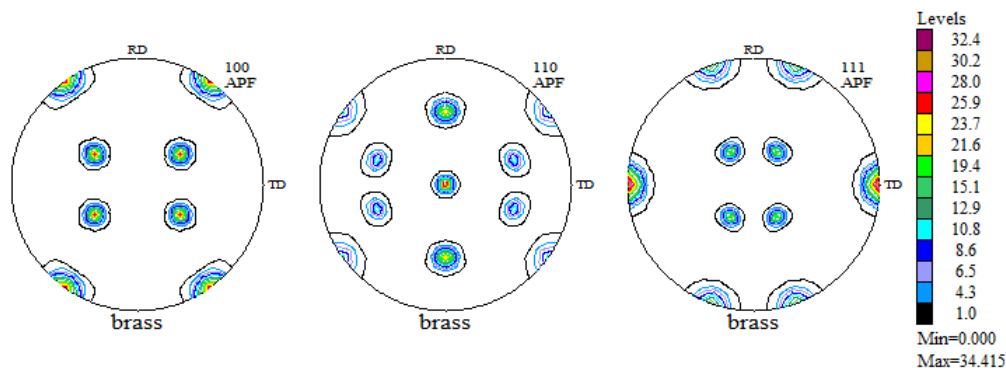


テストデータによる

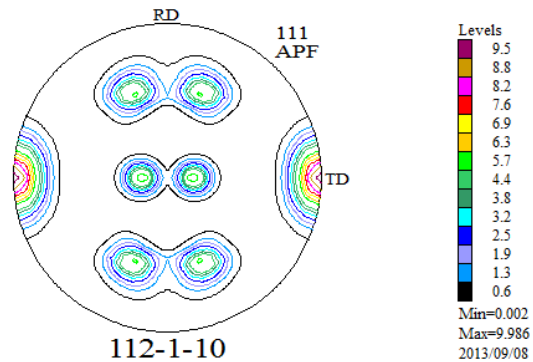
## 極点図解析、ODF解析、Volume Fraction解析の評価

ODF 評価で使用したデータはLaboTexのシミュレーション機能を使って

Brass  $\{111\} \langle 1-12 \rangle$ の半価幅 20deg、VF100%  $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$  極点図



異常データ作成の為に極点図にCopper  $\{112\} \langle 1-10 \rangle$ の  $\{111\}$  極点図を作成



Brassの  $\{111\}$  にCopperの  $\{111\}$  極点図を足し合わせた疑似  $\{111\}$  極点図を作成して異常極点図を作成、正常ODF解析と異常ODF解析でErrorを評価

2013年09月05日

HelperTex Office

## 概要

極点図解析では、測定データ、極点解析、ODF解析、VolumeFraction解析のデータ評価は重要であるが、従来この解析結果の評価が行われなく、一方的に結果が表示されている。今回、CompareODFソフトウェアを作成し、解析結果評価のToolが揃ったので、各解析結果の評価法を以下に紹介する。

### 測定データ評価

ODFPoleFigure2ソフトウェアによるバックグラウンド評価

### ODF解析結果評価

ODF解析時のError評価

ValueODFソフトウェアによる入力極点図と再計算極点図比較

### VolumeFraction結果評価

VolumeFraction時のError評価

CompareODFソフトウェアによるODF図の比較

## 結果

ODFを解析した時、入力極点図に矛盾があると、ODF解析後の再計算極点図と入力極点図に違いが発生する。この時のErrorを見逃さない。

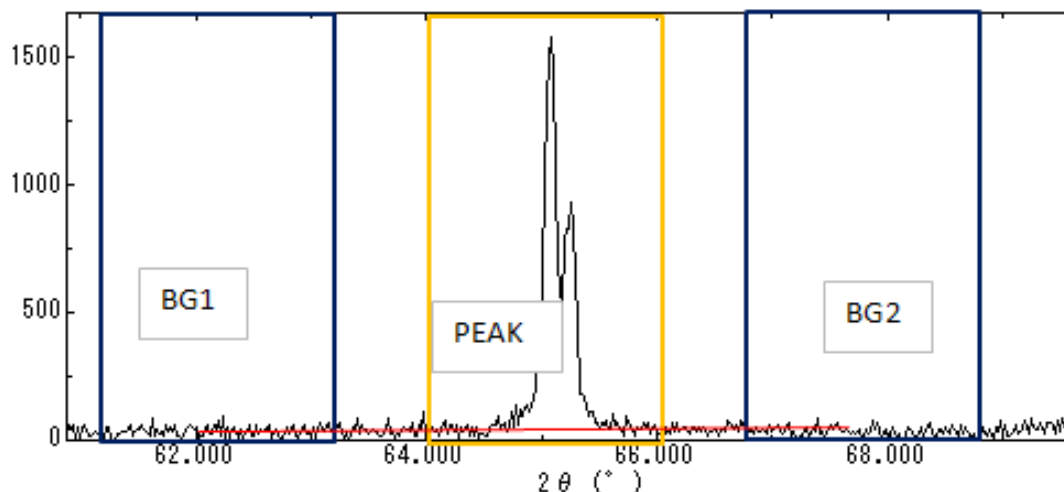
ODF解析では、矛盾がないように解析されるので、ODF解析後ではデータErrorがハッキリしなくなる。

## 測定データ評価法

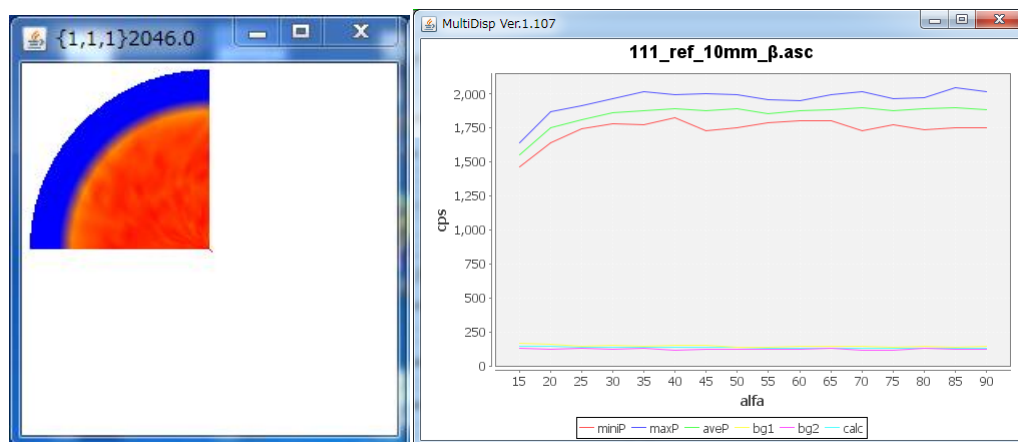
### random試料

random試料は光学系の強度補正に重要な要素である。この測定結果はODF解析時のErrorに大きく影響する為、十分な評価が必要です。Cu管球を用いた場合、ピーク強度測定 $2\theta$ 角度に対しバックグラウンド測定角度は $\pm 3$ 度離れた角度で測定したい。Mo管球を使うとピークに対し低角度、高角度の2点測定が難しくなるので、1点測定で行う事もある。

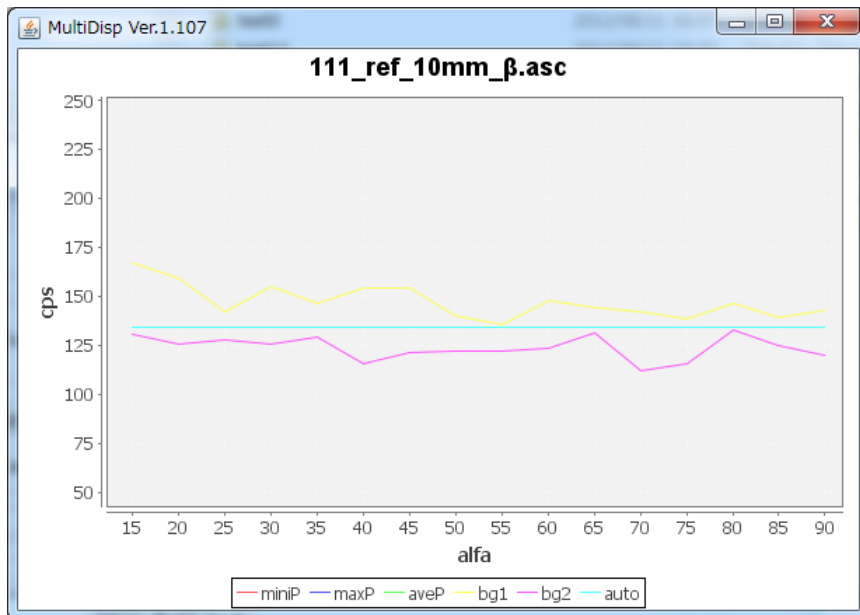
強度 (cps)



SmartLabでアルミニウム {111} のrandom測定をCu管球、Mo管球で測定した例を示す  
Cu管球、受光スリット10mm

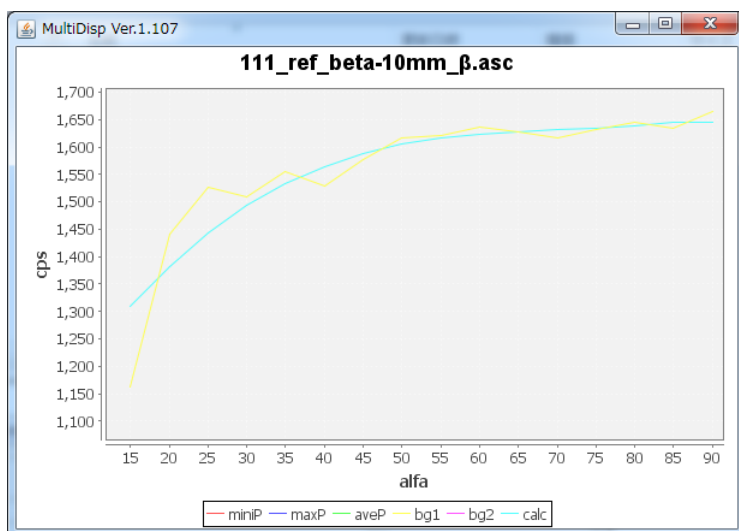
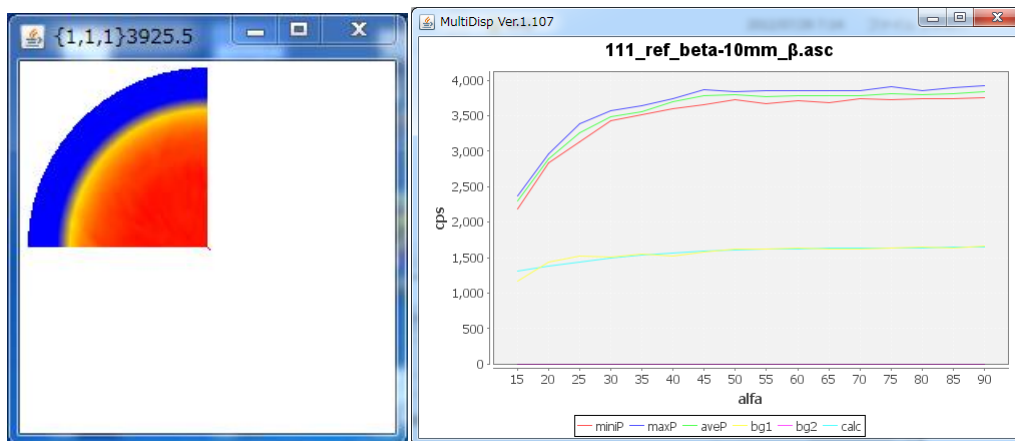


