

r a n d o m試料の得にくいT i t a n i u mの極点データ処理

2022年12月18日

HelperTex Office

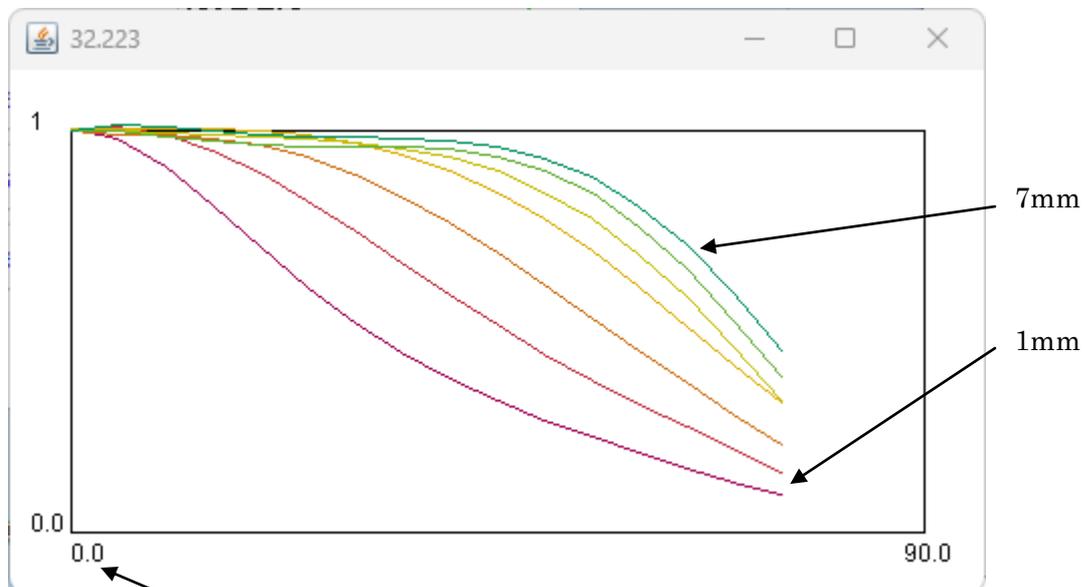
概要

XRDによる極点測定では、試料を傾けては測定が行われる。この際、反射ビームが広がり受光スリットから外れ、測定強度が低下する。この現象が *d e f o c u s* と呼ばれている。*d e f o c u s* の補正量は、受光スリット幅、測定 2θ 角度に依存しています。以下に 2θ 角度とスリット幅による *d e f o c u s* 曲線を示す。

