

方位解析シリーズ

# アルミニウム方位解析の注意点

2016年03月01日

*HelperTex Office*

## 概要

市販されているアルミニウムの圧延版は、C u b i cが主体の圧延版と $\beta$ ファイバーが発達した圧延版、そしてその中間的な圧延版が販売されています。

このような圧延版を方位解析から区別するには、正確な方位解析が必要です。

より正確に方位解析を行うとなれば、以下の重要な要素があります。

精度の良い光学系

長期間変化しない r a n d o m 試料

長期間変化しない標準試料

この要素により、**標準試料を何時測定して解析しても同一の方位解析結果が得られます。**

上記条件が満足している時、別のシステムで同一結果が得られるか

比較するためには、r a n d o m 試料と標準試料は同一でなければ比較できません。

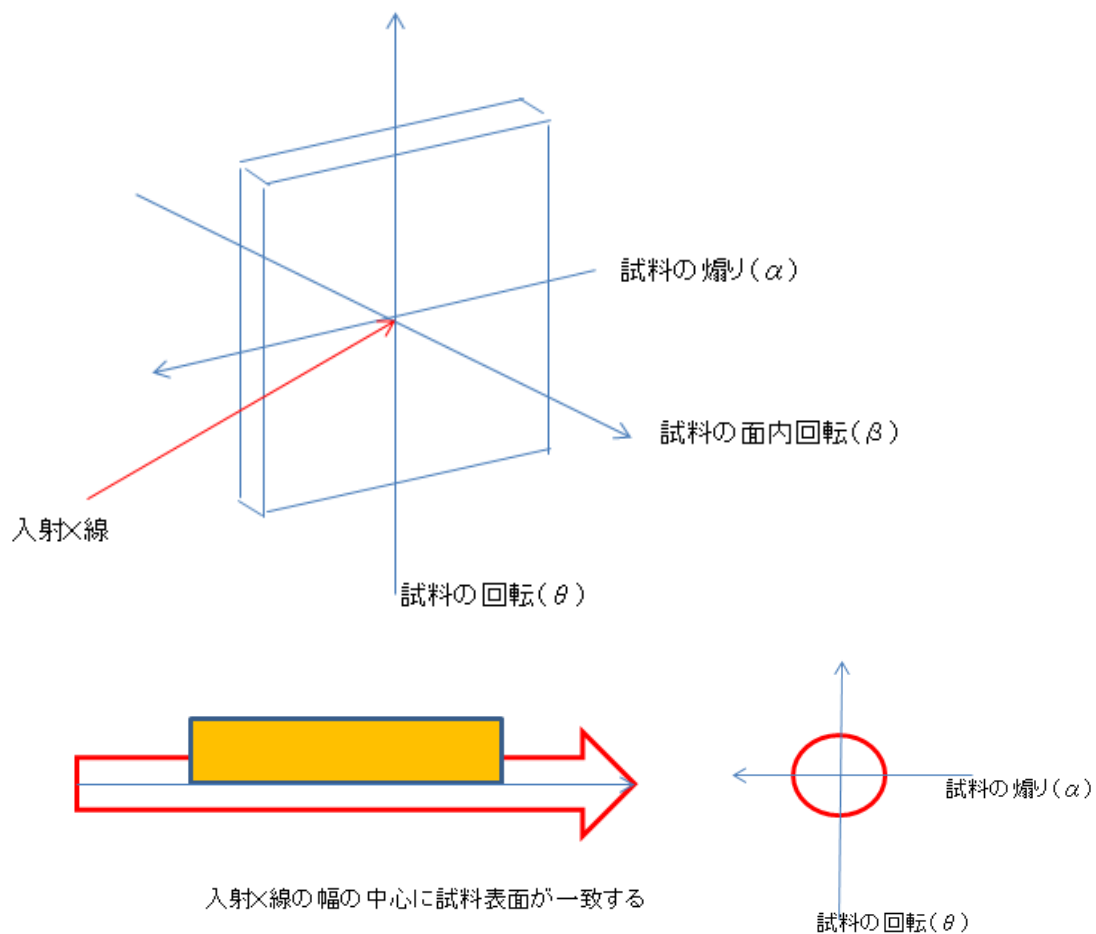
同一メーカーの同一装置でも、光学精度が良くなければ、同一結果は得られません。

## 光学的精度

極点測定の場合、入射ビームに対する試料の位置関係です。

通常、3方向の回転があり、3方向の回転中心が一致する交点に入射ビームのセンターが入射されていなければなりません。このずれがエラーとして測定データに畳み込まれます。

極微小なずれなら、r a n d o m 試料による d e f o c u s 補正でエラーが軽減出来ます。



## random方位とバックグラウンド

random方位は、極点図の全体に広がり極として検出されません。  
バックグラウンドもrandomと同様に極点図の全体に広がります。  
バックグラウンド測定しなければ、randomとバックグラウンドは区別できません。  
バックグラウンド測定なしで、バックグラウンド削除出来なく、若し行つたとすれば  
方位解析結果に表面上判断出来ない重大なエラーが発生します。  
必ず、バックグラウンド測定を行ってください。

## 光学系補正のための極点測定

random試料を用いて、極点測定とバックグラウンド測定を行います。  
測定データは履歴として登録し、過去のデータと比較して下さい。  
過去と異なる場合、光学精度の良い光学系とは言えなく、誤差の原因となります。

## 標準試料の極点測定

random試料を用いて、極点測定とバックグラウンド測定を行います。  
上記光学系補正の極点データで補正を行い、規格化した値を比較、方位解析結果を比較  
過去と異なる場合、random補正では吸収出来ないエラーが存在しています。

