

SmartLab による

F e 試料の結晶方位解析

ODF解析結果から極点処理の *d e f o c u s* 補正量を評価し最適な結果を得る方法の紹介
V o l u m e F r a c t i o n の評価方法の紹介

解析結果の *E r r o r* 評価から最適な結果が得られます。

入力極点図とODF解析結果から得られる再計算極点図を比較する事で *d e f o c u s* を評価
再計算極点図と V o l u m e F r a c t i o n の再計算極点図を比較する事で
V o l u m e F r a c t i o n 結果が評価出来ます。

2014年12月25日

HelperTex Office

山田 義行

概要

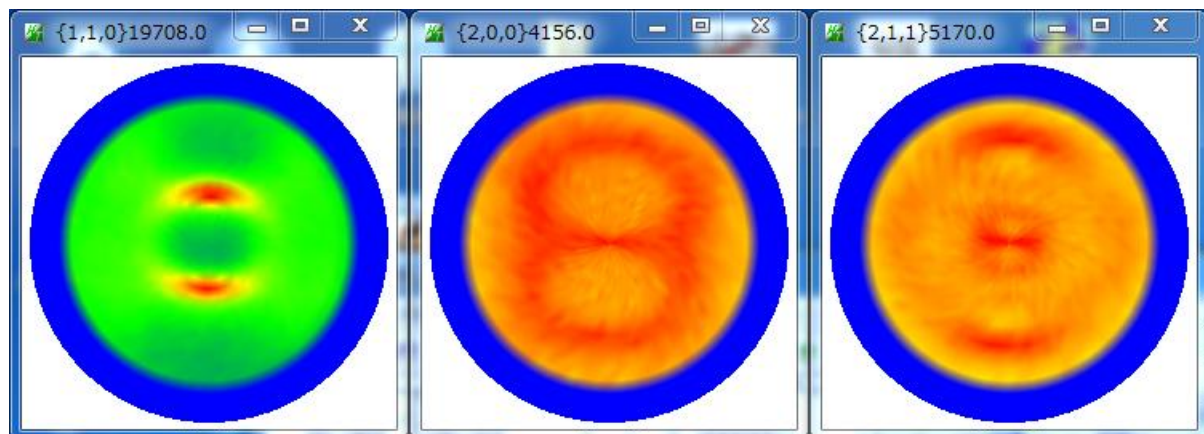
SmartLabはゴニオ半径が300mmの為、defocusの影響は軽減されている。
更に、Co管球を使用する事で更に測定エラーが軽減されます。
ODFPoleFigure2ソフトウェアでは内部に計算によるdefocusを装備しているので、
randomサンプルなしで、エラーの少ない極点計算を可能にしています。
本資料はエラーの少ない極点処理、ODF解析を紹介します。

測定

測定条件

SmartLab+多目的試料台
Co管球 40kV+40mA
スリット DS:1deg、SS, RS:10mm
 α 軸:15 \rightarrow 90deg. 5degStep
 β 軸:0 \rightarrow 360deg. FT:0.5sec

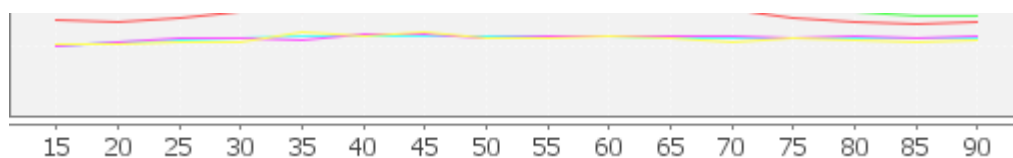
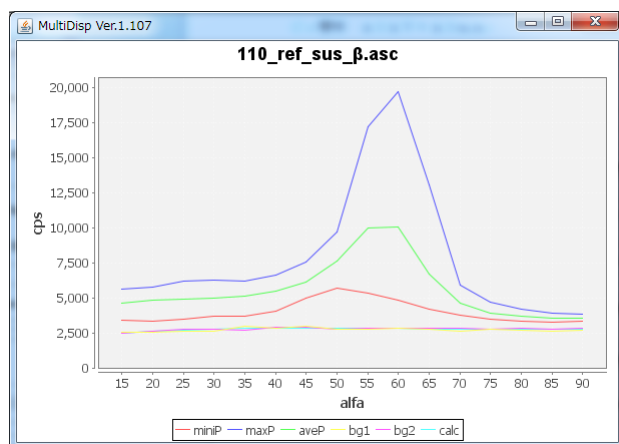
測定データ



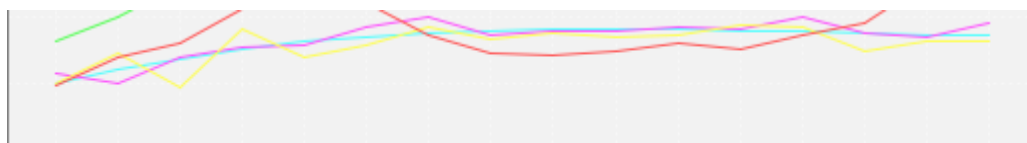
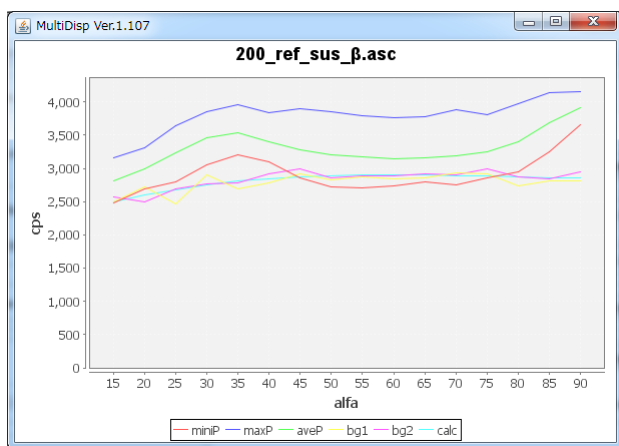
測定強度とバックグラウンド強度

バックグラウンド強度は色々の理由から理想強度曲線と異なります。

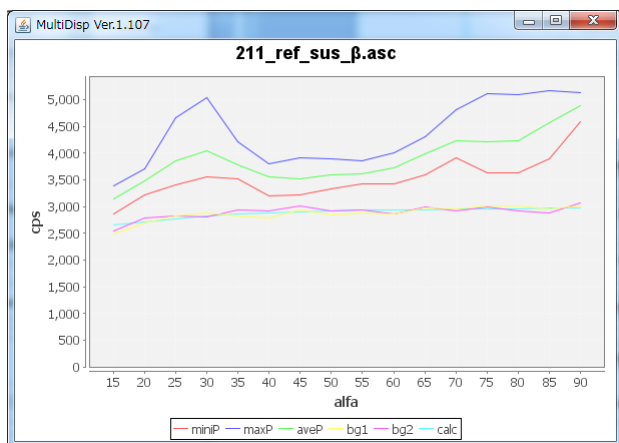
ODFPoleFigure2ソフトウェアでは測定バックグラウンドから理想曲線を計算します。