低角度側バックグラウンドが黄色、高角度側バックグラウンドが紫色、双方の平均値でバックグラウンドを決めるが、変動を軽減させるために関数近似法が水色である。極点図の中心付近で強度が上がり気味であり、不自然であるため、予め用意してあるバックグラウンドを使う。



測定データを評価し、最適値を使って補正を行う。

M<sub>o</sub>管球の場合



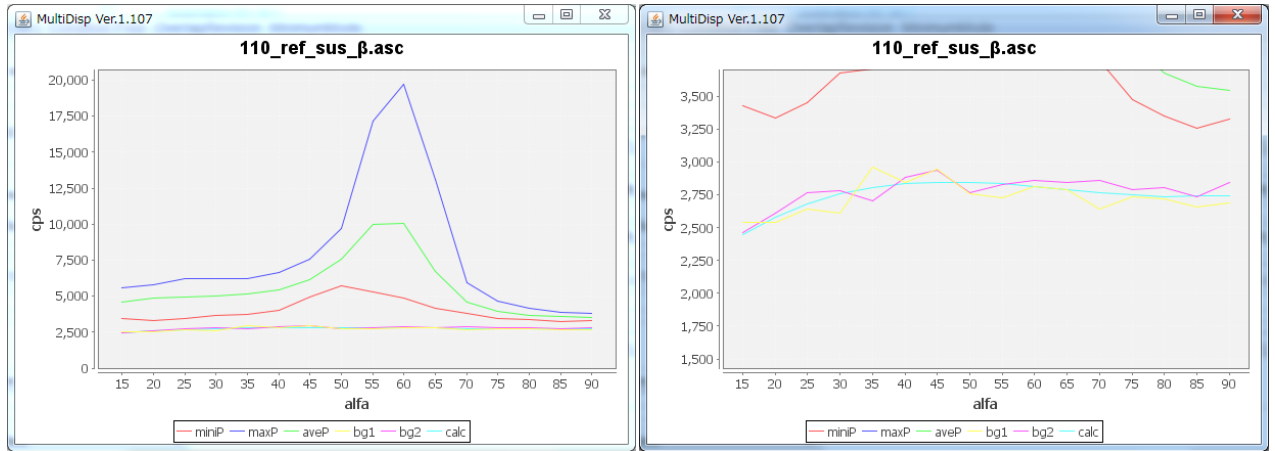
バックグラウンド測定は低角度が1点である。極点図の外側付近で大きく強度が低下しているので関数近似法のバックグラウンドを使って補正する。

バックグラウンド曲線は、測定値、直線、内部バックグラウンド曲線、関数近似法などから各極点図に符合する方法で補正を行う。特にデコボコに注意しましょう。

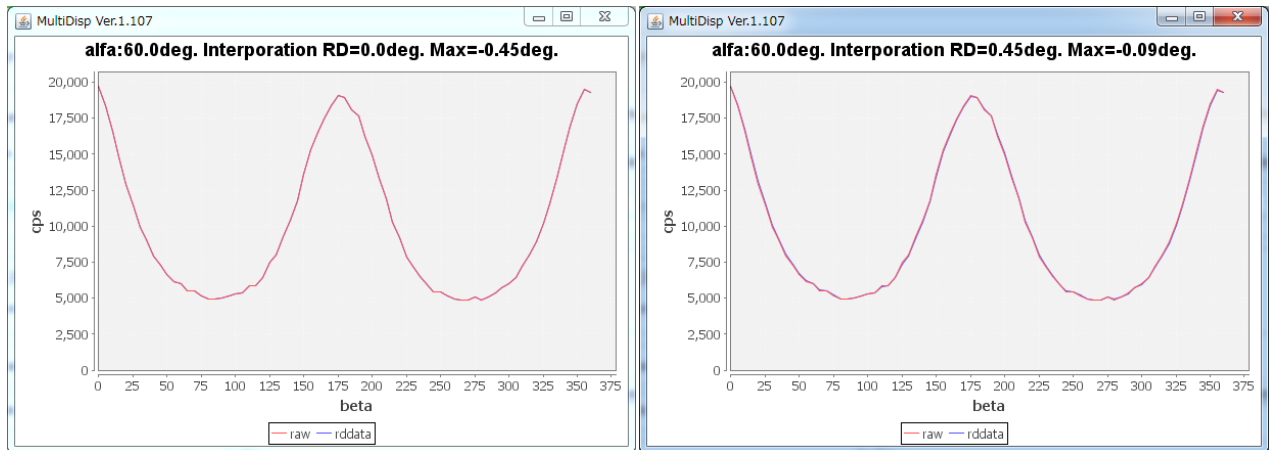
## 測定データ

### C<sub>o</sub>管球を用いたSUSの測定 {110} 極点図

バックグラウンドは関数近似に良く一致する。



試料の取り付け具合などで極点図が $\beta$ 方向にずれている場合、補正量を決める 以下は0.45度



測定データに対し、バックグラウンドが正確に測定されているか、変動が大きくないか確認し、適切な補正方法を決める。

R D補正はODFで対称操作を行う場合、大きな問題になるので、試料の取り付けは重要である。極点図が回転されて測定されていたら、R D補正量を正確に計算する。

## 極点図データ処理

バックグラウンド補正、RD補正、平滑化、吸収補正、*d e f o c u s*補正を行うのが、極点図データ処理である。測定データに対し各種補正を行う事になるが、補正量にはE r r o rが含まれる。

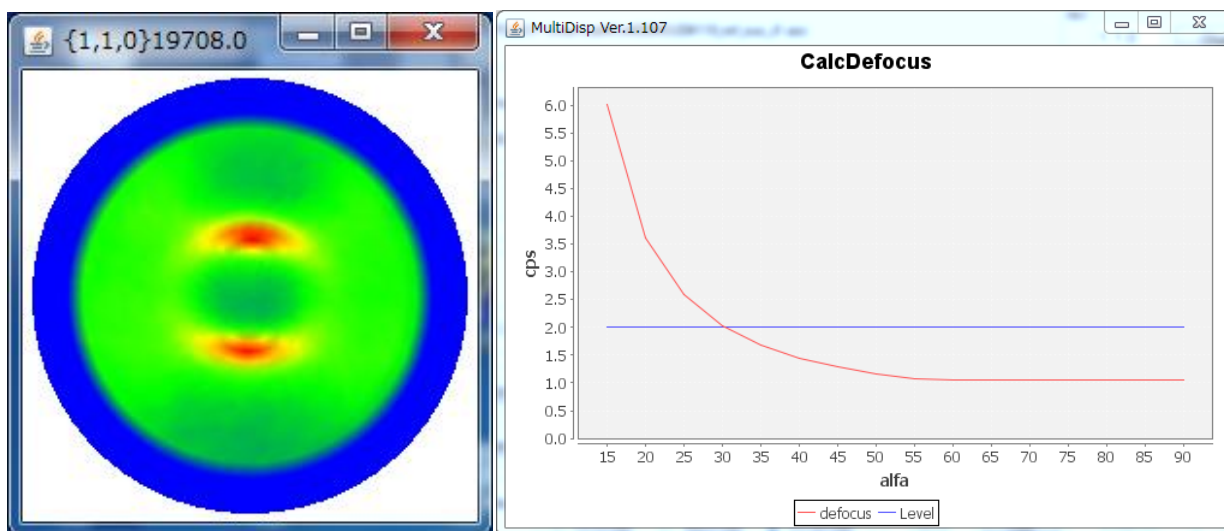
大きな補正を行った極点図の領域はODF解析時外したほうが良い結果に繋がる。

バックグラウンド補正とRD補正は測定データで説明したので、吸収補正と*d e f o c u s*補正、平滑化の説明を行う。反射極点図では、吸収の影響は*d e f o c u s*とダブっている。試料と同じ材料を用いた*r a n d o m*測定に、吸収の効果が*d e f o u s*として測定されているので、極端に材料が薄くなければ吸収補正は行わない。

結晶粒径が粗い場合、極点図がデコボコするが、本来このデコボコは、 $\gamma$ 揺動を行い、デコボコに成らない様に測定しなければならない。結果としてデコボコの場合、平滑化を行うが、測定データに対する平滑化の効果も評価する。

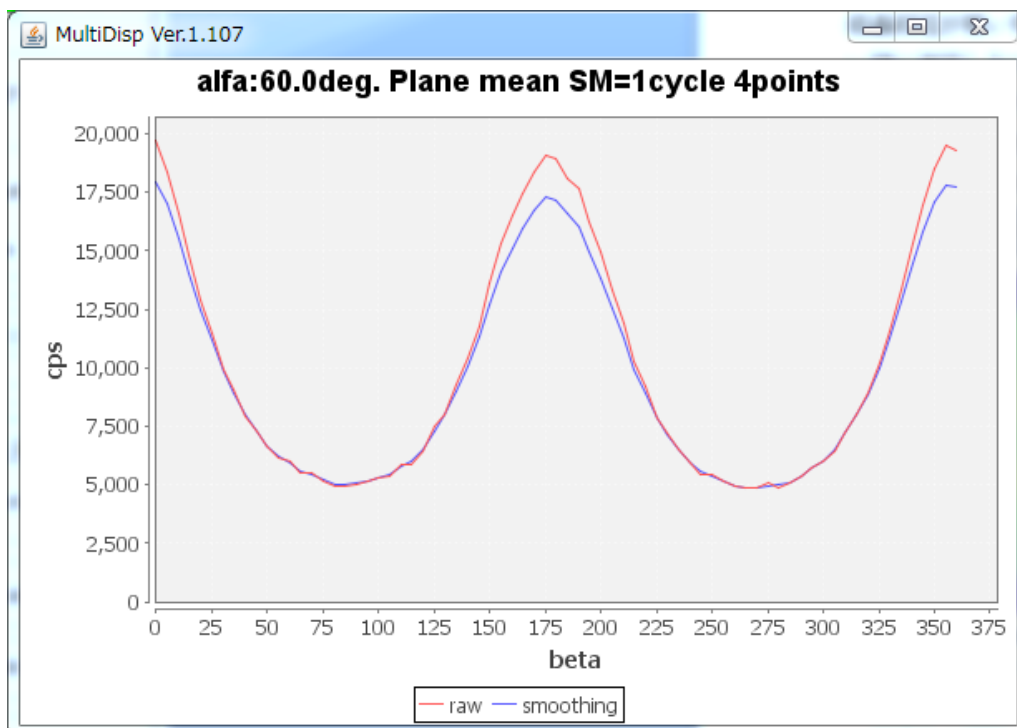
測定 $2\theta$ が低角度、測定受光スリットが狭いと*d e f o c u s*の補正量が大きくなる。

