

極点図の測定からODF解析

RINT2000で極点図を測定し
ASCII変換を行って
ODFPoleFigure2で極点図処理を行い
StandardODFでODF解析を行い
ODF図、極点図、逆極点図の評価を行う

2017年08月02日

HelperTex Office

説明項目

- 光学系の調整と数え落とし補正
- 極点図測定
- 極点図処理
 - バックグラウンド、平滑化、random補正
 - 規格化、Rp%の最適化
- ODF解析
- ODF図、再計算極点図、逆極点図

光学系の調整と数え落とし補正

極点図測定では、測定試料を回転(θ 軸)、煽り(α 軸)、回転(β 軸)させて測定が行なわれる。
X線は、この回転軸の中心に入射させなければなりません。
更に、配向が強いと回折されるX線強度は強く、数え落としが発生し、正確な極点図が測定出来ません。
対応

極点測定と同一なX線条件(kV, mA)で光学系の調整を行う
使用する波長の数え落とし調整を行う

ゴニオメータの調整

十分な吸収板を検出器の前に挿入してゴニオメータを調整
使用する管球によるPHA調整を行う。
数え落とし補整を行う

極点試料台の調整

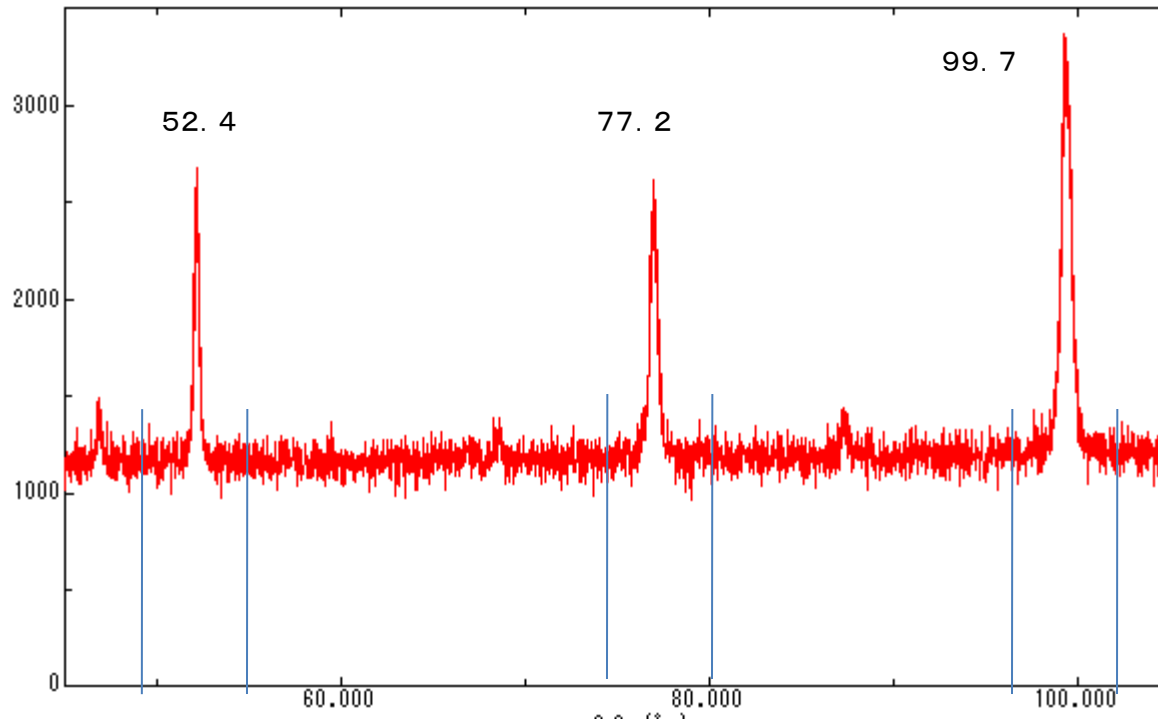
十分な吸収板を検出器の前に挿入して極点試料台を調整
 2θ 、 θ 、 θ_x の調整

極点図の測定

Sample、random試料によるプロファイル測定

DS=1/2、SS,1/2、RS=0.3mm、Schulzスリットなし、 θ/θ スピード20deg/min,0.05degstep

極点図測定角度の決定



ピーク位置とバックグラウンド測定角度を決定する。

バックグラウンド角度は、ピーク位置の $\pm 3\text{deg}$ 角度とする($k\beta$ に注意)

極点図の測定条件

Sampleサイズは出来るだけ大きくする。

粒径は10ミクロンを超える場合、 γ 揺動(20mm or 10mm)を用いる

モノクロメータは使用しないで、K β フィルタを用いる

ファイル名、ホルダ名にスペースは使わず、ファイル名の先頭は指数を入力する。

No.	使用印刷	ホルダ名	ファイル名	参照...	サンプル名	測定条件	次処理	
1	○	×	C:\tmp\DATA\FE-1010\#	110.raw	参照...	FE-1010	1	連続...
2	○	×	C:\tmp\DATA\FE-1010\#	200.raw	参照...	FE-1010	2	連続...
3	○	×	C:\tmp\DATA\FE-1010\#	211.raw	参照...	FE-1010	3	連続...
					参照...			連続...
					参照...			連続...
					参照...			連続...

正極点測定

ファイル(F) 編集(E) 表示(V) オプション(O) ヘルプ(H)

No.1 No.2 No.3 No.4 No.5 No.6 No.7 No.8 No.9 No.10 No.11 No.12 No.13

測定者: yamada Y#:

h	K	l	結晶系	試料厚[cm]	線吸収係数[1/cm]	試料径[mm]	プロファイルを重ね書きする
1	1	0	不明	0.0000000	0.0000	0.0000000	<input checked="" type="checkbox"/>

測定方法: 連続 計数単位: cps オートスケール 初期スケール: 1000

本測定

測定手法	α 開始角度	α 終了角度	α ステップ角度	電圧[kV]	電流[mA]	BG測定	
透過法	無し						
反射法	シルト反射	15.000	90.000	5.000	40	40	2測定

走査方法 β 開始角度 β 終了角度 β ステップ角度 β スキャン速度 β 振幅[mm]

走査方法	β 開始角度	β 終了角度	β ステップ角度	β スキャン速度	β 振幅[mm]
同心円	0.00	360.00	5.0	300.00	0.00

2 θ 固定角度 発散縦制限 発散スリット 散乱スリット 受光スリット コント

反射法 52.4000 2mm 1/2° 7.00mm 7.00mm

バックグラウンド測定

BG走査方法	β 開始角度	β 終了角度	β ステップ角度	β スキャン速度
1点	0.00	360.00	5.0	60.00

透過法 α ステップ角度 BG1角度 散乱スリット 受光スリット BG2角度 散乱スリット 受光スリット

透過法	反射法	α ステップ角度	BG1角度	散乱スリット	受光スリット	BG2角度	散乱スリット	受光スリット
	5.000	49.4000	7.00mm	7.00mm	55.4000	7.00mm	7.00mm	

予想測定時間 透過法:0分 反射法:39分 9:02

光学系調整時のkV-mAを指定

BG測定は2点測定を指定

揺動を行う場合、1周期の倍数(300,150,75)
揺動なしの場合、720でも可能

試料サイズが小さい場合、1/4,1/6を使用

Cubicの場合、7mm(185) 12mm(200以上)




