

XRD極点図処理における *d e f o c u s* 補正と吸収補正

2019年09月24日

HelperTex Office

1. 概要
2. データベースに化学式を登録し、化学式から吸収係数を算出
3. 測定データに吸収係数と厚さが登録されていない場合
4. `defocus`補正の自動補正 (Cubic)
5. `defocus`データがない場合 (Cubic)
6. `defocus`を内部で計算の場合 (Cubic)
7. `random`試料が得られないTitaniumの解析
8. 軸配向高分子材料の厚さ計算
9. Polyethyleneの極点図、ODF図

1. 概要

XRD測定では、結晶粒の影響を軽減させるため、照射面積を広げ、平均的な方位密度測定が行われている。照射面積を広げると、試料を煽って測定する際に集中法からずれる事から、回折ピークが広がり強度変化が発生する。高分子材料の極点測定では回折に寄与する体積変化による回折強度の変化している。

このような事から、極点処理では *d e f o c u s* 補正と吸収補正が必要になります。

測定に際し、*d e f o c u s* 補正の為に、無配向試料による *r a n d o m* 測定が行われるが、完全な *r a n d o m* 試料を得ることは難しい。

高分子材料では測定時、吸収測定を行い、測定データに吸収係数を登録するが、補正が足りない傾向も見られる。

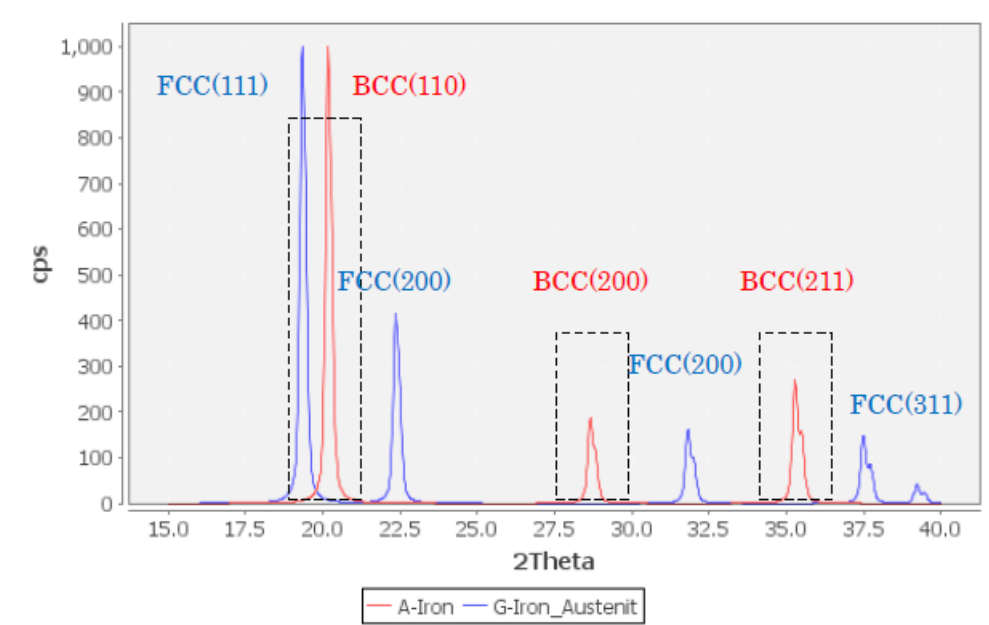
このような事から、サポートソフトウェアの補強を行った。

各種補正の目安は、*V a l u e O D F V F* の *E r r o r* プロファイル (*R p %*) が $\pm 1.5\%$ 内である。

極点データにエラーがあっても、*ODF* 解析結果はほとんどエラーを含まない。

L a b o p T e x の場合、極点図のエラーは *R p %*、*ODF* のエラーは *d R p %* として表示される。

例えば、*B C C - F e* と *F C C - F e* が含まれる材料の場合、*B C C { 1 1 1 }* に *F C C { 1 1 1 }* が重なって測定される事があります。



このような材料を測定すると *R p %* が大きくなるが、*d R p %* は小さい。*VolumeFraction* では重なりがあると、結果は小さい定量値を示す。

詳しくは、*HelperTex* サイト技術資料1の

他成分の重なりに対するODF解析	2015-02-17	FE材料のBCC,FCの方位が重なりあった極点図でODF解析	download
------------------	------------	--------------------------------	--------------------------

