市販されているアルミニウム

5052Pの測定、極点処理、ODF解析、定量

2015年10月21日 *HelperTex Office*

材料 Al¥2011-02-14 標準 Al 試料¥A5052P¥NO010¥ASC¥市販されているアルミニウム

材料の結晶方位解析などを行う場合、測定データのError評価は重要です。

本資料では、極点測定、極点処理、ODF解析におけるError評価とその改善手法を説明しながら 方位解析による結晶方位の定量方法を説明いたします。

測定に際し、光学系補正の為に、無配向試料による測定と同一光学系による配向試料の測定を行います。 材料はアルミニウムで無配向試料(1mm)はアルミニウム粉末を使用、配向試料は5052Pとします。

以下の項目を説明します。

測定

X線源は、Cu管球、Niフィルターを用い、40kV-40mAのPoint (Line) 光学系 Schulzの反射法、Schulzスリットは1mm以下 DSスリットは照射X線ビームがはみ出ない幅を選択 (1/4から1/2度) 受光スリットは7mm (ゴニオ半径185mm、300mmの場合10mm) 材料粒径が粗い場合 (10μm以上) は材料の揺動させてください。 測定α、β間隔は5.0度

バックグランド測定

配向材料と同一条件
 回折2θ角度に対し±3度位置の2θ角度の測定

極点処理

バックグランド除去(最適化バックグランド除去)

defocus補正(最適化Rp%処理)によりErrorの把握と修正

ODF解析

R p %の確認(許容範囲以内か?)

結晶方位の定量

R p %の確認(許容範囲以内か?) 定量値の計算

使用するソフトウエア

CTRフルパッケージソフトウエア LaboTex

注意

ファイル名の先頭は指数とします。

111-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT200077+-	22 KB
🛯 200-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT200077+-	22 KB
🛯 220-random.ASC	2015/10/20 12:45	RINT200077+-	22 KB

光学系補正の為のデータ

分末試料を測定したデータ		
ODFPoleFigure2 3.42YT[15/12/31] by CTR		
ile Linear(absolute) ToolKit Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%		
Files select		
ACULININI-PCJ V III-random ASC 200-random ASC 220-random ASC		
Previous Next Cx+tmp IVA5052PVAI-powder-random #111-random ASC Backgroud delete mode Image: Cx+tmp IVA5052PVAI-powder-random #111-random ASC Ø @ DoubleMode SineleMo LowMode HighMode Nothing BG defocus DSH12mm+Schulz+RSH5mm ~ Peek slit 7.0 mm Image: PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. Set Disp Powder To mm Image: PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. Set Disp		
Schulz reflection method v Absorption coefficien 133.0 1/cm Inckness U.Z cm v 21neta 38.44 deg. VM Profile		
Image: Select Image: Select		
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu_ BB185mm Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)		
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm Search minimum Rp%(Cubic only) I/Ra Profile		
Smoothing for ADC Cycles 2 Veight 4 Disp Standardize Asc Ras TXT © TXT2 ValueODFVF-B ValueODFVF-A		

本データ測定のバックグランドはピーク位置±1.5degで測定しているため、 試料を煽って測定時にバックグランドにピークの裾野が重なっています。





バックグランドの修正

BGMode -> Defocus (Option) を用いる				
ODFPoleFigure2 3.42YT[15/12/31] by CTR				
File Linear(absolute) ToolKit Help InitSet	BGMode Measure Conc			
Files select ASC(RINT-PC)	Measure			
Calcration Condition	Straight(Option)			
Previous Next C:¥tmp 1¥A5052P¥AI	Defocus(Option)			
Backgroud delete mode	Measure(Calc)			

修正されたバックグランドは青い線で表示





バックグランド測定2θ角度をピーク角度±3度で行うことで改善される。 更に、バックグランドの凸凹も改善される。 バックグランド削除だけを行ったTXT2ファイルを作成する。