プロファイル測定で決めた角度を入力

バックグラウンド測定は1点測定
スピードは極点測定の1/5程度
スリット幅は、極点測定と同一

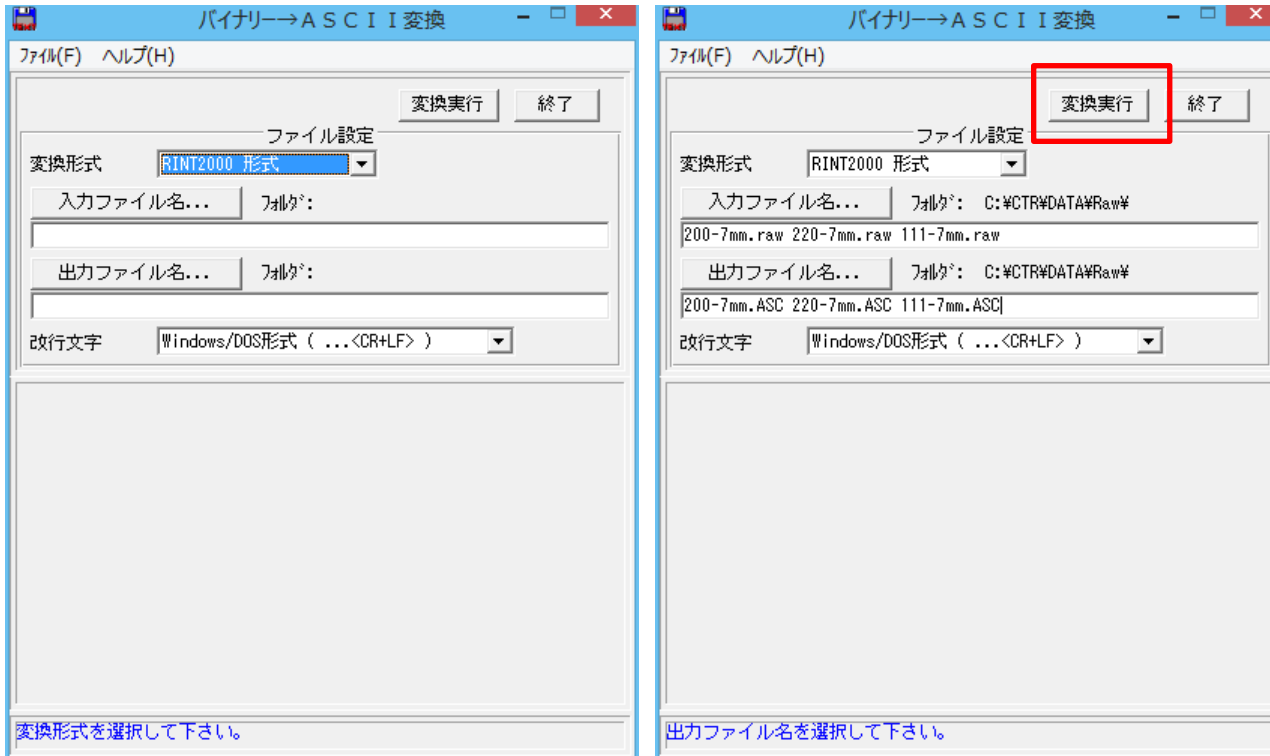
粒径の確認は、ピーク確認時の最大ピーク角度によるロッキングカーブ確認で行う。複数のピーク状であれば揺動が必要







測定データ(Raw)からテキストデータ(ASCIIファイル)変換

測定データの拡張子はRawのバイナリーデータ

 111-7mm	2011/02/03 17:32	RAW ファイル	28 KB
 200-7mm	2011/02/03 18:29	RAW ファイル	28 KB
 220-7mm	2011/02/03 19:27	RAW ファイル	28 KB

リガクユーティリティのアスキー変換ソフトウェアで一括変換

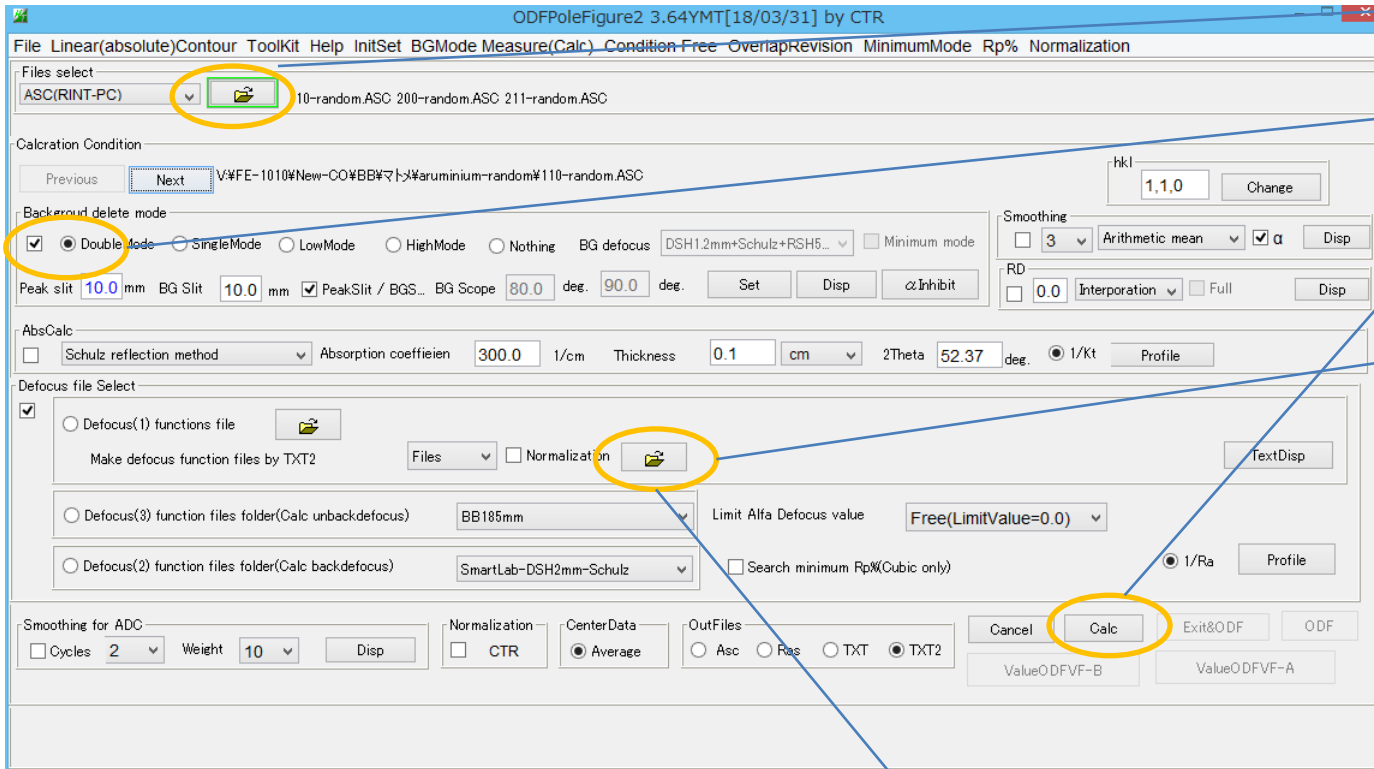


 111-7mm	2011/02/03 17:32	RAW ファイル	28 KB
 200-7mm	2011/02/03 18:29	RAW ファイル	28 KB
 220-7mm	2011/02/03 19:27	RAW ファイル	28 KB
 111-7mm	2017/09/29 5:19	RINT2000アスキー	22 KB
 200-7mm	2017/09/29 5:19	RINT2000アスキー	22 KB
 220-7mm	2017/09/29 5:19	RINT2000アスキー	22 KB

以降扱うファイル形式

Random試料(アルミニウム代用)の登録

Random試料をバックグラウンド除去し、defocusテーブルに登録



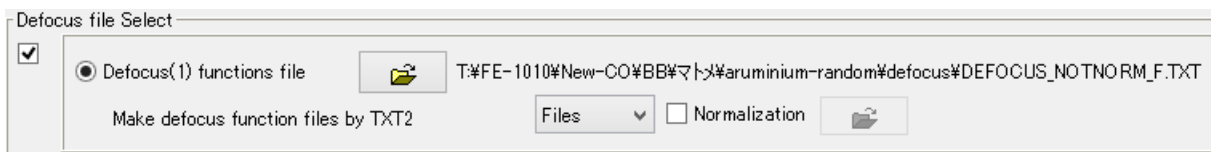
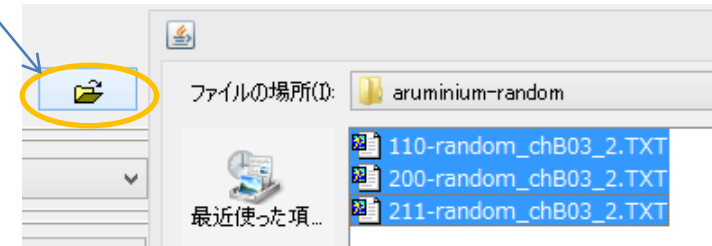
1. ASCデータを複数選択

