

極点図処理をブラックボックスにいませんか

## 極点測定データの評価法と極点処理

2016年12月06日

*Helertex Office*

## 概要

{h k l} 極点測定では、(h k l) 2θ 角度の強度測定と 2θ 角度前後の強度測定が行われる。2θ 位置の強度測定をピーク極点、2θ 角度前後の強度測定をバックグラウンドとする。光学系補正の為に、無配向試料によるピーク極点とバックグラウンドも測定する。無配向試料の極点図を r a n d o m 極点図とする。

r a n d o m のピーク極点図、バックグラウンドが正確に測定されているか  
配向試料のピーク極点図、バックグラウンドが正確に測定されているか  
従来、この評価を行わないで、極点図が扱われていました。

以下に C T R ソフトウェアで採用している確認方法を説明します。

## 評価

バックグラウンドも d e f o c u s を伴う。

極点図の中心より外側は強度が低下する。

バックグラウンドより低いピーク強度は存在しない

d e f o c u s 曲線は、T e n c k h o f f の曲線に近似される。

## 極点処理に必要な事

極点データ処理では上記評価が行え、異常データの場合、修正出来る事が重要です。

ピーク強度とバックグラウンド強度が明示され、修正出来る事

吸収補正量が確認出来る事

d e f o c u s 補正量が確認出来る事

