

標準結晶方位からずれた極点図から結晶方位の定量を計算する

2016年08月14日

HelperTex Office

<http://www.geocities.jp/helpertex2>

1. 概要

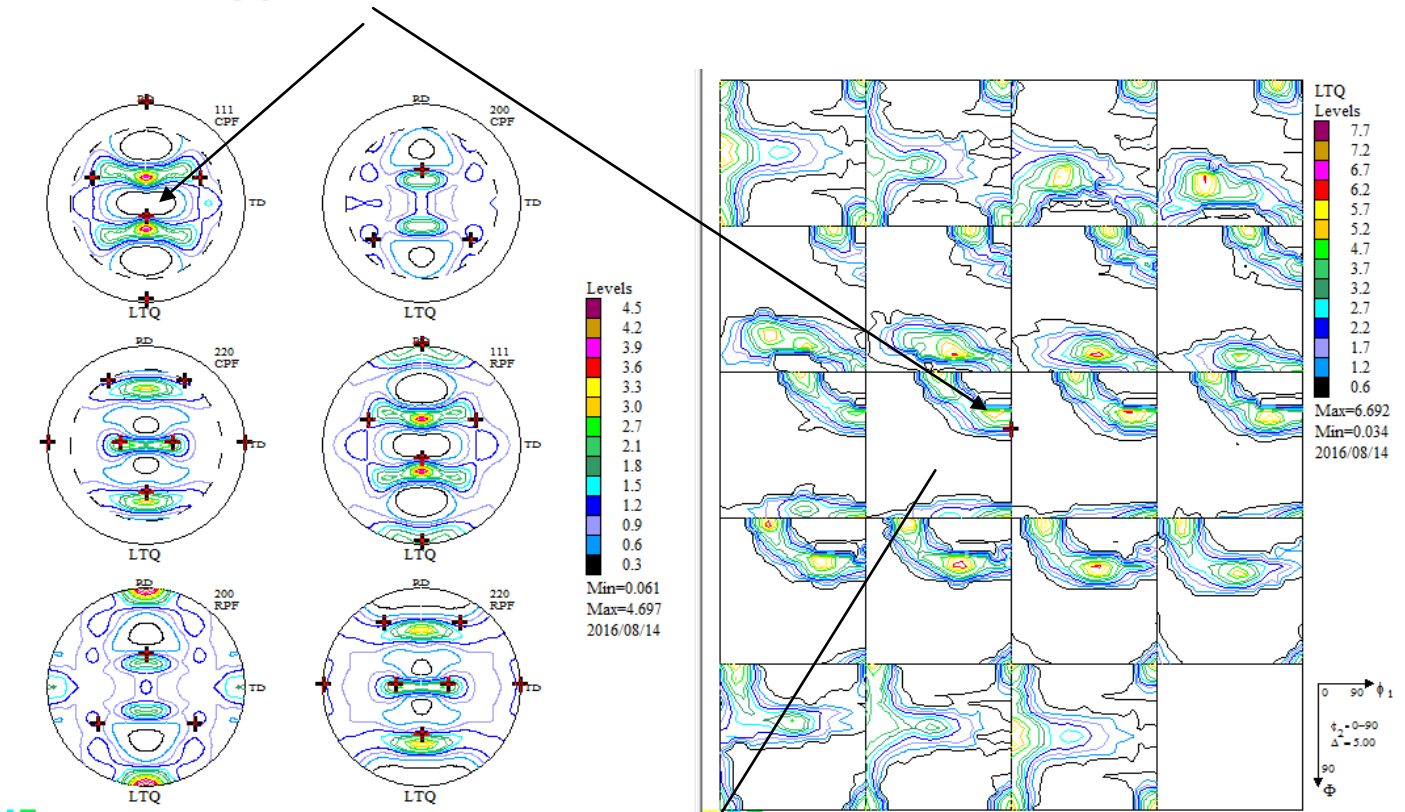
材料の異方性を調べる方法として、極点図からODF解析を行い、VolumeFraction解析から結晶方位の定量が行われている。結晶方位としてCube, Goss, Brass, Copper、Sなどがあるが、実際に測定される結晶方位はこれらのEuler角度からずれた方位として測定される事がある。

この様な、標準的な結晶方位からずれた測定データの解析法を紹介します。

VolumeFraction 定量を行う場合、Error評価が重要です。

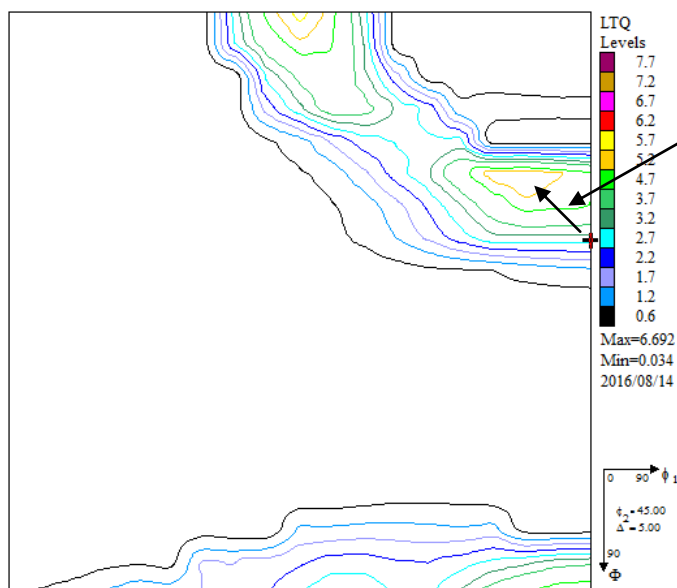
測定データError、VolumeFractionのErrorは把握してください。

