

ODF 解析の前処理、後処理

2014年04月06日

HelperTex Office

山田 義行

Mail: odftex@ybb.ne.jp

目次

1. 概要
2. 測定、
 2. 1 予備測定
 2. 2 粒径確認を最大強度 2θ 角度で θ -scan(ロッキングカーブ)測定
 2. 3 測定 2θ 位置の決定
 2. 4 モノクロメータ
 2. 5 random試料測定
 2. 6 測定データ
 2. 6. 1 defocus測定
 2. 6. 2 ピーク極点測定
3. データ処理
 3. 1 random試料によるdefocusファイルの作成
 3. 1. 1 複数の測定ASCデータを指定
 3. 1. 2 バックグラウンドプロファイルの確認 (BGMode Defcous)
 3. 1. 3 random試料のバックグラウンド削除処理
 3. 1. 4 defocusファイルの作成
 3. 2 サンプルデータ処理
 3. 2. 1 バックグラウンド確認
 3. 2. 2 RD補正の確認
 3. 2. 3 平滑化の確認
 3. 2. 4 全ての補正を一括で行う
 3. 3 ODFファイルの作成
4. ODF解析
 4. 1 LaboTexの場合
 4. 1. 1 LaboTexでデータ読み込み
 4. 1. 2 ODF解析
 4. 1. 3 入力極点図と再計算極点図の比較
 4. 1. 4 Defocus補正を行わない場合の極点図比較
 4. 2 StandardODFの場合
 4. 2. 1 データ読み込み
 4. 2. 2 作成された結果ファイルのExport
 4. 2. 3 解析結果の評価

1. 概要

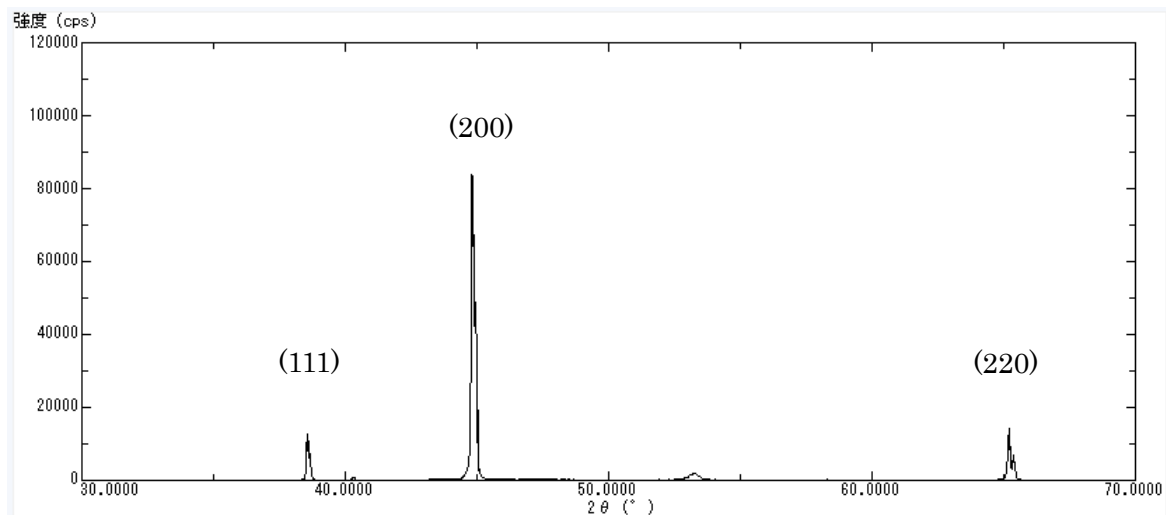
ODF解析は、材料の異方性を調べる為に行われる。結果として、複数の結晶方位の定量を目指す。従来、極点図や逆極点図、ODF図で表現されていたが、各々の最大値と主方位は一致しないケースもあり、結晶方位の定量が重要になっている。しかし、正確な定量を行うためには、ODFの入力極点図の測定や処理も重要である。ODF解析したError評価から、測定、処理の評価を行いながら、ODF結果から得られる情報を吟味してみます。各ODFの操作法は含みません。

2. 測定、

一般的な光学系は、Schulzの反射法である。この光学系の特徴は極点図の広い範囲の測定が可能であり、試料サイズが大きければ、試料を揺動しながら測定が可能で、大結晶粒の測定も可能になる。

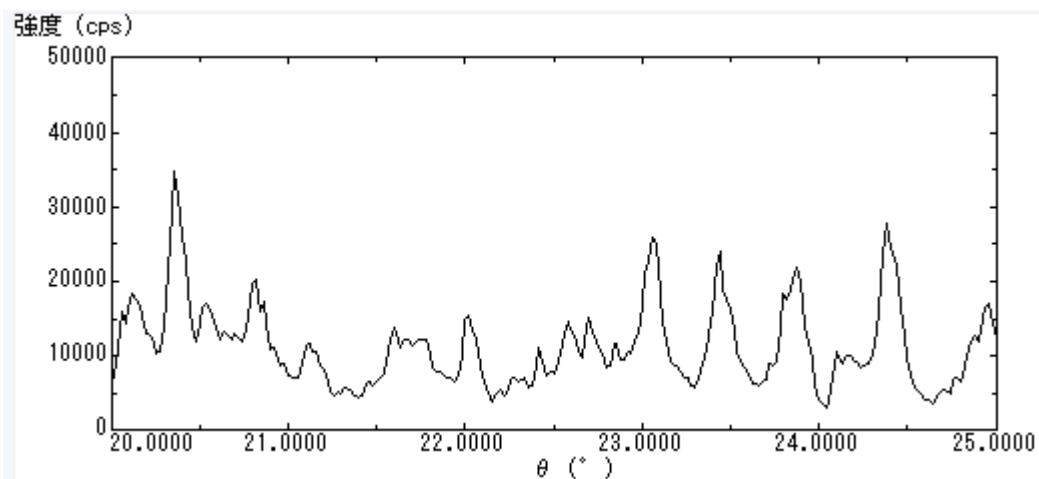
2. 1 予備測定

40kV-50mA Ni-Filter DS:1/2 SS:1/2 RS:0.3mm sampling : 0.02deg 10deg./min



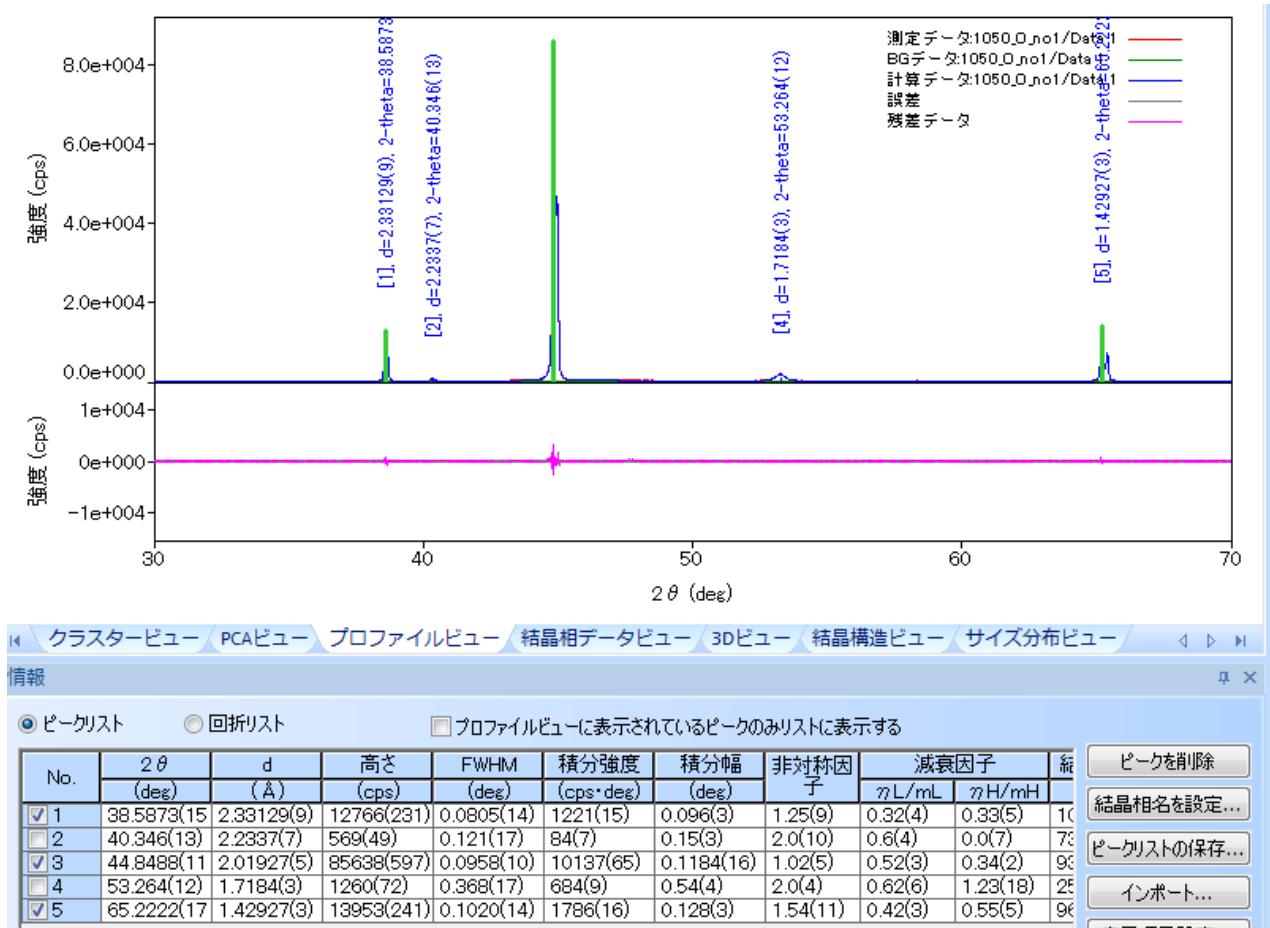
2. 2 粒径確認を最大強度2θ角度でθ-scan(ロッキングカーブ)測定

40kV-50mA Ni-Filter DS:1/2 SchulzSlit SS,RS:open sampling : 0.02deg 5deg./min



粒径が大きいことが確認されたので、γ揺動しながらの極点測定が必要

2. 3 測定 2 θ 位置の決定



極点図測定	2 θ 位置	B1	B2
{ 1 1 1 }	38.587	35.587	41.587
{ 2 0 0 }	44.848	41.848	47.848
{ 2 2 0 }	65.222	62.222	68.222

バックグラウンド 2 θ 位置は、C u b i c の場合ピーク角度 ± 3 d e g とする。

2. 4 モノクロメータ

通常使用しない。

使用する場合、平板モノクロメータとする。

r a n d o m 試料を用いてデータの検証を行う。

理論曲線と符合しない場合、モノクロメータは使用しない

2. 5 r a n d o m 試料測定

無配向材料による極点測定を行い、光学系の補正を行う。

主に、d e f o c u s の補正である。補正量は、測定 2 θ 角度と受光スリットに依存するので、測定試料と同じ材料、或いは同じ粉末試料、或いは同一 2 θ 位置に回折線がある材料で行う。

補正を行う極点図測定と同一条件で測定を行う。

2. 6 測定データ

極点図を測定する場合、ファイル名の先頭は指数とし、試料別のホルダとする。

Sample と defocus を測定した場合

```
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\111.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\200.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\220.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\111.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\200.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\220.ASC
```

