

市販されているアルミニウム

5052Pの測定、極点処理、ODF解析、定量

2015年10月21日

HelperTex Office

概要

材料の結晶方位解析などを行う場合、測定データのE r r o r 評価は重要です。

本資料では、極点測定、極点処理、ODF解析におけるE r r o r 評価とその改善手法を説明しながら方位解析による結晶方位の定量方法を説明いたします。

測定に際し、光学系補正の為に、無配向試料による測定と同一光学系による配向試料の測定を行います。

材料はアルミニウムで無配向試料（1 mm）はアルミニウム粉末を使用、配向試料は5 0 5 2 Pとします。

以下の項目を説明します。

測定

X線源は、C u 管球、N i フィルターを用い、4 0 k V - 4 0 m A の Point (Line) 光学系

S c h u l z の反射法、S c h u l z スリットは1 mm以下

D S スリットは照射X線ビームがはみ出ない幅を選択（1/4 から 1/2 度）

受光スリットは7 mm（ゴニオ半径1 8 5 mm、3 0 0 mmの場合1 0 mm）

材料粒径が粗い場合（1 0 μ m以上）は材料の揺動させてください。

測定 α 、 β 間隔は5. 0度

バックグラウンド測定

配向材料と同一条件

回折 2θ 角度に対し ± 3 度位置の 2θ 角度の測定

極点処理

バックグラウンド除去(最適化バックグラウンド除去)

d e f o c u s 補正（最適化R p %処理）によりE r r o r の把握と修正

ODF解析

R p %の確認（許容範囲以内か？）

結晶方位の定量

R p %の確認（許容範囲以内か？）

定量値の計算




使用するソフトウェア

C T R フルパッケージソフトウェア

L a b o T e x

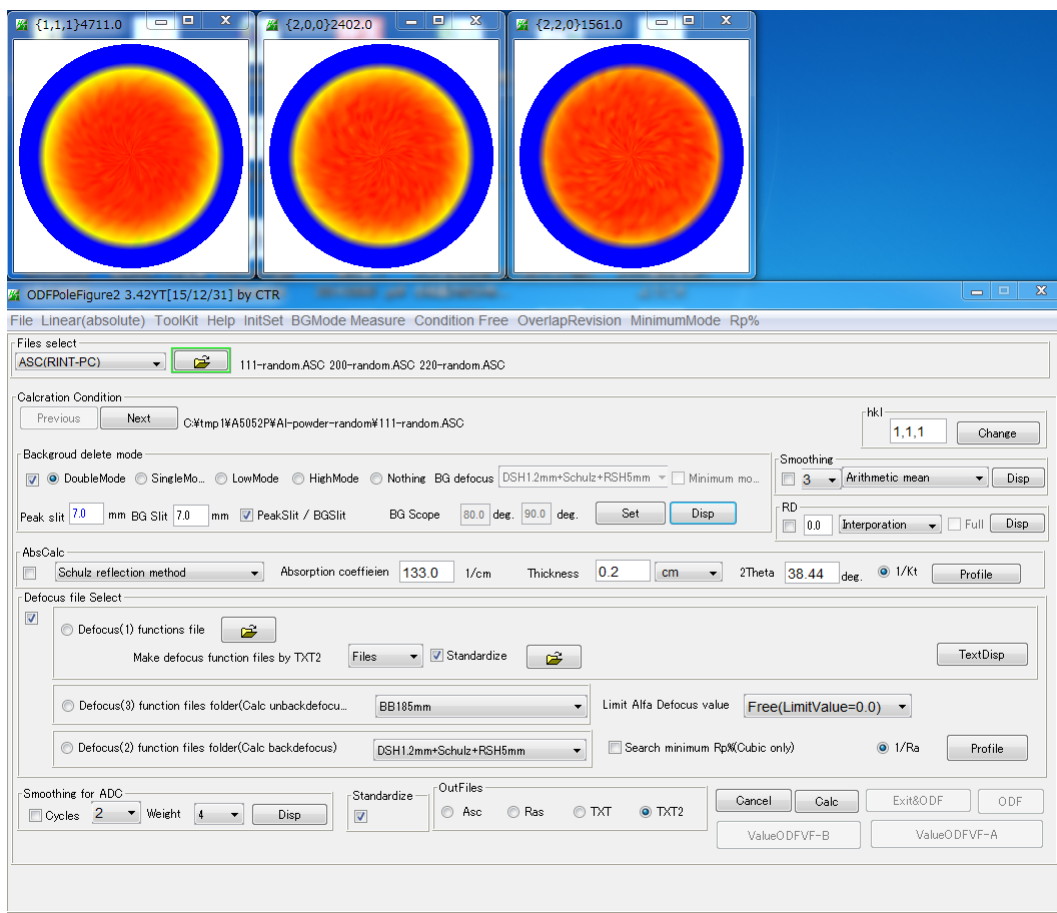
注意

ファイル名の先頭は指数とします。

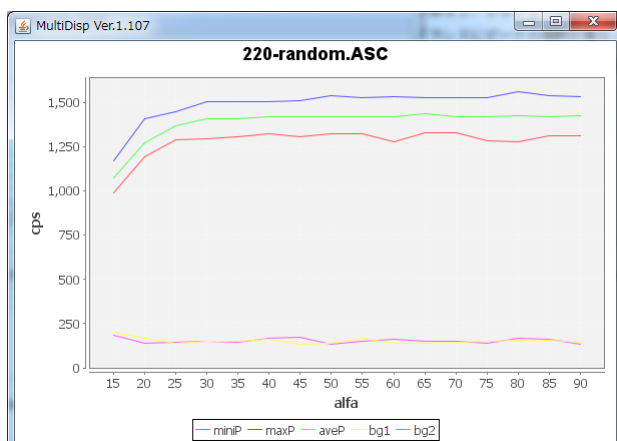
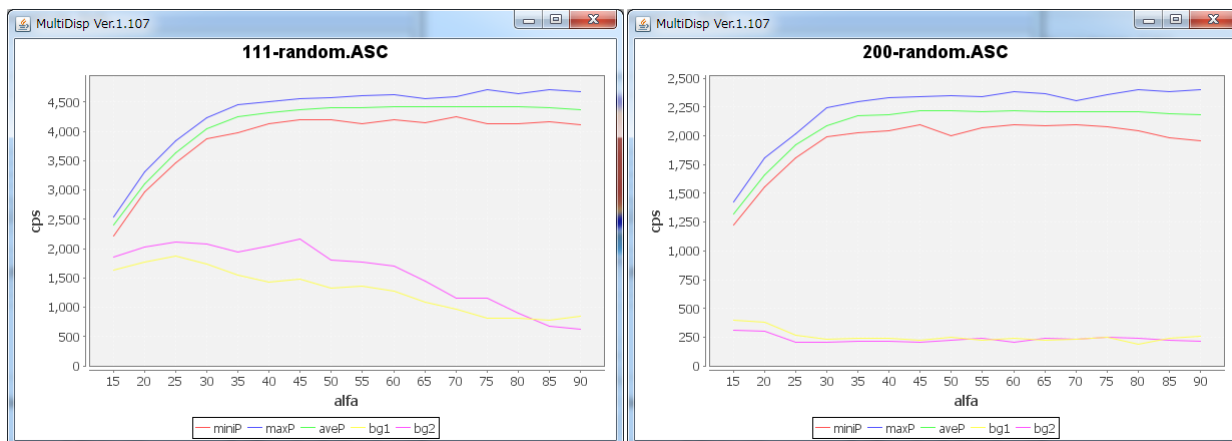
 111-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT20007ｽｷ-	22 KB
 200-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT20007ｽｷ-	22 KB
 220-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT20007ｽｷ-	22 KB

光学系補正のためのデータ

粉末試料を測定したデータ



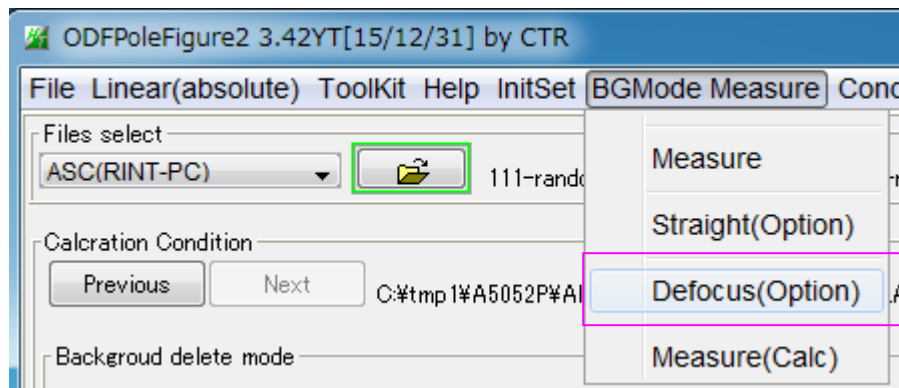
本データ測定バックグラウンドはピーク位置±1.5degで測定しているため、試料を煽って測定時にバックグラウンドにピークの裾野が重なっています。



