

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 `defocus` 補正量を評価し最適な結果を得る方法の紹介  
Volume Fraction の評価方法の紹介

解析結果の `Error` 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 `defocus` を評価  
再計算極点図とVolume Fractionの再計算極点図を比較する事で  
Volume Fraction結果が評価出来ます。

ODF解析に `random` レベルと `Error` を加味した修正を行いました。



で囲まれた部分が修正或いは追加部分です。

2014年12月25日

2016年05月09日修正

*HelperTex Office*

山田 義行

## 概要

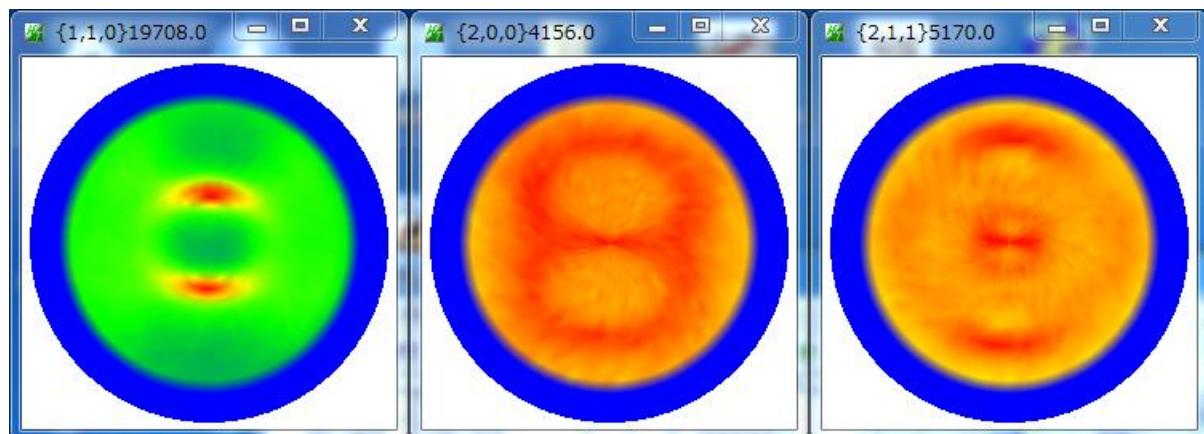
SmartLabはゴニオ半径が300mmの為、defocusの影響は軽減されている。  
更に、Co管球を使用する事で更に測定エラーが軽減されます。  
ODFPoleFigure2ソフトウェアでは内部に計算によるdefocusを装備しているので、  
randomサンプルなしで、エラーの少ない極点計算を可能にしています。  
本資料はエラーの少ない極点処理、ODF解析を紹介します。

## 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  
 $\alpha$ 軸:15 $\rightarrow$ 90deg. 5degStep  
 $\beta$ 軸:0 $\rightarrow$ 360deg. FT:0.5sec

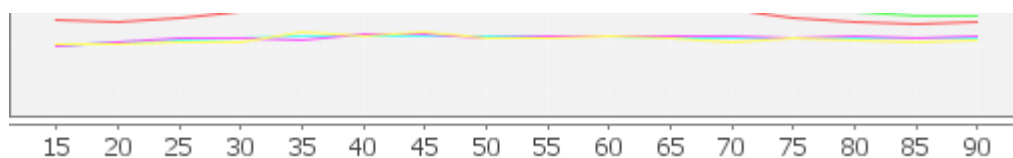
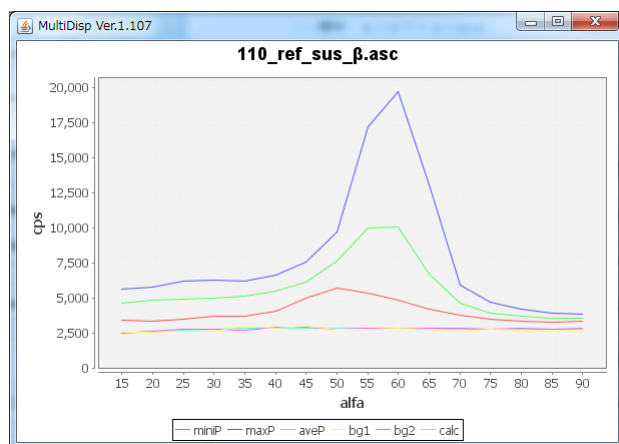
### 測定データ



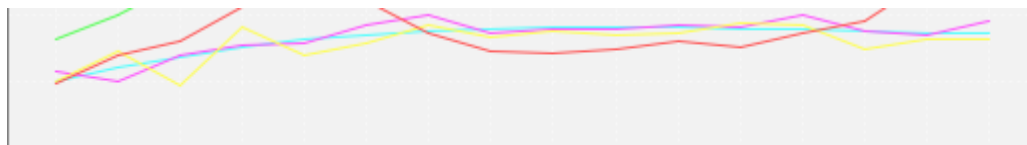
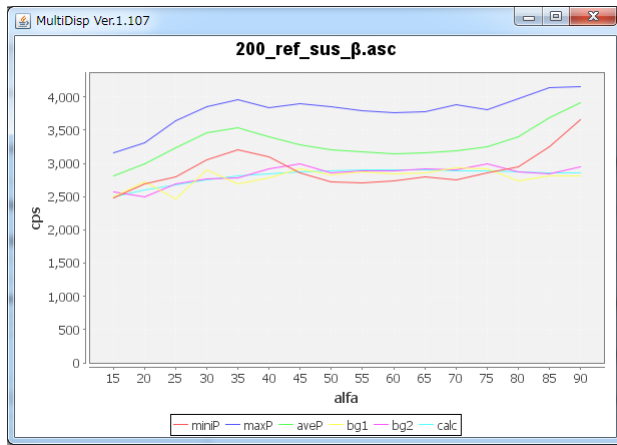
### 測定強度とバックグラウンド強度

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。

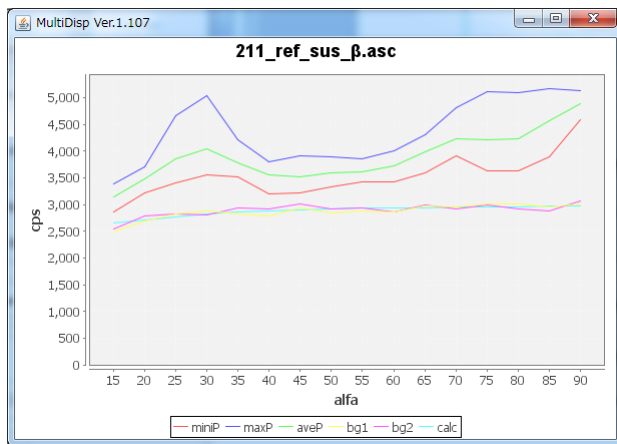
ODFPoleFigure2ソフトウェアでは測定バックグラウンドから理想曲線を計算します。