を参考にして下さい。

このようなケースでない場合、測定データに *d e f o c u s* 補正や吸収補正が不十分な場合

(*R p %* プロファイルが $\pm 1.5\%$ に入らない)

本資料による対策が有効になります。

2. データベースに化学式を登録し、化学式から吸収係数を算出（吸収補正の参考）

The screenshot shows the 'MaterialData 1.37T[19/10/31] by CTR' window. It features a menu bar with 'File', 'Help', and 'Disp'. Below the menu is a 'Search' section with a dropdown menu set to 'Orthorhombic' and a checkbox for 'LaboTex(a<=b<=c α<=90 β<=90 γ<=90)'. The 'Wave length' section has a dropdown menu set to '1.54056'. The 'Select' section has a dropdown menu set to 'Polyethylene.TXT' and a list of search results: '00-053-1859', 'Polyethylene', and 'Formula: (C2 H4)n'. Below the list are buttons for 'Disp', 'Cancel', and 'Return Structure'. At the bottom, there is a 'Chemical formula' section with an input field containing '(C2 H4)n' and a 'Change' button. A red box highlights the 'Chemical formula' section, and a green box highlights the 'Formula: (C2 H4)n' entry in the search results. Two arrows point from the text below to these boxes.

データベースに化学式が登録されていない場合、入力する。

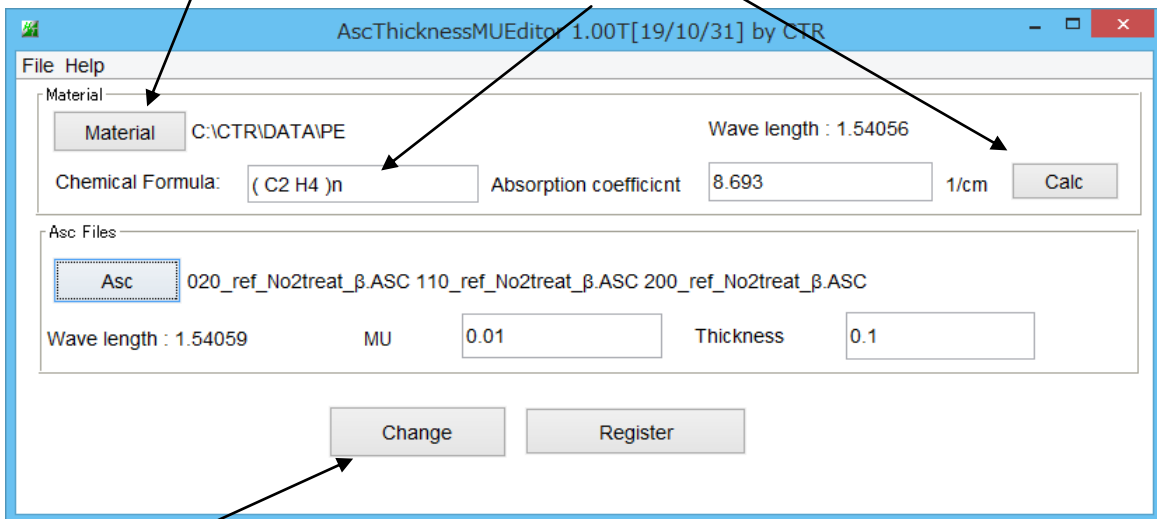
3. 測定データに吸収係数と厚さが登録されていない場合

P E測定データに間違った値が登録されている

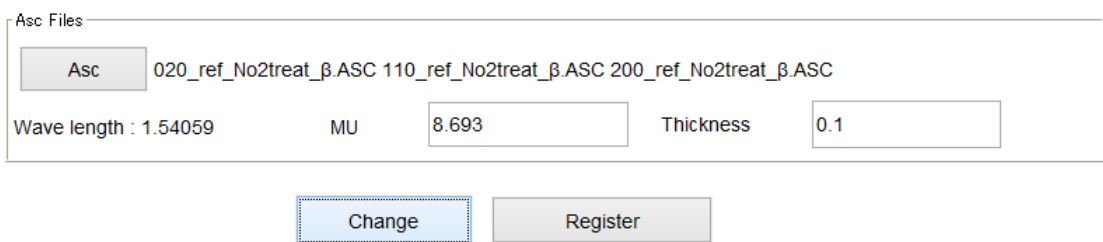
```

*TYPE           = Raw↓
*CLASS          = Polefig↓
*SAMPLE         = ↓
*COMMENT        = ↓
*FNAME         = 020_ref_No2treat_β.raw↓
*DATE          = 06-Jun-12 21:26↓
↓
*GROUP_COUNT   = 1↓
*GONIO         = SmartLab(In-plane), 0.000000↓
*ATTACHMENT     = Zステージ単独↓
*ASC           = 0, 0, 0.000000, 0.000000↓
*I_MONOCHRO    = Soller_slit_5.0deg, 0.000000↓
*FILTER        = Cu_K-beta↓
*C_MONOCHRO    = None, 0.000000↓
*SLIT_NAME     = 0, 入射スリット↓
*SLIT_NAME     = 1, 受光スリット1↓
*SLIT_NAME     = 2, 受光スリット2↓
*COUNTER       = SC-70, 0↓
*POS_FORMAT    = 0↓
*SCAN_AXIS     = beta↓
*MEAS_MODE     = Continuous Scanning↓
*TARGET        = 29↓
*XRAY_CHAR     = K-ALPHA↓
*WAVE_LENGTH1  = 1.54059↓
*WAVE_LENGTH2  = 1.54441↓
*THICKNESS     = 0, 0.1↓
*MU            = 0, 0.01↓
*SCAN_MODE     = beta↓
*SPEED_DIM     = sec./step↓
*XUNIT        = deg.↓
*YUNIT        = counts↓
    
```