## SUSをC $\alpha$ 管球で測定



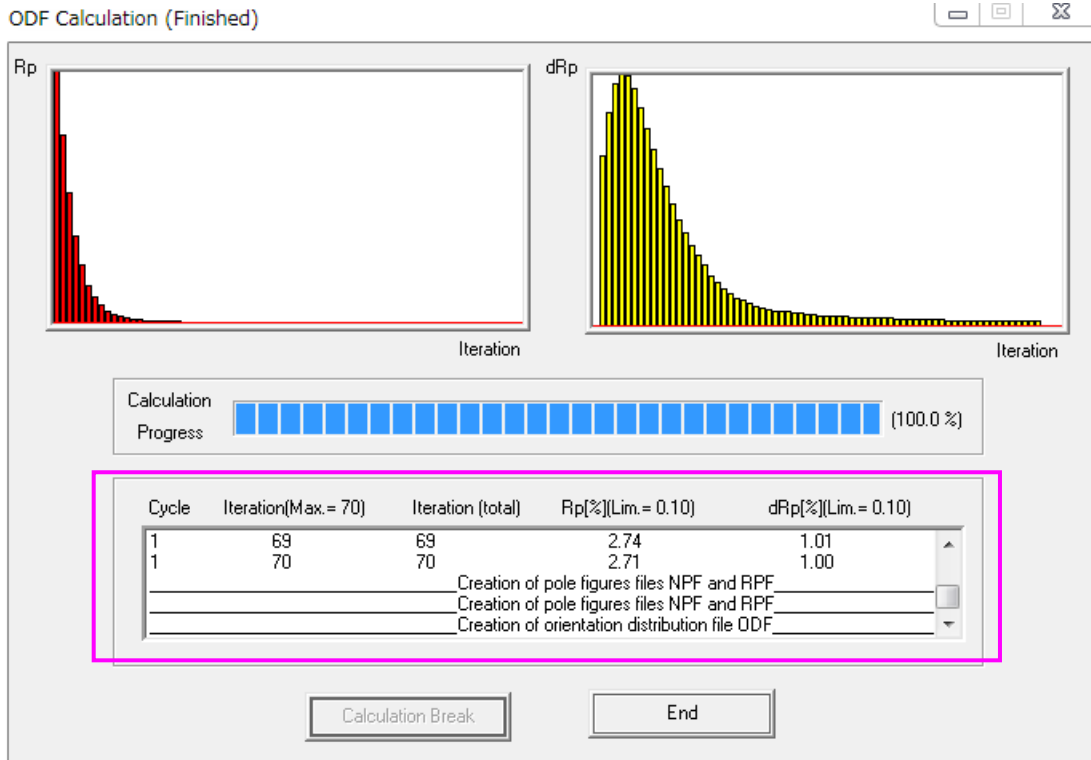
*d e f o c u s*補正量を2倍以上を使わないとした場合、 $\alpha$ は $30 \rightarrow 90$ 度に制限される。

平滑化の確認 (十分に滑らかなので平滑化は不要)

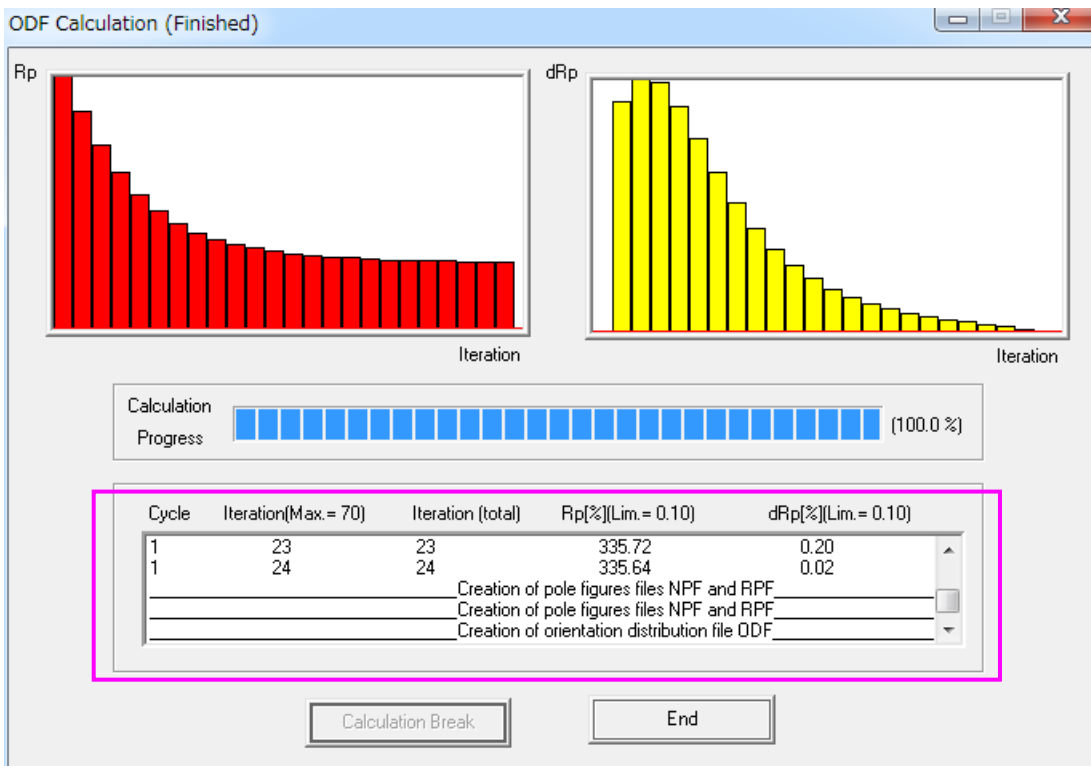


## ODF 解析評価

ODF 解析では複数の極点図から ODF 解析が行われて、解析時 E r r o r が表示される。



入力データに矛盾なく、正常に解析が出来ている。



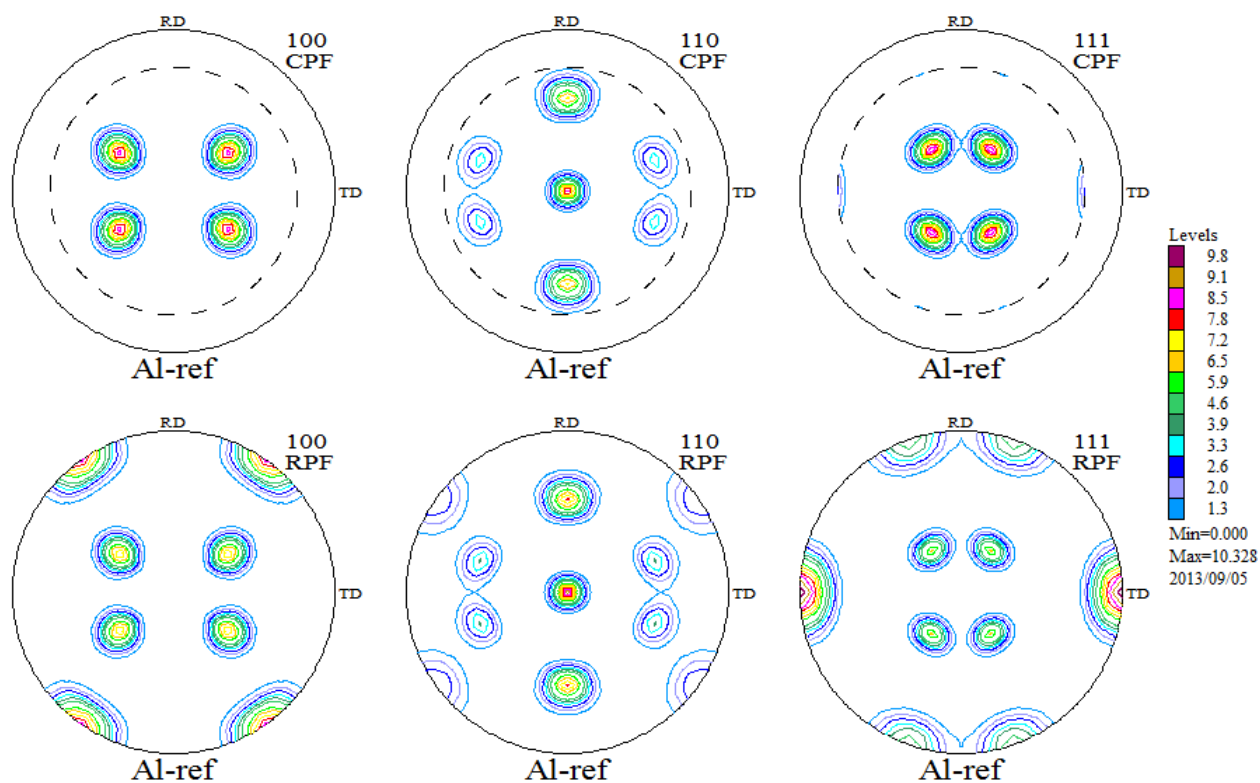
入力極点図に矛盾があると、R p %が下がらない。

矛盾：

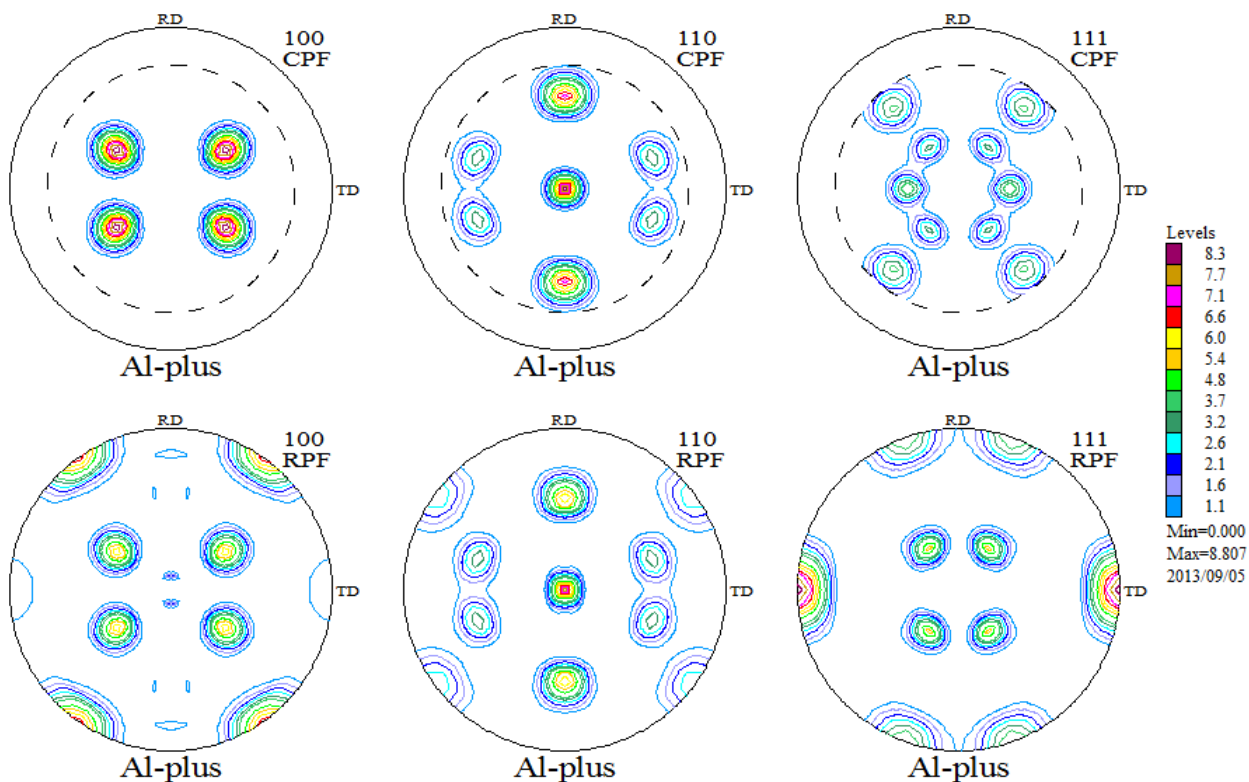
複数の極点図でも全ての極点図で同じ結晶方位を示していれば、E r r o r は小さくなるが、異なった結晶方位を示していると、E r r o r が大きくなり、解析出来ない。

