精密な極点測定とデータ処理

極点解析で重要なのは、Error評価で、システム的なErrorは補正できますが 再現性のないErrorは補正出来ません。 評価するシステムのErrorを把握し、材料評価を行って下さい。

本資料のLaboTexを除くソフトウエアのCDROMはHelperTexサイトから ご請求下さい。評価版CTRフルパッケージの提供を致します。

> 2016年04月17日 *HelperTex Office*

1. 概要

材料物性評価として、XRDによる極点測定から異方性を調べる事は古くから行われています。

しかし、極点測定方法や、極点図解析方法を詳しく説明した資料は少なく、解析結果のError評価は はほとんどされていない、ブラックボックス状態です。

正確な結果を得るには、光学系とError評価は重要です。

本資料は、回折線本数の少ない鉄やアルミニウム材の極点測定方法、解析方法を例に説明します。

2. 前提知識

2.1 バックグランド

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 バックグランドとして削除します。

r a n d o m 方位を削除すると、定量値に影響を与えます。

マルテンサイトとア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。

バックグランドの見積もりは重要な要素です。

Cubicの場合、ピーク20角度の±3度位置でバックグラ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。

2.3 Error評価

バックグランド処理、d e f o c u s 処理を正確に行っても、積分測定によるE r r o r は発生します。 例えば、照射ビームの均一性、システム計数計の直線性、システムの回転中心のずれなどが考えられます。 この様な問題評価として、ODF活用が考えられます。

ODF解析結果は、複数の極点図から極点図の矛盾を低減した結果が得られます。 よって、ODF入力極点図(PFexp)と再計算極点図(PFcalc)を比較すれば、 極点図の矛盾はハッキリしてきます。 この計算は以下の計算式で表せます。

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

where :

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

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

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

N - number of measured points on pole figure.

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

通常のODF解析ではこのRp%を計算し、表示しています。 各極点図、極点図のα方向への相関もチェックすることで、極点測定、極点解析の 評価が可能になります。

以上の事を理解して極点測定と解析を行うためには、極点データ処理も工夫されていなければ Error評価は実現出来ません。

CTRパッケージソフトウエアは理想的な極点データ処理と言えます。

2. 4 光学系の評価

光学系の調整が不十分な場合、Errorが発生します。評価してみて下さい。 光学系の3軸回転中心に、均一なX線ビームが入射している事が理想です。 測定するX線のパワーでダイレクトビームを測定する。 ダイレクトビームを直接検出器に入射すると、検出器を破損する事があります。 十分は吸収板を検出器の前に配置して測定して下さい。 検出器を含めた強度に対する直線性に注意が必要!!

ダイレクトビームの強度を測定する。



試料を取り付けて強度測定、上記ダイレクト強度の半分、許容範囲である事



試料を回転(α軸を回転)して強度測定、上記ダイレクトビーム強度の半分、許容範囲である事



回折線で20角度測定

回折強度を捕え、試料を回転(a軸を回転)して測定20角度を測定、許容範囲である事



許容範囲はX線製造メーカで基準があります。 設置しているX線測定装置がこの基準に適合しているかが解析結果のErrorに 大きく関わります。 バックグランド削除

プロファイル測定



バックグラ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

3. d e f c o u s 補正テーブル作成(ODF解析を行う場合、極点図は3面測定する)
 Random 測定では面内方向は同一強度、360度のデータは必要としません。



極点図の強度とバックグランド強度を観察、拡大すると、極点図の外周付近のバックグランドが盛り上がる グラフは極点図β方向の最大、平均、最小、バックグランド(bg1,bg2)をα方向にプロットしています。



このような場合、ODFPoleFigure2 ソフトウエアで修正を行う。

3. 1 ODFPoleFigure2 ソフトウエアによるバックグランド修正

ODFPoleFigure2 ソフトウエアはバックグランド曲線を内蔵しています。

バックグランドをこの理想的な補正曲線で修正を行う。

M ODFPoleFigure2 3.46YT[16/10/31] by CTR	
File Linear(absolute)3D ToolKit Help InitSet	BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp
Files select ASC(RINT-PC) TILASC 200	Measure
	Straight(Option)
Calcration Condition Previous Next C:#CTR#DATA#ODFPel	Defocus(Option)
Backgroud delete mode	Measure(Calc)
🔽 💿 DoubleMode 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 📀	HighMode 💿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🔻 🗌 Minimum mo
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm 🖉 PeakSlit /	/ BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp

修正されたバックグランド (水色)



