

random試料なしで材料のLotgering値と逆極点を調べる

Lotgering 2 ソフトウェア

Ver1.00M

複数の連続測定データの一括処理を行い、Lotgering値、逆極点の集計表作成を目的にしたソフトウェアです。

2016年09月07日



HelperTex Office

<http://www.geocities.jp/helpertex2>

不明な点は問い合わせください。

1. 概要

材料の配向状態を調べる測定方法として、

高分子材料などに用いるデバイ環方法、繊維試料台方法から配向度関数（1軸配向専用）

高分子材料や金属などに用いる極点図から配向度関数、結晶方位分布図

金属などに用いる逆極点図から試料面の方向分布図（逆極点）、LotgeringMethod
があります。

圧延材などは、材料面と圧延方向の基準面に対し、材料面 $\{h k l\}$ と圧延方向 $\langle u v w \rangle$
に関する情報が必要です。

しかし、薄膜のような材料面の面分布だけを調べる逆極点図や Lotgering 法も有効
比較の為に、他の配向評価法の概要も説明します。

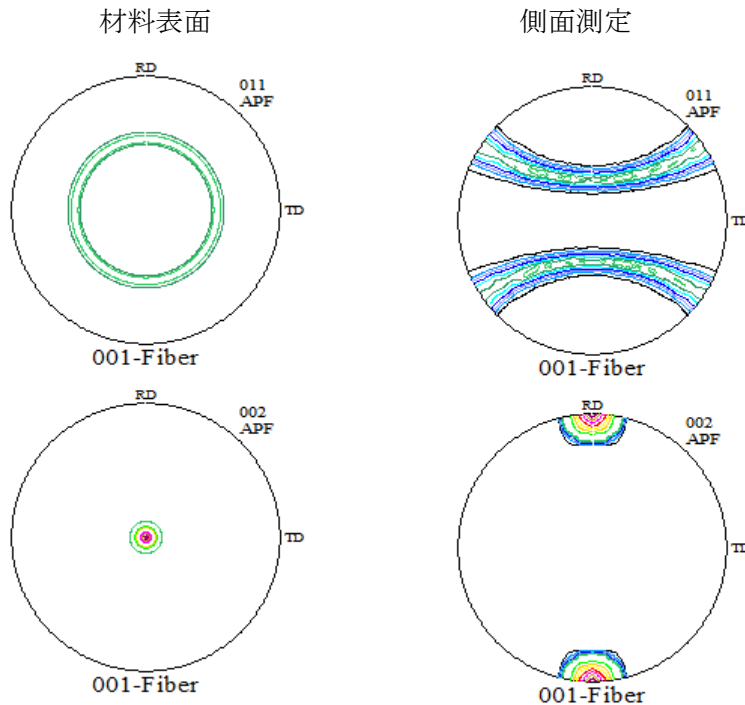
本説明書は r a n d o m 試料を用いないで、ICDD等のピーク強度比率から Lotgering 値と
逆極点を計算する方法を説明します。

ソフトウェアは複数の測定データに対し、連続的に処理を行う機能が追加され、逆極点も計算します。

尚、複数の試料を同時に処理する場合、測定範囲等は同一条件で測定して下さい。

2. 結晶方位関係の解析方法

2. 1 1軸配向極点図



材料表面では極点図を測定、配向度関数で評価

側面測定では、どの円周を測っても、同じで金太郎飴状態：デバイ環測定、繊維試料台

高分子材では、IP データや繊維試料台を用いて2つの極点図の外周部分のみから、

軸配向度を計算している。

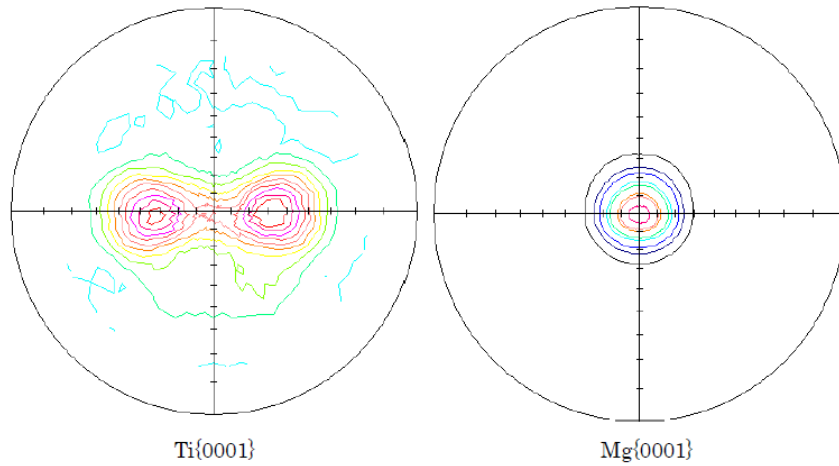
$$\langle \cos^2 \phi_{hkl,z} \rangle = e^2 \langle \cos^2 \phi_{u,z} \rangle + f^2 \langle \cos^2 \phi_{v,z} \rangle + g^2 \langle \cos^2 \phi_{c,z} \rangle$$

$$+ 2ef \langle \cos \phi_{u,z} \cdot \cos \phi_{v,z} \rangle + 2fg \langle \cos \phi_{v,z} \cdot \cos \phi_{c,z} \rangle + 2ge \langle \cos \phi_{c,z} \cdot \cos \phi_{u,z} \rangle$$

佐々木伸太郎先生の資料より

HelperTex サイト、ソフトウェア、FiberSimpleOrientation 説明書を参考にして下さい。

2. 2 Hexagonal 金属で良く現れる極点図



材料 ND, RD, TD に対する配向状態は、1面の極点図から計算される。

このような極点図の場合、反射極点図だけで、測定されていない領域は指数関数を Fitting する

$$f_{nd} = n_d / T$$

$$f_{rd} = r_d / T$$

$$f_{td} = t_d / T$$

$$\text{ただし } T = \sum \sum I_c(\alpha, \beta) * \sin(\alpha)$$

$$n_d = \sum \sum I_c(\alpha, \beta) * \cos^2(\alpha) * \sin(\alpha)$$

$$r_d = \sum \sum I_c(\alpha, \beta) * \sin^3(\alpha) * \cos^2(\beta)$$

$$t_d = \sum \sum I_c(\alpha, \beta) * \sin^3(\alpha) * \sin^2(\beta)$$

で計算される。

HelperTex サイト、ソフトウェア、Orientation、NDOrientation 説明書を参考にして下さい。

2. 3 アルミ材のような極点図から結晶方位{hkl}<uvw>の定量

極点図や、結晶方位分布図 (ODF 図) から直接結晶方位の大小関係を見る事は出来ません。

参考資料

Determination of Volume Fractions of Texture Components with Standard Distributions in Euler Space

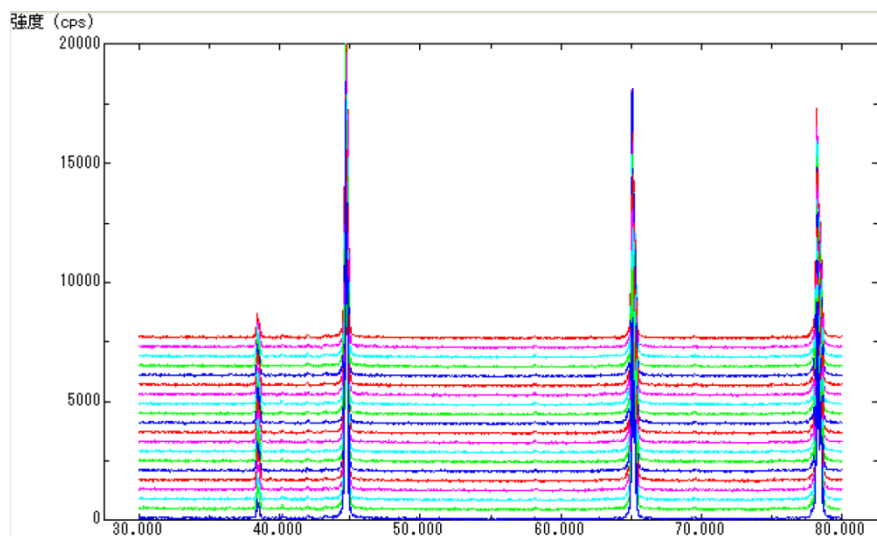
JAE-HYUNG CHO, A.D. ROLLETT, and K.H. OH

