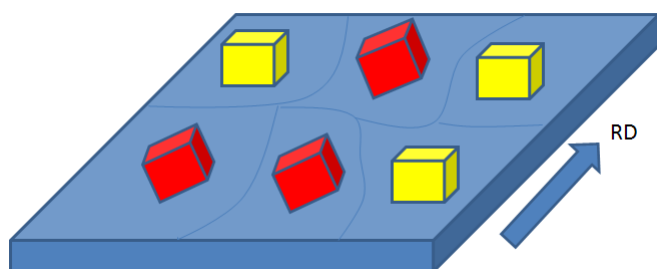


# 結晶方位講習会



材料面  $\{h k l\}$ 、RD 方向  $\langle U V W \rangle$

産業界における結晶方位の利用例

## アルミニウム合金箔及びその製造方法、成形包装体材料、二次電池、医薬品包装容器 WO 2013168606 A1

### 要約書

良好な成形性を有するアルミニウム合金箔を提供する。Fe:0.8~2.0mass%、Si:0.05~0.2mass%、Cu:0.0025~0.2mass%を含有し、残部がAl及び不可避免的不純物からなるアルミニウム合金箔であり、上記アルミニウム合金箔は、アルミニウム合金箔表面の結晶方位における、Cube方位密度が5以上で、R方位密度が50以下であり、上記アルミニウム合金箔の平均結晶粒径は7~20 $\mu\text{m}$ である、アルミニウム合金箔を提供する。

公告番号	WO2013168606 A1
公開タイプ	出願
出願番号	PCT/JP2013/062396
公開日	2013年11月14日
出願日	2013年4月26日
優先日 ②	2012年5月11日
次の番号でも公開	<a href="#">CN104364401A</a>
発明者	Masakazu Seki, 雅和 石, Satoshi Suzuki, 鈴木 覚
特許出願人	Furukawa-Sky Aluminum Corp., 古河スカイ株式会社
引用のエクスポート	<a href="#">BiBTeX</a> , <a href="#">EndNote</a> , <a href="#">RefMan</a>
引用特許 (3), 引用非特許 (1), 分類 (16), 法的なイベント (5)	

本実施形態において、アルミニウム合金箔は、最終焼鈍後に箔表面のCube方位密度が5以上で、R方位密度が50以下である。より好ましくは、最終焼鈍後に箔表面のCube方位密度が7以上で、R方位密度が30以下である。

なお、Cube方位密度及びR方位密度の数値は全てランダム結晶方位密度に対する倍数を表す。

Cube方位は $\{001\}\langle 100 \rangle$ を代表方位とし、R方位は $\{123\}\langle 634 \rangle$ を代表方位とした。アルミニウム合金箔表面の結晶方位密度の測定には、 $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$ の不完全極点図を測定し、これらを元に三次元結晶方位解析(ODF)を行なって調べた。またこれらの解析においては、アルミニウム粉末から作られたランダム結晶方位を有する試料を測定して得たデータを $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$ 極点図の解析の際に使う規格化ファイルとし、これによりランダム方位を有する試料に対する倍数として各種方位密度を求めた。なお本発明において、結晶方位密度は全て三次元結晶方位解析(ODF)に基づくものである。

### 講習会の目的

材料特性に係る集合組織の異方性を正確な定量値で評価する方法の習得  
結晶方位の定量は方位分布図の Fitting でなければ計算出来ないことを習得

SmartLab/Rigaku

極点解析/CTRソフトウェア

ODF解析/LaboTex 3.1/LaboSoft

2015年11月26日

HelperTex Office

## 説明内容

### 極点測定

### 極点処理

r a n d o m試料から補正用 Defocus ファイルを作成

配向のある試料の極点処理方法

最適化 R p %

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

where :

$RP_{\{hkl\}}$  - relative error for  $\{hkl\}$  pole figure,

$\{PF_{exp.}\}_i$  - intensity of experimental (corrected and normalized) pole figure in point i,

$\{PF_{calc.}\}_i$  - intensity of calculated pole figure in point i,

$N$  - number of measured points on pole figure.

