

極点測定と同時にバックグラウンド測定が行われていない

SmartLab-Inplane 極点からODF解析

2016年07月09日

HelperTex Office

1. 概要

SmartLabによるInplane極点測定では、ピーク極点測定と同時にバックグラウンド測定が出来ていません。ピーク極点測定を行った後、バックグラウンド測定を行い、ピーク極点ファイルにバックグラウンド強度を登録し、通常の極点処理を行います。

Inplane極点の場合、ソーラスリットの関係で、受光スリットは2mmを用いると良い結果が得られます。

仕様では、極点図の α 方向は、 $0 \rightarrow 90$ 度測定を行っていますが、解析に使える範囲は $15 \rightarrow 90$ 度が適当と思われます。

この光学系補正では、無配向試料により補正を行います。

2. 用意するデータ

無配向試料による極点図3面

ピーク極点図とバックグラウンド極点図が必要です。

配向試料による極点図3面

ピーク極点図とバックグラウンド極点図が必要です。

ピーク極点図とバックグラウンドの合成データ作成

3. データ処理

Defocus曲線作成

無配向材料の極点図からバックグラウンド削除して作成」

極点図処理

バックグラウンド、Defocus補正、RD補正、平滑化、規格化

対称性評価

1/4対称に関して

Rp%計算

3面極点図の矛盾点評価

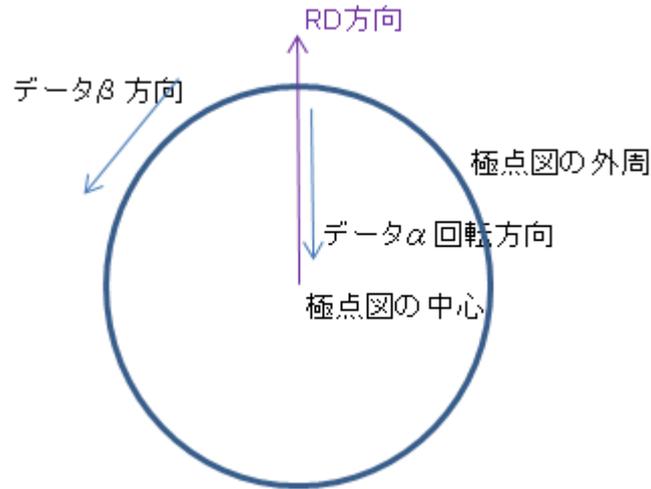
ODF解析

方位計算、逆極点評価、VolumeFraction計算

4. Inplane極点

Inplaneの光学系による極点測定

極点図

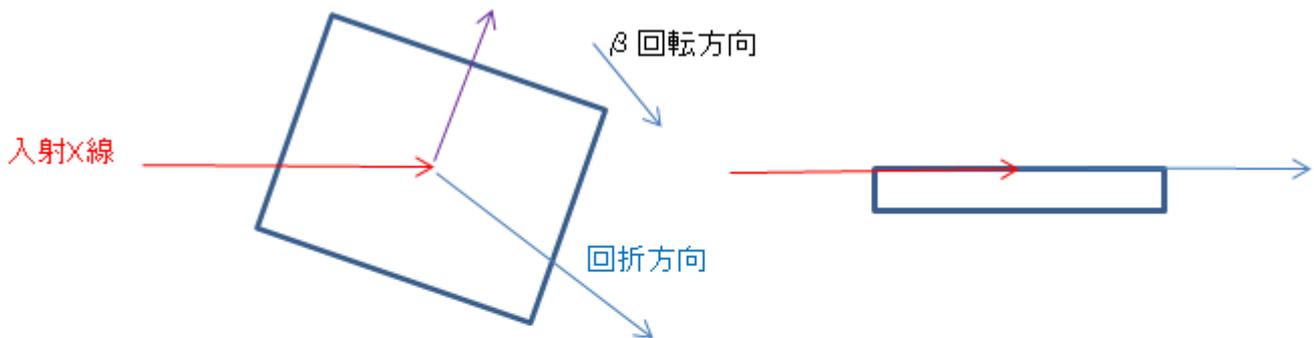


上記はR i g a k uの測定方法とデータの関係

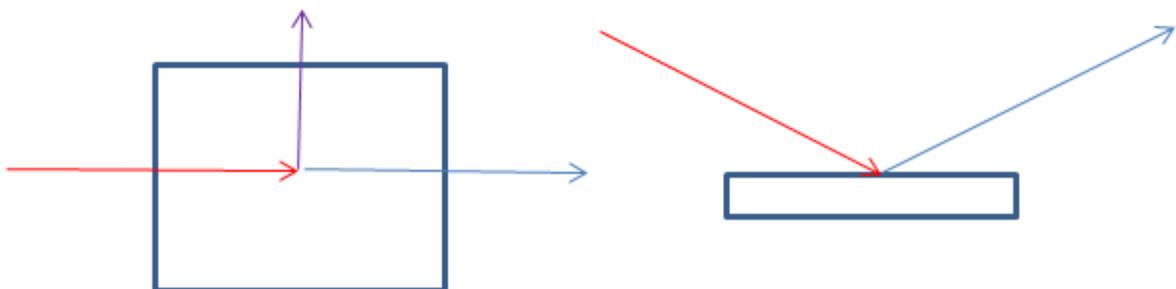
R i g a k u以外は、RD方向とα回転方向が異なります。

極点図の外周($\alpha = 0, \beta = 0$)
ND方向から観察

ゴニオメータ中心方向から観察



極点図の中心($\alpha = 90, \beta = 0$)



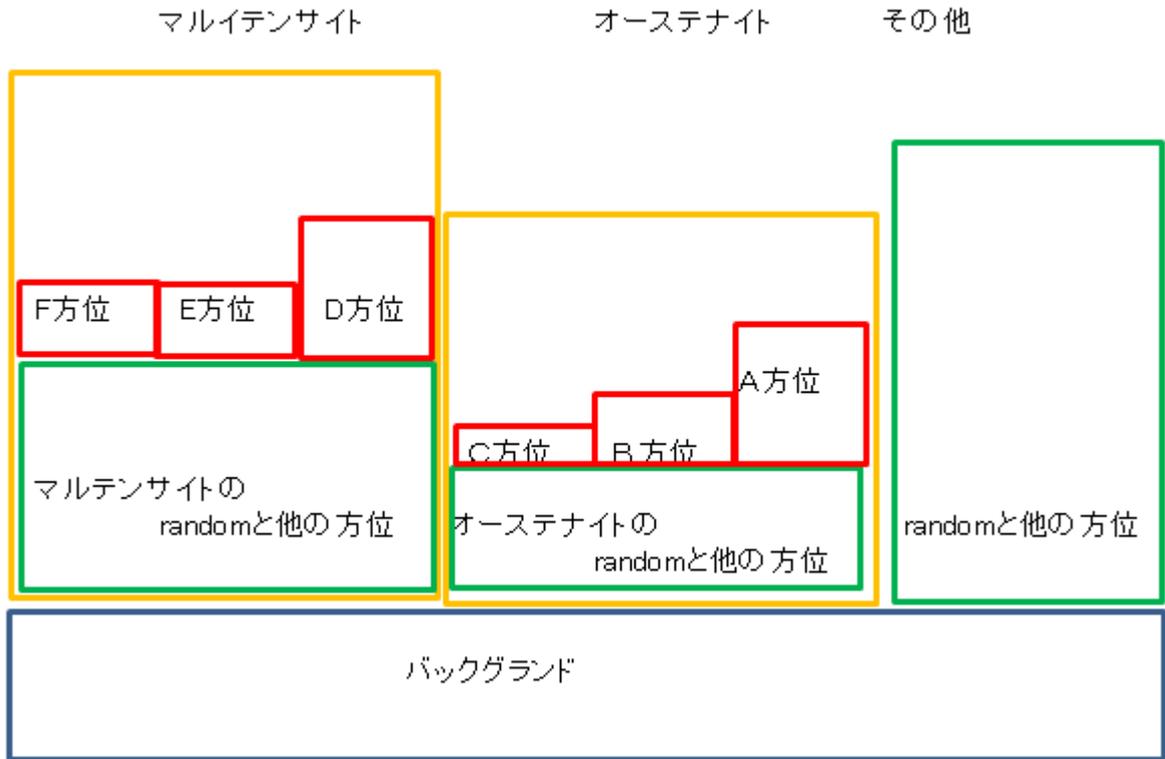
Inplane極点測定では、α角度毎にβスタート角度が回転しています

5. バックグラウンド

極点による解析では、結晶性回折現象によるX線を扱い、蛍光線やコンプトン散乱はバックグラウンドとして除きます。非晶質のプロファイルに結晶性プロファイルが重なったデータの場合、非晶質部分はバックグラウンドとして削除します。

random方位を削除すると、定量値に影響を与えます。

マルテンサイトとオーステナイトが含まれる鋼材を例にした場合、X線回折プロファイルには以下のプロファイルが含まれます。



極点図で扱うのは  の中で、マルテンサイトとオーステナイトは別々に扱う。

バックグラウンドの見積もりは重要な要素です。

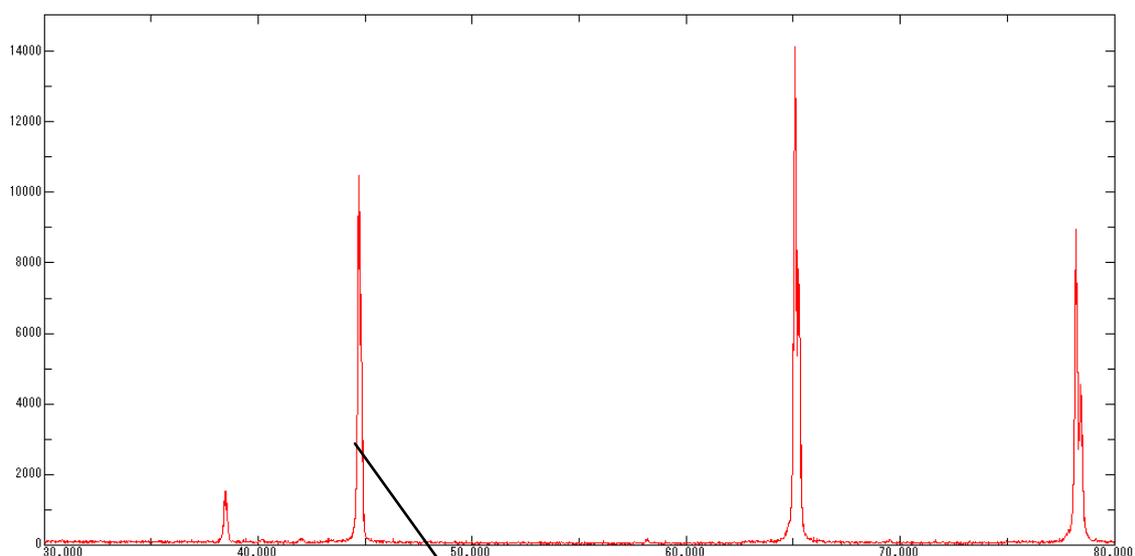
Cubicの場合、ピーク 2θ 角度の ± 3 度位置でバックグラウンド測定を行います。

