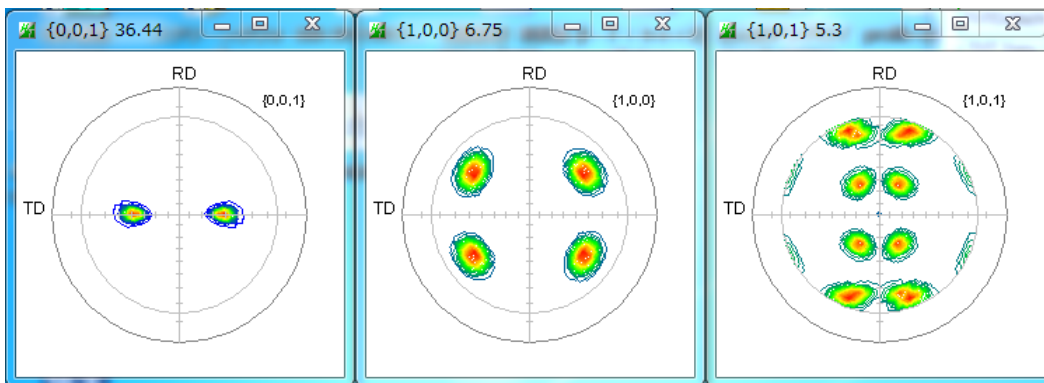
5. 配向試料の解析

ファイルを選択



バックグラウンド削除と defocus 補正を指定して計算を行う。

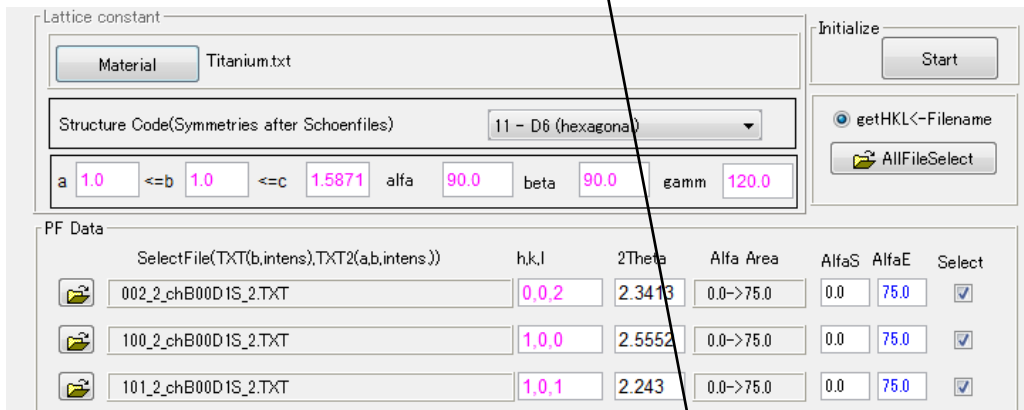
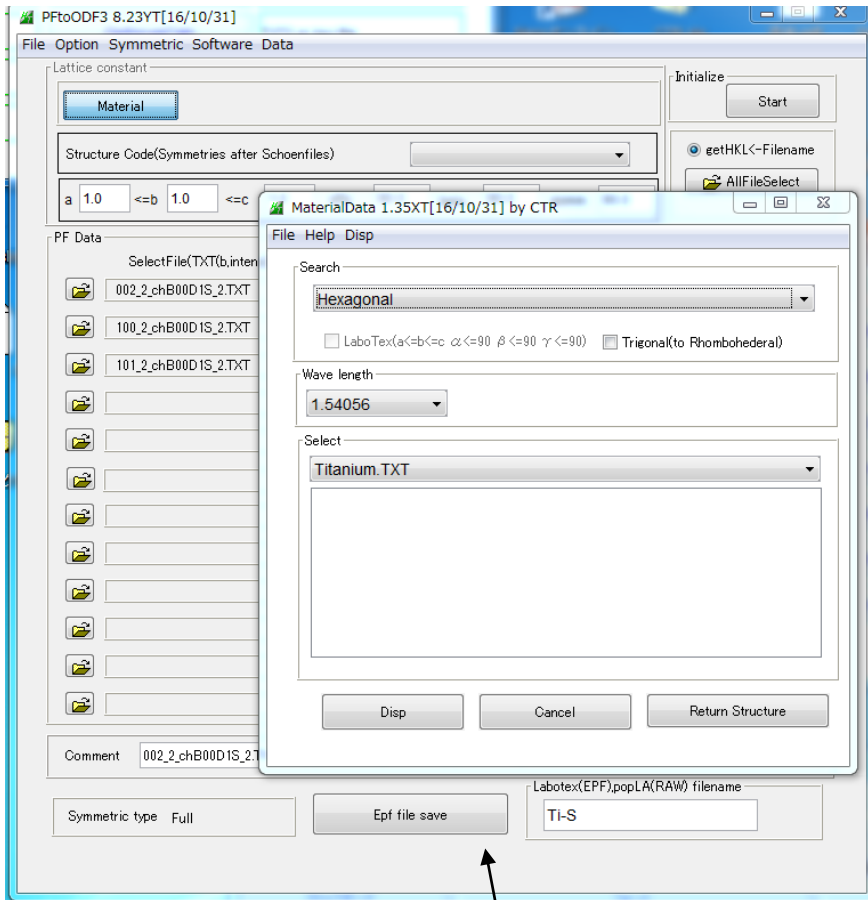
計算結果



