

r a n d o m成分が含まれるアルミニウム合金のV o l u m e F r a c t i o n解析  
A 5 0 5 2 P

2 0 2 3年2月07日

*HelperTex Office*

1. 概要
2. r a n d o m成分が含まれるか？
3. 極点図
4. 極点データ処理
  4. 1 バックグラウンド確認
  4. 2 バックグラウンドの修正
  4. 3 d e f o c u s補正
  4. 4 バックグラウンド削除、d e f o c u s補正、規格化
5. 各種 ODF ソフトウェア向けデータ作成
6. r a n d o m%の計算
  6. 1 L a b o T e x
7. V o l u m e F r a c t i o n計算
  7. 1 L a b o T e x
    7. 1. 1 検索対象方位を自動決定

# 1. 概要

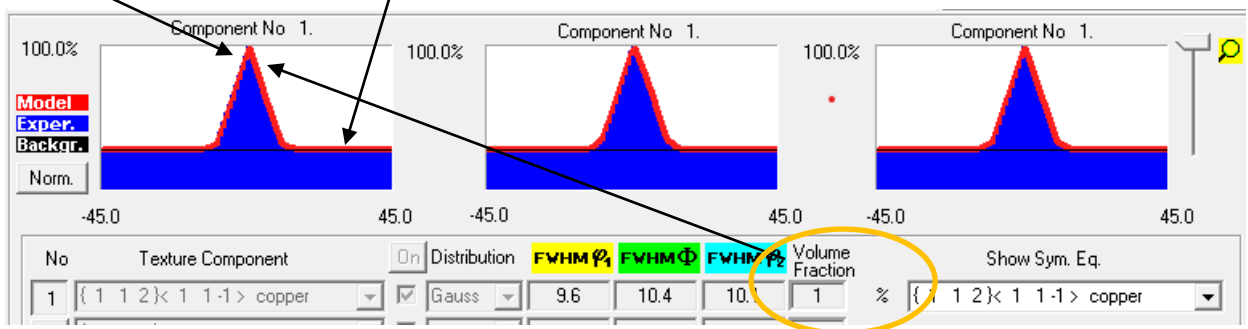
極点図の解析において方位の定量 (Volume Fraction (VF%)) も重要な解析手段であるが、報告例は少ない。本資料は実サンプルを例に手法の説明を行う。

解析手法は、正確なバックグラウンド測定を行い、バックグラウンド除去と defocus 補正を行い、ODF解析を行う。VF%の打ち切りは解析したODFから予め random%を計算し、VF%の残差 (background) が random%と一致したら終了  
Volume Fraction 計算時、方位のズレ修正が重要になります。

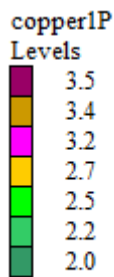
VF%の評価は

- ODF解析による再計算極点図の一致度 Rp% 評価
- VF%より計算された random% の一致
- 極点図から計算したODF図とVF%で計算したODF図の一致により評価します。

copperが1% (VF%=1%)、他はrandom



ODF図表示の等高線部分

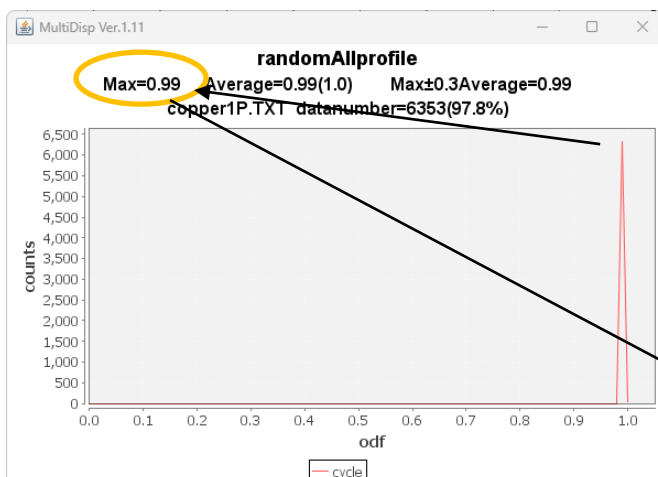


Max=3.698  
Min=0.990

random=99% (一致しない事もあります)

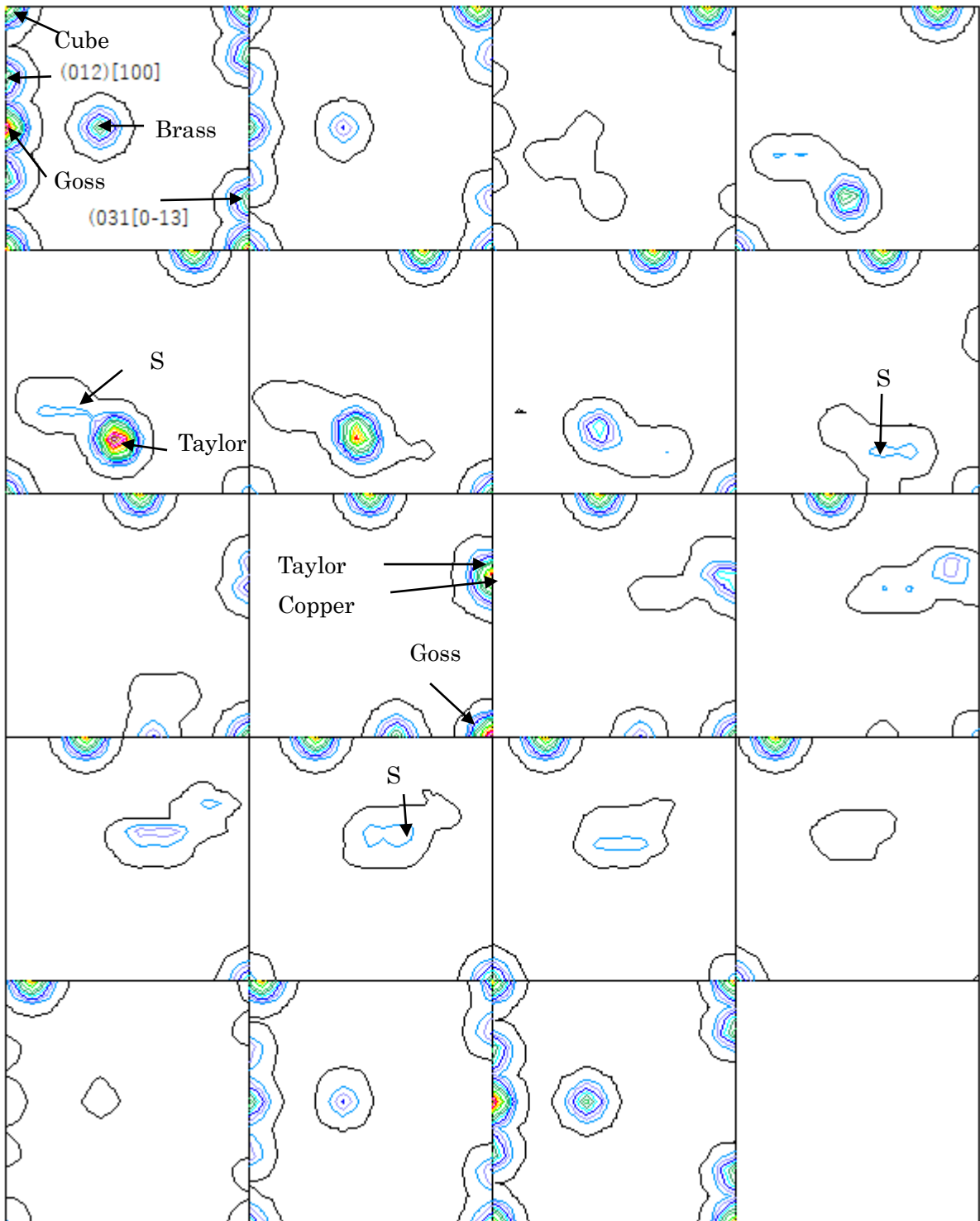
ゴーストが多い場合、一致しません。

randomlprofileでrandom%を表示 (GPODFDisplayの機能)