結晶方位定量では、マルテンサイトの方位の合計は100%

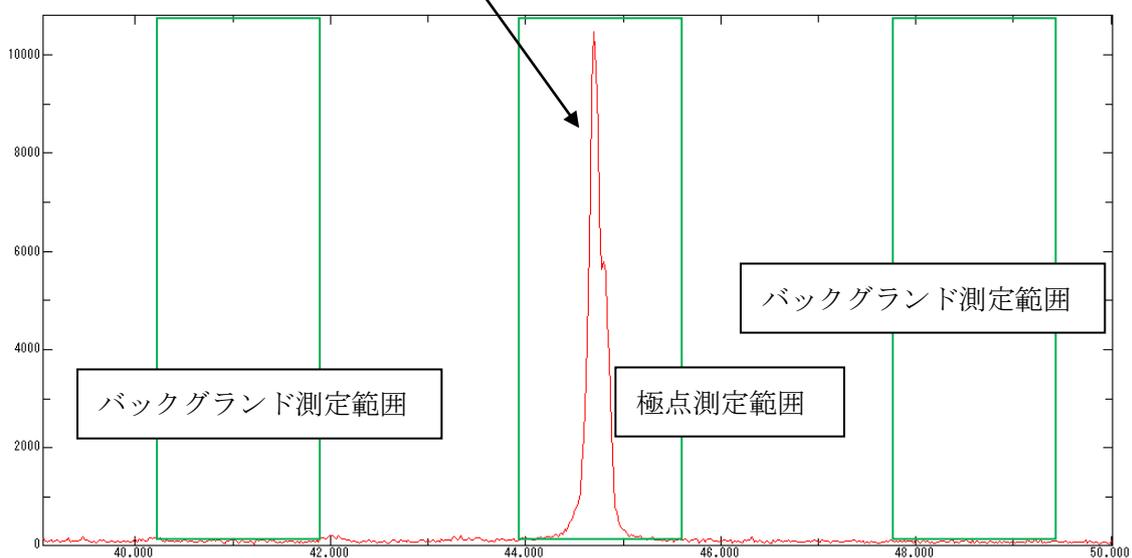
オーステナイトの方位の合計は100%

マルテンサイトとオーステナイトの比率は計算できません。

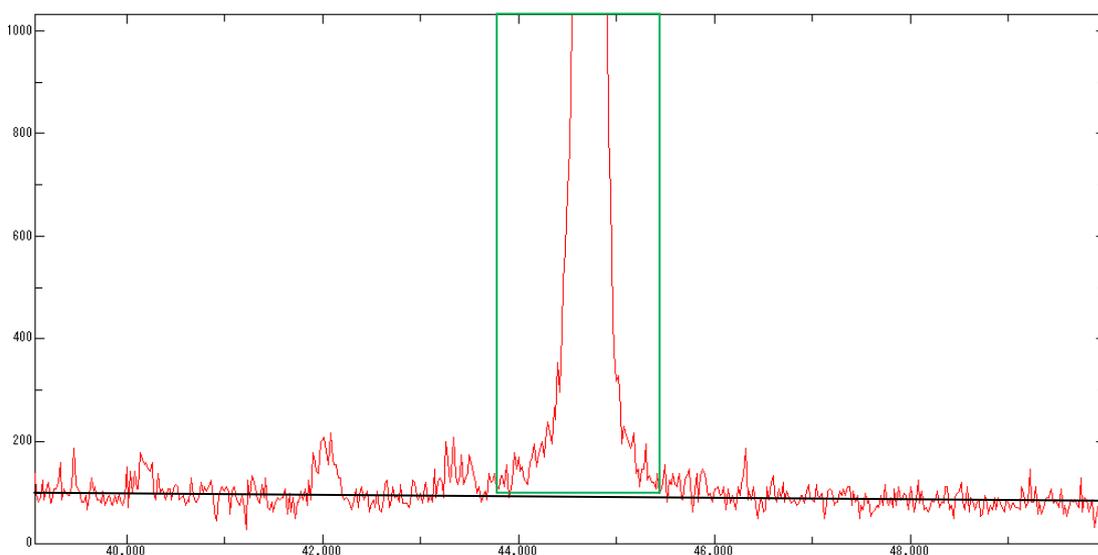
極点測定では、ピーク極点とバックグラウンドは同時に測定される（Inplane では同時に測定されない）



バックグラウンド測定はピーク位置の±3度位置を測定



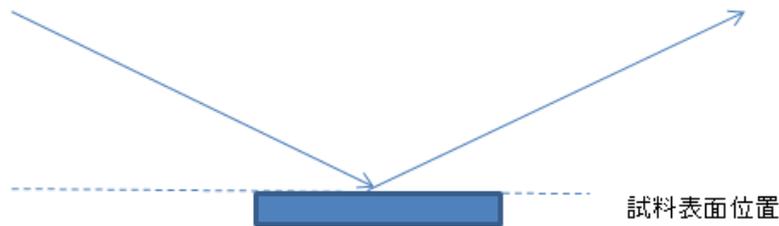
グリーン色のBoxは受光スリットによる同時測定の積分範囲



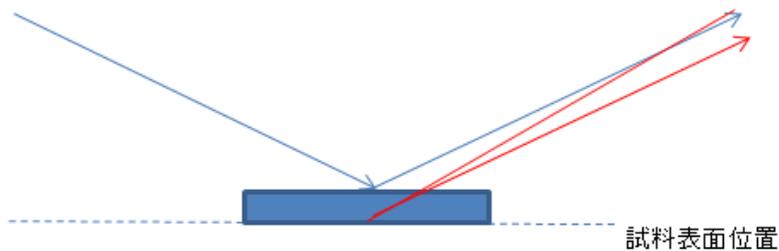
バックグラウンドで削除された積分範囲が極点解析に利用される部分

6. Defocus (一般的な極点図測定の場合)

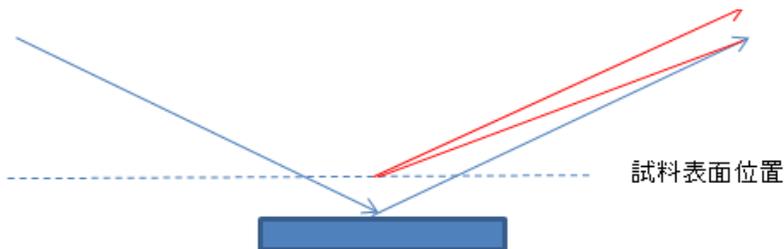
極点図はアナログ的測定で光学系の影響を受ける。
回折は試料表面近くで発生します



試料表面位置が上にずれると測定 2θ 角度は広角にシフトします。

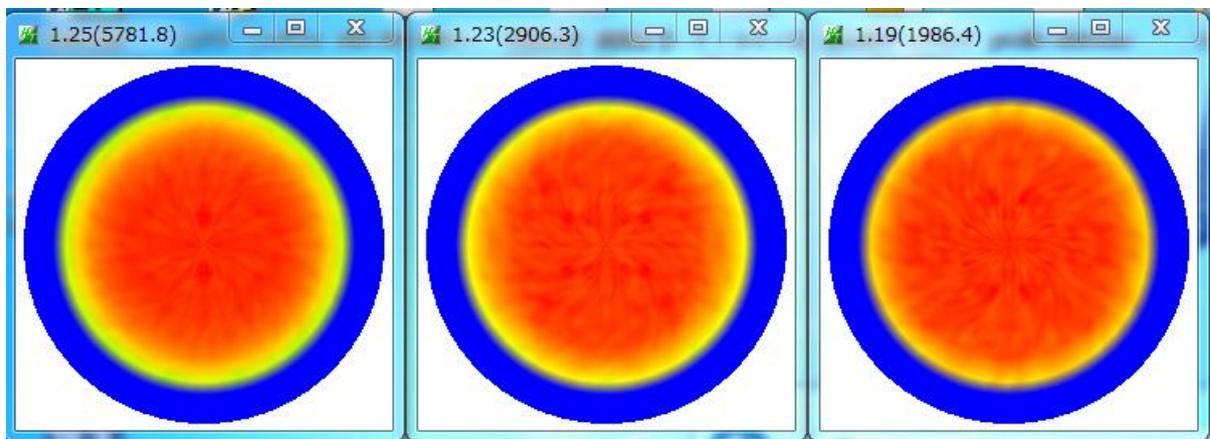


試料表面が下にずれると測定 2θ 角度は低角にシフトします。



極点測定では試料を煽りながら測定するので、測定プロファイルが広がり強度が低下します。
この現象を *defocus* と呼ばれ、極点図の測定では極点図の外側で強度が低下します。

本来、無配向試料の極点図では、フラットの極点図が測定されるはずですが、実際は以下の極点図が測定されます。



極点図の外側で強度が低下しています。

この低下率は、測定 2θ 角度が低い、測定受光スリットが狭いと顕著に現れます。

正確な *defocus* 補正は重要です。

7. 無配向試料極点図からdefocus曲線を作成

7.1 測定データ

Inplane極点測定ではバックグラウンドとピーク極点図は別々に測定を行う。

CTR > DATA > SmartLab-Inplane > Al-random

名前	更新日時	種類	サイズ
220_BG_high_β	12/09/06 14:00	RINT20007スキー	17 KB
220_β	12/09/06 14:00	RINT20007スキー	19 KB
220_BG_low_β	12/09/06 14:00	RINT20007スキー	17 KB
220_BG_high.ras	12/09/06 13:01	RAS ファイル	249 KB
220_BG_low.ras	12/09/06 12:38	RAS ファイル	249 KB
220.ras	12/09/06 12:15	RAS ファイル	256 KB
200_BG_high.ras	12/09/06 10:31	RAS ファイル	249 KB
200_BG_high_β	12/09/06 10:31	RINT20007スキー	17 KB
200_BG_low.ras	12/09/06 10:08	RAS ファイル	249 KB
200_BG_low_β	12/09/06 10:08	RINT20007スキー	17 KB
200.ras	12/09/06 9:46	RAS ファイル	256 KB
200_β	12/09/06 9:46	RINT20007スキー	19 KB
111_BG_high.ras	12/09/06 9:24	RAS ファイル	249 KB
111_BG_high_β	12/09/06 9:24	RINT20007スキー	17 KB
111_BG_low.ras	12/09/06 9:02	RAS ファイル	249 KB
111_BG_low_β	12/09/06 9:02	RINT20007スキー	17 KB
111.ras	12/09/06 8:40	RAS ファイル	256 KB
111_β	12/09/06 8:40	RINT20007スキー	19 KB