Table I. Standard Texture of Spherical Components with Gaussian Distribution ($b = 12.5$ Deg) and Its Multiplicity (Cubic/Orthorhombic) in the $90 \times 90 \times 90$ Deg Region

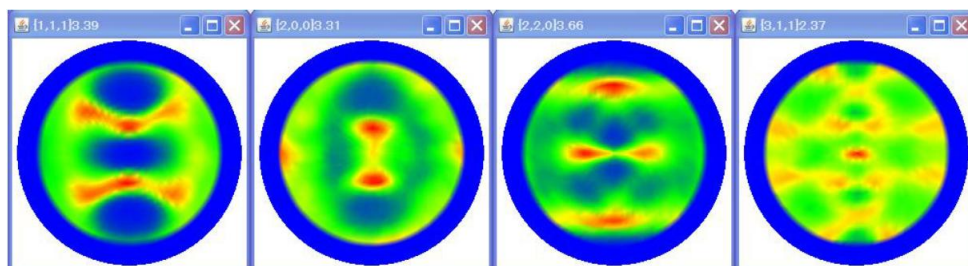
Miller Index {hkl}<uvw>	Euler Angles		ODF (Maximum at Exact Position)	Multiplicity (m)
	{ $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ }	{ α, β, γ }		
Bs, {110}<112>	{35.26 deg, 45 deg, 0 deg}	{54.74 deg, 45 deg, 0 deg}	130.95	2
Copper, {112}<111>	{90 deg, 35.26 deg, 45 deg}	{0 deg, 35.26 deg, 45 deg}	130.95	2
S {123}<634>	{58.98 deg, 36.7 deg, 63.44 deg}	{31.02 deg, 36.7 deg, 26.57 deg}	56.89	1
Goss, {110}<001>	{0 deg, 45 deg, 0 deg}	{90 deg, 45 deg, 0 deg}	262.22	4
Cube, {001}<100>	{ $\varphi_1 + \varphi_2 = 0$ deg, 90 deg, 180 deg, $\Phi = 0$ deg}	{ $\alpha + \gamma = 0$ deg, 90 deg, 180 deg, $\beta = 0$ deg}	262.22	4
Rotated cube, {001}<110>	{ $\varphi_1 + \varphi_2 = 45$ deg, 135 deg, $\Phi = 0$ deg}	{ $\alpha + \gamma = 45$ deg, 135 deg, $\beta = 0$ deg}	262.22	4
Rotated Goss, {110}<011>	{90 deg, 45 deg, 0 deg}	{0 deg, 45 deg, 0 deg}	262.22	4
{111}<112>	{90 deg, 54.75 deg, 45 deg}	{0 deg, 54.74 deg, 45 deg}	130.95	2
{112}<110>	{0 deg, 35.26 deg, 45 deg}	{90 deg, 35.26 deg, 45 deg}	130.95	2

この問題の解決は、ODF 解析結果から VolumeFraction 計算が必要です。

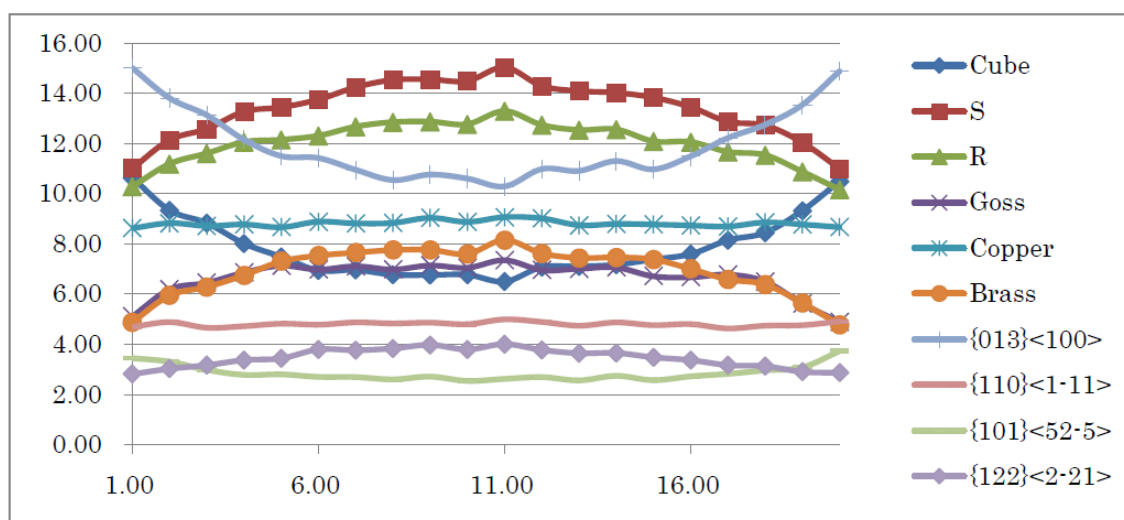
市販A1材 1050P (1000mmx2000mmx2t) の 1000mm 方向の結晶方位分布
 建築材のアルミニウム材を購入し 1000mm 方向に 20 個切り出し極点図測定、
 ODF 解析、VolumeFraction 計算して、各位置に対する方位の定量を行いました。
 θ/θ プロファイル



極点図 (20か所測定)



VolumeFraction(%)の変化



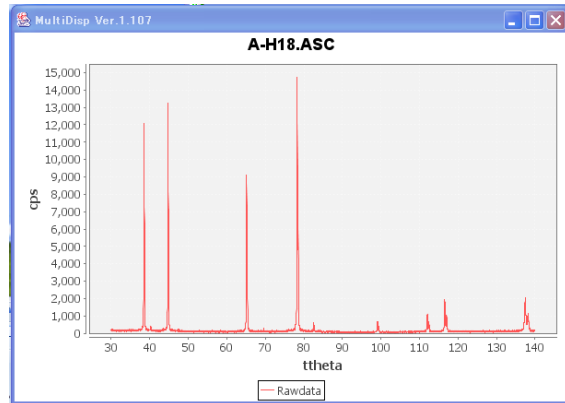
横軸の数字は材料切り出し位置を表す (1,20 は外側、10,11 は中心)

詳しくは、HelperTex サイト、技術資料、「市販 Al 材の結晶方位調査」を参照してください。

材料中心と外側で結晶方位の変化が求められます。

2. 4 θ / θ 測定 (材料面と平行な面分布測定)

逆極点、Lotgering 法では極点図の中心付近を測定しています。



3. Lotgering 計算方法

データベースとして、ピーク強度比率を作成しておきます。($I_{c1}, I_{c2}, \dots, I_{cn}$)

(ICDD からデータベース作成も可能 : MakeMyICDD ソフトウェア)

測定は、試料面方向の測定を行います。(θ / θ - scan)

測定データからバックグラウンドを除去したピーク強度を算出 (I_1, I_2, \dots, I_n)