2. バックグラウンド除去指定

3. 処理開始
処理結果のTXT2データ

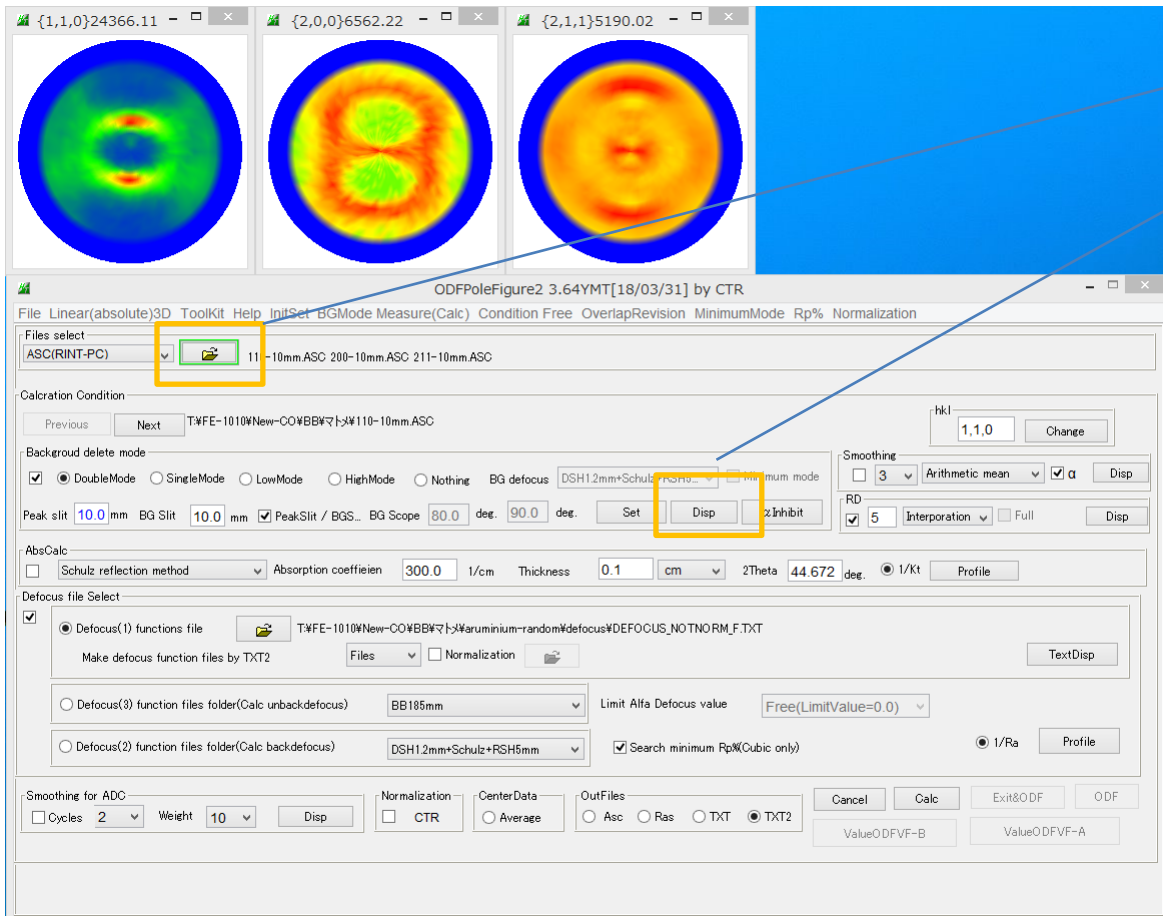
4. 処理結果の登録

110-random.ASC	2016/02/29 13:21	RINT20007ｽｷ-	14 KB
200-random.ASC	2016/02/29 13:28	RINT20007ｽｷ-	13 KB
211-random.ASC	2016/02/29 13:33	RINT20007ｽｷ-	13 KB
110-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23	テキスト文書	29 KB
200-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23	テキスト文書	28 KB
211-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23	テキスト文書	28 KB



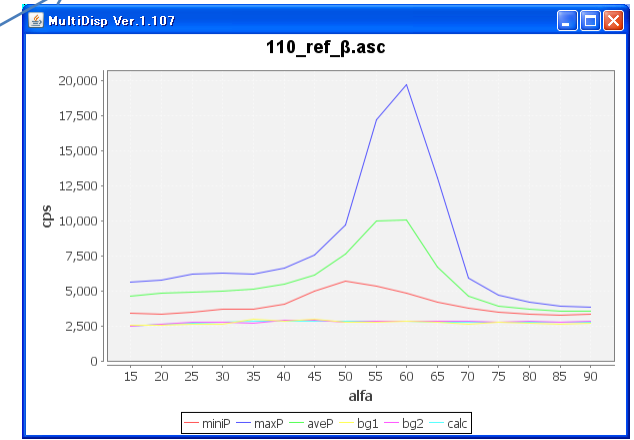
登録されたdefocusテーブルが表示される

極点図処理(バックグラウンド)

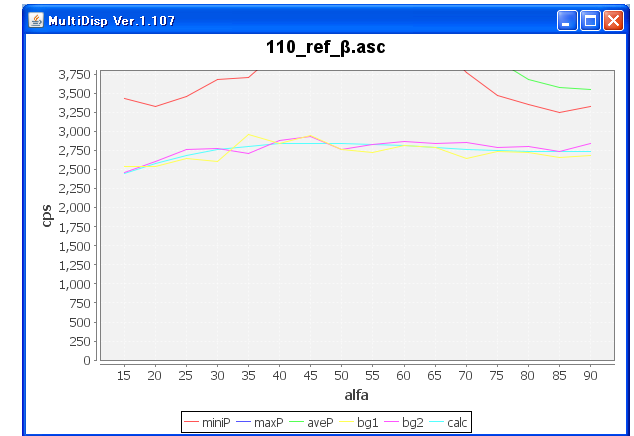


1.複数のASCファイル選択

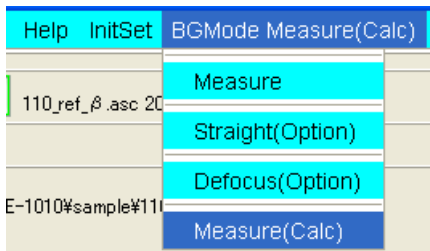
2.BG-Measure(Calc)でプロファイル表示



バックグラウンドを拡大



バックグラウンド処理の変更



バックグラウンドプロファイルが凸凹しない
極点図の外周方向でdefocus性
極点図の中心が持ち上がらない

異常がある場合、バックグラウンドの処理方法を変える,Inhibitによる特異データの削除
PoleBackgroundEditorによるバックグラウンド曲線の変更
バックグラウンドは実測値でなければ計算出来ません

極点図処理(平滑化)

粒径が粗い場合、極点図の平滑化を行う

極点図を基盤の目で表し、上下共、Weightによる3点による移動平均を
Cycle繰り返す

以下の例は

4Cycles-10Weight, 2Cycles-10Weight, 1Cycle-10Weight

Smoothing for ADC

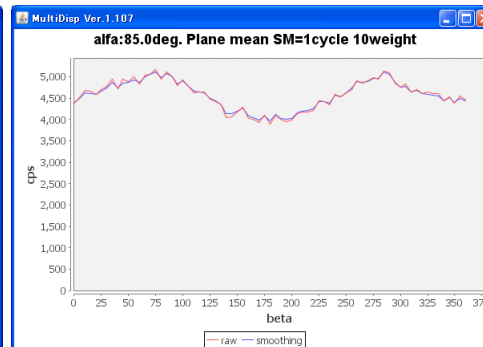
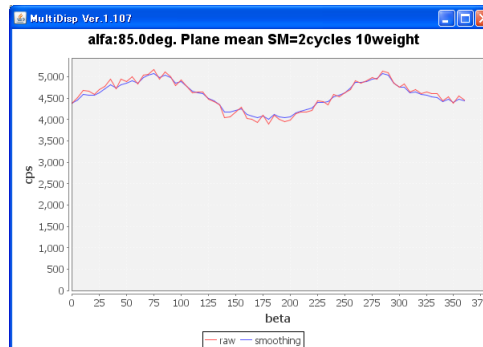
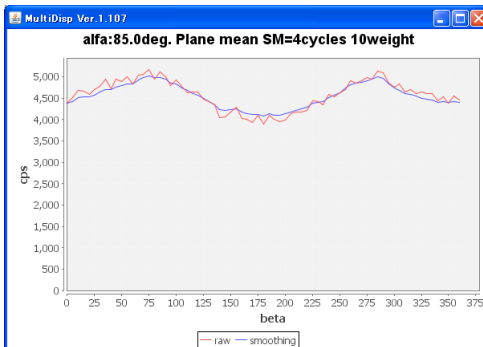
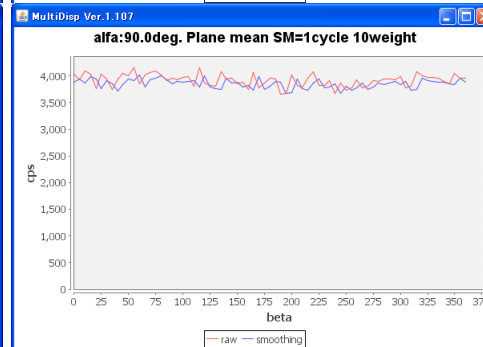
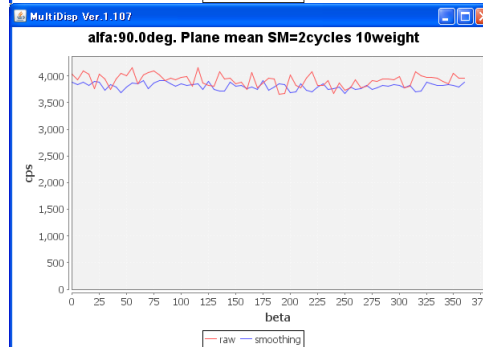
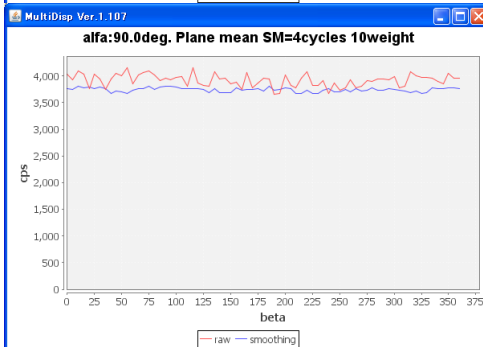
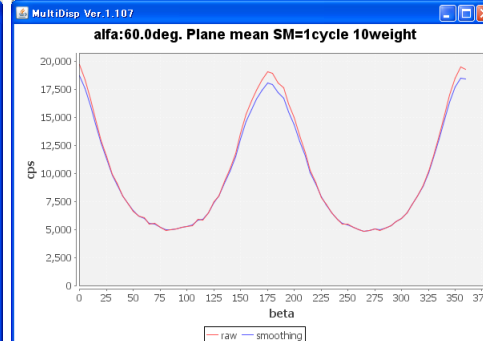
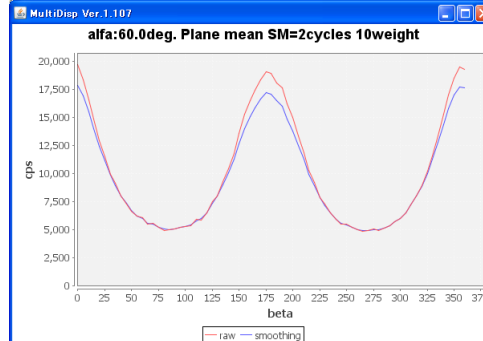
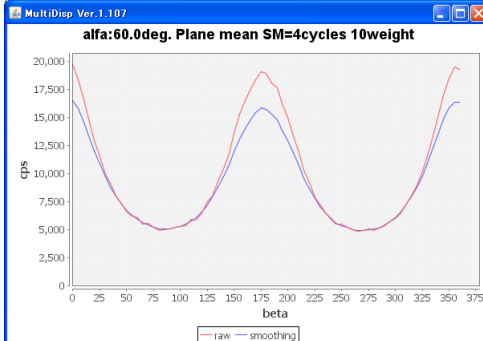
Cycles