$$RP = \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M RP_{\{hkl\}_j}$$

各種ODF向けファイルの作成

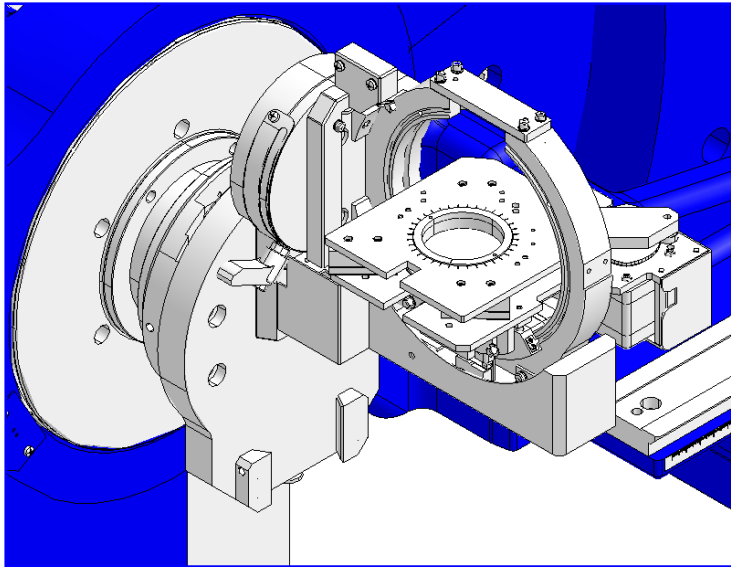
### ODF解析

CTRODFにより、ODF図、逆極点図、極点図を作成し $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ の決定

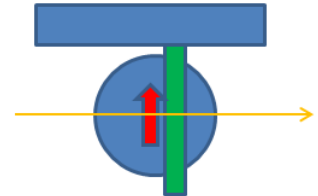
LaboTex2.1-DEMOによるLaboTexの操作法

LaboTex3.1によるVolumeFractionの決定

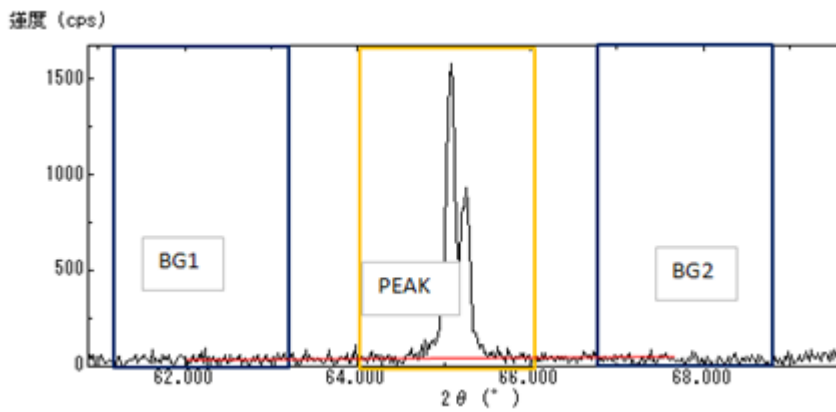
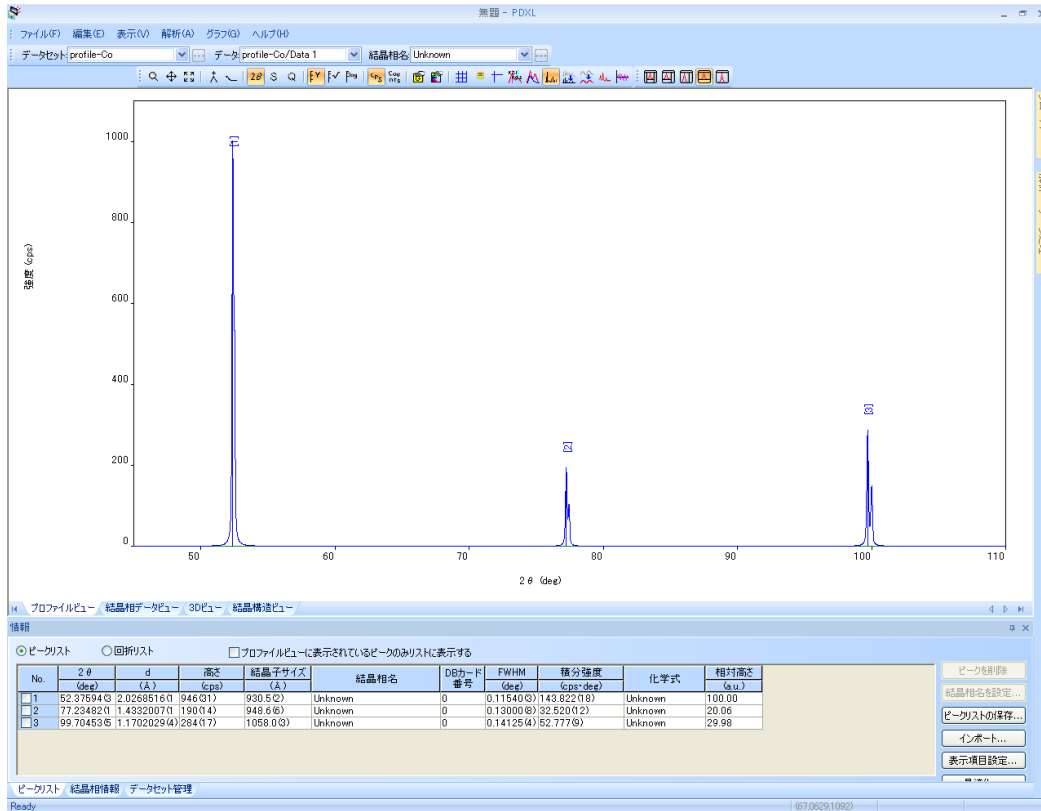
# 1. 極点測定 (SmartLab)



