

## 精密な極点測定とデータ処理

極点解析で重要なのは、E r r o r 評価で、システムの E r r o r は補正できますが再現性のない E r r o r は補正出来ません。

評価するシステムの E r r o r を把握し、材料評価を行って下さい。

本資料の L a b o T e x を除くソフトウェアの C D R O M は H e l p e r T e x サイトからご請求下さい。評価版 C T R 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E r r o r 評価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E r r o r 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。

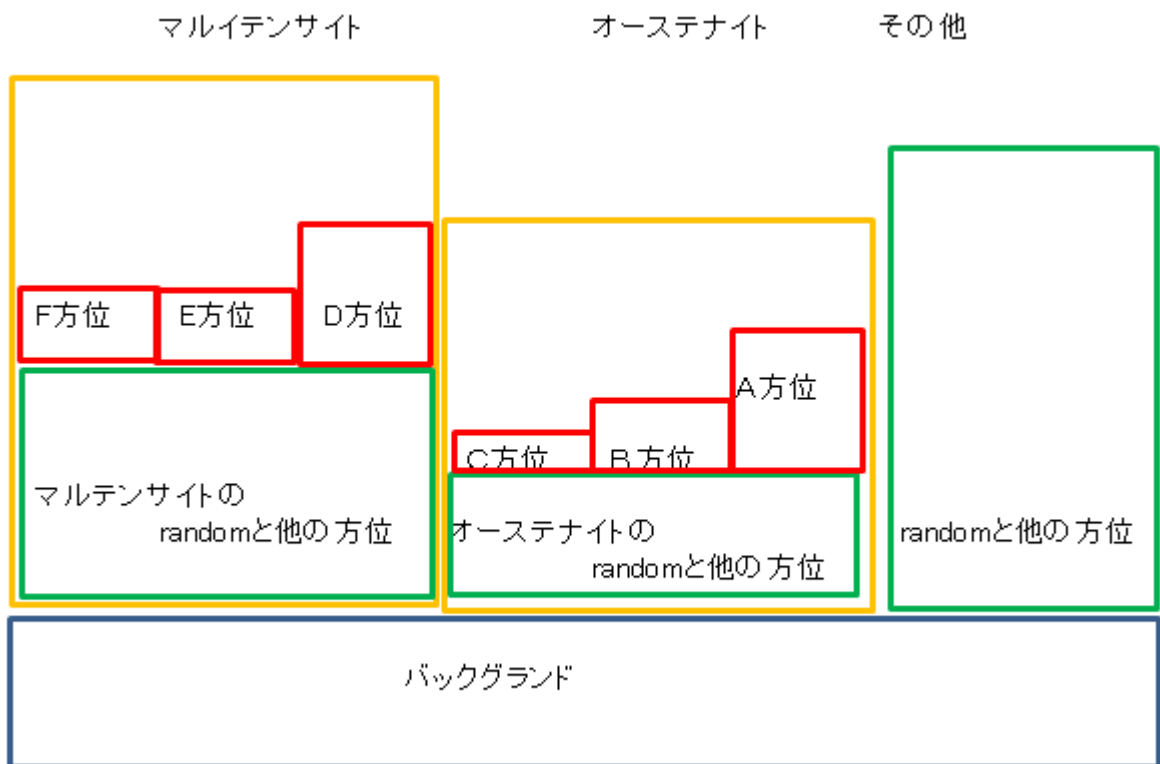
## 2. 前提知識


### 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。

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。

C u b i c の場合、ピーク  $2\theta$  角度の  $\pm 3$  度位置でバックグラウンド測定を行います。

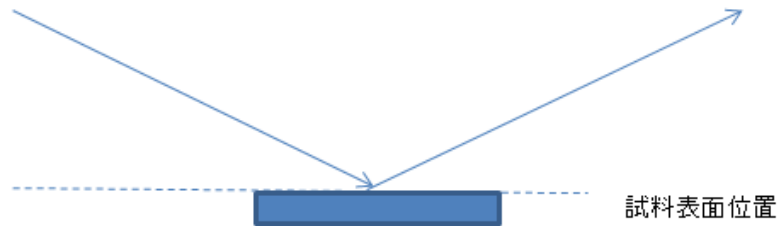
結晶方位定量では、マルテンサイトの方位の合計は 100%

オーステナイトの方位の合計は 100%

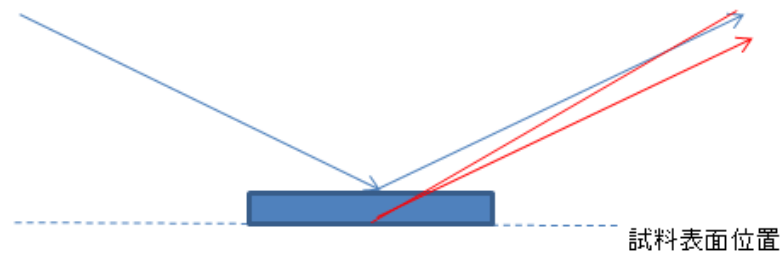
マルテンサイトとオーステナイトの比率は計算できません。

2. 2 極点図はアナログ的測定で光学系の影響を受ける。

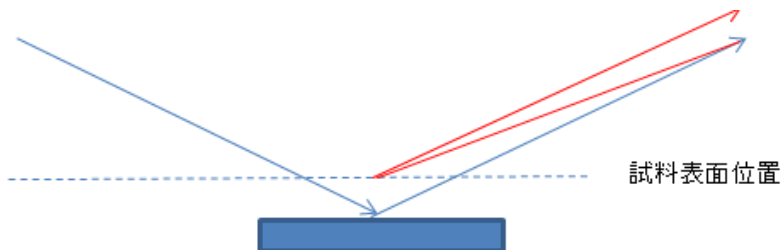
回折は試料表面近くで発生します



試料表面位置が上にずれると測定  $2\theta$  角度は広角にシフトします。

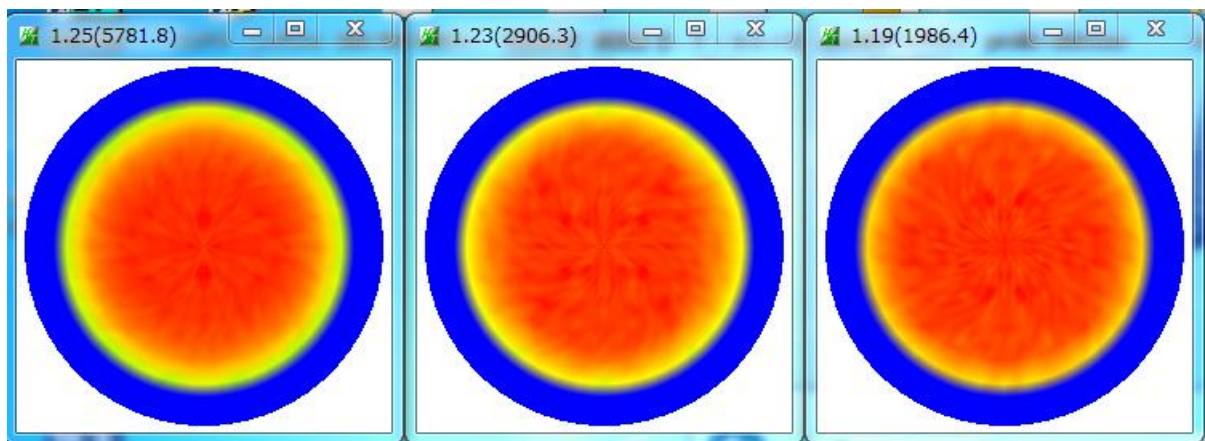


試料表面が下にずれると測定  $2\theta$  角度は低角にシフトします。



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 *d e f o c u s* 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  $2\theta$  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 *d e f o c u s* 補正は重要です。

### 2. 3 E r r o r 評価

バックグラウンド処理、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。このような問題評価として、O D F 活用が考えられます。

O D F 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、O D F 入力極点図 ( P F <sub>exp</sub> ) と再計算極点図 ( P F <sub>calc</sub> ) 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。

$$RP_{\{hk\}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\{PF_{exp.}\}_i - \{PF_{calc.}\}_i}{\{PF_{exp.}\}_i} \right| \cdot 100\%$$

where :

$RP_{\{hk\}}$  - relative error for  $\{hk\}$  pole figure,

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

$\{PF_{calc.}\}_i$  - intensity of calculated pole figure in point i,

$N$  - number of measured points on pole figure.

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

通常のO D F 解析ではこのR p %を計算し、表示しています。

各極点図、極点図の $\alpha$ 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E r r o r 評価は実現出来ません。

C T R パッケージソフトウェ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、E r r o rが発生します。評価してみてください。