6. ODF向けファイルの作成



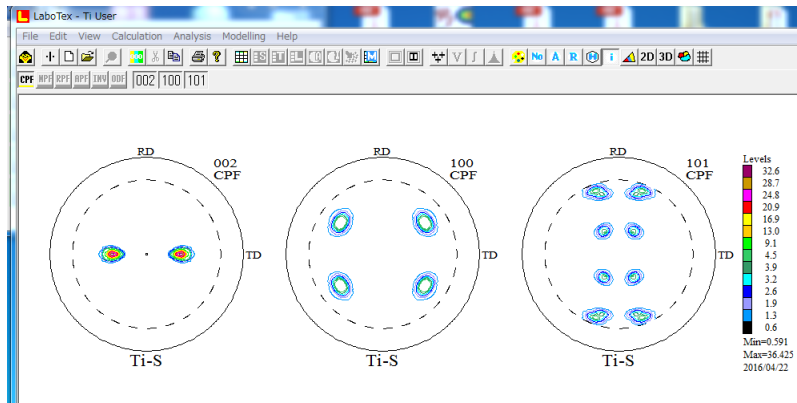
Titaniumの格子定数を取得



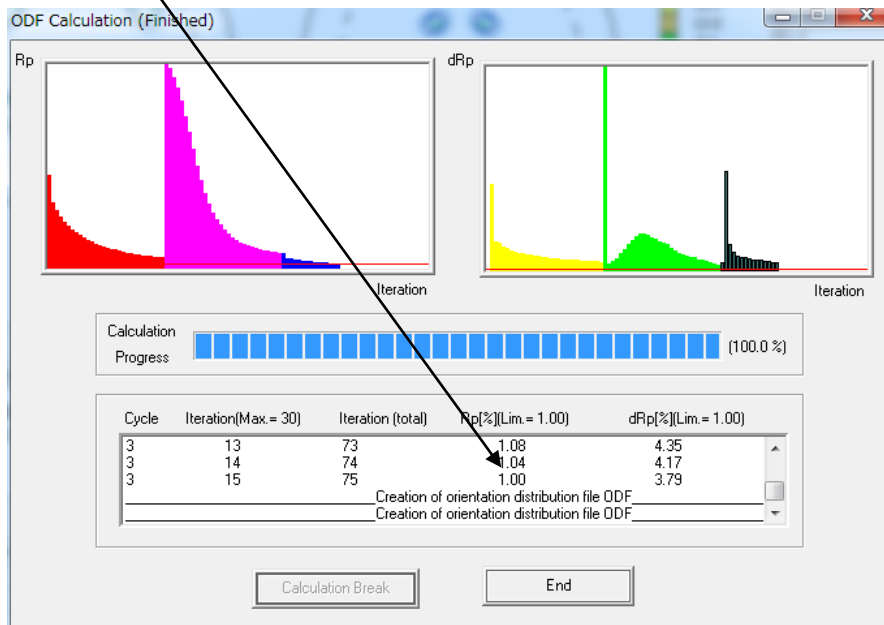
ファイル名を指定して、E P F F i l e s a v e

作成されたファイルをL a b o T e xに入力

7. LaboTexでデータ読み込み



ODF解析結果のRp%



Rp%は、ODF入力極点図 (PF_{exp}) と再計算極点図 (PF_{calc}) を比較

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

where :

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

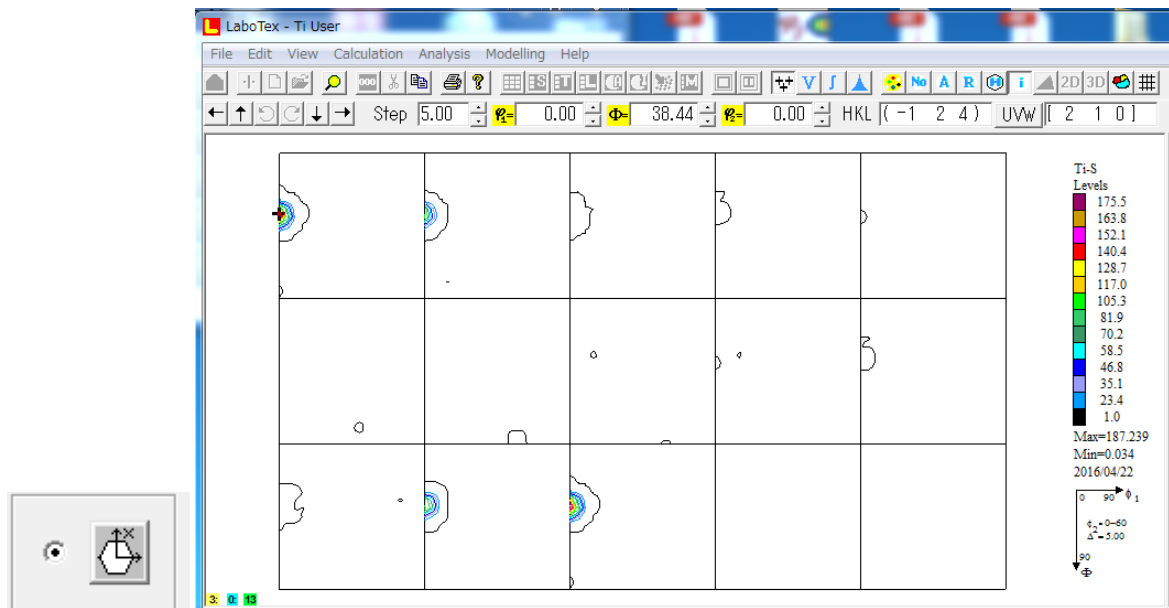
$\{PF_{exp}\}_i$ - intensity of experimental (corrected and normalized) pole figure in point i,

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

N - number of measured points on pole figure.

