TitaniumをSmartLabで測定し

CTRソフトウエアとLaboTexで解析

2016年04月23日 *HelperTex Office*

Measure-Data¥Ti-CTR-LaboTex

- 1. 概容
- 2. SmartLab、受光スリット10mmのrandomデータ
- 3. SmartLabによる配向があるTitaniumの測定データ(シュミレーション)
- 4. randomデータからdefocus補正用ファイルを作成
- 5. 配向試料の解析
- 6. ODF向けファイルの作成
- 7. LaboTexでデータ読み込み
- 8. ODF解析結果
- 9. Error (Rp%)計算(入力極点図と再計算極点図を比較)
- 10. 逆極点図
- 11. LaboTexの3指数をCTRで4指数表示
- 12. 結晶方位の定量
- 13. Titaniumのrandom試料が用意できない時の対策

14. マトメ

六方晶のTitaniumをSmartLabで測定し、LaboTexでVolumeFraction計算を 行う手順(シュミレーション)を説明します。 測定はCu管球を用いたリガクSmartLabに $\alpha\beta$ アタッチメントを取り付けて極点測定を行う。 受光スリットは10mmとします。結晶粒径が大きい場合、 γ 揺動を行う。 光学系補正はTitaniumのrandom試料を用いて行います。 しかし、入手出来ない場合、CTRパッケージの内臓defcousで補正を行う。 バックグランド除去、defocus補正を行い、LaboTexで解析を行います。 LaboTexのODFは3指数表示(MillerNotation)であるが、CTRソフトウエアで 4指数(Miller-BravaisNotation X-axis [10-10])を行います。 又,LaboTexの逆極点図は、Plane表示であるが、CTRソフトウエアで 4指数のPlane<->Direction切り替えを行います。

極点測定は、低角度側の反射3面を測定します。

TitaniumDIS Hexagonal 2.9505 2.9505 4.6826 90.0 90.0 120.0 1.54056 9	P (1.0) (1.0) (1.5871)				
1	0	0	25.0	2.5552	35.09
0	0	2	30.0	2.3413	38.416
1	0	1	100.0	2.243	40.17
1	0	2	13.0	1.7262	53.003
1	1	0	11.0	1.4753	62.951
1	0	3	11.0	1.332	70.66
2	0	0	1.0	1.2776	74.157
1	1	2	9.0	1.2481	76.215
2	0	1	6.0	1.2326	77.357



 SmartLab、受光スリット10mmのrandomデータ CTRパッケージの DefocusCalc ソフトウエアで計算



SmartLabはゴニオ半径が300mmと従来のゴニオ半径より大きく 更に、広い受光スリットも利用でき、defocusが改善されています。

3. SmartLabによる配向があるTitaniumの測定データ(シュミレーション)



β方向の最大、平均、最小、バックグランドをα方向にプロットすると、





以上のrandomデータと配向データから結晶方位の定量を行います。

4. randomデータからdefocus補正用ファイルを作成

ODFPoleFigure2 ソフトウエアで random 試料測定データを選択

M ODFPoleFigure2 3.49YT[16/10/31] by CTR
File Linear(absolute)Contour ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%
Files select
ASC(RINT-PC)
Calcration Condition
Previous Next W#Ti-CTR-LaboTex#TD-Split#15-90#002_txtCW-defocus.asc 0,0,2 Change
Backgroud delete mede
Peak slit 10.0 mm @ S Slit 10.0 mm @ PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp
AbsCalc
Defocus file Select
Defocus(1) functions file
Make defocus function files by TXT2 Files V Standardize
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz Search minimum Rp%(Cubic only) 1/Ra Profile
Standardize Okt. Net Standardize Okt. Net Cancel Calc Exit&ODF ODF
バックグランドを除去指定して 計算を行う。(本データには、バックグランド登録なし)
 計算後 バックグランドを削除したデータを選択すると DEFOCUS ファイルが作成される
$\prod_{i=1}^{n} \bigcup_{j=1}^{n} \bigcup_{j=1}^{n} \bigcup_{i=1}^{n} \bigcup_{j=1}^{n} \bigcup_{j=1}^{n} \bigcup_{i=1}^{n} \bigcup_{j=1}^{n} \bigcup_{i$
Make defocus function files by TXT2 Files V Standardize
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz
以降、同一スリットを用いた測定データのdefocus 補正に defocus ファイルとして使用可能

