

粒径の大きなF e 試料の測定

S t a n d a r d O D F と周辺アプリケーション

L a b o T e x 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A S C I I 変換

P F t o O D F

S t a n d a r d O D F

ツール群

D e f o c u s C a l c

V a l u e O D F

I n v e r s e D i s p

C l u s t e r

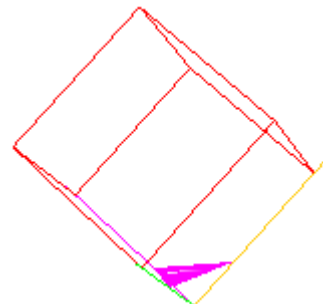
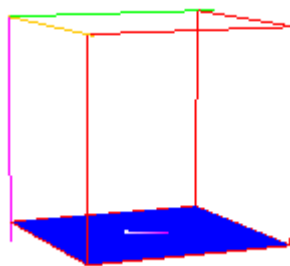
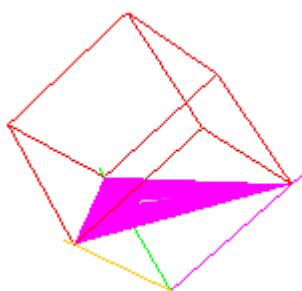
C u b i c C O D i s p

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

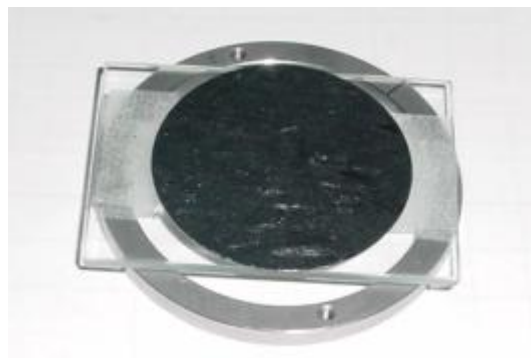
XRDによる粒径の確認は、ロッキングカーブで確認出来る。

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

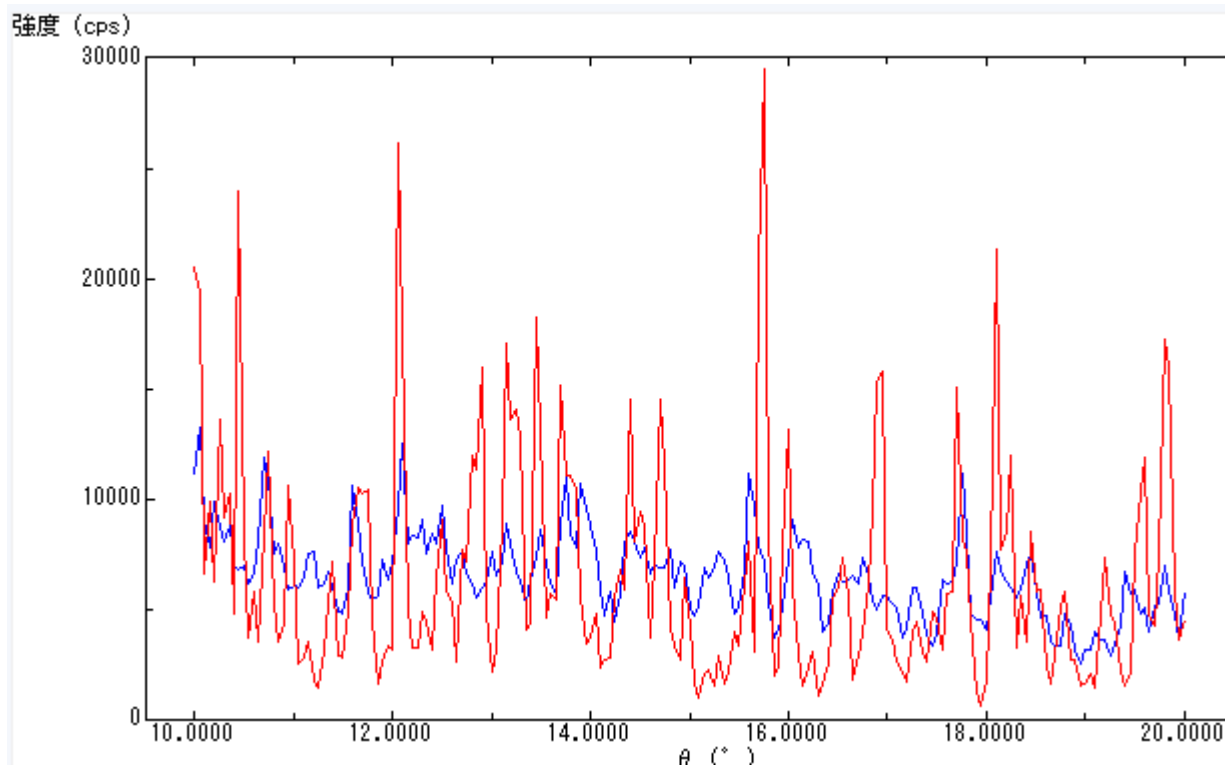
又、 γ 揺動を行うことで、粒径の影響を確認出来ます。以下に γ 揺動ありなしの比較を行う。

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
2 θ 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：20mm揺動あり

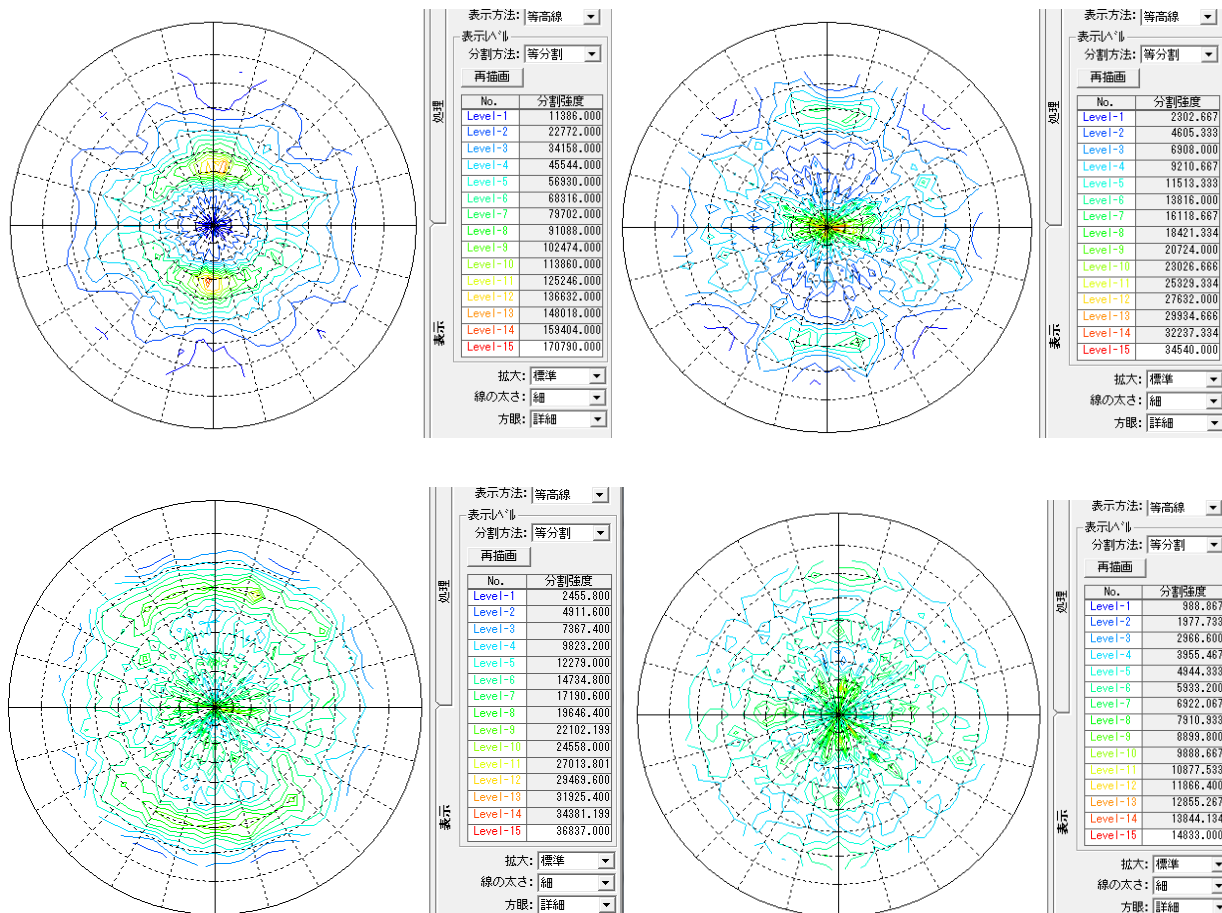
100 μ 弱の結晶粒径と思われる。

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

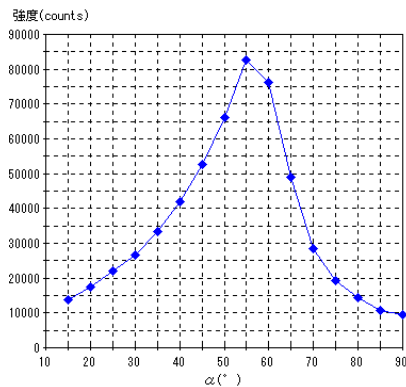
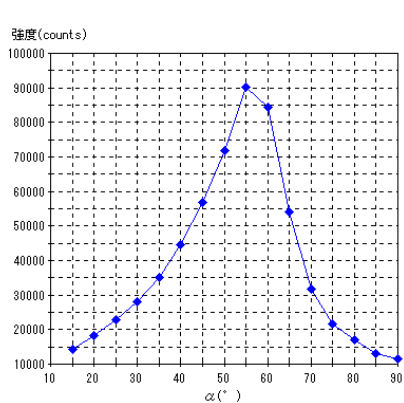
×線条件	50kV－300mA(line)
ターゲット	Mo(Zrフィルタ)
ゴニオ半径	285mm
DS	1/4度
Shultzスリット	あり
SS	7mm
RS	7mm
測定軸	β
測定間隔	5度
測定スピード	120度/分
γ 揺動	20mm
バックグランドRS	2mm
バックグランド	20度/分