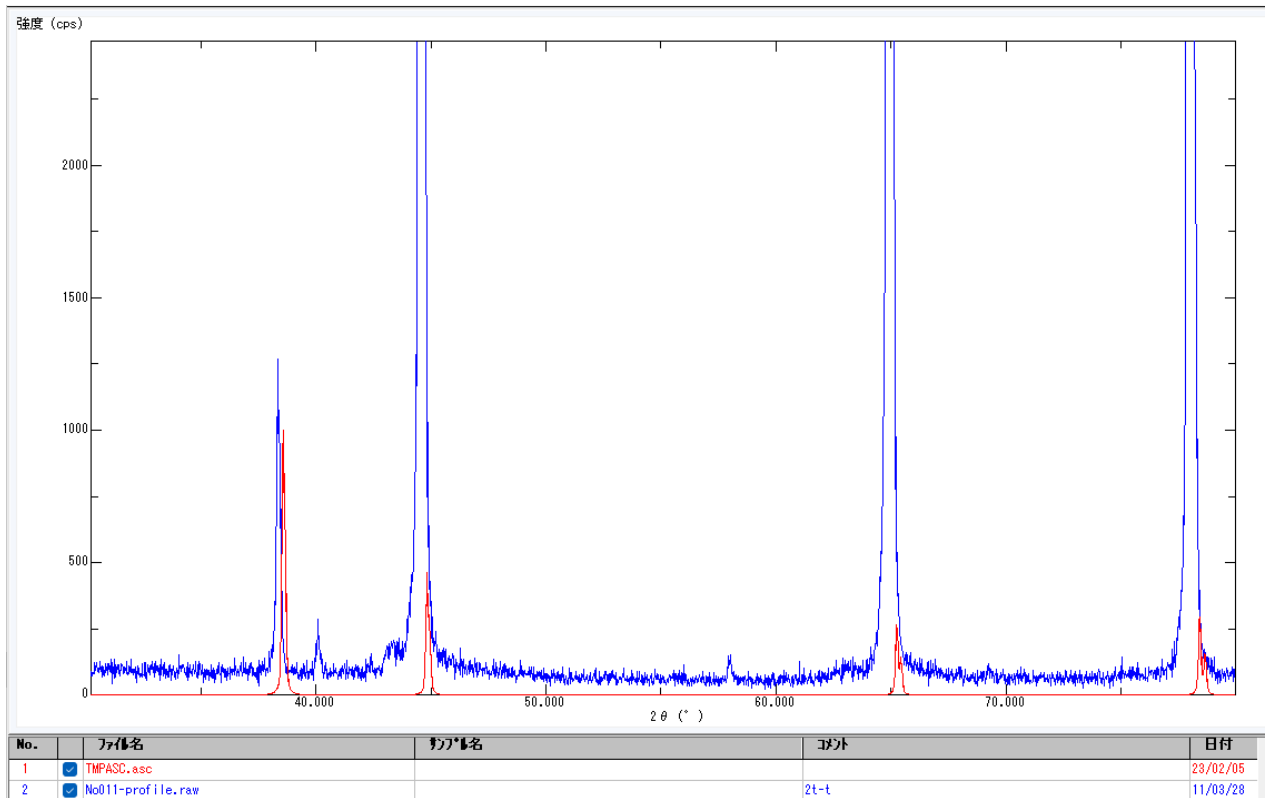
random%=99%

基本的な方位



## 2. r a n d o m成分が含まれるか？

$\theta / \theta$  プロファイルで含まれる可能性を評価



赤プロファイル：ICDD からプロファイル作成

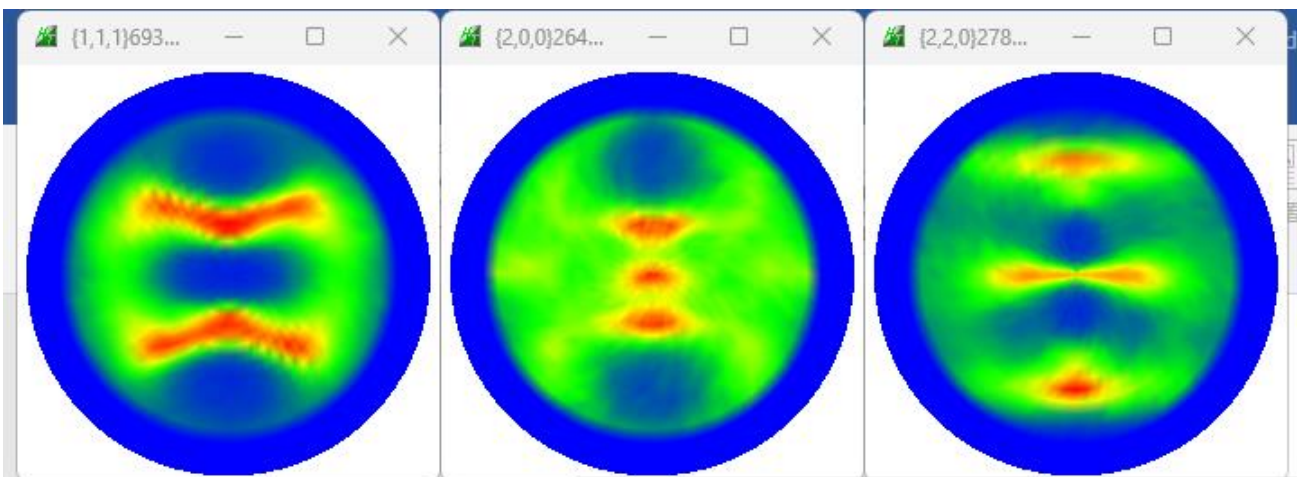
r a n d o m成分が含まれている可能性が高い

## 3. 極点図

b a c k g r o u n dを除いた方位の組み合わせ

$$A \text{ 方位} + B \text{ 方位} + C \text{ 方位} + D \text{ 方位} + \text{r a n d o m} = 100\%$$