計算されたバックグラウンド理想曲線は Calc 曲線です。

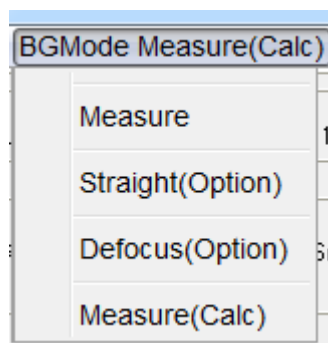


黄色と赤色のバックグラウンド曲線から理想バックグラウンド Calc 曲線を計算します。



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。

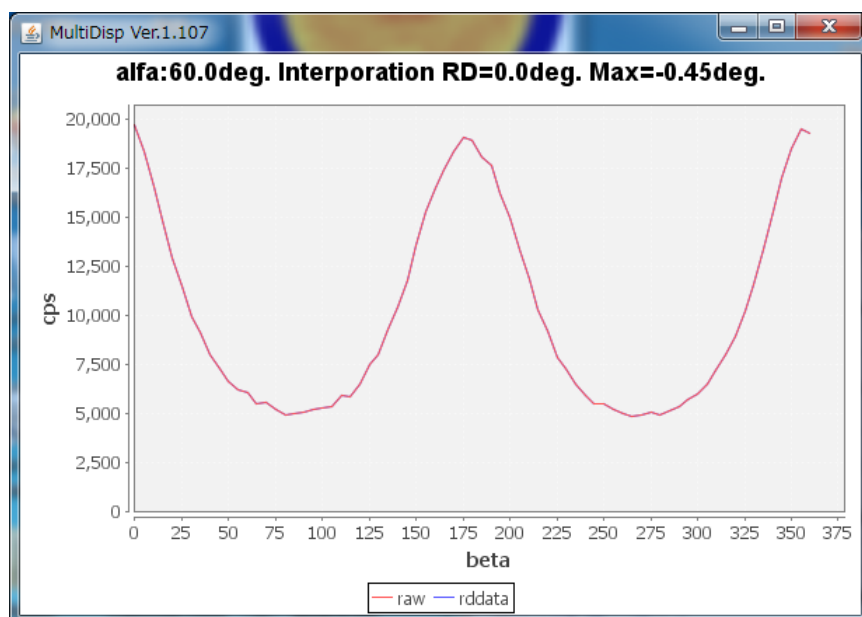
バックグラウンド計算モード



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

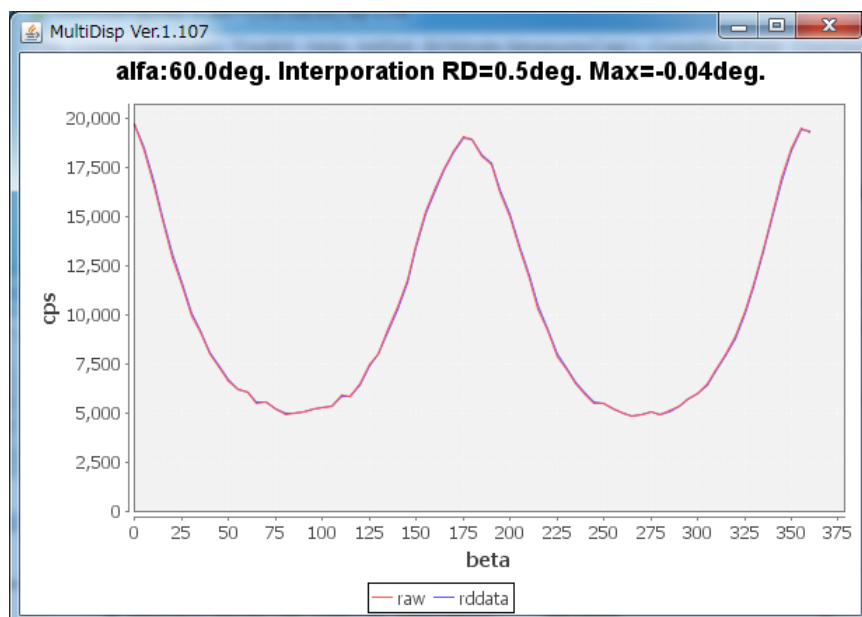
## RD方向の調整

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

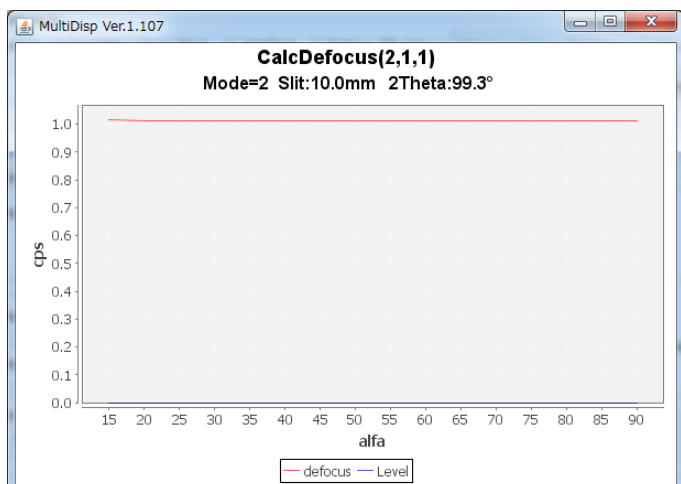
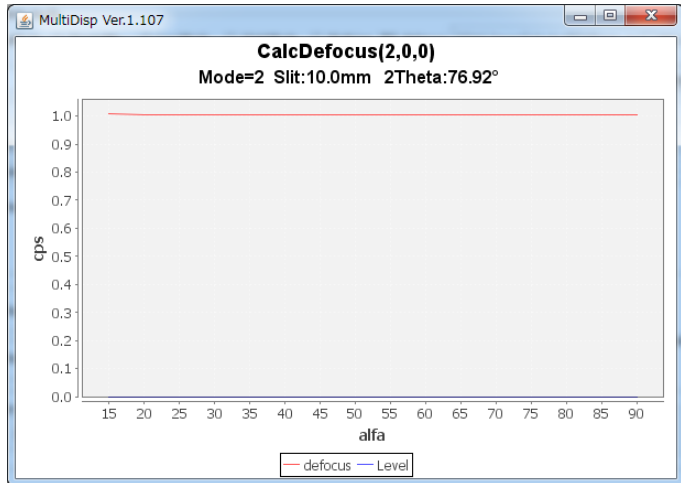
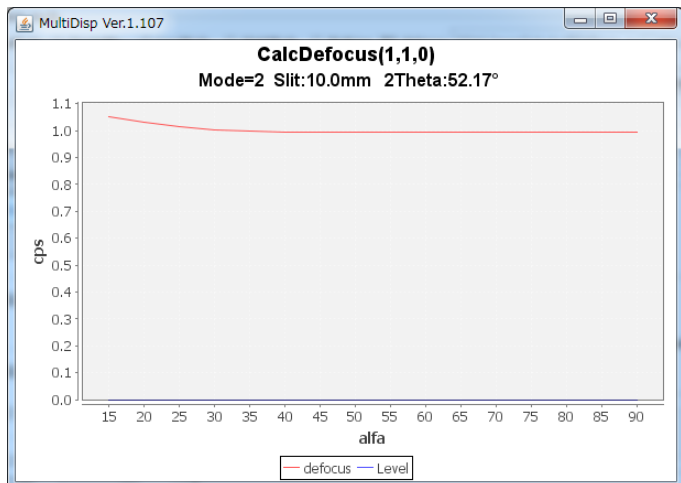
Defocus(1) functions file  TextDisp