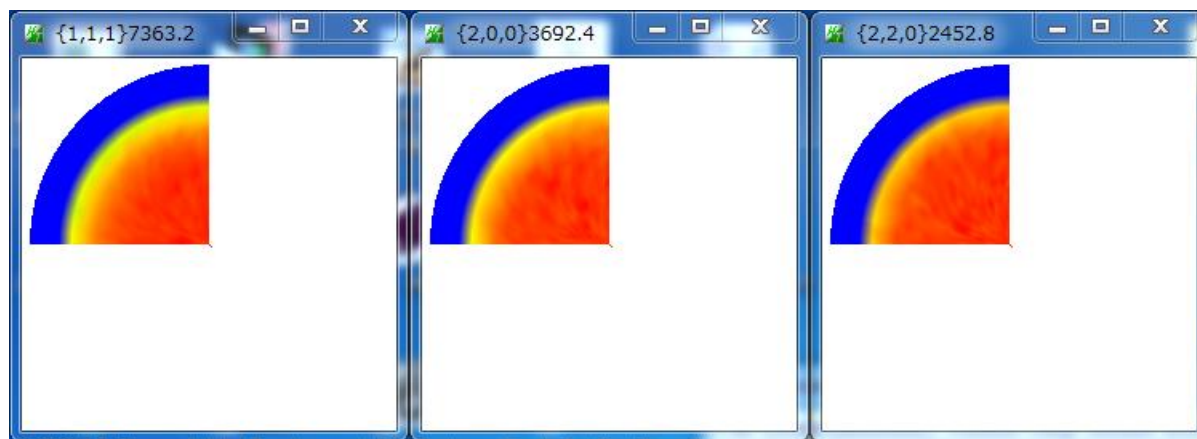
2. 6. 1 d e f o c u s 測定

r a n d o m 試料であれば、1/4 極点図で十分。

α 、 β 共、5 度間隔で測定する。

バックグラウンド測定時間は、ピーク測定時間の 5 倍程度とする。

40kV-50mA Ni-Filter DS:1/2deg. SchulzSlit SS,RS:7mm β speed360 back60

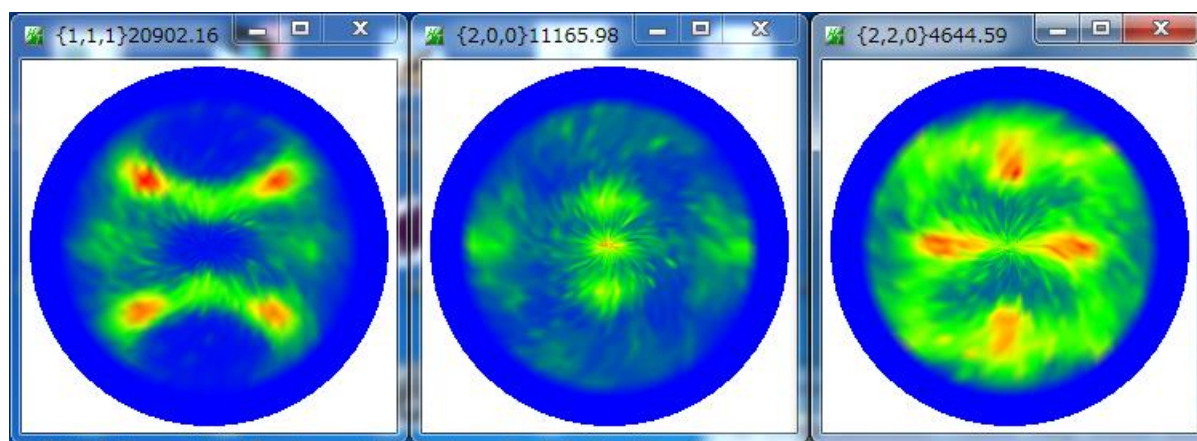


2. 6. 2 ピーク極点測定

α 、 β 共、5 度間隔で測定する。

バックグラウンド測定時間は、ピーク測定時間の 5 倍程度とする。

40kV-50mA Ni-Filter DS:1/2deg. SchulzSlit SS,RS:7mm β speed180 back50



3. データ処理

極点のデータ処理としては、平滑化、RD 補正、バックグラウンド削除、吸収補正、defocus 補正データの規格化がある。

r a n d o m 試料による defocus 補正ファイルを作成し、s a m p l e 補正を行う。

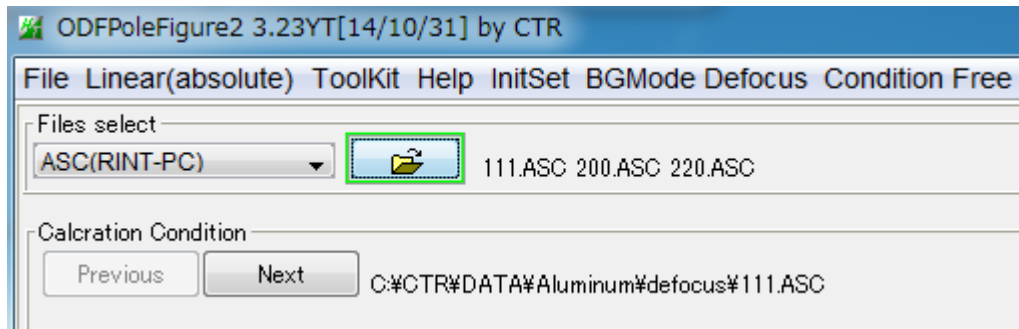
d e f o c u s 補正ファイルは毎回作成するのではなく、一連の解析に共通で使う。

以降、データ処理として、ODFPoleFigure2 ソフトウェアを使用する。

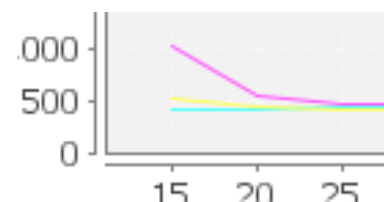
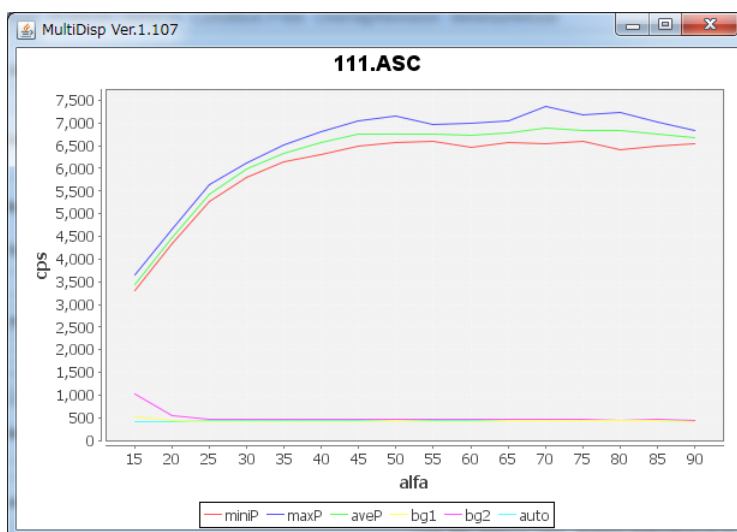
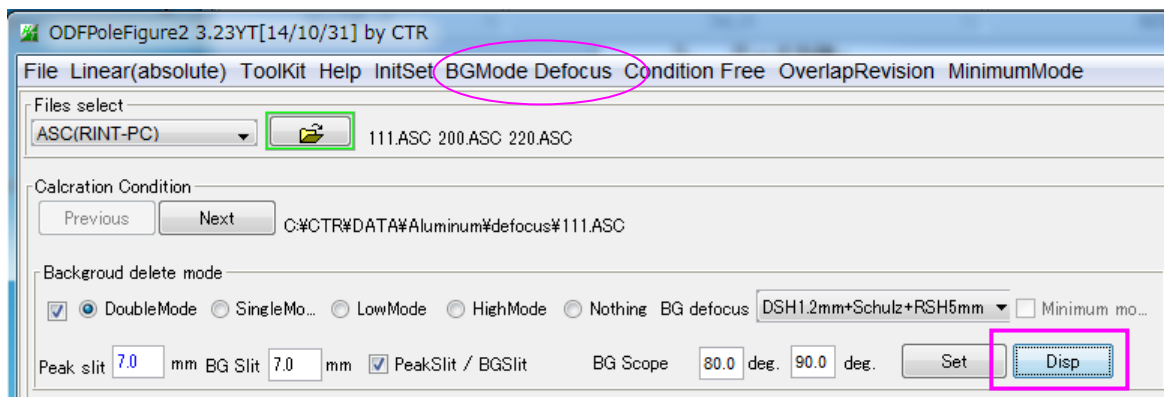
3. 1 r a n d o m 試料による d e f o c u s ファイルの作成

Defocus ファイル作成の場合、バックグラウンド削除と規格化を行う。

3. 1. 1 複数の測定 ASC データを指定



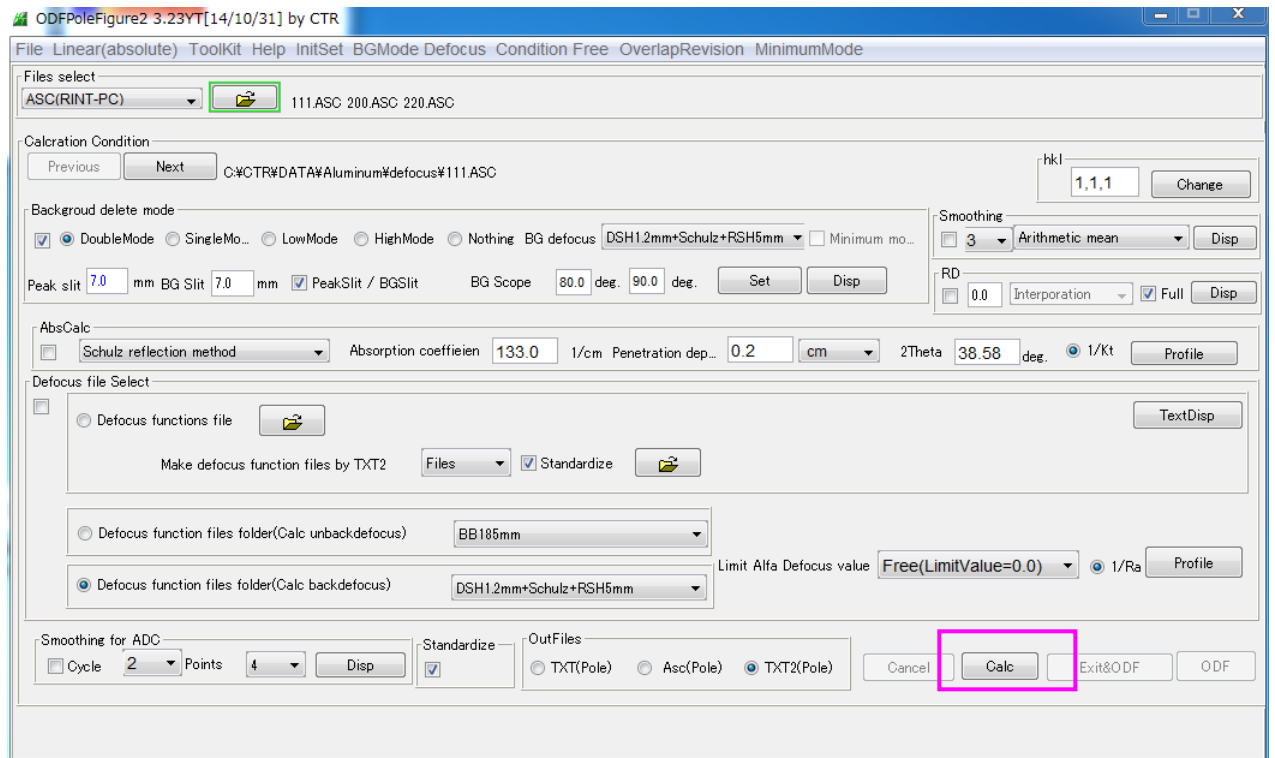
3. 1. 2 バックグラウンドプロファイルの確認 (BGMode Defcous)



