

ブラックボックスではない正極点処理

2019年12月04日

HelperTex Office

1. 概要
2. 極点データ処理
3. 状況
 3. 1 バックグラウンド
 3. 1. 1 凸凹
 3. 1. 2 極点図中心部分の盛り上がり
 3. 1. 3 外周部分の盛り上がり
 3. 2 データの凸凹
 3. 3 吸収
 3. 4 d e f o c u s
4. ODF Pole Figure によるバックグラウンド対策
 4. 1 凸凹対策
 4. 2 極点図の中心付近の盛り上がり対策
 4. 3 外周付近の盛り上がり
 4. 4 各種機能で対応できない場合
5. 計算 d e f o c u s
6. データの凸凹
7. 1 軸配向の吸収補正係数を求める
8. 測定された r a n d o m 極点図から理論的な d e f o c u s 補正曲線を求める
9. 理論的な d e f o c u s 補正曲線による最適化 R_p%による極点処理の精密化
10. 各種 ODF 向けデータ作成
11. 各種 ODF 解析結果の R_p% プロファイル評価
12. 各種 ODF 解析結果の極点図評価
13. 各種 ODF 解析結果の逆極点図評価

1. 概要

極点測定データの処理を行う極点処理は測定データである極点データ、バックグラウンドデータ `defocus` データだけではなく、材料の厚さ、材料の形状、測定光学系、測定条件、測定波長などにより、処理条件を考慮する必要があります。機械的に処理を行ってもよい結果は得られません。集合組織の測定では、XRDとEBSDがありますが、XRDでは、EBSDに比べ広域の測定が特徴で代表的な測定は、Schulzの反射法です。圧延材などでは材料の表面を研磨し加工集合組織を取り除き測定を行います。粒径が大きい場合、揺動機能を使い平均的な極点図を測定します。更に、回折線以外のバックグラウンドを変動の少ない条件で測定を行う。測定データには測定Errorが含まれています。このErrorを検出し修正をして解析を行います。以下にODFPoleFigureソフトウェアによるデータ処理を説明します。

2. 極点データ処理

The screenshot shows the ODFPolefigure1.5.1.63 software interface. The window title is "ODFPolefigure1.5.1.63 by CTR PDuser ctr helpertex". The interface includes a menu bar (File, Linear(3D), Toolkit, Help, InitSet, Rp%, Minimum, All background, Transmissionblinds=30.0) and a toolbar. The main area contains several panels: "Files select" (with a file browser icon), "Calculation Condition" (Previous, Next, hkl: 0,0,0), "Background delete mode" (DoubleMod, SingleMode, LowMode, HighMode, Nothing, Minimum($\alpha\beta$), MiniAver X, 0.5), "AbsCalc" (Ref, Trans, Schulz reflection method, Absorption coefficient: 133.0, Thickness: 0.2, cm, 2theta: 0.0, deg, 1/Kt), "Defocus file Select" (Normalization, Polynomialdegr.: 0, TenckhoffFitting, TXT2), "Smoothing(for ADC)" (Cycles: 2, Weight: 15, Afterconnection), "Normalization" (CTR, Connect, Average), "CenterData", "Search minimum EqualAngleRp%(Cubic only)", "OutFiles" (Ras, Asc, TXT2, TXT), "Cancel", "Calc", "Connect", "ODF File", "Select crystal: Monoclinic 19/12/02").

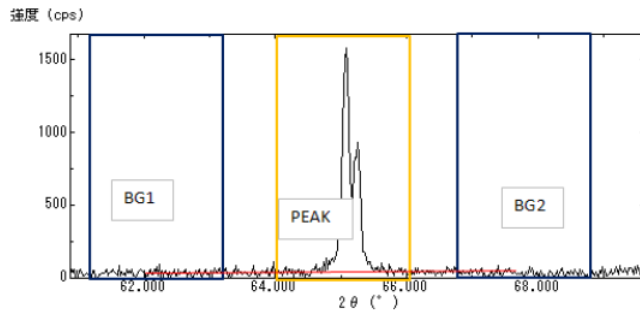
Annotations with arrows point to specific features:

- Red box around "Files select" and "Background delete mode" with arrow pointing to "データ入力" (Data input).
- Red box around "Background delete mode" with arrow pointing to "バックグラウンド" (Background).
- Green box around "AbsCalc" with arrow pointing to "defocus".
- Yellow box around "Smoothing(for ADC)" with arrow pointing to "平滑化" (Smoothing).
- Blue box around "Normalization" with arrow pointing to "規格化" (Normalization).
- Yellow box around "Smoothing" and "RD" with arrow pointing to "平滑化" (Smoothing).
- Yellow box around "RD" with arrow pointing to "RD 補正" (RD correction).
- Yellow box around "OutFiles" with arrow pointing to "Rp%改善" (Rp% improvement).

The screenshot shows the ODFPoleFigure2 3.94 software interface. The window title is "ODFPoleFigure2 3.94 by CTR PDuser ctr helpertex". The interface includes a menu bar (File, Linear(absolute)3D, Toolkit, Help, InitSet, BGMode, Measure, Condition Free, OverlapRevision, MinimumMode, Rp%, Normalization) and a toolbar. The main area contains several panels: "Files select" (with a file browser icon), "Calculation Condition" (Previous, Next, hkl: 0,0,0), "Background delete mode" (DoubleMode, SingleMode, LowMode, HighMode, Nothing, Minimum($\alpha\beta$), MinimumAverage(α)X, 0.5, BG defocus: DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm, Minimum mo...), "Peak slit" (7.0 mm), "BG Slit" (7.0 mm), "PeakSlit / BGS..." (checked), "BG Scope" (80 deg, 90 deg), "Set", "Disp", " α Inhibit", "Smoothing" (+ α : 3, Arithmetic mean, Disp), "RD" (0.0, Interpolation, Full, Disp), "AbsCalc" (Ref, Trans, Schulz reflection method, Absorption coefficient: 300.0, Thickness: 0.1, cm, 2Theta: 0.0, deg, 1/Kt), "Defocus file Select" (Transmission defocus, HKL+T, Defocus(1) functions file, Make defocus function files by TXT2, Files, Normalization, degree of a polynomial: 0, TenckhoffFitting, TextDisp, Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus): BB185mm, Limit Alfa Defocus value: Free(LimitValue=0.0), Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus): DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm, Search minimum Equal Angle Rp%(Cubic only), 1/Ra, Profile), "Smoothing for ADC" (Cycles: 5, Weight: 7, Disp, After connection), "Normalization" (CTR, Connect, Average), "CenterData", "OutFiles" (Asc, MTexAsc, Ras, TXT, TXT2), "Cancel", "Calc", "Connect", "Exit&ODF", "ODF", "ValueODFVF-B", "ValueODFVF-A", "Select crystal: Monoclinic 19/12/02").

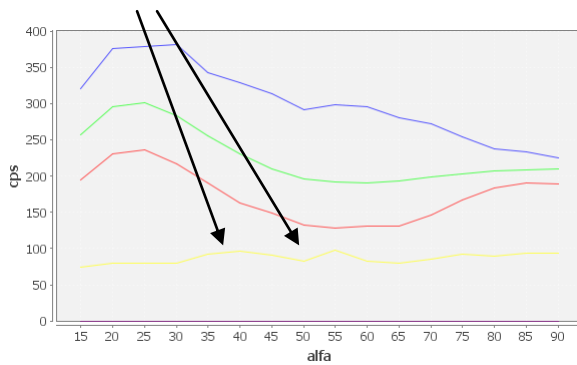
3. 状況

3. 1 バックグラウンド

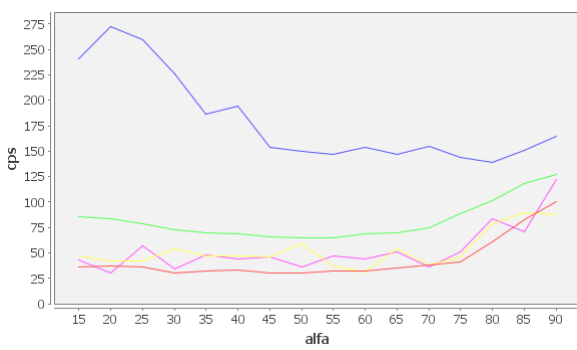


バックグラウンドはピークの影響を受けない 2θ 角度で β 方向の最小な値を α 方向のプロファイルとして求めるが、実際に測定すると、凸凹や極点図の中心付近や周辺部分の盛り上がりが測定されることがあります。