粉末光学系



## 2θ / θ でプロファイル確認



測定 2θ 角度とバックグラウンド位置の確認

測定した 2θ 位置から測定条件を決める

カスタマイズ - 透過・反射極点測定

試料情報  
 試料厚 (mm) 3.0  
 線吸収係数 (1/cm) 0.000  
 試料幅 (mm) 30.0

手動交換スリット条件  
 Soller / PSC (deg) 5.0  
 PSA (deg) Open  
 Soller (deg) 5.0  
 現状維持

1.110

極点測定条件  
 結晶系 立方晶  
 透過法 なし  
 バックグラウンド測定 2点測定  
 反射法 シュルツ  
 ステップ  細かい  普通  粗い  
 スピード  遅い  普通  速い  
 予備測定実行

データ測定条件

透過法	測定角度 (deg)	ステップ軸	範囲指定	開始 (deg)	終了 (deg)	ステップ (deg)	IS	IS長手 (mm)	RS1 (mm)	RS2 (mm)	アッテネータ
透過法	52.4000	$\alpha$	絶対	0.000	30.000	5.000		10.0	10.000	10.000	自動
反射法	52.4000	$\alpha$	絶対	15.000	90.000	5.000	1.0deg	2.0	10.000	10.000	Open

スキャン軸 範囲指定 モード  
 $\beta$  絶対 連続

開始 (deg) 終了 (deg) ステップ (deg) スピード (deg/min)  $\gamma$  揺動  
 0.00 360.00 5.00 600.00 なし

バックグラウンド測定条件

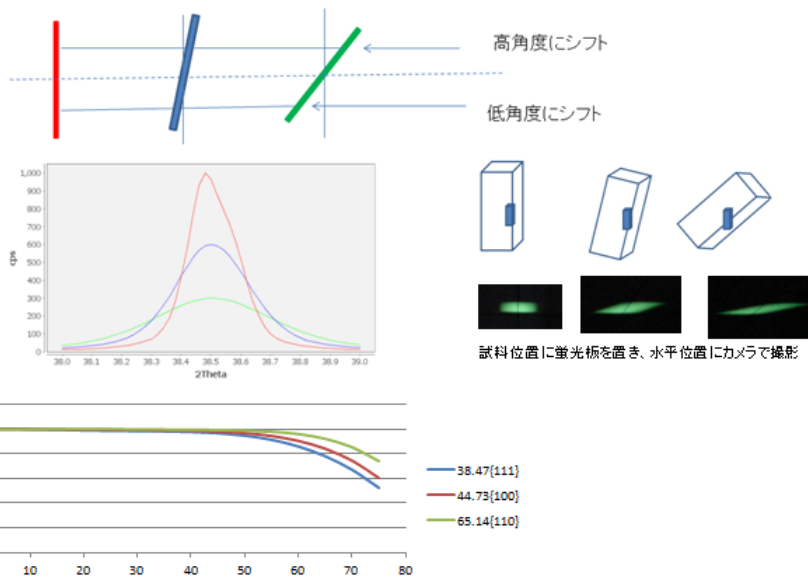
透過法	BG1角度 (deg)	ステップ軸	ステップ (deg)	RS1 (mm)	RS2 (mm)	透過法	BG2角度 (deg)	ステップ軸	ステップ (deg)	RS1 (mm)	RS2 (mm)
透過法	49.4000	$\alpha$	5.000	10.000	10.000	透過法	55.4000	$\alpha$	5.000	10.000	10.000
反射法	49.4000	$\alpha$	5.000	10.000	10.000	反射法	55.4000	$\alpha$	5.000	10.000	10.000