光学精度が確認出来たら、試料測定が行えます。  
しかし、個々に、エラー確認は行ってください。

このような事が解決済みとして以下を説明します。

本説明に使用しているソフトウェアを含む全てのCTRパッケージソフトウェアを一定期間評価して頂く  
が可能です。HelperTexサイトからご請求下さい。

CDROMで、CTRフルパッケージソフトウェア、説明書、技術資料を提供致します。

HelperTex Office

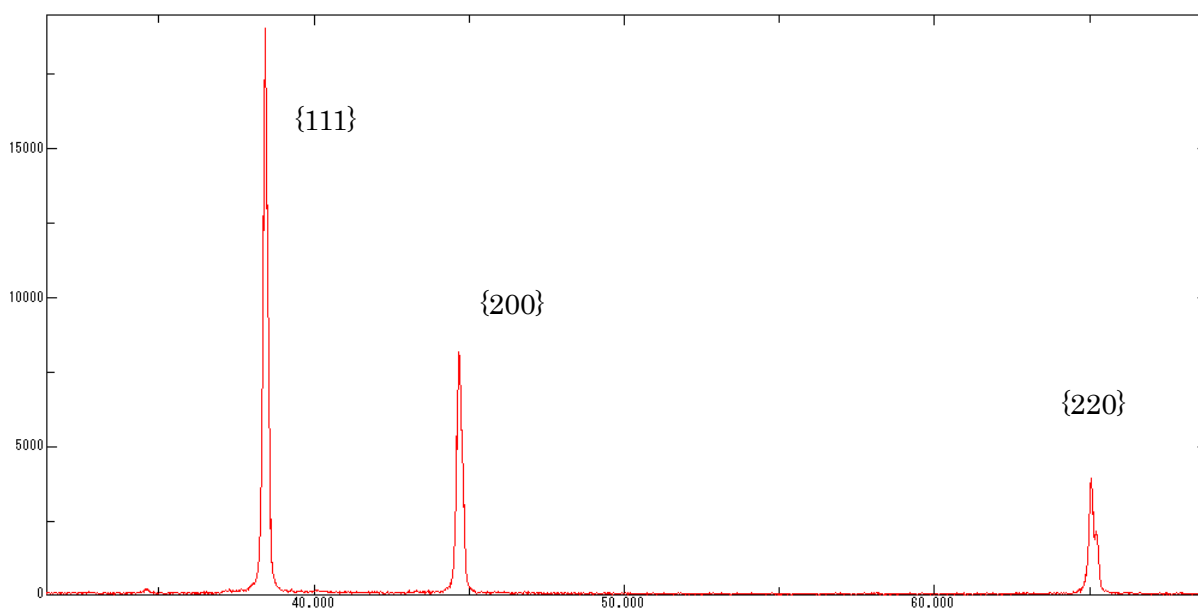
## 光学系補正 random測定

random試料は光学系補正の重要な要素です。

長期間安定している配向のないアルミニウムを用意して下さい。

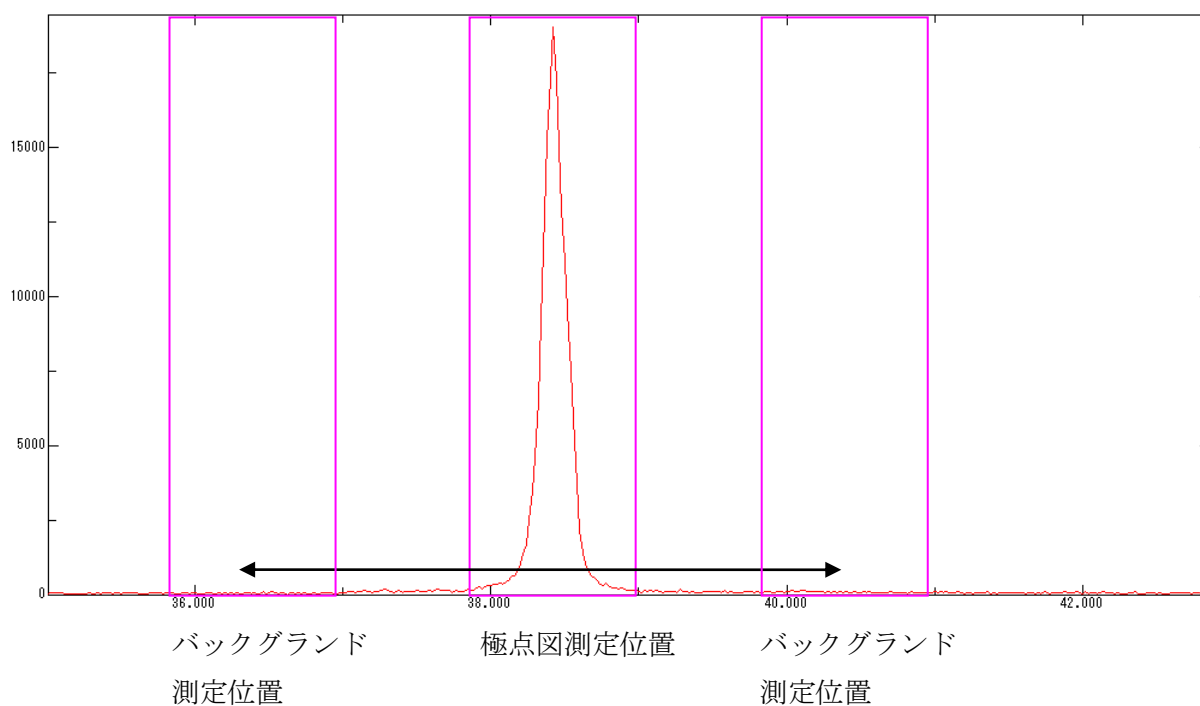
極点図を測定する光学系でプロファイルを測定して、測定位置とバックグラウンド位置を決定する。