$$p_0 = I_c(hkl) / \Sigma(I_{cn})$$

$$P = I(hkl) / \Sigma(I_n)$$

$$\text{LotgeringValue (\%)} = (p - p_0) / (1 - p_0) * 100\%$$

この値は、random データですべて 0 %

{ 1 1 1 } 以外 zero の場合

{ 1 1 1 } は 100 %

他は -100 % になります。

{ 1 1 1 } と { 2 2 2 } がある場合、加算してください。

逆極点図の場合は

$$k = \Sigma(I_n) / \Sigma(I_{cn})$$

$$I_{cn} = k * I_{cn}$$

$$\text{逆極点} = I(hkl) / I_c(hkl)$$

{ 1 1 1 } は random 強度の倍数

他は 0 になります。

{ 1 1 1 } と { 2 2 2 } がある場合、平均値を計算してください。

4. 必要な環境

java-runtime がインストールされている事

CTR パッケージ 或いは CTR 評価パッケージがインストールされている事

CTR パッケージに材料データベースと材料選択の MaterialData ソフトウェアが含まれています。

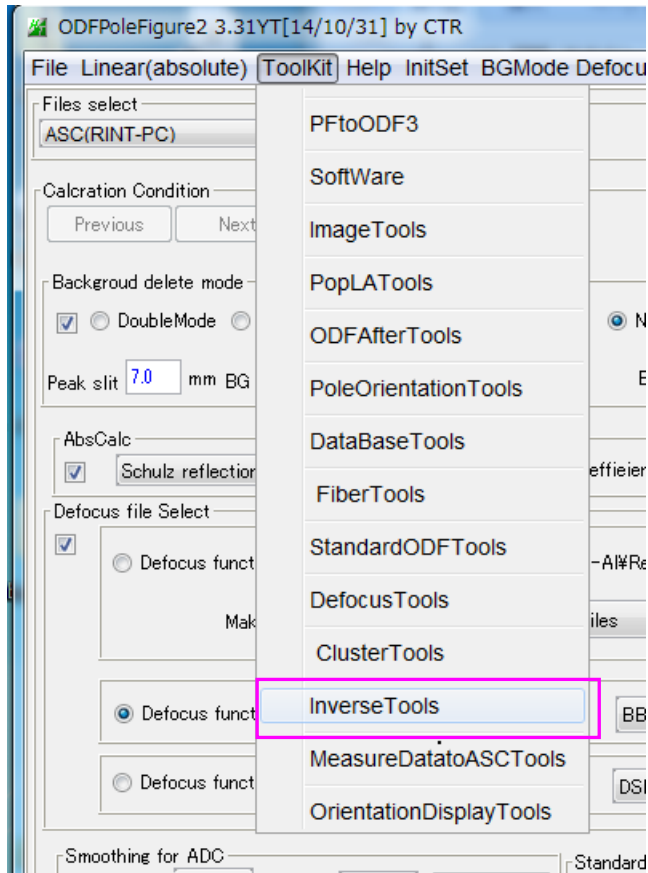
5. ソフトウェアの起動

直接法

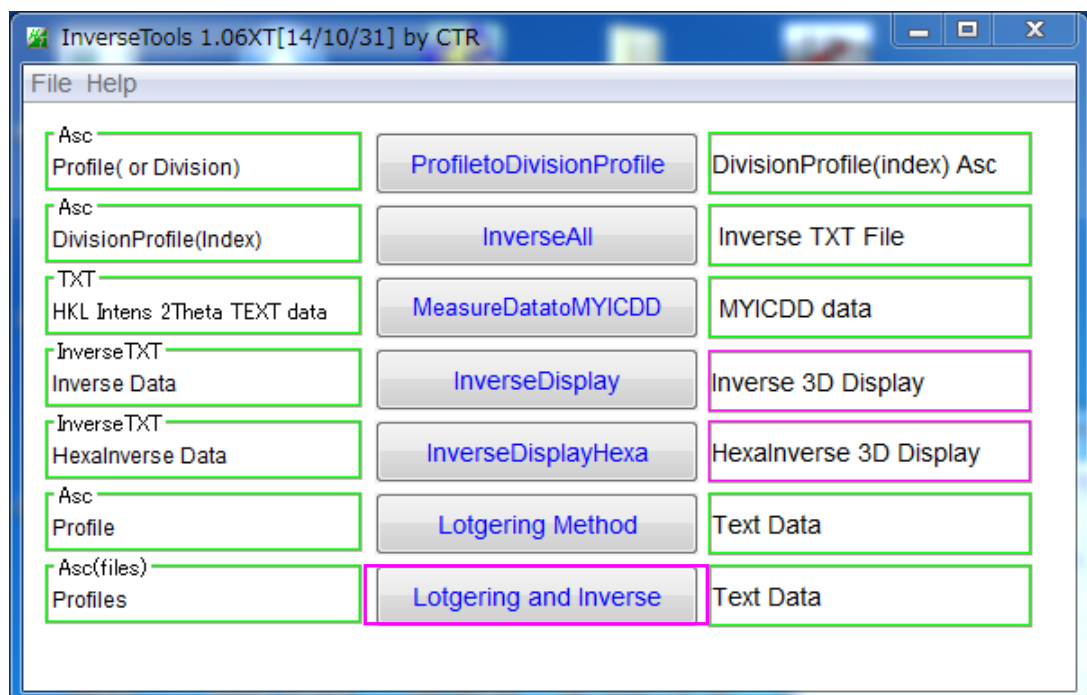
C:\¥CTR¥bin¥Lotgering.jar をダブルクリック

間接法

C T Rパッケージソフトウェアは ODFPoleFigure2 ソフトウェアから全て起動出来ます。



ODFPoleFigure2 -> Toolkit -> InverseTools



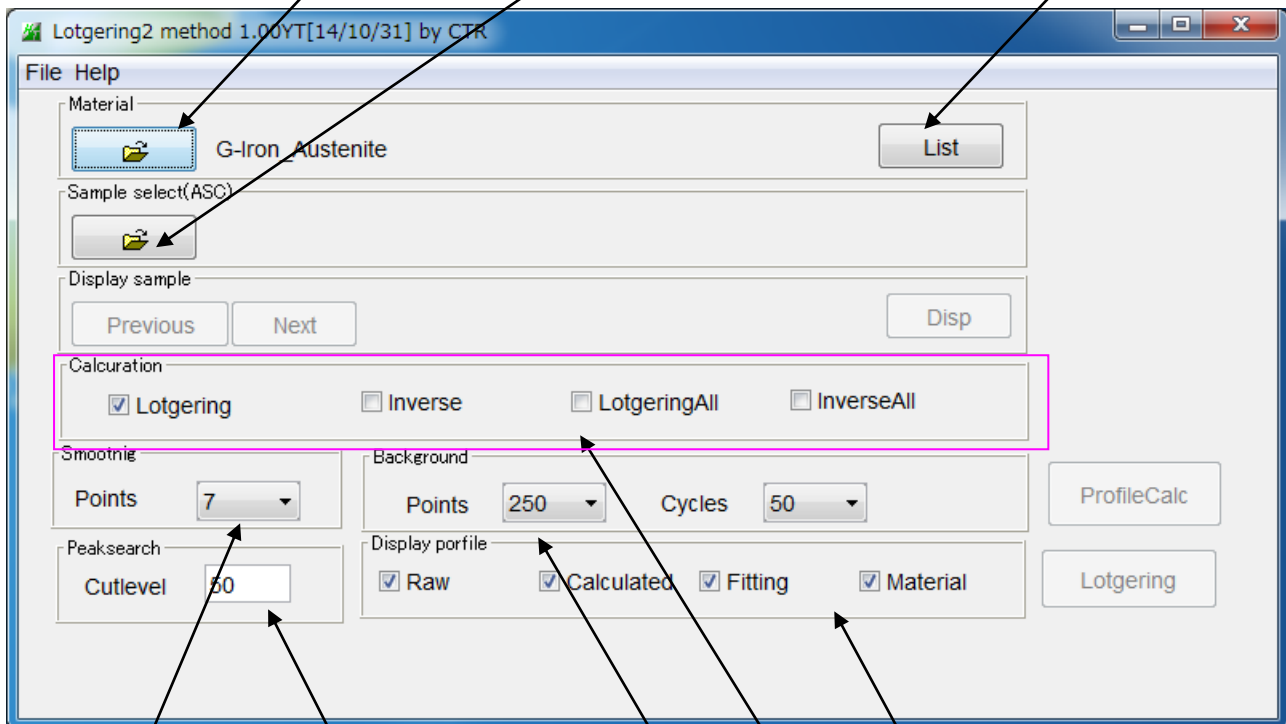
InverseTools(Ver.1.06以降)の LotGering and Inverse を選択

6. ソフトウェアの使い方

材料の選択 (例えば、Aluminum)

sampleの選択(複数)