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

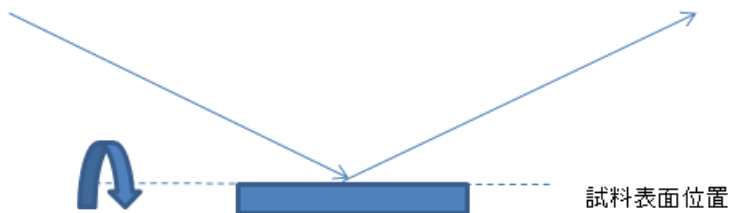


試料を回転 ( $\alpha$  軸を回転) して強度測定、上記ダイレクトビーム強度の半分、許容範囲である事

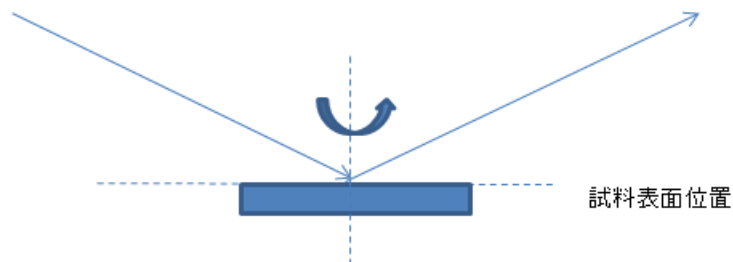


回折線で  $2\theta$  角度測定

回折強度を捕え、試料を回転 ( $\alpha$  軸を回転) して測定  $2\theta$  角度を測定、許容範囲である事



試料の面内回転 ( $\beta$  軸を回転) して強度測定、許容範囲である事



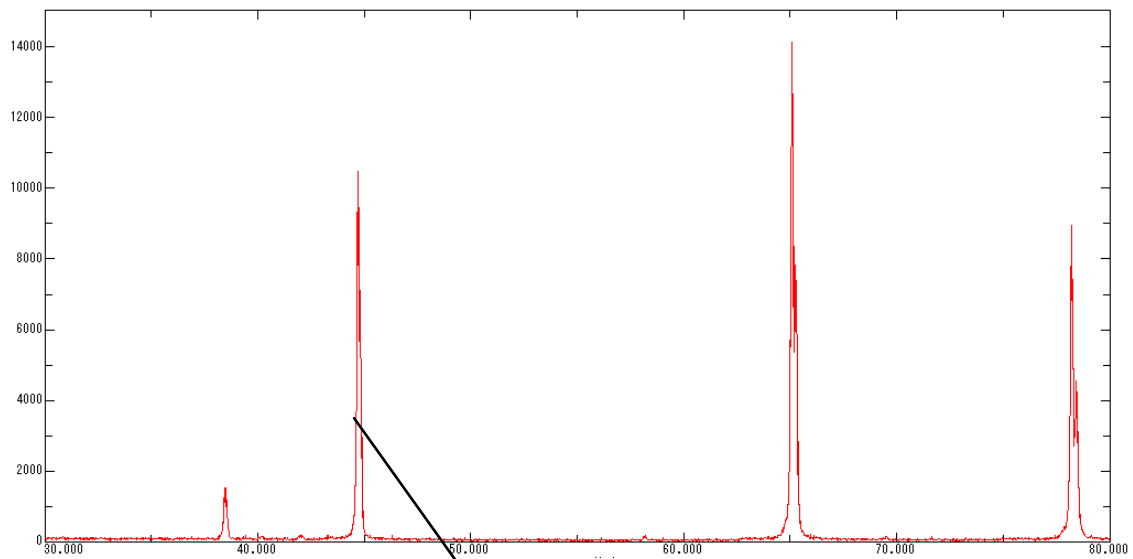
許容範囲はX線製造メーカーで基準があります。

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E r r o rに大きく関わります。

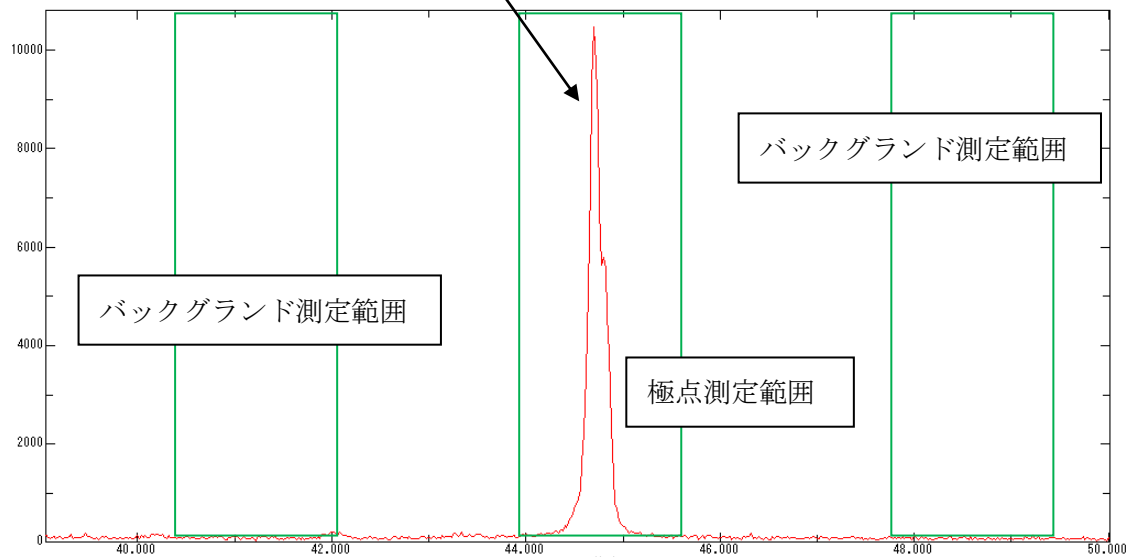
光学系が正常である場合

バックグラウンド削除

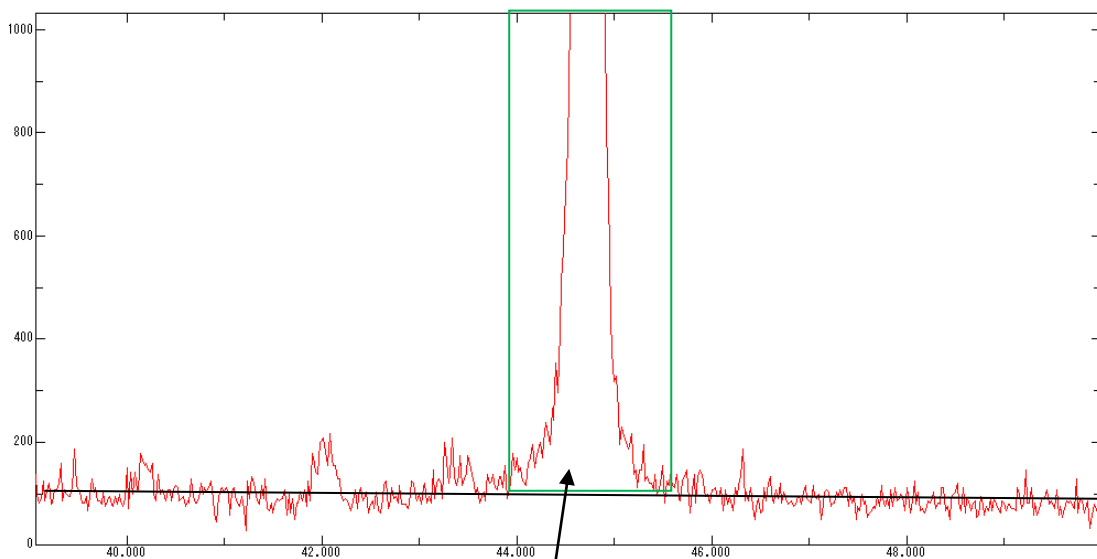
プロファイル測定



バックグラウンド測定はピーク位置の±3度位置を測定



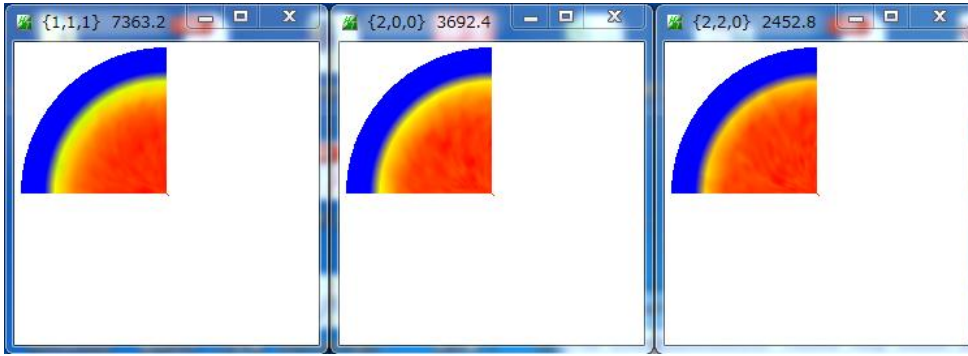
グリーン色のBoxは受光スリットによる同時測定の積分範囲



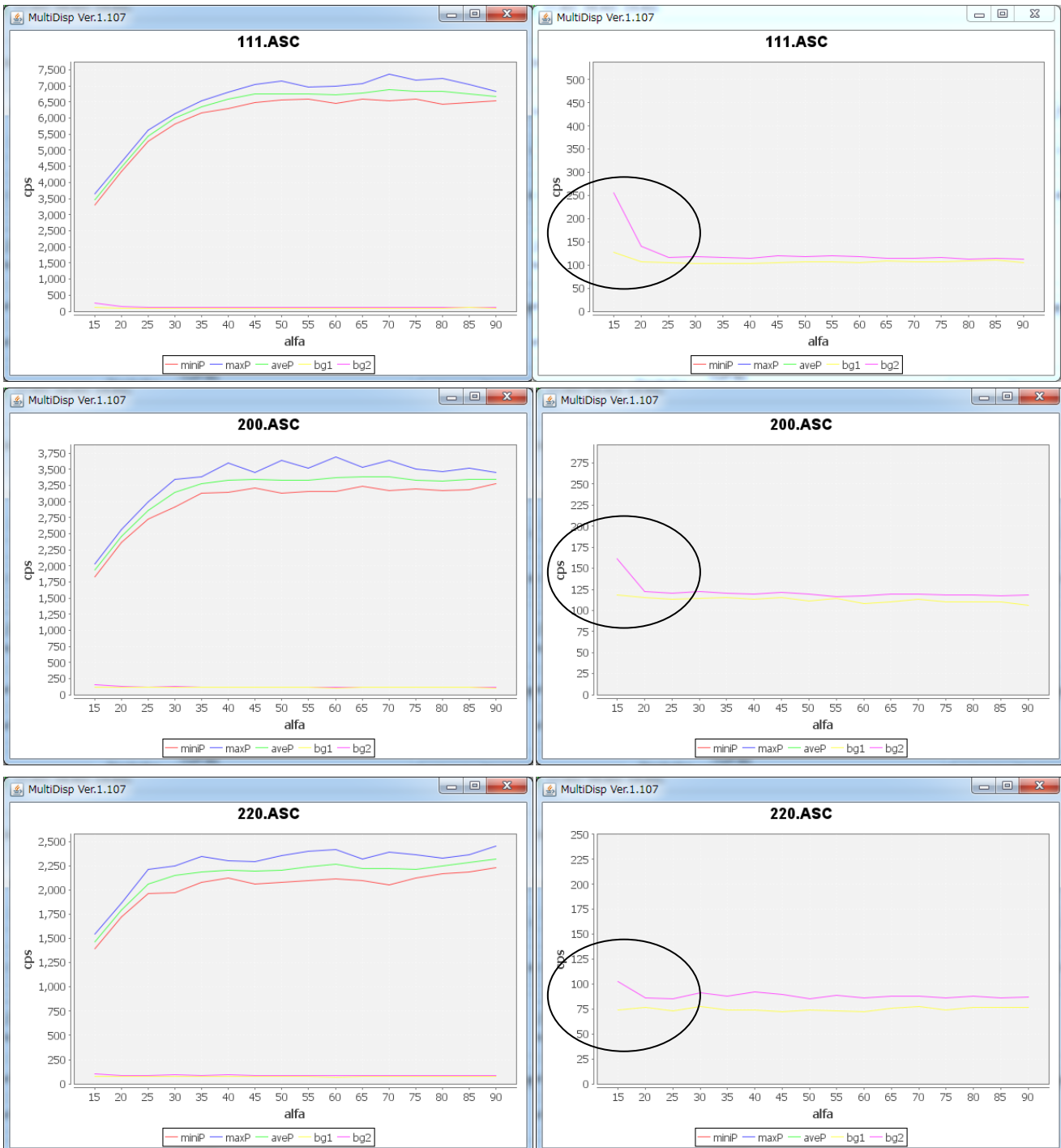
バックグラウンドで削除された積分範囲が極点解析に利用される部分

3. defcous 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ウンド強度を観察、拡大すると、極点図の外周付近のバックグラウンドが盛り上がる  
 グラフは極点図  $\beta$  方向の最大、平均、最小、バックグラウンド (bg1, bg2) を  $\alpha$  方向にプロットしています。

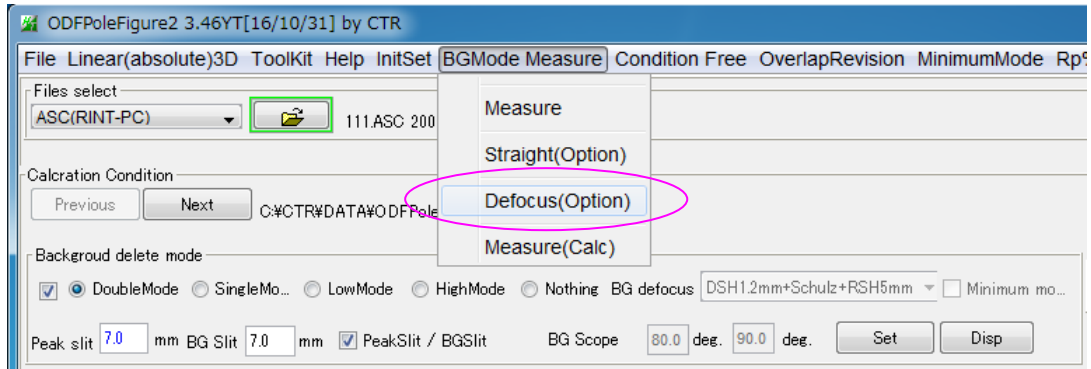


このような場合、ODFPoleFigure2 ソフトウェアで修正を行う。

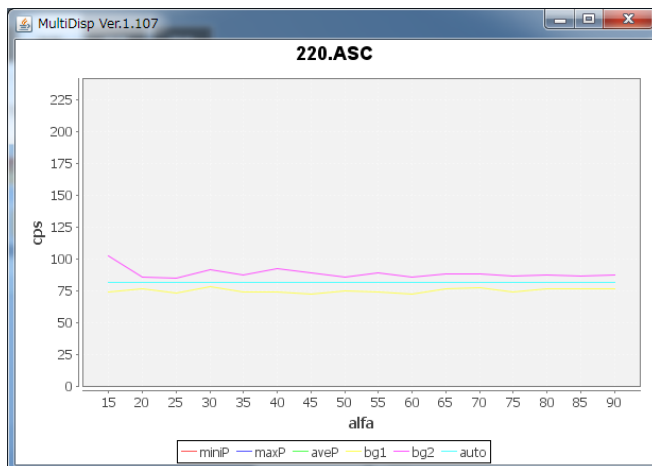
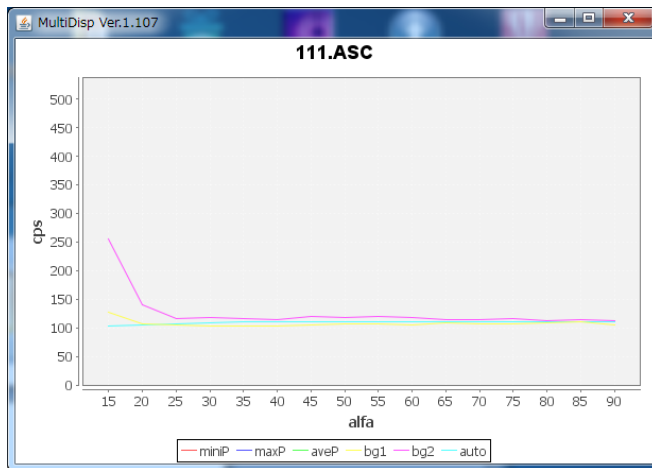
### 3. 1 ODFPoleFigure2 ソフトウェアによるバックグラウンド修正