+ Copper 方位



CPF極点図：1/4 対称入力極点図

RPF極点図：ODF後の再計算極点図



Copper 方位がずれている。
このような場合、他の方位もずれて
測定されています。

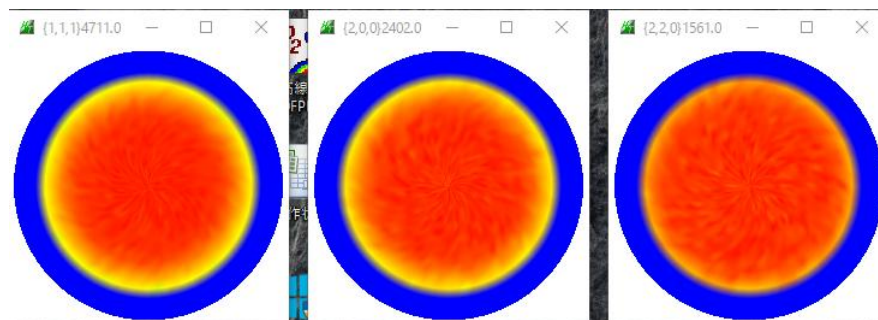
計算に必要なデータ

光学系補正用無配向データ

本文で使用するデータは、粉末アルミニウムを S c h u l z の反射法で測定

C:\¥CTR¥DATA¥Al-powder-random¥

{111},{200},{220}極点図

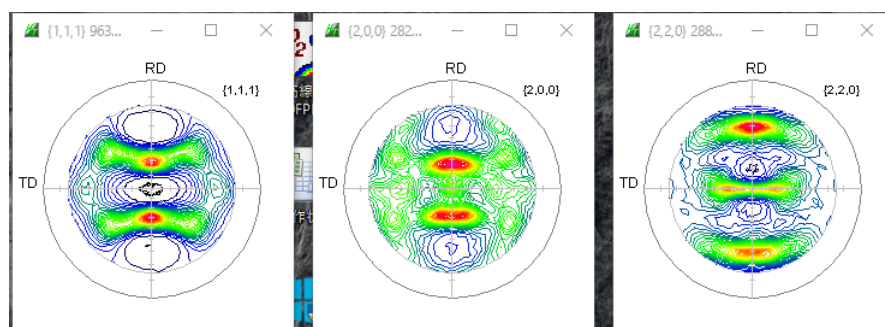


配向データ

厚さ 1 mm の S c h u l z の反射法で測定したデータ

C:\¥CTR¥DATA¥PoleFigure2¥

{111},{200},{220}極点図



極点処理と R p % の最適化

ODFPoleFigure1.5 あるいは ODFPoleFigure2 ソフトウェア

ODF 解析ソフトウェア (VolumeFraction を計算する

LaboTex ソフトウェア

Error 評価ソフトウェア

ValueODFVF ソフトウェア

入力極点図の複数の極点図の一部に矛盾があっても、ODF 解析では、矛盾を低減した再計算極点図の結果が得られます。

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

Rp%を評価することで、入力極点図の矛盾が判明します。

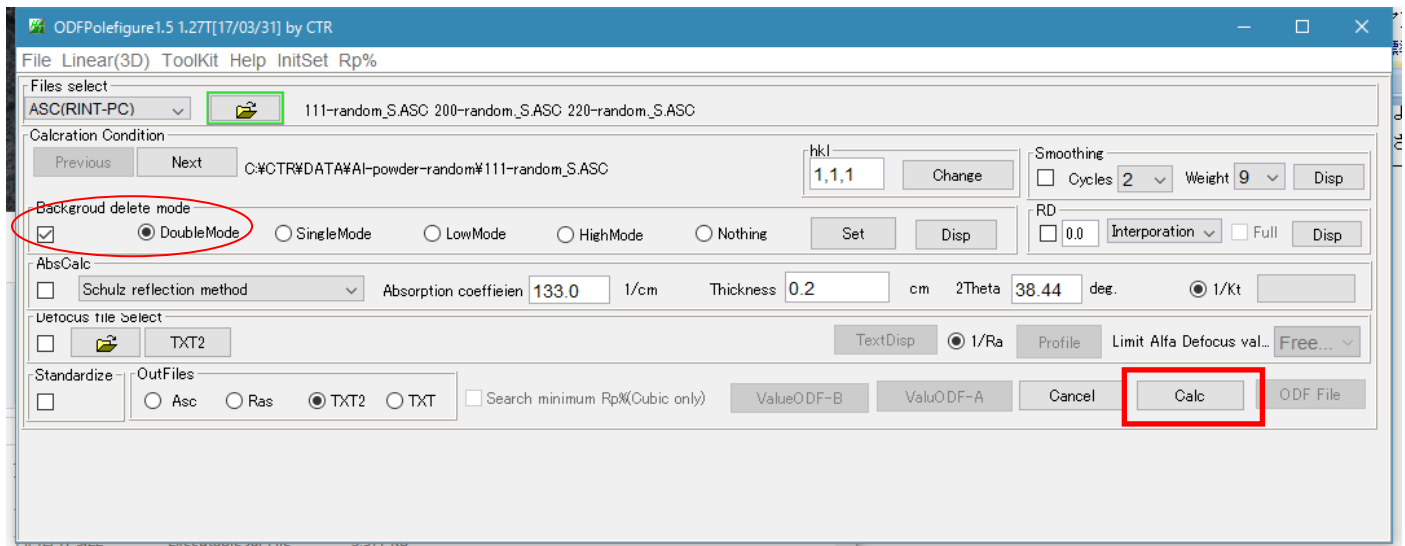
L a b o T e x 入力データ

PFtoODF3 ソフトウェア

2. 測定データの補正解析(ODFPoleFigure1.5)