スキャン軸 測定方法 範囲指定 モード  
 $\beta$   $\beta$  一点測定 ( $\beta$ =強度最) 絶対 一定時間

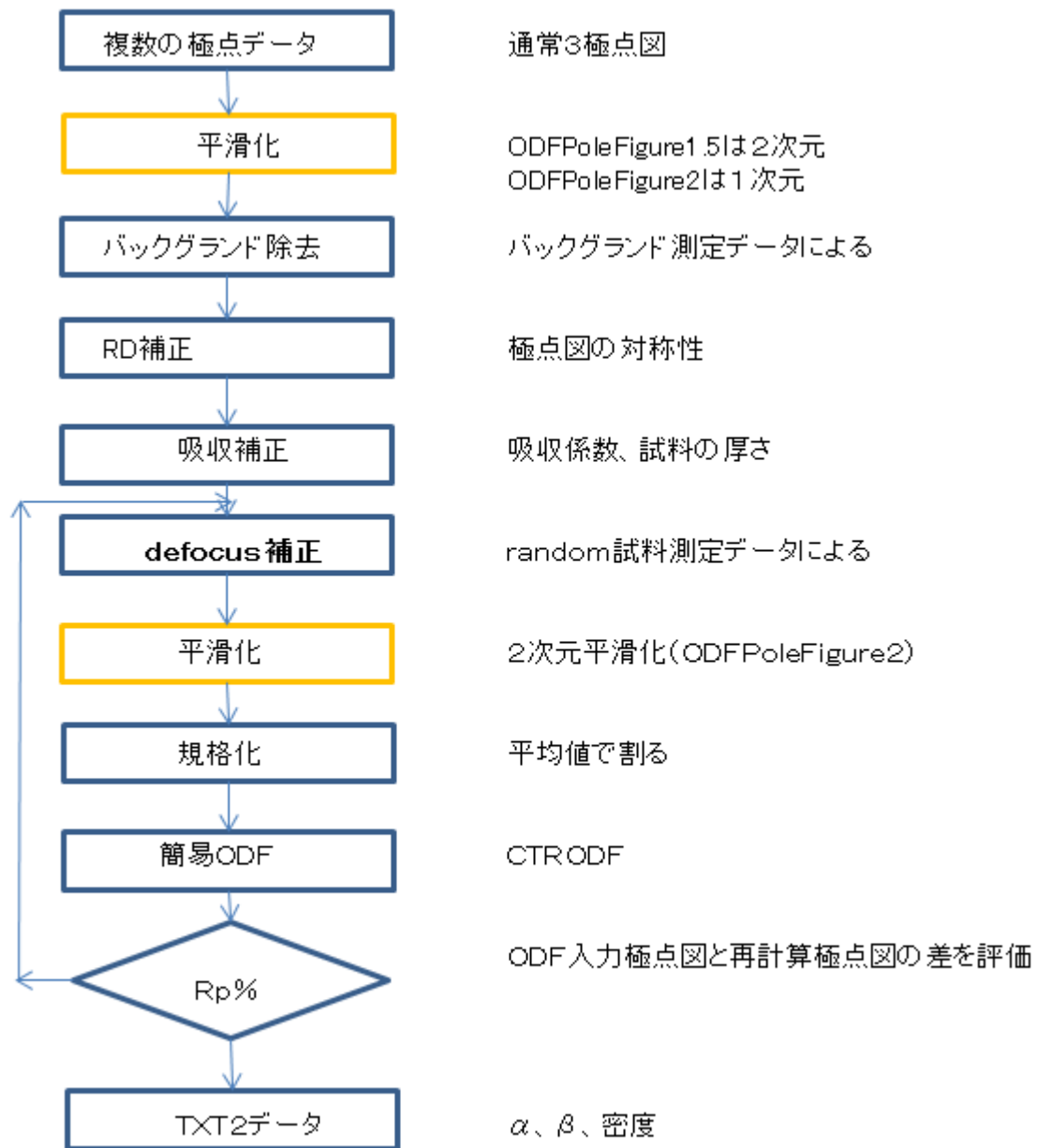
開始 (deg) 終了 (deg) ステップ (deg) 計数時間 (sec)  
 0.00 360.00 5.00 0.50