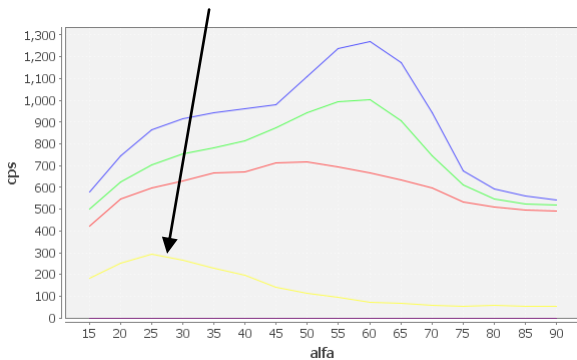
3. 1. 1 凸凹



3. 1. 2 極点図中心部分の盛り上がり



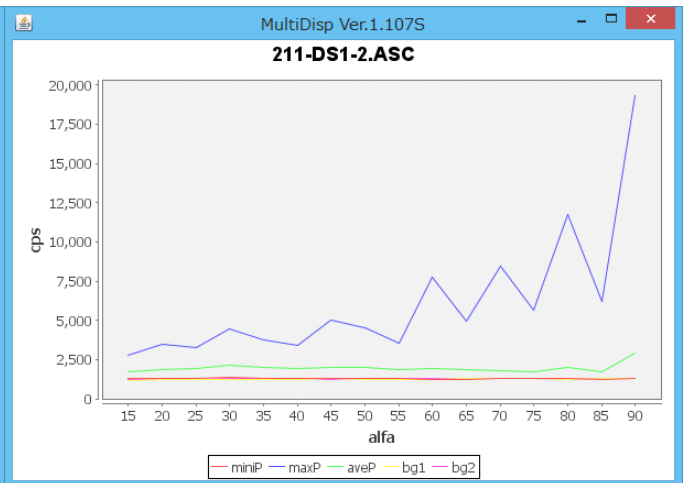
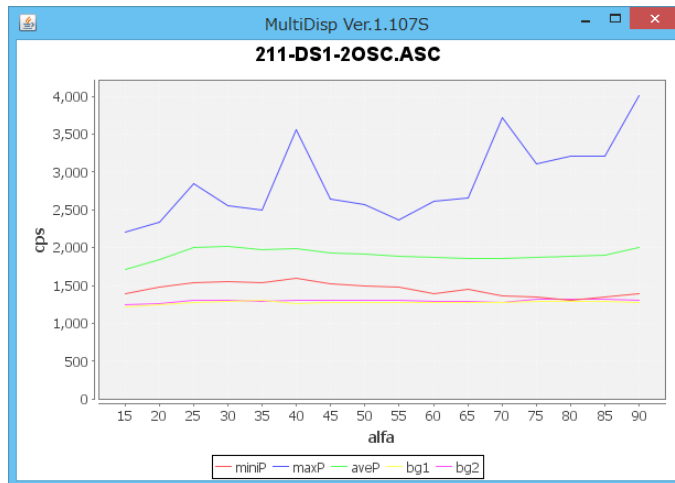
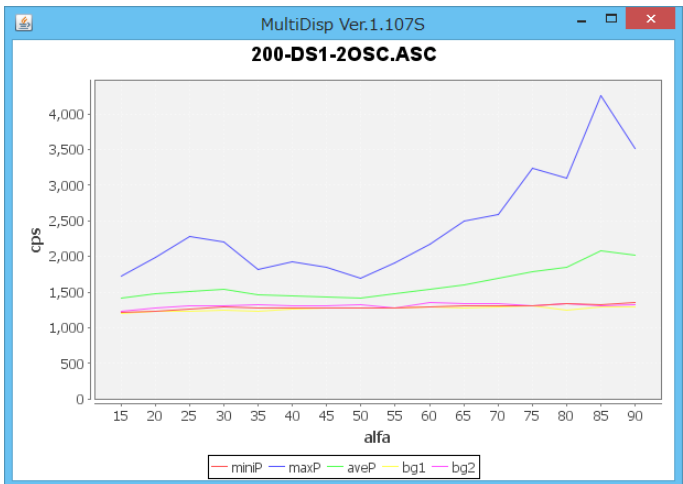
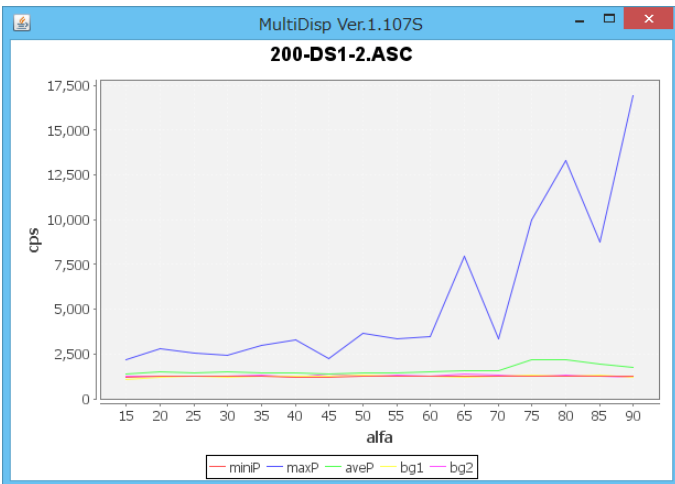
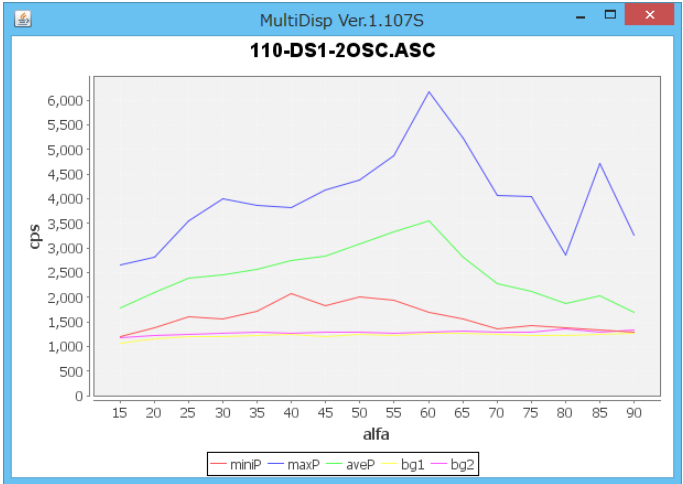
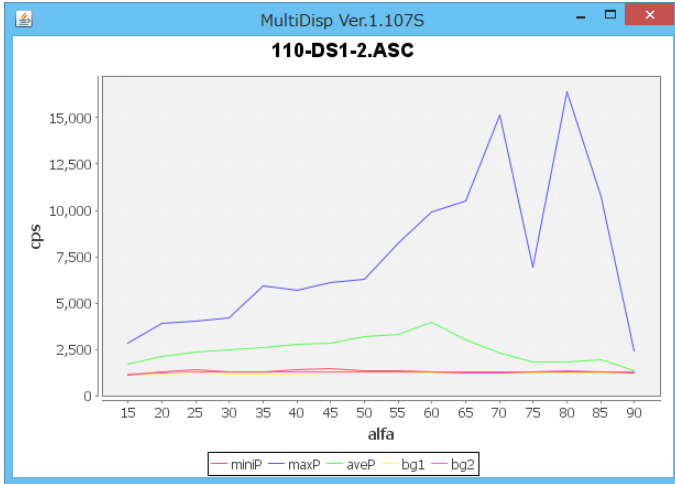
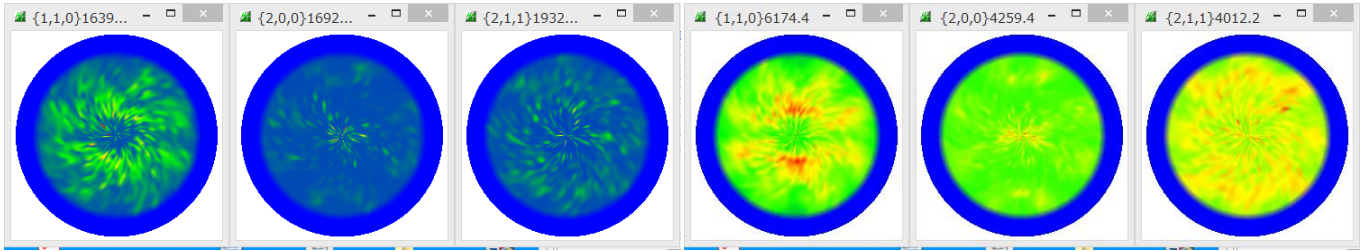
3. 1. 3 外周部分の盛り上がり