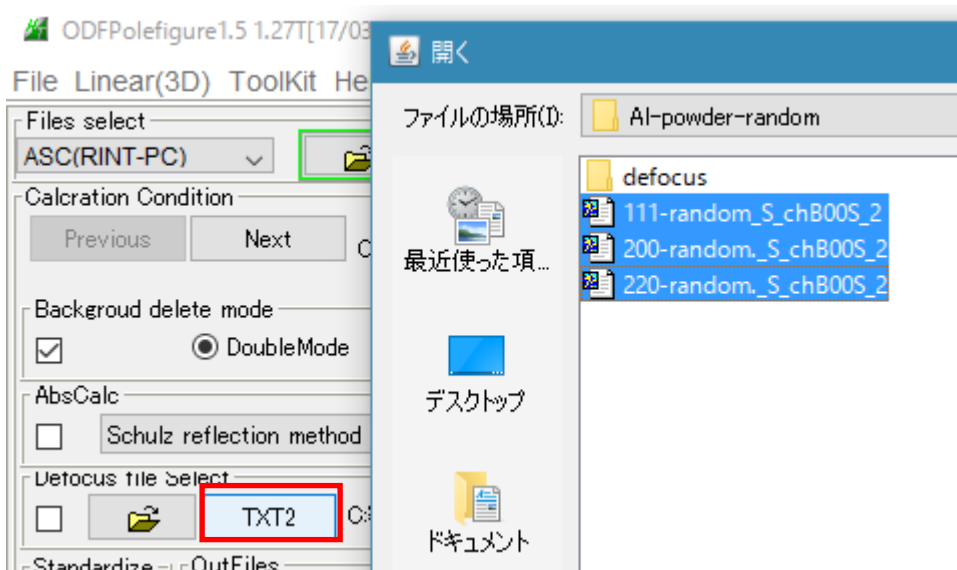
2. 1 d e f o c u s 補正データ作成

アルミニウム粉末極点データのバックグラウンド削除を行う。

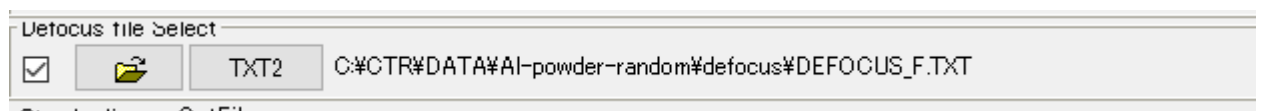


C a l c で TXT2 ファイルが作成される。

TXT2 データの登録

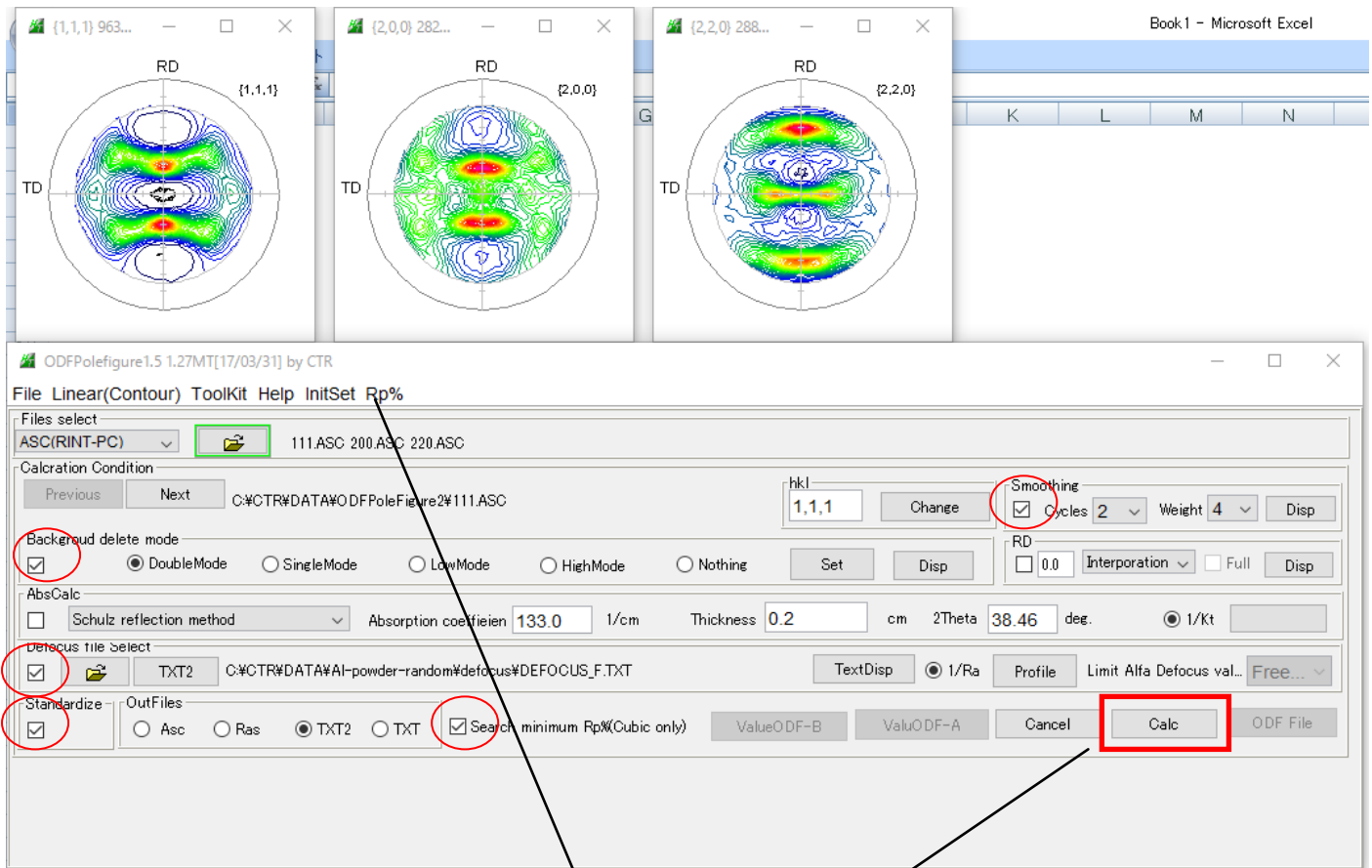


TXT2 を 3 個同時選択で、DEFOCUS テーブルが登録される。



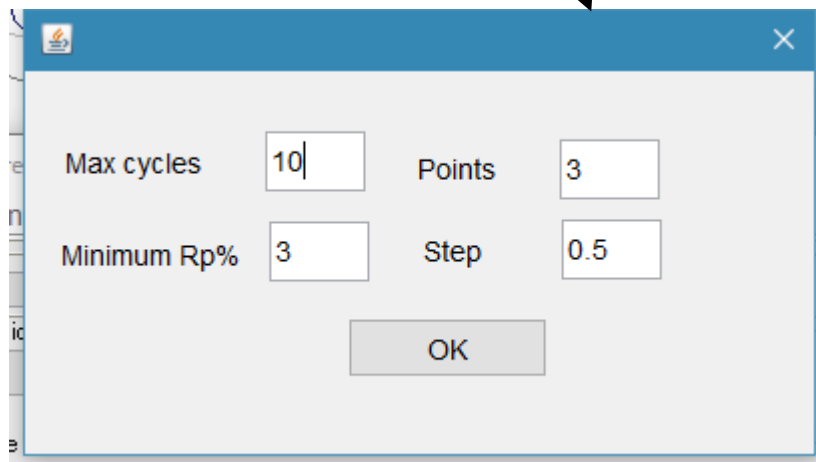
2. 2 配向データの補正解析

バックグラウンド除去、平滑化、defocus補正、規格化、Rp%の最適化



Search Rp% {1,1,1} 3.08% -> 2.87% {2,0,0} 3.12% -> 3.14% {2,2,0} 3.98% -> 3.64% Filemake success!!

Rp%の最適化で、3.64%のエラーを確認 (Rp%のパラメータは、

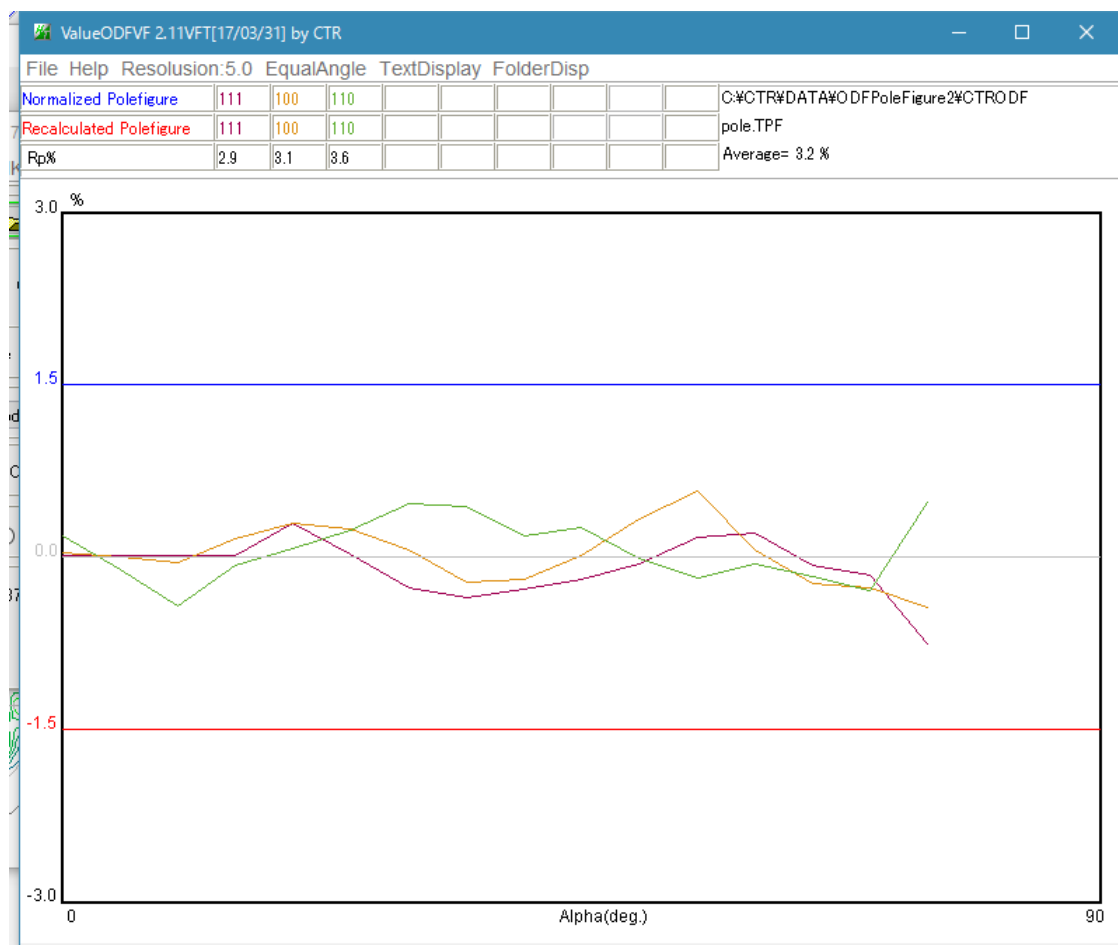
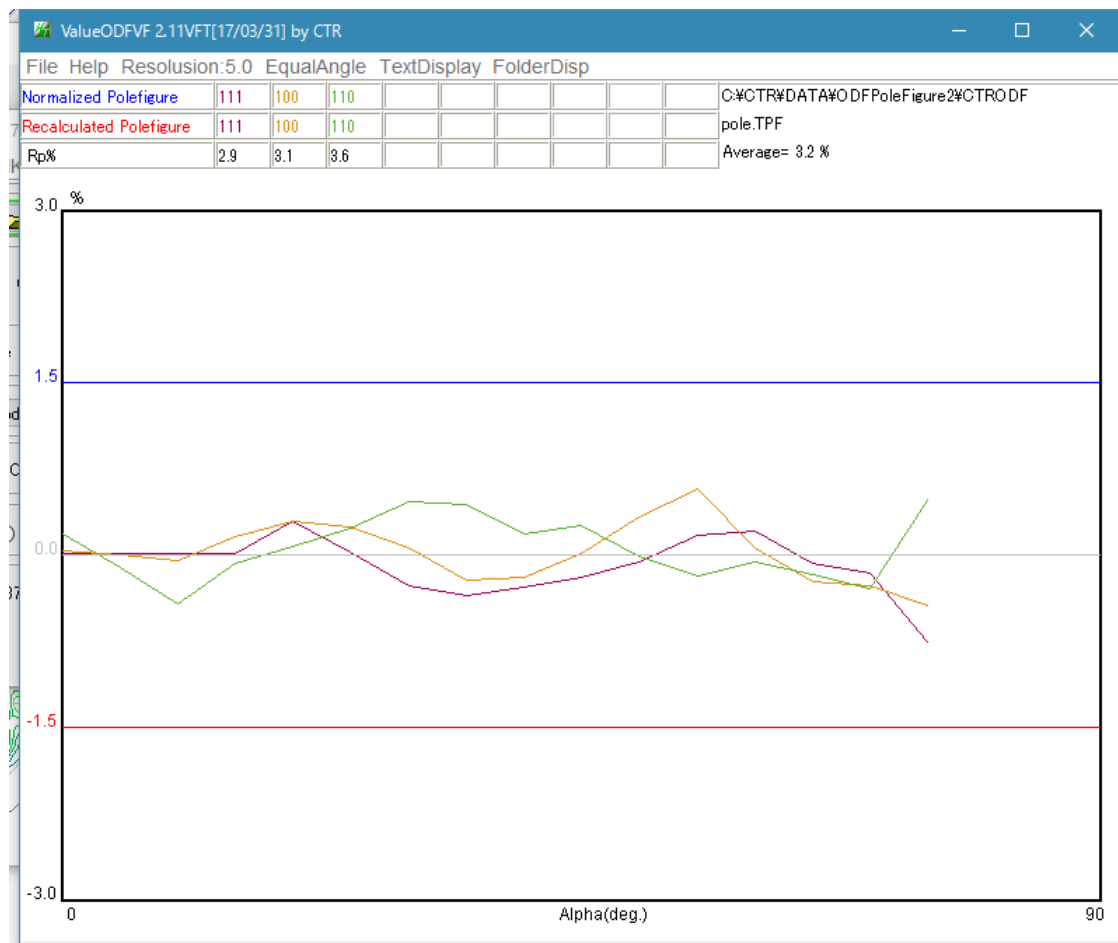


