

極点処理をODF Pole Figure 1. 5ソフトウェアで解説

2017年04月26日

HelperTex Office

odftex@ybb.ne.jp

概要

ODFPoleFigure1.5ソフトウェアは、ODFPoleFigure2ソフトウェアの簡易版で平滑化、RD補正、バックグラウンド除去、吸収補正、defocus補正、規格化、Rp%の最小化、全CTRソフトウェアのランチャーなどをサポートしています。本資料では、主なる機能を目的別に解説します。

入力データ

リガクASCフォーマット

RINTデータの場合、RAWデータをRINTソフトウェア付属のASCII変換
SmartLabの場合、測定時RasファイルとASCファイルを作成
PANaデータは、PANa to ASCでxrdmlをASCに変換
Brukerデータは、Uxd to AscでuxdをASCに変換

出力データ

TXT2データ (α 、 β 、極密度)
TXTデータ (β 、極密度)
ASCデータ
RASデータ

The screenshot shows the ODFPolefigure1.5.1.36MT software interface. Annotations with arrows point to various features:

- バックグラウンド処理条件** (Background processing conditions) points to the "Background delete mode" section, which includes radio buttons for "Nothing", "LowMode", "HighMode", "DoubleMode", and "SingleMode".
- Rp%条件** (Rp% conditions) points to the "Search minimum Rp%(Cubic only)" checkbox.
- RD補正** (RD correction) points to the "RD" section, which includes a "Cycles" dropdown set to 2 and a "Weight" dropdown set to 15.
- Defocus補正** (Defocus correction) points to the "Defocus file Select" section, which includes a "Limit Alfa Defocus value" dropdown set to "Free...".
- 規格化** (Normalization) points to the "Normalization" checkbox.
- Rp%最小化計算指定** (Rp% minimization calculation specification) points to the "Search minimum Rp%(Cubic only)" checkbox.
- 計算開始** (Start calculation) points to the "Calc" button.

Other visible elements include the "Files select" section with "ASC(RINT-PC)" selected, the "AbsCalc" section with "Absorption coefficient" set to 1.0 and "Thickness" set to 1.0, and the "OutFiles" section with "TXT2" selected.

測定的前提

測定に用いる光学系

圧延など材料加工を行った試料では、残留応力が含まれている事があります。
極点測定はビームに対し試料を傾けて測定しています。
材料煽り回転軸にX線照射を行うために、極細のスリット (S c u l z) を用います。
この関係は、反射法は歪測定の側傾法、透過法は歪測定の並傾法と同一です。
残量応力が含まれていると測定 2θ 角度がシフトします。
よって、受光側の光学系は平行性を落と、十分な広さを確保します。
ゴニオ半径 1 8 5 mm の場合 S S, R S 共 7 mm
ゴニオ半径 2 5 0 mm の場合、S S, R S 共 1 0 mm を使います。
又、受光モノクロメータは使用しません。

バックグラウンド測定

バックグラウンドは光学系の影響を受け、 α 方向にプロファイルを持ちますが、 β 方向では同一です。
統計変動を無視出来れば、 α 角度毎に 2θ 方向の回折線と回折線の間での 2θ 位置に於ける β プロファイルの最小値がバックグラウンドと考えます。この様に測定すれば、非晶質を含まない材料の場合、 α 角度毎に測定極点データはバックグラウンドより大きな値になります。

回折線の極点図測定をピーク極点図測定と表現すると

α 角度毎に、ピーク極点図の β 方向プロファイルの最小 β 角度位置が、バックグラウンド測定に於ける β 角度として、バックグラウンド測定時の 2θ 角度 (通常はピーク $2\theta \pm 3 \text{ deg}$) で統計変動を抑える測定を行います。(ピーク極点測定計数時間の5倍程度)

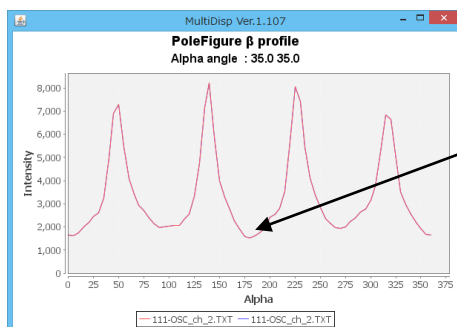
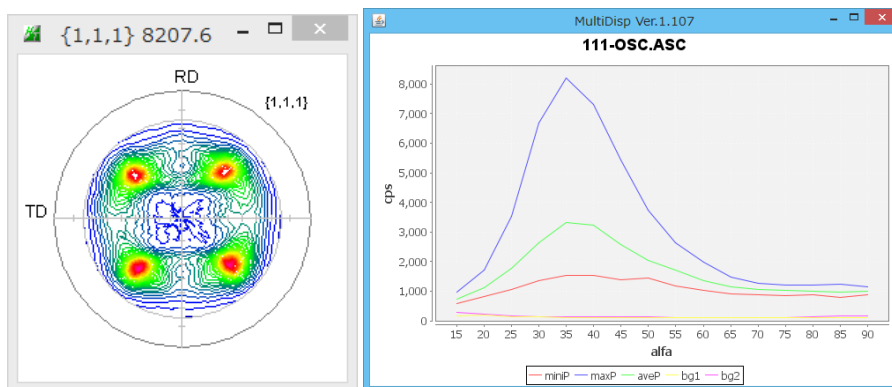
リガクの場合、ピーク極点図測定と同時にバックグラウンド測定が行われています。

バックグラウンド測定を単独で行うと上記前提が失われています。

若し単独で行う場合対称性を考え、 β 範囲を $0 \rightarrow 90$ 度 ($0 \rightarrow 45$) とし、計数時間を5倍で測定し、最小値をバックグラウンドとします。

バックグラウンド測定データの平均値ではバックグラウンド強度は求まりません。

例えば、以下のピーク極点図の場合 β 方向の平均値を表示すると、最大値は $\alpha = 35 \text{ deg}$



{ 1 1 1 } の 2θ 角度は 38.42 度
 $\alpha = 35$ 度の β プロファイルの最小値は $\beta = 175 \text{ deg}$ なので、
 $\alpha = 35 \text{ deg}$ のバックグラウンド測定角度は $2\theta = 38.42 \pm 3 \text{ deg}$ 、 $\beta = 175 \text{ deg}$ で測定

RD方向

材料を加工し圧延方向に目印を付け、測定時圧延方向を基準方向に揃えて取り付ける。
基準方向は、メーカーや機種により異なります。 β 角度を0に移動して取り付けます。

