LaboTexによる結晶方位解析方法

測定データのError評価

VolumeFraction結果のError評価

ODF図平滑化

表示されているODF図を平滑化することは出来ますが、5度間隔等に規格化されている データを平滑化すると、内部に歪が発生する為、平滑化以降のデータ処理は不向き 表示のみに使用するのであれば問題ありません。

平滑化以降もデータ処理を行うのであれば、再計算極点図を Export し、平滑化を行い、 再度 ODF に読み込み処理してください。

不完全極点図の平滑化は問題があるので、完全極点図による平滑化を説明

(極点図の平滑化はどのODFでも同様に扱えます)

極点測定データからODF図を得る事は簡単ですが、その解析にErrorは含まれていませんか?

2017年10月20日 *HelperTex Office* 極点図から結晶方位の定量を行なう場合、重要なのはバックグランド測定とdefocus補正用の データである。本資料ではバックグランドの測定方法、defocus測定方法、極点処理、 LaboTexの解析方法を既述する。

測定

バックグランドは、ピーク強度より低く、統計変動を受け易い為、十分な強度が得られる時間で
 計測する。通常は、1点の極点測定時間の5倍程度で測定を行う。
 バックグランドの変動は、極点解析結果に影響します。
 解析時、バックグランドの変動を確認してください。・

defocusファイルの作成

d e f o c u s 測定用試料は被検試料と同じバルク材の無配向試料で行います 粉末で行うとパッキングファクターの違いで補正結果の極密度が異なって解析されます。 しかし、ODF結果では、バルク材と同一の結果が得られます。 本資料では粉末試料によるd e f o c u s ファイルを作成し、補正を行います。

| 📓 {1.1.1]4711.0 | 🗖 🗖 🔯 🦉 (2,0,0)2402.0 | 💶 🗖 🔀 🎽 {2,2,0}1561.0 | | |
|---------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|---|
| | | | | |
| 📓 ODFPolefigure1.5 1 | .385KT[18/03/31] by CTR | | | 🛛 |
| File Linear(3D) Too | IKit Help InitSet Rp% Minumum | | | |
| Files select ASC(RINT-PC) | 111-random_S.ASC 200-random_ | S.ASC 220-random_S.ASC | | |
| Calcration Condition Previous Next | C:¥CTR¥DATA¥AI-powder-random¥111- | random_S.ASC | hkl 1,1,1 Ohange C | ng(for ADC) ycles 2 V Weight 15 V Disp |
| Backgroud delete mode DoubleMode | ◯ SingleMode ◯ LowMode ◯ H | HighMode 🔿 Nothing 🔿 Minimum(c | β) Set Disp | Interporation V Full Disp |
| AbsCalc Schulz reflection r | nethod Abs | sorption coefficien 1.0 1/cm | Thickness 1.0 cm 2Theta | 38.44 deg. 1/Kt Profile |
| -Defocus file Select | rmalization TXT2 | | TextDisp 💿 1/Ra Profile | Limit Alfa Defocus valueFree(LimitValue |
| -Normalization CenterDat | e OutFiles Asc O Ras O TXT2 O | TXT Search minimum EqualAngleRp%(| Subic only) ValueODF-B ValuODF-A | Cancel Calc ODF File |
| | | | | |

バックグランドデータの確認



バックグランドのみ削除します。

| Backgroud defete mode | O HighMode O Minimum(α, β) Set Disp |
|---|--|
| AbsCalc Schulz reflection method | Absorption coefficien 1.0 1/cm Thickness 1.0 cm 2Theta 38.44 deg. O1/Kt |
| Defocus file Select | TextDisp 💿 1/Ra Profile Limit Alfa Defocus value Free(L |
| Normalization Center Data- OutFiles CTR Average Asc Ras TXT | C TXT Search minimum EqualAngleRp/%(Cubic only) ValueODF-B ValuODF-A Cancel Calc |
| | |

処理を実行

処理結果のTXT2ファイルを選択し、defocusファイルを作成

| MODFPolefigure1.5 1.38SKT[18/03/31] by CTR | <u>ی ا</u> |
|--|---|
| File Linear(3D) ToolKit Help InitSet Rp% Minu | 参照: 🗀 Al-powder-random |
| Files select ASC(RINT-PC) Classific Condition | defocus Alignment of the second sec |
| Previous Next C:¥CTR¥DATA¥AI-powder-rand | 最近使ったファ イル 200-random_S_chB0_2 220-random_S_chB0_2 |
| Backgroud delete mode | デスクトップ |
| AbsCalc Schulz reflection method | |
| Defocus file Select | 71 F#132 |
| TXT2ファイルを選択すると、defoc | usファイルが登録されます。 |
| Defocus file Select | |
| Normalization TXT2 | D:¥CTR¥DATA¥AI-powder-random¥defocus¥DEFOCUS_NOTNORM_F.T) |

