

SmartLab-in-Plane データからODF解析







2022年05月16日

HelperTex Office

概要

リガク SmartLab-in-plane の極点測定ではバックグラウンド測定がサポートされていない。別にバックグラウンドを測定し、極点図データにバックグラウンドを結合して極点処理を行う。以下に Asc データから極点処理を行い、ODF 解析の手順を説明します。

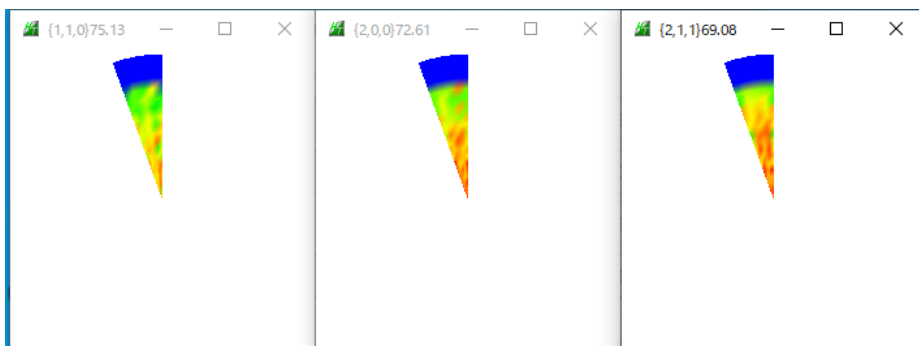
測定されたデータ

 110_TE-2-1-mill.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB
 110_TE-2-1-millBG_low.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB
 200_TE-2-1-mill.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB
 200_TE-2-1-millBG_low.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB
 211_TE-2-1-mill.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB
 211_TE-2-1-millBG_low.asc	2022/05/16 13:00	RINT20007スケー	7 KB

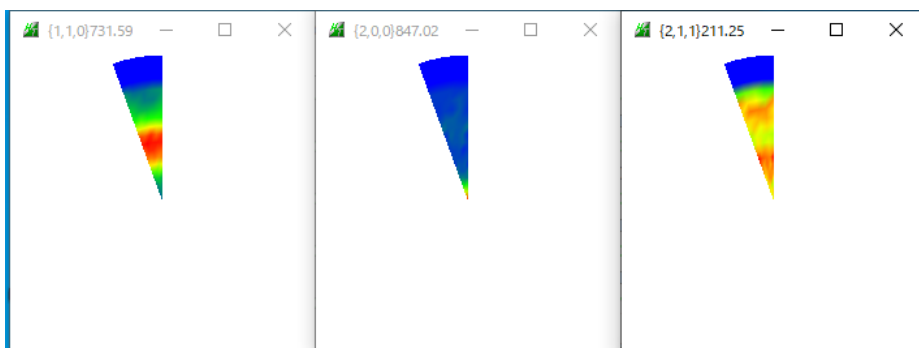
background データはファイル名に BG_low を追加

データ確認

Background



Peak 極点図



ピーク極点図の β 範囲が 360 度測定されていない。Fiber データとして解析かな？

データ結合

PluralAsctoAsc 2.39ST[22/05/31] by CTR

File Help




BackgroundMode
2,3Files Mode(Group)

Ultima4 AscPoleFiles select(hk1.ASC,hkIB1.ASC,hkIB2.ASC)
110_TE-2-1-millgroup.ASC 200_TE-2-1-milgroup.ASC 211_TE-2-1-millgroup.ASC

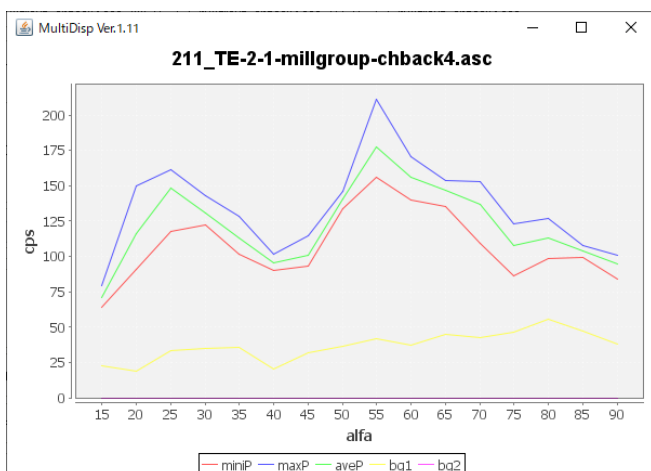
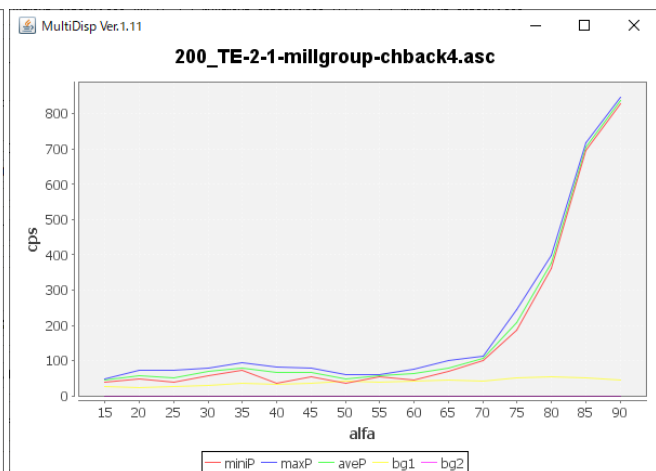
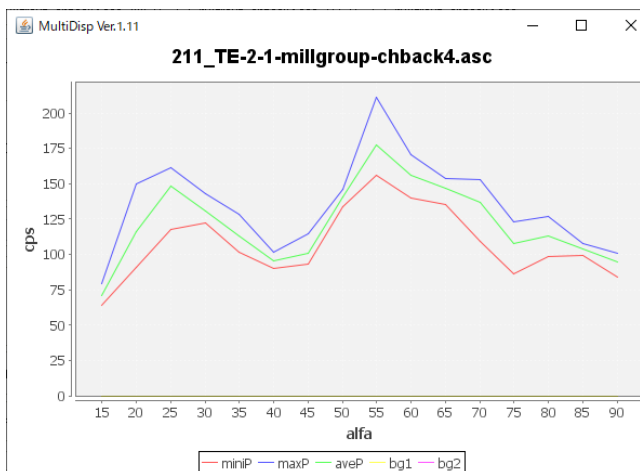
Alfa-profile & Index(h,k,l)
 File1 File2 File3 File4 File5 File6
 1,1,0 2,0,0 2,1,1 2,0,0 2,1,1 2,1,1

