極点測定のdefocus補正用

Bonet 試料の取り扱いに関して

\* Reference samples \* bonet of the state of the samples \* and the source of the samples \*

> 2015年11月16日 *HelperTex Office*

> > 技術資料¥Bonet¥Bonett認料の取り扱いに関して

- 目次
- 1. 概要
- 2. 測定条件
- 3. 極点処理
- 4. ODF解析
  - 4.1 TexToolsの場合
  - 4. 2 LaboTexの場合
  - 4. 3 StandardODFの場合
  - 4. 4 ValueODFVF評価
  - 4.5 最小化Rp%
- 5. random試料と配向試料の強度比
  - 5.1 絶対強度で扱う場合
    - 5.1.1 Random 試料の規格化補正曲線作成
    - 5.1.2 配向試料の解析
  - 5. 2規格化強度で扱う場合
- 6. 規格化強度に関して
- 7. 修正 Defocus ファイル (Schulzの反射法、Cubic専用)
- 8. Bonet納品物

1. 概要

Bonet 試料を極点図解析の random 試料として利用する場合、試料サイズに制約があります。 試料サイズが実際に defocus 補正を行なう試料と異なる場合、以下の点に注意してください。

2. 測定条件

Schulzの反射法におけるdefocus曲線の要素は、測定2 $\theta$ 角度と受光スリット幅です。 random試料と配向試料の測定時、受光スリットは同一にして下さい。

発散スリット(DS)は defocus 曲線の要素ではありません。異なった DS を用いても規格化された d e f o c u s 曲線には影響ありません。(規格化しないと誤った結果になります)

資料:HelperTexサイト:技術資料:反射極点測定の特徴

反射極点測定の特徴	2008/06/02	反射極点のDefocus曲線では発散スリットの影響は 軽微	download
-----------	------------	----------------------------------	----------

3. 極点処理

規格化されたdefocusに関して

CTRソフトウエアでは、通常極点図は全て規格化された値で扱っています。

DSスリットが異なれば測定される強度は異なりますが、規格化した値では同じ極点図です。r a n d o m 試料から d e f o c u s 曲線を作成し d e f o c u s 補正を行う。

資料:HelperTexサイト:技術資料:鉄試料のdefocus補正

項目	日時	概要	download
アルミニウム解析のError評価 と結晶方位定量	2015-10-21	Rp%評価による測定Error評価とVolumeFraction	download
鉄試料のdefocus補正	2015-10-14	アルミニウムを鉄のdefocus補正に用いる	<u>download</u>
Rp%の最適化とODF解析結果	2015-10-13	最適化Rp%の効果を各種ODFで解析	<u>download</u>
アルミニウムや鉄など立方晶の 結晶方位解析	2015-10-08	極点解析に予備的に解析エラーを最少にする	download
極点処理によるError評価	2015-10-05	極点処理,ODF処理のErrorを簡易Rp%で評価	download

鉄の random 試料が得難いのでアルミニウムを利用していますが、流れは同一です。

4. ODF 解析

ODF 解析した場合、測定データや、補正エラーの評価が必要です。

4.1TexToolsの場合、作成されたHODFファイルに結果があります。

1	Text Fo	ormat of	ODF File	ə (Arbitı	rary Reso	olution)	1HXNP23ZH	(by ResMa	t)↓	
- 2	19	19	19↓		-					
3	01									
- 4	1.00	1.00	1.00	90.00	90.00	90.00↓				
- 5	3↓									
6	C:¥Pole	e Cor¥B−	cl¥final.	_ann¥79al	575110.HF	PF↓				
- 7	C:¥Pole	e Cor¥B-	cl¥final	ann¥79al	575200.HF	PF↓				
8	C:¥Pole	e Cor¥B-	cl¥final	ann¥79al	o75211.HF	PF↓				
- 9	1	1	0	$\downarrow$						
10	2	0	0	$\downarrow$						
11	2	1	1	$\downarrow$						
12	0↓									
13	5.00↓									
14	1↓									
15	0↓									
16	2↓									
17	15	_4↓	_							
18	0.0100	0.2528	$\downarrow$							
	I must						,,	>		
目	標:1	%に対	し25%	であっフ	こが、ど	のようフ	なエラーな	このか判断	rできま	せん。

