

L a b o T e x による結晶方位解析方法

測定データのE r r o r 評価

V o l u m e F r a c t i o n 結果のE r r o r 評価

ODF図平滑化

表示されているODF図を平滑化することは出来ますが、5度間隔等に規格化されているデータを平滑化すると、内部に歪が発生する為、平滑化以降のデータ処理は不向き表示のみに使用するのであれば問題ありません。

平滑化以降もデータ処理を行うのであれば、再計算極点図を **Export** し、平滑化を行い、再度 **ODF** に読み込み処理してください。

不完全極点図の平滑化は問題があるので、完全極点図による平滑化を説明

(極点図の平滑化はどのODFでも同様に扱えます)

極点測定データからODF図を得る事は簡単ですが、その解析にE r r o r は含まれていませんか？

2017年10月20日

HelperTex Office

概要

極点図から結晶方位の定量を行なう場合、重要なのはバックグラウンド測定と *d e f o c u s* 補正用のデータである。本資料ではバックグラウンドの測定方法、*d e f o c u s* 測定方法、極点処理、*L a b o T e x* の解析方法を既述する。

測定

バックグラウンドは、ピーク強度より低く、統計変動を受け易い為、十分な強度が得られる時間で計測する。通常は、1点の極点測定時間の5倍程度で測定を行う。

バックグラウンドの変動は、極点解析結果に影響します。

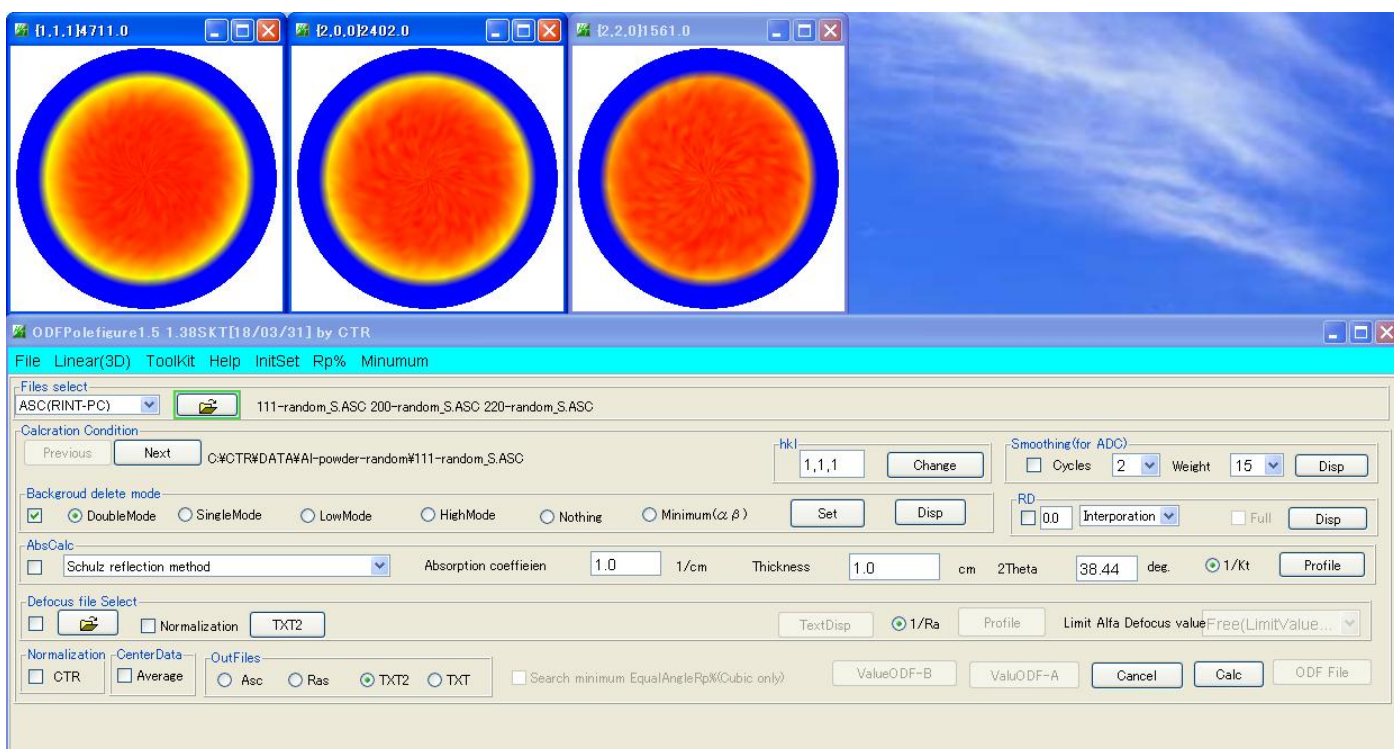
解析時、バックグラウンドの変動を確認してください。・

d e f o c u s ファイルの作成

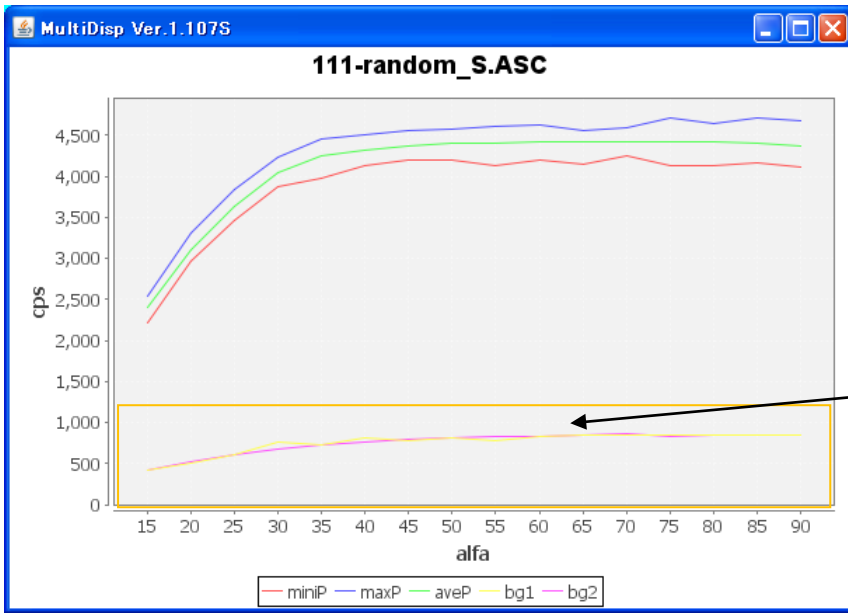
d e f o c u s 測定用試料は被検試料と同じバルク材の無配向試料で行います
粉末で行うとパッキングファクターの違いで補正結果の極密度が異なって解析されます。

しかし、ODF結果では、バルク材と同一の結果が得られます。

本資料では粉末試料による *d e f o c u s* ファイルを作成し、補正を行います。



バックグラウンドデータの確認

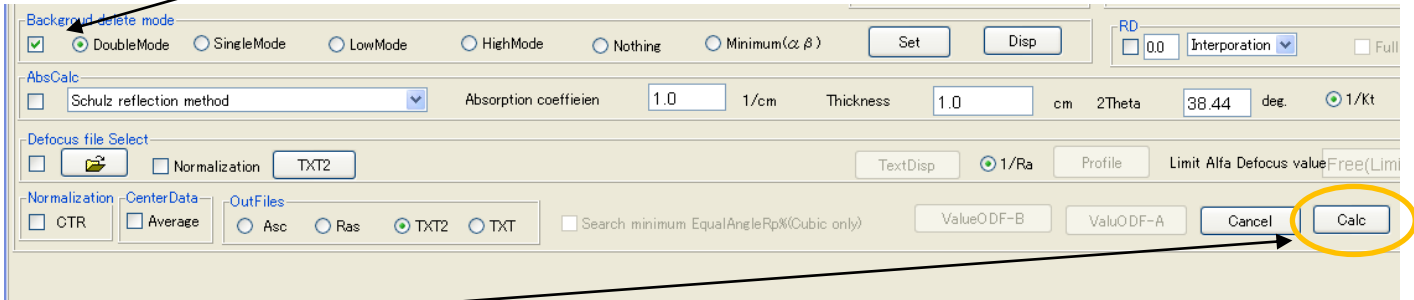


α 方向のプロファイルを表示
 青： β 方向の最大、緑：平均、赤：最小
 黄、紫：バックグラウンド

バックグラウンド
 defocusの影響受けます。
 ピーク強度の影響を受けていない事を
 確認します。

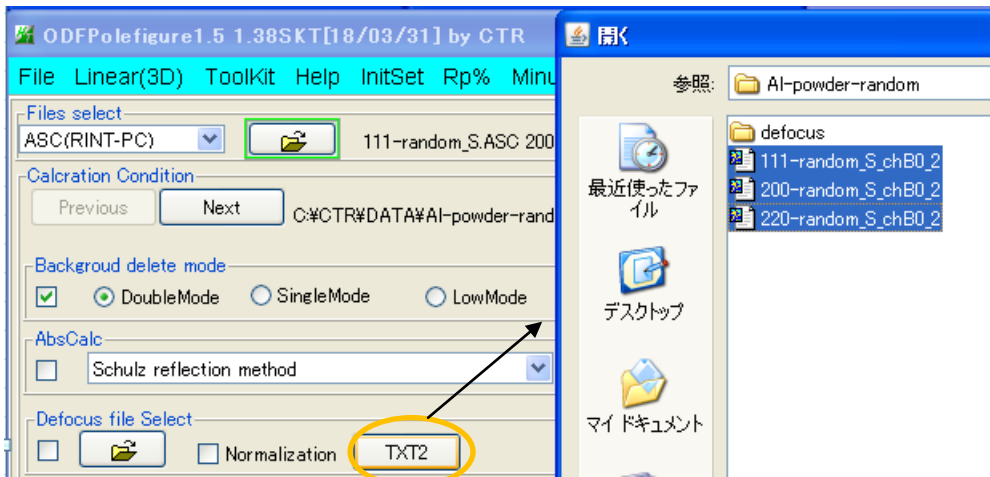
バックグラウンドが凸凹していると
 fiberの要素が紛れ込みます。
 必ずチェックしてください。