BackdeleteMode
 DoubleMode SingleMode LowMode HighMode Nothing

Created files name

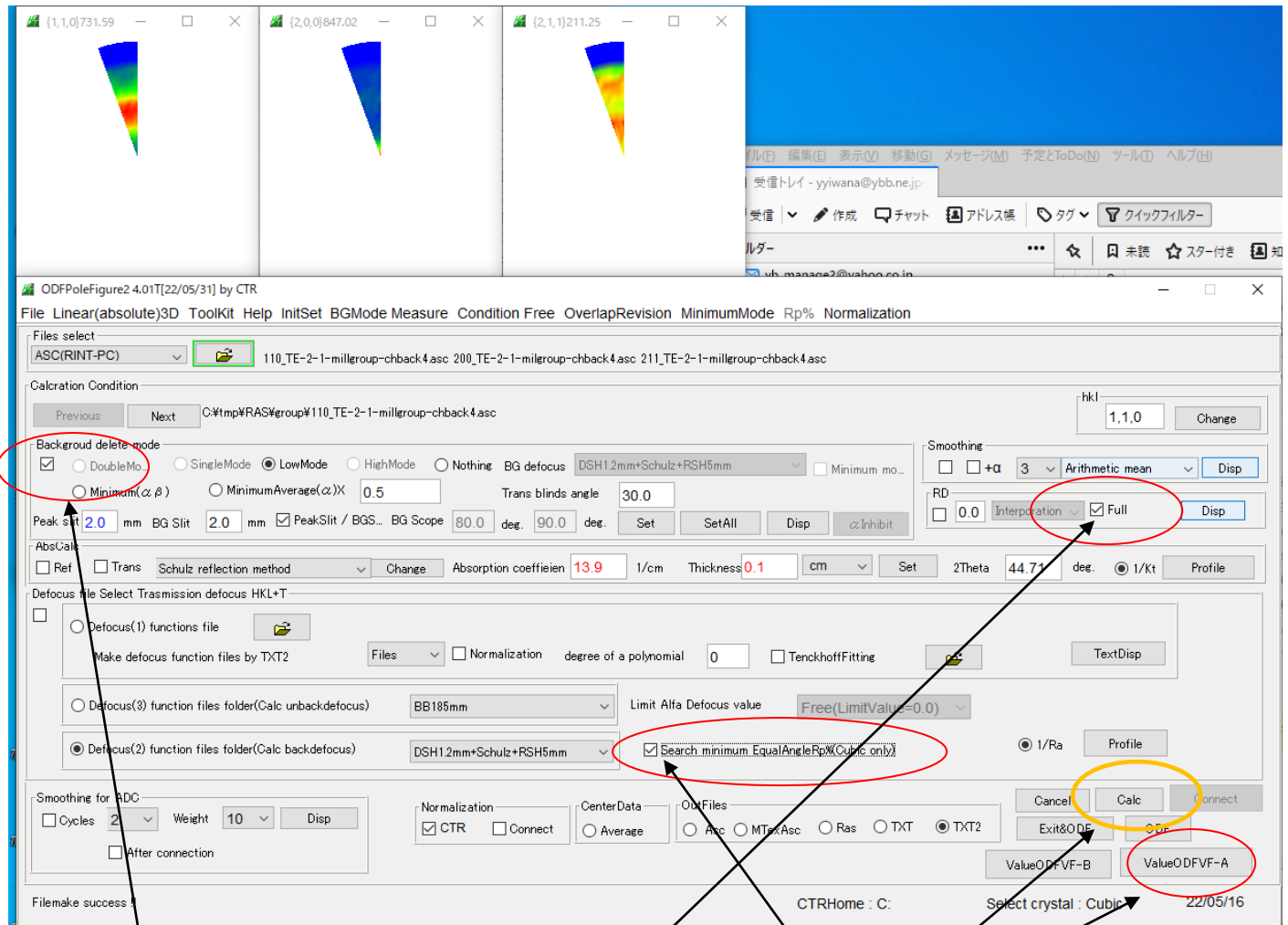
	110_TE-2-1-millgroup-chback4.asc	2022/05/16 13:15	RINT20007スケー	7 KB
	200_TE-2-1-milgroup-chback4.asc	2022/05/16 13:15	RINT20007スケー	7 KB
	211_TE-2-1-millgroup-chback4.asc	2022/05/16 13:15	RINT20007スケー	7 KB