入力極点図と処理結果極点図が比較出来る事

最適な補正量を算出出来る事

ODF 解析では、入力極点図と再計算極点から E r r o r 評価

解析結果として、問題がないか評価出来る事

C T R ソフトウェアでは、以上の評価から信頼性の高い解析結果を提供致します。

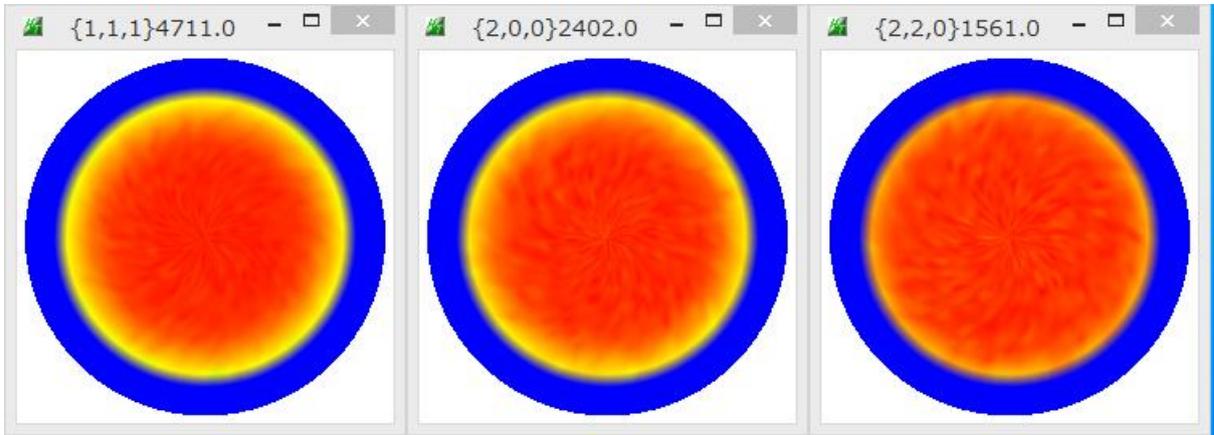
## random測定

無配向試料によるピーク極点とバックグラウンド測定を行う。

randomであるので、極点図の回転方向は同一強度である。

Cubic試料であれば、バックグラウンドはピーク角度から±3度離れた角度による強度測定

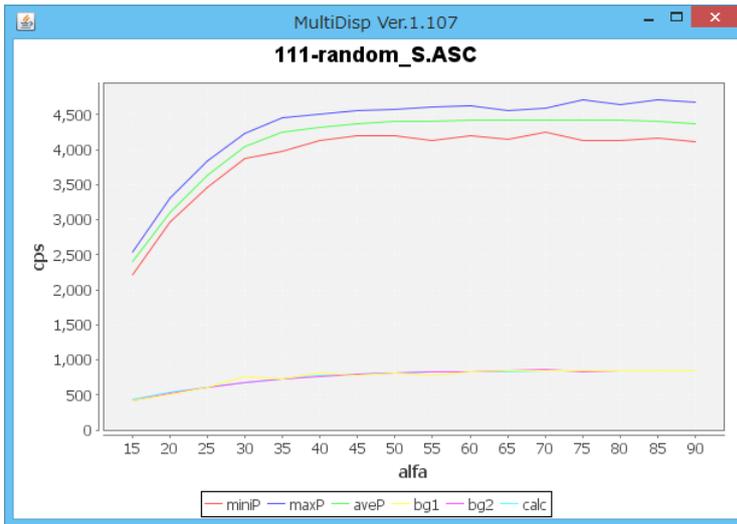
測定例



ピーク強度とバックグラウンド強度の確認

$\beta$ 方向のピーク最大、平均、最小と

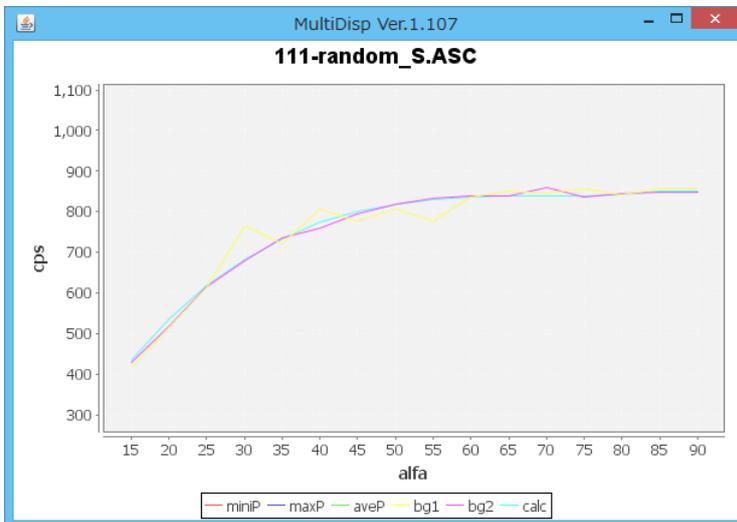
低角度バックグラウンドと高角度バックグラウンドと 高低バックグラウンドの多項式曲線



### バックグラウンドの評価

極点図の中心(90)より外側で強度が低下している。

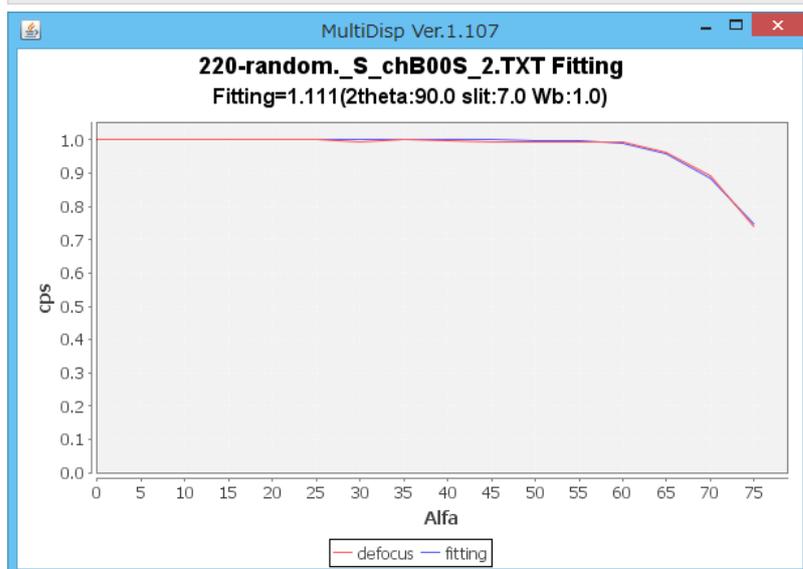
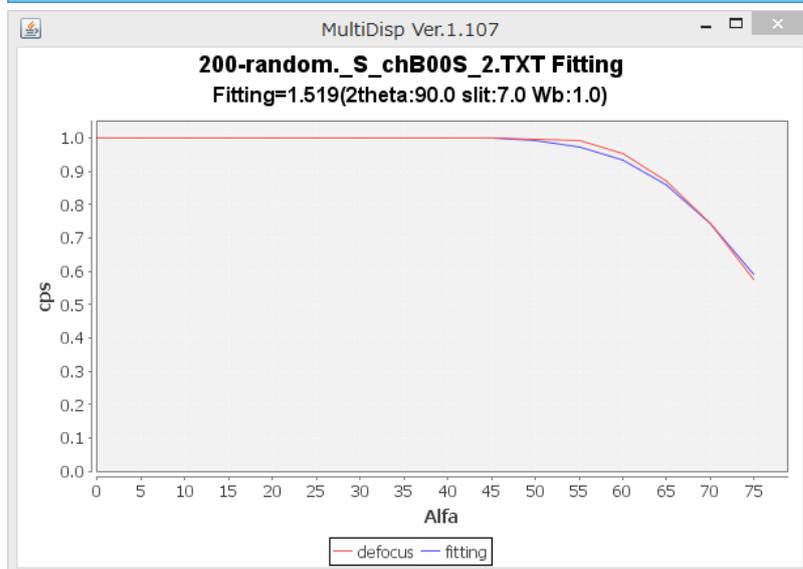
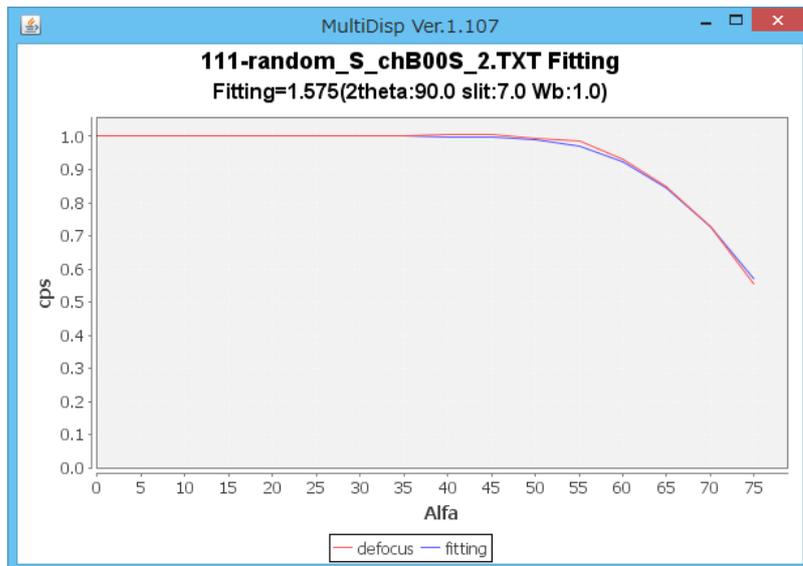
バックグラウンドの多項式近似