Backgroud delete mode Smoothing			
🗑 🖲 DoubleMode 🔿 SingleMo 🔿 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5mm 🔻 🗌 Minimum	mo 3 - Arithmetic mean - Disp		
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm IV PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp	RD . Interporation - Full Disp		
AbsCalc			
Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 0.2 cm	2Theta 65.06 deg. 1/Kt Profile		
Defocus file Select			
Defocus(1) functions file Make defocus function files by TXT2 Files Image: Standardize	TextDisp		
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu 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 Veight 4 Disp OutFiles Asc Ras TXT O TXT2 Cancel Calc Exit&ODF ODF			
	ValueODFVF-B ValueODFVF-A		

作成される TXT2 ファイル

📳 111-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
200-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
220-random_chB02S_2.TXT	2015/10/20 12:50	テキスト文書	22 KB
SLITTTHETAFILE	2015/10/20 12:50	ファイル	1 KB

defocusファイルに登録

- AboCr		画まく	
	Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness	ファイルの場所(I):	\mu Al-powder-random
Defoc	us file Select		lefocus
	© Defocus(1) functions file	9	111-random_chB02S_2.TXT
		最近使った項	200-random_chB02S_2.TXT
	Make defocus function files by TXT2 Files 🔻 🗹 Standardize		220-random_chB02S_2.TXT
	Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu BB185mm	デスクトップ	
ГХТ	2 を選択でDEFOCUSファイルが表示される。		

Defoc	us file Select
V	O Defocus(1) functions file C¥tmp1¥A5052P¥AI-powder-random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT
	Make defocus function files by TXT2 🛛 Files 👻 Standardize 📄

この作業は1度登録すれば以降、同一 DEFOCUS ファイルで補正が可能になります。

配向試料の補正

配向試料のASCファイルを複数選択で、入力極点図がhyouji

M ODFPoleFigure2 3.42YT[19/12/31] by CR		
File Linear(absolute) Tool t Help InitSet BGMode Defocus Condition Free OverlapRevision MinimumMode Rp%		
Files select		
ASC(RINT-PC)		
Caleration Condition		
Previous Next C4tmp1¥A5052P¥N0.010¥ASC¥111-N0.010.ASC		
1.1.1 Change		
Backgroud delete mode Smoothing		
V 💿 DoubleMode 💿 SingleMo 💿 LowMode 💿 HighMode 💿 Nothing BG defocus DSH12mm+Schulz+HSHbmm 🔻 Minimum mo		
Peak slit 7.0 mm BG Slit 7.0 mm V PeakSlit / BGSlit BG Scope 80.0 deg. Set Disp		
0.0 Interporation → Full Disp		
AbsCalc		
Schulz reflection method Absorption coefficien 133.0 1/cm Thickness 0.2 cm 2Theta 38.34 deg. 1/Kt Profile		
Defocus file Select		
🖉 💿 Defocus(1) functions file 🛛 😰 C:¥tmp1¥A5052P¥Al-powder-random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT		
Make defocus function files by TXT2 Files V Standardize		
Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocu BB185mm Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)		
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) DSH12mm+Schulz+RSH5mm Search minimum Rp%(Cubic only) O 1/Ra Profile		
Smoothing for ADC		
ValueODFVF-B ValueODFVF-A		

最適化Rp%を指定して計算を行う。



簡易 Rp%が表示される。

Search Rp% (1,1,1) 2.38% -> 2.35% (2,0,0) 2.93% -> 2.92% (2,2,0) 4.14% -> 4.09% Filemake success!!