結合データ



ODFPoleFigure2ソフトウェアで極点処理

randomデータがないため、defocus補正なしとdefocus補正なし+最適化Rp%比較



バックグラウンド処理

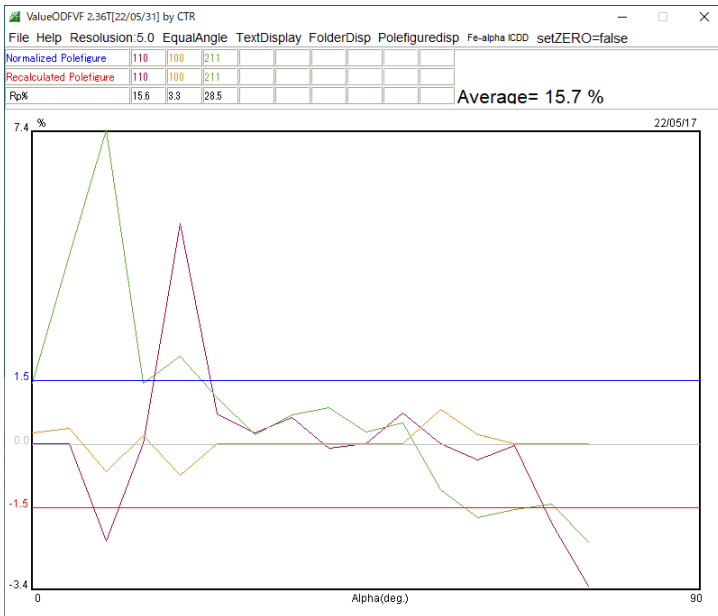
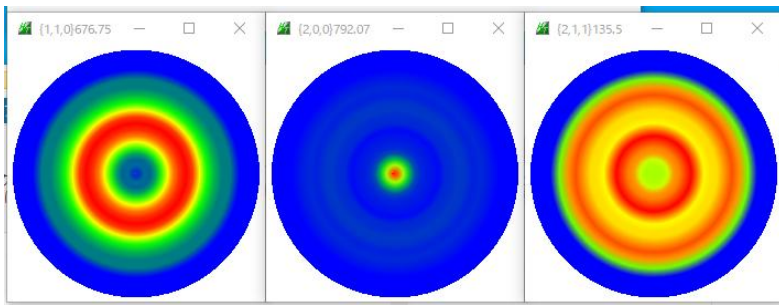
Fiber処理 (360度化)

最適化Rp% (check-ON) で処理

Rp%の効果確認 (valueODFVF)

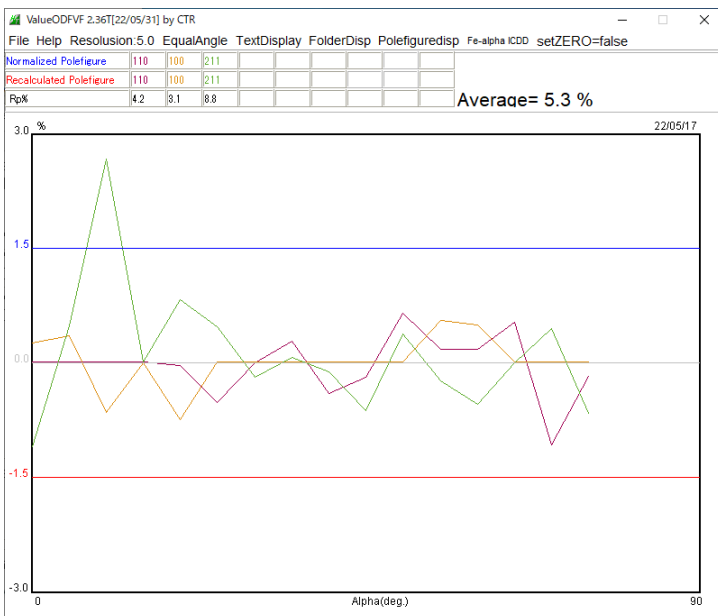
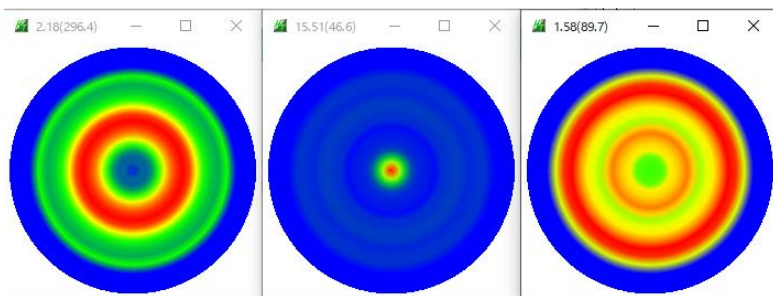
計算

最適化Rp%なし



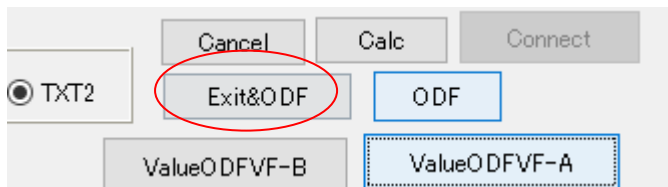
defocus補正が行われていない為
外周方向に密度低下が発生

最適化Rp%あり 15.7%から5.3%に改善される



最適化Rp%でdefocusが補正さ
れている

最適化R p %結果からODF入力データ作成



PFtoODF3 8.54T[22/05/31] by CTR

File Option Symmetric Software Data Help

Lattice constant

Material A-Iron-Measure-IntegralData.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) cif 7 - O (cubic)

a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.0 alpha 90.0 beta 90.0 gamm 90.0