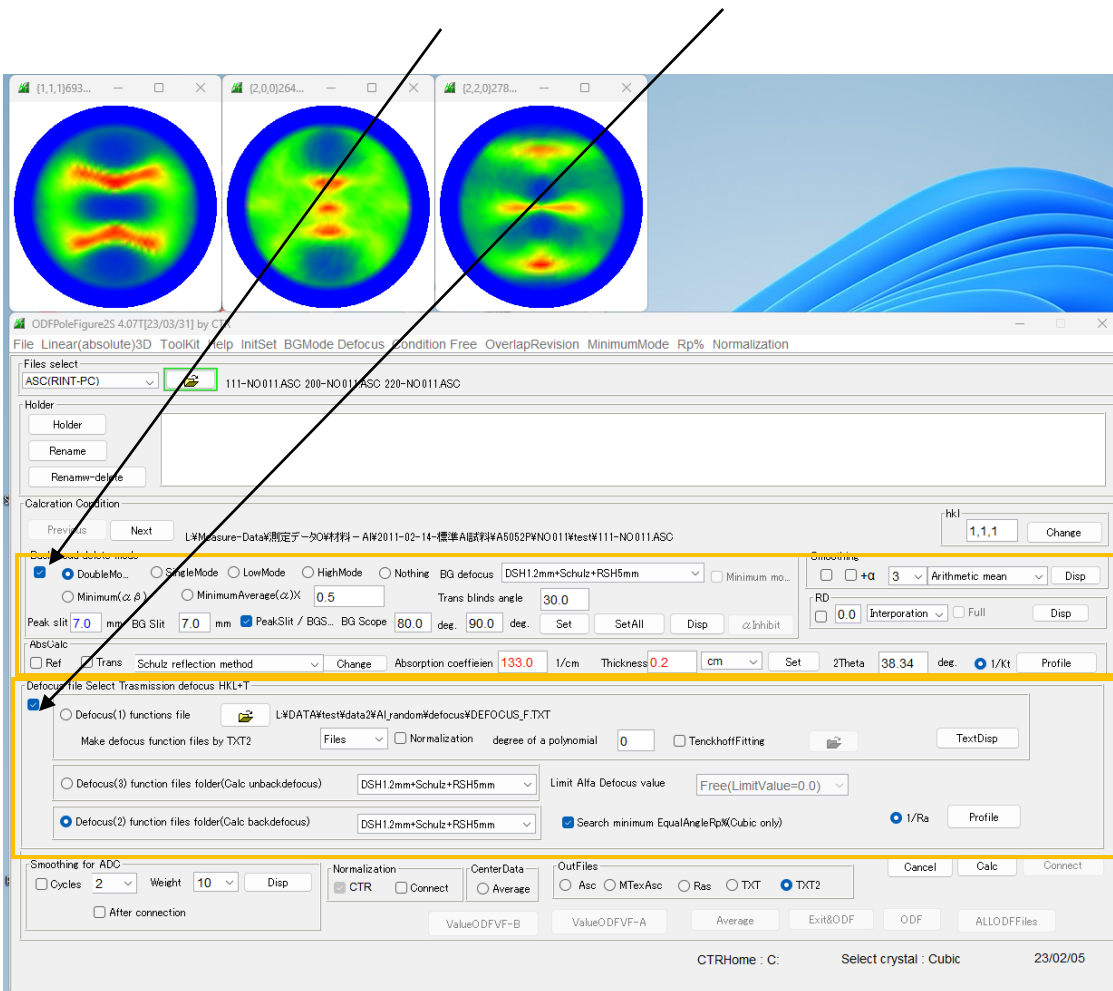
A方位	B方位	C方位	D方位
random			
background			



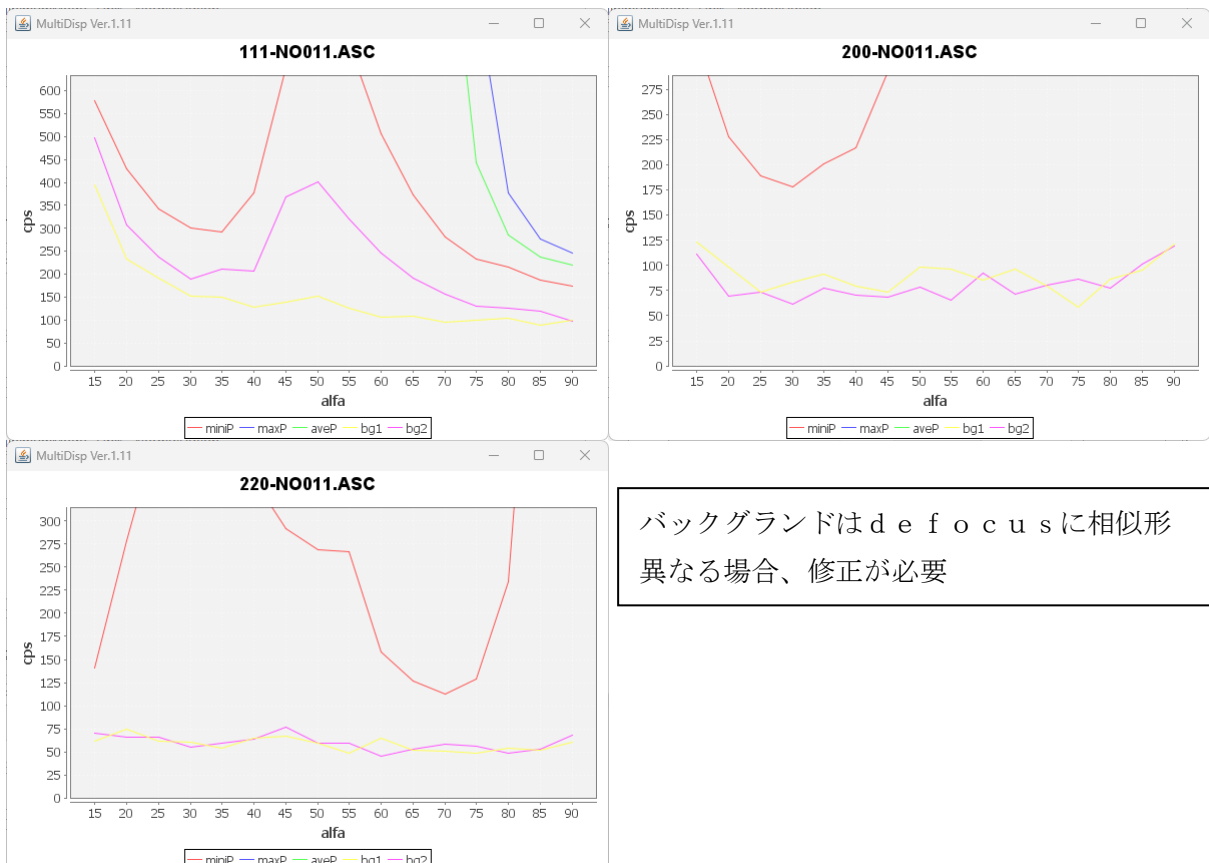
b a c k g r o u n dは極点データ処理で削除

#### 4. 極点データ処理

正確に、バックグラウンド削除と `defocus` 補正を行う。



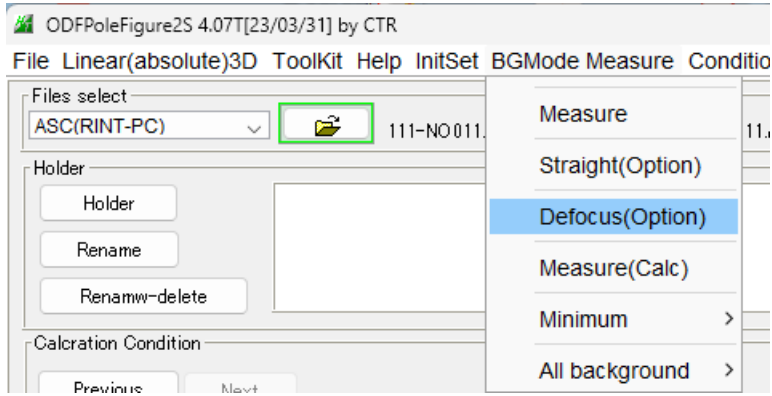
#### 4. 1 バックグラウンド確認 (background部分) を拡大して確認 黄色、紫)



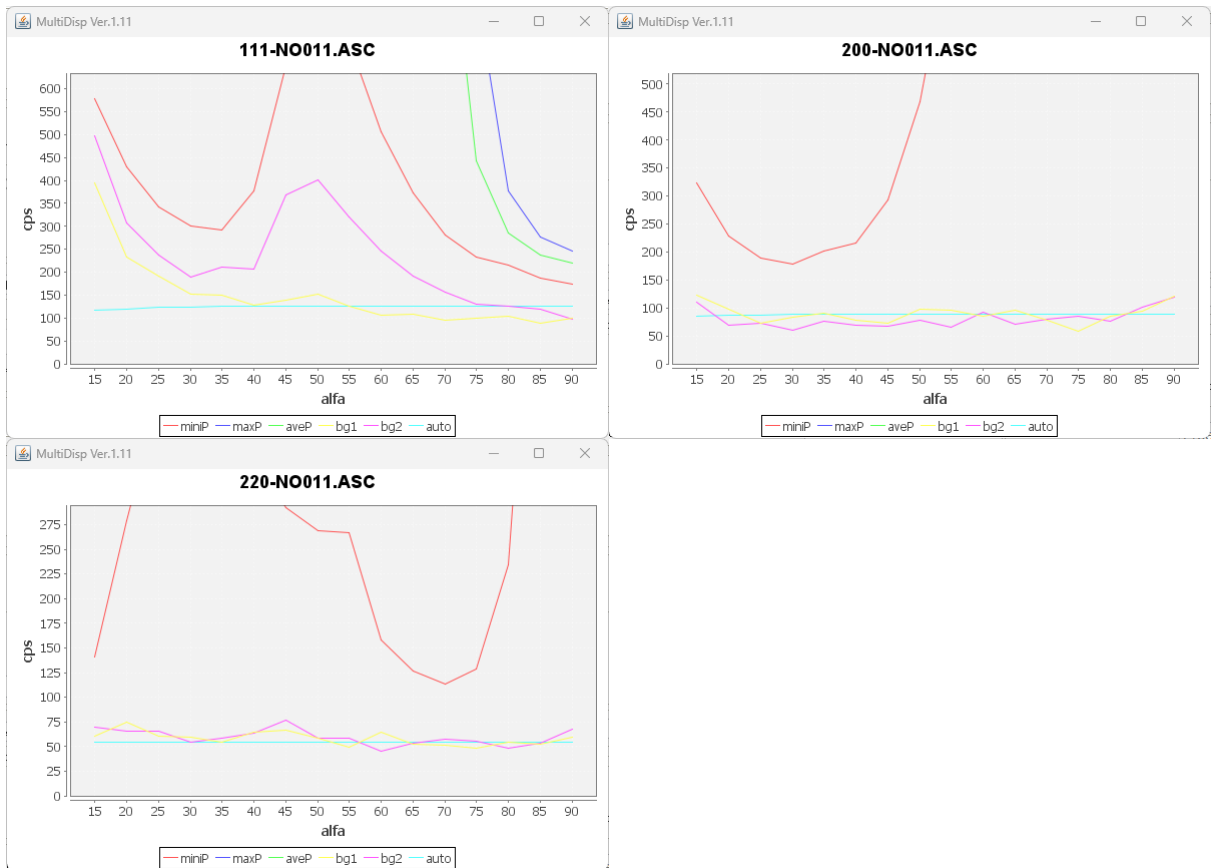
バックグラウンドは `defocus` に相似形異なる場合、修正が必要

#### 4. 2 バックグラウンドの修正

バックグラウンド削除モードを `defocus` に合わせる



この極点図では BG Scope 60.0 deg. 90.0 deg. の密度平均で `defocus` に合わせる (水色)

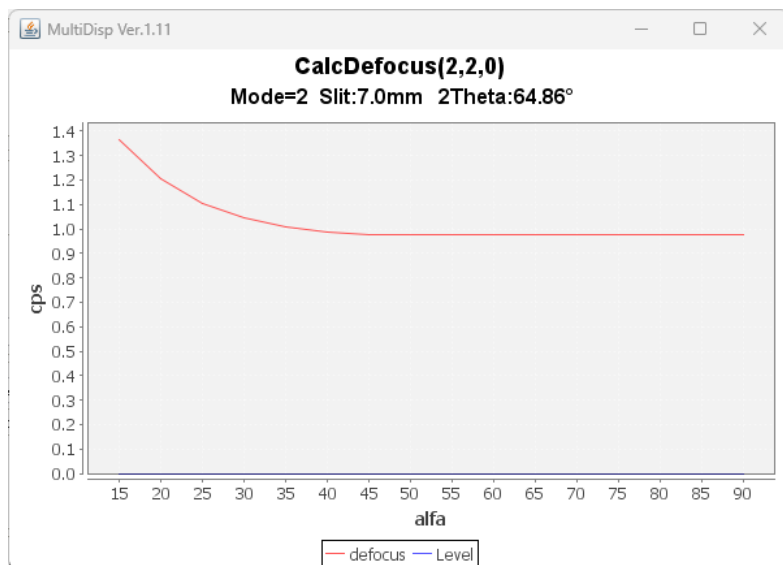
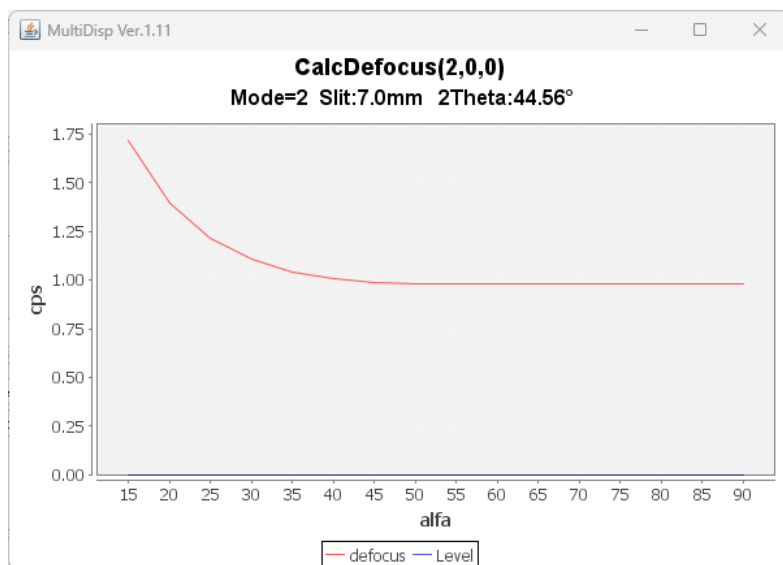
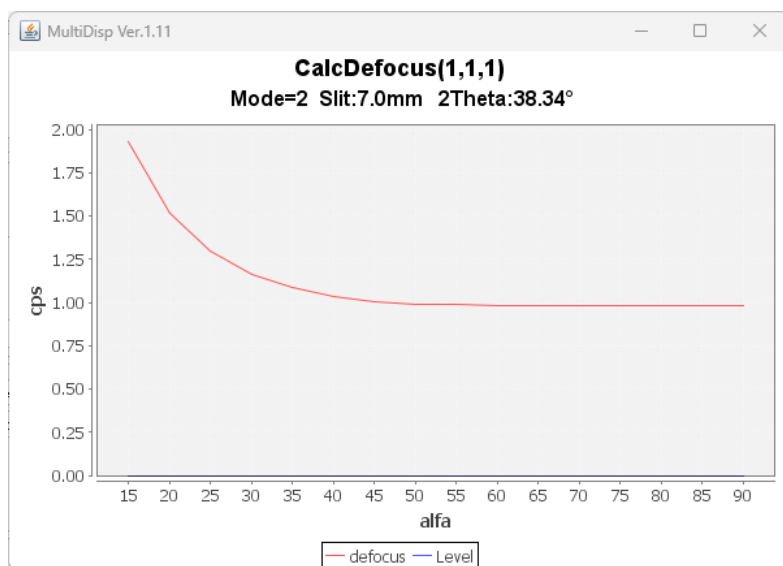