簡易 Rp%は ODF 解析を行った場合の再計算極点図と入力極点図の差異を表すパラメータ 計算は数回繰り返され、R p %の最適化が行われます。

最適化された DEFOCUS ファイルが、C:¥CTR¥work¥ODFPoleFigure2 に作成される。



Cancel	Calc	Exit&ODF	ODF
ValueODFVF-B		ValueODFV	F-A

MaterialのAliminumを選択

M PFtoODF3 8.16YT[15/12/31]	
File Option Symmetric Software Data	
Lattice constant	Initialize
Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) 7 - 0 (cubic)	getHKL<-Filename
a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.0 alfa 90.0 beta 90.0 gamm 90.0	AllFileSelect
PF Data	
SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens)) h,k,I 2Theta Alfa Area	AlfaS AlfaE Select
I11-NO010_chB02D2S_2.TXT 1,1,1 38.34 0.0->75.0	0.0 75.0 🔍
200-NO010_chB02D2S_2.TXT 2,0,0 44.56 0.0->75.0	0.0 75.0 🗸
220-NO010_chB02D2S_2.TXT 2,2,0 64.86 0.0->75.0	0.0 75.0 🗸

LaboTexを選択

M PFtoODF3 8.16YT[15/12/31]					
File	Opti				
		Outside text(Vector)			
		Inside text			
		*Labotex CW	iles)		
		Stadard ODF	alfa 90.0		
		Siemens			
		TexTools(txt)	a,b,intens.))		
		*TexTools(pol) CCW			
		TexTools(pol) CW			
		*popLA(RAW) CW			
		popLA(RAW) CCW			
		StandaradODF2.5			
		Bunge(PF)			
		MulTex(TD:beta=0)CCWTXT2			
		Labotex CCW			





ODF 解析結果から計算された再計算極点図



入力極点図と再計算極点図をExportしてLaboTexのRp%プロファイルを確認

LaboTexのRp%プロファイルをValueODFVFで確認

PF Export as	Text file		X
Job No :		Job01	
Sample :		5052P	
Select Data	to Export :		
5052P - CR 5052P - CR 5052P - CR 5052P - NI 5052P - NI 5052P - NI 5052P - RI 5052P - RI 5052P - RI 5052P - IN 5052P - IN	PF - 111 PF - 200 PF - 220 PF - 111 PF - 200 PF - 220 PF - 111 PF - 200 PF - 220 PF - 220 V - 100 V - 010 V - 001		
	OK	Cancel	



±1.5%以内なので、問題ありません。

このデータの善し悪しは、入力極点図の矛盾の在り無しで決まります。

結晶方位の定量(VolumeFraction計算)

LaboTexのVolumeFraction計算は、DataBaseに登録されている結晶方位から 含まれている可能性の高い順にlistが作成され表示されます。 例えば、手動で方位を決定するなら

Cube 方位では(001)[100]を入力すると、ODF,極点図上に+が表示される。





自動では、

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Demo Sample: 5052P Job:1

Crystal Symmetry	FStep 0.50							
Cubic)	Orthorhombic	5.0*5.	Diagram Range +/- 45.0					
100.0% Centre of Orientation	100.0%							
	··········							
0.50 <mark>FWHM Y1</mark> = 10.0	45.0 0.50	J FWHMΦ = 10.0 45	5.U U.5U FWHM Y2 = 10.0 45.U					
No Texture Component	Un Distributio	on FYHM (4 FYHM (4 FYHM (4	Praction Show Sym. Eq.					
1 {0 0 1}< 1 0 0> cube	🔄 🗹 🖾 Gauss	<u> </u>	35 <u>→</u> % { 0 0 1 }< 1 0 0 > cube ▼					
2 {0 1 3}< 1 0 0>	🚽 🗹 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	□17 🕂 🎖 🕞 Calculation Mode					
3 {1 1 0}< 1 -1 2> brass	🚽 🔽 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	10 🕂 % 💽 Automatic 🔿 Manual					
4 {1 1 2}< 1 1.1> copper	🚽 🗹 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	7 # %					
5 {1 1 0}< 0 0 1> goss	👻 🗹 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	6 芸 % Max. Iteration Number : 🚺 1,000 🛨					
6 {110} 1-11>	🚽 🗹 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	5 🖶 % Max. Fit Error % (*1000) : 100 🕂					
7 { 2 3 1 }< -3 4 -6 > S-4	🚽 🔽 Gauss	- 10.0 10.0 10.0	4 - %					
8 { 1 3 2}< 6 -4 3> S-1	Gauss	- 10.0 10.0 10.0	4 🚽 % Iteration :					
9 { 2 3 1 }< 3 -4 6 > S-2	Gauss	10.0 10.0 10.0	4 🚔 🐒 Fit Error% (*1000) :					
10 { 2 1 3}<-3 -6 4> S-3	Gauss	10.0 10.0 10.0	4 ÷ % Fit Calculation Progress					
✓ Max. Orientation Set Set from Database (sort by ✓ Save Current Set Linearity Background 4 %								
Change Initial Parameters Start Volume Fraction Calculation Exit Exit and Show								