Initialize Start

getHKL<-Filename AllFileSelect

PF Holder C:\tmp\RAS\group

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
110_TE-2-1-milgroup-chback4_chFB20S_2.TXT	1,1,0	44.71	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_TE-2-1-milgroup-chback4_chFB40S_2.TXT	2,0,0	65.02	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
211_TE-2-1-milgroup-chback4_chFB40S_2.TXT	2,1,1	82.36	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

Comment

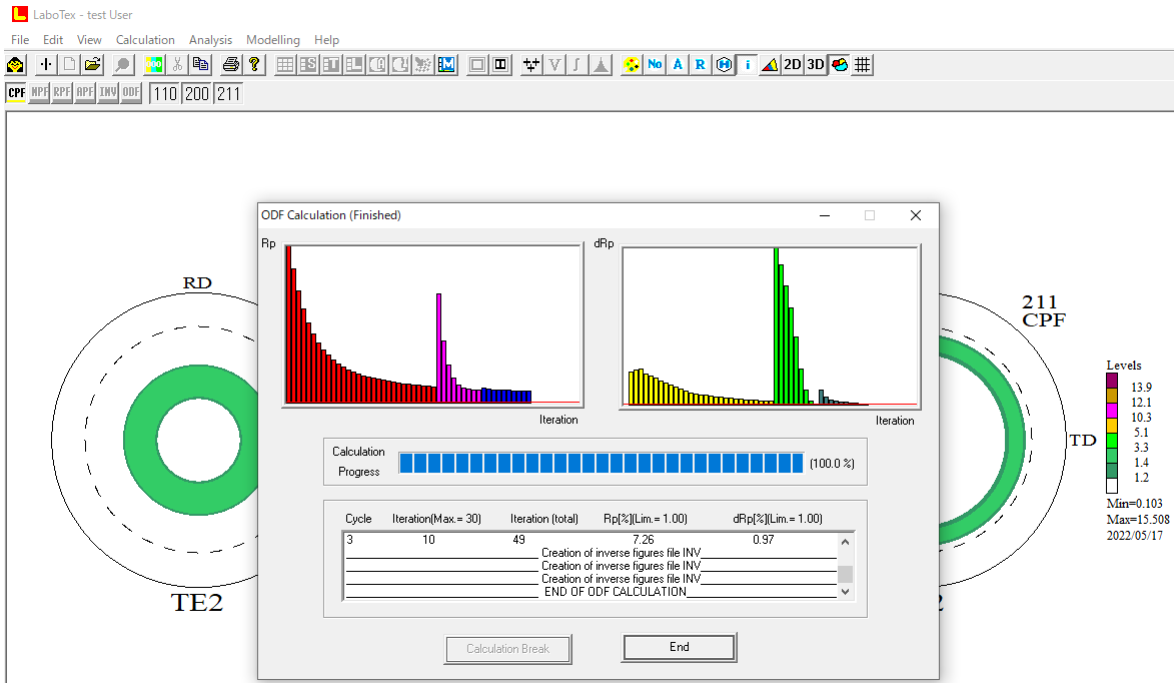
Symmetric type Full

CenterData Average

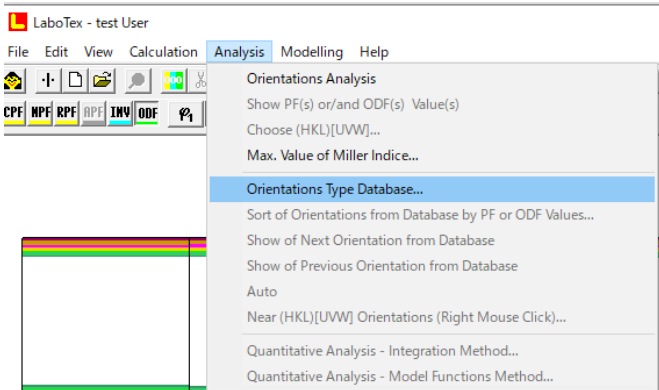
Epf file save

Labotex(EPF),popLA(RAW) filename TE

LaboTex で読み込み



Databaseに [001] -Fiber 追加



Orientations Type Database

Crystal Symmetry Systems: Cubic

Number of Orientations: 23

Database

No	Orientation Type Name	φ_1	Φ	φ_2
1	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass	54.74	90.00	45.00
2	{ 1 1 2 } < 1 1 -1 > coppe	-90.00	35.26	45.00
3	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	0.00	0.00	0.00
4	{ 1 1 0 } < 0 0 1 > goss	90.00	90.00	45.00
5	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	-45.00	0.00	0.00
6	{ 1 1 0 } < 1 -1 1 >	35.26	90.00	45.00
7	{ 1 1 1 } < 1 -1 2 >	90.00	54.74	45.00
8	{ 1 0 1 } < 5 2 -5 >	-105.79	45.00	90.00
9	{ 5 2 5 } < 1 -5 1 >	15.23	47.12	68.28