3. 2データの凸凹

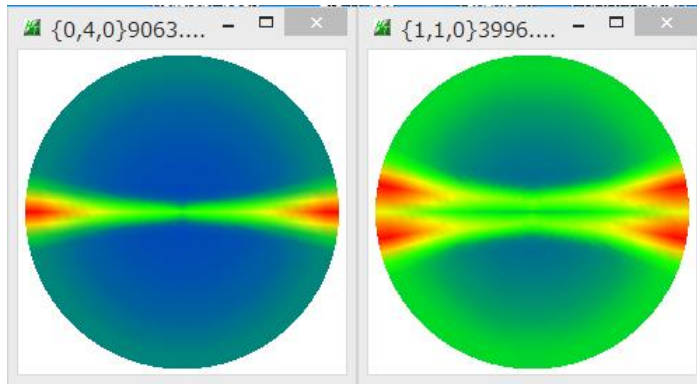
揺動なし

揺動あり



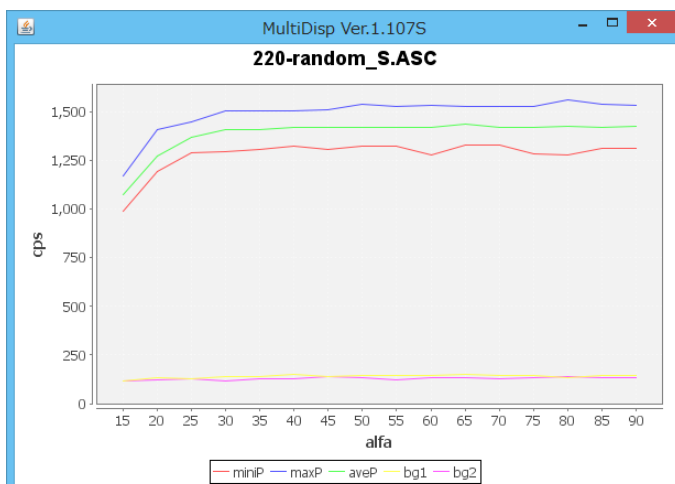
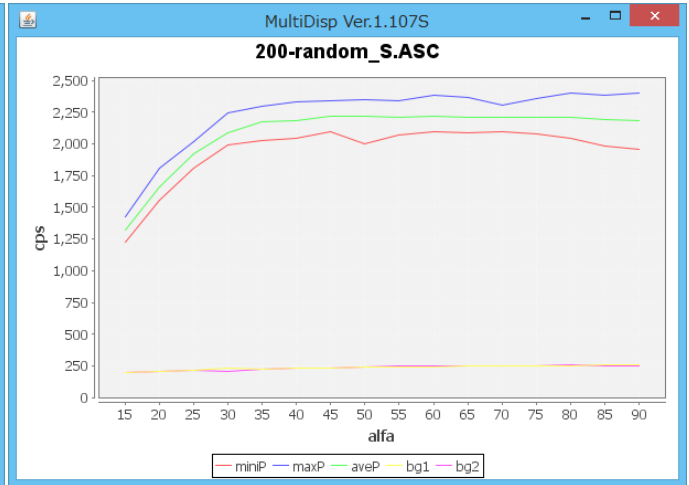
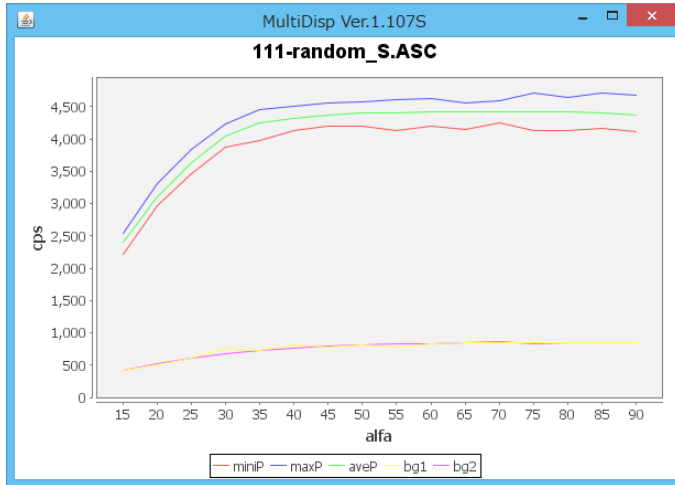
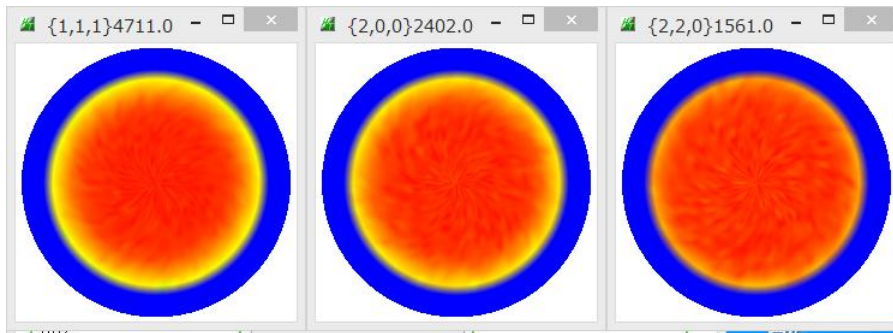
3. 3 吸収

1 軸配向の極点図



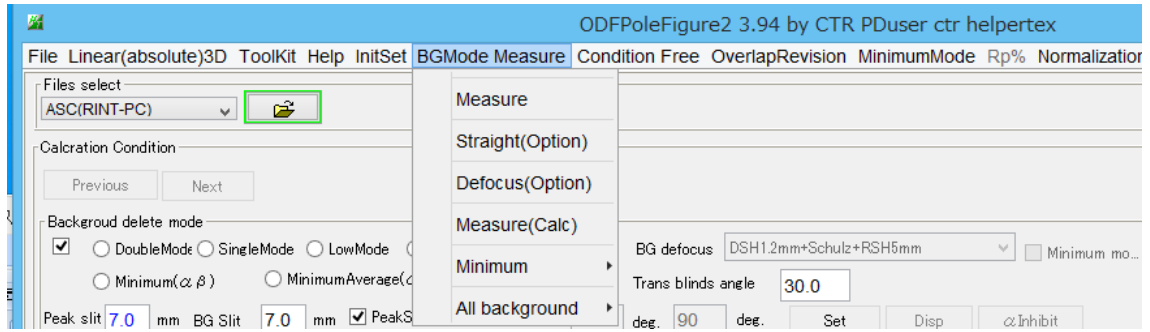
3. 4 defocus

randomデータ



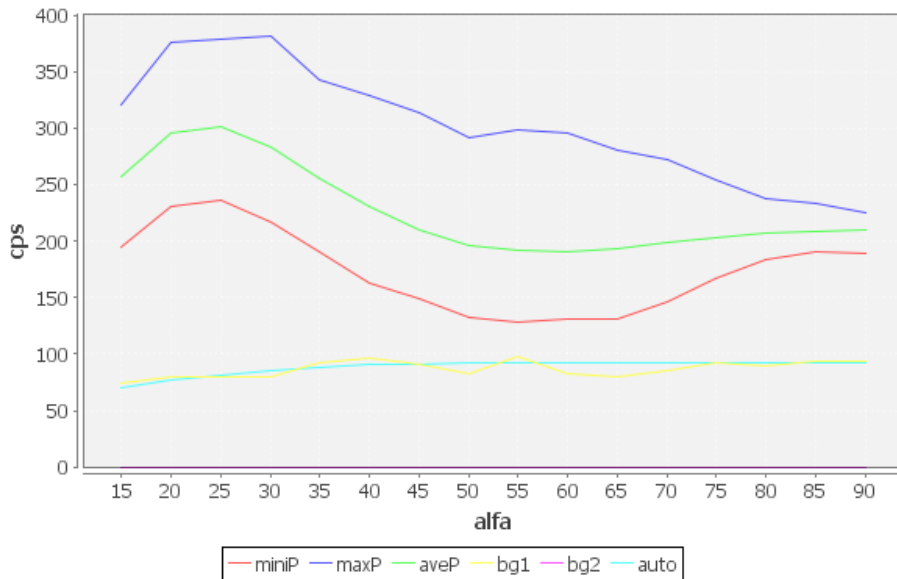
4. ODF Pole Figure によるバックグラウンド対策

バックグラウンドの各種編集により対応します。



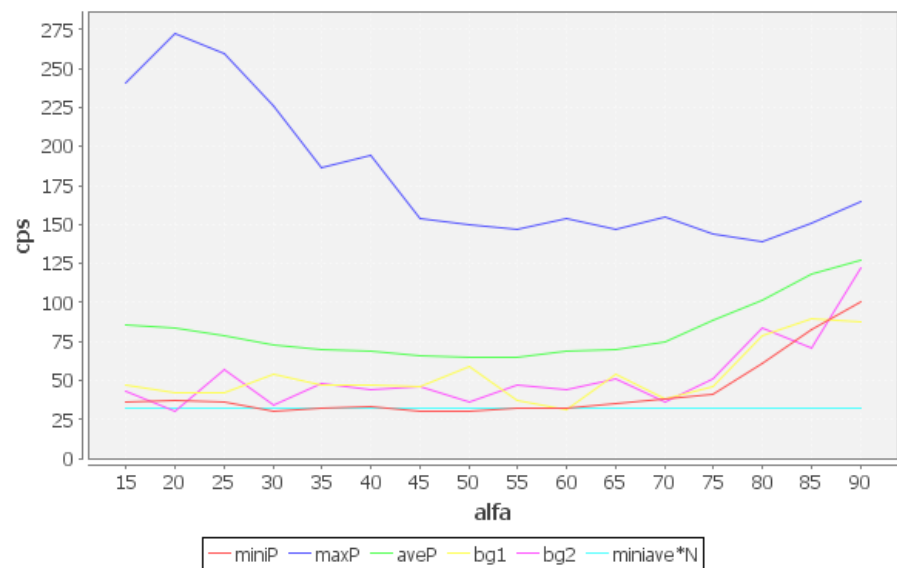
4. 1 凸凹対策

バックグラウンドも $d e f o c u s$ の影響を受けるので、Defocus バックグラウンドを Fitting する。黄色のバックグラウンドが水色の Fitting バックグラウンドに修正されます。(黄色→水色)