R I N T横型ゴニオの場合、RD方向を真上に取り付け

R I N T縦型、水平ゴニオの場合、RD方向をゴニオ側に取り付け

U l t i m aの場合、RD方向をゴニオ側に取り付け

R A P I Dの場合、ビーム方向に取り付け

S m a r t l a bの場合、ゴニオと反対方向に取り付け

P A N a, B r u k e rの場合、ビーム方向に取り付け

測定には、連続測定とFT測定があります。極点図を5度間隔のデータで作成する場合
 β 角度範囲を0→360で測定すると

連続測定は、測定点数が72個、 β 角度は2.5、7.5、...、357.5

FT測定の場合、測定点数は73個、 β 角度は0、5、10、...、360

となり、同一試料でも測定データ数が異なります。

リガクの場合、連続測定は内部で-2.5→362.5の測定を行い、測定データ点数を73個とし
連続測定データとFT測定データを同一にしています。

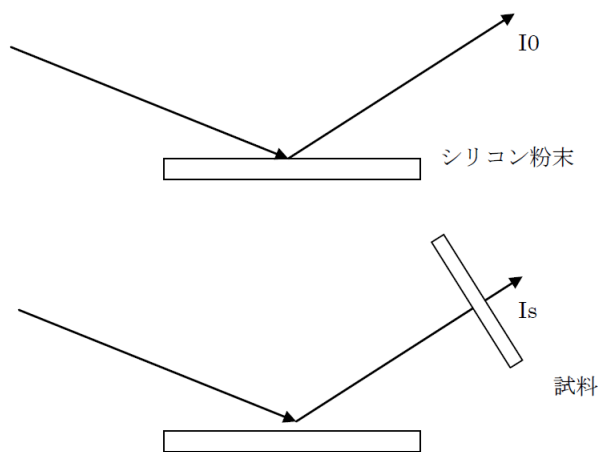
他社の測定もこの様な測定を勧めます。

吸収係数測定

高分子材料や試料が薄い場合、吸収補正を行います。

測定試料の厚さが既知の場合、文献(X線の手引き)から質量吸収係数と密度を求め吸収係数を計算
質量吸収係数*厚さ($u t$)が1.0に近い値なら、吸収補正は不要
或いは、直接試料透過係数から $u t$ を計算する。

回折線の試料による減衰から $u t$ を求める。



$$\text{吸収係数 } u t = - \ln (I s / I o)$$

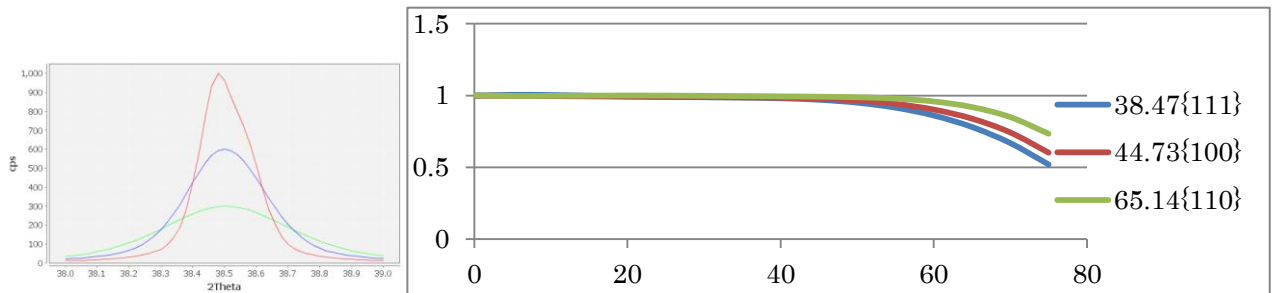
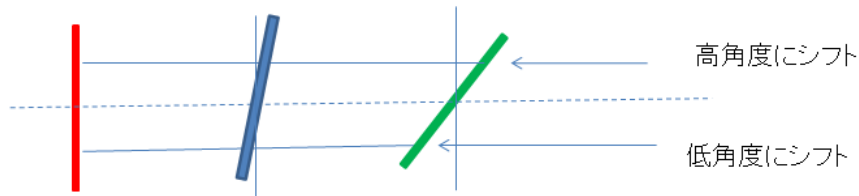
光学系の補正 (defocus 補正)

XRDによる極点測定では、試料を煽って測定しています。

この煽りにより、Schulzスリットの幅により回折線が 2θ 方向に広がり、測定強度が低下します。

この減衰を無配向試料で測定し補正を行います。

出来たら、受光スリットを大きく広げて測定しなければなりません。検出器の幅や隣の回折線の受けない様な幅にします。



Defocus 曲線は測定 2θ 角度と受光スリット幅による固有な曲線です。

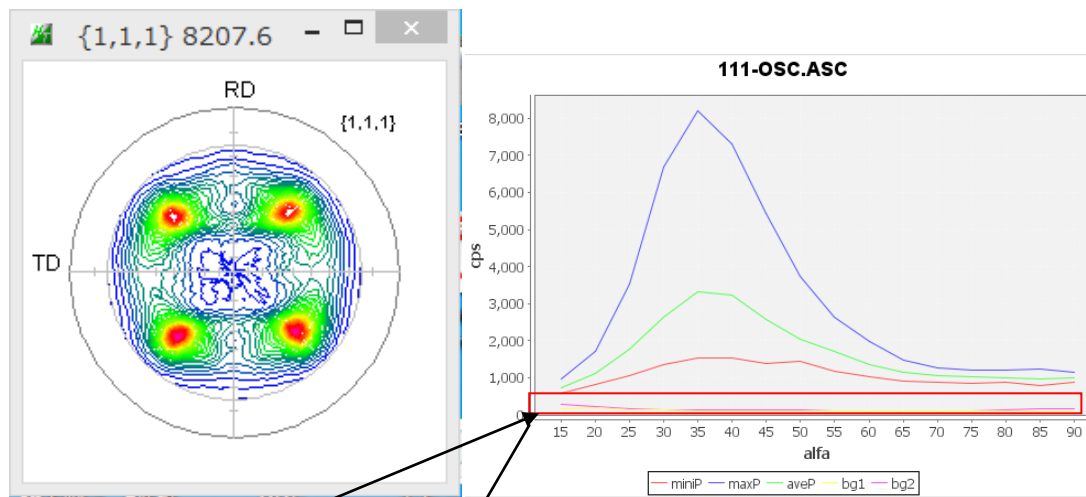
測定バックグラウンドから正確なバックグラウンドを求める。

CTR ソフトウェアでは、 α 方向のバックグラウンドプロファイルが確認出来ます。
バックグラウンドも、`defocus` 曲線を描きますが、ピーク極点図の影響などで
`defocus` 曲線から外れる場合修正を行います。

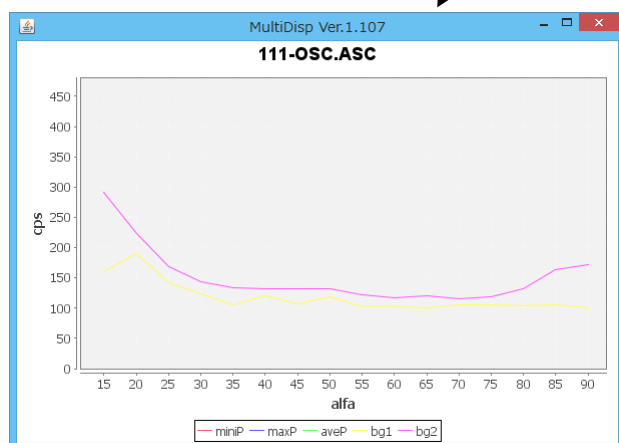
DATA:CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥111-OSC.ASC