最適化前が3.08%なので、3%を指定してみました。

最適化前が、3.98%、最適化後は、3.64%に改善しています。

最適化は、Schulzの反射法に適用しています。

ValueODFVF で Rp%のプロファイル評価、最適化前と最適化後



3. 3 %が 3. 2 %に改善、1. 5 %ライン内で測定データ、補正処理に問題なし

3. LaboTex入力データ作成 (PFtoODF3 ソフトウェア)

PFtoODF3 8.23YT[17/03/31]

File Option Symmetric Software Data

Lattice constant

Material

Aluminum.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenfiles)

7 - O (cubic)

a

1.0

<=b

1.0

<=c

1.0

alfa

90.0

beta

90.0

gamm

90.0

Initialize

Start

getHKL<-Filename

AllFileSelect

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
111_chB00D1A24S_2.TXT	1,1,1	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	☒
200_chB00D1A24S_2.TXT	2,0,0	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	☒
220_chB00D1A24S_2.TXT	2,2,0	0.0	0.0->75.0	0.0	75.0	☒
	2,1,0	0.0		0.0	0.0	☐
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	☐

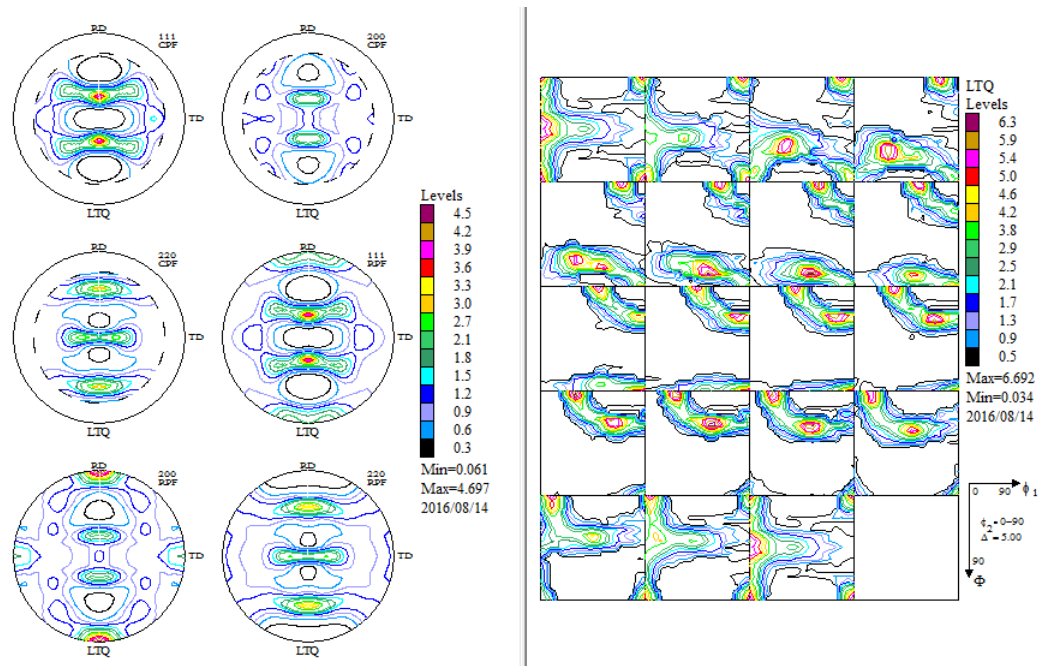
111_chB00D1A24S_2.TXT 200_chB00D1A24S_2.TXT 220_chB00D1A24S_2.TXT

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 H K L 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

0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700 0.063700
0.085600 0.085100 0.084300 0.083000 0.084900 0.080800 0.077500 0.077600
0.082500 0.078800 0.070100 0.065800 0.065200 0.064300 0.062700 0.061900
0.062900 0.061500 0.061000 0.062400 0.064300 0.064900 0.063600 0.064700

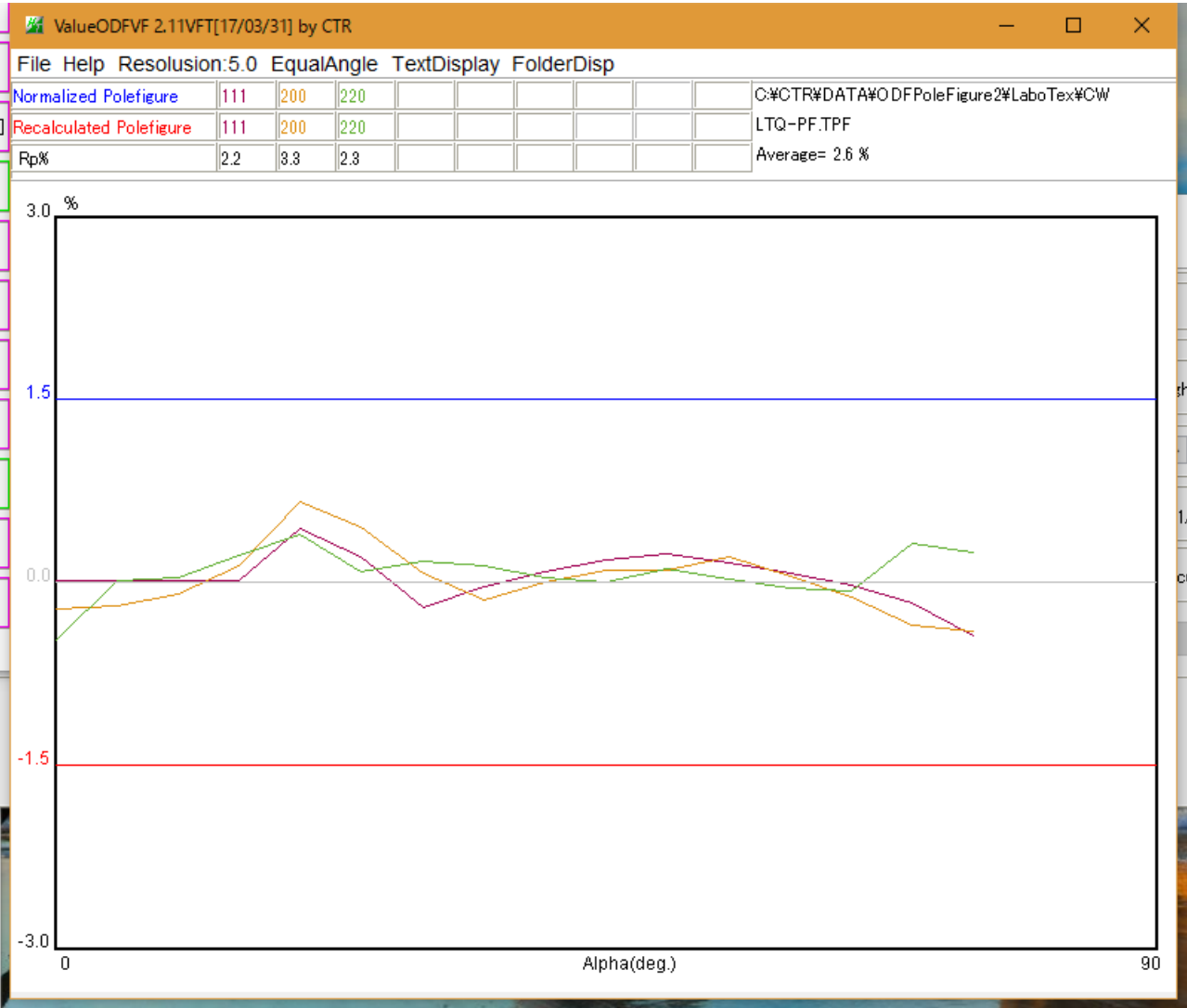
PFtoODF3 ソフトウェアでは、複数の ODF 向け入力データが作成可能
解析方法の異なる複数の ODF 解析結果を参照する事も重要ですが、今回は LaboTex 単独で解析