計算されたバックグラウンド理想曲線は Calc 曲線です。

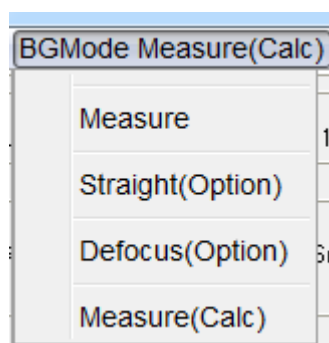


黄色と赤色のバックグラウンド曲線から理想バックグラウンド Calc 曲線を計算します。



黄色と赤色のバックグラウンド曲線から理想バックグラウンド Calc 曲線を計算します。

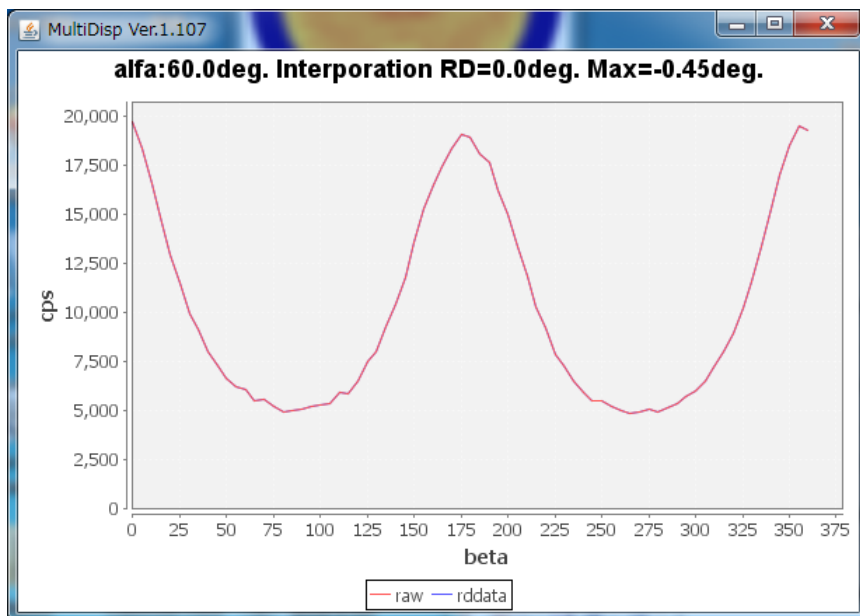
バックグラウンド計算モード



Measure:測定データ
 Straight:指定する範囲の平均値の直線
 Defocus:指定する範囲の平均値から BGdefocus を計算
 Measure:測定された BG 曲線の多項式近似曲線

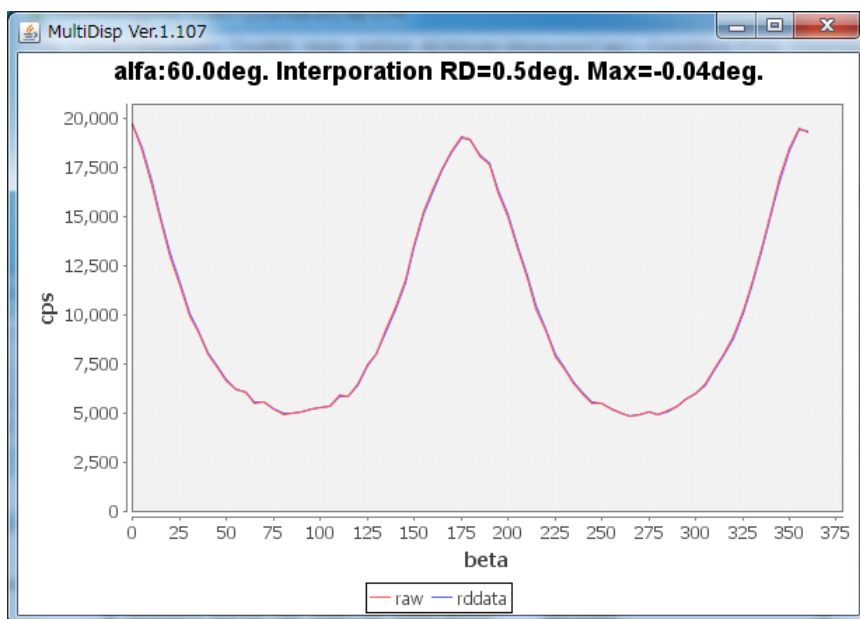
RD方向の調整

測定時試料取り付けが曲がっている調整



RD
 0.5 Interporation Full Disp

回転量を入力して Disp で確認





極点図の最大強度位置が既知な極点図を選択して評価します。

defocus

内部データベースから計算 (SmartLab-DSH2mm-Schulz)