選択情報の確認



データの平滑化

バックグラウンド計算パラメータ

計算結果表示プロファイル指定

ピークサーチ時の最小強度 (cps) 指定

処理方法選択

Lotgering値はテキストデータとして表示されます。

7. 機能

平滑化

Savitzky-Golay法

Background計算

Pointsの移動平均を行い、平均前と値の比較を、少ない値を採用

この方法をCycles数繰り返し、バックグラウンドプロファイルを決定

ProfileCalc

3次微分法により、ピーク位置、半価幅、ピーク強度を決定

Lotgering

PseudoVoigt関数により、k12Profileを計算

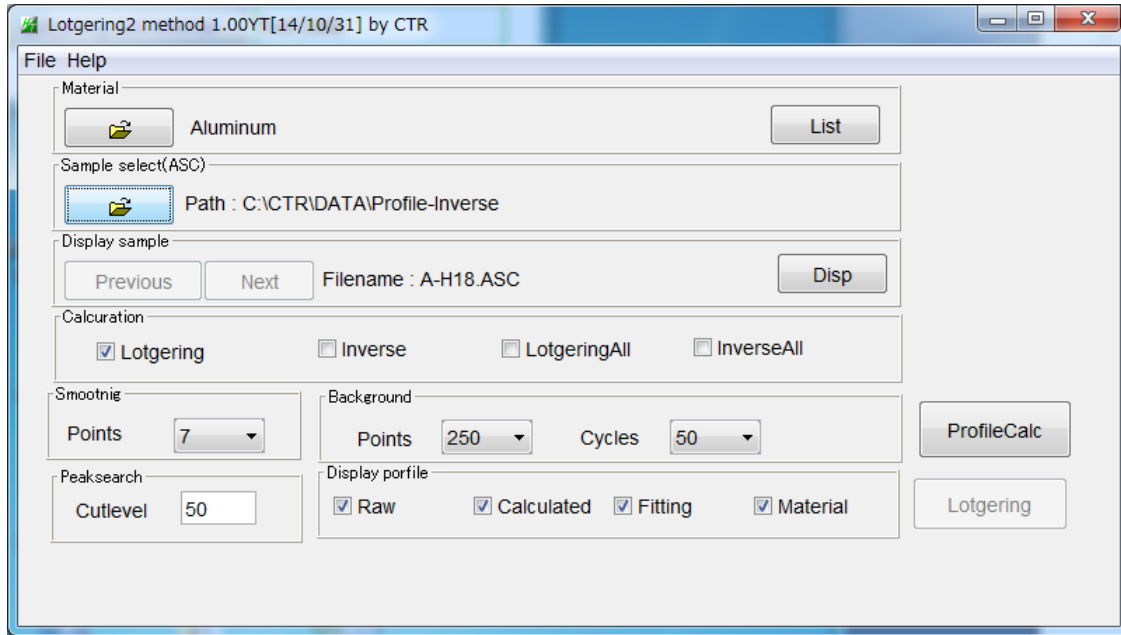
Inverse

逆極点の計算

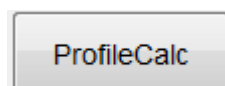
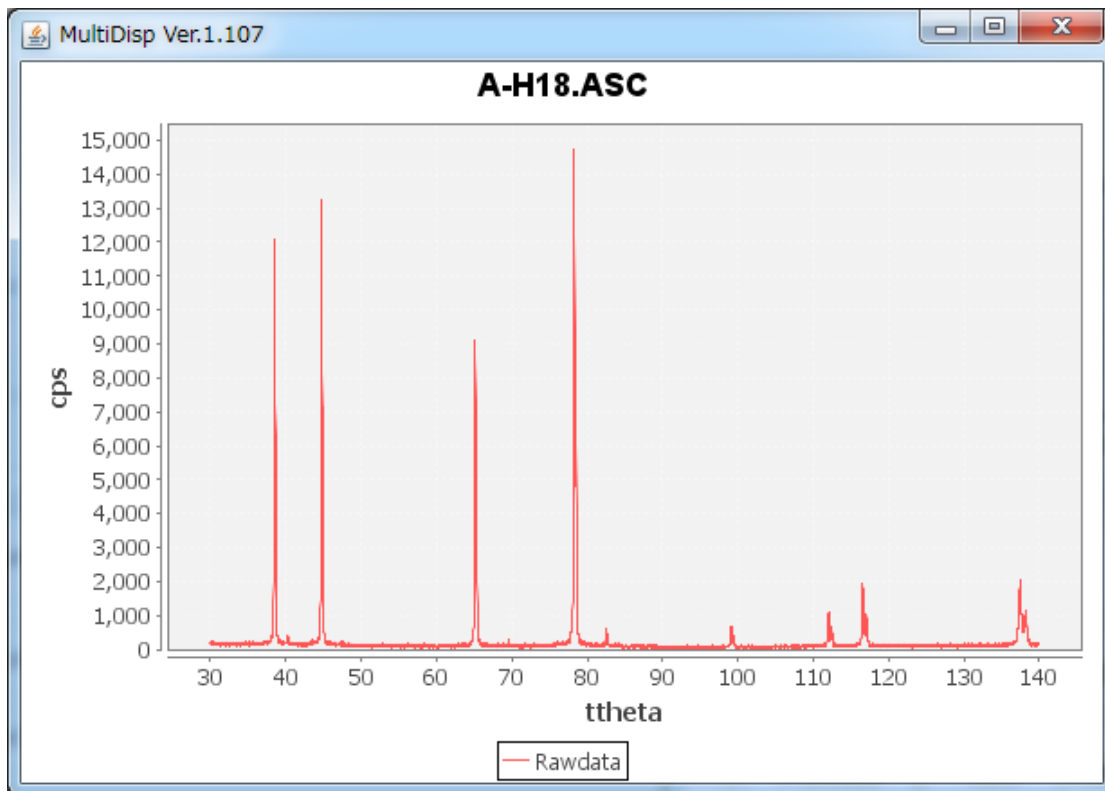
LotgeringAll、InverseAll