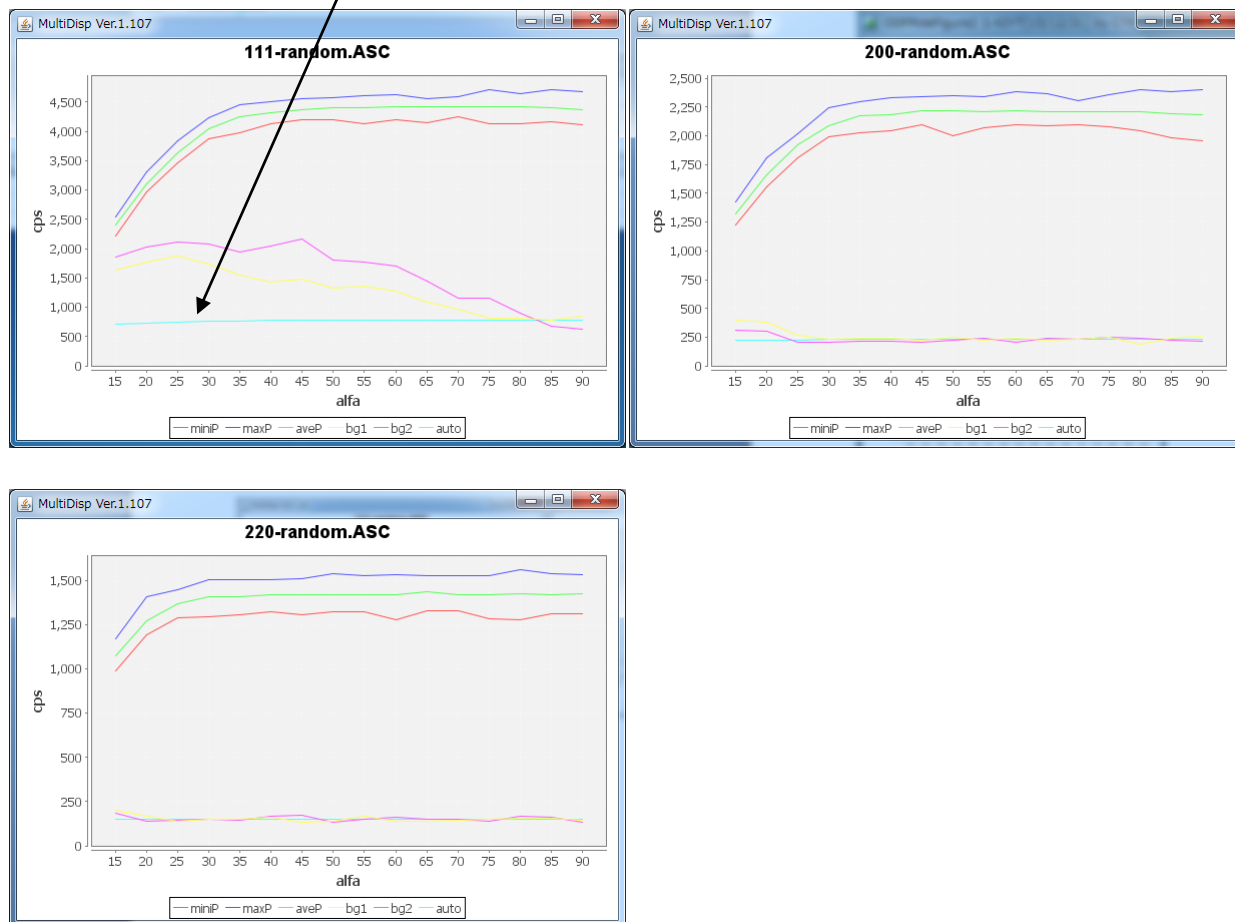
測定 2θ 角度が低角度の(111)が Error が大きい

バックグラウンドの修正

BGMode → Defocus (Option) を用いる

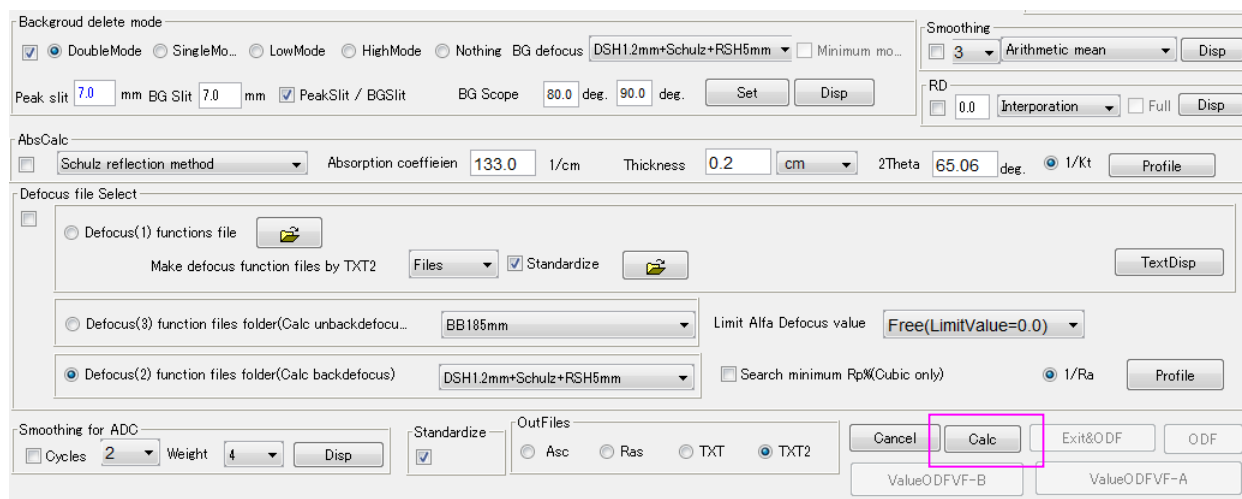


修正されたバックグラウンドは青い線で表示



バックグラウンド測定 2θ 角度をピーク角度 ± 3 度で行うことで改善される。
更に、バックグラウンドの凸凹も改善される。

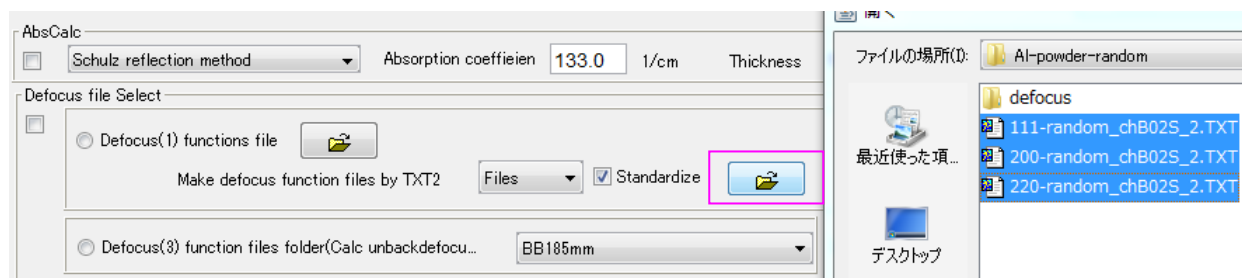
バックグラウンド削除だけを行ったTXT2ファイルを作成する。



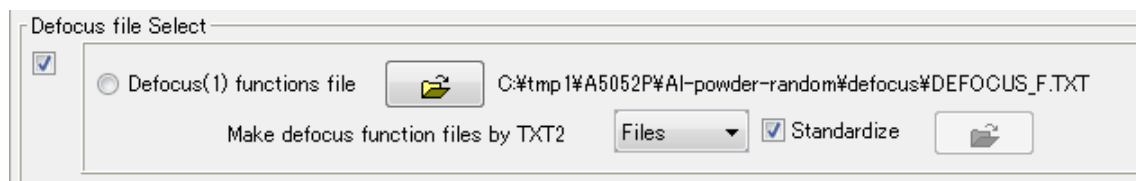
作成されるTXT2ファイル

111-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
200-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
220-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
SLITTHETAFILE	2015/10/20 12:50	ファイル	1 KB