極点図

バックグラウンドプロファイル確認

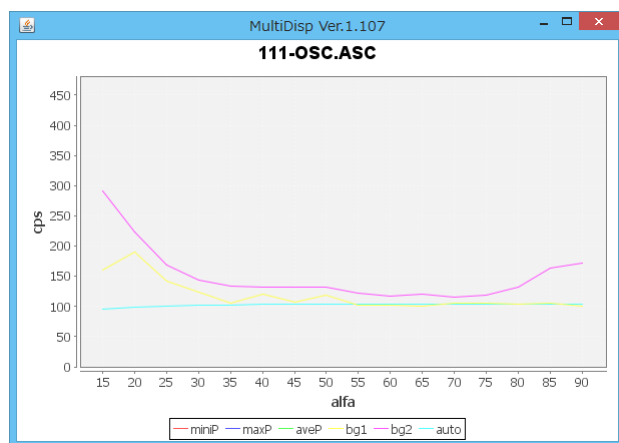


バックグラウンドを拡大 (黄色：低角度バックグラウンド、紫：高角度バックグラウンド)



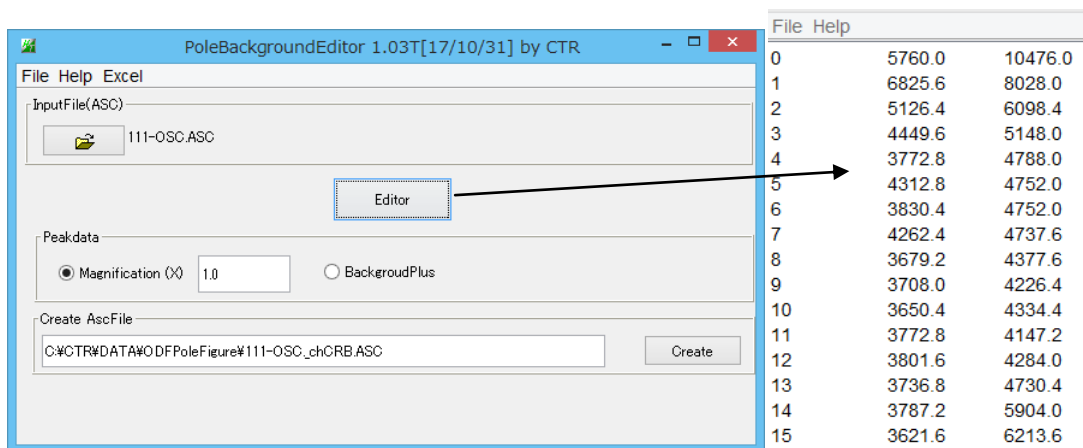
ピーク極点図の最小プロファイル (赤) より
バックグラウンド強度は低い
極点図の外周付近や中心付近でバックグラ
ウンド強度が高くなっているのは異常、
修正が必要

低角度側バックグラウンドを用いて、バックグラウンドモードを `defocus` モードで計算
水色のバックグラウンドが計算される。



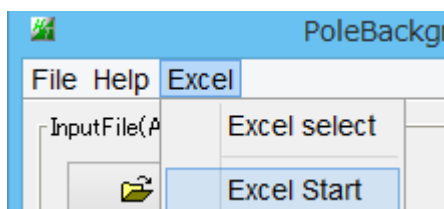
`defocus` 曲線は測定バックグラウンドの 80 → 90 のデータ平均値で計算されています。
80 → 90 の範囲以外の場合、ODFPoleFigure2 ソフトウェアで試してください。

測定バックグラウンドが異常な場合、バックグラウンドを手入力出来ます。

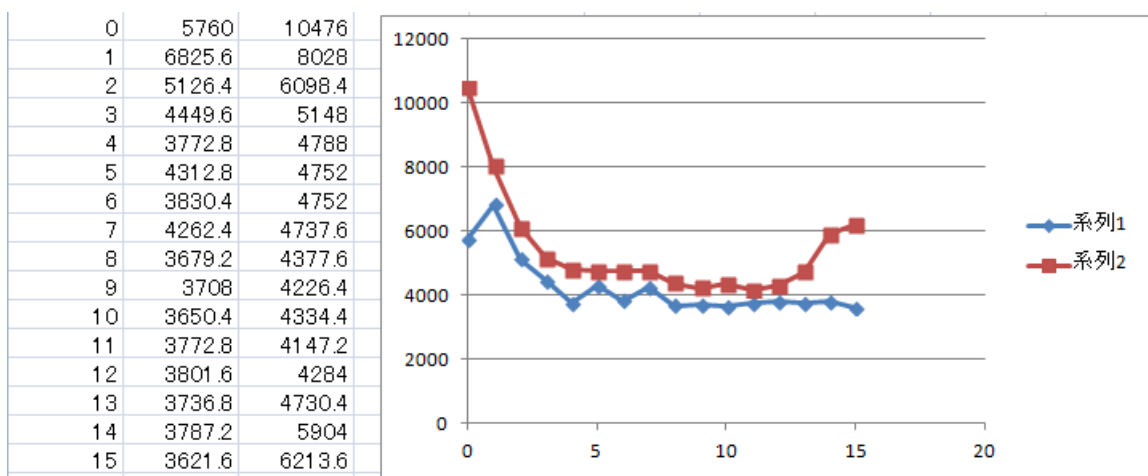


バックグラウンドの強度を変更し、File → save、Create で変更

Excel が付属していれば



で Excel を起動し修正を行う。



Excel データを変更し、File → save、Create で変更

いずれにしても、バックグラウンド曲線は、defocus 曲線に近い曲線になります。

必ず、バックグラウンド曲線は確認してください。

不適切なバックグラウンドでは、Rp% (Error) が大きくなります。

測定されているバックグラウンドは色々問題が含まれています。

確認が必要です。

極点図の平滑化

反射極点図や透過極点図のような不完全極点図では、 α 方向の平均化は難しい。

平均化が必要な極点図は、回折に寄与する結晶粒の数か少ない場合であり、極密度の高い部分を関数近似出来ないケースが多い。

このような場合、波形データ処理で良く使われている *S a v i t z k y - G o l a y* 法は不向きと考えられます。不完全極点図では、不完全部分の終端の平均化が問題になります。

S a v i t z k y - G o l a y 法では、最低でも5点のデータが必要で、測定されていない方向に2点のデータを予測しなくては計算できず、通常、同一データを用いて計算されています。

CTRソフトウェアの平滑化では、どのような平均化でも、1点のデータ予測で計算出来ます。

この利点から、*C u b e* 方位の $\{100\}$ 完全極点図の平滑化を行っても、中心部分と外周部分の減衰率がほぼ同一の計算が行われます。

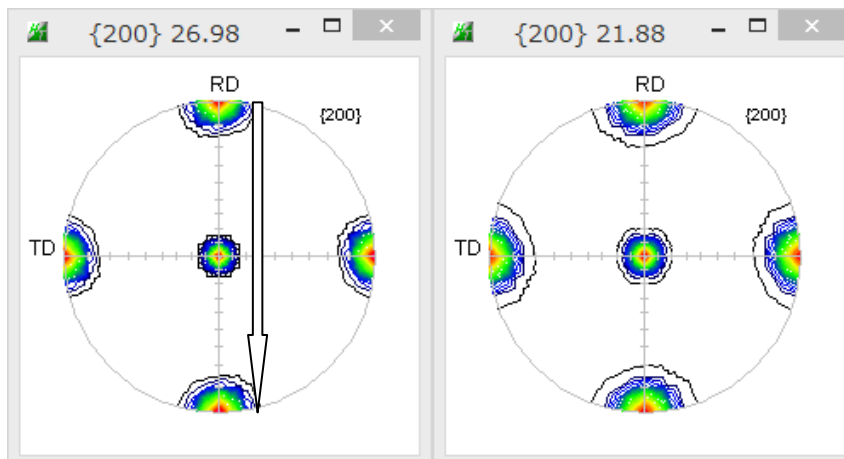
ODF計算を行う場合、平均化を行わずにODF解析を行い、再計算極点図を *E x p o r t* して平滑化を行い、ODFの再入力極点図として再度ODF計算を行うことも考えられます。