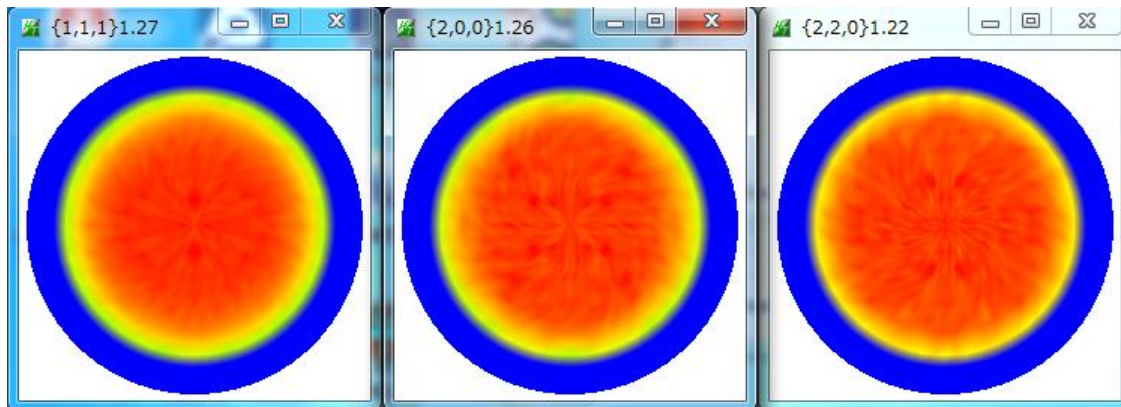
極点図の外周付近ではピーク強度の広がりの影響を受けやすい。

BMMode Defocus による Auto 曲線で削除を行う。

3. 1. 3 random試料のバックグラウンド削除処理



処理結果極点図、強度の疑似規格化が行われている。



処理結果ファイル

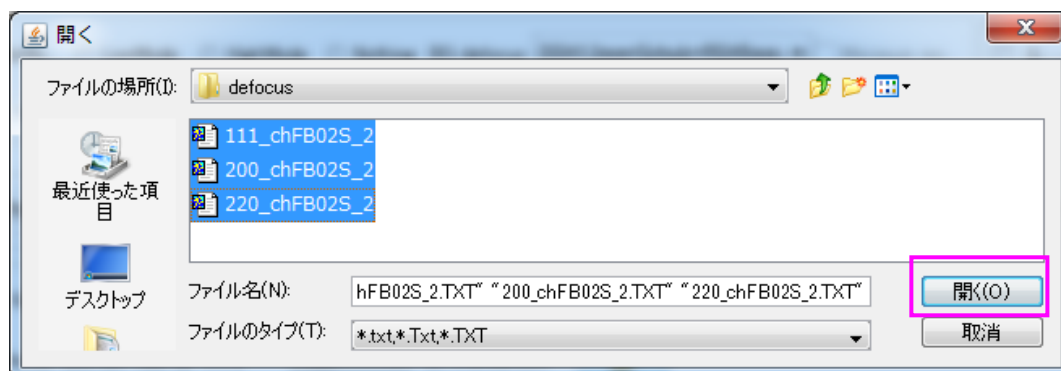
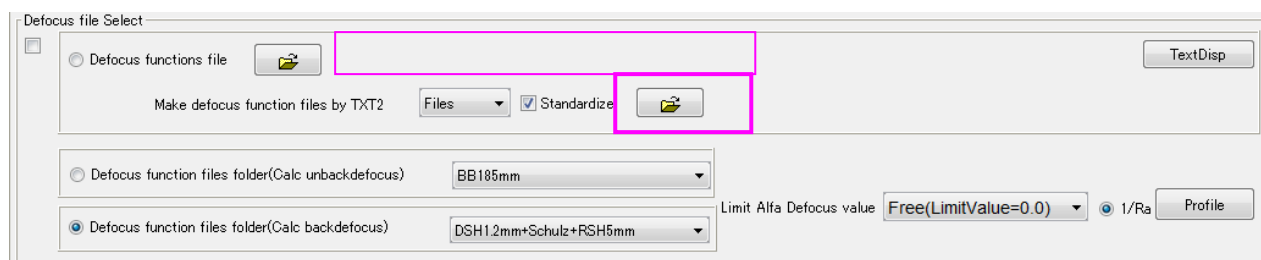
111	2014/03/13 7:40	RINT20007ス+	17 KB
200	2014/03/13 7:40	RINT20007ス+	17 KB
220	2014/03/13 7:40	RINT20007ス+	17 KB
111_chFB02S_2	2014/04/03 9:00	テキスト文書	22 KB
200_chFB02S_2	2014/04/03 9:00	テキスト文書	22 KB
220_chFB02S_2	2014/04/03 9:00	テキスト文書	22 KB

ファイル名 c h以降の意味

- F 極点図 β 方向の拡張
- B 0 2 バックグラウンド B 1, B 2 による defocus モード補正処理
- S 強度の疑似規格化が行われている

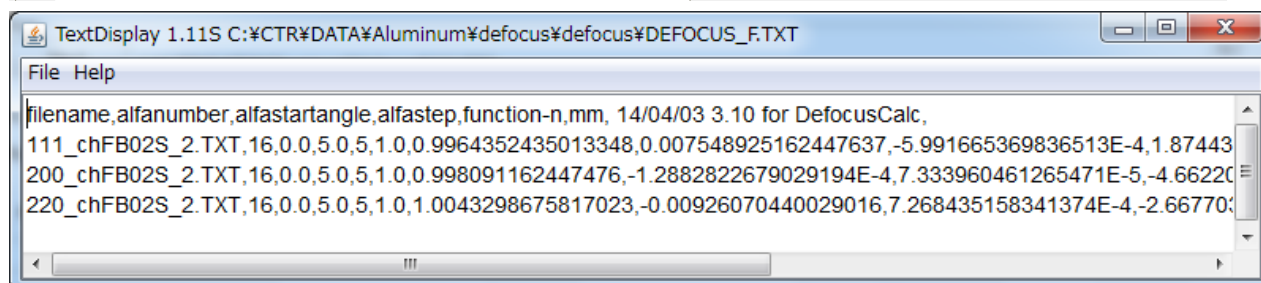
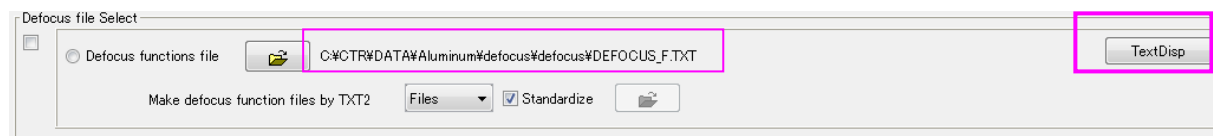
3. 1. 4 defocus ファイルの作成

3. 1. 3 で作成した処理結果ファイルを defocus ファイルに登録する。



Defocus ファイル名が表示される。

TextDisp で登録されたデータが表示される。



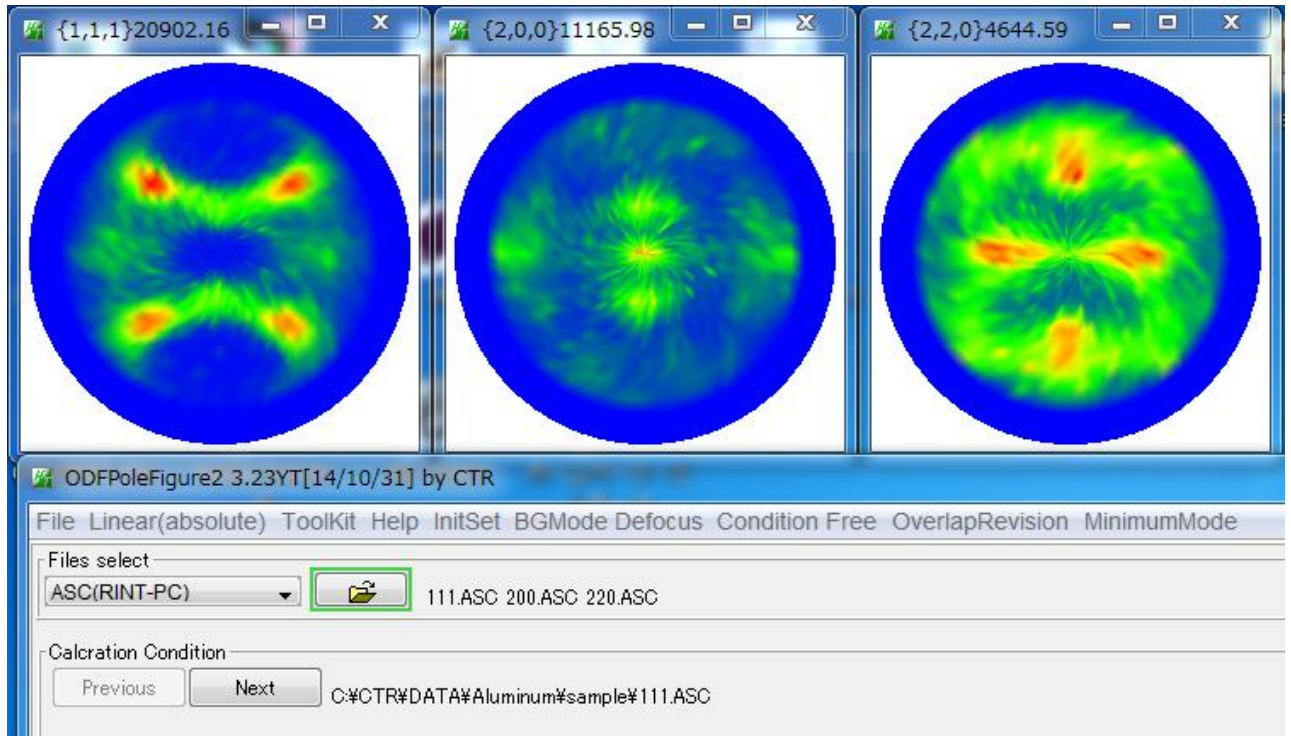
```
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\111.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\111_chFB02S_2.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\200.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\200_chFB02S_2.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\220.ASC  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\220_chFB02S_2.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\0_1.F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\1_1.F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\2_1.F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\DEFOCUS_F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\real0_1.F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\real1_1.F.TXT  
C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\real2_1.F.TXT
```

登録されているデータの先頭の指数で処理する極点図を決定している。

Defocus ファイルが登録されている状態で、新たに defocus ファイルを登録する場合、Defocus ファイルが表示されている前のファイル選択で画面を取り消しする。

