# 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、θx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ンド測定角度を決定する。 バックグランド角度は、ピーク位置の±3deg角度とする(kβ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、Kβ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。



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

#### リガクーユーティリティのアスキー変換ソフトウエアで一括変換

『パイナリー→ASCII変換 - □ ×	
ファイル(F) ∧Jレプ(H)	ファイル(F) ヘルプ(H)
変換実行     終了       ファイル設定     変換形式       変換形式     「INT2000 形式       入力ファイル名     フォルダ:       出力ファイル名     フォルダ:       成行文字     Windows/DOS形式(<(CR+LF>))	変換実行       終了         ファイル設定       マアイル設定         変換形式       RINT2000 形式         入力ファイル名       フォルタ <sup>*</sup> : C: ¥CTR¥DATA¥Raw¥         200-7mm.raw       220-7mm.raw         出力ファイル名       フォルタ <sup>*</sup> : C: ¥CTR¥DATA¥Raw¥         200-7mm.ASC       220-7mm.ASC         200-7mm.ASC       220-7mm.ASC         200-7mm.ASC       220-7mm.ASC         200-7mm.ASC       200-7mm.ASC         200-7mm.ASC       200-7mm.ASC
▲ 111-7mm 2011/02/03 17:32 R/	AW ファイル 28 KB
<b>≥ 200-7mm</b> 2011/02/03 18:29 R/	AW ファイル 28 KB
<b>220-7mm</b> 2011/02/03 19:27 RJ	AW ファイル 28 KB
🖳 111-7mm 2017/09/29 5:19 R	INT200077‡- 22 KB
🛱 200-7mm 2017/09/29 5:19 R	INT2000アスキー 22 кв 以降扱うファ
🖳 220-7mm 2017/09/29 5:19 R	INT200077‡- 22 KB

扱うファイル形式

# Random試料をバックグランド除去し、defocusテーブルに登録

<u> 8</u>	ODFPoleFigure2 3.64YMT[1	8/03/31] by CTR		→ 1.	ASCデータを複数選択
File Linear(absolute)Contour ToolKit Help	InitSet BGMode Measure(Calc) Condition Free Or	veriapRevision MinimumMode Rp9	% Normalization		
Files select					
ASC(RINT-PC)	Jom.ASC 200-random.ASC 211-random.ASC			2	バックグランド除去指定
Calcration Condition				Ζ.	八 /// //   小 乙 旧 足
	O¥BB¥⊽ b√¥aruminium-random¥110-random ASC		hki		
Previous Next VIII C INTERIOR CO			1,1,0 Change		
Backeroud delete mode			šmoothing	3.	処理開始
● Double Mede ── Single Mode ── Low Mo	de OHighMode ONothing BG defocus DSH1.2mm+S	ichulz+RSH5 V			処理結果のTXT2データ
Peak slit 10.0 mm BG Slit 10.0 mm ✔ Pea	akSlit / BGS BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. 5	Get Disp α.Inhibit	0.0 Interporation V Full	Disp	
AbsCalc		<u>_</u>			
Schulz reflection method V Abs	sorption coefficien 300.0 1/cm Thickness 0.1	cm v 2Theta 52.37 c	deg. 🖲 1/Kt Profile	4.	処理結果の登録
Defocus file Select					
Defocus(1) functions file					
Malua defenue function files hu TVT2	Files y Normalization		TextDisc		
Make detocus function files by TXT2					
O Defocus(3) function files folder(Calc unba	ickdefocus) BB185mm Limit	Alfa Defocus value Free(LimitVa	lue=0.0) v		
O Defocus(2) function files folder(Calc back	defocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz V	Search minimum Rp%(Cubic only)	1/Ra     Profile	e	
- Sweething for ADC-	Normalization ConterData		E HODE	0.05	
Cycles 2 Y Weight 10 Y	Disp CTR Overage OAsc		ncel Calc Exit&UDF	ODF	
			/alueO DFVF-B ValueO DFVF-A		
🖳 110-random.ASC	2016/02/29 13:21 RINT200077+-	14 KB			
🖳 200-random.ASC	2016/02/29 13:28 RINT200077+-	13 KB	٩		ŀ
🖳 211-random.ASC	2016/02/29 13:33 RINT200077+-	13 KB			
📳 110-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23 テキスト文書	29 КВ	🗲 🕖 ファイルの場所(D: 🍱	aruminium-random	
🛍 200-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23 テキスト文書	28 KB		110-random_chE	
🕙 211-random_chB03_2.TXT	2017/07/31 20:23 テキスト文書	28 KB		200 random_chE	
				200-random_chE	
			最近使った項… 2	211-ranuom_cne	05_2.171
			/		
Defocus file Select					
				<b>谷録され</b>	した-defocusテーブ
Detocus(1) functions file	I:¥FE-1010¥New-CO¥BB¥₹ト⊀¥arı	uminium-random¥detocus¥DEFO	CUS_NOTNORM_F.IXI		
Make defocus function files	by TXT2 Files 🗸 🗌 Norma	lization 💣		ルが表え	下される