複数のデータ計算

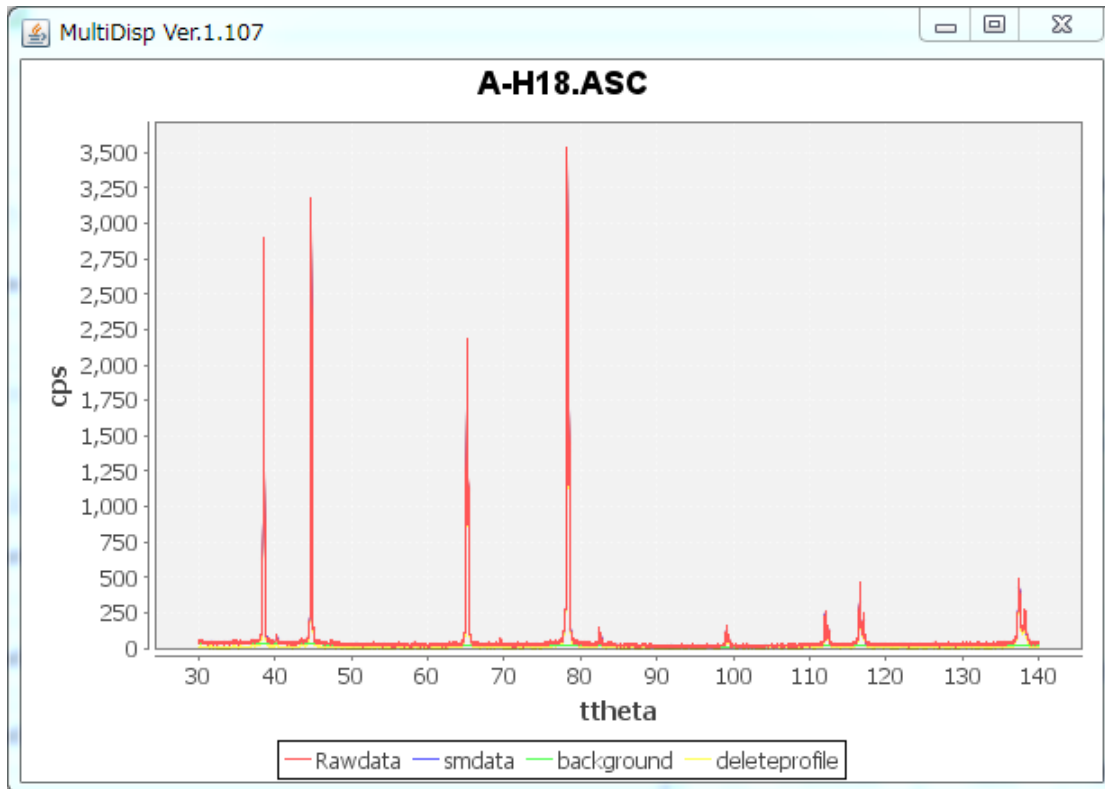
8. 実際の材料で確認
逆極点用データで確認



データ選択し、Disp でプロファイルが表示されます。

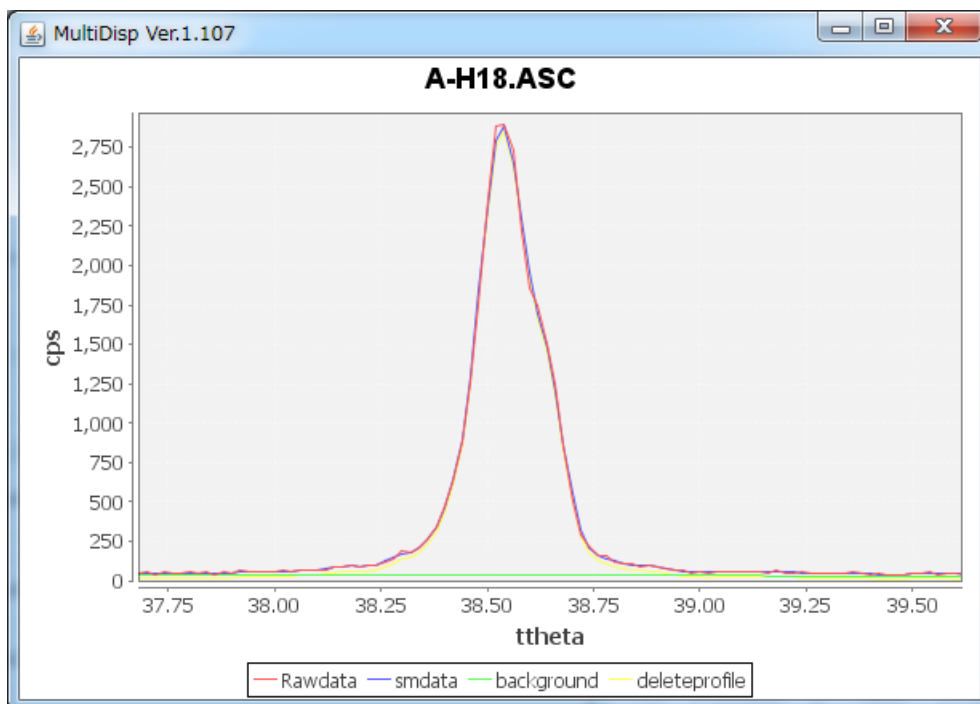


F i t t i n gを行い、P s e u d o V o i g tの減衰率とk 1 2のピーク強度を決めてM a t e r i a lのプロファイル計算が行われる。



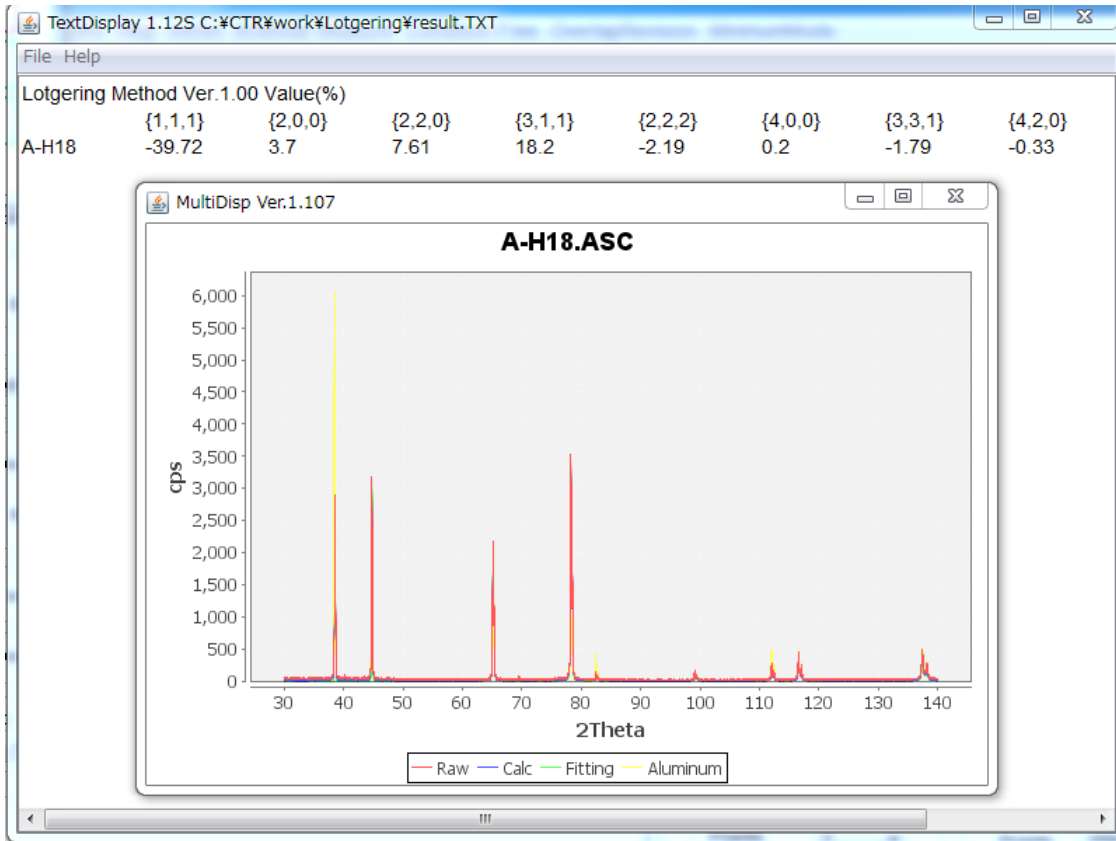
入力データ(Rawdata), 平滑化データ(smdata)、バックグラウンドデータ (background) バックグラウンド削除データ (deleteprofile) が多重表示されています。