バックグラウンドのみ削除します。

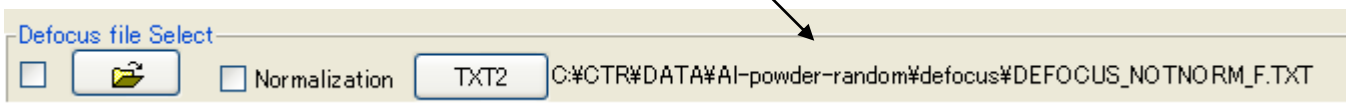


処理を実行

処理結果のTXT2ファイルを選択し、defocusファイルを作成

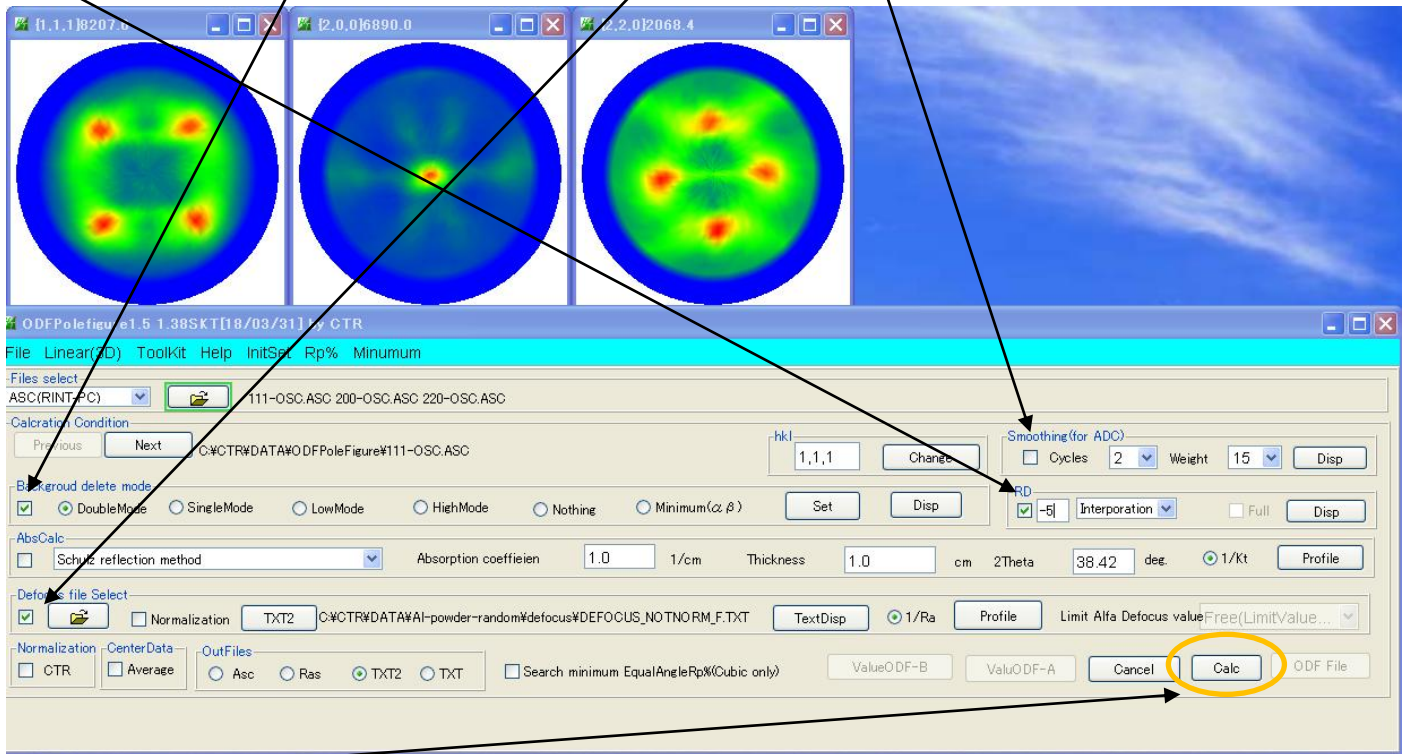


TXT2ファイルを選択すると、defocusファイルが登録されます。



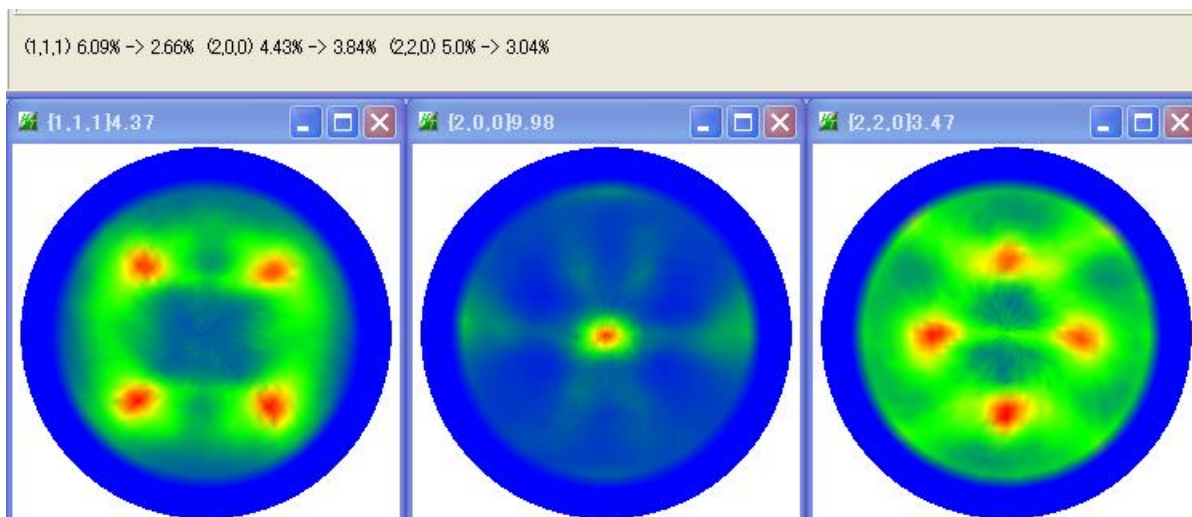
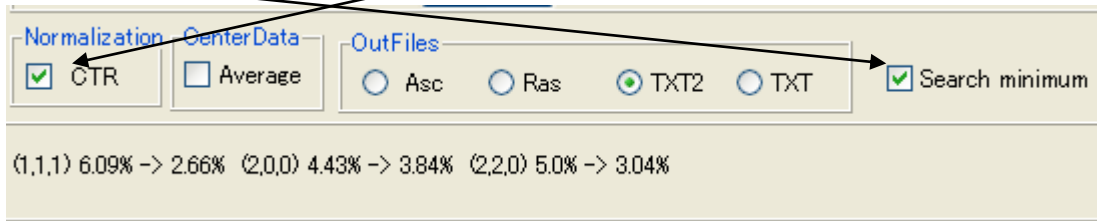
配向試料の極点処理

RD補正、バックグラウンド除去、defocus補正を行う。(平滑化は通常行わない)

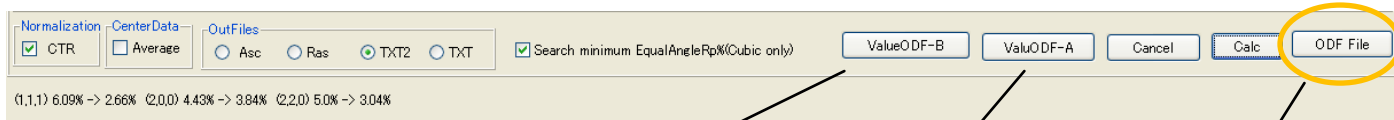


処理を行う。

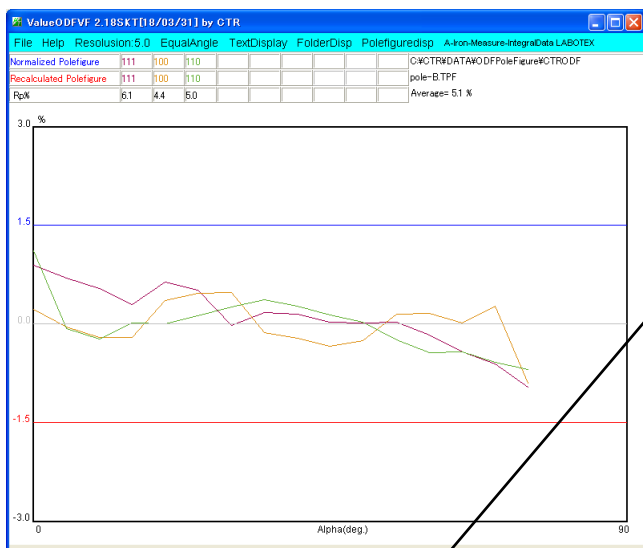
Rp%の最少化を行う場合、規格化を行う。



測定データの E r r o r 確認

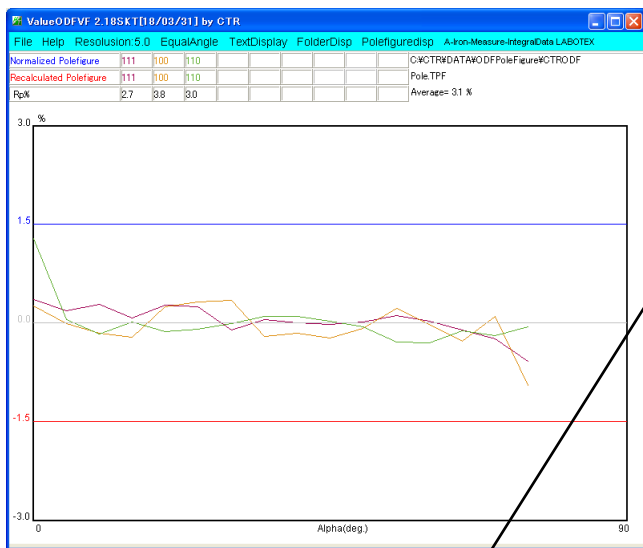


通常の E r r o r



File	Help	Resolution:5.0	EqualAngle	TextDisplay	FolderDisp	Polefiguredisp	A-Iron-Me
Normalized Polefigure	111	100	110				C:\CTR\DATA\%
Recalculated Polefigure	111	100	110				pole-B.TPF
Rp%	6.1	4.4	5.0				Average= 5.1 %

R p % の最少化による E r r o r



File	Help	Resolution:5.0	EqualAngle	TextDisplay	FolderDisp	Polefiguredisp	A-Iron-Me
Normalized Polefigure	111	100	110				C:\CTR\DATA\%
Recalculated Polefigure	111	100	110				Pole.TPF
Rp%	2.7	3.8	3.0				Average= 3.1 %