重要なのは、平滑化による α 方向の重みが大きく変化しない事です。

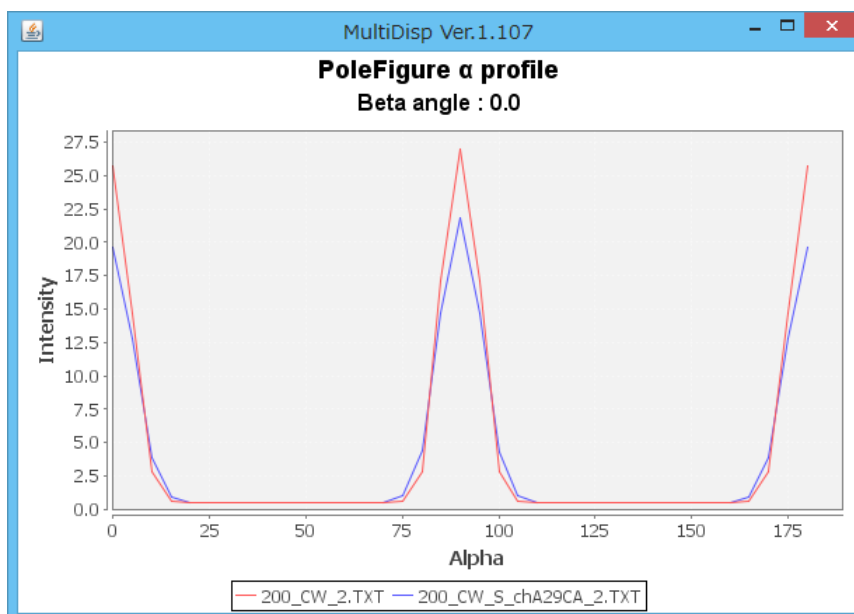
例] : ODFPoleFigure2 の ADC 平滑化 2 - 9 の場合

入力データ

2 - 9 平滑化



評価 (RD から-RD のプロファイルを PoleFigureProfile ソフトウェアで比較



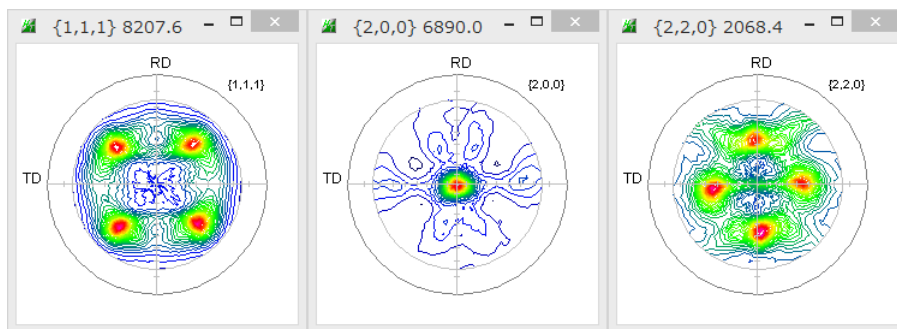
赤線 : 入力データ
青線 : 平滑化データ

平滑化で α 軸方向の減衰率がほぼ同一である事が確認出来ます。

ご使用の極点図解析ソフトウェアの平滑化動作を確認してください。

R D方向の補正

試料取り付けが回転している場合



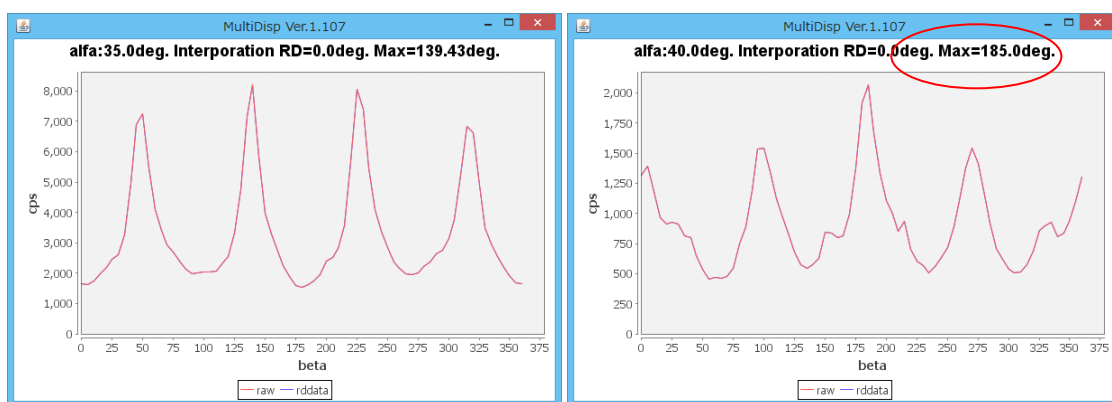
{ 1 1 1 } 極点図は $\alpha = 45, 135, 225, 315$ 度方向

{ 2 2 0 } 極点図は $\alpha = 0, 90, 180, 270$ 度方向

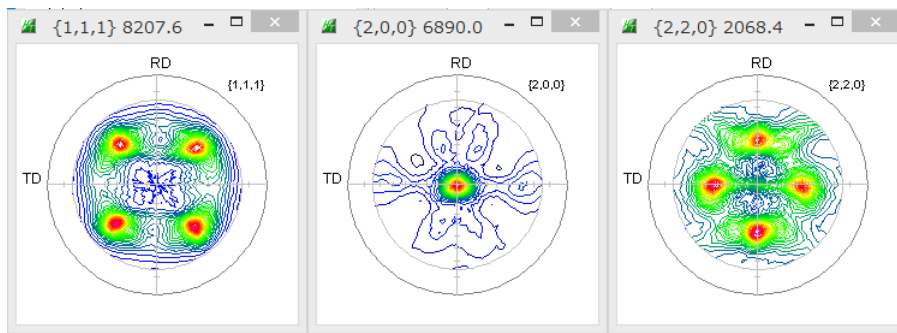
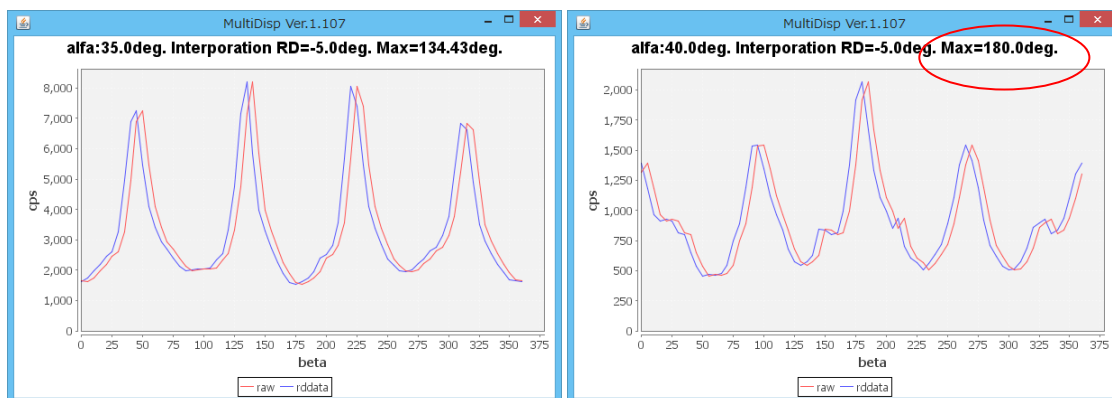
に最大密度が存在するはずですが、少し回転しています。