拡大すると

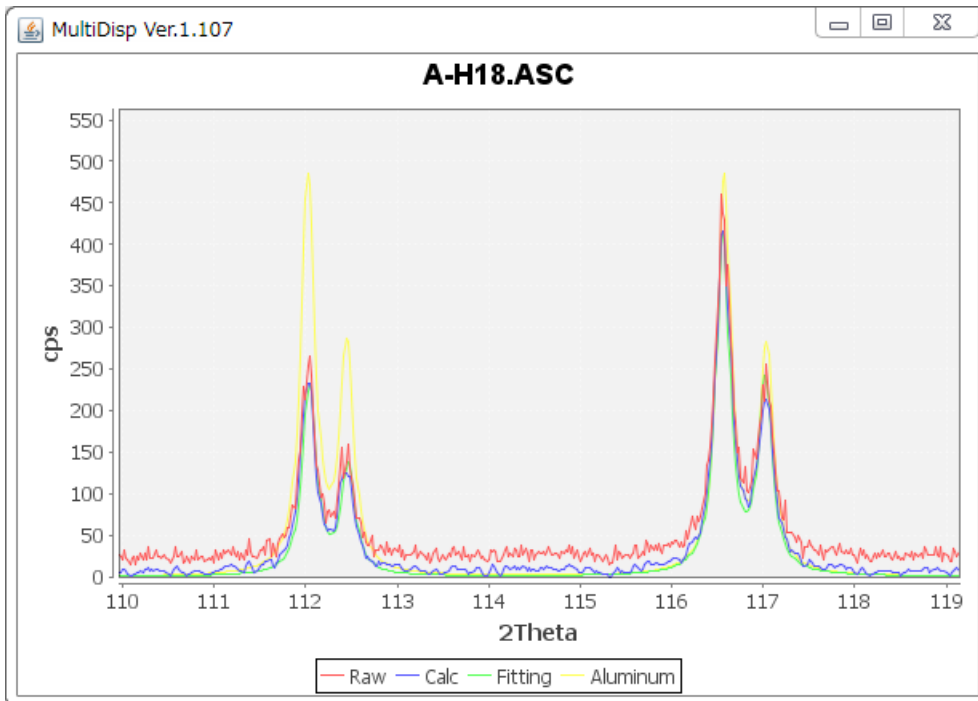


Lotgering

で

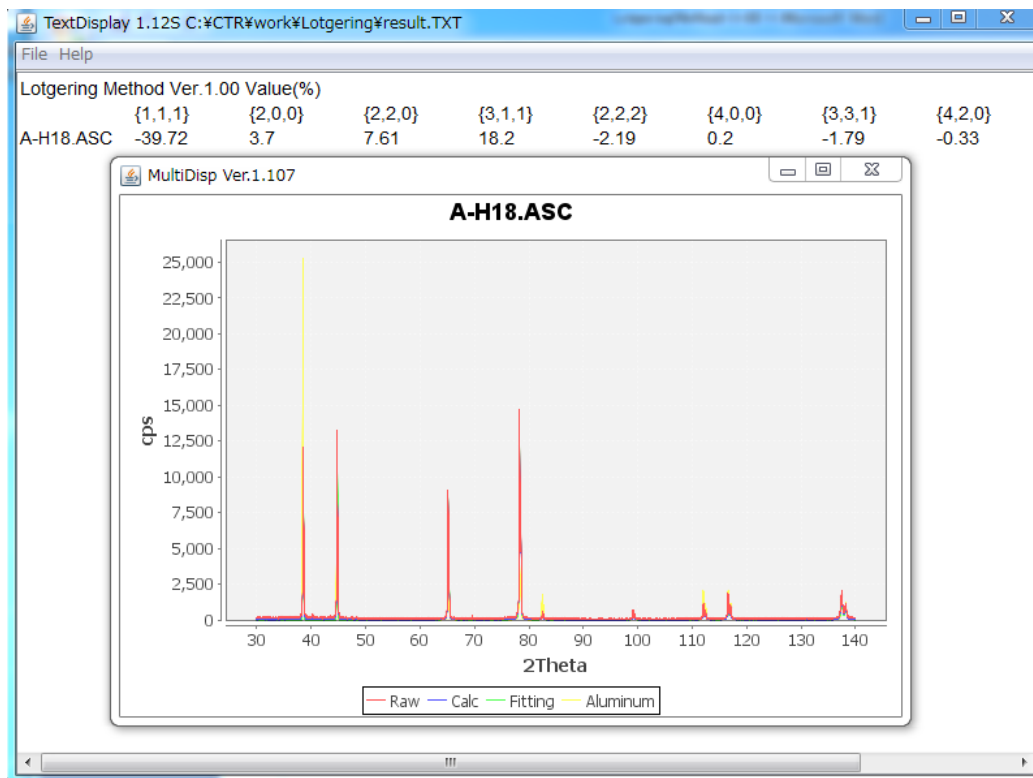


テキストデータに計算結果 (%)、プロファイルに Raw、Calc、Fitting、Material データが表示されます。拡大すると

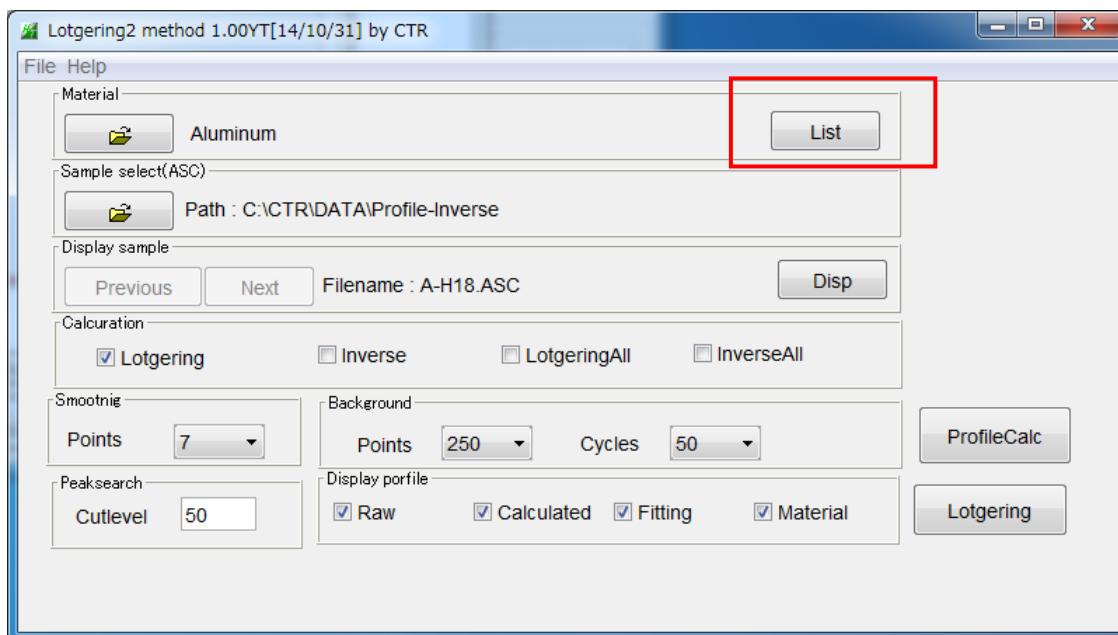


複合材の場合、Material で指定されたピークに対し計算が行われ、指定以外の材料のピーク F i t t i n g は行われません。よって、被検材料の回折線に他相の重なりが有る場合、F i t t i n g は成り立ちません。

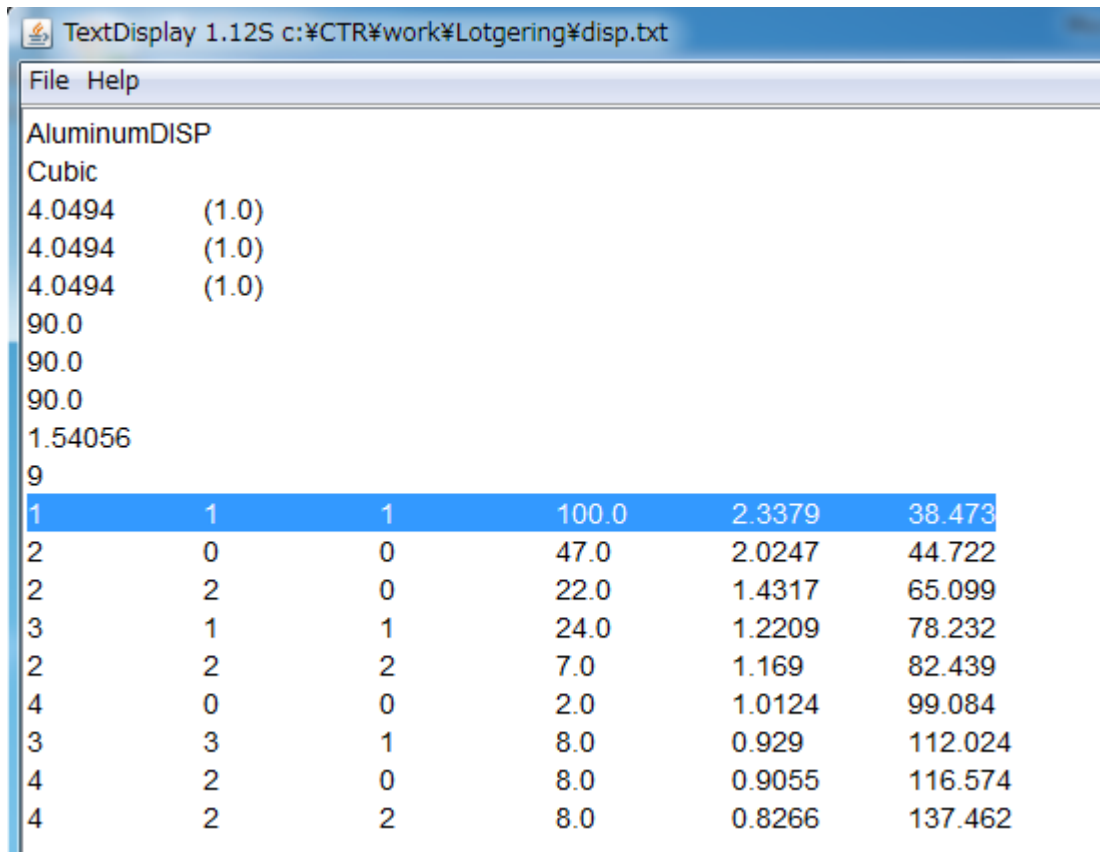
計算から特定の反射を削除方法



{111}を削除するには、



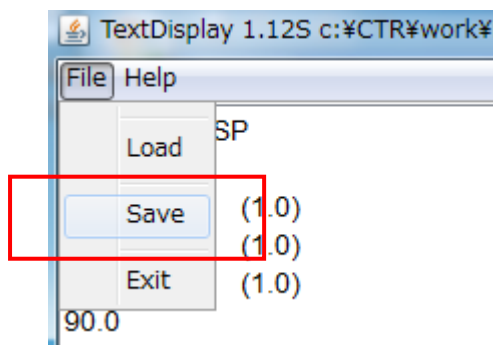
Listから {111} の情報を削除します。



AluminumDISP
Cubic
4.0494 (1.0)
4.0494 (1.0)
4.0494 (1.0)
90.0
90.0
90.0
1.54056
9