$$RP = \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M RP_{\{hkl\}_j}$$

8. ODF解析結果

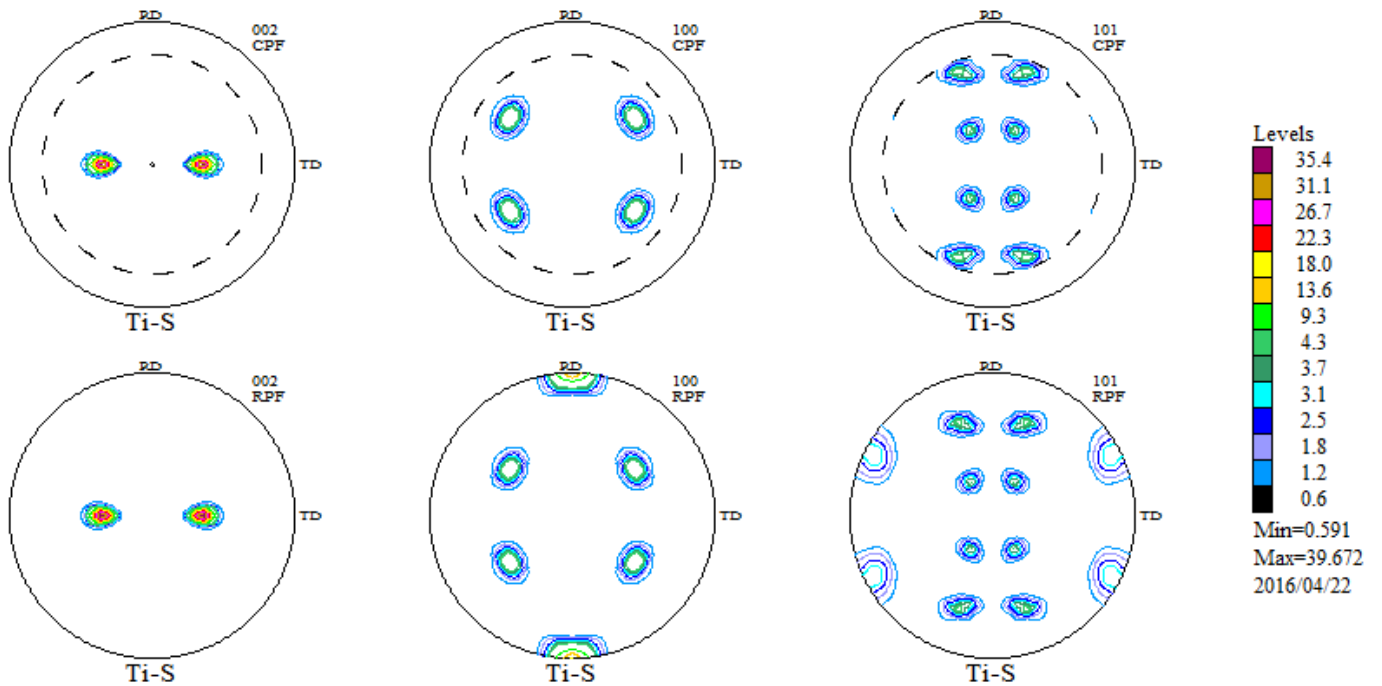


X軸を[210]としています。

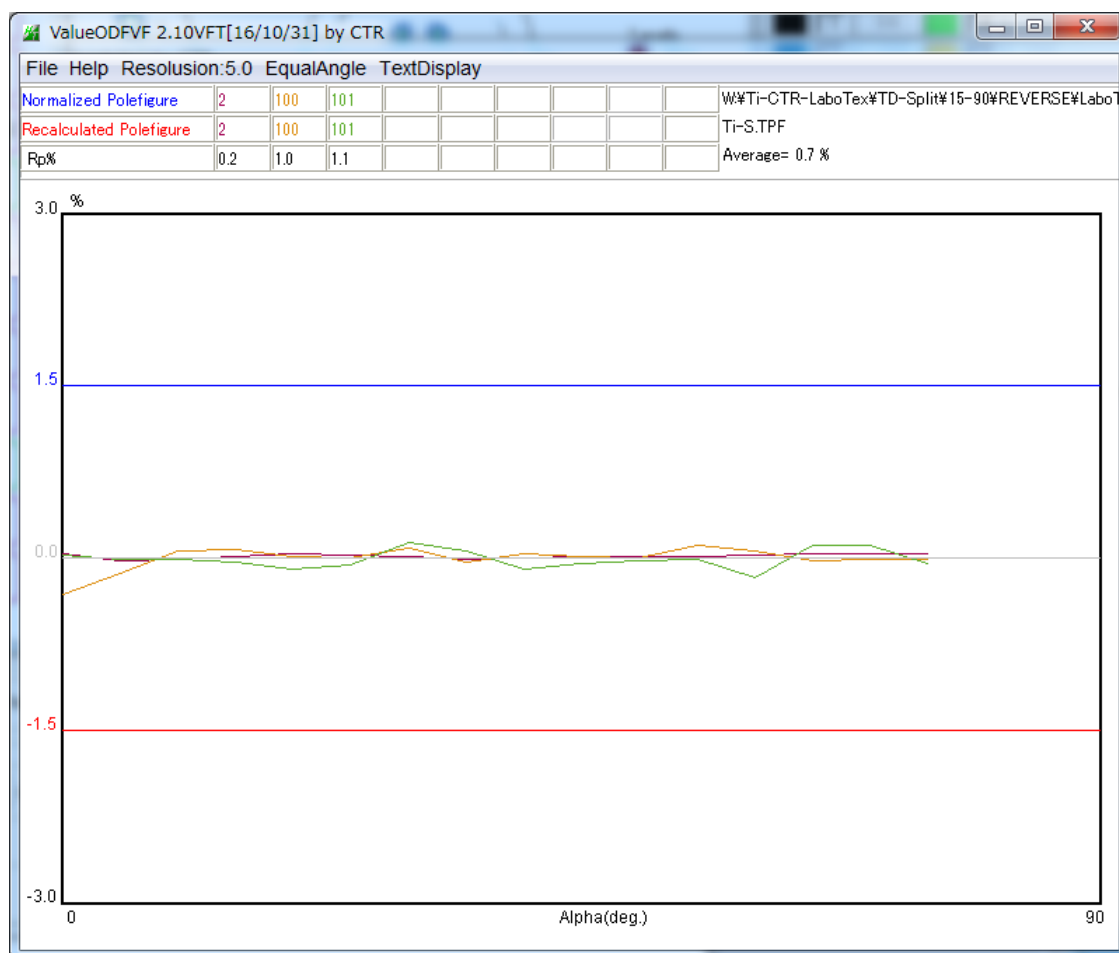


を指定するとX軸は[100]に変えられます。

9. Error (Rp%) 計算 (入力極点図と再計算極点図を比較)

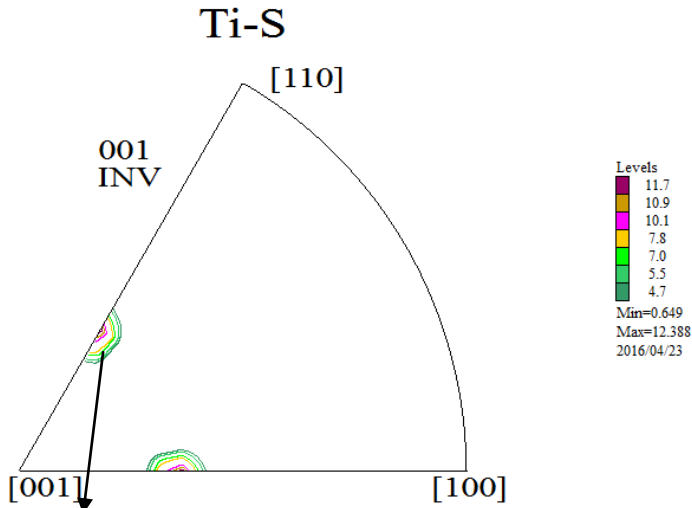


α 方向のプロファイルで比較すると



defocus 補正量が少ないと、右側（極点図の外周方向）がマイナスになります。

10. 逆極点図



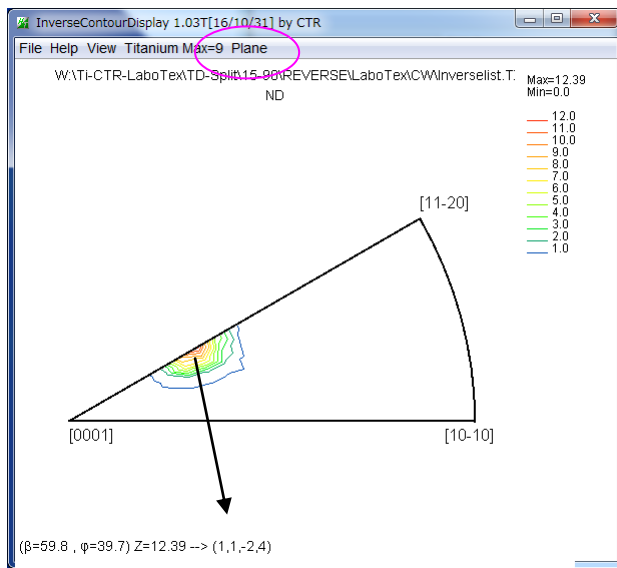
LaboTexでは、逆極点は4指数のPlaneで表示しています。(最大指数15)