Defocus file Select

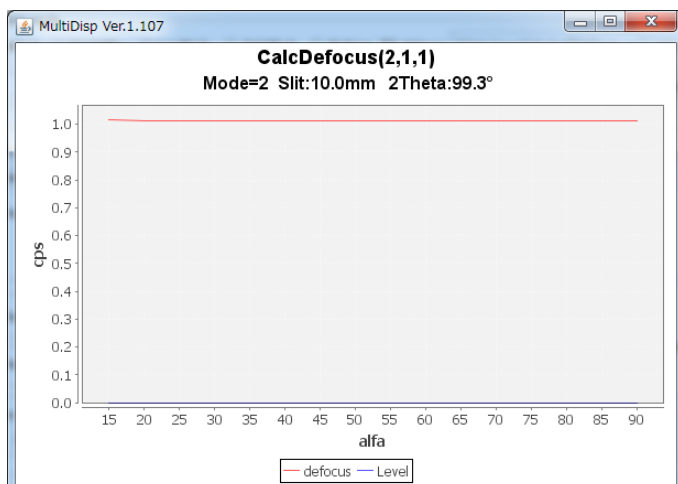
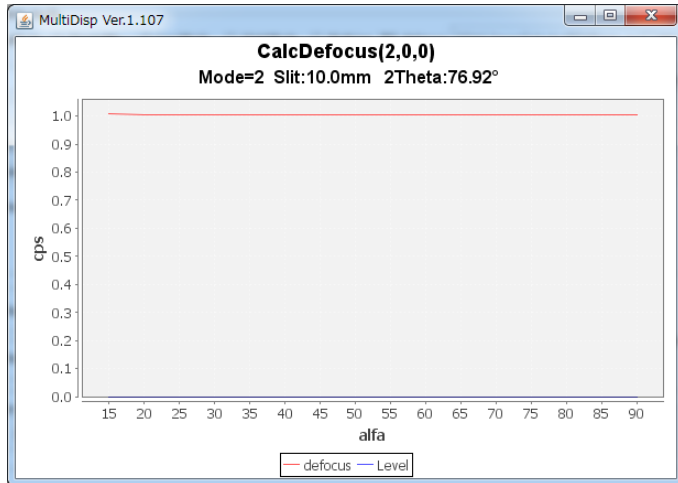
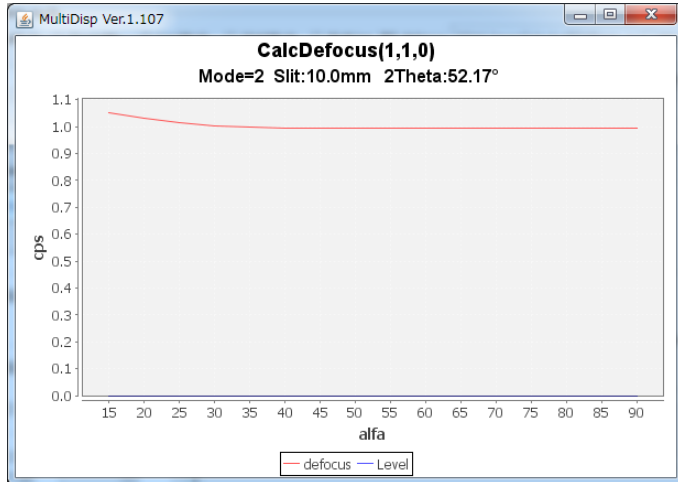
Defocus(1) functions file  TextDisp

Make defocus function files by TXT2 Files Standardize  Recaldefocus

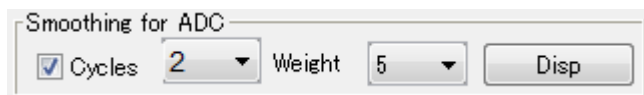
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu... BB185mm

Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) 1/Ra Profile

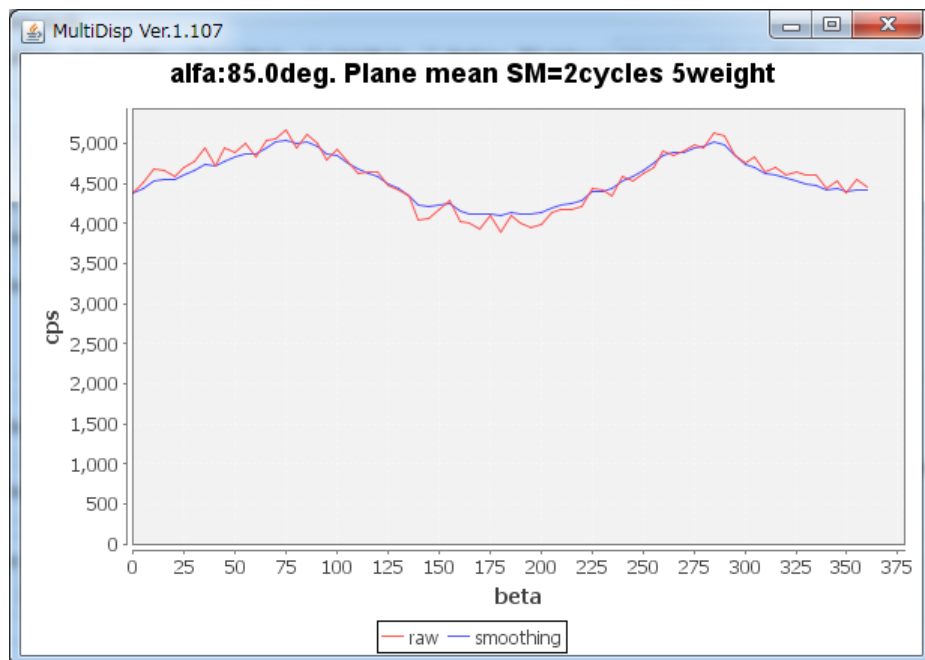
補正量



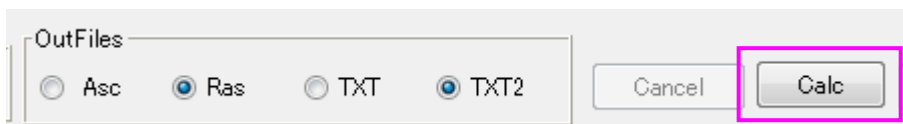
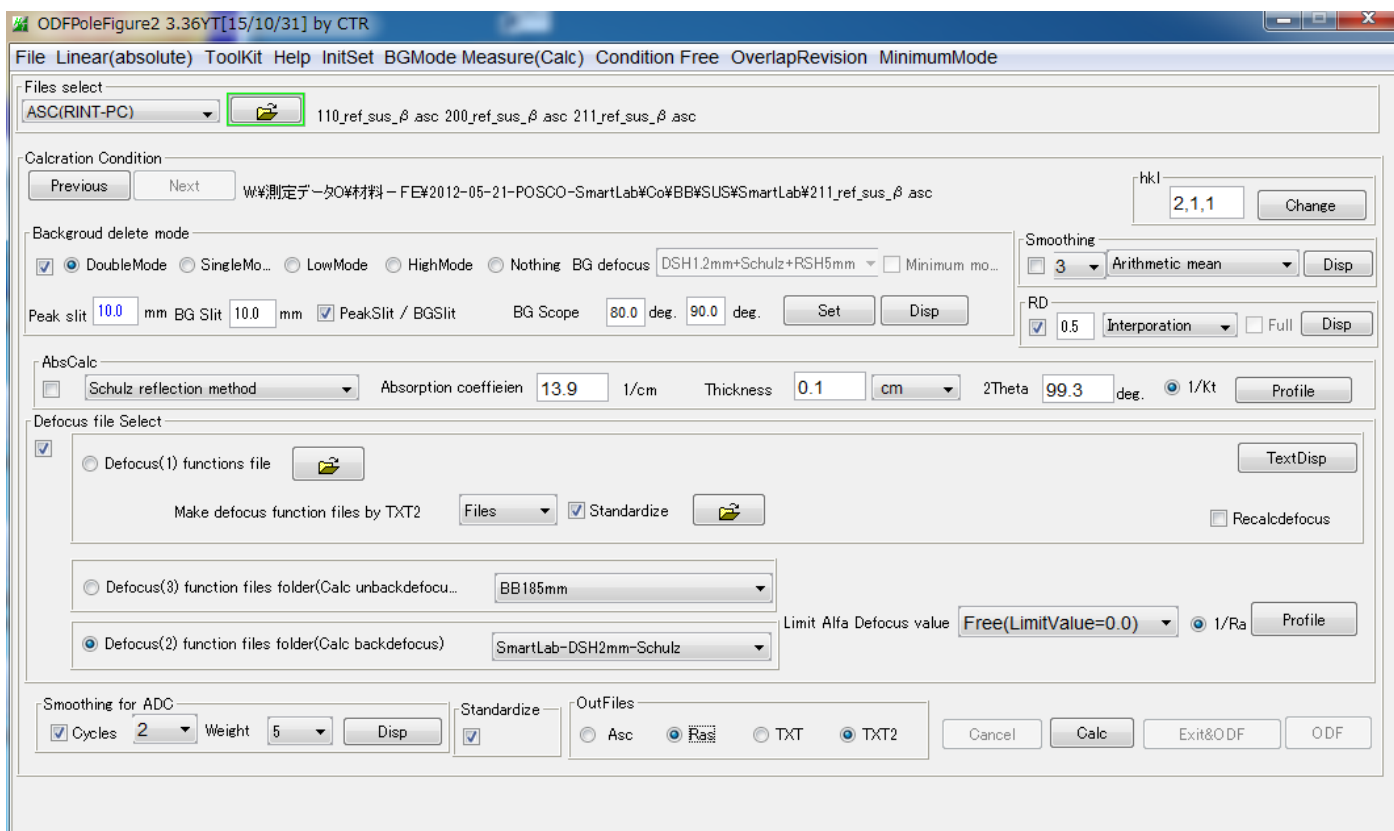
平滑化