若し、random試料が入手できない場合、内臓defocusを指定します。

5. 配向試料の解析

ファイルを選択 🔏 {0,0,2} 39712.... 🗆 🗉 🕱 🎽 {1,0,0} 6343.89 💷 🖾 🎽 {1,0,1} 4692.05 💷 🕱 M ODFPoleFigure2 3.49YT[16/10/31] by CTR File Linear(relativity)3D ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp% Files select-ASC(RINT-PC) - 002_2.ASC 100_2.ASC 101_2.ASC Calcration Condition --hkl-Previous Next W¥Ti-CTR-LaboTex¥TD-Split¥15-90¥REVERSE¥002_2.ASC 0,0,2 Change Backgroud delete mode -Smoothing -🔲 3 👻 Arithmetic mean 👿 🖲 DoubleMode 💿 SingleMo... 💿 LowMode 💿 HighMode 💿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 👻 🗌 Minimum mo... ▼ Disp RD Peak slit 10.0 mm BG Slit 10.0 mm IV PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp 0.0 Interporation Full Disp AbsCalc -📄 Schulz reflection method 🔹 Absorption coefficien 300.0 1/cm Thickness 0.1 cm 🔹 2Theta 2.3413 deg. @ 1/Kt Profile Defocus file Select **V** O Defocus(1) functions file W#Ti-CTR-LaboTex#TD-Split#15-90#defocus#DEFOCUS_F.TXT Make defocus function files by TXT2 Files 🗸 🗹 Standardize 🔗 😭 TextDisp O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) BB185mm Search minimum Rp%(Cubic only) Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) 💿 1/Ra Profile SmartLab-DSH2mm-Schulz ⊤OutFiles Smoothing for ADC-_Standardize Cancel Calc Exit&ODF ODF Cycles 2 - Weight 4 - Disp **V** ValueODFVF-A ValueODFVF-B