### バックグラウンドの補正

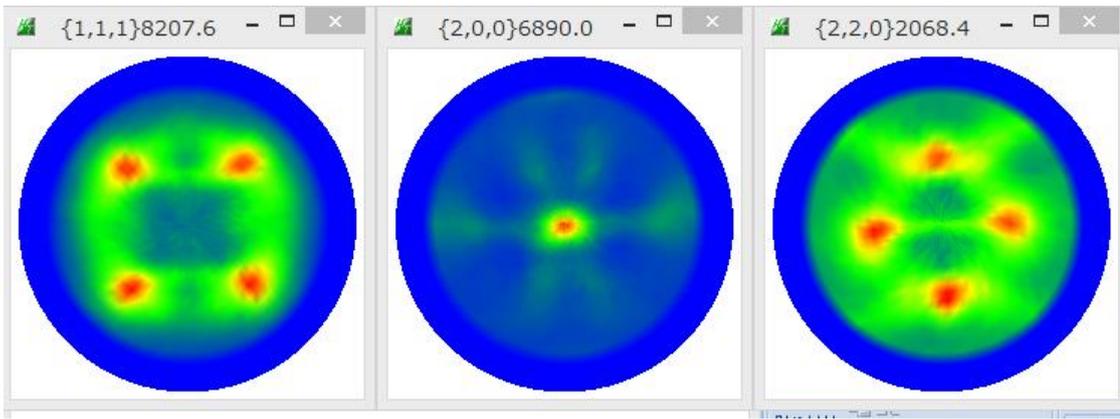
バックグラウンドが凸凹していると極点図にFiber要素が混入  
多項式で平滑化を行う事が重要  
バックグラウンドもdefocusの影響が確認出来ます

バックグラウンドを削除した極点図が T e n c k h o f f の曲線に近似されるか確認

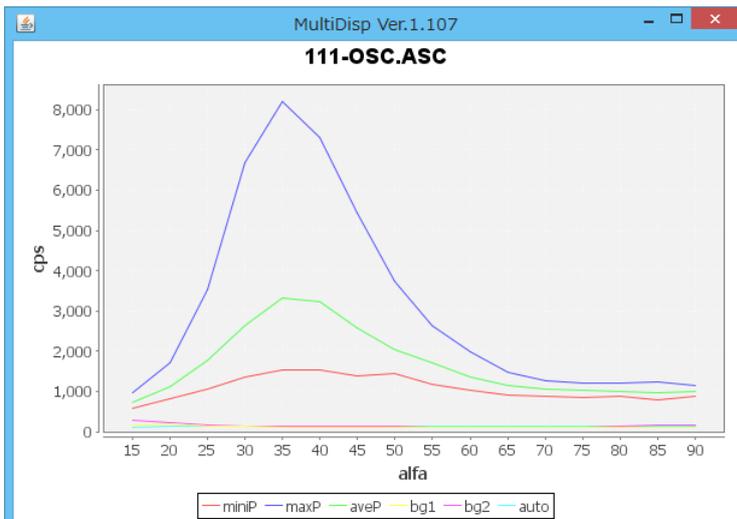


赤色曲線が r a n d o m 試料のバックグラウンド削除した極点図の多項式曲線  
青色曲線が、T e n c k h o f f の曲線、  
ほぼ、同一曲線で問題ありません。

