

2次元検出器を用いた極点測定

http://www.geocities.jp/y_craturasuper/index.html

他の記事は上記サイトで確認してください。

2次元検出器を用いて完全極点図を得るには ODF 解析を行う。
情報量を多くするため、極点図の α 、 β 方向の間隔は1度で作成
同一極点図における複数の極点図の `defocus` 補正を行い
極点図のつなぎ合わせを行わないで、ODF 解析を行う。
1度間隔のODF図から5度間隔のODF図を作成する。(LaboTex)
ODF図が凸凹する場合平滑化を行う。

データのつなぎ合わせにより、極点図の両端に大きな `Error` が発生します。

ODF図の平滑化に `LaboTexODFFile` ソフトウェアでは
 ϕ 2方向に歪が発生しています。
ODF図解析後、再計算極点図を `Export` し、
`LaboTexTPFtoPFtoODF3` ソフトウェアが適した方法です。

2017年02月04日

2017年02月11日修正

HelperTex Office

概要

2次元検出器を用いた2Dモード極点測定は高速で測定出来る利点がありますが、注意しなければ間違った結果を導いてしまいます。利用する為の注意点と利用方法を説明します。

2次元測定では、X線が照射される領域は狭く、疑似集中法に比べ、測定される結晶粒の数が少ない。又、1つの光学系で測定出来る極点図領域は狭い。広くするために、試料と検出器の距離を短くします。短くすると、*d e f o u s*が大きくなります。

光学系が変われば、*d e f o c u s*も異なります。

通常、狭い領域の極点図には面内方向5度間隔の73イメージデータが必要です。

アルミニウムの場合、 $\{111\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{220\}$ 極点図を測定する場合

測定出来る極点図が狭いため、光学系を変えた複数の極点図を作成します。

例えば、光学系を変えた極点図（試料のあおり角度を変えて測定）

S $\{111\}$ -10、S $\{111\}$ -50

S $\{200\}$ -10、S $\{200\}$ -50

S $\{220\}$ -10、S $\{220\}$ -50

のような極点図を作成します。

同時に、同一光学系で無配向材料による無配向極点図を作成します。

D $\{111\}$ -10、D $\{111\}$ -50

D $\{200\}$ -10、D $\{200\}$ -50

D $\{220\}$ -10、D $\{220\}$ -50

最初に行うのは無配向極点図による*d e f o c u s*補正です。

通常は*d e f o c u s*補正を行った複数の極点図（上記では2つの極点図）から極点図を繋いで1つの極点図とします。

ここに問題があります。

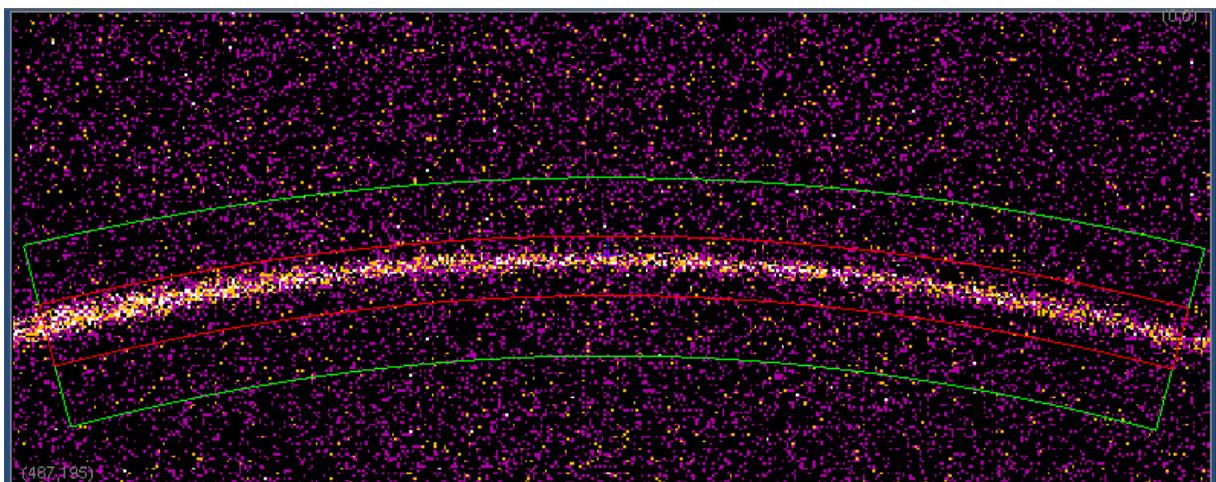
2Dモードでは、測定出来る結晶粒の数が少ないと考えると、

2つの極点図では光学系が異なっているので重なり合う範囲の極点図は異なっています。

無理やり接続すると、極点図の両端に大きなE r r o rが発生します。

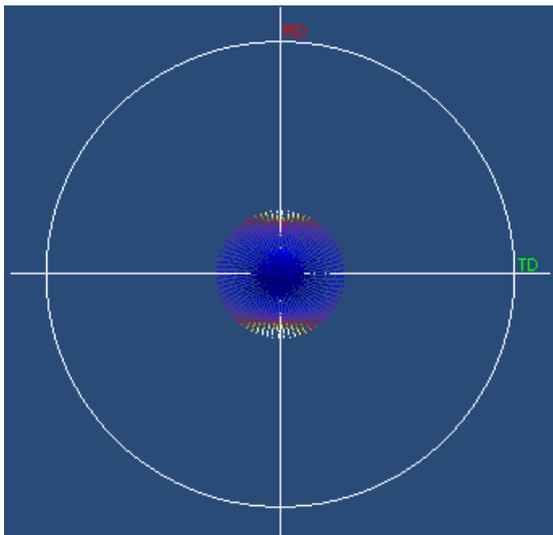
次に、73個のイメージから、作成する極点図のステップ間隔です。

α 、 β とも5度間隔の極点図を作成するとした場合、上記不完全な極点図を5度間隔で作成するとイメージデータ情報が活用されていません。

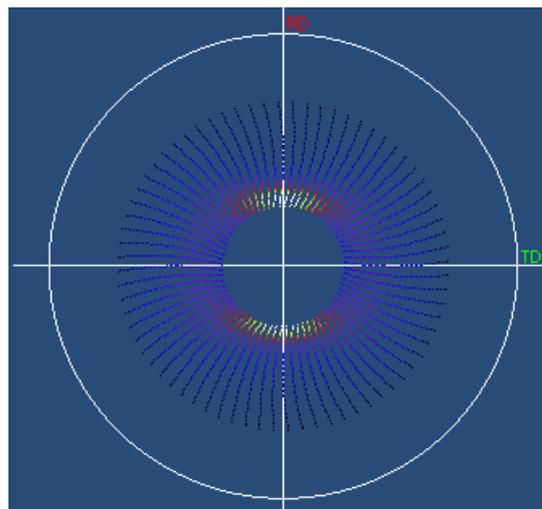


7 3 イメージから測定される極点図

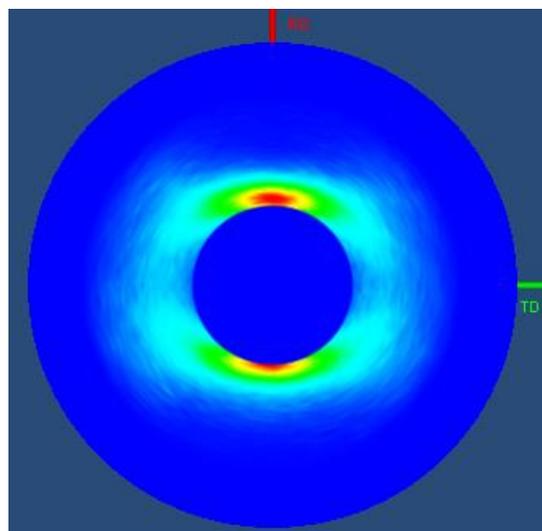
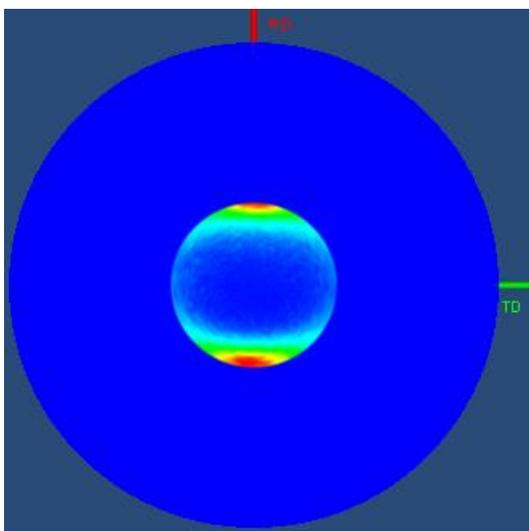
傾き 10deg