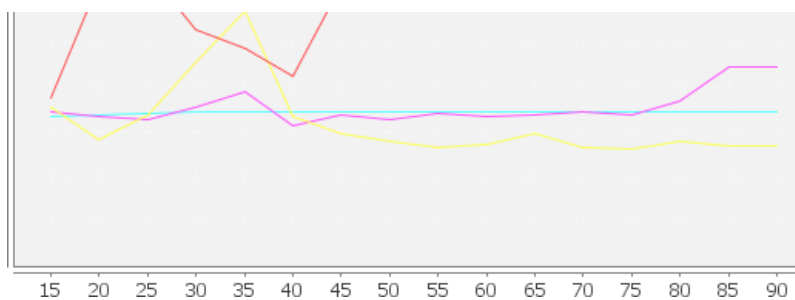
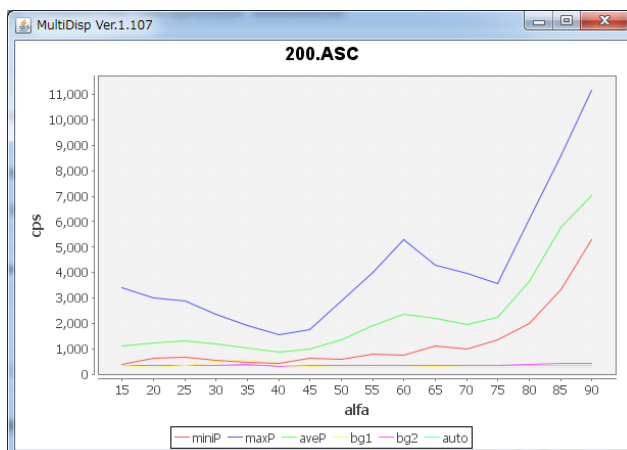
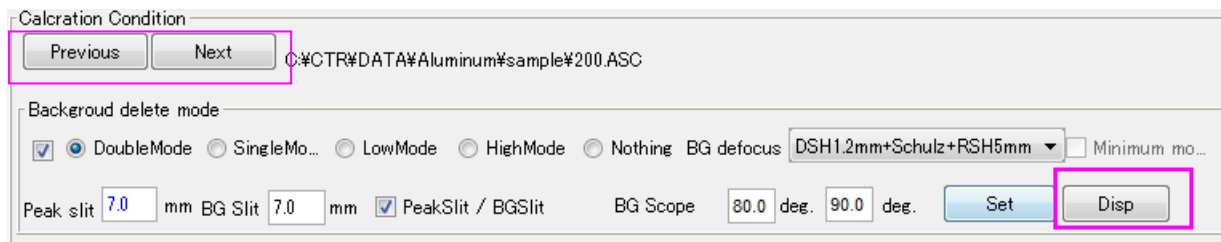
3. 2 サンプルデータ処理

複数の極点図を同時選択、バックグラウンド確認、RD 補正確認、平滑化確認を行う。



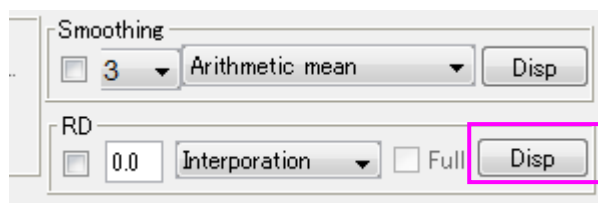
3. 2. 1 バックグラウンド確認

極点図の選択は Previous と Next で行い、Disp でバックグラウンドを確認する。

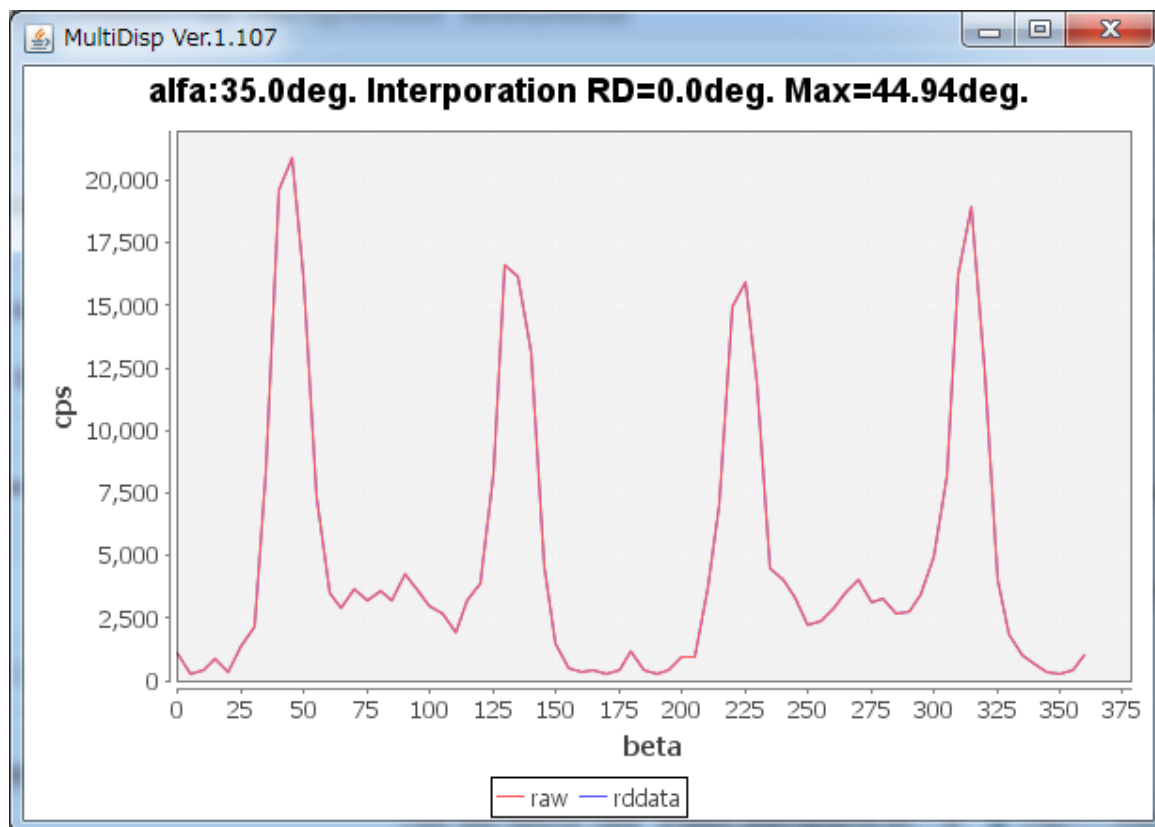


問題があれば修正する。

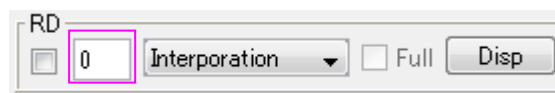
3. 2. 2 RD補正の確認



極点図を Previous と Next で選択して Disp で極点図の回転を確認する。



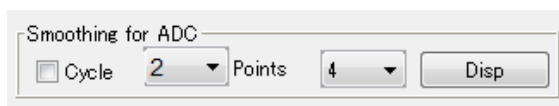
最大強度の β 角度が、0，45，90 など分かり易い角度の極点図を選択して極点図が回転しているか確認する。補正する場合、補正角度を入力して Disp で確認する。



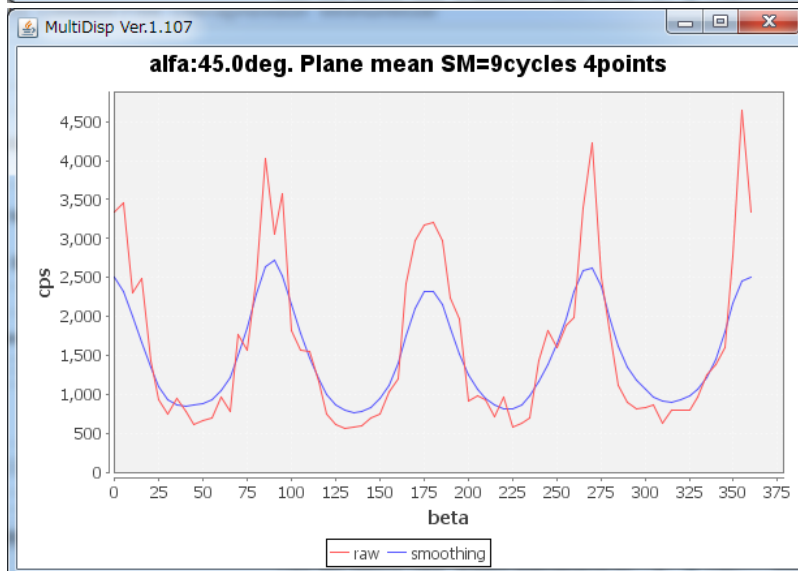
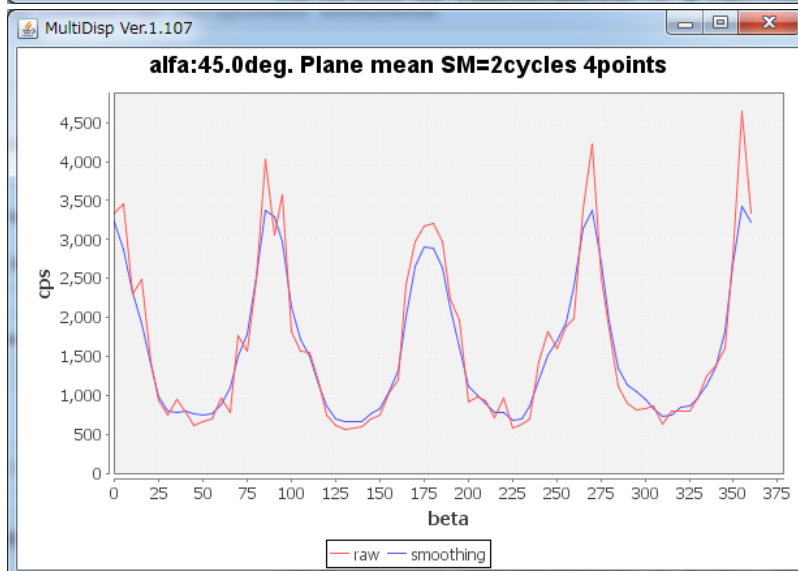
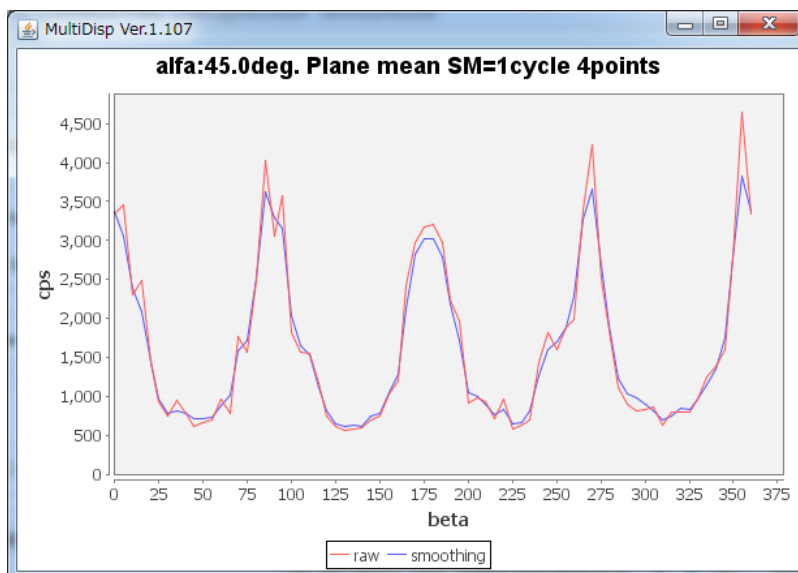
3. 2. 3 平滑化の確認

結晶粒が荒い場合、極点図のピークが割れる事がある。

このような場合、平滑化でピークが割れないように平滑化を行う。



Cycle と Points で平滑化を指定する。



3. 2. 3 Defocusの確認

defocusモードを選択、defocusファイルを指定

Defocus file Select

☒ Defocus functions file ☐ Defocus function files folder(Calc unbackdefocus) ☐ Defocus function files folder(Calc backdefocus)