逆極点の角度 (β , ϕ) から整数化した指数の最大指数で、指数が異なります。

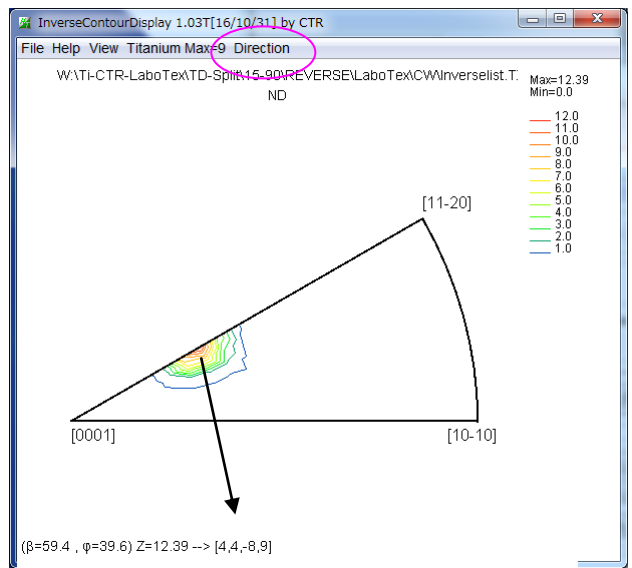
しかし、マウス位置で角度を読み込むのは、マウス精度から難しい

CTRソフトウェアでNDを表示

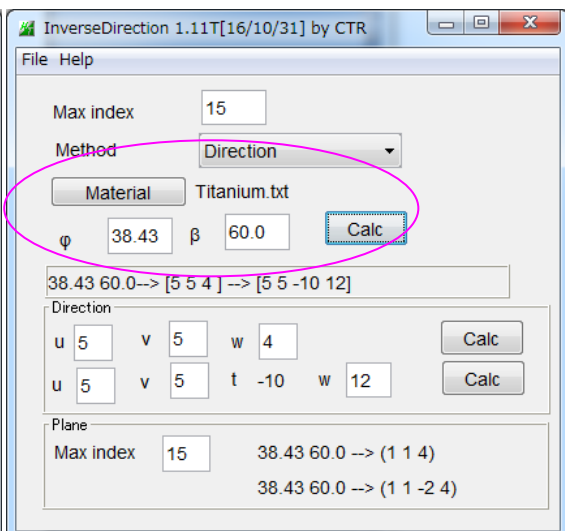
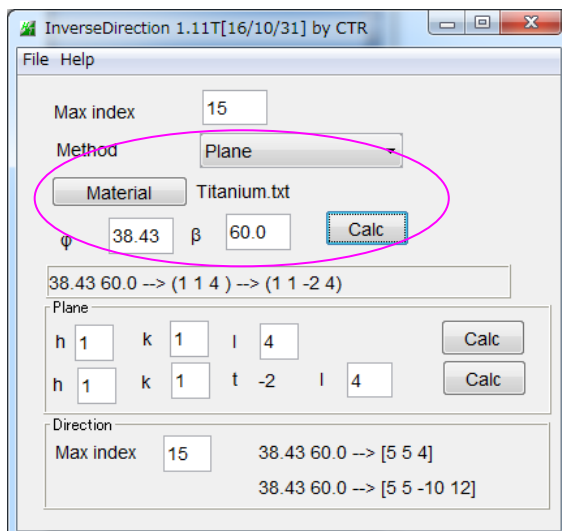
Plane