3.2 defocusファイルはバックグランド削除で作成する

入力極点図



バックグランド削除し規格化した極点図



補正曲線

多項式で近似することで凸凹が修正されます。(入力データと比較して下さい)

d e f o c u s 補正曲線が凸凹すると、極点図に同心円のスジが入り、f i b e r 要素が発生する。



3.3 defocusファイルを登録

Defoc	efocus file Select	
	◎ Defocus(1) functions file	
	Make defocus function files by TXT2 Files V Standardize	TextDisp
	Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm Imit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) ▼
	Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm Search minimum Rp%(Cubic on	y) I/Ra Profile

選択すると、defocus テーブルが作成され、以降このテーブルで補正を行います。

Detoc	us file Select											
V	Defocus(1) functions file C#CTR#DATA#ODFPoleFigure#random#defocus#DEFOCUS_F.TXT											
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔹 🕼 Standardize											
	Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)	BB185mm 👻	Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) *									
	O Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)	DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm	Search minimum Rp%(Cubic only) 1/Ra 	Profile								

defocusテーブルテキストデータ

1		
	Marchaeler TextDisplay 1.13S C:¥CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT	٩
	File Help	
	Filoname alfanumber alfastartangle alfaston function n mm 16/04/17.2.10 for DefecusCale	

filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n,mm, 16/04/17 3.10 for DefocusCalc, 111_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,7.0,0.9966005757563337,0.007187725472726048,-5.712802334602568E 200_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,7.0,0.9982737437931222,-9.76421655375123E-5,6.372878128347914E-{ 220_chFB02S_2.TXT,16,0.0,5.0,5,7.0,1.003852328685192,-0.008238352817320146,6.465642533176756E-

テーブルの先頭はミラー指数である事(測定データの先頭をミラー指数とすれば引き継がれる)

4. 配向材料の補正

バックグランド削除を行い、defocus補正を行う。

最適化Rp%を行うと、Errorの低減に役立ちます。

入力極点データ

🞇 {1,1,1} 8207.6 💶 🔍 🎽 {2,0,0} 6890.0 🗕 🔍 💥 {2,2,0} 2068.4 💶 🔍 💥
4.1 random測定結果から補正
入力データ指定 バックグランド処理指定 defocus選択
CDFPoleFigure2 3.49YT[16/10/31] by CTR
File Linear(absolute 3D ToolKit Help InitSet BGMode Defocus Condition Fiee OverlapRevision MinimumMode Rp%
Files select
Previous Next C:#CTR#DATA#O DFPoleFigure#111-OSC ASC
Backgroud delete mode
📝 💿 DoubleMode 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🗸 Minimum mo
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm V PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp RD 0.0 Interporation - Full Disp
AbsCalc Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 2 Cm 2Theta 38.42 deg. I/Kt Profile
Defocus file Select
O Defocus(1) functions file C#CTR#DATA#ODFPoleFigure¥random#defocus#DEFOCUS_F.TXT
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) DSH12mm+Schulz+RSH5mm Search minimum Rp%(Cubic only) I/Ra Profile
Smoothing for ADC Cycles 2 Weight 4 Disp Standardize OutFiles Asc Ras TXT © TXT2 ValueODFVF B ValueODFVF-A
取迴位KP%炒拍化 計昇開始

最適化 Rp%モードは計算時間が長い

The Rp% is calculated.	ſ	🛃 Dialog		23	Ŋ	
	S	The Rp% is calculated.			3	



最適化Rp%モードでError(Rp%)が改善されています。

内臓Defocusテーブルの場合 4.2

Defocus file Select-V O Defocus(1) functions file C*CTR*DATA*ODFPoleFigure*random*defocus*DEFOCUS_F.TXT Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🗹 Standardize Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) -O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) BB185mm -Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) V Search minimum Rp%(Cubic only) 💿 1/Ra DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm • OutFiles Smoothing for ADC-_EStandardize — Cancel Calc Exit&ODF ODF Cycles 2 Veight 4 Disp 🔘 Asc 🛛 🔘 Ras 🔘 TXT 🛛 💿 TXT2 **V** ValueODFVF-B

Search Rp% (1,1,1) 1.31% -> 1.29% (2,0,0) 3.75% -> 3.77% (2,2,0) 3.2% -> 3.08% Filemake success!!