アルミニウムの場合,{111},{200},{220}極点図を測定する



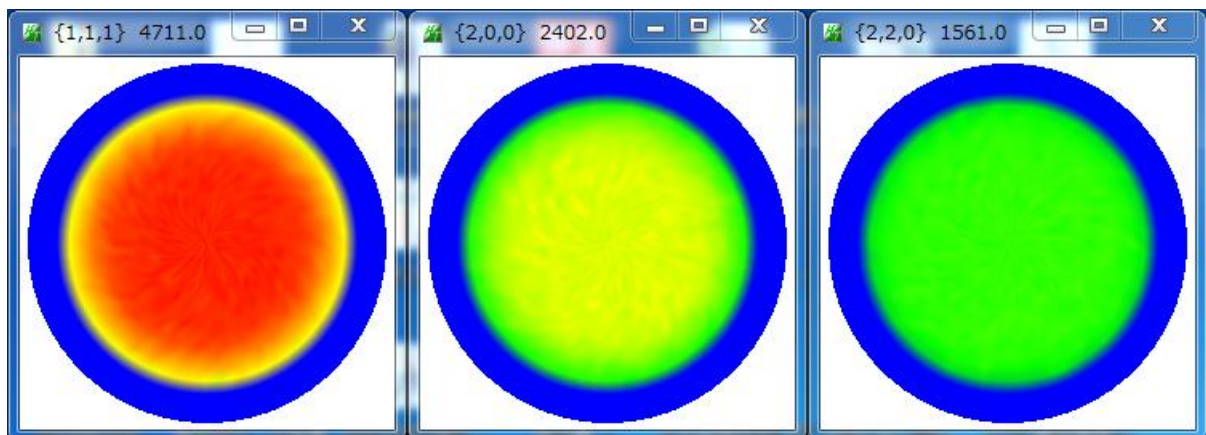
極点図測定では受光側スリットを広げて積分極度測定を行います。

バックグラウンド測定 2θ 角度は、極点図測定 2θ に対し±3度を測定します。

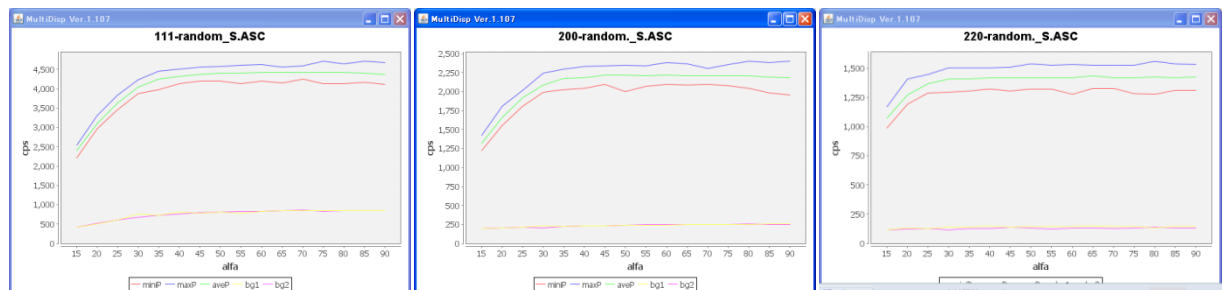


バックグラウンド強度はピーク強度に比べて弱いため、ピーク測定時間より長く測定すると変動小さく測定出来ます。

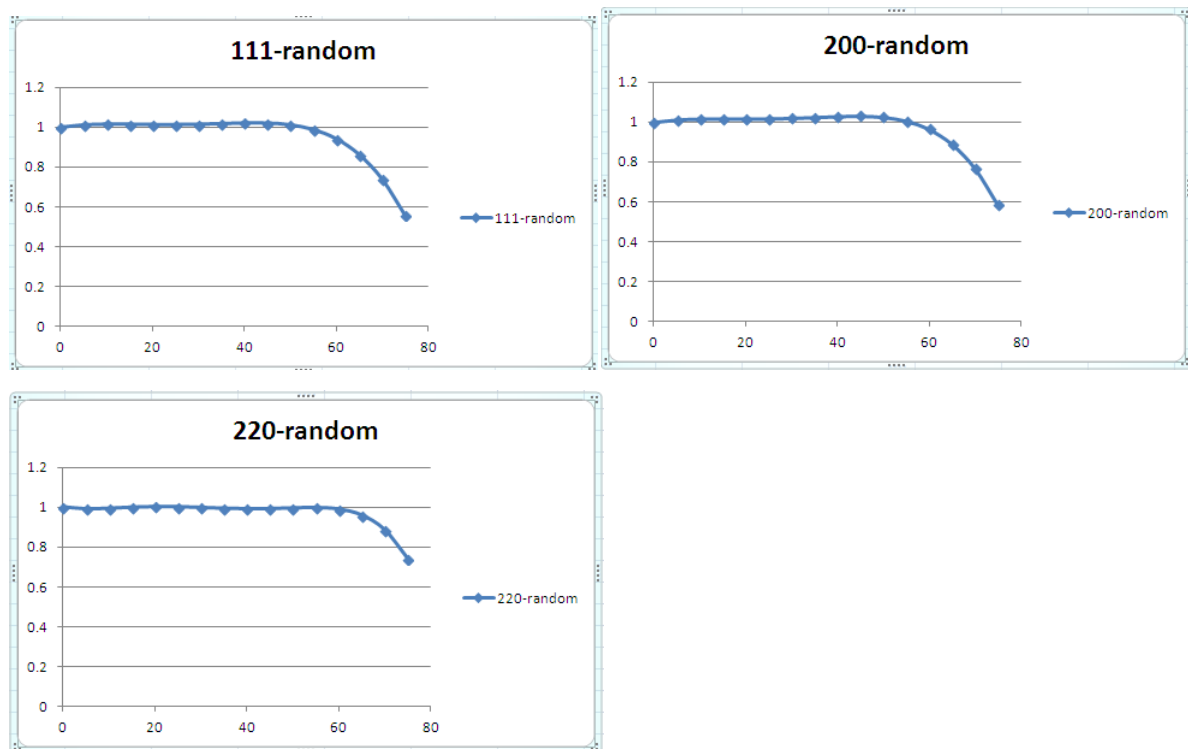
測定される極点図（相対強度で表示）