Make defocus function files by TXT2   Standardize   Recaldefocus

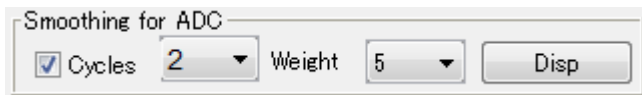
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu...

Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)  Limit Alfa Defocus value   1/Ra Profile

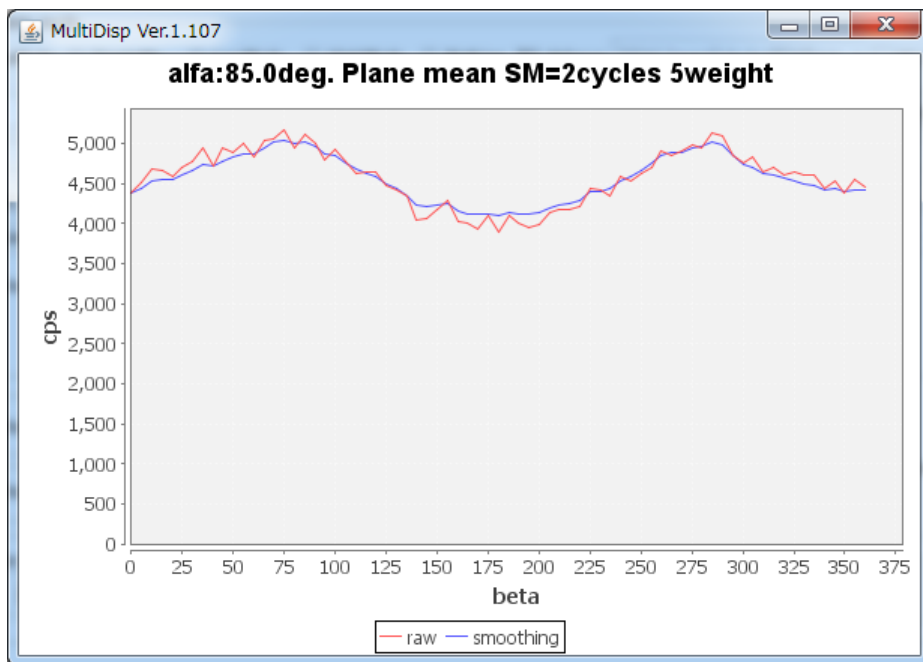
補正量



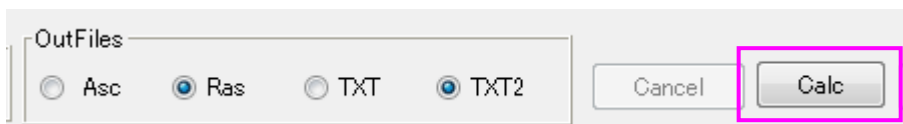
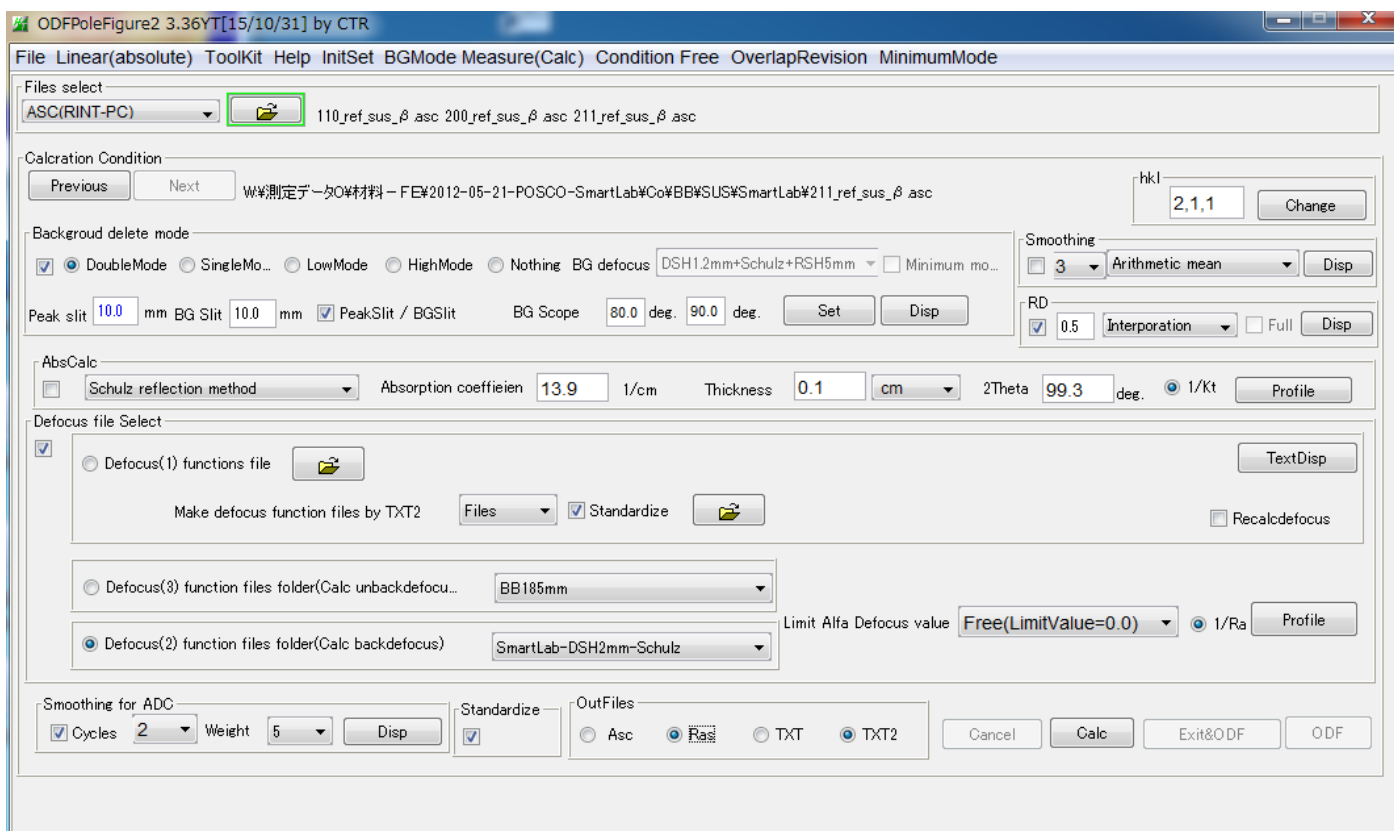
## 平滑化