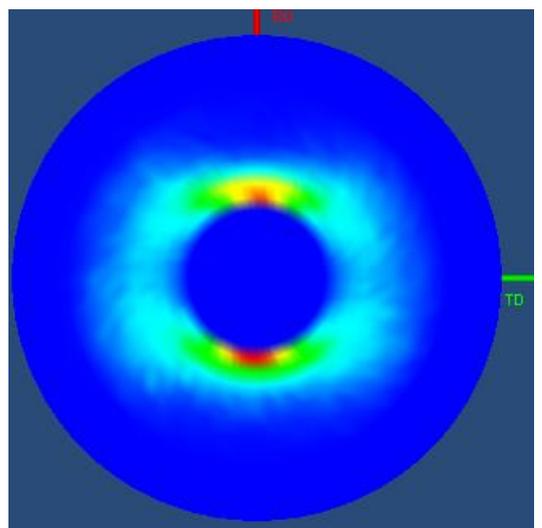
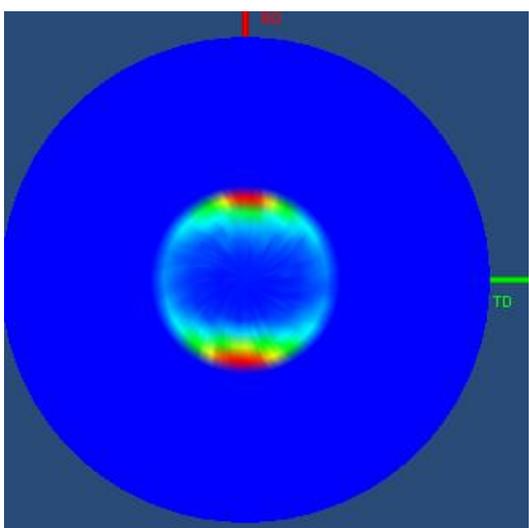
傾き 50deg



1 度間隔



5 度間隔 (データが粗い)

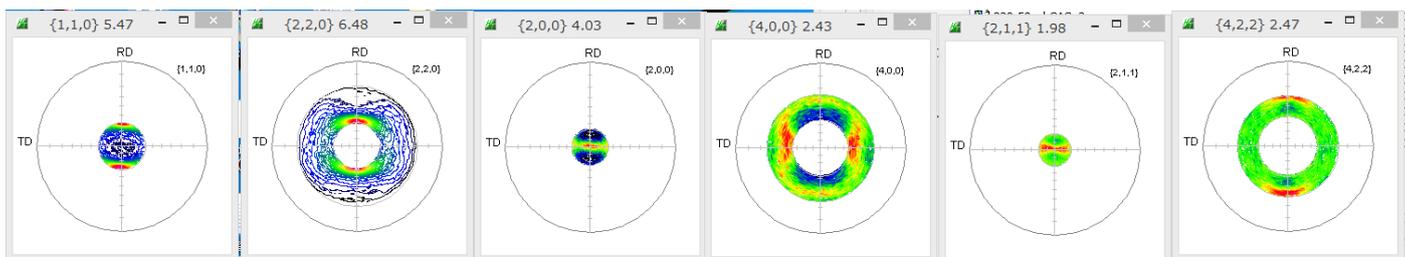


イメージデータなら、1 度間隔の極点図を作成し、情報量をより多くする。

又、極点図は重ならないように測定し、情報量を多くするために繋ぎ合わせは行わない事を勧めます。

重ねると重ねた部分の情報量が少なくなります

極点図 (1deg 間隔) からODF解析



LaboTex 入力データを作成

Lattice constant

Material: A-Iron.txt

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

a: 1.0, b: 1.0, c: 1.0, alpha: 90.0, beta: 90.0, gamma: 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
110-10Zcut_chCAS_2.TXT	1,1,0	0.0	0.0->30.0	0.0	30.0	<input checked="" type="checkbox"/>
220-50Zcut_chCAS_2.TXT	2,2,0	0.0	30.0->70.0	30.0	70.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200-10Zcut_chCAS_2.TXT	2,0,0	0.0	0.0->24.0	0.0	24.0	<input checked="" type="checkbox"/>
400-50Zcut_chCAS_2.TXT	4,0,0	0.0	36.0->64.0	36.0	64.0	<input checked="" type="checkbox"/>
211-10Zcut_chCAS_2.TXT	2,1,1	0.0	0.0->21.0	0.0	21.0	<input checked="" type="checkbox"/>
422-50Zcut_chCAS_2.TXT	4,2,2	0.0	38.0->61.0	38.0	61.0	<input checked="" type="checkbox"/>

極点図の中心α角度は0度

LaboTex に読み込み ODF 解析 (1deg) 後、間隔を5度に計算

CPF: 110 | 220 | 200 | 400 | 211 | 422

Start ODF Calculation

RUN ODF CALCULATION

ODF Calculation Settings

ODF Resolution(deg): 2.0

Symmetrization: triclinic to orthorhombic

Pole Figure(hkl): 110 (6)

Rotation of PF step: 0.5 deg

Apply to all PFs:

Lower Range(0.0-29.0 deg): 0.0

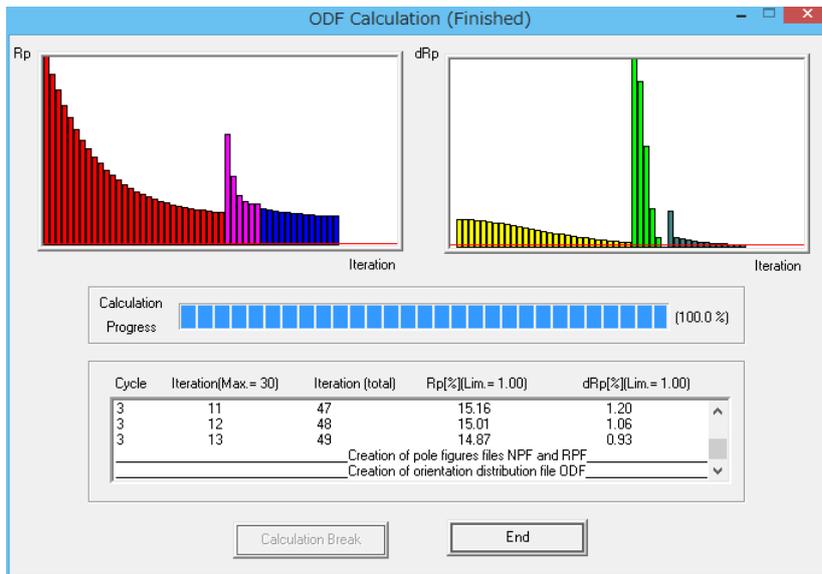
Apply to all PFs:

Upper Range(1.0-30.0 deg): 30.0

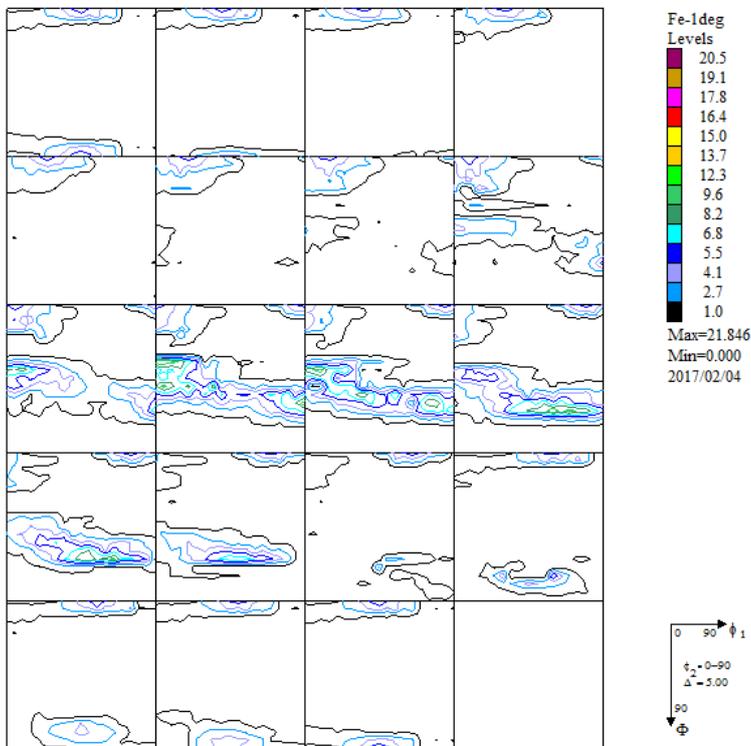
Apply to all PFs:

Min=0.000, Max=6.482, 2017/02/04

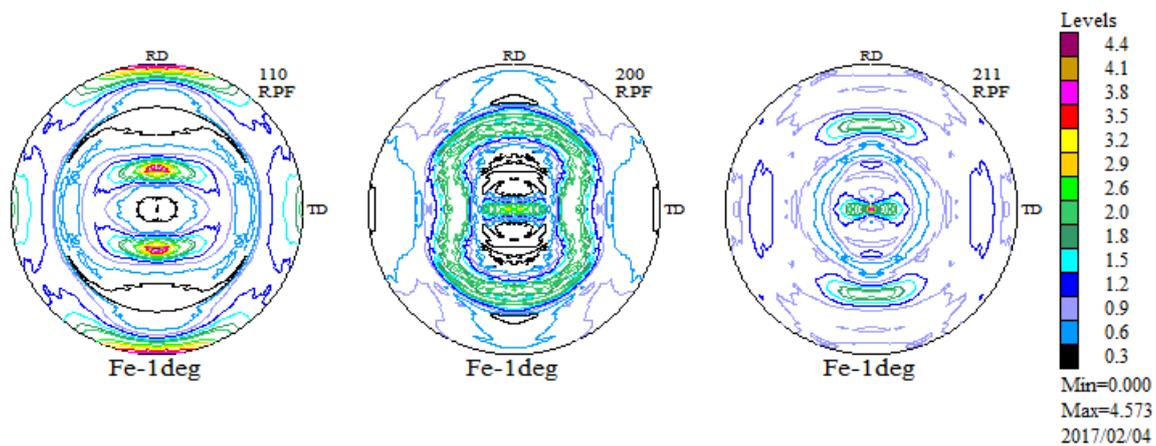
ODF解析 (1deg → 5deg)



5degのODF図 (データのつながり合わせを行わないでODF図が得られます)

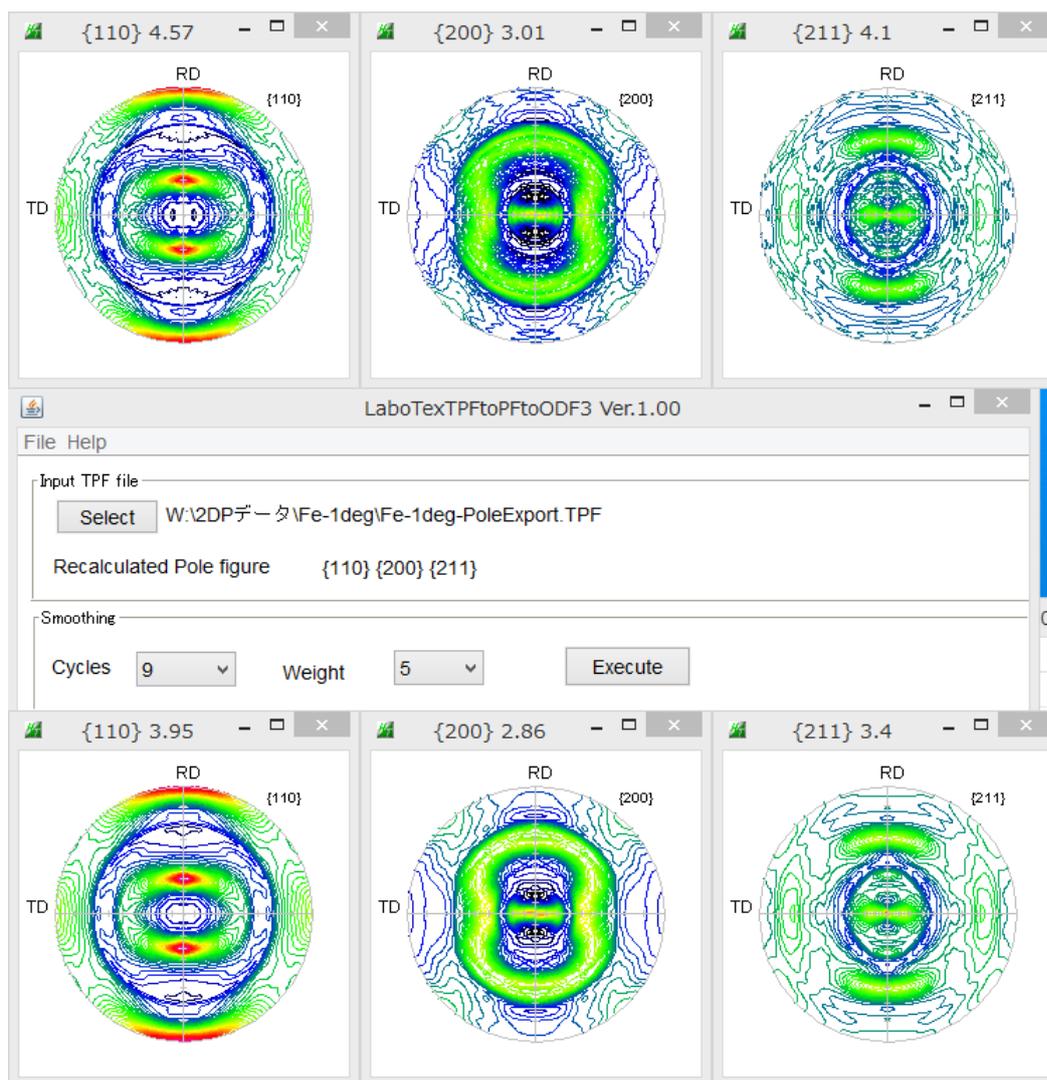
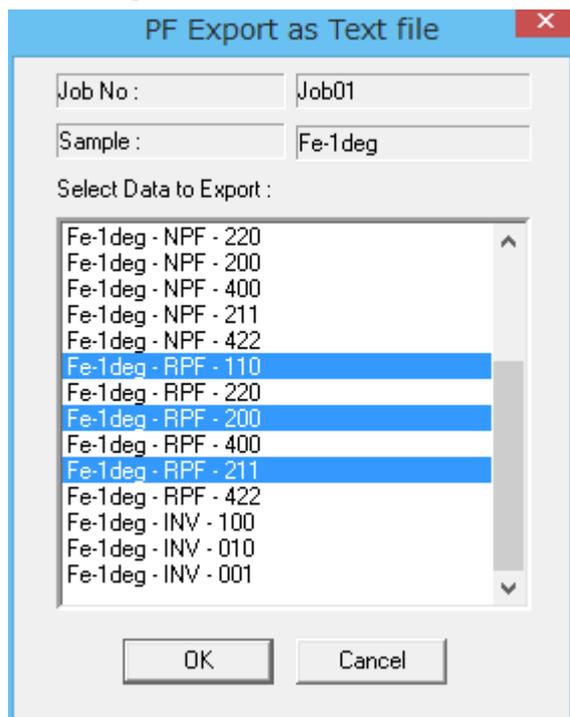