配向試料の極点処理

| File Linear(D) ToolKit Help InitSe Rp% Minumum |
|---|
| Files select ASC(RINT_C) V C 111-OSC ASC 200-OSC ASC 220-OSC ASC |
| -Calcrativ Condition Prinous Next C#CTR#DATA#ODFPoleFigure#111-OSC.ASC hkl Cycles 2 Veight 15 V Disp |
| Bargroud delete mode |
| AbsCalo |
| |
| CorrealizationCenterData |
| CTR Average Asc O Ras O TXT2 O TXT Search minimum EqualAngleRpX(Cubic only) ValueODF-B ValuODF-A Cancel Calc ODF File |
| |
| |
| |
| |
| Normalization CenterData OutFiles |
| CTR Average Asc Ras O TXT2 TXT Search minimum E |
| |
| (1,1,1) 6.09% -> 2.66% (2,0,0) 4.43% -> 3.84% (2,2,0) 5.0% -> 3.04% |
| |
| (1,1,1) 6.09% -> 2.66% (2,0,0) 4.43% -> 3.84% (2,2,0) 5.0% -> 3.04% |
| 💯 {1,1,1]4.37 📃 🗙 💯 {2,0,0]9.98 📃 🗙 💯 {2,2,0]3.47 = |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |

Contract Contract

10 m

RD補正、バックグランド除去、defocus補正を行う。(平滑化は通常行わない)

測定データのError確認



LaboTex向けファイルの作成

Rp%の最適化で測定データのErrorが5.1%から3.1%に改善されます。

この計算は時間がかかります。

光学系の変更、defocus測定を行った後必ず確認してください。

LaboTex入力ファイルの作成

OptionでLaboTexCWを選択

物質を選択し、格子定数を特定します。

| PFtoODF3 8.29SKT[18/03/31 |] by CTR | | | | | | |
|--|-------------------------------|---------------|-----------|-------------|-----------|----------|------------|
| File Option Symmetric Softwa | are Data Help | | | | | | |
| Outside text(Vector) | | | |] | Initializ | e | |
| Inside text | | | | | | | Start |
| *Labotex CW | Schoenfiles) 7 | - O (cubic) | | ~ | ⊙ ge | etHKL<-I | Filename |
| Stadard ODF | 1.0 alpha 90.0 | beta 90. | 0 gam | m 90.0 | | AllFile | Select |
| Siemens | | | | | | | |
| TexTools(bt) |),TXT2(a,b,intens.)) | h,k,l | 2Theta | Alpha scope | AlphaS | AlphaE | Select |
| *TexTools(pol) CCW | . <u>.</u> | 1,1,1 | 0.0 | 0.0->75.0 | 0.0 | 75.0 | |
| TexTools(pol) CW | л | 2,0,0 | 0.0 | 0.0->75.0 | 0.0 | 75.0 | |
| *popLA(RAW)CCW | π | 2,2,0 | 0.0 | 0.0->75.0 | 0.0 | 75.0 | |
| popLA(RAW)CW | | 2,1,0 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| StandaradODF2.5 | | 2,1,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| Bunge(PF) MulTex(TD:beta=0)CCW/TXT2 | | 3,1,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| Labotex COW | Labotex CCW | | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| 2 | - | 3,3,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| | | 4,2,2 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| | | 5,1,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| | | 5,2,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| | | 5,3,1 | 0.0 | | 0.0 | 0.0 | |
| | | 0 D G 000 0 | CO 1 0000 | | | | |
| | 5_2.TAT 200-030_cnR08003 | 5_2.171 220-0 | OC_CHRUBU | -Labotex(FF | P) nonl A | A(RAW) (| filename — |
| Symmetric type Full | Average Epf file save newtest | | | | | | |
| | | | 1 | | | | |
| | | | | | | | |
| ch以降の英数字でRD補 | 正、バックグランド、 | d e f o | cu s | 疑似規格化 | が行れ | っれてい | いる事が分 |
| | EPFファイ | ル名を入 | カし実行 | | | | |
| TextDisplay 1.13S C:¥CTR¥DATA | ODFPoleFigure¥LaboTex | ¥CW¥newtes | t.epf | | | | |

ます。

111-OSC_chR0B0DS_2.TXT 200-OSC_chR0B0DS_2.TXT 220-OSC_chR0B0DS_2.TXT

Structure Code a b c alfa beta gamma 7 1.0 1.0 1.0 90.0 90.0 90.0 3 2Theta alf-s alf-e d-alf bet-s bet-e d-bet index HKL P/B 0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 1 1 1 1 0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 0 0 1 0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 2 0 1 0.431877 0.431877 0.431877 0.431877 0.431877 0.431877 0.431877