ODFPoleFigure2 ソフトウェアはバックグラウンド曲線を内蔵しています。

バックグラウンドをこの理想的な補正曲線で修正を行う。

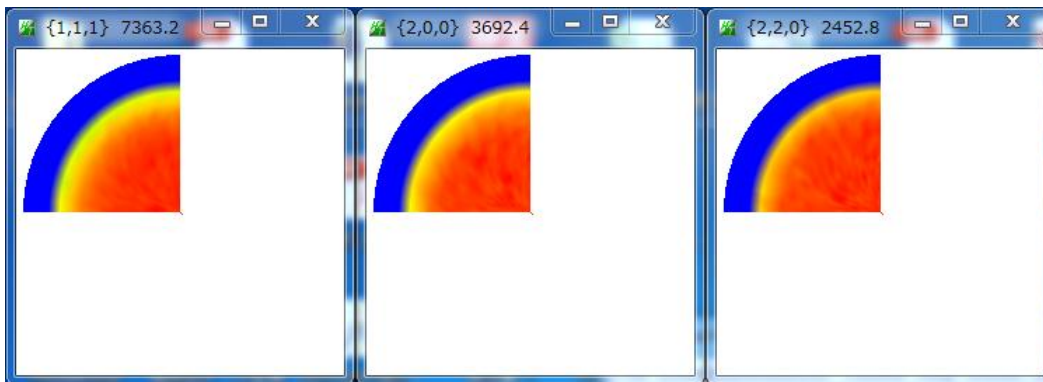


修正されたバックグラウンド（水色）

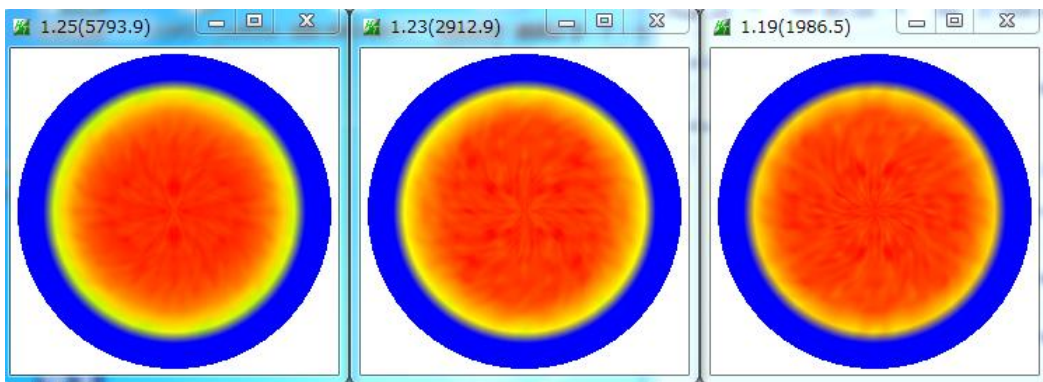




3. 2 defocusファイルはバックグラウンド削除で作成する  
 入力極点図



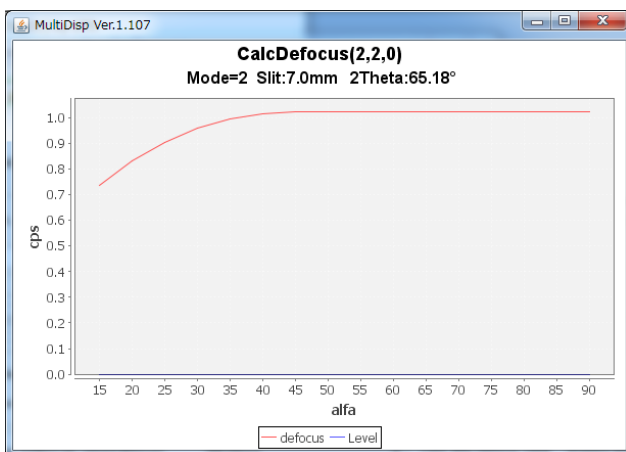
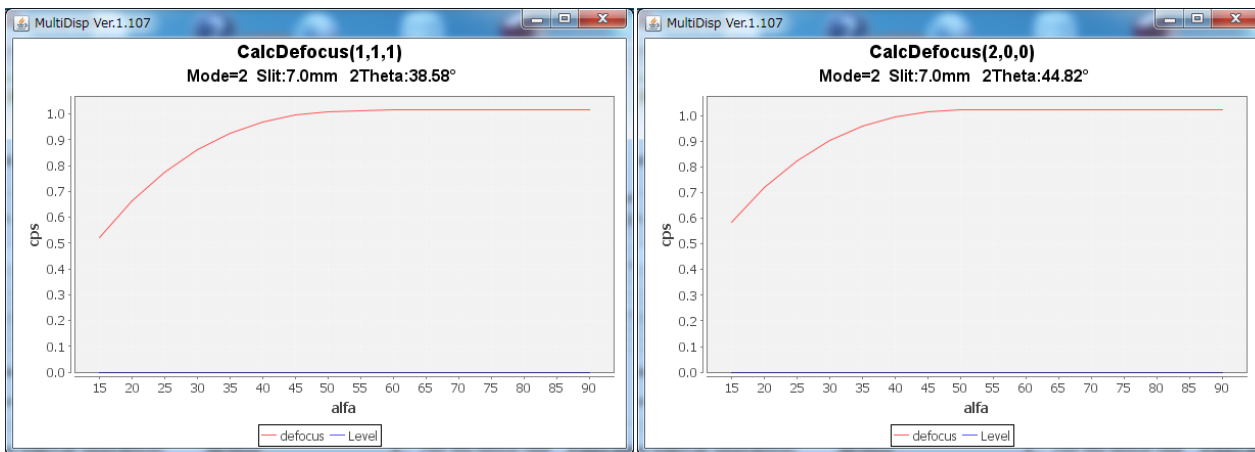
バックグラウンド削除し規格化した極点図



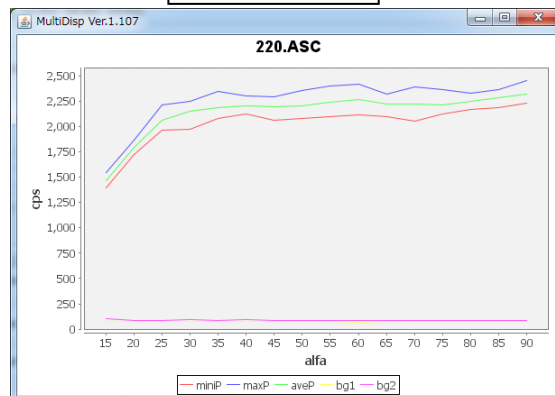
補正曲線

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)

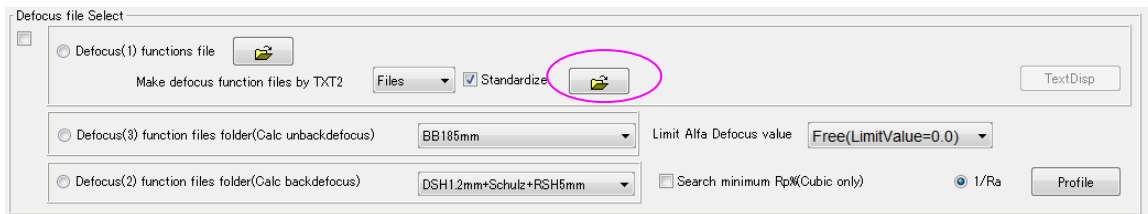
defocus補正曲線が凸凹すると、極点図に同心円のズジが入り、fiber要素が発生する。



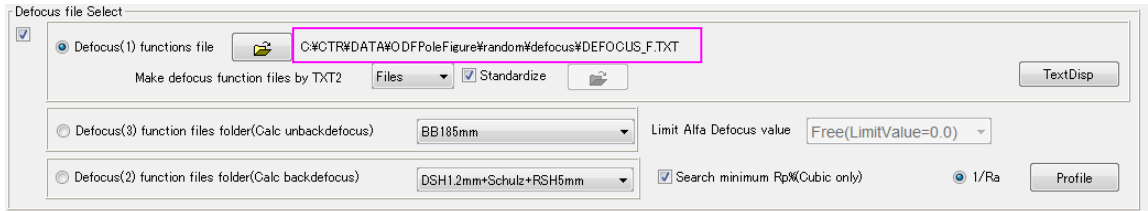
入力データ



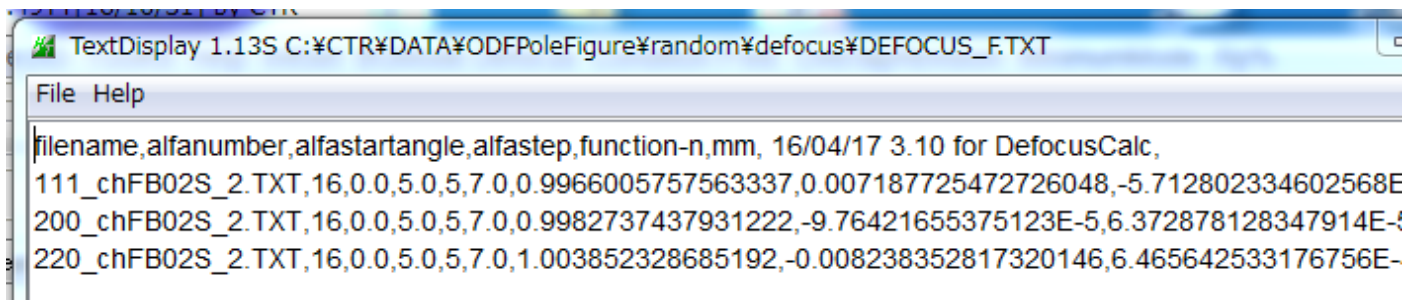
### 3.3 defocus ファイルを登録



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。



defocus テーブルテキストデータ



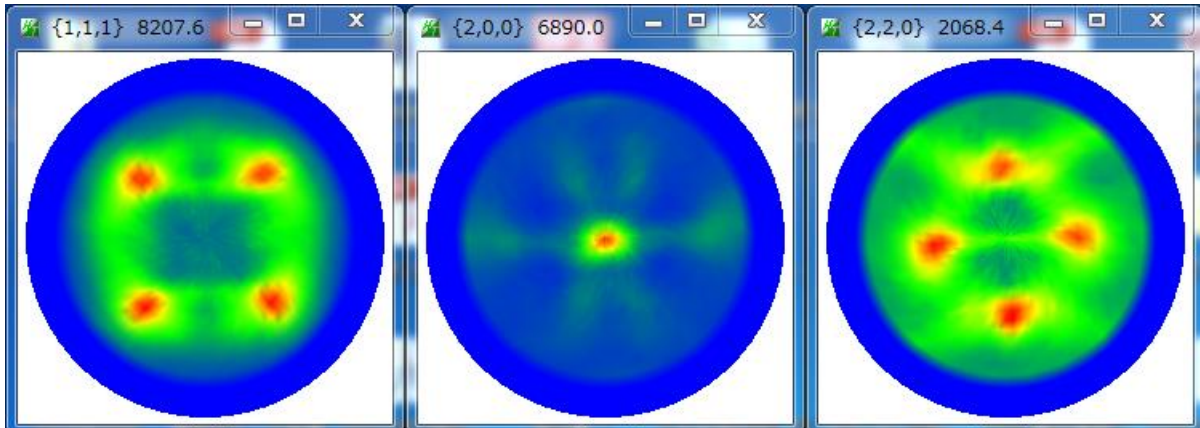
テーブルの先頭はミラー指数である事（測定データの先頭をミラー指数とすれば引き継がれる）

