アルミニウムの極点測定

Rigaku-UltimaIVで測定 CTRパッケージ評価 StandardODF処理

> 2014年03月13日 *HelperTex Office* 山田 義行 <u>odftex@ybb.ne.jp</u>

目次

概要 測定

データ処理

defocus測定

試料測定

逆極点図で配向度合いを比較

極点図測定ファイル

d e f o c u s 測定データ

defocusファイル作成

d e f o c u s 曲線の確認

10500材の極点図

StandardODF 向けファイルを作成

StandardODF解析

ODF図の描画

再計算極点図の描画

逆極点図の描画

CTRパッケージソフトウエアのODFDisplayソフトウエアによる描画

3面標示

1 面表示

方位解析

方位」L i s t 表示

Fiber表示

CTRパッケージソフトウエアによる再計算極点図描画

CTRパッケージソフトウエアによる逆極点図描画

材料の異方性評価として、極点測定が利用されている。本資料では測定、解析の概要を把握する 事を目的に解説を行う。

測定

XRDによる測定では、通常、受光モノクロメータを用いないで測定が行われる。 極点測定では、回折線の正味積分強度を測定するため、回折ピーク周辺のバックグランド強度測定も 行う。又、試料を煽って測定する光学系に起因するdefocusも補正を行うため、無配向試料による defocus測定も行われる。

データ処理

回折積分強度からバックグランド強度を差し引き、正味積分強度を求め、 光学系補正のd e f o c u s 補正を行う。 積分強度の平均値が1.0になるような規格化を行う。

defocus測定

被検試料と同一の材料で無配向試料を測定し、バックグランドを削除して、β方向の平均値を α方向にプロットした曲線を得る。

本来、無配向試料であれば、β方向は一定であるので、β方向360度の範囲を必要としない。



r a n d o m 試料に比べ、H 材は、{200}、O 材は {220} に配向している事が分かる。

試料測定

連続測定データをピーク毎の分割データとしてピーク強度、積分強度を算出してrandom試料との 比率を計算する。連続データの分割化は、ProfiletoDivisionProfile ソフトウエアで行い、 分割化したデータの Random 試料との比較を InverseAll ソフトウエアで行う。

Random,材料との比較	材料はアルミニウム random 材料指定
Length All 1.06YT[14/1D/31] by CTR	
File ProfiletoDivisionProfile Condition initialize Help Mode Random Inverse RandomSelect(division ASC) MeasureData C:\Temp\Al-Inverse\NEWFILE\random.AS	Aluminum List
Data select(ASC)	Asc files number 2 List Previous Next SelectFile C:\Temp\Al-Inverse\NEWFILE\1050H.ASC DISP
Smoothing points 3	Standardization Standardization Calc Disp
 比較する材料を指定	計算

計算結果を表示

	Randommode Standardization BGsmpoints=3 Integration				
L		[111]	[200]	[220]	
ŀ	1050H	0.013	0.837	4.597	
ŀ	1050O	0.15	2.903	0.815	





極点図測定ファイル

ファイル名の先頭は、指数を指定 ホルダー、ファイル名にスペースは使用しない。



Schulzの反射法の場合、α角度は15度から90度、βは0度から360度(0度から90度でも可) 測定データ評価として、バックグランド測定が適正に測定されているか評価する。



β方向の平均値をα方向にプロットしています。

α毎に、β方向の最大値が青、平均値が緑、最小値が赤、BG1 が紫、BG2 が黄色、水色は BG 最適値



受光スリット7mmでも試料を最大に煽ったα=15度では、ピークが広がりバックグランドに 影響している事が分かります。

バックランド除去は、水色のバックグランド最適値で削除される。

同じように {200}、 {220} も同様な処理を行う。





バックグランド測定い2θ確度は、ピーク角度の±3度の測定を行う。

又、バックグランドの変動を抑える為に、**積分測定時間はピーク測定時間より長く測定する。**



バックグランドを削除した極点図(TXT2)

📳 111_chFB02S_2	2014/03/13 8:23	テキスト文書	22 KB
📳 200_chFB02S_2	2014/03/13 8:23	テキスト文書	22 KB
📳 220_chFB02S_2	2014/03/13 8:23	テキスト文書	22 KB