defocusファイルに登録



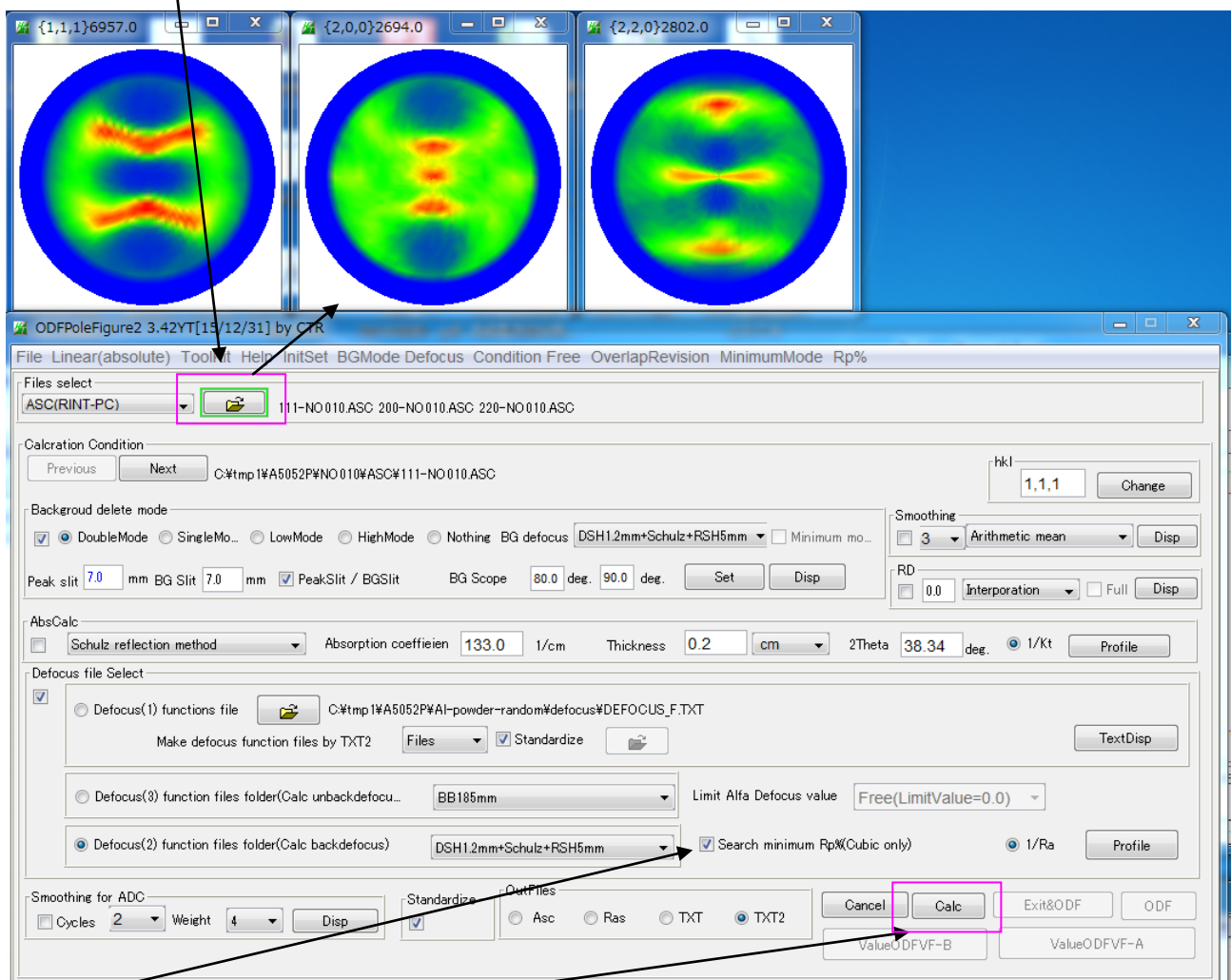
TXT2 を選択でDEFOCUSファイルが表示される。



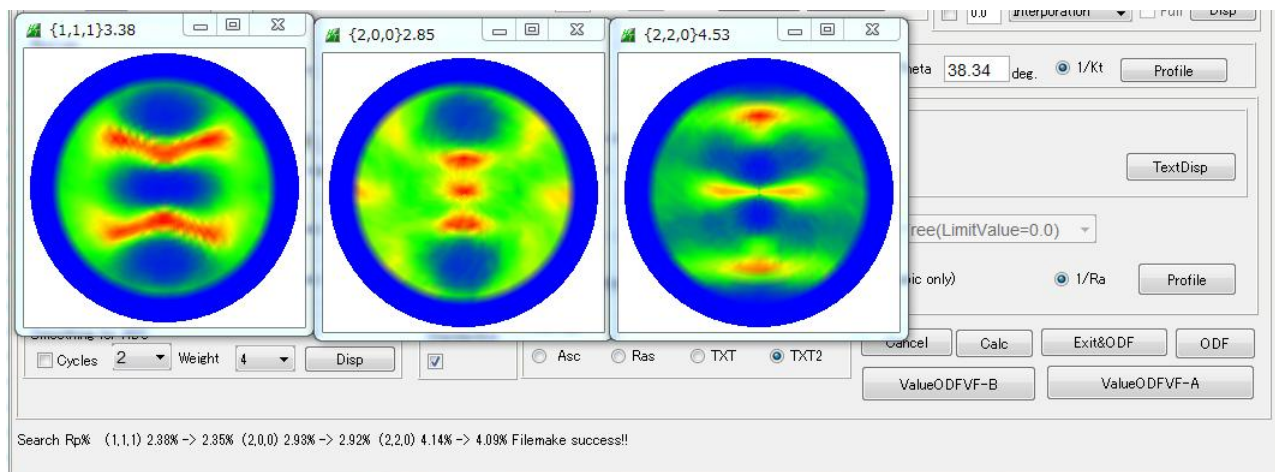
この作業は1度登録すれば以降、同一DEFOCUSファイルで補正が可能になります。

配向試料の補正

配向試料のASCファイルを複数選択で、入力極点図がh y o u j i



最適化Rp%を指定して計算を行う。



簡易Rp%が表示される。

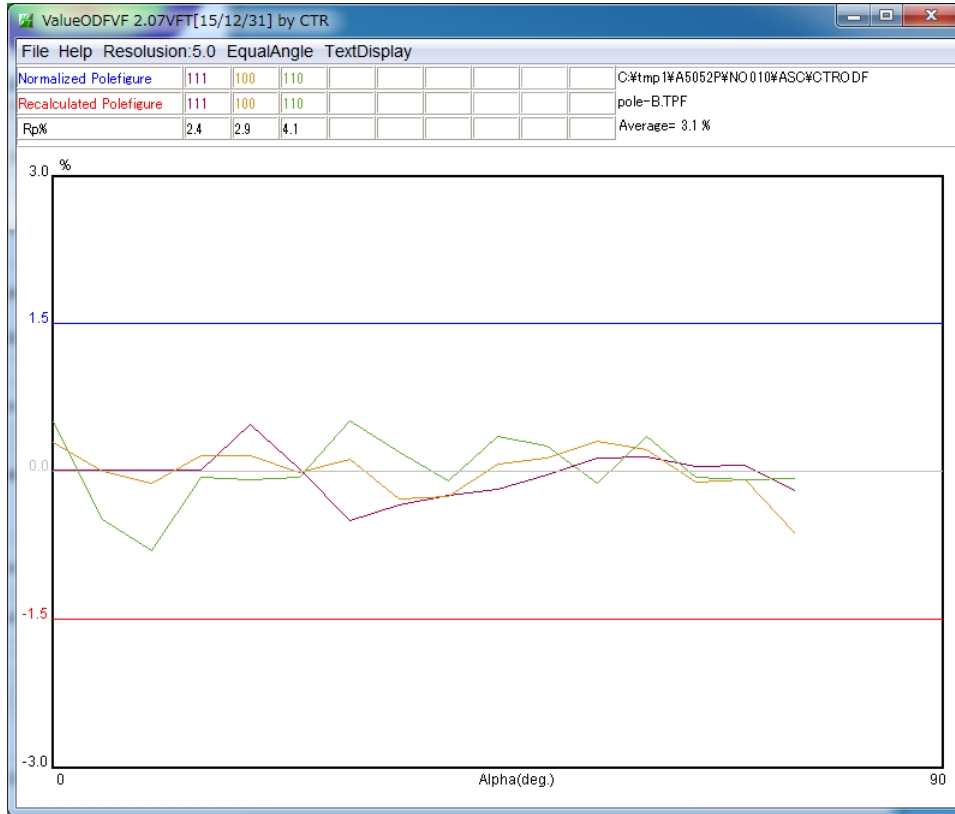
Search Rp% (1,1,1) 2.38% -> 2.35% (2,0,0) 2.93% -> 2.92% (2,2,0) 4.14% -> 4.09% Filemake success!!

簡易Rp%はODF解析を行った場合の再計算極点図と入力極点図の差異を表すパラメータ
計算は数回繰り返され、Rp%の最適化が行われます。

最適化されたDEFOCUSファイルが、C:\¥CTRY¥work¥ODFPoleFigure2に作成される。

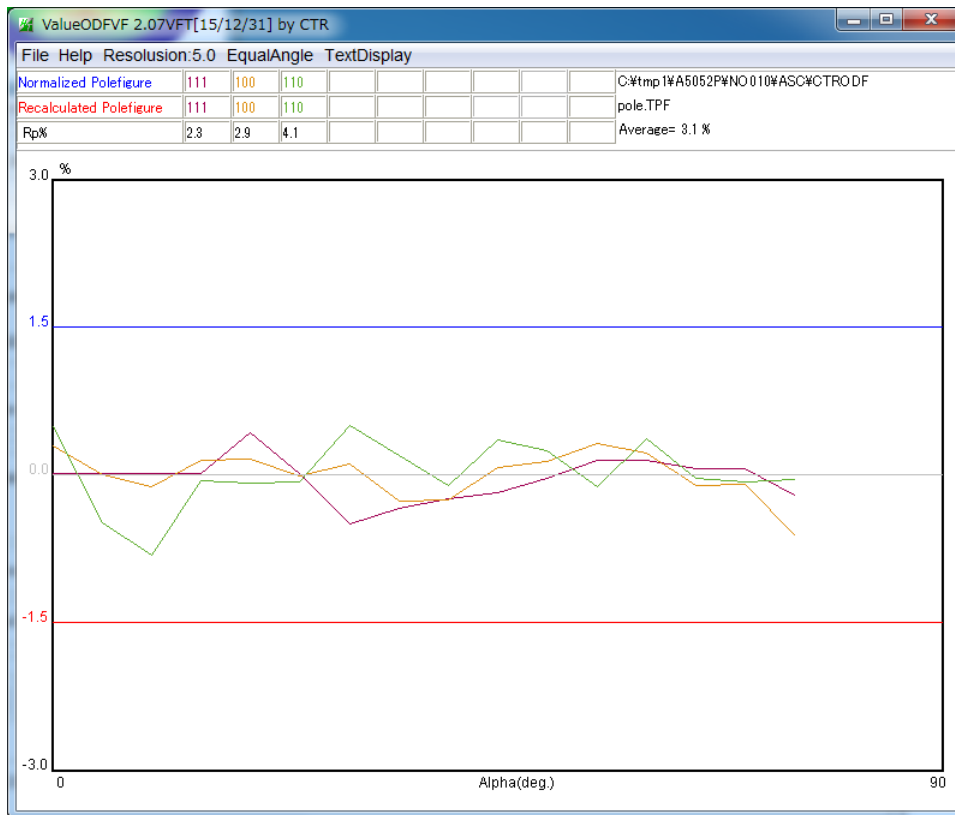
ValueODFVF-B

1 回目の Rp %は (Before)



ValueODFVF-A

最適化された Rp% (After)