{ 1 1 1 }

{ 2 2 0 }



約 5 度回転しているので、- 5 度回転を調べます。



左右上下
対称極点図が
得られます。

対称極点図は重要で、解析時 1 / 4 対称極点図で計算する場合、極の広がりや最大極密度に影響します。
結果的に ODF の Euler 角度ズレ (結晶方位のずれ) と最大方位密度に影響します。

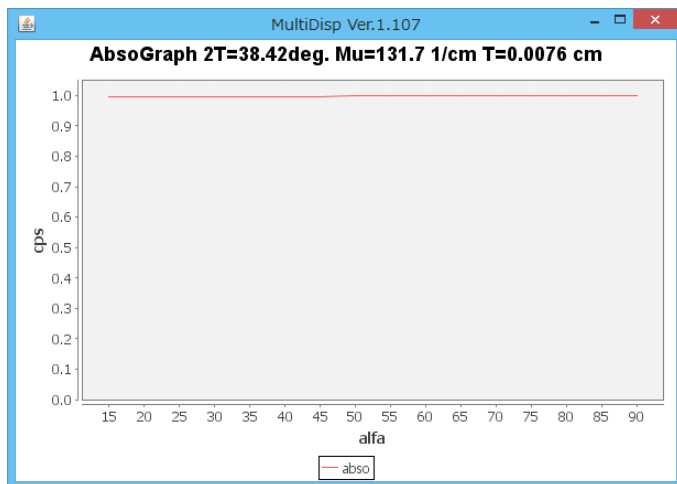
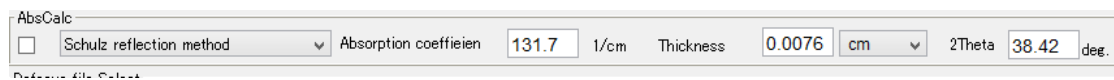
材料が薄い場合、吸収補正が必要です。

$ut = 1$ の場合、吸収補正は不要です。

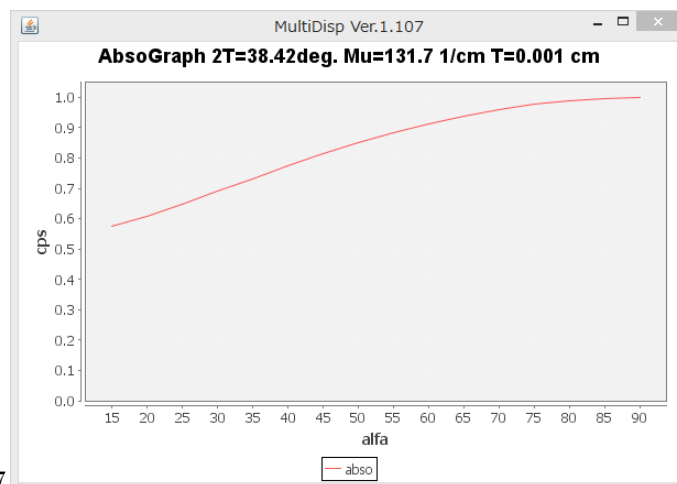
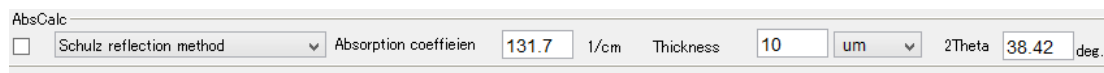
しかし、材料が薄い場合、試料を煽ると反射に寄与する体積が変化します。