パラメータを入力して確認する。

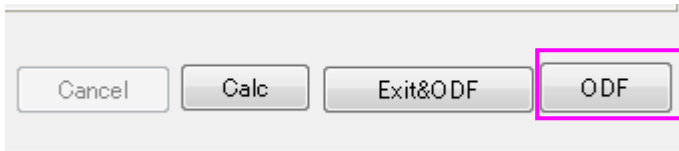
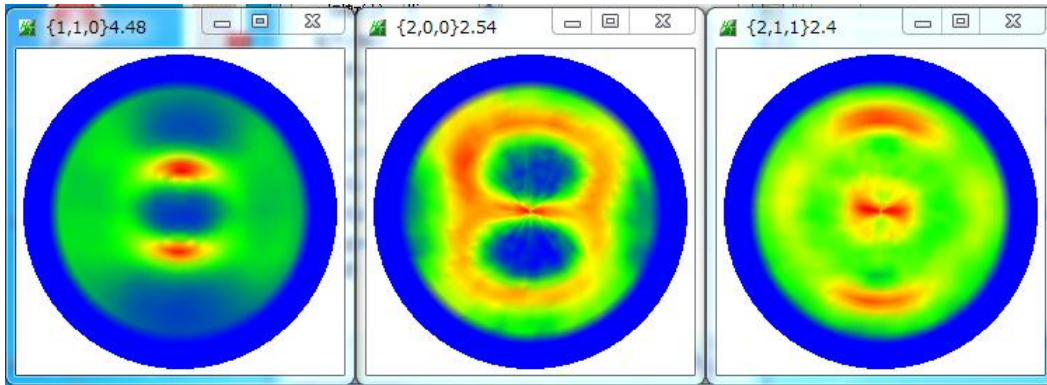


一括計算



全てのODF向けデータ作成準備

一括処理された極点図



処理したデータがPF to ODF 3ソフトウェアに渡される

File Option Symmetric Software Data

Lattice constant

Material: A-Iron-Measure-IntegralData.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(ab,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
110_ref_sus_beta_chR0B03D2A25S_2.TXT	1,1,0	52.17	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_ref_sus_beta_chR0B03D2A25S_2.TXT	2,0,0	76.92	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
211_ref_sus_beta_chR0B03D2A25S_2.TXT	2,1,1	99.3	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>

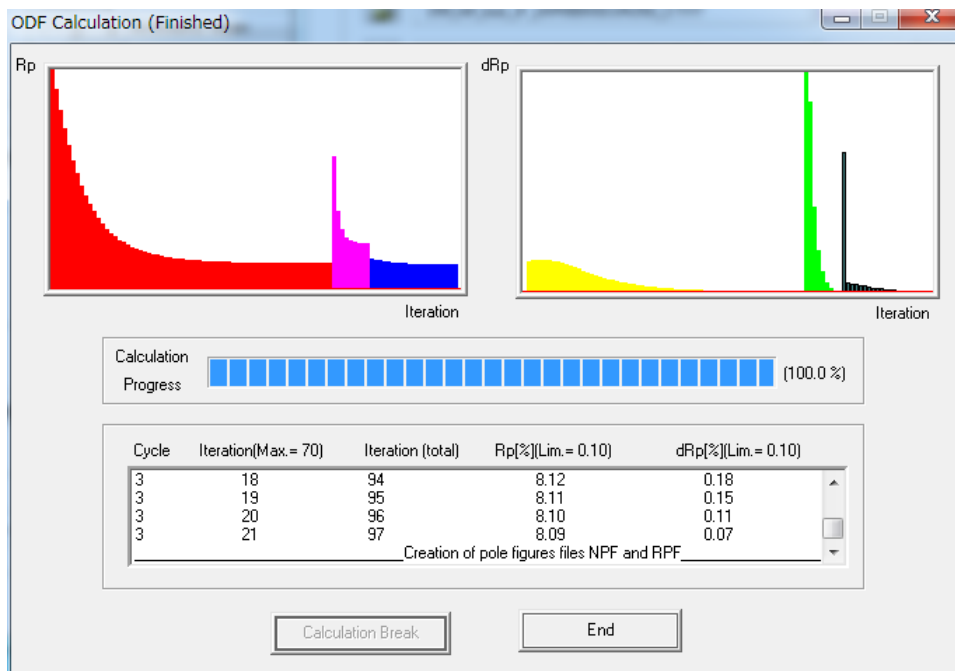
各種ODFの選択

File Option Symmetric Software Data

- Outside text(Vector)
- Inside text
- *Labotex CW
- Stadard ODF
- Siemens
- TexTools(txt)
- *TexTools(pol) CCW
- TexTools(pol) CW
- *popLA(RAW) CW
- popLA(RAW) CCW
- StandaradODF2.5
- Bunge(PF)
- MulTex(TD:beta=0)CCWXTX2
- Labotex CCW

