

TiおよびTi合金の集合組織

2014年10月14日
HelperTex Office
山田 義行

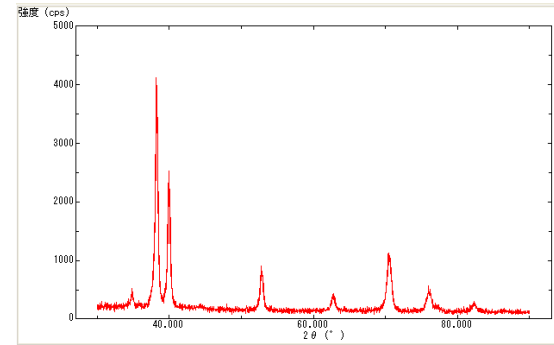
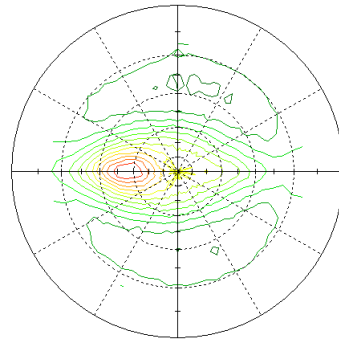
参考資料

LaboTex The Texture Analysis Software Windows
井上先生 チタンおよびチタン合金の集合組織

材料加工

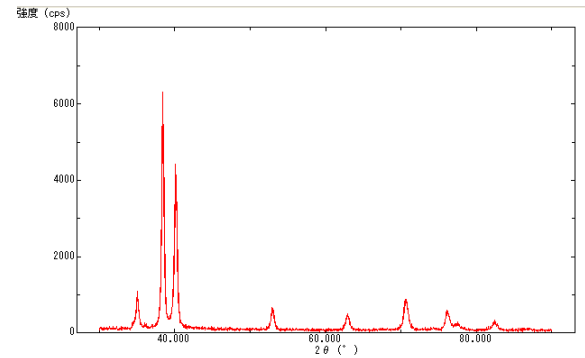
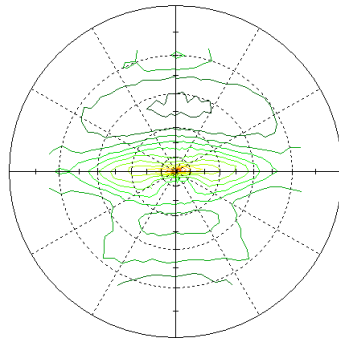
材料 工業用純チタンJIS2種冷圧延材

圧延表面では方位が歪んでいます。



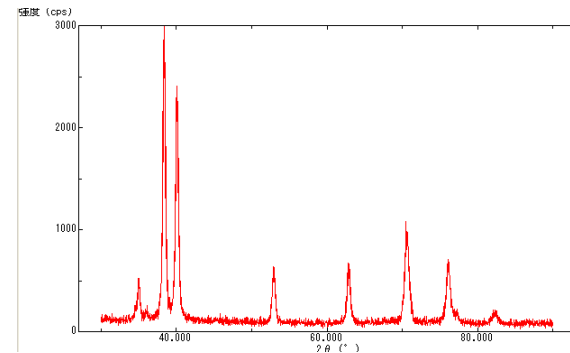
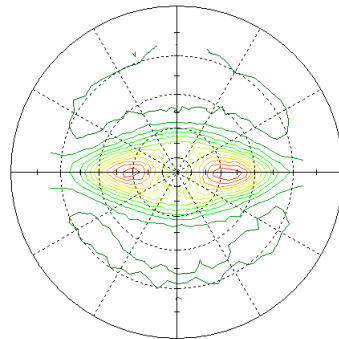
厚さ1mm→0.6mmへ研削加工

研削だけでは表面が凸凹していて方位むらがあり、極密度が低下しています。

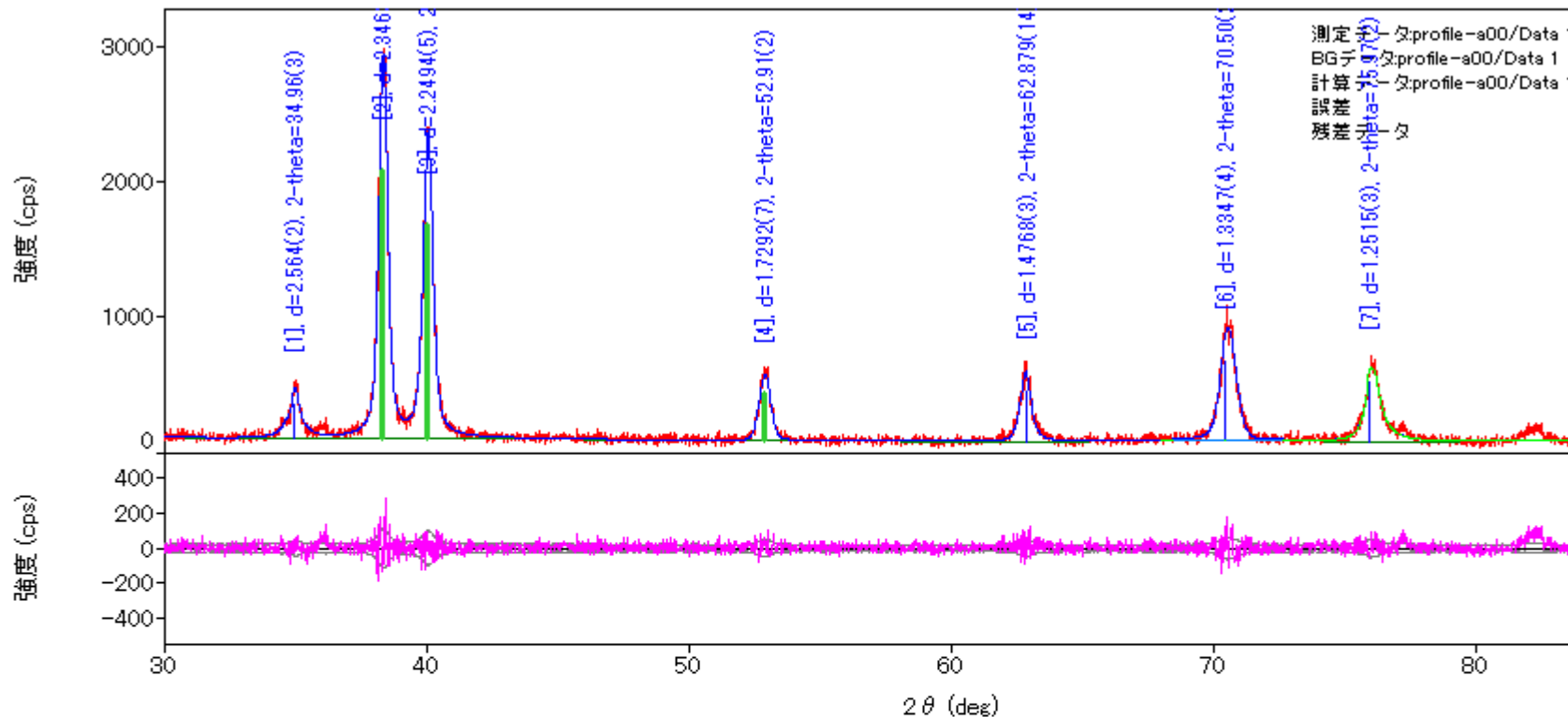


#2000番による表面加工

表面を均一にする事で方位がハッキリします。



測定の準備



測定データ: profile-a00/Data 1
 BGデータ: profile-a00/Data 1
 計算データ: profile-a00/Data 1
 誤差
 残差

クラスタビュー
 PCAビュー
 プロファイルビュー
 結晶相データビュー
 3Dビュー
 結晶構造ビュー
 サイズ分布ビュー

情報

ピークリスト
 回折リスト
 プロファイルビューに表示されているピークのみリストに表示する

No.	2 θ	d	高さ	FWHM	積分強度	積分幅	非対称因子	減衰因子		結晶子サイズ	結晶相名
	(deg)	(Å)	(cps)	(deg)	(cps·deg)	(deg)		η L/mL	η H/mH	(Å)	
<input checked="" type="checkbox"/> 1	34.96(3)	2.564(2)	262(33)	0.38(5)	186(7)	0.71(12)	0.8(3)	1.5(2)	1.1(3)	230(32)	alpha, hcp(1,0,0)
<input checked="" type="checkbox"/> 2	38.331(8)	2.3463(5)	1989(91)	0.366(6)	966(9)	0.49(3)	0.95(8)	0.64(5)	0.59(5)	240(4)	alpha, hcp(0,0,2)
<input checked="" type="checkbox"/> 3	40.051(10)	2.2494(5)	1579(81)	0.399(8)	847(9)	0.54(3)	1.10(11)	0.61(6)	0.68(6)	221(4)	alpha, hcp(1,0,1)
<input checked="" type="checkbox"/> 4	52.91(2)	1.7292(7)	345(38)	0.479(17)	192(6)	0.56(8)	1.3(2)	0.14(12)	0.41(15)	194(7)	alpha, hcp(1,0,2)
<input type="checkbox"/> 5	62.879(14)	1.4768(3)	381(40)	0.393(19)	211(6)	0.55(7)	2.5(3)	0.34(11)	1.4(3)	247(12)	alpha, hcp(1,1,0)
<input type="checkbox"/> 6	70.50(2)	1.3347(4)	595(50)	0.635(16)	457(8)	0.77(8)	0.81(11)	0.54(9)	0.22(7)	160(4)	alpha, hcp(1,0,3)
<input type="checkbox"/> 7	75.97(2)	1.2515(3)	457(44)	0.45(5)	362(7)	0.79(9)	0.55(15)	1.36(19)	1.14(16)	234(24)	alpha, hcp(1,1,2)

極点測定2 θ 角度は正確に測定しましょう。

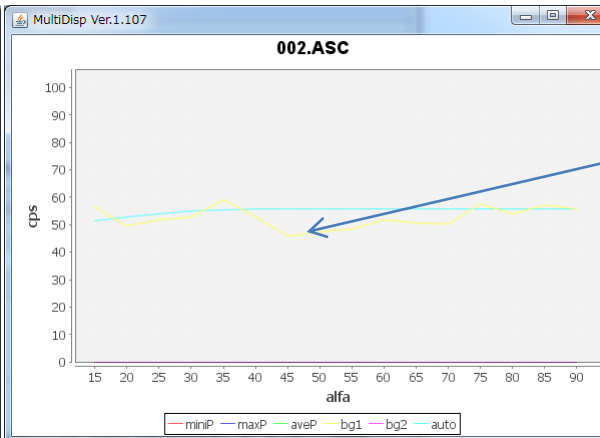
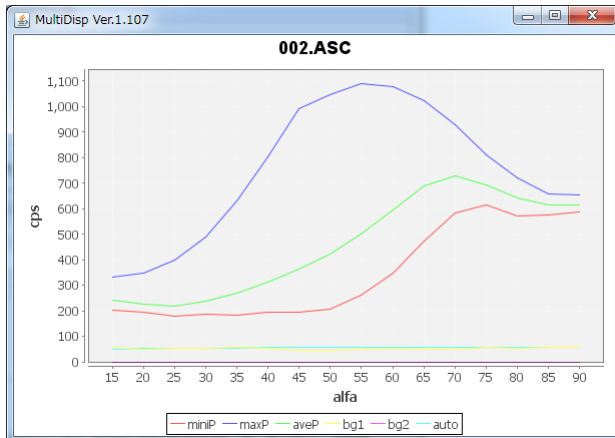
測定データと解析

The screenshot displays the 'ODFPoleFigure2' software interface. At the top, three circular pole figures are shown, each representing a different hkl plane: {0,0,2}1089.6, {1,0,1}1270.2, and {1,0,2}397.2. The main window contains the following sections:

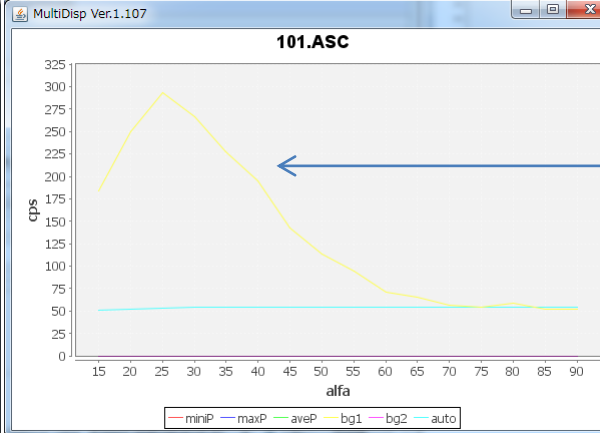
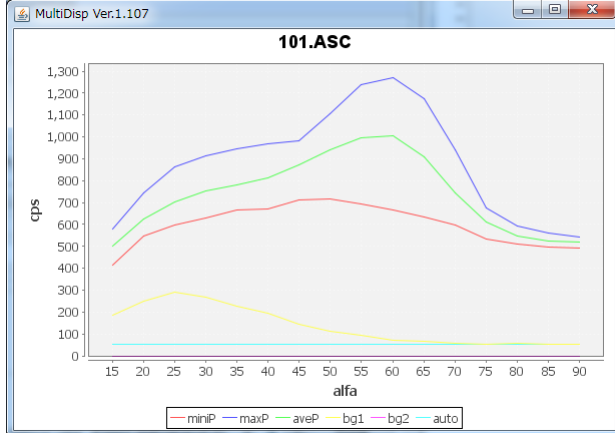
- Files select:** ASC(RINT-PC) dropdown, file selection icon, and file list: 002.ASC 101.ASC 102.ASC
- Calculation Condition:** Previous/Next buttons, file path: C:\work\JIS2種T冷延材A#2000-1-oil-RS7mm#New-002-101-102\002.ASC, hkl input: 0,0,2 (Change button)
- Background delete mode:** DoubleMode, SingleMo..., LowMode (selected), HighMode, Nothing, BG defocus: DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm, Minimum mo... checkbox
- Smoothing:** 3 (dropdown), Arithmetic mean (dropdown), Disp button
- RD:** 0.0 (input), Interporation (dropdown), Full checkbox, Disp button
- AbsCalc:** Schulz reflection method (dropdown), Absorption coefficient: 3.01 (input), 1/cm, Thickness: 0.063 (input), cm, 2Theta: 38.38 (input), deg., 1/Kt (radio button), Profile button
- Defocus file Select:** Defocus functions file (selected), file path: C:\tmp2#20140911#work#pole#group#defocus#DEFOCUS_F.TXT, TextDisp button, Make defocus function files by TXT2, Files dropdown, Standardize checkbox
- Defocus function files folder:** BB185mm (dropdown), DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm (dropdown), Limit Alfa Defocus value: Free(LimitValue=0.0) (dropdown), 1/Ra (radio button), Profile button
- Smoothing for ADC:** Cycles: 3 (dropdown), Weight: 4 (dropdown), Disp button, Standardize checkbox
- OutFiles:** TXT(Pole), Asc(Pole), TXT2(Pole) (radio buttons), Cancel, Calc, Exit&ODF, ODF buttons

データ処理は一括に行う事で、操作ミス無くします。

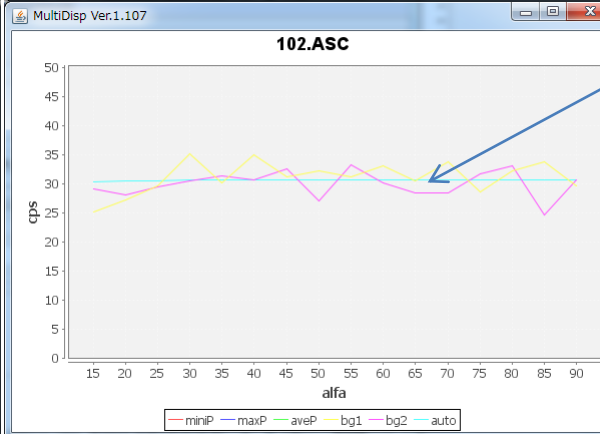
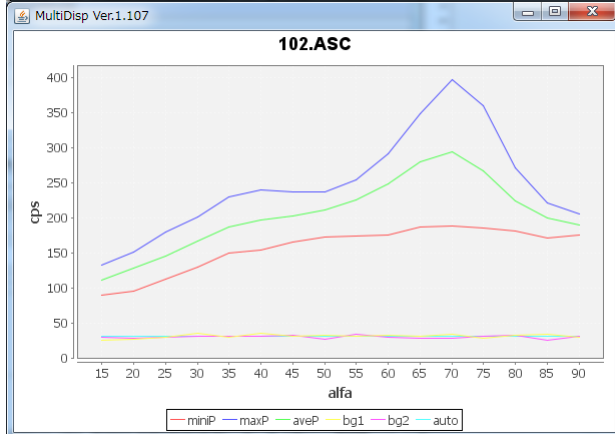
測定バックグラウンドの確認



バックグラウンドが凸凹になることがあります。



回折ピークが近接している場合、バックグラウンドにピークの影響が出る場合があります。

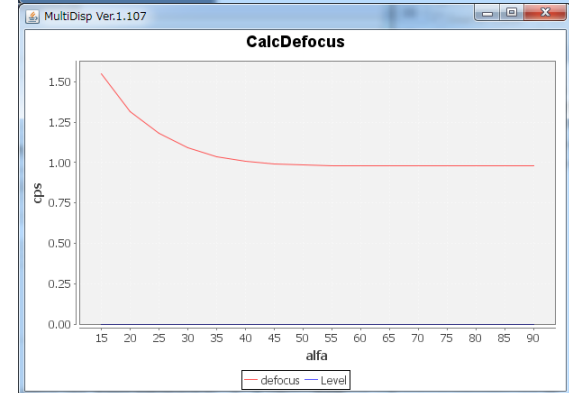
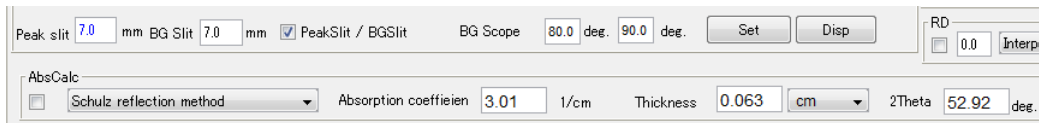
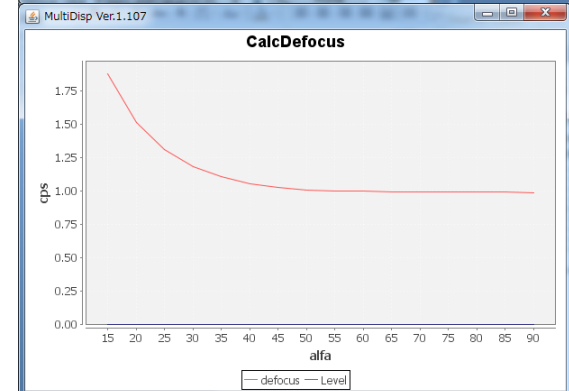
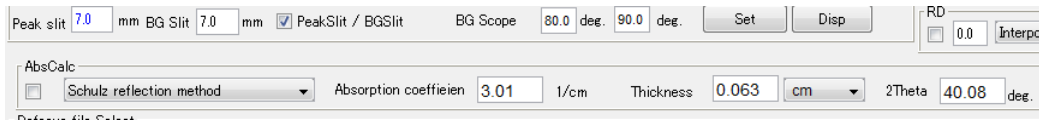
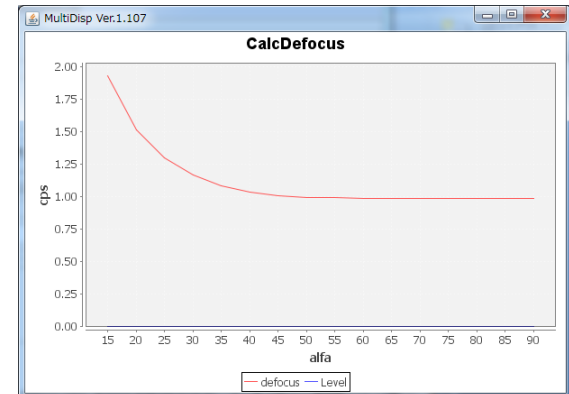


バックグラウンドが凸凹になることがあります。

バックグラウンドを適切な値に変更する。

defocus

XRDの反射極点測定ではdefocusの影響で極点図の外側で測定極密度が下がります。必ず、random材料による補正が必要です。Random材料が得られない場合、計算による補正を行います。



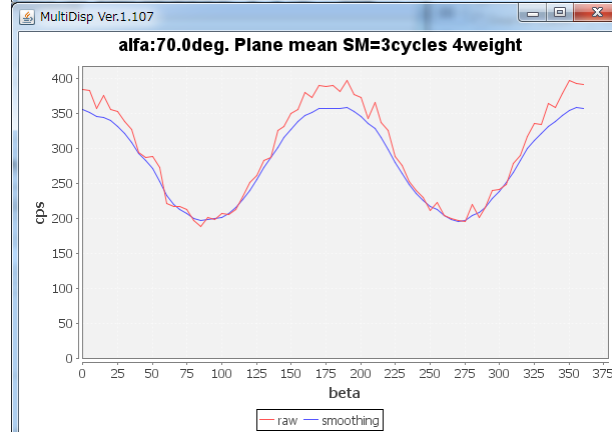
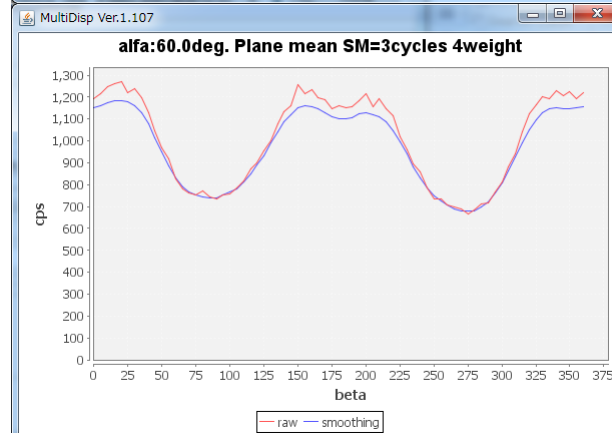
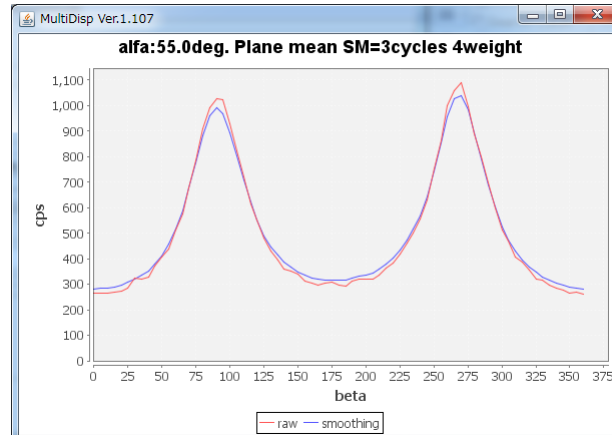
Defocusは測定2θ角度と受光スリット幅に影響されます。