#### 4. 配向材料の補正

バックグラウンド削除を行い、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

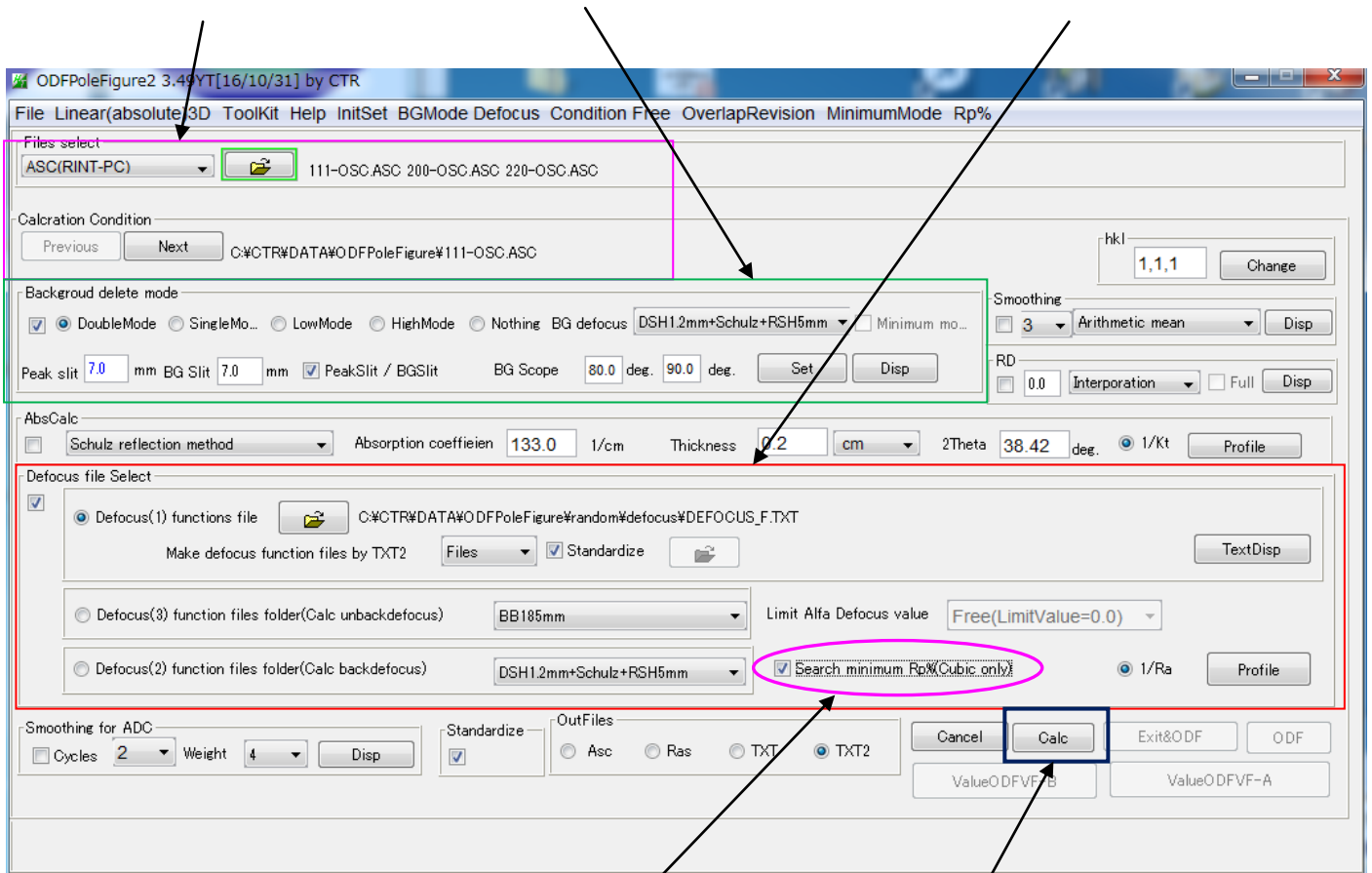


#### 4. 1 random測定結果から補正

入力データ指定

バックグラウンド処理指定

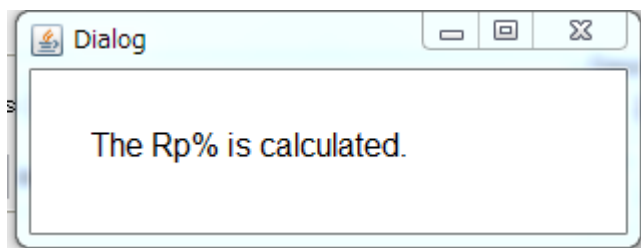
defocus選択



最適化Rp%の指定

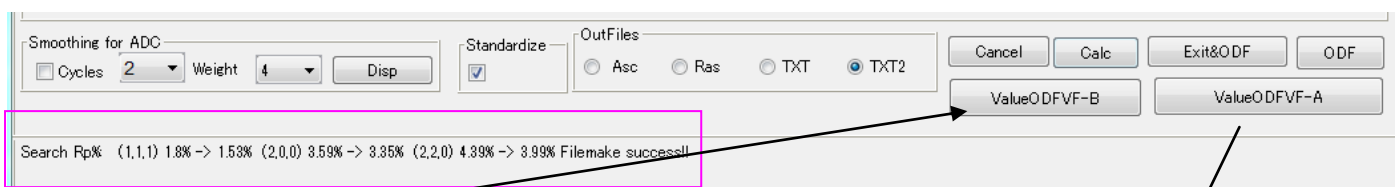
計算開始

最適化Rp%モードは計算時間が長い

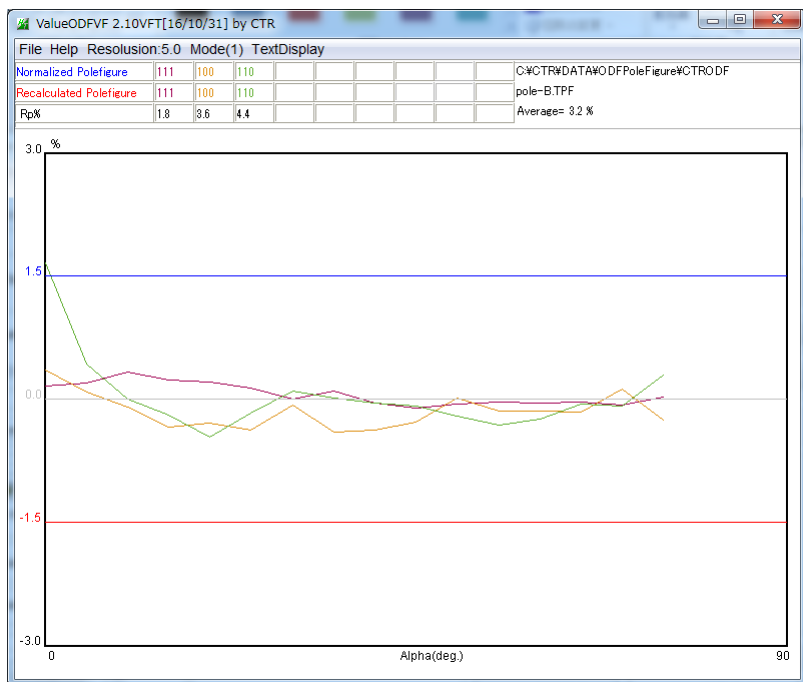


が表示されています。

計算終了で、Error 評価として、最適化Rp%が表示される。



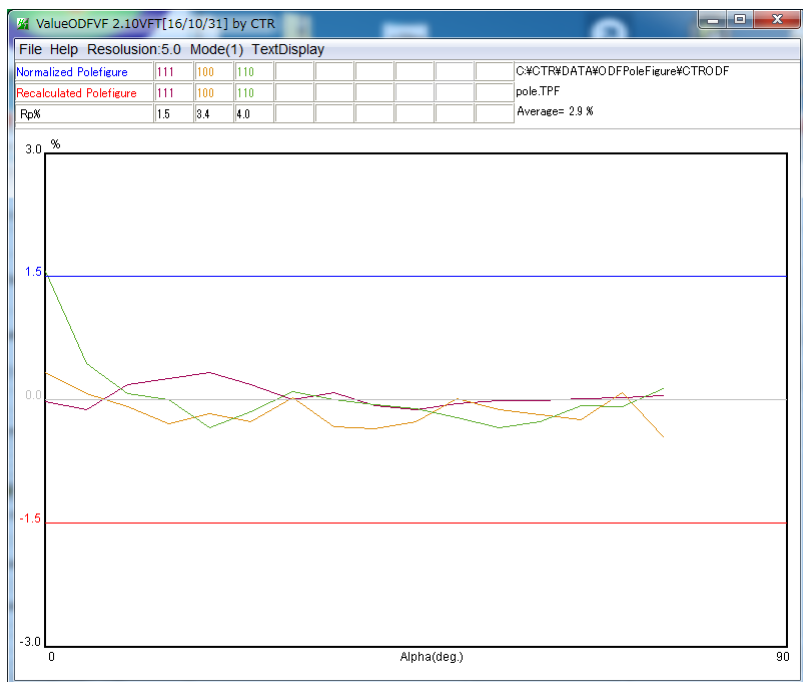
最適化を行わない場合



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	1.8	3.6	4.4

C:\CTR#DATA#ODF#PoleFigure#CTRODF  
pole-B.TPF  
Average= 3.2 %

最適化Rp%の結果

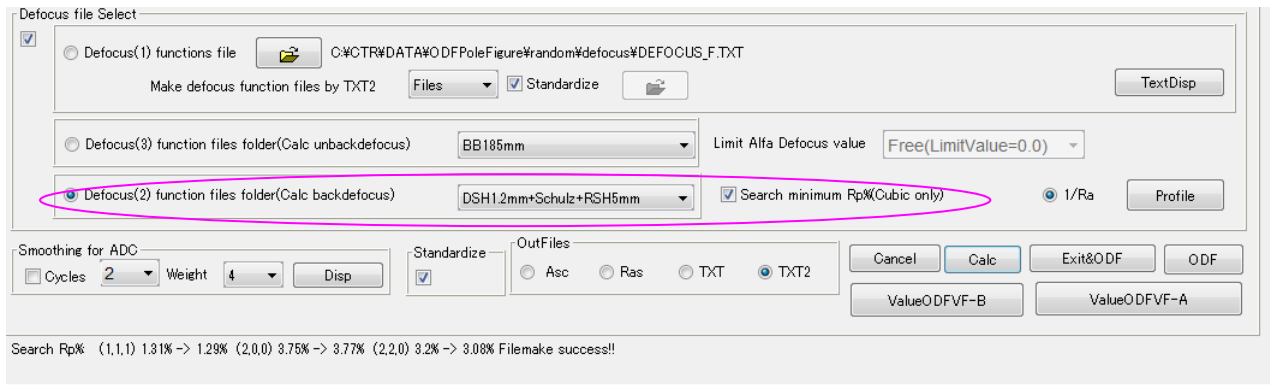


Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	1.5	3.4	4.0

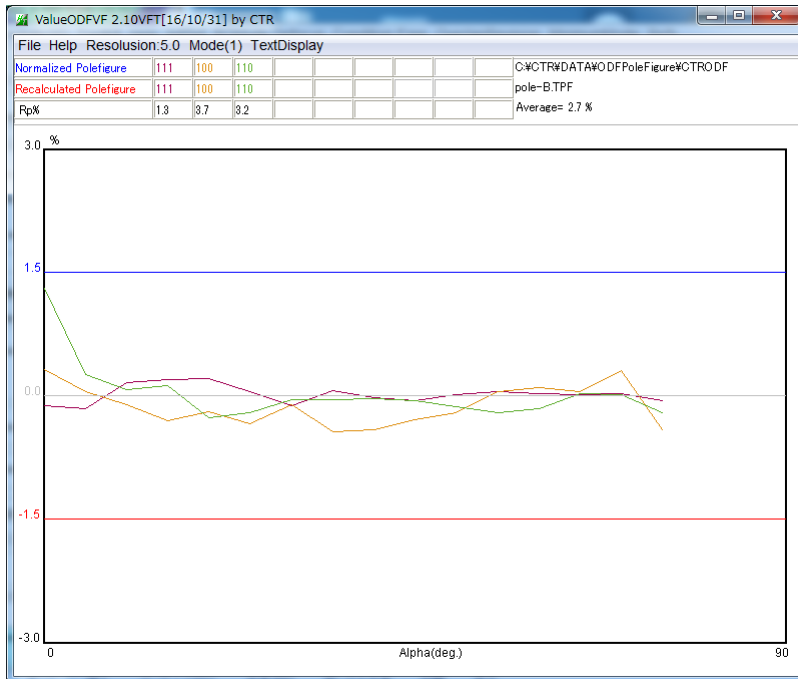
C:\CTR#DATA#ODF#PoleFigure#CTRODF  
pole.TPF  
Average= 2.9 %