平均値範囲は各極点図で独立

#### 4.3 defocus補正

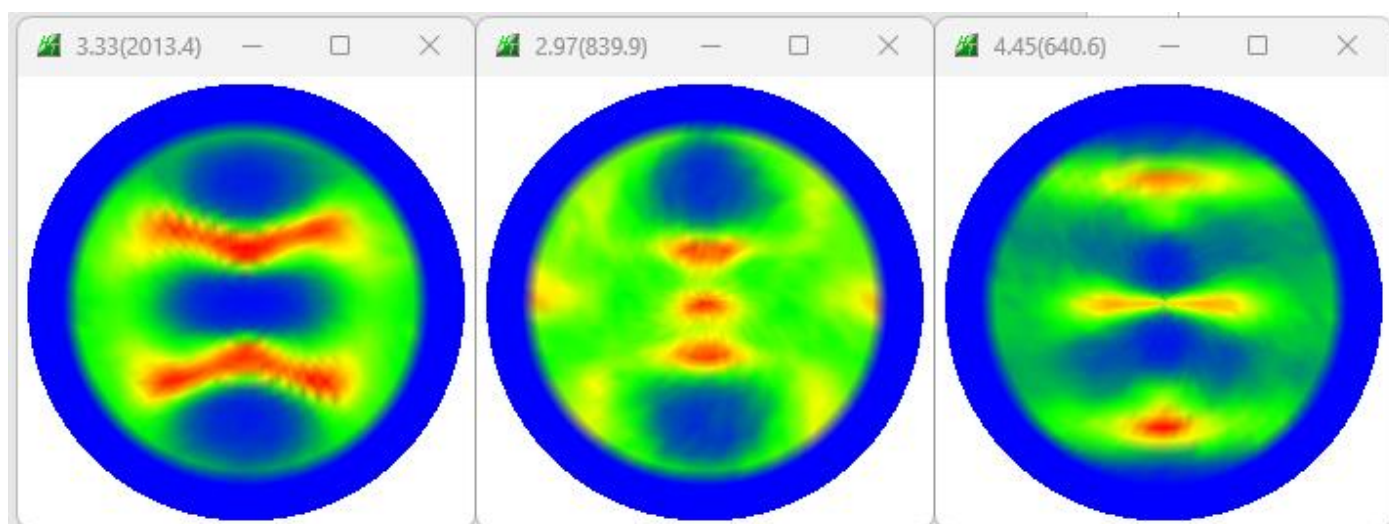
defocusプロファイルは受光スリット幅と測定 $2\theta$ 角度で決定される

以下図では補正量を示す左側が極点図の外側、反射法では $\alpha$ 角度15度より始まる。

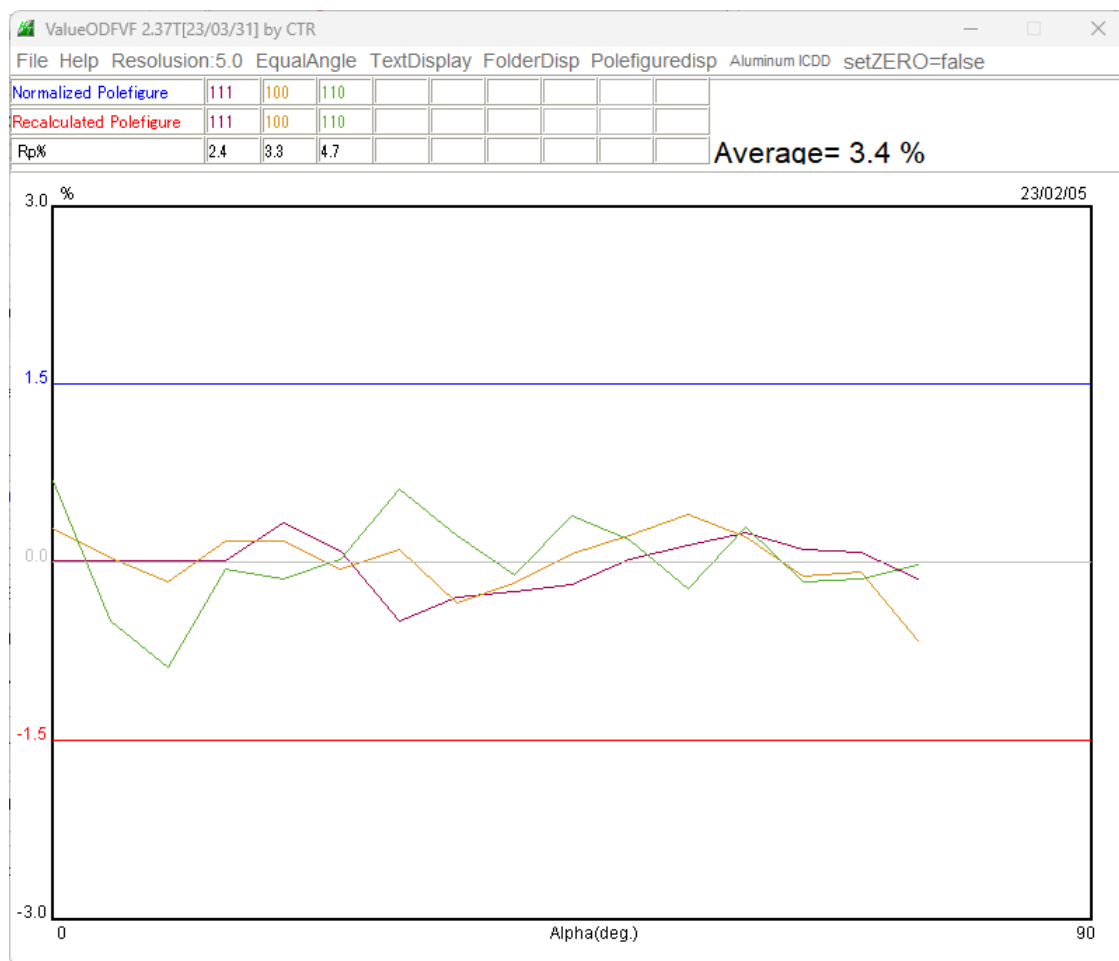




4. 4 バックグラウンド削除、defocus補正、規格化  
データ処理結果

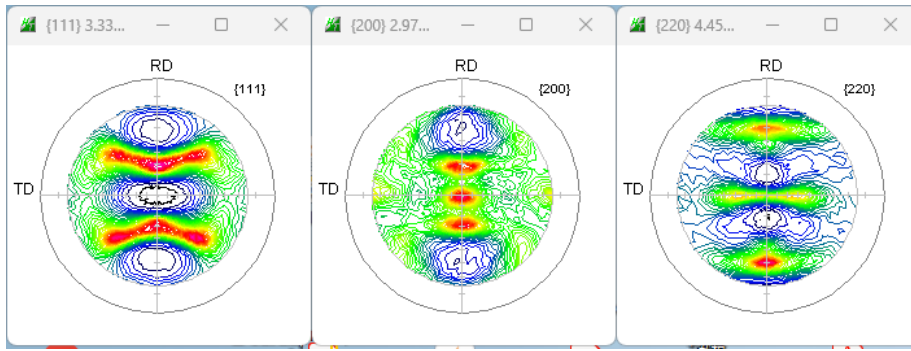


予測Rp%



予測Rp%プロファイルはプラスマイナス1.5%以内で正常である。

## 5. 各種 ODF ソフトウェア向けデータ作成



PFtoODF3 8.55T[23/03/31] by CTR

File Option Symmetric Software Data Help

Lattice constant

Material Aluminum.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenflies) cif 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 Holder L:\Measure-Data\測定データ\材料-AI\2011-02-14-標準AI試料\A5052P\NO011\test

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(ab,intens))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
111-NO011_chB02D2S_2.TXT	1,1,1	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200-NO011_chB02D2S_2.TXT	2,0,0	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
220-NO011_chB02D2S_2.TXT	2,2,0	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

Comment

Symmetric type Full CenterData Average Epf file save Labotex(EPF),popLA(RAW) filename A5052P