材料選択で吸収係数を算出（化学式入力では Calc で算出） Cu,Mo に対応



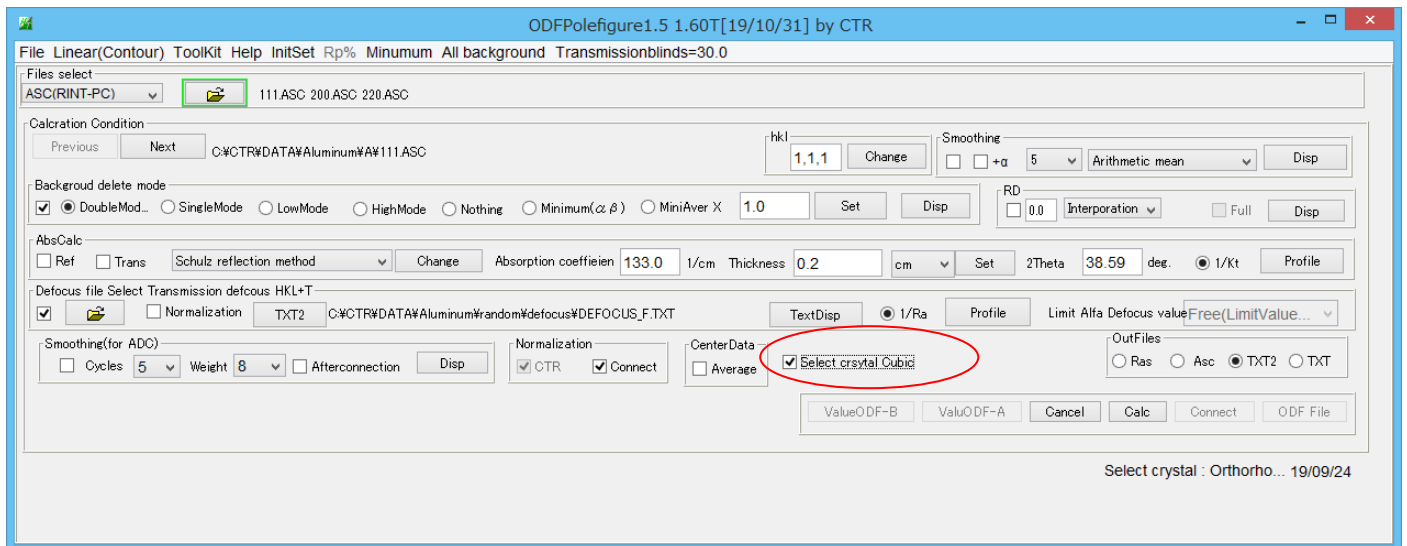
Change で一括変更します。



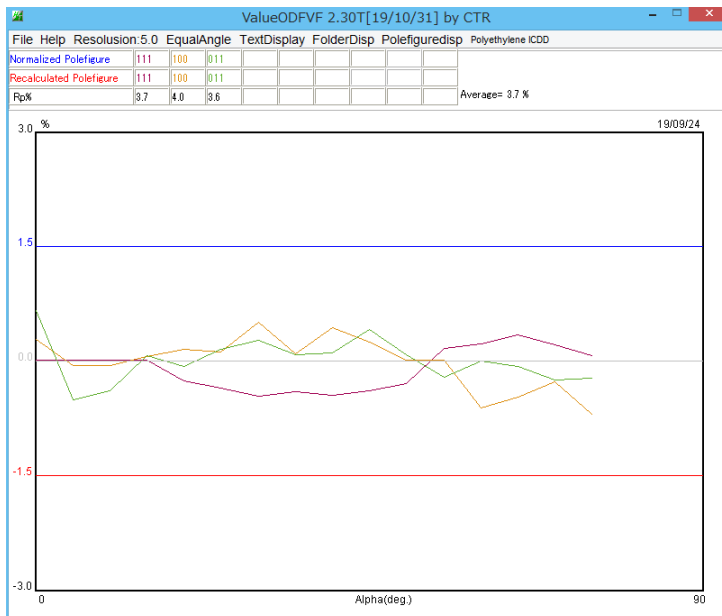
```

*XRAY_CHAR     = K-ALPHA↓
*WAVE_LENGTH1  = 1.54059↓
*WAVE_LENGTH2  = 1.54441↓
*THICKNESS     = 0, 0.1↓
*MU            = 0, 8.693↓
*SCAN_MODE     = beta↓
    
```

4. defocus補正の自動補正 (Cubic)