最適化を行わないRp%



Normalized Polefigure	111	100	110	
Recalculated Polefigure	111	100	110	
Rp%	1.3	3.7	3.2	

TextDisp

Profile

ValueODFVF-A

C:#CTR#DATA#ODFPoleFigure#CTRODF pole-B.TPF Average= 2.7 %

最適化を行ったRp%



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	1.3	3.8	3.1

C:¥CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥CTRODF pole.TPF Average= 2.7 %

内臓でも良い結果が得られる事もあります。

5. 内臓ODF解析

ODFPoleFigure2 3.49YT[16/:	10/31] by CTR			
File Linear(absolute)3D Too	IKit Help InitSet BGMode	Defocus Co		
Files select	PFtoODF3			
Calcration Condition	SoftWare			
Previous Next	ImageTools			
Backgroud delete mode	PopLATools			
🔽 🔘 DoubleMode 🔘 Sing	ODFAfterTools	Nothing BG		
Peak slit 7.0 mm BG Slit	PoleOrientationTools	BG Scope		
AbsCalc	DataBaseTools			
Schulz reflection meth	FiberTools	n 133.0		
Defocus file Select	StandardODFTools			
Make de	DefocusTools			
	ClusterTools			
🔘 Defocus(3) functio	InverseTools	BB185mm		
Defocus(2) functio	MeasureDatatoASCTools	DSH1.2mm		
Smoothing for ADC	OrientationDisplayTools			
Cycles 2 Veight	t Disp			



5.1 ODF解析

ODFPoleFigure2 で解析した TXT2 ファイルを選択

入力極点図



計算実行 (再計算極点図)



5. 2 ODFのError評価

_⊢Result Disp —



MalueODFVF 2.10VF	FT[16/1	0/31]	by CTR							x
File Help Resolusion	n:5.0 M	Node(1) Tex	tDispla	y					
Normalized Polefigure	111	100	110						C:¥CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥CTRODF	
Recalculated Polefigure	111	100	110						Pole.TPF	
Rp%	1.3	3.8	3.1						Average= 2.7 %	
20 %										
3.0										ר <i>ו</i>
1.5										
								/		
			_							
			\geq	~	\sim		= = =	_		
	~	\sim	<			 	-			
-1.5										
-3.0						Alpho	dog)			
0						Арпа	ueg.)			90

ODFPoleFigure2 で前もって最適化したRp%が得られます。

プロファイルが±1.5%以内

極点図の外周付近が上がり下がりがなく、 d e f o c u s 補正が正しい

正確な測定+データ処理が行われていると判断出来ます。

5.3 ODF図評価





5.4 逆極点図

Result Disp				
ValueODFVF	ODFDisplay2	GPODFDisplay	InverseDisplay	GPPoleDisplay

NDとRDの逆極点図から {001} <100>である事が分かります



6. LaboTexによるVolumeFraction

ODFから結晶方位の定量(VolumeFraction)を計算する場合

LaboTexのRp%



結晶方位の定量



ODFのバックグランドはrandomを含めたその他の結晶方位を意味しています。

左:入力極点図から計算したODF図

右: VolumeFraction から計算した ODF 図



LaboTexのRp%をプロファイルで評価する場合、極点図をExportして行う。



非常に良い結果が得られています。





ValueODFのプロファイルが±1.5%以内で、VolumeFraction 結果も信頼性があります。

6. Cubic以外でバックグランド測定が難しい場合

高分子材料では近接反射が多く、バックグランドを±3度の測定は出来ない 測定データ







ピーク極点図の影響で、bg2 は大きく乱れています。

解決法

このような場合、bg1 でバックグランドを引く

Bg1のalfa 40-65度の範囲で、内臓バックグランドの適用が考えられます。

Bg1 をバックグランドとする方法

2本のバックグランドで alfa 毎に強度の低いデータでバックグランドを作成します。

Backgroud delete mode			
📝 🔘 DoubleMode 🔘 SingleMo 💿 LowMode 🔘 HighMode	Nothing BG defocus	DSH1.2mm+Schulz+R	SH5mm 🔻 🗌 Minimum mo
Peak slit ³.0 mm BG Slit 3.0 mm 📝 PeakSlit / BGSlit	BG Scope 80.0	deg. 90.0 deg.	Set Disp

更にバックグランドを defocus モードで範囲を40-65に設定すると

M ODFPoleFigure2 3.49YT[16/10/31] by CTR	
File Linear(absolute)Contour ToolKit Help InitSet BG	Mode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode
Files select ASC(RINT-PC) Illo-3mm-ret ASC	Measure
	Straight(Option)
Calcration Condition Previous Next W¥測定データO¥2011-09-08-日	Defocus(Option) 0-3mm-ref.ASC
Backgroud delete mode	Measure(Calc)
🔽 💿 DoubleMode 🔘 SingleMo 💿 LowMode 🔘 HighMode	○ Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm
Peak slit 3.0 mm BG Slit 3.0 mm 📝 PeakSlit / BGSlit	BG Scope 40 deg. 65 deg. Set Disp



bg1 プロファイルの40-65の範囲の平均強度からバックグランドプロファイルを作成 通常は、80-90のデータでバックグランドプロファイルが作成されています。