$\beta$  方向の平均値で、ピーク積分強度（最大、平均、最小、バックグラウンド）プロファイル



バックグラウンドを削除して多項式で近似する。

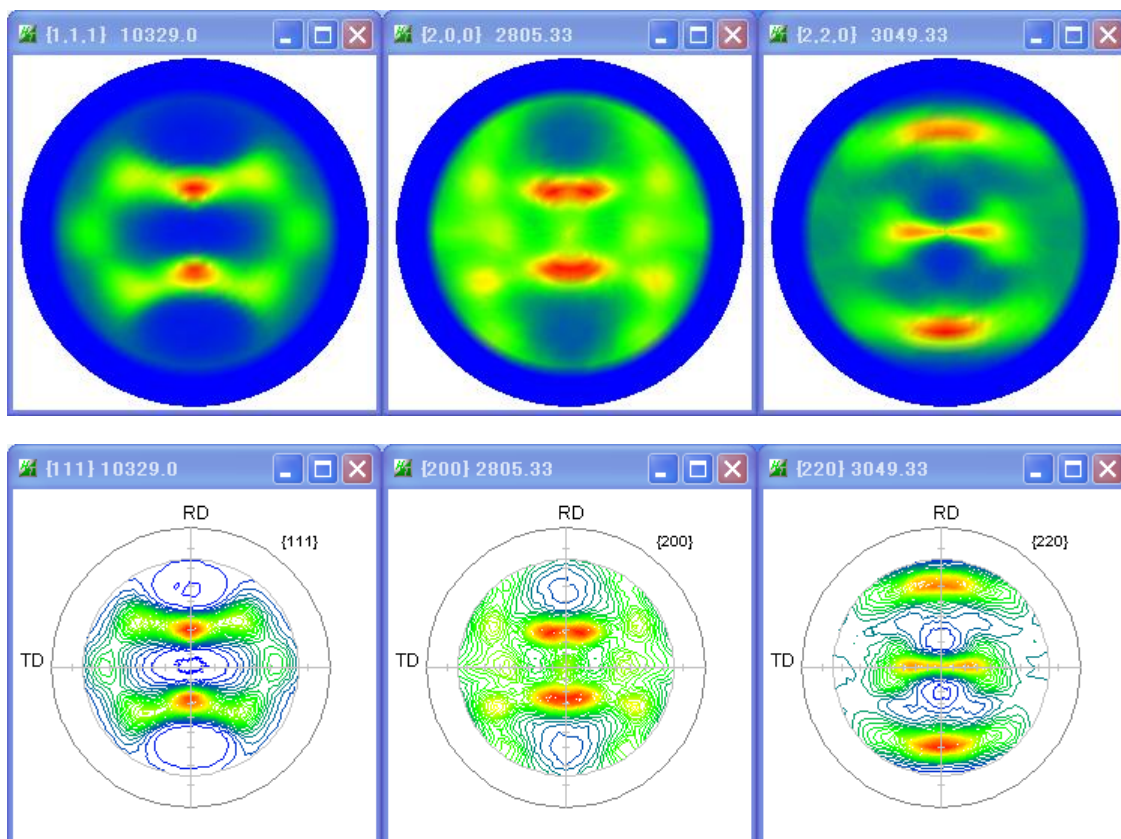


極点図の中心から外側に向かって強度が低下しています。

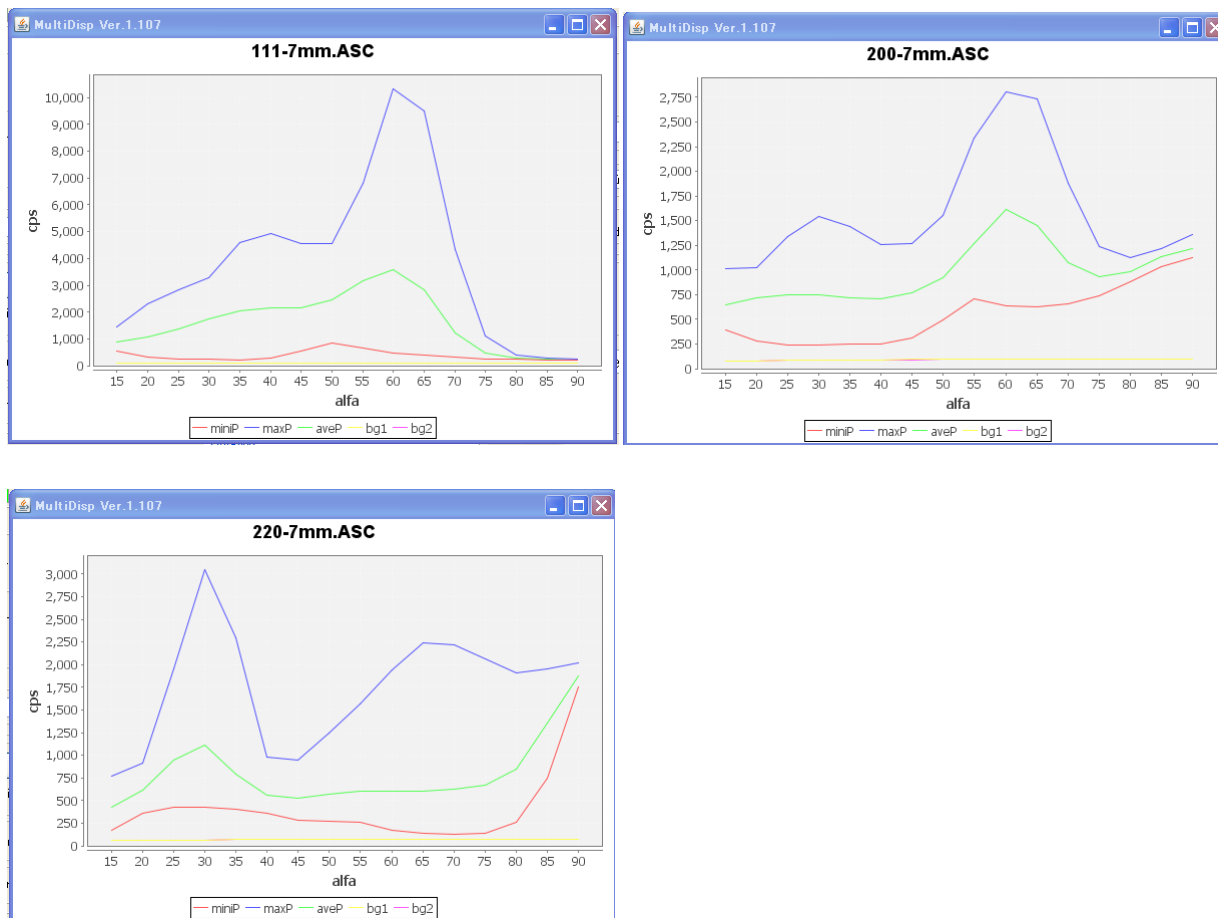
defocus 補正は、この曲線の逆数で補正します。

補正量が大きいのので、この値が安定しない光学系では再現性が悪くなります。

配向のある試料の測定(絶対強度で表示)



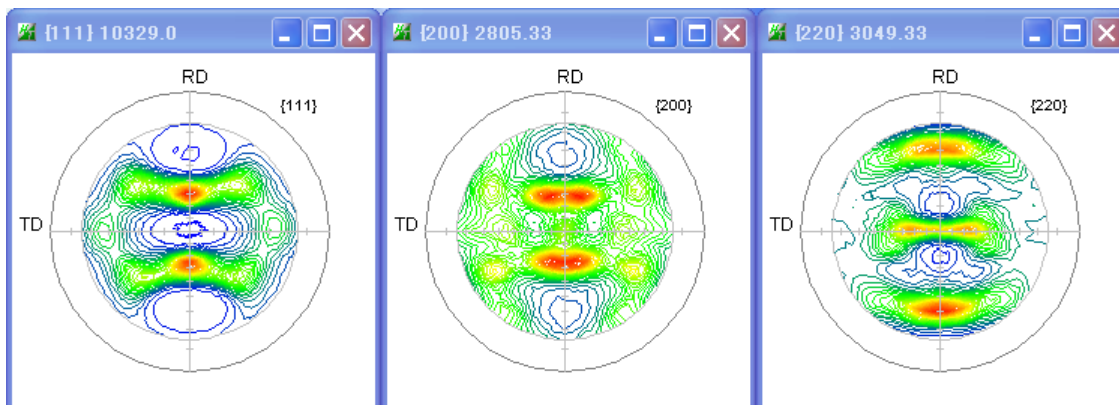
バックグラウンドの評価 (バックグラウンドが凸凹していない事を確認します)