4

Weight

10


Disp




Defocus補正

光学系の補正をrandom試料を用いて補正する。代用randomでは相対強度が異なるため、規格化が必用
Random試料が入手出来ない場合、粉末試料を用いる。或いは計算で行う。
計算で行う場合、defocus+内部規格化が行われる。

Defocus file Select

Defocus(1) functions file  T:\FE-1010\New-CO\BB\マトリクス\aluminium-random\defocus\DEFOCUS_NOTNORM_F.TXT

Make defocus function files by TXT2 Normalization 

Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm Free(LimitValue=0.0)

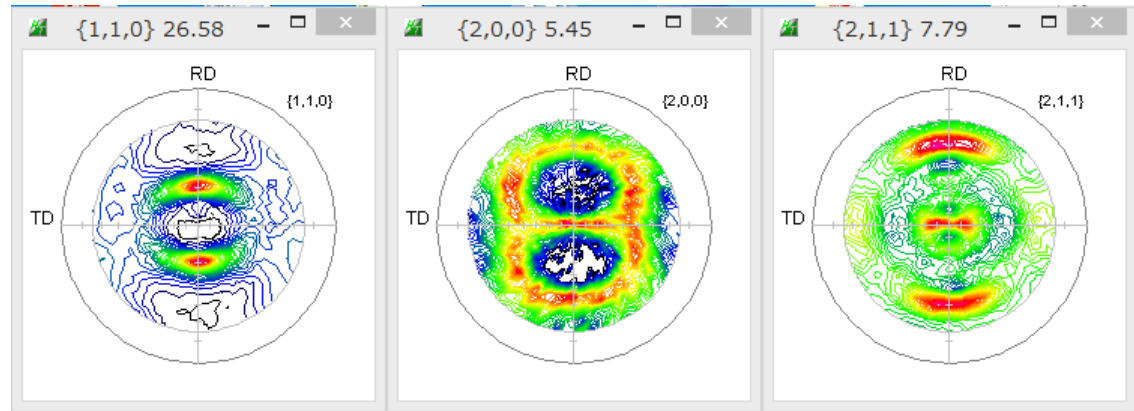
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm Search minimum Rp%(Cubic only) 1/Ra