4. 2 L a b o T e x は O D F 解析時表示 されています。



Rp%が極点図の矛盾 Error、dRp%が ODF 解析の Error

- 4. 3 StandardODF ではこの Rp%の表示がありません。
- 4. 4 ValueODFVF による評価

Z ValueODFVF 2.08VFT[16/03/31] by CTR					
File Help Resolusion:5.0 EqualAngle TextDisplay	CTRODE				
Recalculated Polefigure 111 100 110 Pole.TPF	of Nobr				
Pp% 0.8 0.7 0.9 Average= 0.7 %		TIL	/02/211	he CT	D
30 %	ValueODFVF 2.06VI	-1[10/	03/31]	Dy CT	ĸ
	File Help Resolusio	n:5.0	Equal	Angle	Te
1.5	Normalized Polefigure	111	100	110	
	Recalculated Polefigure	111	100	110	
	Rp%	0.8	0.7	0.9	
	,				
-1.5	C:¥CTR¥DATA Pole.TPF	¥O D FI	PoleFigu	re¥CTR	ODF
-3.0 Alpha(deg.)	Average= 0.7 9	6			

4. 5 最小化 R p %

この Rp%を極点図の処理の中(ODFPoleFigure2)で事前に最小にする事が可能です。 以下の資料を参考にして下さい。

HelperTex サイト: 技術資料

鉄試料のdefocus補正	2015-10-14	アルミニウムを鉄のdefocus補正に用いる	download	
Rp%の最適化とODF解析結果	2015-10-13	最適化Rp%の効果を各種ODFで解析	download	
アルミニウムや鉄など立方晶の 結晶方位解析	2015-10-08	極点解析に予備的に解析エラーを最少にする	<u>download</u>	
極点処理によるError評価	2015-10-05	極点処理,ODF処理のErrorを簡易Rp%で評価	download	

## 5. random試料と配向試料の強度比

5.1 絶対強度で扱う場合

# 5.1.1 Random 試料の規格化補正曲線作成



バックグランド除去

🔏 ODFPoleFigure2 3.43YT[16/03/31] by CTR
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%
Files select ASC(RINT-PC) II11ASC 200.ASC 220.ASC
Calcration Condition           Previous         Next         C:#CTR#DATA#O DFPoleFigure¥random¥111.ASC
Backgroud delete mode
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm @ PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp
AbsCalc       Schulz reflection method     Absorption coefficien     133.0     1/cm     Thickness     0.2     cm     2Theta     38.58     deg.     I/Kt     Profile
Defocus file Select       Defocus(1) functions file     Image: Constraint of the select of the
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)     BB185mm     Limit Alfa Defocus value     Free(LimitValue=0.0)
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)     DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm     Search minimum Rp%(Cubic only)     1/Ra     Profile
Smoothing for ADC Cycles 2 Weight 4 Disp OutFiles Asc Ras TXT © TXT2 ValueDEVE-P ValueDEVE-A
Valueo DF VF-B Valueo DF VF-A

バックグランド除去結果

¥ {1,1,1}7252.04 □ X		🛿 {2,2,0}2370.91 🗖 🖻 🕱
	Contraction of the	

Peak s	lit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm 🗹 PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg.	▲ 開く	
Ab-C		ファイルの場所(1):	🄑 random
	Schulz reflection method   Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 0.2	œ.	111_chFB00_2.TXT
Defoc	us file Select	最近使った項	220_chFB00_2.TXT
	O Defocus(1) functions file	_	
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔍 🗌 Standardize 📑		
		7,70,607	