この為、 α 方向に反射強度に重みを持ちます。

例えば、アルミニウムの $\{111\}$ 極点図の吸収補正量は



$ut=1$



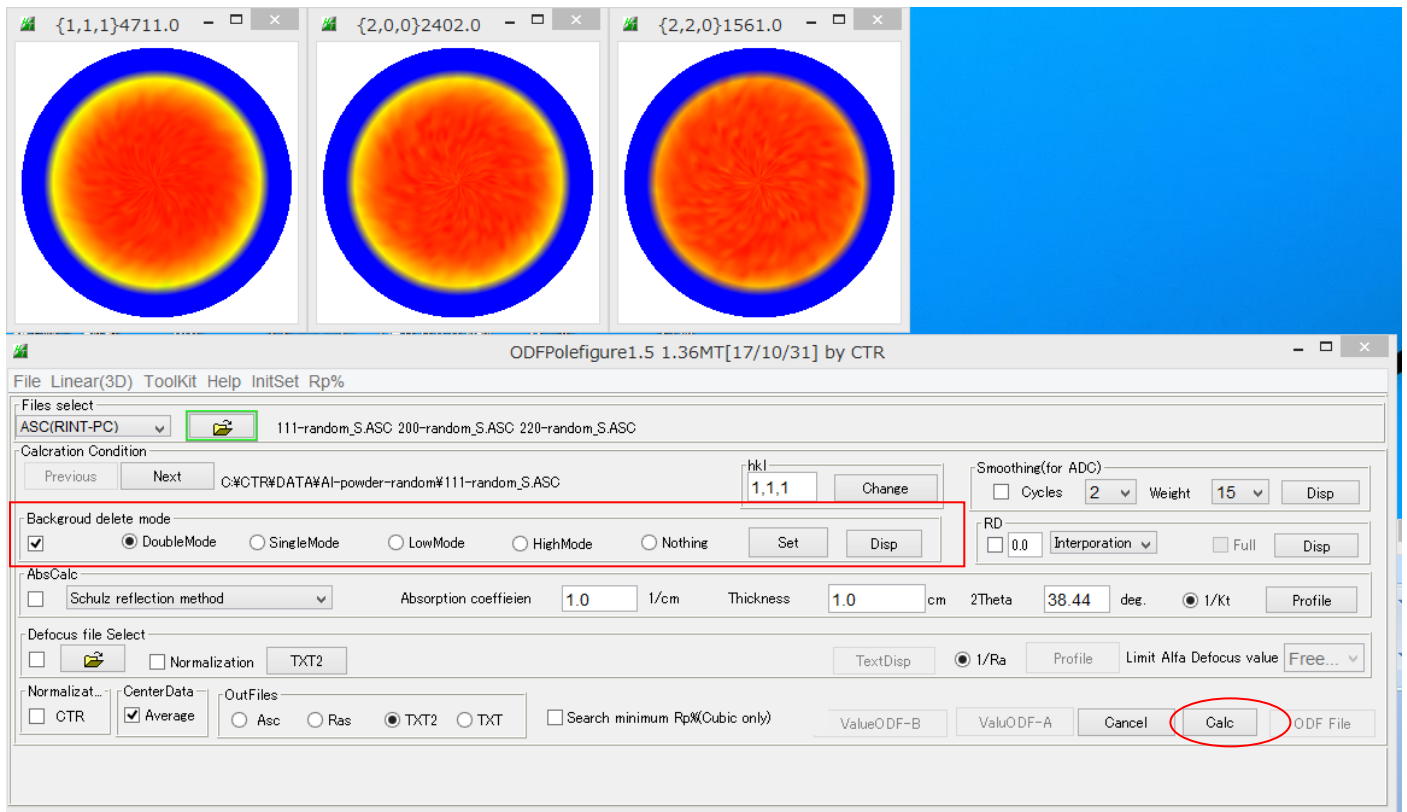
$ut=0.137$

試料が薄い場合、試料を煽ると、回折に寄与する体積が増す分、補正を行っています。

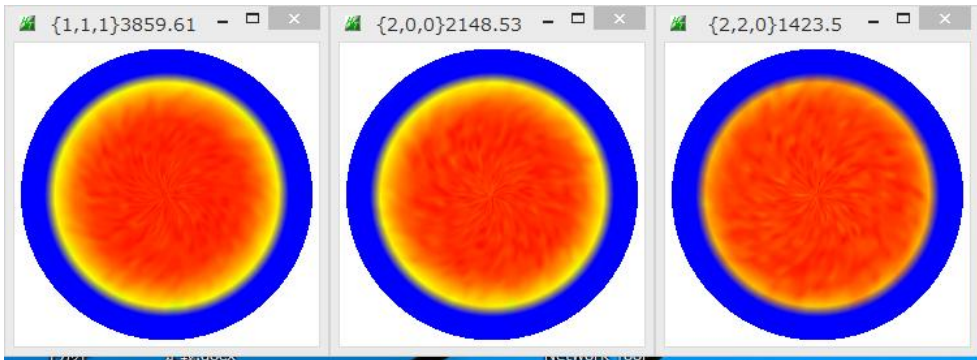
defocus 補正曲線の登録

無配向試料の極点図の α 軸方向プロファイルを登録する。

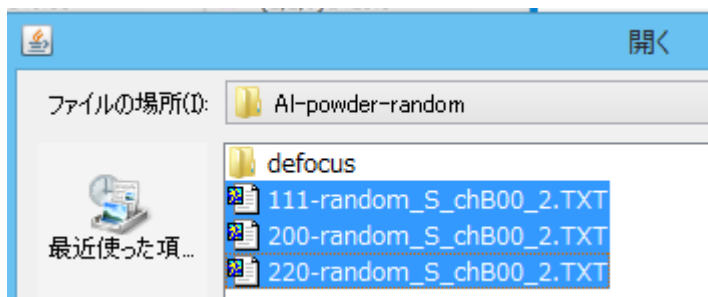
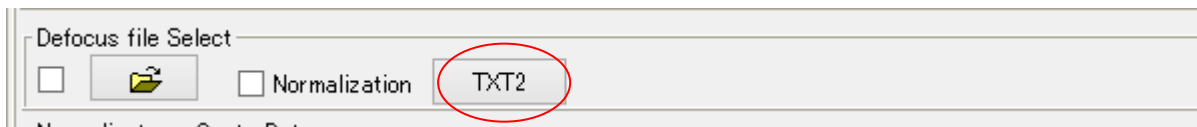
この補正は、バックグラウンドを削除して登録