random試料

Random試料としてアルミニウムを用いた
相対強度が異なるため、密度が異なる

Normalization CTR

CenterData Average

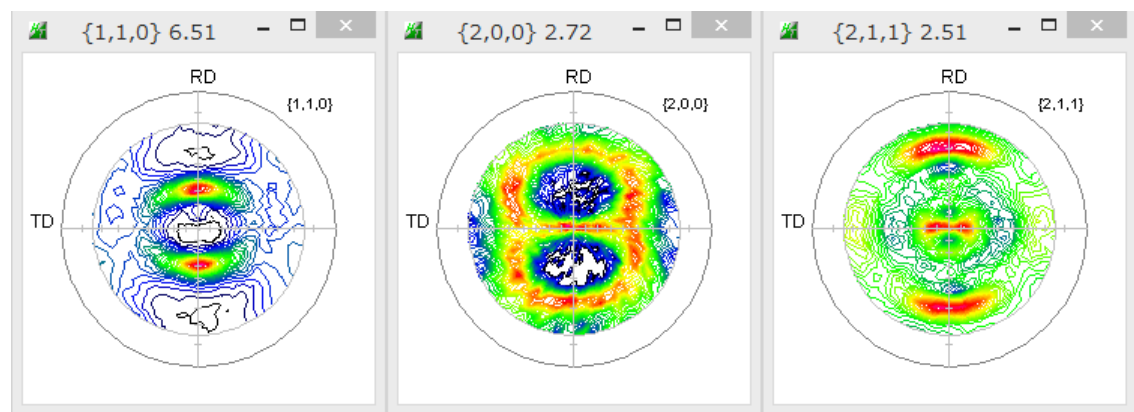


random試料+内部規格化

ODFに読み込まれると
同一の内部規格化が行われる

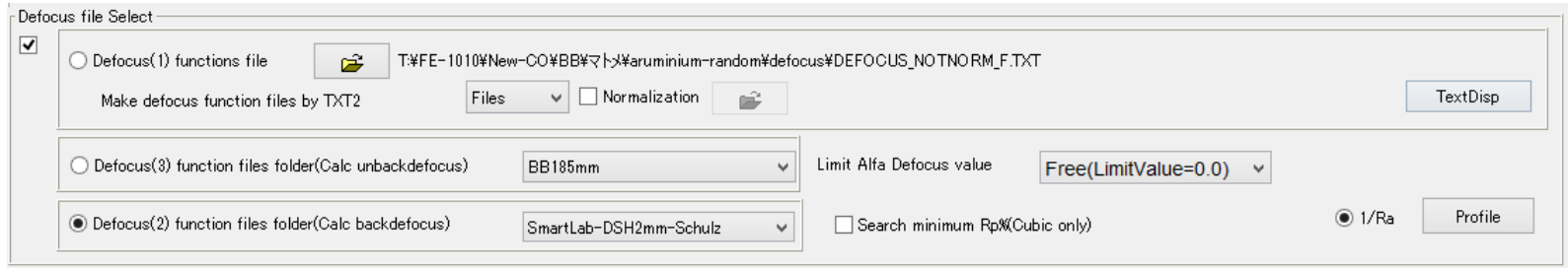
Normalization CTR

CenterData Average

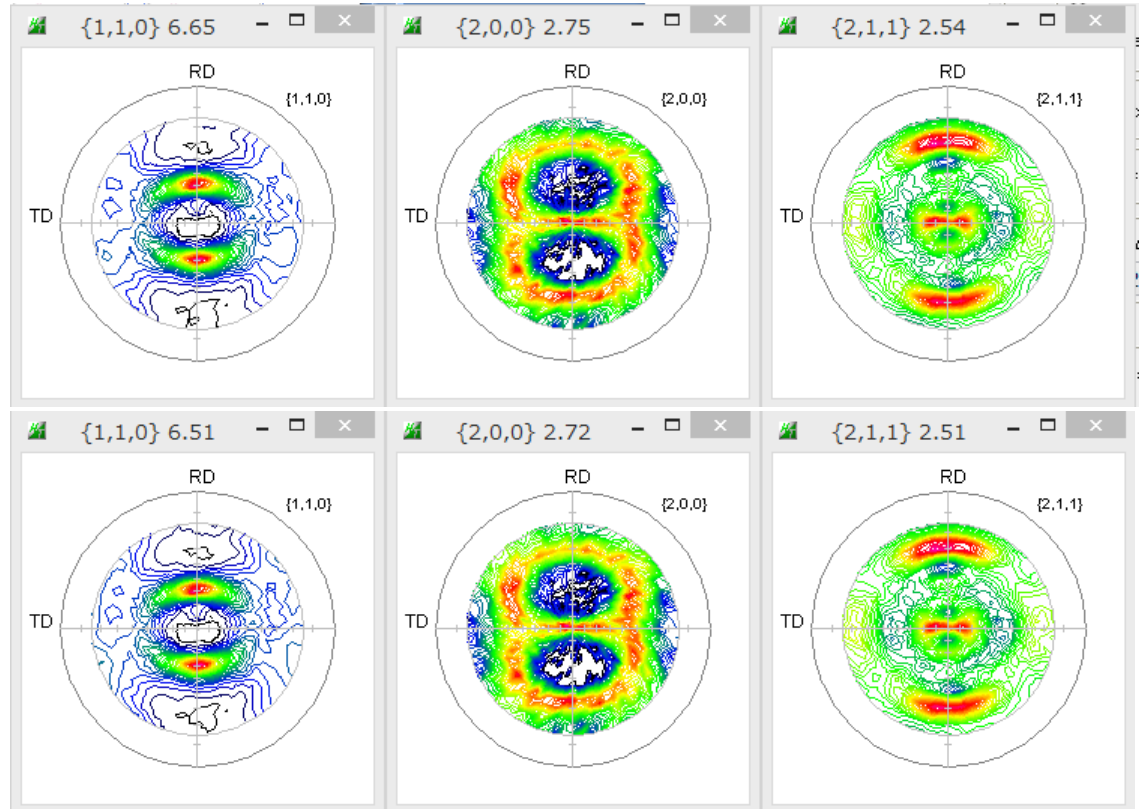


Defocus補正(内部計算との比較)

CTRソフトウェアは、defocus曲線を計算する機能がある。
Random試料+内部規格化と比較



Defocusの内部計算



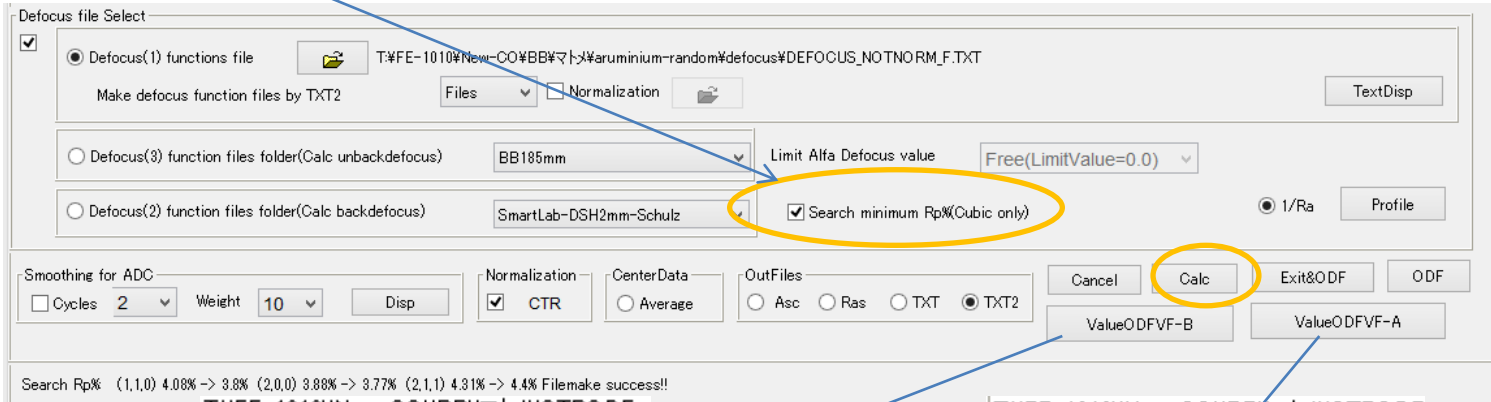
random試料(アルミ)+内部規格化



Defocusの内部計算とrandom試料+内部規格化は同一の結果が得られる

Rp%の最適化

ODF解析が行われると、入力極点図と再計算極点図からRp%が計算される。
このRp%の最適化を行う。

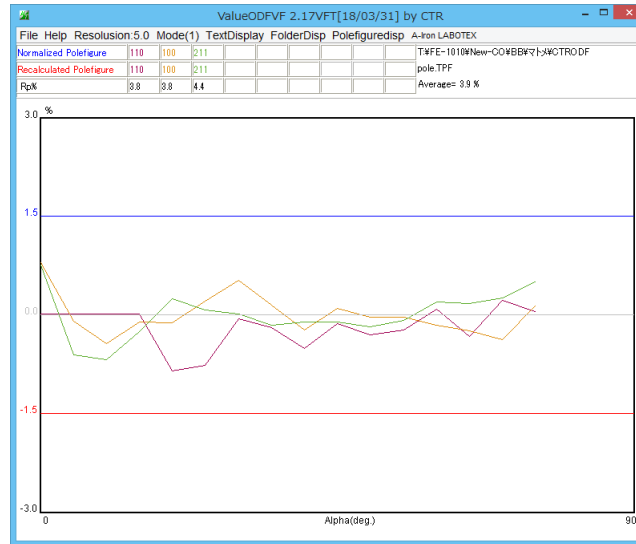
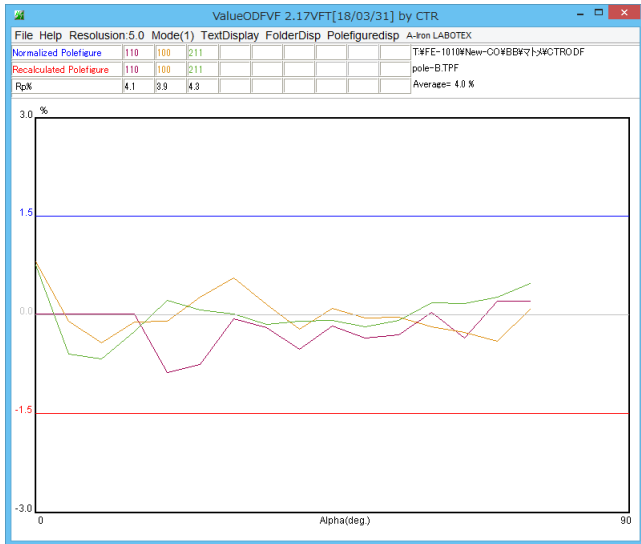


最適化前

T:\FE-1010\New-CO\BB\マトリクスCTRODF
pole-B.TPF
Average= 4.0 %

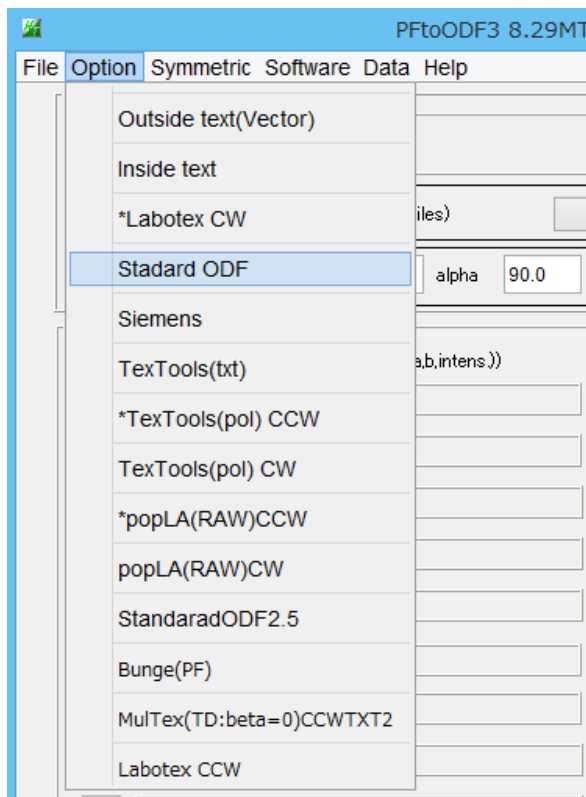
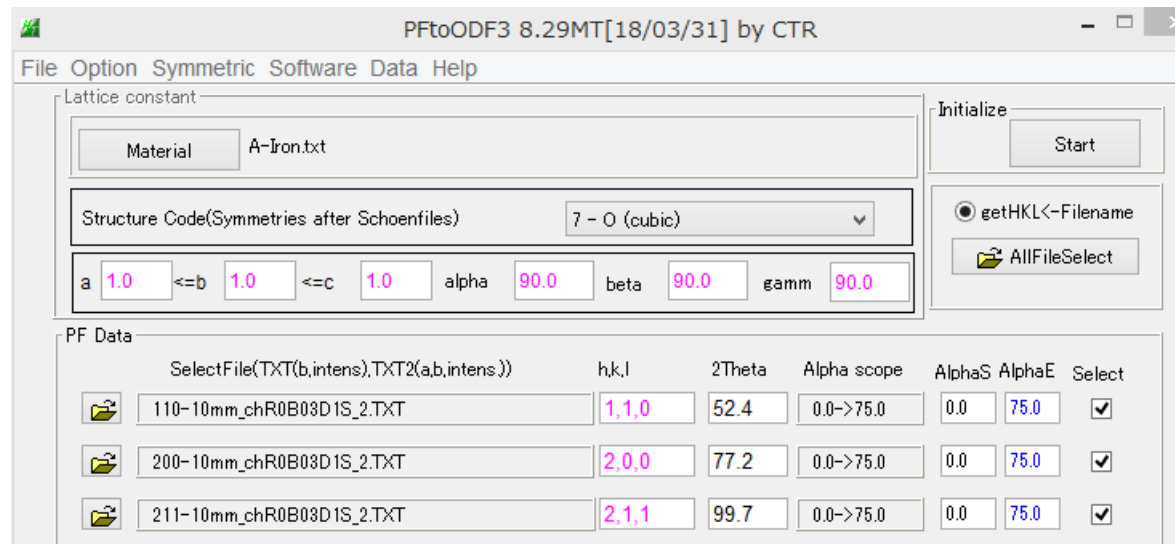
最適化後