Direction

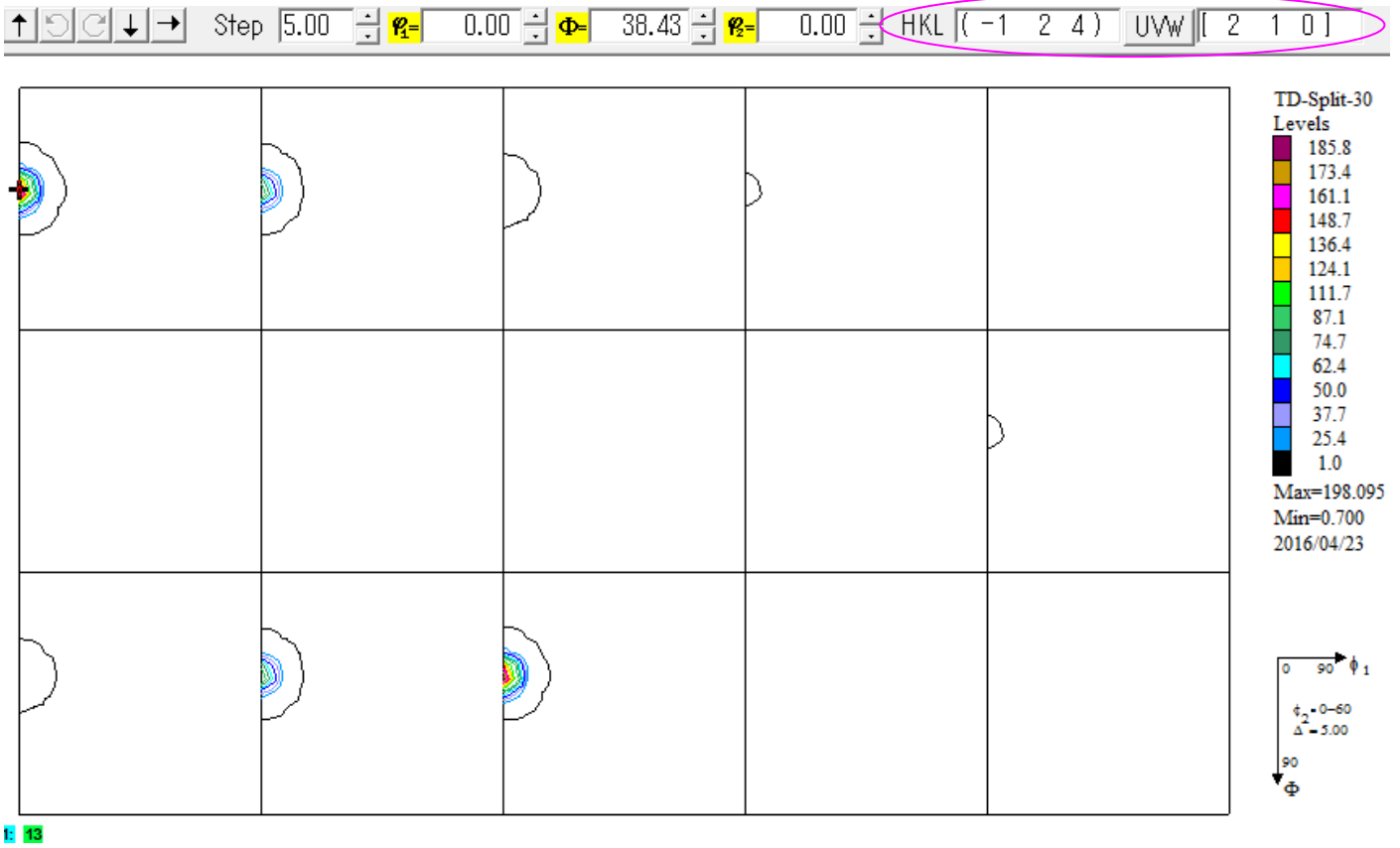


逆極点 (β , ϕ) \rightarrow 指数変換 (Plane, Direction)

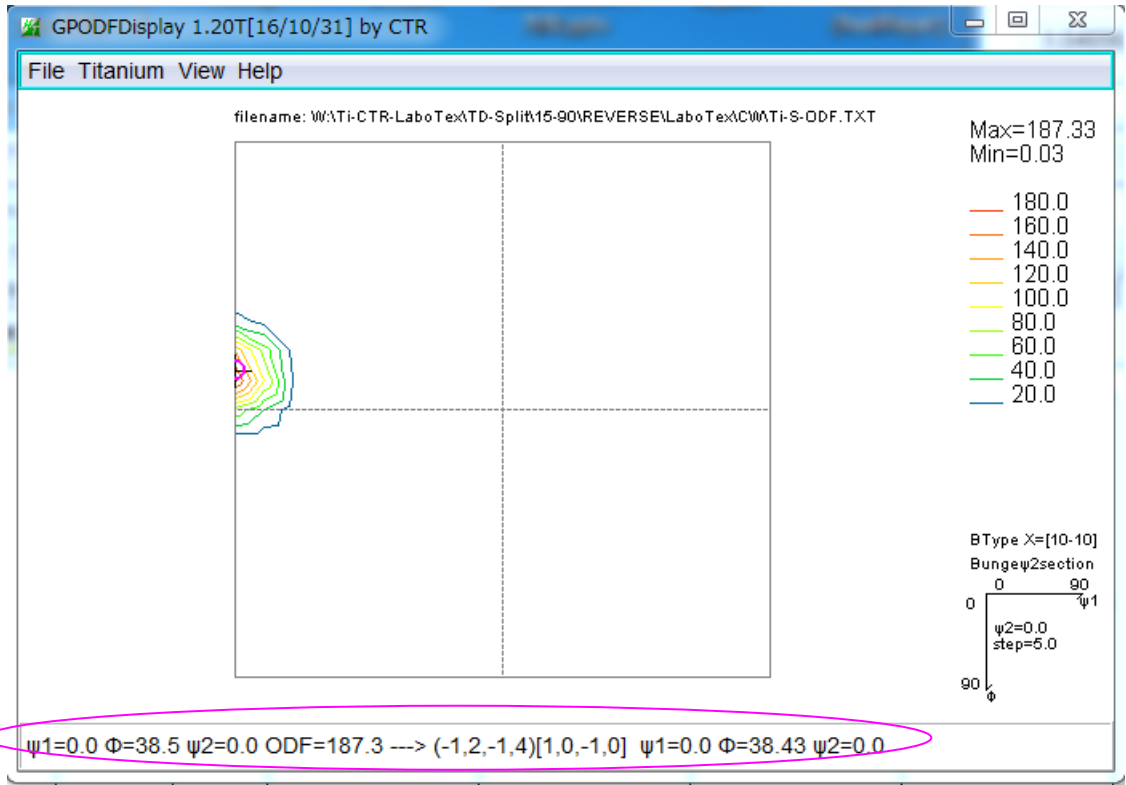


11. LaboTexの3指数をCTRで4指数表示

LaboTex



CTRソフトウェア (X軸は、[10-10]に固定)



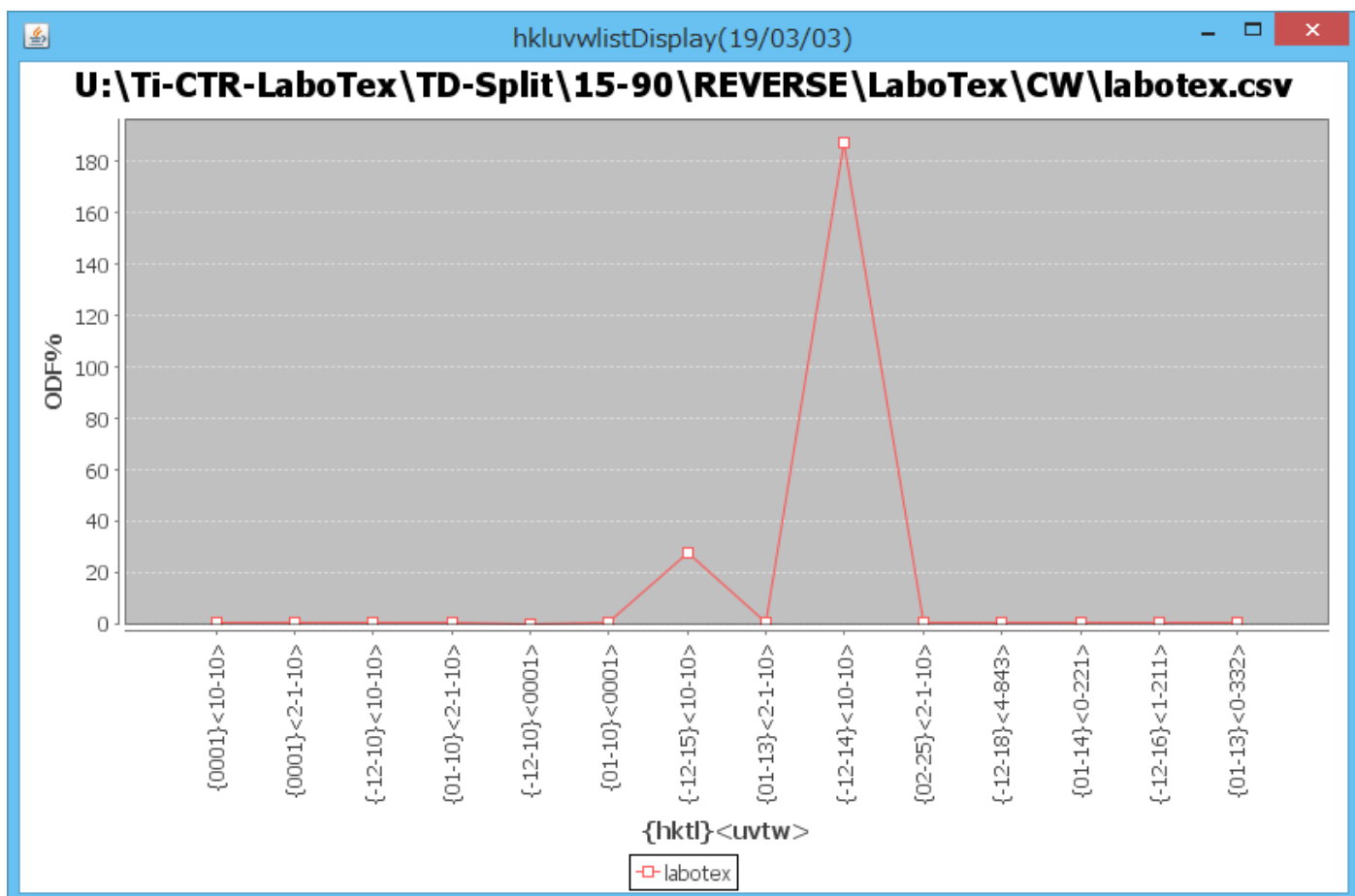
マウスクリックした角度 (+) から整数化した結晶方位と再計算した Euler 角度 (○) を表示しています。