測定データ > 材料-AI > 2011-02-14-標準AI試料 > A5052P > NO011 > test

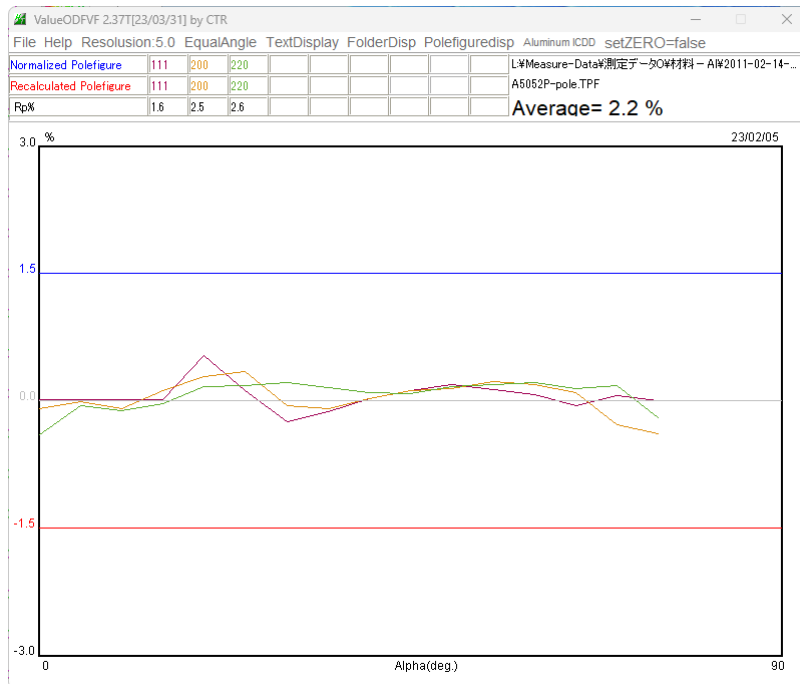
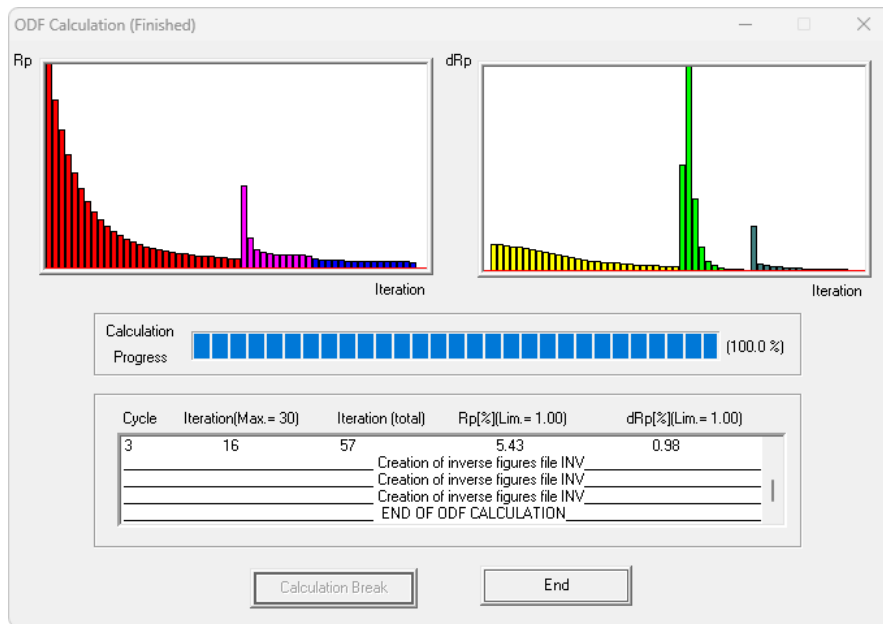
testの検索

名前	更新日時	種類
LaboTex	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
StandardODF	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
TexTools	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
popLA	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
MTEX	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
newODF	2023/02/05 21:05	ファイル フォルダ
220-NO011.ASC	2011/04/13 11:00	RINT20007スー
111-NO011.ASC	2011/04/13 11:00	RINT20007スー
200-NO011.ASC	2011/04/13 11:00	RINT20007スー
111-NO011_chB02D2S_2.TXT	2023/02/05 19:34	テキスト文書
200-NO011_chB02D2S_2.TXT	2023/02/05 19:34	テキスト文書
220-NO011_chB02D2S_2.TXT	2023/02/05 19:34	テキスト文書

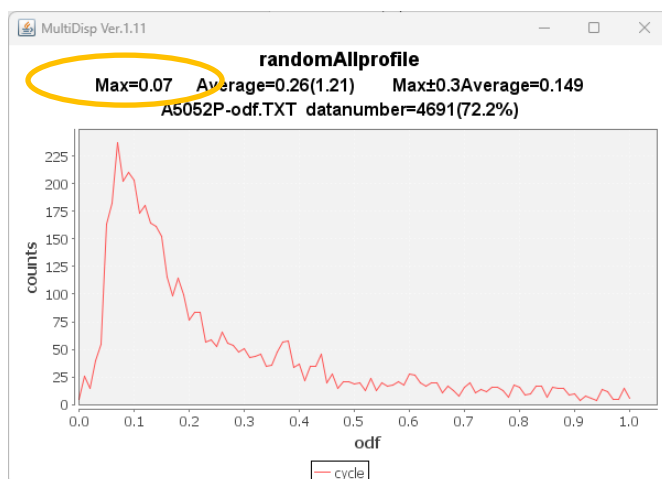
## 6. random%の計算

解析 ODF 図を Export し、GPODFDisplay の機能で計算

### 6.1 LaboTex



ODF 解析は良好



random% = 7% 含まれている。

## 7. Volume Fraction計算

### 7.1 LaboTex

#### DataBase管理

1/4対称でVolume Fraction計算のため、以下を削除

Orientations Type Database

Crystal Symmetry Systems: Cubic

Number of Orientations: 22

Database

No	Orientation Type Name	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
14	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	-113.09	50.24	33.69
15	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	-120.00	54.74	45.00
16	{ 1 1 2 } < 1 -1 0 >	0.00	35.26	45.00
17	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 >	-46.91	36.70	26.57
18	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 > R	-46.91	36.70	26.57
19	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	27.03	57.69	18.43
20	{ 2 3 1 } < 3 -4 6 > S-2	52.87	74.50	33.69
21	{ 2 1 3 } < -3 -6 4 > S-3	58.98	36.70	63.43
22	{ 2 3 1 } < -3 4 -6 > S-4	-127.13	74.50	33.69

Delete Edit New New {HKL}<UVW>

Orientation Euler Angles

Fiber

..... Orientation Type Name .....

Angle Part Name ( $\varphi_1$ ) ( $\Phi$ ) ( $\varphi_2$ )

{ 0.0, 0.0, 0.0 } [ ] [ ] [ ]

Add/Change Cancel

Close

Orientations Type Database

Crystal Symmetry Systems: Cubic

Number of Orientations: 18

Database

No	Orientation Type Name	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
10	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	0.00	18.43	0.00
11	{ 1 2 2 } < 2 -2 1 >	26.57	48.19	26.57
12	{ 3 2 3 } < 1 -3 1 >	23.09	50.24	56.31
13	{ 1 1 3 } < 1 -1 0 >	0.00	25.24	45.00
14	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	-113.09	50.24	33.69
15	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	-120.00	54.74	45.00
16	{ 1 1 2 } < 1 -1 0 >	0.00	35.26	45.00
17	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 > R	-46.91	36.70	26.57
18	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	27.03	57.69	18.43

Delete Edit New New {HKL}<UVW>

Orientation Euler Angles

Fiber

..... Orientation Type Name .....

Angle Part Name ( $\varphi_1$ ) ( $\Phi$ ) ( $\varphi_2$ )

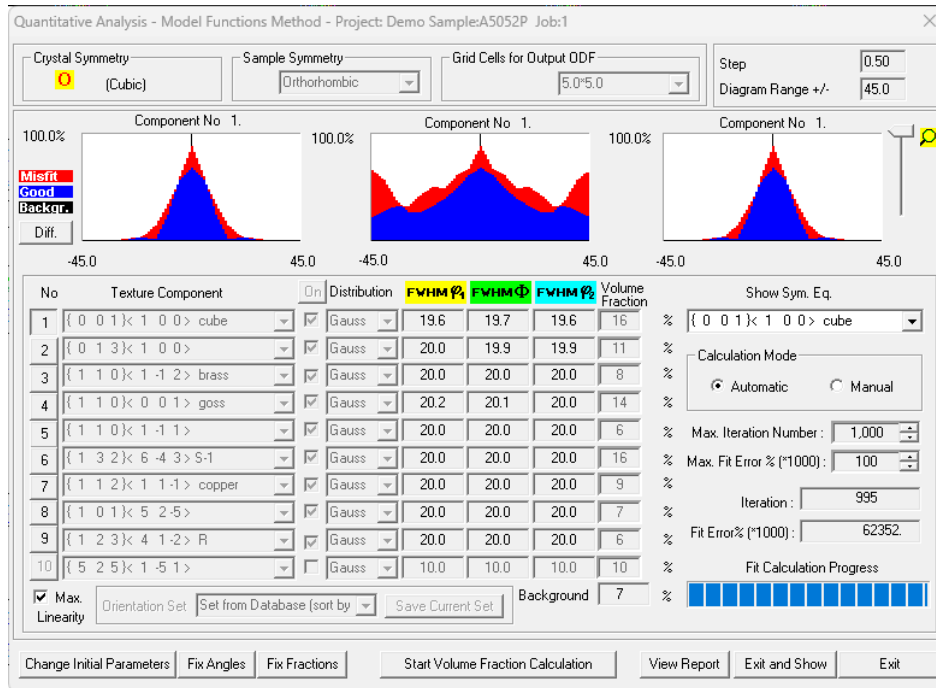
{ 0.0, 0.0, 0.0 } [ ] [ ] [ ]

Add/Change Cancel

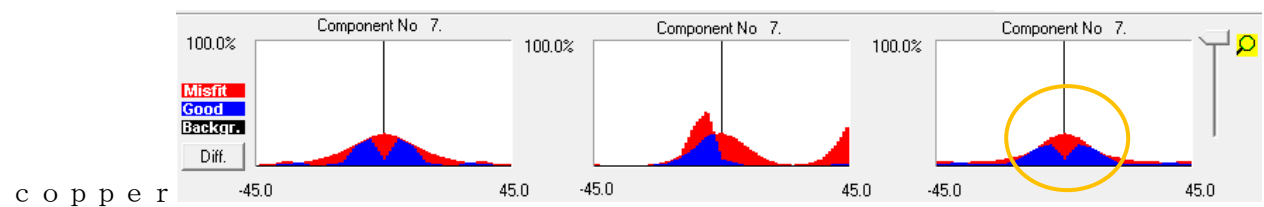
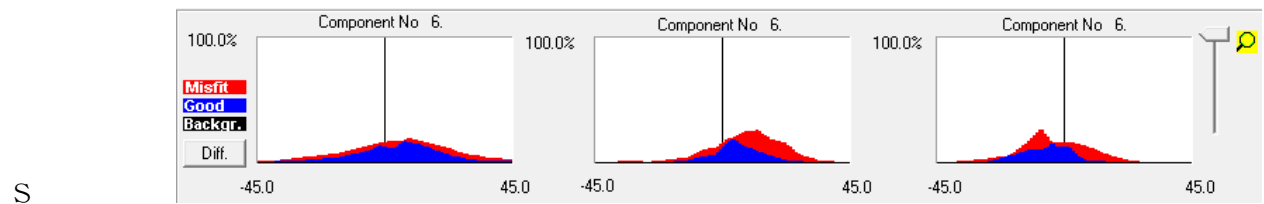
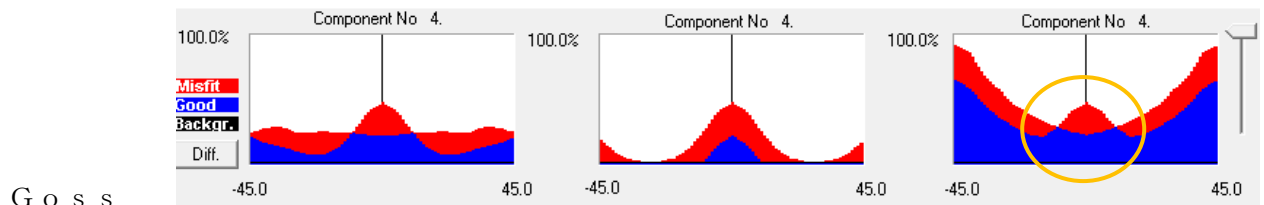
Close