若し、凸凹していたら、BGプロファイル補正を行います。

極点処理を行う。(バックグラウンド削除と d e f o c u s 補正)

入力データ



d e f o c u s 補正は R p % の最適化補正を行う。

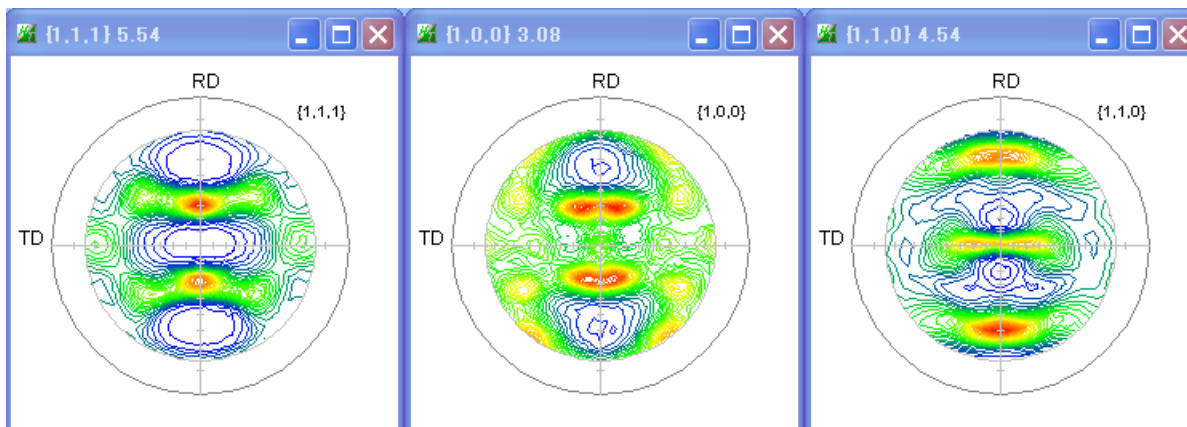
Defocus file Select

Defocus(1) functions file  W\*\アルミニウムの方位解析\*AI-powder-random#defocus#DEFOCUS\_F.TXT  
 Make defocus function files by TXT2 Files  Standardize

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

Search Rp% {1,1,1} 2.64% -> 2.51% {2,0,0} 3.88% -> 3.68% {2,2,0} 5.9% -> 5.83% Filemake success!!



入力極点図に比べ、極点図の外側で極密度がアップしている事が{100}極点図で確認出来ます。

R p % の最適化で、R p % が若干向上しています。

R p % とは、3つの極点図から想定される極点図を計算し、入力極点図と計算極点図の差を表します。

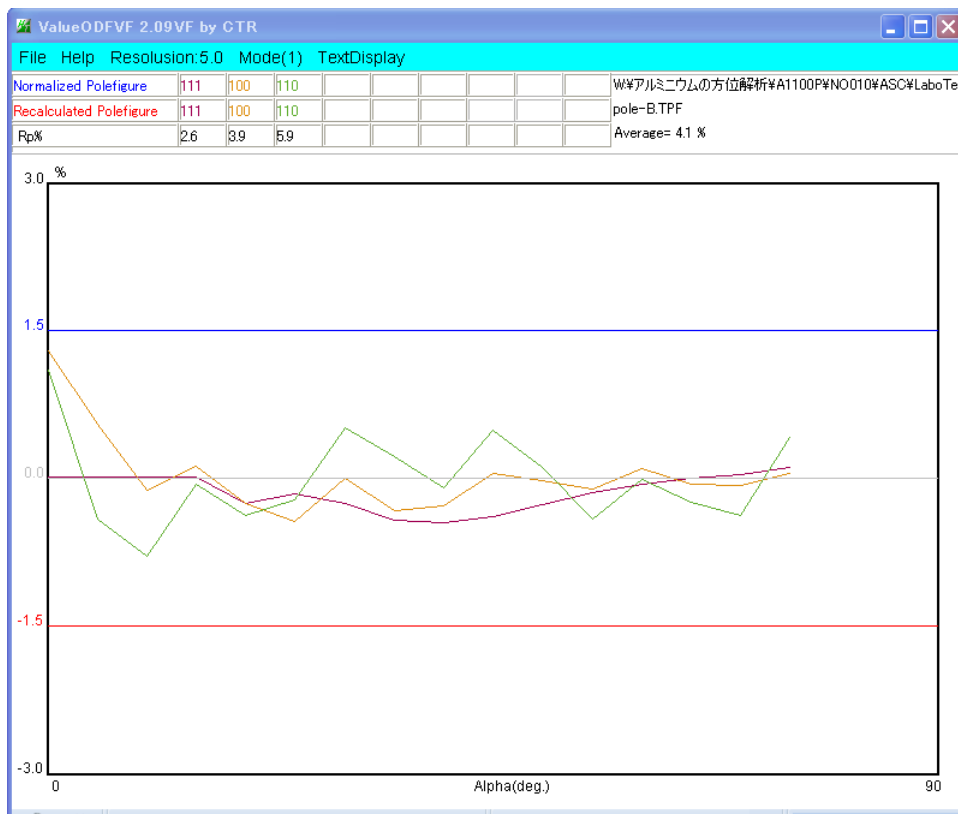
R p % が小さいほど、入力極点図の E r r o r が少ない事になり、光学系が評価も行えます。