測定所要時間合計: 0:28:16

### 試料を傾けるとプロファイルが広がる (Defocus)

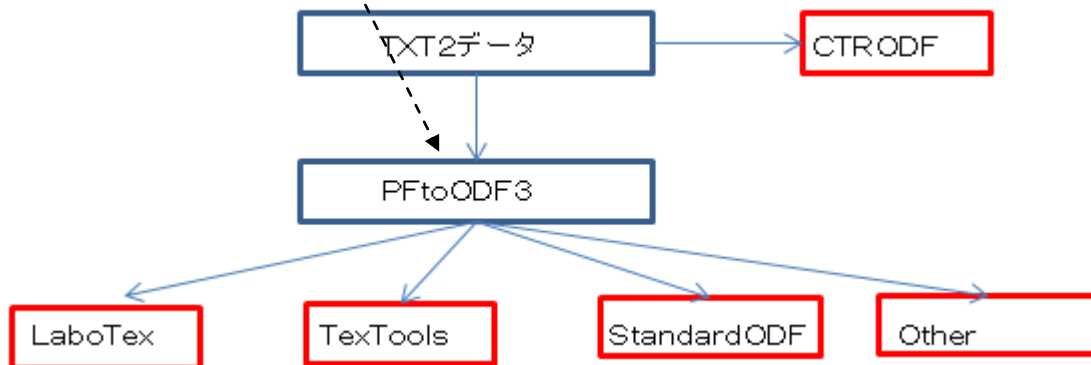


## 2. 極点処理(ODFPoleFigure1.5,ODFPoleFigure2)



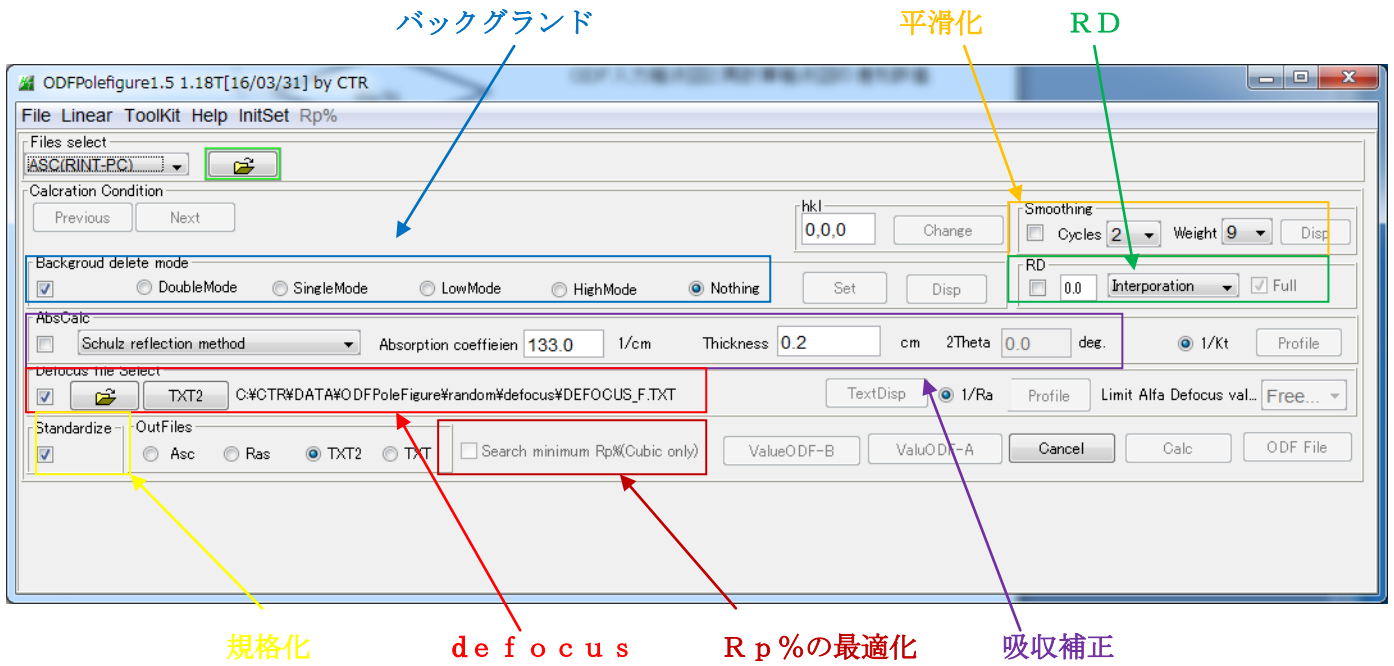