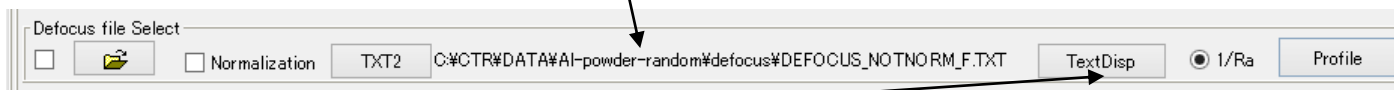
バックグラウンド削除で calc



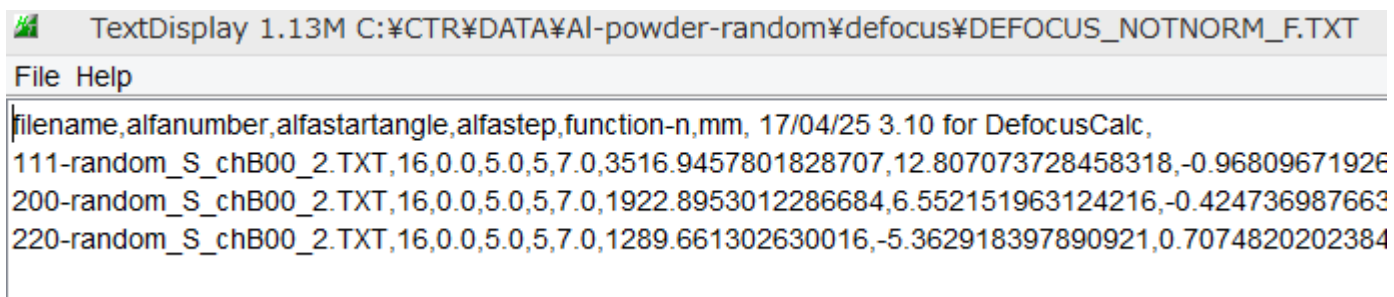
計算された TXT2 ファイルを登録



複数同時選択すると、多項式近似式が登録されます。



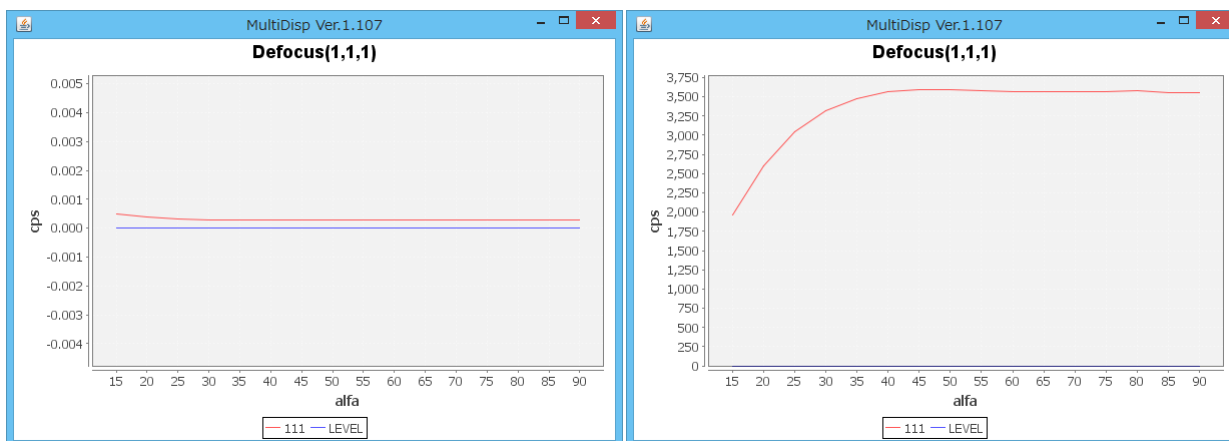
テキスト内容を表示



アルミニウム、{111}、{200}、{220} の defocus 多項式が登録されています。

{111} の近似式

{111} の測定強度



defocus 補正の場合、上記左側データを極点図に掛け合わせます。

極点図の中心より外側の強度を上げる効果があります。

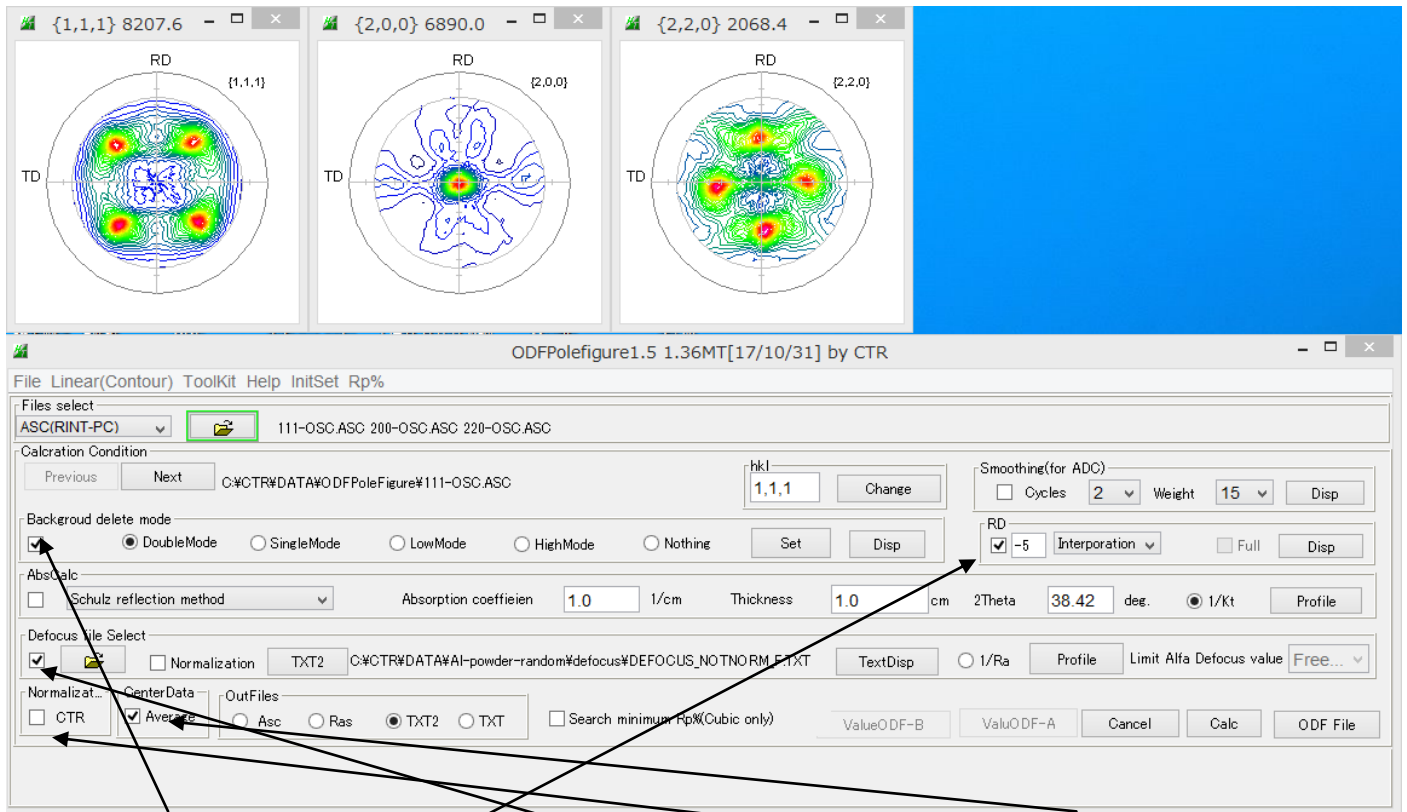
登録時規格化を行っていないので、装置を長時間使用すると、X線管球の強度低下による影響を受け実際の相対規格化値が大きくなり、配向データの計算極密度が低下します。