最適化Rp%モードでError (Rp%) が改善されています。

#### 4. 2 内臓Defocusテーブルの場合



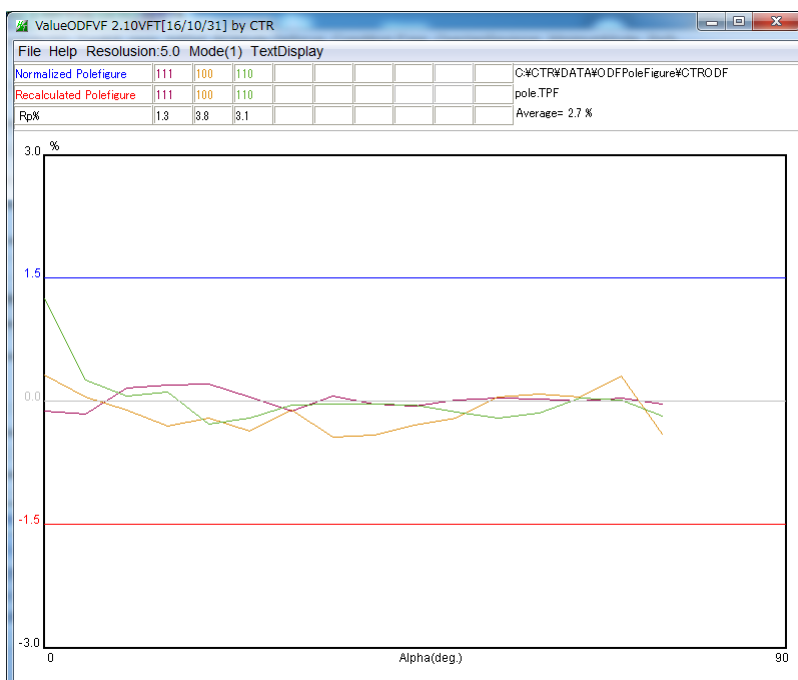
最適化を行わないRp%



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

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

最適化を行ったRp%

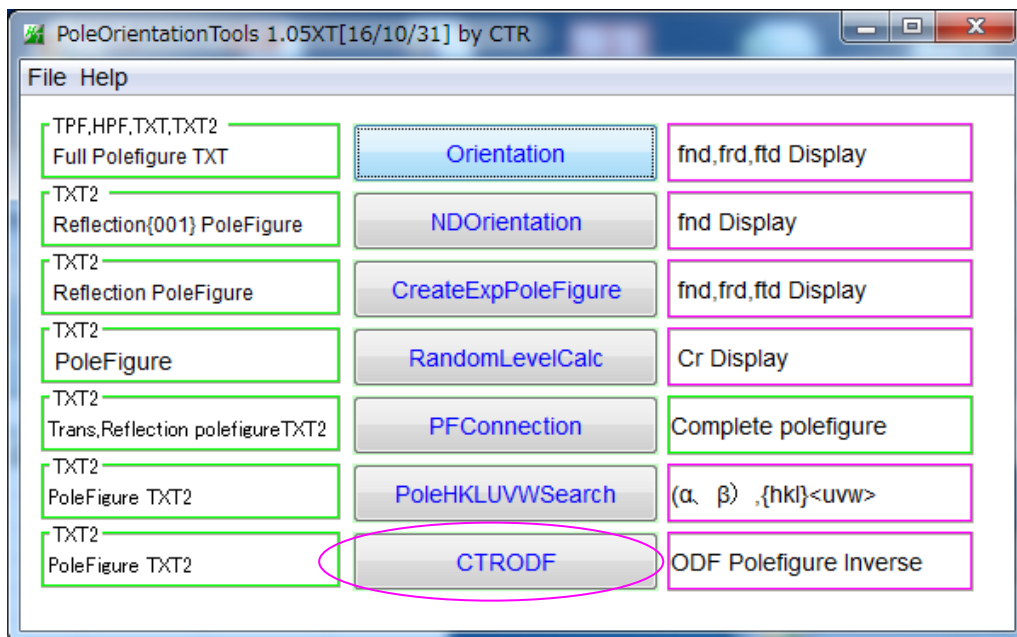
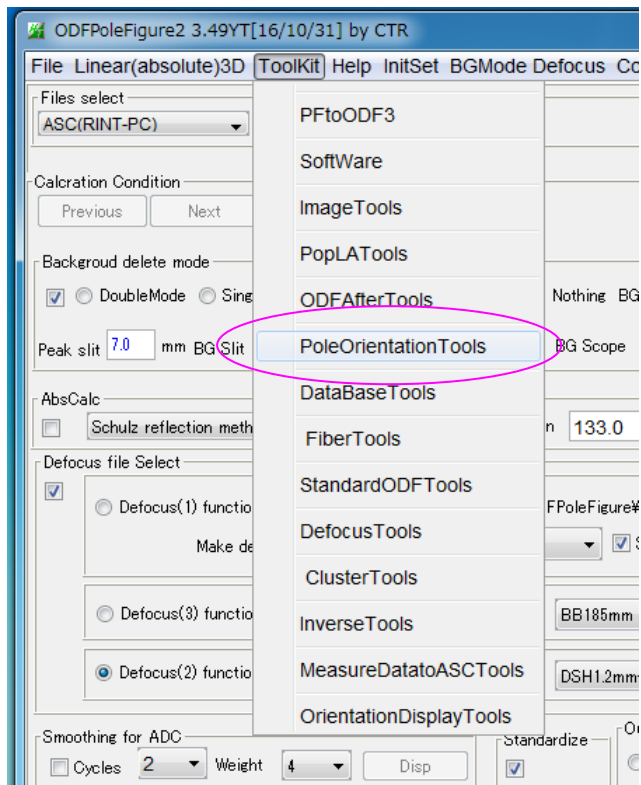


Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	1.3	3.8	3.1

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。

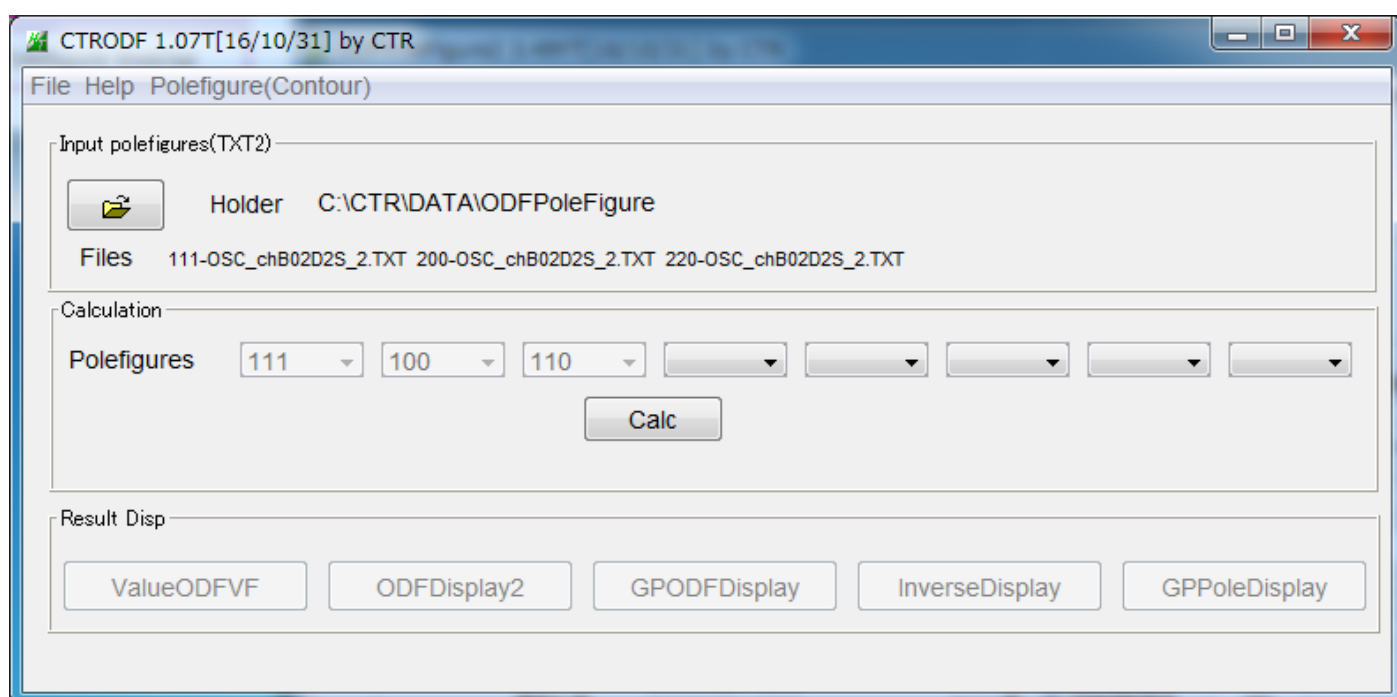
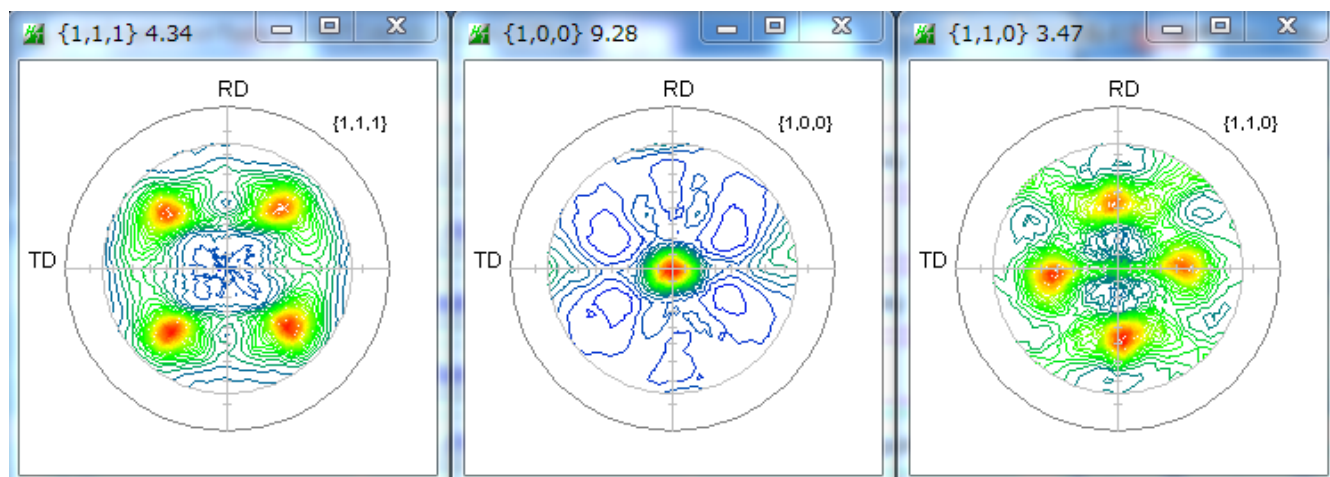
## 5. 内臓ODF解析