Buttons: Delete, Edit, New, **New {HKL}<UVW>**

Orientation Euler Angles

Fiber

Orientation Type Name: { 0.0, 0.0, 0.0 }

Angle Part: { 0.0, 0.0, 0.0 }

Name: { } φ_1 : { } Φ : { } φ_2 : { }

Buttons: Add/Change, Cancel

Close

Database - Add {HKL}<UVW> - Symmetry Cubic

Choose {HKL} [UVW]

H: { 0 0 1 }
K: { 0 0 1 }
L: { 0 1 2 }
U: { 0 1 2 }
V: { 0 1 2 }
W: { 0 1 2 }

<HKL>: { 0 0 1 } [UVW]: fiber

Fiber <HKL>fiber: { 0 0 1 } fiber

Database

Orientation Type Name: { 0 0 1 } fiber φ_1 : fiber Φ : 0.00 φ_2 : 0.00

Buttons: Add to Database

Close

Orientations Type Database

Crystal Symmetry Systems: Cubic

Number of Orientations: 24

Database

No	Orientation Type Name	φ_1	Φ	φ_2
16	{ 1 1 2 } < 1 -1 0 >	0.00	35.26	45.00
17	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 >	-46.91	36.70	26.57
18	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 > R	-46.91	36.70	26.57
19	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	27.03	57.69	18.43
20	{ 2 3 1 } < 3 -4 6 > S-2	52.87	74.50	33.69
21	{ 2 1 3 } < -3 -6 4 > S-3	58.98	36.70	63.43
22	{ 2 3 1 } < -3 4 -6 > S-4	-127.13	74.50	33.69
23	{ 4 9 6 } < -6 2 1 >	169.46	58.65	23.96
24	< 0 0 1 > fiber	fiber	0.00	0.00

Buttons: Delete, Edit, New, **New {HKL}<UVW>**

Orientation Euler Angles

Fiber

Orientation Type Name: { 0.0, 0.0, 0.0 }

Angle Part: { 0.0, 0.0, 0.0 }

Name: { } φ_1 : { } Φ : { } φ_2 : { }

Buttons: Add/Change, Cancel

Close

[0 0 1] - fiber が追加されています。

Volume Fractionを求める

LaboTex - test User

File Edit View Calculation Analysis Modelling Help

Step 5.00 $\phi = 0.00$ $\Phi = 0.00$ $\psi = 0.00$ HKL (0 0 1) UVW [1 0 0]

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Brass Sample:TE2 Job:1

Crystal Symmetry: (Cubic) Sample Symmetry: Orthorhombic Grid Cells for Output ODF: 5.0*5.0 Step: 0.50 Diagram Range +/-: 45.0

Component No. 1. 100.0% FWHM $\phi = 10.0$ 45.0

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ	FWHM Φ	FWHM ψ	Volume Fraction	Show Sym. Eq.
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	25 %	< 0 0 1 > fiber
2	< 0 0 1 > fiber	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	95 %	
3	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	35 %	
4	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	11 %	
5	{ 1 1 1 } < -1 -1 2 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	12 %	
6	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	8 %	
7	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
8	{ 3 2 3 } < 1 -3 1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
9	{ 1 1 3 } < 1 -1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
10	{ 1 2 2 } < 2 -2 1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %	

Max. Linearity: Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set Background: 5 %

Calculation Mode: Automatic Manual Max. Iteration Number: 1,000 Max. Fit Error % (*1000): 100 Iteration: Fit Error% (*1000): Fit Calculation Progress

Fix Initial Parameters Fix Angles Fix Fractions Start Volume Fraction Calculation View Report Exit and Show Exit

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Brass Sample:TE2 Job:1

Crystal Symmetry: (Cubic) Sample Symmetry: Orthorhombic Grid Cells for Output ODF: 5.0*5.0 Step: 0.50 Diagram Range +/-: 45.0

Component No. 1. 100.0% Misfit Good Backgr. Diff. -45.0 45.0

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ	FWHM Φ	FWHM ψ	Volume Fraction	Show Sym. Eq.
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	25 %	< 0 0 1 > fiber
2	< 0 0 1 > fiber	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	17.5	19.1	10.0	60 %	
3	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	35 %	
4	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	11 %	
5	{ 1 1 1 } < -1 -1 2 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	12 %	
6	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	8 %	
7	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
8	{ 3 2 3 } < 1 -3 1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
9	{ 1 1 3 } < 1 -1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %	
10	{ 1 2 2 } < 2 -2 1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	10 %	