## 極点図処理(バックグランド)

# {1,1,0}24366.11 - □ × # {2,0,0}6562.22 - □ × # {2,1,1}5190.02 - □ ×	→ 1.複数のASCファイル選択
	MultiDisp Ver.1.107
	20,000
ODFPoleFigure2 3.64YMT[18/03/31] by CTR - □ ×	17,500 ·
File Linear(absolute)3D ToolKit Help InitSet BGMode Measure(Calc) Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp% Normalization	15,000 -
Files select           ASC(RINT-PC)           ✓           11           -10mm ASC 200-10mm ASC 211-10mm ASC	12,500 -
	<u>a</u> 10,000 ·
Previous Next T¥FE-1010¥New-CO¥BB¥7 I-X¥110-10mm ASC	7,500
Backgroud delete mode	5000
🗹 💿 DoubleMode 🔿 SingleMode 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing BG defocus DSH12mm+Schult rishna. V 🗖 mum mode 🔲 🕄 V Arithmetic mean V 🗹 α Disp	3,000
Peak slit 10.0 mm BG Slit 10.0 mm 🖌 PeakSlit / BGS_ BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp 2 Inhibit 🖓 5 Interporation v Full Disp	2,500
AbsCalc	15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90
Schulz reflection method v Absorption coefficien 300.0 1/cm Thickness 0.1 cm v 2Theta 44.672 deg. IVK Profile	alta $-$ minip $-$ myQ $-$ yeQ $-$ bal $-$ ba2 $-$ calc
	IIIIIIIII IIIaar aver byt byz cac
We defocus (i) functions file     Image: Image	バックグランドを拡大
O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm V Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) V	📓 MultiDisp. Ver.1.107
O Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm ∨ Search minimum RptK(Cubic only) ④ 1/Ra Profile	110_ref_β.asc
Smoothing for ADC Cancel Calc Exit&ODF ODF	3,500 - 3,250 - 3,000 -
ValueODFVF-B ValueODFVF-A	2,750
	2,250 -
	§ 2,000 - 1,750 -
น้ำแก่ก้านไปทางการการการการการการการการการการการการการก	1,500 - 1,250 -
ハックグ ジア 処理の変更 ハックグランドプロファイルが凸凹しない	1,000 - 750 -
Help InitSet BGMode Measure(Calc) 極点図の外周方向でdefocus性	500
極点図の中心が持ち上がらない	
	15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 <b>alfa</b>

Straight(Option) Defocus(Option)

Measure(Calc)

E-1010¥sample¥111

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

— miniP — maxP — aveP — bg1 — bg2 — calc

### 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



極点図を碁盤の目で表し、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



### Defocus補正

#### 光学系の補整を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。

Defoc	us file Select					
✓	Defocus(1) functions file     T:¥FE-1010¥New	-CO¥BB¥マトメ¥aruminium-random¥defo	cus¥DEFOCUS_NOTNORM_F.TXT	-		
	Make defocus function files by TXT2 Files	✓ Normalization				TextDisp
	O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)	BB185mm 🗸	Limit Alfa Defocus value	Free(LimitValue=0.0) v		
	O Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)	DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm v	☑ Search minimum Rp%(Cub	ic only)	<ul><li>● 1/Ra</li></ul>	Profile