無理やり解析を進めてみる。

正常に解析出来た極点図の場合入力極点図と再計算極点図を比較



正常に解析出来なかった極点図の場合入力極点図と再計算極点図を比較



{ 1 1 1 } 極点図に違いがあり、正常に解析出来ていない事が分かります。  
矛盾がない部分が抽出されて、極点図は正常に解析されたデータと一致している。



この差をODF結果を評価するValueODFで表示する。

ValueODFはODFの極点図をExportして比較する。

正常に解析された極点図比較（入力極点図と再計算極点図は良く一致している）



入力極点図に矛盾がある極点図の比較

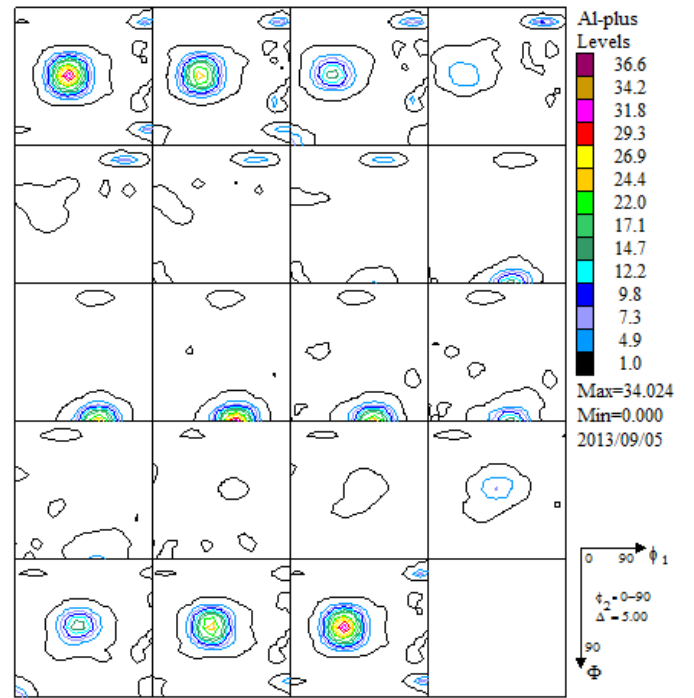
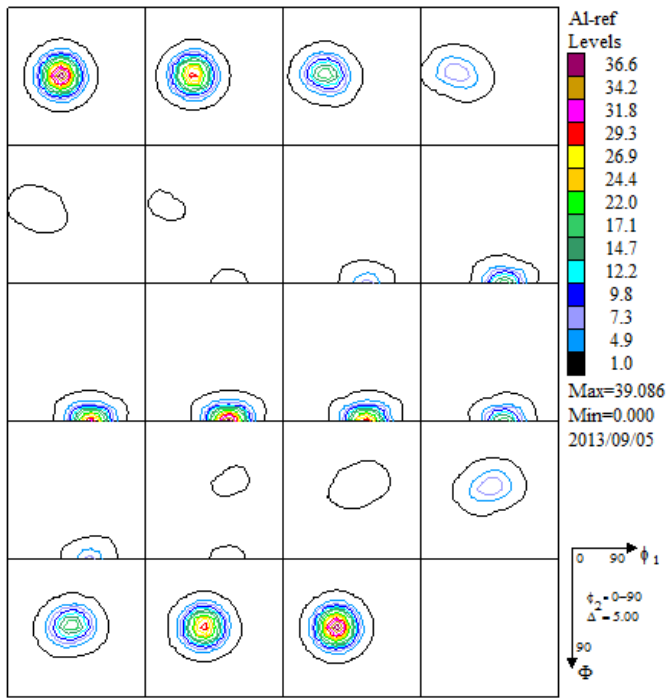


大きな乱れが認められる。{111}の違いが、{100}にも影響している。

# ODF図の比較

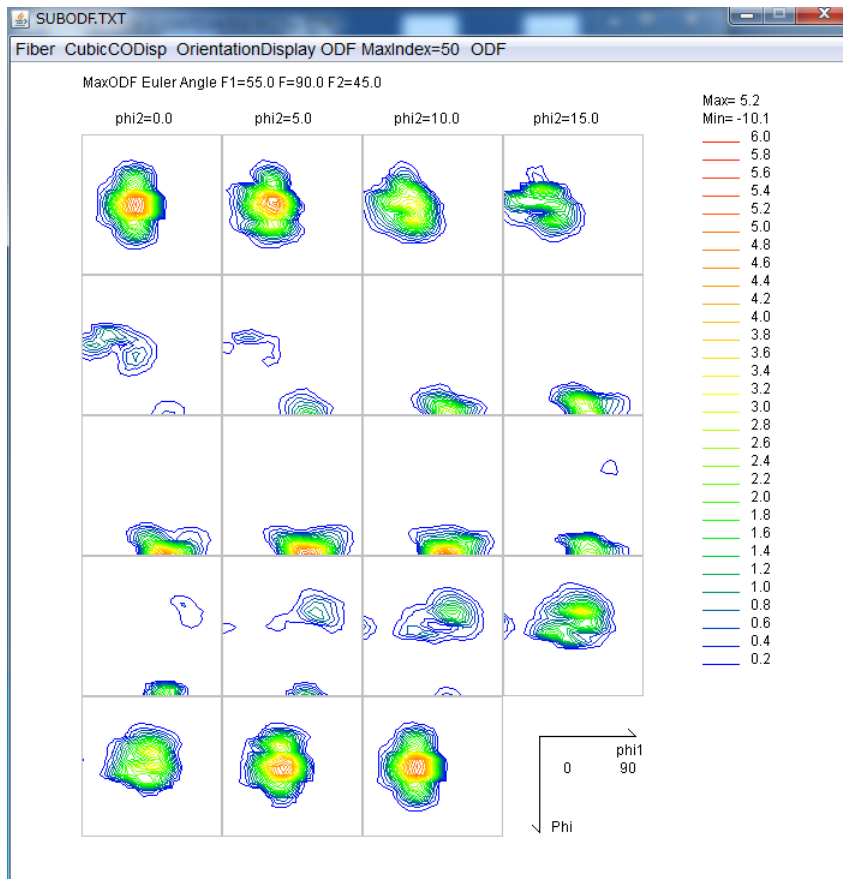
正常に解析出来た極点図の場合

入力極点図に矛盾がある場合



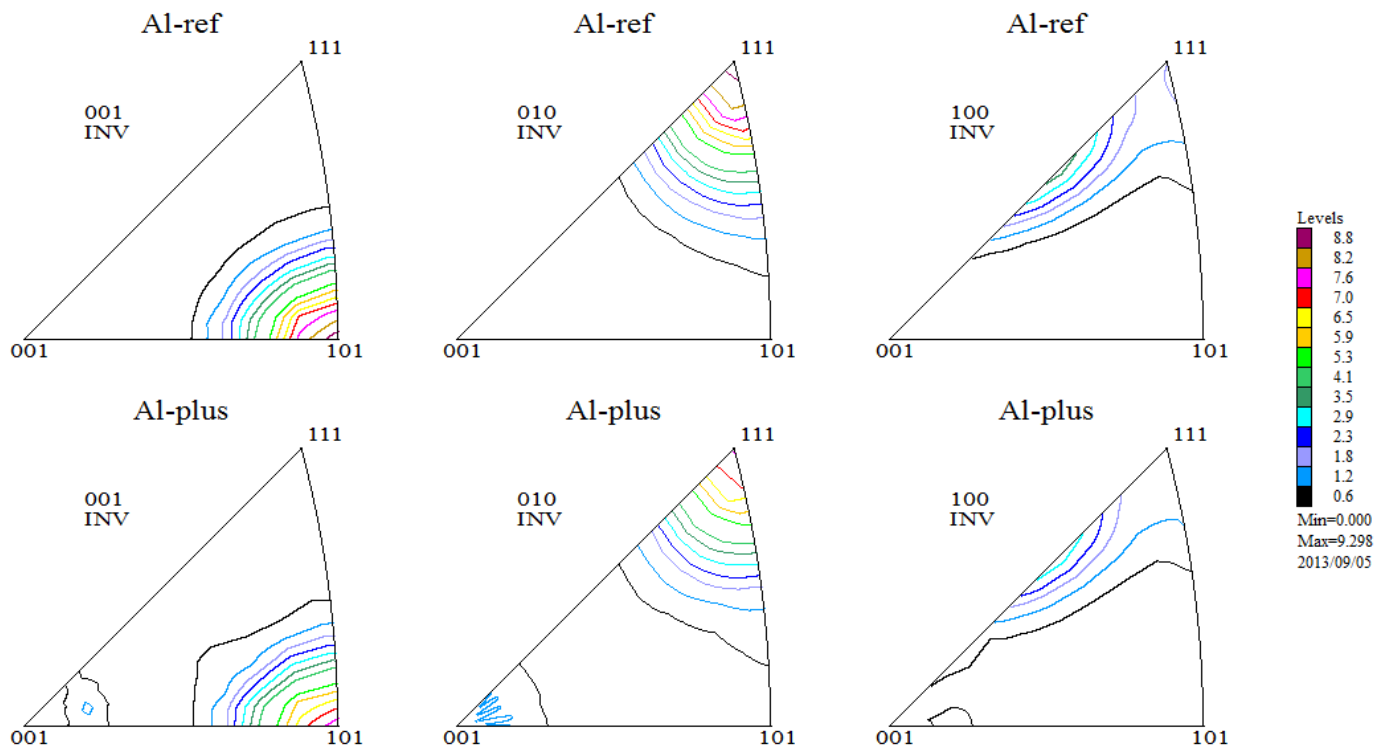
ベースの Brass 方位はどちらも計算出来ている。

このODF図の差を CompareODF ソフトエアで計算する。



Brass 方位部分に方位密度の差が出ている。(Max 39 に対し、5 程度)

逆極点図の比較 (Al-ref が正常、Al-plus が入力データに矛盾があるばあい)



b r a s s 以外の方位が認められる。

極点図に矛盾がある場合、ODF 図や逆極点にハッキリ違いが認められる。

又、入力極点図と再計算極点図では大きな差が現れる事が分かる。

TexToolsで解析

LaboTexで正常の極点図のError

```
C:\tmp\brass\work\TexTools-brass\textools100_0.pol↓  
C:\tmp\brass\work\TexTools-brass\textools110_1.pol↓  
C:\tmp\brass\work\TexTools-brass\textools111_2.pol↓
```

```
1 0 0 ↓  
1 1 0 ↓  
1 1 1 ↓
```