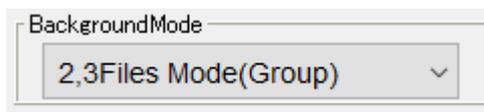
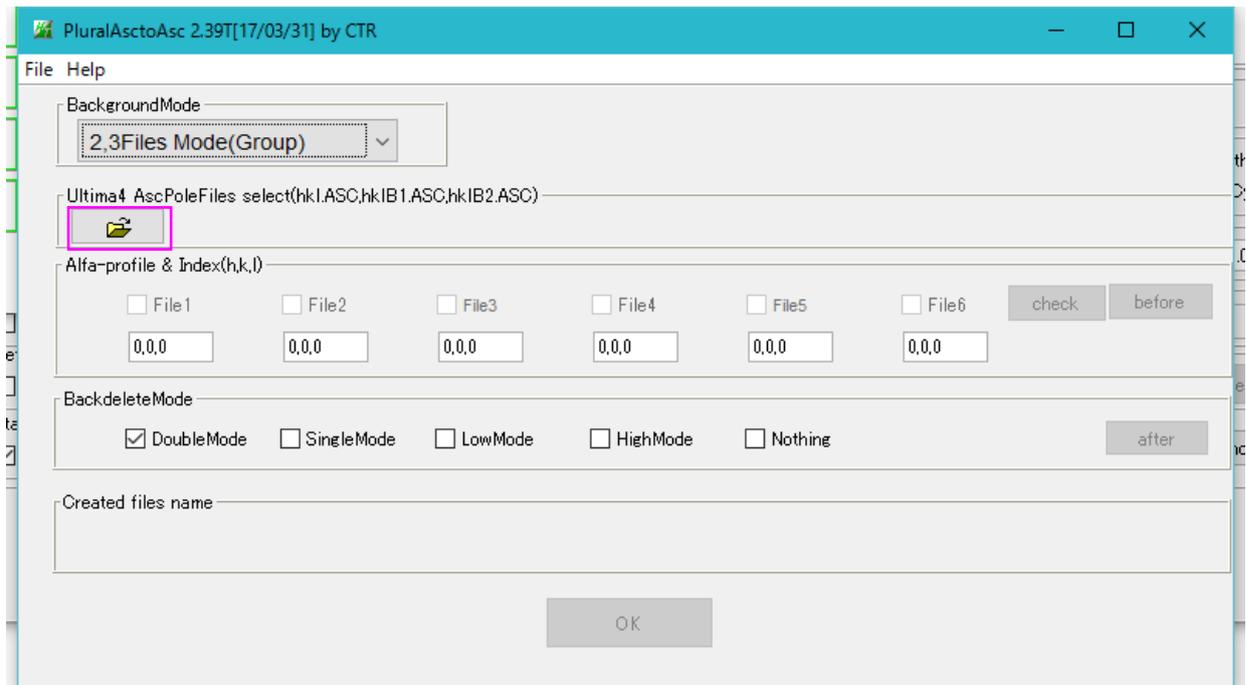
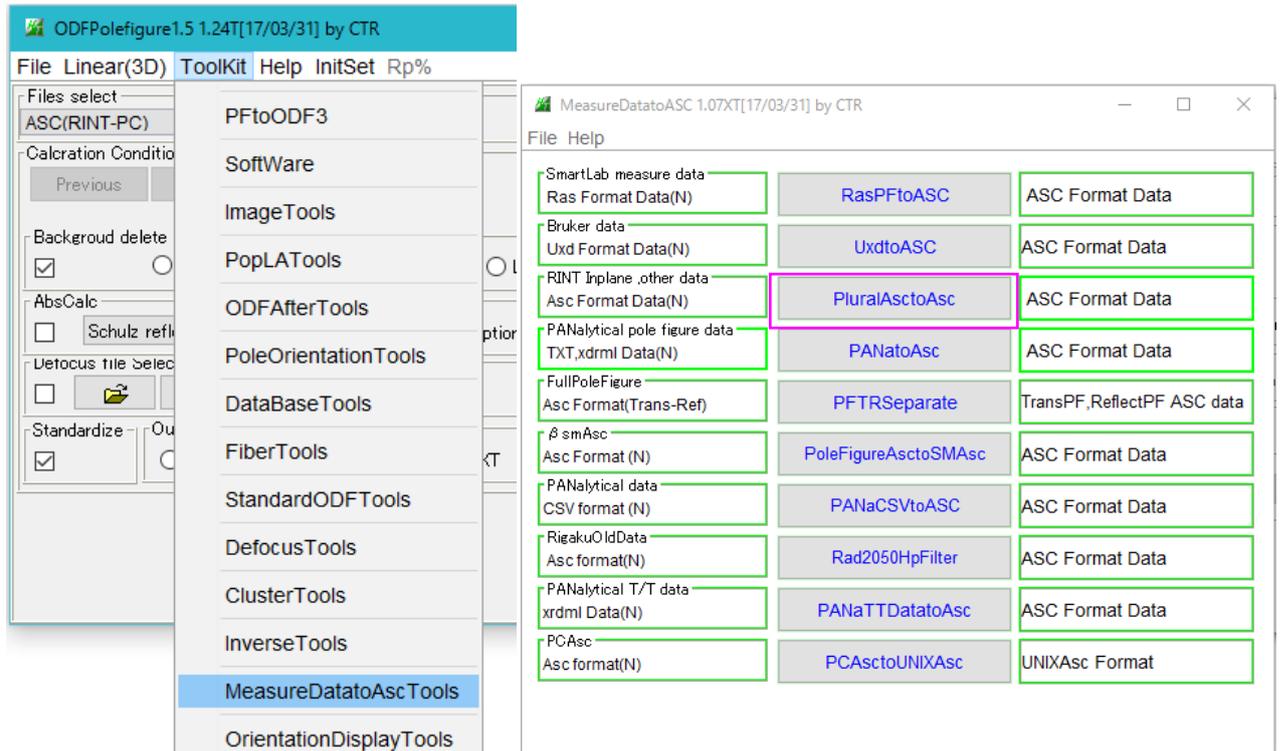
試料名はホウター、極点図は、ミラー指数とします。

111_BG_high.ras	12/09/06 9:24	RAS ファイル	249 KB
111_BG_high_β	12/09/06 9:24	RINT20007スキー	17 KB
111_BG_low.ras	12/09/06 9:02	RAS ファイル	249 KB
111_BG_low_β	12/09/06 9:02	RINT20007スキー	17 KB
111.ras	12/09/06 8:40	RAS ファイル	256 KB
111_β	12/09/06 8:40	RINT20007スキー	19 KB

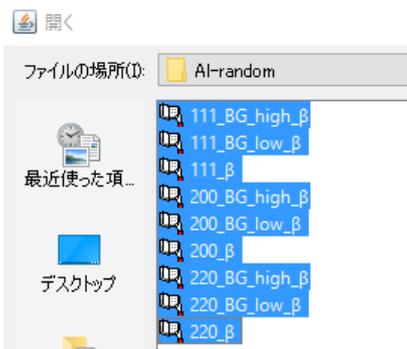
測定時、ASCファイルも作成するように設定します。

ASCファイルの”_β”は自動的に付加されるが、111,111_BG_low,111_BG_highはファイル名として入力する。

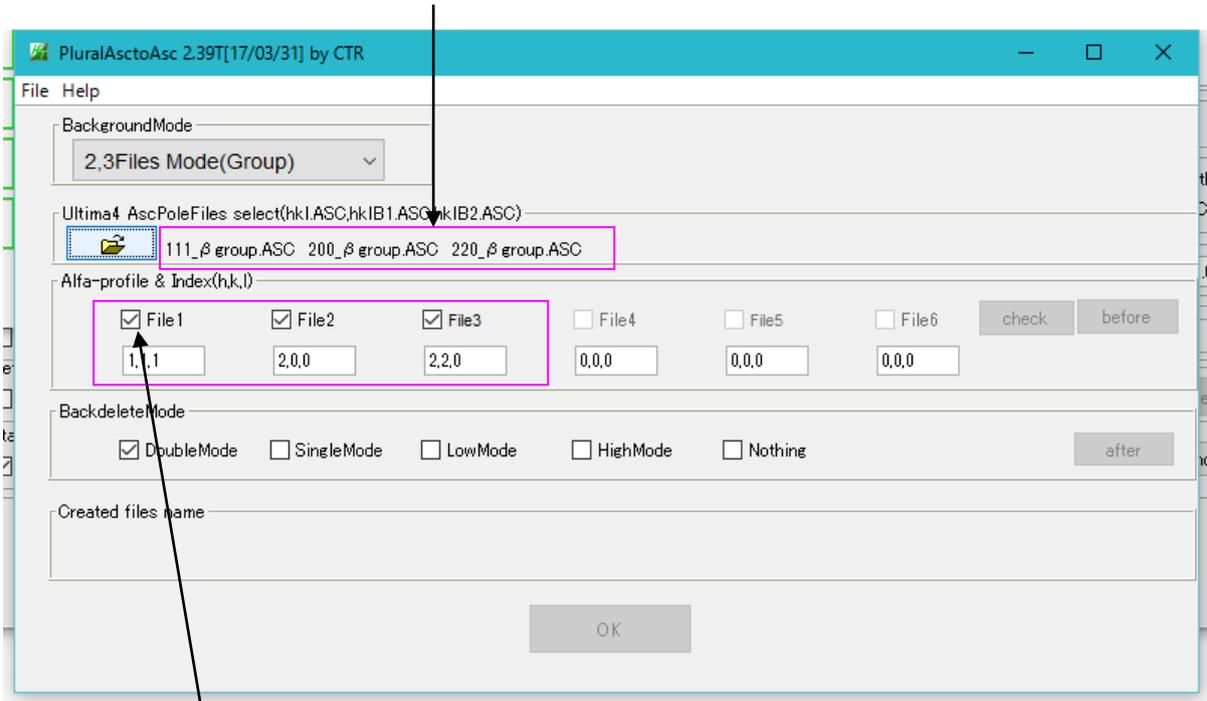
7. 2バックグラウンドとピーク極点図の結合 (PluralAsctoAsc ソフトウェア)