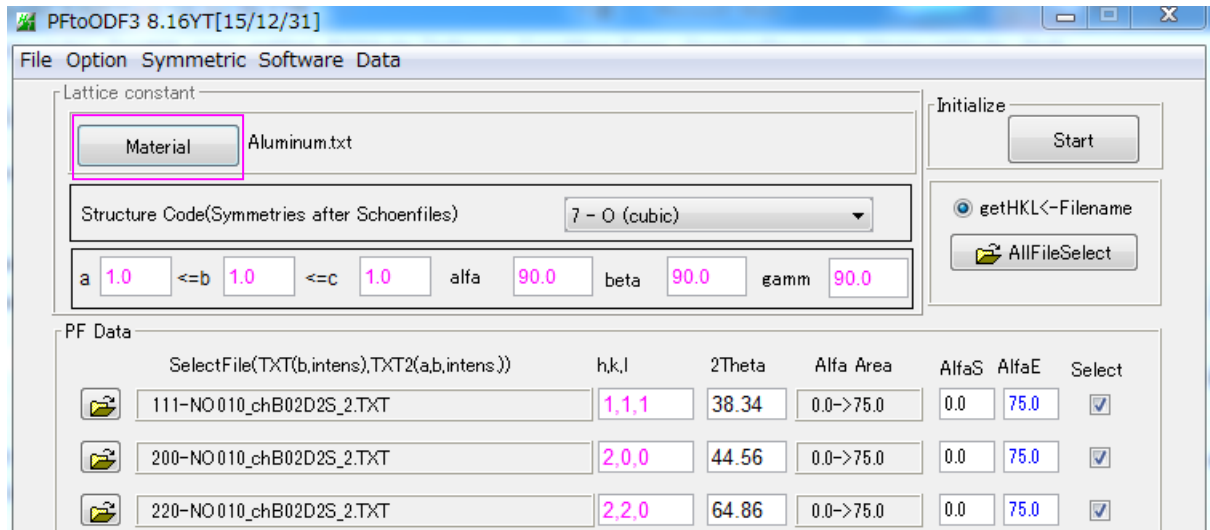


ValueODFVF の値はプロファイルが ± 1.5% の間に入れば、問題ありません。

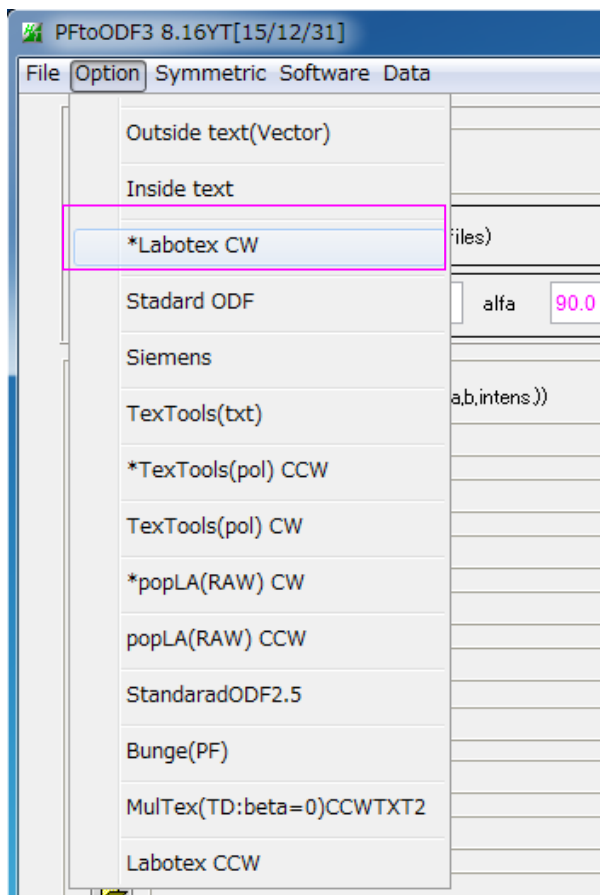
ODF 入力ファイルの作成



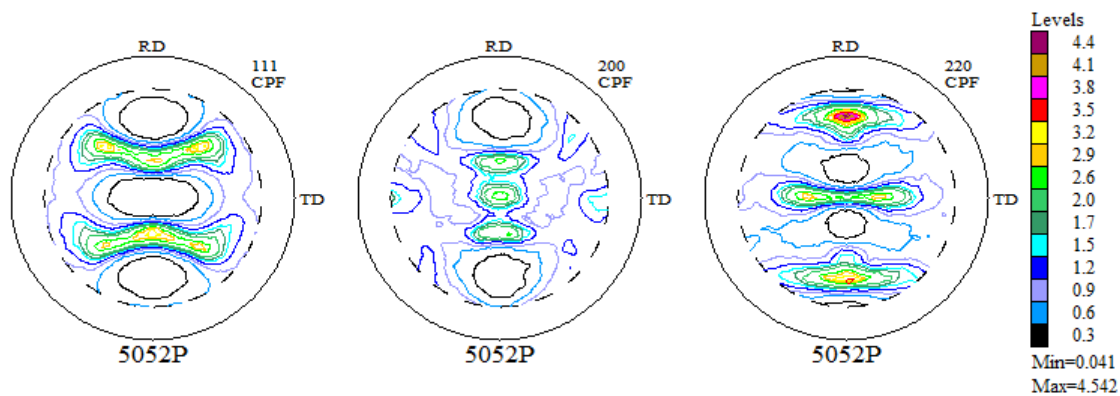
MaterialのAluminumを選択



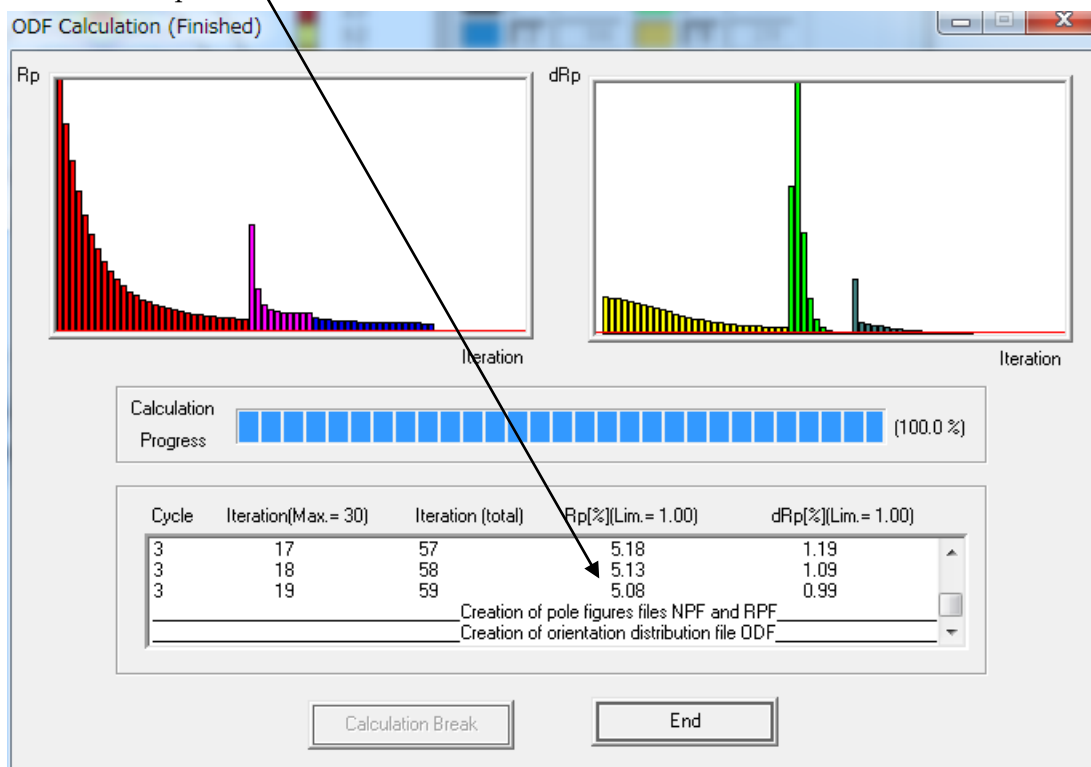
Labotexを選択



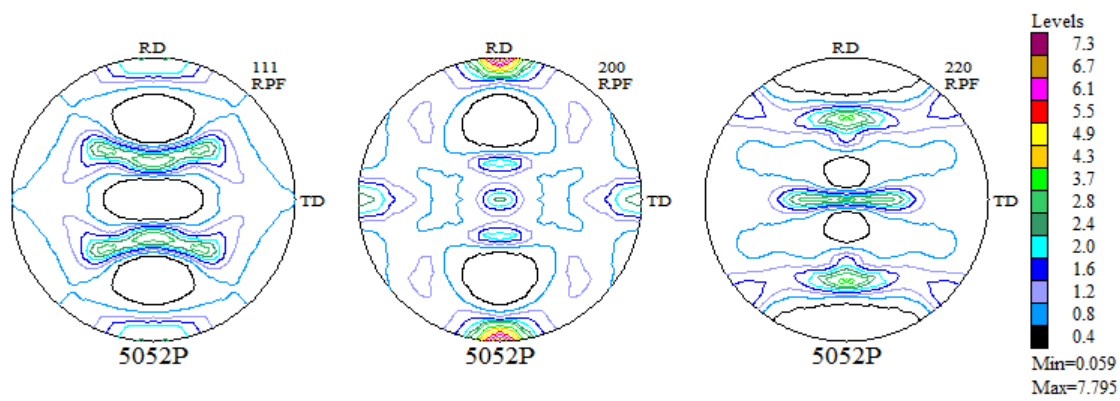
LaboTexで読み込みODF解析



LaboTexのRp%表示



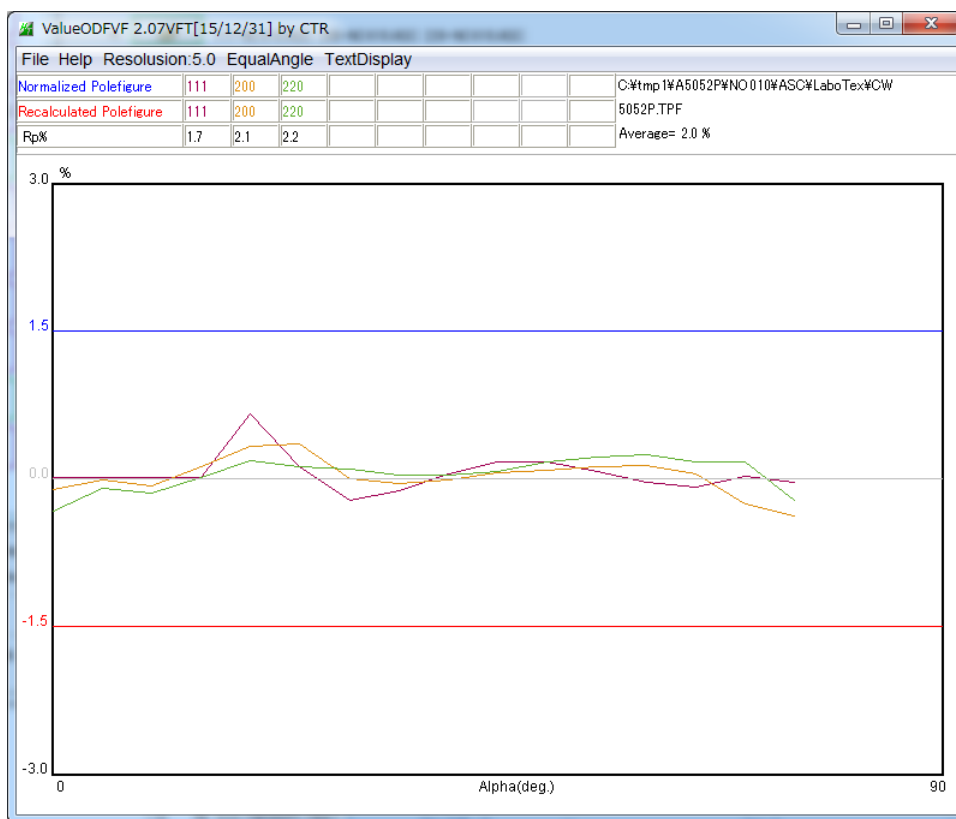
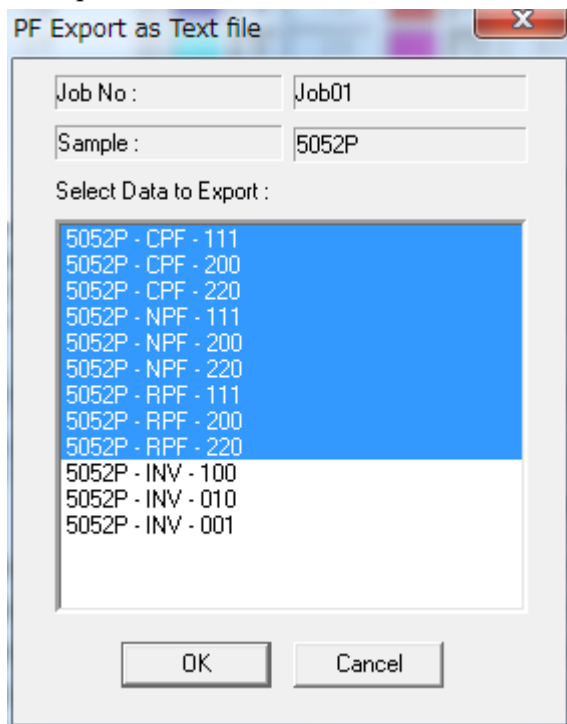
ODF解析結果から計算された再計算極点図