ゴニオ半径 = 185 mm の場合

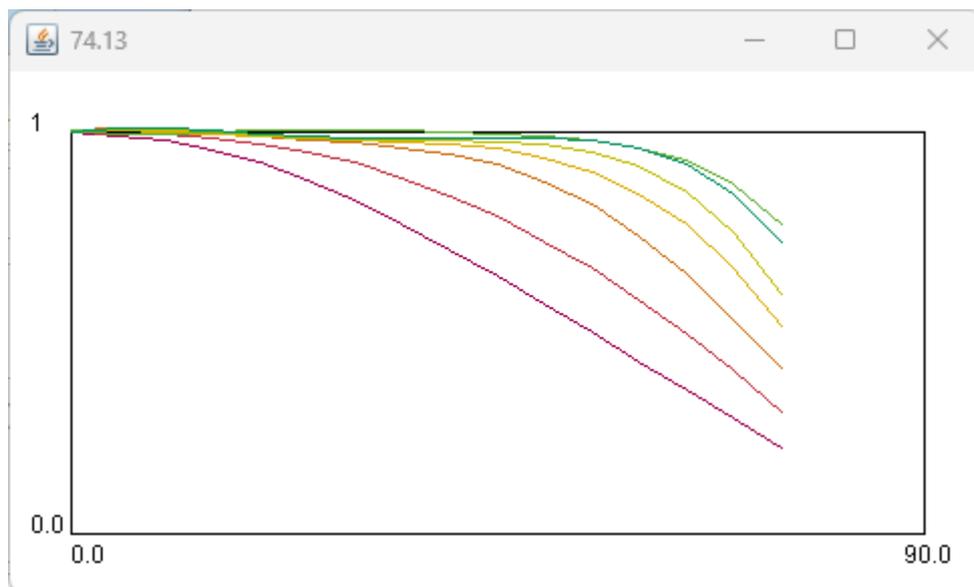
受光スリットは 7, 6, 5, 4, 3, 2, 1 mm

$2\theta = 32.223$ 度



極点図の中心

$2\theta = 74.13$ 度



2θ 角度が大きい、受光スリットが広い と *d e f o c u s* が小さくなります。

このように計算で *d e f o c u s* 補正が行えます。

以下に、

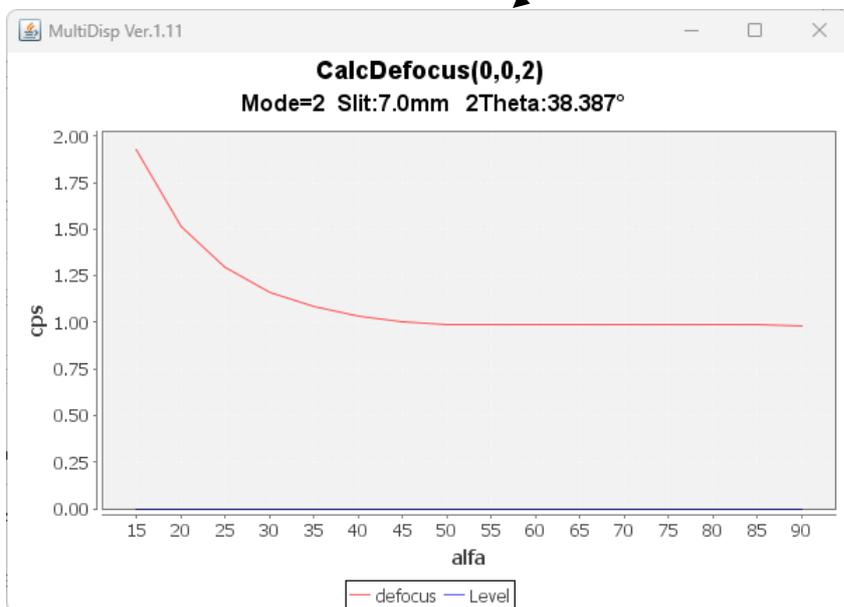