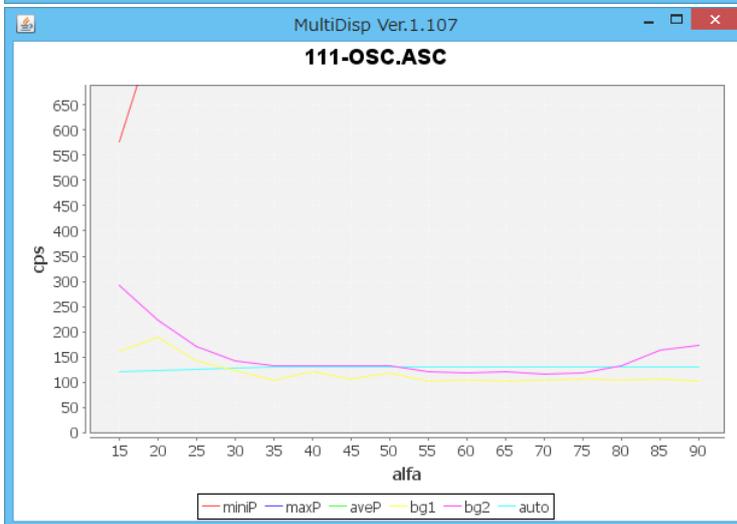
配向試料極点図処理



バックグラウンドの適正強化



バックグラウンドが極点図の中心と外周付近で跳ね上がりあり

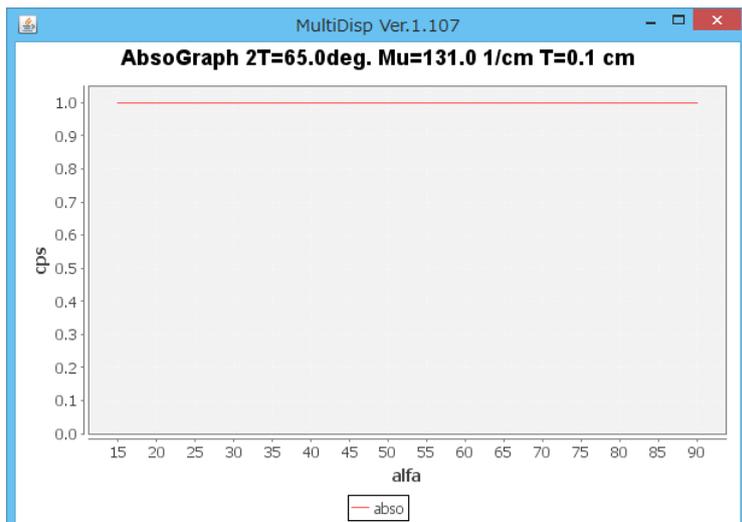


バックグラウンドの跳ね上がり修正  
バックグラウンドの外側を除くデータからdefocusバックグラウンド曲線を生成(ライトブルー)