4. LaboTexでODF解析



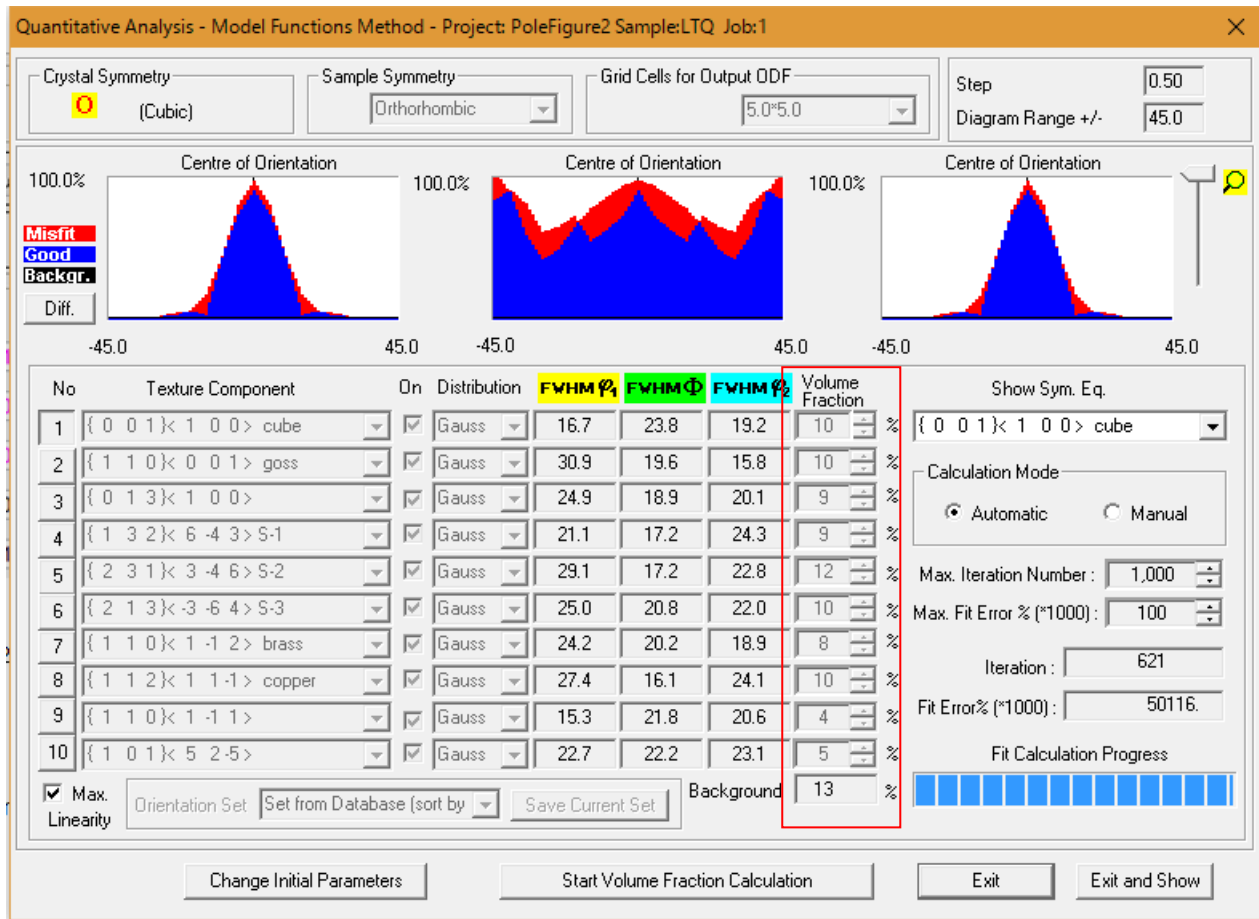
Error評価

LaboTex の入力極点図、再計算極点図 1 を Export して ValueODFVF ソフトウェアで Rp%評価

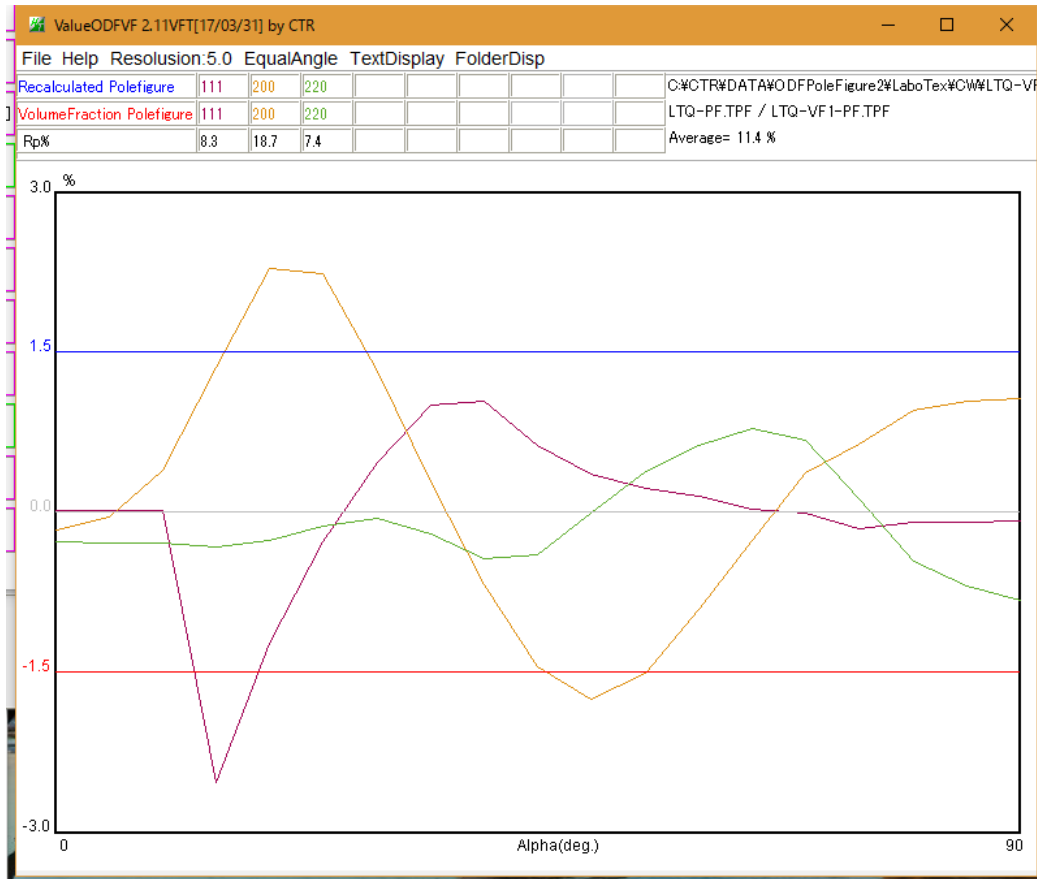


± 1. 5 %以内に Rp%プロファイルがあり、更に全体の Rp%=2. 6 %、入力極点図と解析に問題なし。

5. 標準的な VolumeFraction 解析



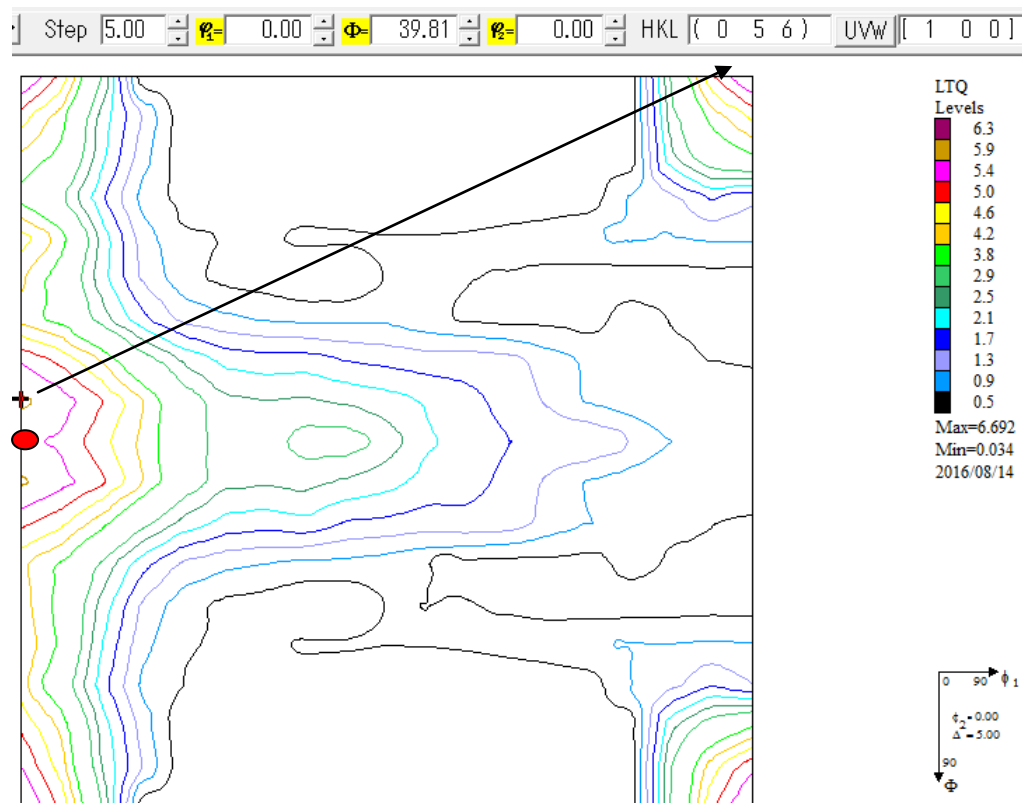
VolumeFraction 結果から再計算極点図 2 を作成、Export し、前回の再計算極点図 1 との $R_p\%$ 計算