5degの再計算極点図

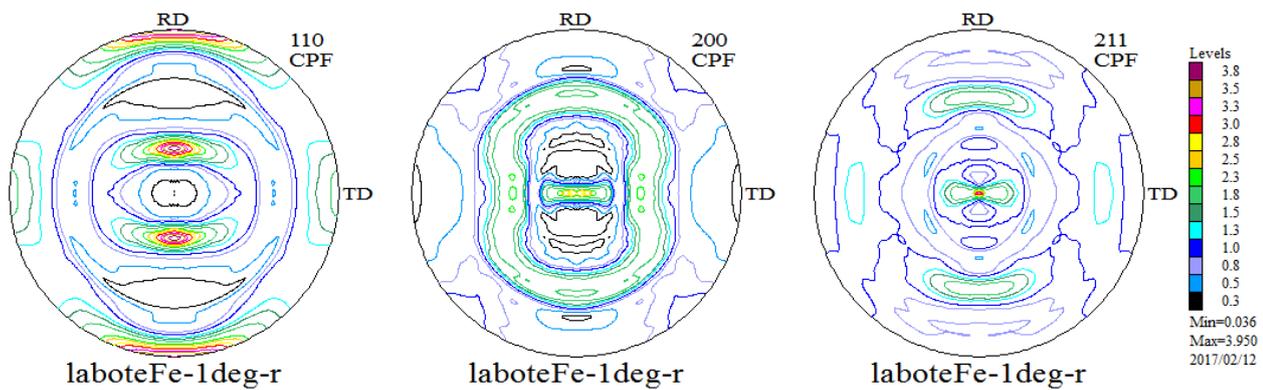
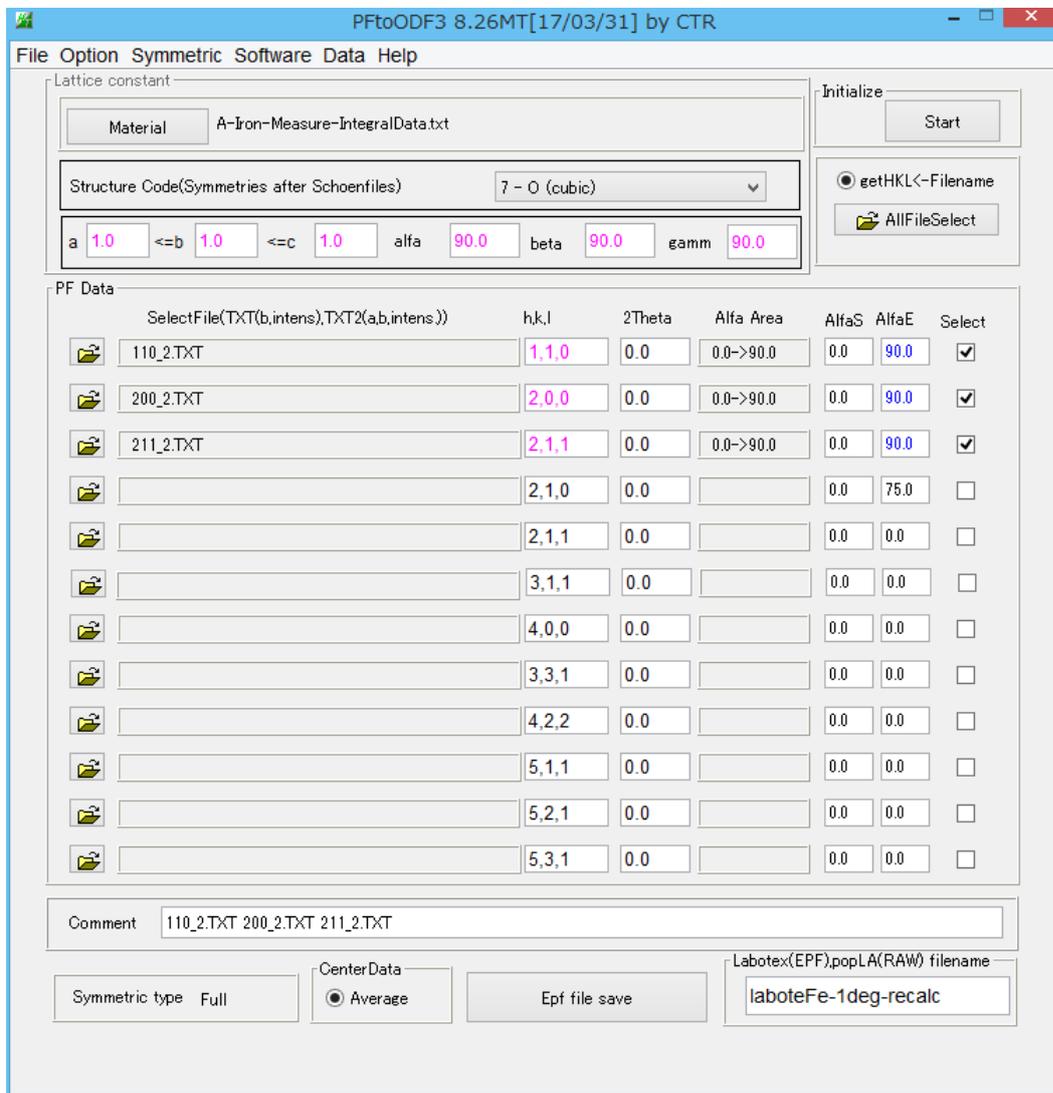


測定領域が狭いため、粗いODF図になります。

LaboTexTPFtoPFtoODF3ソフトウェアによる平滑化
再計算極点図の Export

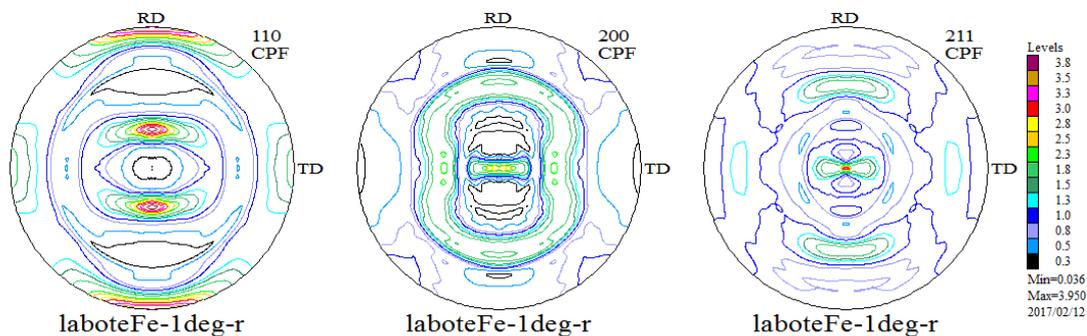


Cyle=9,Weight=5 で平滑化を行う。



Labotexで読み込み

1deg → 5degでODF解析を行う。



Start ODF Calculation
 RUN ODF CALCULATION

ODF Calculation Settings
 ODF Resolution (deg) 5.0

Symmetrization
 none
 triclinic to monoclinic
 triclinic to orthorhombic
 triclinic to axial
 monoclinic to orthorh.
 monoclinic to axial
 orthorhombic to axial
 custom to axial