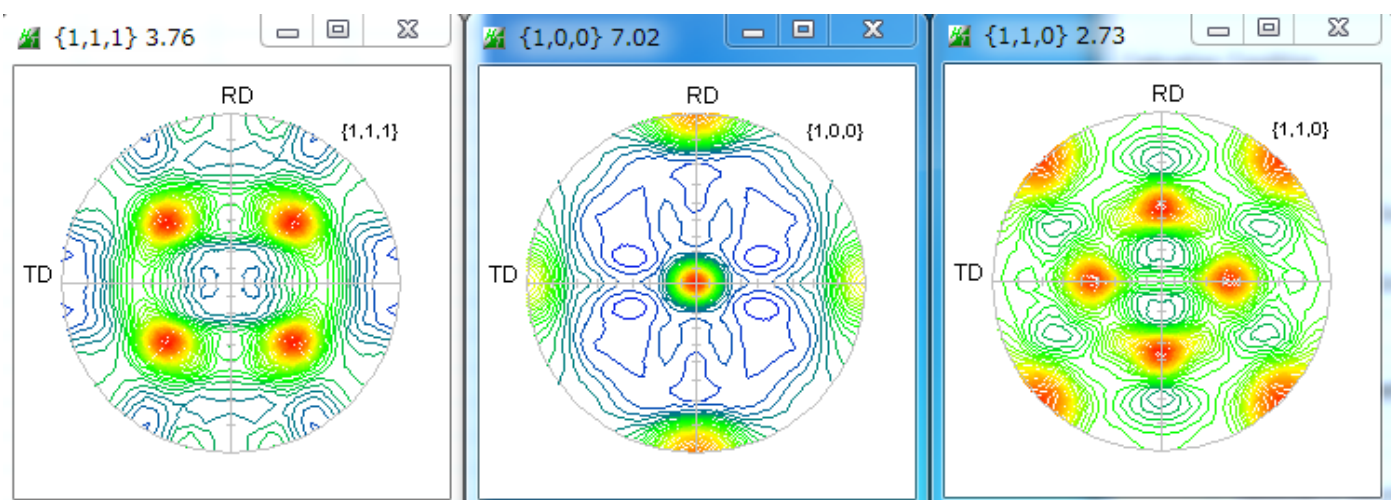
## 5. 1 ODF解析

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



ODFPoleFigure2 で前もって最適化したRp%が得られます。

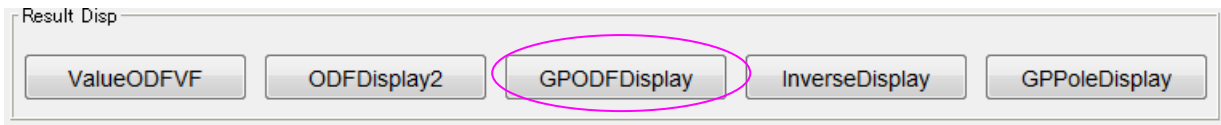
プロファイルが±1.5%以内

極点図の外周付近が上がり下がりがなく、defocus補正が正しい

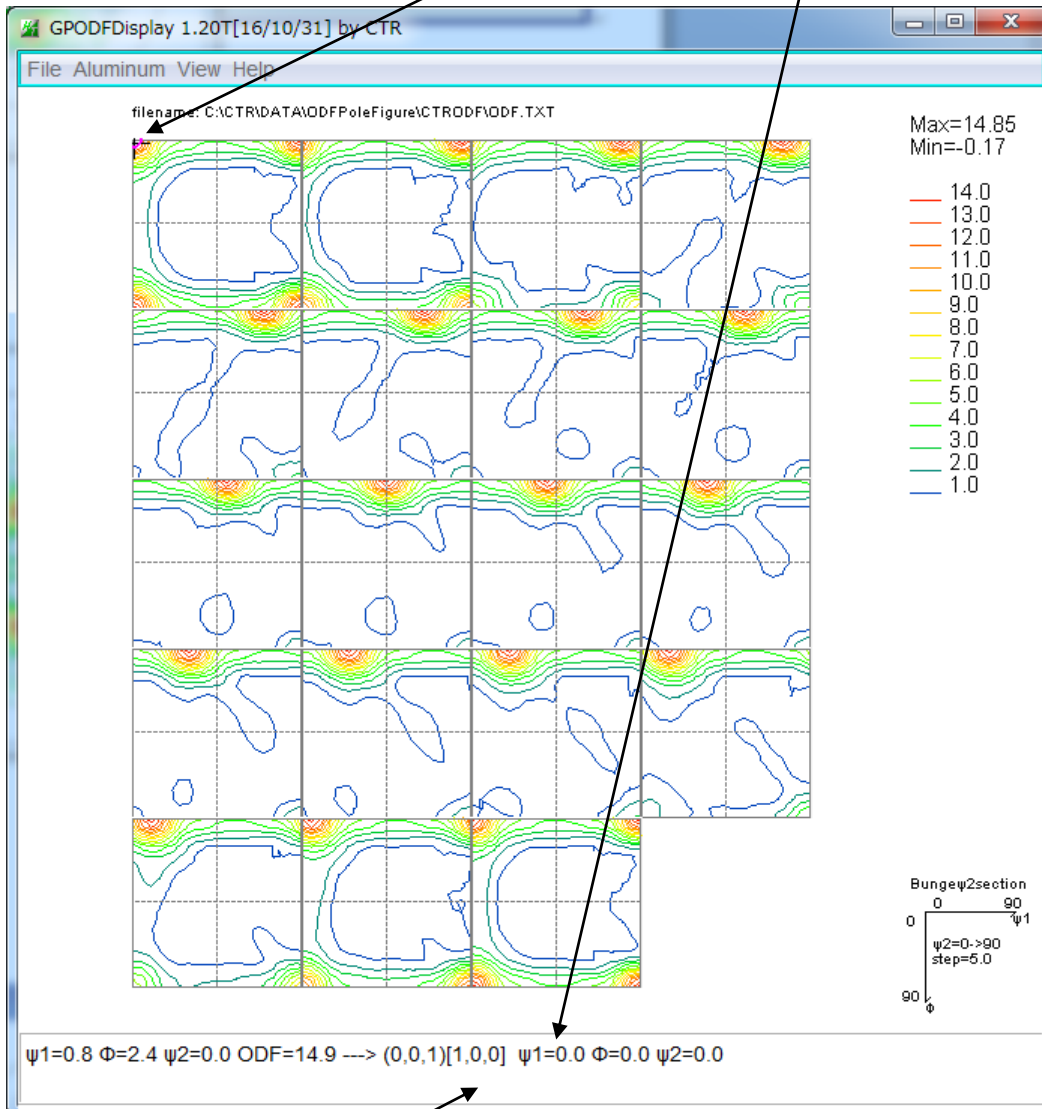
正確な測定+データ処理が行われていると判断出来ます。



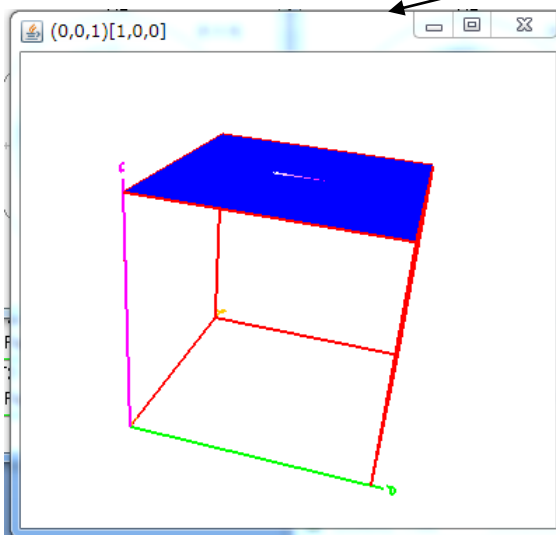
### 5. 3 ODF 図評価



方位密度の高い位置をマウスクリックと結晶方位が表示される



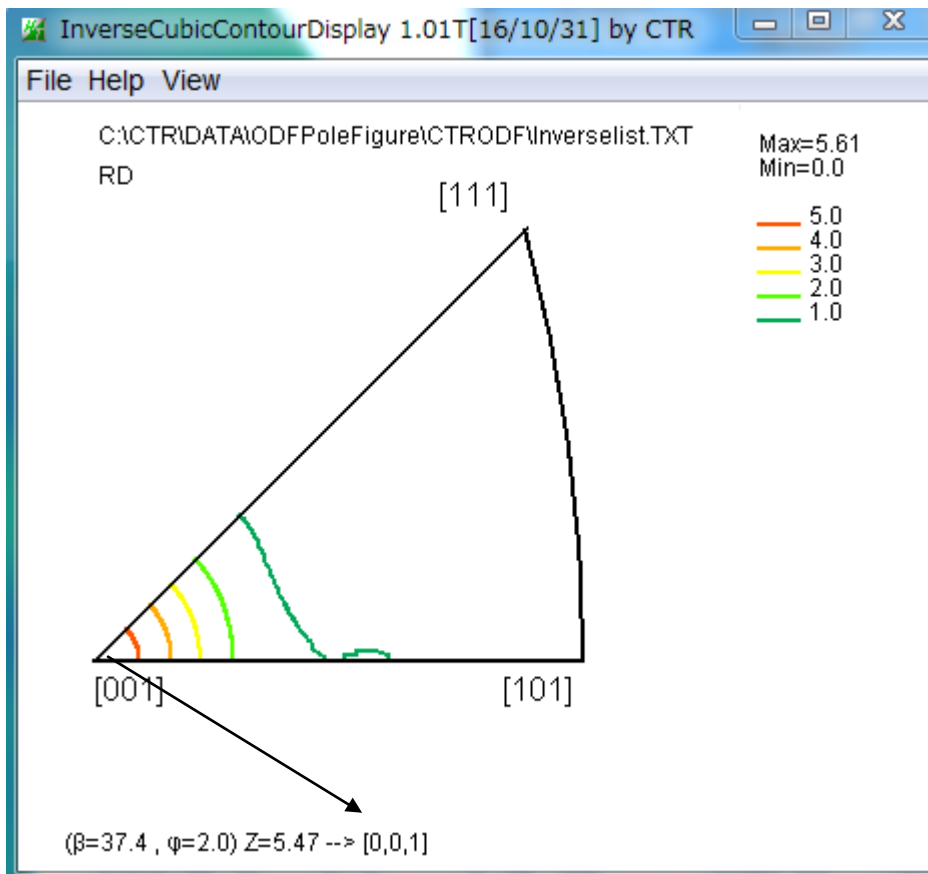
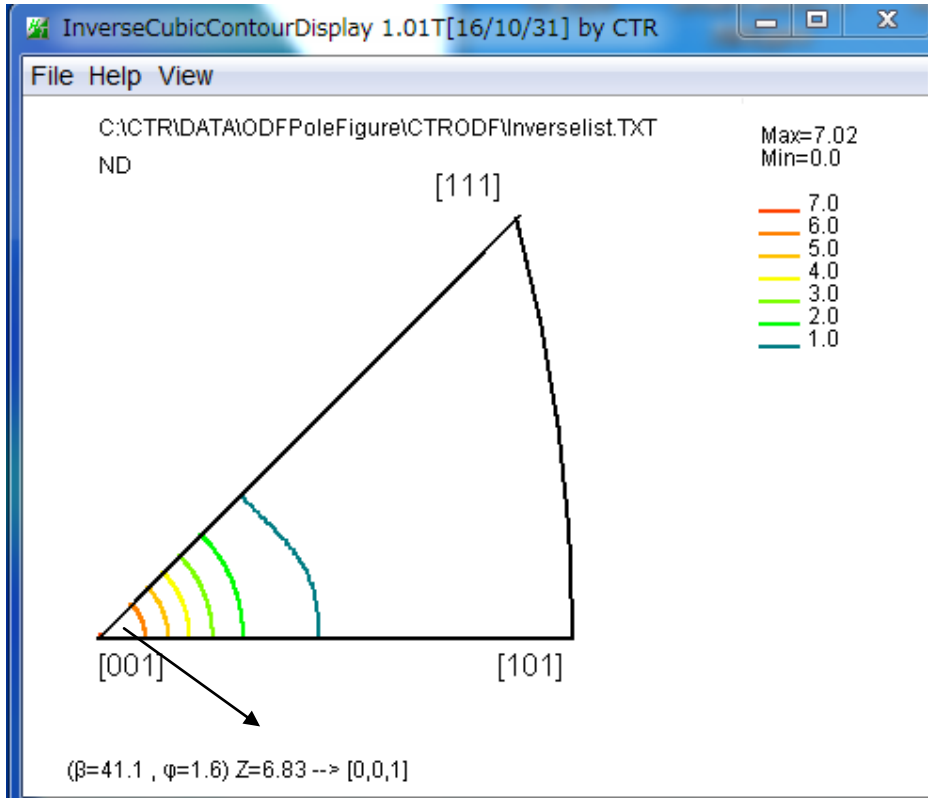
結晶方位情報をマウスクリックで、結晶方位図を表示



## 5. 4 逆極点図



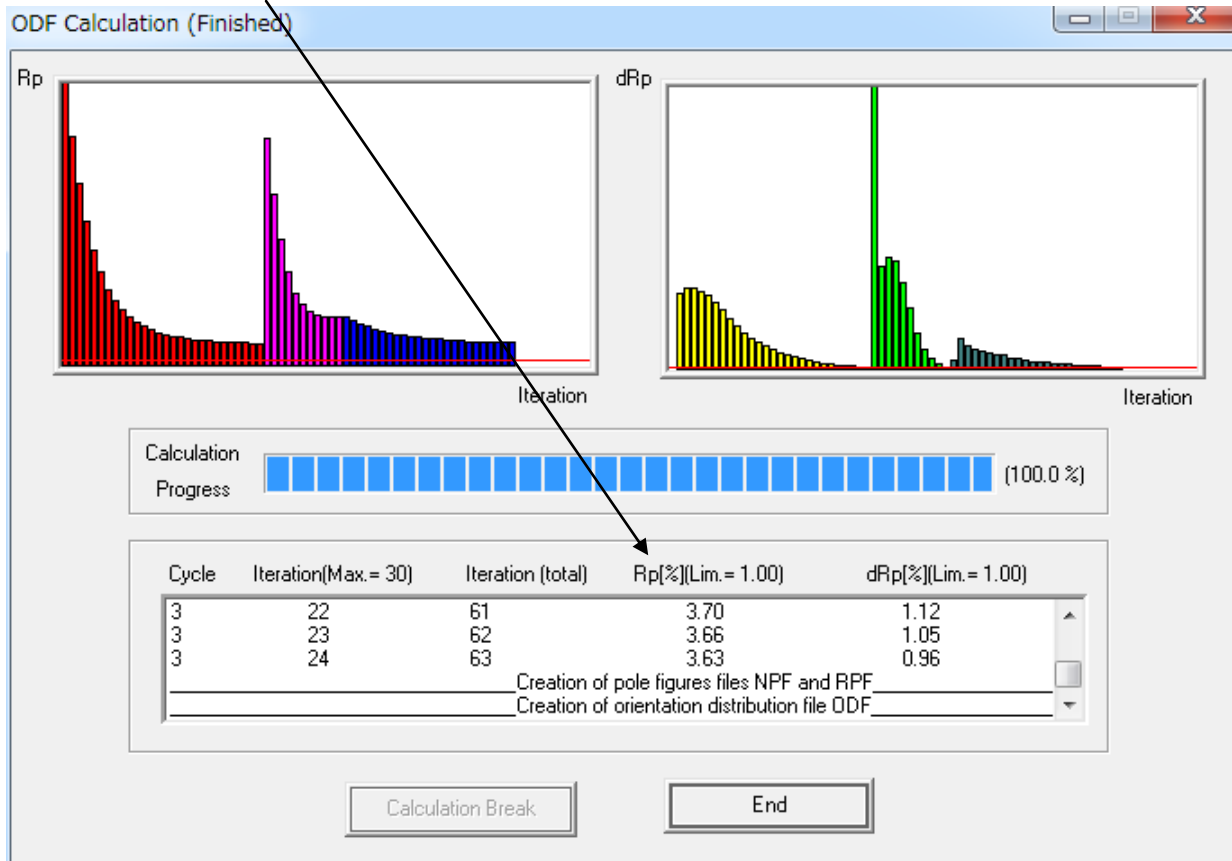
NDとRDの逆極点図から  $\{001\} <100>$  である事が分かります