L a b o T e x 向けファイルの作成

R p % の最適化で測定データの E r r o r が 5. 1 % から 3. 1 % に改善されます。

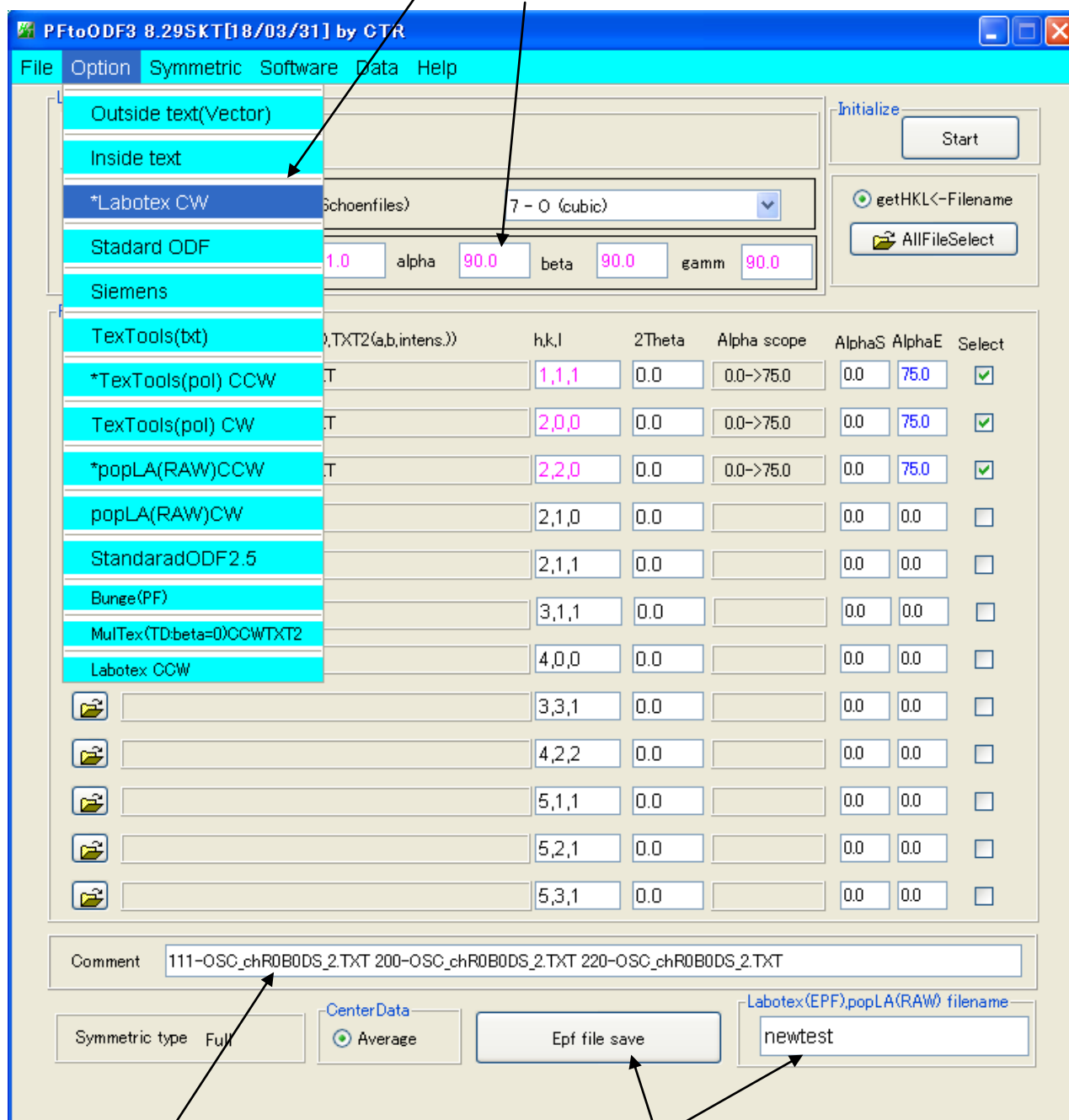
この計算は時間がかかります。

光学系の変更、d e f o c u s 測定を行った後必ず確認してください。

LaboTex入力ファイルの作成

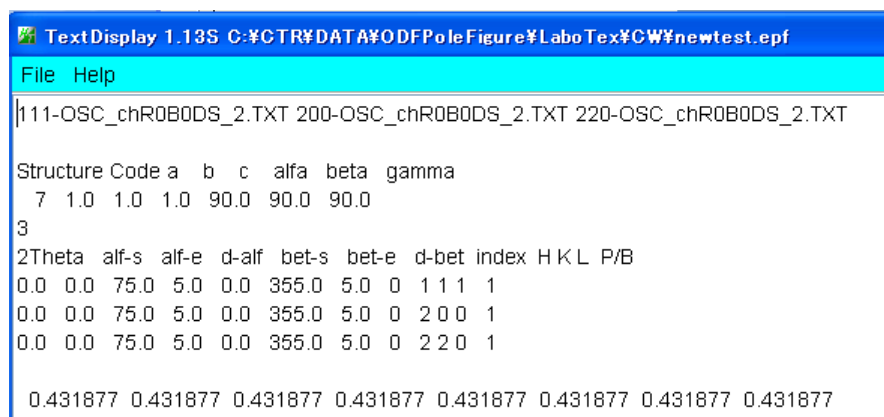
OptionでLaboTex CWを選択

物質を選択し、格子定数を特定します。



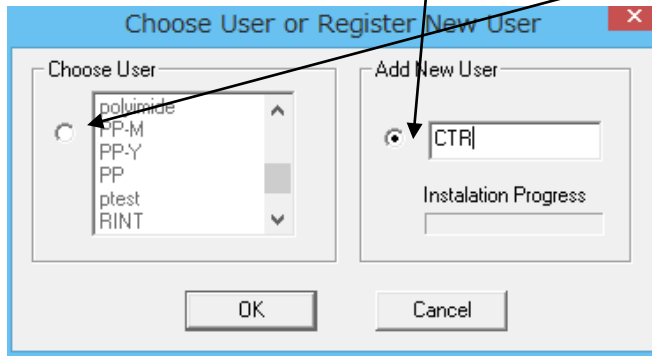
—c h以降の英数字でRD補正、バックグラウンド、defocus、疑似規格化が行われている事が分かります。

E P Fファイル名を入力し実行

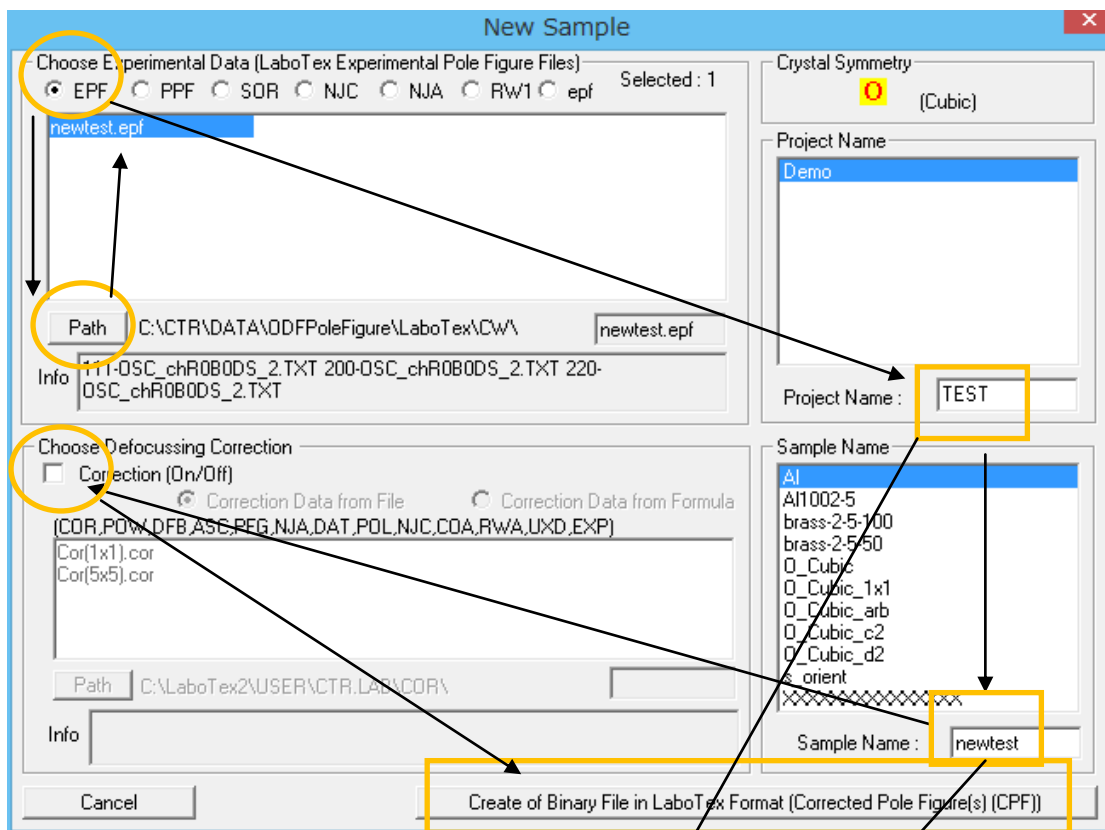
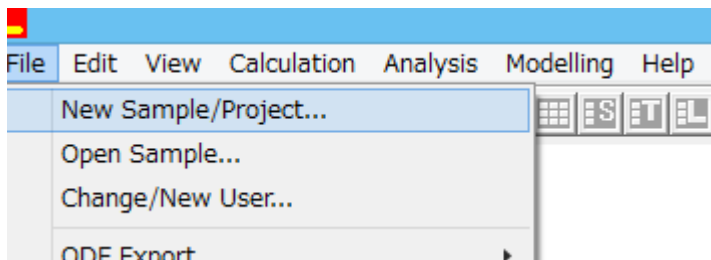


User名

複数の人が操作する場合、User名を入力、あるいは選択



新しい解析を始める



EPFを選択、作成されたファイルを選択、Project名入力、サンプル名を確認、defocusを外し、計算開始

データ作成領域

O-Cubic(結晶系)

C:\LaboTex2\USER\CTR.LAB\O-Cubic\TEST.LAB\newtest

User名

ODF 解析

Start ODF Calculation
RUN ODF CALCULATION

ODF Calculation Settings
ODF Resolution (deg) 5.0

Symmetrization:
 none
 triclinic to monoclinic
 triclinic to orthorhombic
 triclinic to axial
 monoclinic to orthorh.
 monoclinic to axial
 orthorhombic to axial
 custom to axial

Pole Figure (hkl) 111 (3)
 Rotation of PF step 2.5 deg
 Apply to all PFs 0.0

Levels
 8.5
 7.0
 6.3
 5.6
 4.9
 4.1
 3.0
 2.6
 2.1
 1.7
 1.3
 0.9
 0.4
 Min=0.313
 Max=9.123
 2017/10/20

RD 111 CPF
 RD 200 CPF
 RD 220 CPF

TD
 TD
 TD

newtest
 newtest
 newtest

1 / 4 対称で ODF 解析を行う。

ODF Calculation (Finished)

Rp
 dRp

Iteration
 Iteration

Calculation Progress (100.0%)

Cycle	Iteration(Max. = 30)	Iteration (total)	Rp[%](Lim. = 1.00)	dRp[%](Lim. = 1.00)
3	16	58	3.78	1.09
3	17	59	3.74	1.00
3	18	60	3.71	0.93

Creation of pole figures files NPF and RPF
 Creation of orientation distribution file ODF

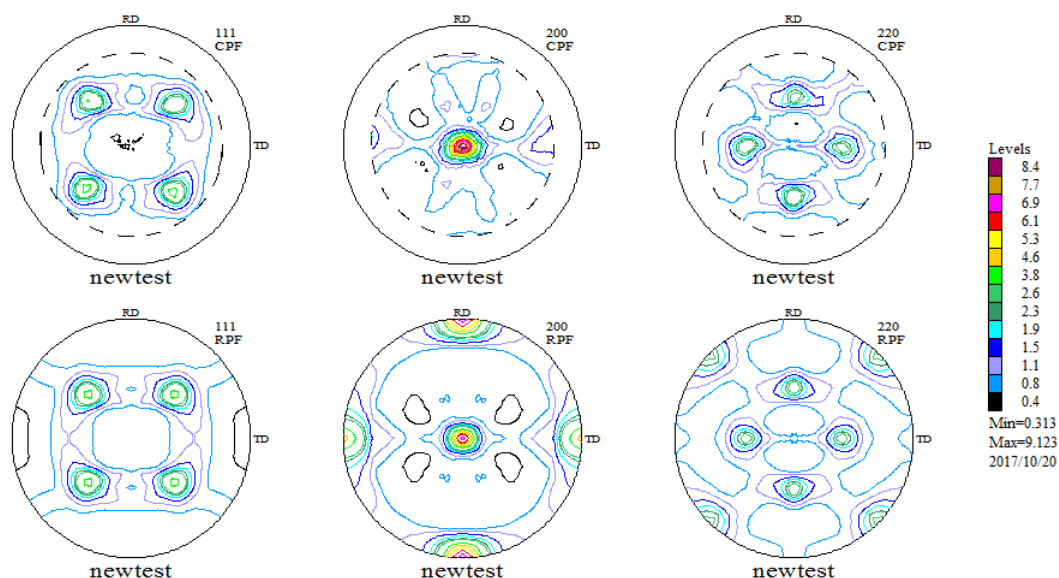
Calculation Break End

入力極点図の Error

ODF 解析結果の Error

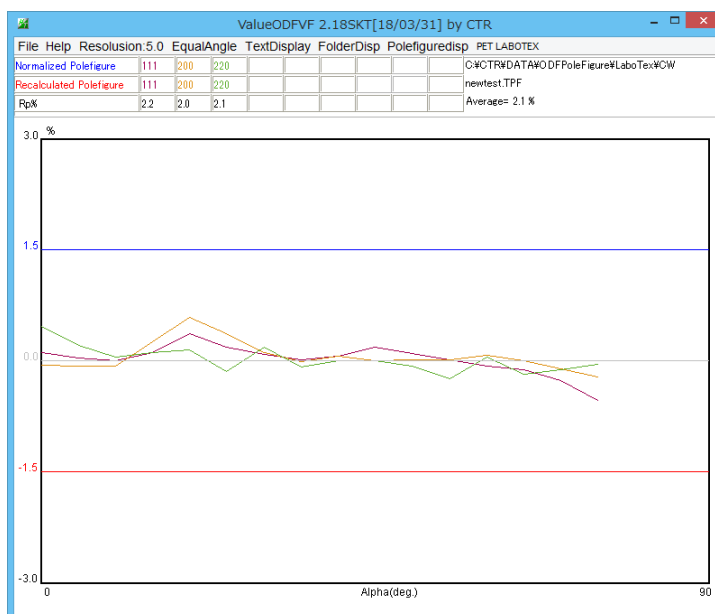
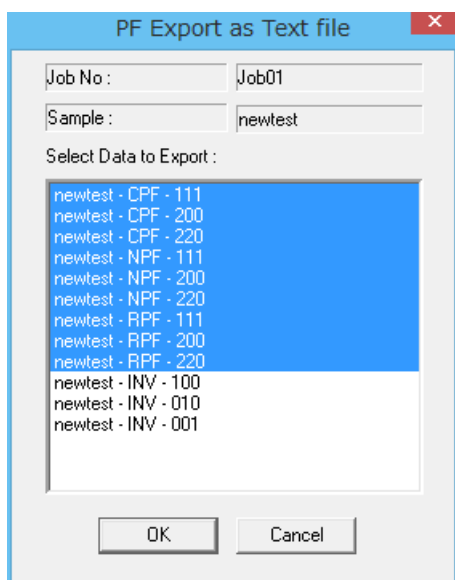
入力極点図の Error 状態を確認するには、極点図を Export する。