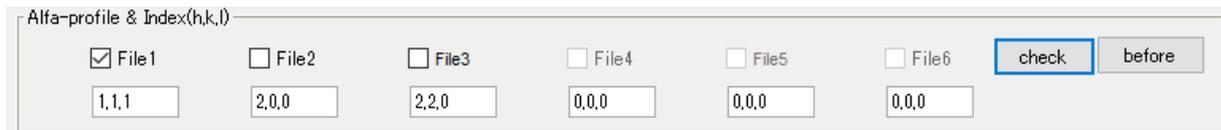
で全てのA s cファイルを選択する。



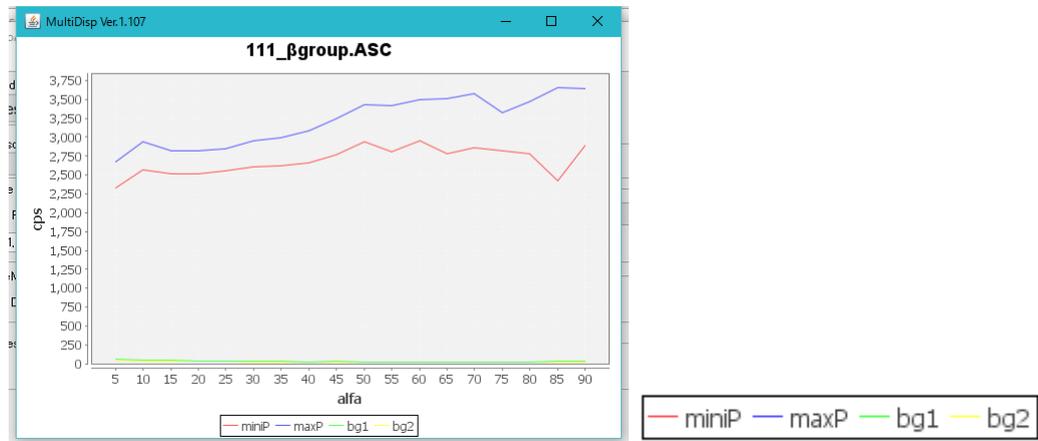
グループ化されたファイル名が表示されます。



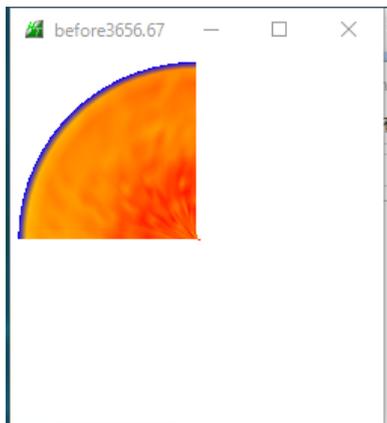
マウスクリックすると、`check`や`before`が機能します。

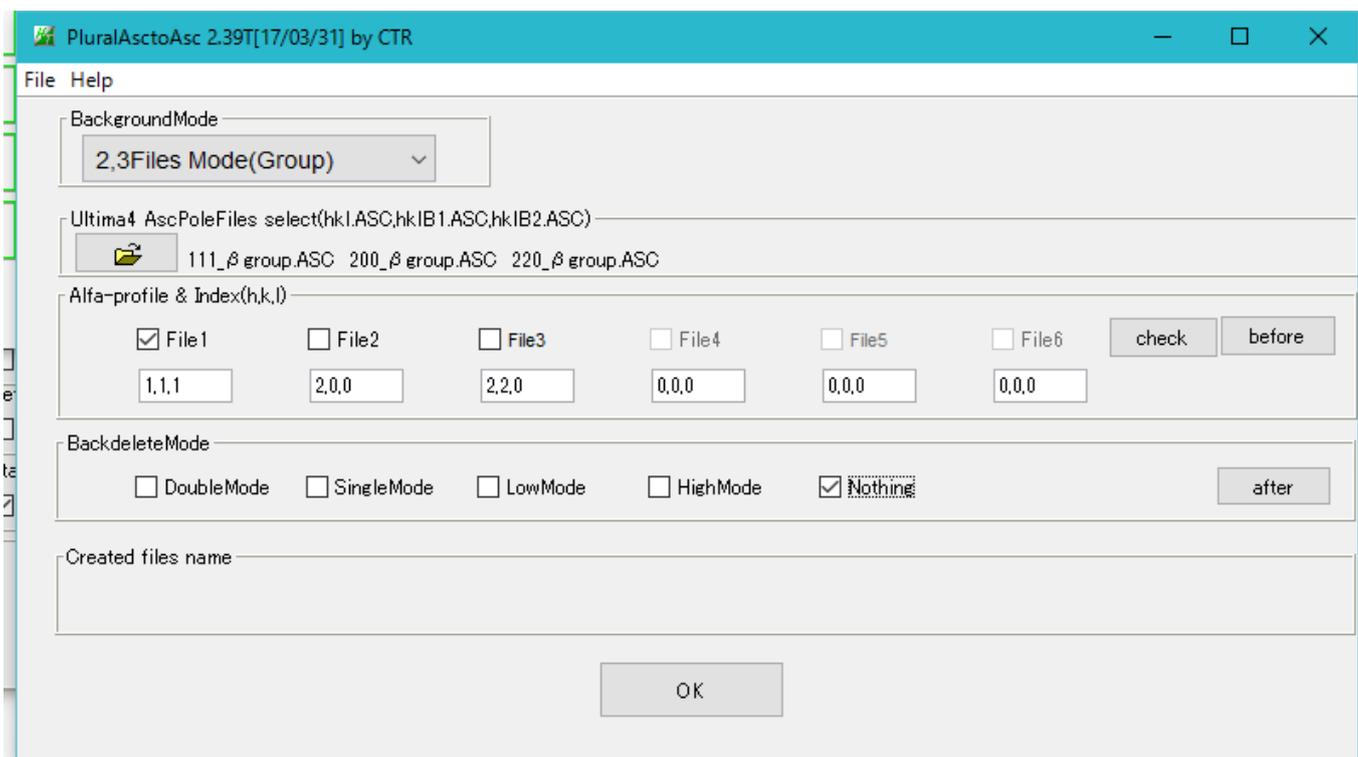


C h e c k



b e f o r e





このソフトウェアでもバックグラウンド削除を行うが、削除せずにデータの結合を行う。

OKで、グループファイル名が表示されます。

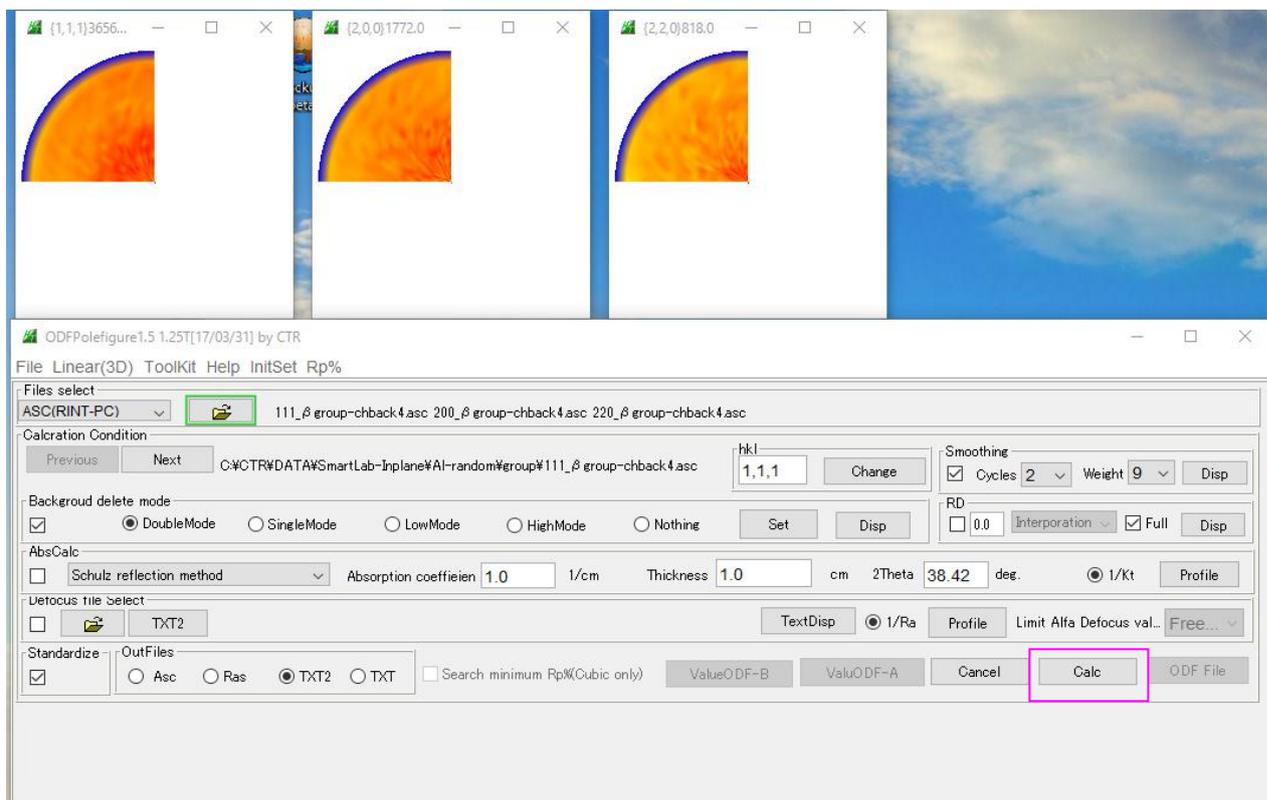


CTR > DATA > SmartLab-Inplane > AI-random > group

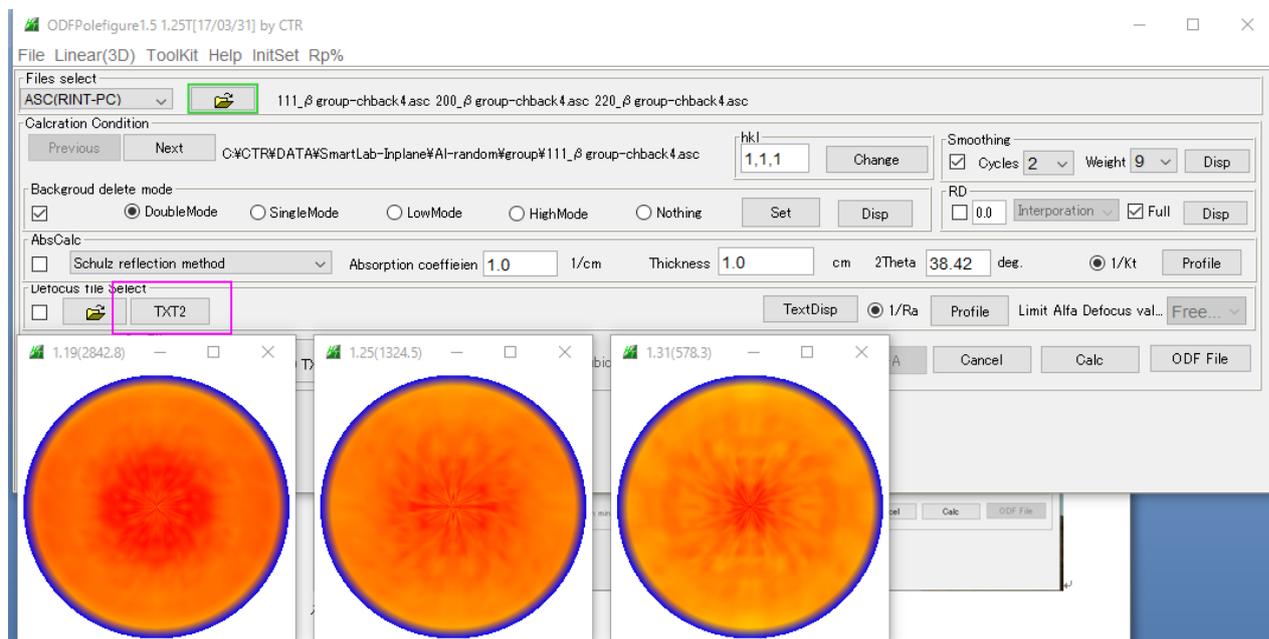
名前	更新日時	種類	サイズ
111_βgroup	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	19 KB
111_βgroup-chback4	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	10 KB
200_βgroup	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	19 KB
200_βgroup-chback4	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	10 KB
220_βgroup	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	19 KB
220_βgroup-chback4	16/07/09 8:17	RINT20007スキー	10 KB

バックグラウンドとピーク極点図のグループ化は以上です。

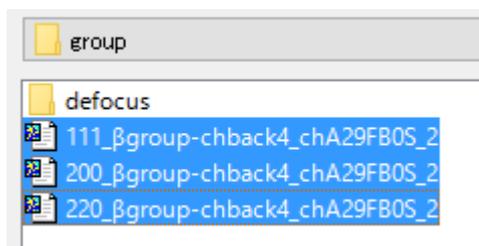
7. 3 defocus 曲線の作成



バックグラウンドを削除する。
(今回のデータは平滑化も行う)