パラメータを入力して確認する。

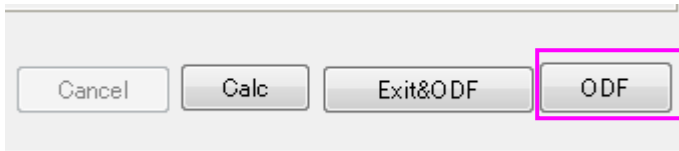
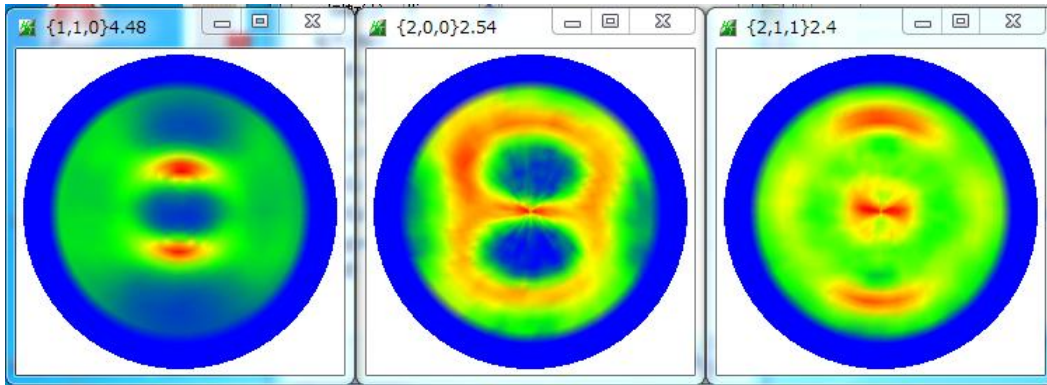