一定期間で、random 試料の再測定を行って下さい。

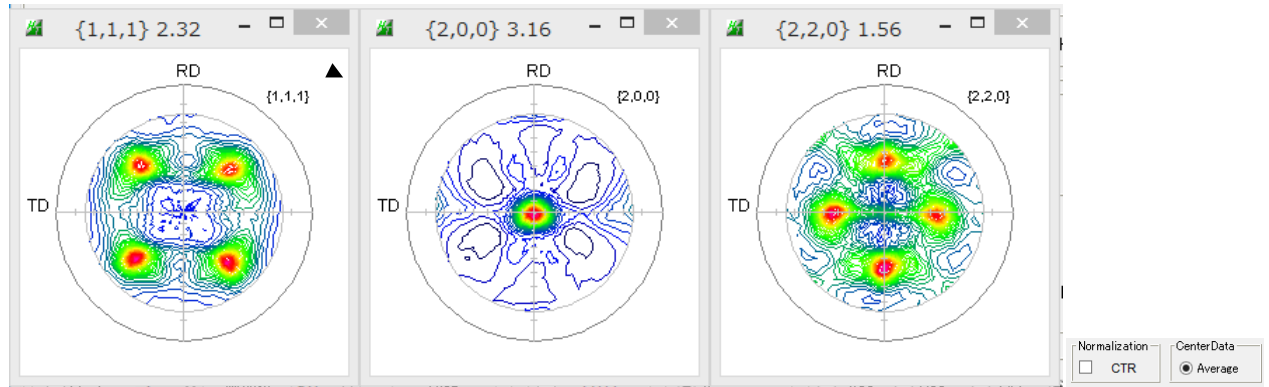
登録時規格化を行えば、問題ありません。

defocus補正

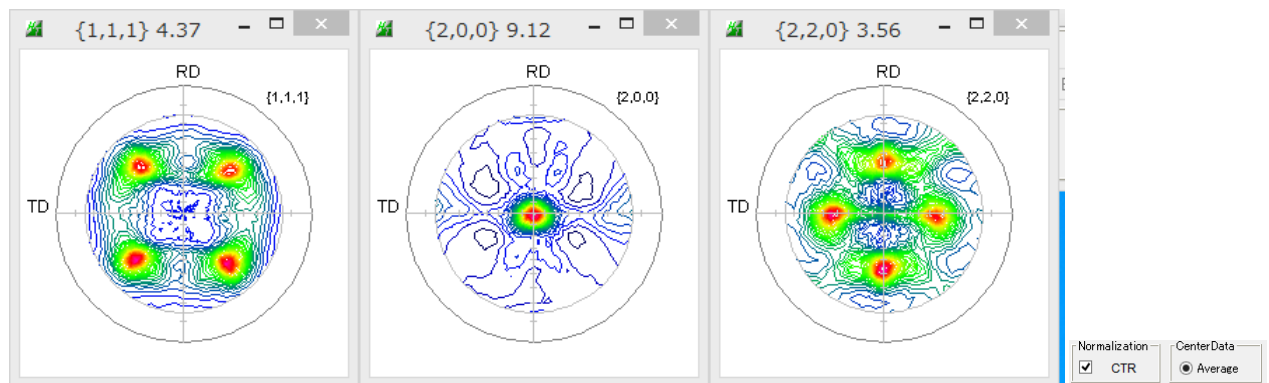
配向材料のdefocus補正



バックグラウンド削除、RD補正、defocus補正、内部規格化なし、中心強度平均で計算



内部規格化を行うと（不完全極点図なので、疑似規格化であるが）

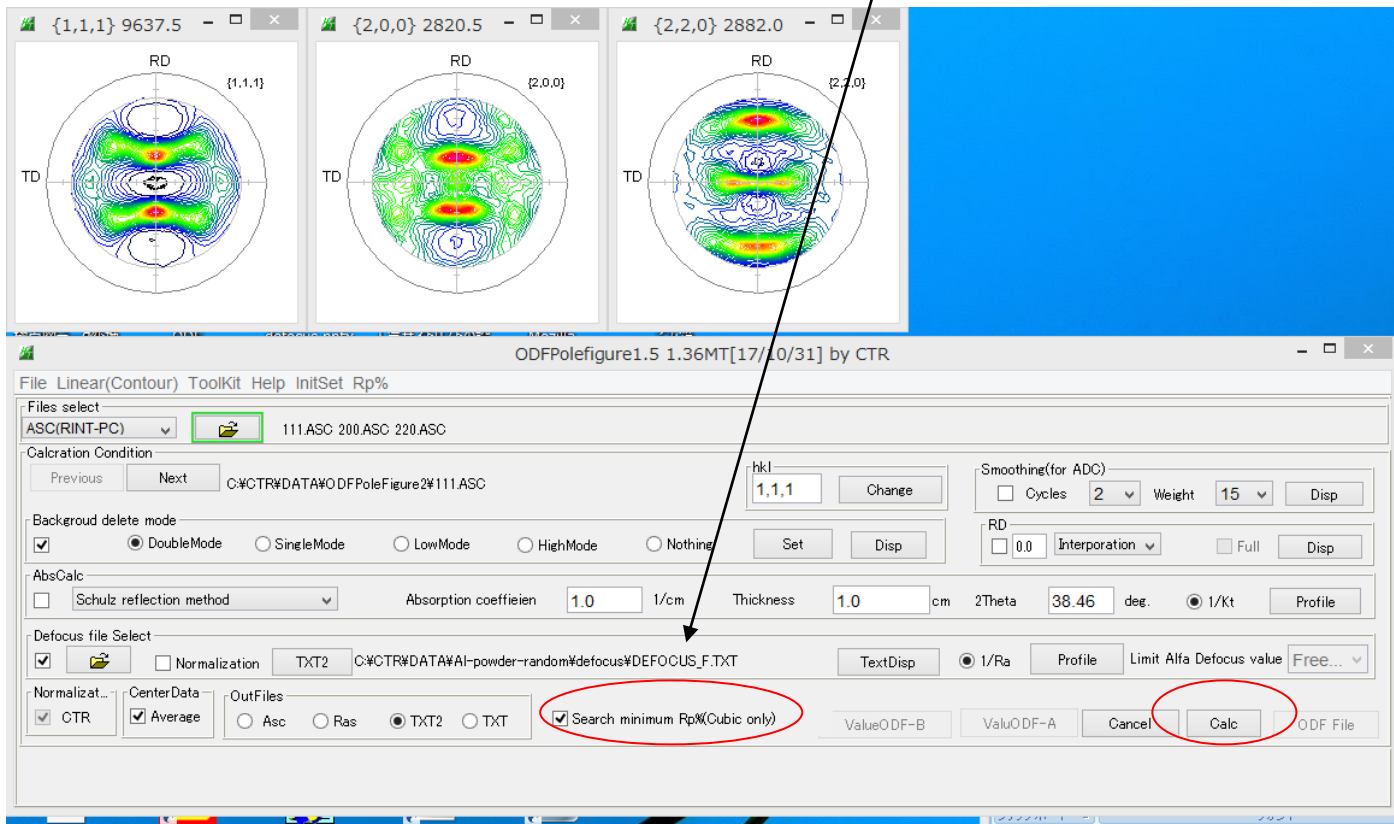


無配向試料が得られない場合のdefocus補正

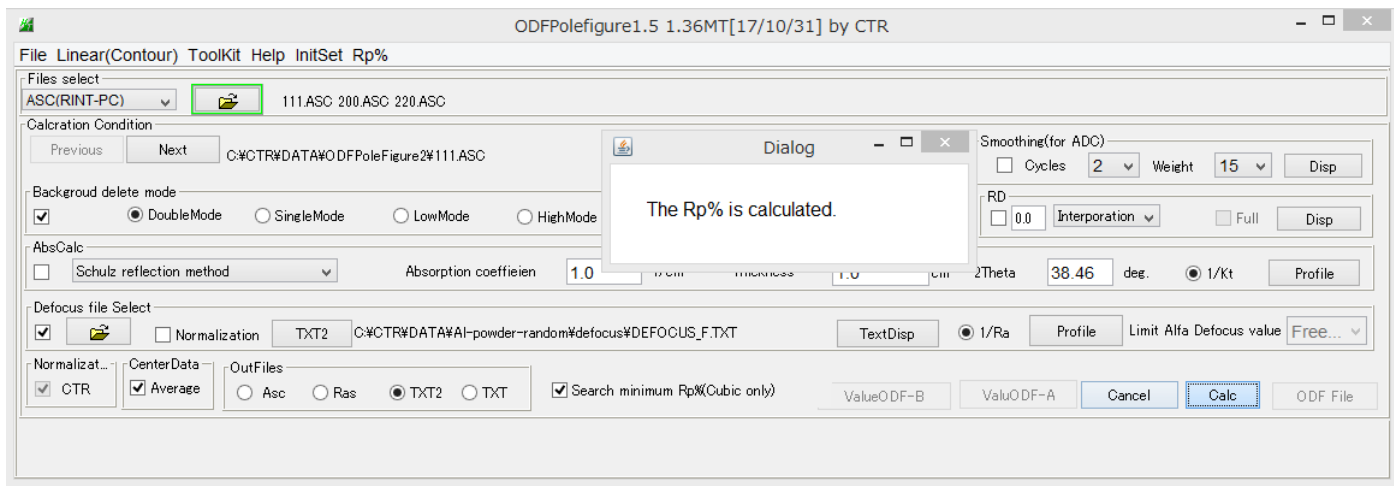
ODFPoleFigure2の内臓defocus曲線を使用してください。

Errorの最小化 (Rp%の最小化)

Cubic材料でdefocusパラメータを調整しRp%の最小化を行う。
defocusファイルは登録時規格化を行ったファイルを選択してください。



Rp%最小化を選択し、計算を開始



{1,1,1} 3.76% -> 3.11% {2,0,0} 4.28% -> 4.23% {2,2,0} 5.22% -> 4.27%

Rp%の最小化されたTXT2ファイルが作成されます。