入力極点図と再計算極点図をExportしてLaboTexのRp%プロフィールを確認

LaboTexのRp%プロフィールをValueODFVFで確認

PFExport



± 1.5%以内なので、問題ありません。

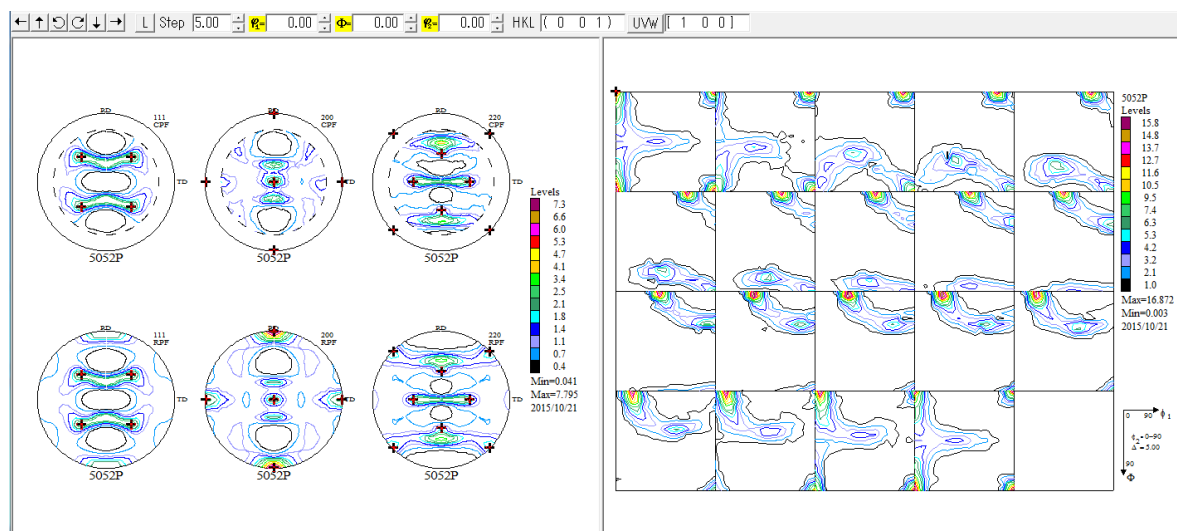
このデータの善し悪しは、入力極点図の矛盾の在り無しで決まります。

結晶方位の定量 (VolumeFraction計算)

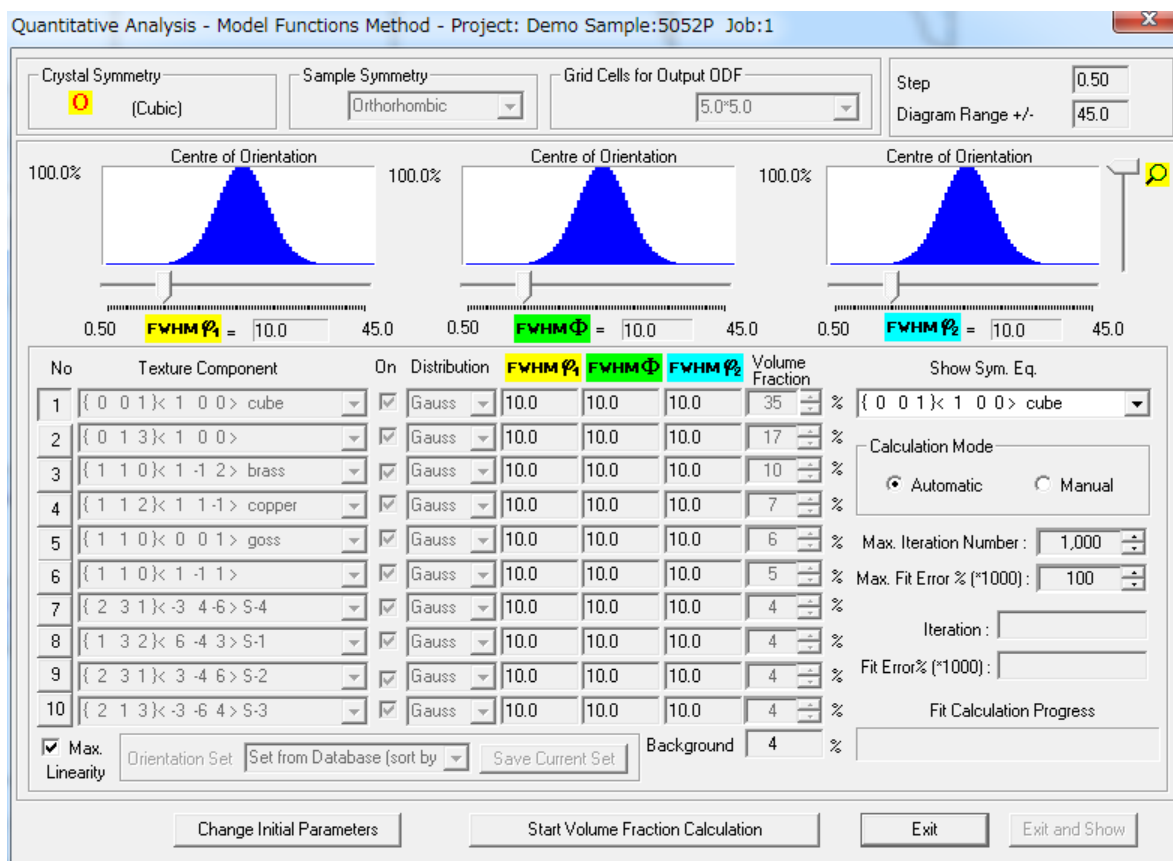
LaboTexのVolumeFraction計算は、DataBaseに登録されている結晶方位から含まれている可能性の高い順にlistが作成され表示されます。