平滑化

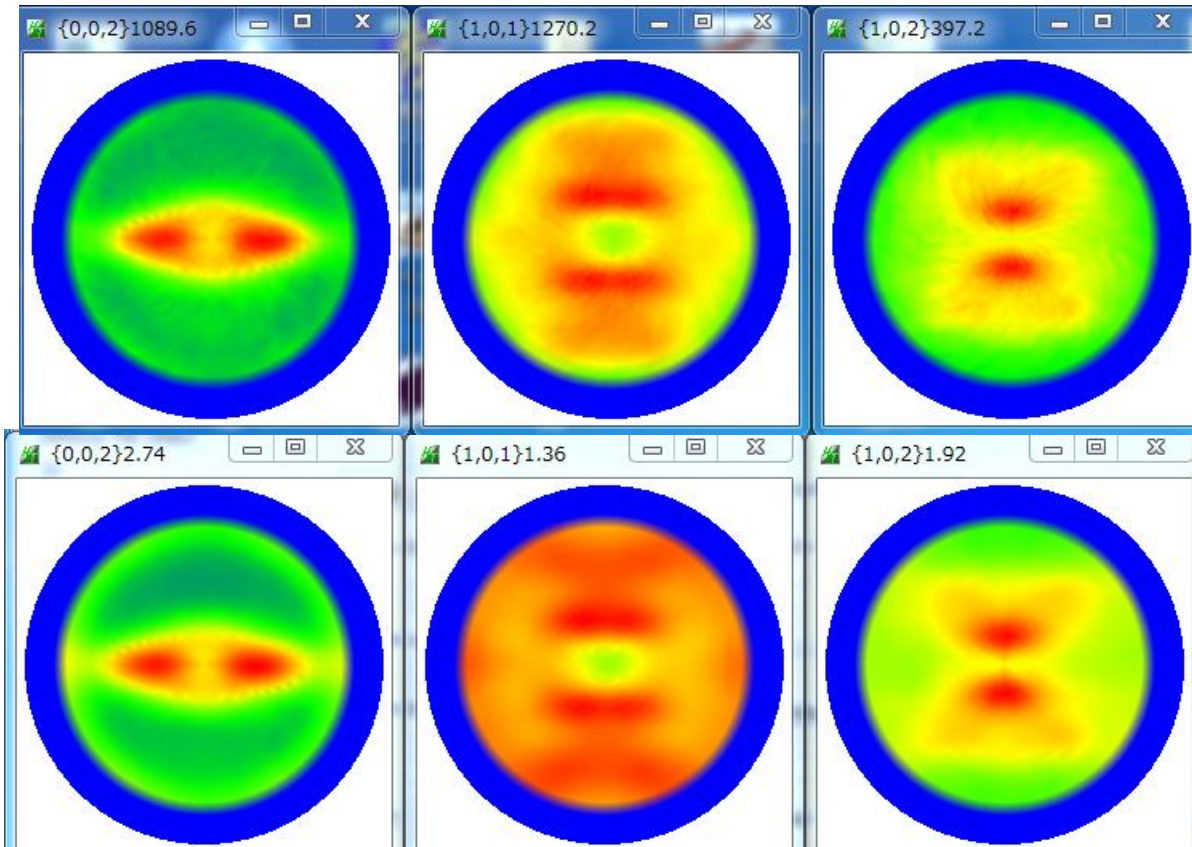
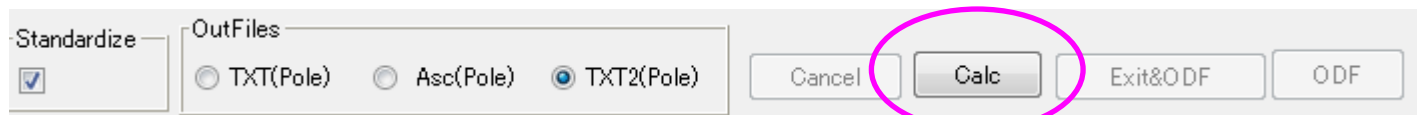


LaboTexのような直接法は、測定データの凸凹に反応します。
変動を無くすために平滑化を行います。

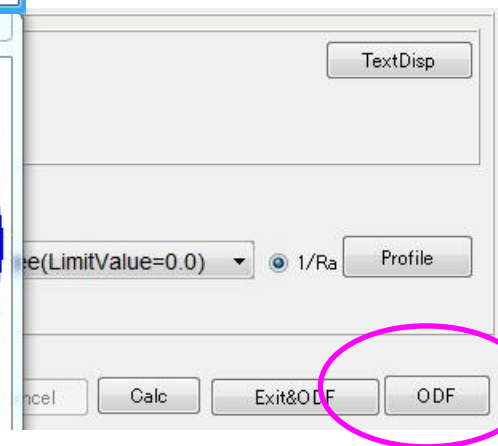
この平滑化は、
データを碁盤の目の様に、格子状に配置した場合、
平滑化を得る位置の上下左右データと重みを付けたデータ5点で移動平均をCycles数繰り返して平滑化を実現しています。



一括データ処理

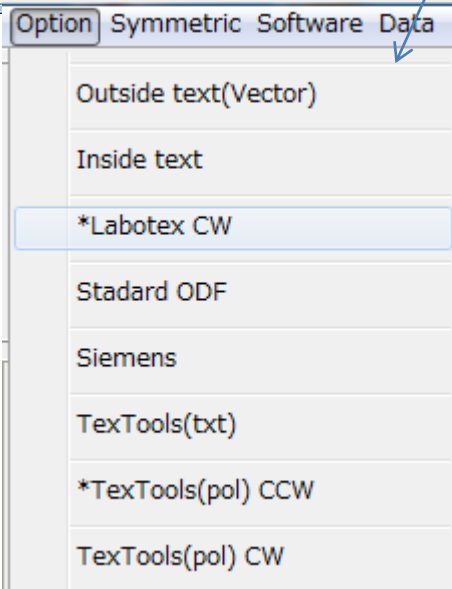
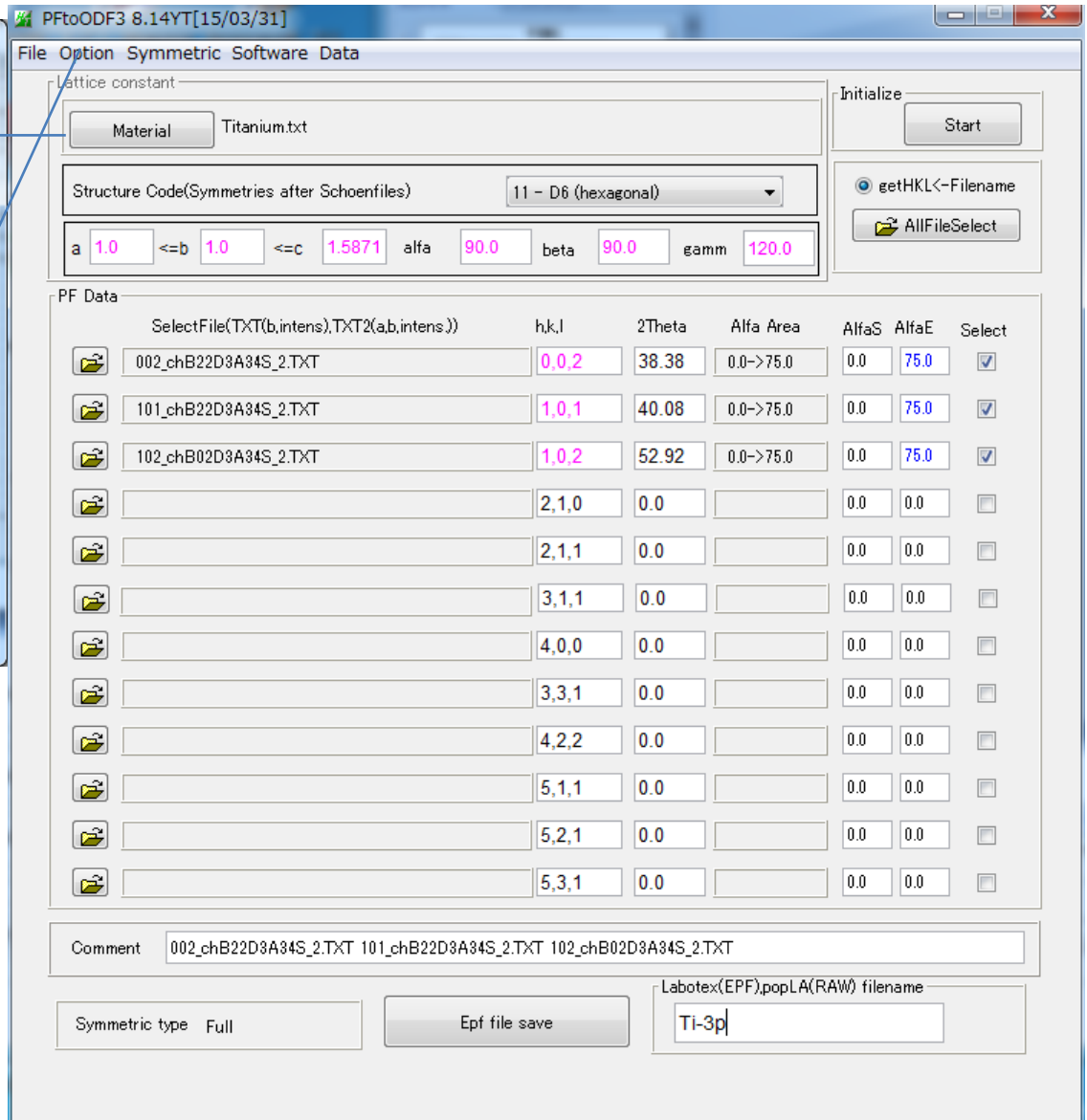
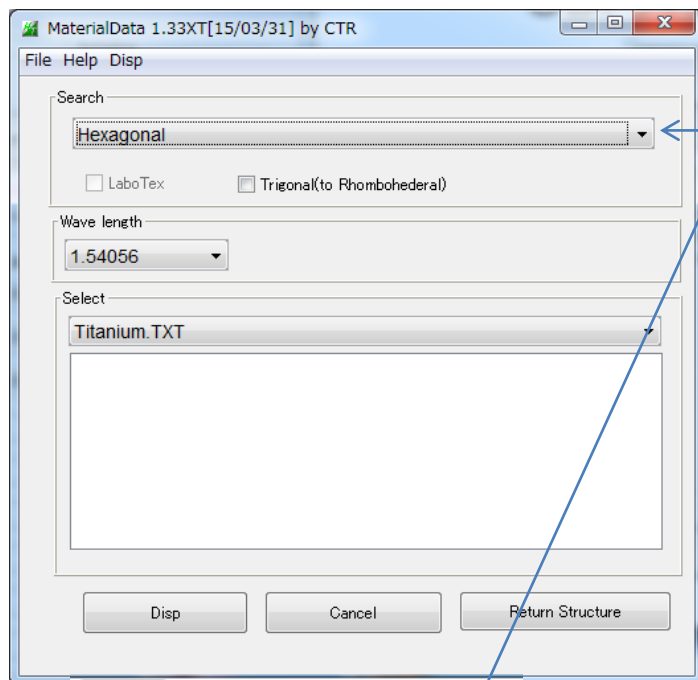