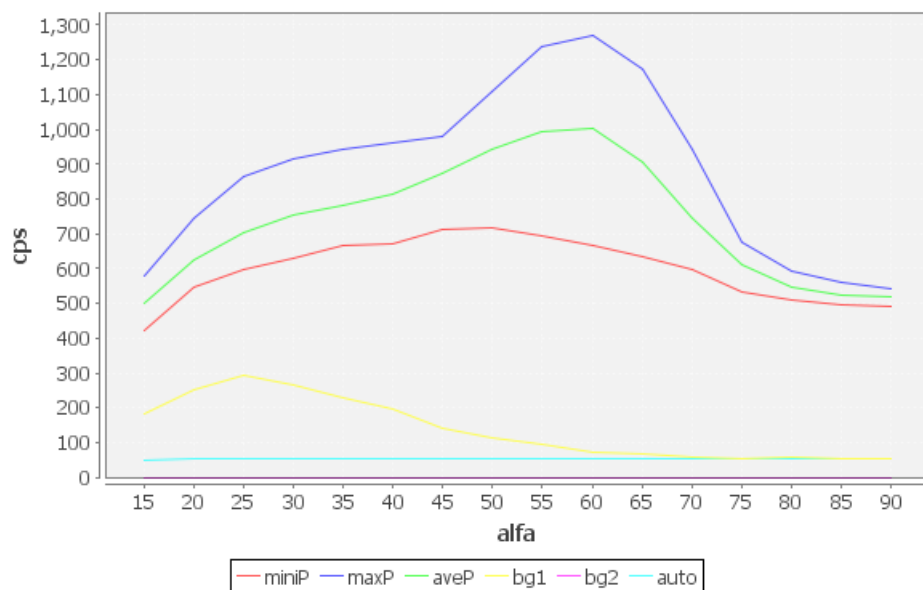
4. 2 極点図の中心付近の盛り上がり対策

ピークの最小値を考慮したバックグラウンドに修正 (黄色、紫→水色へ)



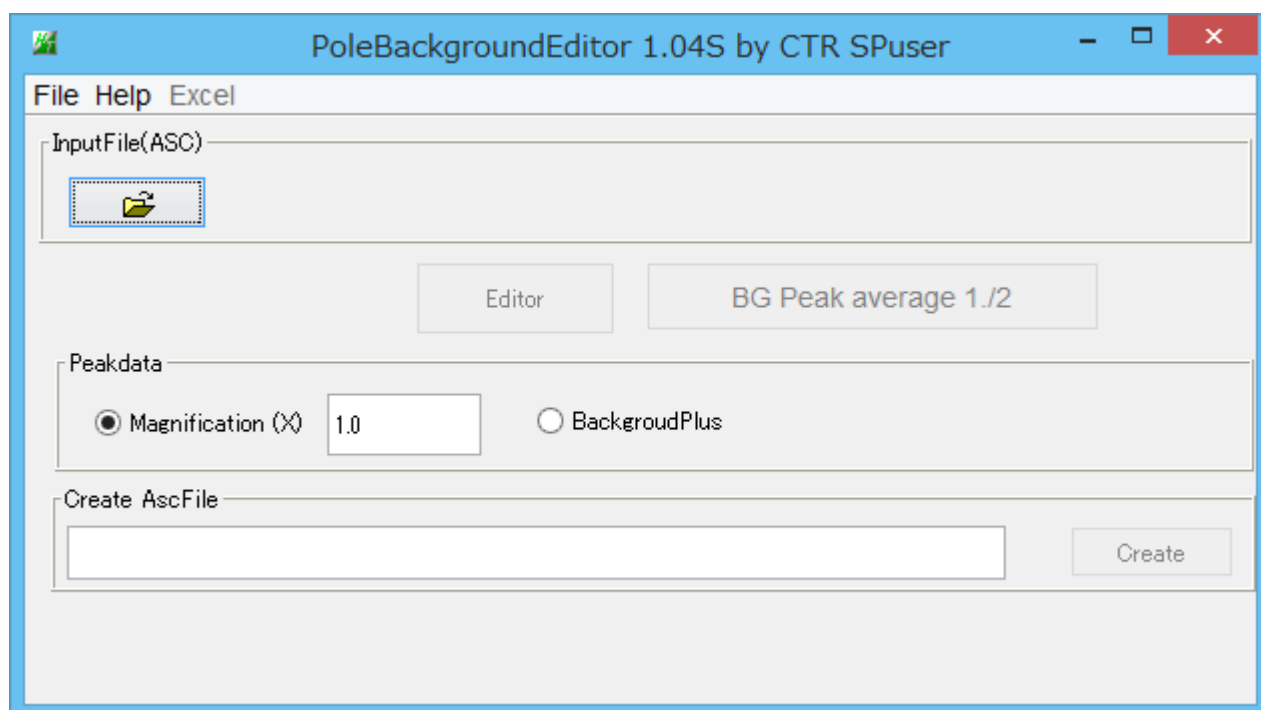
4. 3外周付近の盛り上がり

defocusモードでFitting (黄色→水色)