### 7. 1. 1 検索対象方位を自動決定

登録されている方位の中から可能性の高い方位を表示



### 7. 1. 2 G o s s , S , c o p p e r のずれを確認

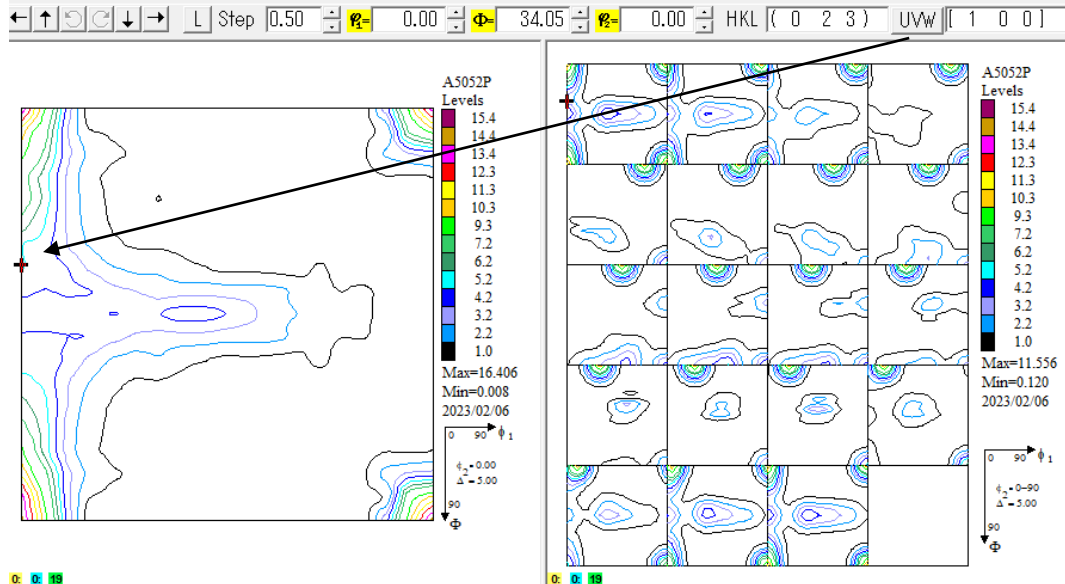


G o s s , c o p p e r のズレが大きい

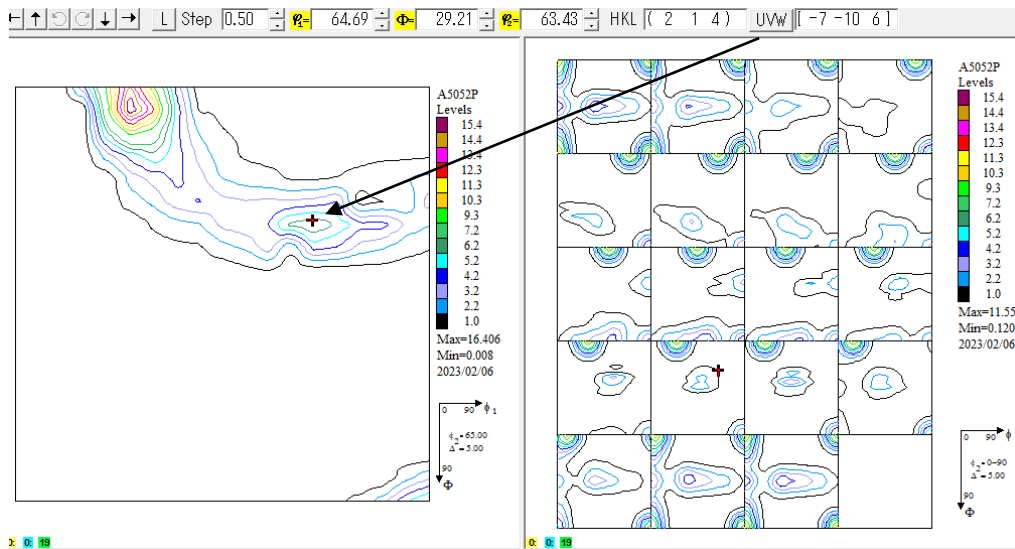
G o s s 修正 { 0 2 3 } < 1 0 0 > 追加

ODF 解析結果

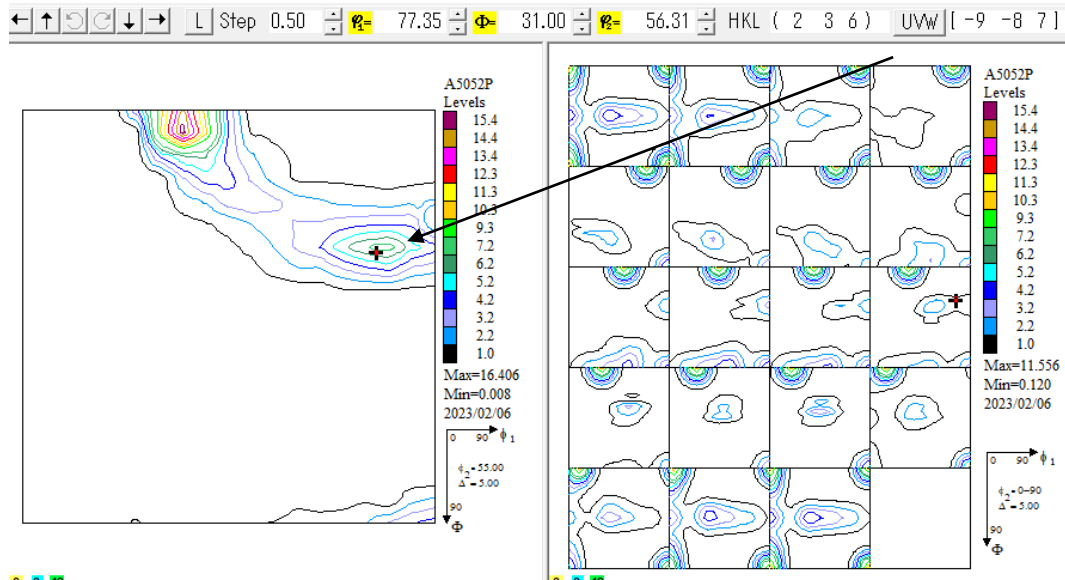
仮の VolumeFraction 結果



S 方位修正

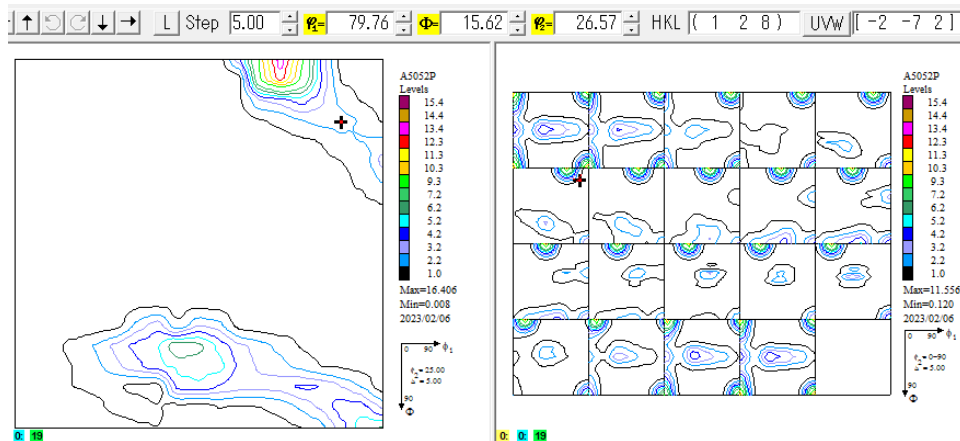
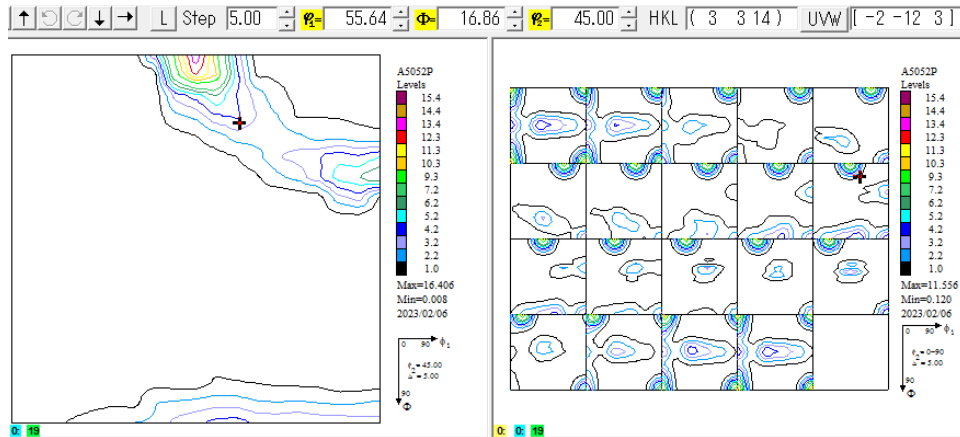