例えば、手動で方位を決定するなら

Cube方位では(001)[100]を入力すると、ODF極点図上に+が表示される。



自動では、

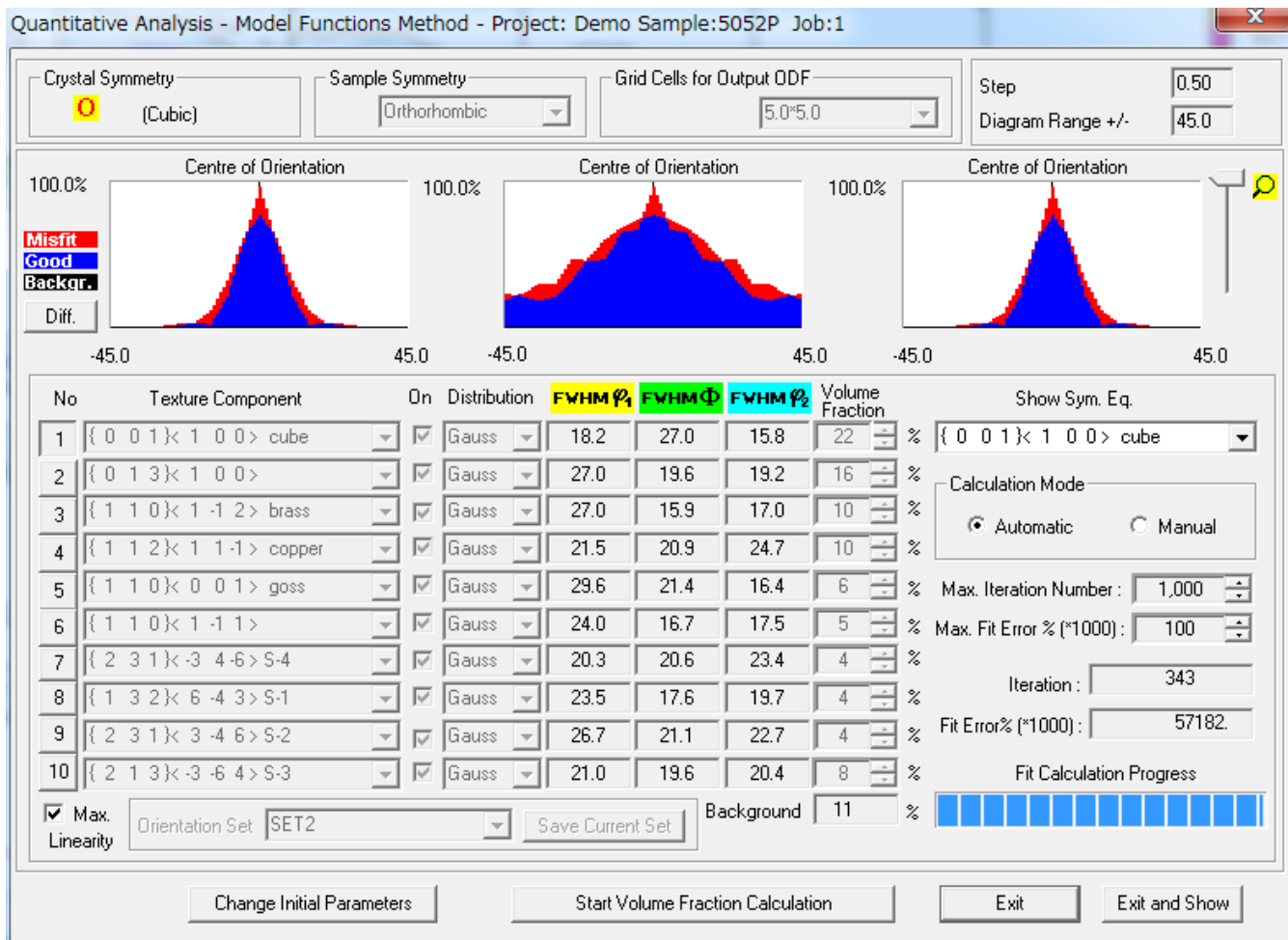


可能性の高い結晶方位が表示されます。

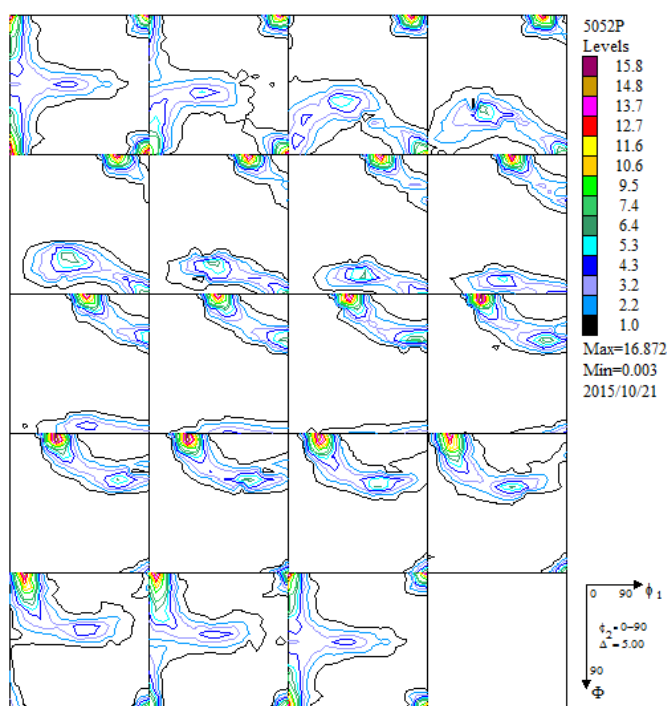
Fitting 計算は、結晶方位位置を固定して、各 Euler 角度の半幅と VolumeFraction を変えて行われる。

計算終了は、繰り返し行い、表示されている結晶方位計算を FitError% の変化量が少なくなったら打ち切る。

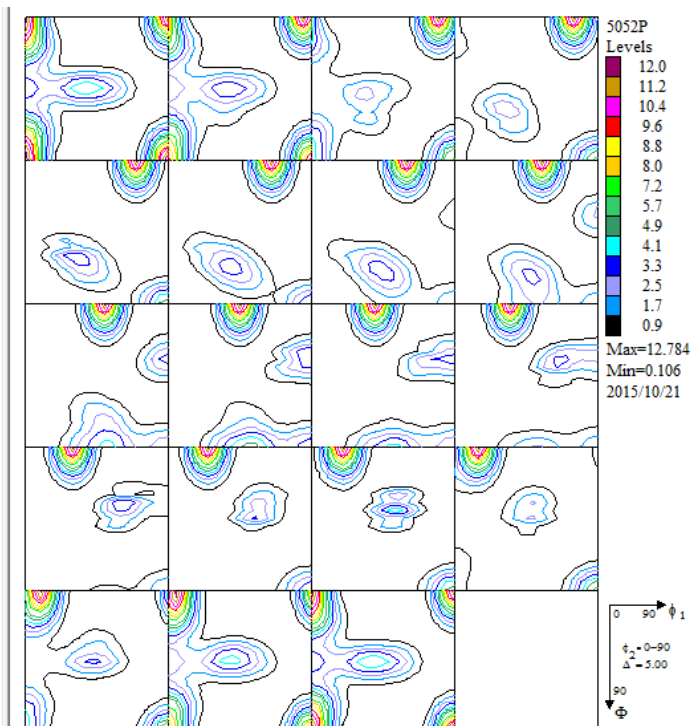
FitError%が安定した VolumeFraction



入力極点図から計算した ODF 図

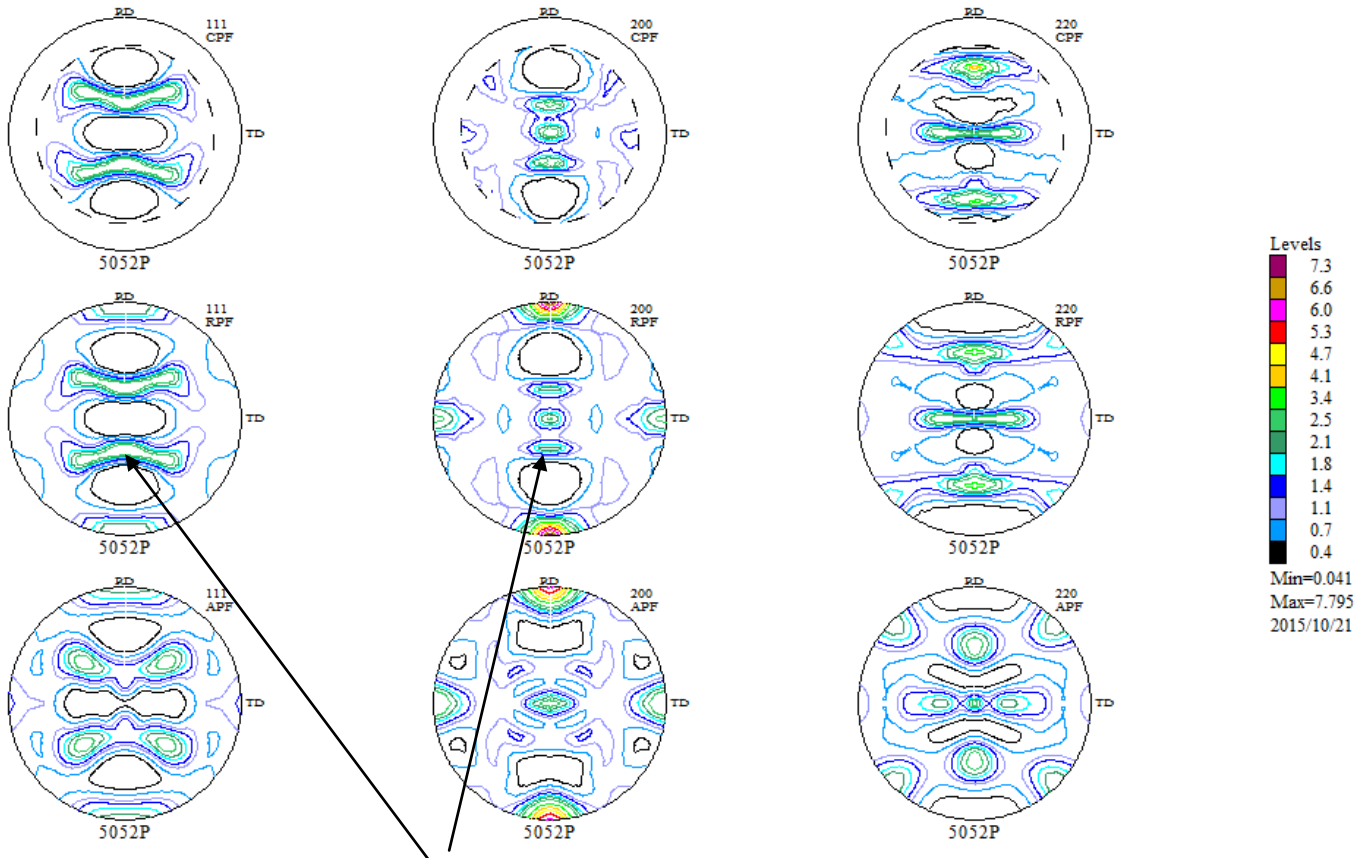


VolumeFraction 結果から計算した ODF 図



極点図比較

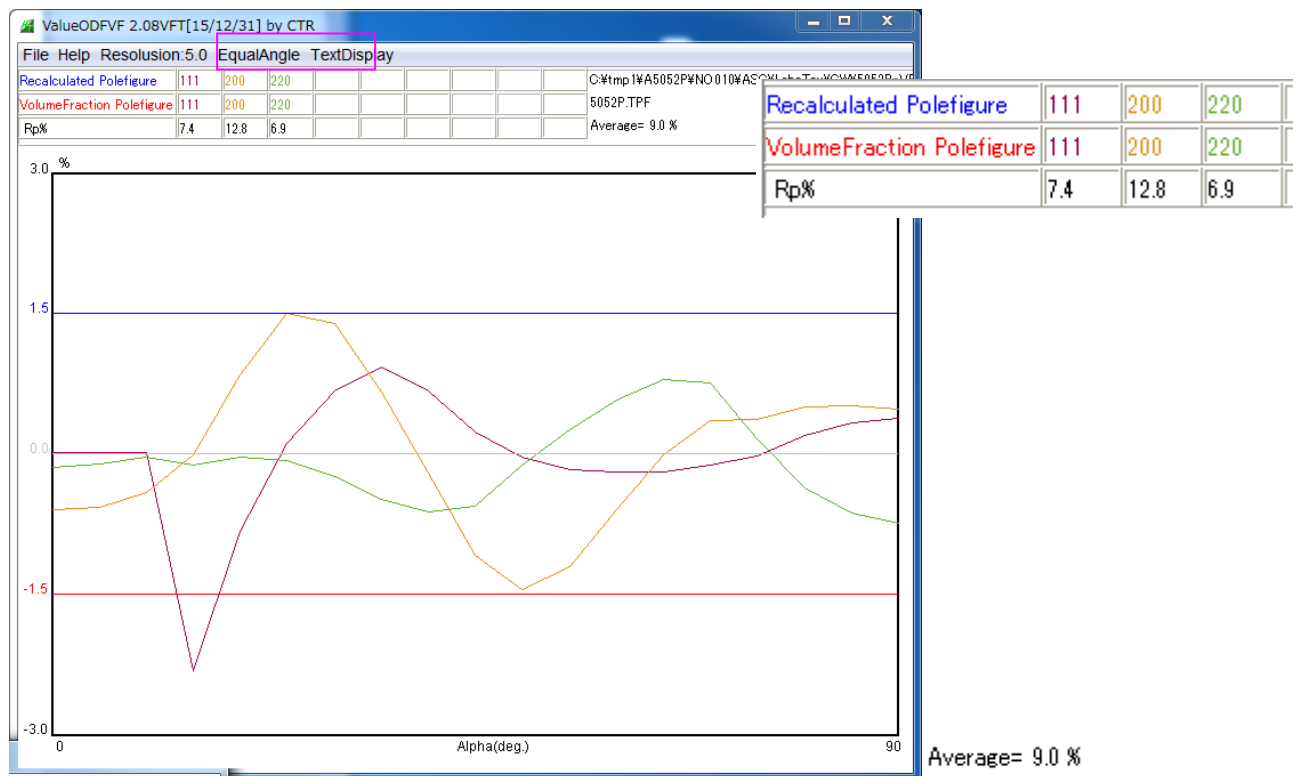
入力極点図、再計算極点図、VolumeFraction から計算した ODF 図の順