Calcでバックグラウンド削除、Defocus補正、平滑化、規格化処理を行い、ODFで各種ODF向けファイルを作成します。



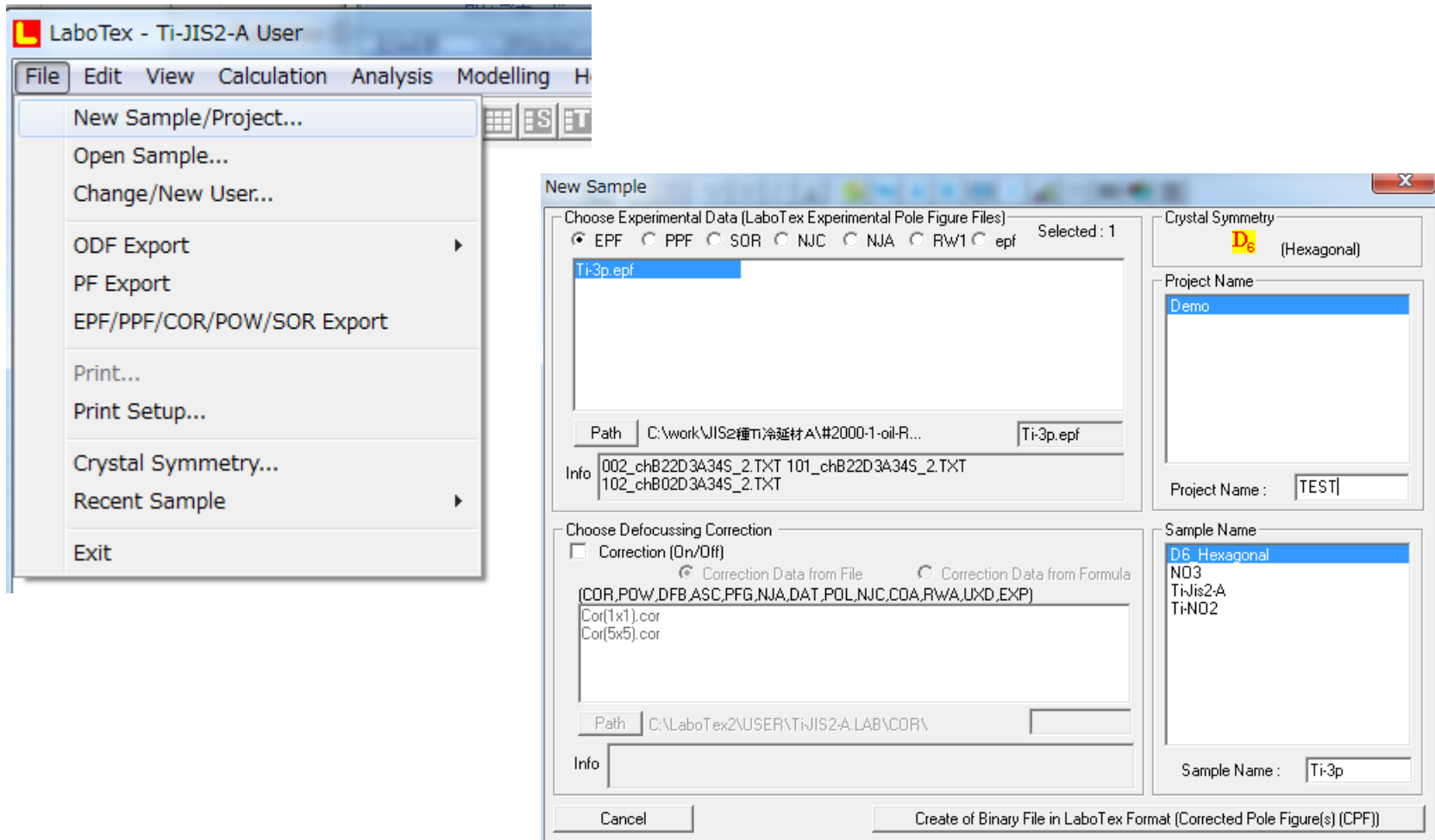
極点図は、 $\{hkl\}$ 規格化極密度を表示

ODF入力データ作成



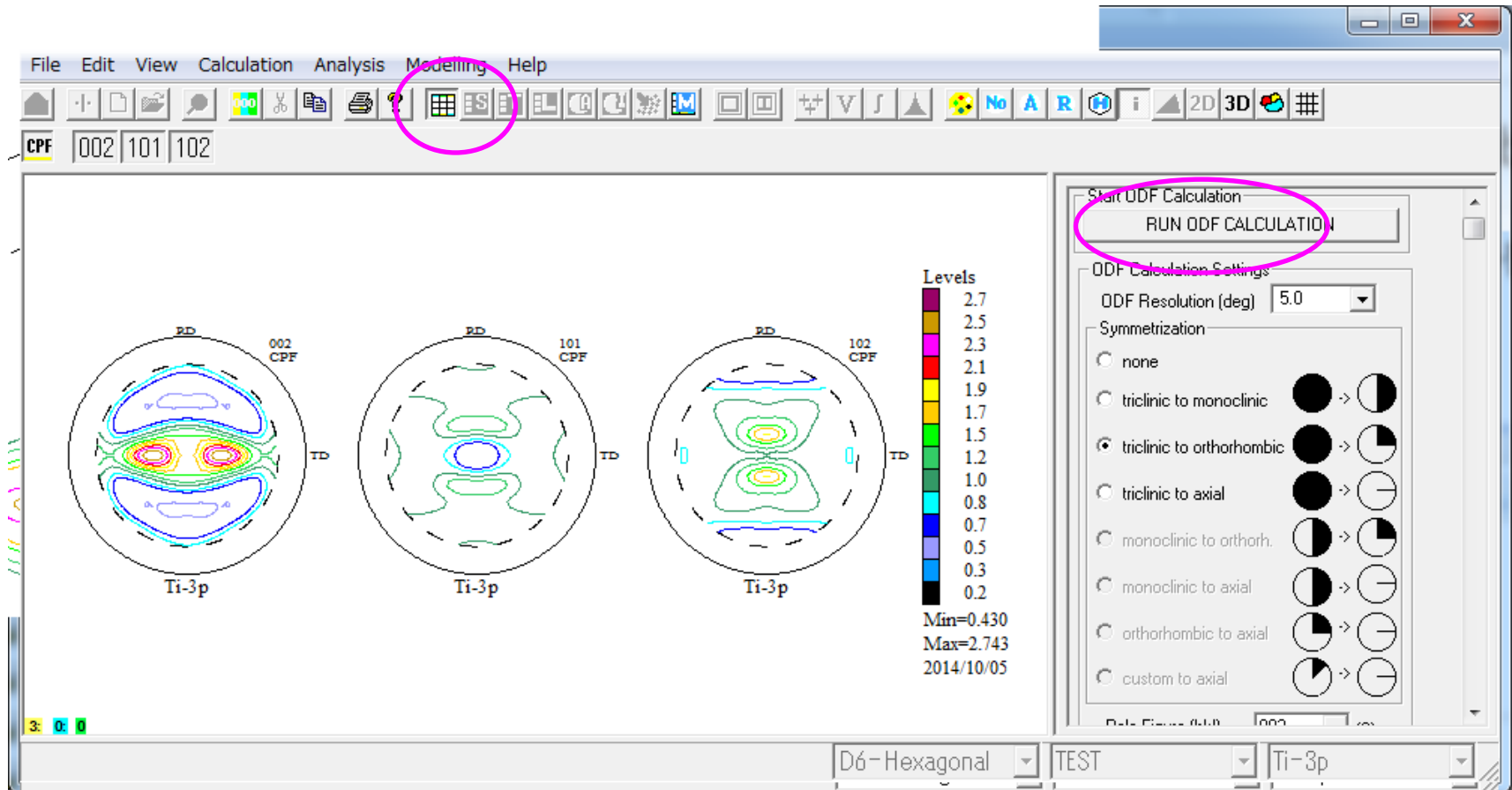
材料選択とODFの選択

LaboTex



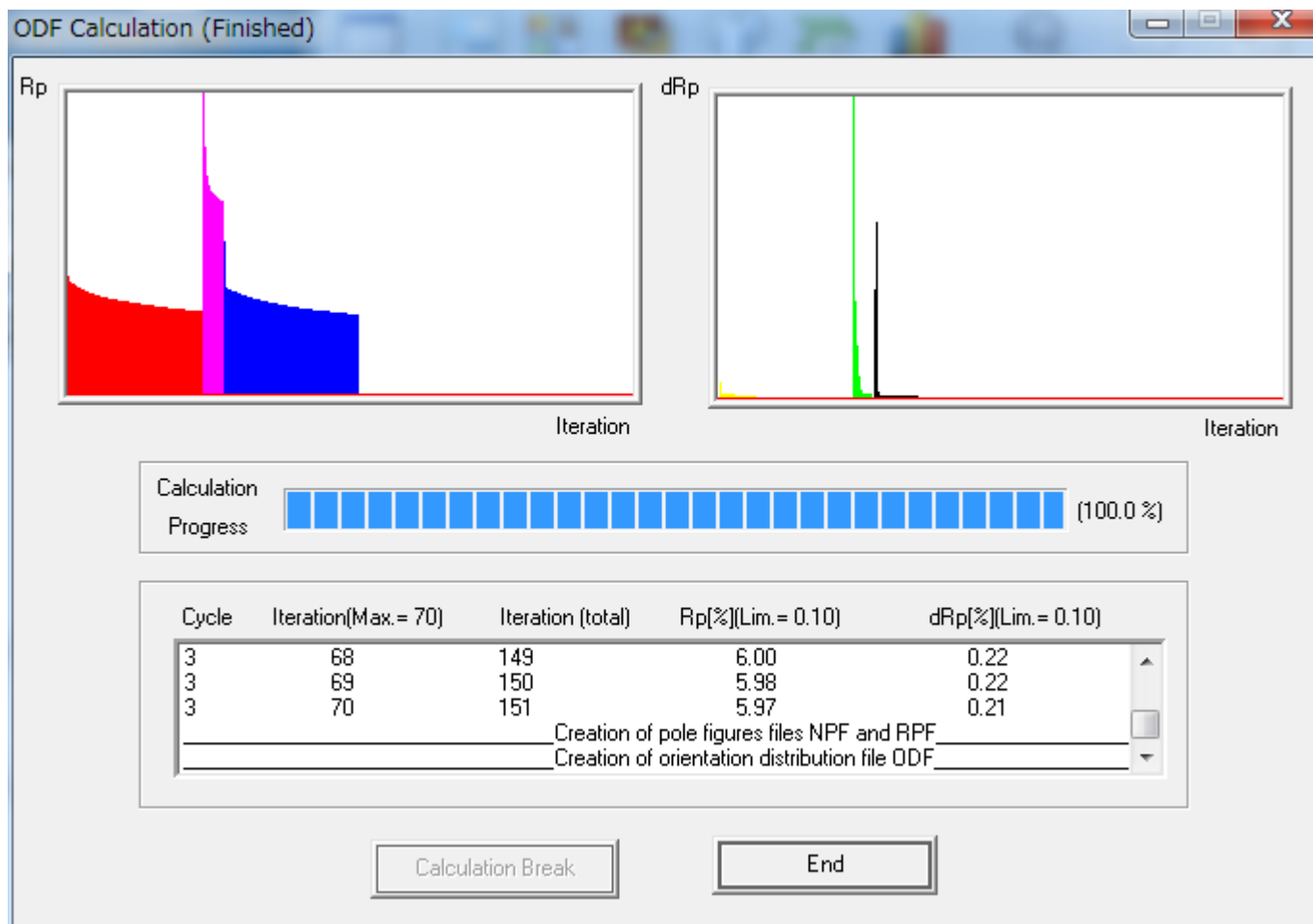
PFtoODF3で作成したEPFファイルを読み込みます。

LaboTex-ODF解析



ODF解析は、基盤の目の形から、1/4対称で解析をstartします。

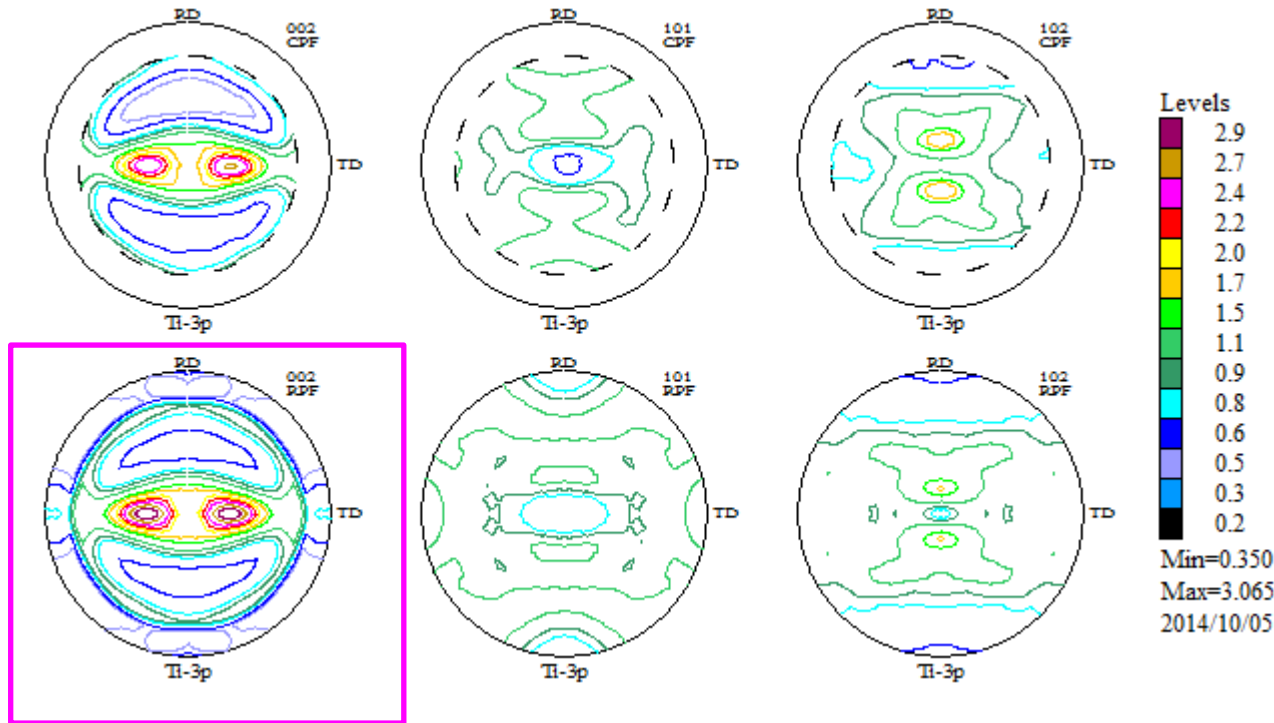
LaboTex—Error表示



Rp%は入力極点図と再計算極点図の差
dRp%はODF図のerrorを表現しています。

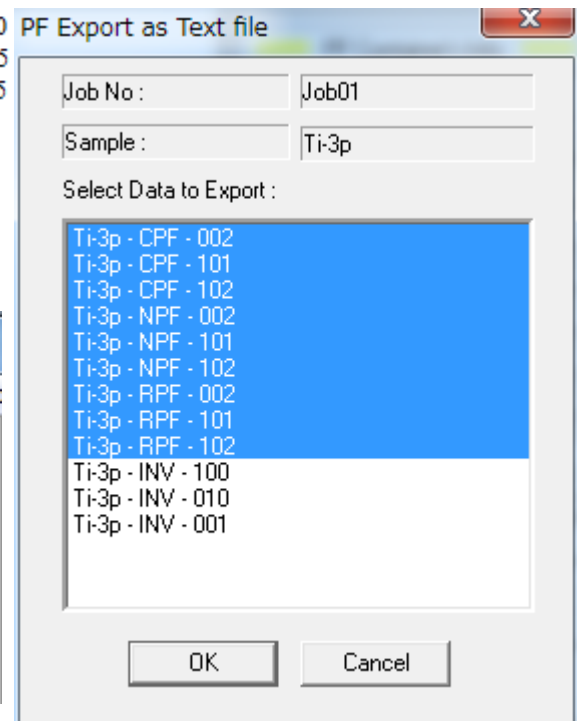
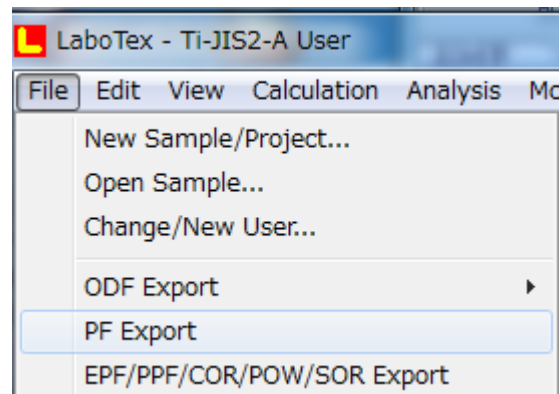
Rp%=5.97→入力極点図に若干のerrorが含まれている。