## 登録された結果

[ Def	etocus file Select	1				
	Defocus(1) functions file     C#CTR#DATA#ODFPoleFigure¥random#defocus#DEFOCUS_F.TXT					
	Make defocus function files by TXT2 Files	TextDisp				
	Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)     BB185mm     Limit Alfa Defocus value     Free(LimitValue=0	0.0) 🔻				
	Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)     DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm     Search minimum Rp%(Cubic only)	I/Ra Profile				

## 5.1.2 配向試料の解析

₩ {1,1,1}8207.6
Z ODFPoleFigure 2 3.43YT[16/03/31] by CTR
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%         Files select         ASC(RINT-PC)         InitSet BGMode Action Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%
Calcration Condition          Previous       Next       C:#CTR#DATA#O DFPoleFigure#111-OSC ASC       hkl         Backgroud delete mode
Schulz reflection method   Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 0.2 cm   Theta 38.42 deg.   1/Kt Profile
Defocus file Select
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)     BB185mm     Limit Alfa Defocus value     Free(LimitValue=0.0)
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)     DSH12mm+Schulz+RSH5mm      DSH12mm+Schulz+RSH5mm
Smoothing for ADC Cycles 2 Weight 4 Disp OutFiles Asc Ras TXT © TXT2 ValueODFVF-B ValueODFVF-A

バックグランド補正、defocus補正を行う。 Cubicの場合、 最適化Rp%では修正DEFOCUSファイルが、C:¥CTR¥work¥ODFPoleFigure2に作成される。

## 絶対強度の比較結果



## 5. 2規格化強度で扱う場合

規格化して DEFOCUS ファイルを作成

AbsCalc						
■ Schulz reflection method   Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness						
Defocus file Select						
Defocus(1) functions file						
Make defocus function files by TXT2 Files マ Standardize 虚正 最近使った項 単 200_chFB00_2.TXT 単 220_chFB00_2.TXT						
C Defocus(8) function files folder(Calc unbackdefocus)						
M ODFPoleFigure 2 3.43YT[16/03/31] by CTR CONTRACT CONTRA						
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%						
Files select ASC(RINT-PC) V II1-OSCASC 200-OSCASC 220-OSCASC						
Calcration Condition           Previous         Next         C#CTR#DATA#ODFPoleFigure#111-OSC.ASC           1,1,1         Change						
Backgroud delete mode						
🔽 💿 DoubleMode 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing BG defocus DSH12mm+Schulz+RSH5mm 👻 Minimum mo						
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm 🖉 PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp RD 0.0 Interporation 🔹 Full Disp						
AbsCalc Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 0.2 cm 2Theta 38.42 deg. 1/Kt Profile						
Vetocus tie Select						
C#CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT      Make defocus function files by TXT2     Files     V Standardize     TextDisp						
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)     BB185mm     Limit Alfa Defocus value     Free(LimitValue=0.0)						
© Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm ▼ □ Search minimum Rp#(Cubic only)						
Smoothing for ADC © Cycles 2 VWeight 4 V Disp V Asc © Ras © TXT © TXT2 Cycles 2 VWeight 4 VDisp V Asc © Ras © TXT © TXT2						
ValueODFVF-B ValueODFVF-A						
Search Rp% (1,1,1) 0.79% -> 0.79% (2,0,0) 0.71% -> 0.71% (2,2,0) 0.88% -> 0.88% Filemake success!!						