NEWODFの場合、既に、ODFPoleFigure2ソフトウェアでR a sファイルとA s cファイルが作成されています。

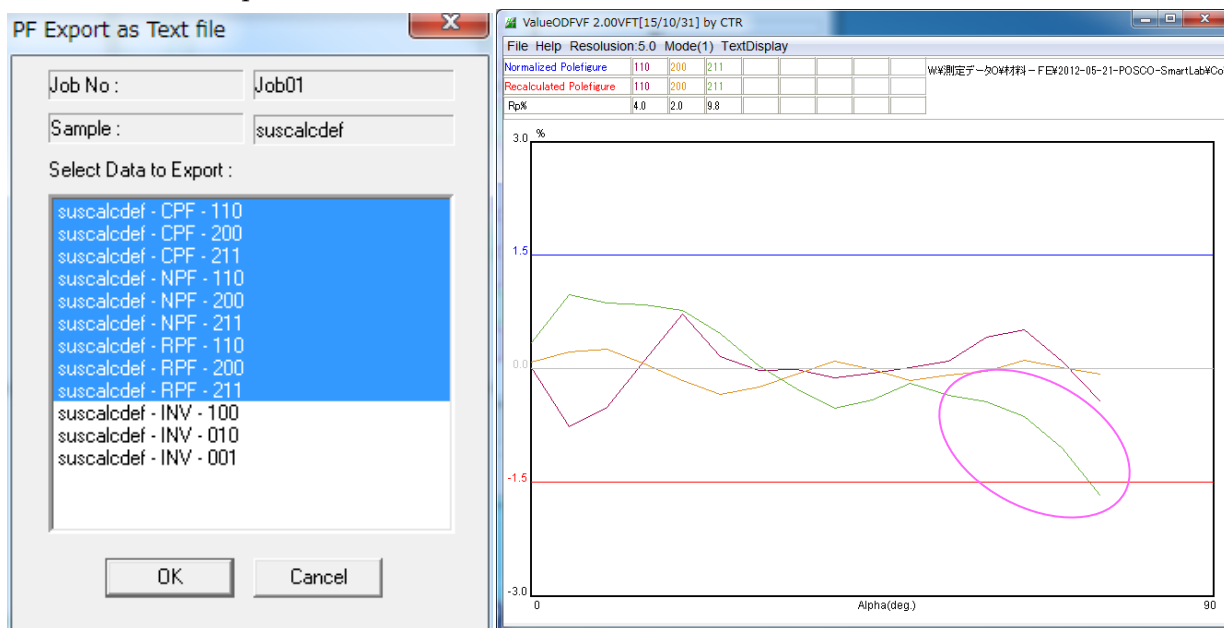
LaboTexによるODF解析



Rp %が極点図のErrorです。

Error評価はValueODFVFで確認します。

再計算極点図をExportします。



Normalized Polefigure	110	200	211
Recalculated Polefigure	110	200	211
Rp%	4.0	2.0	9.8

{ 2 1 1 } 極点図のdefocus補正量が少ない事が分かります。

{ 2 1 1 } 極点図の defocus 補正を変更する。

defocus が足りない場合、スリット幅を狭くすると、補正量が増します。

Background delete mode

DoubleMode SingleMo... LowMode HighMode Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm

Peak slit mm BG Slit mm PeakSlit / BGSlit BG Scope deg. deg.

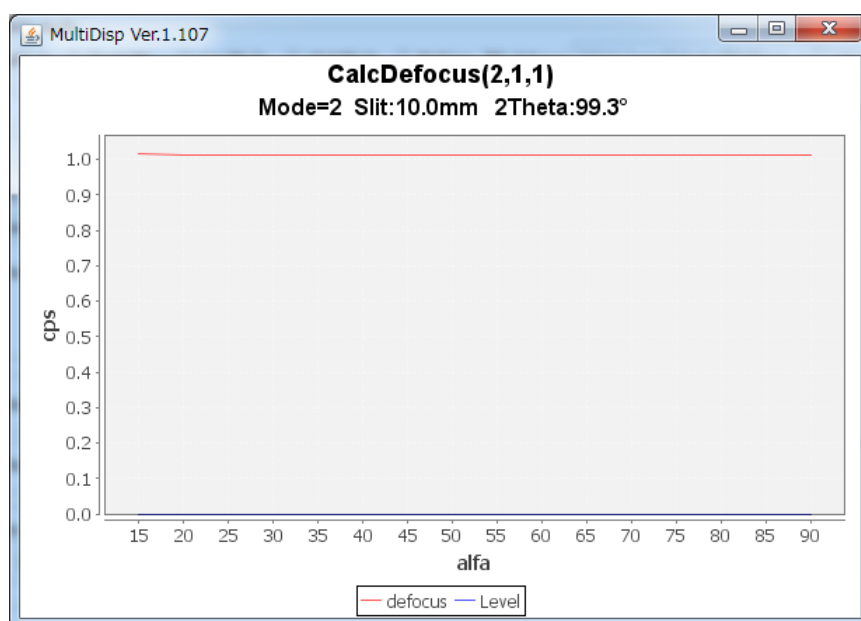
測定受光スリットを 10 mm → 6 mm に変更

Background delete mode

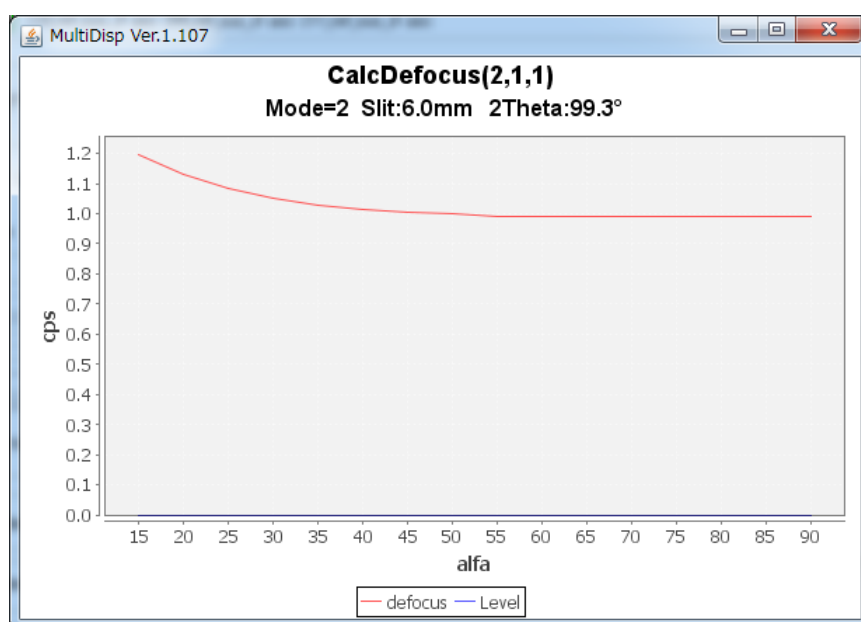
DoubleMode SingleMo... LowMode HighMode Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm

Peak slit mm BG Slit mm PeakSlit / BGSlit BG Scope deg. deg.