バックグランドを削除して、強度の規格化を行ったデータファイル(TXT2)

defocusファイル作成

Defoc	eus file Select	
	O Defocus functions file	
	Make defocus function files by TXT2	Files 🔻 🗹 Standardize 📴

上記 defocus データ(TXT2)を登録する。

	▲ 開く		×	J
ç	ファイルの場所(I):	🕕 Al_random 🔹 🍺 📂 🖽 -		
	最近使った項 目	111_chFB02S_2 200_chFB02S_2 220_chFB02S_2		
	デスクトップ			
	بر الجتاب الم			
S 1 1 4	(人) コンピューター			
n 	く ネットワーク	ファイル名(N): hFB02S_2.TXT* * 200_chFB02S_2.TXT* * 220_chFB02S_2.TXT* 開 ファイルのタイプ(T): *.txt*.Txt*.TXT 取	(O) 消	

同時に複数のファイルを選択

Defoc	eus file Select
	Defocus functions file
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🗹 Standardize 📄

複数のTXT2から1つのdefocus近似曲線ファイルふぁ作成される。

Defoo	cus file Select	
	Defocus functions file C*Temp*Al_random*defocus*DEFOCUS_F.TXT	TextDisp
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🗹 Standardize	

filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n,mm, 14/03/13 3.10 for DefocusCalc,

111_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,1.0,0.9964352435013348,0.007548925162447637,-5.991665369836513E-4,1.8744375 200_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,1.0,0.998091162447476,-1.2882822679029194E-4,7.333960461265471E-5,-4.6622003 220_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,1.0,1.0043298675817023,-0.00926070440029016,7.268435158341374E-4,-2.66770340 ファイルの先頭に指数が配置されている。

d e f o c u s 曲線の確認

File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode
Files select
ASC(RINT-PC) VIIIASC 200ASC 220ASC
Calcration Condition
Previous Next C:#Temp#Al_random#111.ASC 1,1,1 Change
Backgroud delete mode
💿 💿 DoubleMo 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing 🛛 BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🔻 🗋 Minimum mo 🔲 3 📝 Arithmetic mean 🔹 Disp
Peak slit 70 mm BG Slit 7.0 mm V PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp
Absorption coefficien 133.0 1/cm Penetration dep 0.2 cm v 2Theta 38.58 deg. () 1/Kt Profile
Defocus file Select
O Defocus functions file C:#Temp#Al_random#defocus#DEFOCUS_F.TXT TextDisp
Make defocus function files by TXT2 Files V Standardize
Defocus function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm
Defocus function files folder(Calc backdefocus)
Smoothing for ADC
Cycle 2 Points 4 Diep O TXT(Pole) Asc(Pole) TXT2(Pole) Cancel Calc Exit&ODF ODF

測定時指定した指数と一致する DEFOCUS_F.TXT の曲線を表示する

{111}

{200}







10500材の極点図



バックグランド測定は適正に行われている事が確認出来ます。

Backg	roud delete mode DoubleMode 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🔻 🗋 Minimum mo	
Peak s	lit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm 🖉 PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp 🛛 RD 👘 O.0 Interporation 🗸 🗍 Full Disp	
AbsC	Calc Schulz reflection method → Absorption coefficien 133.0 1/cm Penetration dep 0.2 cm → 2Theta 65.22 deg. @ 1/Kt Profile	
	Defocus functions file C*Temp*Al_random*defocus*DEFOCUS_F.TXT TextDisp	
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🗹 Standardize	