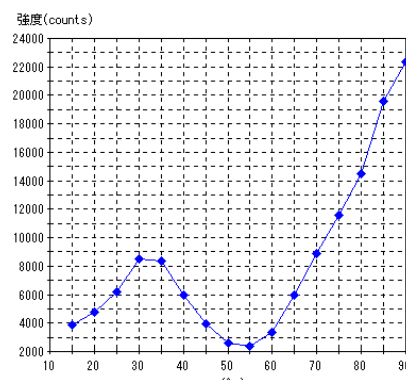
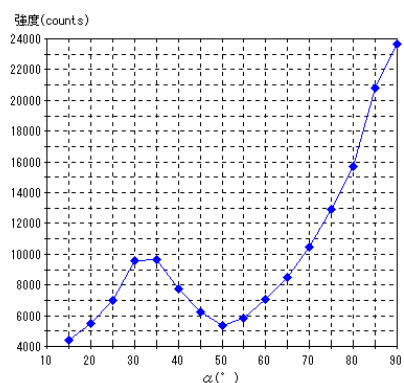
正しく測定されているか確認

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。

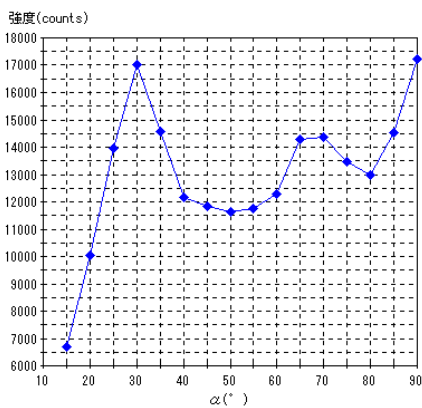
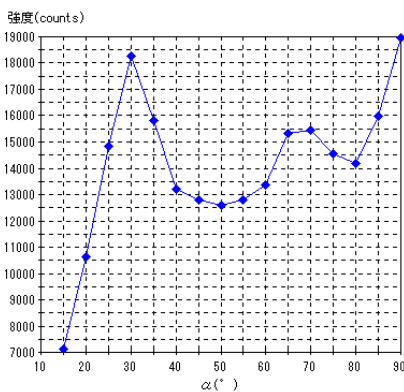
{110}



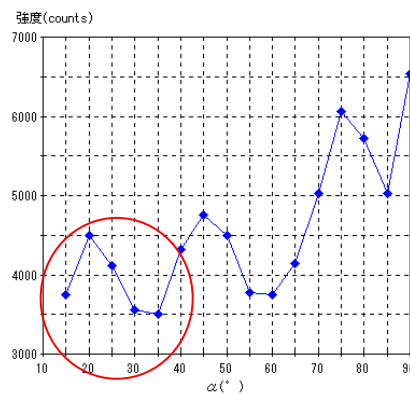
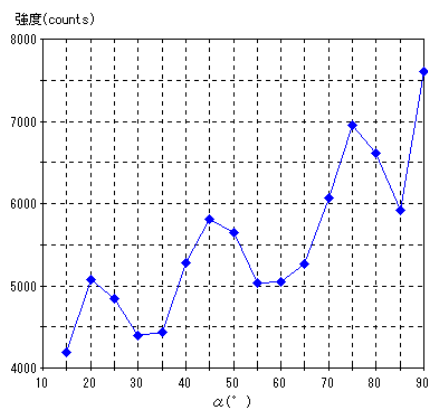
{200}



{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。

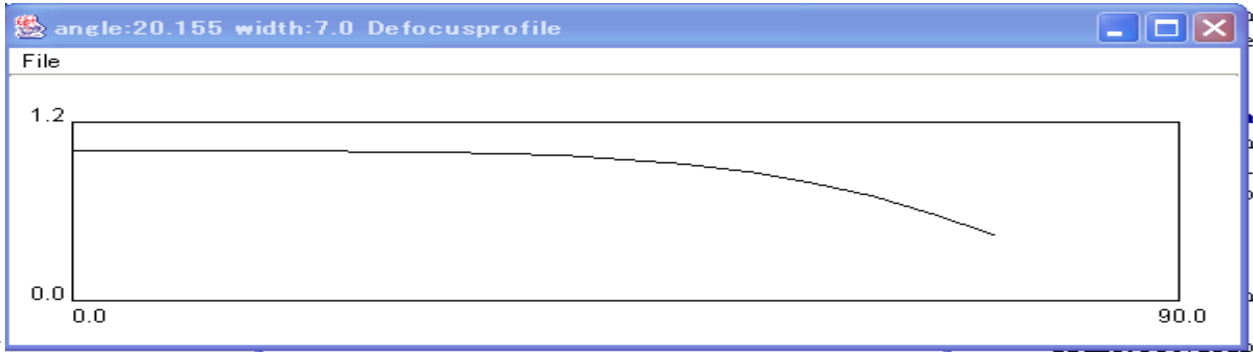
Defocus補正 (DefocusCalcソフトウェアによる)

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。

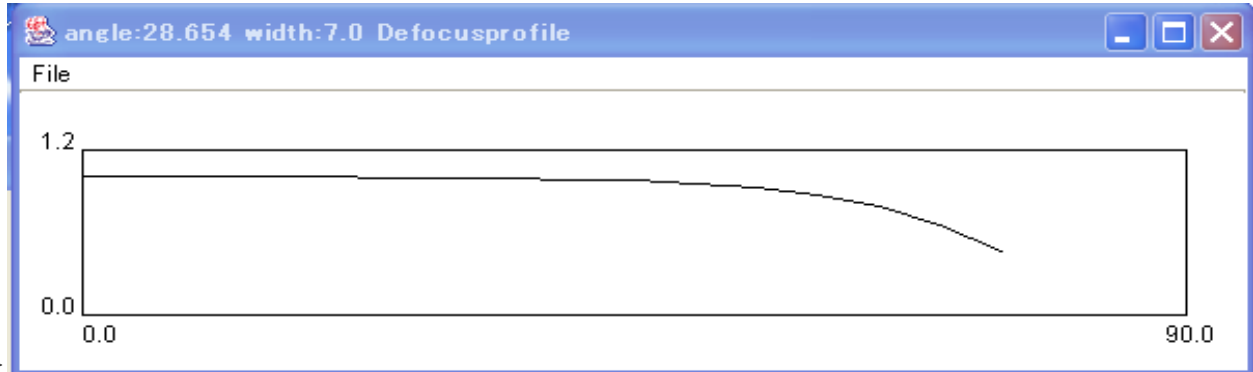
極点図	2θ 角度	受光スリット
{110}	20.155	7mm
{200}	28.654	7mm
{211}	35.284	7mm
{310}	46.067	7mm