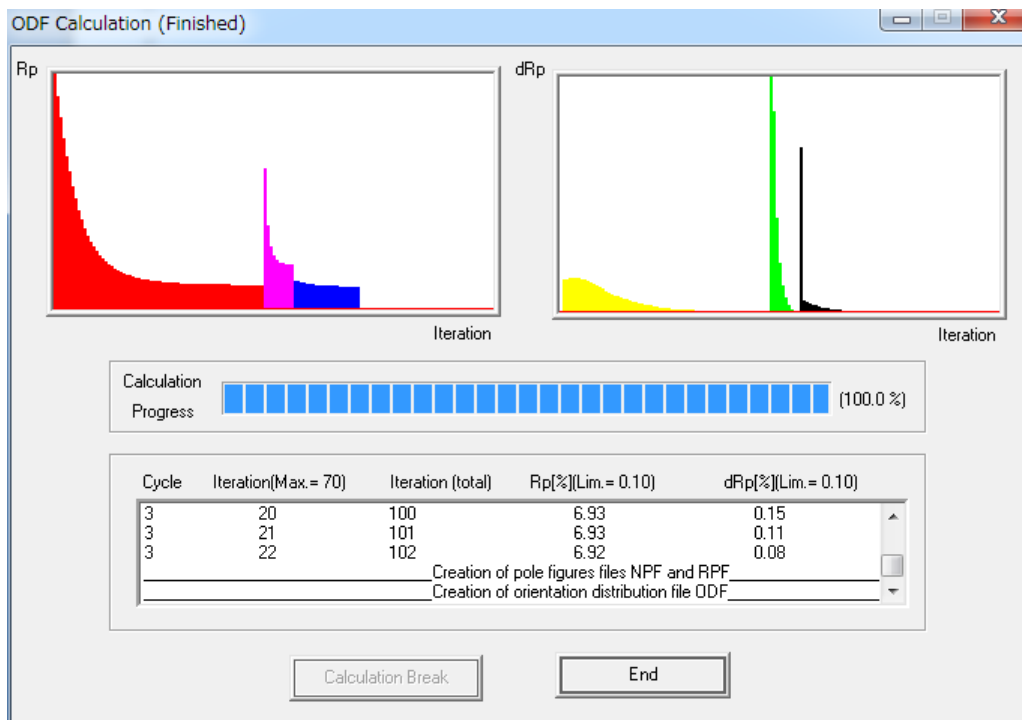
10 mm の defocus 曲線



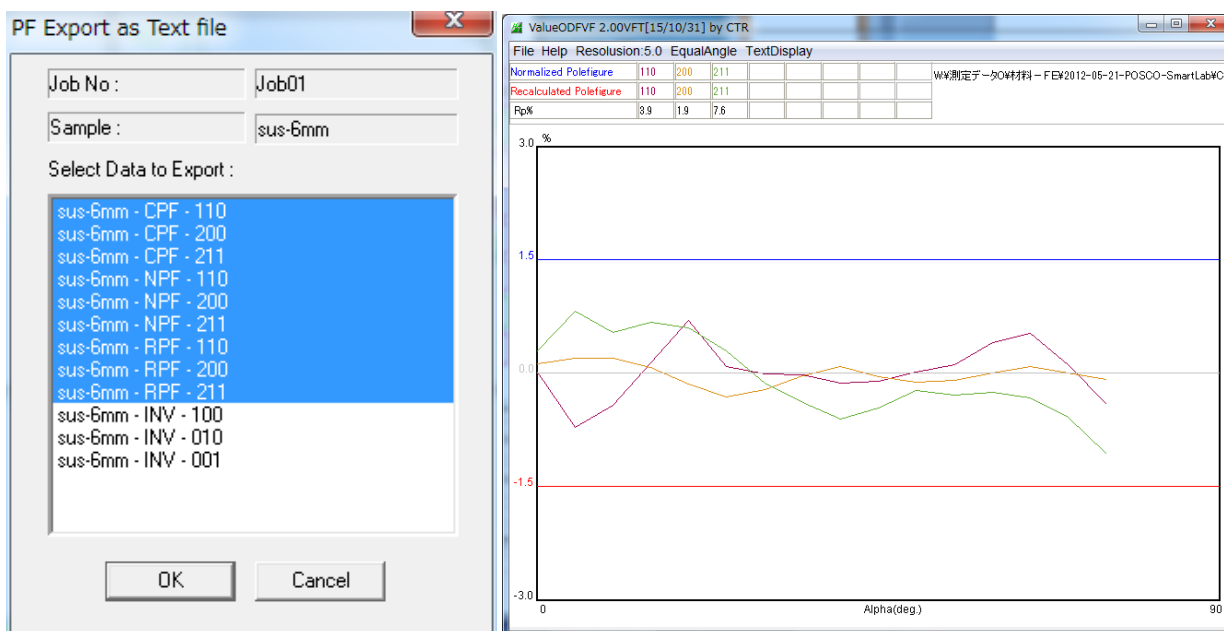
6 mm の defocus 曲線



LaTeXで読み込み、ODF計算結果からRp%を確認



Rp%が改善される。

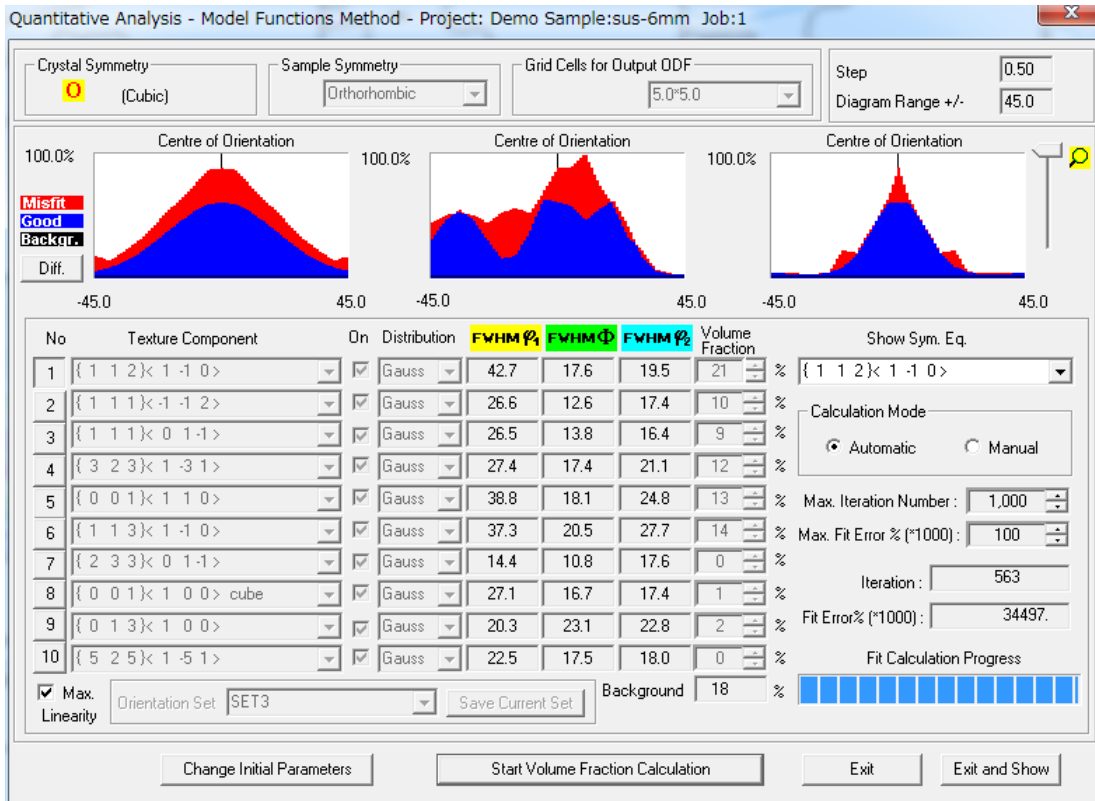


Normalized Polefigure	110	200	211
Recalculated Polefigure	110	200	211
Rp%	3.9	1.9	7.6