C:\CTR\DATA\Aluminum\defocus\defocus\DEFOCUS_F.TXT

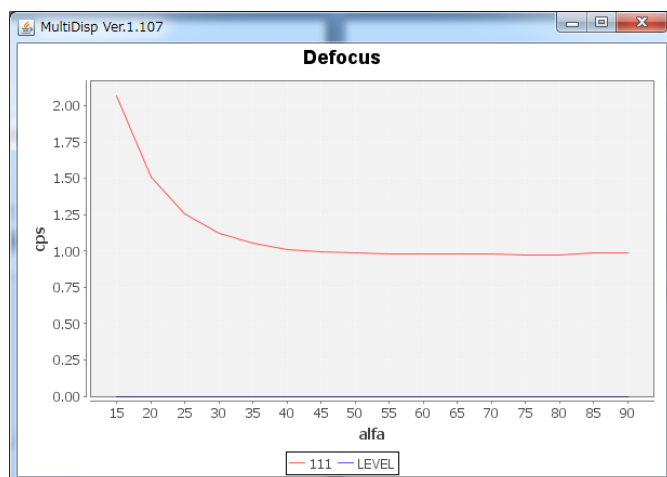
Make defocus function files by TXT2 Files Standardize

BB185mm

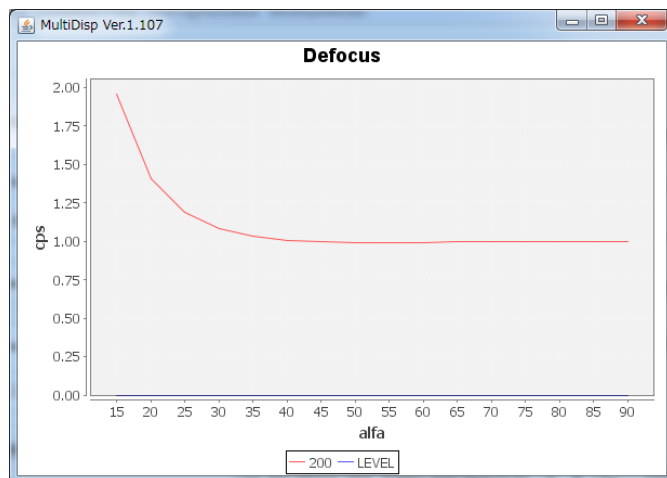
Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) 1/R