この測定条件のDefocus曲線を計算する。

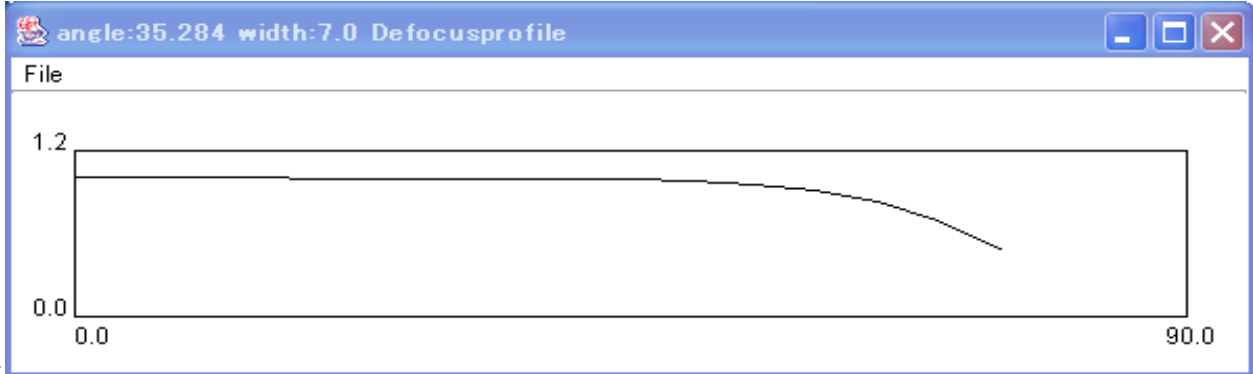
{110}



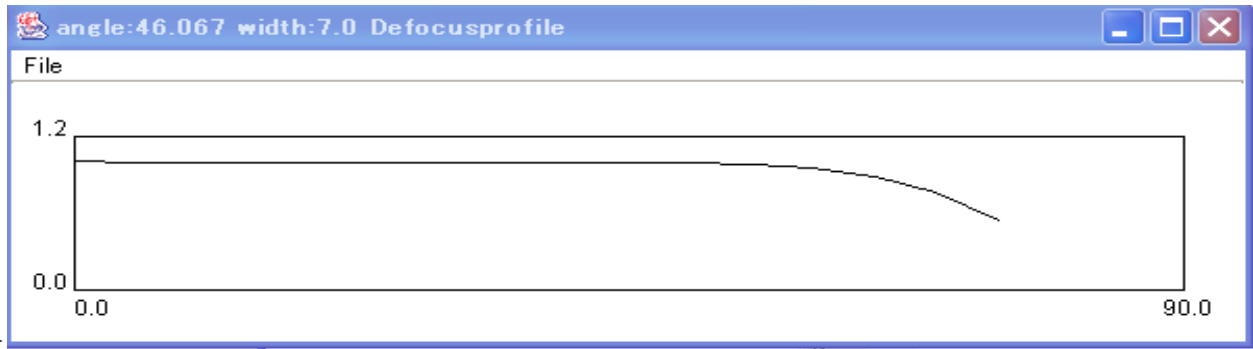
{200}



{211}



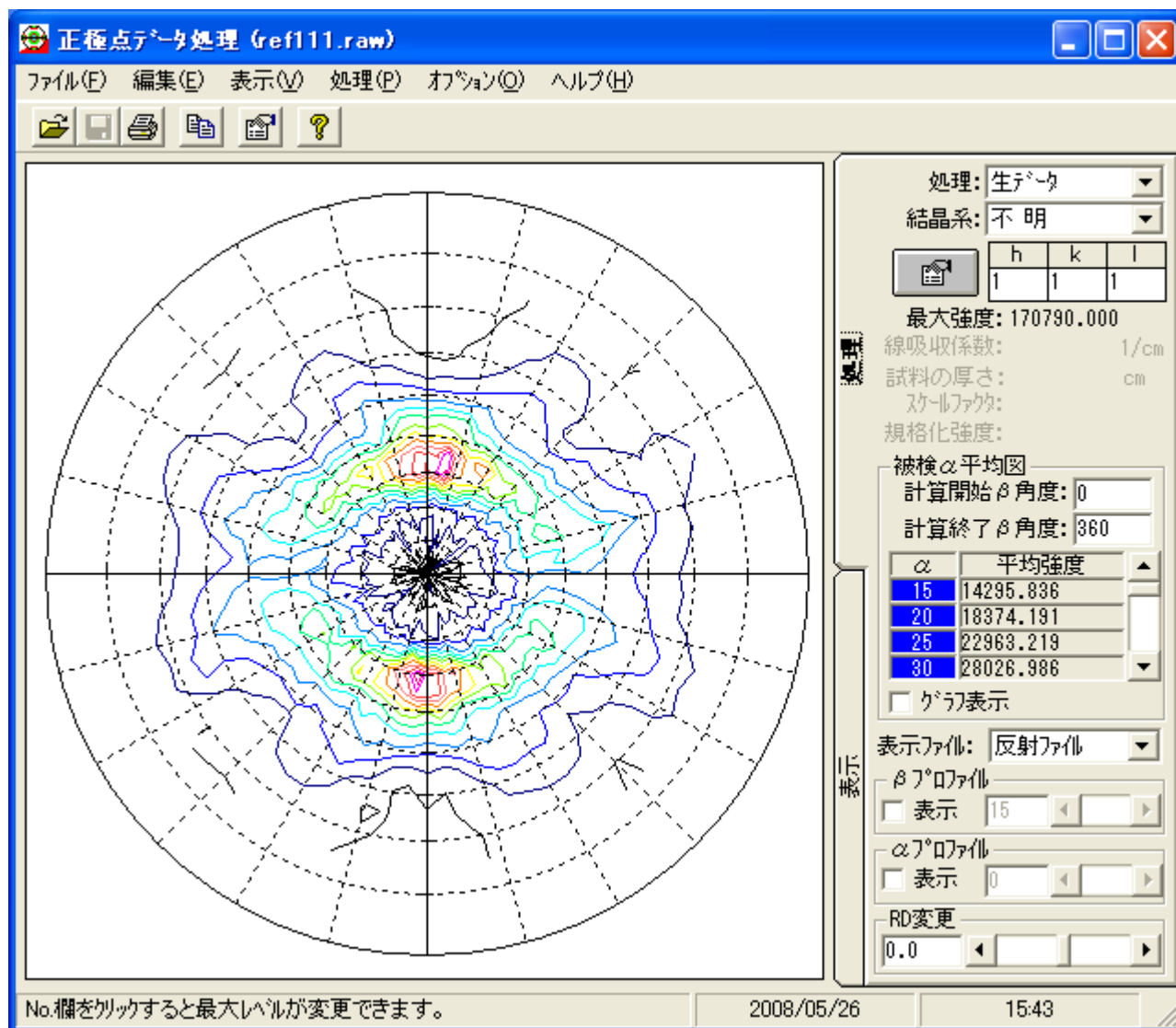
{310}



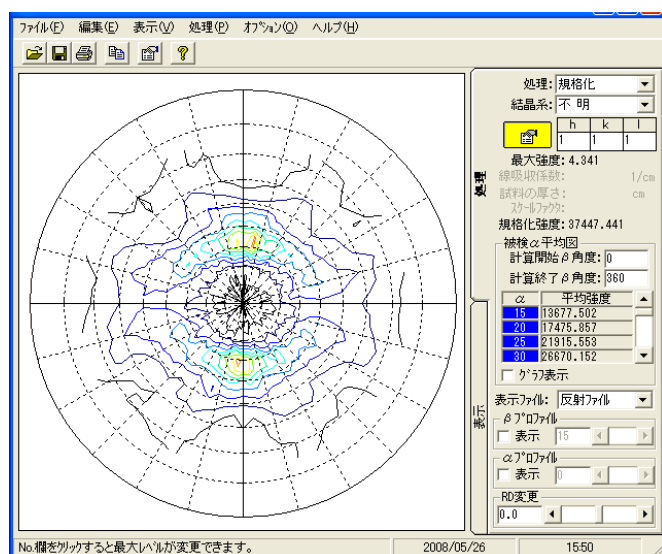
補正曲線を得る。

{110} にD e f o c u s 補正を行う

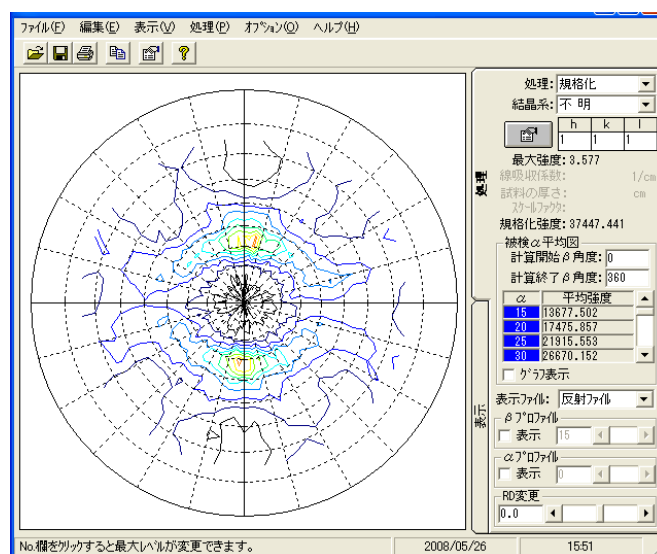
r a w データ



内部規格化



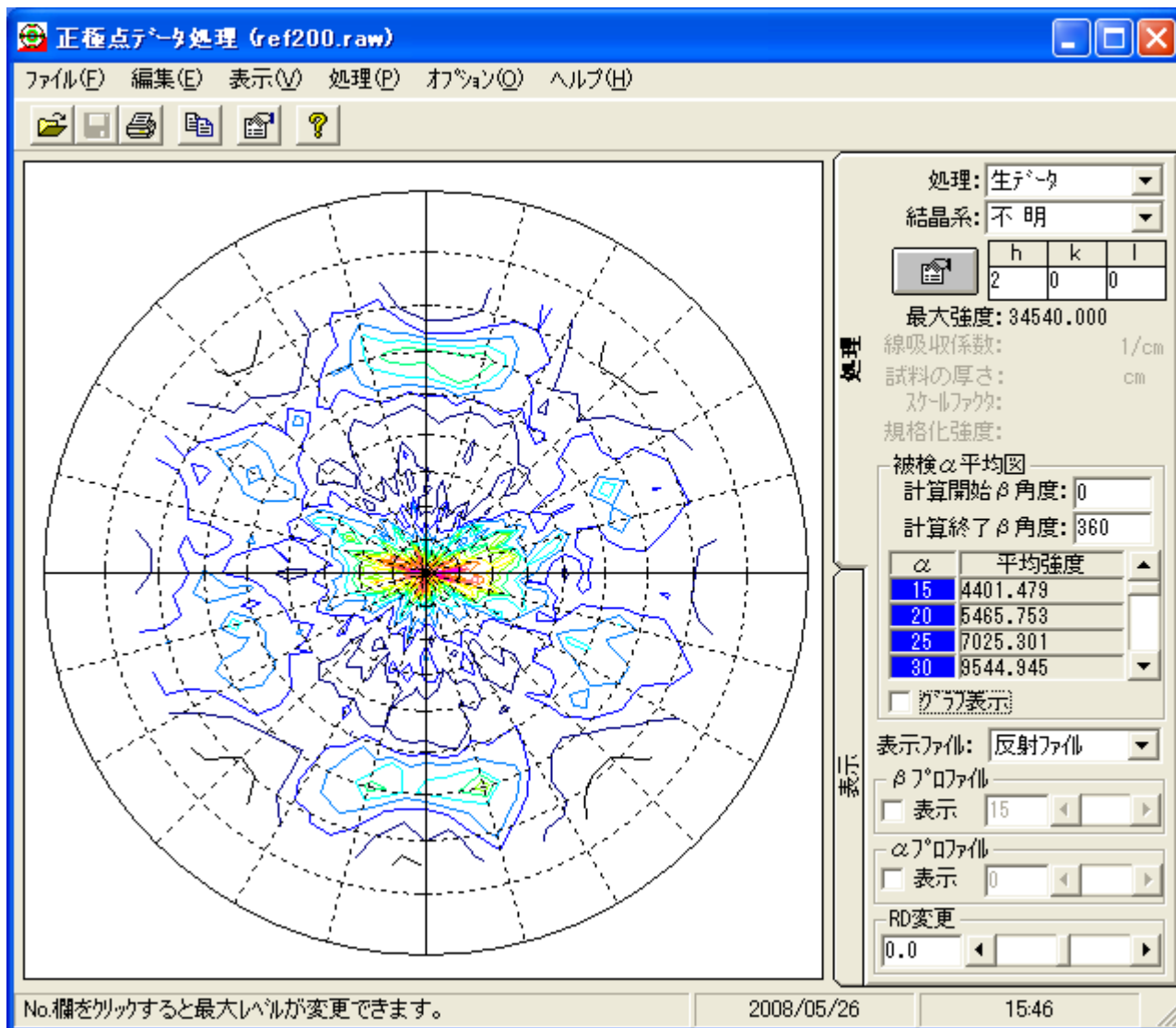
r a n d o m 規格化



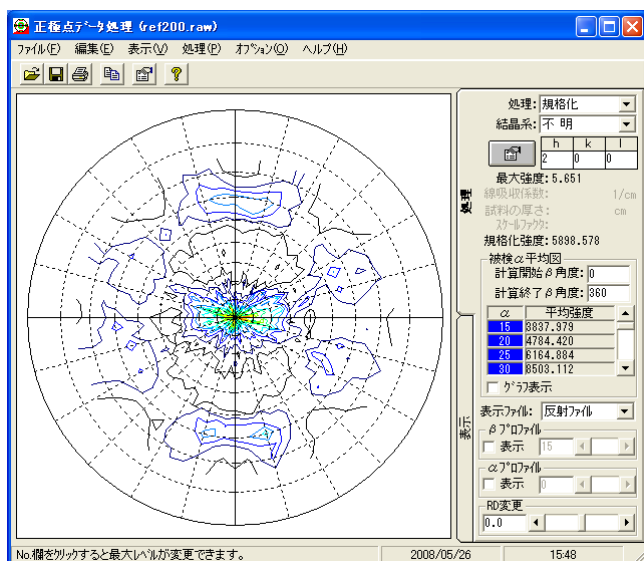
r a n d o m 規格化で極点図の外側に影響

{200}

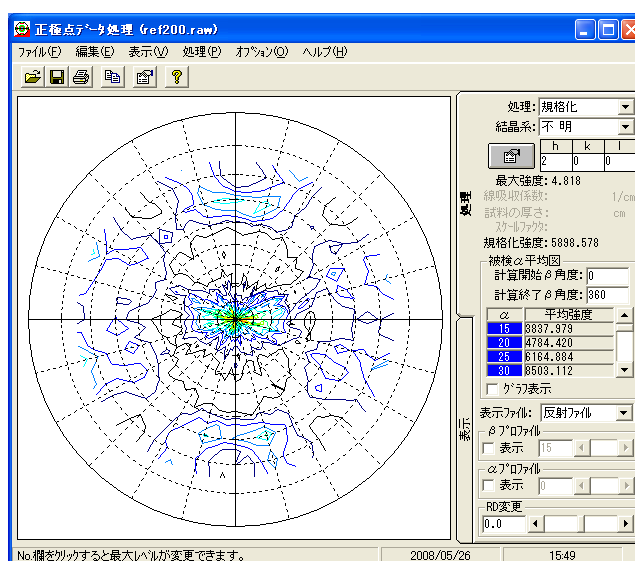
rawデータ



内部規格化

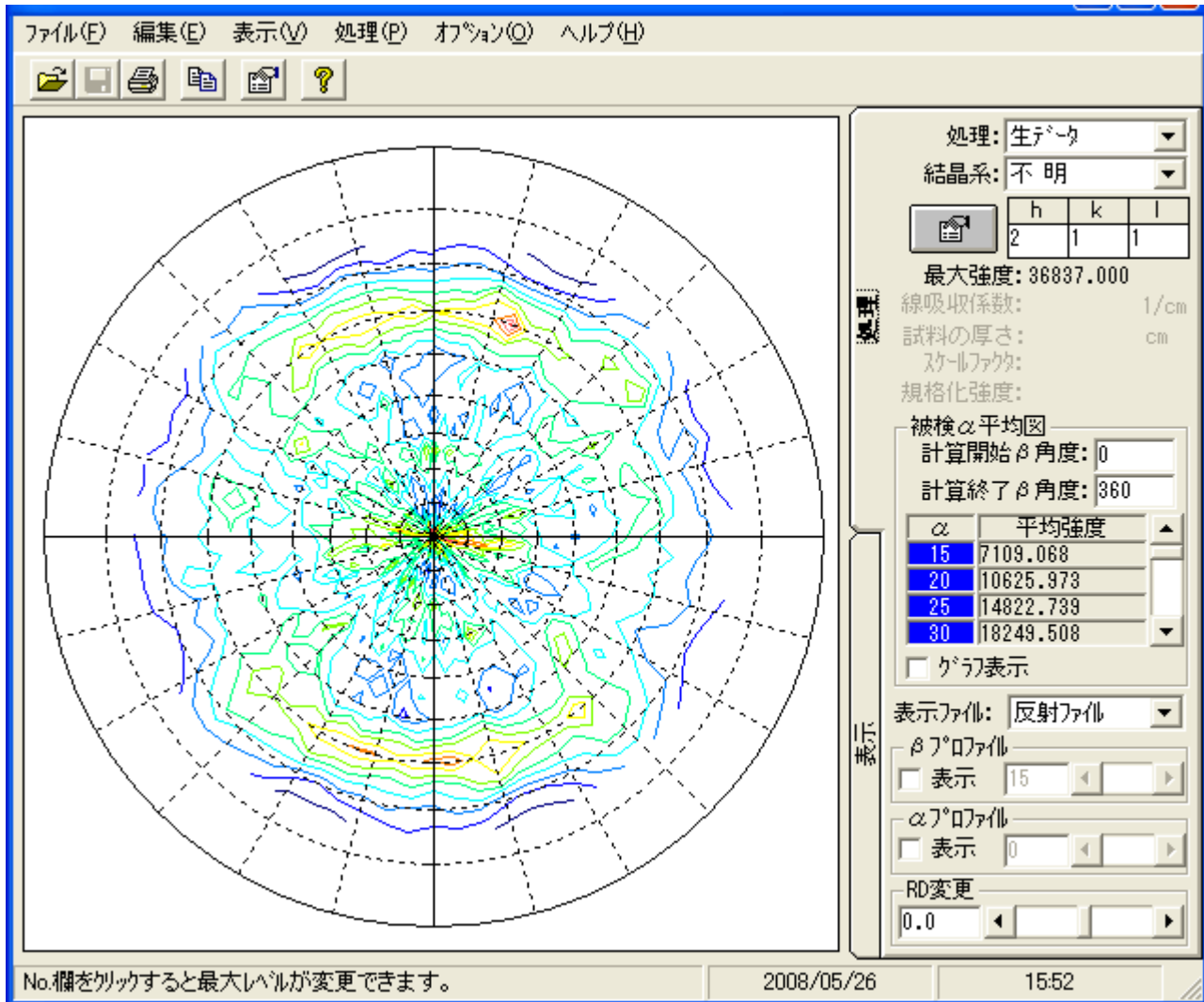


random規格化

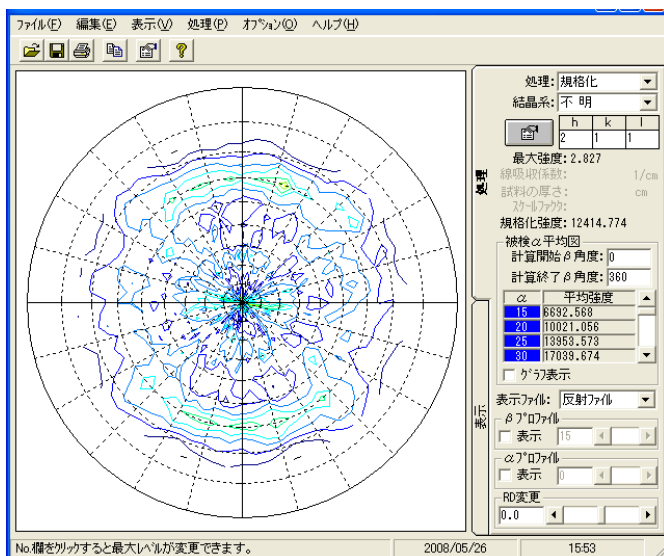


{ 2 1 1 }

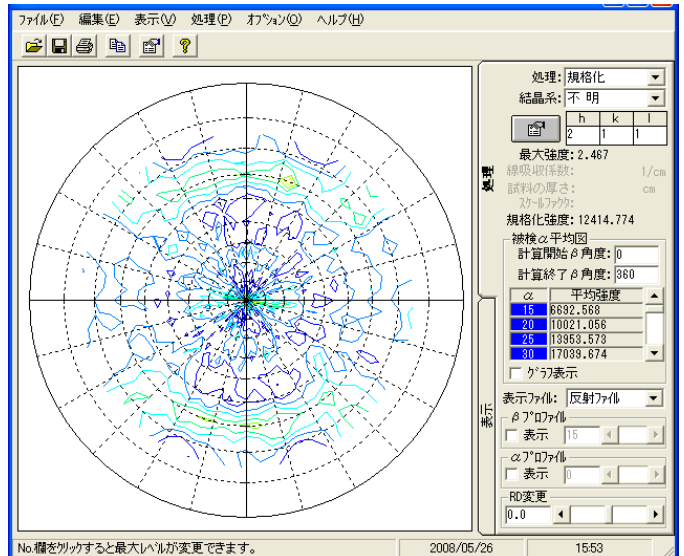
r a wデータ



内部規格化

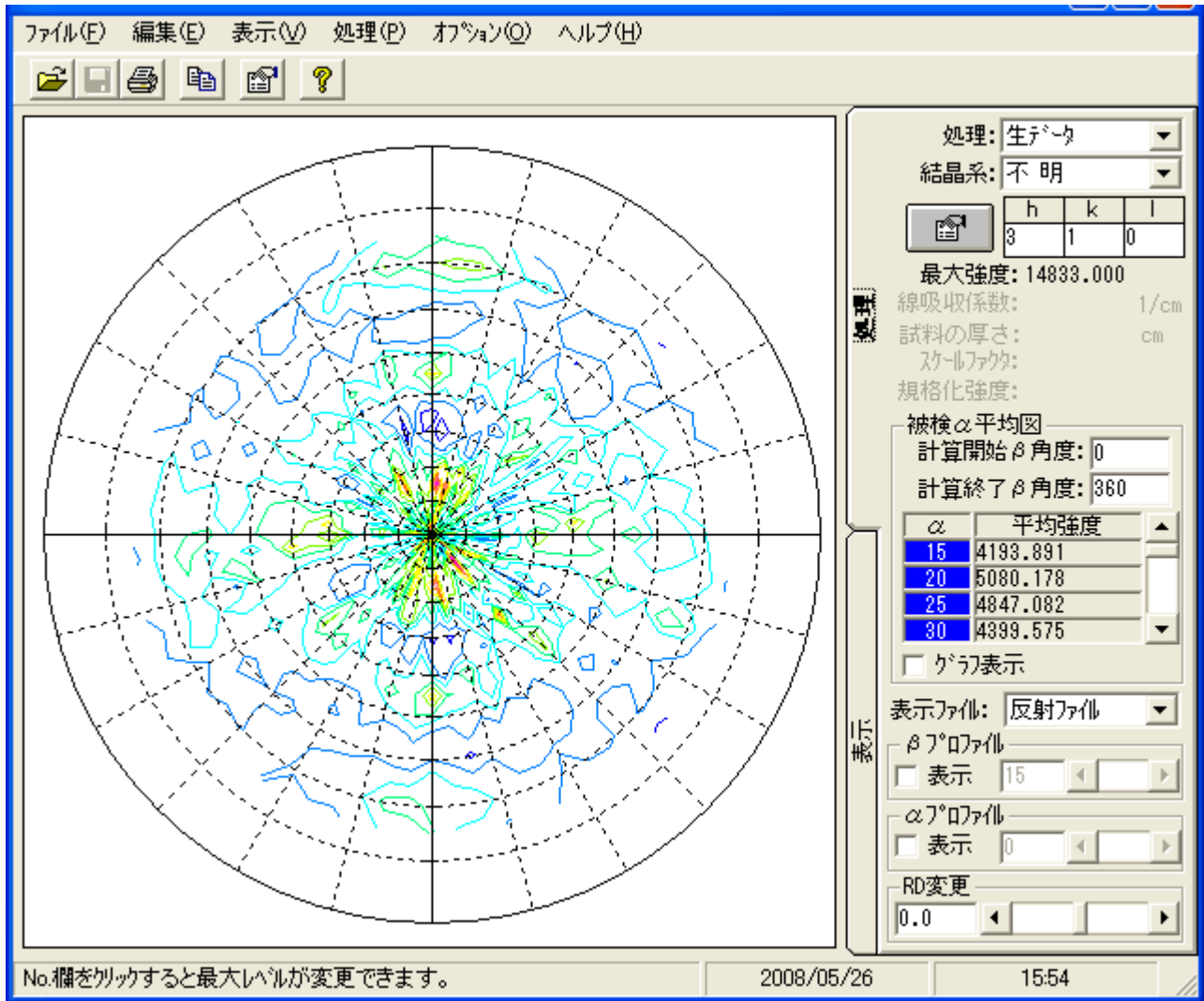


r a n d o m規格化

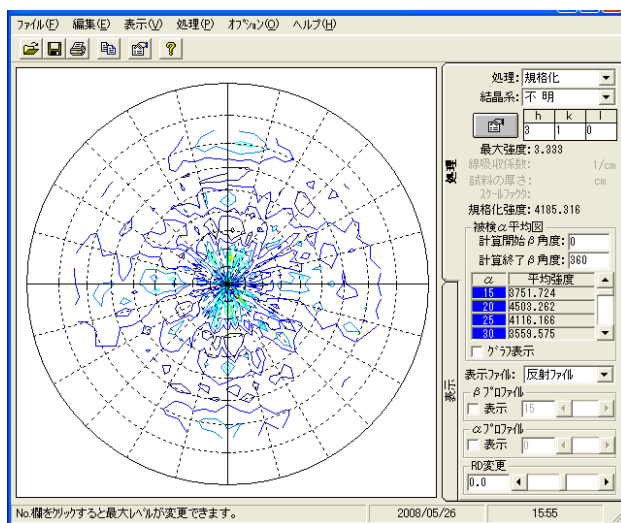


{ 3 1 0 }