入力極点図と再計算極点図



極点図の Export

ValueODFVF で評価



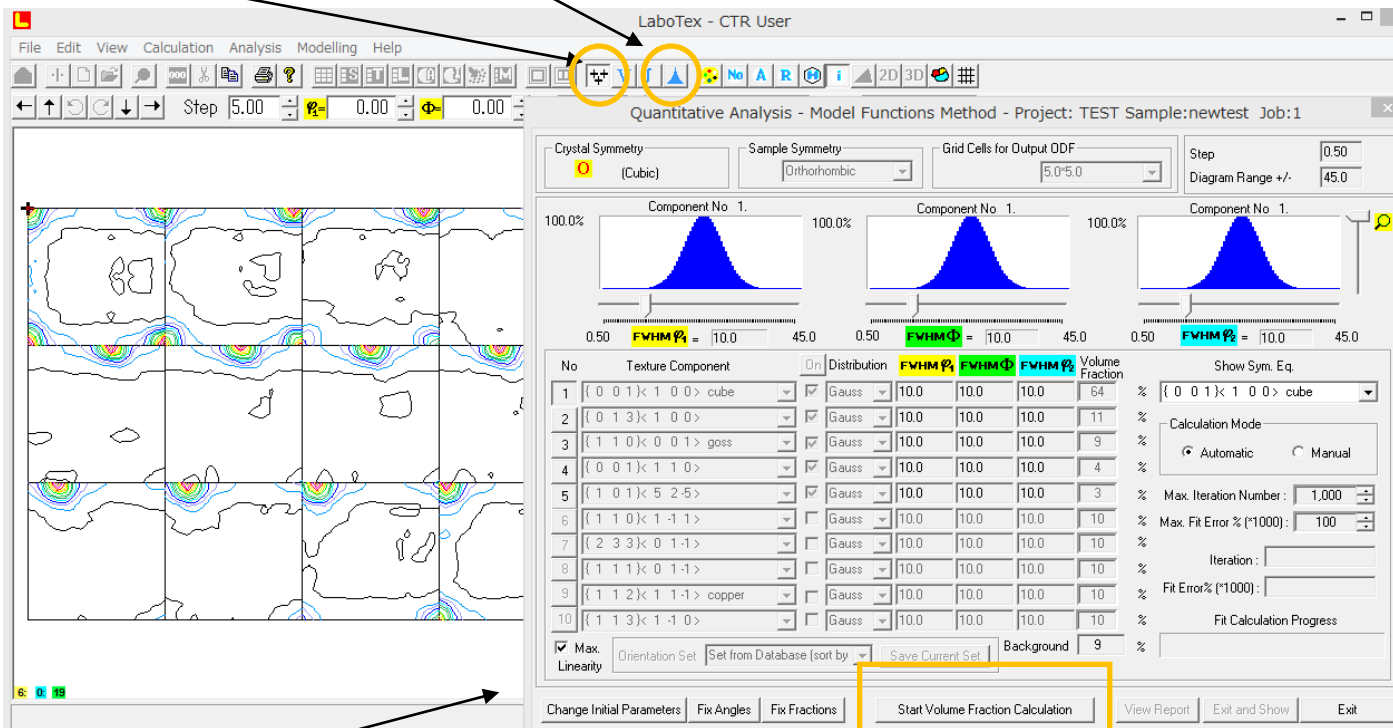
Normalized Polefigure	111	200	220						C:\CTR\DATA\WDF\PoleFigure\LaboTex\WCW
Recalculated Polefigure	111	200	220						newtest.TPF
Rp%	2.2	2.0	2.1						Average= 2.1 %

評価

プロファイルが±1.5%以内で、各極点図毎にErrorは均等で良い解析結果が得られています。Cube方位の場合、{200}極点図の中心付近データが異なる事があります。大きく異なる場合は、等角度評価ではなく、等面積評価で確認する。

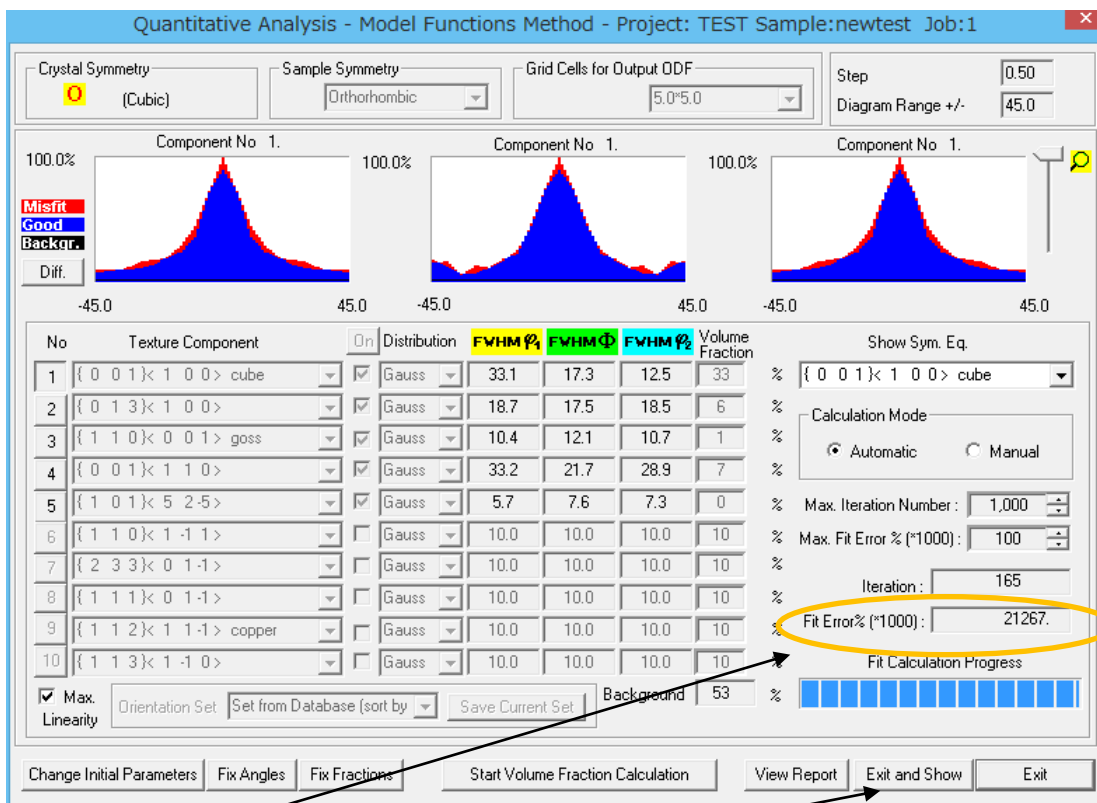
結晶方位の定量 (Volume Fraction)

定量 Volume Fraction



可能性の高い結晶方位が表示されます。

繰り返し Fitting を行う。

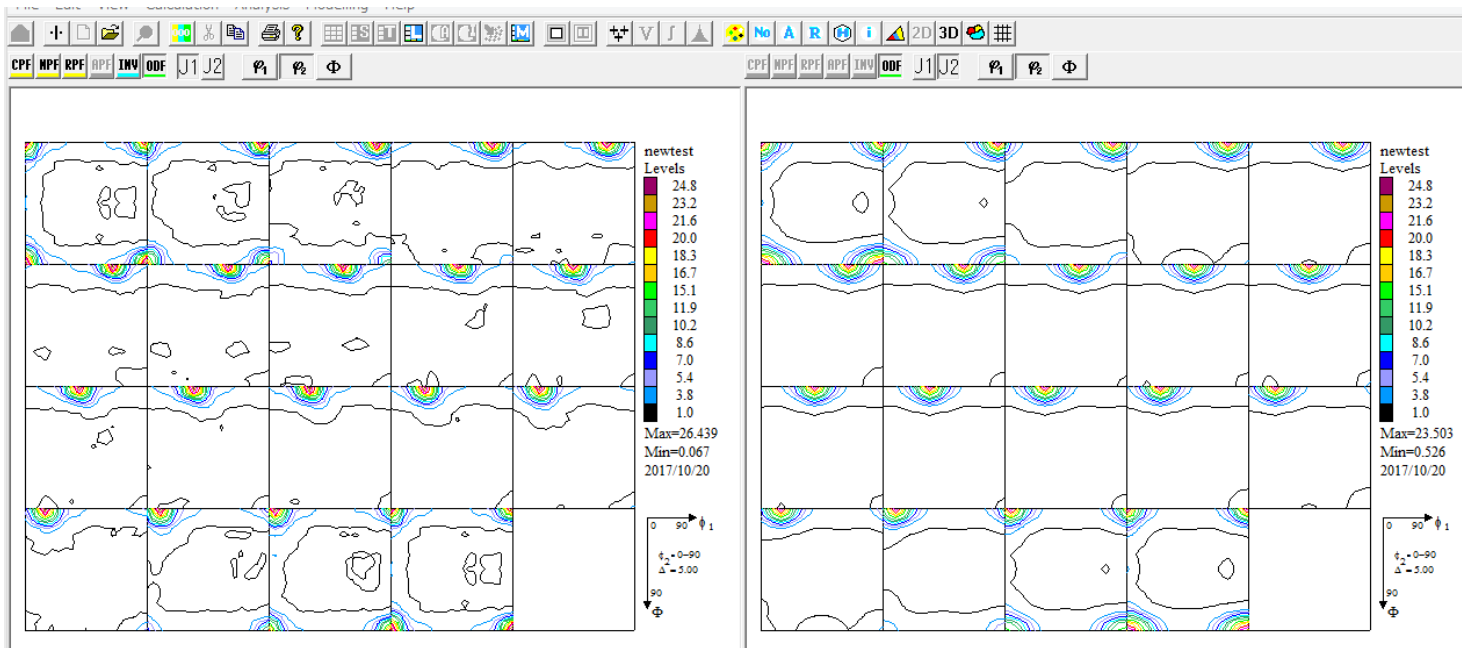


FitError が安定するまで計算を行い、ExitandShow で終了

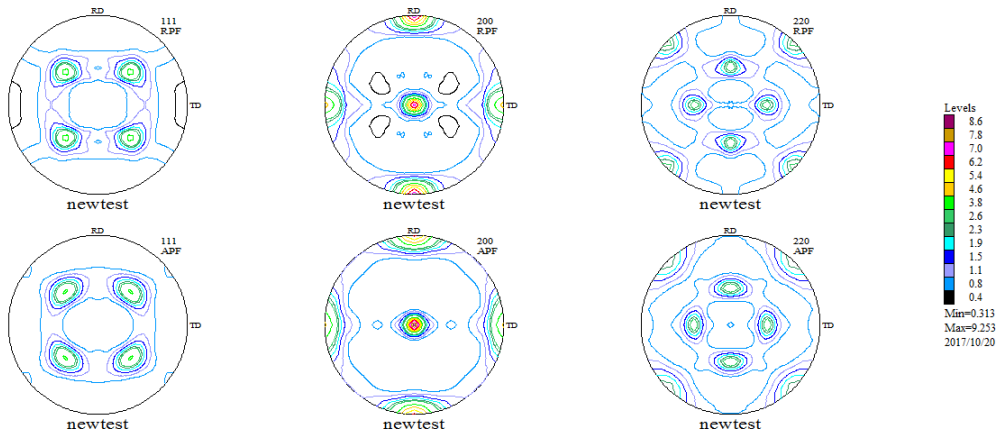
VolumeFraction 結果

入力極点図から計算した ODF 図

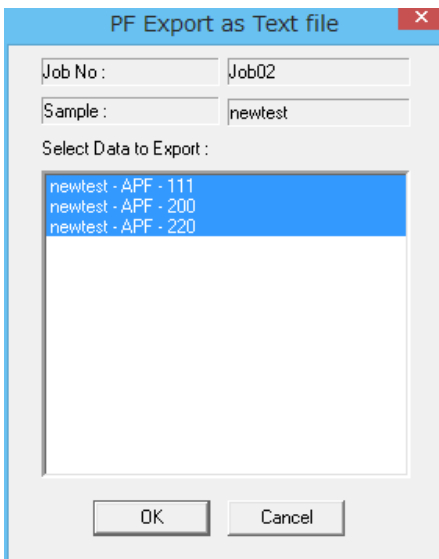
VolumeFraction から計算した ODF 図



上段極点図、ODF から計算した ODF 図、下段極点図、VolumeFraction から計算した再々極点図
 入力極点図から計算されたODF 図には r a n d o m成分は認められないが、
 V o l u m e a F r a c t i o n 結果では他の成分が 5 0 % 近くある事が分かります。