c o p p e r 修正



f i b e r 部

方位として表れ難いF i b e r を指定



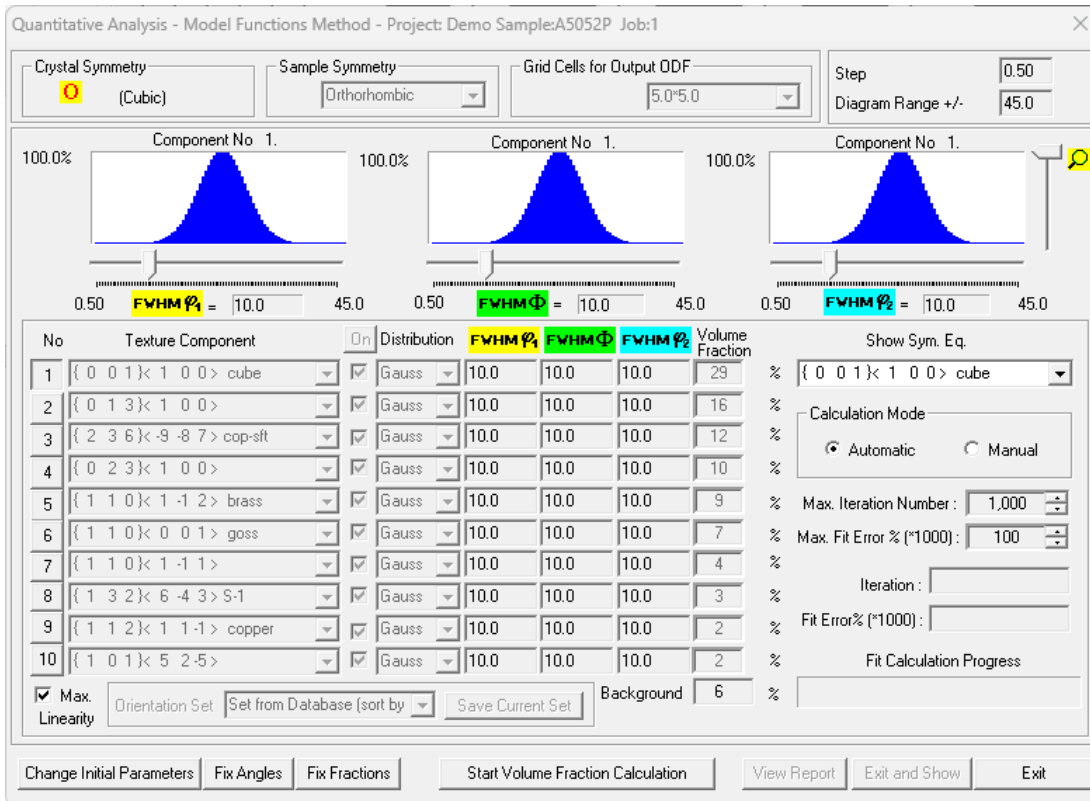
d a t a B a s e に追加

Database				
No	Orientation Type Name	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
15	{ 2 3 3 } < 0 1 -1 >	-113.09	50.24	33.69
16	{ 0 0 1 } < 1 1 0 >	-45.00	0.00	0.00
17	{ 1 1 1 } < -1 -1 2 >	90.00	54.74	45.00
18	{ 1 1 1 } < 0 1 -1 >	-120.00	54.74	45.00
19	{ 0 2 3 } < 1 0 0 >	0.00	33.69	0.00
20	{ 2 1 4 } < -7 -10 6 > S-sft	64.69	29.21	63.43
21	{ 2 3 6 } < -9 -8 7 > Cop-s	102.65	31.00	33.69
22	{ 3 3 14 } < -2 -12 3 >	55.64	16.86	45.00
23	{ 1 2 8 } < -2 -7 2 >	79.76	15.62	26.57