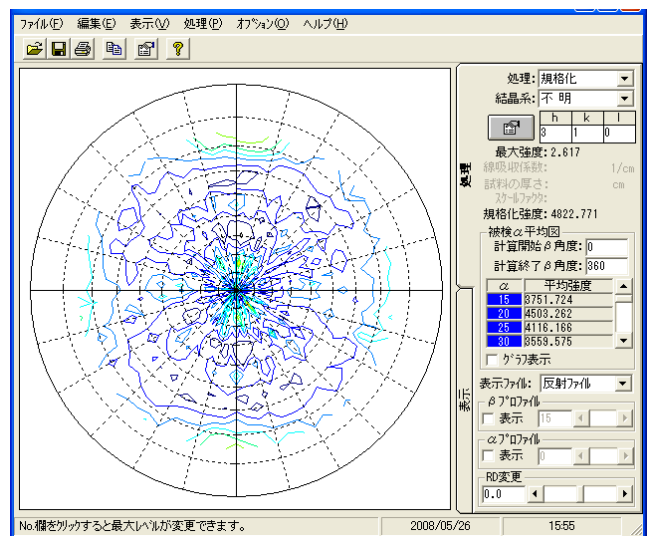
r a wデータ



内部規格化



r a n d o m規格化



A R C I I へ変換後 P F t o O D F 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

Lattice constant					
Structure Code(Symmetries after Schoenflies)					
a	b	c	alfa	beta	gamma
1.0	1.0	1.0	90.0	90.0	90.0

PF Data		SelectFile	HKL	2Theta	Alfa	Select
	ref110.TXT		110	0.0	0.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	ref200.TXT		200	0.0	0.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	ref211.TXT		211	0.0	0.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	ref310.TXT		310	0.0	0.0	<input checked="" type="checkbox"/>

Comment
CommnetField

StandardODF ...

S t a n d a r d O D F をクリック

E r r o r でも c:\¥ODF¥PFDATA を確認する。

名前	更新日時	種類	サイズ
ref110ODF	2008/05/28 9:11	テキスト ドキュメ...	11 KB