極点処理で計算 *d e f o c u s* 方法

ODF解析後 *d e f o c u s* 補正を行う方法 を説明します。

極点処理で計算 $d e f o c u s$ を行う

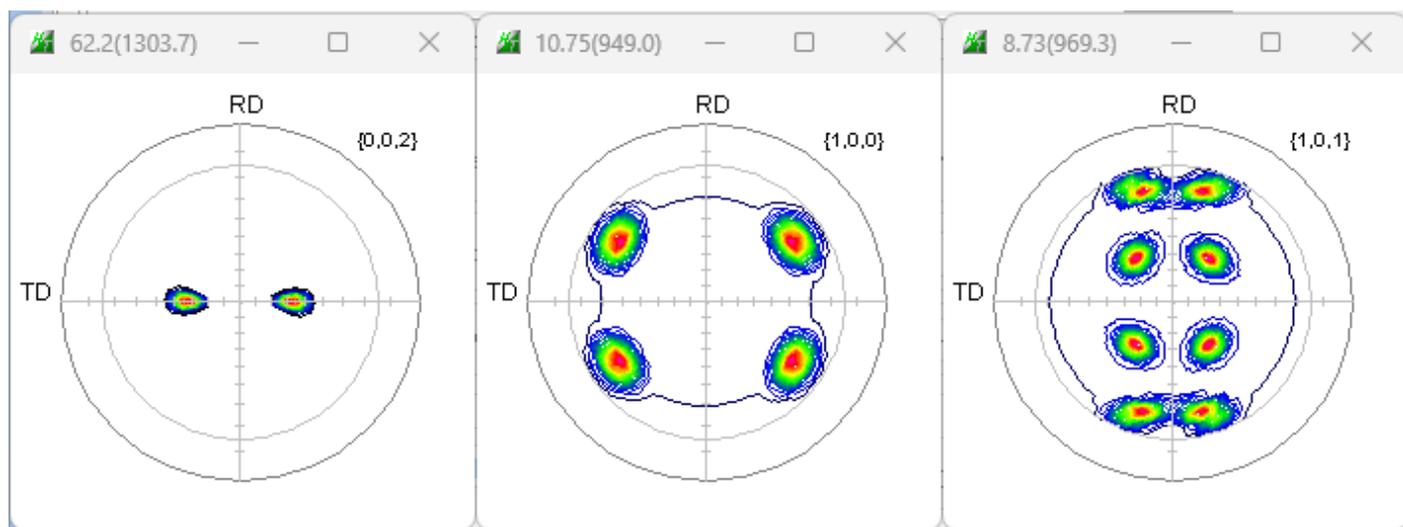
光学系を指定する。

測定データには、測定 2θ 角度、受光スリット幅が登録されていて、補正量が計算されます。

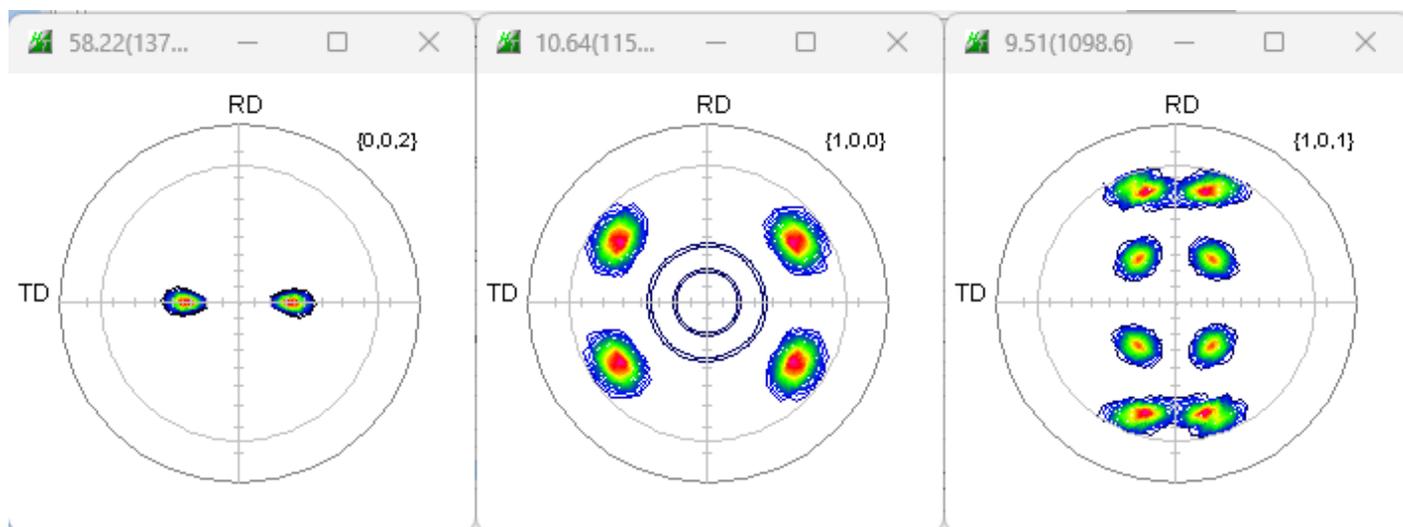