ほぼ、±1.5%以内に収まります。

この補正量でODF図を評価します。

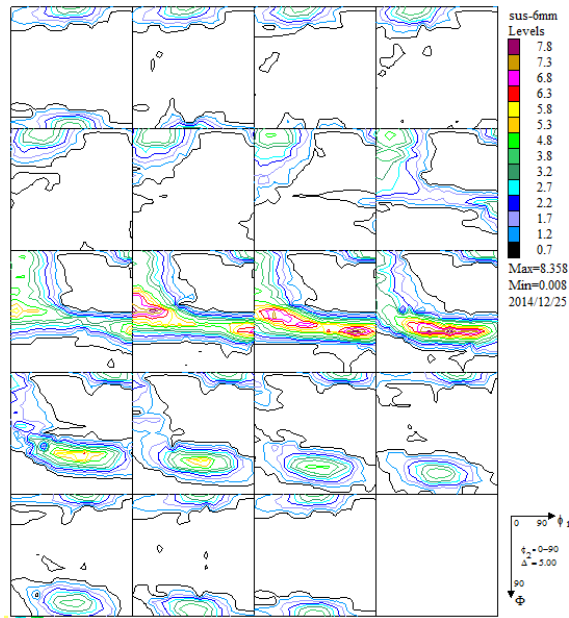
VolumeFraction計算評価



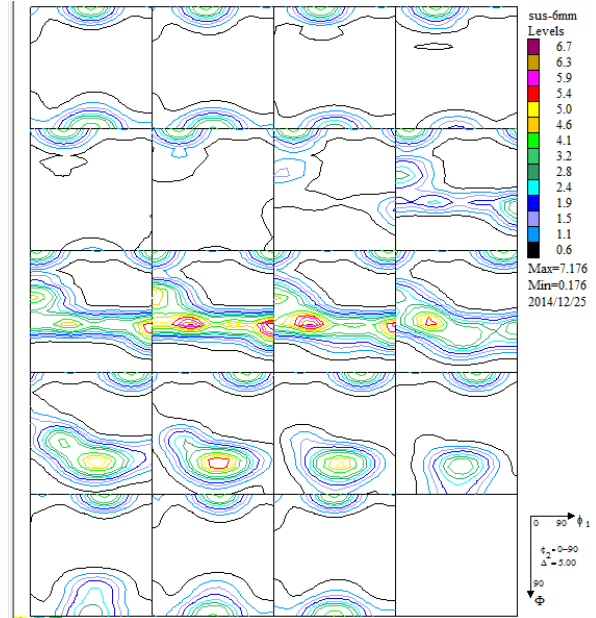
Fit Errorとして、34.4%は

10個の結晶方位で表現されたいない方位がある事を示しています。

入力極点図から計算した ODF 図

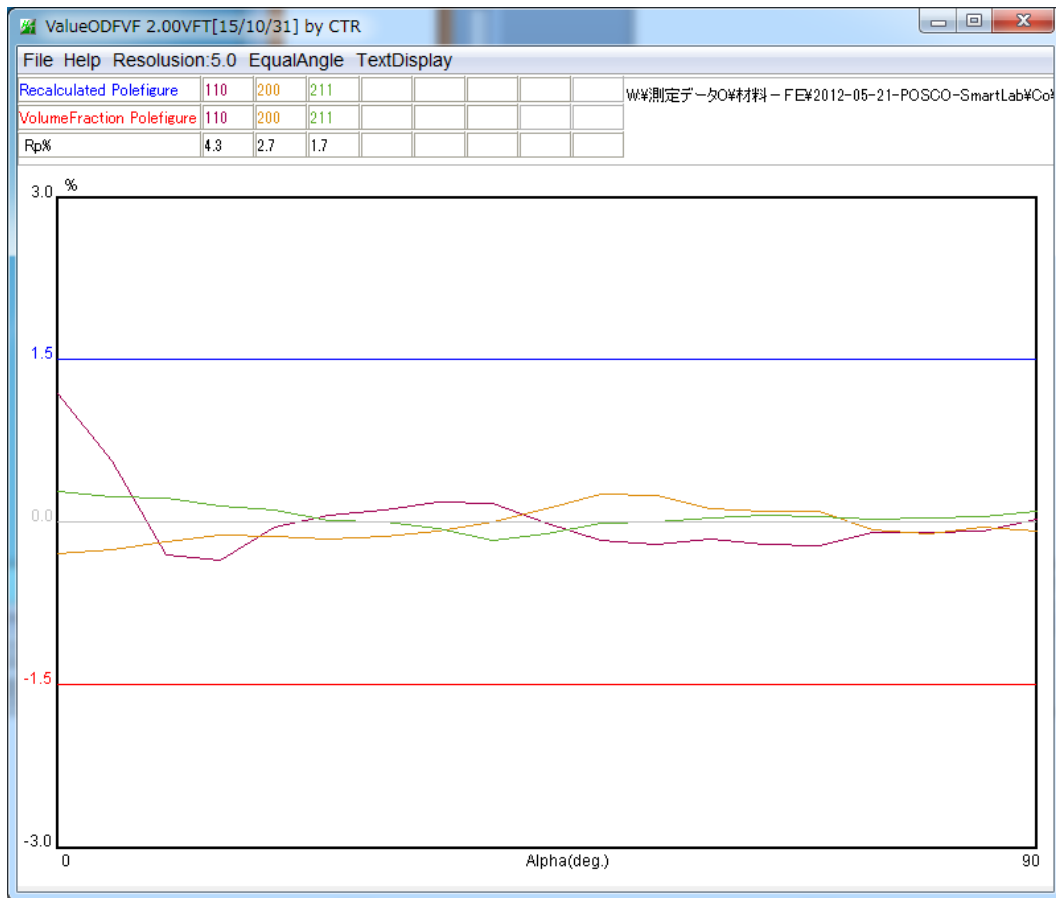
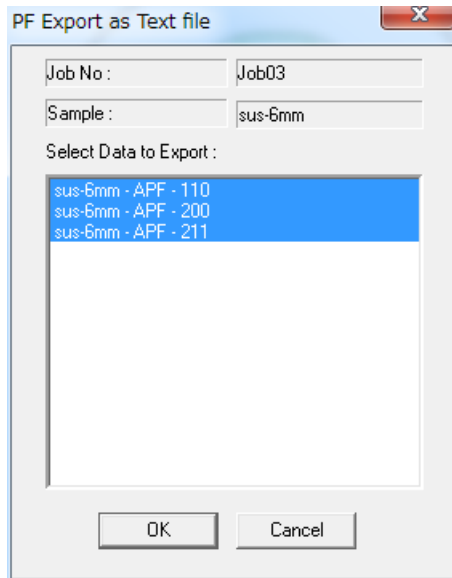