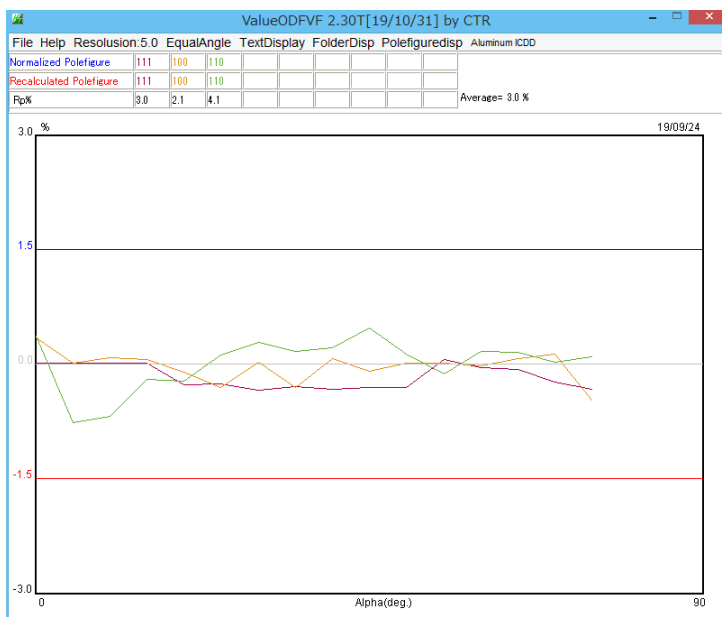
random補正結果



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	3.7	4.0	3.6

Average= 3.7 %

+再defocus補正結果

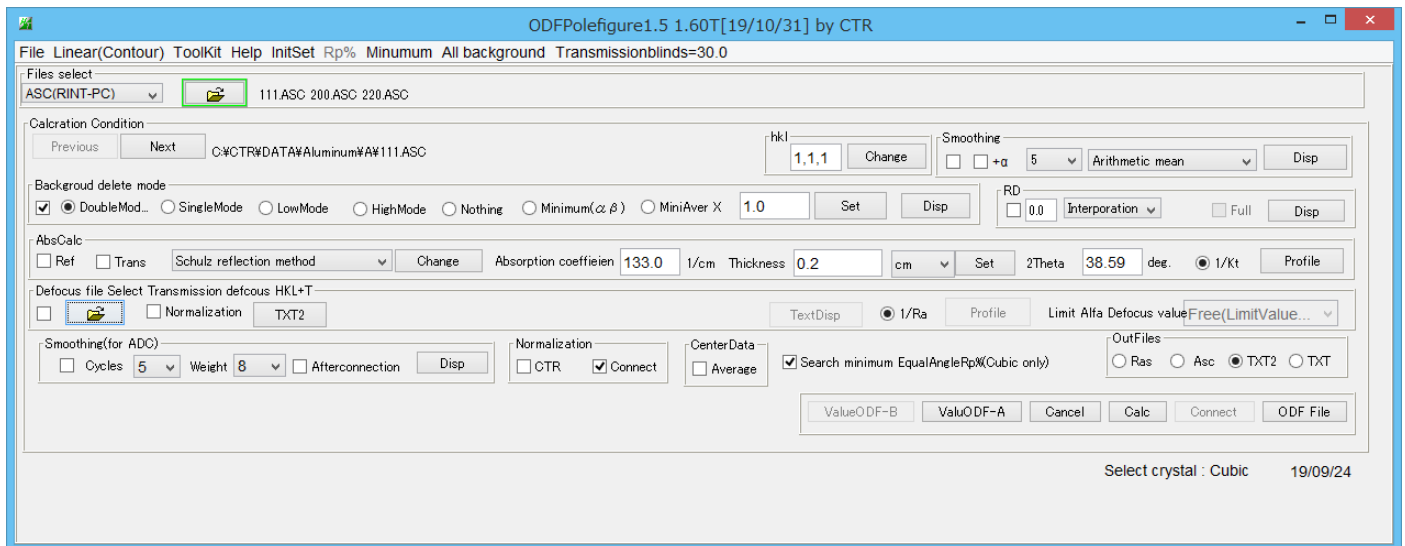


Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	3.0	2.1	4.1

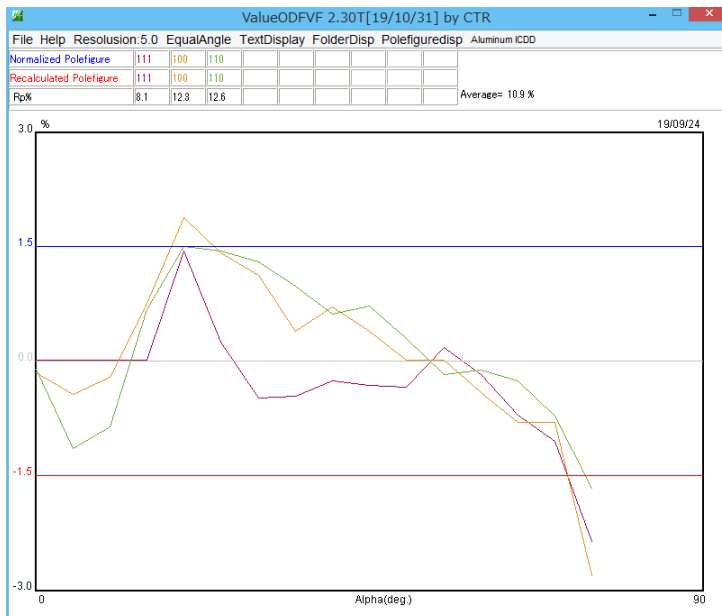
Average= 3.0 %

3.7%が3.0%に改善されます。

5. defocusデータがない場合 (Cubic)



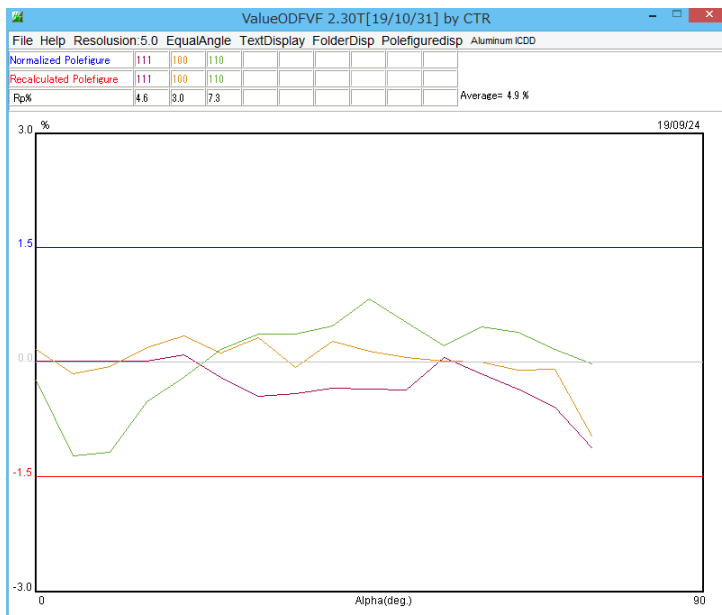
defocus補正なし (Rp%プロファイルが±1.5%オーバ)