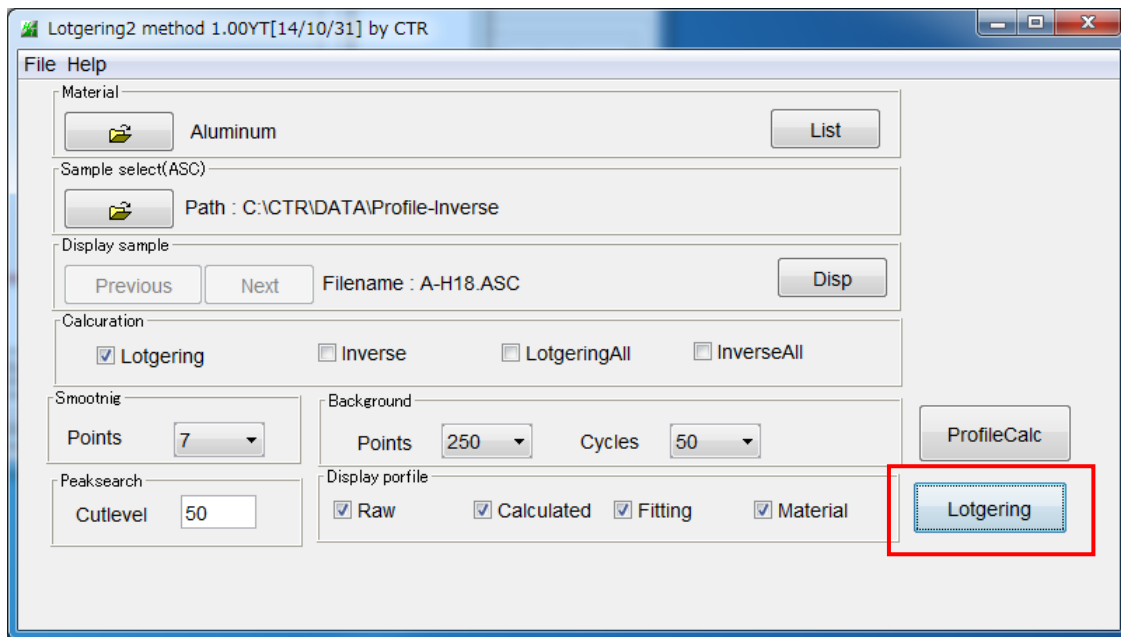
2	0	0	47.0	2.0247	44.722
2	2	0	22.0	1.4317	65.099
3	1	1	24.0	1.2209	78.232

データ数を 9 → 8 に変更し、

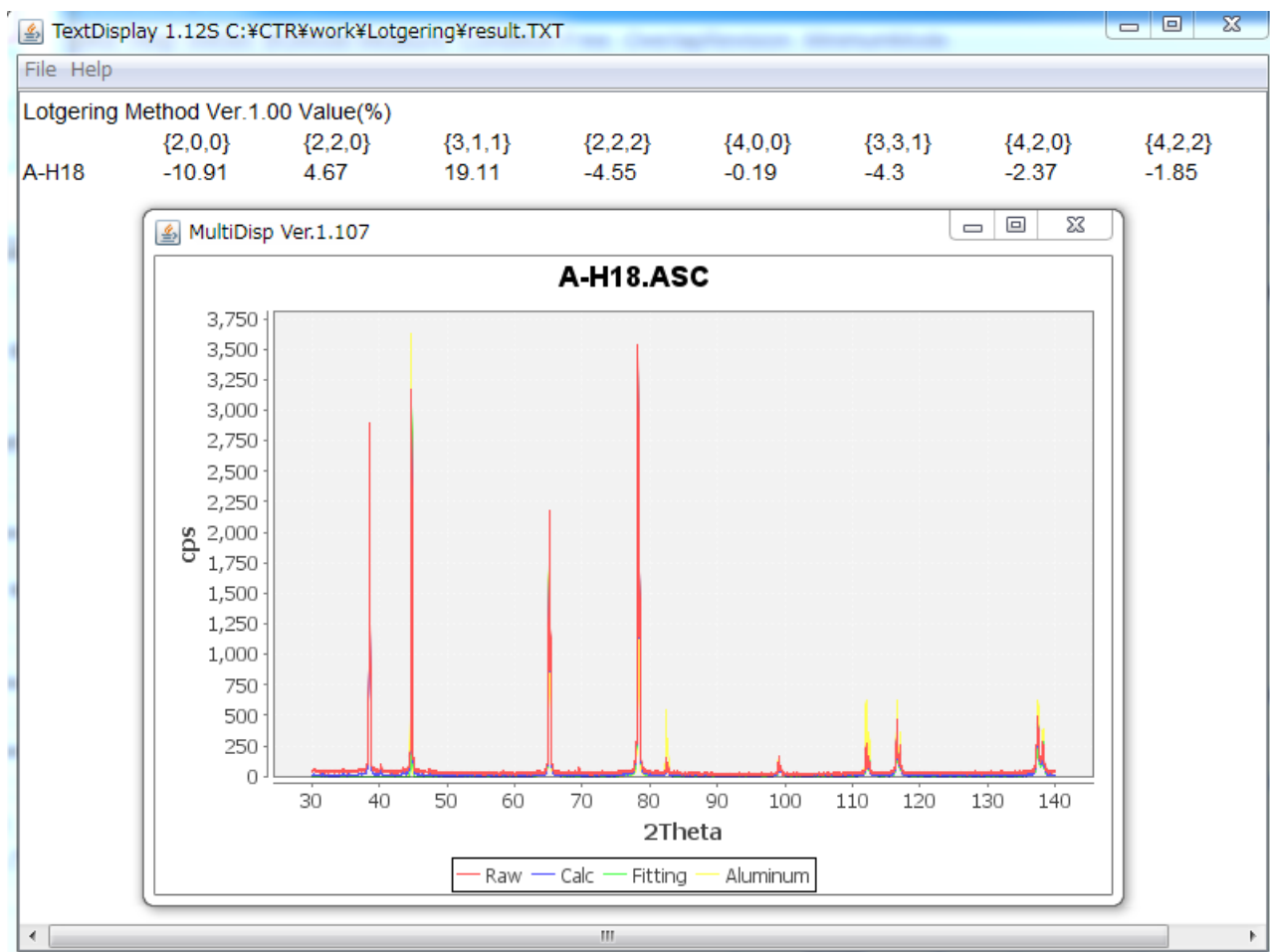


同じファイル名で s a v e します。

再度計算すると、



{ 1 1 1 } を含まない計算を行います。



{ 1 1 1 } を含む計算は、本プログラムを終了するか、Materialを再選択すれば、修正されます。

9. 逆極点との比較

Lotgering Value (%)

Lotgering Method Ver.1.00 Value(%)