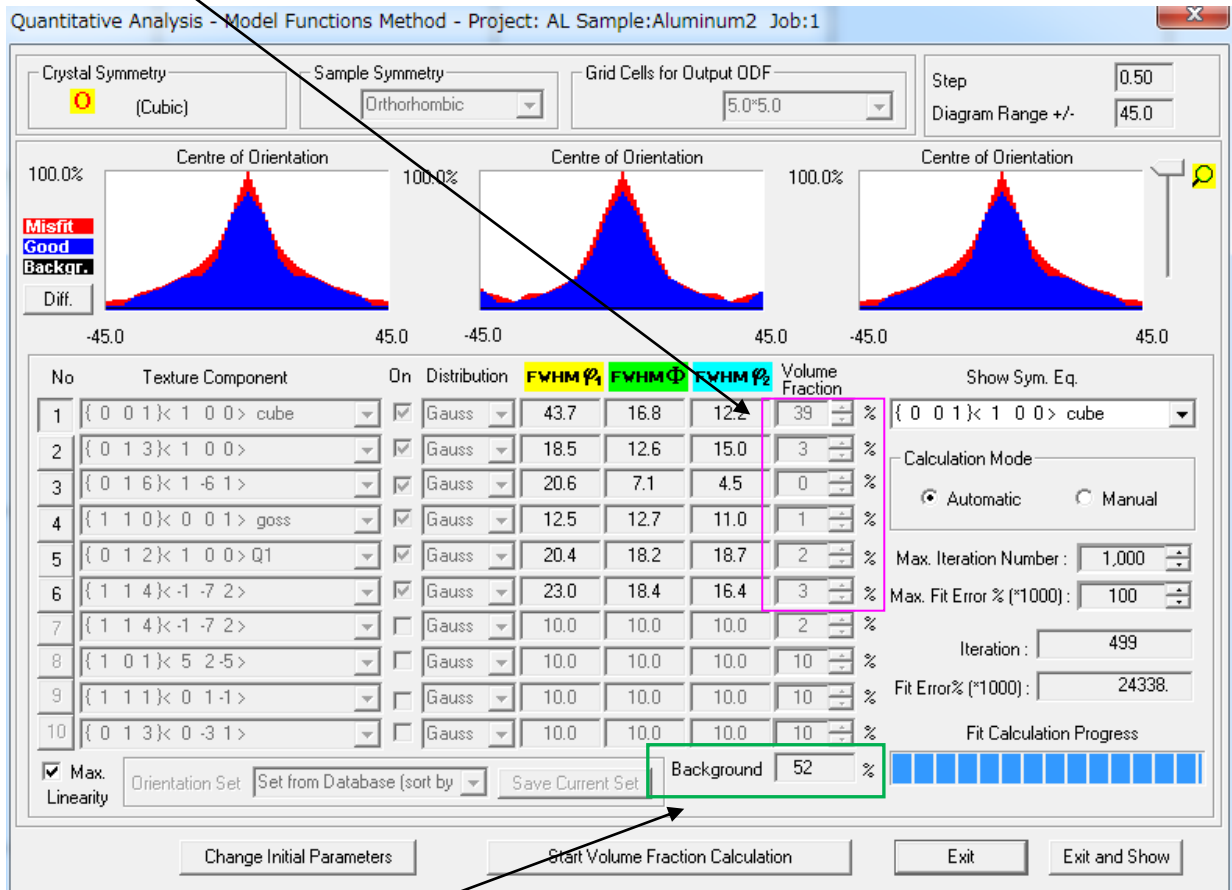
## 6. LaboTexによるVolumeFraction

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

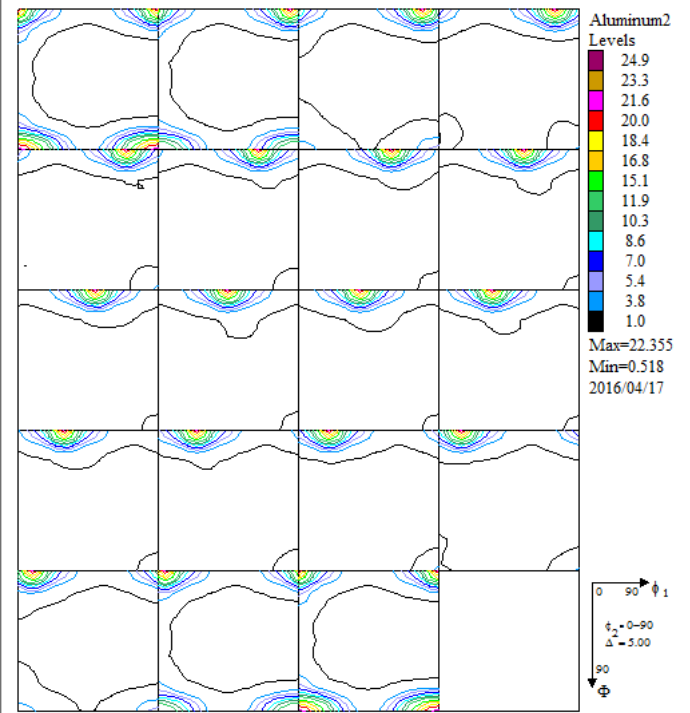
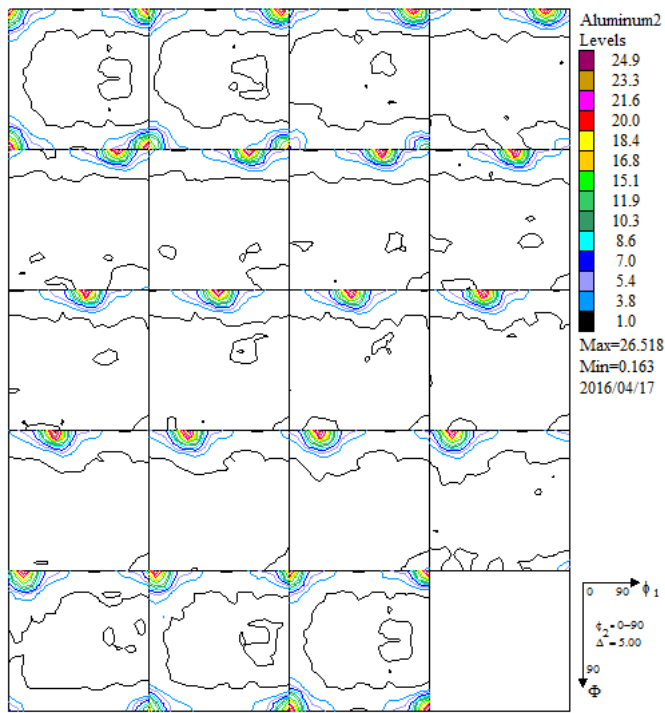