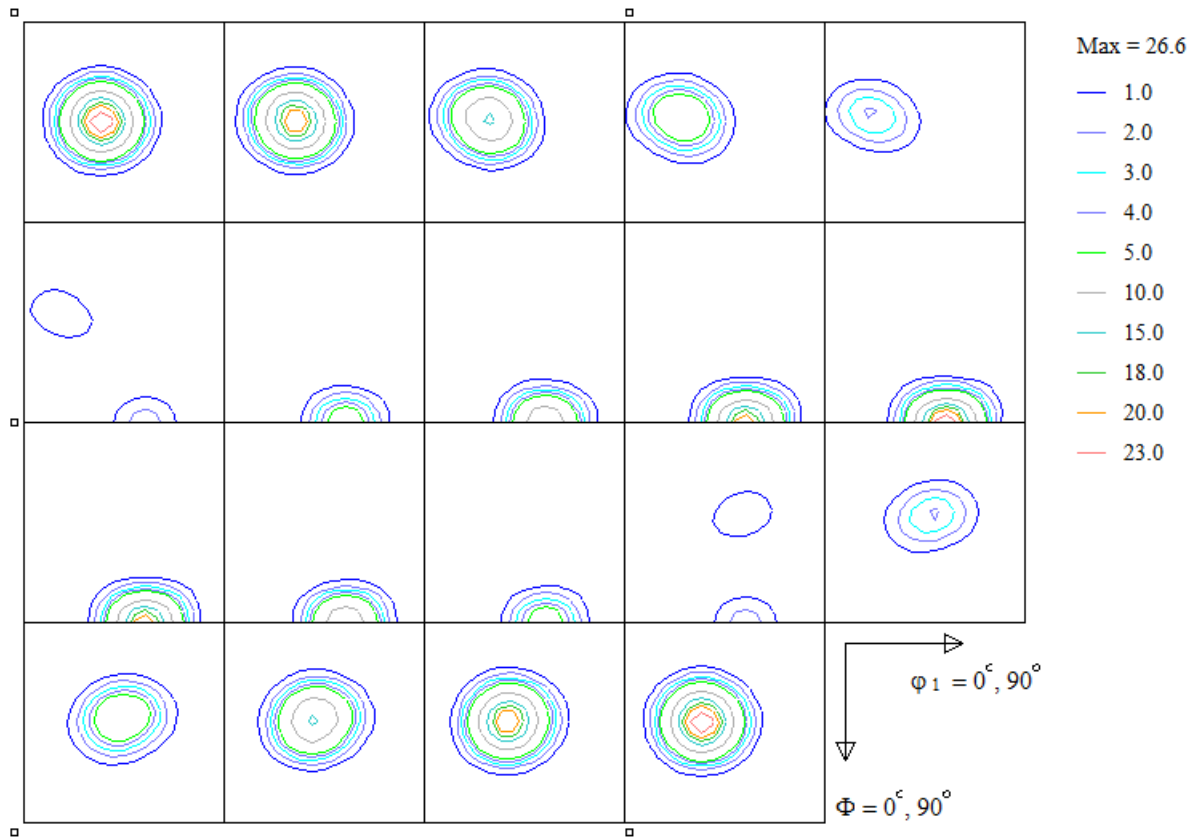
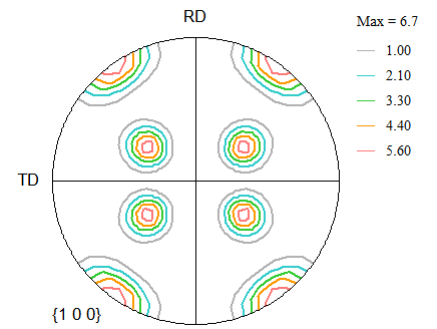
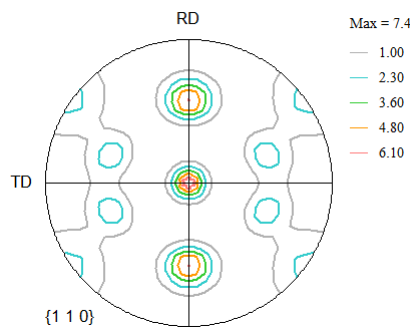
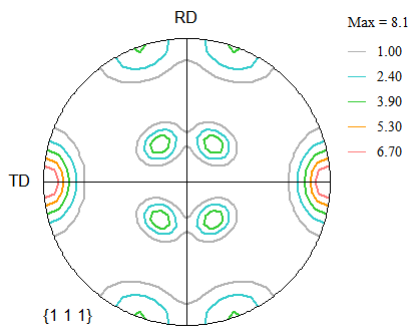
```
1↓  
5.00↓
```

```
1↓  
0↓
```

```
2↓
```

```
15 15↓
```

```
0.0100 0.1559↓
```

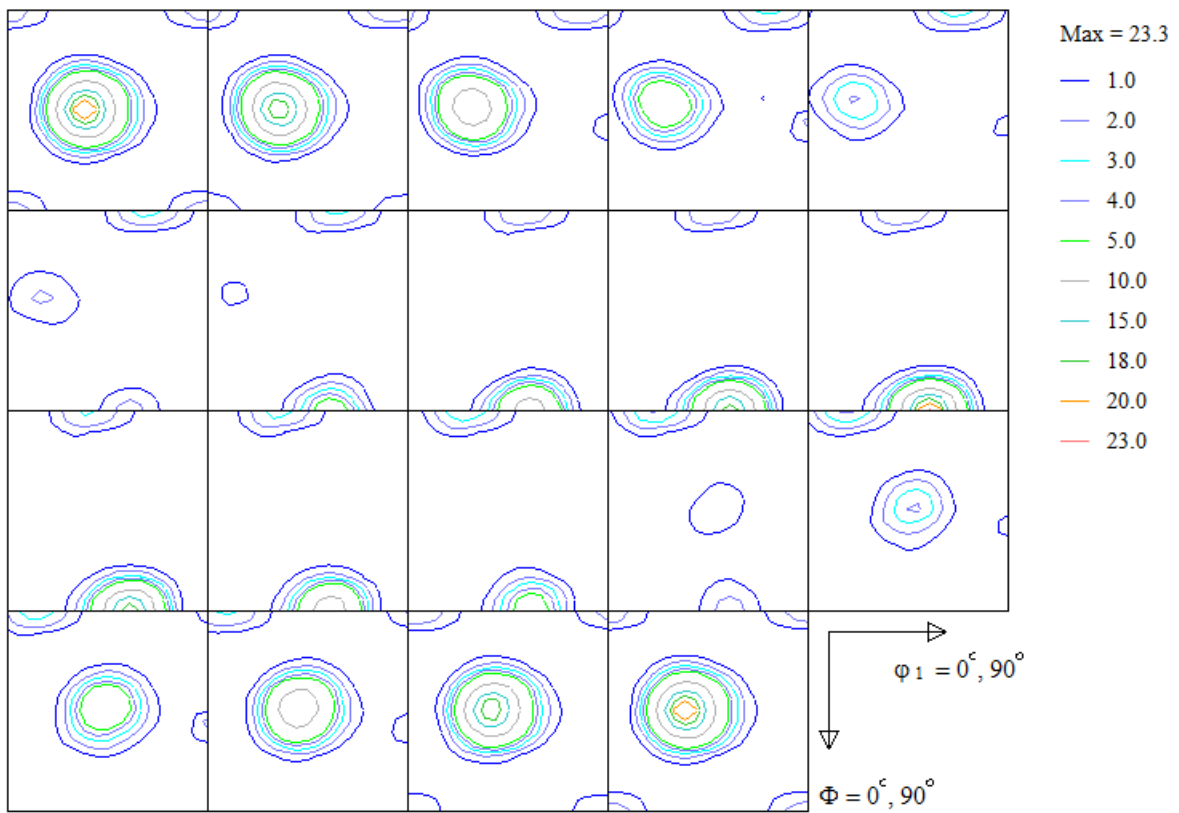
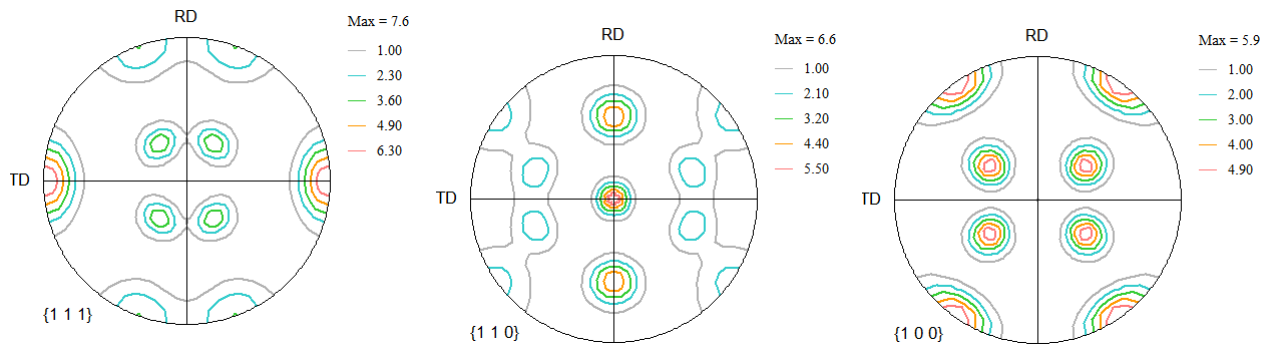


入力極点図に矛盾がある場合

```

C:\tmp\brass\work\TexTools-plus\textools100_0.pol ↓
C:\tmp\brass\work\TexTools-plus\textools110_1.pol ↓
C:\tmp\brass\work\TexTools-plus\textools111_2.pol ↓
1      0      0      ↓
1      1      0      ↓
1      1      1      ↓
1 ↓
5.00 ↓
1 ↓
0 ↓
2 ↓
15      15 ↓
0.0100  0.3302 ↓

```



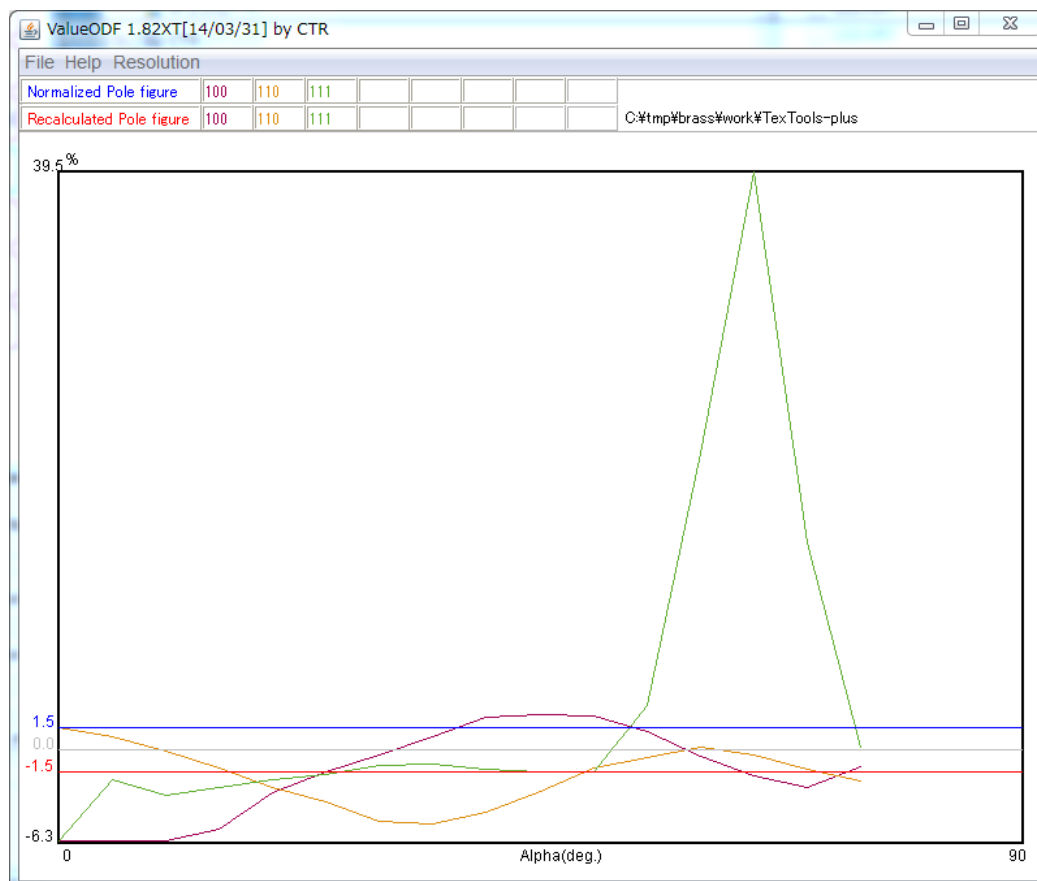
{111} 再計算極点図で、LaboTexと同じように入力極点図の矛盾点が修正されている。

