

方位解析シリーズ

鉄系試料方位解析の注意点

2016年02月29日

HelperTex Office

概要

前回、アルミニウムに関して、方位解析の問題点を纏めました。同様に鉄の圧延材の問題点を纏めてみます。鉄の場合も r a n d o m 試料と標準試料を用意して総合的に管理される事を薦めますが、今回、r a n d o m 試料はアルミニウムを代用し、市販の S U S の方位解析を紹介いたします。手順はアルミニウムと同じで、圧延版の方位解析の区分を目的とし、以下の説明はアルミニウムと同じで、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

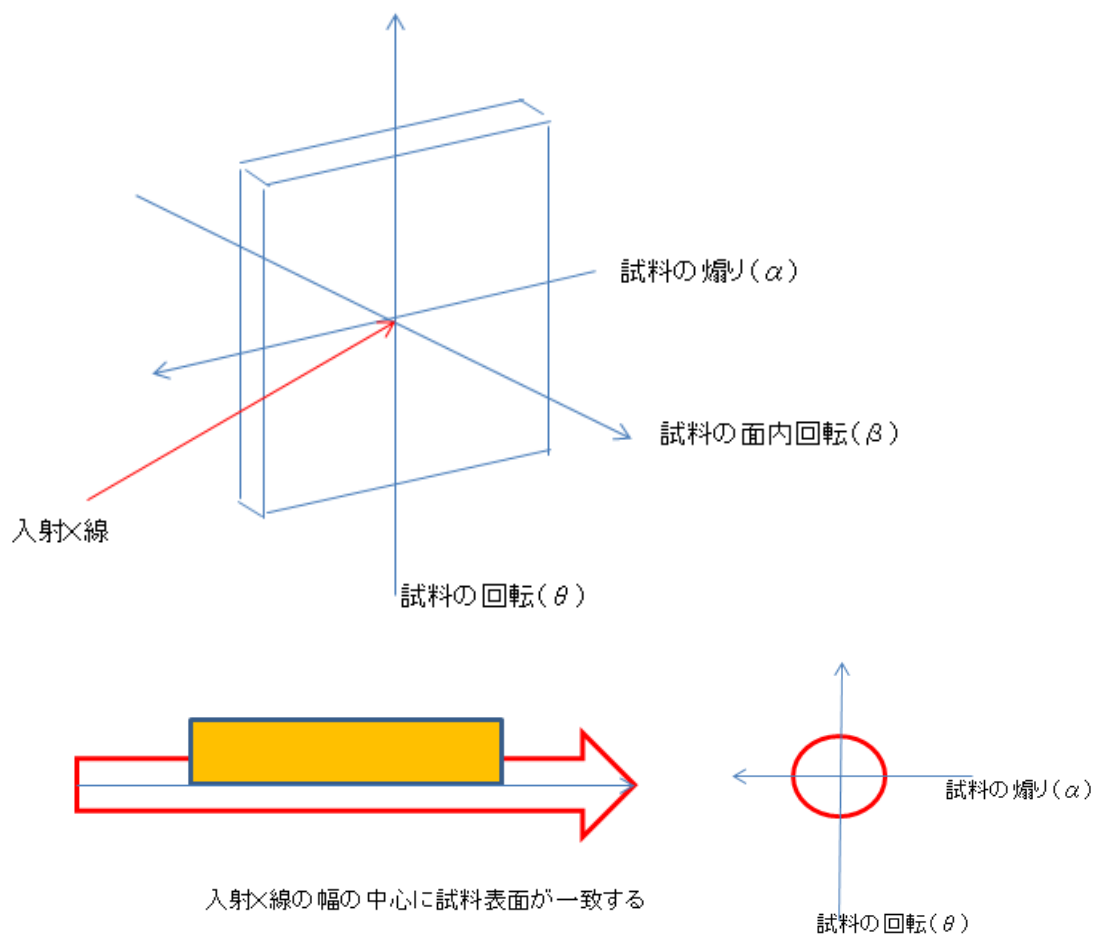
比較するためには、r a n d o m 試料と標準試料は同一でなければ比較できません。

同一メーカーの同一装置でも、光学精度が悪くなければ、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。

測定波長

defocusを軽減するには、Mo管球より、Co管球が有利ですが、バックグラウンドが
高めになるので、より正確にバックグラウンド測定を行う必要があります。

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
事が可能です。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。
操作方法等、不明な点があれば、ご説明致します。