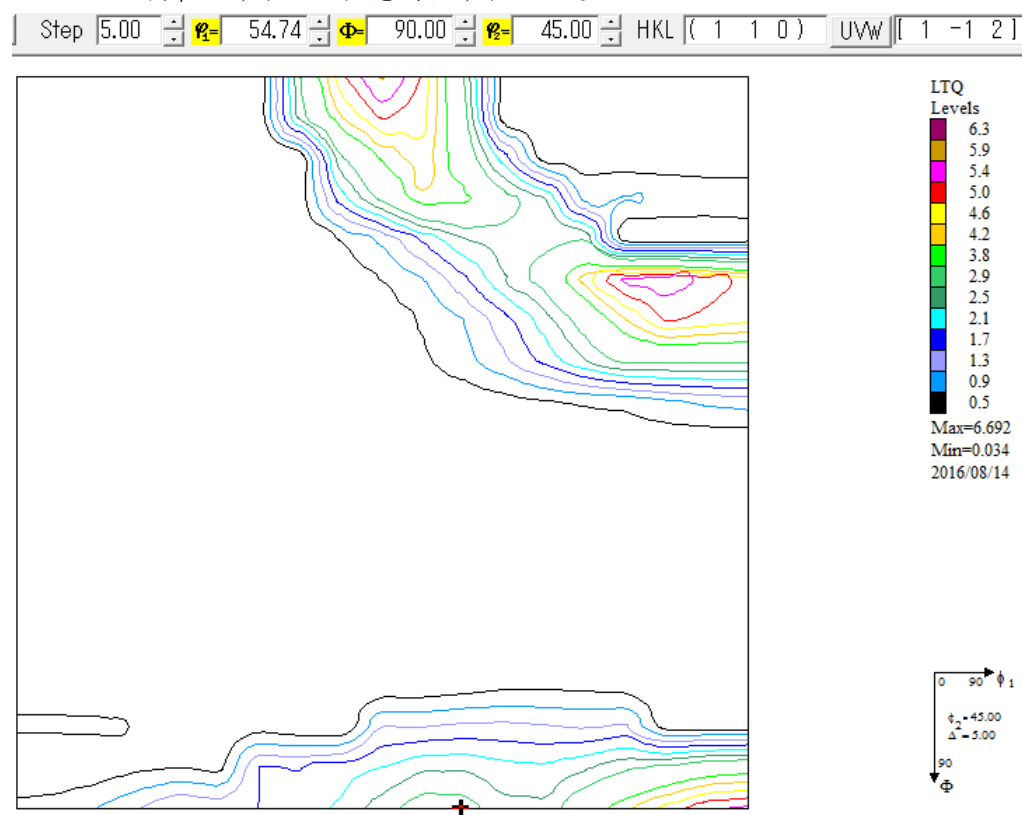
極点図が一致しない→ODF の Euler 角度の不一致 標準的な結晶方位のズレ

6. ずれた結晶方位の決定

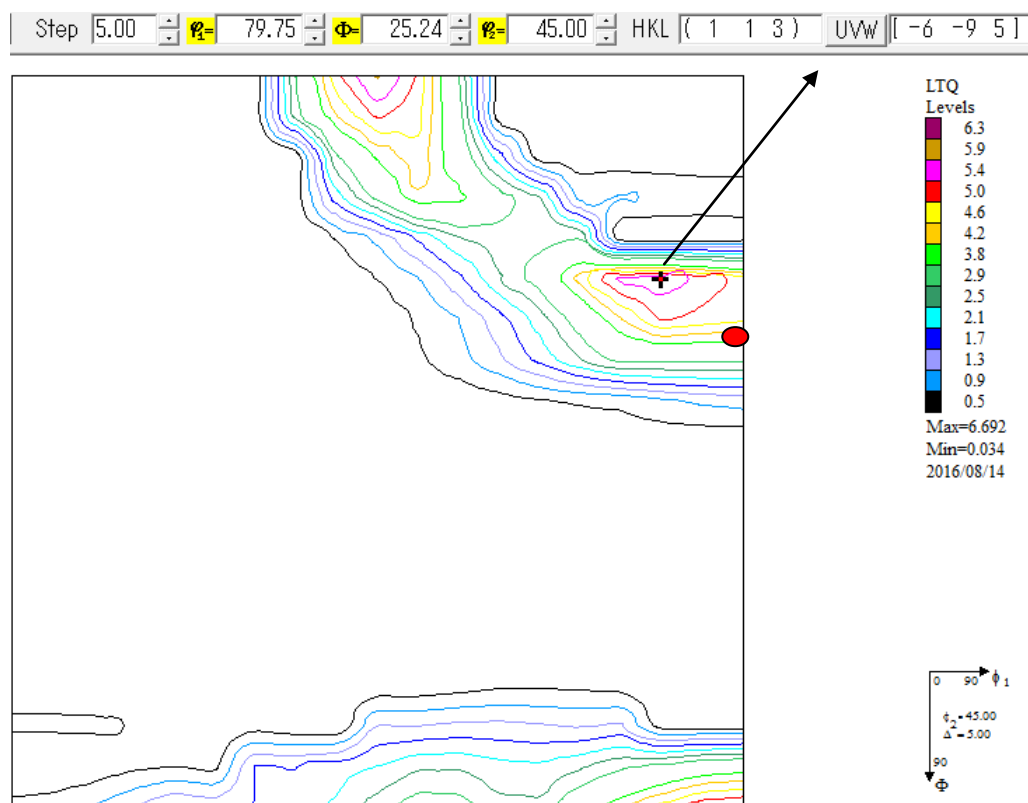
6. 1 G o s s 方位のずれ $\{011\} \langle 100 \rangle \rightarrow \{056\} \langle 100 \rangle$