この差をODF結果を評価するValueODFで表示する。

正常にODFが解析された場合、(LaboTexより一致度は悪い)



入力極点図に異常がある場合



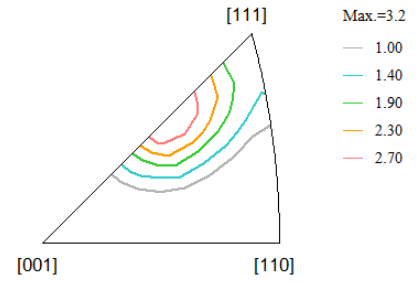
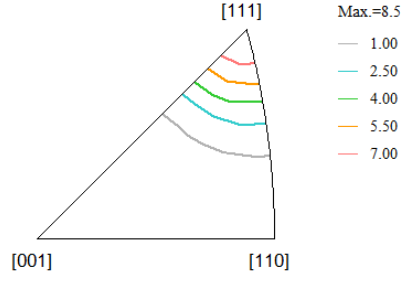
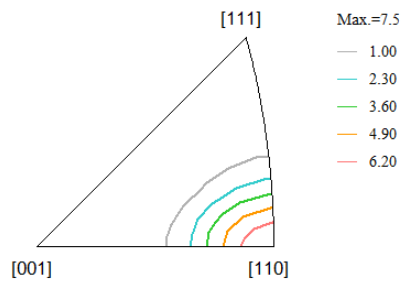
逆極点図で比較

正常な極点図の場合

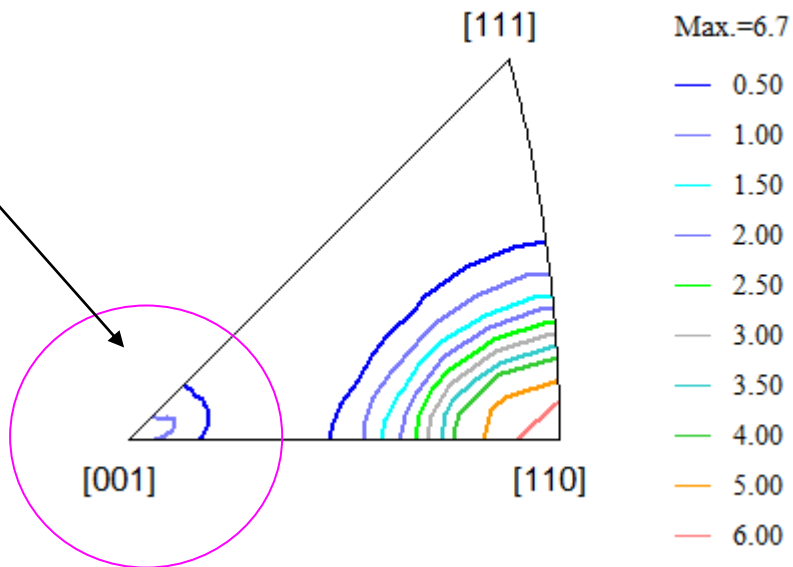
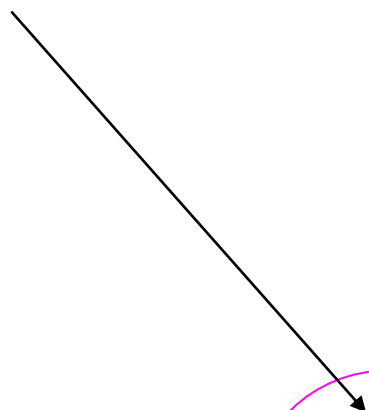
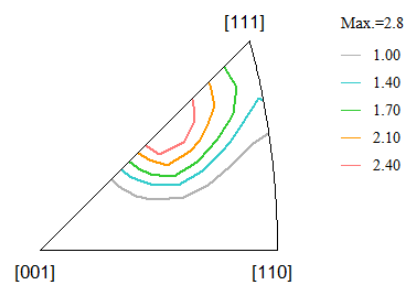
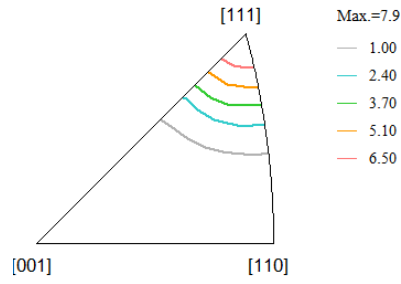
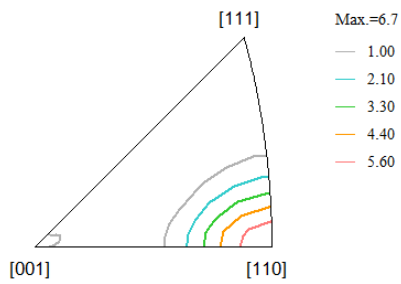
ND

TD

RD



入力極点図に矛盾がある場合



若干の違いが認められる・

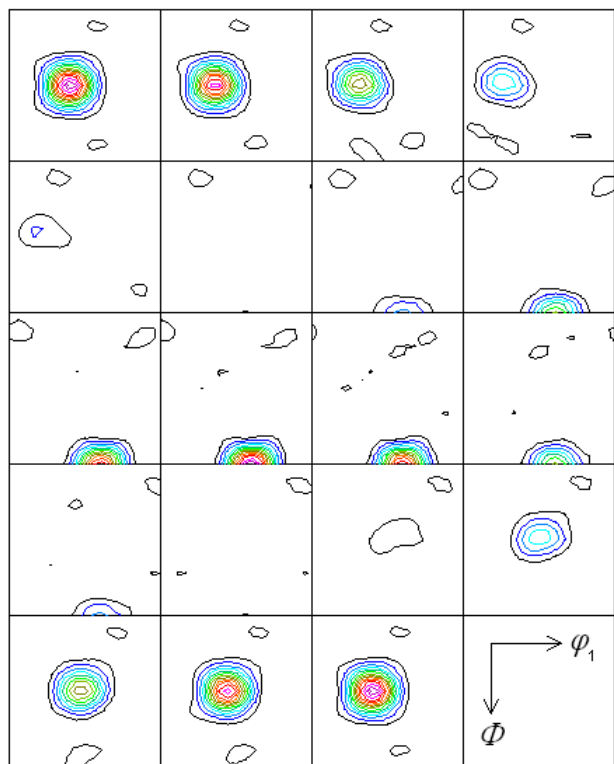
# StandardODF

OUTPUT 1. TXTデータにErrorが書き出されている。

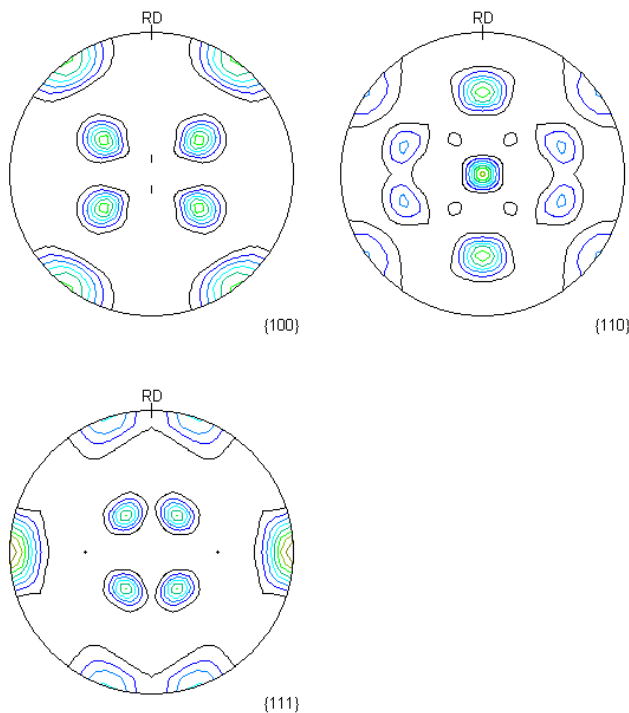
NUMBER OF ITERATION 10, DC VALUE 0.0062%↓