HelperTex Office

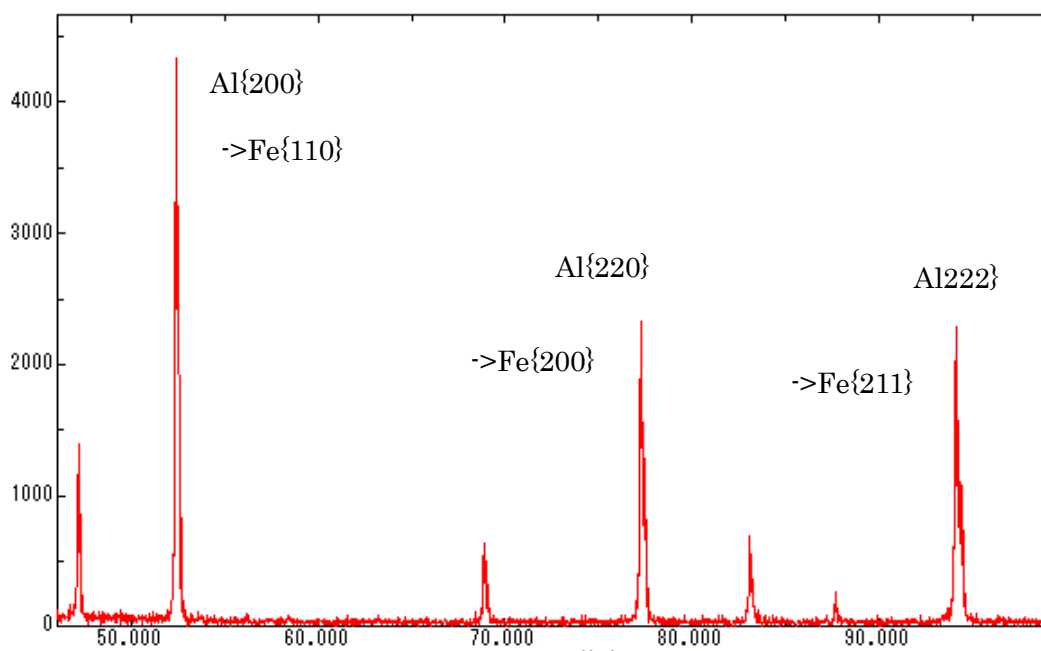
光学系補正 random測定

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。

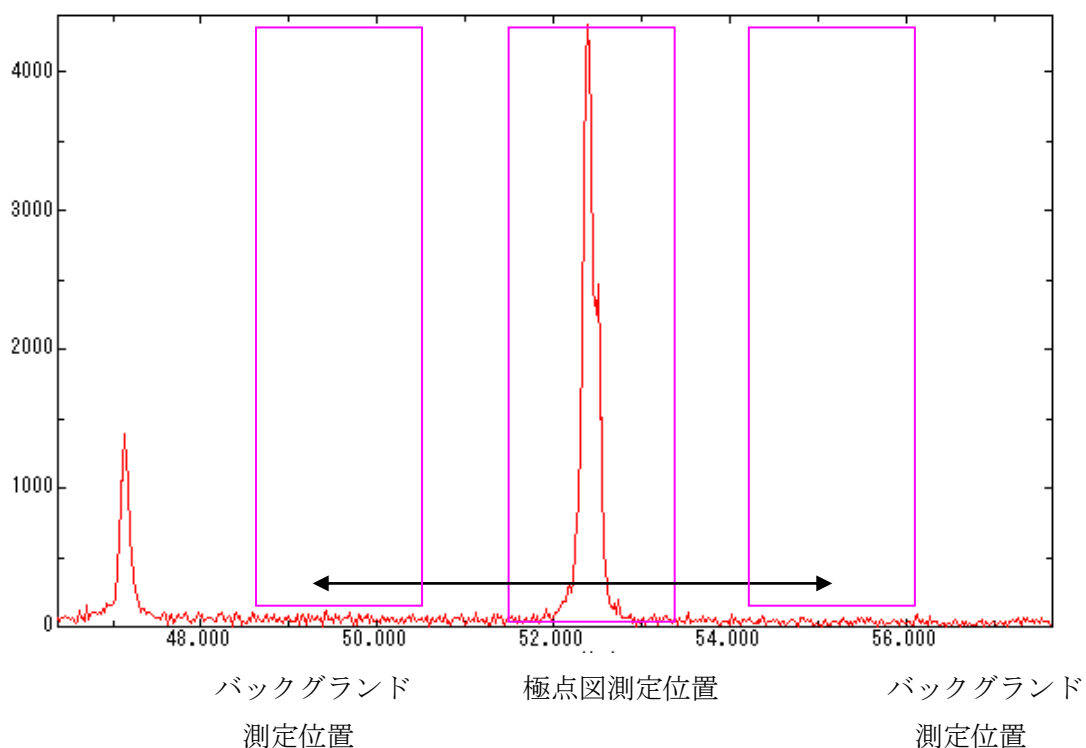
極点図を測定する光学系でプロファイルを測定して、測定位置とバックグラウンド位置を決定する。

アルミニウムの, $\{200\}$, $\{220\}$, $\{222\}$ 極点図を鉄の $\{111\}$, $\{200\}$, $\{211\}$ 極点図とする。