Profile

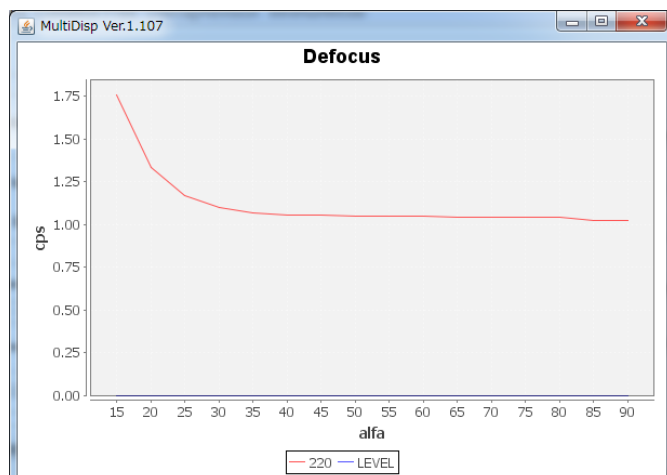
Previous と Next で{111}を選択で Profile



Previous と Next で{200}を選択で Profile

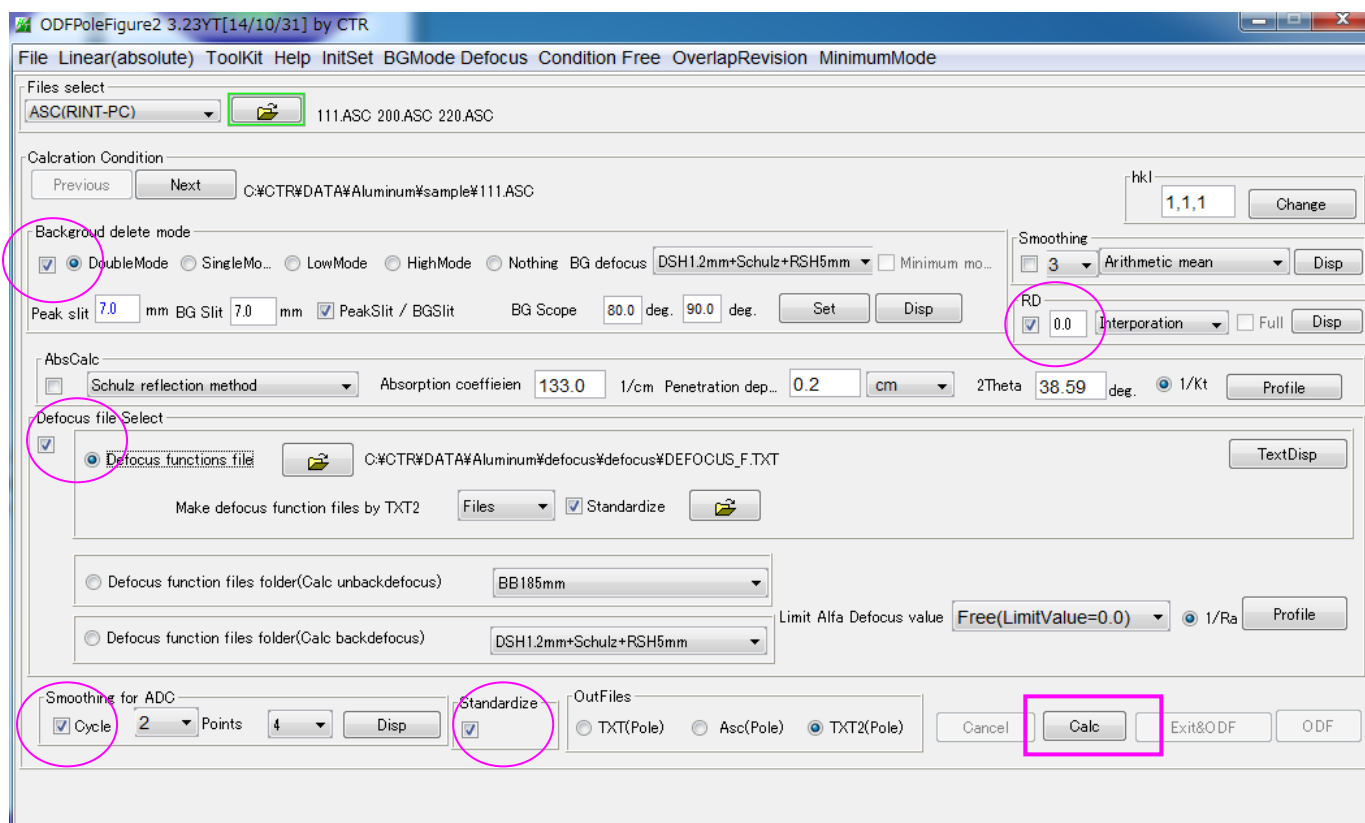


Previous と Next で{220}を選択で Profile

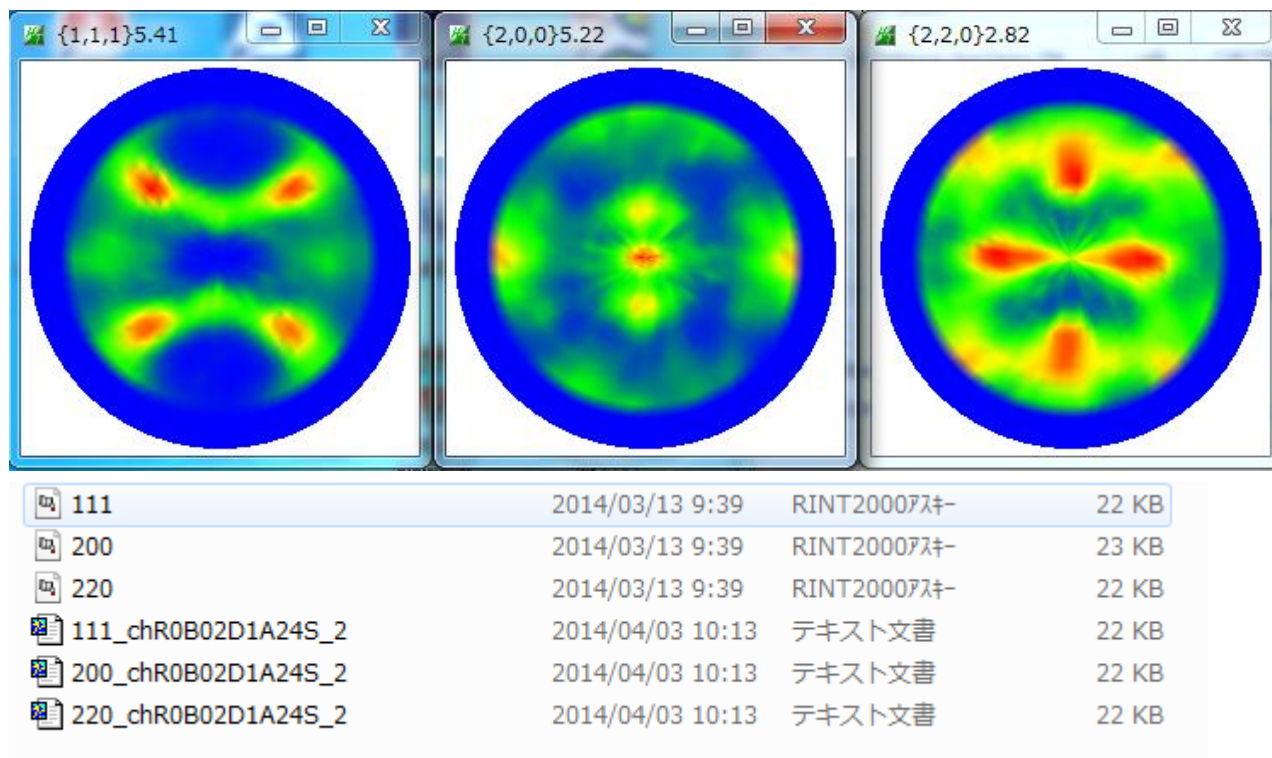


測定 2θ 角度が低いほど、補正量が大きい事が分かる

3. 2. 4 全ての補正を一括で行う 処理する項目を選択して Calc



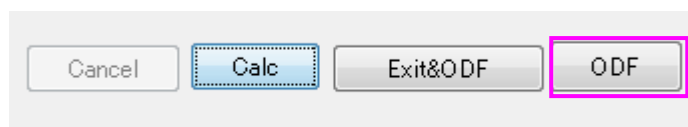
処理結果



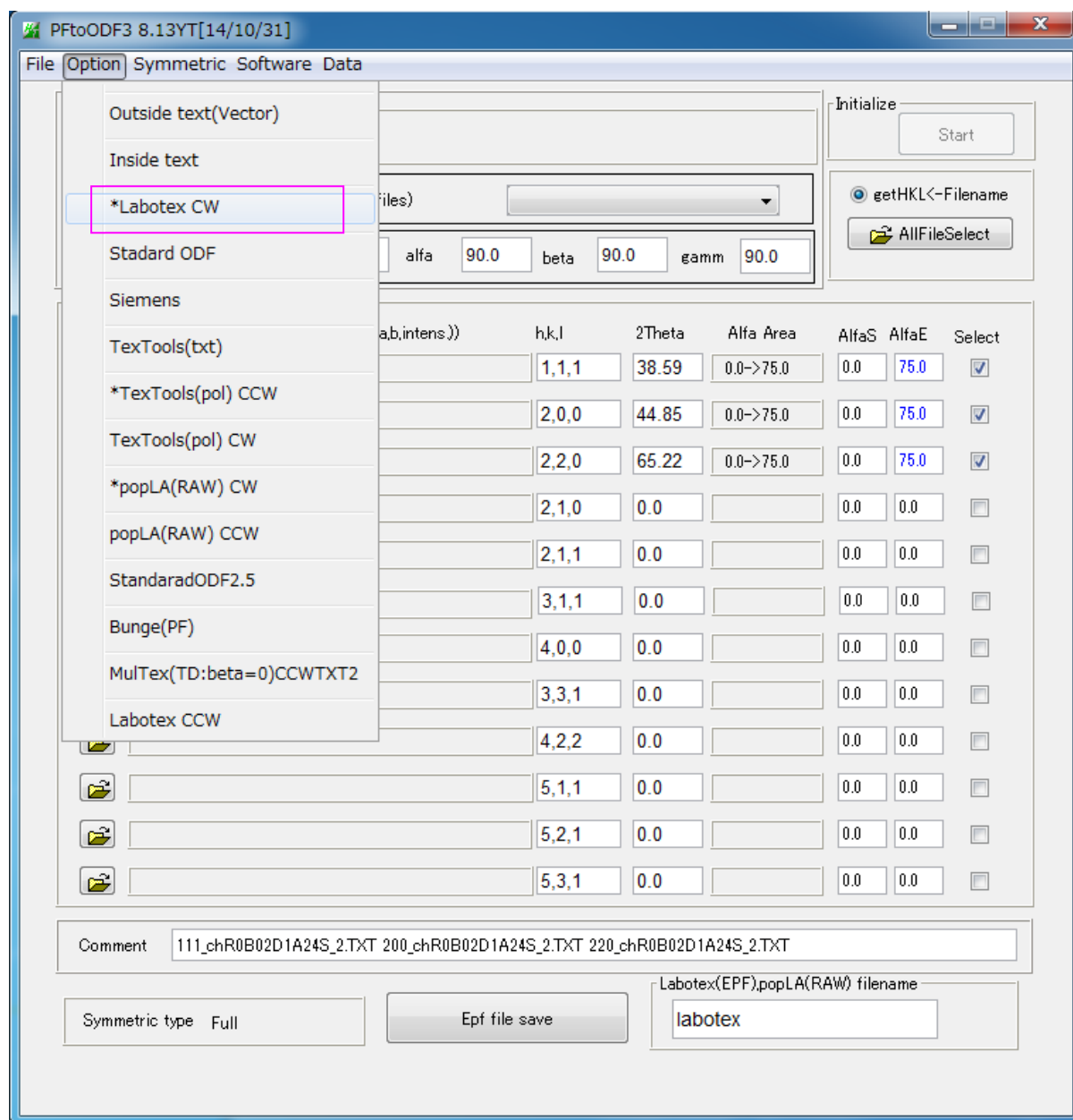
R0 は RD 補正角度 0、B02 は B1,B2 による defocus モードのバックグラウンド
D1 は defocus ファイル指定、A24 は平滑化 2 - 4
S は疑似規格化

3. 3 ODF ファイルの作成

Calc の終了により、Exit&ODF, ODF の選択で、ODF で PFtoODF3 にデータが渡される。



PFtoODF3 の Option で対象 ODF を選択する。



4. ODF 解析

4. 1 L a b o T e x の場合

Material で Aluminum を選択、Epf file save

File Option Symmetric Software Data

Lattice constant

Material Aluminum.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenflies) 7 - O (cubic)

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

Initialize Start

getHKL<-Filename AllFileSelect

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
111_chR0B02D1A24S_2.TXT	1,1,1	38.59	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_chR0B02D1A24S_2.TXT	2,0,0	44.85	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
220_chR0B02D1A24S_2.TXT	2,2,0	65.22	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 111_chR0B02D1A24S_2.TXT 200_chR0B02D1A24S_2.TXT 220_chR0B02D1A24S_2.TXT

Symmetric type Full

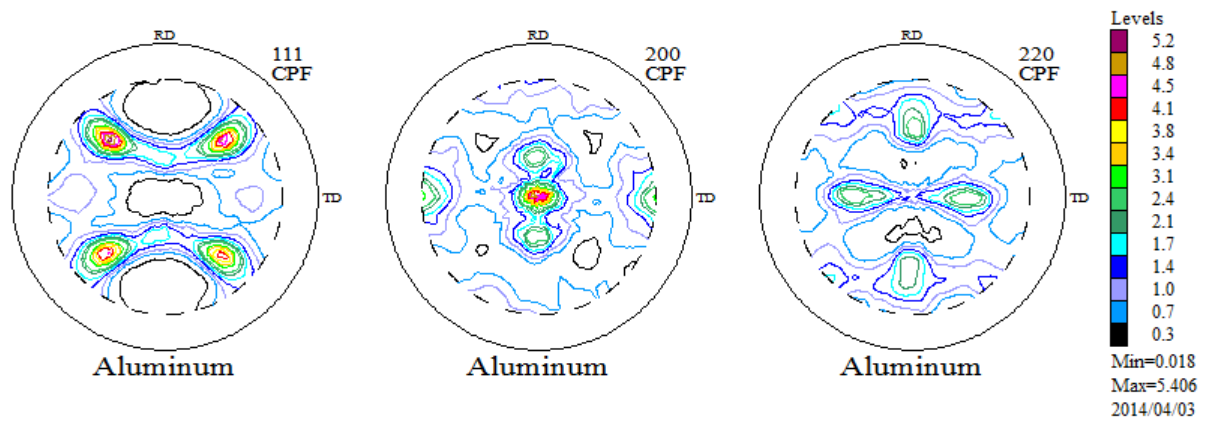
Epf file save

Labotex(EPF),popLA(RAW) filename Aluminum

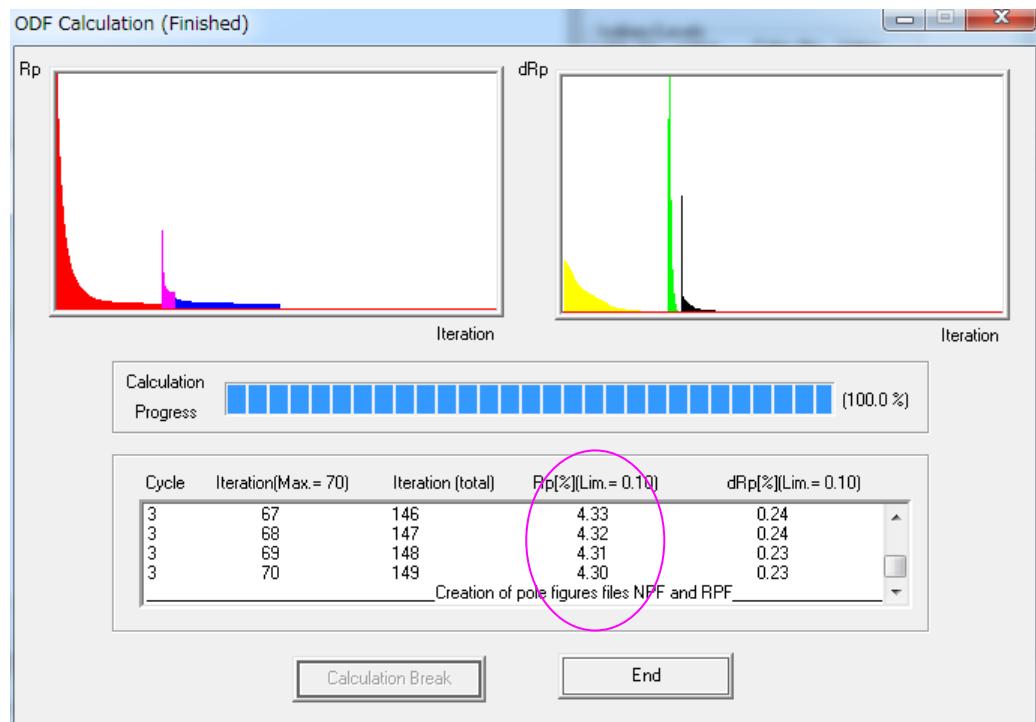
```
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\111.ASC
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\111_chR0B02D1A24S_2.TXT
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\200.ASC
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\200_chR0B02D1A24S_2.TXT
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\220.ASC
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\220_chR0B02D1A24S_2.TXT
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\LaboTex\CW\Aluminum.epf
```