LaboTex-入力極点図と再計算極点図比較

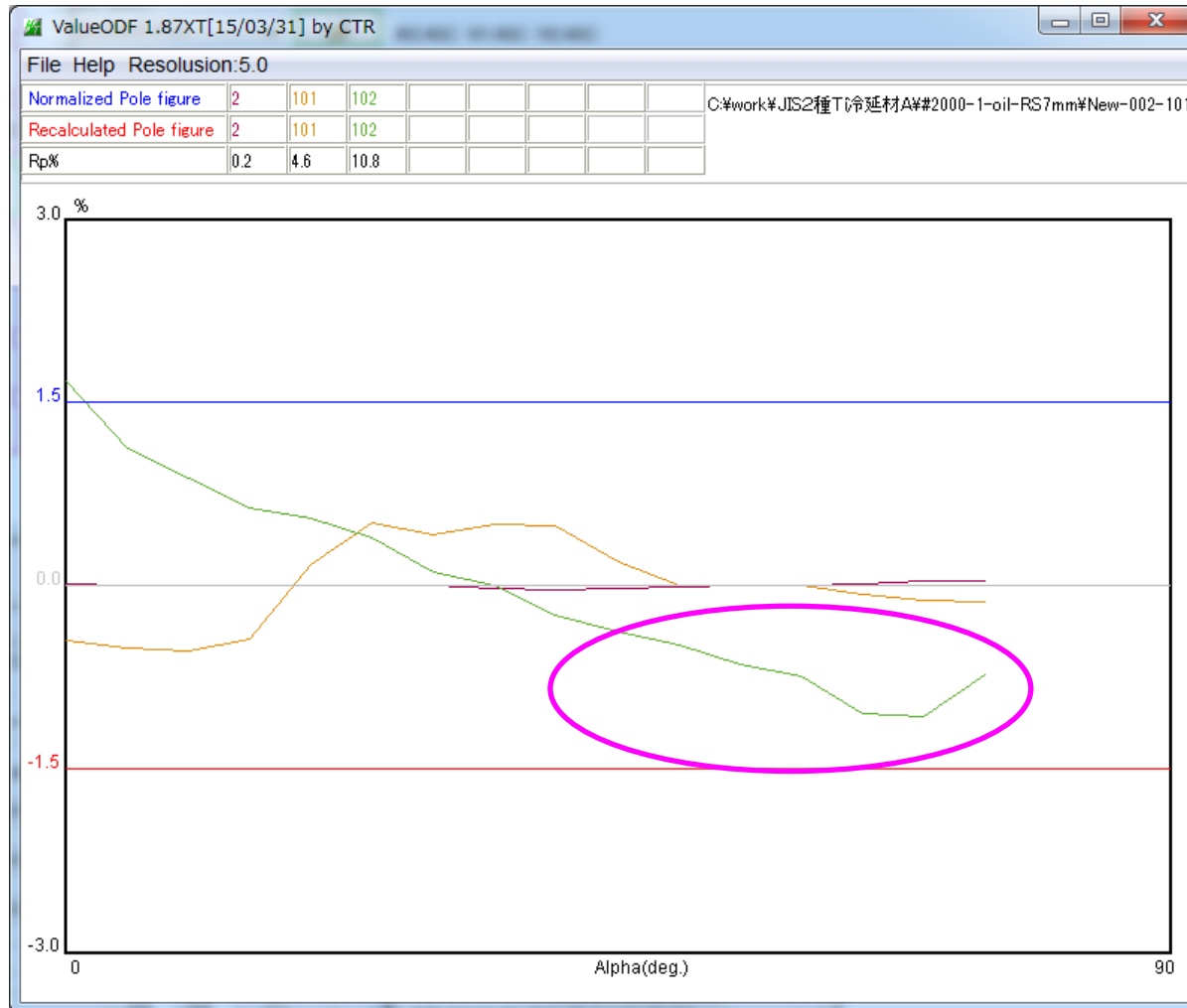


{002}再計算極点図に異常がある

入力極点図と再計算極点図の比較を行う為に極点図をExport



Export極点図評価



{102}極点図のdefocus補正量が少ない

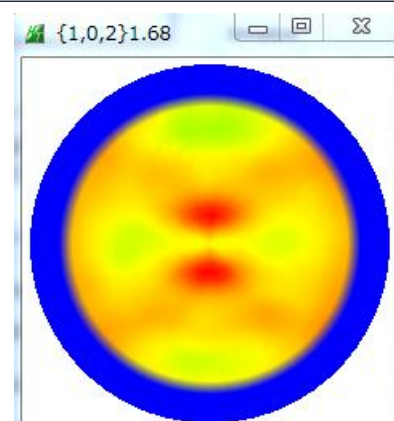
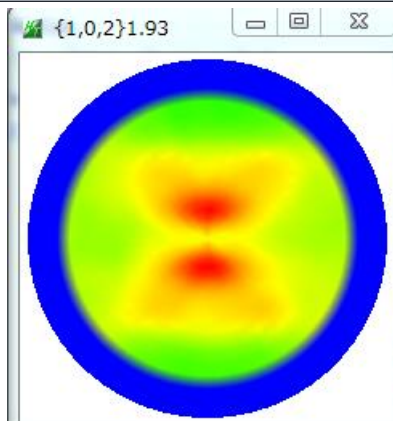
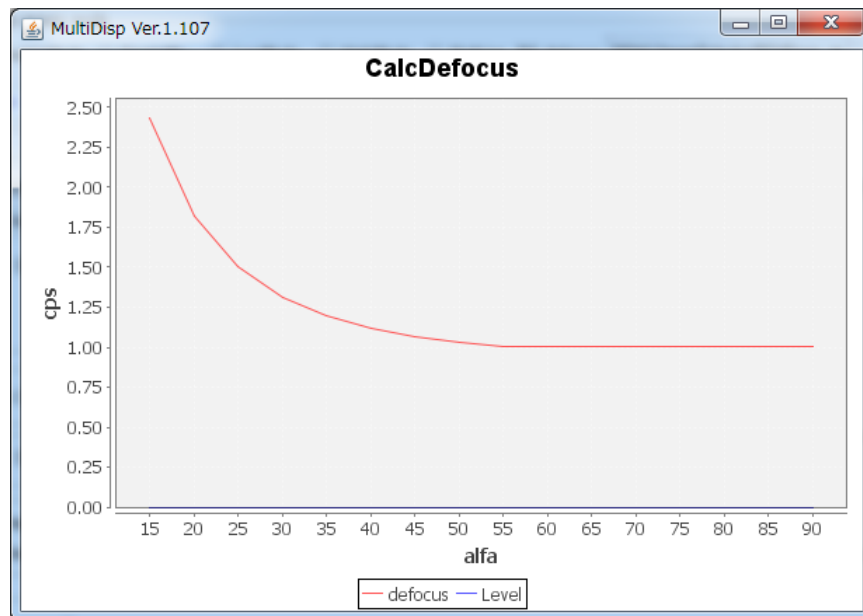
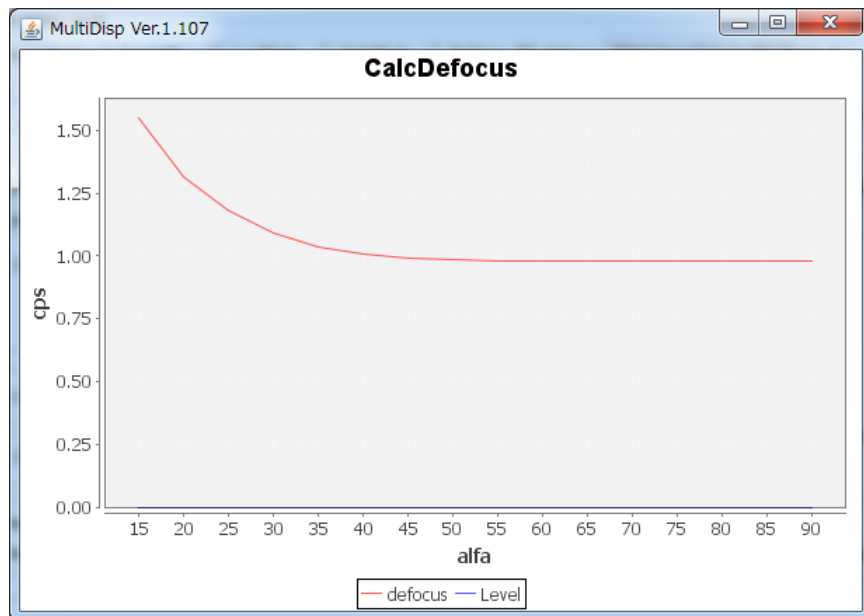
Defocus補正修正