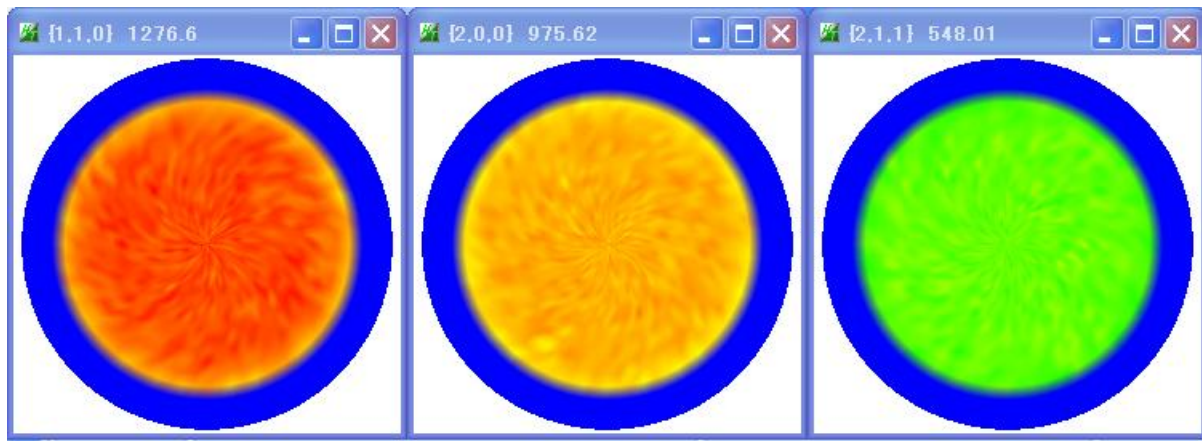
極点図測定では受光側スリットを広げて積分極度測定を行います。

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。

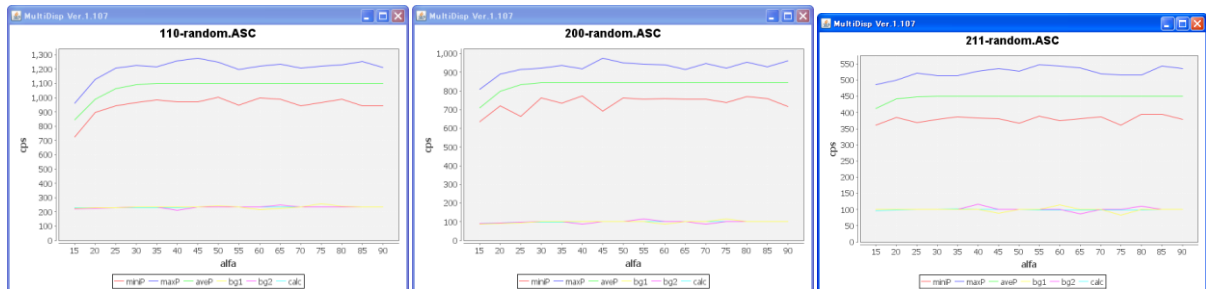


バックグラウンド強度はピーク強度に比べて弱いため、ピーク測定時間より長く測定すると変動小さく測定出来ます。

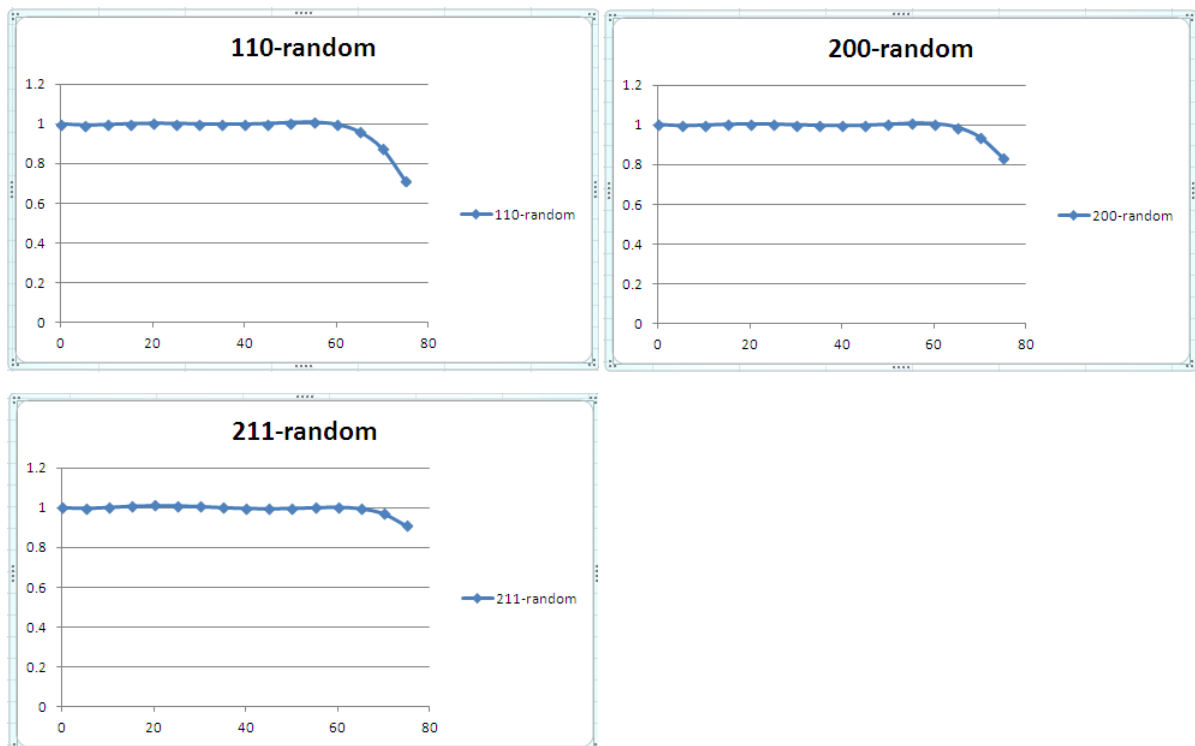
測定される極点図（相対強度で表示）