以下に、計算 `d e f o c u s` 補正と補正なしの比較を行います。

補正なし



計算 `d e f o c u s` 補正

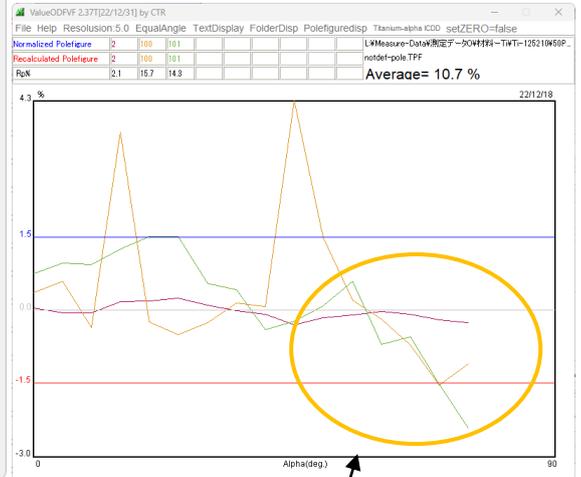
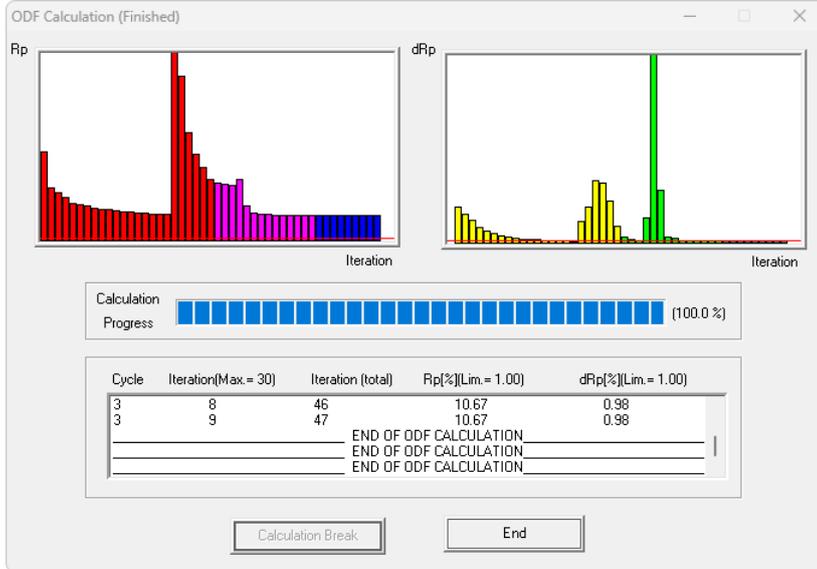


ODF 解析結果比較

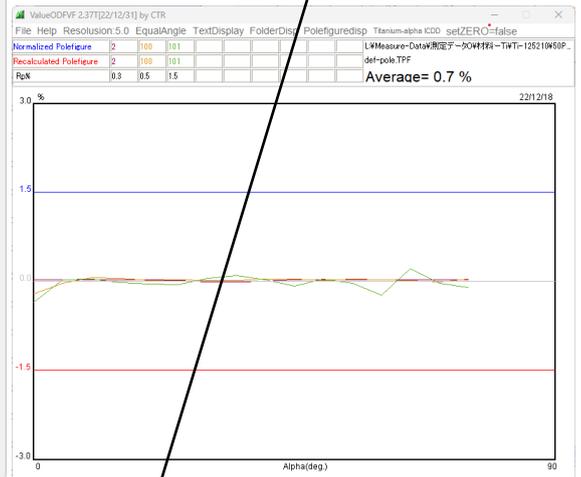
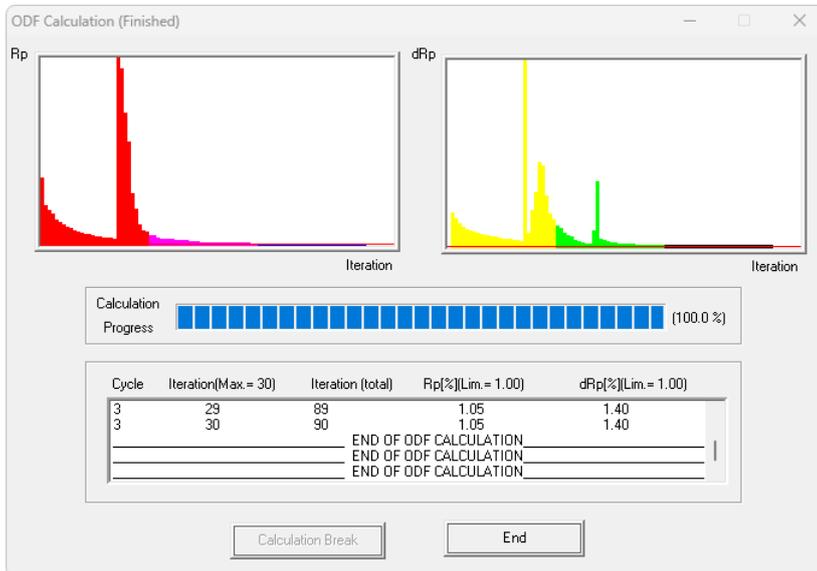
入力極点図と ODF 解析後の再計算極点図にて R_p % を比較する。