## 一括計算

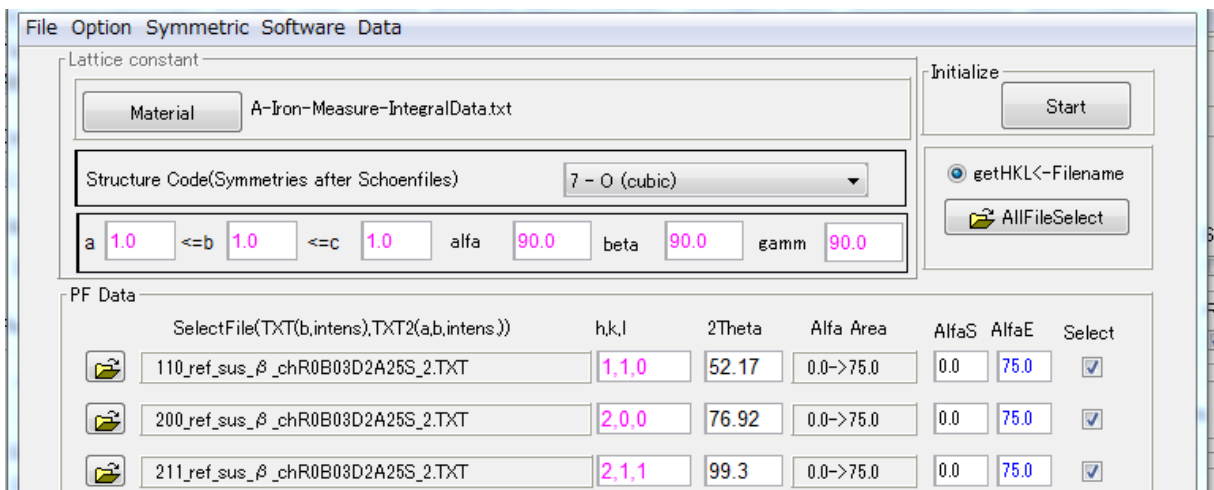


全てのODF向けデータ作成準備

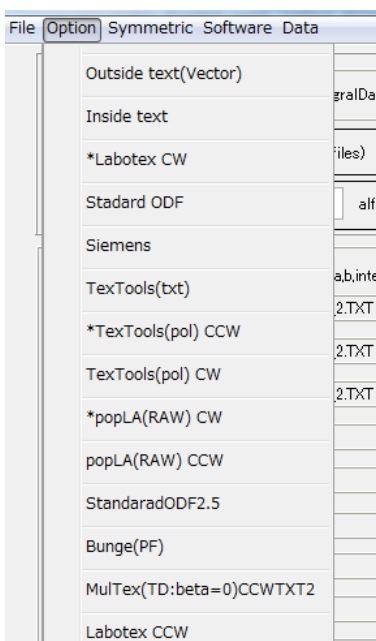
一括処理された極点図



処理したデータがPF to ODF 3ソフトウェアに渡される

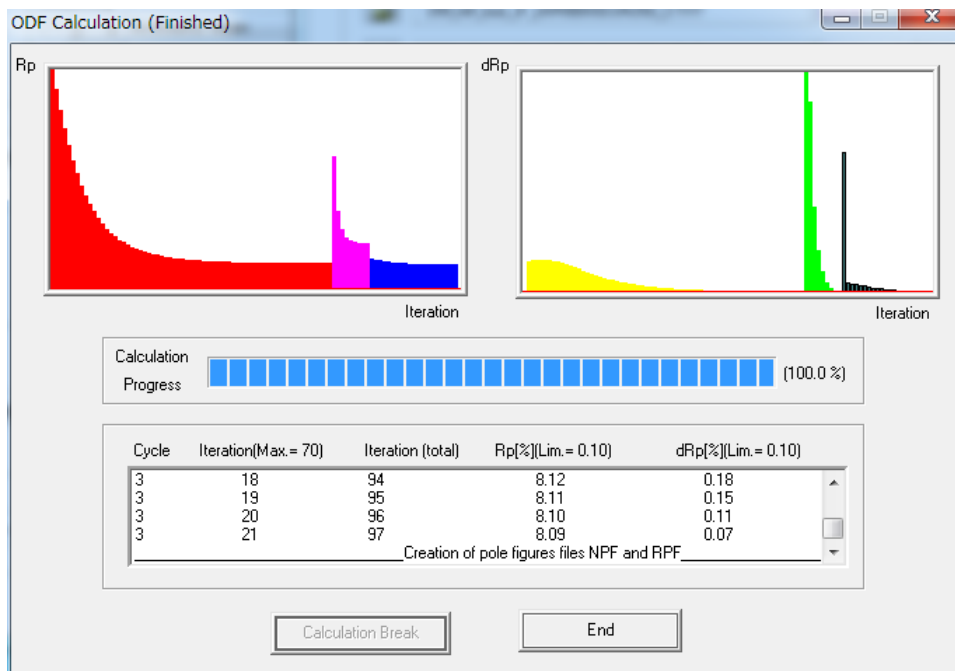


各種ODFの選択



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。

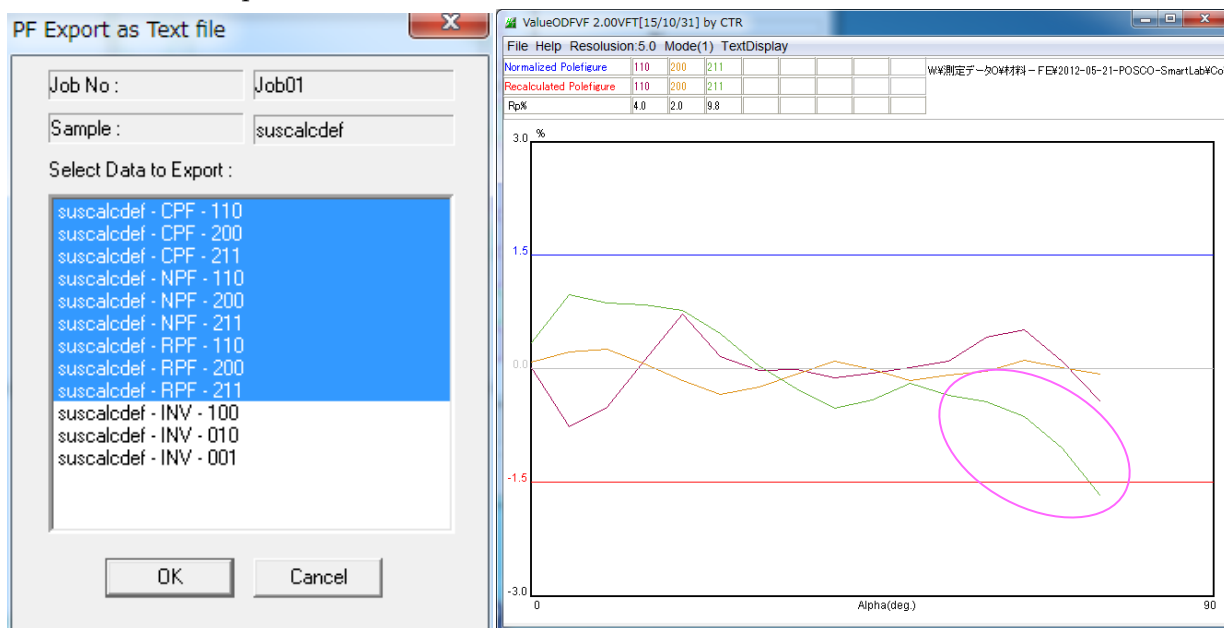
# LaboTexによるODF解析



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。



File	Help	Resolution:5.0	Mode(1)	TextDisplay
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.

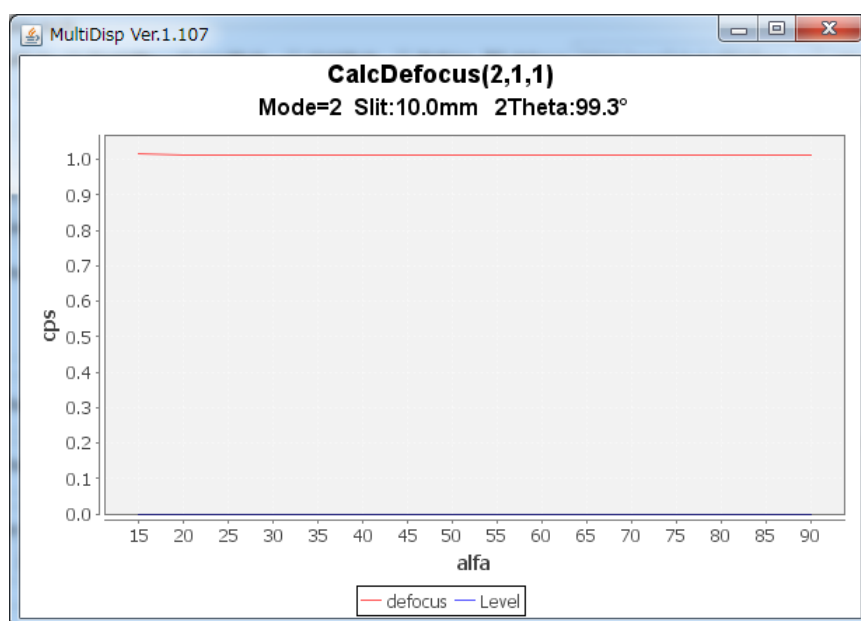
測定受光スリットを 10 mm → 6 mm に変更

Background delete mode

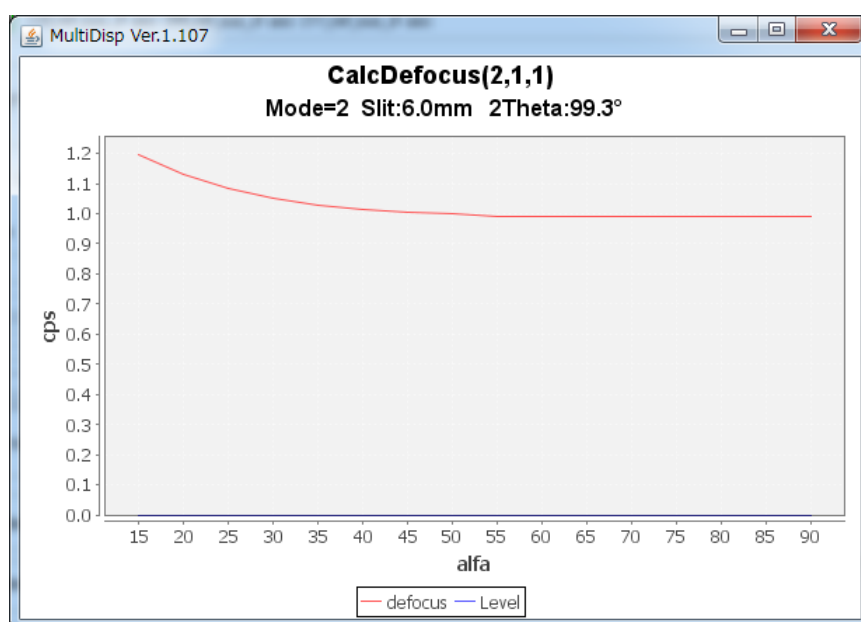
DoubleMode  SingleMo...  LowMode  HighMode  Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm

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

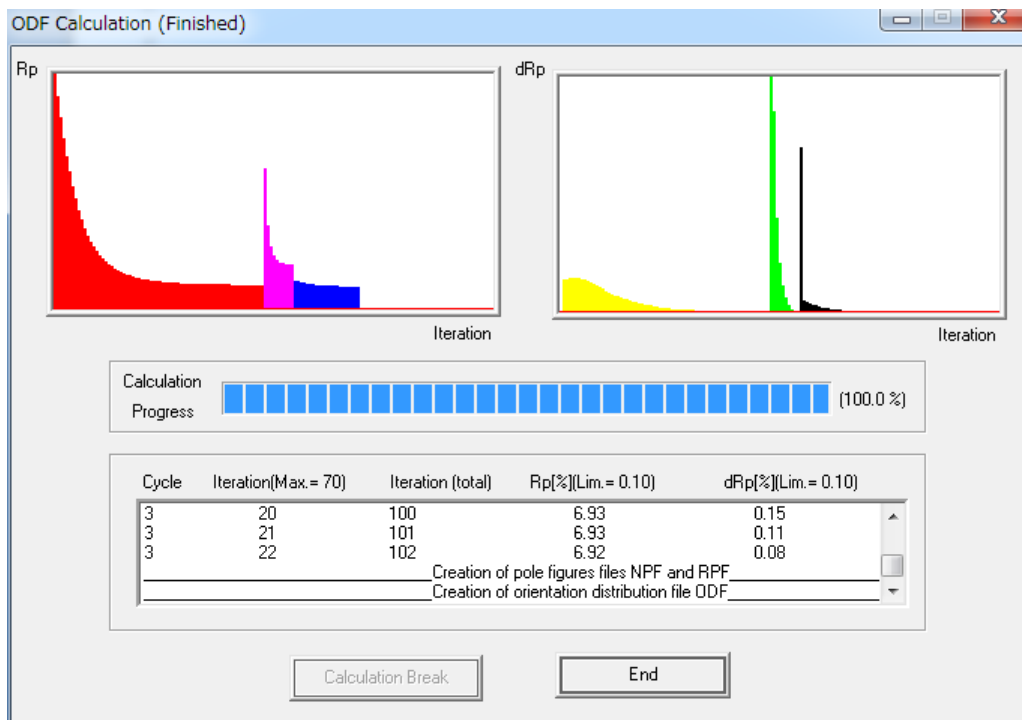
10 mm の defocus 曲線



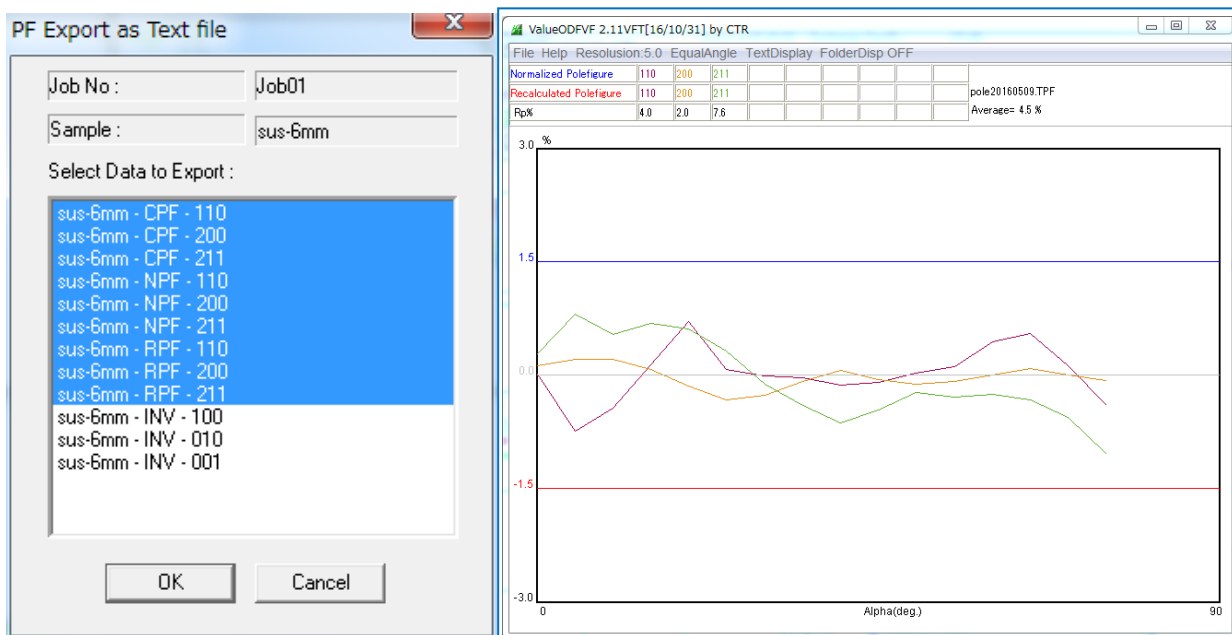
6 mm の defocus 曲線



LaTeXで読み込み、ODF計算結果からRp%を確認



Rp%が改善される。

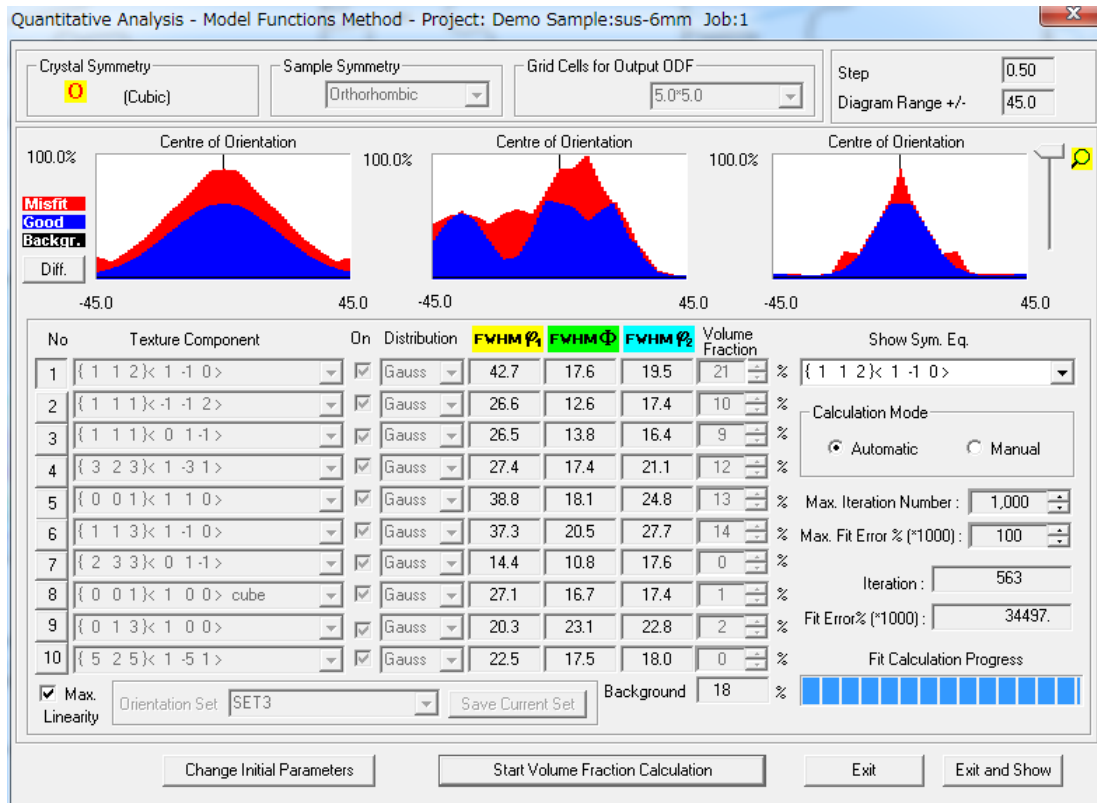


Normalized Polefigure	110	200	211	
Recalculated Polefigure	110	200	211	pole20160509.TPF
Rp%	4.0	2.0	7.6	Average= 4.5 %