User名

複数の人が操作する場合、User名を入力、あるいは選択

| Choose | User or Re | egister New Oser 🛛 💌 |
|---|------------|----------------------|
| Choose User P-M PP-Y PP ptest RINT | ^ | Add New User |
| | OK | Cancel |

新しい解析を始める



EPFを選択、作成されたファイルを選択、Project 名入力、サンプル名を確認、defocus を外し、計算開始

データ作成領域

O-Cubic(結晶系)

C:¥LaboTex2¥USER¥ CTR.LAB¥ O-Cubic¥ TEST.LAB¥newtest¥

User 名



入力極点図の Error 状態を確認するには、極点図を Export する。

入力極点図と再計算極点図



極点図の Export

ValueODFVF で評価



評価

Rp%

Recalculated Polefigure

111

2.2

200

2.0

220

2.1

プロファイルが±1.5%以内で、各極点図毎にErrorは均等で良い解析結果が得られています。 Cube方位の場合、{200} 極点図の中心付近データが異なる事があります。 大きく異なる場合は、等角度評価ではなく、等面積評価で確認する。

Average= 2.1 %

結晶方位の定量(VokumeFraction)



FitError が安定するまで計算を行い、ExutandShow で終了

VolumeFraction 結果

入力極点図から計算した ODF 図

VolumeFraction から計算した ODF 図

▲ + D 2 ● 32 X B ● 7 Ⅲ S Ⅲ E □ ↓ V J ▲ 5 № A R 0 i ▲ 2D 3D € # CFF NFR RFF RFI INV OOF J1 J2 P, P, P, Φ



上段極点図、ODFから計算したODF図、下段極点図、VolumeFractionから計算した再々極点図 入力極点図から計算されたODF図にはrandom成分は認められないが、 VolumeaFraction結果では他の成分が50%近くある事が分かります。





再々極点図の Export

| PF Export | as Text file 📃 💌 |
|--|------------------|
| Job No : | Job02 |
| Sample : | newtest |
| Select Data to Export : | |
| newtest - APF - 111 newtest - APF - 200 | |
| newtest - APF - 220 | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| J | |
| ОК | Cancel |
| | |

VolumeFraction のError評価

再計算極点図と再々極点図の差を表示





プロファイルが±1.5%以内であり、VolumeFraction結果は良好である事が確認出来ます。



VolumeFraction のバックグランドはその他の方位(random を含みます)

ODF 図で確認



入力極点図から計算した ODF 図の最小結晶方位は randomn レベルですが、 VolumeFraction から計算した最小結晶方位が0.067->0.526に変わっています。 VolumeFraction に含まれない方位が多数ある事が分かります。 LaboTexやTexToolsのような直接法ではrandomレベルが見えますが ゴーストの多い解析法ではrandomレベルはゴーストの影響を受けます。

解析された ODF 図を Export して各種解析

| File | Edit View Calculation Analysis | M | odelling | Help |
|------|--|---|----------|---|
| | New Sample/Project Open Sample Change/New User | | | |
| | ODF Export | • | OD | OF Export (Phi 1 Section) |
| | PF Export | | 00 | OF Export (Phi 2 Section) |
| | EPF/PPF/COR/POW/SOR Export | | OE | OF Export (Phi 1, Phi 2, Phi, Odf) Basic area |
| | Print Print Setup | | OE | OF Export(Phi1,Phi2,Phi) Full range |
| | Crystal Symmetry Recent Sample | • | | |
| | Exit | | | |
| | | | | |

結晶方位の特定

マウスカーソルの動きに同期して結晶方位の計算を行う

+がマウスクリック位置 赤丸は整数化した結晶方位から計算された e u l e r 角度位置





結晶方位 Euler 角度位置の結晶方位

Euler 角度±5度以内の最大結晶方位

| ł | <u>24</u> | | TextDisp | TextDisplay 1.13S C:¥CTR¥work¥ODFDisplay¥ODF.txt | | | | | |
|----|-----------------------|------------|----------|--|---------|------|------|------|------|
| | File Help | | • | | | | | | |
| ÷. | Orientation | φ1 | Φ | φ2 | ODF | nφ1 | nΦ | nφ2 | nODF |
| | {0 0 1}<1 0 0> cube | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 26.45 | | | | |
| t. | {0 1 3}<1 0 0> | 0.0 | 18.43 | 0.0 | 4.73 | 0.0 | 15.0 | 0.0 | 5.67 |
| | {0 0 1}<2 -1 0> CH | 26.57 | 0.0 | 0.0 | 4.51 | 20.0 | 0.0 | 0.0 | 4.97 |
| t. | {0 1 2}<1 0 0> Q1 | 0.0 | 26.57 | 0.0 | 2.92 | 0.0 | 20.0 | 0.0 | 4.73 |
| | {1 1 4}<-1 -7 2> | 54.74 | 19.47 | 45.0 | 1.16 | 50.0 | 15.0 | 45.0 | 4.24 |
| ÷ | {0 1 1}<1 0 0> Goss | 0.0 | 45.0 | 0.0 | 3.85 | 0.0 | 40.0 | 0.0 | 4.19 |
| | {0 0 1}<1 -1 0> RW(H) | 45.0 | 0.0 | 0.0 | 1.96 | 50.0 | 0.0 | 5.0 | 2.7 |
| | {0 1 1}<2 -5 5> | 74.21 | 45.0 | 0.0 | 1.68 | 70.0 | 40.0 | 0.0 | 2.34 |
| 1 | {1 1 0}<1 -1 1> P | 35.26 | 90.0 | 45.0 | 1.11 | 30.0 | 90.0 | 40.0 | 2.04 |
| ł. | MAXODF=26.45 | MINIODF=0. | 07 | (Weight=0 C | ycle=1) | | | | |