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

補正なし

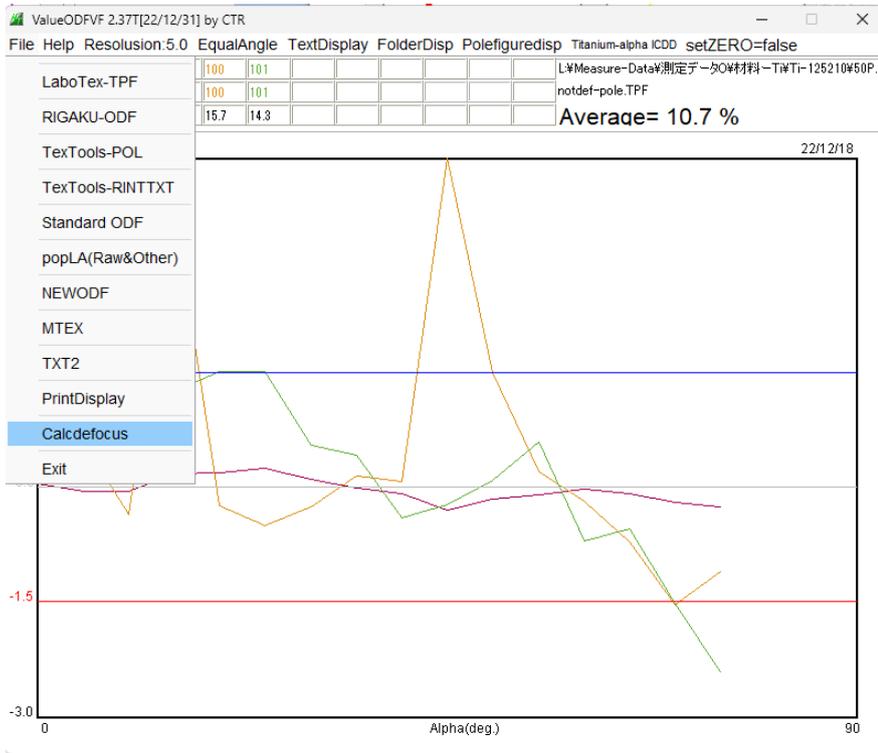


補正あり

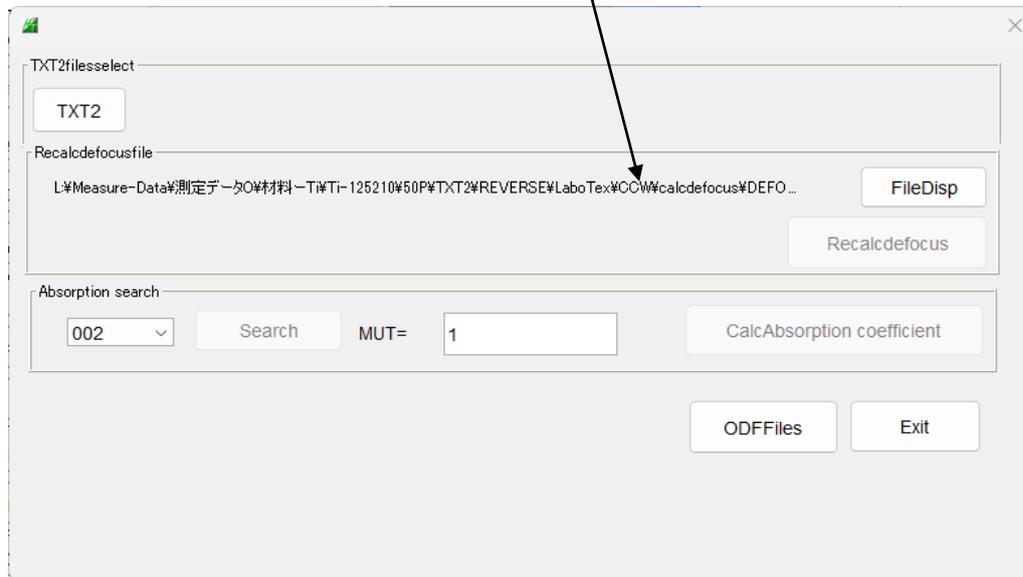


R_p %では補正なし10.67 補正あり1.05%
補正なしの R_p %プロファイルで極点図の外側にて R_p %プロファイルが徐々に低下している。
defocus補正が足りない傾向を示しています。