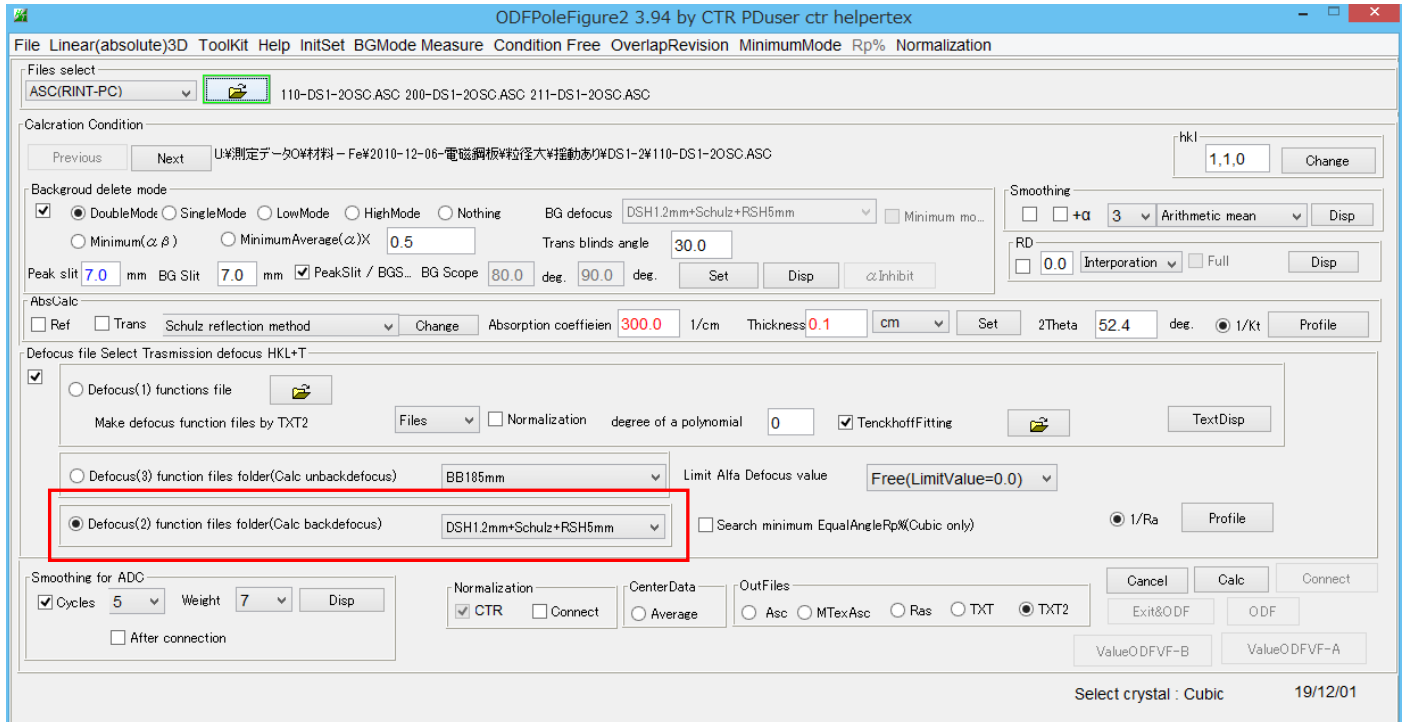
4. 4 各種機能で対応できない場合

バックグラウンドデータの直接編集を行う。

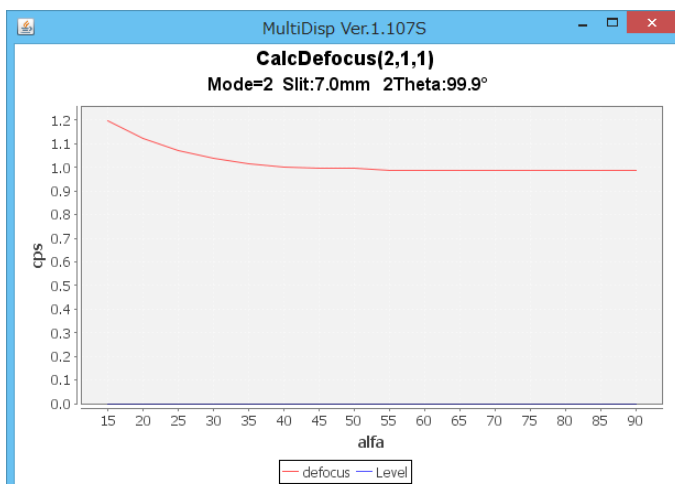
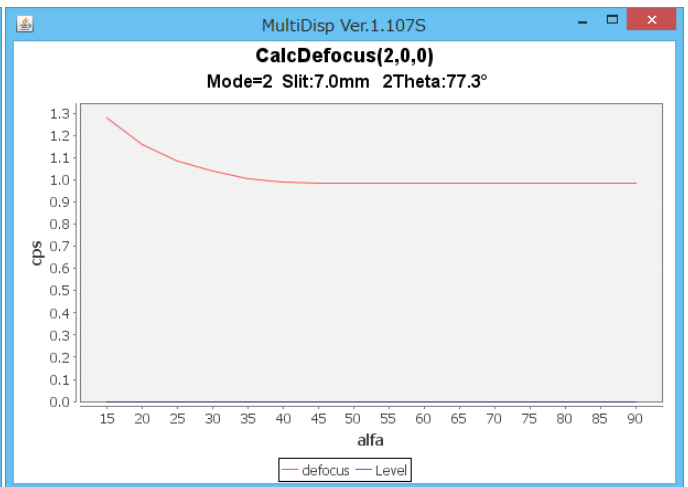
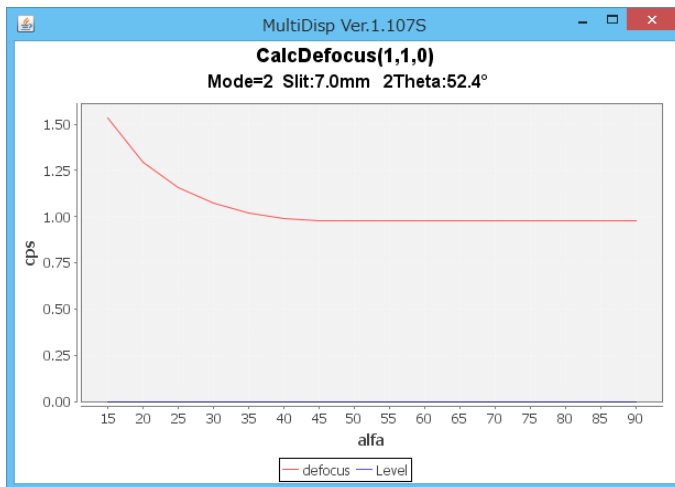


5. 計算 defocus

random試料が得難い材料の場合、計算による defocus 補正が行えます。

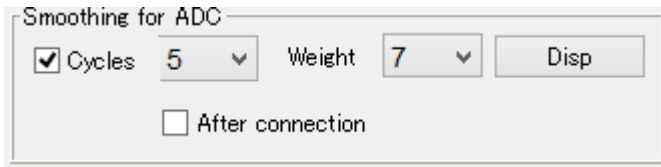


計算 defocus 補正曲線

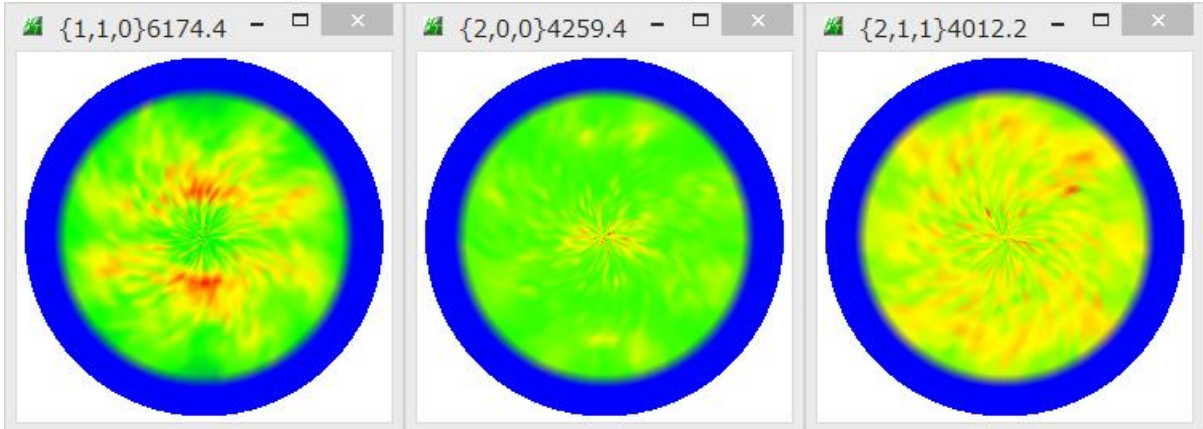


6. データの凸凹

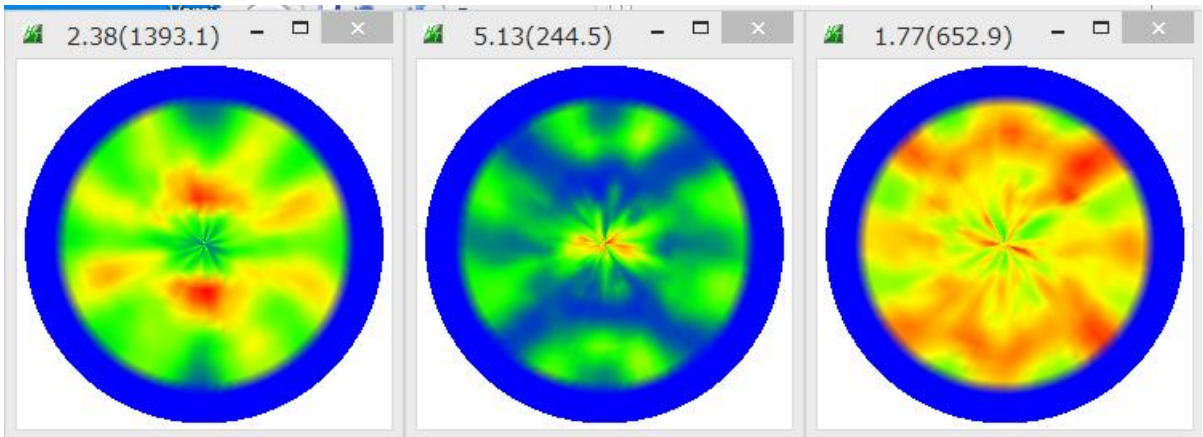
強力な平滑化によりデータ編集



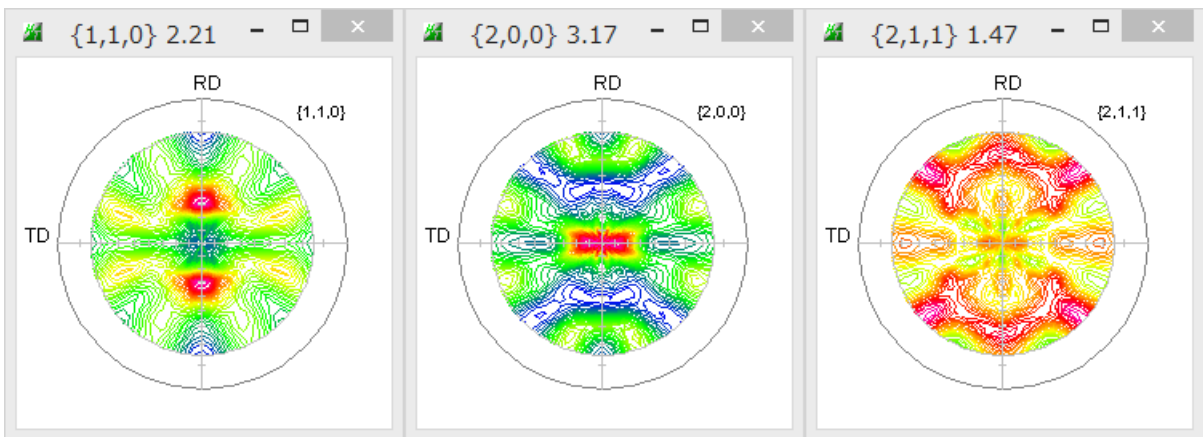
入力データ



バックグラウンド除去、計算 $d e f o c u s$ 補正
平滑化 (Cycles=5, Weight=7)