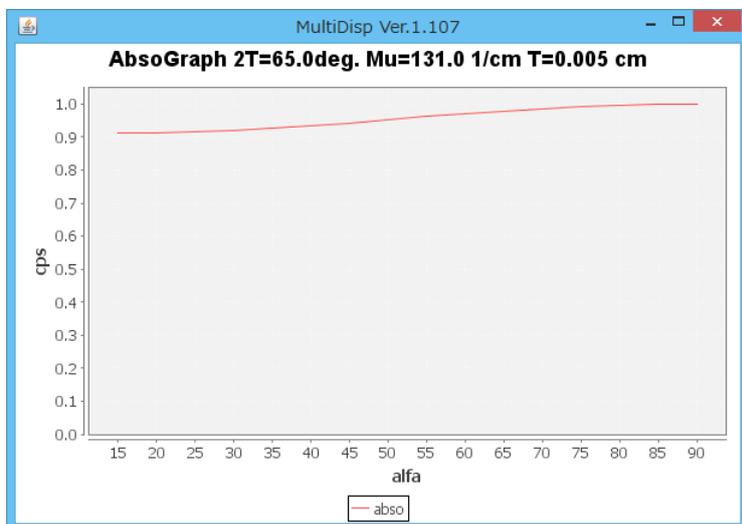
{200}、{220} 極点図も同様な処理

## 吸収補正量の確認

試料の厚さが 1 mm のアルミニウムなので、吸収補正量は 1.0 です。

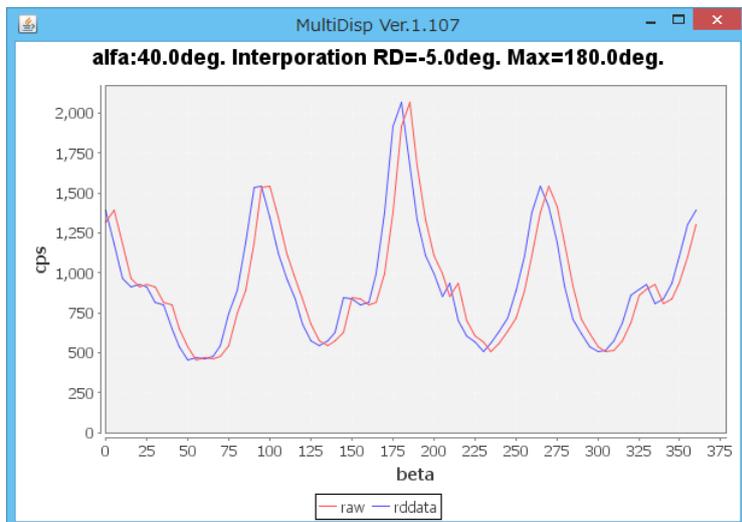


試料の厚さが薄いと補正が必要になります。



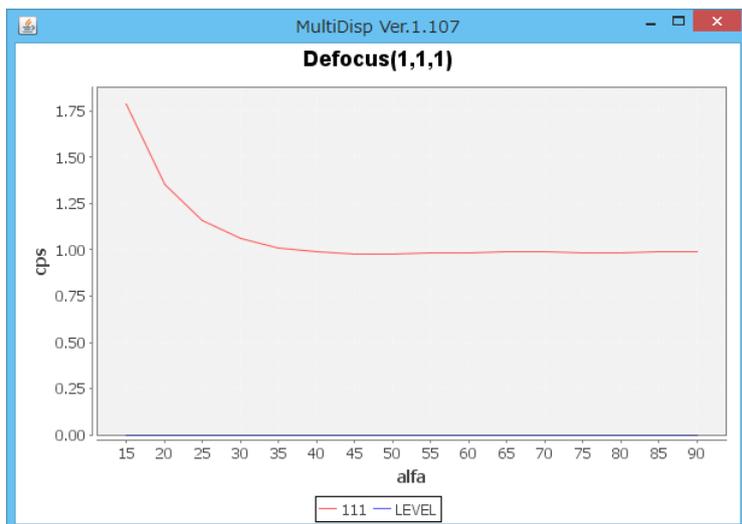
## R D補正量の確認

{ 2 2 0 } 極点図では、0, 90, 180, 360 に極が出現するはずですが。



補正量が -5 度で最大値が 180 になり、適正な R D 補正は -5 と判断出来ます。

# defocus 補正量の確認



最大補正量は1.75以上である事が分かります。

LaboTexの様なADC法では、極点図の範囲を狭めても解析が可能です。

Errorが下がらない場合、極点図の範囲を狭める事も考えます。

## 最適化Rp%による極点処理

ODFの入力極点図と再計算極点図の差から入力極点図のErrorが評価されます。

CTRソフトウェアでは、極点処理にODF解析風な処理が組み込まれています。

最小なRp%による極点処理の実行

Defocus file Select

Defocus(1) functions file  C:\CTR\DATA\AI-powder-random\defocus\DEFOCUS\_F.TXT  
 Make defocus function files by TXT2   Standardize

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

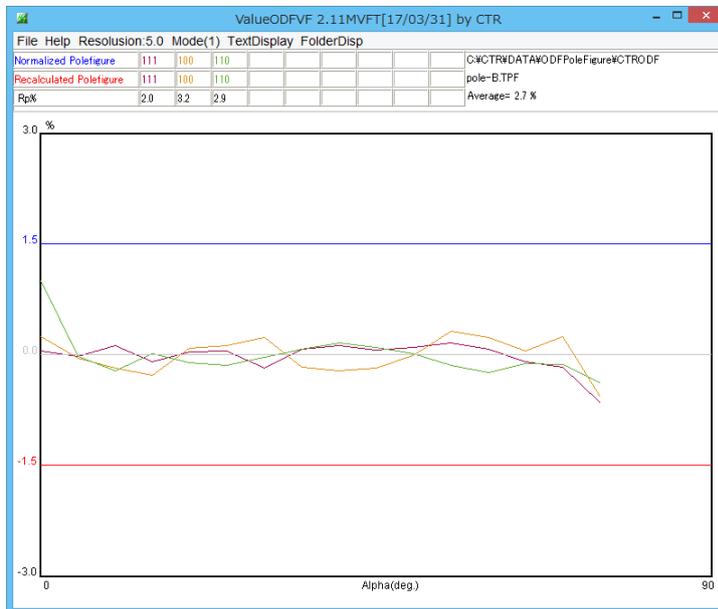
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm   Search minimum Rp%(Cubic only)  1/Ra