β 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。

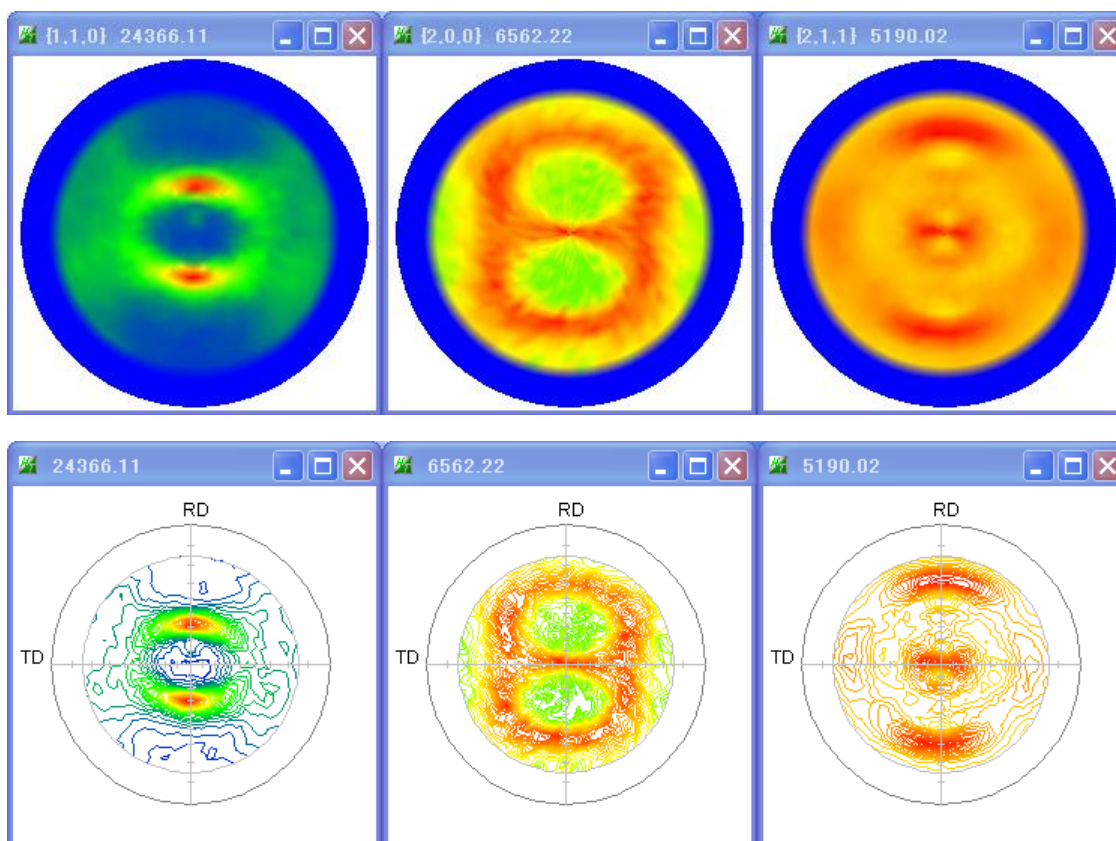


極点図の中心から外側に向かって強度が低下しています。

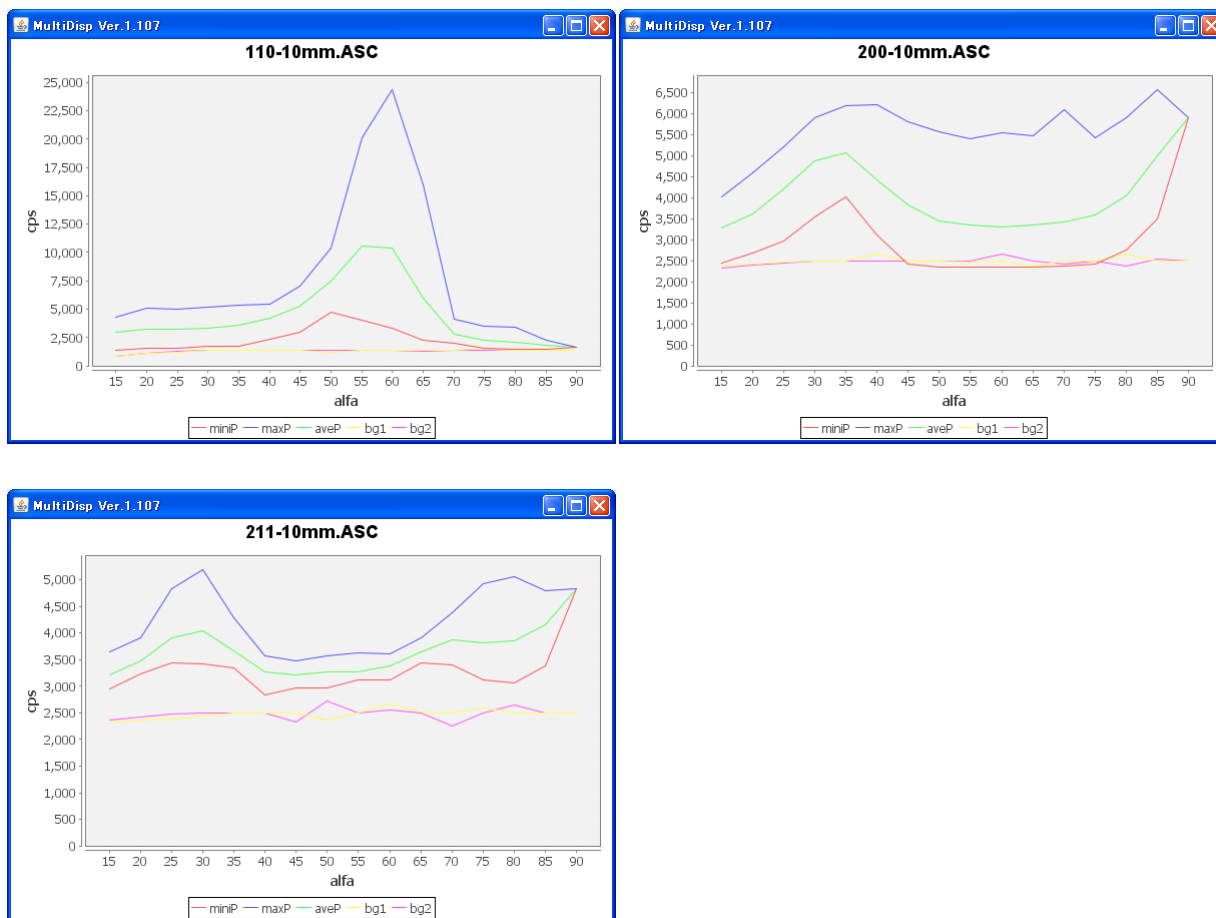
d e f o c u s 補正は、この曲線の逆数で補正します。

補正量が少なくなったのは、波長とゴニオ半径によります。

配向のある試料の測定(絶対強度で表示)



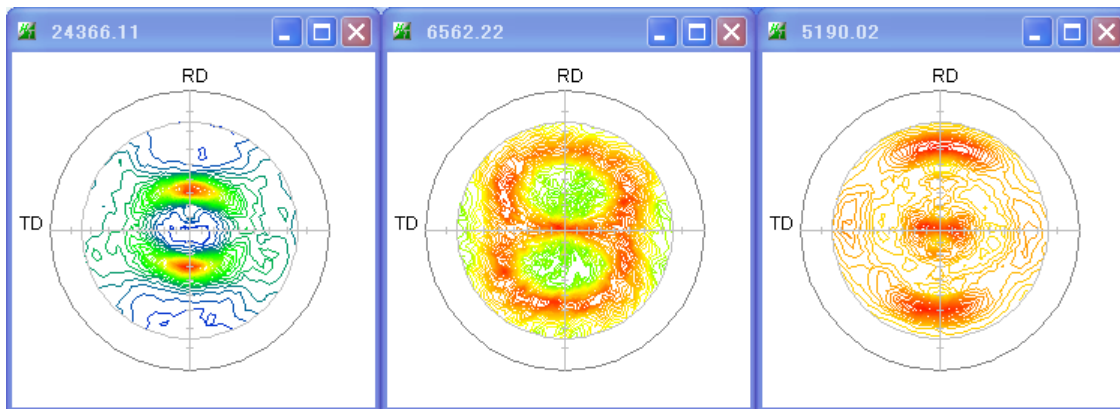
バックグラウンドの評価 (バックグラウンドが凸凹していない事を確認します)