方位解析

The screenshot shows the GPODFDisplay 1.57ST interface. A menu is open over the main plot area, listing options like 'to ODF±1step', 'ODF member list', 'ODF family list', etc. A secondary menu is open over the '{hkl}<uvw>Input mode' option, showing 'Input table', 'Input list', and 'List disp'. To the right, a text window displays a list of hkl values and their corresponding ODF percentages.

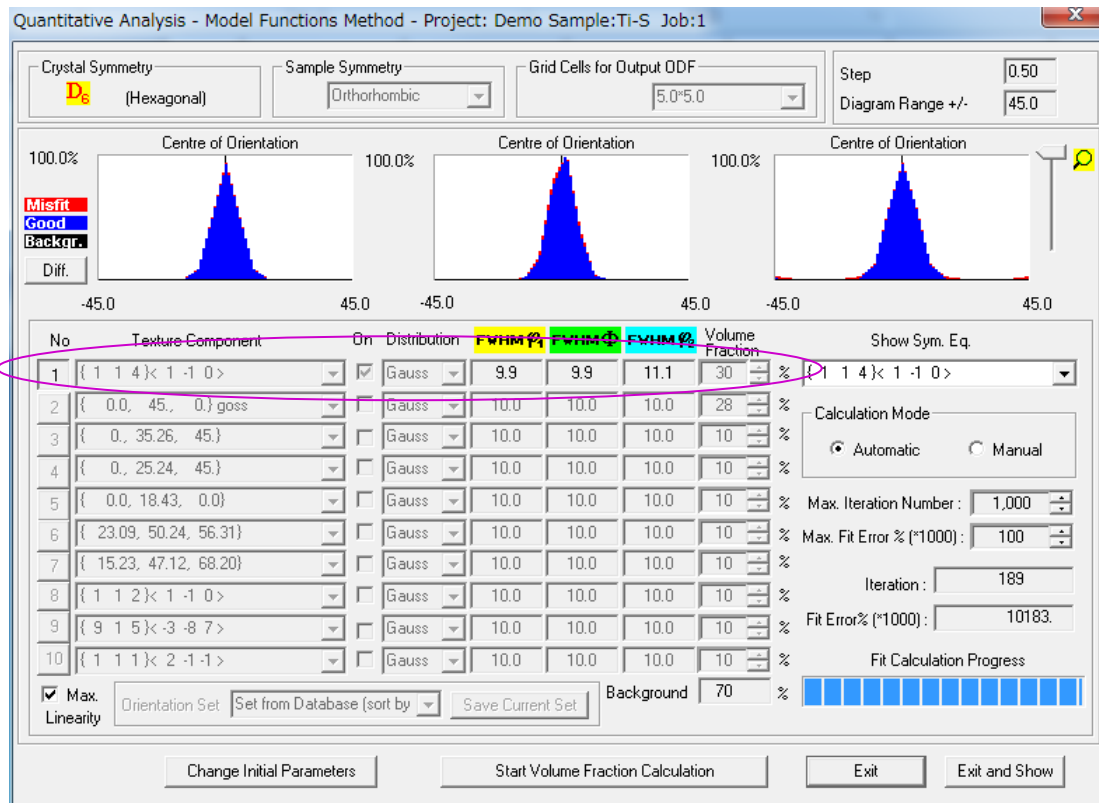
hkl	uvw	labotex
{0001}	<10-10>	0.68
{0001}	<2-1-10>	0.69
{-12-10}	<10-10>	1.0
{01-10}	<2-1-10>	0.62
{-12-10}	<0001>	0.38
{01-10}	<0001>	0.61
{-12-15}	<10-10>	27.98
{01-13}	<2-1-10>	0.87
{-12-14}	<10-10>	187.33
{02-25}	<2-1-10>	0.7
{-12-18}	<4-843>	0.67
{01-14}	<0-221>	0.69
{-12-16}	<1-211>	0.59
{01-13}	<0-332>	0.75

ListDisp で hkluvwlistDisplay でプロフィール表示

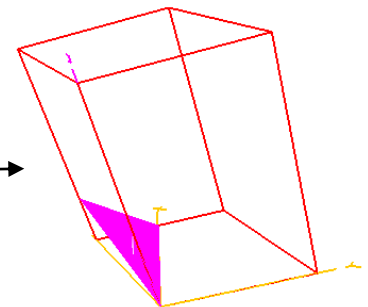
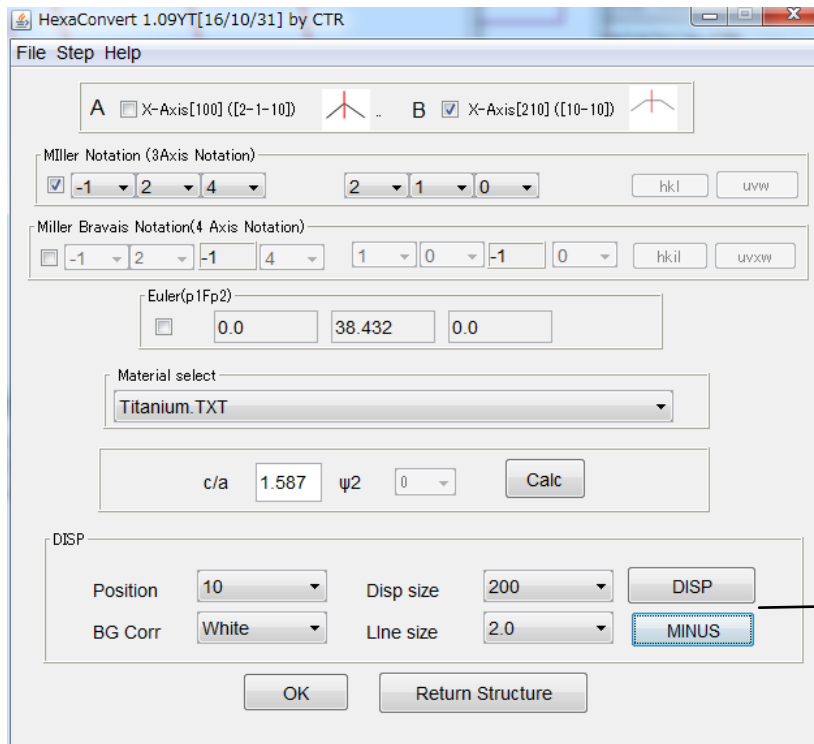