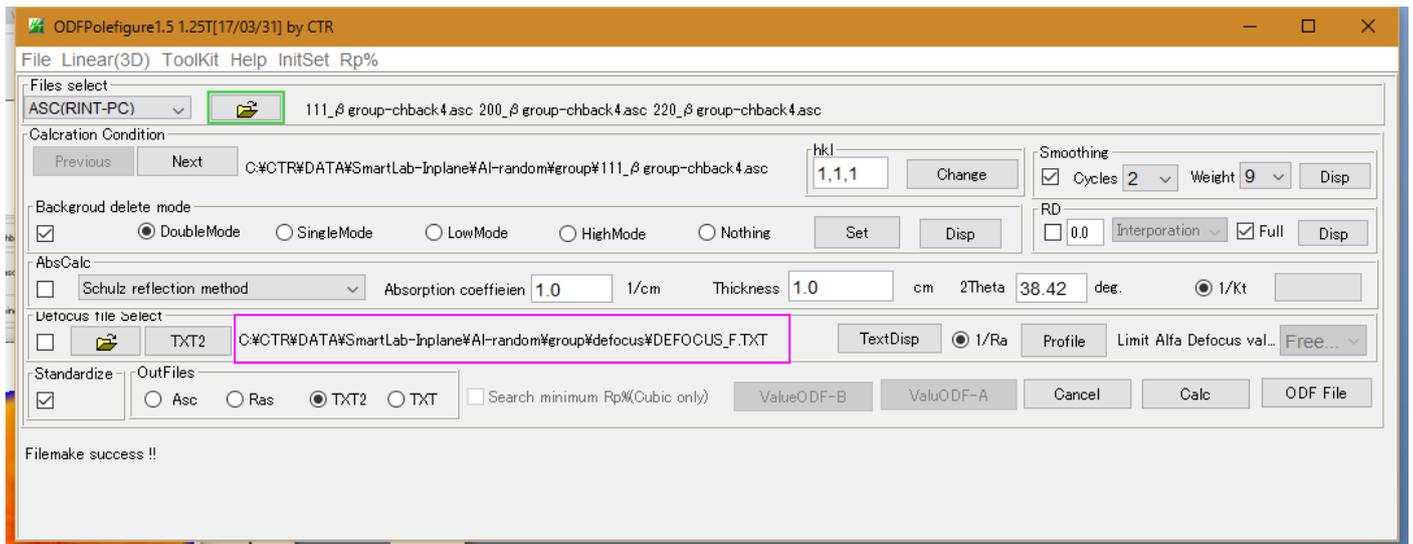


defocus の TXT2 を指定

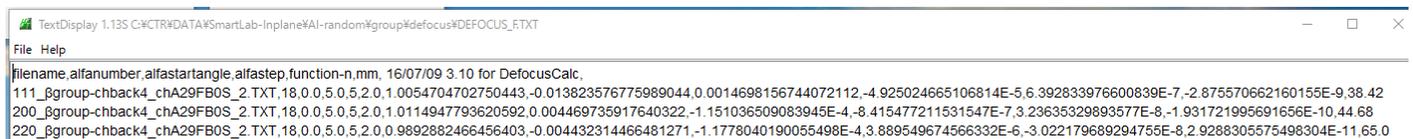


処理結果の TXT2 ファイルを同時選択

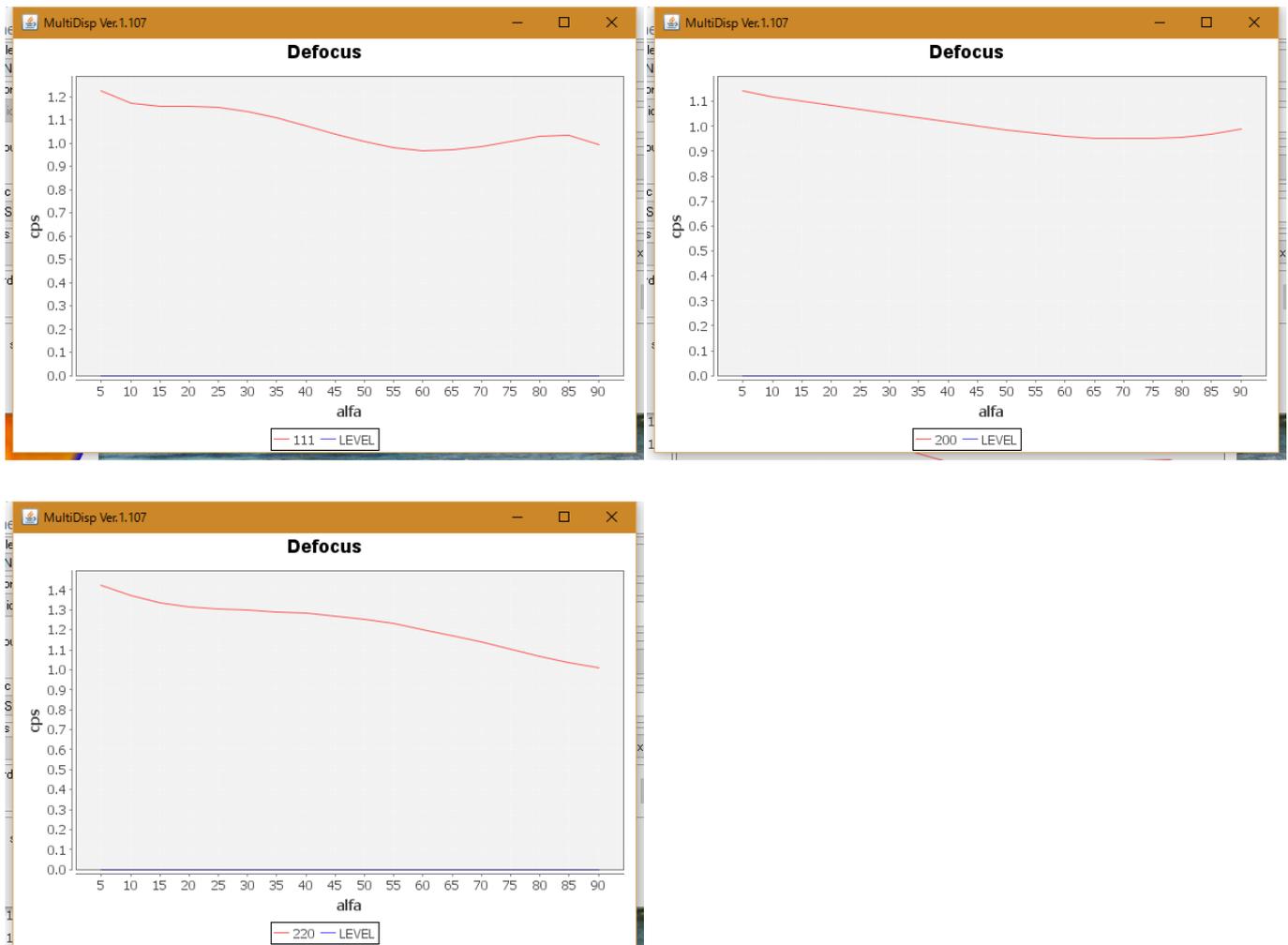
計算された defocus 曲線ファイルが表示される。



TextDisp でファイル内容を確認できます。



Profile で曲線を確認



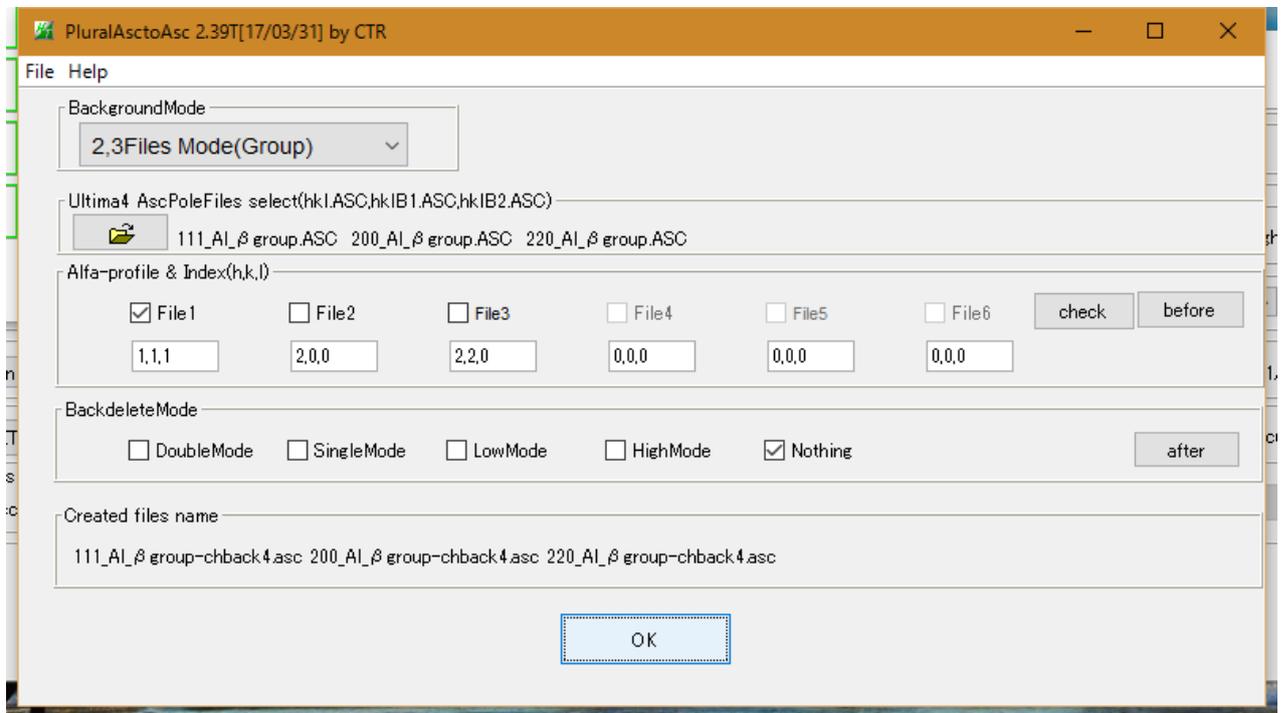
8. 配向試料の極点処理

8. 1 測定データ

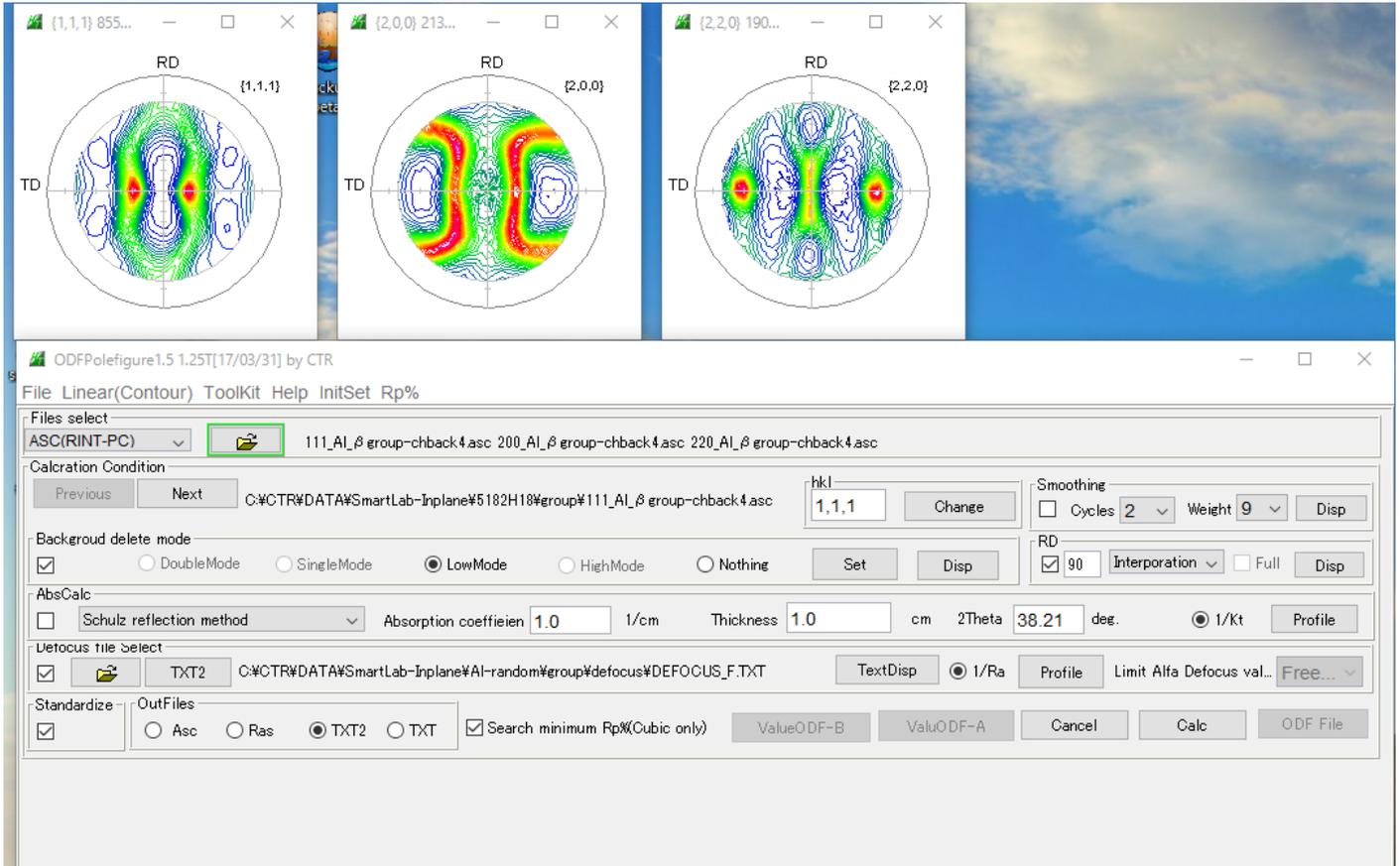
CTR > DATA > SmartLab-Inplane > 5182H18

名前	更新日時	種類	サイズ
111_AI.ras	13/02/06 11:56	RAS ファイル	267 KB
111_AI_BG_low.ras	13/02/06 12:07	RAS ファイル	241 KB
111_AI_BG_low_β	13/02/06 12:07	RINT20007スキー	16 KB
111_AI_β	13/02/06 11:56	RINT20007スキー	22 KB
200_AI.ras	13/02/06 12:48	RAS ファイル	267 KB
200_AI_BG_low.ras	13/02/06 12:59	RAS ファイル	241 KB
200_AI_BG_low_β	13/02/06 12:59	RINT20007スキー	16 KB
200_AI_β	13/02/06 12:48	RINT20007スキー	22 KB
220_AI.ras	13/02/06 13:41	RAS ファイル	266 KB
220_AI_BG_low.ras	13/02/06 13:53	RAS ファイル	241 KB
220_AI_BG_low_β	13/02/06 13:53	RINT20007スキー	16 KB
220_AI_β	13/02/06 13:41	RINT20007スキー	22 KB