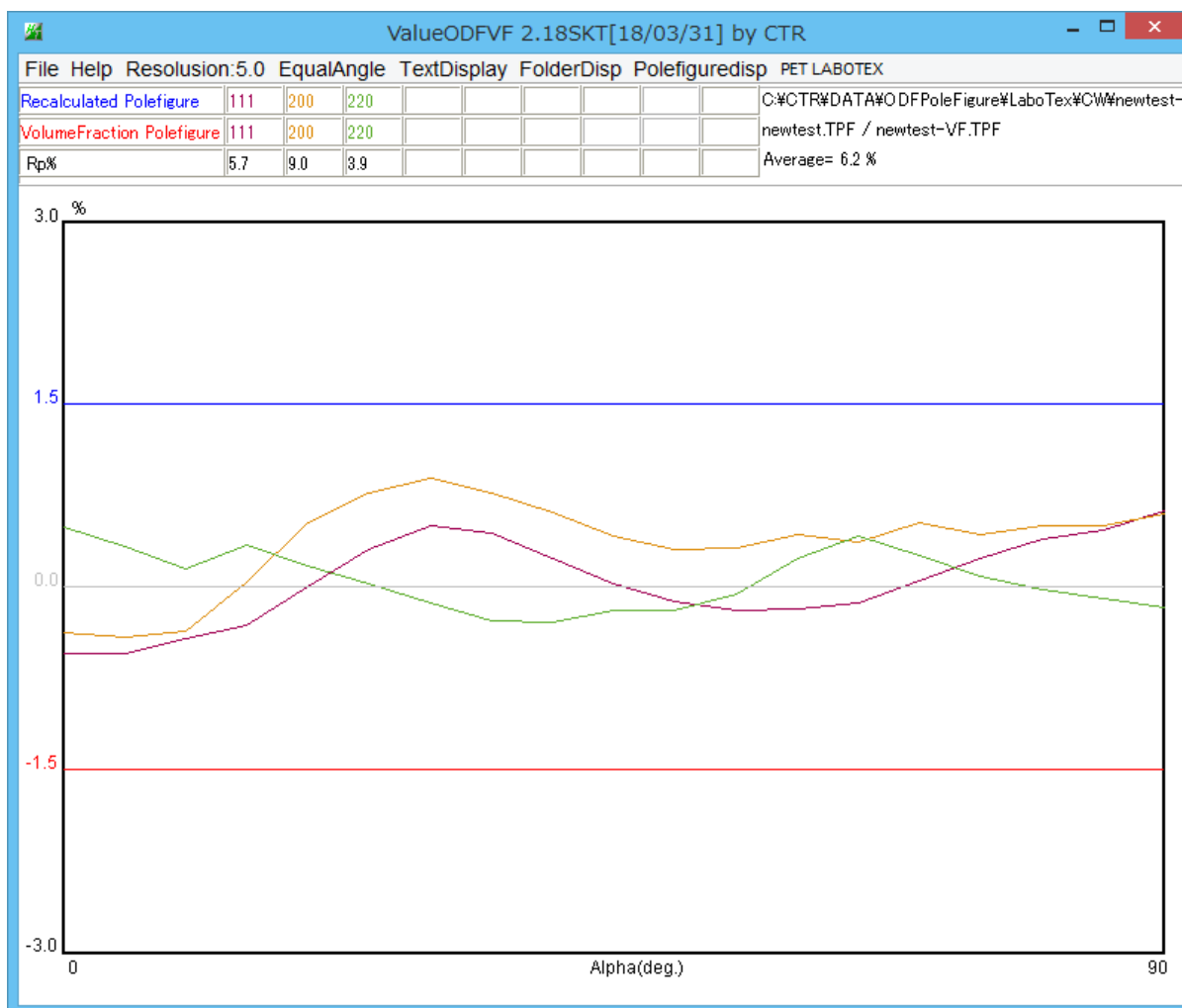
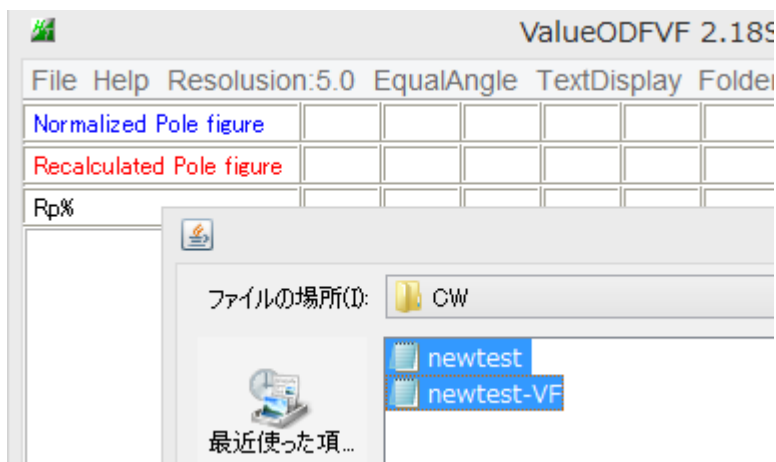


再々極点図の Export



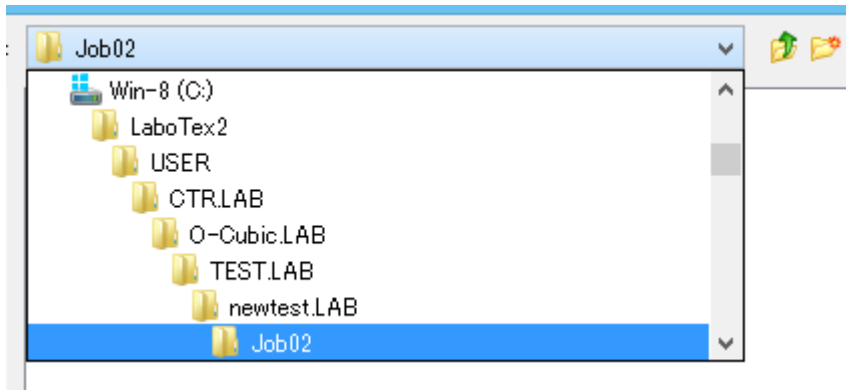
VolumeFraction の Error 評価

再計算極点図と再々極点図の差を表示



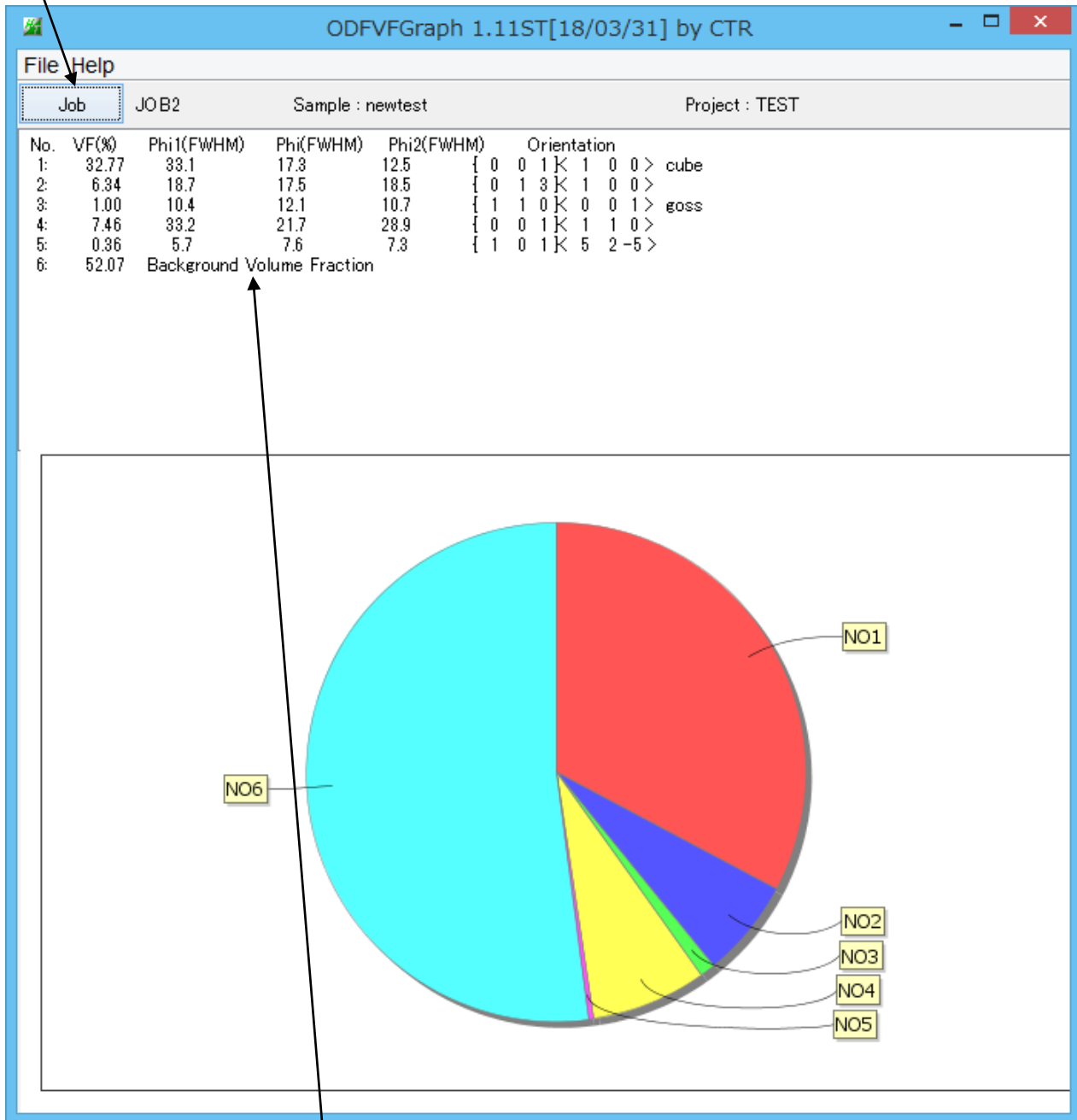
プロファイルが±1.5%以内であり、VolumeFraction 結果は良好である事が確認出来ます。