Defocusは、受光スリット幅と測定 2θ に依存しています。

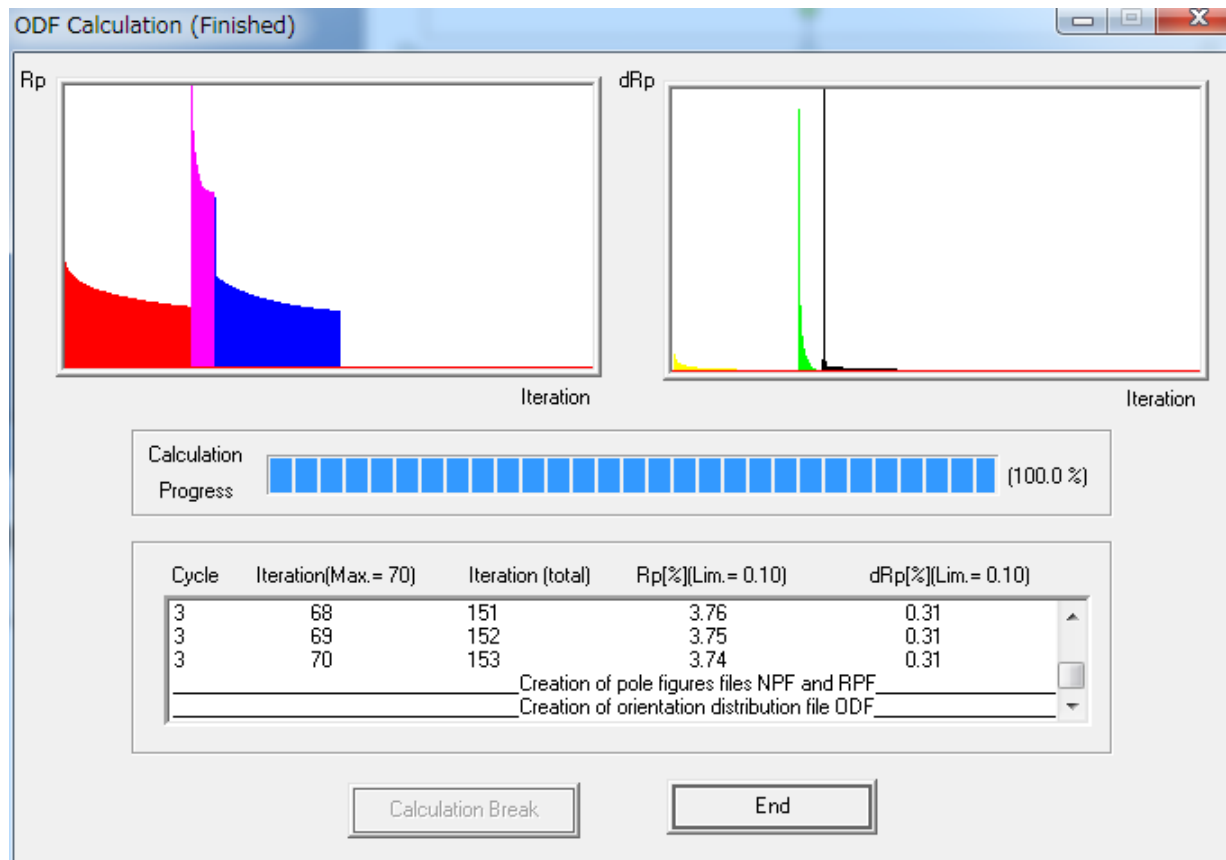
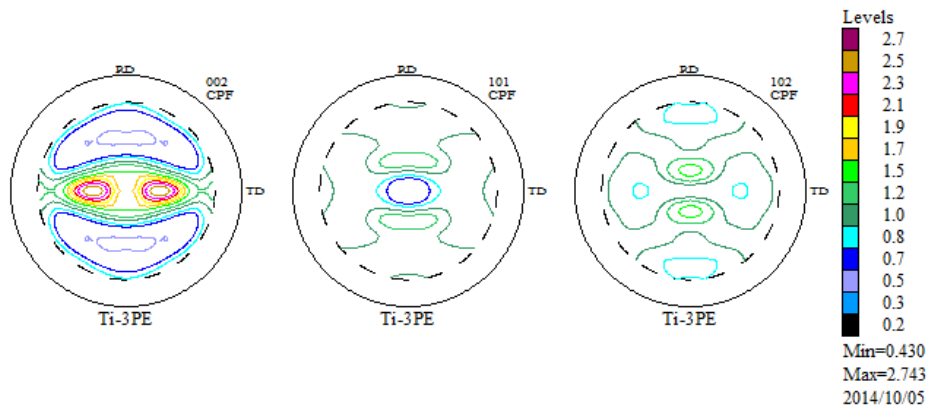
今回、{102}極点図のdefocus補正を大きくするために受光スリット7mm→4mmに変更

Peak slit mm BG Slit mm PeakSlit / BGSlit

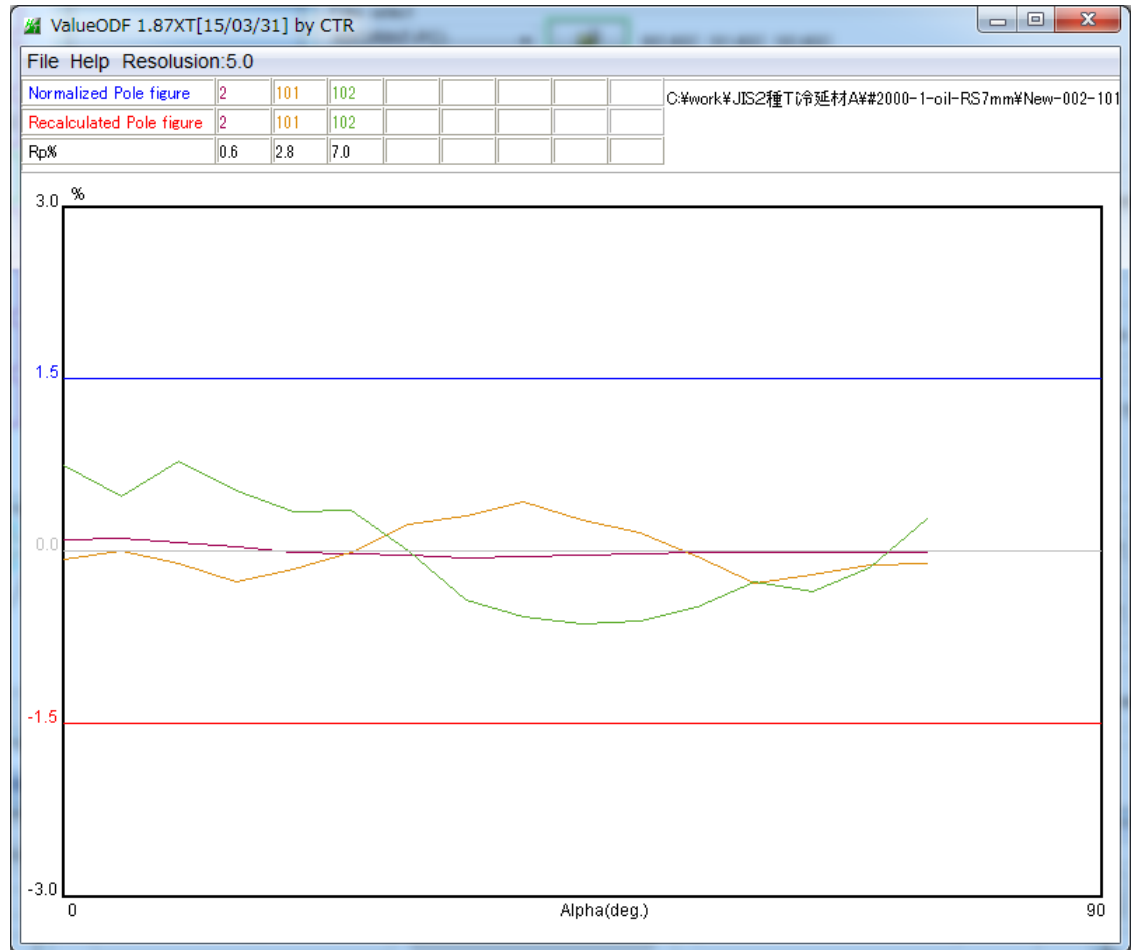
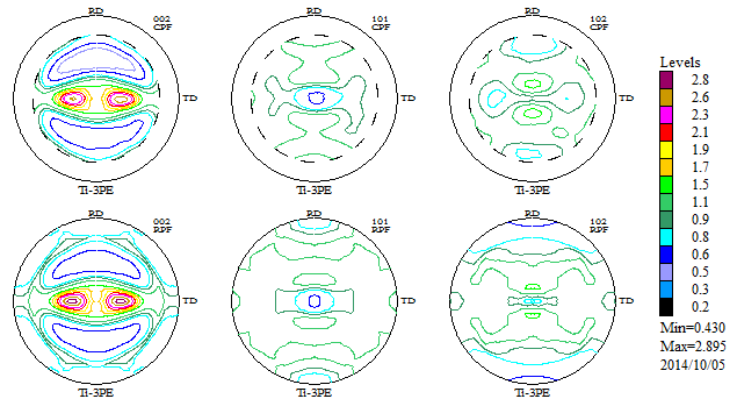
Peak slit mm BG Slit mm PeakSlit / BGSlit



ODFの再計算

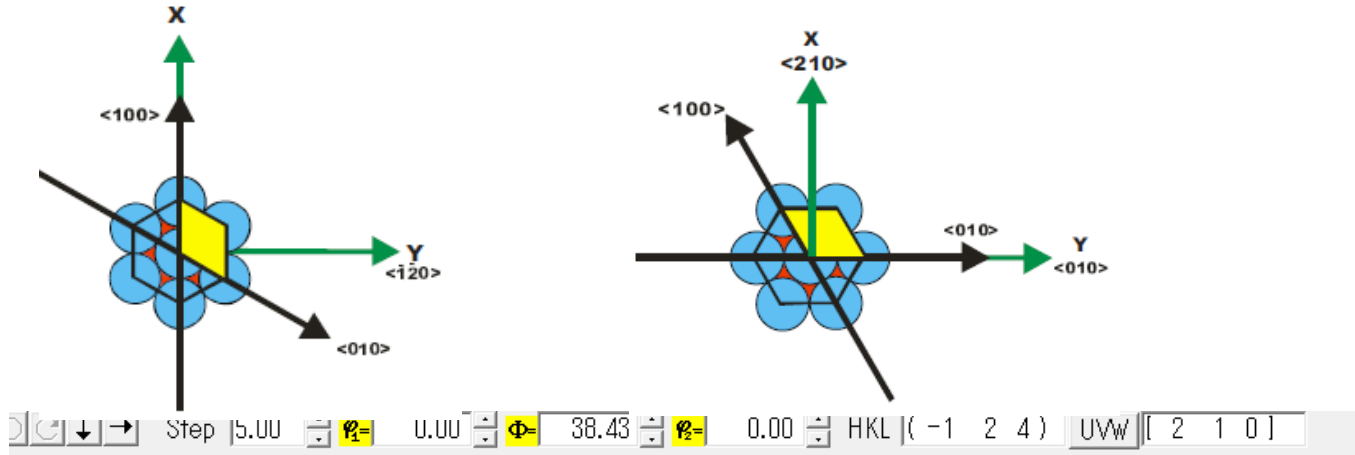


ODF再計算結果のError評価



入力極点図と再計算極点図が差が改善されています。

ODF解析結果から方位解析



Direction $\langle uvw \rangle$ to $\langle UVTW \rangle$

$$U = (2u - v) / 3$$

$$V = (2v - u) / 3$$

$$T = -(u + v) / 3$$

$$W = w$$

for example:
 $\langle 100 \rangle$ is equal $\langle 2-1-10 \rangle$.
 $\langle 210 \rangle$ is equal $\langle 10-10 \rangle$

Plane $\{uvw\}$ to $\{UVTW\}$:

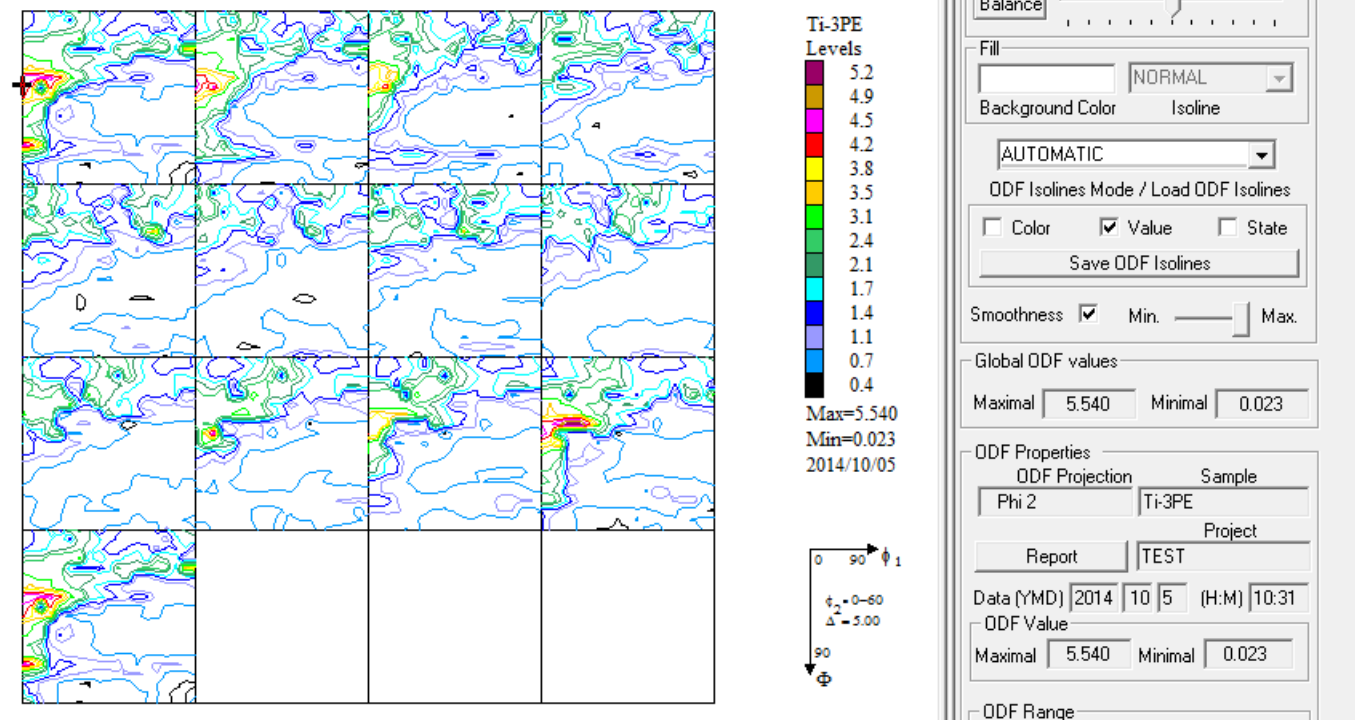
$$U = u$$

$$V = v$$

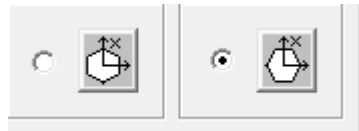
$$T = -(u + v)$$

$$w = W$$

for example:
 $\{2-10\}$ is equal $\{2-1-10\}$;
 $\{10-10\}$ is equal $\{100\}$.