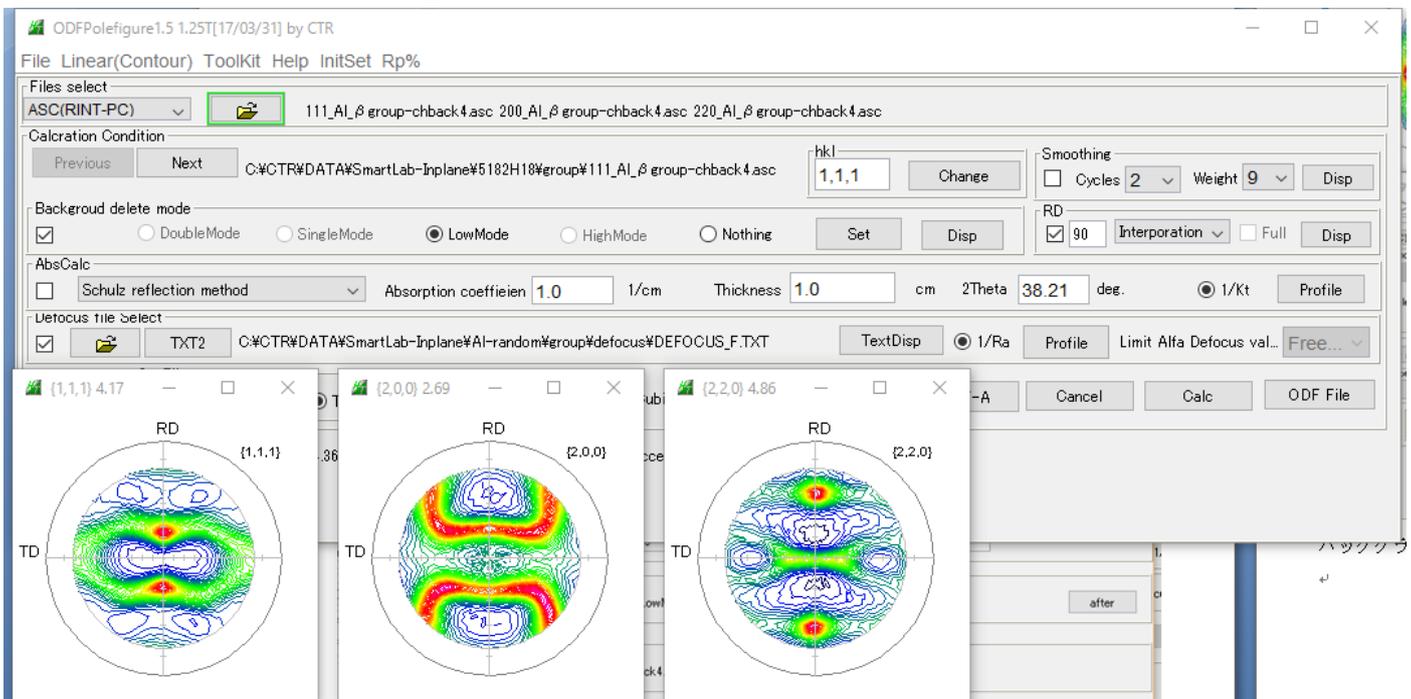
8. 2 バックグラウンドとピーク極点図のグループ化



8. 3 グループ化したデータのデータ処理



バックグラウンド削除、RD 補正、d e f o c u s 補正、最適化Rp%，規格化を行う



最適化Rp%は改善されないがRp%=4%である。

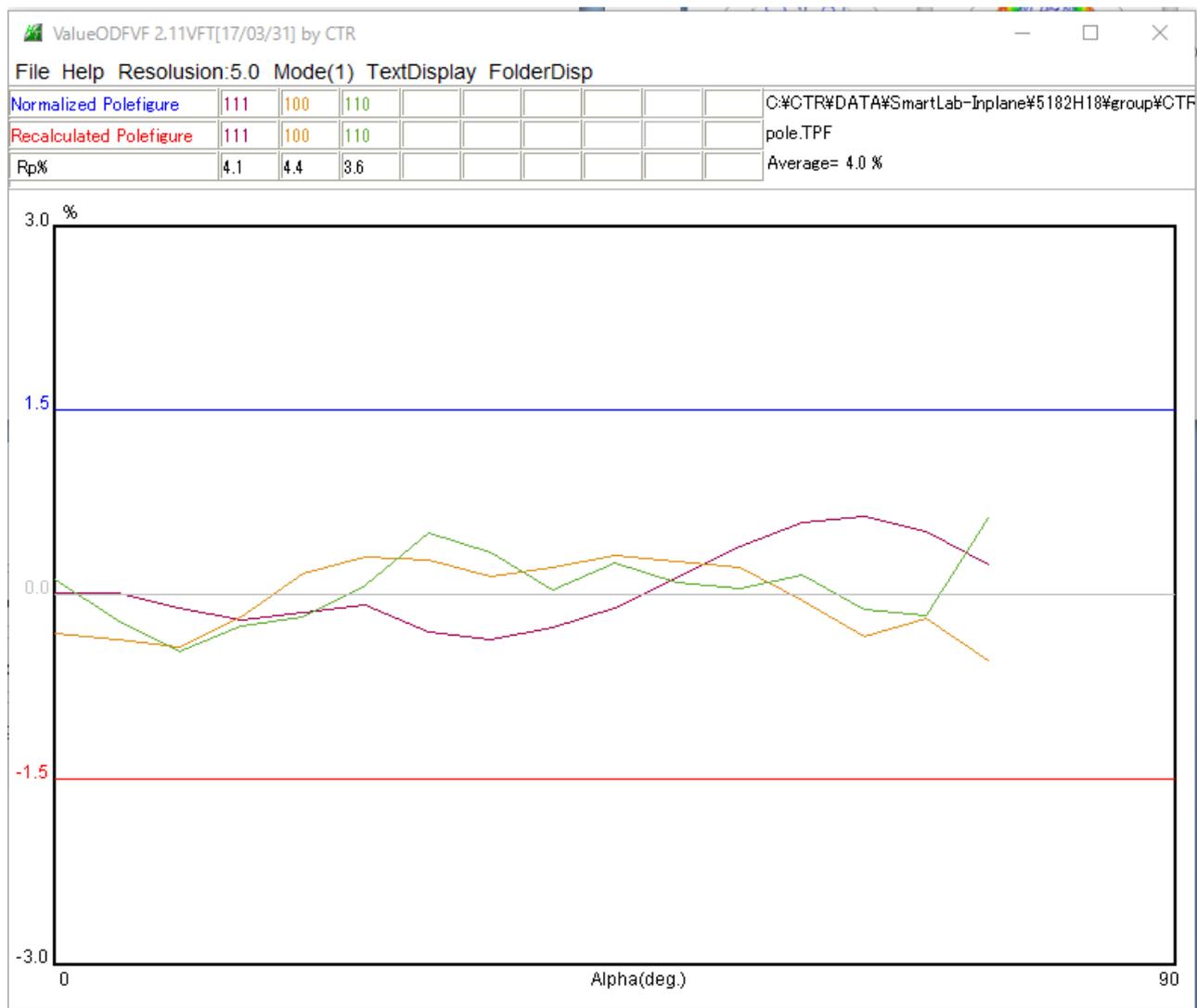
Defocus file Select

 TXT2 C:\CTR\DATA\SmartLab-Inplane\AI-random\group\defocus\DEFOCUS_F.TXT

Standardize OutFiles

Asc Ras TXT2 TXT Search minimum Rp%(Cubic only)

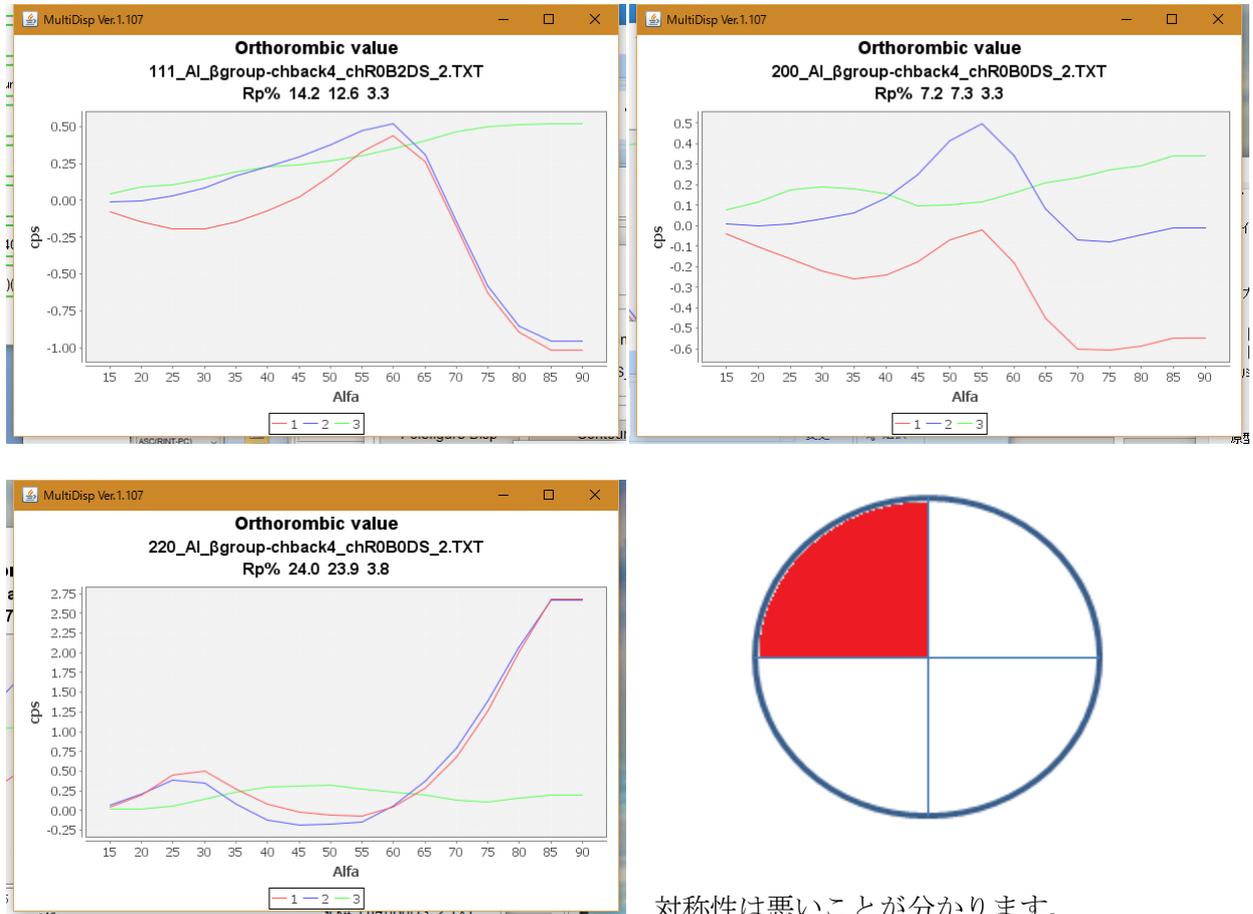
Search Rp% (1,1,1) 4.11% -> 4.11% (2,0,0) 4.36% -> 4.36% (2,2,0) 3.62% -> 3.62% Filemake success!!