defocus 曲線が適正でない場合(測定 defocus 曲線を使用)、Rp%が大きく、改善されない

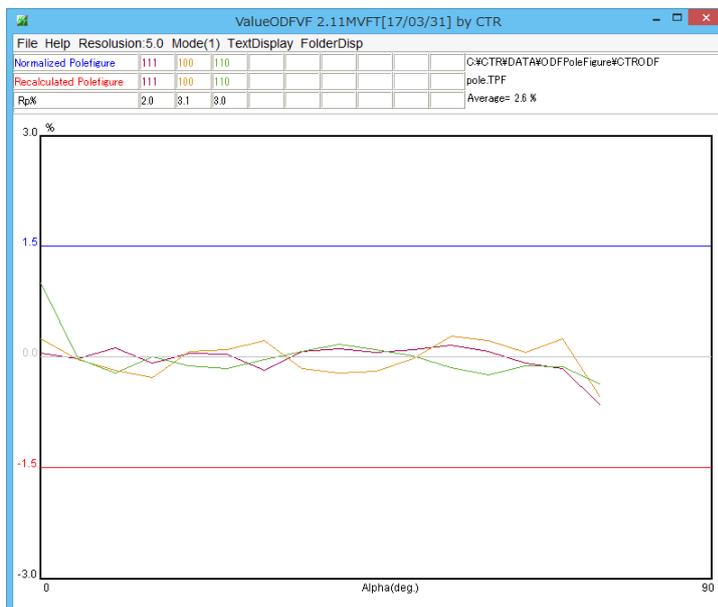
Search Rp% (1,1,1) 5.21% -> 5.21% (2,0,0) 3.14% -> 3.14% (2,2,0) 4.94% -> 4.94% Filemake success!!

defocus 曲線が適正な場合 (計算 defocus 曲線を使用)、Rp%は小さく、更に改善されます。

Search Rp% (1,1,1) 2.03% -> 1.8% (2,0,0) 3.17% -> 2.96% (2,2,0) 2.94% -> 2.9% Filemake success!!