R p % の最適化は V a l u e O D F V F で確認出来ます。

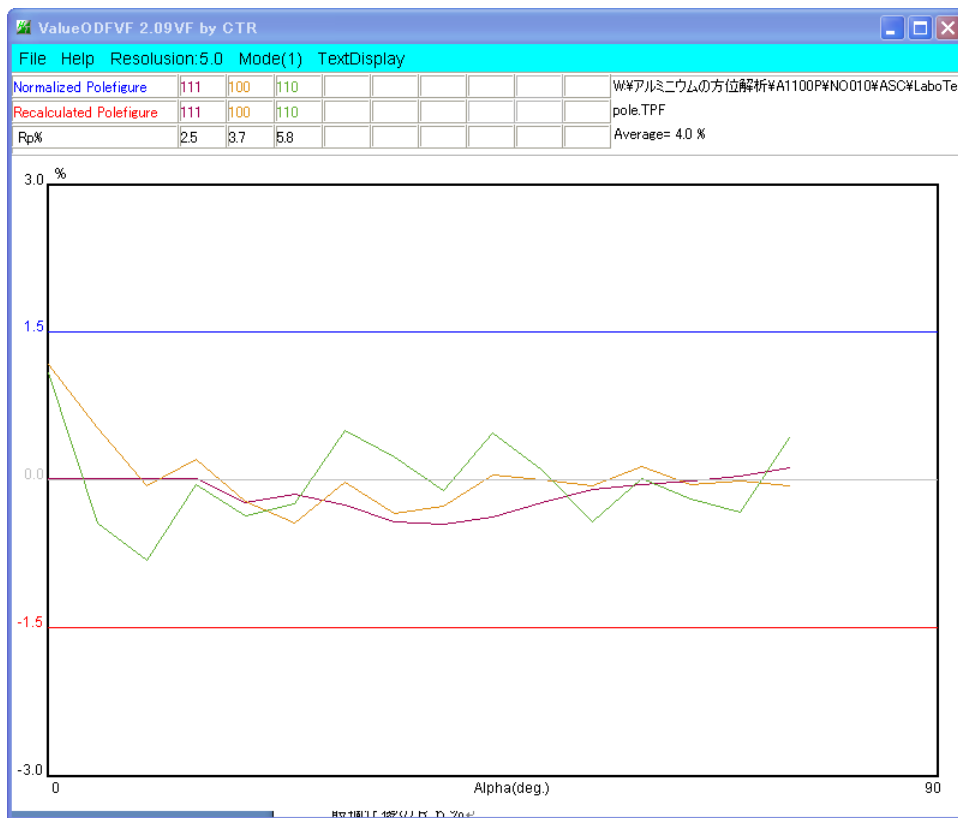
最適化なしの R p %

最適化後の R p %

## 最適化なしの R p %



## 最適化後の R p %



R p %の最適化で0. 1%の向上——> d e f o c u sエラーは少ないと評価されます。

ほぼ、正しい解析データと評価されます。

若し、プロファイルの右側がさがれば、d e f o c u s補正量が少ないことを表しています。

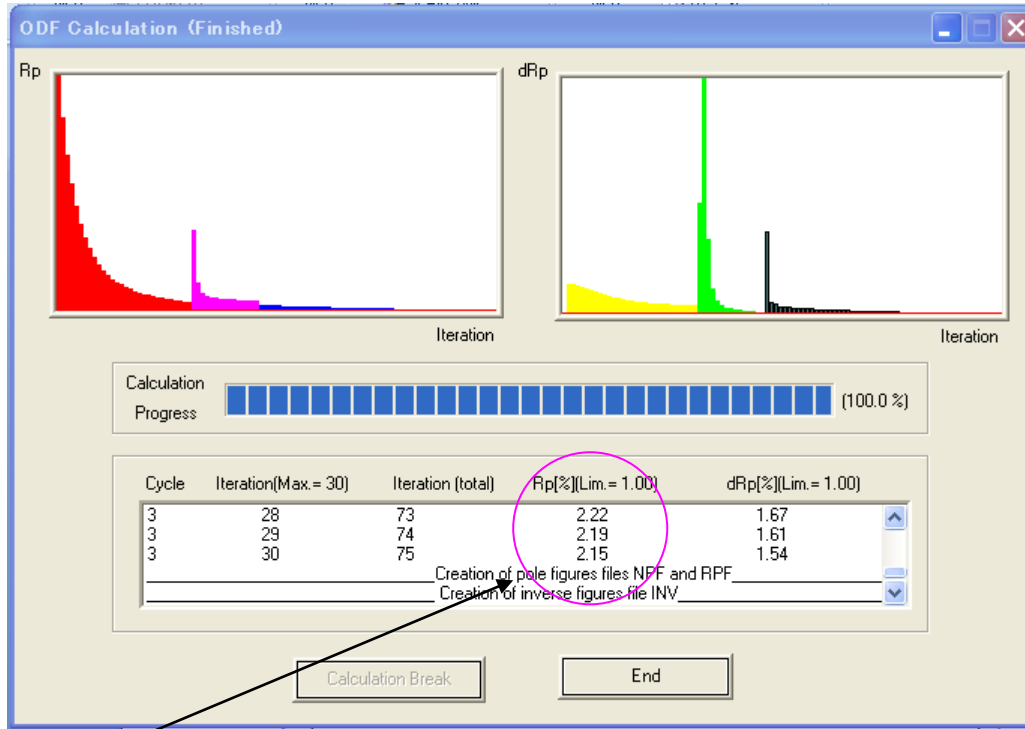
極密度の大きな極がある場合、