バックグランド削除とdefocus補正を指定して計算を行う。



6. ODF向けファイルの作成

Cancel	Calc	Exit&ODF	ODF

T i t a n i u m の格子定数を取得

	Charles Construction Construction					
	Lattice constant	Data				To factor the st
	Material					Start
	Structure Code(Symmetries afte	r Schoenfiles)			•	⊚ getHKL<-Filename
	a 1.0 <=b 1.0 <=c	MaterialData 1	.35XT[16/10/	/31] by CTR		
F	PF Data SelectFile(TXT(b,inter	File Help Disp				
	002_2_chB00D1S_2.TXT	Hexagona				
	100_2_chB00D1S_2.TXT	LaboTex	:(a<=b<=c &<=	90 β<=90 γ<=	90) 🔲 Trigonal((to Rhombohederal)
		Wave length -	•			
		Select				
		Titanium.T	ХТ			
		-				
			isp	Cance		Return Structure
	Comment 002_2_chB00D15_2		isp	Cance	1	Return Structure
	Comment 002_2_chB00D1S_2		isp f file save	Cance Labote	x(EPF),popLA(RA	Return Structure
	Comment 002_2_chB00D1S_2	Epi	isp f file save	Cance	I (RA x(EPF),popLA(RA S	Return Structure
constant -	Comment 002_2_chB00D IS_2		isp f file save	Cance	I (EPF),popLA(RA S	Return Structure
constant -	Comment 002_2_chB00D1S_2 Symmetric type Full		isp f file save	Cance	I (EPF),popLA(RA	Return Structure
constant - Material	Comment 002.2_chB00D15.2 Symmetric type Full Titanium.txt	Epr [es) [1	isp f file save		I (EPF),popLA(RA 3	Return Structure
constant - Material ture Codel	Comment 002_2_chB00D15_2 Symmetric type Full Titanium.txt (Symmetries after Schoenfi b 1.0 <=c 1.5871	les) [1]	isp f file save 1 - D6 (hexa	Cance	i (EPF),popLA(RA S	Return Structure
constant - Material ture Code(Comment 002_2_chB00D1S_2 Symmetric type Full Titanium.txt Symmetries after Schoenfi b 1.0 <=c 1.5871	les) [1]	isp f file save 1 - D6 (hexa beta		ا x(EPF),popLA(RA S mm 120.0	Return Structure
constant – Material ture Code(D <=b Select 002_2.c	Comment 002.2_chB00D1S.2 Symmetric type Full Titanium.txt (Symmetries after Schoenfi b 1.0 <=c 1.5871 actFile(TXT(b,intens),TXT2(a chB00D1S_2.TXT	Image: state	isp f file save 1 - D6 (hexa beta 9 h,k,1 0,0,2	Cance Labote Ti-3 agona 2Theta 2.34 T3	I	Return Structure
constant - Material ture Code(002,2,c 100,2,c	Comment 002_2_chB00D15_2 Symmetric type Full Titanium.txt (Symmetries after Schoenfi b 1.0 <=c 1.5871 ctFile(TXT(b,intens),TXT2(a chB00D15_2.TXT chB00D15_2.TXT	les) [] alfa 90.0	isp f file save 1 - D6 (hexa beta 9 h,k,l 0,0,2	Cance Labote TI-3 agona 0.0 ga 2.3418 2.3552	i ×(EPF),popLA(RA 3 mm 120.0 Alfa Area 0.0->75.0 0.0->75.0	Return Structure
constant - Material ture Codel 0 <=b a Selec 002_2_c 100_2_c	Comment 002_2_chB00D1S_2 Symmetric type Full Titanium.txt (Symmetries after Schoenfi b 1.0 <=c 1.5871 ctFile(TXT(b,intens),TXT2(a chB00D1S_2.TXT chB00D1S_2.TXT chB00D1S_2.TXT	Image: state	isp f file save 1 - D6 (hexa beta 0,0,2 1,0,0	Cance [Labote TI-3 agona] 00.0 ga 2Theta 2.3413 2.5552 2.243	I x(EPF),popLA(RA S mm 120.0 Alfa Area 0.0->75.0 0.0->75.0 0.0->75.0	Return Structure

ファイル名を指定して、EPF File save

作成されたファイルをLaboTexに入力

7. LaboTexでデータ読み込み



ODF解析結果の Rp%



Rp%は、ODF入力極点図(PFexp)と再計算極点図(PFcalc)を比較

$$RP_{\{hkl\}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \frac{\{PF_{exp_i}\}_i - \{PF_{calc_i}\}_i}{\{PF_{exp_i}\}_i} \cdot 100\%$$

where :

RP(hhl) - relative error for {hkl} pole figure,

 $\{PF_{exp}\}\$ - intensity of experimental (corrected and normalized) pole figure in point i,

 $\{PF_{colc}\}_{i}$ - intensity of calculated pole figure in point i,

N - number of measured points on pole figure.

$$RP = \frac{1}{M} \sum_{j=1}^{M} RP_{\{hhl\}_j}$$

8. ODF解析結果



🚄 を指定するとX軸は[100]に変えられます。

9. Error (Rp%) 計算(入力極点図と再計算極点図を比較)



α方向のプロファイルで比較すると



defocus補正量が少ないと、右側(極点図の外周方向)がマイナスになります。



LaboTexでは、逆極点は4指数のPlaneで表示しています。(最大指数15) 逆極点の角度(β 、 ϕ)から整数化した指数の最大指数で、指数が異なります。 しかし、マウス位置で角度を読み込むのは、マウス精度から難しい CTRソフトウエアでNDを表示



Direction



逆極点 (β 、 ϕ) —>指数変換 (Plane, Directiuon)

MainverseDirection 1.11T[16/10/31] by CTR	InverseDirection 1.11T[16/10/31] by CTR
File Help	File Help
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $

LaboTex

toldt→	Step 5.00 - 8 =	0.00 - 0-	38.43 - 😤	0.00 ÷ HKL (-1 2 4)	UVW E 2	$1 \ 0 \ 1 \ 0 \ 1 \ 0 \ 1 \ 0 \ 0 \ 0 \ $
		0.00	00.40 . 12-	0.00	. 1 2 4)	0000	1 01