補正なし解析結果のR p %曲線を用いて d e f o c u s 補正



右下がり Rp%曲線から補正曲線が作成されている



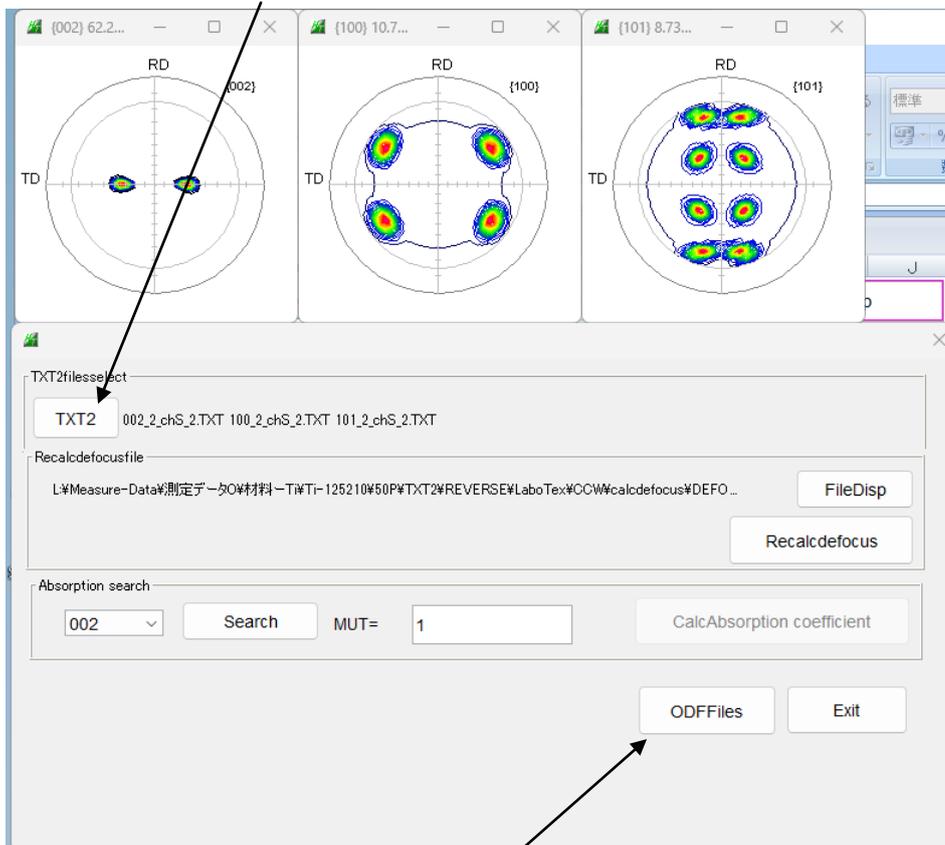
曲線を確認

```

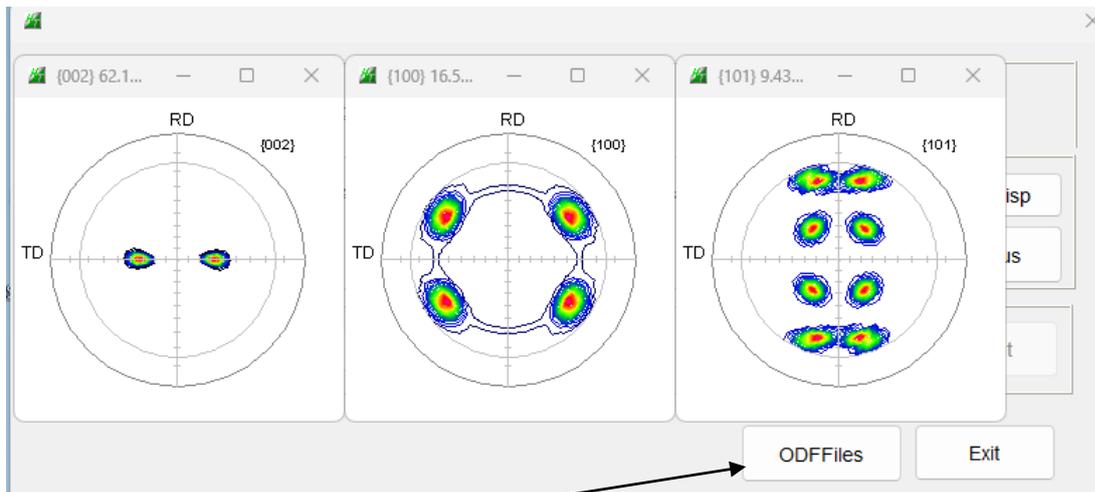
filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n,mm, 22/12/18 3.10 for DefocusCalc,
002.TXT,16,0,0,5,0,10,1,0,1,0.0000116118415092,0.002794459307251339,-0.0013885209674663
022,2.6177993530443E-4,-2.517434267185089E-5,1.3867729020015306E-6,-4.60896839901
1221E-8,9.363960906122774E-10,-1.1343965133987458E-11,7.511414039632876E-14,-2.08
96319405138287E-16,
100.TXT,16,0,0,5,0,11,1,0,1,0.0001851765746548,-0.17793168866221634,0.0871650540771409,-
0.01652355280130377,0.0016410295588928894,-9.648812527934719E-5,3.564683592540078
E-6,-8.485997972564648E-8,1.2987947793042286E-9,-1.233792936850937E-11,6.61699595
7540107E-14,-1.5307167072461579E-16,
101.TXT,16,0,0,5,0,7,1,0,1,0.0012139255166628,-0.0019964948684496366,2.2634165552659407
E-4,3.0543699705056897E-6,-1.0451314159962514E-6,3.9660798460593014E-8,-5.6516603
07000014E-10,0.7500000000000000E+00,0.0000000000000000E+00
    
```