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	8.1	12.3	12.6

Average= 10.9 %

再defocus補正結果

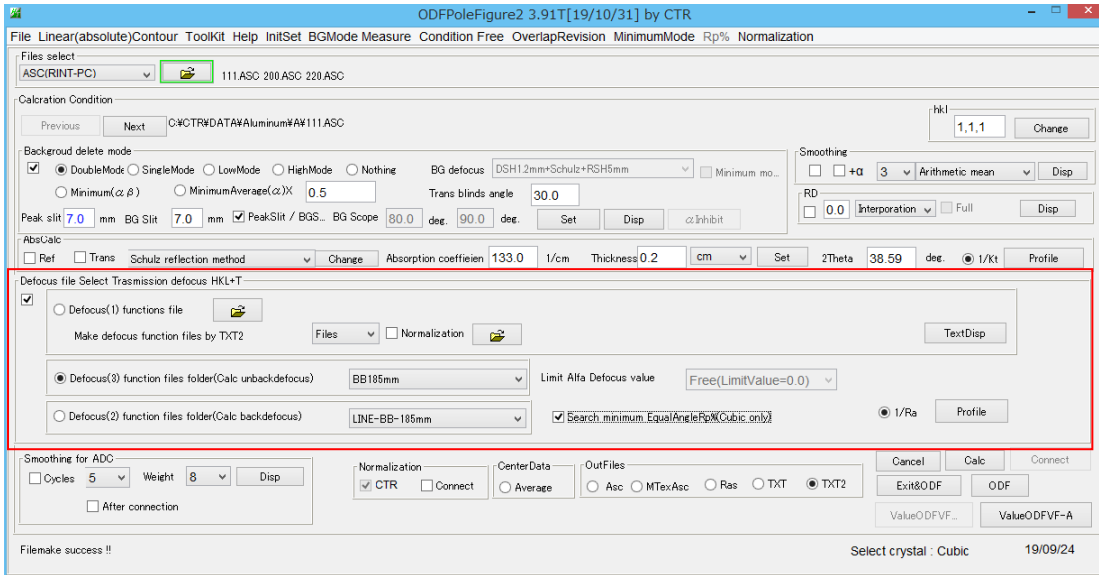


Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	4.6	3.0	7.3

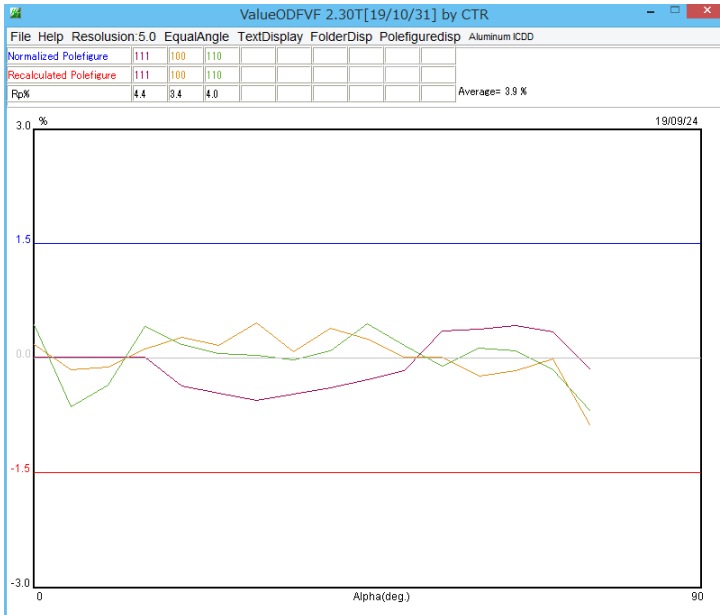
Average= 4.9 %

10.9%から4.9%の改善されます。

6. defocusを内部で計算の場合 (Cubic)