プロファイルに大きなピークが現れ、R p %が大きな値になるがE r r o rではありません。



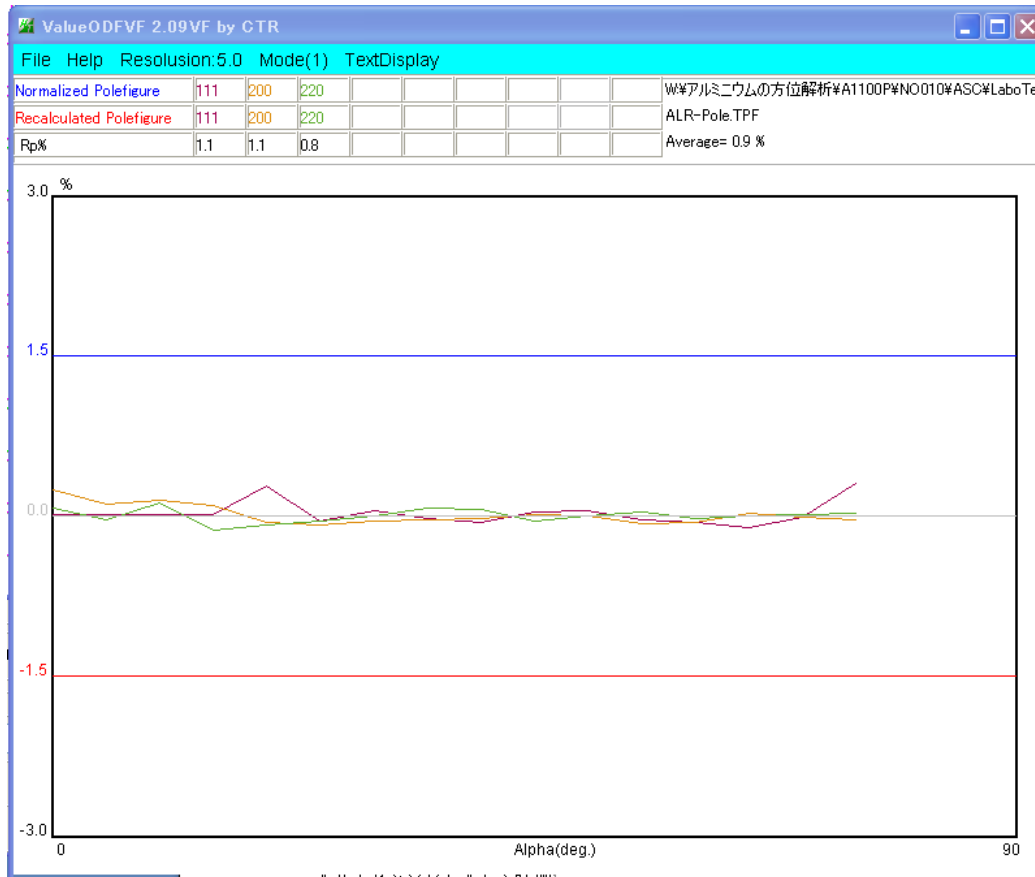
# ODF解析 (LaboTex)

LaboTexで1/4対称ODF解析時のRp%は2.15%



このRp%が大きい場合、ValueODFVFソフトウェアで理由を確認して下さい。

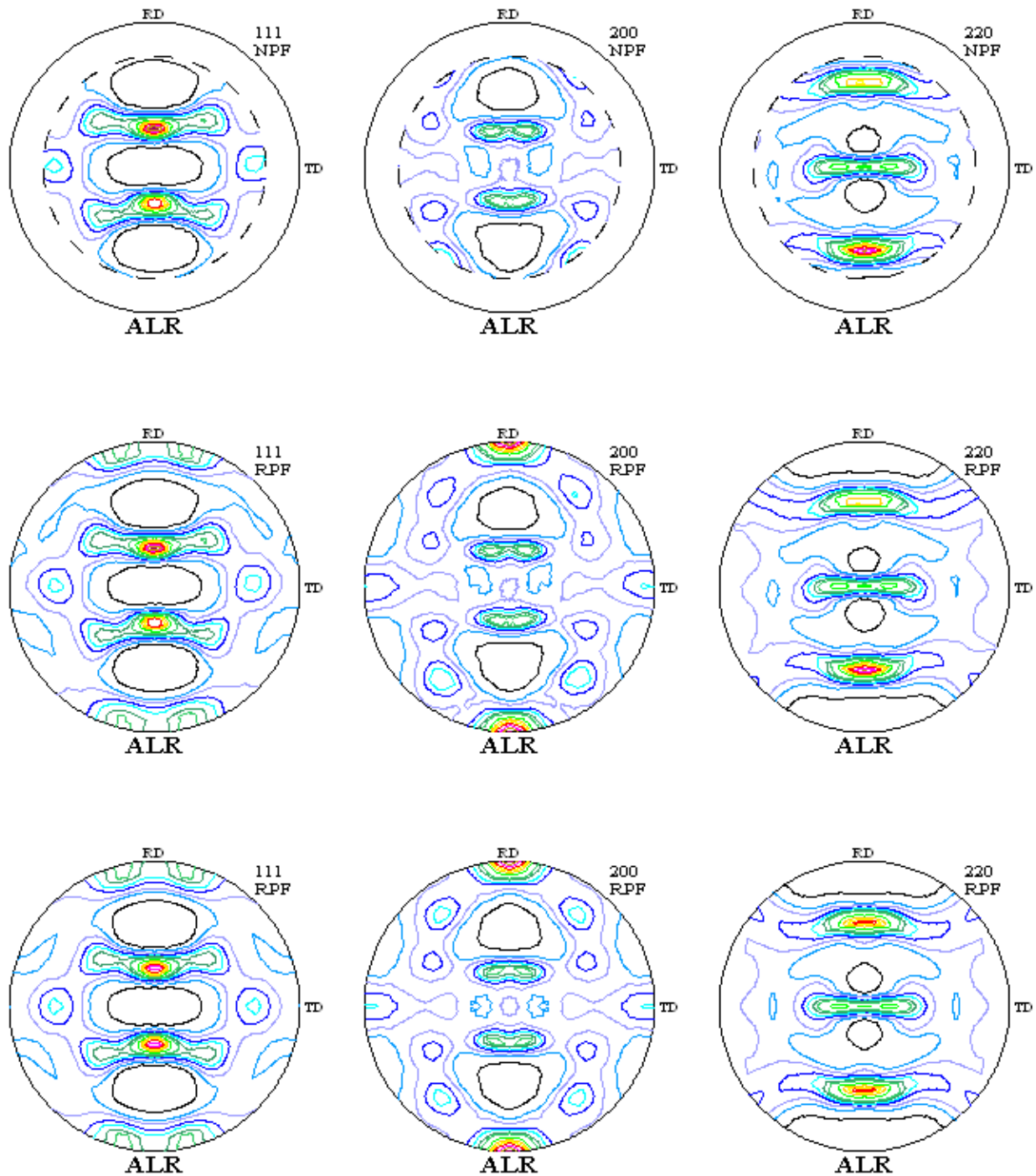
ValueODFVFで評価



極点解析時のRp%より少ないErrorで完全に解析されている事が分かります。ValueODFVFのRp%は、極点図の差が大きい部分の数値を比較するため、極点図の差が少ない部分は計算から除いています。