$\{100\}$  ERROR = 1.92%↓     $\{110\}$  ERROR = 16.64%↓     $\{111\}$  ERROR = 3.48%↓

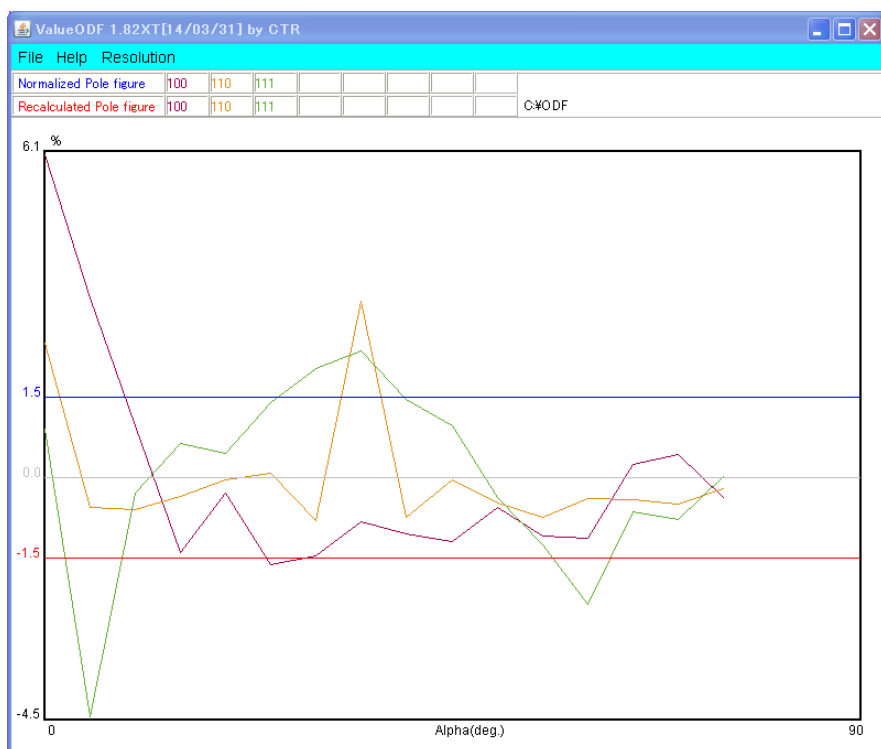
入力データは正常でODF解析も正常動作している。



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 28.0



Contour Levels: 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0



極点図の中心付近に乱れが認められるが、理由は不明



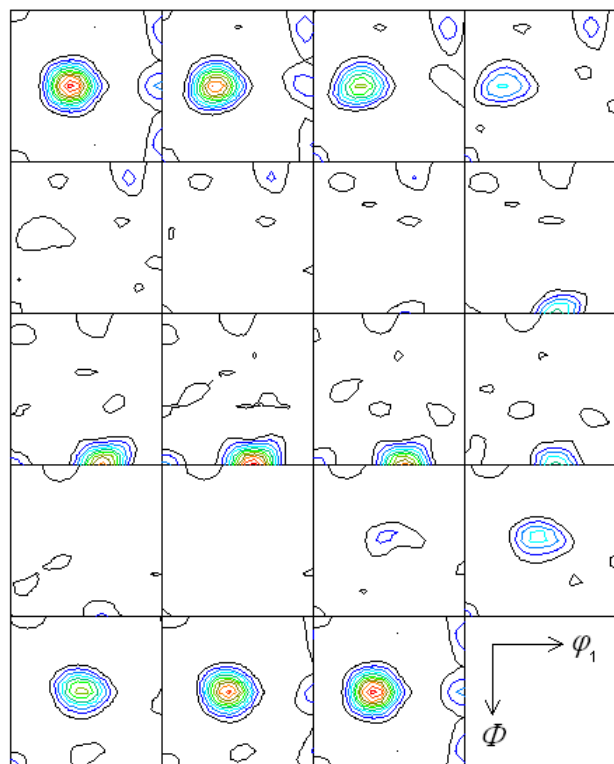
StandardODFによる入力極点図が不一致の解析

OUTPUT 1. TXTデータにErrorが書き出されている。

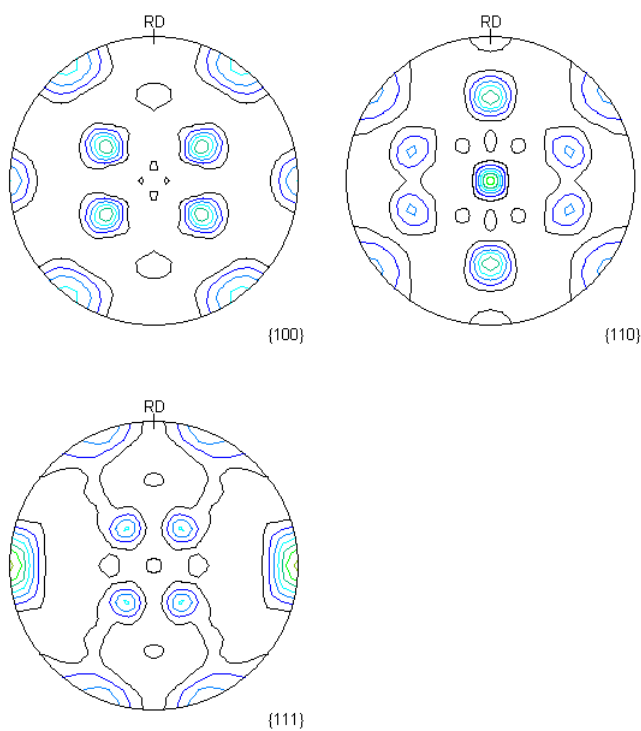
NUMBER OF ITERATION 10, DC VALUE 0.0069%↓

$(100)$  ERROR = 6.03%  $(110)$  ERROR = 19.04%  $(111)$  ERROR = 39.97%↓

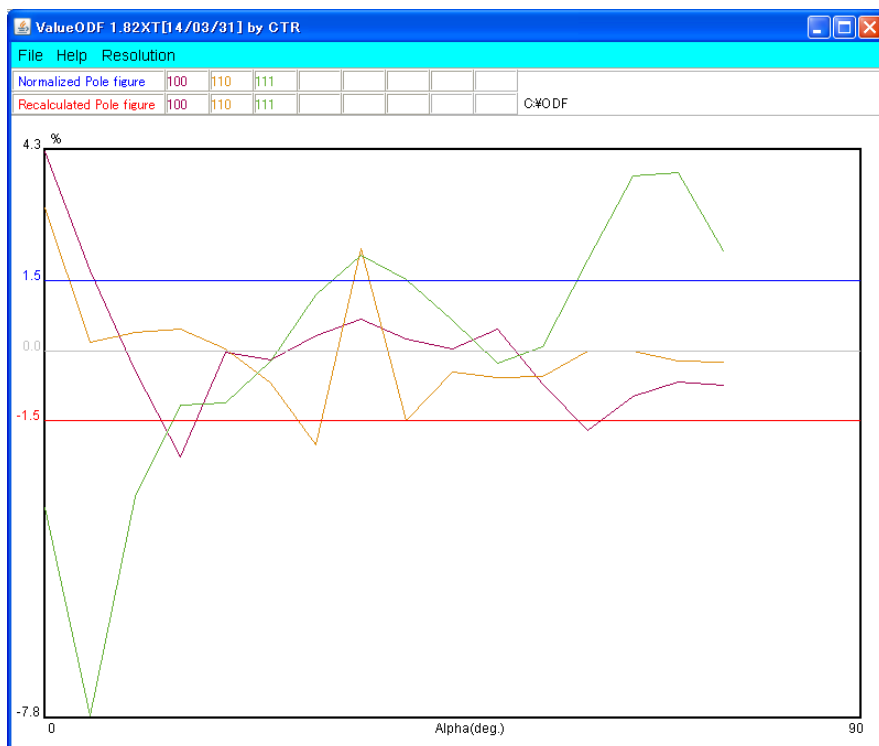
入力データの不一致が認められる。



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

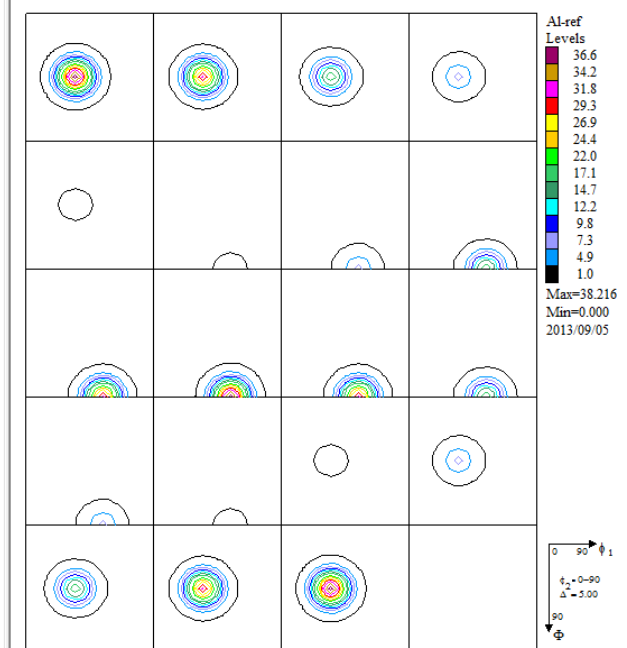
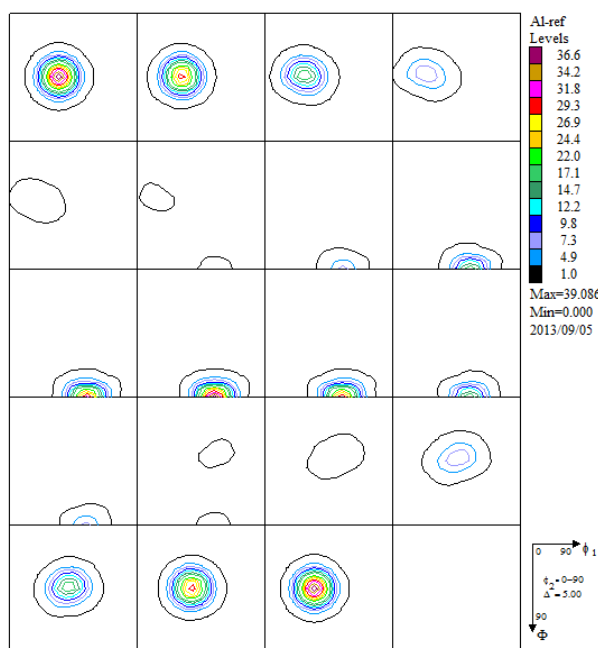
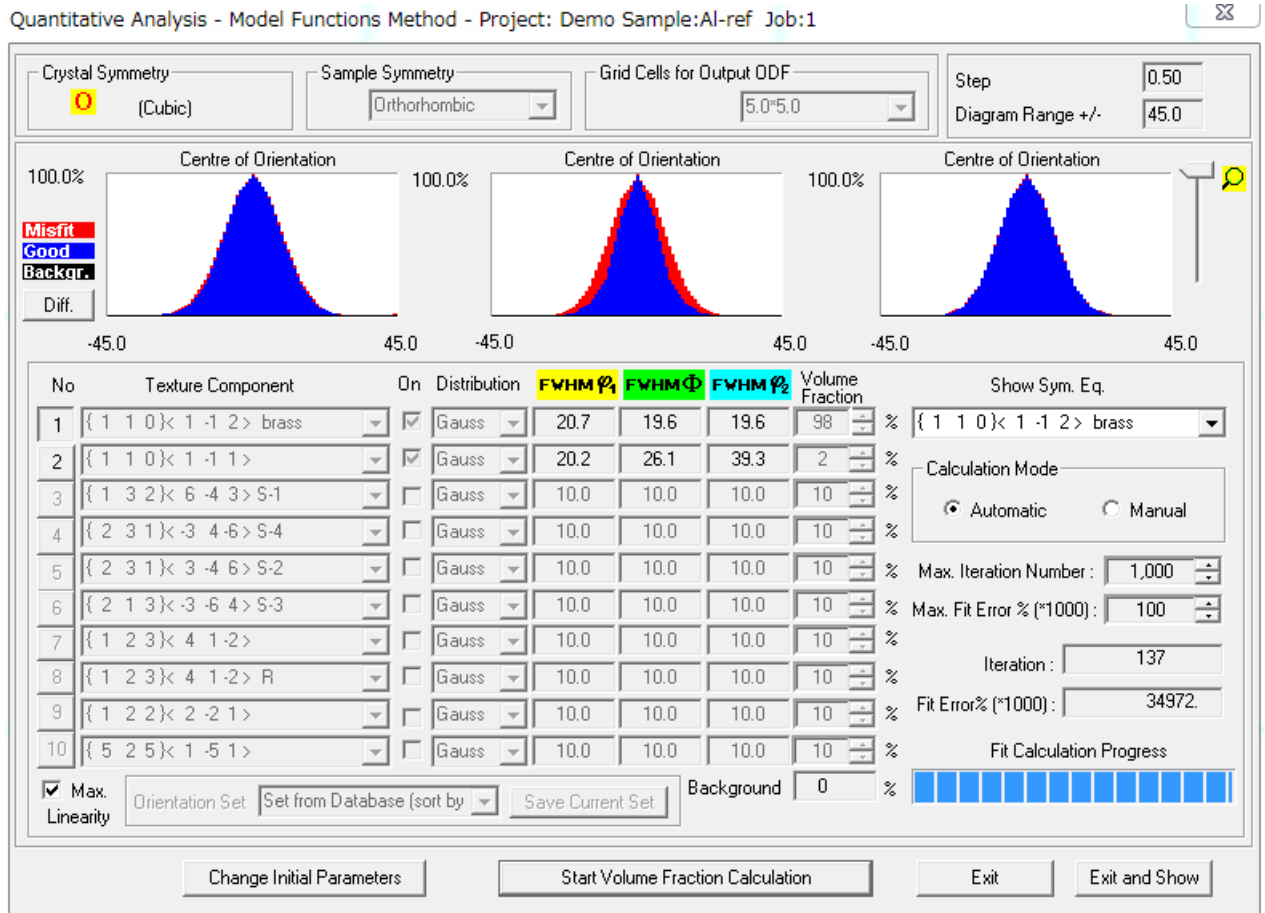