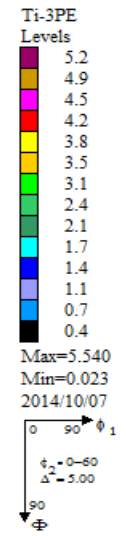
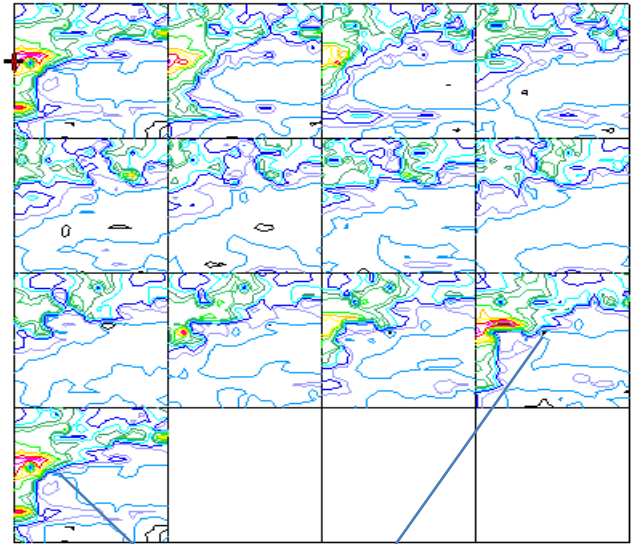
BType-AType



$(-124)[210]$
 $(-12-14)[10-10]$

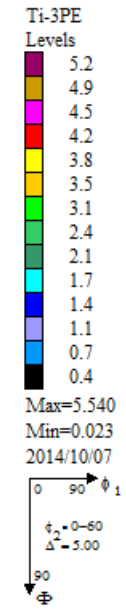
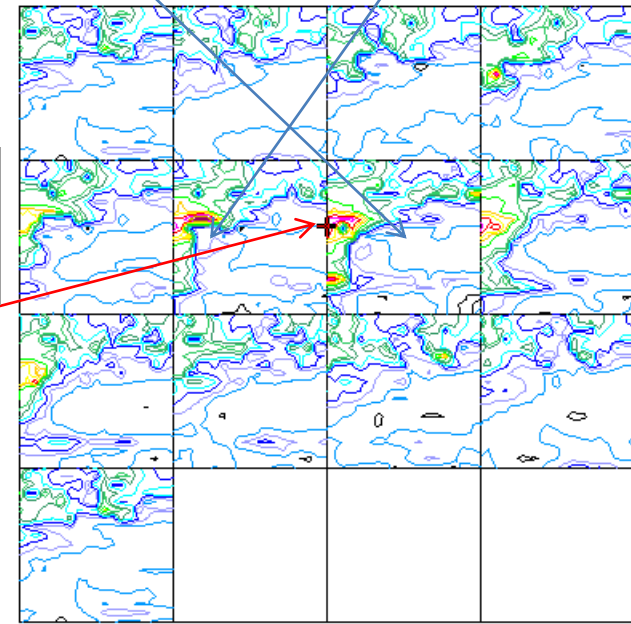
Approx. Miller Indices	Euler Angles
$[-1\ 2\ 4][2\ 1\ 0]$	$[0.00, 38.43, 0.00]$
$[1\ 1\ 4][1\ -1\ 0]$	$[0.00, 38.43, 60.00]$

$(114)[1-10]$
 $(11-24)[1-100]$



Approx. Miller Indices	Euler Angles
$[1\ 1\ 4][1\ -1\ 0]$	$[0.00, 38.43, 30.00]$

$(114)[1-10]$
 $(11-24)[1-100]$

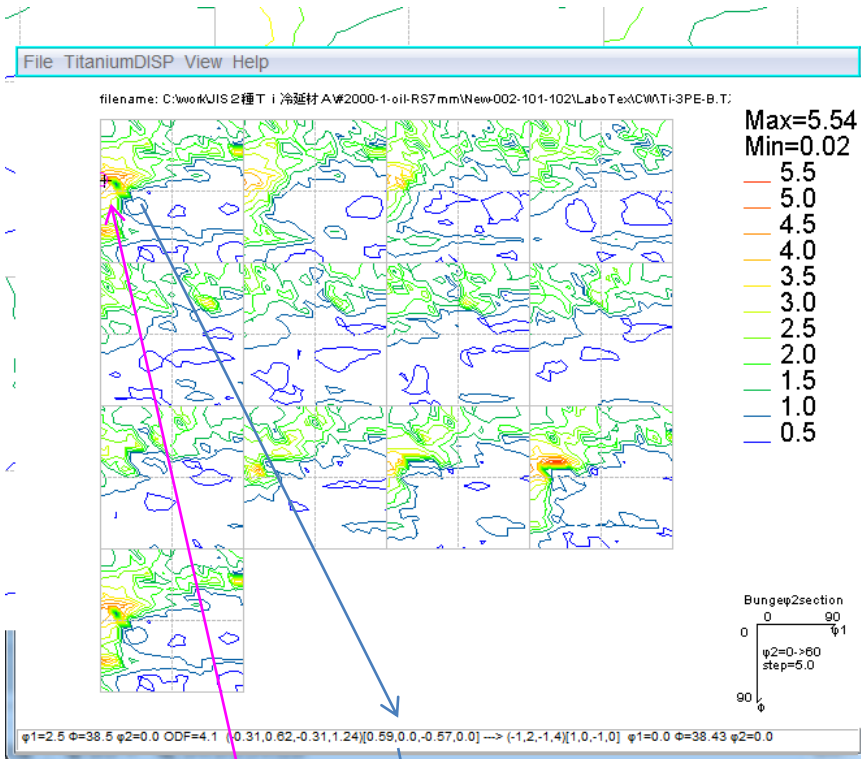


Atype $\phi_2 =$ Btype $\phi_2 - 30\text{deg}$ である。

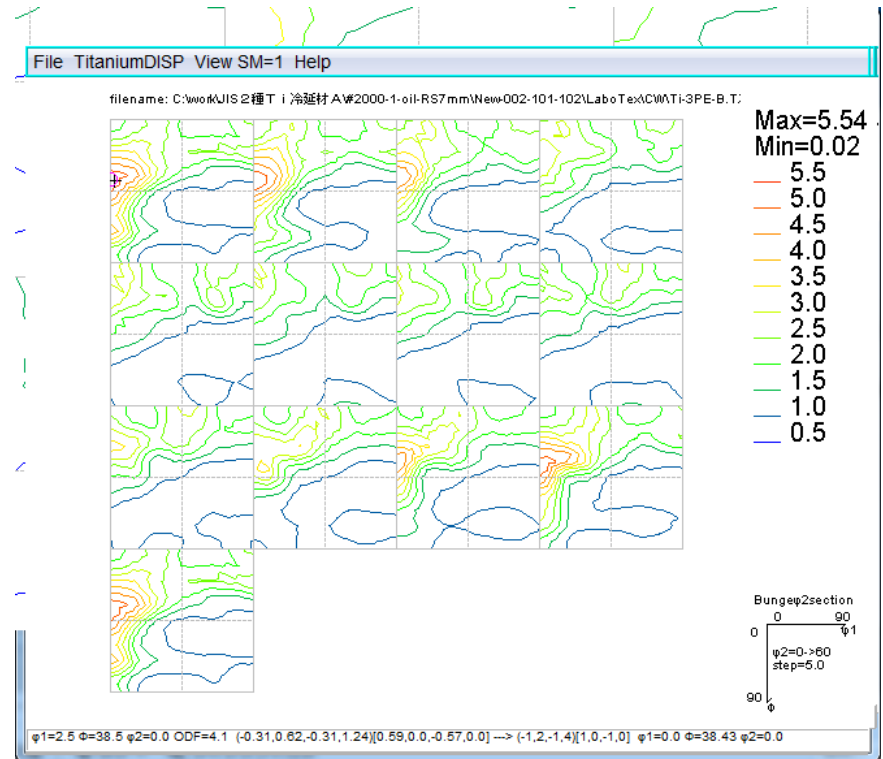
ODF図の平滑化(GPODFDisplay)

LaboTexのODF図描画はギクシャクしたODF図であり、平滑化機能が貧弱である。ATypeをExportすれば平滑化が可能になります。

File TitaniumDISP View Help



File TitaniumDISP View SM=1 Help



マウスクリックで結晶方位も計算します

ϕ 1=0.4 Φ =36.8 ϕ 2=0.0 ODF=4.7 (-0.3,0.6,-0.3,1.27)[0.58,0.0,-0.58,0.0] --> (-1.2,-1.4)[1.0,-1.0] ϕ 1=0.0 Φ =38.43 ϕ 2=0.0

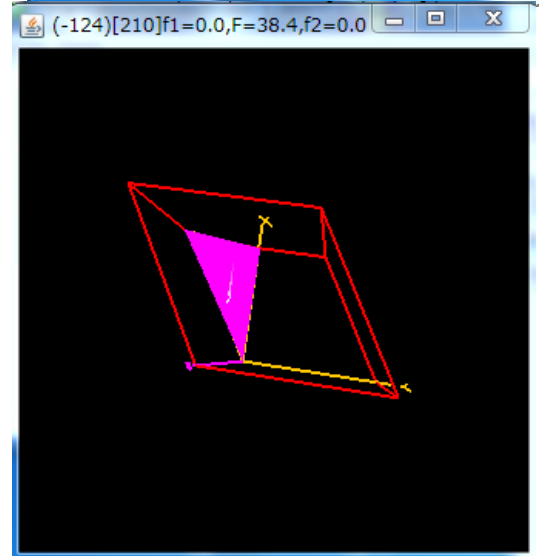
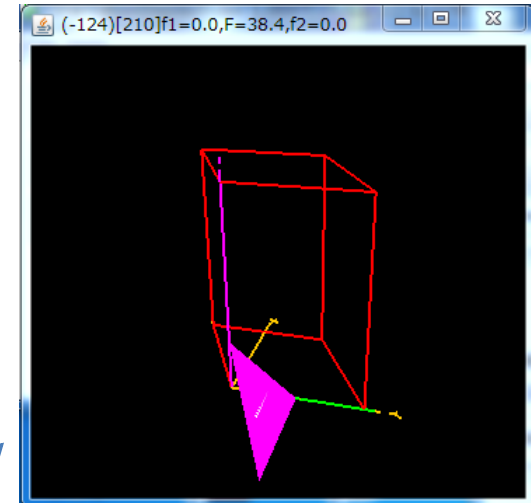
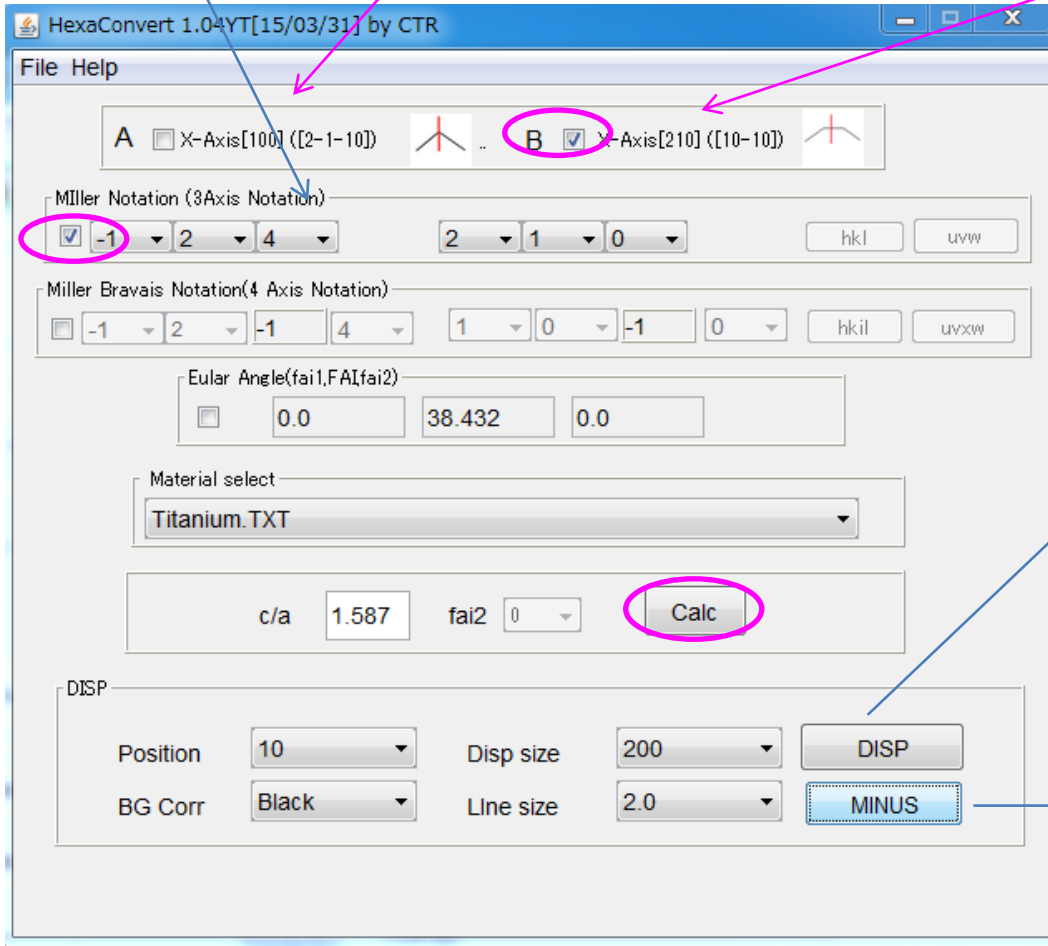
結晶方位図