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。

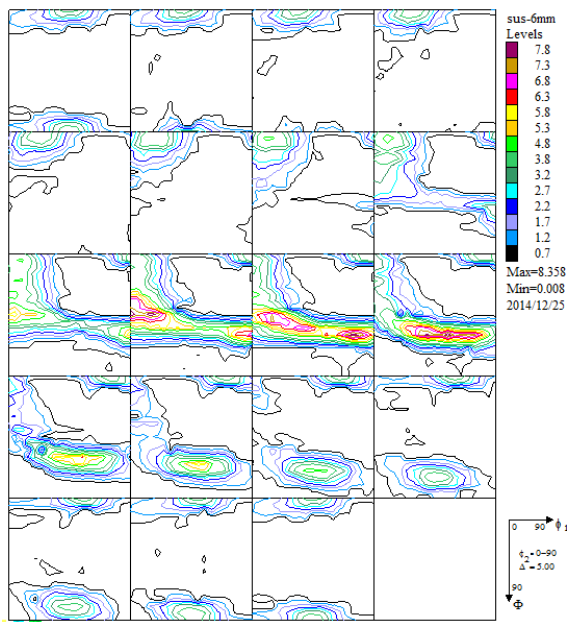
# Volume Fraction 計算評価



Fit Error として、34.4%は

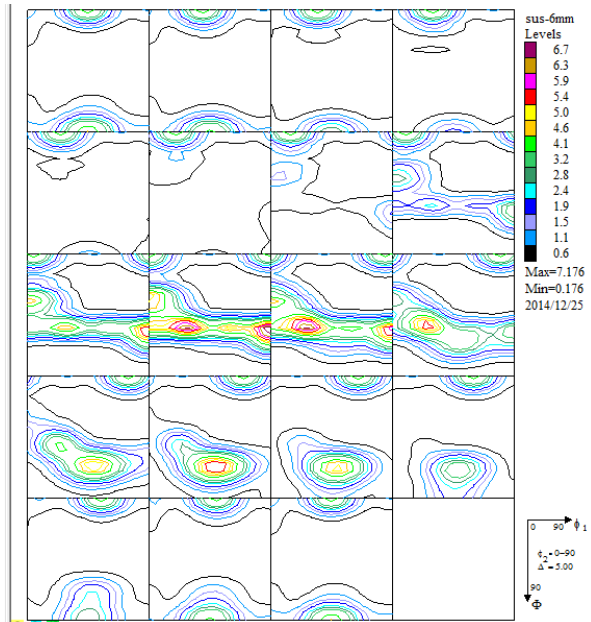
10個の結晶方位で表現されていない方位がある事を示しています。

入力極点図から計算した ODF 図



Max=8.358  
Min=0.008  
2016/05/09

VolumeFraction から計算した ODF 図

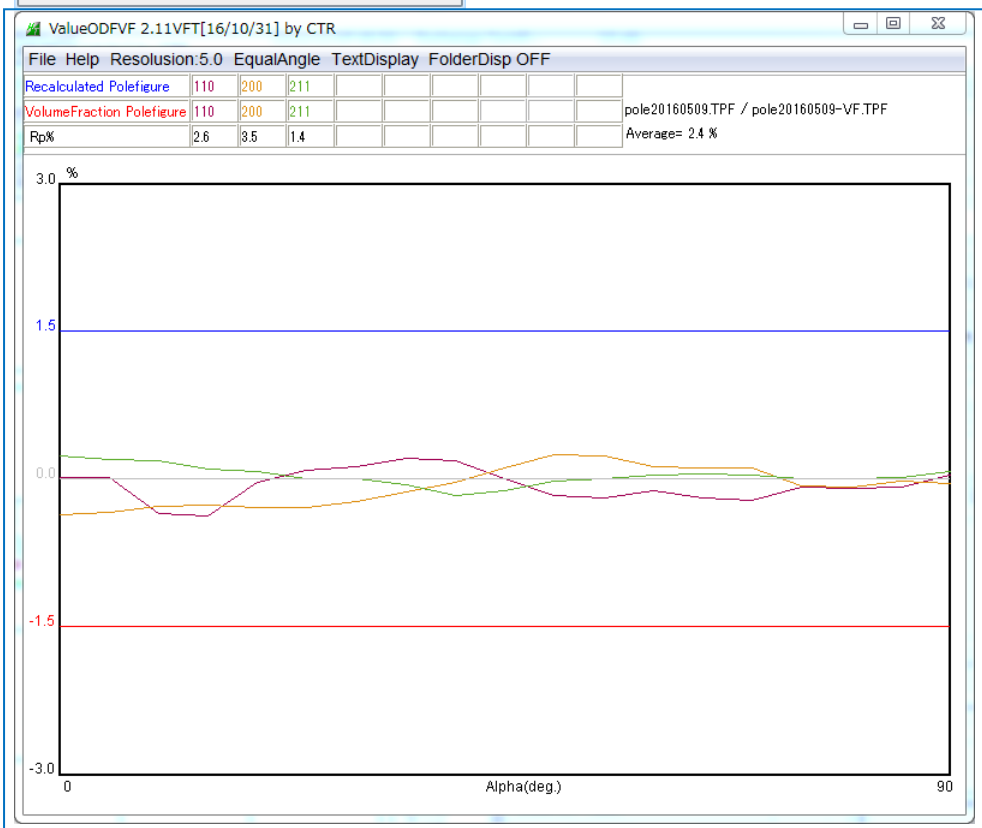
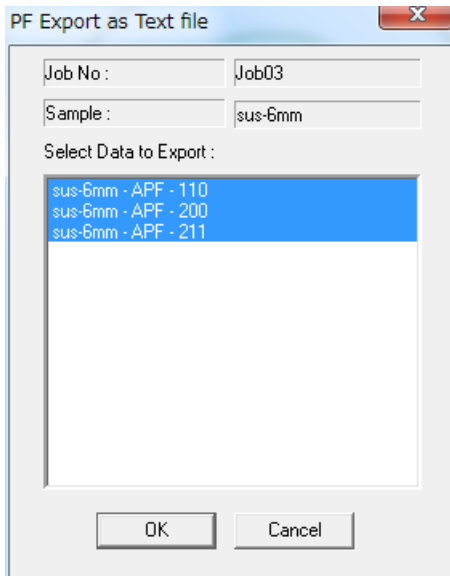