#### 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 -	CenterData ——
CTR	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 -	CenterData
CTR	Average



### Defocus補正(内部計算との比較)

#### CTRソフトウエアは、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

PFtoODF3 8.29MT[18/03/31] by CTR - □								
File Option Symmetric Software Data Help								
A-Iron.txt	Initialize Start							
Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) 7 - O (cubic)	● getHKL<-Filename							
a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.0 alpha 90.0 beta 90.0 gamm 90.0	AllFileSelect							
PF Data	-							
SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens.)) h,k,l 2Theta Alpha scope	AlphaS AlphaE Select							
International         Interna         International         International	0.0 75.0							
200-10mm_chR0B03D1S_2.TXT 2,0,0 77.2 0.0->75.0	0.0 75.0 🗸							
211-10mm_chR0B03D1S_2.TXT 2,1,1 99.7 0.0->75.0	0.0 75.0							

<u> </u>				PFtoODF3 8.29MT
File	Optio	n Symmetric So	ftware Da	ita Help
[	C	Outside text(Vecto	or)	
	h	nside text		
	*	Labotex CW		iles)
	5	Stadard ODF		alpha 90.0
L T	5	Siemens		
	٦	exTools(txt)		a,b,intens.)) I
	*	TexTools(pol) CC	W	
	٦	exTools(pol) CW	1	
	*	popLA(RAW)CC\	V	
	p	oopLA(RAW)CW		
	S	StandaradODF2.5	5	
	E	Bunge(PF)		
	N	/ulTex(TD:beta=0	)ссwтхт2	2
	L	abotex CCW		

#### 各種ODF入力データを作成する

### StandardODF解析

1	ODF Calcu	lation	- 🗆 🗙
種点図データ 面指数重み マ(100)1 マ(110)1 (111)1 (210)1 マ(211)1 (221)1 (310)1 (311)1 (311)1 (331)1 (411)1 (511)1 なmax= 75 8角のタイプ( の)	ODF Calcu $\neg \neg \neg 1 \nu - \delta_i (\neg 1 \nu i \uparrow Z_i)$ [T#FE-1010WNew-COWBBW ¬ h-xWStands           [T#FE-1010WNew ¬	ation 参照 参照 参照 参照 参照 参照 参照 参照 参照 参照	Standard ODDF         Pri Windows XPAMe 2000/985E/98/ NT4 0/95 Ver.2.4         解析法について         結晶方位分布開設         展開次数         22         ゼロ密度領地のしきい値         0.3         表示断面         ・Phil断面         ・Phi2断面         1         100       2         110       4         1/4極点回       03         0%       100%
(511)  1 )max= 75  ・角のタイプ (	$\Delta \alpha = \boxed{5} \qquad \Delta \beta = \boxed{5}$ $\phi = 0^{\circ}, 5^{\circ}, 10^{\circ}, \dots, 350^{\circ}, 355^{\circ}$ $\beta = 2.5^{\circ}, 7.5^{\circ}, 12.5^{\circ}, \dots, 357.5^{\circ}$	参照	○ 211 · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
<sup>集合組織変換</sup> でしない 解析デー	RD極点図→ND-ODF ○ TD極点図→N	ID-ODF	実行(g) 終7(E)
<b>4</b>	StandardODFExportI	inport	1.02M by CTR 🛛 🗕 🗖
File Help			
work		0	
• Exp	Dort( ODF>Target)	0	inport( Target>ODF)
StandardUD	C:\ODF		
Target	0.001		
<b>2</b>	T:¥FE-1010¥New-CO¥BB¥⊽	ットメ¥Star	ndardO DF
execute			
✓ Standard	ODF PFDATA delete		Copy Outmax Disp
Comment —			
Copy 12 fi	iles		