ファイルが作成される。

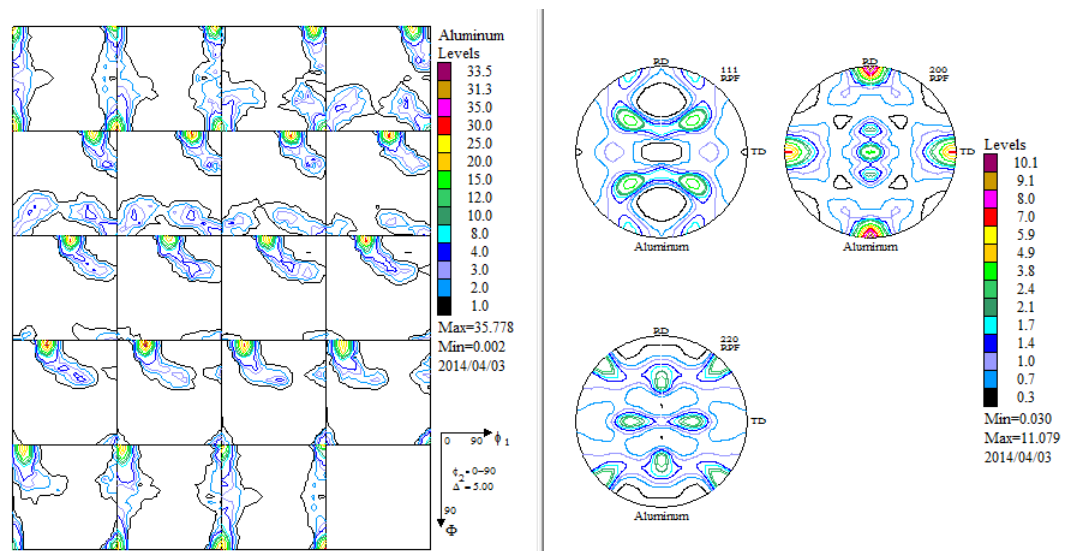
4. 1. 1 LaboTexでデータ読み込み



4. 1. 2 ODF解析

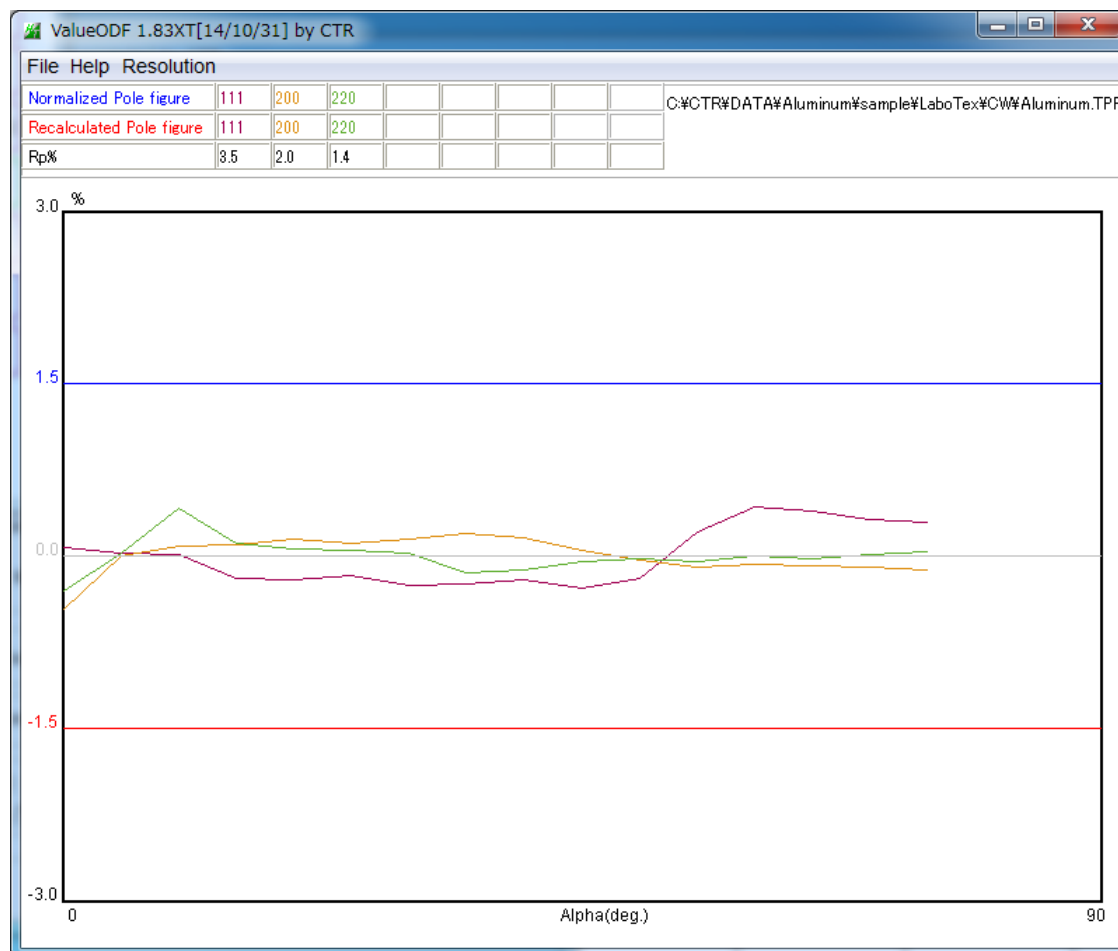


R p %が十分に下がっている事を確認する。下がらなければ、入力極点図に問題があります。






4. 1. 3 入力極点図と再計算極点図の比較

ODFから極点図データをE x p o r t し、V a l u e O D F で評価

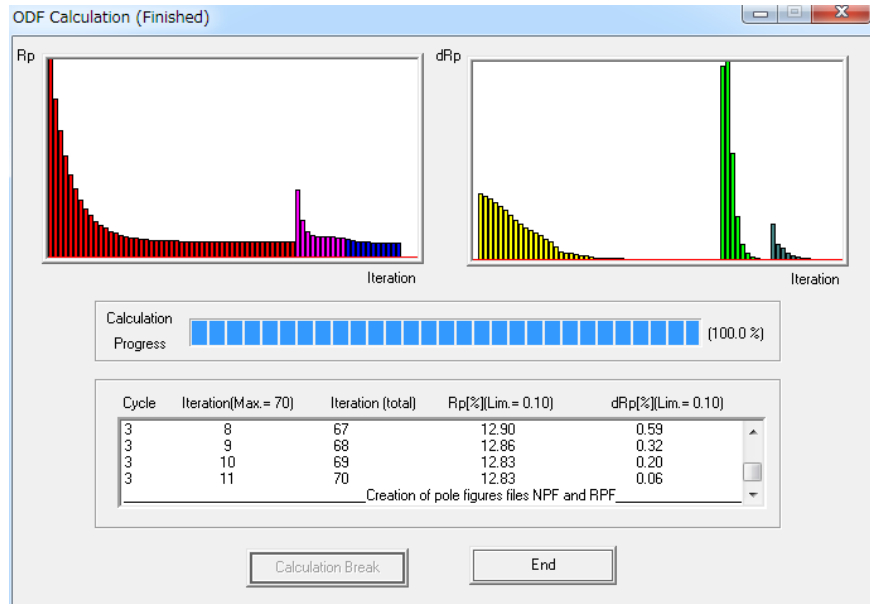


{111},{200},{220}の Rp%はそれぞれ、3.5%,2.0%,1.4%と非常に低い
測定、補正は正常である事が分かります。

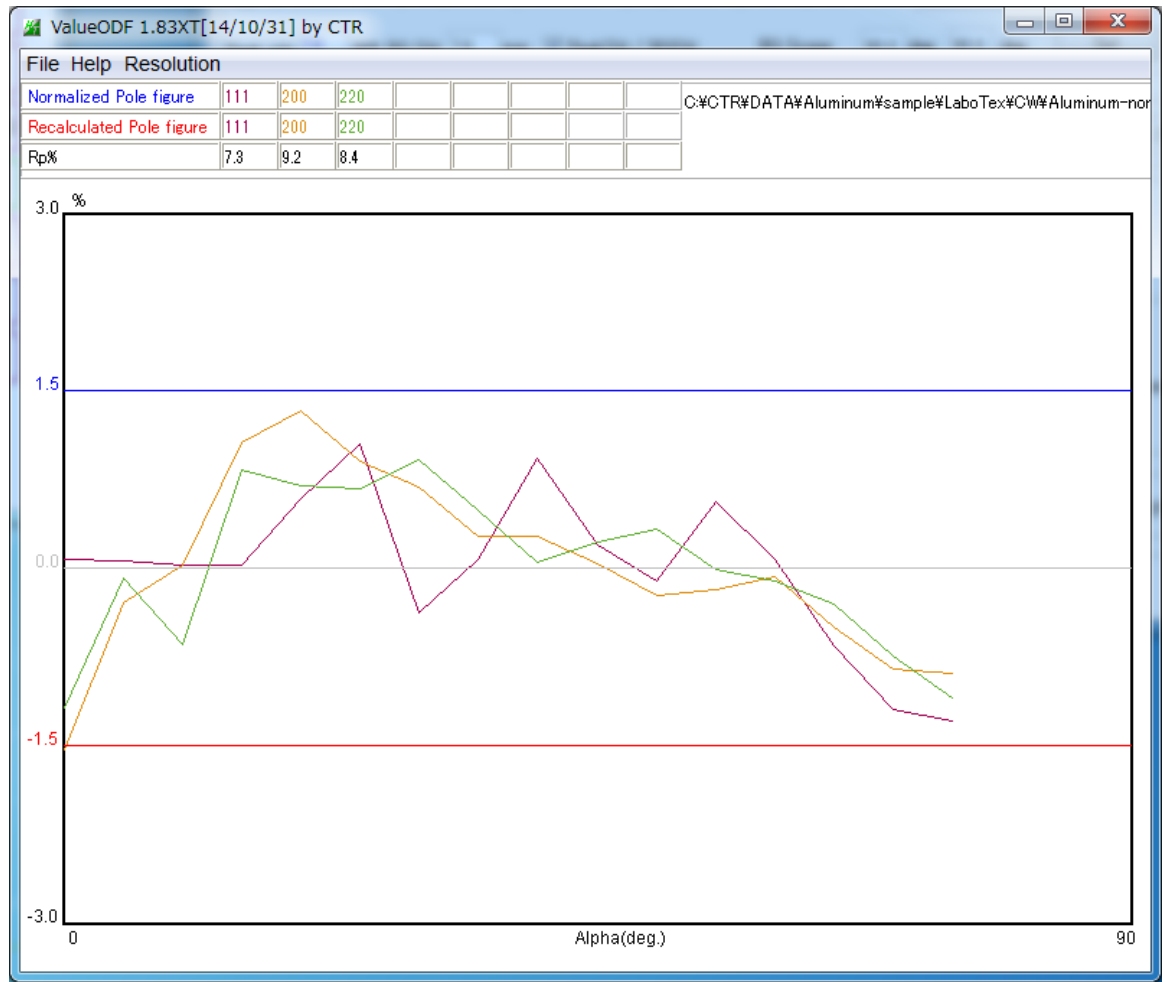
4. 1. 4 Defocus 補正を行わない場合の極点図比較

PF Data		hkl	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))							
	111_chB02A24S_2.TXT	1,1,1	38.59	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	200_chB02A24S_2.TXT	2,0,0	44.85	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	220_chB02A24S_2.TXT	2,2,0	65.22	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>

Defocus 処理を行わないとファイル名に D がありません。

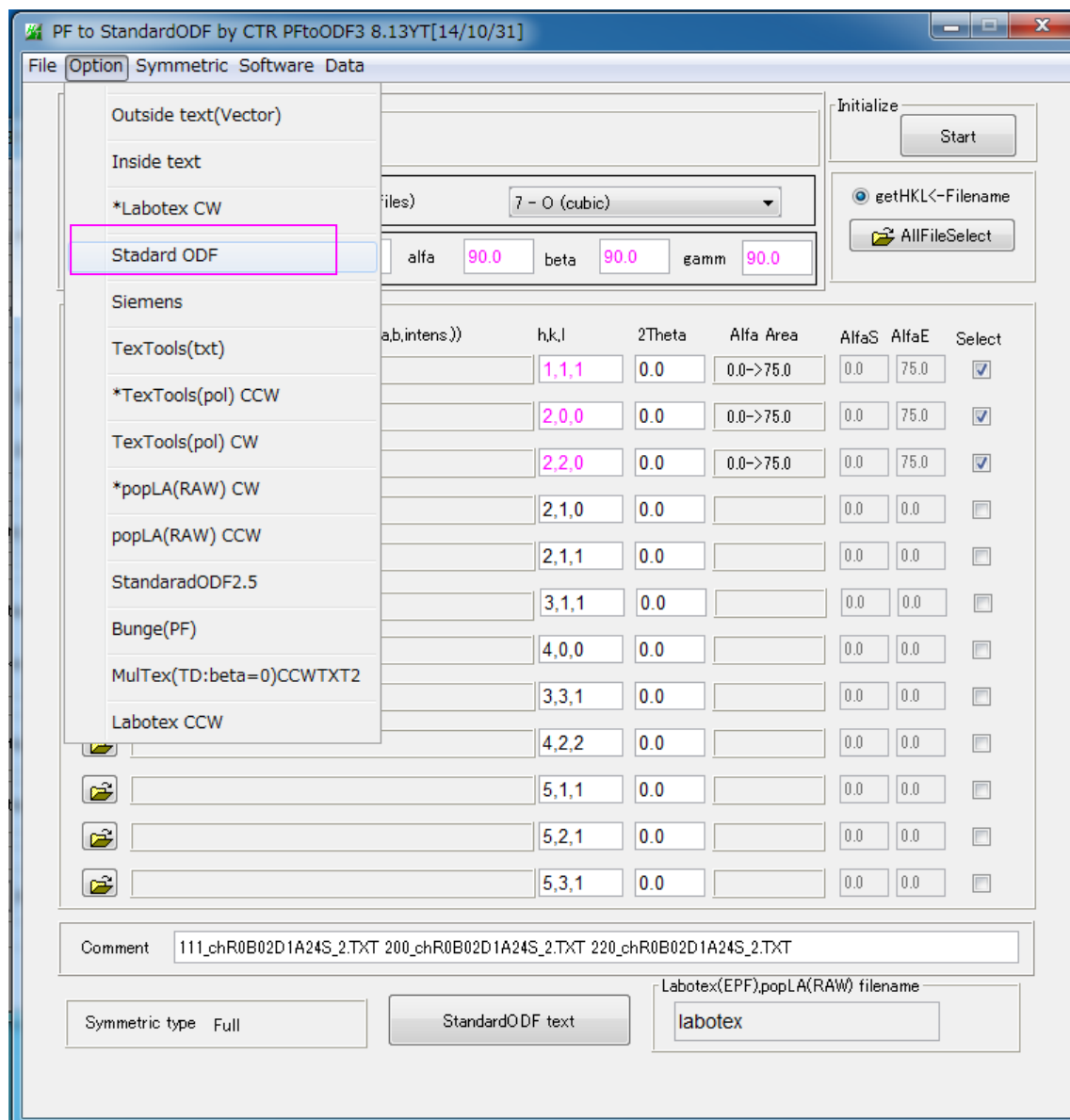


Rp% 4.3- -> 12.83



Rp%は{111} 3.5%-->7.9% {200} 2.0%-->9.2% {220} 1.4%-->8.4%と低下する。

4. 2 S t a n d a r d O D F の場合



入力ホルダに StandardODF ホルダが作成され、データが作成される。

```

C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\StandardODF\111_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\StandardODF\200_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT
C:\CTR\DATA\Aluminum\sample\StandardODF\220_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT

```

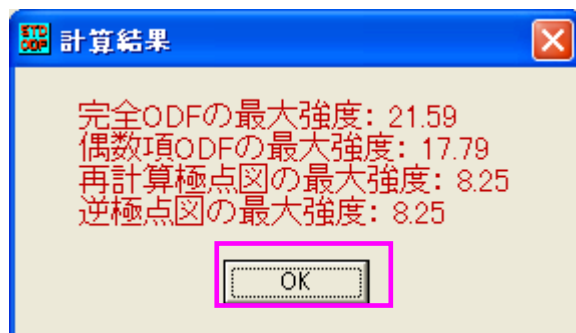
又、C:\ODF\PFDATA ホルダ以下にも作成される。

```

C:\ODF\PFDATA\111_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT
C:\ODF\PFDATA\200_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT
C:\ODF\PFDATA\220_chR0B02D1A24S_2StdODF.TXT
C:\ODF\PFDATA\Alr111c.txt
C:\ODF\PFDATA\Alr200c.txt
C:\ODF\PFDATA\Alr220c.txt
C:\ODF\PFDATA\FERL11OI.TXT
C:\ODF\PFDATA\FERL200I.TXT
C:\ODF\PFDATA\FERL211I.TXT
C:\ODF\PFDATA\FERL31OI.TXT

```

4. 2. 1 データ読み込み



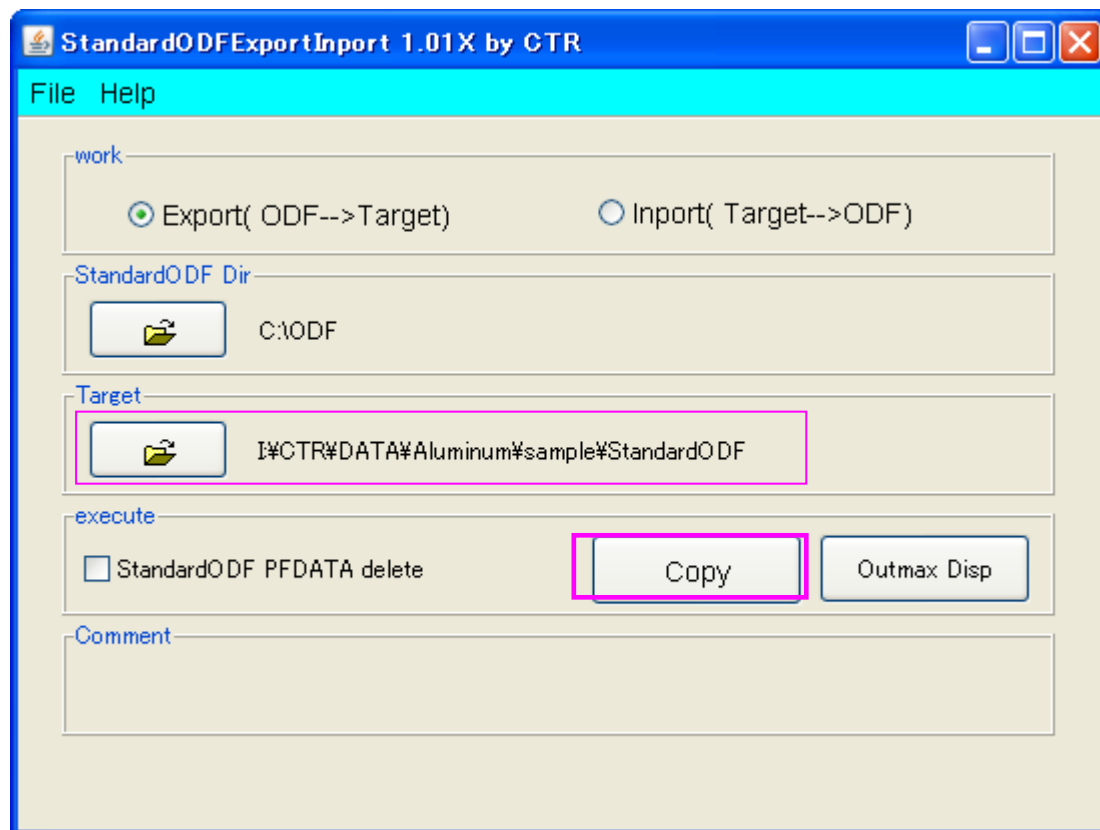
StandardODF がインストールされている C:\%ODF 以下も解析結果が作成される。

C:\%ODF

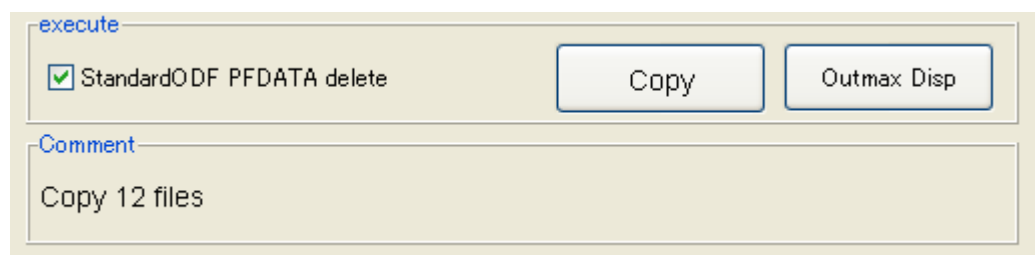
名前	サイズ	種類	更新日時
OUTPUT3	49 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
Outmax	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
ODF15	28 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
ODDCOEf	3 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
OUTPUT2	72 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
OUTPUT1	18 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
ODF.TMP	9 KB	TMP ファイル	2014/04/06 6:45
ODF16	88 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
ODF14	28 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
ODF13	5 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
ODF12	5 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
EVNCOEF	4 KB	ファイル	2014/04/06 6:45
Dtcubodd	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
Dtcubin2	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
Dtcubin1	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
Data11	9 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45
Data10	8 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:45

4. 2. 2 作成された結果ファイルのE x p o r t

ODFPoleFigure2->ToolKit->StandardODFToolsTools->StandardODFExportImport



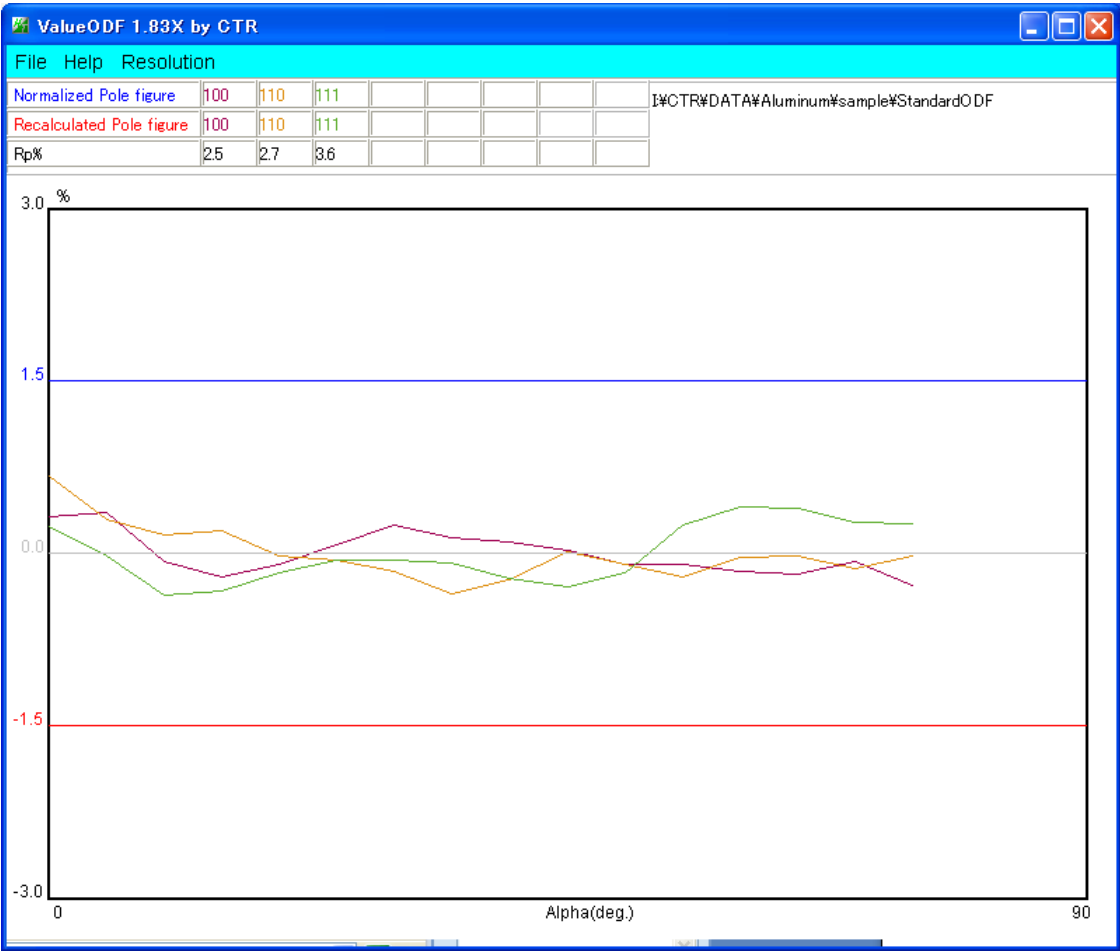
Export 先を指定して、Copy する。



111_chR0B02D1A24S_2Std0...	9 KB	テキスト文書	2014/04/03 18:08
200_chR0B02D1A24S_2Std0...	9 KB	テキスト文書	2014/04/03 18:08
220_chR0B02D1A24S_2Std0...	9 KB	テキスト文書	2014/04/03 18:08
Data10	8 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53
Dtcubin1	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53
EVNCOEF	4 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
ODDCOEF	3 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
ODF13	5 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
ODF14	28 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
ODF15	28 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
ODF16	88 KB	ファイル	2014/04/06 6:53
Outmax	1 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53
OUTPUT1	18 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53
OUTPUT2	72 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53
OUTPUT3	49 KB	テキスト文書	2014/04/06 6:53

E x p o r t すれば、S t a n d a r d O D F の O D F P L O T で結果を表示出来ます。

4. 2. 3 解析結果の評価



R p %が少なく、良好な解析結果である事が分かります。
PrintDisplay の Print で印刷できます。