入力極点図と再計算極点図の比較

上段 入力極点図  
 中断 非対称 ODF 解析  
 下段 対称 ODF 解析

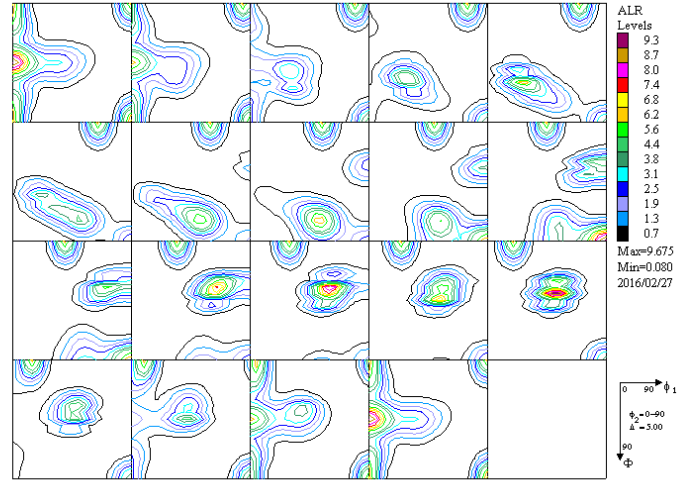
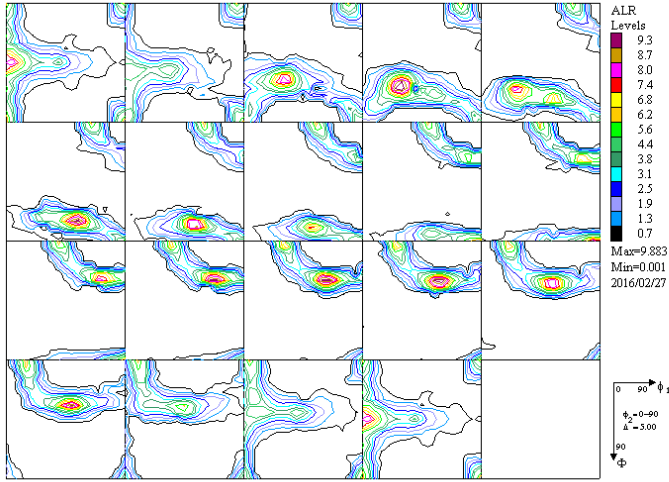


入力極点図は上下非対称で、非対称 ODF 解析では入力極点図と同一の極点図が得られています。

## 1 / 4 対称 ODF 解析と VolumeFraction

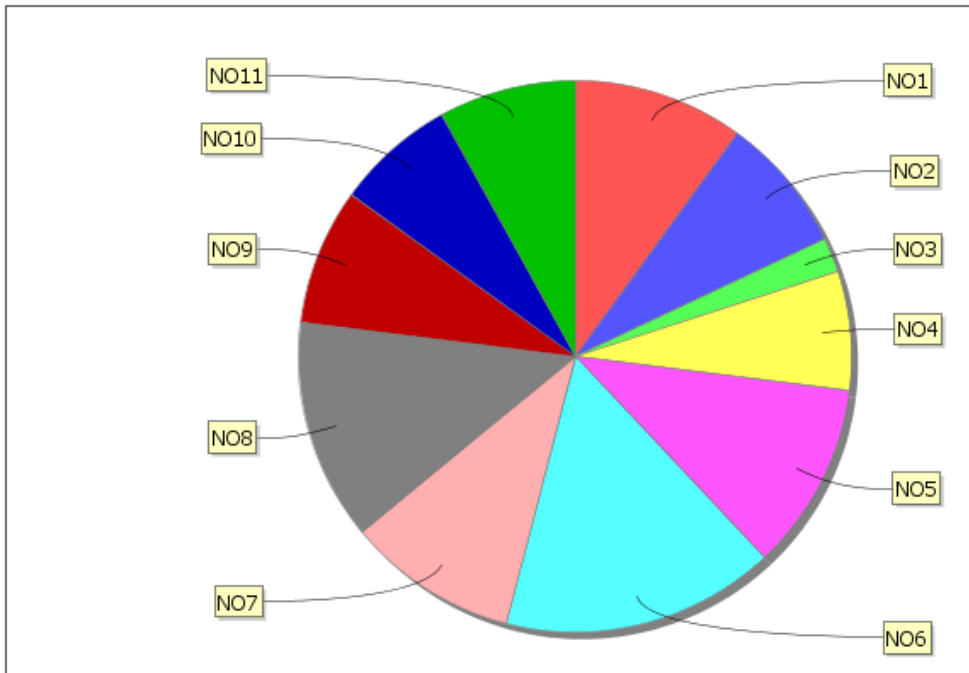
左側 入力極点図から 1 / 4 対称 ODF 解析結果

右側 1 / 4 対称 ODF 解析結果に対し VolumeFraction を計算した結果の ODF 図



## VolumeFraction 結果

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	10.0	26.7	19.5	13.1	{ 1 1 0 } K 0 0 1 > goss
2:	8.0	13.1	23.8	16.8	{ 0 0 1 } K 1 0 0 > cube
3:	2.0	21.8	20.3	20.4	{ 1 3 2 } K 6 -4 3 > S-1
4:	7.0	20.1	16.5	23.3	{ 2 3 1 } K 3 -4 6 > S-2
5:	11.0	26.2	17.1	23.2	{ 2 3 1 } K -3 4 -6 > S-4
6:	16.0	18.2	19.1	20.0	{ 2 1 3 } K -3 -6 4 > S-3
7:	10.0	22.3	19.1	20.0	{ 0 1 3 } K 1 0 0 >
8:	13.0	34.5	21.6	19.1	{ 1 1 0 } K 1 -1 2 > brass
9:	8.0	21.6	19.7	22.5	{ 1 1 2 } K 1 1 -1 > copper
10:	7.0	19.9	20.4	21.4	{ 1 2 3 } K 4 1 -2 >
11:	8.00	Background Volume Fraction			



VolumeFraction 解析では登録されている結晶方位の定量で、登録データが少ない場合測定された ODF 図と同じ ODF 図は作成できません。

登録数を増やして定量する事になりますが、同時に定量出来る数の問題があります。

## まとめ

極点測定やODF解析を行う場合、Error評価が重要です。

正確な光学系補正を行い、配向のある材料を評価する場合、その都度Error評価して報告書作成を行う事が望ましいと思われます。

最初に光学系の安定性を評価するために、何度か光学系の組み付け、調整を行い

random試料と標準試料の測定からError評価してみてください。

このErrorには、random試料のErrorも含まれています。

測定データの検証が重要になると思われます。