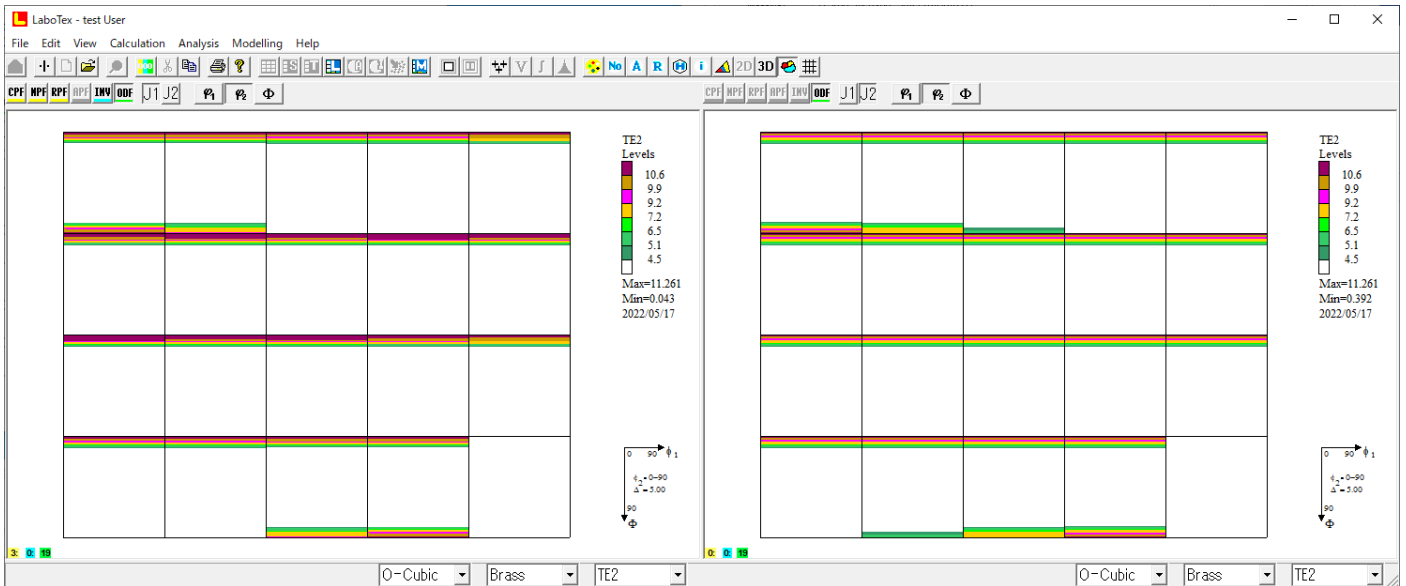
Max. Linearity: Orientation Set: Set from Database (sort by) Save Current Set Background: 40 %

Calculation Mode: Automatic Manual Max. Iteration Number: 1,000 Max. Fit Error % (*1000): 100 Iteration: 108 Fit Error% (*1000): 14901. Fit Calculation Progress

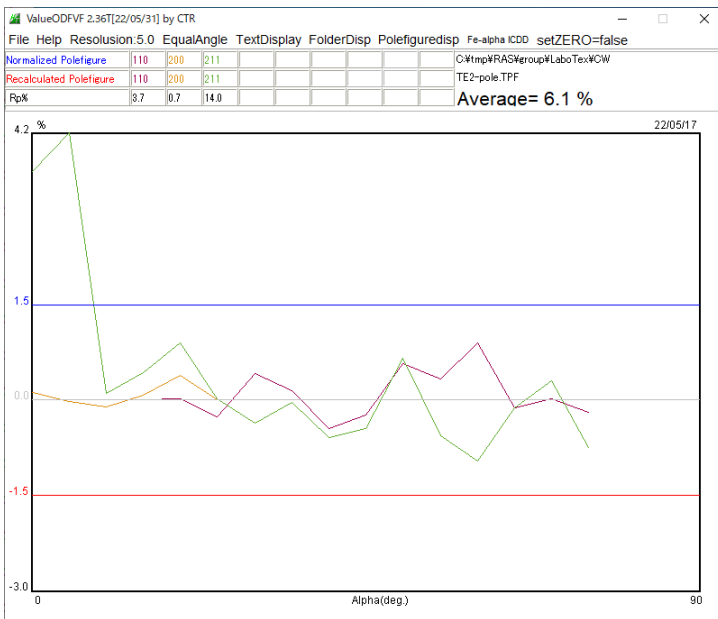
Change Initial Parameters Fix Angles Fix Fractions Start Volume Fraction Calculation View Report Exit and Show Exit

[0 0 1] - F i b e r の VF%が 60%をえる。

Volume Fraction 結果のODF図 (右側)