VolumeFraction から計算した極点図に足りない方位

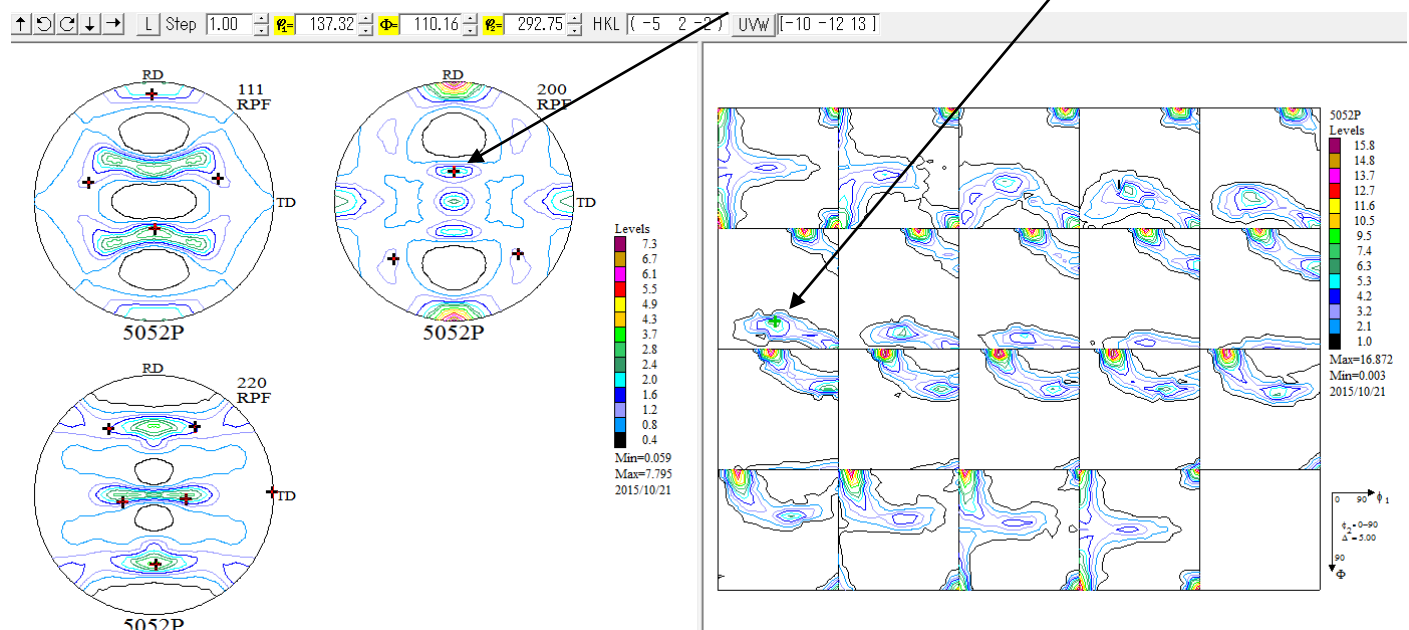
ValueODFVF で確認(表示を WualEar(Alfa)に切り換えると更に良い結果になります)

極点図を等角度から等面積に切り換えて評価します。



{200} の Rp % が大きな値になっています。

再計算極点図とODF図を表示して、極点図上をマウスクリック ODF上の位置



(-5 2 -2)[-10 -12 13]を DataBase に追加して ValuneFraction 計算を行う。

計算は、前回途中結果を保存した SET2 に(-5 2 -2)[-10 -12 13]を追加して始める。

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Demo Sample:5052P Job:1

Crystal Symmetry: **O** (Cubic) Sample Symmetry: Orthorhombic Grid Cells for Output ODF: 5.0*5.0 Step: 0.50 Diagram Range +/-: 45.0

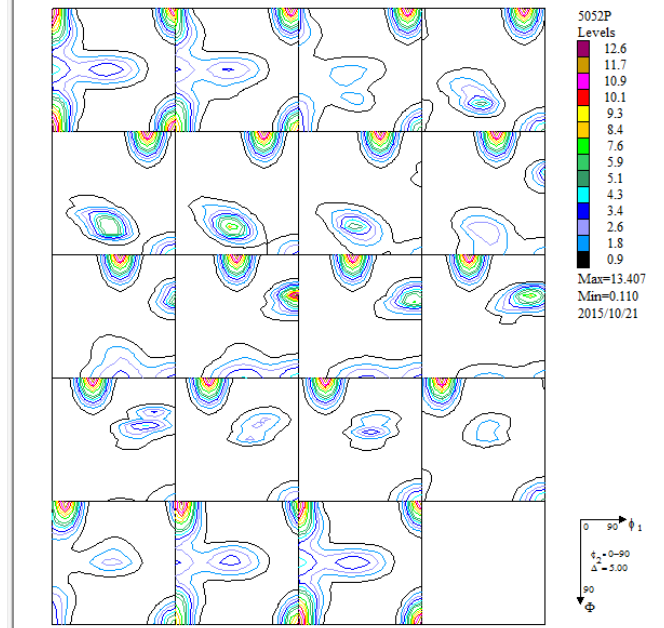
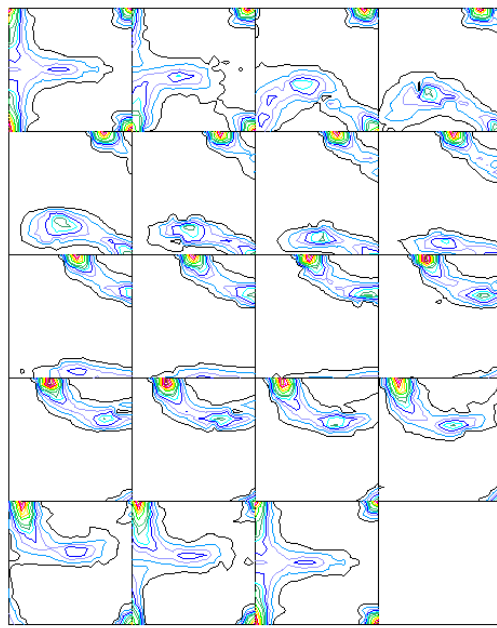
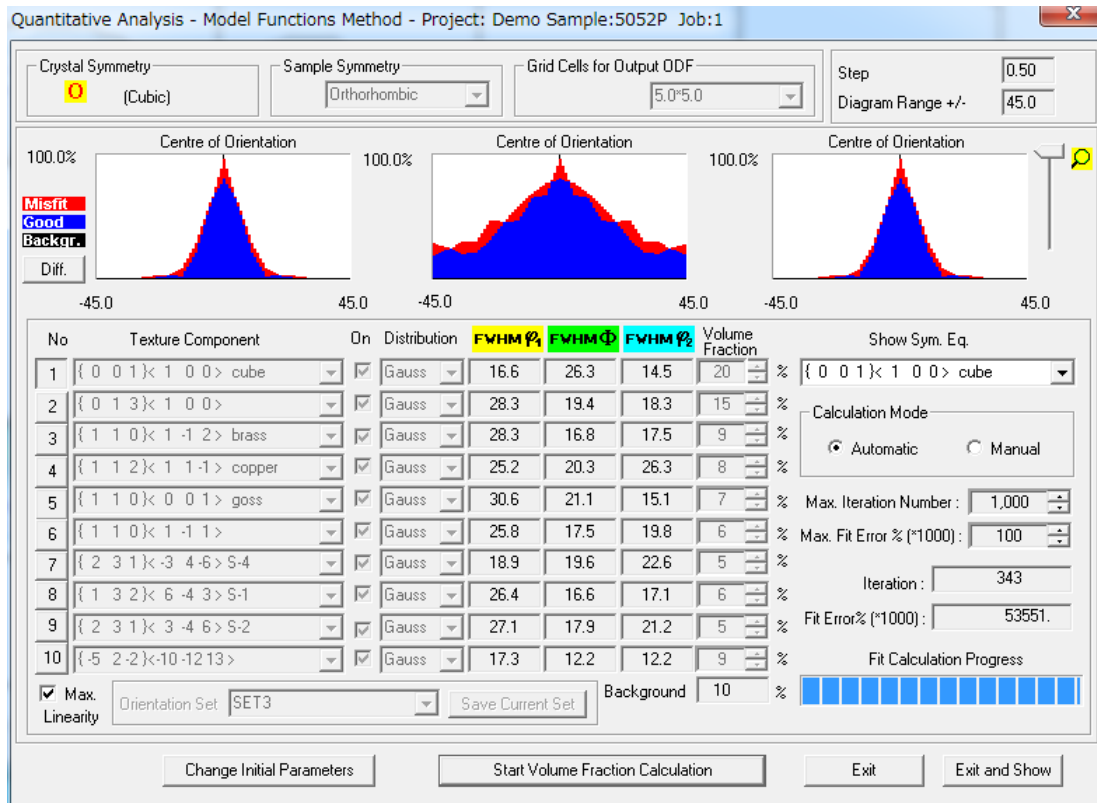
Centre of Orientation (3 plots) FWHM ϕ_1 = 10.0 FWHM Φ = 10.0 FWHM ϕ_2 = 10.0

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM Φ	FWHM ϕ_2	Volume Fraction	Show Sym. Eq.
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	16.1	23.2	13.2	35 %	{ -5 2 -2 } < -10 -12 13 >
2	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	23.9	18.6	18.5	17 %	
3	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	25.4	15.8	16.9	10 %	
4	{ 1 1 2 } < 1 -1 -1 > copper	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.4	21.0	24.6	7 %	
5	{ 1 1 0 } < 0 0 1 > goss	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	29.8	21.6	16.7	6 %	
6	{ 1 1 0 } < 1 -1 1 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	23.8	16.6	19.3	5 %	
7	{ 2 3 1 } < -3 4 -6 > S-4	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.1	20.7	23.3	4 %	
8	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	23.1	17.9	16.1	4 %	
9	{ 2 3 1 } < 3 -4 6 > S-2	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	26.4	21.2	21.7	4 %	
10	{ -5 2 -2 } < -10 -12 13 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	4 %	