Co 管球で Fe 試料を測定すると、バックグラウンドが高くなります。
 若し、凸凹していたら、BGプロフィール補正を行います。

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。

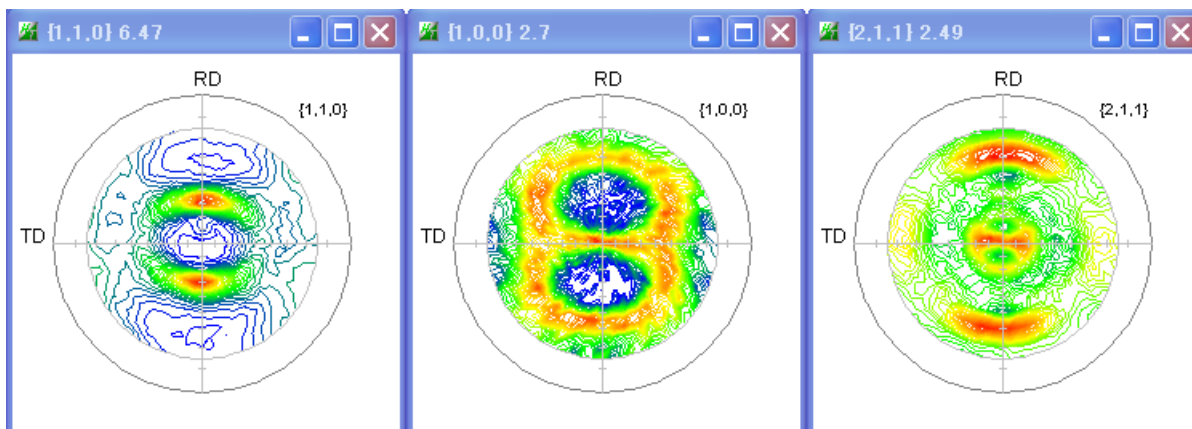
Defocus file Select

Defocus(1) functions file W\SUSの方位解析\New-CO\BB\マト>\#aruminium-random\defocus\DEFOCUS_F.TXT
 Make defocus function files by TXT2 Files Standardize TextDisp

Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0)

Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz Search minimum Rp%(Cubic only) 1/Ra Profile

Search Rp% (1,1,0) 5.0% -> 4.74% (2,0,0) 4.19% -> 4.04% (2,1,1) 5.81% -> 5.8% 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{211}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。

Cancel Calc Exit&ODF ODF

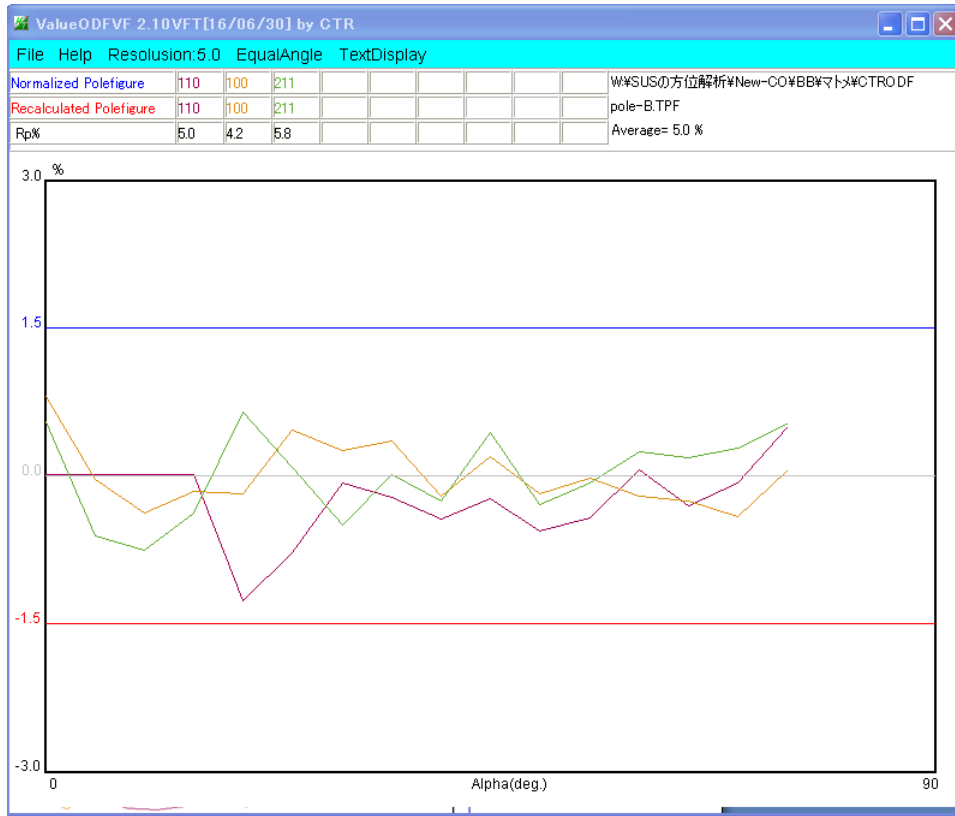
ValueODFVF-B ValueODFVF-A

$$RP_{\{hkl\}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\{PF_{exp.}\}_i - \{PF_{calc.}\}_i}{\{PF_{exp.}\}_i} \right| \cdot 100\%$$