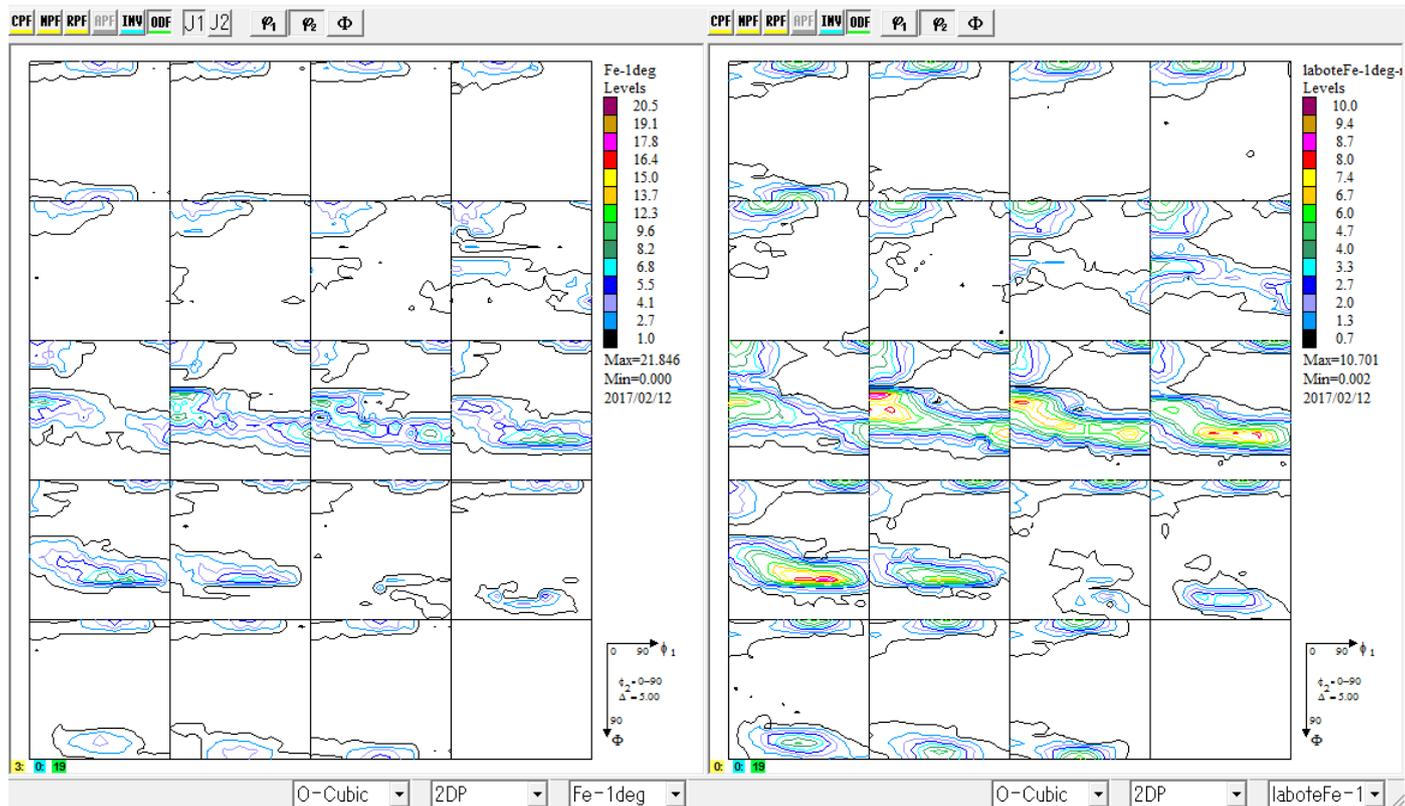
Pole Figure (hkl) 110 (3)
 Rotation of PF step 0.5 deg
 Apply to all PFs 0.0

Lower Range(0.0-89.0 deg)
 Apply to all PFs
 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90

Upper Range(1.0-90.0 deg)
 Apply to all PFs 90.0

平滑化前

平滑化後

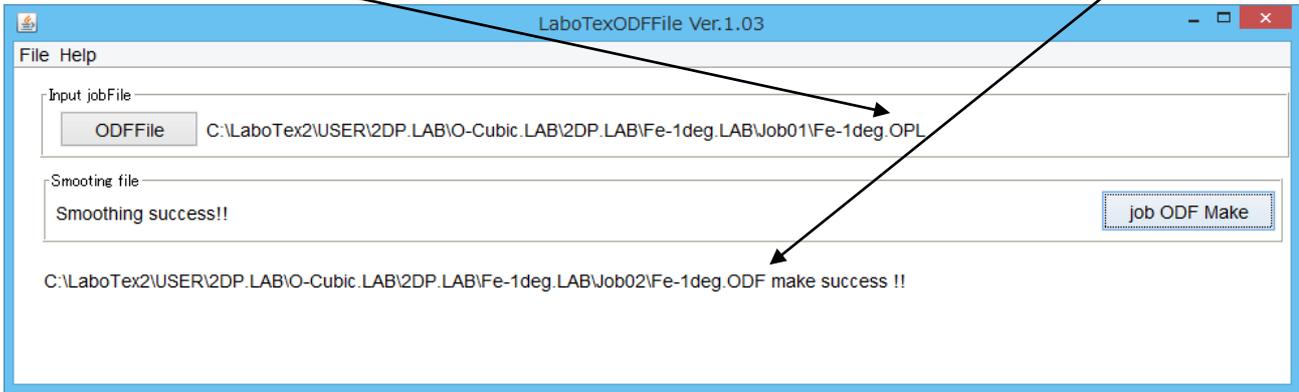


ODF図の平滑化（この手法では、 ϕ 2方向に歪が発生しています）

入力極点図のステップが 1deg を LaboTex で 1->5deg に変更すると J o b 1 に拡張子ODFとOPLが出来る。

変更された ODF 図の拡張子. OPL （ODFは1度ステップ、OPLは5度ステップのODF図）

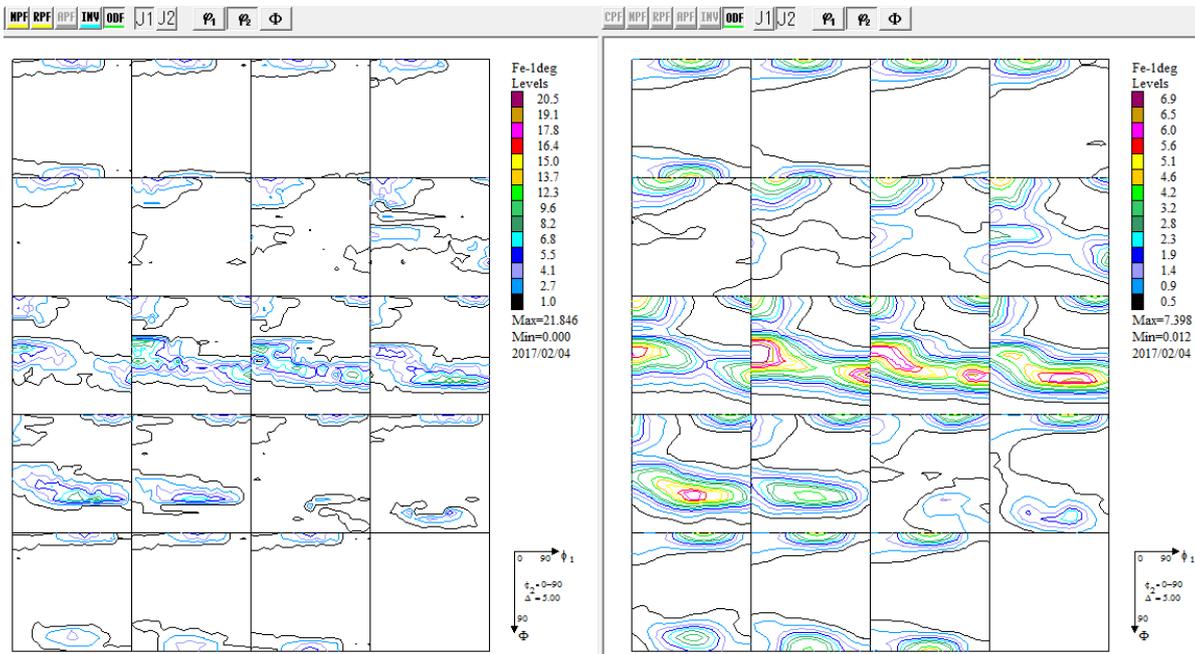
OPLファイルを読み込み、平滑化を行って新しいJobに拡張子ODFファイルとして登録