可能性の高い結晶方位が表示されます。

Fitting 計算は、結晶方位位置を固定して、各 Euler 角度の半価幅と VolumeFraction を変えて 行われる。

計算終了は、繰り返し行い、表示されている結晶方位計算を FitError%の変化量が少なくなったら 打ち切る。

FitError%が安定した VolumeFraction

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Demo Sample:5052P Job:1									
Cryst	al Symmetry Sa	mple Symm	netry	Gr	id Cells for C)utput ODF	-	Step	0.50
Cubic)								45.0	
100.0%	Centre of Orientation	1	00.0%	Centre	Centre of Orientation			Centre of Orientation	— 🖵 🗖
					Δ.			▲	
Misfit Good					<u> </u>	1			
Diff.									1
	-45.0	45.0	-45.0			45.	.0 -45.	0	45.0
No	Texture Component	On	Distribution	FYHM 🍘	г₩нмФ	FWHM 🖗	Volume Fraction	Show Sym. Eq.	
1	{001}<100>cube	-	Gauss 👻	18.2	27.0	15.8	22 🕂 %	{001}<100> cut	e 🔻
2	{013}<100>		Gauss 👻	27.0	19.6	19.2	16 🕂 %	Calculation Mode	
3	{ 1 1 0 }< 1 -1 2 > brass		Gauss 👻	27.0	15.9	17.0	10 🕂 %	Automatic C	Manual
4	{ 1 1 2 }< 1 1 -1 > copper		Gauss 👻	21.5	20.9	24.7	10 🕂 %		
5	{1 1 0}< 0 0 1> goss		Gauss 👻	29.6	21.4	16.4	6 🗄 %	Max. Iteration Number :	1,000 📫
6	{1 1 0}{ 1 -1 1>		Gauss 👻	24.0	16.7	17.5	5 🕂 %	🗧 Max. Fit Error % (*1000) : 📘	100 ;
7	{ 2 3 1 }< -3 4 -6 > S-4		Gauss 💌	20.3	20.6	23.4	4 🕂 %	Iteration :	343
8	{1 3 2}< 6 -4 3> S-1		Gauss 👻	23.5	17.6	19.7	4 🕂 %	Fit Error% (*1000) -	57182
9	{ 2 3 1 }< 3 -4 6 > S-2	<u> </u>	Gauss 💌	26.7	21.1	22.7	4 🕂 %	- FitElioi%(1000).]	01102.
10	{ 2 1 3}<-3 -6 4> S-3	<u> </u>	Gauss 💌	21.0	19.6	20.4	8 🕂 %	Fit Calculation Pr	ogress
✓ Max. Orientation Set SET2 Save Current Set									
	Change Initial Par	ameters		Start Vo	olume Fractio	on Calculati	on	Exit	and Show

入力極点図から計算した ODF 図

VolumeFraction 結果から計算した ODF 図



入力極点図、再計算極点図、VolumeFractionから計算した ODF 図の順



VolumeFraction から計算した極点図に足りない方位

ValueODFVF で確認(表示を WaualEear(Alfa)に切り換えると更に良い結果になります)

極点図を等角度から等面積に切り換えて評価します。



{200} のRp%が大きな値になっています。



- (-5 2 -2)[-10 -12 13]を DataBase に追加して ValuneFraction 計算を行う。
- 計算は、前回途中結果を保存した SET2 に(-5 2 -2)[-10 -12 13]を追加して始める。