極点図毎に、多項式近似曲線が作成されています。
 この曲線にて、補正なしの極点図の d e f o c u s 補正を行う。

入力データを指定する

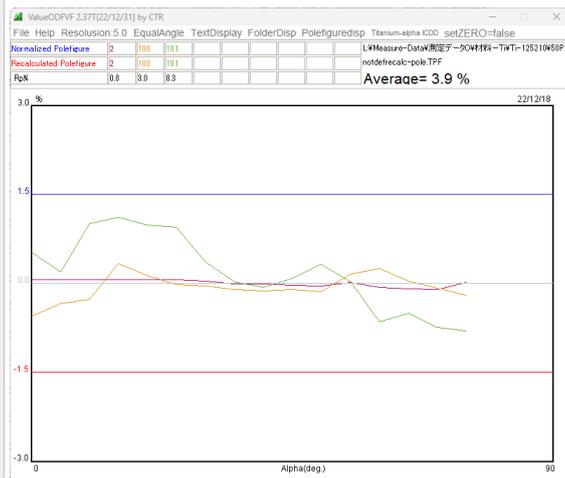
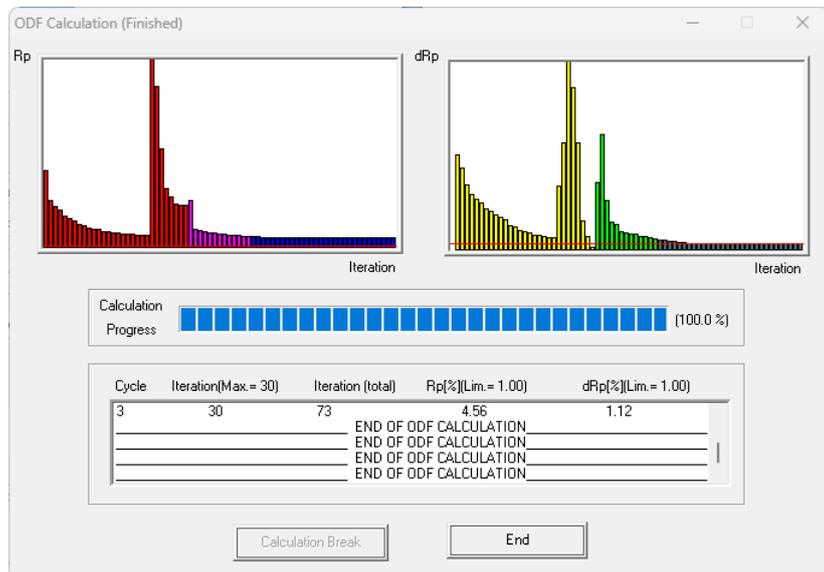


計算された $d e f o c u s$ 曲線から補正を行う。



Labotex入力データを作成

Labotexで解析



改善されている。

	Labotex評価	ValueODFVF評価
defocus補正なし	10.67%	10.7%
ODF解析後defocus補正	4.56%	3.9%
defocus補正	1.05%	0.7%

まとめ

random試料が得られない場合、計算defocus補正を行い、ValueODFVFによるRp%プロファイルを確認し、右下がり（defocusが足りない）、或いは、右上がり（defocusが強すぎる）は、ValueODFVFによる再defocus補正を行うことで、正しい結果が得られます。