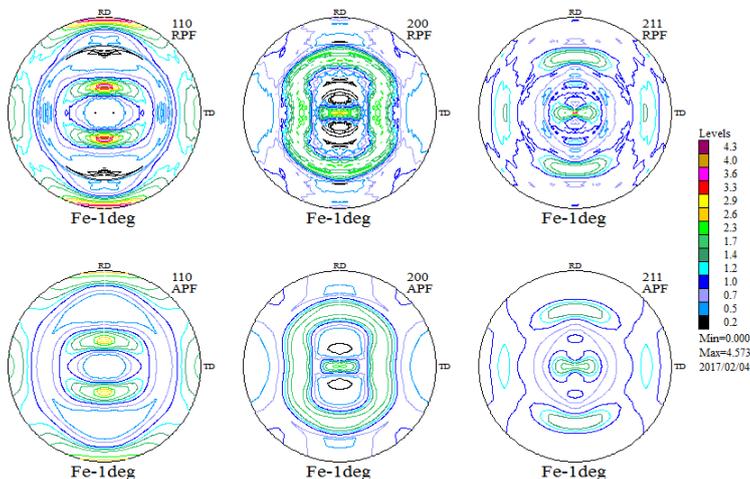
LaboTexを再起動して確認

平滑化前のODF図

平滑化されたODF図



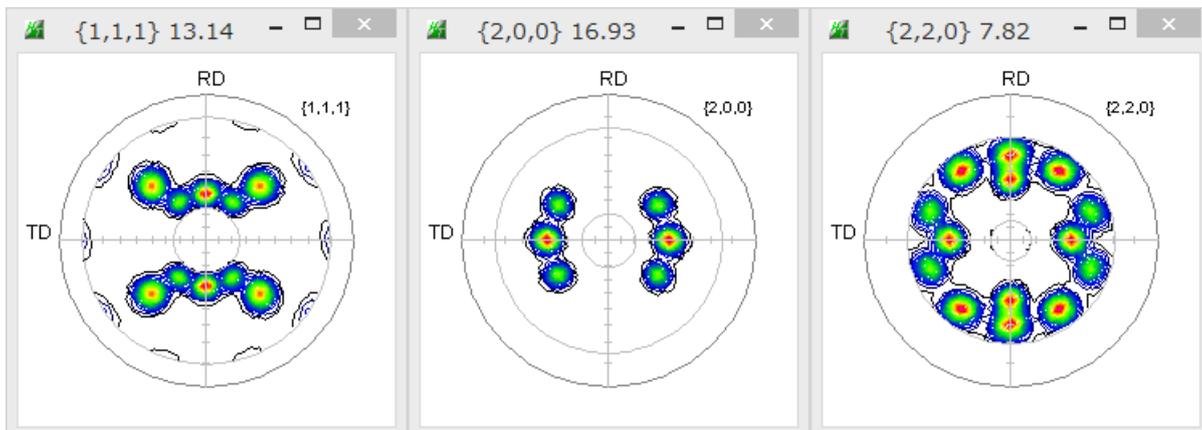
上段：平滑化前の再計算極点図 下段：平滑化された再計算極点図



平滑化は、重みと繰り返しで、如何様にも変えられます。

アルミニウム材のCube, Goss, Brassを各30%含まれる極点図を考えてみます。
defocus補正の終わった複数の極点図からスタートします。

5度間隔で{111} 10->65, {200}15->70, {220}20->75



Lattice constant

Material: Aluminum.txt

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

a: 1.0, b: 1.0, c: 1.0, alpha: 90.0, beta: 90.0, gamma: 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_5deg_10_65_2.txt	1,1,1	0.0	25.0->80.0	25.0	80.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_5deg_15_70_2.txt	2,0,0	0.0	20.0->75.0	20.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
220_5deg_20_75_2.txt	2,2,0	0.0	15.0->70.0	15.0	70.0	<input checked="" type="checkbox"/>

α 方向
極点図の中心は0度

ODF Calculation (Finished)

Rp vs Iteration:

dRp vs Iteration:

Calculation Progress: 100.0%

Cycle	Iteration(Max. = 30)	Iteration (total)	Rp[%](Lim. = 1.00)	dRp[%](Lim. = 1.00)
3	23	76	1.08	1.04
3	24	77	1.07	1.01
3	25	78	1.06	0.97

Creation of pole figures files NPF and RPF

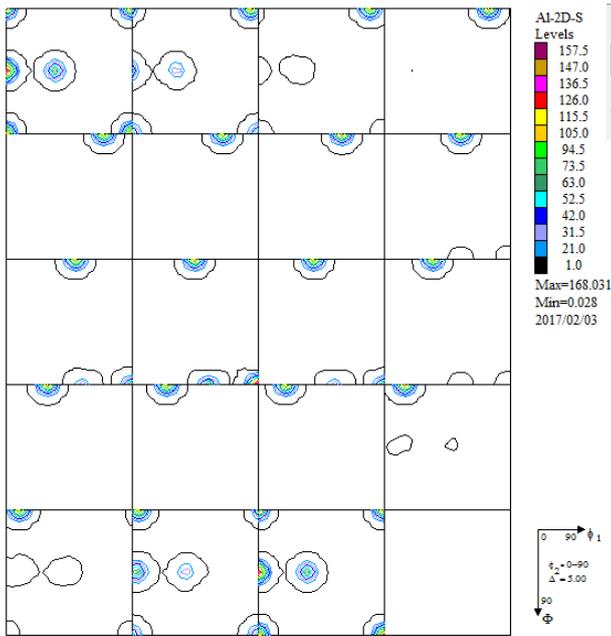
Creation of orientation distribution file ODF