# バックグランド除去、defocus補正、規格化処理



規格化極点図が正しい結果になります。 実際には疑似規格化処理で、ODFの内部規格化処理と同じ方法です。

### 6. 規格化強度に関して

極点図の規格化、相対強度に関して以下の資料を参考にして下さい。 HelperTexサイト:技術資料

onvebson ーメ(n)をODFに 読み込む	2015-08-04	OIMのAngデータをTexTools,Labotexに読み込む	<u>download</u>
FCC材料の結晶方位決定	2015-05-01	VolumeFraction計算に指定する結晶方位	download
$\gamma$ 一揺動	2015-04-29	極点図では、α方向への相対強度が重要であるが、粒径が大きい 場合、相対強度がrandomに変化し、Rp%が低下する。	<u>download</u>
集合組織解析技術	2015-04-13	外部発表資料	<u>download</u>
Hexagonalの結晶方位をEuler 角度から得る	2015-03-29	ODF図のExportデータからEuler角度を求め、 結晶方位(hkil)[uvtw]を求める	<u>download</u>
他成分の重なりに対するODF解 析	2015-02-17	FE材料のBCC,FCの方位が重なりあった極点図でODF解析	<u>download</u>
γ - 揺動 集合組織解析技術 Hexagonalの結晶方位をEuler 角度から得る 他成分の重なりに対するODF解 析	2015-04-29 2015-04-13 2015-03-29 2015-02-17	極点図では、α方向への相対強度が重要であるが、粒径が大きい 場合、相対強度がrandomに変化し、Rp%が低下する。 外部発表資料 ODF図のExportデータからEuler角度を求め、 結晶方位(hki)[uvtw]を求める FE材料のBCC,FCの方位が重なりあった極点図でODF解析	downlo downlo downlo downlo

チタンおよびチタン合金の集合 組織	2014/10/07	LaboTexを使ったチタン関係の集合組織の説明の為に作成した資料 です。	<u>download</u>
Monoclinic LaboTex(hkl) [uvw]の変換	2014/10/02	LaboTexで計算した結晶方位をTexToolsのへ表現に変換	<u>download</u>
極点図の内部規格化	2014/09/10	極点図では規格化を行う事で極点図の比較を行えるが、計算方法 が異なるケースがあります。	<u>download</u>
結晶方位解析のすすめ	2014/08/12	方位解析を行う時の問題点をまとめました。	download

7. 修正 Defocus ファイル (Schulzの反射法、Cubic専用)
 r and om試料は高価で腐食されやすい為、繰り返し使用は避ける事を勧めます。

randomが納品されたら、光学系の調整を行い、random測定を行って下さい。

1) 5. 1. 1の方法で、DEFOCUS ファイルを作成(DEFOCUSA.txt)仮の補正ファイルとする。

2) 5.1.2の方法で、配向試料を測定し、defcous補正を行い。

この時出来る、C:¥CTR¥work¥ODFPoleFifure2¥DEFOCUS.txt のファイル名を変更 ファイル名を DEFOCUS2.txt とし、このファイルをd e f o c u s 補正用ファイルとしてください。 注意:C:¥CTR¥work¥ODFPoleFifure2¥DEFOCUS.txt は最適化R p %で書き換わります。

光学系の調整毎に、2)の方法以降で DEFOCUS2.t x t ファイルを作成すれば、 購入した r a n d o m試料を用いる事はありません。

購入されたramdom試料は大切に保存してください。

#### 8. Bonet納品物

Bonetのrandom試料を購入すると、以下の納品物があります。

- 1)標準試料(金属ケース)
- 2) データ (CD-ROM)
- 3) 説明書

データは、LaboTexへの入力データであるEPFファイルで供給されます。 極点図は、ピークトップデータと積分データの2種類があります。

### 例) FE(BCC)+Fe(FCC)+Titanium の場合、LaboTex の入力データとして提供されます。

B Austenite_pow_A.epf	2015/10/22 21:08	Exchange Certifi	36 KB
B Austenite_pow_I.epf	2015/10/22 21:08	Exchange Certifi	36 KB
Ferrite_pow_A.epf	2015/10/20 20:52	Exchange Certifi	36 KB
Ferrite_pow_I.epf	2015/10/20 20:55	Exchange Certifi	36 KB
🔁 Titanium_pow_A.epf	2015/09/11 18:49	Exchange Certifi	36 KB
🔁 Titanium_pow_I.epf	2015/09/11 18:47	Exchange Certifi	36 KB



LaboTex から PFExport し、ASC 変換した極点図(Bonet の光学系) ほぼ r a n r o m である事が確認出来ます。 使われるシステムで再測定して下さい。

### Austenite





Ferrite





### Titanium