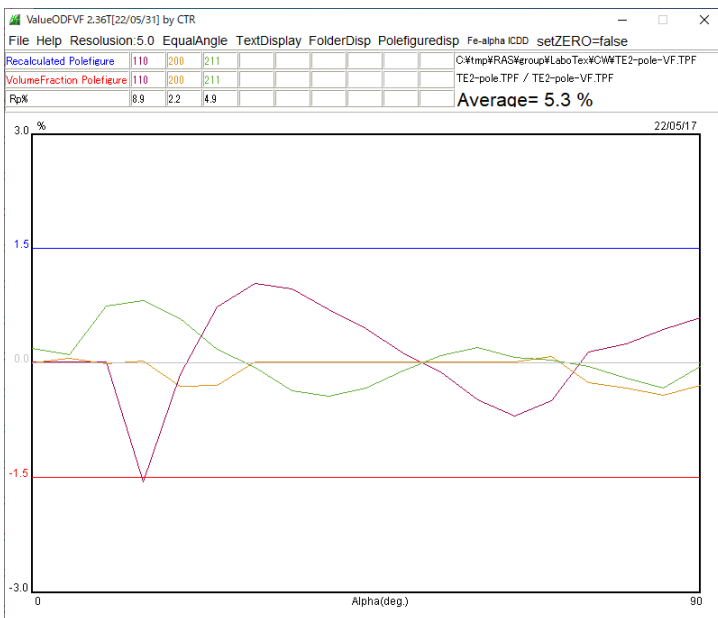


入力極点図の R p %



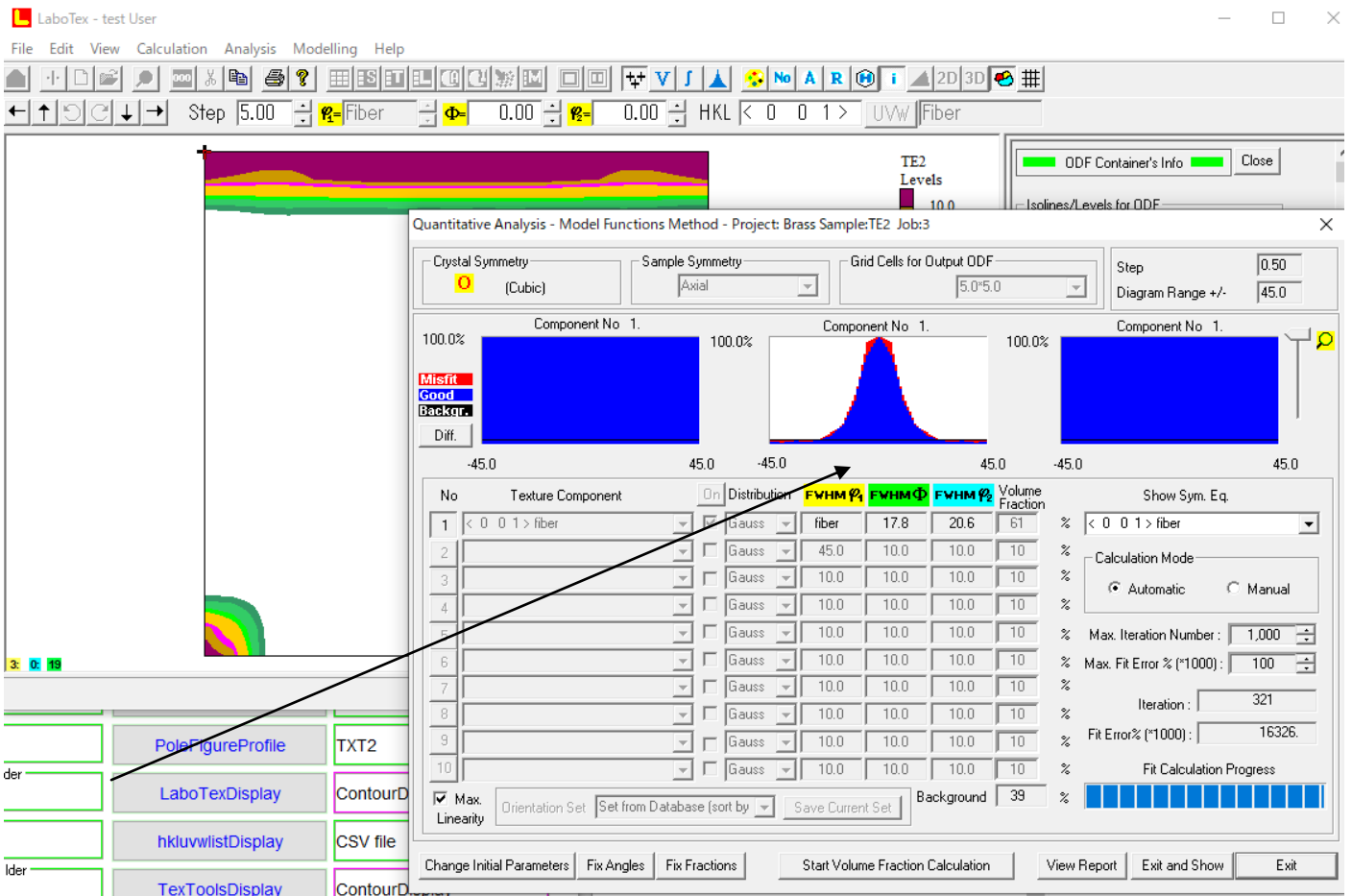
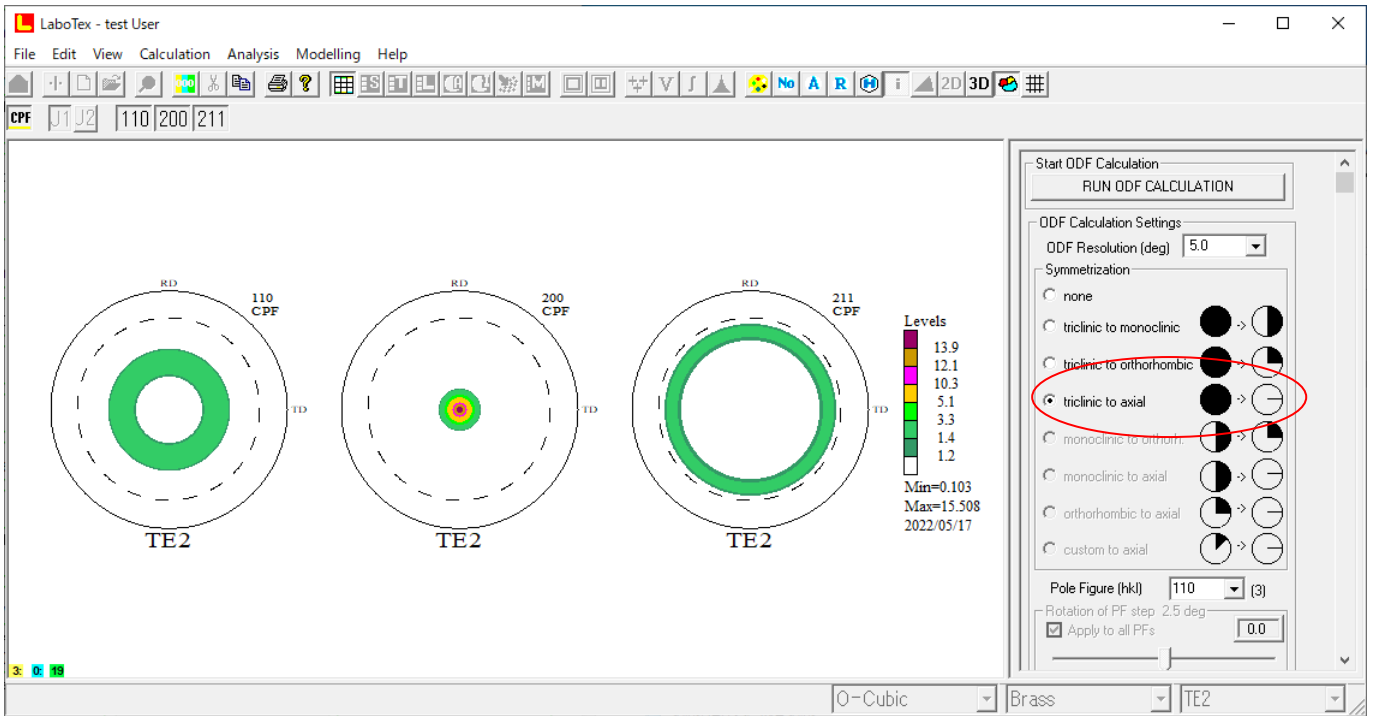
入力極点図とODF解析結果の再計算極点図から計算される