### ODF図

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。



### 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

<b>26</b>	MakePoleFile 1.75MT[18/
File Help	
File	LaboTex(Recalc or Additional Pole Figure(*.TPF))
Exit	LaboTex(Recalc or Additional PoleFigure(*TPF))-Reversal
-Step Ane	TexTools(*.HPF)
<u>∣</u> <sub>Γ</sub> Out Filen	TEXT(*.TXT)
PoleFigur	TEXT2(*2.TXT Alfa,Beta,Intens: *Polecenter=90)
	StandardODF(OutMax.txt->ODF13,DTCUBIN1.txt->ODF13.bin)
0	popLA(*.RAW)
N	Bunge(*.PF)
	Bruker uxd format (*.uxd $\beta$ =0 : TD)
	GADDS popLARAW(*.RAW β=0: TD)



#### 等高線40本の相対密度極点図



#### 等高線レベル表示付き



#### 3D極点図



#### 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GPInverseDisplayで表示し方位計算を行います。36Box表示はInverseDisp2で行います。

GPInverseDisplay 1.21T[18	/03/31] by CTR – 🗆 🗙									
File Help						4.08	4.18	5.59	8.81	13.75
A-Iron.TXT a 2.8664 b 2.864	A-Iron.TXT a 2.8664 b 2.8664 c 2.8664 α 90.0 β 90.0 γ 90.0				3.77				5.42	8.98
				3.6			2.83	3.41	3.42	
						2.92			2.59	4.2
Plane V Miller Nortation(3 Axis Nortation)	Virection max index		5.31		2.61			1.51		1.6
					2.01		1.4		1.01	
T:\FE-1010\New-CO\BB\マトメ\StandardODF\ODF16	List ND V					1.42		0.51		0.83
Inverse Display Inverse max val 1 [2D-3D 3D Max value [Window size ] [	RD Smooting TD						0.53		0.5	0.53
5.8352 2D v 0.3 < 1.0 800	Cycles 1 Veight PH=15 PH=30 PH=45			3.34				0.46	0.50	
Peak data Disp Font size 12 v Filename 12 v Base 12 v	Full Inverse disp				1.55				0.53	0.16
	ContourDisplay Center[001]					0.46	0.29	0.79	0.65	<b> </b>
	evel 2 Peak serach Inverse Disp								0.05	-0.12
Max=5.84 Min=0.0           InverseCubicContourDisplay 1.06MT[18/03/31] by C         -         -         ×           File Help View 36BOX         T:FE-1010Wew-COUBBIT? F X \StandardODF\Inverselist.TXT         Max=5.84 Min=0.0         Max=5.84 Min=0.0           ND         [111]         -         5.75 5.25 5.25 5.25 5.25 5.25 5.25 5.25	InverseCubicContourDisplay 1.06MT[18/03/31         File Help View 36BOX         T:\FE-1010\\New-CO\\BB\\7 F >\\StandardODF\\Inverselist.         RD       [111]         Image: Comparison of the standard o	x=3.54 =0.0 3.5 3.25 2.25 2.0 1.75 1.5 1.25 1.25 0.75 0.5 0.25		表示	等高	線本	数制	限なし		
(β=44.0 , φ=24.8) Z=1.51> [1,1,3]	(β=1.1 , φ=44.5) Z=3.51> [1,0,1]									

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)



Max=11.187 Min=0.000



入力極点図から計算したMin=0はrandomレベルは0である

VolumeCration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(FW	HM) 👘	Orientation
1:	15.05	24.9	13.0	14.7	{ 1	1 1K-1 -1 2>
2:	11.37	25.9	12.5	15.5	{ 1	1 1K 0 1-1>
3:	17.90	30.5	17.0	17.2	{ 1	12/(1-10)
4:	15.83	29.0	19.8	22.3	{ 1	13K1-10>
5:	10.70	19.7	18.5	20.6	{ 3	23   1-31>
6:	10.47	30.3	15.6	22.1	{ 0	0 1K 1 1 0>
7:	0.93	19.2	17.1	13.2	{ 5	25人1-51>
8:	2.45	22.0	16.8	16.0	{ 0	131/100>
9:	1.10	34.2	23.5	21.2	{ 2	33 🔀 0 1-1>
10:	14.20	Background V	olume Fraction	า		