1 2. 結晶方位の定量

{ 1 1 4 } < 1 - 1 0 > の VolumeFraction は 30 % である。



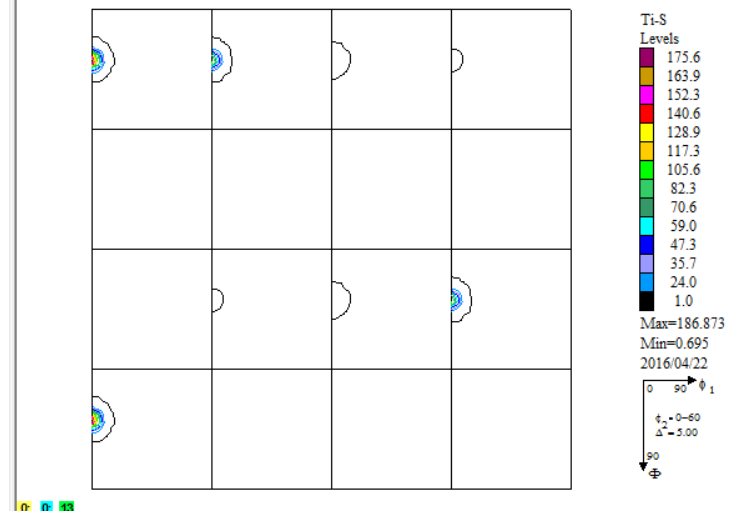
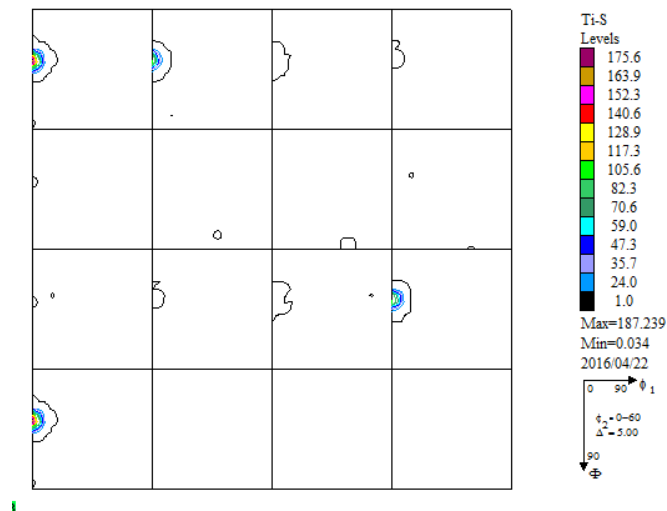
3 指数 ← → 4 指数



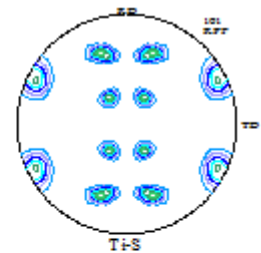
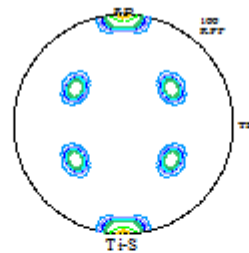
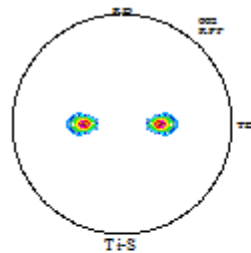
VolumeFraction の Error

左 ODF : 入力極点図から計算した ODF 図

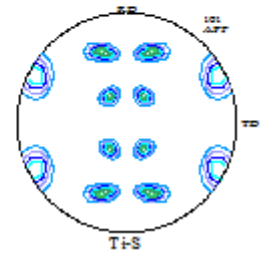
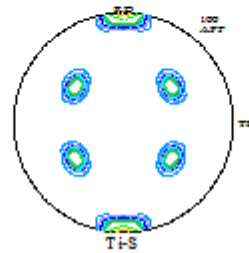
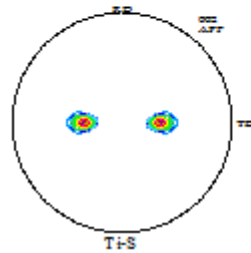
右 ODF:VolumeFraction から計算した ODF 図