ref200ODF	2008/05/28 9:11	テキスト ドキュメ...	10 KB
ref211ODF	2008/05/28 9:11	テキスト ドキュメ...	11 KB
ref310ODF	2008/05/28 9:11	テキスト ドキュメ...	11 KB

変換されたデータが登録されている。

以降、S t a n d a r d O D F でこのデータを読み込む

極点図データ

面指数	重み	ファイル名(フルパス)	参照
<input checked="" type="checkbox"/> (100)	1	C:\ODF\PFDATA\ref200ODF.TXT	参照
<input checked="" type="checkbox"/> (110)	1	C:\ODF\PFDATA\ref110ODF.TXT	参照
<input type="checkbox"/> (111)	1		参照
<input type="checkbox"/> (210)	1		参照
<input checked="" type="checkbox"/> (211)	1	C:\ODF\PFDATA\ref211ODF.TXT	参照
<input type="checkbox"/> (221)	1		参照
<input checked="" type="checkbox"/> (310)	1	C:\ODF\PFDATA\ref310ODF.TXT	参照
<input type="checkbox"/> (311)	1		参照
<input type="checkbox"/> (321)	1		参照
<input type="checkbox"/> (331)	1		参照
<input type="checkbox"/> (411)	1		参照
<input type="checkbox"/> (511)	1		参照