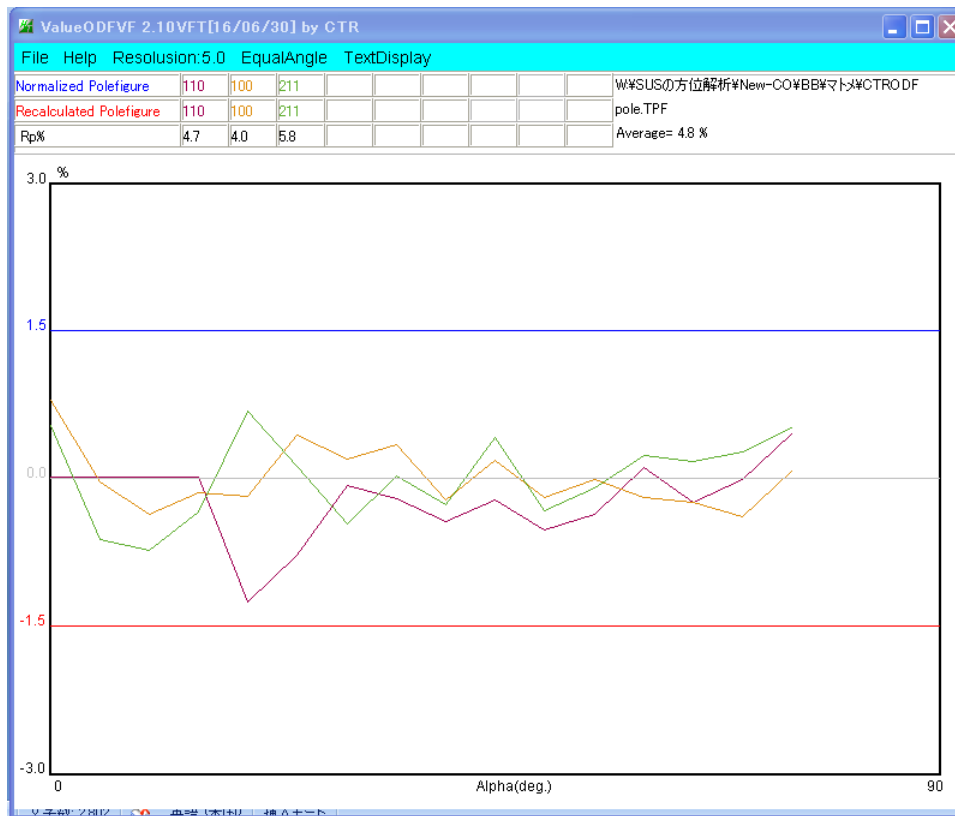
最適化なしの R_p %

最適化後の R_p %

最適化なしの R p %



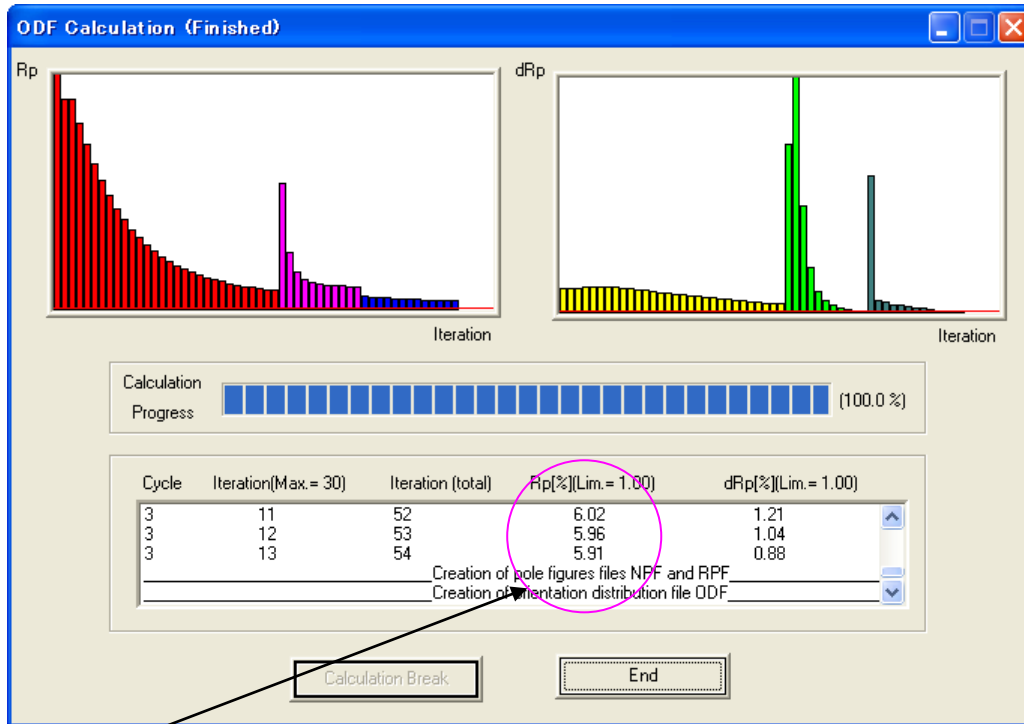
最適化後の R p %



R p %の最適化で0. 2%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)