8. 4 対称性確認

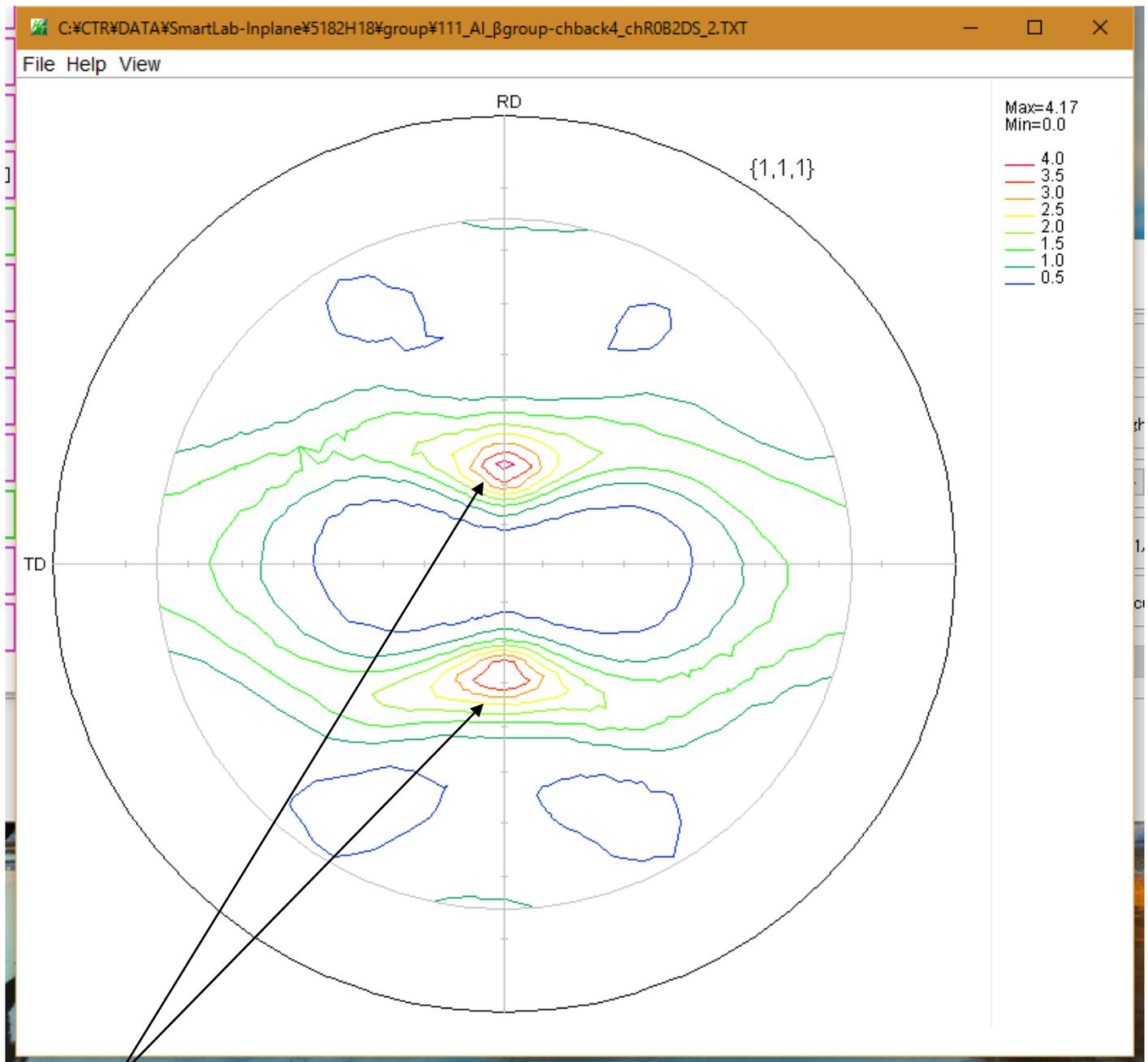


1 / 4 対称に見えるが



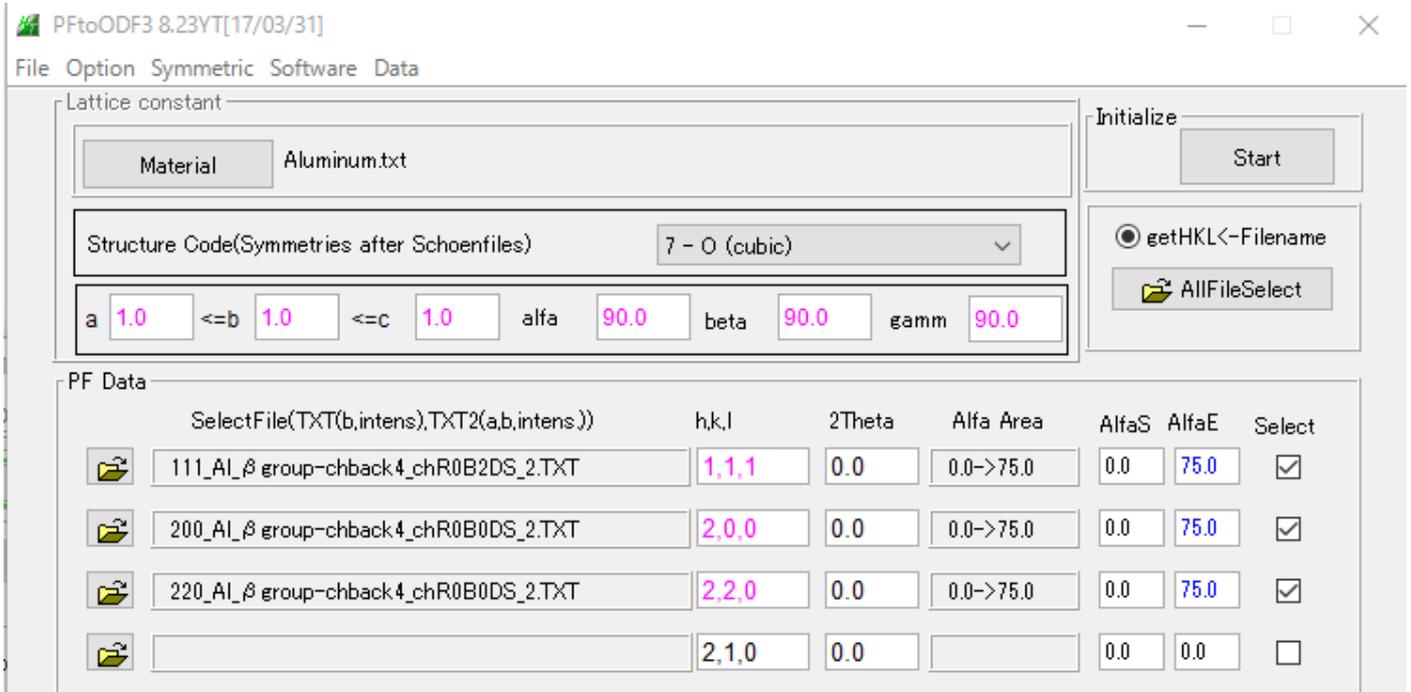
対称性は悪いことが分かります。

極点図を拡大してみます。

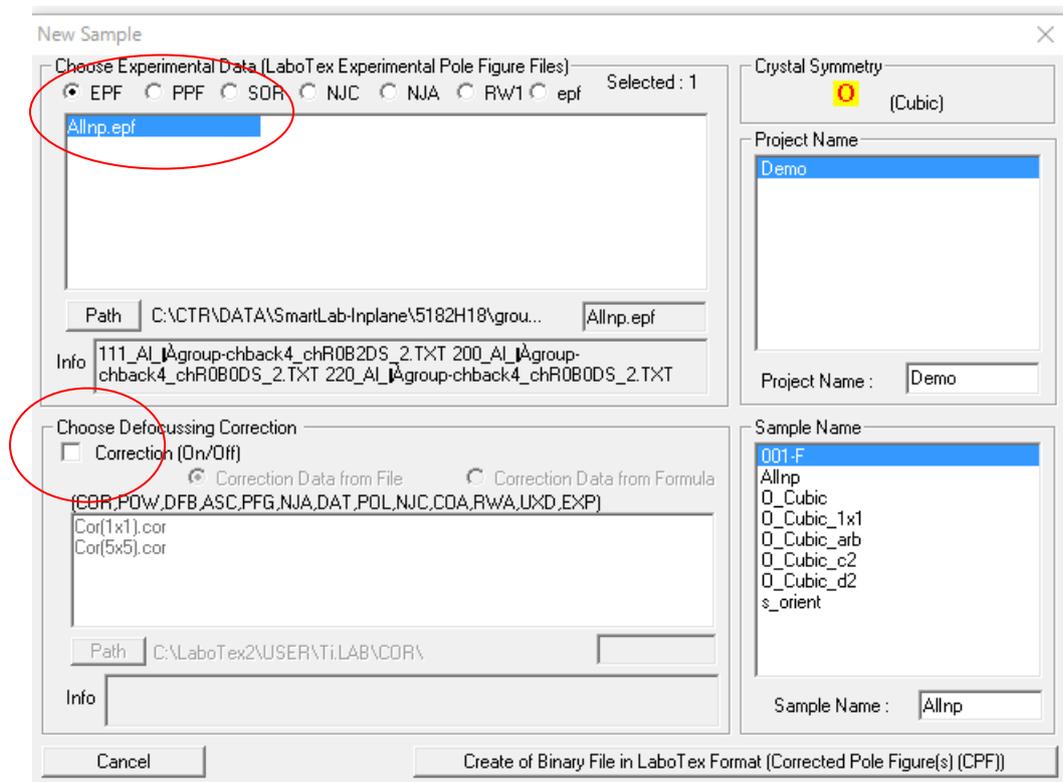
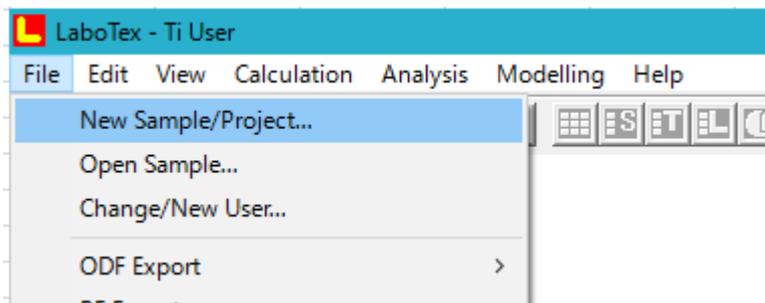