Buttons: Delete, Edit, New, New {HKL}<UVW>

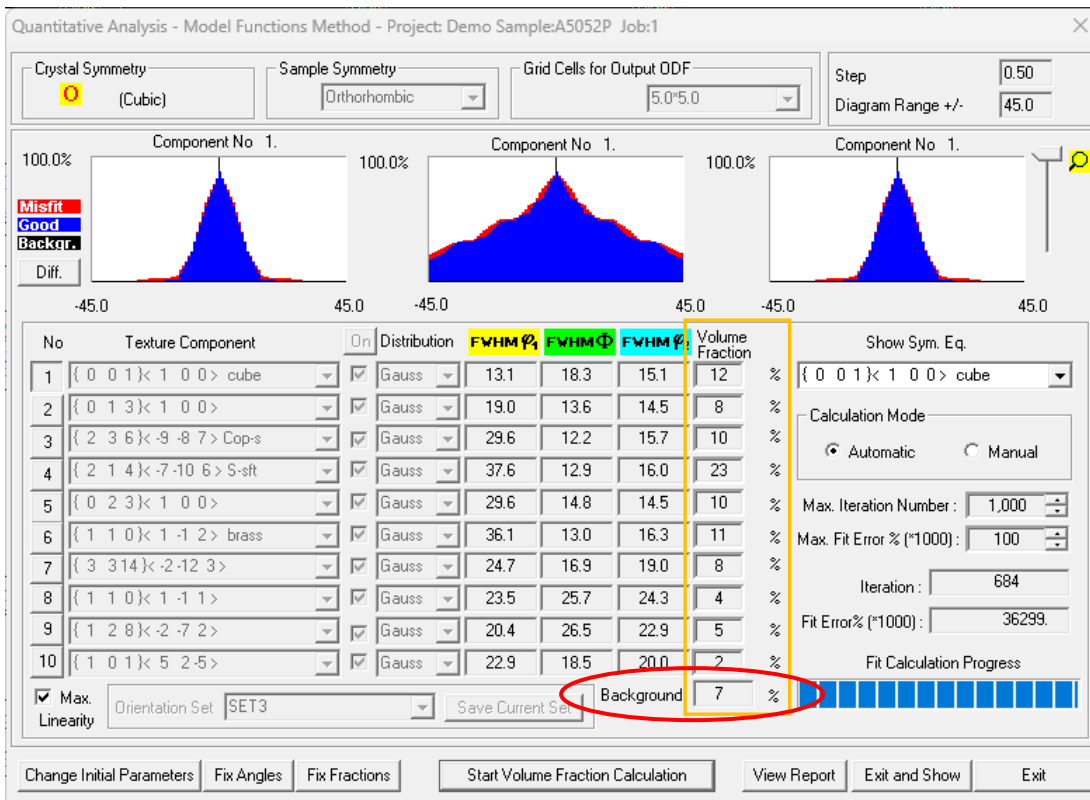
再検索

登録した方位が上位にランクされる。



検索からは `goss`, `copper` は除外して検索

`Error` が収束し、`random%` = 7% を目標に再検索を繰り返す



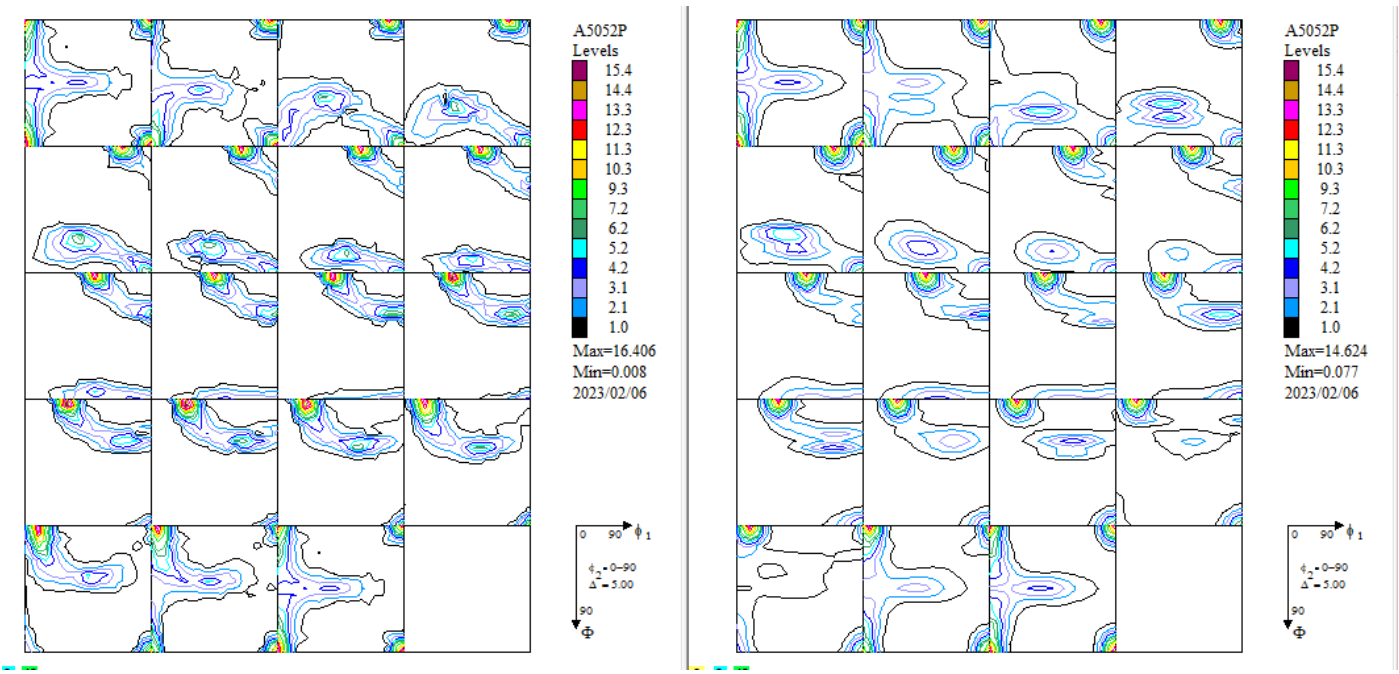
繰り返し検索で `background` は振動しながら、収束する。



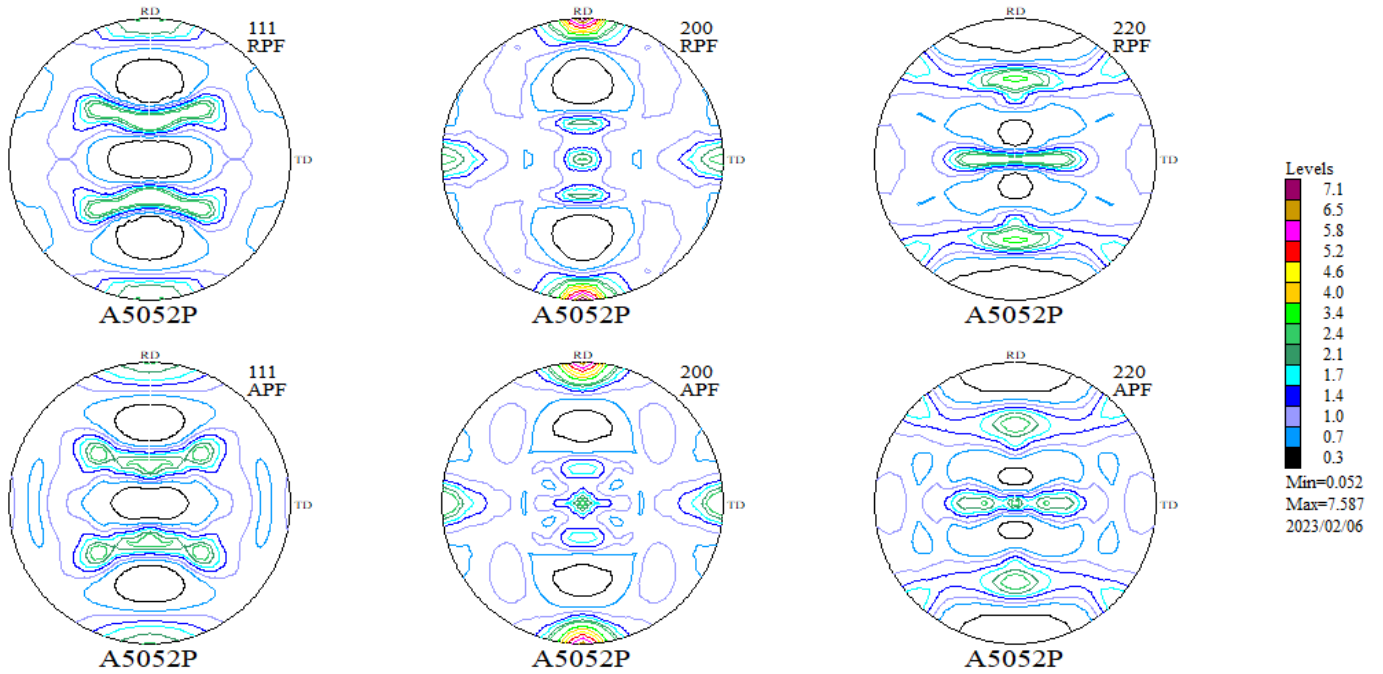
random%=7%で終了

ODF 解析結果

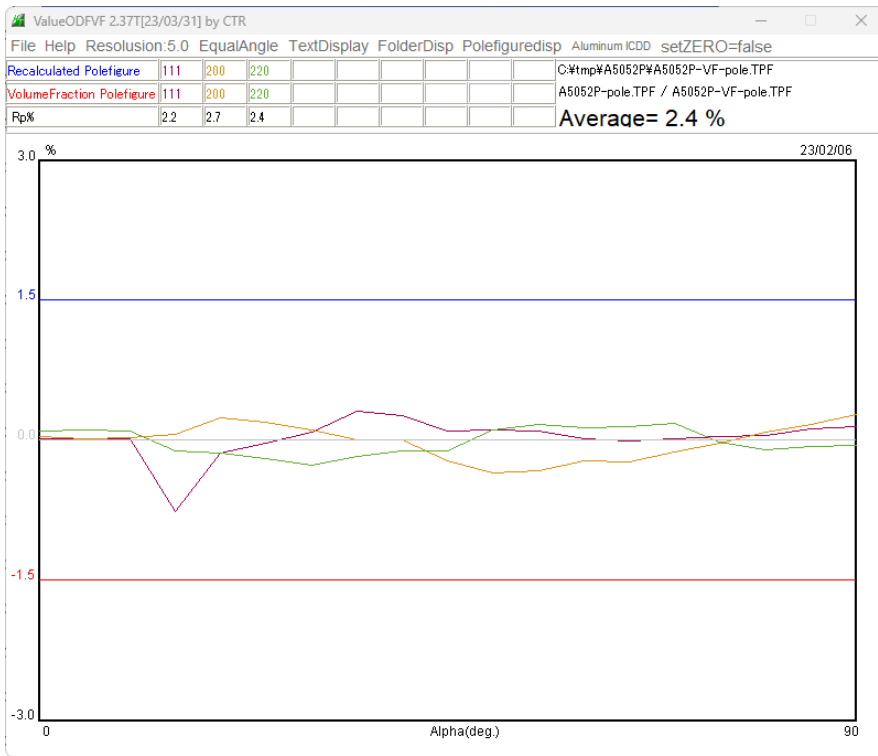
VolumeFraction結果



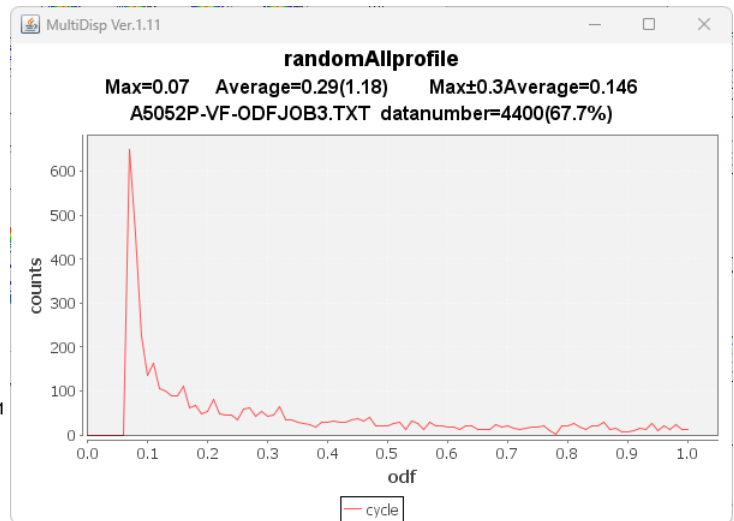
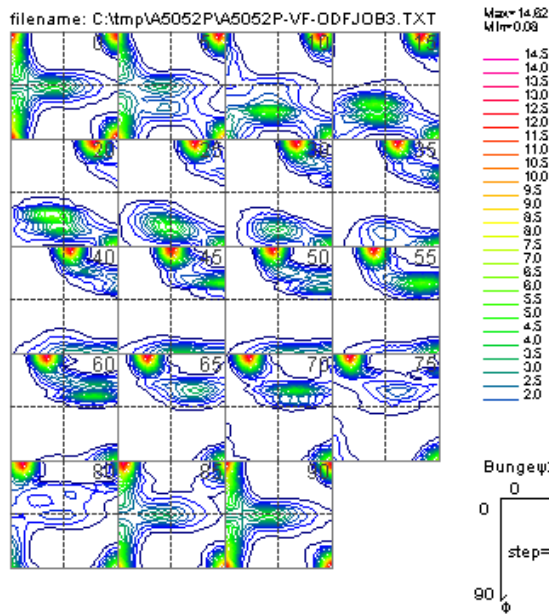
上段：ODF 解析結果、下段：VolumeFraction結果



ODF解析結果とVolumeFraction結果のRp%



VolumeFraction結果のrandom%= 7%



VolumeFraction結果にはゴーストは発生しないので、最小値がrandom%である。

# Volume Fraction

LaboTex2 > USER > A5052RLAB > O-Cubic.LAB > Demo.LAB > A5052RLAB > Job03

名前	更新日時	種類	サイズ
 A5052RAPF	2023/02/06 22:23	APF ファイル	6 KB
 A5052RODF	2023/02/06 22:19	ODF ファイル	27 KB
 A5052RPOD	2023/02/06 22:21	POD ファイル	2 KB

LaboTex - Texture - Quantitative Analysis Report  
 User: A5052P  
 Project: Demo  
 Sample: A5052P  
 Job: 3  
 Date:2023/02/06  
 Time:22:21:33

Volume Fraction	FWHM Phi1	FWHM Phi	FWHM Phi2	Orientation
Component No 1	- Distribution	:Gauss		
11.83	13.1	18.3	15.1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube
Component No 2	- Distribution	:Gauss		
7.98	19.0	13.6	14.5	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >
Component No 3	- Distribution	:Gauss		
9.85	29.6	12.2	15.7	{ 2 3 6 } < -9 -8 7 > Cop-s
Component No 4	- Distribution	:Gauss		
22.71	37.6	12.9	16.0	{ 2 1 4 } < -7 -10 6 > S-sft
Component No 5	- Distribution	:Gauss		
10.30	29.6	14.8	14.5	{ 0 2 3 } < 1 0 0 >
Component No 6	- Distribution	:Gauss		
11.19	36.1	13.0	16.3	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass
Component No 7	- Distribution	:Gauss		
7.79	24.7	16.9	19.0	{ 3 3 14 } < -2 -12 3 >
Component No 8	- Distribution	:Gauss		
3.77	23.5	25.7	24.3	{ 1 1 0 } < 1 -1 1 >
Component No 9	- Distribution	:Gauss		
4.72	20.4	26.5	22.9	{ 1 2 8 } < -2 -7 2 >
Component No 10	- Distribution	:Gauss		
2.21	22.9	18.5	20.0	{ 1 0 1 } < 5 2 -5 >
7.66	Background Volume Fraction			