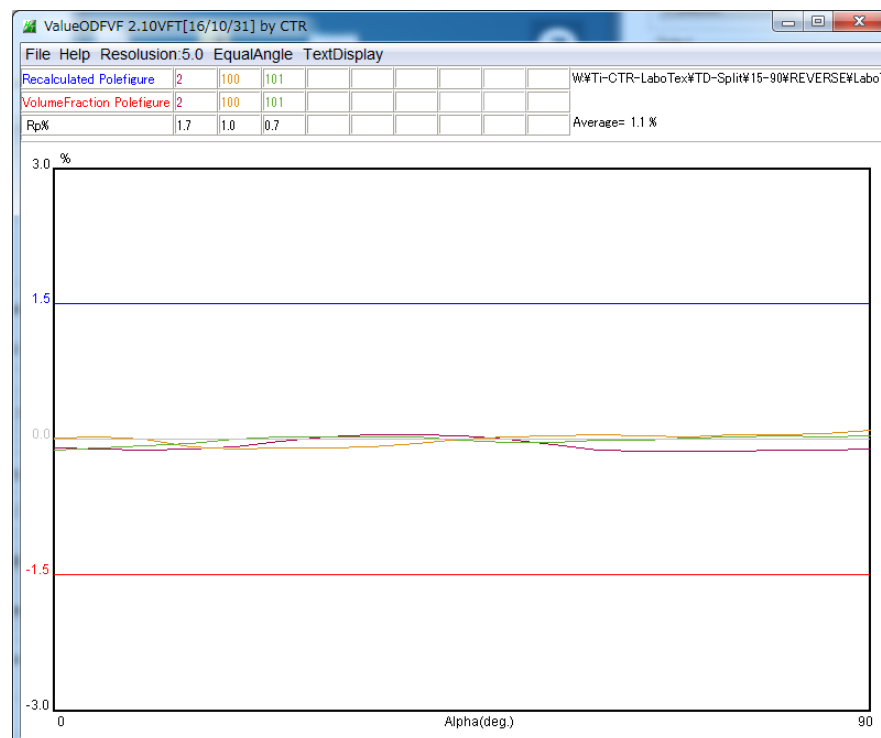
再計算極点図



VolumeFraction から計算



再計算極点図と VolumeFraction 結果の再計算極点図を比較



注意
本資料では、結晶方位は1つで、それ以外は randomなので、精度の高いRp%になっています

13. Titaniumのrandom試料が用意できない時の対策

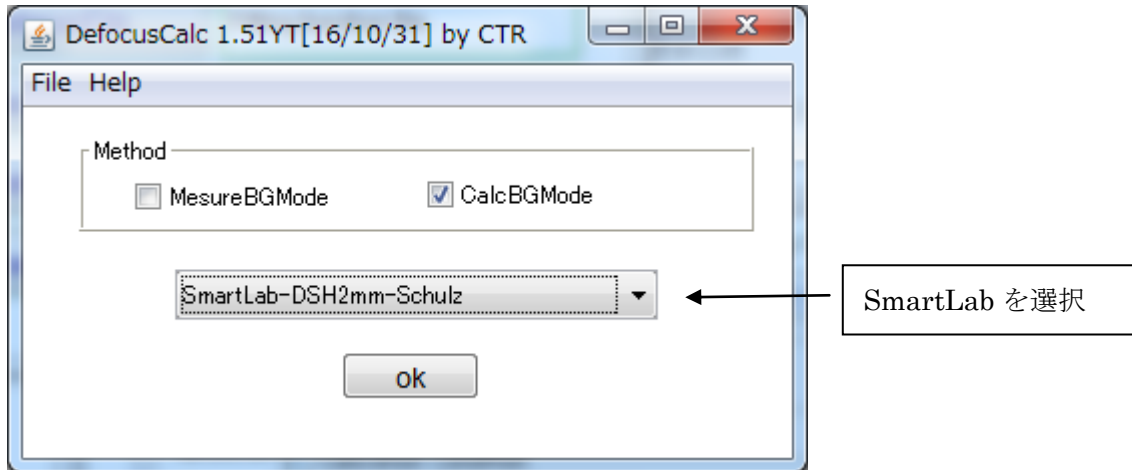
Defocus曲線は、材料に関係なく、光学系と測定 2θ 角度で決まります。

Tenckhoffの計算式を利用し、random極点図を作成

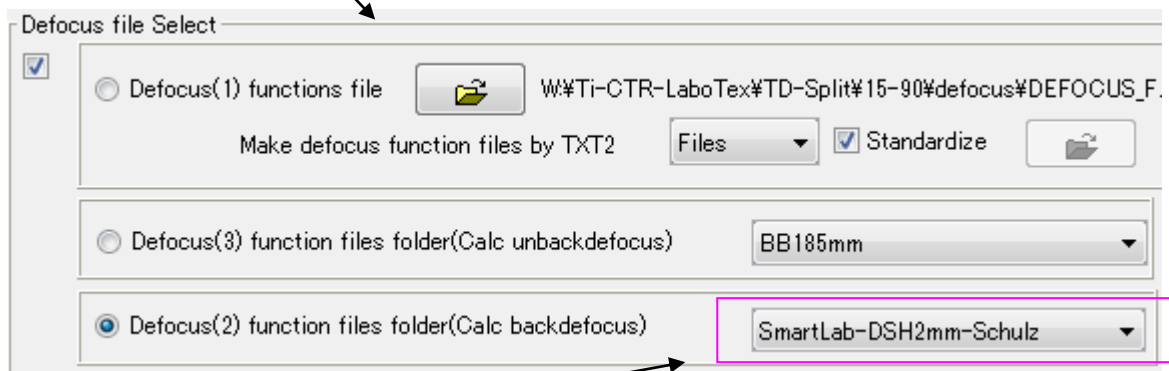
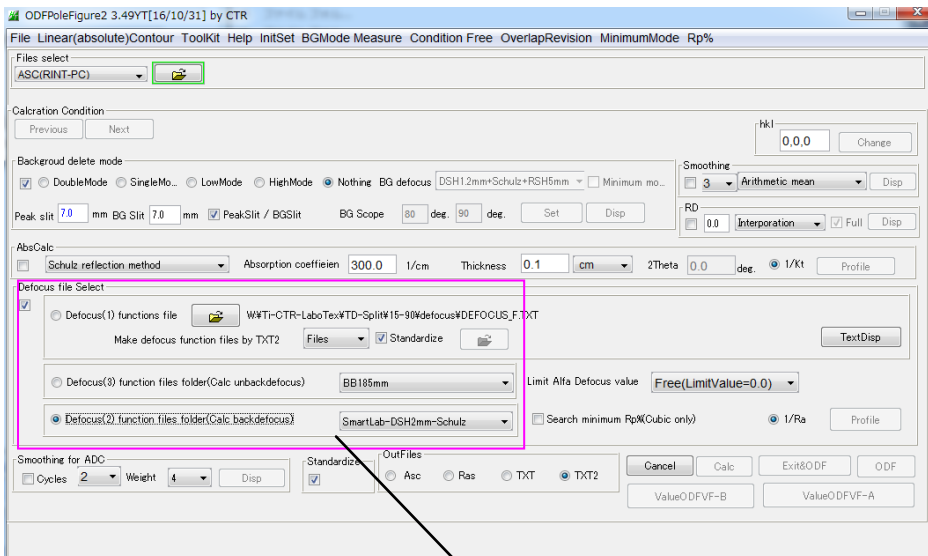
ODFPoleFigure2ソフトウェアによる測定 2θ と受光スリットによる直接計算の2方法がある。

Tenckhoffの計算式を利用し、random極点図を作成

ODFPoleFigure2->ToolKit->DefocusCalc



ODFPoleFigure2ソフトウェアによる測定 2θ と受光スリットによる直接計算



14. マトメ

CTRパッケージソフトウェアは、XRDから、ODF解析を行う場合、測定データの同時処理、組み込み defocus 計算、Error 評価、など補助ソフトウェアとして利用されています。

Error 評価では、利用できるのは、入力極点図と再計算極点図の比較と VolumeFraction (VF%) では、入力極点図から計算した ODF の再計算極点図と VF% から計算した ODF の再計算極点図の比較です。

別資料、Cubic ですが、「精密な極点測定とデータ処理」を参考にして下さい。