VolumeFraction 結果を表示



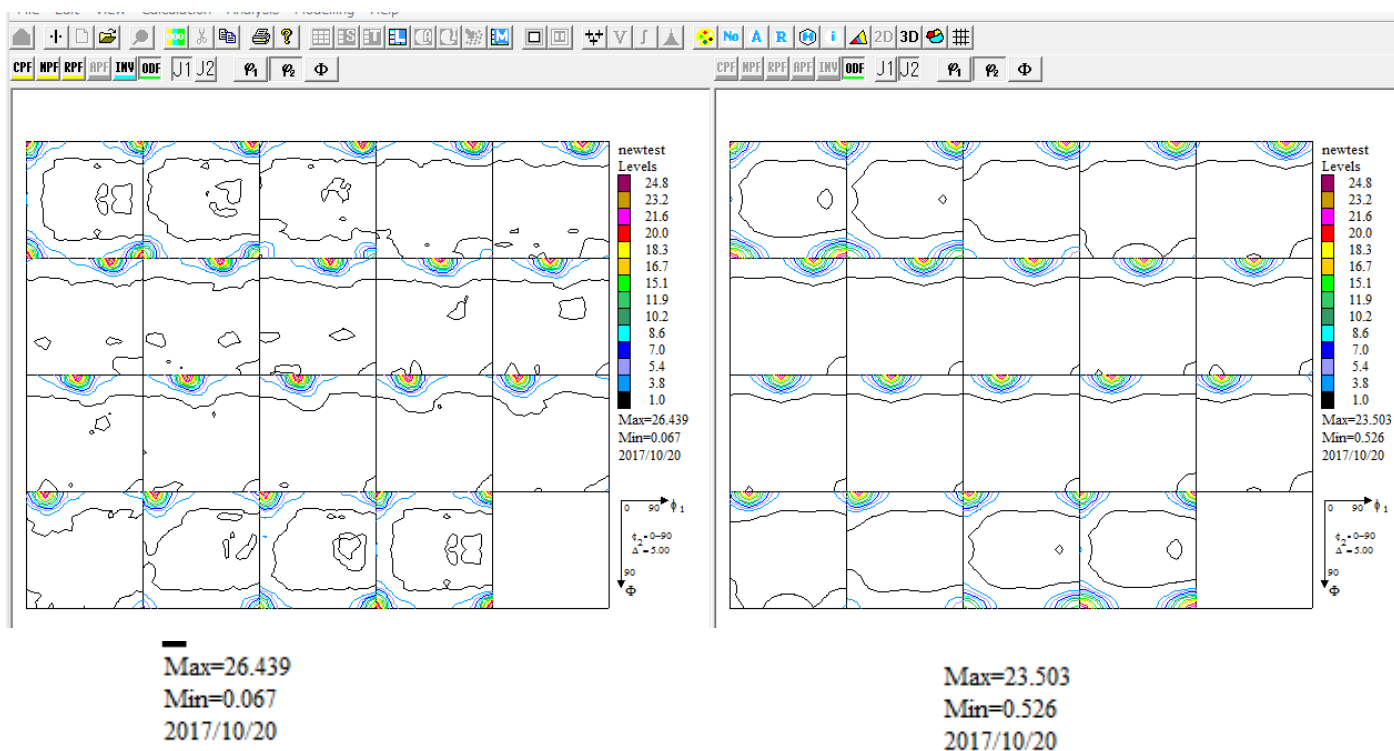
Job で、

を選択



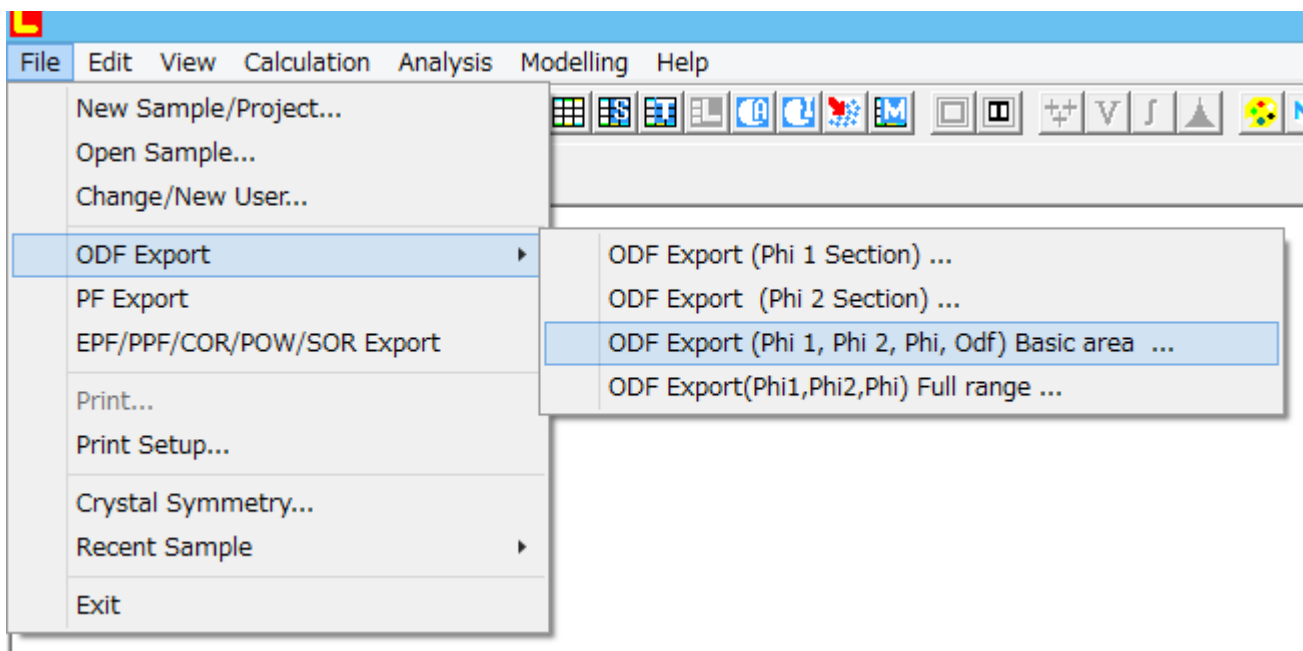
VolumeFraction のバックグラウンドはその他の方位 (random を含みます)

ODF 図で確認



入力極点図から計算した ODF 図の最小結晶方位は randomn レベルですが、VolumeFraction から計算した最小結晶方位が $0.067 \rightarrow 0.526$ に変わっています。VolumeFraction に含まれない方位が多数ある事が分かります。LaboTex や TexTools のような直接法では random レベルが見えますがゴーストの多い解析法では random レベルはゴーストの影響を受けます。

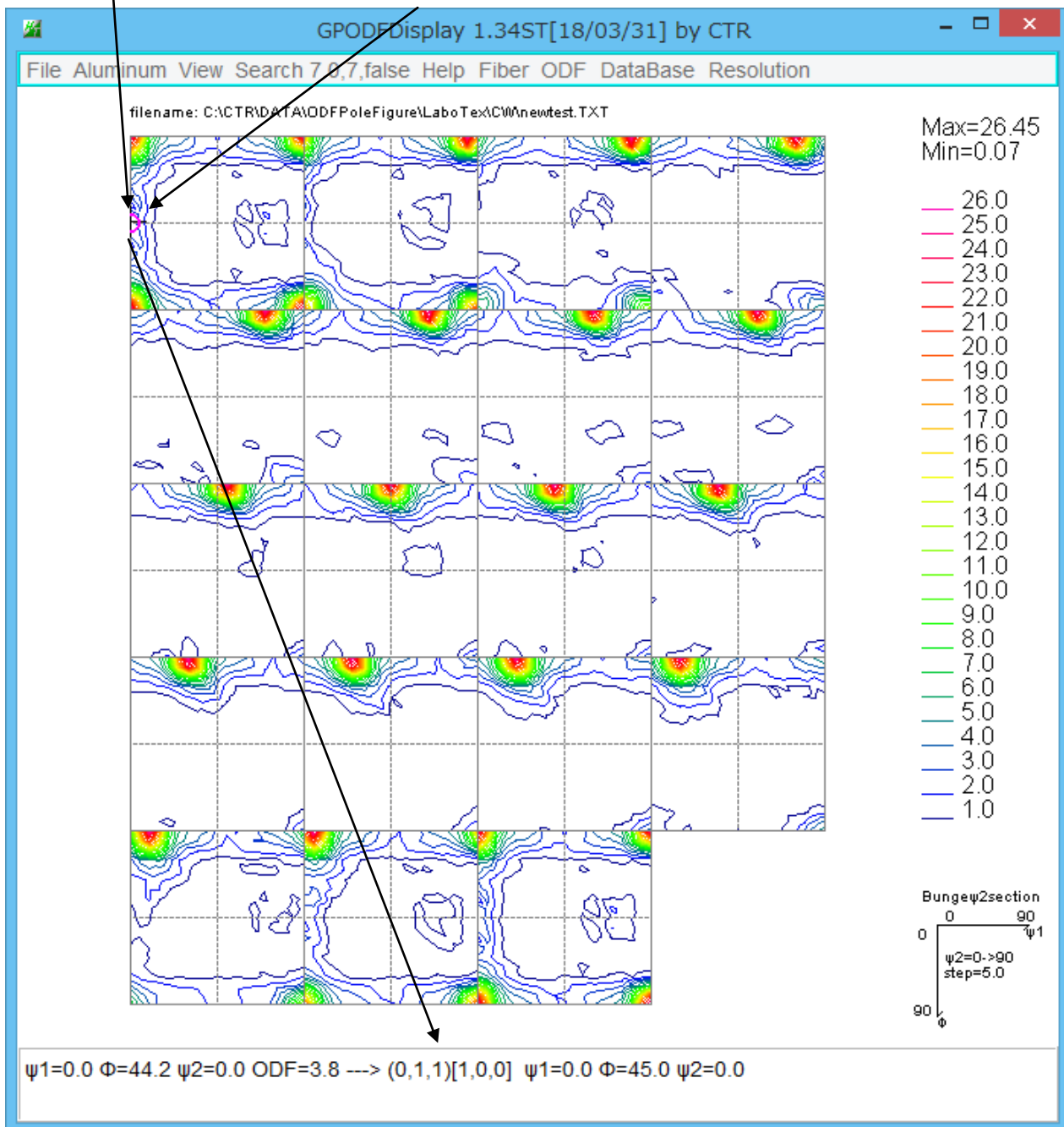
解析された ODF 図を Export して各種解析



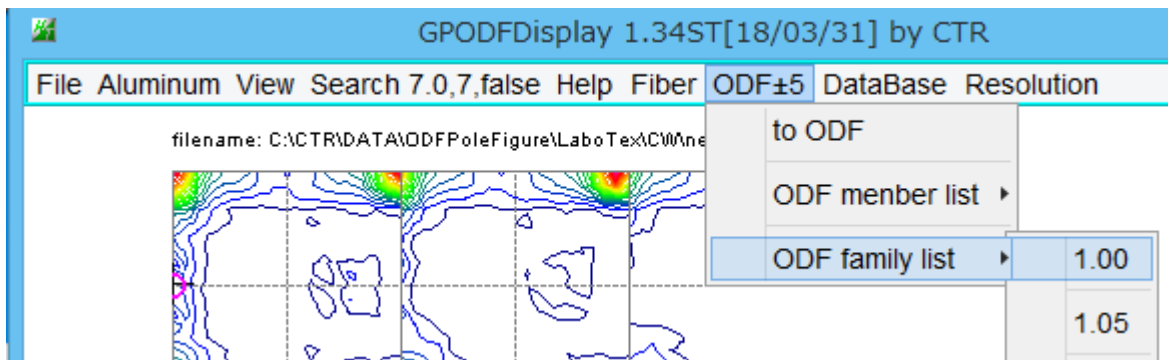
結晶方位の特定

マウスマークの動きに同期して結晶方位の計算を行う

+がマウスクリック位置 赤丸は整数化した結晶方位から計算されたeuler角度位置



結晶方位の数値化



結晶方位 Euler 角度位置の結晶方位

Euler 角度± 5 度以内の最大結晶方位

Orientation	ϕ_1	Φ	ϕ_2	ODF	$n\phi_1$	$n\Phi$	$n\phi_2$	$nODF$
{0 0 1}<1 0 0> cube	0.0	0.0	0.0	26.45				
{0 1 3}<1 0 0>	0.0	18.43	0.0	4.73	0.0	15.0	0.0	5.67
{0 0 1}<2 -1 0> CH	26.57	0.0	0.0	4.51	20.0	0.0	0.0	4.97
{0 1 2}<1 0 0> Q1	0.0	26.57	0.0	2.92	0.0	20.0	0.0	4.73
{1 1 4}<-1 -7 2>	54.74	19.47	45.0	1.16	50.0	15.0	45.0	4.24
{0 1 1}<1 0 0> Goss	0.0	45.0	0.0	3.85	0.0	40.0	0.0	4.19
{0 0 1}<1 -1 0> RW(H)	45.0	0.0	0.0	1.96	50.0	0.0	5.0	2.7
{0 1 1}<2 -5 5>	74.21	45.0	0.0	1.68	70.0	40.0	0.0	2.34
{1 1 0}<1 -1 1> P	35.26	90.0	45.0	1.11	30.0	90.0	40.0	2.04