T:\FE-1010\New-CO\BB\マトリクスCTRODF
pole.TPF
Average= 3.9 %



最適化前後でRp%は同一であり、測定データは正常と考えられます

ODF解析データを作成



各種ODF入力データを作成する

StandardODFとLaboTex用入力データを作成する。

StandardODF解析

ODF Calculation

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	T:\FE-1010\New-CO\BB\マト\%Stand	参照
<input checked="" type="checkbox"/> (110)	1	T:\FE-1010\New-CO\BB\マト\%Stand	参照
<input type="checkbox"/> (111)	1		参照
<input type="checkbox"/> (210)	1		参照
<input checked="" type="checkbox"/> (211)	1	T:\FE-1010\New-CO\BB\マト\%Stand	参照
<input type="checkbox"/> (221)	1		参照
<input type="checkbox"/> (310)	1		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

$\alpha_{max} = 76$ $\Delta\alpha = 5$ $\Delta\beta = 5$
 β 角のタイプ $\beta = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 350^\circ, 355^\circ$
 $\beta = 2.5^\circ, 7.5^\circ, 12.5^\circ, \dots, 357.5^\circ$

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

1/4極点図 C係数 偶数項 奇数項

0% 100%

実行(G) 終了(E)



計算結果

完全ODFの最大強度: 8.3
 偶数項ODFの最大強度: 7.49
 再計算極点図の最大強度: 4.4
 逆極点図の最大強度: 5.84

OK

T:\FE-1010\New-CO\BB\マト\%StandardODF

Average= 4.2 %

Error評価

解析データのExport

StandardODFExportInport 1.02M by CTR

File Help

work

Export(ODF-->Target) Inport(Target-->ODF)

StandardODF Dir

C:\ODF

Target

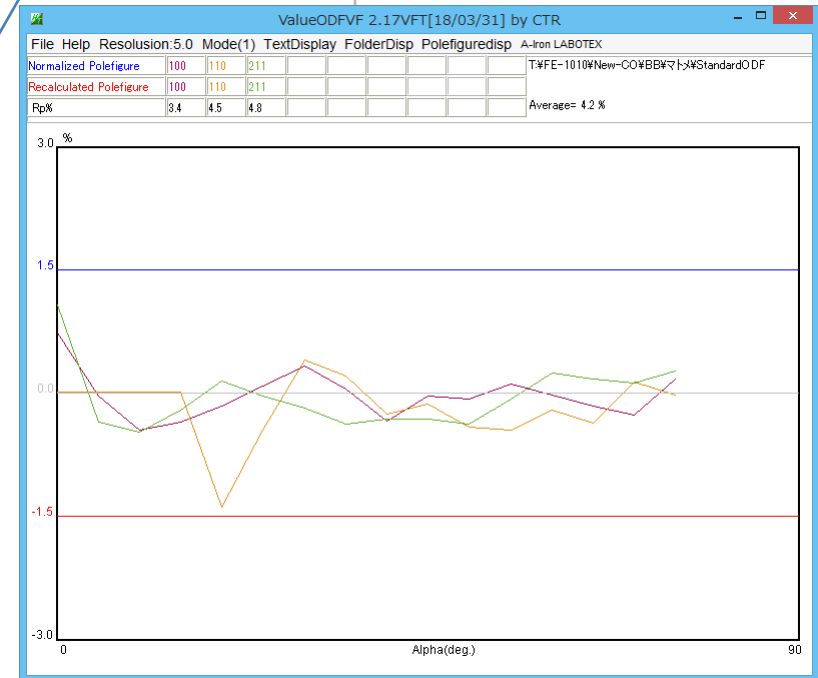
T:\FE-1010\New-CO\BB\マト\%StandardODF

execute

StandardODF PFDATA delete Copy Outmax Disp

Comment

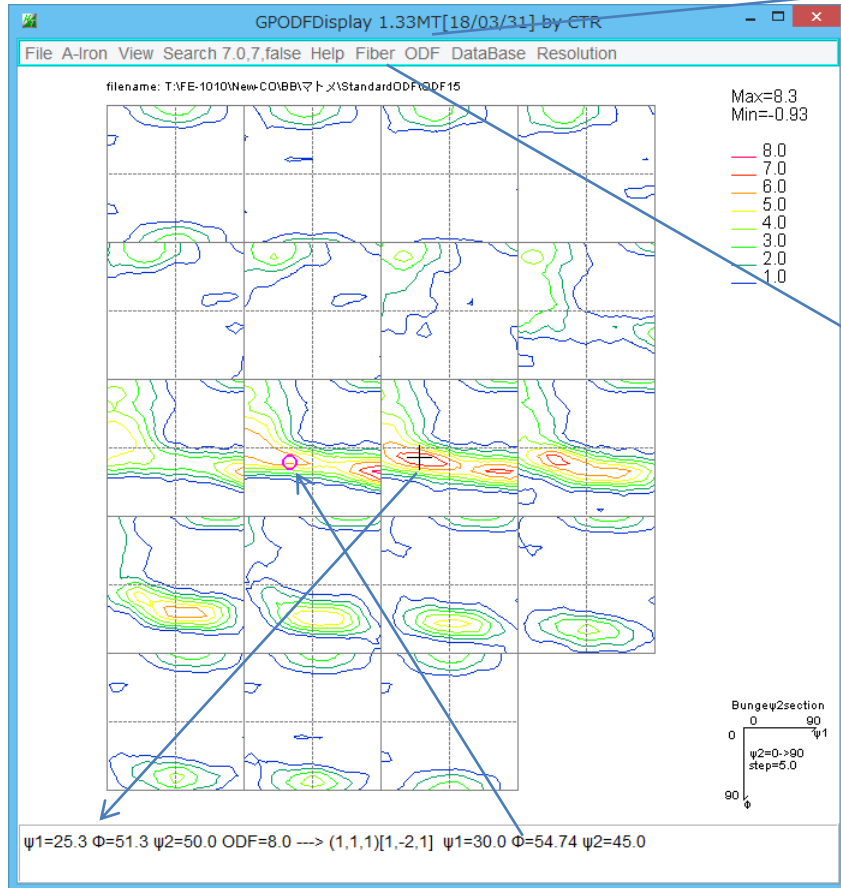
Copy 12 files



極点処理時とRp%は同一

ODF

各種ODFで計算された結果はGPODFDisplayで表示し、Fiber解析、ODF方位密度の計算を行います。
 計算結果に対して平滑化も行えます。マウスカーソル位置をリアルタイムで方位解析を行います
 LaboTexなどの直接法では、Minの値がrandomレベルを表します。StandardODFでは、ゴーストもため、Minは扱えません。