CTRソフトウエア(X軸は、[10-10]に固定)



マウスクリックした角度(+)から整数化した結晶方位と再計算した Euler 角度(〇)を表示しています。

方位解析

<u>M</u>	GF	ODFDisplay	1.57ST[19/0	9/:	30] by CTR -	- 🗆 🗙		
File Titanium Btype	e View Sea	arch 7.0,7,false	e Help Fiber C	DD	F DataBase Resolution			
filen.	ame: U:\Ti-CTR	-LaboTex\TD-Split	15-90\REVERSE\		to ODF±1step	(=187.33		
					ODF menber list	↓=0.03		ファイル(F) 編集(E) 書式(O)
)			ODF family list	180.0 170.0		{hktl} <uvtw>,labotex</uvtw>
					ODF all family list	160.0 150.0		{0001}<10-10>,0.68
					ODF all family normalize list	140.0 130.0		{UUUI}<2-1-1U>,U.69 {-12-10\<10-10\ 1 0
					{hkl} <uvw>Input mode</uvw>	 120.0 110.0 100.0 		$\{01-10\}<2-1-10>0$ 62
					{hkti} <uvtw>Input mode</uvtw>	Input t	able	{-12-10}<0001>,0.38
						Input li	st	{01-10}<0001>,0.61
				-	l	List di	sp	{-12-15}<10-10>,27.98
					-	30.0		{01-13}<2-1-10>,0.87
					B	Type X=[10-10]		{-12-14}<10-10>,187.33
					в	ungew2section		{02-25}<2-1-10>.0.7
₽					0	υ 90 Ψ1		{-12-18}<4-843> 0.67
						ψ2=0->60 step=5.0		
					90	L.		1 19 141 0 2217,0.00
						φ		
								{01-13}<0-332>,0.75
-19703703								

表示(V)

ListDisp で hkluvuwlistDisplay でプロファイル表示



12. 結晶方位の定量

Crystal Symmetry D ₆ (Hexagonal)	Sample Symmetry	Grid Cells for	Output ODF 5.0*5.0	Step Diagram Range +/	0.50
Centre of Orient	ation 100.0%	Centre of Orienta	tion 100.0%	Centre of Orientation	
-45.0	45.0 -45.0		45.0	-45.0	45.0
No Texture Component	On Distribution	<mark>гүнм 🖗</mark> гүнм 🕄	CHIME Volume	Show Sym. E	q.
1 {114} 1.10>	👻 🗹 Gauss 👻	9.9 9.9	11.1 30	% P1 14 × 1 · 1 0 >	-
2 { 0.0, 45., 0.} goss 3 { 0., 35.26, 45.}	Gauss	10.0 10.0 10.0 10.0 10.0 10.0	10.0 28 10.0 10 10.0 10	Calculation Mode	C Manual
5 { 0.0, 18.43, 0.0} 6 { 23.09, 50.24, 56.31}		10.0 10.0	10.0 10	 % Max. Iteration Number : % Max. Fit Error % (*1000) 	1,000 ÷
7 { 15.23, 47.12, 68.20} 8 { 1 1 2 }< 1 -1 0 >	▼ □ Gauss ▼	10.0 10.0 10.0 10.0	10.0 10 ÷	2	189
9 { 9 1 5 }< -3 -8 7 >	Gauss V	10.0 10.0 10.0 10.0	10.0 10	% Fit Error% (*1000) : % Fit Calculation	Progress

3指数<->4指数

A HexaConvert 1.09YT[16/10/31] by CTR	
File Step Help	
A 🛛 X-Axis[100] ([2-1-10]) 🕂 B 🗹 X-Axis[210] ([10-10]) 🥂	
MIller Notation (3Axis Notation) Image: Im	
Miller Bravais Notation(4 Axis Notation)	
Euler(p1Fp2) 0.0 38.432 0.0	
Material select Titanium.TXT	
c/a 1.587 ψ2 0 → Calc	K: T
DISP Disp size 200 DISP BG Corr White Line size 2.0 MINUS	
OK Return Structure	