Max=7.176  
Min=0.176  
2016/05/09

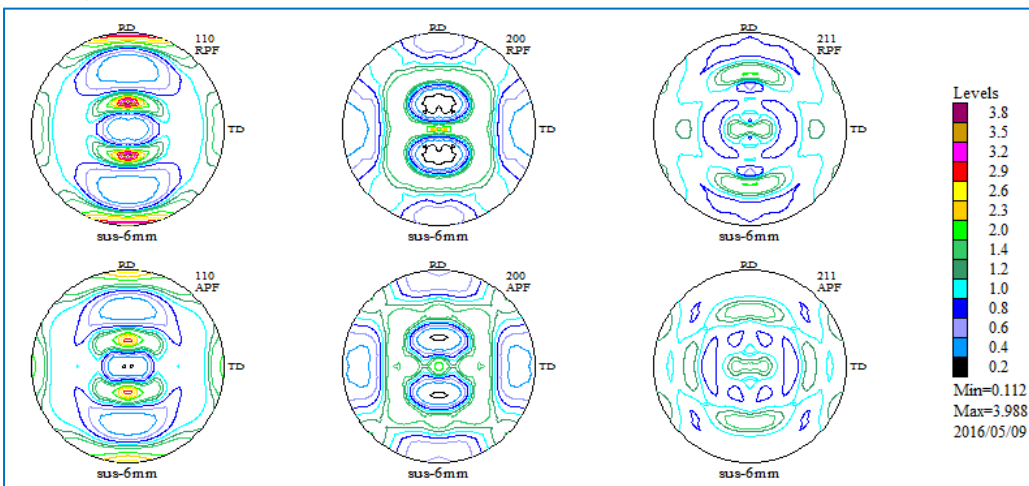
Error を極点図で示す為に VolumeFraction で計算した ODF 図と入力極点図から計算した ODF 図の比較を行う。

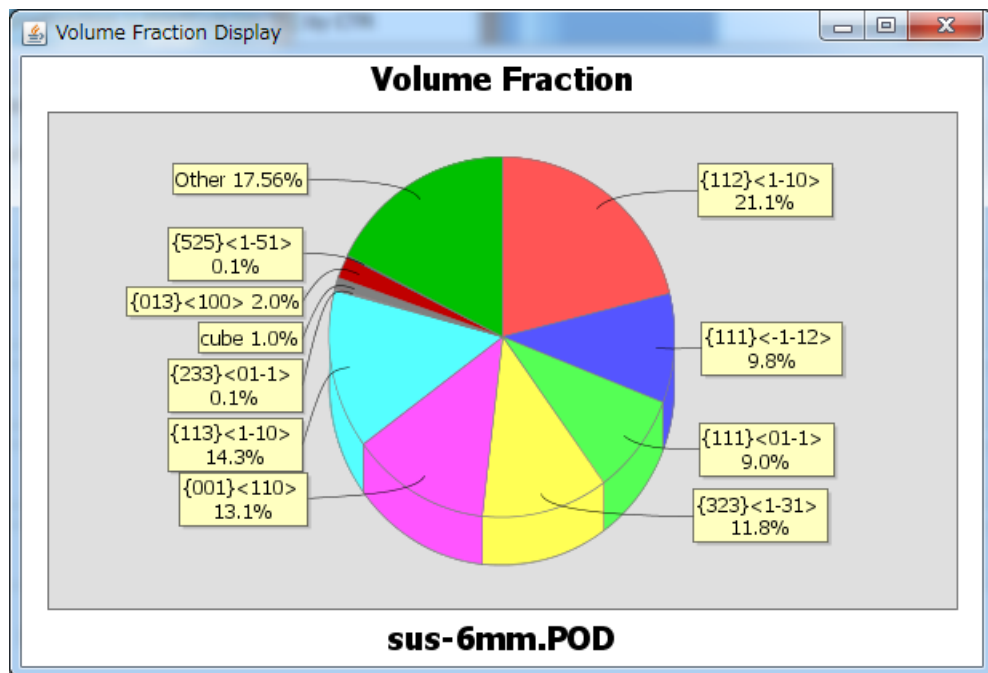
入力極点図の Min (random) は 0.8% に対し、VF の Min=17.6% には、その他の方位 (Other) が含まれています。VF % は正しいと考えられます。

# 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。



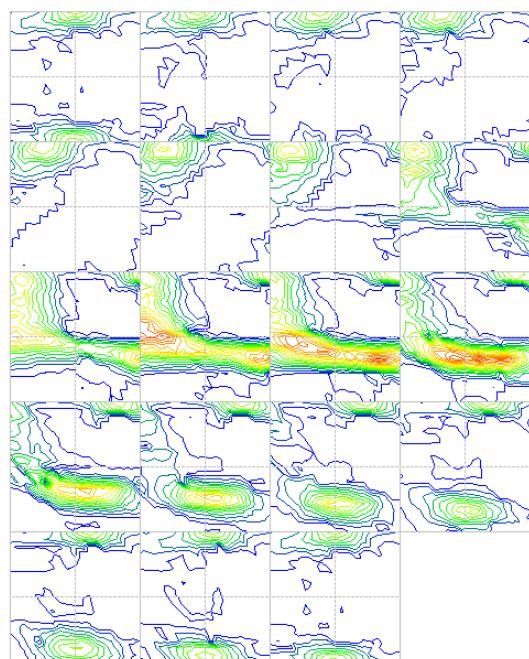


No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	21.1	42.7	17.6	19.5	{ 1 1 2 K 1 -1 0 >
2:	9.8	26.6	12.6	17.4	{ 1 1 1 K -1 -1 2 >
3:	9.0	26.5	13.8	16.4	{ 1 1 1 K 0 1 -1 >
4:	11.8	27.4	17.4	21.1	{ 3 2 3 K 1 -3 1 >
5:	13.1	38.8	18.1	24.8	{ 0 0 1 K 1 1 0 >
6:	14.3	37.3	20.5	27.7	{ 1 1 3 K 1 -1 0 >
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