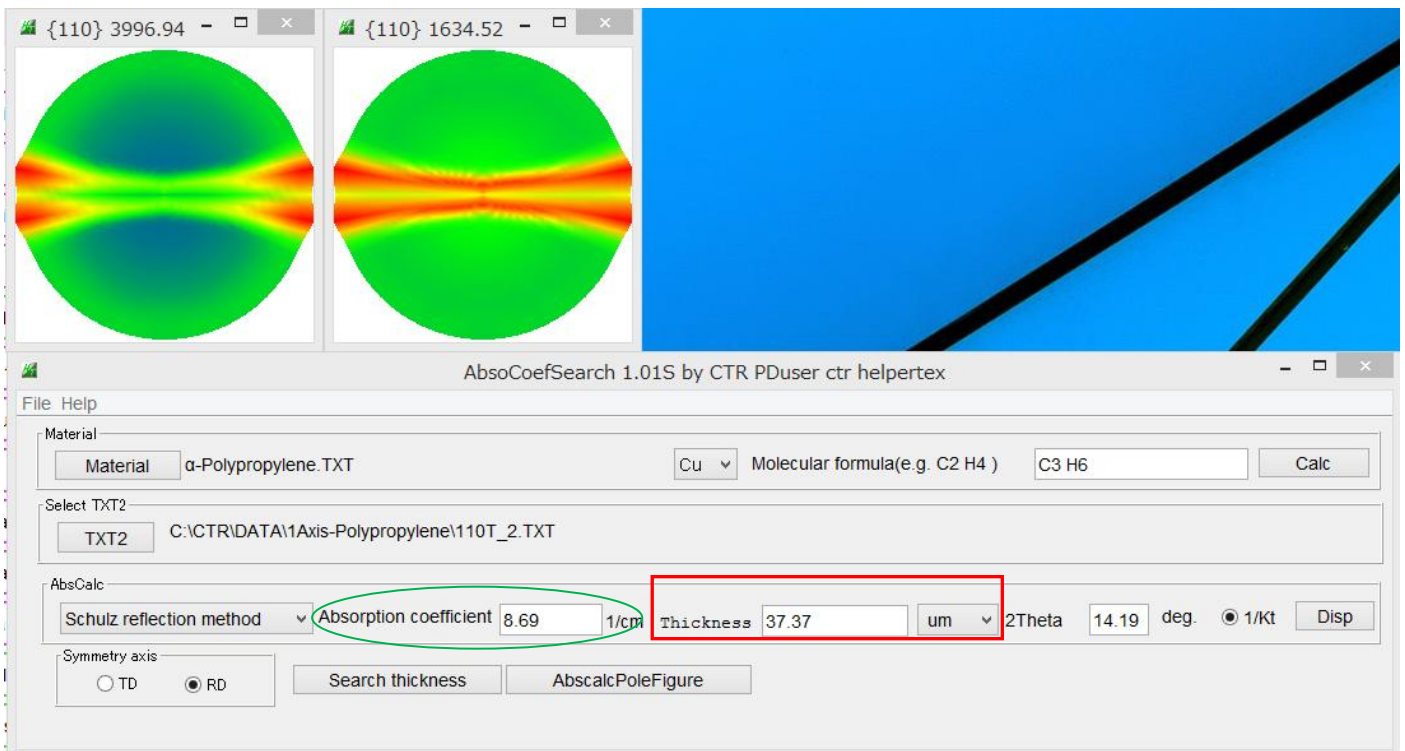
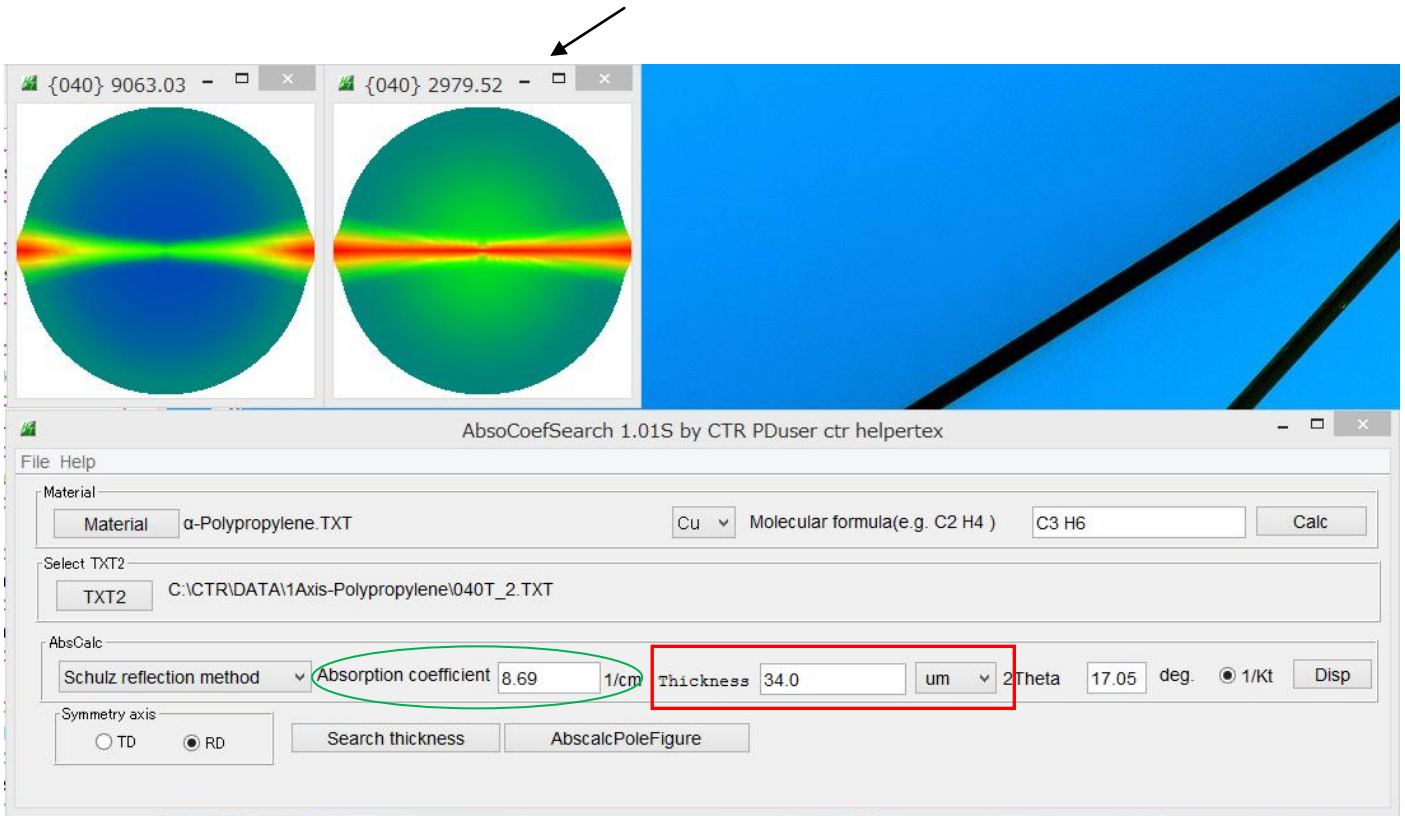
1/4 対称操作 (ODFデータ作成の PFtoODF3 ソフトウェア)