VolumeFraction から計算した ODF 図

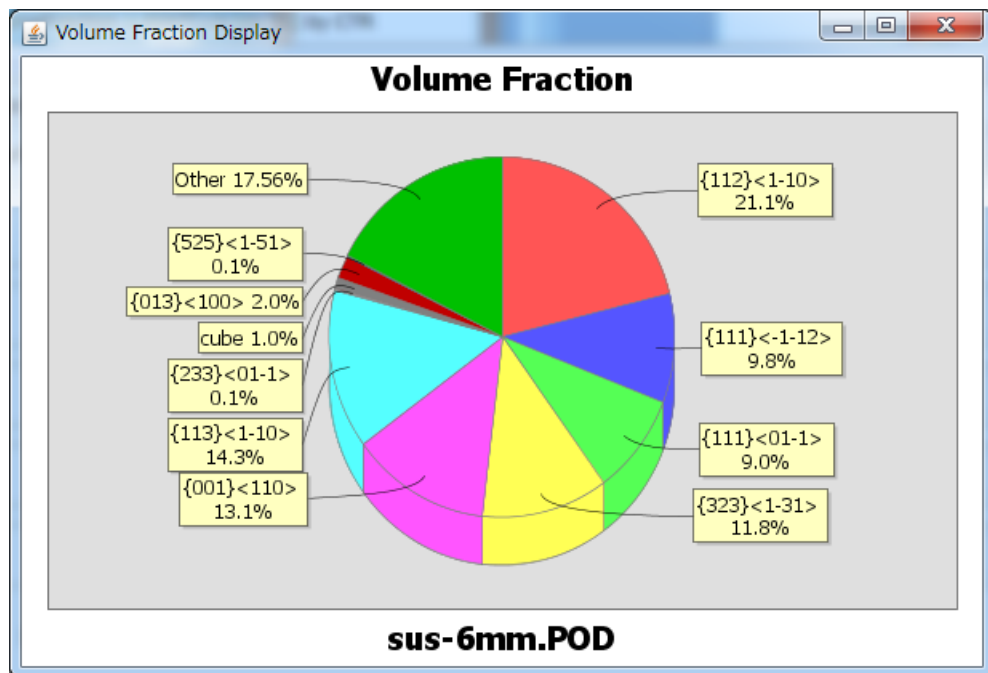


Errorを極点図で示す為に VolumeFraction で計算した ODF 図と入力極点図から計算した ODF 図の比較を行う。

VolumeFraction 極点図の E x p o r t



ほぼ解析完了している事が示されています。

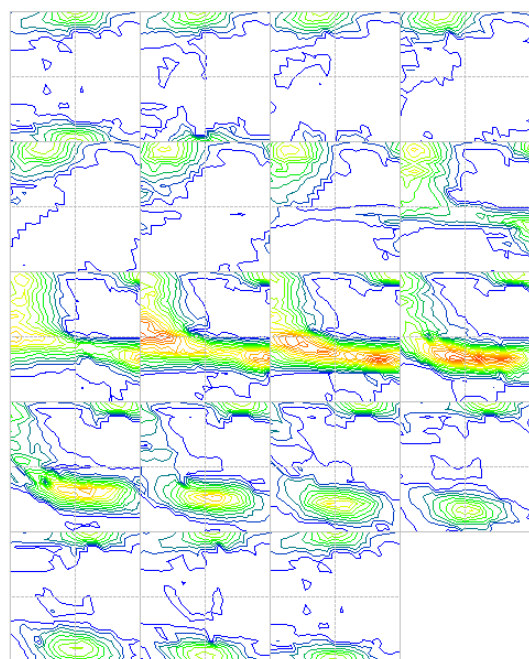


No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	21.1	42.7	17.6	19.5	{ 1 1 2 K 1 -1 0 >
2:	9.8	26.6	12.6	17.4	{ 1 1 1 K -1 -1 2 >
3:	9.0	26.5	13.8	16.4	{ 1 1 1 K 0 1 -1 >
4:	11.8	27.4	17.4	21.1	{ 3 2 3 K 1 -3 1 >
5:	13.1	38.8	18.1	24.8	{ 0 0 1 K 1 1 0 >
6:	14.3	37.3	20.5	27.7	{ 1 1 3 K 1 -1 0 >
7:	0.1	14.4	10.8	17.6	{ 2 3 3 K 0 1 -1 >
8:	1.0	27.1	16.7	17.4	{ 0 0 1 K 1 0 0 > cube
9:	2.0	20.3	23.1	22.8	{ 0 1 3 K 1 0 0 >
10:	0.1	22.5	17.5	18.0	{ 5 2 5 K 1 -5 1 >
11:	17.56	Background Volume Fraction			

入力極点図から計算したODF図

ODF図の平滑化

filename: W:\測定データ\材料 - FEI2012-05-21-POSCO-SmartLab\Co\BBISUSISmartLab\Labo\TexC\Wcus6



filename: W:\測定データ\材料 - FEI2012-05-21-POSCO-SmartLab\Co\BBISUSISmartLab\Labo\TexC\Wcus6