ODFのバックグラウンドはrandomを含めたその他の結晶方位を意味しています。

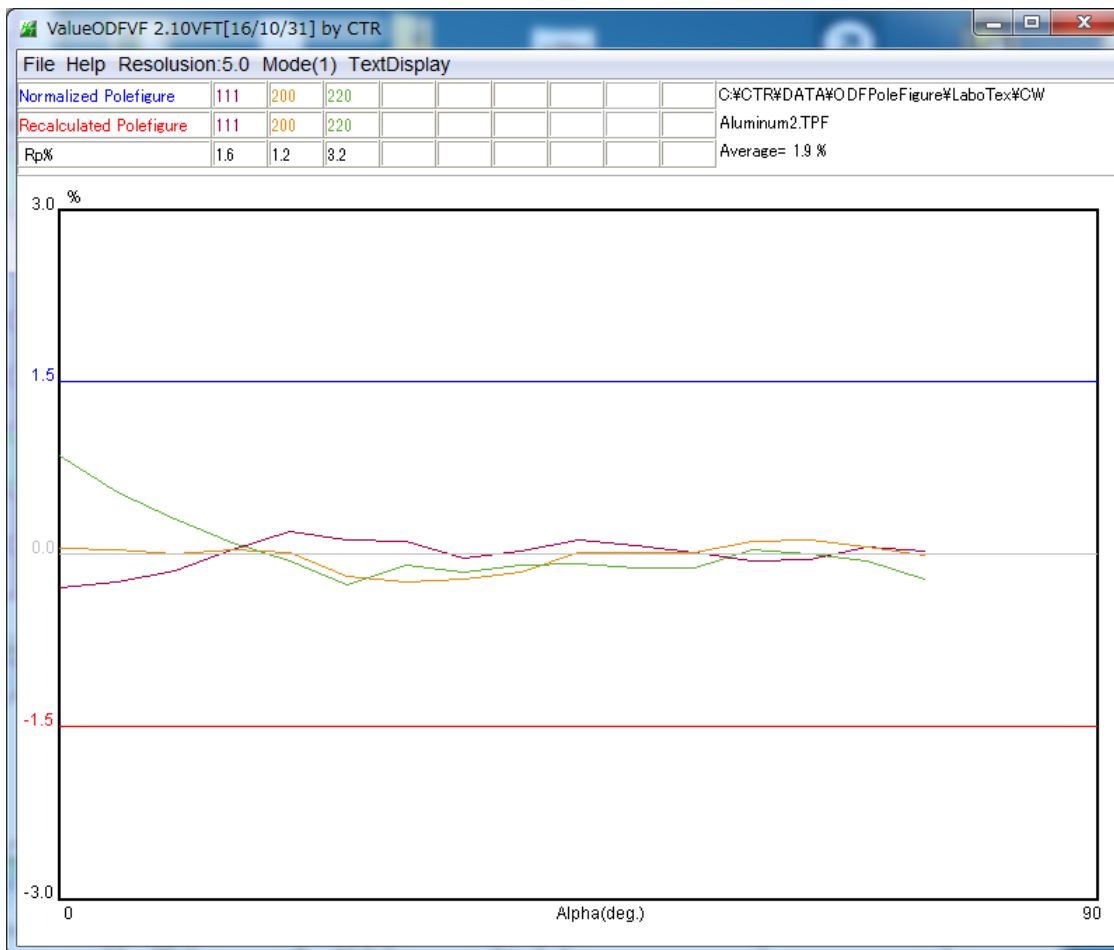
ODF図からErrorやバックグラウンドの評価

左：入力極点図から計算したODF図

右：VolumeFraction から計算した ODF 図

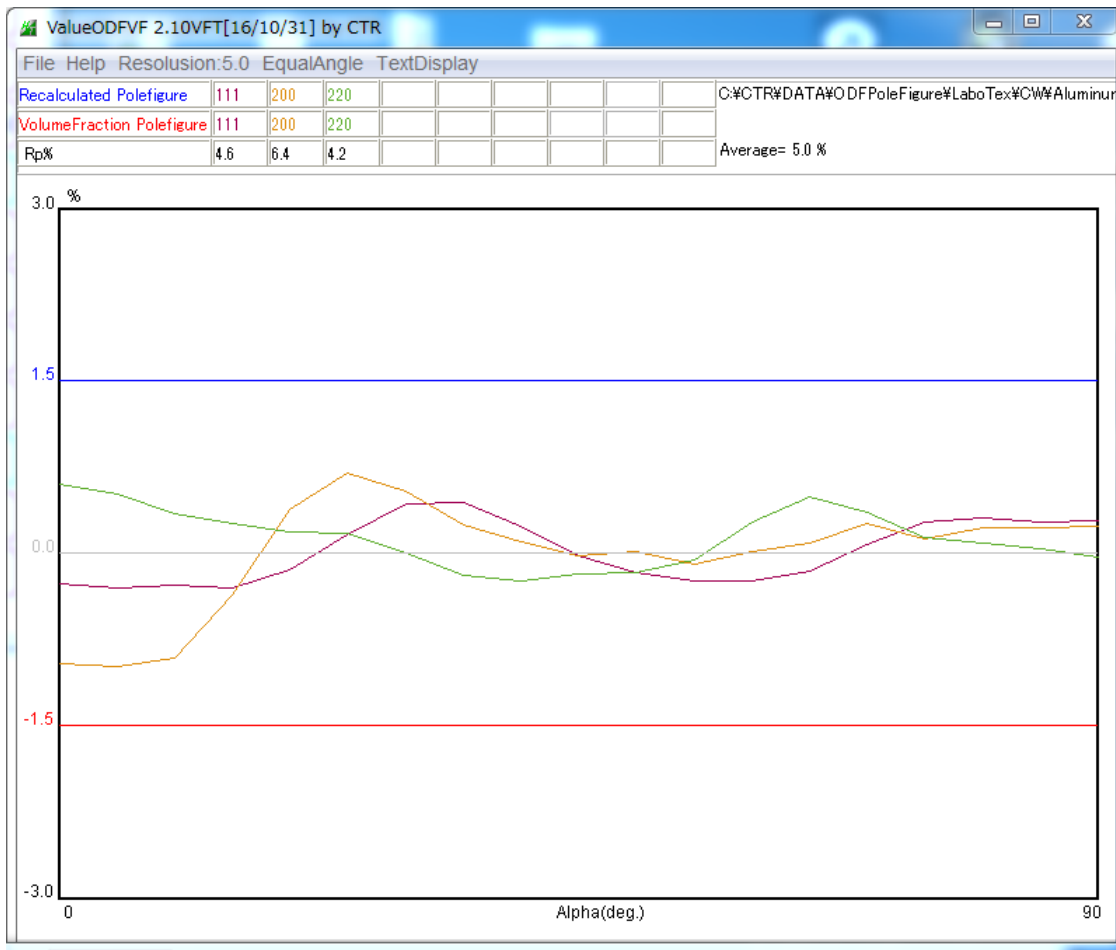


LaboTexのRp%をプロファイルで評価する場合、極点図をExportして行う。



非常に良い結果が得られています。

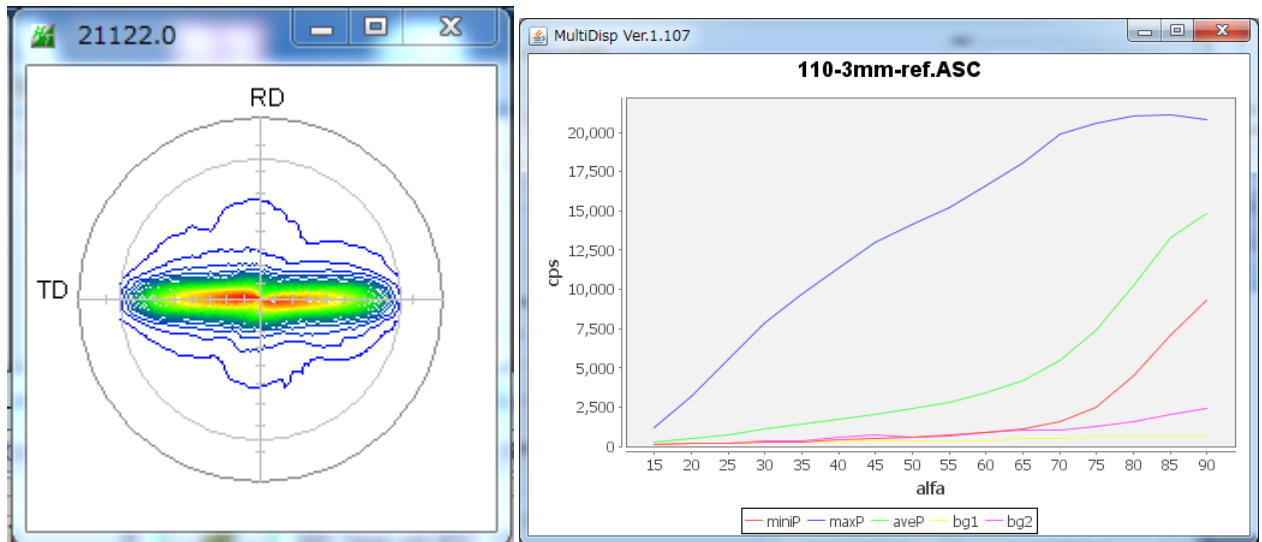
更に VolumeFraction の評価は、再計算極点図と VolumeFraction から計算した再計算極点図を比較



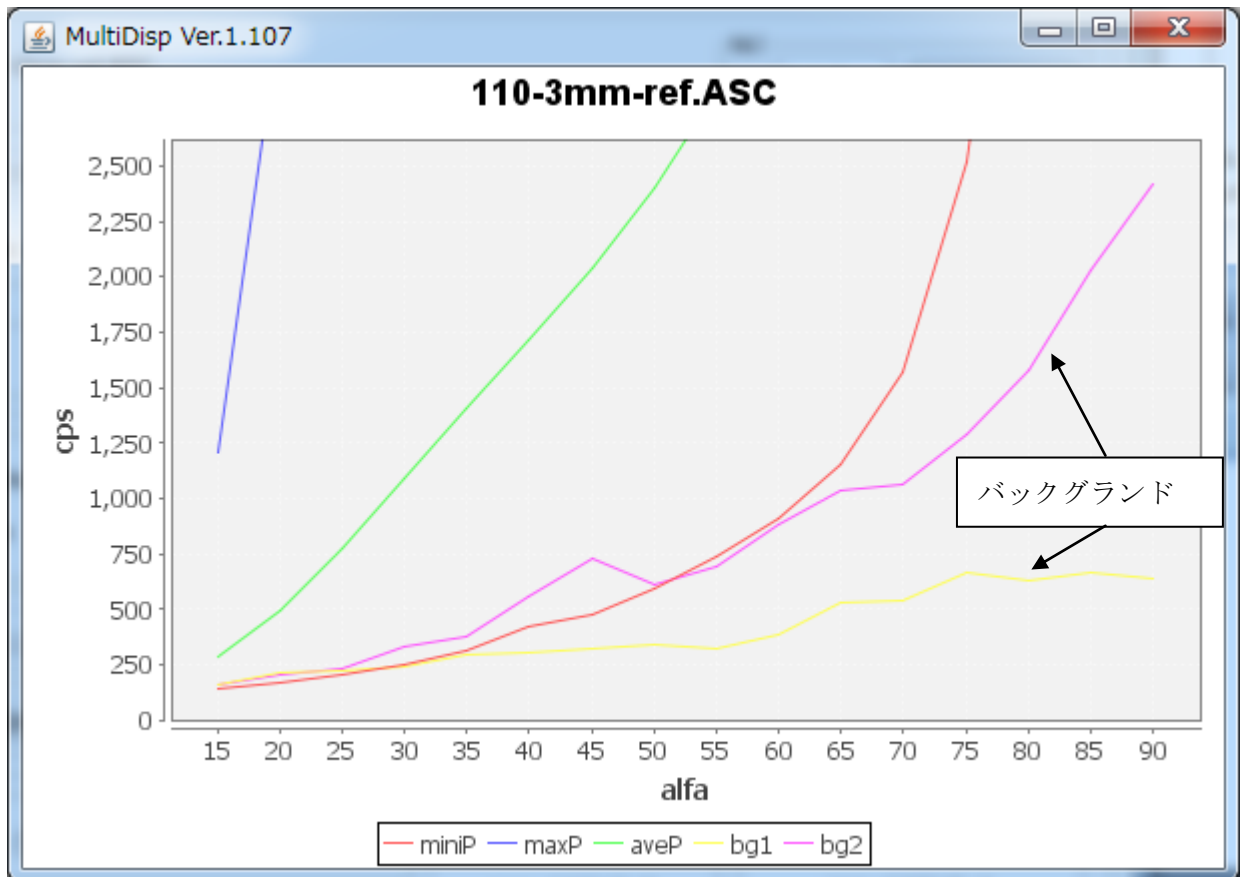
ValueODF のプロフィールが±1.5%以内で、VolumeFraction 結果も信頼性があります。

6. Cubic以外でバックグラウンド測定が難しい場合

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



拡大すると



ピーク極点図の影響で、bg2 は大きく乱れています。

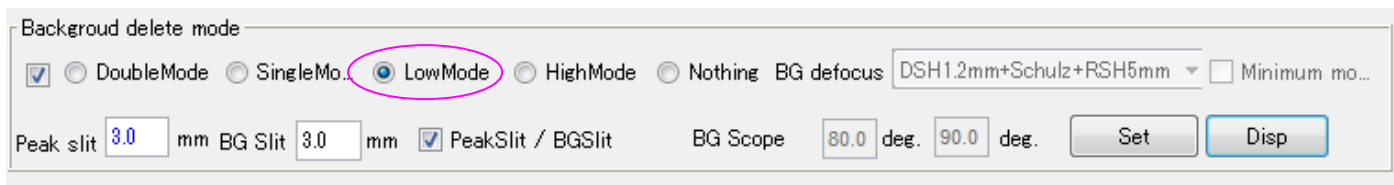
解決法

このような場合、bg1 でバックグラウンドを引く

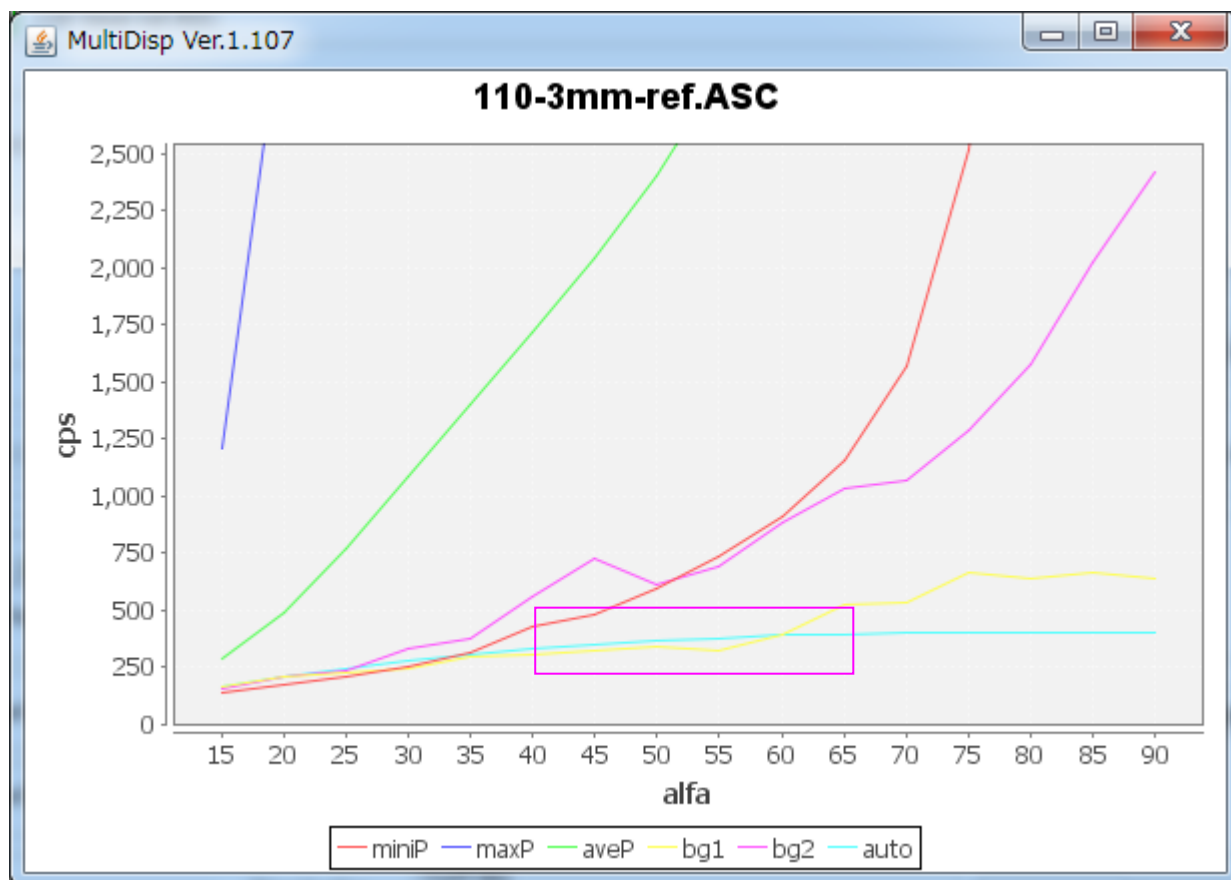
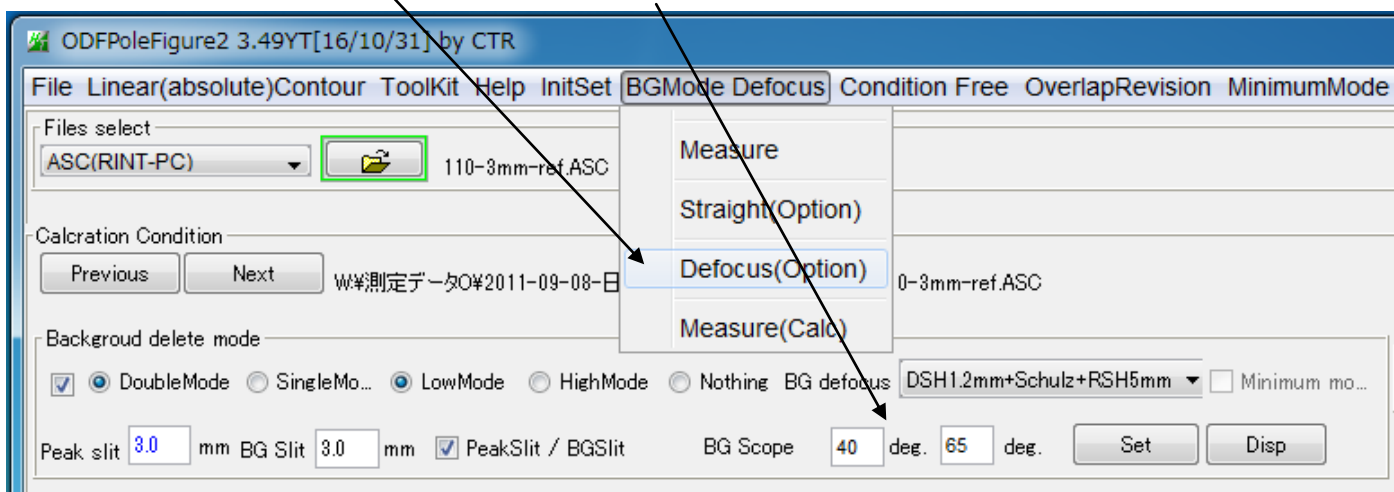
Bg1 の alfa 40 - 65度の範囲で、内臓バックグラウンドの適用が考えられます。

## Bg1 をバックグラウンドとする方法

2本のバックグラウンドで  $\alpha$  毎に強度の低いデータでバックグラウンドを作成します。



更にバックグラウンドを defocus モードで範囲を 40 - 65 に設定すると



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ウ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ウンドプロファイルが作成されています。