$\alpha \max = 75$ $\Delta \alpha = 5$ $\Delta \beta = 5$

β 角のタイプ ☒ $\beta = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 350^\circ, 355^\circ$
☐ $\beta = 25^\circ, 75^\circ, 125^\circ, \dots, 357.5^\circ$

集合組織変換

☒ しない ☐ RD極点図 → ND-ODF ☐ TD極点図 → ND-ODF

Standard ODF
for Windows XP/Me/2000/98SE/98/NT4.0/95 Ver.2.3 解析法について

結晶方位分布関数

展開次数 22

ゼロ密度領域のしきい値 0.3

表示断面 ☐ Phi1断面 ☒ Phi2断面

再計算極点図

1 100 2 110
3 211 4 310

1/4極点図 ☐ 偶数項 ☐ 奇数項

0% 100%

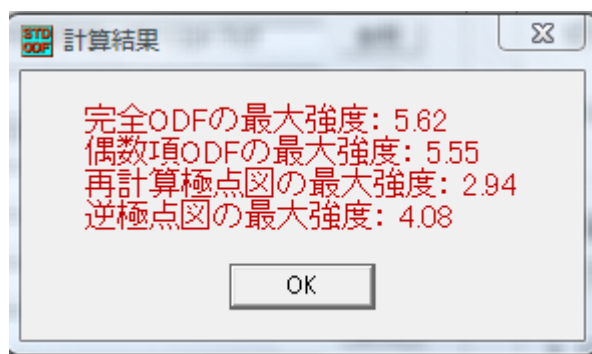
実行(G) 終了(E)

S t a n d r a d O D Fでは指定出来る極点図は極点図の中心(0. 0度)から測定されていること
指定する極点図の範囲が同一であること

測定間隔は5. 0度であること の条件があります。

実行すると、計算結果が表示されます。

計算した結果はS t a n d r a d O D Fがインストールされているディレクトリに記録されます



ODFPLOTによるODF図

ODF/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

ODF

☐ Phi1 Section
☒ Phi2 Section

Contour

☒ Color Line
☐ Black Line

Levels

Number Interval

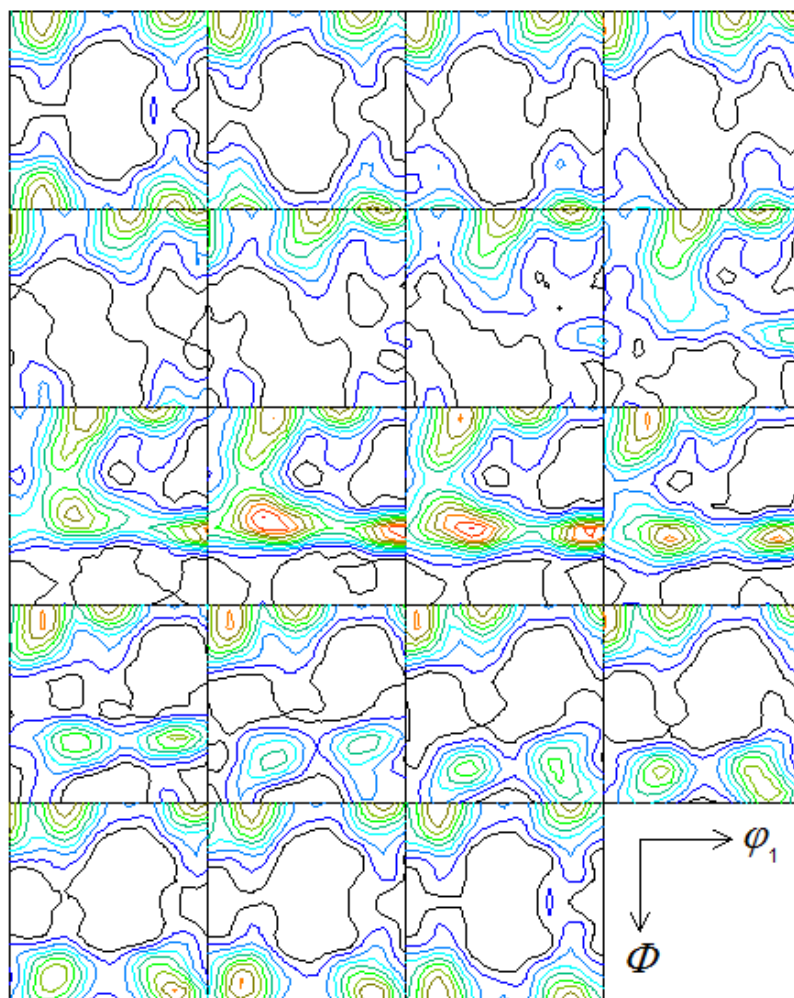
Level 1 Level 2 Level 3 Level 4 Level 5
Level 6 Level 7 Level 8 Level 9 Level 10
Level 11 Level 12 Level 13 Level 14 Level 15

Figure

☒ Normal Drawing ☐ Fine Drawing

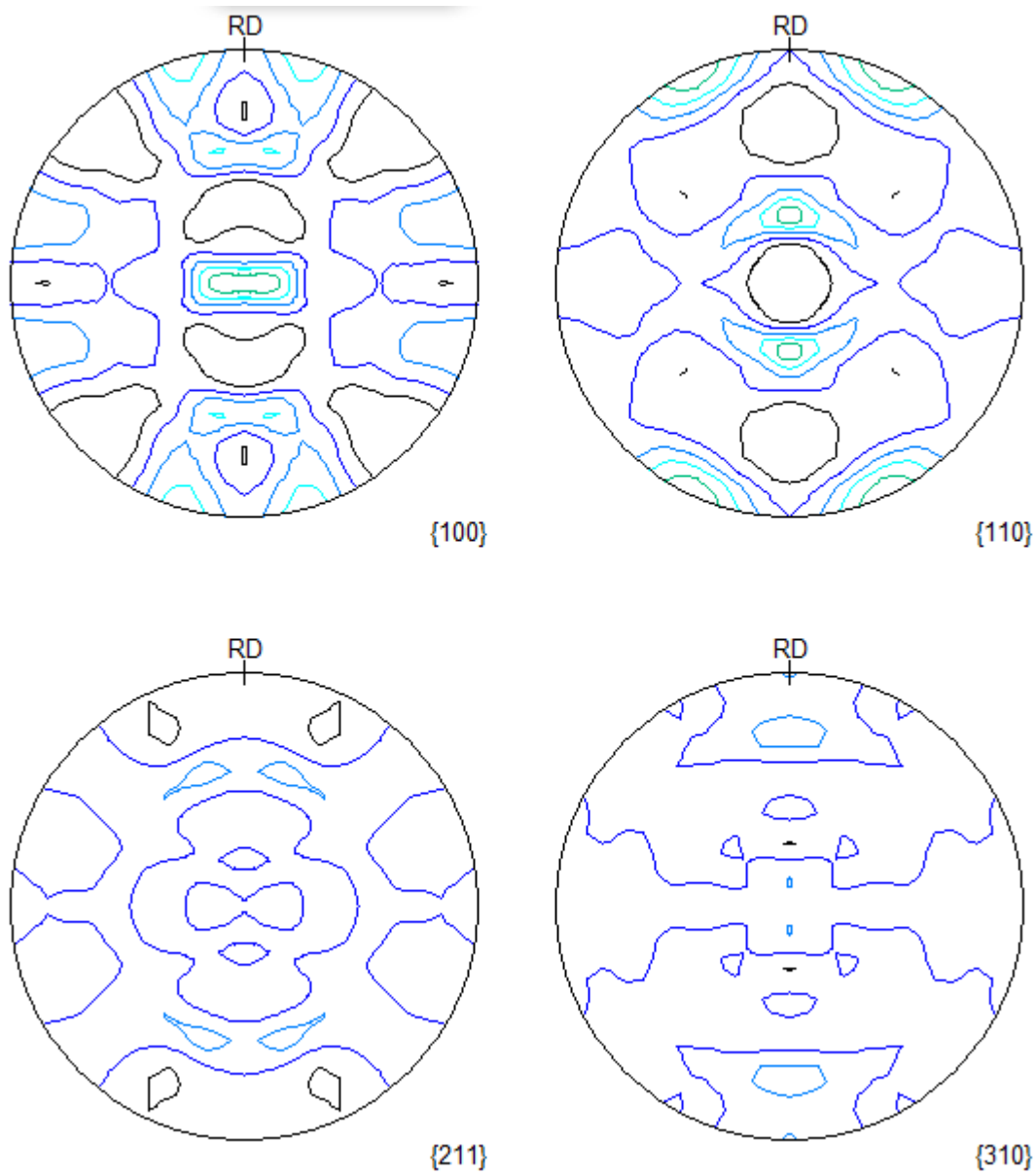
OK

Cancel

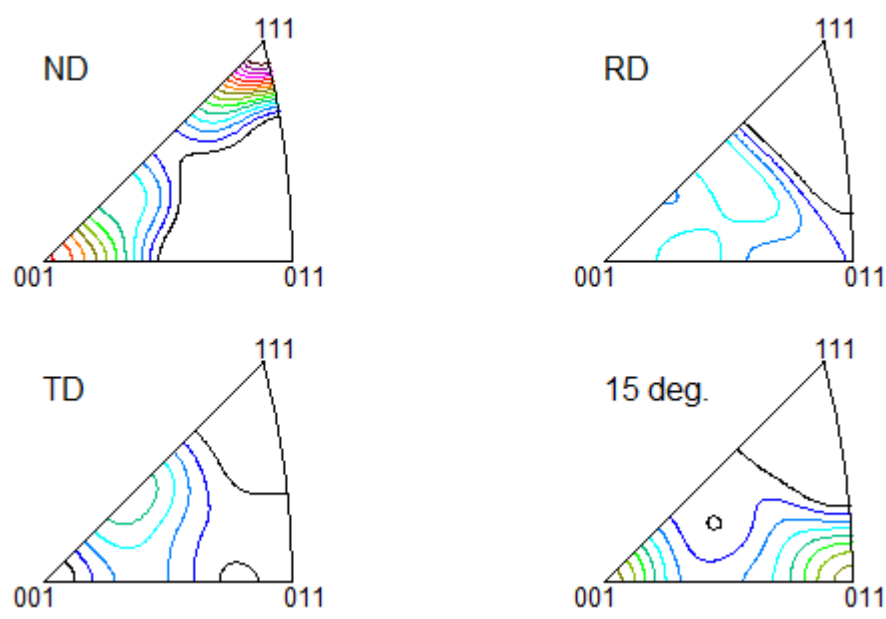


Contour Levels: 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 3.5 4.0 4.5 5.0 5.5