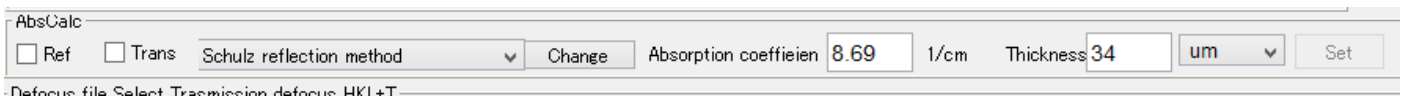
7. 1軸配向の吸収補正係数を求める

材料の吸収係数から厚さを求める

求めた試料厚さにより補正極点図

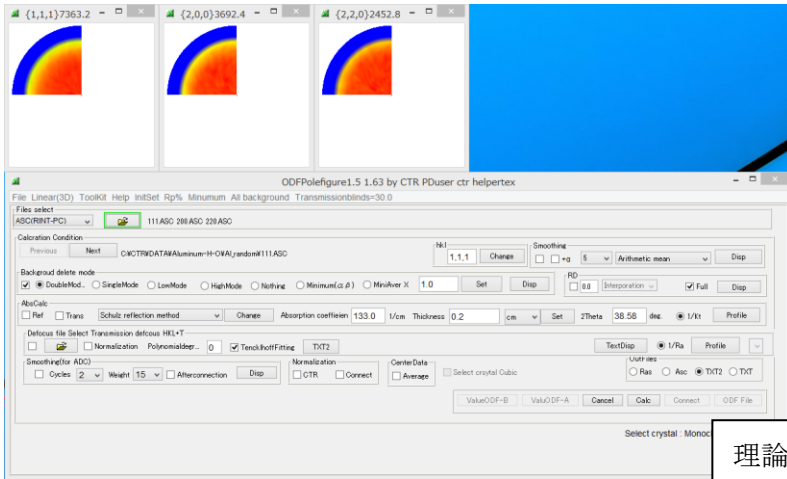


ODF Pole Figure ソフトウェアの吸収補正に使用

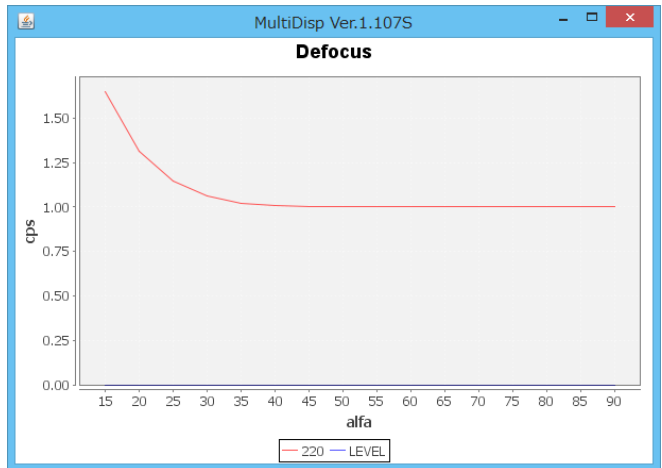
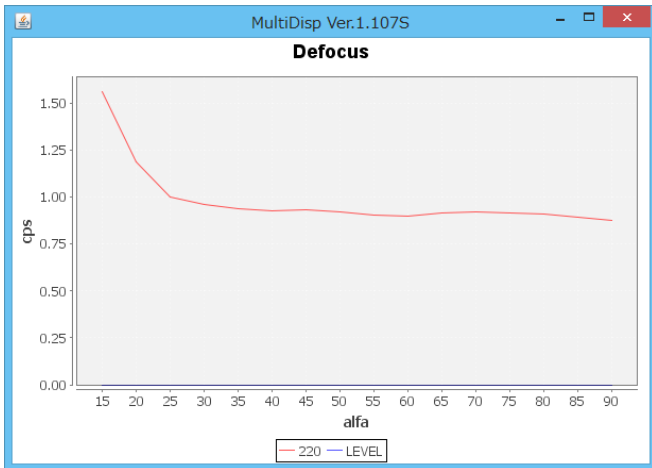
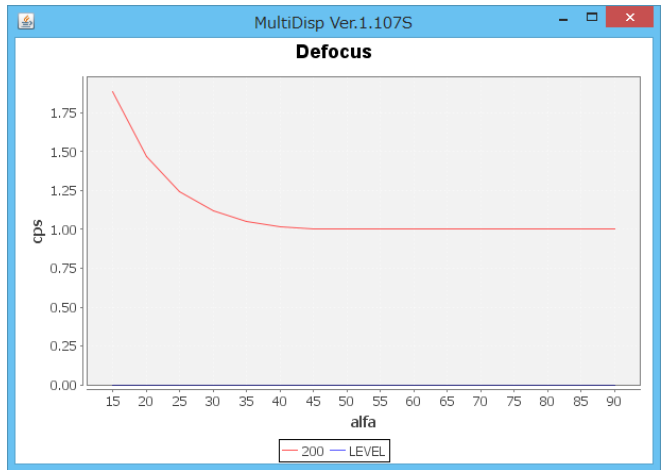
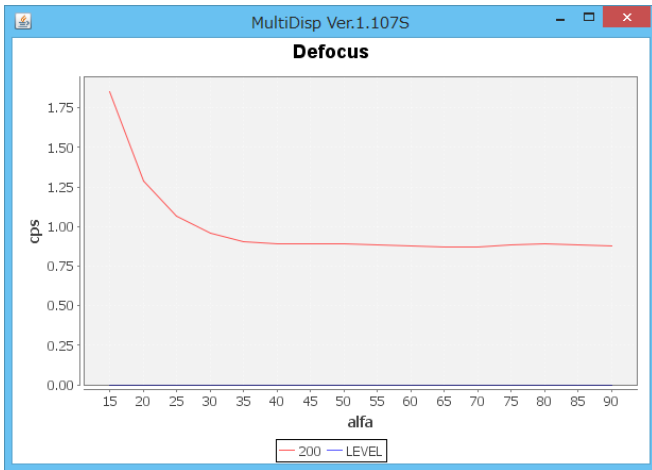
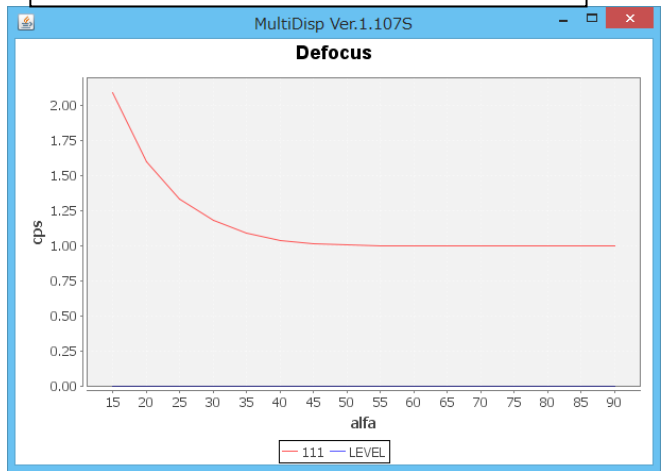
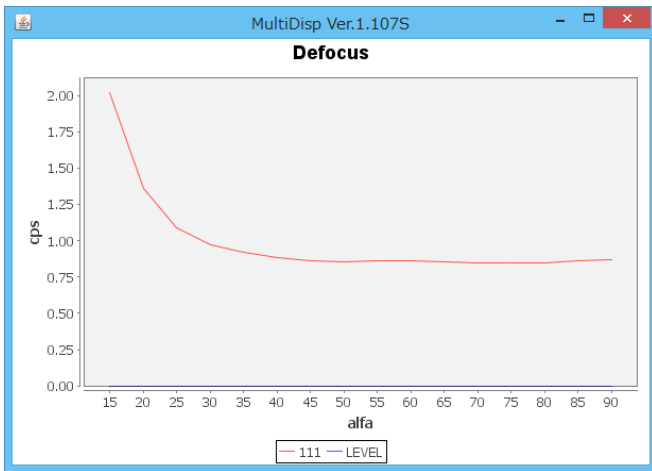


8. 測定された random 極点図から理論的な defocus 補正曲線を求める。

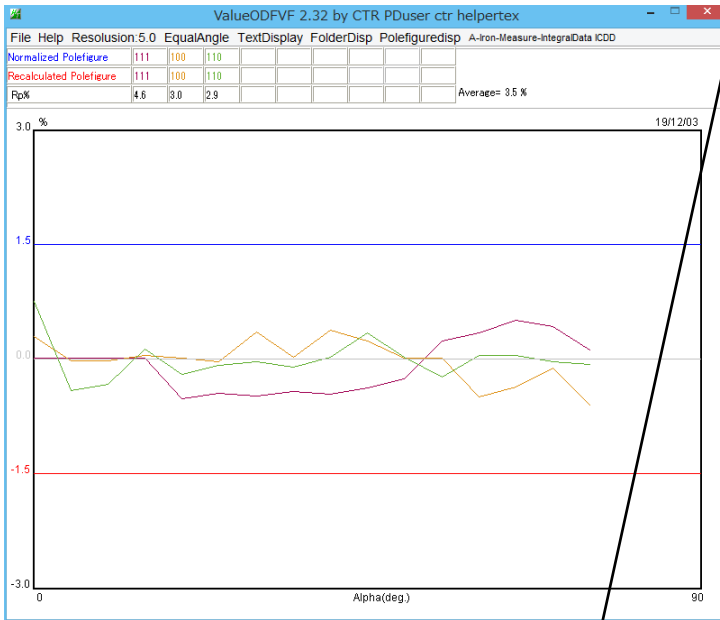
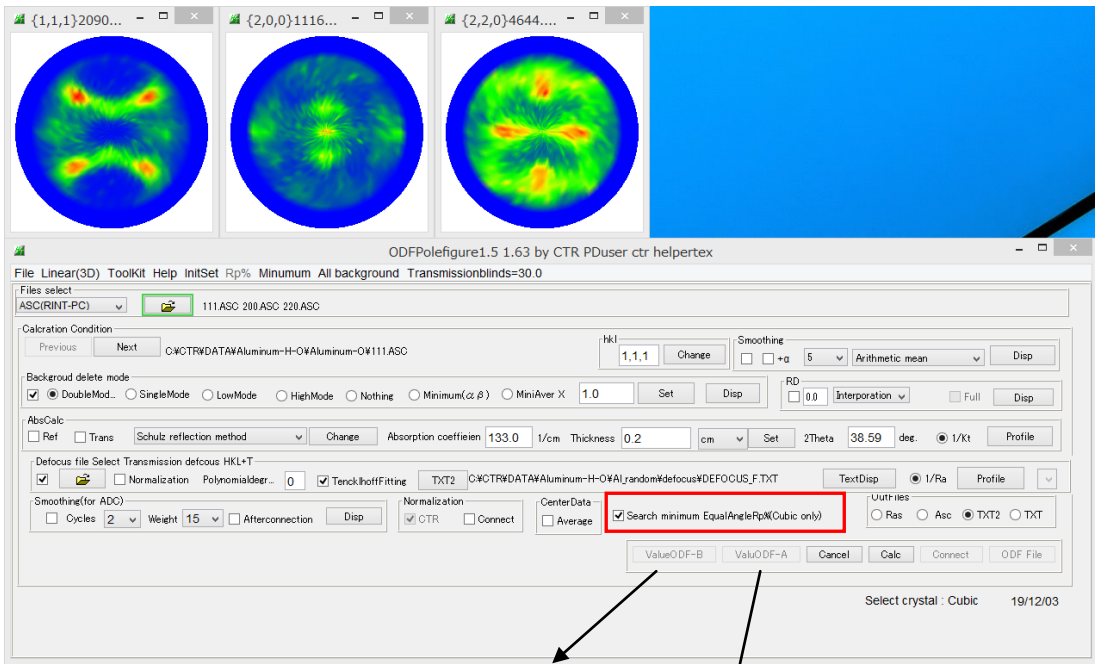
バックグラウンドを削除し、補正曲線を求める