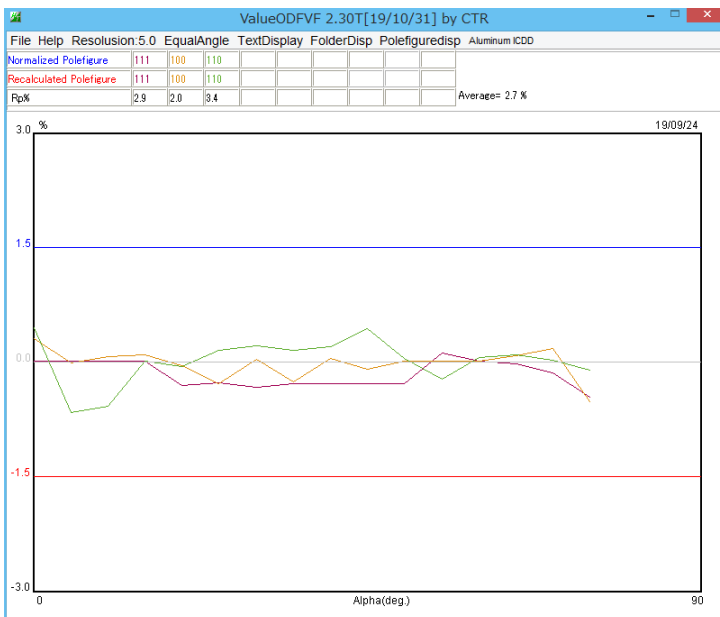
内部 defocus 補正結果



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	4.4	3.4	4.0

Average= 3.9 %

再 defocus 補正結果



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	2.9	2.0	3.4

Average= 2.7 %

3.9%から2.7%に改善

7. random試料が得られないTitaniumの解析

random試料が得られない場合、ODFPoleFigure 2ソフトウェアによる計算defocus手法で計算する。

6. defocusを内部で計算の場合と同じであるが、Hexagonalの為、再defocus機能は使えない。

計算defocusで処理したデータからODF解析を行い、再計算極点図をExportしValueODFVFソフトウェアの再defocus機能を使う。

詳細はHelperTexサイトの技術資料2

[HelperTex サイト](#)



資料内で使用しているソフトウェアは、HelperTexサイトで確認してください。■
LaboTex、TexToolsはデモソフトが使用出来ます。■
CTRソフトウェアは、フルパッケージソフトウェア、説明書、各種資料が一括download可能

日時	資料
2019/09/24	吸収補正の足りないODF解析結果を再吸収補正
2019/09/22	吸収補正しないPolyethylene極点図のODF解析比較
2019/09/22	補正の必要がないPolyethylene極点図のODF解析を比較
2019/09/17	極点図の対称操作
2019/09/16	軸配向高分子材料の試料厚を計算する
2019/09/11	最新のXRD極点データ処理
2019/09/10	各種ODFによるdefocusデータのまとめ
2019/09/10	極点処理のdefocus,再defocusデータをTexToolsで確認
2019/09/10	極点処理のdefocus,再defocusデータをStandardODFで確認
2019/09/08	ValueODFVFの再defocus機能をODFPoleFigure1.5に導入
2019/09/07	ValueODFVFの再defocus機能を10500材に適用
2019/09/06	ValueODFVFの再defocus機能を5182H18材に適用
2019/09/06	ValueODFVFの再defocus機能評価(AI-4Pole)■
2019/09/04	Titaniumに対し計算defocusと再defocusを比較
2019/09/03	random試料なしのdefocus補正をValueODFVFで実現
2019/08/10	ODF図とVolumeFractionのODF図の残差をLaboTexに表示