極密度が異なります。

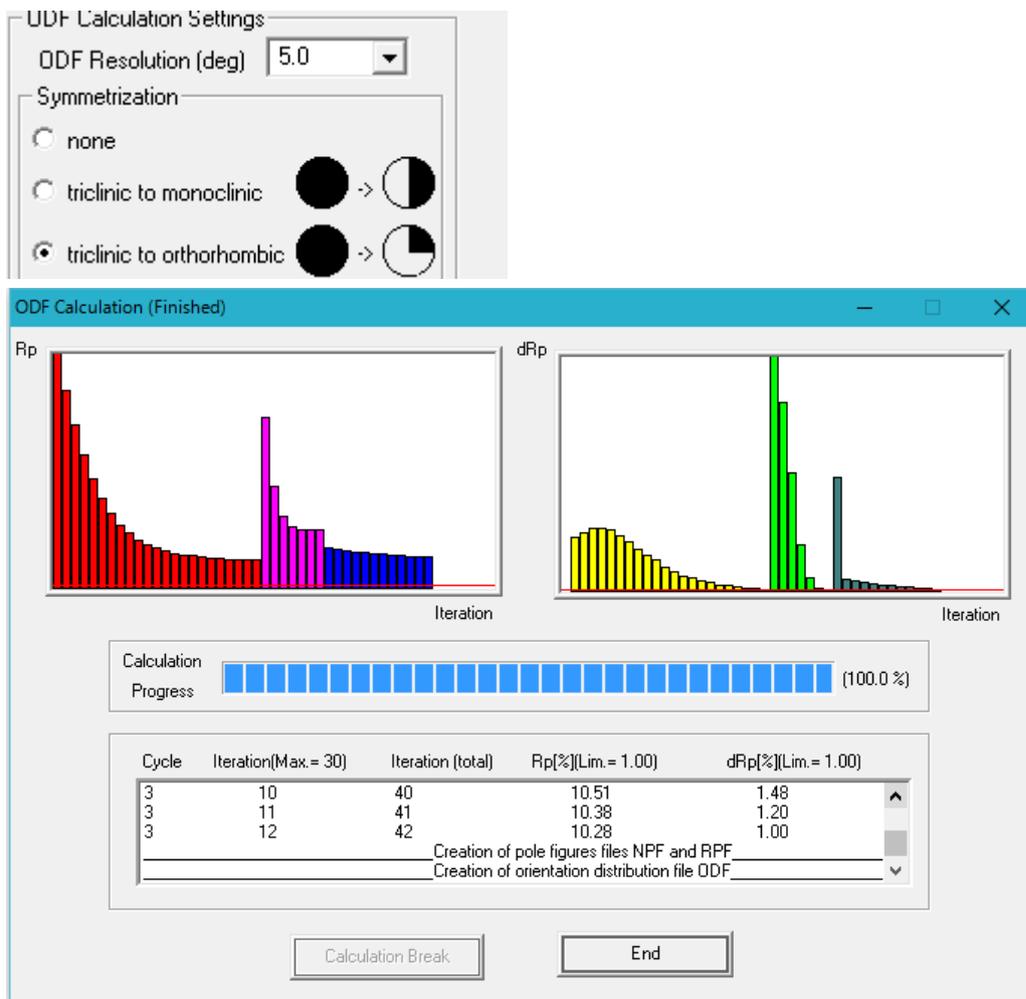
このような状態でODF解析を行って見ます。



LaboTex, TexTools, SDstandardODF, popLAなどの入力ファイルを作成
 LaboTexでファイルを選択

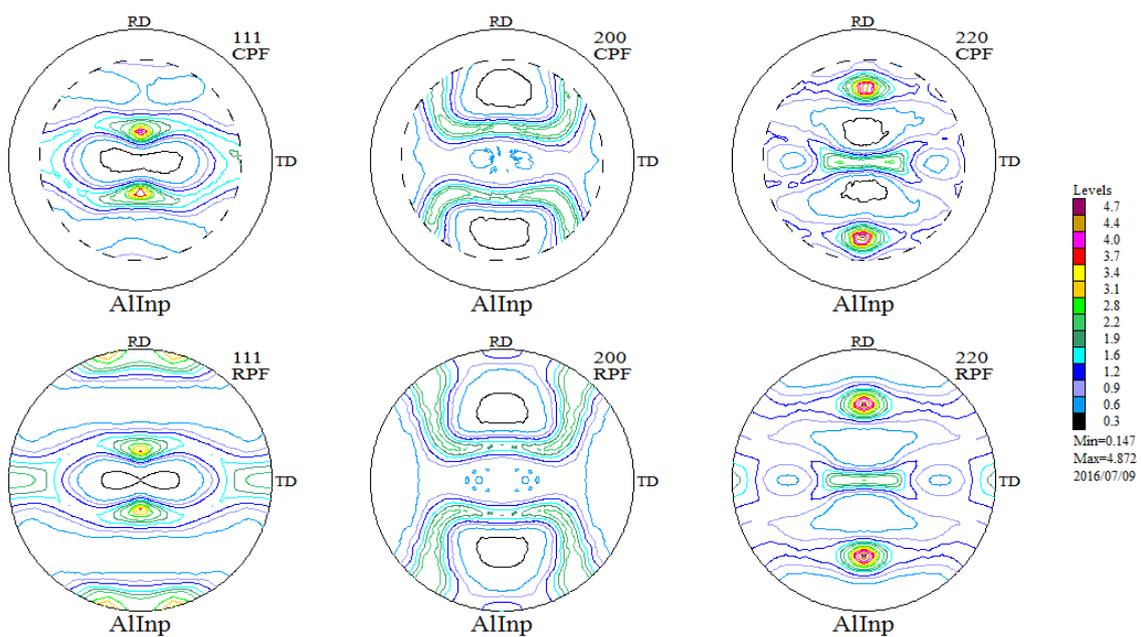


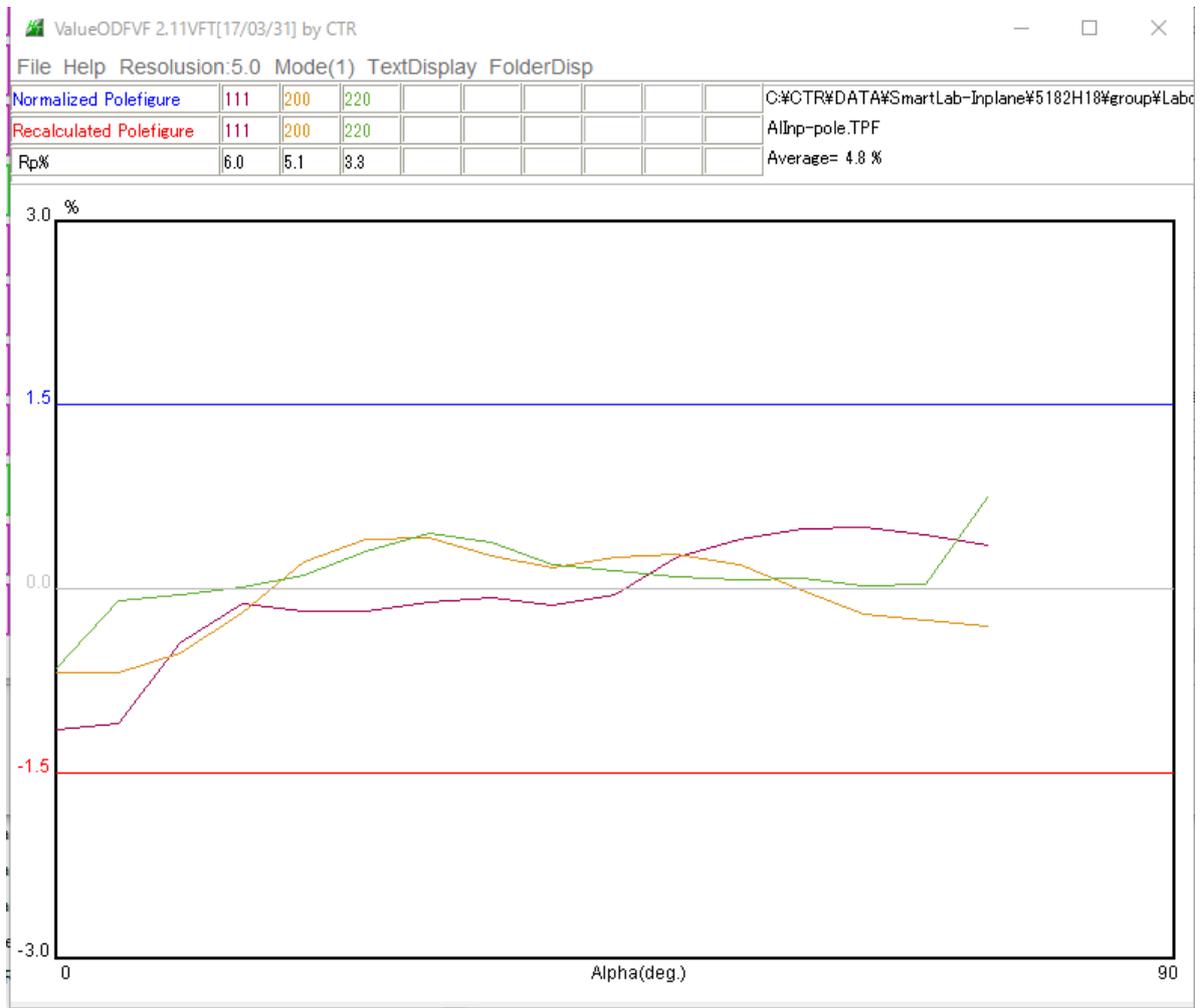
LaTeXで1/4対称によるODF解析



Rp%は10.28%である。

入力極点図と再計算極点図比較

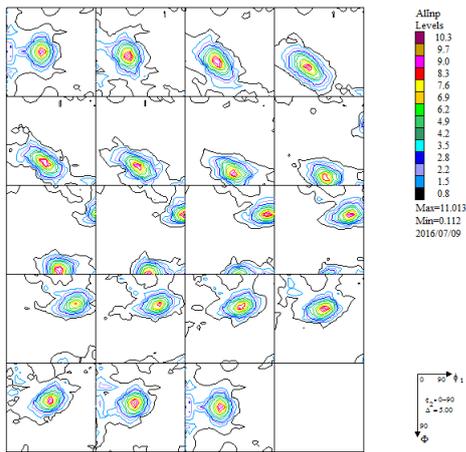




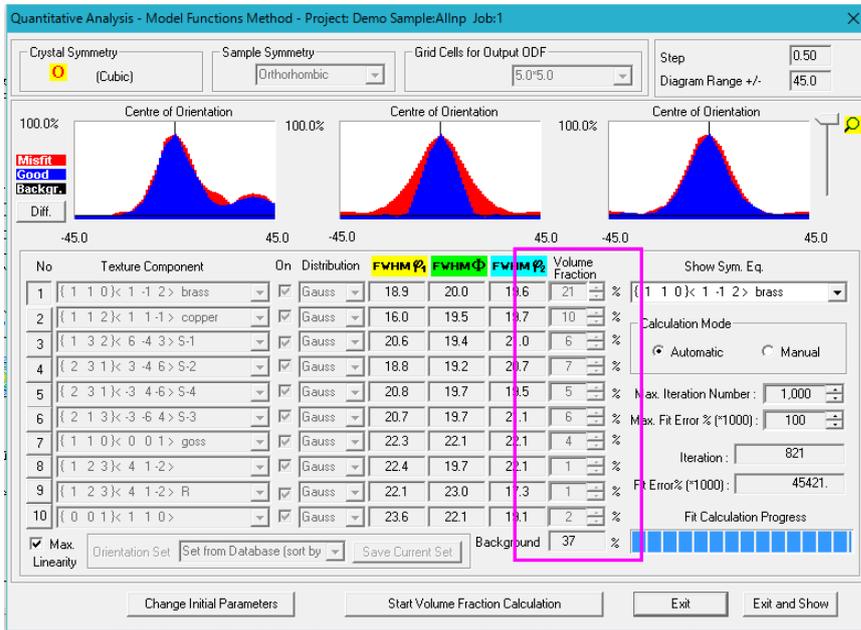
CTRソフトウェアで計算

CTRソフトウェアでは平均極密度の1/3以下は計算に含まれません。

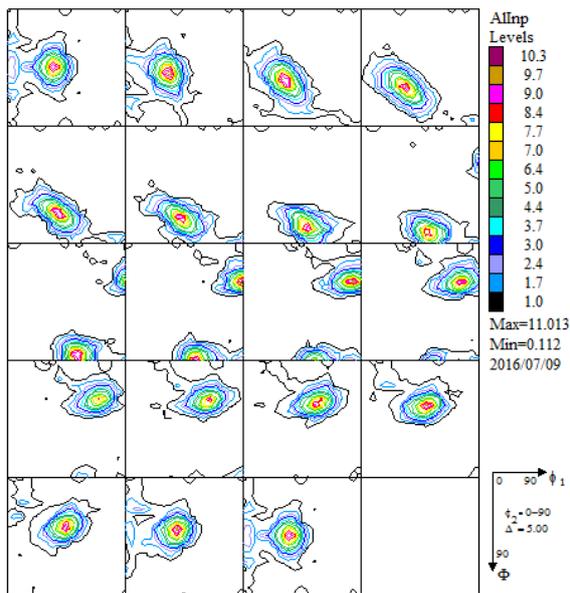
ODF図 (L a b o T e x)



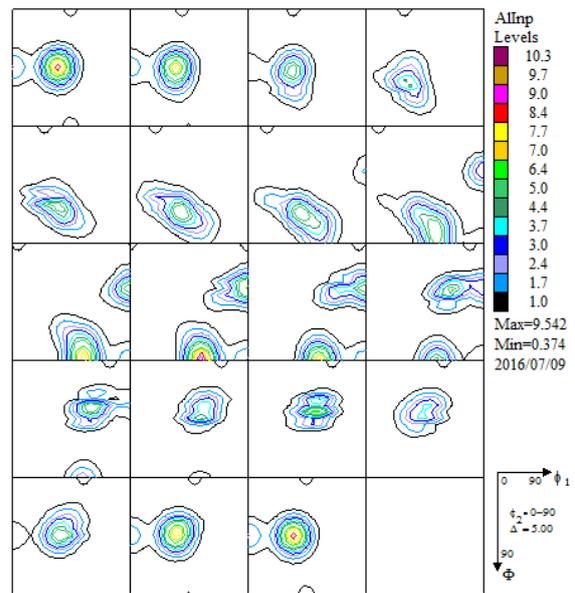
VolumeFraction(結晶方位の定量)



入力極点図から計算した ODF



VolumeFraction から計算した ODF 図



最小値を比較 0.112 と 0.374 では
計算されていない、その他の方位が 23.5%である事がわかります。

逆極点图