	{1,1,1}	{2,0,0}	{2,2,0}	{3,1,1}	{2,2,2}	{4,0,0}	{3,3,1}	{4,2,0}
A-H18	-39.72	3.7	7.61	18.2	-2.19	0.2	-1.79	-0.33

Lotring法は {111} と {222} の加算

逆極点図の場合

Inverse Method Ver.1.00 I/O

	{1,1,1}	{2,0,0}	{2,2,0}	{3,1,1}	{2,2,2}	{4,0,0}	{3,3,1}	{4,2,0}
A-H18	0.49	1.14	1.7	2.53	0.31	1.22	0.5	0.9

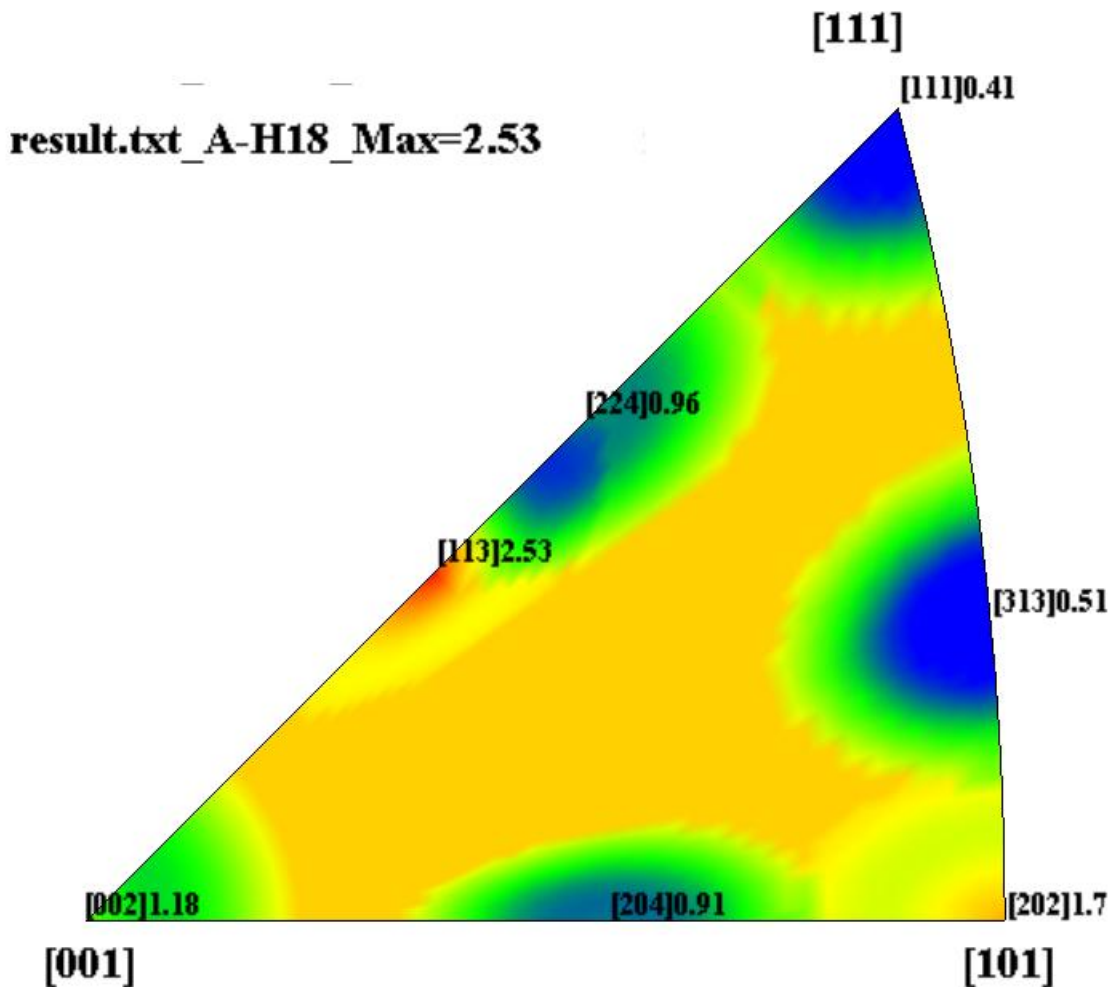
逆極点では {111} と {222} の平均

積分強度で比較するソフトウェア (別の逆極点専用の InverseAll ソフトウェア) で解析すると

ICDDmode Standardization BGspoints=3 PEAK

	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]
A-H18	0.502	1.147	1.702	2.531	0.308	1.206	0.508	0.907	0.962

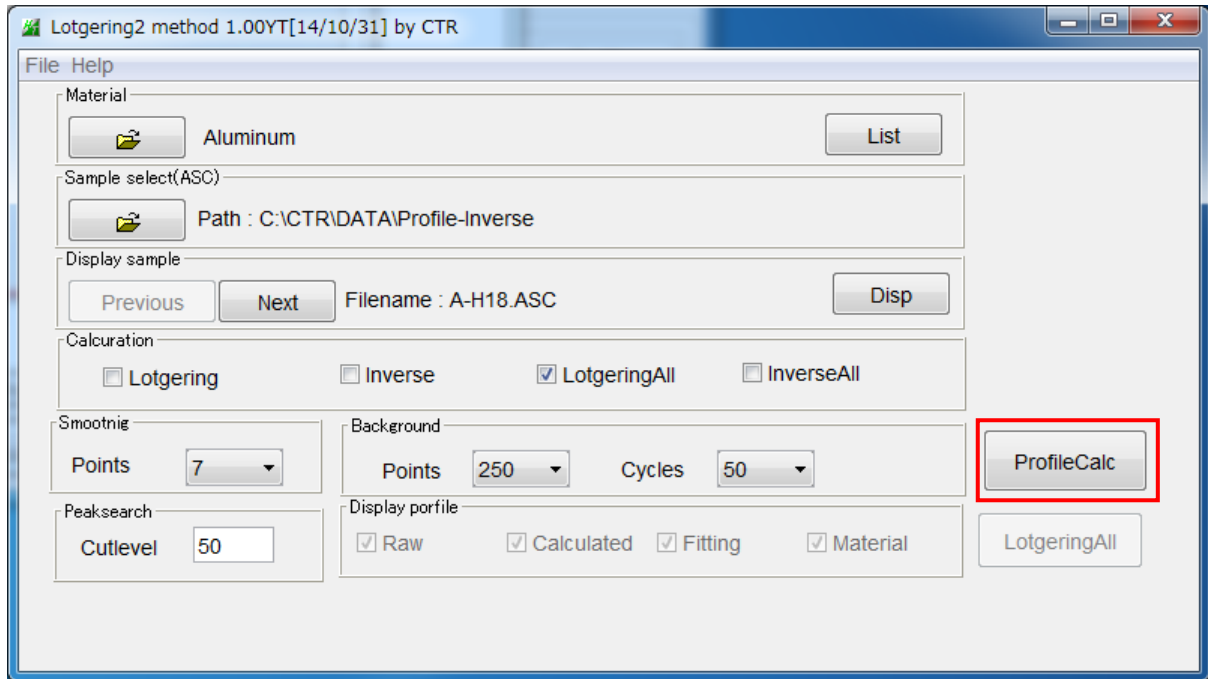
逆極点の場合は、{111} と {222} の平均値



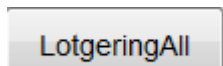
InverseAllソフトウェアで処理を行い、InverseDisplayで表示

10. 複数のデータの一括処理

複数のデータを選択、処理は、LotgeingAll か InverseAll を選択



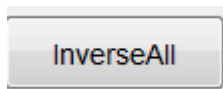
ProfileCalc で処理を行い、プロファイルは選択されているデータのみを表示



で、複数のデータを Lotgering 一括処理を行い、テキスト画面を表示

TextDisplay 1.12S C:\CTR\work\Lotgering\result.TXT

Lotgering Method Ver.1.00 Value(%)	{1,1,1}	{2,0,0}	{2,2,0}	{3,1,1}	{2,2,2}	{4,0,0}	{3,3,1}	{4,2,0}
A-H18	-39.72	3.7	7.61	18.2	-2.19	0.2	-1.79	-0.33
A-T4	-52.43	52.76	-5.51	-3.64	-2.58	3.87	-1.91	-0.28
B-H18	-23.09	3.97	14.45	5.13	-3.19	-0.89	-0.99	-1.72
B-O	-40.55	39.27	-3.93	-1.33	-1.53	3.28	-1.45	-0.59
C-Bach	-70.62	44.93	7.05	-0.04	-3.19	3.17	-1.44	-0.45
C-CAL	-40.59	40.6	0.05	-4.47	-1.85	1.86	-1.97	-1.39
D-H14	-63.05	14.29	8.53	23.54	-3.19	0.92	-2.18	0.59
D-H18	-64.54	-6.1	20.44	31.28	-3.19	-0.26	-2.35	-0.36
D-O	-78.78	64.74	-2.86	-1.85	-3.19	5.3	-2.73	-0.93



で、複数データの Inverse 一括処理を行い、テキスト画面を表示

TextDisplay 1.12S C:\CTR\work\Lotgering\result.TXT

Inverse Method Ver.1.00 I/O	{1,1,1}	{2,0,0}	{2,2,0}	{3,1,1}	{2,2,2}	{4,0,0}	{3,3,1}	{4,2,0}
A-H18	0.49	1.14	1.7	2.53	0.31	1.22	0.5	0.9
A-T4	0.33	3.0	0.48	0.69	0.19	5.34	0.47	0.92
B-H18	0.7	1.15	2.34	1.43	0.0	0.0	0.72	0.52
B-O	0.48	2.49	0.63	0.88	0.51	4.68	0.6	0.83
C-Bach	0.11	2.71	1.65	0.99	0.0	4.55	0.6	0.87
C-CAL	0.48	2.54	1.0	0.62	0.41	3.09	0.46	0.61
D-H14	0.2	1.54	1.79	2.98	0.0	2.03	0.4	1.16
D-H18	0.18	0.76	2.89	3.63	0.0	0.7	0.35	0.9
D-O	0.0	3.46	0.73	0.84	0.0	6.94	0.25	0.74

File-Save でファイル名を変更して登録しておけば、Excel 処理も可能