表示等高線本数制限なし

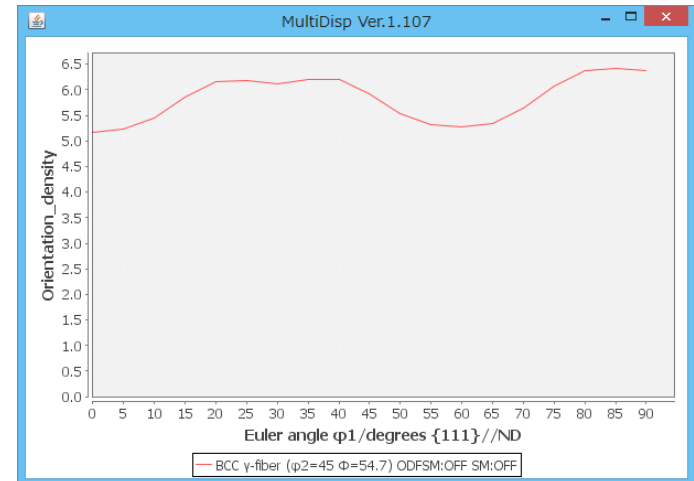
FCCでは、α-Fiberとβ-Fiberを扱います。

Orientation	ψ_1	Φ	ψ_2	ODF
{1 1 1}<-1 -1 2>	90.0	54.74	45.0	6.36
{1 1 2}<-1 -1 0>	0.0	35.26	45.0	6.25
{1 1 1}<0 -1 1>	60.0	54.74	45.0	5.27
{1 1 3}<-1 -1 0>	0.0	25.24	45.0	5.18
{0 0 1}<-1 -1 0> RW(H)	45.0	0.0	0.0	3.43
{0 0 1}<2 -1 0> CH	26.57	0.0	0.0	2.4
{2 3 3}<0 -1 1>	66.91	50.24	33.69	1.36
{0 1 3}<-1 0 0>	0.0	18.43	0.0	1.17
{0 1 2}<-1 0 0> Q1	0.0	26.57	0.0	1.16

MAXODF=8.3 MINIODF=-0.93 (Weight=0 Cycle=1)

BCC-Fiber

- α-fiber<110>//RD
- α-fiber(0->55)
- γ-fiber<111>//ND
- γ-fiber(0->90)
- η-fiber<001>//RD
- ζ-fiber<011>//ND
- ε-fiber<001>//TD
- θ-fiber<001>//ND

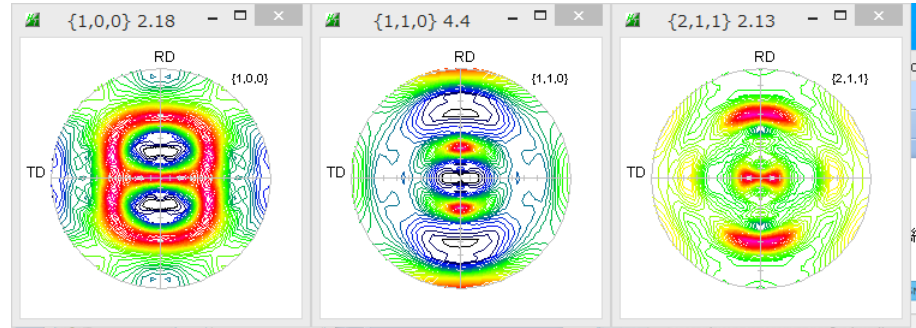
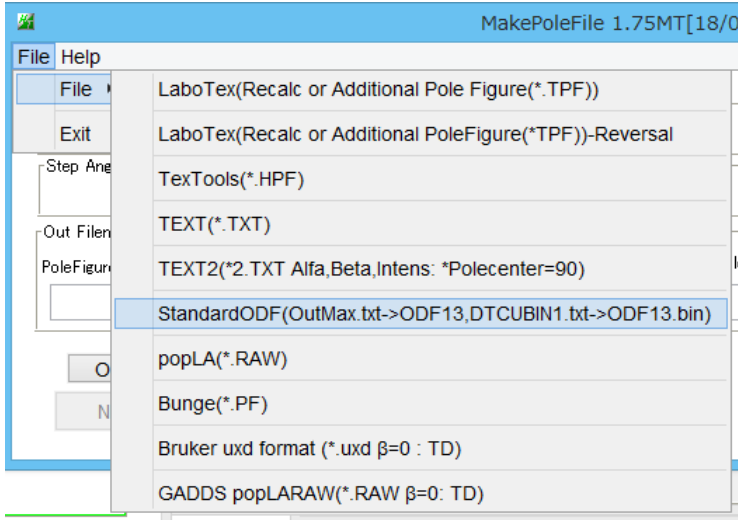


- FCC
 - α-fiber<011>//ND
 - β-skeleton
 - β-skeleton(±1step)
 - β-skeleton+PS
 - β-skeleton(±1step)+PS

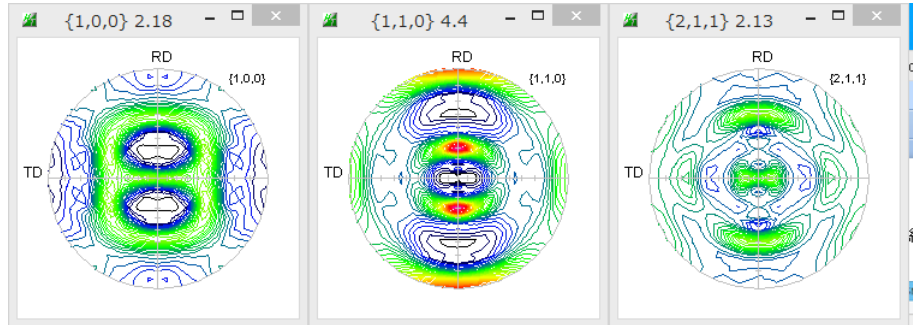
極点図

各種ODFが計算するODFデータをMakePoleFileを経て、GPPoleDisplayで表示できます。(等高線表示本数に制限なし0.001でも可能)