再計算極点图

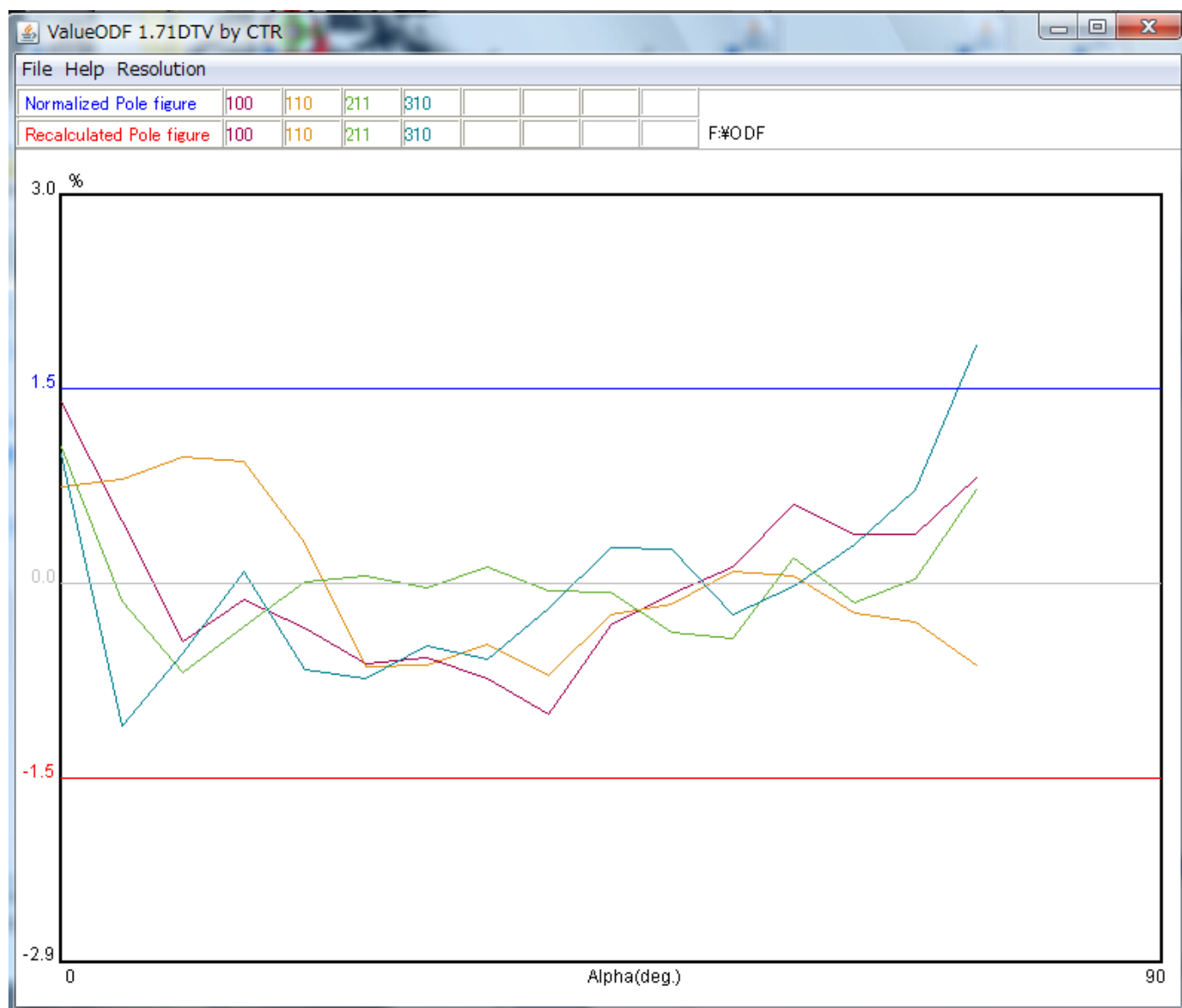


逆極点图



ValueODFによるODF計算前後の極点図比較

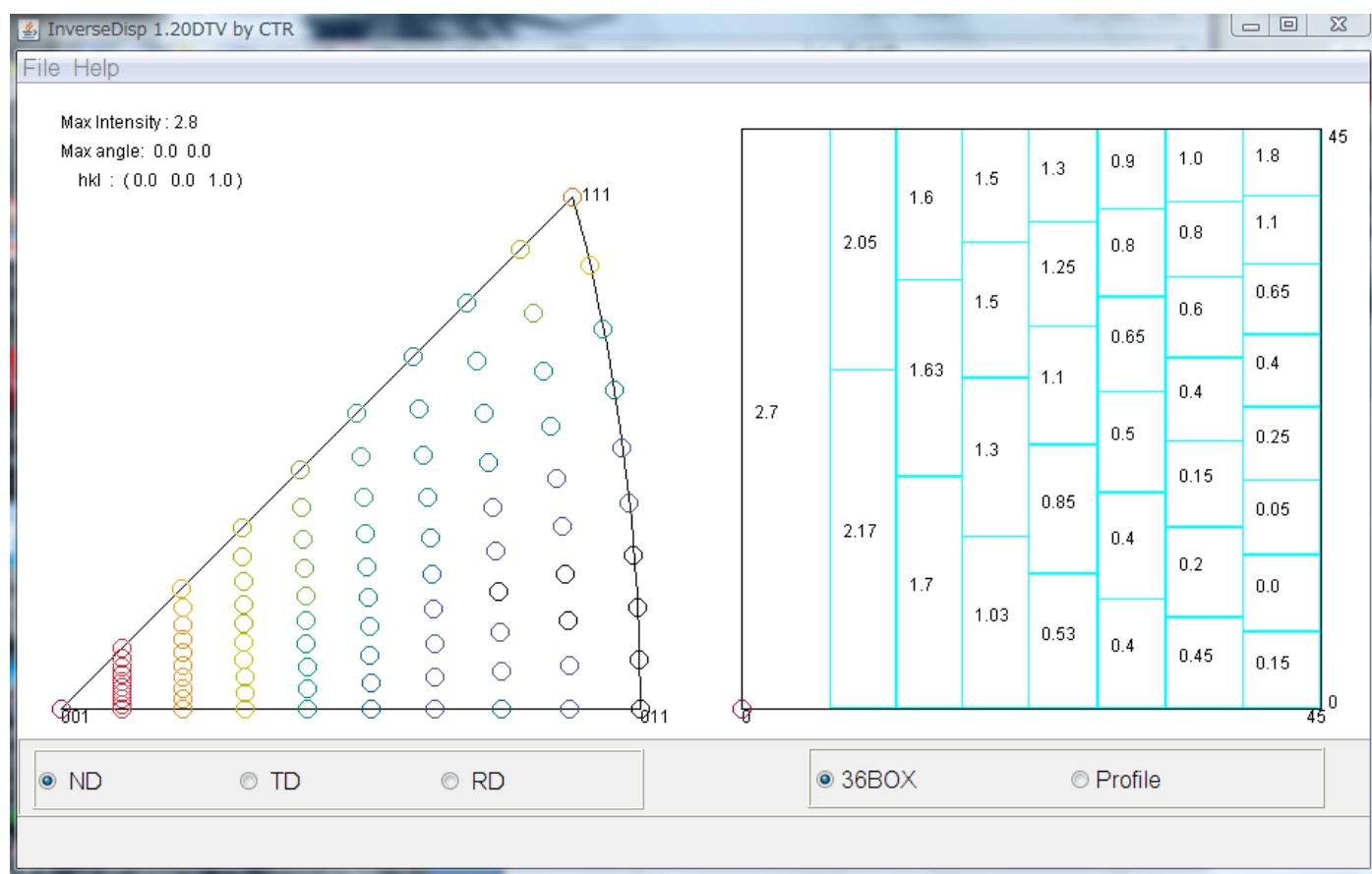
指定するディレクトリは、StandardODFがインストールされているディレクトリ