Calculation Break

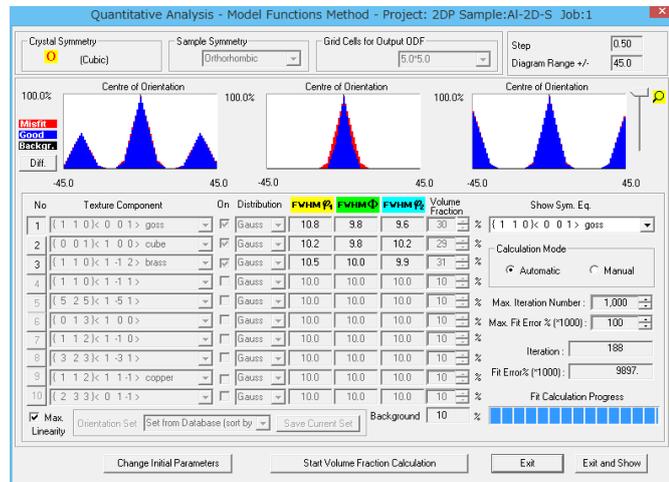
End

入力極点図から計算した ODF 図

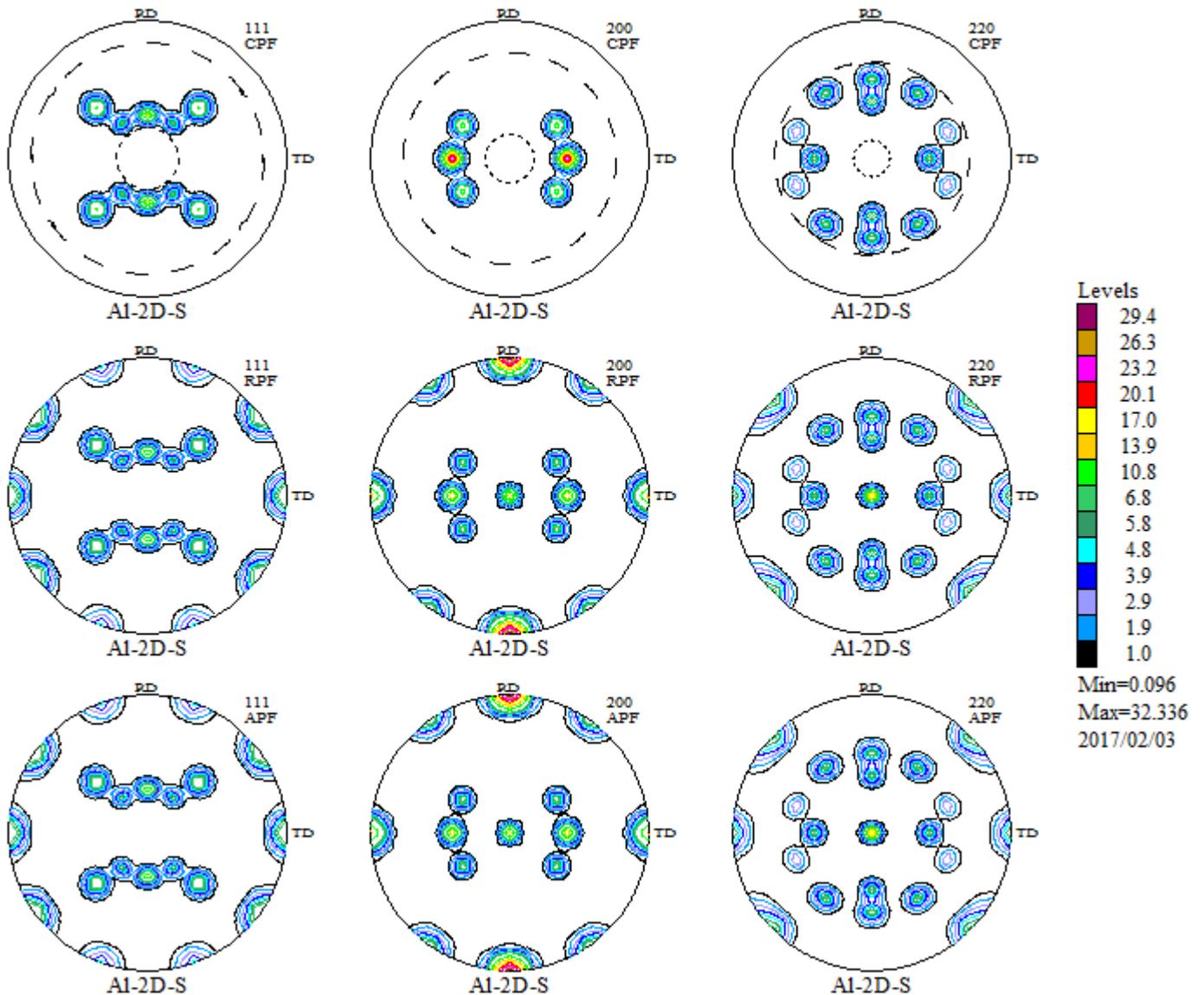
VolumeFraction を得る



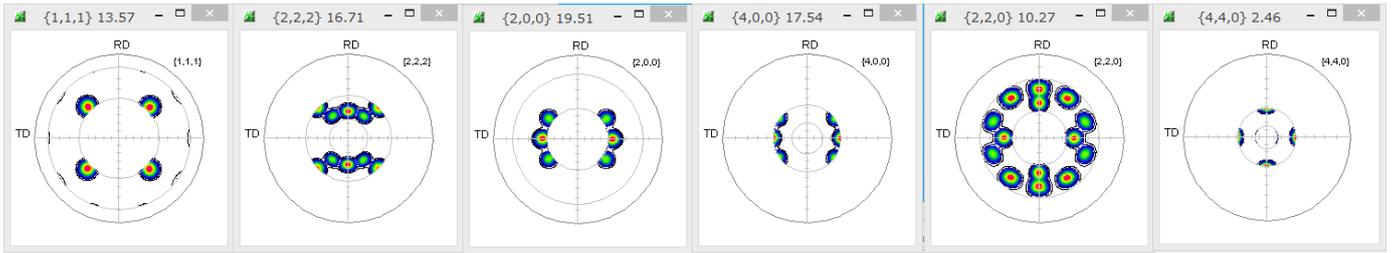
No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ	FWHM ψ	FWHM θ	Volume Fraction
1	{ 1 1 0 } < 0 0 1 > goss	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.8	9.8	9.6	30 %
2	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.2	9.8	10.2	29 %
3	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.5	10.0	9.9	31 %



上段：入力極点図、 中段 ODF 解析後の再計算極点図、 下段：VolumeFraction 結果の極点図



1 度間隔で{111}10->39,42->65, {200}15->48,52->70, {220}20-.54,57->75



Lattice constant

Material: Aluminum.txt

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

a: 1.0, b: 1.0, c: 1.0, alpha: 90.0, beta: 90.0, gamma: 90.0

Initialize: Start

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens.))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
111_1deg_10_39_2.txt	1,1,1	0.0	51.0->80.0	51.0	80.0	<input checked="" type="checkbox"/>
222_1deg_42_65_2.txt	2,2,2	0.0	25.0->48.0	25.0	48.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_1deg_15_48_2.txt	2,0,0	0.0	42.0->75.0	42.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
400_1deg_52_70_2.txt	4,0,0	0.0	20.0->38.0	20.0	38.0	<input checked="" type="checkbox"/>
220_1deg_20_54_2.txt	2,2,0	0.0	36.0->70.0	36.0	70.0	<input checked="" type="checkbox"/>
440_1deg_57_75_2.txt	4,4,0	0.0	15.0->33.0	15.0	33.0	<input checked="" type="checkbox"/>