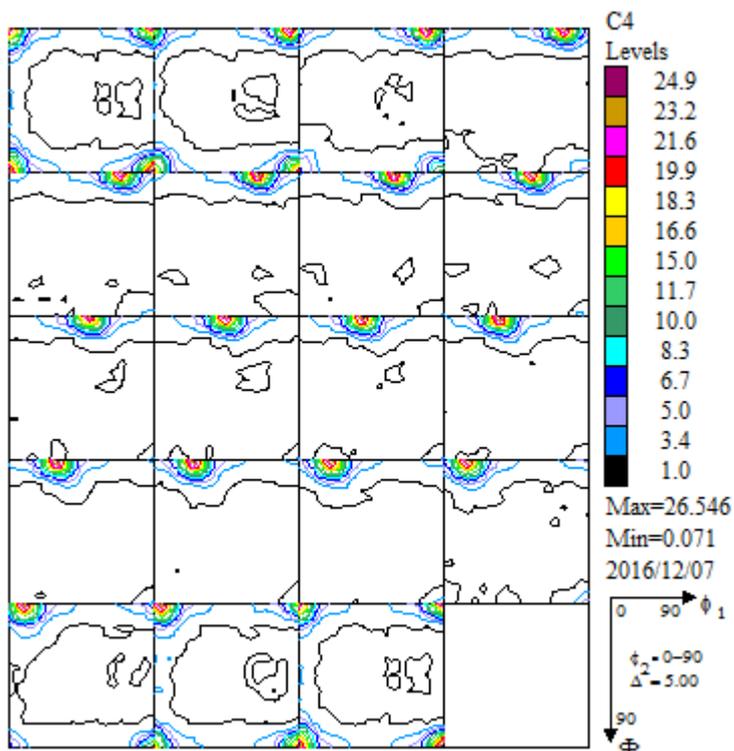


適正な defocus 曲線で最適化前



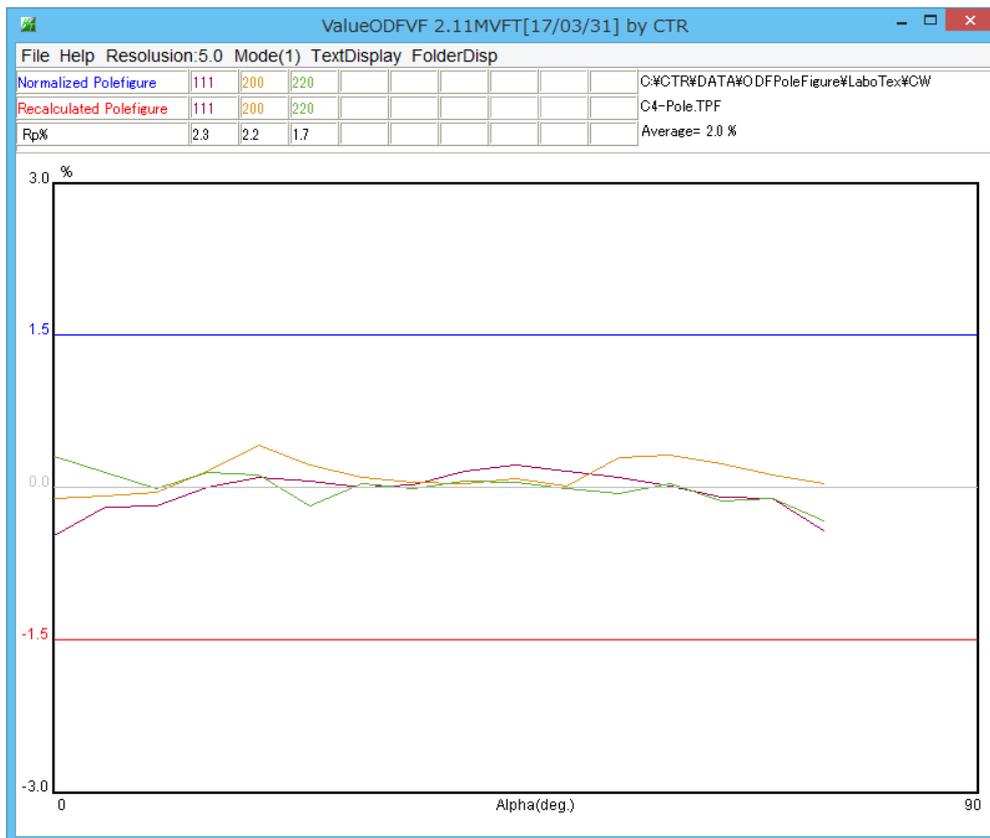
適正な defocus 曲線で最適化後

適正化により平均Rp%が2.7% -> 2.5%に改善されます。



Random 方位を 7 %程度含まれています。

### Error 評価



Rp%は2.0%と良い結果になっています。

これは、入力極点図にErrorが少ない事になり、ODF結果は非常に信頼性が高い

同様に、VolumeFractionのError評価を行います。

## VolumeFraction(結晶方位の定量%)結果

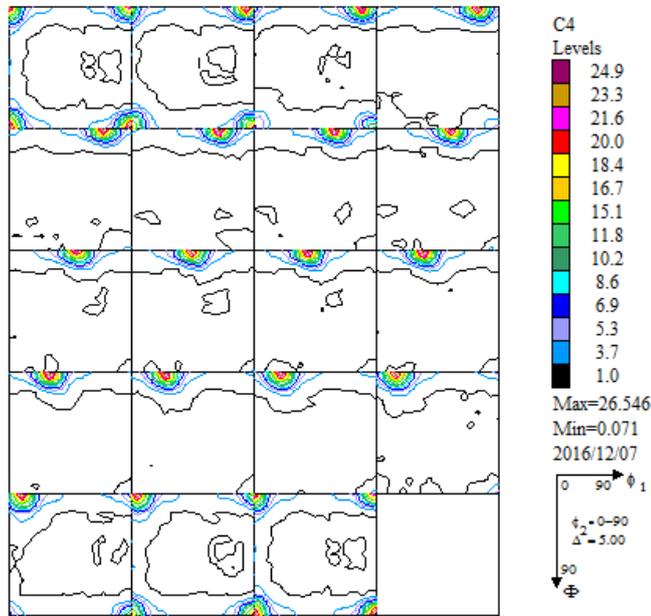
No	Texture Component	On	Distribution	FWHM $\phi_1$	FWHM $\phi_2$	FWHM $\phi_3$	Volume Fraction	Show Sym. Eq.
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	33.1	18.3	18.0	39 %	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube
2	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	23.0	22.4	17.6	7 %	
3	{ 1 1 0 } < 0 0 1 > goss	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.7	21.3	18.2	2 %	
4	{ 1 0 1 } < 5 2 -5 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.6	19.0	20.8	3 %	
5	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	24.2	22.1	25.2	6 %	
6	{ 1 1 0 } < 1 -1 1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.7	21.0	21.4	1 %	
7	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.9	22.8	21.2	2 %	
8	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	18.6	20.2	20.2	0 %	
9	{ 1 1 2 } < 1 1 -1 > copper	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.1	18.6	22.4	1 %	
10	{ 5 2 5 } < 1 -5 1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.0	19.1	20.4	1 %	
							Background 38 %	