Contour Levels: 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0



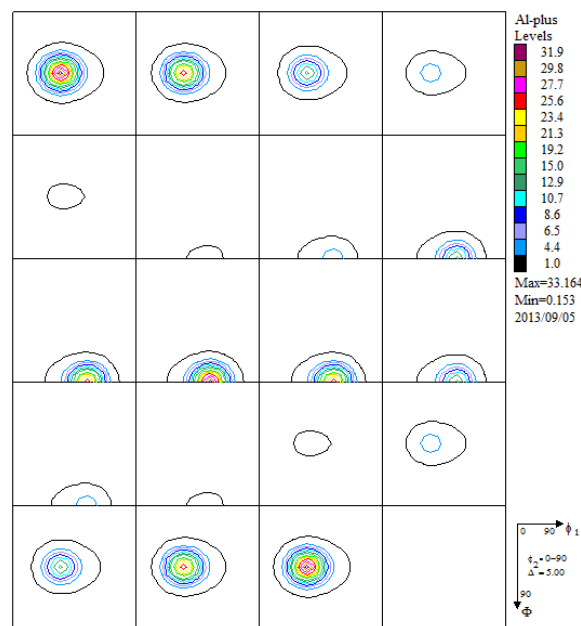
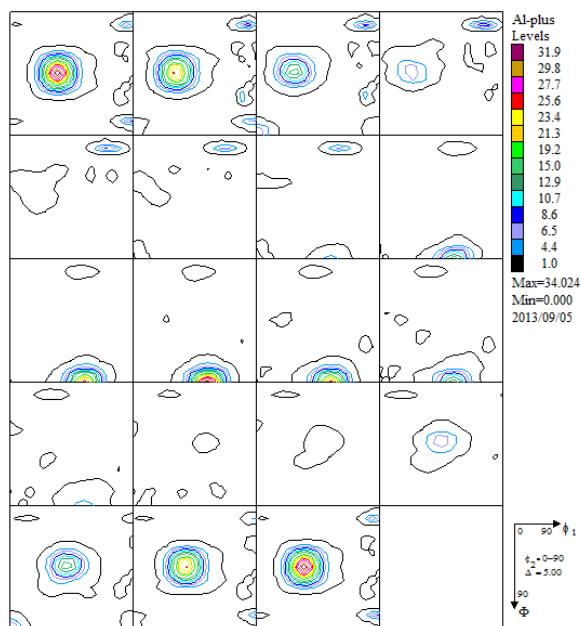
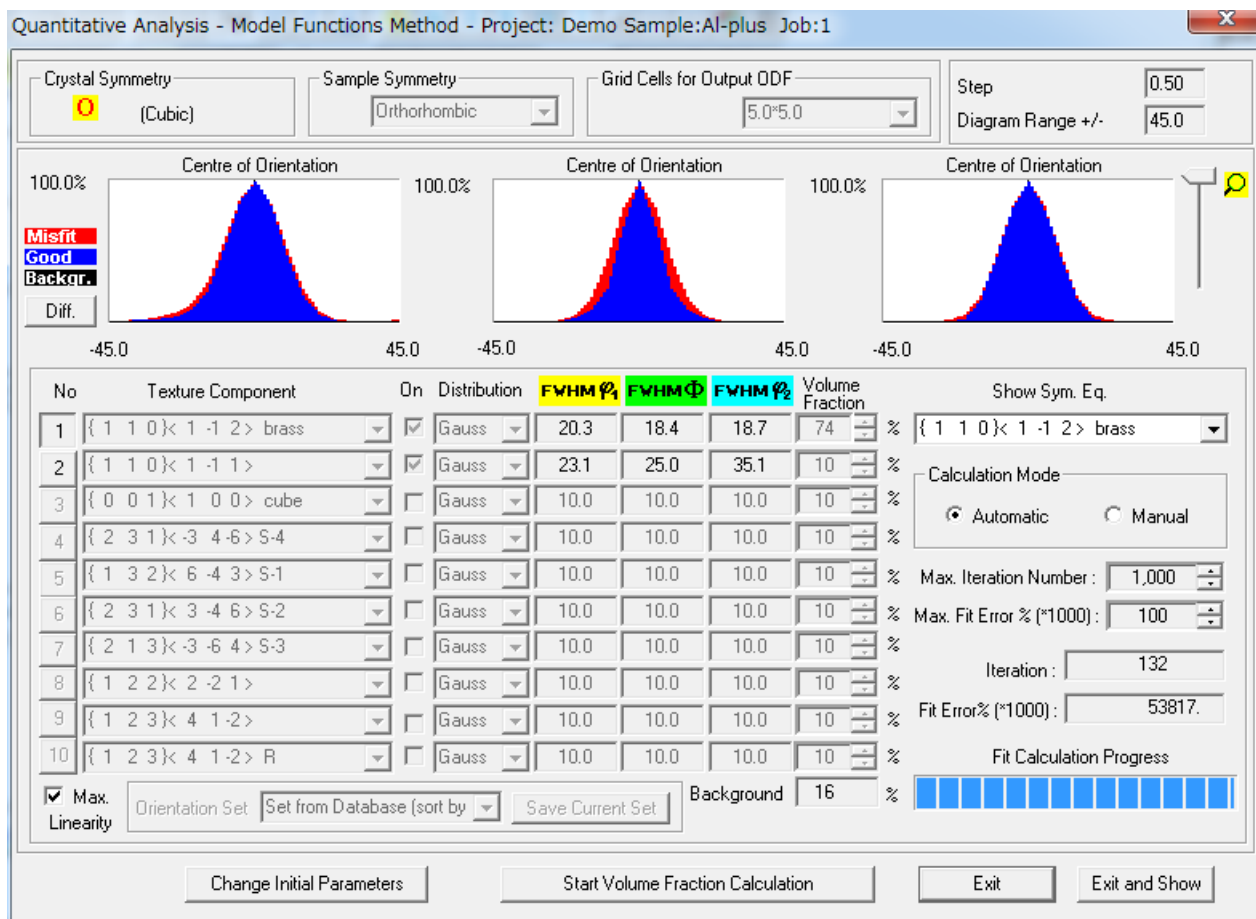
# LaboTexによるVolume Fraction評価

## ODF計算が正常に終了した場合



ほぼ捉えられている。(一致度を示すErrorは大きい)

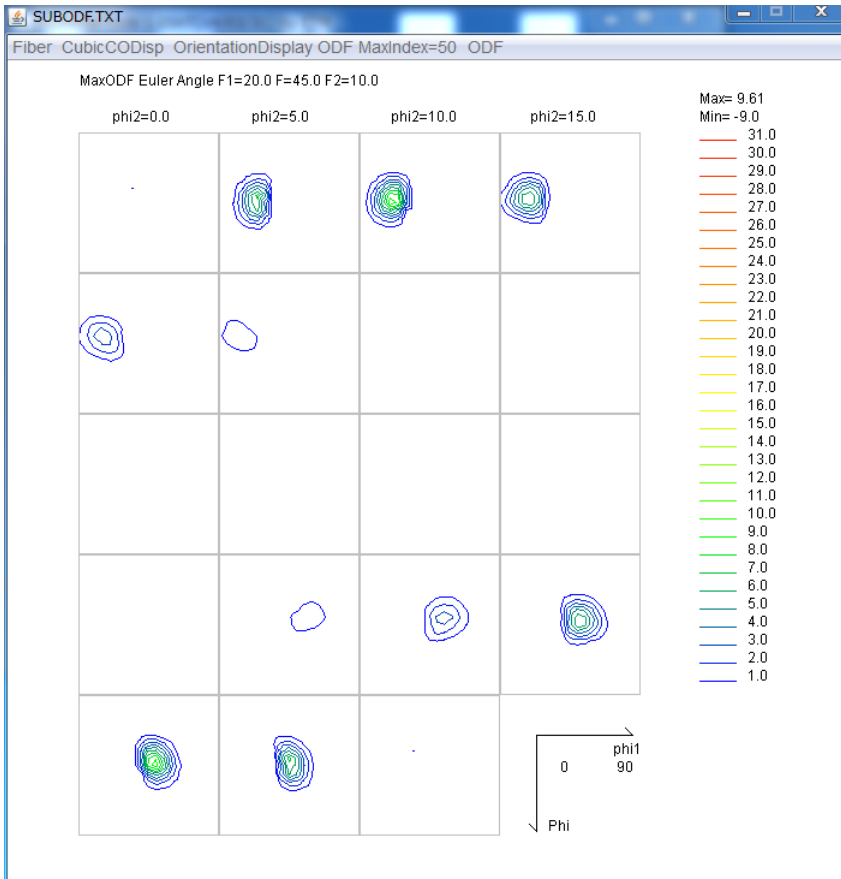
入力極点図に矛盾がある場合



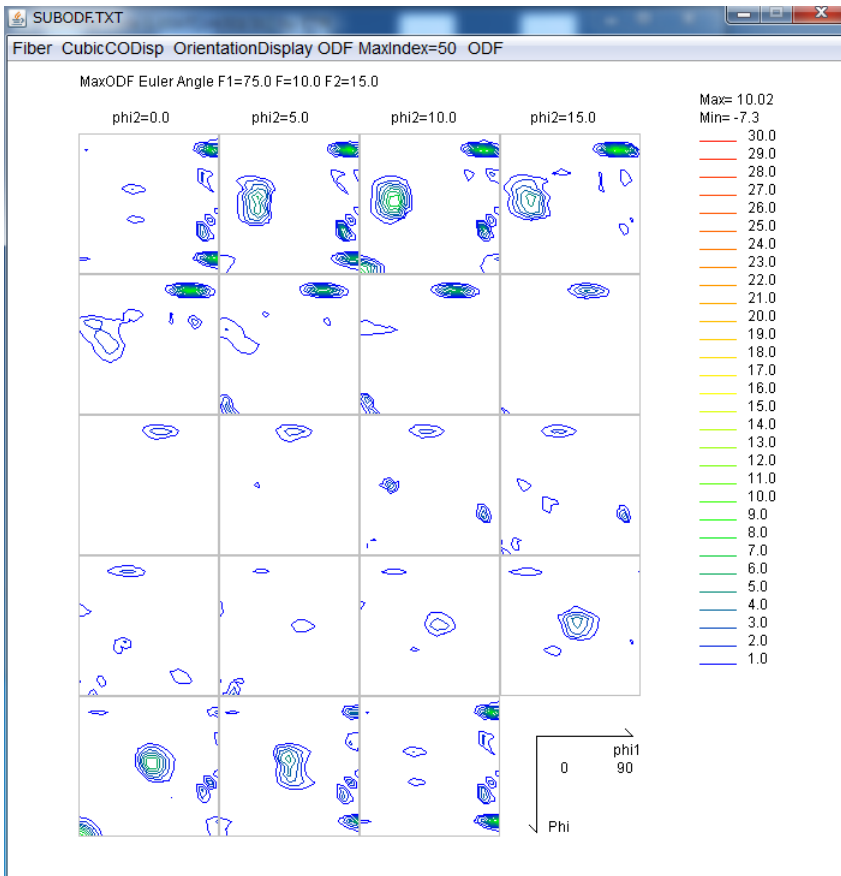
データベースに登録されていない方位がバックグラウンドに落ちている。

Compare ODFで確認 (VolumeFractionODF と入力 ODF 図との差を計算)

一致度が良いVolumeFractionの差 (Max 36 に対し9程度ずれている)



入力極点図に問題があったODF 結果に対して (Max 31 に対し10程度の不一致)



データベースに存在しない方位が残っているが、双方とも同じ様な結果である。