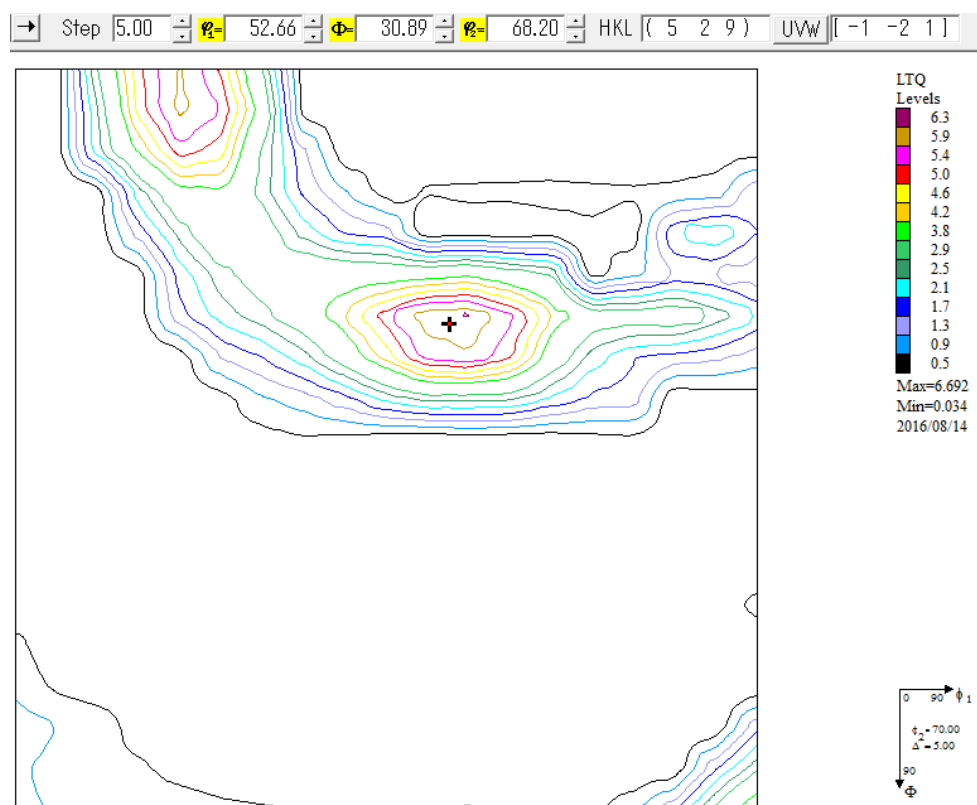
6. 2 B r a s s 方位のずれ 大きくはずれていない



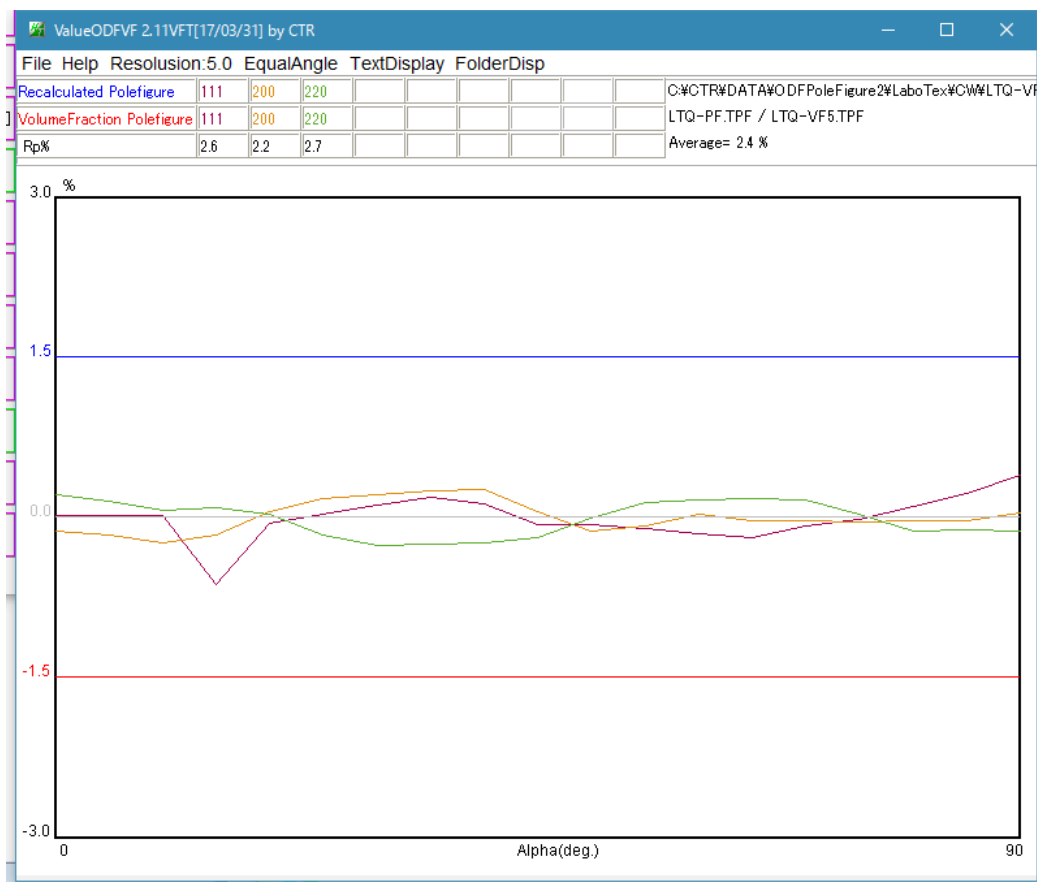
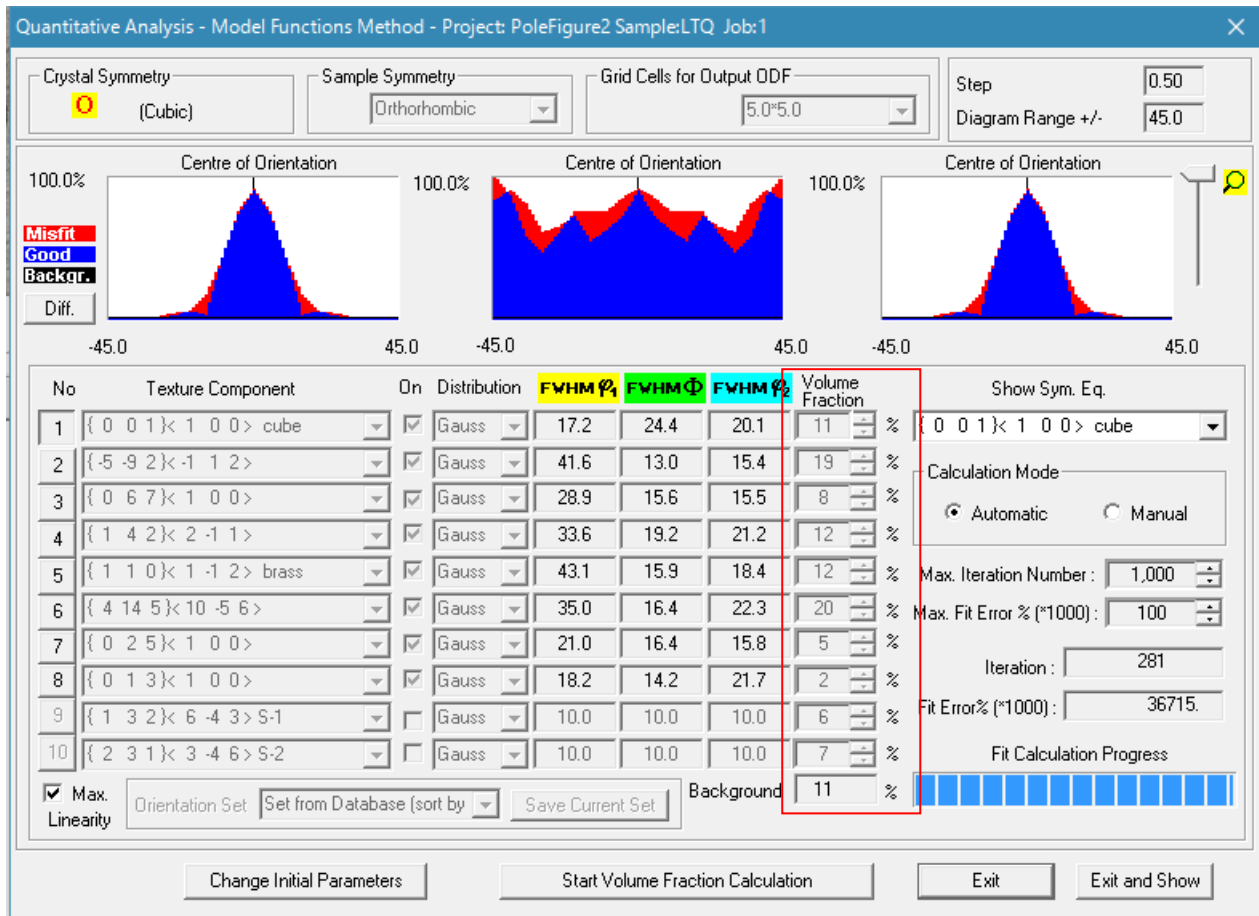
6. 3 Copper方位のずれ $\{112\} \langle -1-11 \rangle \rightarrow \{113\} \langle -6-95 \rangle$