理論値 Tenckhoff に Fitting した補正曲線



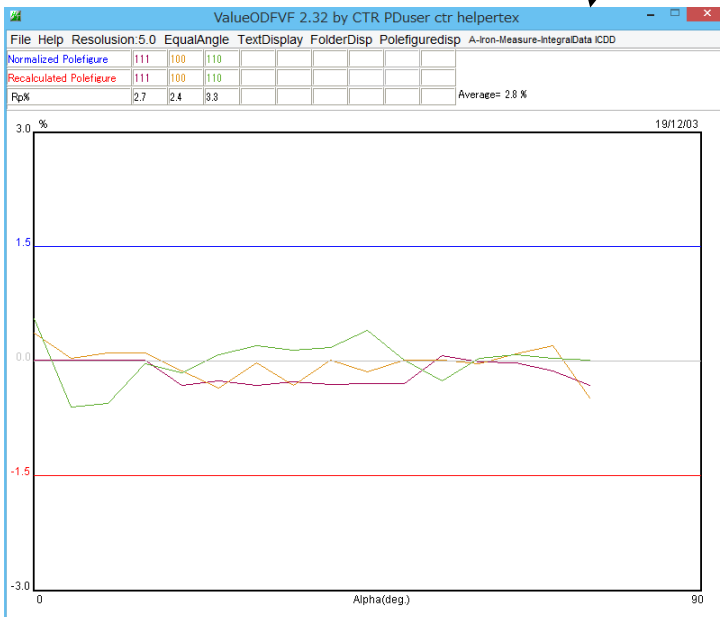
9. 理論的な defocus 補正曲線による最適化 Rp%による極点処理の精密化



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	4.6	3.0	2.9

Average= 3.5 %

最適化 Rp%の結果



Normalized Polefigure	111	100	110
Recalculated Polefigure	111	100	110
Rp%	2.7	2.4	3.3

Average= 2.8 %

10. 各種 ODF 向けデータ作成

PfToODF3 8.46 by CTR PDuser ctr helpertex

File Option Symmetric Software Data Help

Outside text(Vector) CCW
 Outside CSV(Vector) CCW
 Inside text CCW
 *Labotex(EPF) CW
 Standard ODF CCW
 Siemens CCW
 TexTools(txt) CCW
 *TexTools(pol) CCW
 TexTools(pol) CW
 *TexTools(pol)CCW-zero-cut
 TexTools(pol)CW-zero-cut
 *popLA(RAW)CCW
 popLA(RAW)CW
 StandardODF2.5 CCW
 Bunge(PF) CCW
 MultiTex(TD:beta=0)CCW-TXT2
 Labotex(EPF) CCW
 *MTEX(ASC) CCW
 MTEX(ASC) CW
 LaboTex(PPF) CW
 *LaboTex(PPF) ATEX CCW
 TXT2

IntegralData.txt
 files) 7 - O (cubic)
 alpha 90.0 beta 90.0 gamma 90.0

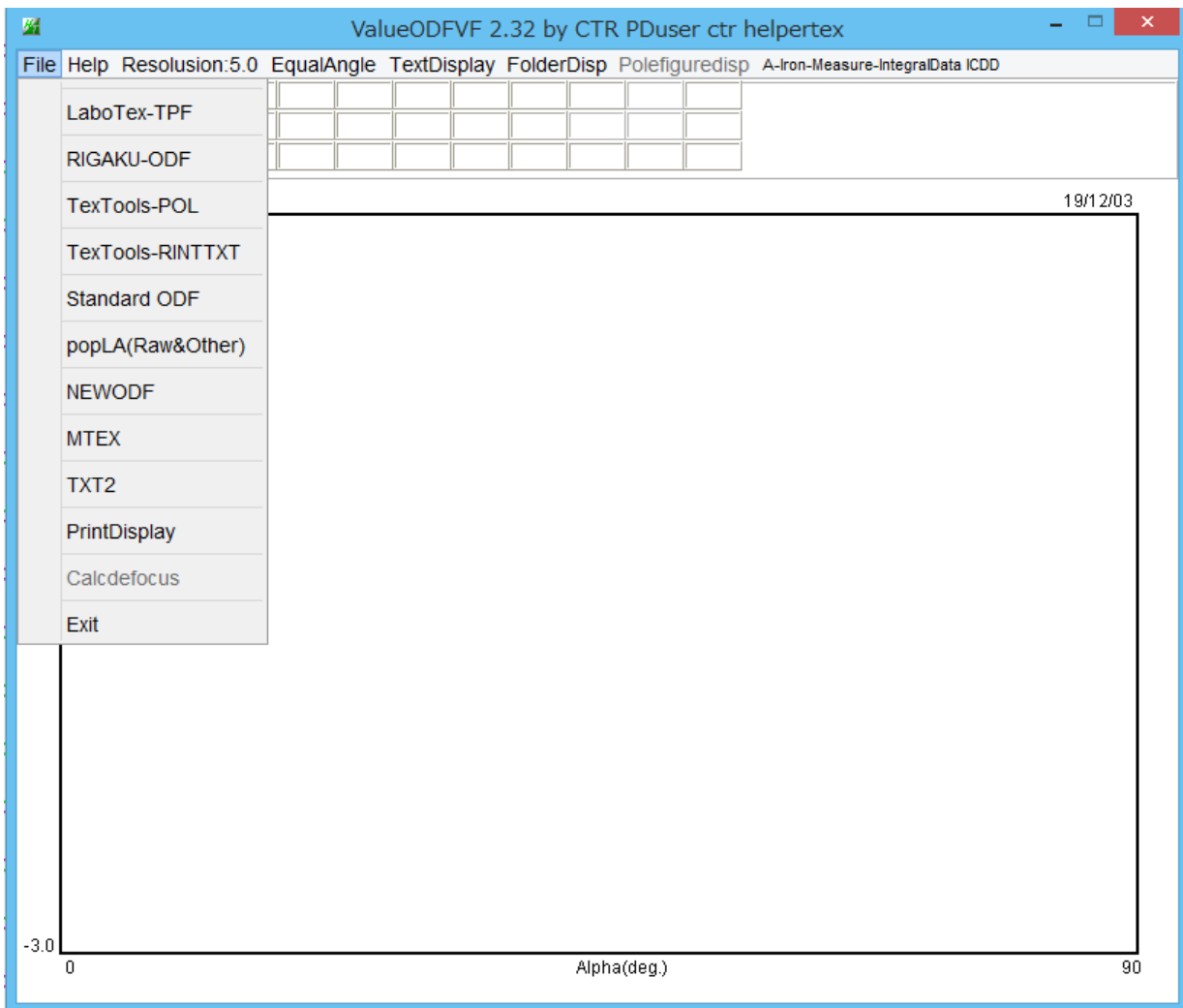
Initialize
 Start
 getHKL<-Filename
 AllFileSelect

a,b,intens.))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
	1,1,1	38.59	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,0,0	44.85	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	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"/>

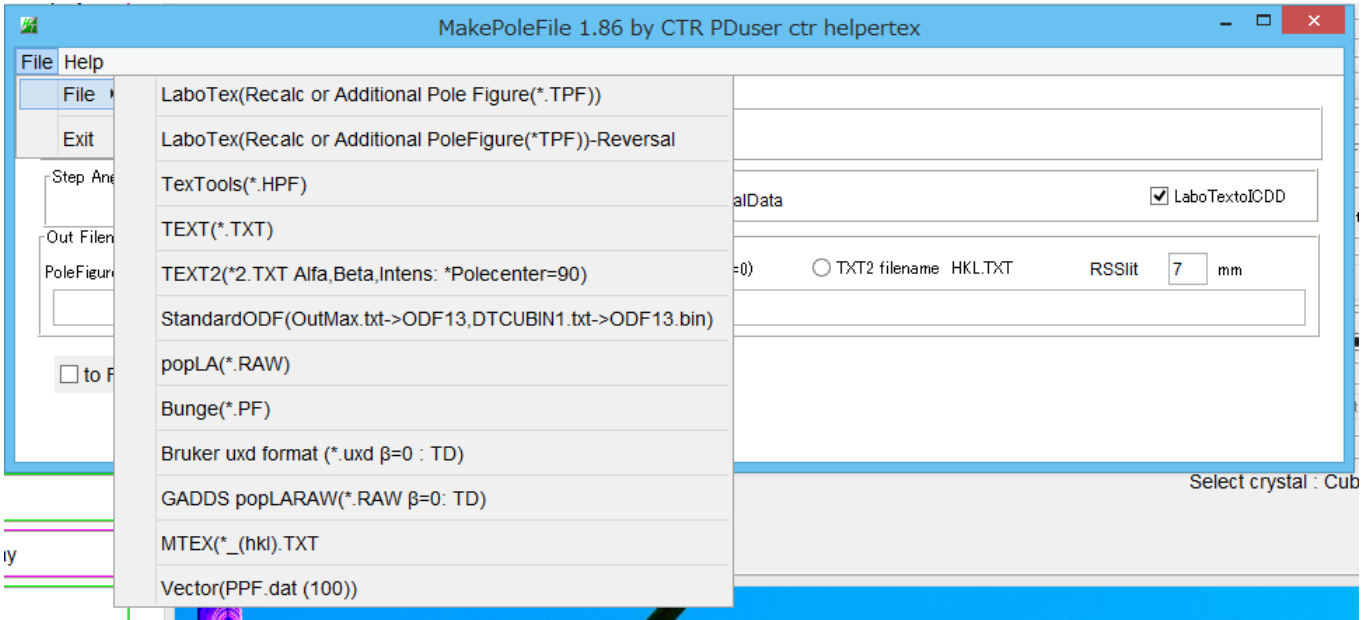
ODS_2.TXT 220_chB0DS_2.TXT

Data
 Storage
 Epf file save
 Labotex(EPF),popLA(RAW) filename
 labotex

1 1. 各種ODF解析結果のRp%プロファイル評価



1 2. 各種ODF解析結果の極点図評価



1.3. 各種ODF解析結果の逆極点図評価