若干 {3 1 0} の入力極点図の外側周辺強度が高いようである。

InverseDispによる逆極点評価

StandardODFがインストールされているディレクトリのOUTPUT2.txtファイルを選択する。



NDは(0 0 1)が最大強度であることが分かります。

本ソフトウェアはこの逆極点の結果をプロファイルでファイルデータベースとして登録出来ます。

Clusterソフトウェアと連携することで、結晶方位の検索シテクムが可能

StandardODFの結果から結晶方位を求める

ODF $\phi 2 = 45$ 度に最大強度がありそうである。

この $\phi 1$ 、 Φ 角度を調べる。

StandardODFがインストールされているディレクトリのOUTPUT3.txtをメモ帳で読み込み最大強度位置のEuler角度を調べる。

45.0	1.8	2.0	2.7	3.7	4.6	5.0	4.4	3.5	3.1	3.1	2.6	1.8	1.5	1.1	0.6	0.4	0.4	0.1	-0.2
50.0	2.7	2.8	3.2	4.2	5.1	5.6	5.2	4.6	4.4	4.1	3.5	2.8	2.5	2.3	2.0	2.0	2.2	2.2	2.1
55.0	3.2	3.2	3.5	4.0	4.6	4.8	4.9	4.9	4.6	4.0	3.5	3.2	3.2	3.2	3.6	4.2	4.7	5.0	5.1
60.0	2.7	2.7	2.8	2.8	2.7	2.7	2.9	3.2	3.0	2.3	2.0	2.0	2.1	2.3	3.1	4.1	4.7	5.0	5.1
65.0	1.8	1.8	1.7	1.8	2.0	2.7	2.7	2.0	2.0	2.5	2.4	2.5	2.5	2.0	1.2	0.8	0.8	0.8	0.8

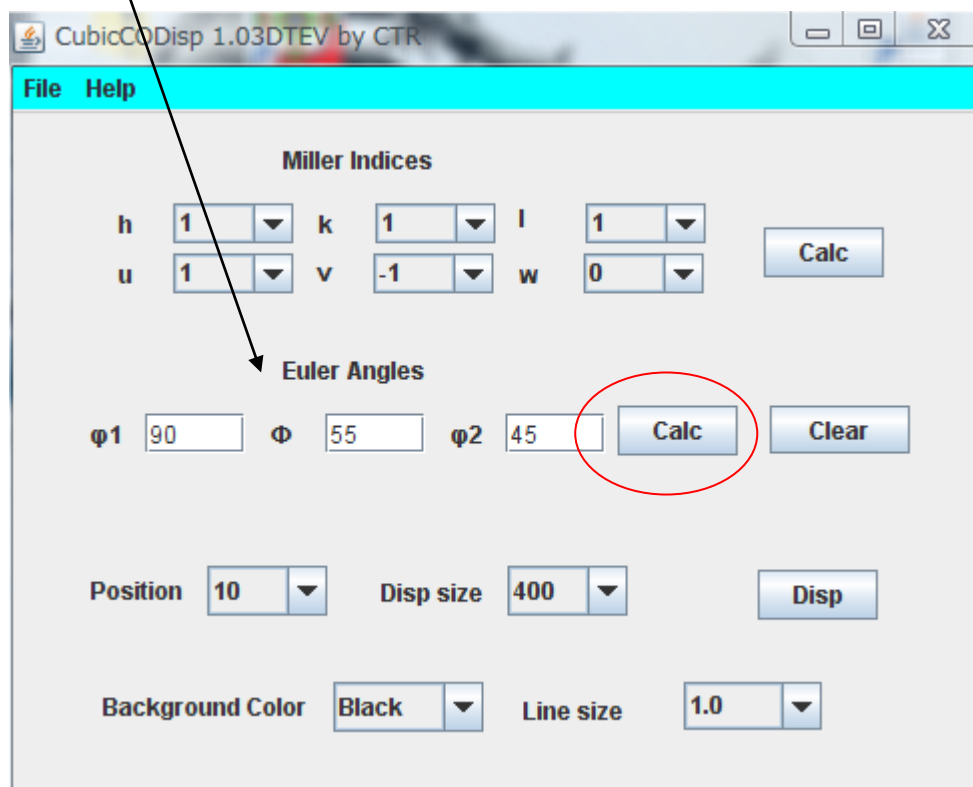
$\phi 1 = 90.0$ 度

$\Phi = 55.0$ 度

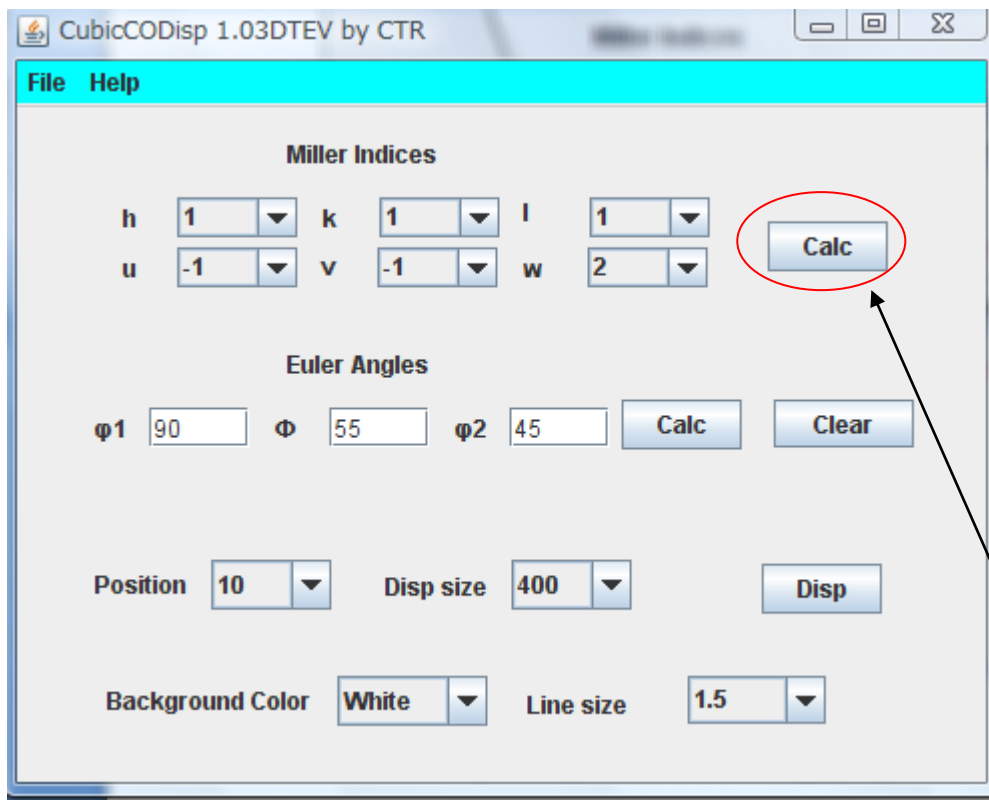
$\phi 2 = 45.0$ 度

このEuler角度から結晶方位を求める。

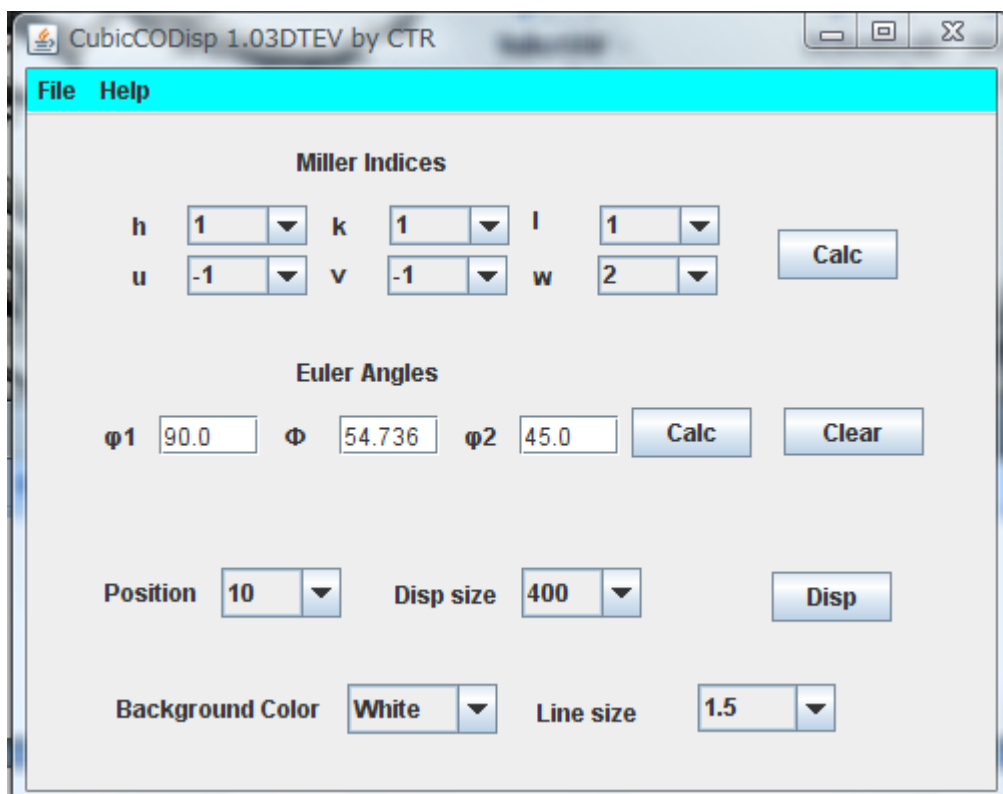
CubicCODispアプリケーション



Calcで $\{111\} \langle -1-12 \rangle$ を得る。



さらにこの $\{111\} \langle -1-12 \rangle$ の結晶方位の正確な Euler 角度を得る。Calc



さらに結晶方位図をDispで描画

詳しくはCubicCODispの説明書を参照してください。