Max. Linearity  
 Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set  
 Background: 38 %

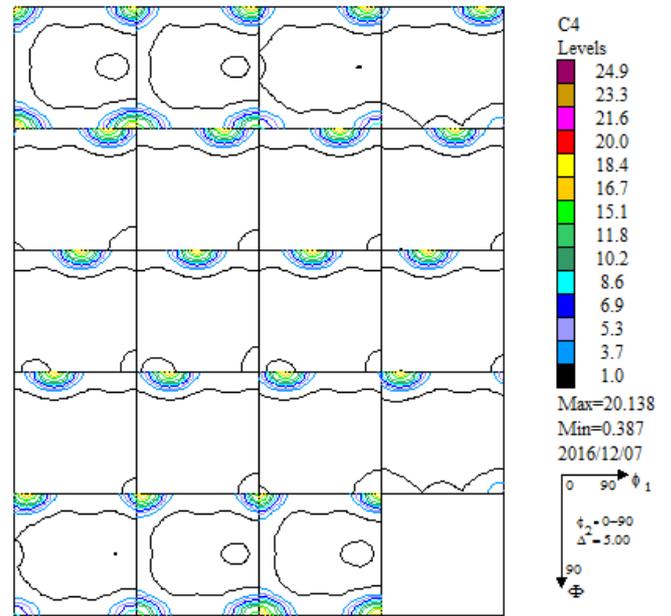
Show Sym. Eq. { 0 0 1 } < 1 0 0 > cube  
 Calculation Mode:  Automatic  Manual  
 Max. Iteration Number: 1,000  
 Max. Fit Error % (\*1000): 100  
 Iteration: 363  
 Fit Error% (\*1000): 24744.  
 Fit Calculation Progress

Cube 方位が 40 % 程度で、Background (計算された以外の方位) も 38 %

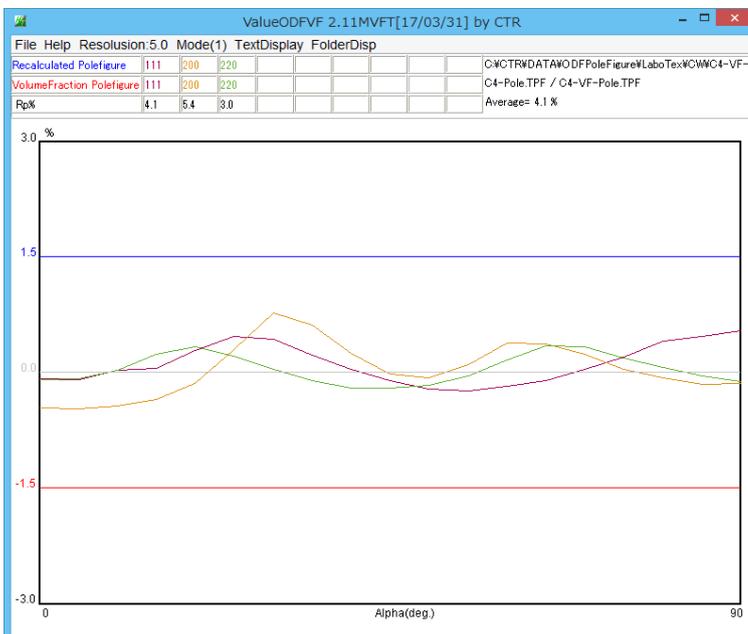
入力極点図から計算した ODF 図



VolumeFraction から計算した



## VolumeFraction の Error 評価



Recalculated Polefigure	111	200	220
VolumeFraction Polefigure	111	200	220
Rp%	4.1	5.4	3.0

C:\CTR\DATA\ODFPoleFigure\LaboTex\CWOC4-VF-F  
 C4-Pole.TPF / C4-VF-Pole.TPF  
 Average= 4.1 %

VolumeFraction(方位の定量)結果の Error は、4.1 % で信頼性が高い

左グラフの  $\pm 1.5$  % 以内である事