結晶方位は標準的な euler 角度位置でなく、ずれる傾向があります。

Fiber

Fiber位置(Euler角度)付近の最大値をトレースする事が必要です。 FCCでは、 $\alpha - f$ iberと $\beta - f$ iberが表示出来ます。





入力極点図から計算したODFによる β -FiberとVokumeFraction結果の β -fiber比較



このような比較は6試料のODF図まで可能

ODF結果には他の成分も認められますが、VolumeFraction結果では 全てrandomとして計算されています。

ODF図の平滑化

Exportした極点図を平滑化し、再度ODF解析を行う。

極点図の平滑化は、GPPoleDisplay で行うため Export ファイルを MakePolefile で TXT2 に変換

| <u>#</u> | MakePoleFile 1.75ST[18/03/31] by CTR | х |
|---|---|----------|
| File Help | | |
| File | Labo Lex(Recaic or Additional Pole Figure(*. LPF)) | |
| Exit | LaboTex(Recalc or Additional PoleFigure(*TPF))-Reversal | |
| 再計 | +算極点図を選択して TCT2 に変換 | |
| <u>14</u> | MakePoleFile 1.75ST[18/03/31] by CTR – | × |
| File Help | <u>ه</u> | |
| SelectFile C:\CTR\DA Step Angles 5.1 Out Filename PoleFigureCente C:\CTR\DA | ATA\ODFPoleFigure\LaboTex\CW\newtest.TPF Odeg Material Al er : 90 • TXT2 • TXT • Asc • Ras TA\ODFPoleFigure\LaboTex\CW\200_labotexCV | |
| OK NextSe | C:\CTR\DATA\ODFPoleFigure\LaboTex\CW\200_labotexCW-rp_2.TXT File make Success !! | |
| | | OD; - |
| # | MakePoleFile 1.75ST[18/03/31] by CTR – | × |
| File Help SelectFile C:\CTR\DA | ATA\ODFPoleFigure\LaboTex\CW\newtest.TPF | |
| -Step Angles | .0deg Material Aluminum LaboTextolCDD | |
| Out Filename – PoleFigureCente | er : 90 | |
| | | |
| OK NextSe | elect | |
| | N | |





平滑化をチェックして表示



等高線が丸みを帯びて表示されます。

データは TPF データホルダの MSDATA ホルダ以下に登録されます。

このデータから PFtoODF3 を経由して ODF に読み込めば ODF 図の平滑化が実現します。

不完全極点図の平滑化は終端データの平滑化に無理がある為、完全極点図化すると正確に平滑化が可能になります。

平滑化

不完全極点図の平滑化は終端データの扱いでErrorが発生します。

完全極点図の平滑化はCTRソフトウエアで処理すれば、Errorなしで平滑化出来ます。

直接法(ADC)解析法では粒径の影響を受け易く、以下のようなODF図が良く計算されます。 LaboTex では平滑化機能は弱く見栄えの良い ODF図は得られない。 ODF図のみの平滑化を行うのであれば、

ODF 図を直接平滑化を行う LaboTexODFFile ソフトウエアで可能

以下はTi材をEBSDで測定したデータをEBSDtoLaboTex ソフトウエアを経由してODF解析を行っています

Ti 材 EBSD で測定したデータ、LaboTex の解析結果

LaboTexODFFile で平滑化し LaboTex で表示



LaboTex が解析した ODF ファイルを直接読み込み、平滑化後 Job2 に ODF ファイルを作成で実現

しかし、VolumeFractuon など ODF 図の解析を行う場合は、完全極点図の再計算極点図を Export し、 MakeFile ソフトウエアで Asc ファイル化し、ODFPoleFigure ソフトウエアで完全極点図の平滑化を行って 再度 LaboTex に読み込ませて ODF 解析を行う。

極点解析はブラックボックスではありません、常にError評価を行って最終報告書を纏めてください。