VolumeFraction \mathcal{O} Error



再計算極点図と VolumeFraction 結果の再計算極点図を比較

File Help Resolusion:5.0 EqualAngle TextDisplay Pecalculated Polefigure 2 100 101 WWTI-CTR-LaboTexWTD-SplitW15-90WREVERSEWLaboT VolumeFraction Polefigure 2 100 101 Average= 1.1 % Re% 1.7 10 0.7 Average= 1.1 % 1.5 注意 小は市 注意 Average 1.5 0.0	
Pecalculated Polefigure 2 100 101 WWTI-CTR-LaboTexWTD-SplitW15-90WREVERSEWLaboT VolumeFraction Polefigure 2 100 101 Average= 1.1 % 3.0 %	
VolumeFraction Polefigue 2 100 101 Average= 1.1 % Ro% 17 10 0.7 0 Average= 1.1 % 3.0 %	
Rex 17 10 0.7 Average= 1.1 % 3.0 %	
30 % 1.5 注意 本資料では、結晶方位は それ以外はrandom	
1.5 注意 0.0 本資料では、結晶方位は それ以外はrandom	
精度の高いRp%になっ	Zは1つで、 omなので、 cっています
-1.5 -3.0 0 Alpha(deg.) 90	

- 13. Titaniumのrandom試料が用意できない時の対策
 - Defocus曲線は、材料に関係なく、光学系と測定20角度で決まります。
 - Tenckhoffの計算式を利用し、random極点図を作成
 - ODFPoleFigure2ソフトウエアによる測定2 θ と受光スリットによる直接計算 の2方法がある。
- Tenckhoffの計算式を利用し、random極点図を作成

ODFPoleFigure2->ToolKit->DefocusCalc

A DefocusCalc 1.51YT[16/10/31] by CTR	
File Help	
Method MesureBGMode SmartLab=DSH2mm=Schulz	
ok	SmartLab を選択

ODFPoleFigure2ソフトウエアによる測定2 θ と受光スリットによる直接計算

ODFPoleFigure2 3.49YT[16/10/31]	by CTR
File Linear(absolute)Contour Toolk	Kit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%
Files select	
ASC(RINT-PC)	
Calcration Condition	
Previous Next	
Backgroud delete mode	
🕡 🔘 DoubleMode 🔘 SingleMo 🔘 Lo	www.de 💿 HighMode 💿 Nothing BG defocus DSH12mm+Schulz+RSH5mm 🔻 Minimum mo.
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm	
AbsCalc	
Schulz reflection method	Absorption coefficien 300.0 1/cm. Thickness 0.1 cm - 2Theta 0.0 deg. 0.1/Kt Profile
Defocus file Select	
 Defocus(1) functions file 	w¥Tr−CTR−LaboTex¥TD−Split¥15=90kdefocus¥DEFOCUS_F.XT
Make defocus functio	n files by TXT2 Files 🔹 🐨 TextDisp
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)
Defense(2) (metter files falder)	
Delocuster function mes folder:	Sale Jakvettodez Smartab-Ushi/zmm-schulz V
Smoothing for ADC	Standardize OutFiles
Cycles 2 • Weight 4 •	Disp Ø Asc Ras TXT TXT Cancel Calc ExtraODF OUF
	ValueODFVF-B ValueODFVF-A
- Defocus	s file Select
	🔘 Defocus(1) functions file 🔰 🚰 🚽 W:¥Ti-CTR-LaboTex¥TD-Split¥15-90¥defocus¥DEFOCUS_F.
	Make defocus function files by TXT2 🛛 🛛 🔽 🔽 🔽 🚽 🖓 Standardize
	Defecue(2) function files folder(Cale unbackdefecue)
	Derocus(s) function mes folger(calc unbackderocus)
(Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz

SmartLab を選択

14. マトメ

CTRパッケージソフトウエアは、XRDから、ODF解析を行う場合、 測定データの同時処理、、組み込み defocus 計算、Error評価、など補助ソフトウエアとして 利用されています。

Error評価では、

利用できるのは、入力極点図と再計算極点図の比較と

VolumeFraction (VF%) では、入力極点図から計算した ODF の再計算極点図と VF%から 計算した ODF の再計算極点図の比較です。

別資料、Cubicですが、「精密な極点測定とデータ処理」を参考にして下さい。