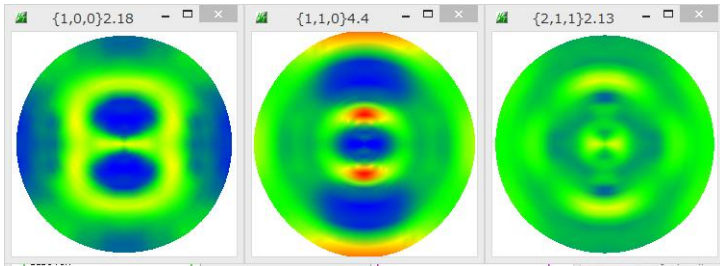
等高線40本の絶対密度極点図



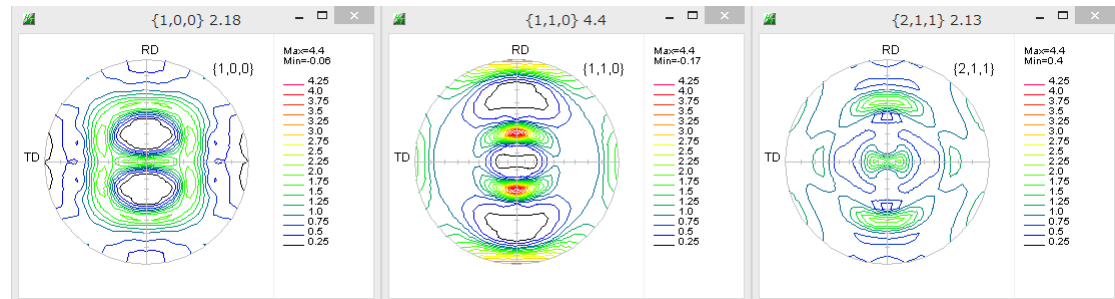
等高線40本の相対密度極点図



3D極点図



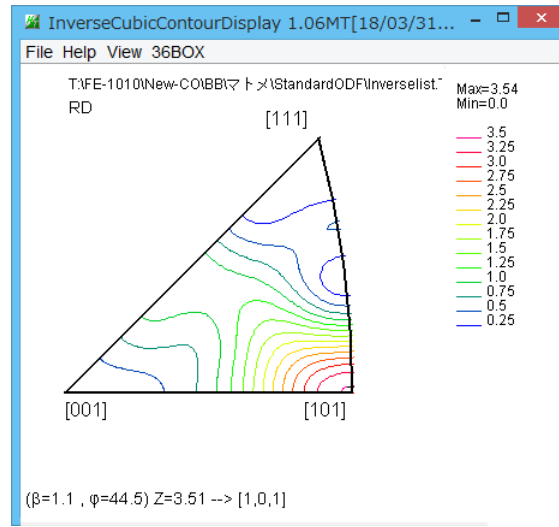
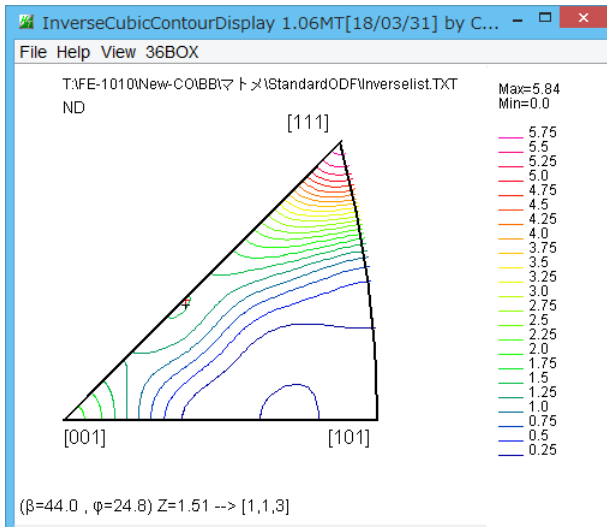
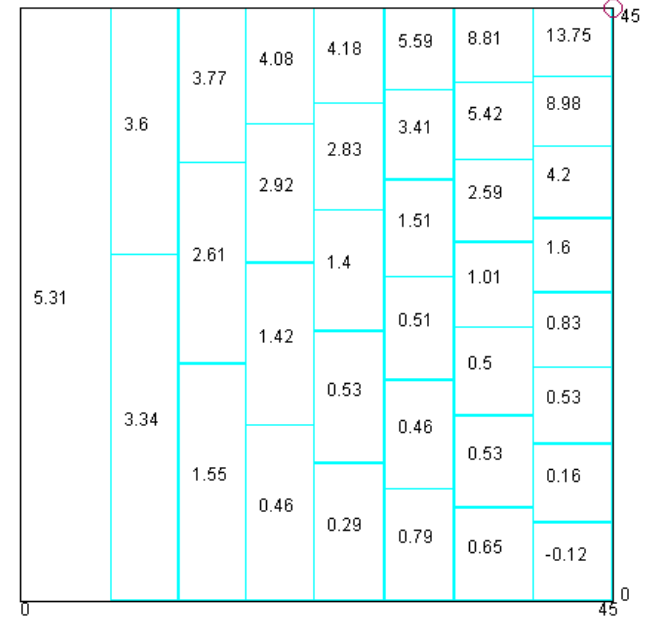
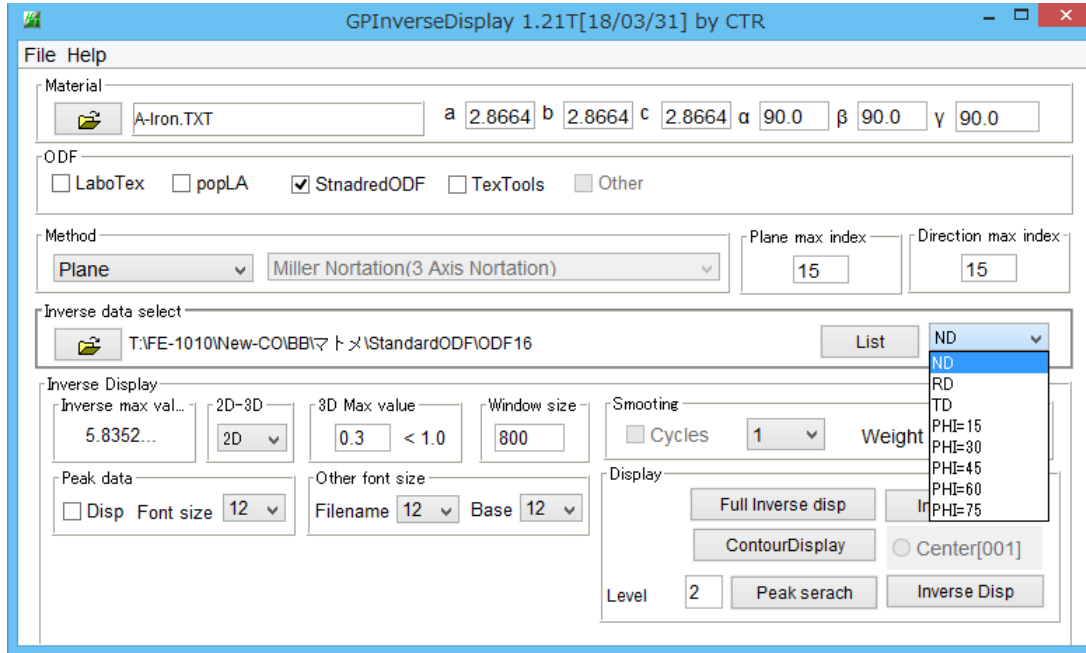
等高線レベル表示付き



極点図は各種備えてあります。

逆極点図

各種ODF計算結果の逆極点図をGPIInverseDisplayで表示し方位計算を行います。36Box表示はInverseDisp2で行います。

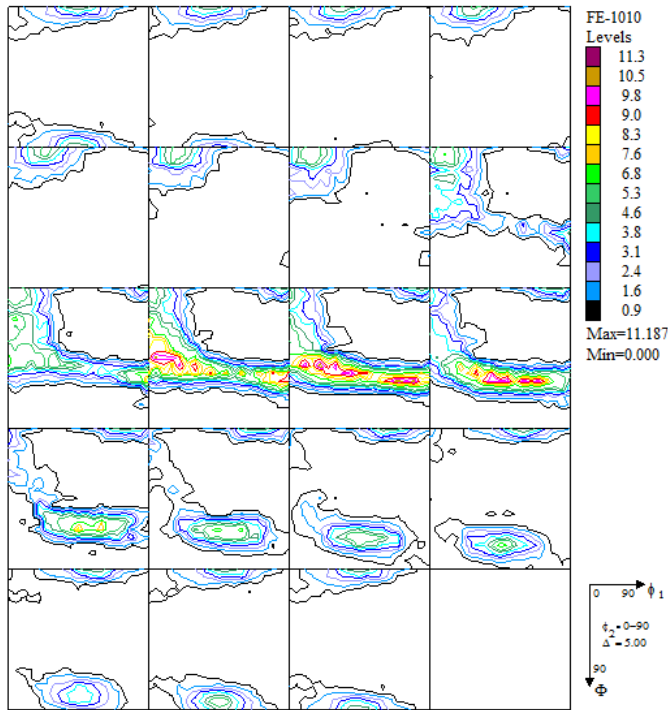


表示等高線本数制限なし

マウスカーソルに対する方位計算をリアルタイムで行います

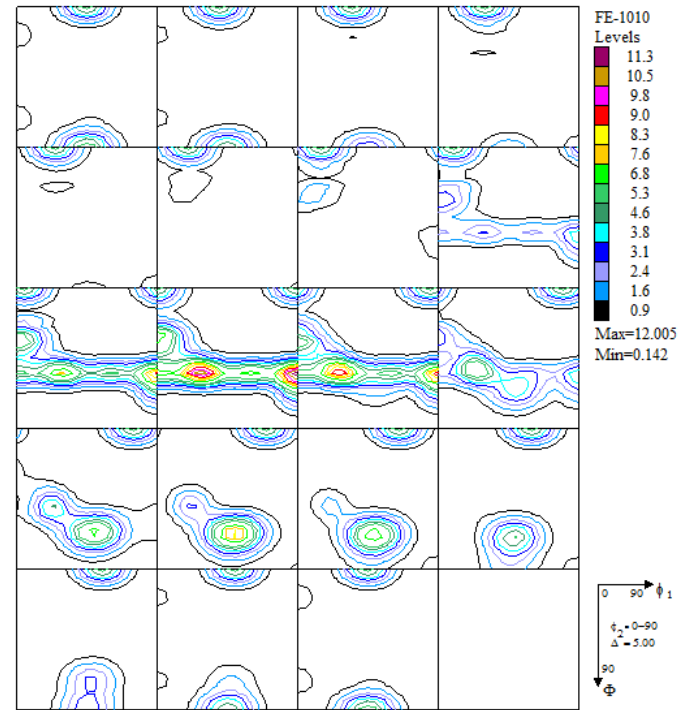
参考(LaboTexのVolumeFraction)

入力極点図から計算したODF図



Max=11.187
Min=0.000

VolumeFractionから計算したODF図



Max=12.005
Min=0.142

入力極点図から計算したMin=0はrandomレベルは0である

VolumeCratationで計算したMin=14.2%は
その他の方位+randomが14.2%である事を表します。

方位密度のMax,Minには重要です

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	15.05	24.9	13.0	14.7	{ 1 1 1 -1 -1 2 >
2:	11.37	25.9	12.5	15.5	{ 1 1 1 0 1 -1 >
3:	17.90	30.5	17.0	17.2	{ 1 1 2 1 -1 0 >
4:	15.83	29.0	19.8	22.3	{ 1 1 3 1 -1 0 >
5:	10.70	19.7	18.5	20.6	{ 3 2 3 1 -3 1 >
6:	10.47	30.3	15.6	22.1	{ 0 0 1 1 1 0 >
7:	0.93	19.2	17.1	13.2	{ 5 2 5 1 -5 1 >
8:	2.45	22.0	16.8	16.0	{ 0 1 3 1 0 0 >
9:	1.10	34.2	23.5	21.2	{ 2 3 3 0 1 -1 >
10:	14.20	Background Volume Fraction			