Max. Linearity Orientation Set: SET2 Save Current Set Background: 4 %

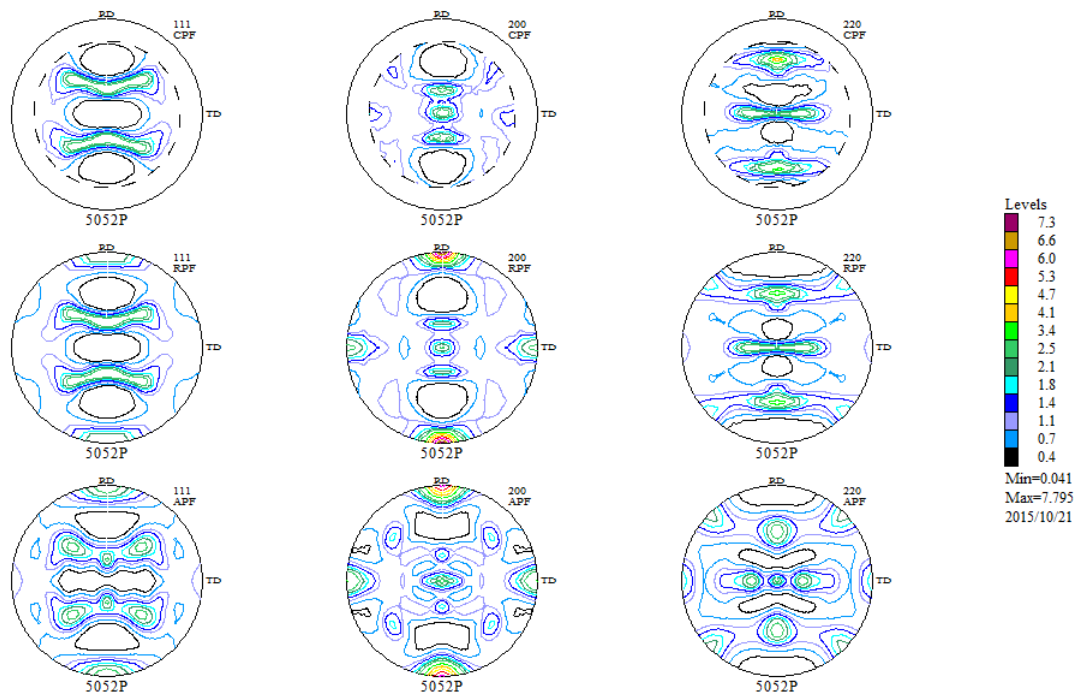
Fix Initial Parameters Start Volume Fraction Calculation Exit Exit and Show

VolumeFraction 結果



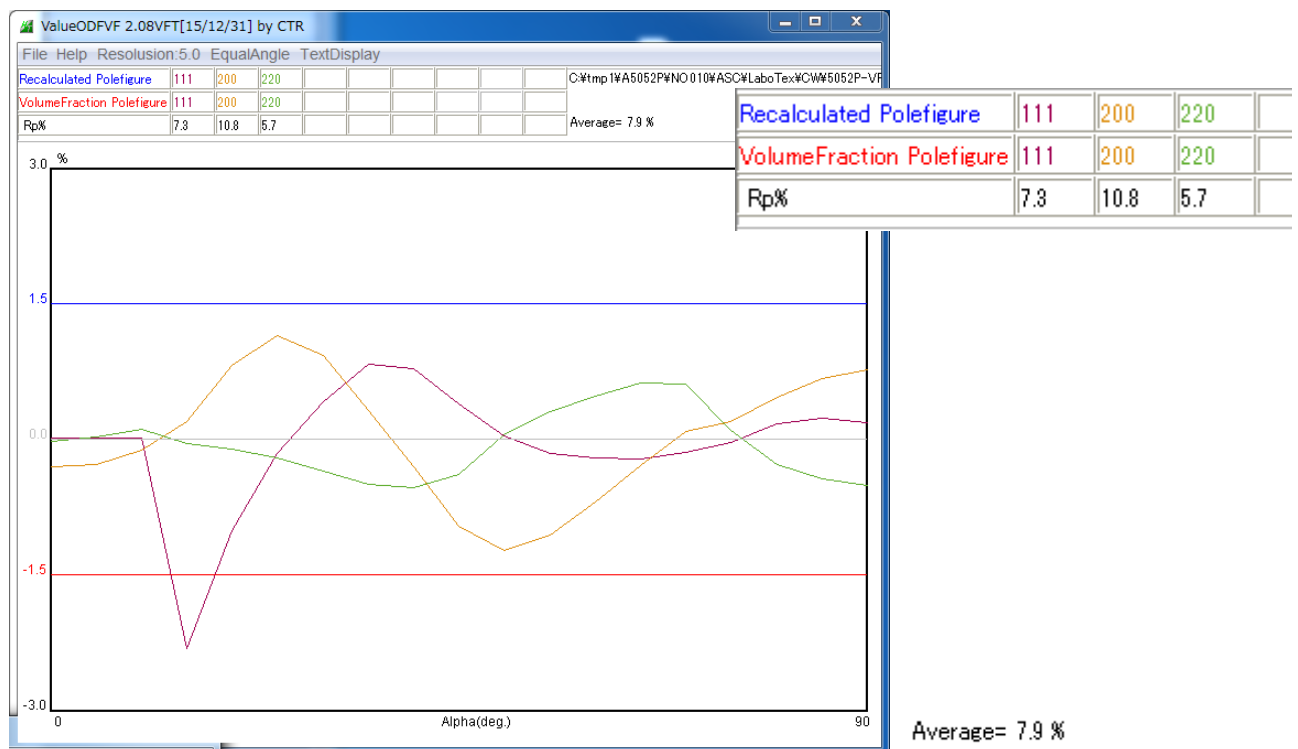
(-5 2 -2)[-10 -12 13]方位の追加で改良されているか確認する。

極点図比較



β Fiber のような連続的に変化している方位では少ない方位で全体を表す事はできません。
10 個の方位で Fitting した結果です。

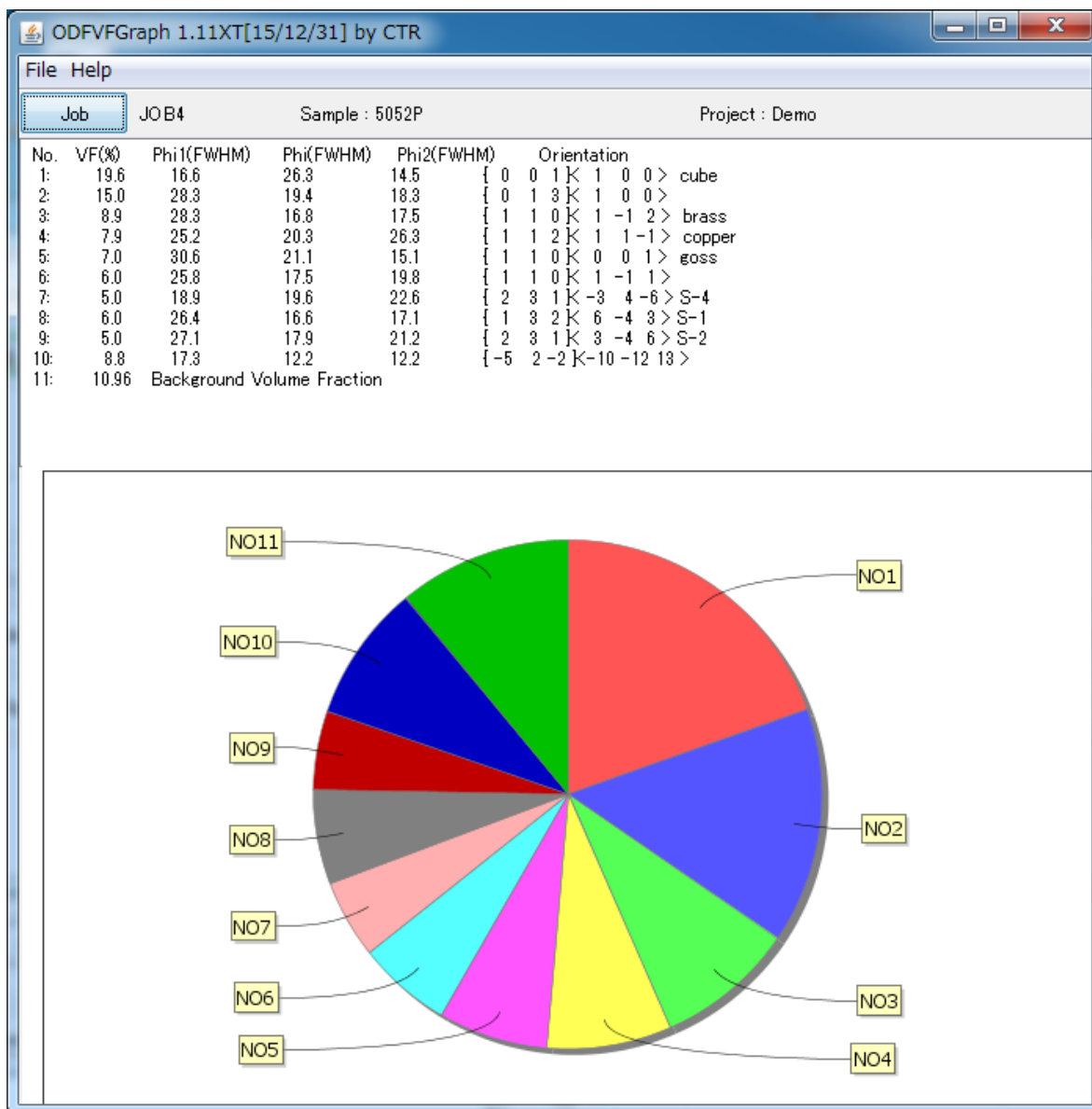
ValueODFVF で確認(表示を WualEar(Alfa)に切り換える更に良い結果になります)



(-5 2 -2)[-10 -12 13]方位の追加で、Rp%は9.0%→7.9%に改善されています。

(111)の極点図中心方向でのズレは、VolumeFraction で決められない方位が random と計算された差異が表現されています。

最終 VolumeFraction 結果



S 方位は S4,S1,S2 の合計です。

マトメ

結晶方位の定量を行う場合、各処理毎に **Error** 評価を行い、**Error** が以上なら解析を打ち切る事が必要です。

今回、Cube-β Fiberのアルミニウム解析を行ってみましたが、方位に広がりがあります。β Fiber は連続的に方位が回転していると考えられ、固定した方位解析では全てを事は困難です。特に、方位位置にずれがある場合では、非常に難しい作業になります。