バックグランド削除とdefocus補正を行う。



StandardODF 向けファイルを作成

L N	Aluminum.txt				Initiali	ze	Start
Struct	ure Code(Symmetries after Schoenfiles)	7 - O (cubic)	l	•	• e	etHKL<- ≩ AllFik	Filenam Select
a 1.0	<=b 1.0 <=c 1.0 alfa	90.0 beta	90.0 gam	m 90.0			
PF Data	SelectFile(TXT(h intens) TXT?(a h intens)) hkl	2Theta	Alfa Area	ΔH ₂ S	AlfaF	Salaat
2	111_chB02D1S_2.TXT	1,1,1	38.59	0.0->75.0	0.0	75.0	
2	200_chB02D1S_2.TXT	2,0,0	44.85	0.0->75.0	0.0	75.0	V
2	220_chB02D1S_2.TXT	2,2,0	65.22	0.0->75.0	0.0	75.0	V
2		2,1,0	0.0		0.0	0.0	
2		2,1,1	0.0		0.0	0.0	
2		3,1,1	0.0		0.0	0.0	
2		4,0,0	0.0		0.0	0.0	
2		3,3,1	0.0		0.0	0.0	
2		4,2,2	0.0		0.0	0.0	
2		5,1,1	0.0		0.0	0.0	
2		5,2,1	0.0		0.0	0.0	
2		5,3,1	0.0		0.0	0.0	
Comm	ent 111_chB02D1S_2.TXT 200_chB02D1S_2	.TXT 220_chB02D1S_	2.TXT				
			Labote×	(EPF),popLA(RAW) file	name	
Symm	etric type Full S	tandardODF text	labo	tex			

測定データホルダにODF向けホルダーを作成し、ホルダーにODF向けファイルを作成

퉬 StandardODF	2014/03/13 9:53	ファイル フォル…
🌗 LaboTex	2014/03/13 9:54	ファイル フォル…

10500 > StandardODF フォルダー 更新日時 サイズ 名前 種類 111_chB02D1S_2StdODF 2014/03/13 9:53 テキスト文書 9 KB 200_chB02D1S_2StdODF 2014/03/13 9:53 テキスト文書 9 KB 1 220_chB02D1S_2StdODF 2014/03/13 9:53 テキスト文書 9 KB

StandardODF解析

-極点図データ				Standard ODF
面指数	重み	ファイル名(フルバス)		for Windows YP/Me/2000/08SE/08/
🔽 (100)	1	F:¥Temp¥1050O¥StandardODF¥200_chB	参照	NT4.0/95 Ver.2.4 解析法について
🔽 (110)	1	F:¥Temp¥1050O¥StandardODF¥220_chB	参照	
🔽 (111)	1	F:¥Temp¥1050O¥StandardODF¥111_chB	参照	- 結晶万位分布関数
(210)	1		参照	展開次数 22
(211)	1		参照	ゼロ密度領域のしきい値 0.3
(221)	1		参照	
(310)	1		参照	表示断面 · Phi2断面
🔲 (311)	1		参照	
(321)	1		参照	再計算極点図―――――
(331)	1		参照	1 100 - 2 110 -
□ (411)	1		参照	
🔲 (511)	1		参照	
α max=75		$\Delta \alpha = 5$ $\Delta \beta = 5$		
β角のタイ	÷ (β =0°, 5°, 10°, ·····, 350°, 355° β =2.5°, 7.5°, 12.5°, ·····, 357.5°		1/4種点図 C係数 偶数項 奇数項
生态如微动场				



ODF図の描画

ODF/PF <u>1. Complete ODF with odd term</u> 2. Even term ODF 3. Recalculated pole figures 4. Inverse pole figures 5. Measured pole figures	ODF C Phi1 Section • Phi2 Section	Contour Color Line C Black Line
Levels Number 13 Interval Level 1 2.0 Level 2 4.0 Level 6 12.0 Level 7 14.0	I 2	0 Level 5 10.0
Level 11 22.0 Level 12 24.0	Level 13 26.0 Level 14	Level 15
Figure • Normal Drawing C Fine Draw	ving OK	Cancel



Contour Levels: 2.0 4.0 6.0 8.0 10.0 12.0 14.0 16.0 18.0 20.0 22.0 24.0 26.0

再計算極点図の描画

DDF/PF Plotting
ODF/PF 1. Complete ODF with odd term 2. Even term ODF 3. Recalculated pole figures 4. Inverse pole figures 5. Measured pole figures 5. Measured pole figures
Levels Number 9 Interval 1 • Level 1 1.0 Level 2 2.0 Level 3 3.0 Level 4 4.0 Level 5 5.0 Level 6 6.0 Level 7 7.0 Level 8 8.0 Level 9 9.0 Level 10 Level 11 Level 12 Level 13 Level 14 Level 15
Figure • Normal Drawing • Normal Drawing • Cancel