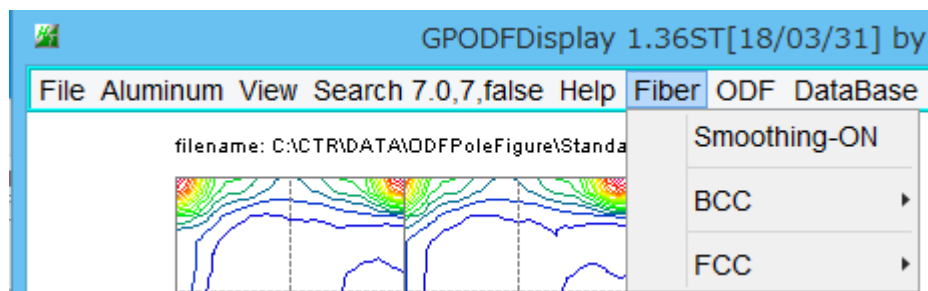
MAXODF=26.45 MINIODF=0.07 (Weight=0 Cycle=1)

結晶方位は標準的な euler 角度位置でなく、ずれる傾向があります。

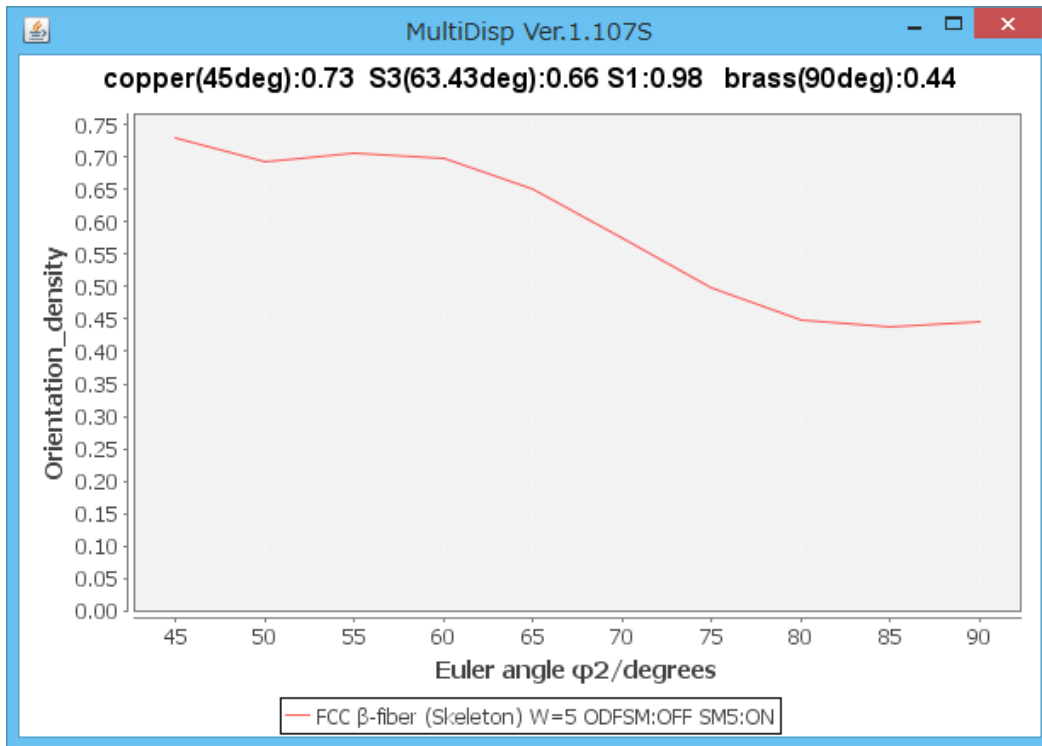
F i b e r

F i b e r 位置 (E u l e r 角度) 付近の最大値をトレースする事がが必要です。

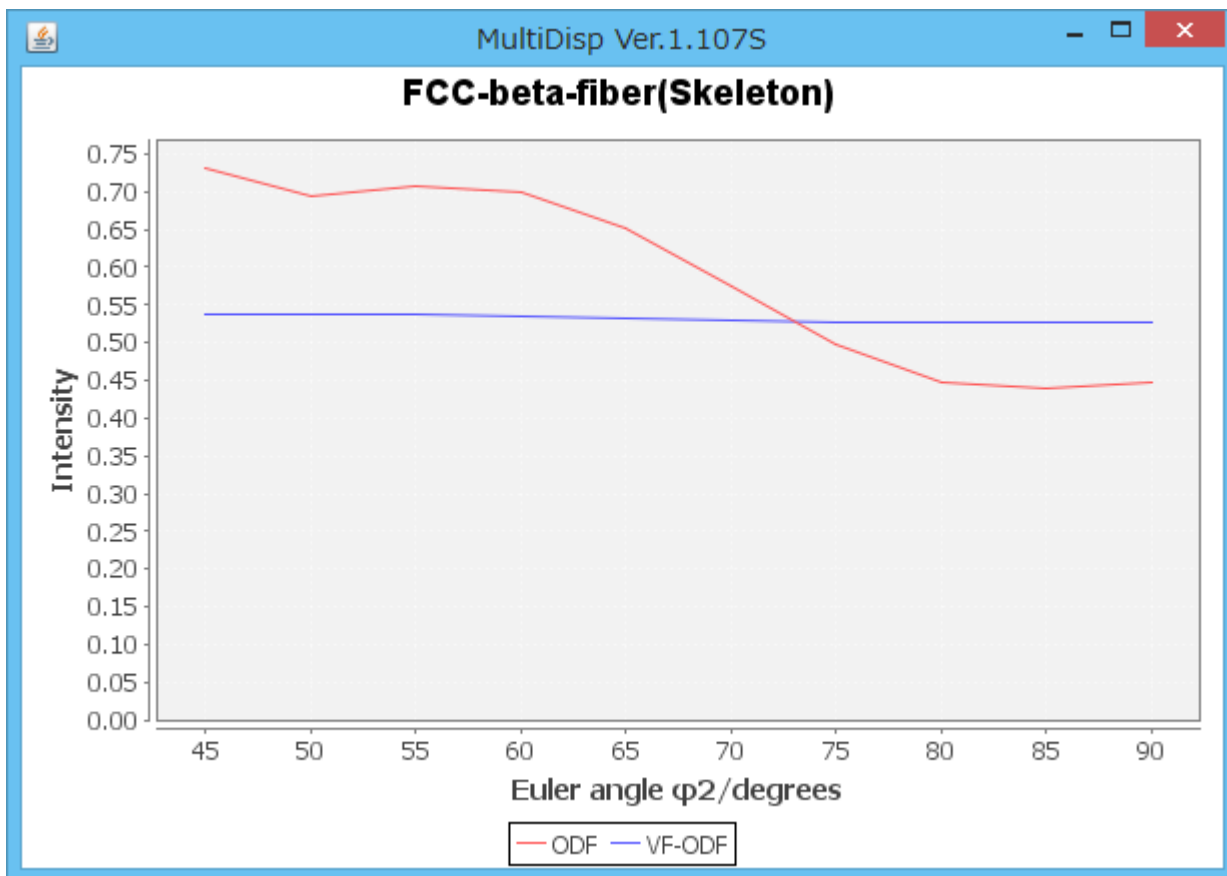
F C C では、 α -f i b e r と β -f i b e r が表示出来ます。



3次元的にeuler角度が変化する β -fiberは難しいが、本ソフトウェアで実現しています。



入力極点図から計算したODFによる β -FiberとVokumeFraction結果の β -fiber比較



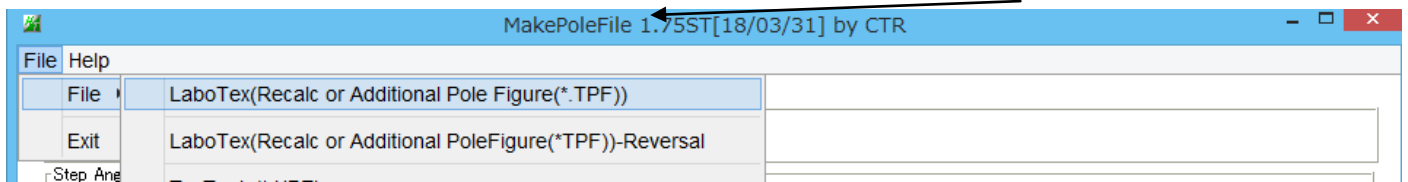
このような比較は6試料のODF図まで可能

ODF結果には他の成分も認められますが、VolumeFraction結果では全てrandomとして計算されています。

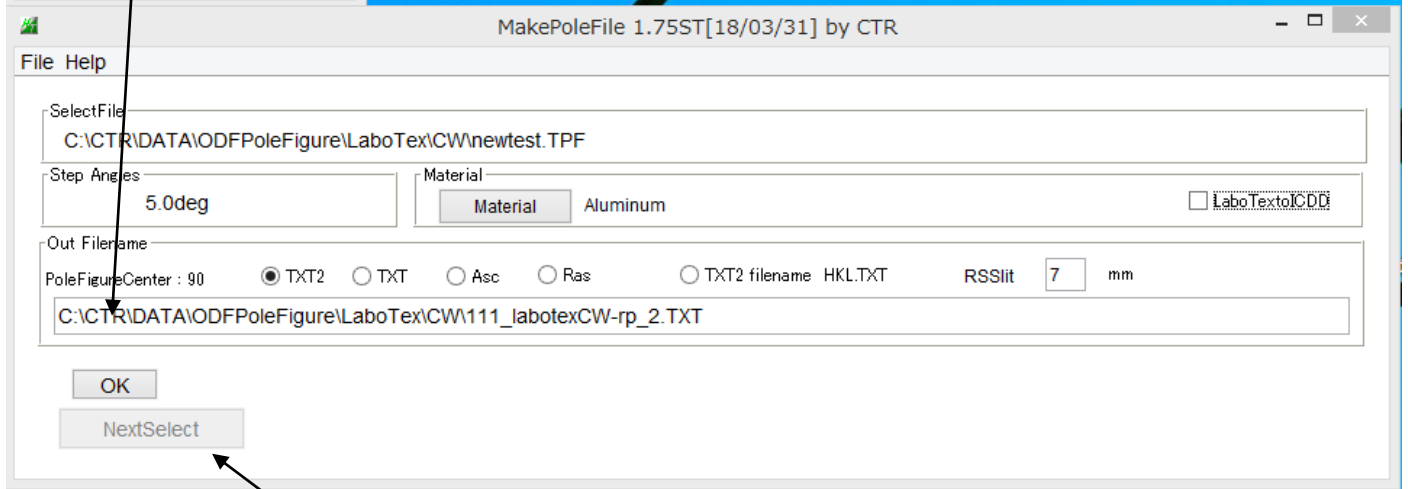
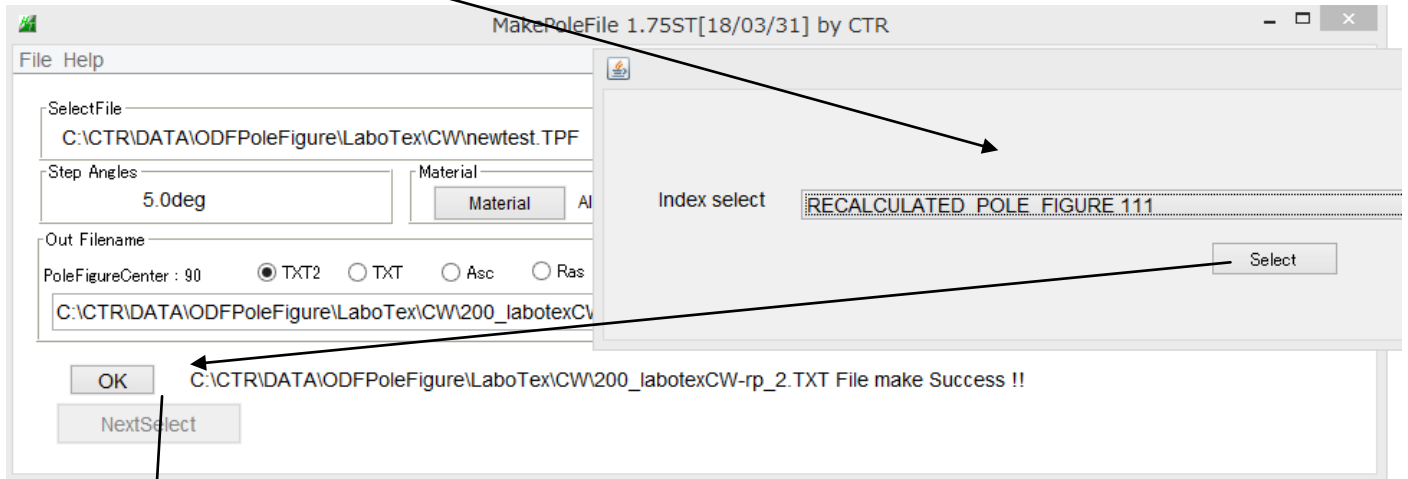
ODF図の平滑化