6. 4 ODF図の最大位置を特定



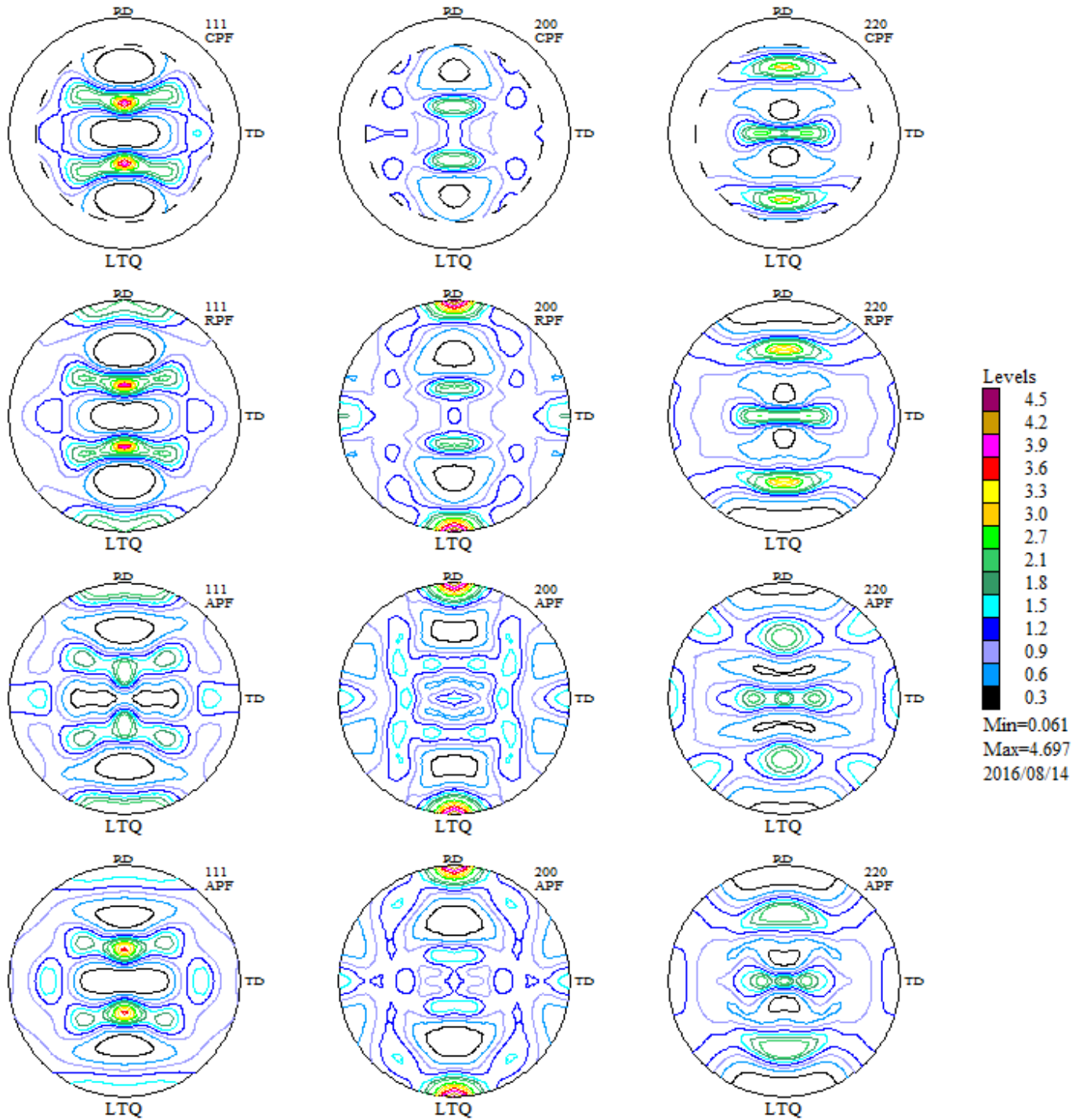
7. ずれた結晶方位による VolumeFraction 解析



標準的な結晶方位に比べ Rp%が 1 1. 4 %から 2. 4 %に改善され、ほぼ定量が完了しています。

8. 極点図で比較

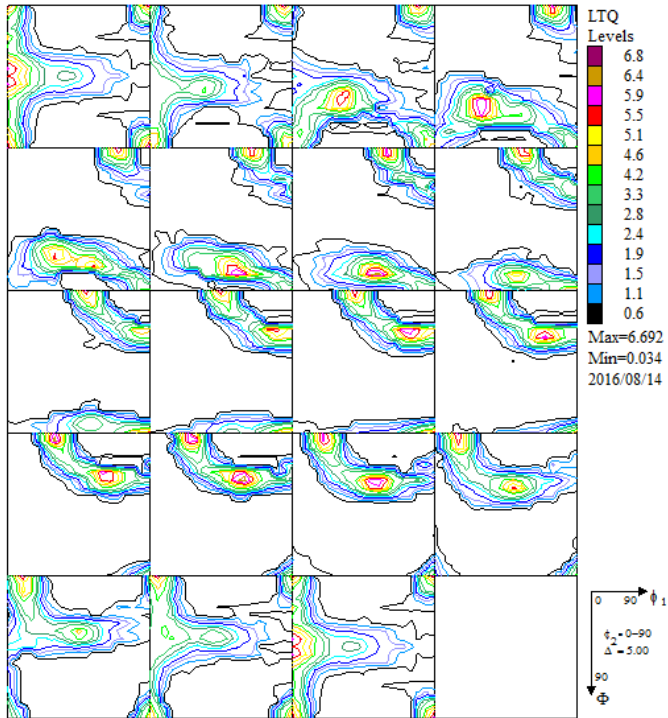
上段：入力極点図 2段：ODF 解析結果 3段：標準結晶方位 VF 4段：ずれた結晶方位 VF



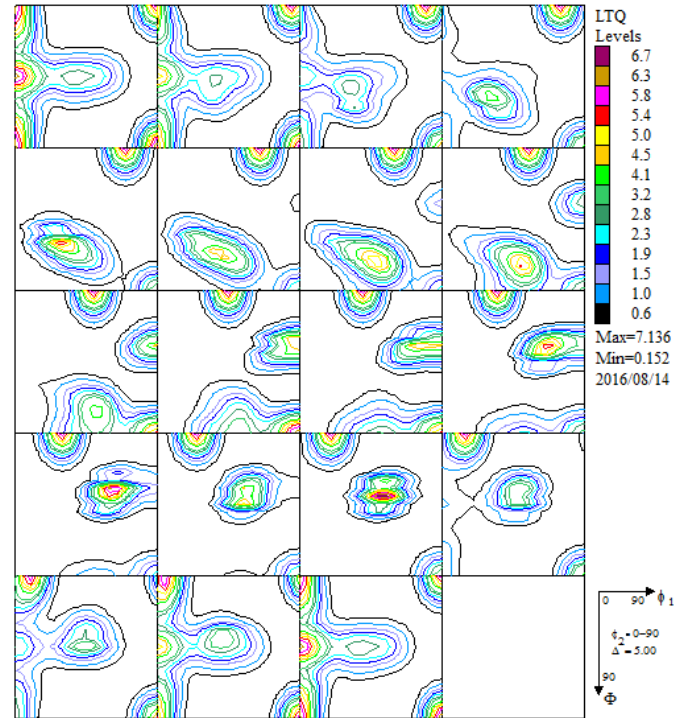
ODF 解析結果とずれた結晶方位から計算した VolumeFraction 結果が標準的な結晶方位から計算した Volumefraction 結果より良く一致していることが確認出来ます。

9. ODF 図比較

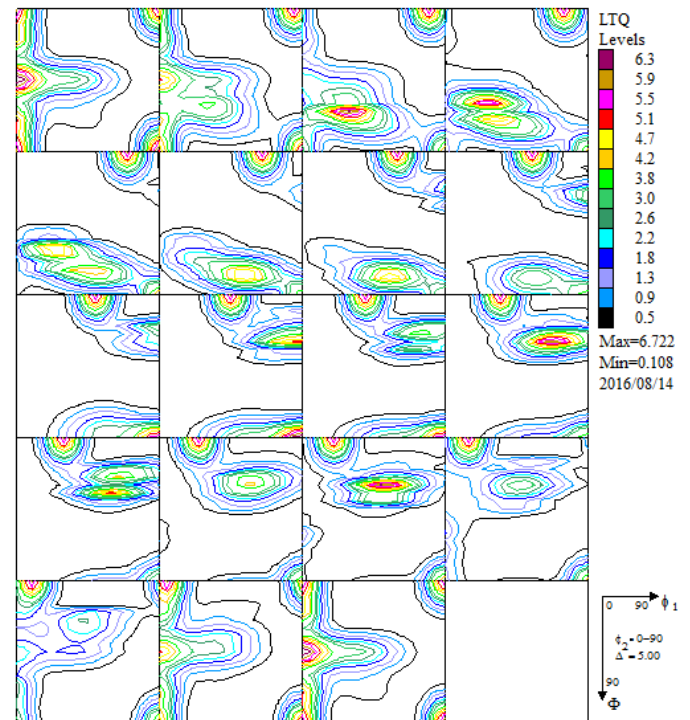
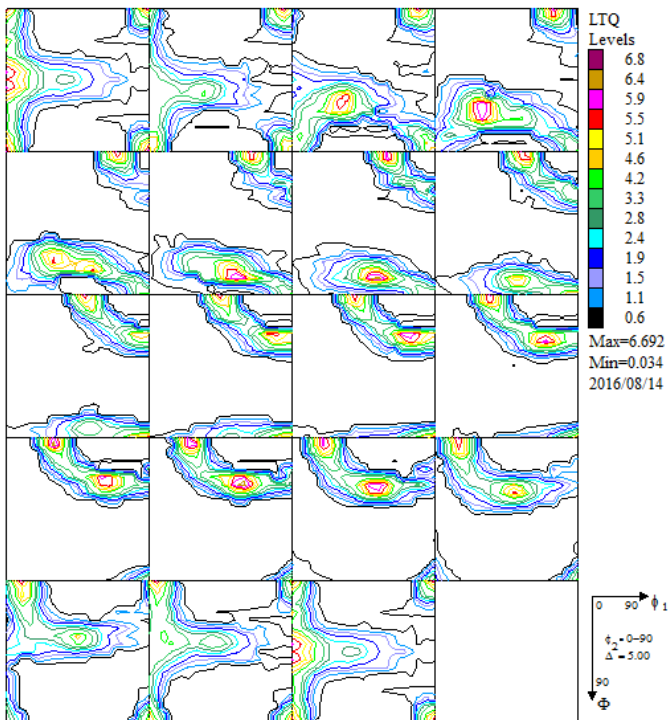
入力極点図から計算した ODF 図



標準結晶方位から計算した VF による ODF 図



ずれた結晶方位から計算した VF による ODF 図



ODF 図を比較しても、分かりにくい。

この事から Rp%で一致度の判断を行い、定量値を決定する。

1 0. VolumeFraction 比較（上段：標準結晶方位の VF 結果 下段：ずれた結晶方位による VF 結果）