を参考にしてください。

8. 軸配向高分子材料の厚さ計算

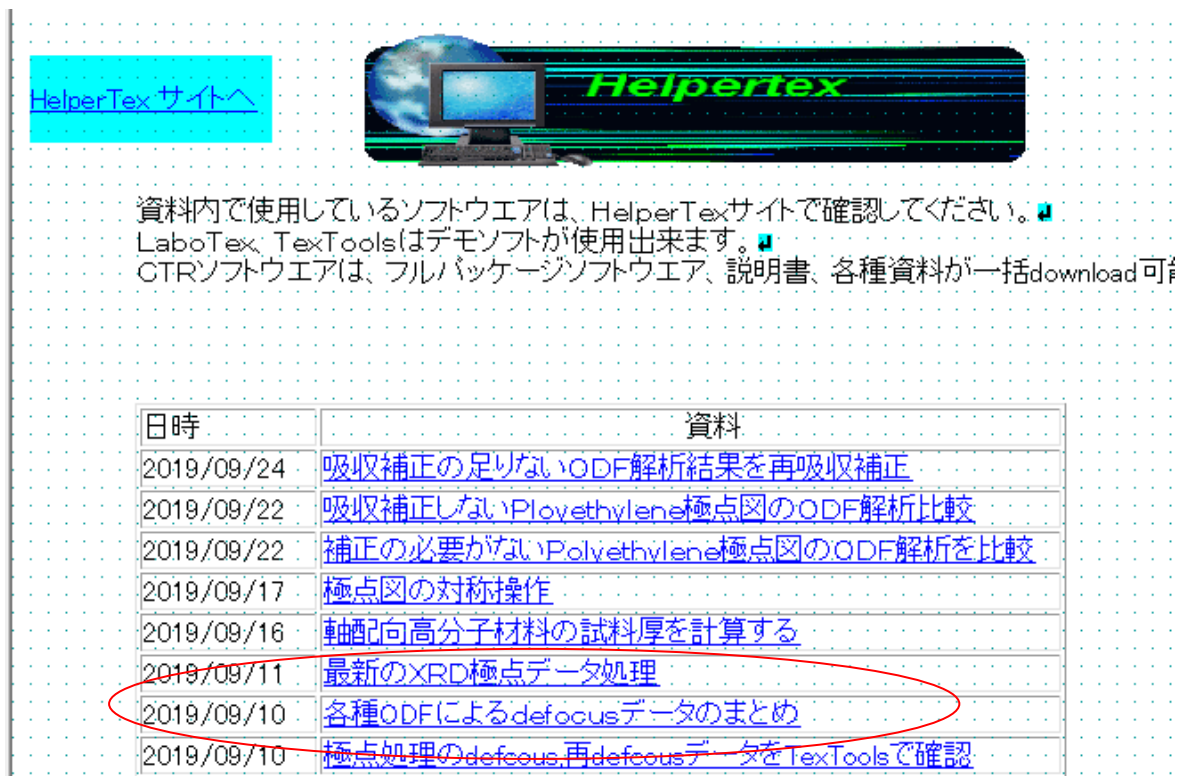
高分子材料の場合、吸収の影響により補正結果が大幅に異なります。

X線を使って材料の吸収を計算しても、実際にODF解析時に測定エラーが存在していることがValueODFVFのRp%プロファイルで確認できます。

エラーにはdefocusも含まれている可能性があります。

もし、軸配向材料極点図に極が出現し帯状にならない場合、極点図の帯がTD軸（RD軸）に平行な極点図を選び解析することで材料の厚さが計算できます。

HelperTexサイトの技術資料2を参考にして下さい。



HelperTex サイトへ

HelperTex

資料内で使用しているソフトウェアは、HelperTexサイトで確認してください。■
LaboTex、TexToolsはデモソフトが使用出来ます。■
CTRソフトウェアは、フルパッケージソフトウェア、説明書、各種資料が一括download可能


日時	資料
2019/09/24	吸収補正の足りないODF解析結果を再吸収補正
2019/09/22	吸収補正しないPolyethylene極点図のODF解析比較
2019/09/22	補正の必要がないPolyethylene極点図のODF解析を比較
2019/09/17	極点図の対称操作
2019/09/16	軸配向高分子材料の試料厚を計算する
2019/09/11	最新のXRD極点データ処理
2019/09/10	各種ODFによるdefocusデータのまとめ
2019/09/10	極点処理のdefocus,再defocusデータをTexToolsで確認

9. Polyethyleneの極点図、ODF図

高分子材料の吸収補正（defocusを含む）を考慮するために、Errorをほとんど含まない極点図、ODF図を作成、次に吸収補正が必要な極点図、ODF図を作成し比較を行った。

HelperTexサイト技術資料2

[HelperTex サイトへ](#)



資料内で使用しているソフトウェアは、HelperTexサイトで確認してください。■
LaboTex、TexToolsはデモソフトが使用出来ます。■
CTRソフトウェアは、フルパッケージソフトウェア、説明書、各種資料が一括download可能

日時	資料
2019/09/24	吸収補正の足りないODF解析結果を再吸収補正
2019/09/22	吸収補正しないPolyethylene極点図のODF解析比較
2019/09/22	補正の必要がないPolyethylene極点図のODF解析を比較


この吸収補正されていない極点図のODF解析結果から

Errorの補正曲線を作成（再defocus機能）から補正極点図を計算し
入力極点図に吸収補正を行って、補正極点図に近い $\mu * t$ を計算する。

この $\mu * t$ で入力極点図を再補正を行いODF入力する。

この処理は

[HelperTex サイトへ](#)



資料内で使用しているソフトウェアは、HelperTexサイトで確認してください。■
LaboTex、TexToolsはデモソフトが使用出来ます。■
CTRソフトウェアは、フルパッケージソフトウェア、説明書、各種資料が一括download可能

日時	資料
2019/09/24	吸収補正の足りないODF解析結果を再吸収補正
2019/09/22	吸収補正しないPolyethylene極点図のODF解析比較
2019/09/22	補正の必要がないPolyethylene極点図のODF解析を比較

を参考にして下さい。