Exportした極点図を平滑化し、再度ODF解析を行う。

極点図の平滑化は、GPPoleDisplayで行うため Export ファイルを MakePolefile で TXT2 に変換

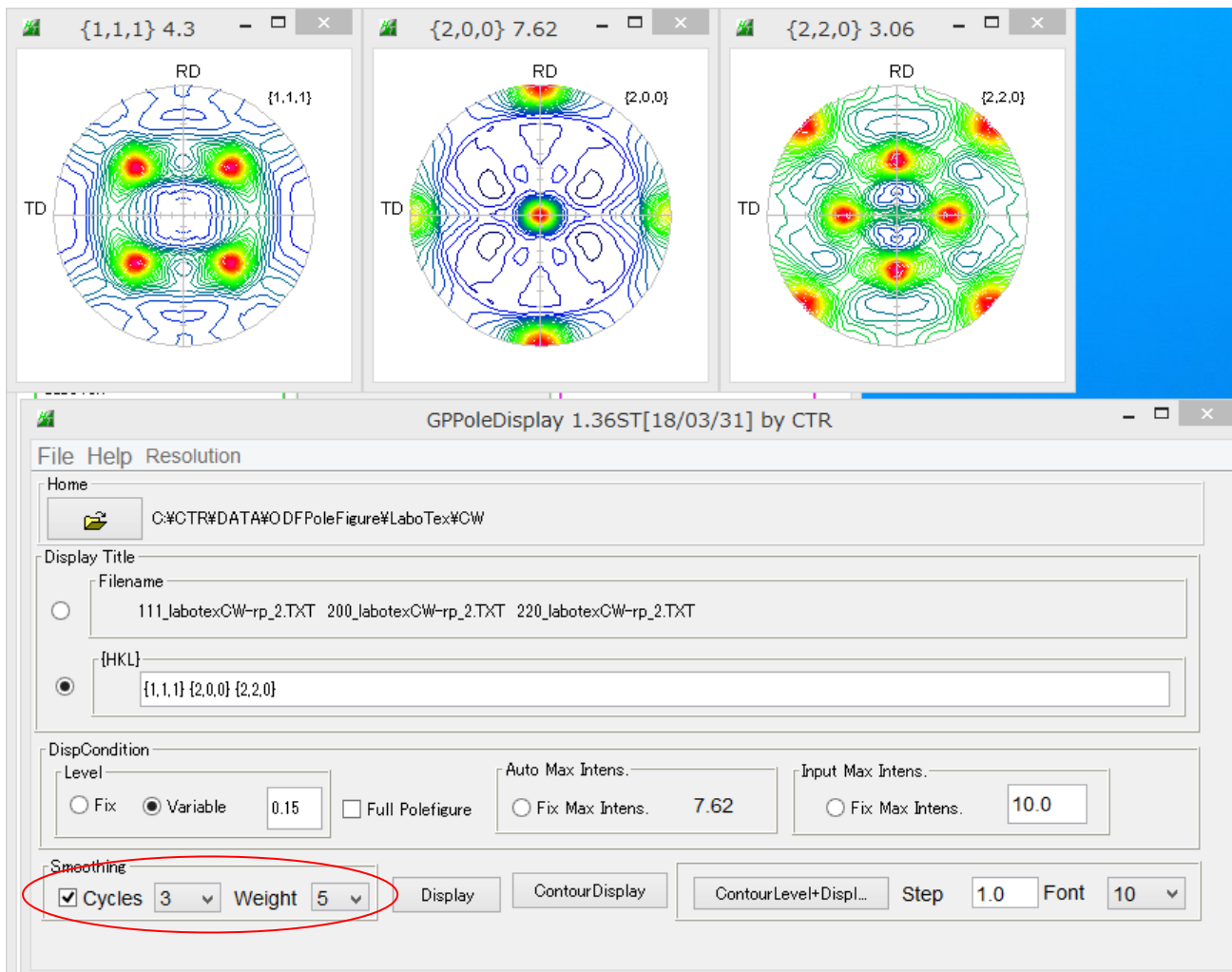


再計算極点図を選択して TCT2 に変換

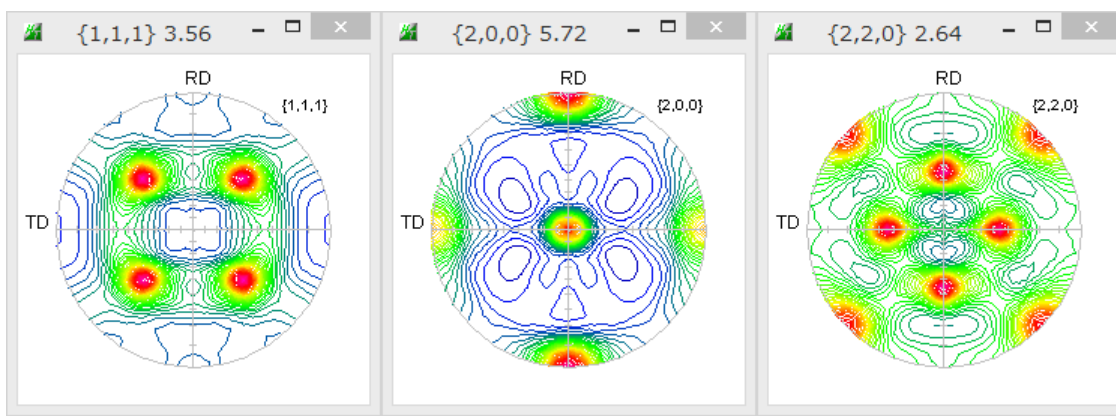


繰り返す。

GPPoleDisplay で読み込む



平滑化をチェックして表示



等高線が丸みを帯びて表示されます。

データは TPF データホルダの MSDATA ホルダ以下に登録されます。

このデータから PFtoODF3 を経由して ODF に読み込めば ODF 図の平滑化が実現します。

不完全極点図の平滑化は終端データの平滑化に無理がある為、完全極点図化すると正確に平滑化が可能になります。

平滑化

不完全極点図の平滑化は終端データの扱いで E r r o r が発生します。

完全極点図の平滑化は C T R ソフトウェアで処理すれば、E r r o r なしで平滑化出来ます。

直接法 (A D C) 解析法では粒径の影響を受け易く、以下のような O D F 図が良く計算されます。

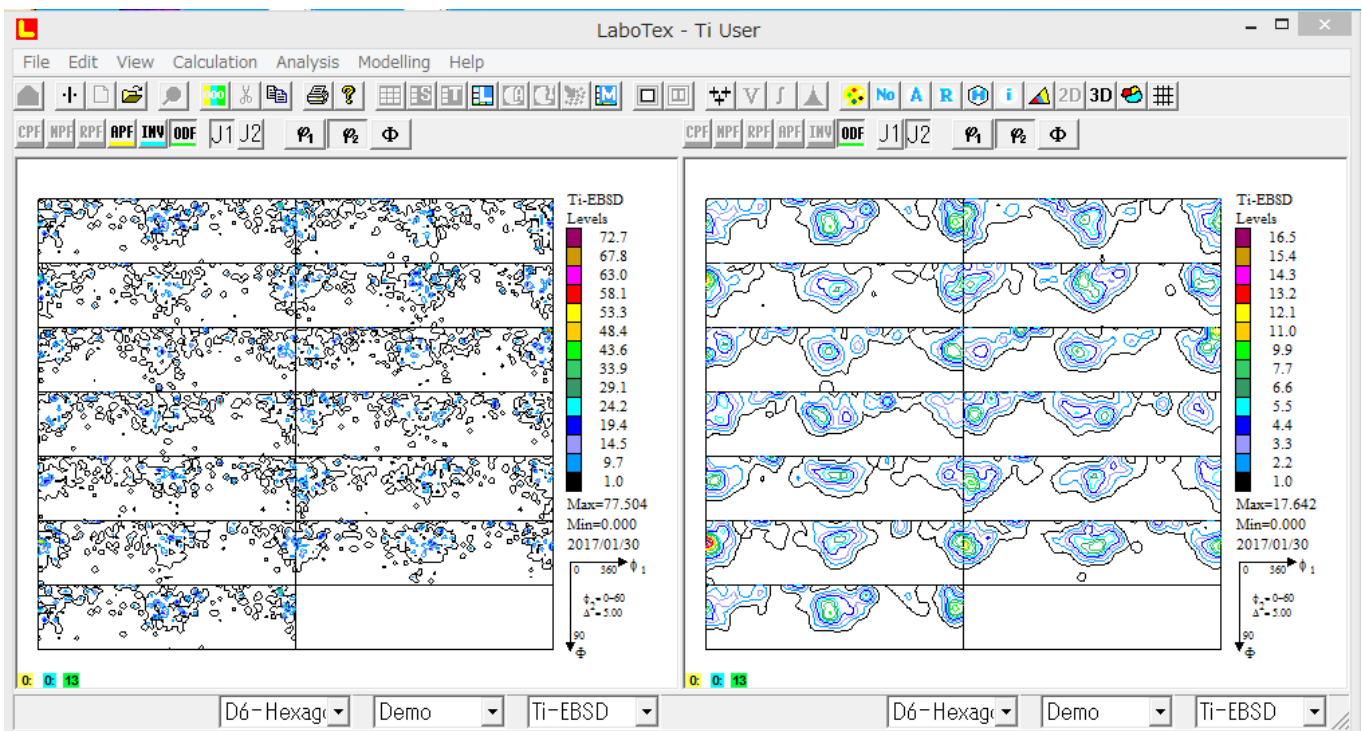
LaboTex では平滑化機能は弱く見栄えの良い O D F 図は得られない。

O D F 図のみの平滑化を行うのであれば、

O D F 図を直接平滑化を行う LaboTexODFFile ソフトウェアで可能

以下は Ti 材を E B S D で測定したデータを E B S D t o L a b o T e x ソフトウェアを経由して O D F 解析を行っています

Ti 材 E B S D で測定したデータ、LaboTex の解析結果 LaboTexODFFile で平滑化し LaboTex で表示



LaboTex が解析した O D F ファイルを直接読み込み、平滑化後 Job2 に O D F ファイルを作成で実現

しかし、VolumeFracturon など O D F 図の解析を行う場合は、完全極点図の再計算極点図を E x p o r t し、MakeFile ソフトウェアで Asc ファイル化し、ODFPoleFigure ソフトウェアで完全極点図の平滑化を行って再度 LaboTex に読み込ませて O D F 解析を行う。

極点解析はブラックボックスではありません、常に E r r o r 評価を行って最終報告書を纏めてください。