VolumeFraction 結果の R p %



ODF 解析結果の再計算曲点図と V F % から計算した極点図から計算する

LaboTexの内部でFiber処理



61%をえる。

まとめ

SmartLab-In-Planeでは、極点測定と同時にバックグラウンド測定がサポートされていない。バックグラウンドを測定し、PluralAscToAscで極点図とバックグラウンドの結合により、従来の処理が行えます。

バックグラウンドは、 β 方向の平均値ではなく、最小値が採用されるため、統計変動の関係上FT時間は長めに測定を行う。

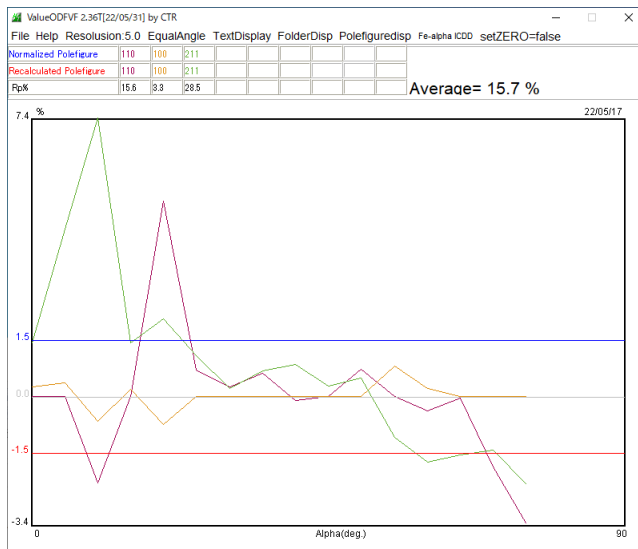
極点図とバックグラウンドが同時測定の場合、 α 毎に β 方向の最小値角度にて、 2θ 角度を ± 3 度としてバックグラウンド測定が行われています。(1点測定)

ODF Pole Figure 2ソフトウェアは、 β 方向幅が360度測定されていないデータに対し1/4以上測定されていれば、Orthorhombic対称操作を行う機能があり、1/4以下の場合、Fiber化が行われる機能があります。

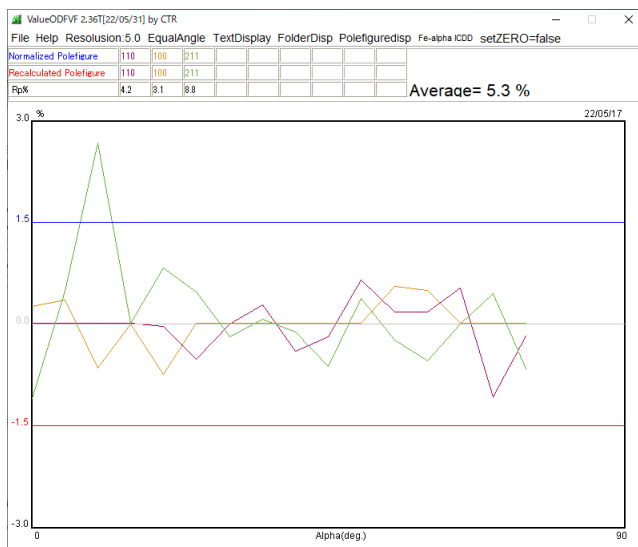
random試料が得られない場合、Rp%は最適化Rp%で改善される。

ODF解析の場合、入力極点図に矛盾が含まれている場合でも、ODF解析結果には矛盾は含まれない傾向があります。この機能を使ってRp%の最適化が行われています。

random補正を行わないとRp%プロファイルは低下します。(値が大きくなる)



この低下する部分からdefocus補正曲線を算出しdefocus補正を行えば



Rp%は改善されます。最適化Rp%は、Cubicに限ります。