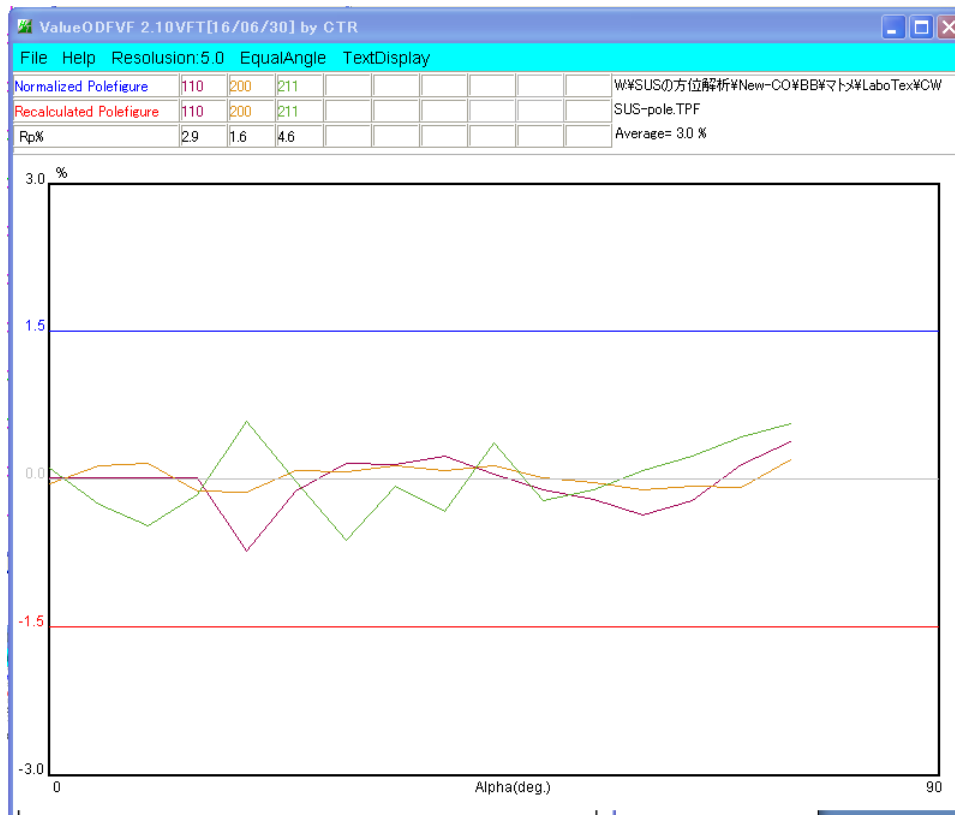
LaboTexで1/4対称ODF解析時のRp%は2.15%



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

Rp%を α 方向の分布図にすると分かり易くなります。

ValueODFVFソフトウェアで評価

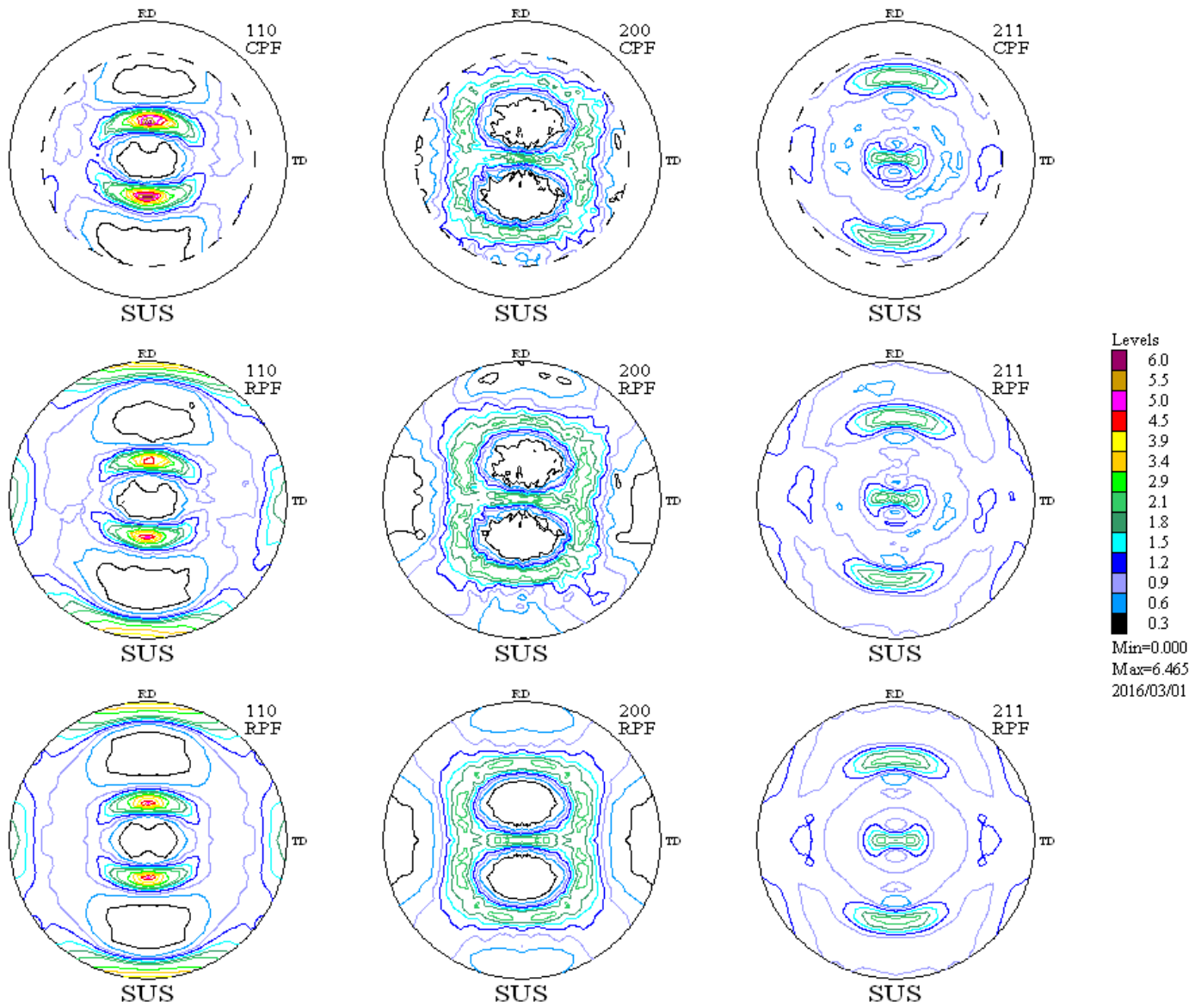


極点解析時のRp%より少ないErrorで完全に解析されている事が分かります。

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

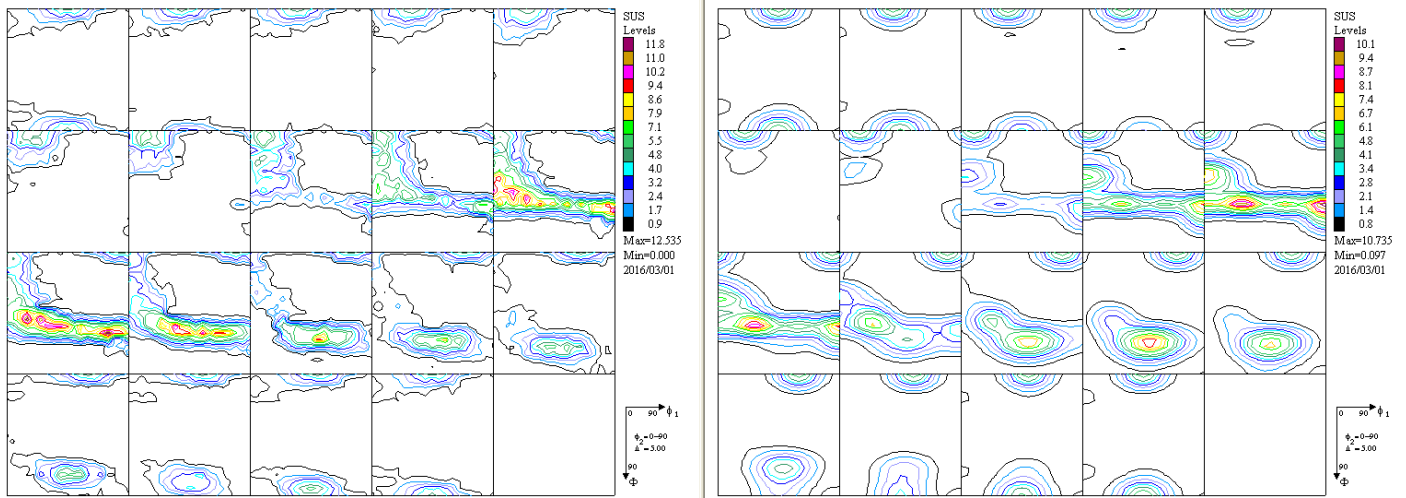


入力極点図は上下非対称で、非対称 ODF 解析では入力極点図と同一の極点図が得られています。

1 / 4 対称 ODF 解析と VolumeFraction

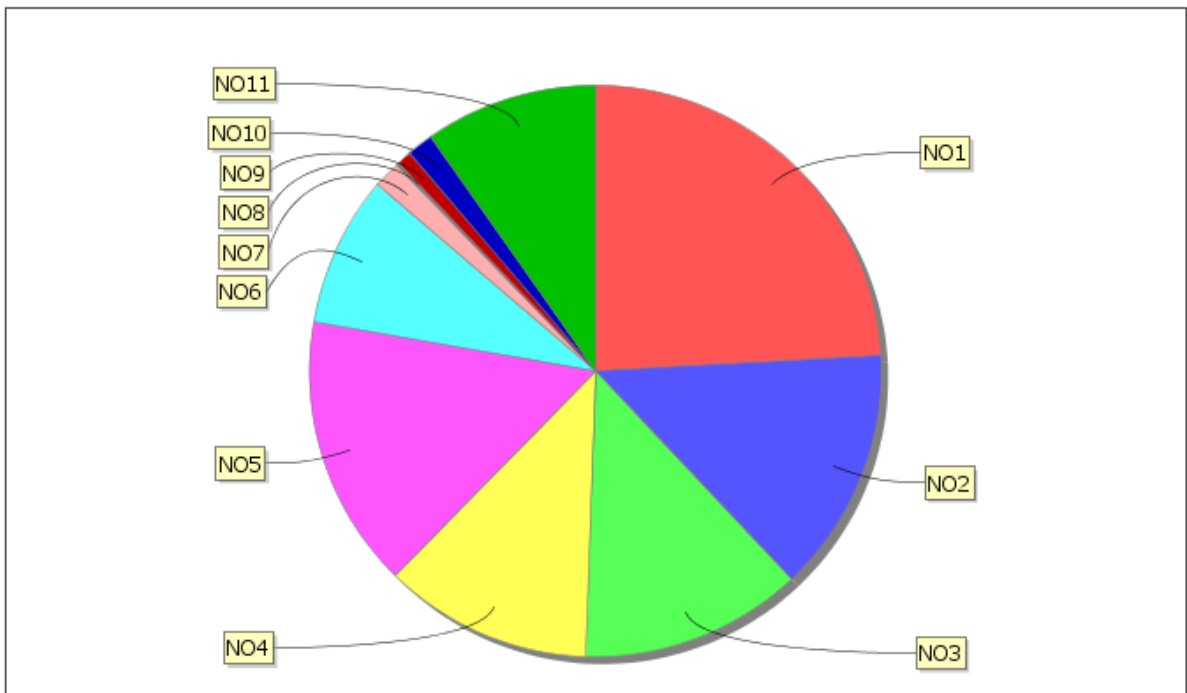
左側 入力極点図から 1 / 4 対称 ODF 解析結果

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



結晶方位の定量 (VolumeFraction) 結果

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	24.1	40.9	16.4	16.1	{ 1 1 2 K 1 -1 0 >
2:	13.8	28.2	11.1	15.2	{ 1 1 1 K -1 -1 2 >
3:	12.5	25.3	16.5	19.3	{ 3 2 3 K 1 -3 1 >
4:	11.8	31.3	16.9	23.4	{ 0 0 1 K 1 1 0 >
5:	15.4	35.0	18.9	22.9	{ 1 1 3 K 1 -1 0 >
6:	8.5	23.1	12.5	14.4	{ 1 1 1 K 0 1 -1 >
7:	1.5	24.2	19.9	27.0	{ 0 0 1 K 1 0 0 > cube
8:	0.2	18.2	15.1	22.0	{ 2 3 3 K 0 1 -1 >
9:	0.8	20.1	25.1	13.0	{ 5 2 5 K 1 -5 1 >
10:	1.5	24.4	11.5	16.4	{ 0 1 3 K 1 0 0 >
11:	9.71	Background Volume Fraction			



VolumeFraction 解析ではデータベースに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。

鉄系の試料では、従来Mo管球を使用していましたが、defocusを考えると

Co管球が有利ですが、バックグラウンドが上がる傾向があり、バックグラウンドを測定する時間を長めに設定するとバックグラウンドが安定し、Errorが安定します。