Miller Nortation (3Axis)->Miller-Bravais Nortation(4Axis)

HKL $[-1 \ 2 \ 4]$ Uvw $[2 \ 1 \ 0]$

X:[100],Y:[-1-20],Z:[001] X:[2-1-10],Y:[0-110],Z:[0001]

X:[210],Y:[010],Z:[001] X:[10-10],Y:[-12-10],Z:[0001]



3指数から4指数とEuler角度を計算しています

論文などからLaboTexに結晶方位登録

大阪府立大井上先生「チタンおよびチタン合金の集合組織」より

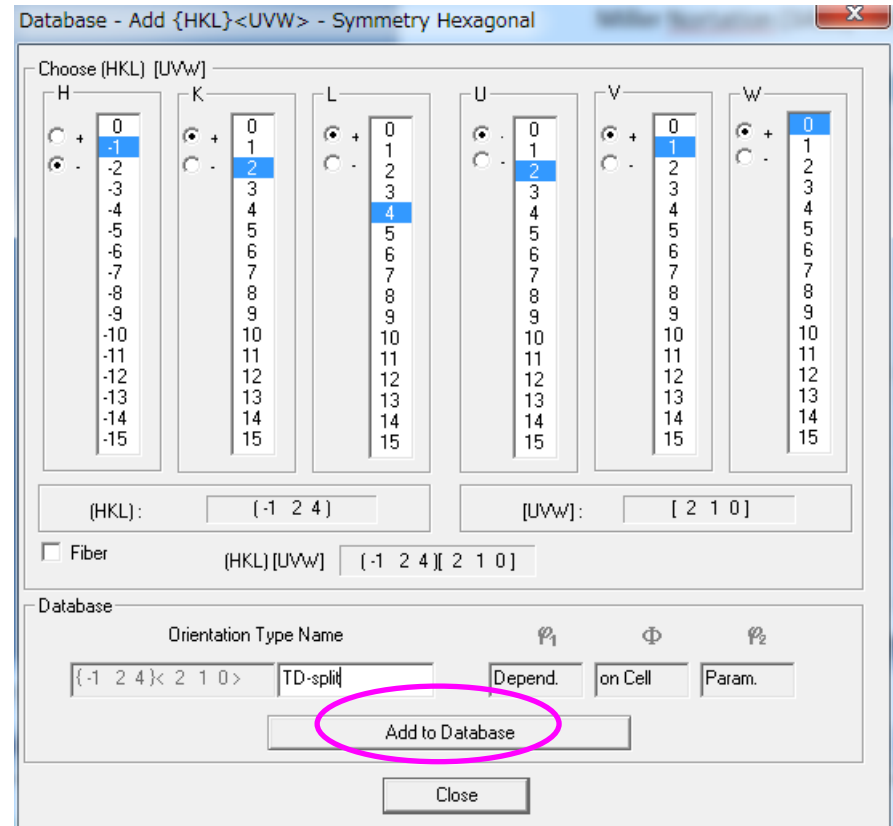
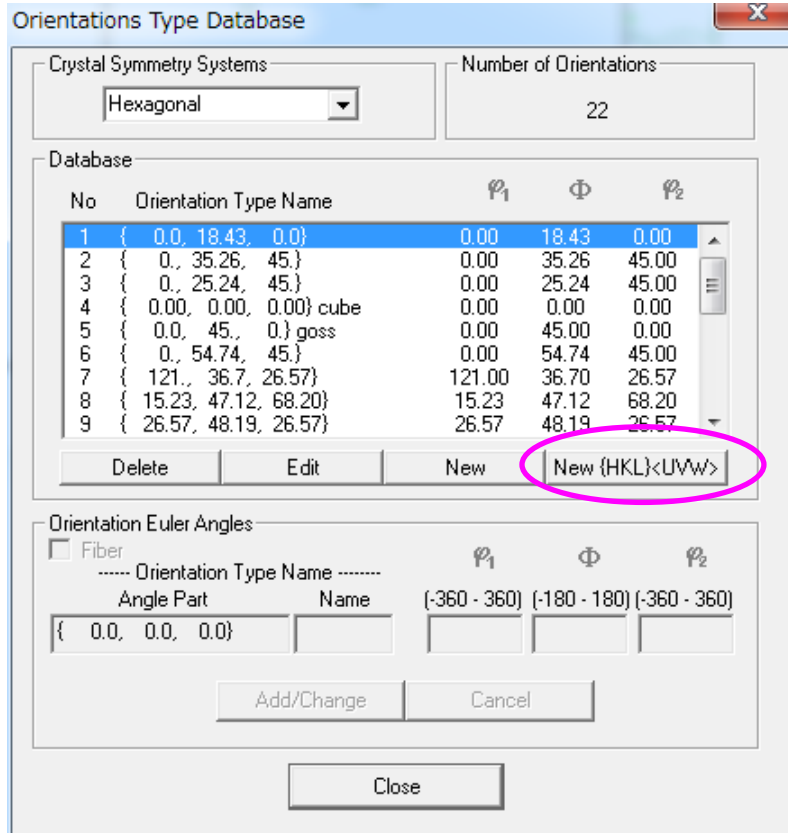
表1 チタンおよびチタン合金の α 相集合組織における主要方位とそのオイラー角

集合組織のタイプ	c軸の向き	方位 ($hkil$) [uvw]	φ_1	Φ	φ_2	(hkl)[uvw]
Basal	NDに平行	(0001) [10 $\bar{1}$ 0]	0°	0°	0°	(001)[210]
		(0001) [2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]*	30°	0°	0°	(001)[100]
T (Transverse)	TDに平行	($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0) [10 $\bar{1}$ 0]	0°	90°	0°	(-120)[210]
		(01 $\bar{1}$ 0) [2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]*	0°	90°	30°	(010)[100]
R (RD)	RDに平行	($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0) [0001]	90°	90°	0°	(-120)[001]
		(01 $\bar{1}$ 0) [0001]*	90°	90°	30°	(010)[001]
TD-split	NDからTDの方へ ±30° ~40° 傾く	($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 5) [10 $\bar{1}$ 0]	0°	32.4°	0°	(-125)[210]
		(01 $\bar{1}$ 3) [2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]*	0°	31.4°	30°	(013)[100]
		($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 4) [10 $\bar{1}$ 0]	0°	38.4°	0°	(-124)[210]
		(02 $\bar{2}$ 5) [2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]*	0°	36.2°	30°	(025)[100]
RD-split	NDからRDの方へ ±20° ~30° 傾く	($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 8) [4 $\bar{8}$ 43]	90°	21.6°	0°	(-128)[0-41]
		(01 $\bar{1}$ 4) [0 $\bar{2}$ 21]	90°	24.6°	30°	(014)[-2-41]
		($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 6) [1 $\bar{2}$ 11]	90°	27.9°	0°	(-126)[0-31]
		(01 $\bar{1}$ 3) [0 $\bar{3}$ 32]	90°	31.4°	30°	(013)[-3-62]

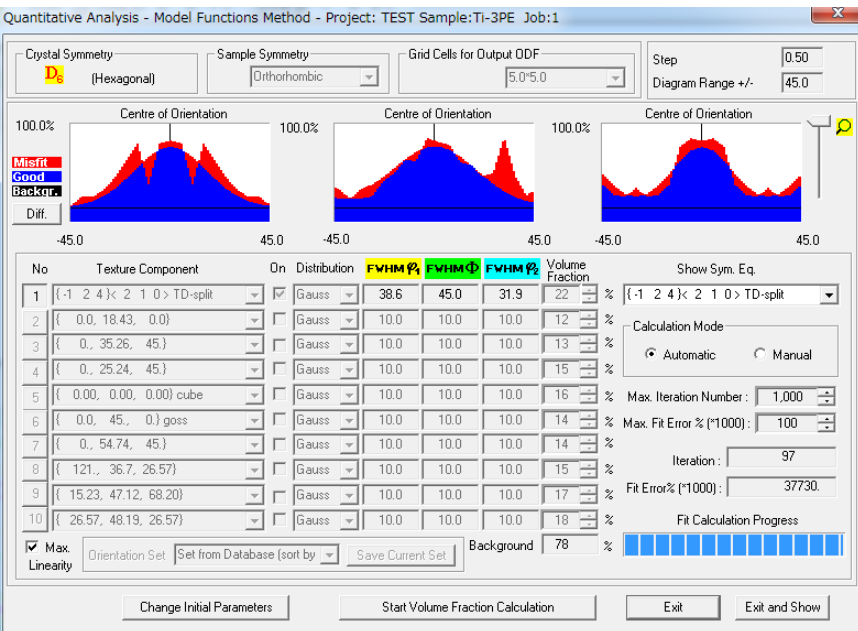
($hkil$)[uvw]の欄において、*印の方位はその上の方位との間に [0001] 軸まわりの30° 回転関係が成立する。

DataBaseへ登録

(-124)[210]の登録

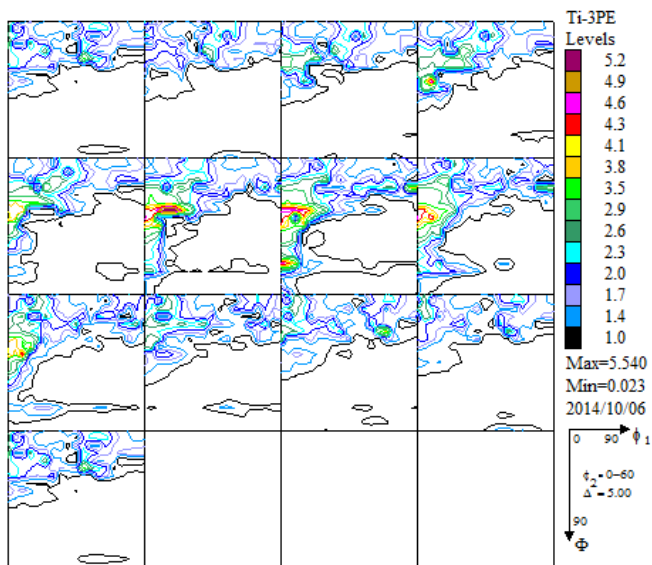


VolumeFraction



No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	22.1	38.6	45.0	31.9	{-1 2 4} < 2 1 0 > TD-split
2:	77.86	Background Volume Fraction			

入力極点図から計算したODF図



VolumeFractionから計算したODF図