Contour Levels02.03.04.05.06.07.08.09.0



23 **ODF/PF** Plotting ODF/PF Contour 1. Complete ODF with odd term 2. Even term ODF 3. Recalculated pole figures Phi1 Section Color Line C. ODF O Black Line Phi2 Section œ 5. Measured pole figures Levels Interval 1 Number 9 • • Level 2 2.0 3.0 Level 4 4.0 Level 5 5.0 1.0 Level 3 Level 1 L Level 9 7.0 Level 8 8.0 9.0 Level 10 Level 6 6.0 Level 7 L 1 Level 12 Level 13 Level 14 Level 15 Level 11 Figure ΟK Cancel C Fine Drawing Normal Drawing



Contour Levels02.03.04.05.06.07.08.09.0

CTRパッケージソフトウエアのODFDisplayソフトウエアによる描画

ODFDisplay2 1.30YT[14/10/31] by CTR
File RoeModeEnable Help 3dispODF OtherODF Cubic
ODF LaboTex popLA StdODF TexTools StdODF(c:¥OD Bunge
ODFTXTFile(or ODF15) C:¥ODF¥ODF15 (Bunge-phi2)
Contour(Max=40) ODFMax= 26.62 DispMax 26 Steplevel 1 Number=26
Sample Symmetry(\$\phi 1)
Display Bunge Phi1 ♥ Phi2 ■ PHI Phi1 ● RINT all ▼
Smoothing Cycle 1 • Center points 9 • Display

26.0 25.0

24.0 23.0 22.0 21.0 20.0

19.0 18.0 17.0 16.0 15.0 14.0 13.0 12.0 11.0 10.0 9.0 8.0

7.0 6.0

5.0 4.0 3.0 2.0 1.0

MaxODF Euler Angle F1=0.0 F=0.0 F2=0.0





Phi 1





方位解析



方位」L i s t 表示

TextDisplay 1.11S C:¥CTR¥work¥ODFDisplay¥ODF.txt						
File Help						
Orientation	φ1	Φ	φ2	ODF		
{0 0 1}<1 0 0> cube	0.0	0.0	0.0	26.62		
{0 1 3}<1 0 0>	0.0	18.43	0.0	7.26		
{1 3 2}<6 -4 3> S	27.03	57.69	18.43	3.8		
{2 1 3}<-1 -4 2> R	46.91	36.7	63.43	2.65		
{1 1 2}<-1 -1 1> copper	90.0	35.26	45.0	2.12		
{0 1 1}<2 -5 5>	74.21	45.0	0.0	1.68		
{1 1 0}<0 0 1> goss	90.0	90.0	45.0	1.5		
{1 1 0}<1 -1 2> brass	54.9	90.0	45.0	1.34		
{0 0 1}<1 -1 0> RW	45.0	0.0	0.0	1.24		
{1 1 0}<1 -1 1> P	35.26	90.0	45.0	1.14		

F i b e r 表示

α -Fiber







CTRパッケージソフトウエアによる再計算極点図描画

≗ MakePoleFile 1.61YT[14/10	/31] by CTR	1				٢
File Help						
SelectFile C:\ODF\Outmax.txt						
Step Angles		_				
Out Filename						
PoleFigureCenter: 90) TXT2 🔘 1	TXT 💿 Asc	○ TXT2 filename HKL.TXT			
OK NextSelect						
<u>s</u>	_			×	Z	
Index select 100			Select			





InverseDisplay 1.08YT[14/10/31] by CTR	
File Help Inverse[hkl] Other Average OFF Dataexpand OFF	
ODF LaboTex popLA StdODF ND TexTools Other	
InverseTXTFile C:\ODF\OUTPUT2.TXT	
Inverse Max level 4.3 2D 3D Max-value(Max 1.0) 0.15 Data Disp List D	siplay
WindowsWidth 800 Isp Intens. Level 3 [hkl] Intens. Inverse	Dsiplay

ND

TD