重なりがありません

Start ODF Calculation

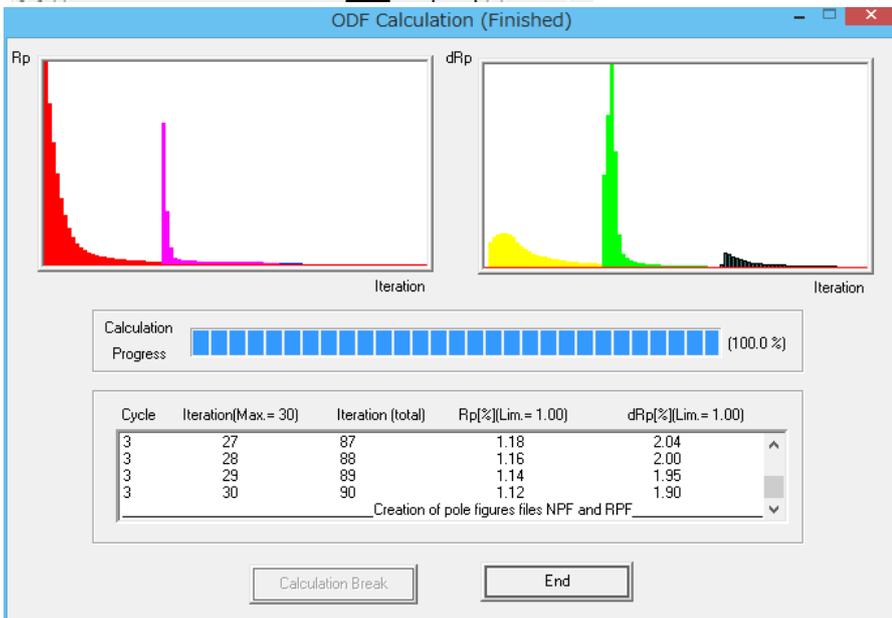
RUN ODF CALCULATION

ODF Calculation Settings

ODF Resolution (deg): 2.0

Symmetrization: none

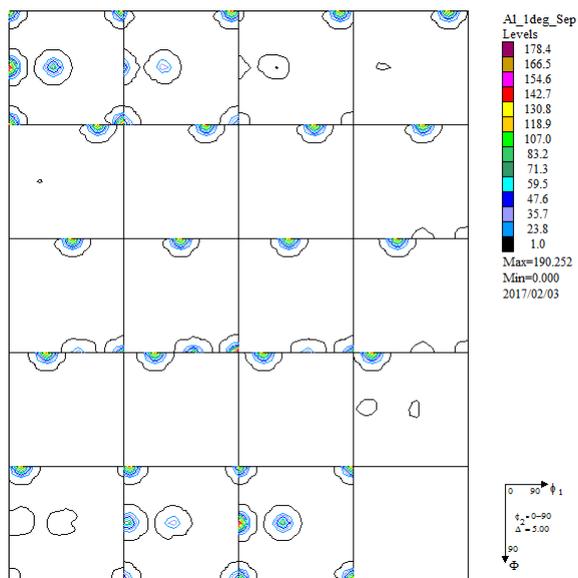
1 度間隔の極点図から ODF 解析を行い、
1 度間隔の ODF 図から 5 度間隔の ODF 図を作成



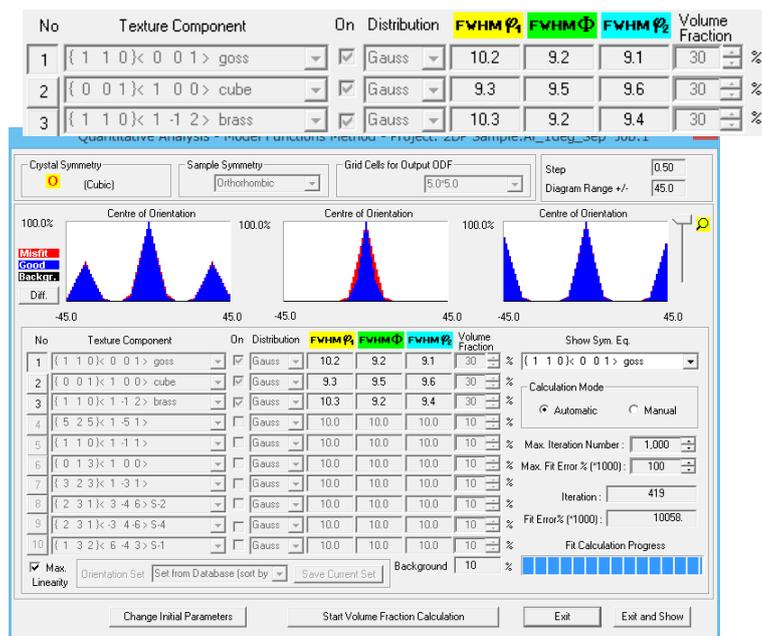
入力極点図から計算した ODF 図

Goss,Cube,Brass を 30% を得る

入力極点図から計算した ODF 図

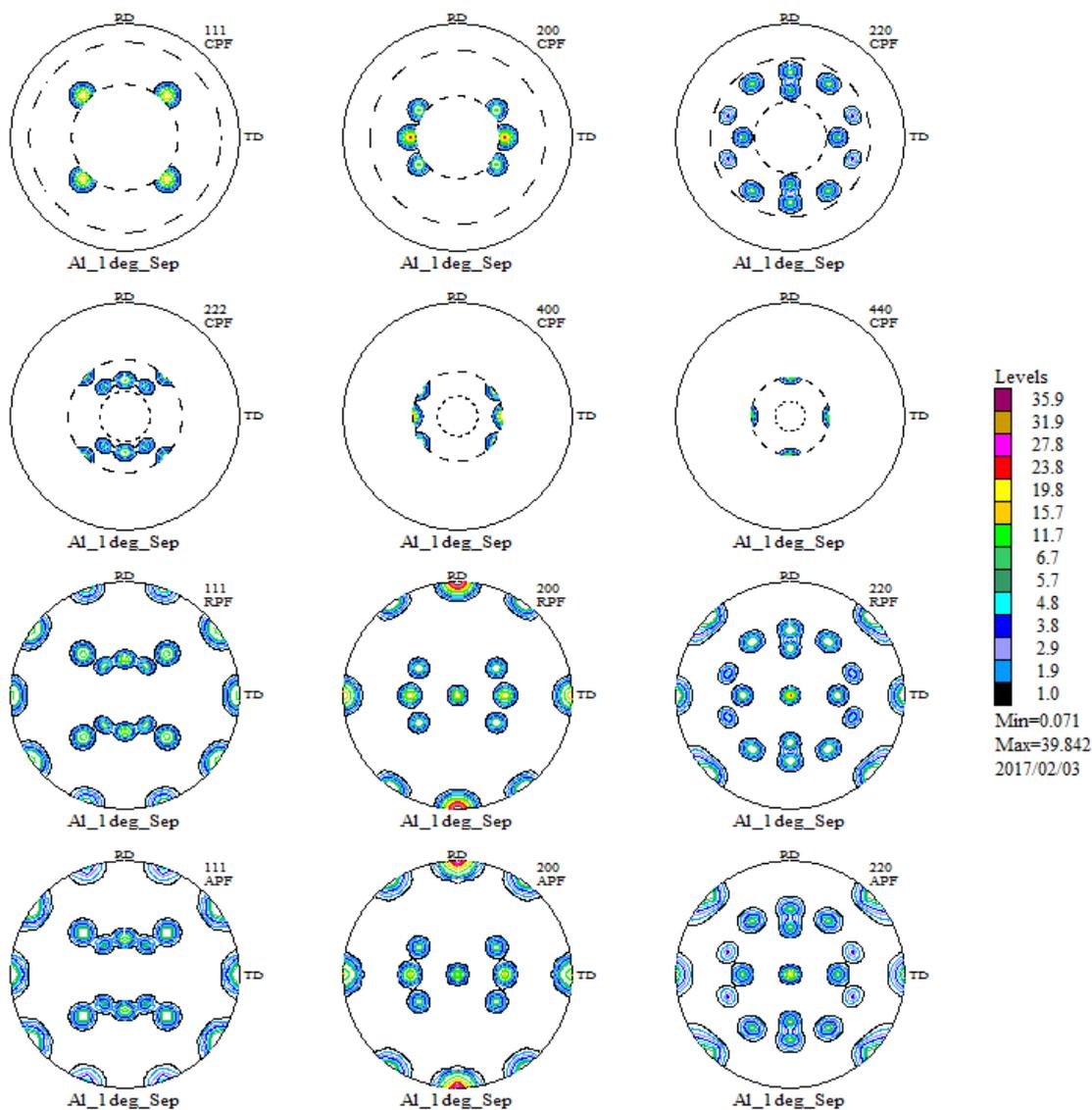


VolumeFraction を得る



1 段、2 段：入力極点図、3 段：再計算極点図、

4 段:VolumeFraction から計算した極点図



重ねる必要がない事が理解できると思います。