Juantita	ative And	alysis - Model Fund	tions r	letr	100 - Pr	oje	ct: Demo	sample::	0052P J0	D:1		
Crysta	al Symmetr <mark>)</mark> (Cu	yS	ample Sj Ori	ymm thorh	etry nombic		Gri	d Cells for (Dutput ODF	0	Ŧ	Step 0.50 Diagram Range +/- 45.0
100.0%		Centre of Orientation	1	10)0.0%		Centre :	of Orientatio	on	100.0%		Centre of Orientation
	0.50 <mark>F</mark>	WHM (%) = 10.0	4	5.0	0.5	i0	−J F¥HM⊈) = 10.0	45.	.0 0	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	FYHM % = 10.0 45.0
No	Τe	exture Component		On	Distribut	ion	FYHM 🖗	г₩нмФ	FWHM 🖗	Volume Fraction		Show Sym. Eq.
1	{001]	}< 1 0 0 ≻ cube	-	$\overline{\checkmark}$	Gauss	•	16.1	23.2	13.2	35 🕂	%	{-5 2-2}<-10-1213>
2	{013]	}< 1 0 0>	-	$\overline{\mathbf{v}}$	Gauss	•	23.9	18.6	18.5	17 🚊	%	Calculation Mode
3	{110]	}< 1 -1 2> brass	•	$\overline{ \checkmark }$	Gauss	•	25.4	15.8	16.9	10 🔅	%	Automatic C Manual
4	{112]	<pre>< 1 1.1 > copper</pre>	-	$\overline{\mathbf{v}}$	Gauss	•	21.4	21.0	24.6	7 🚊	%	
5	{110]	}< O O 1> goss	-	$\overline{\checkmark}$	Gauss	•	29.8	21.6	16.7	6	%	Max. Iteration Number : 🚺 1,000 📑
6	{110]	<u>}</u> ;1:11>	-	$\overline{\checkmark}$	Gauss	•	23.8	16.6	19.3	5 🗧	%	Max. Fit Error % (*1000) : 🛛 100 📑
7	{231	}< -3 4 -6 > S-4	-	$\overline{ \checkmark }$	Gauss	•	20.1	20.7	23.3	4	%	
8	{132	}< 6 -4 3≻S-1	-	$\overline{\checkmark}$	Gauss	•	23.1	17.9	16.1	4	%	Iteration :
9	{231	}< 3 -4 6≻S-2	-	•	Gauss	•	26.4	21.2	21.7	4	%	Fit Error% (*1000) :
10	{-5 2-2	}<-10 -12 13 >	-	◄	Gauss	•	10.0	10.0	10.0	4 *	%	Fit Calculation Progress
✓ Max. Orientation Set SET2 Save Current Set Background 4 %												
		Fix Initial Para	meters				Start Vo	lume Fracti	on Calculati	on		Exit Exit and Show

VolumeFraction 結果





(-52-2)[-10-1213]方位の追加で改良されているか確認する。



β Fiber のような連続的に変化している方位では少ない方位で全体を表す事はできません。 10個の方位で Fitting した結果です。

ValueODFVF で確認(表示を WaualEear(Alfa)に切り換える更に良い結果になります)



(-52-2)[-10-1213]方位の追加で、Rp%は9.0%->7.9%に改善されています。
(111)の極点図中心方向でのズレは、VolumeFractionで決められない方位が random と計算された
差異が表現されています。



S 方位は S4,S1,S2 の合計です。

マトメ

結晶方位の定量を行う場合、各処理毎に Error 評価を行い、Error が以上なら解析を打ち切る 事が必要です。

今回、Cube- β Fiberのアルミニウム解析を行ってみましたが、方位に広がりがあります。 β Fiberは連続的に方位が回転していると考えられ、固定した方位解析では全てを事は困難です。 特に、方位位置にずれがある場合では、非常に難しい作業になります。