## 3. ODF処理

CTRODF以外ODF入力ファイルはPFtoODF3で作成されます。



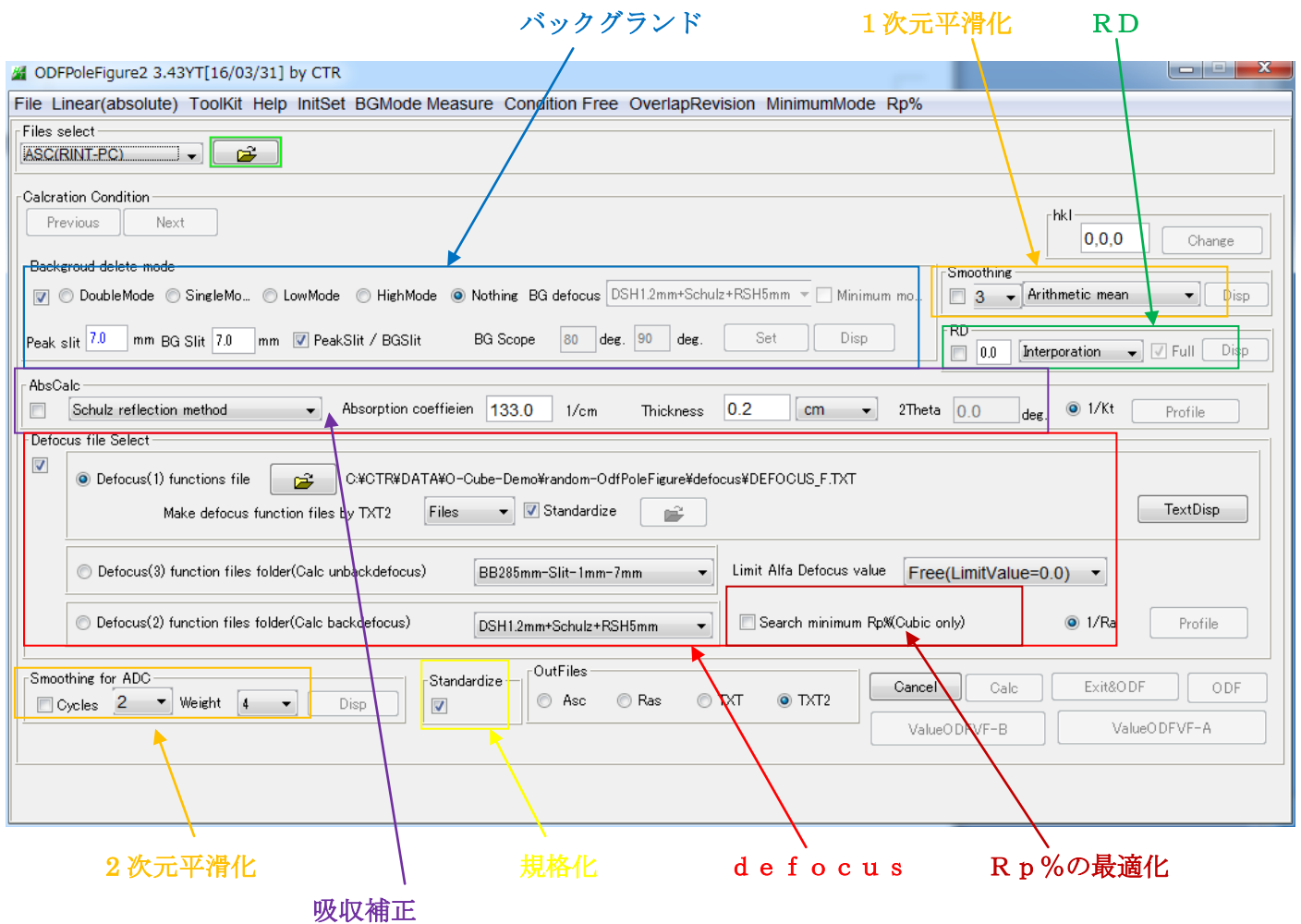
結晶方位分布図を作成し、方位分析を行う。

#### 4. ODF Pole Figure 1.5ソフトウェア



#### 5. ODF Pole Figure 2ソフトウェア

random試料なしで、defocus補正が可能。

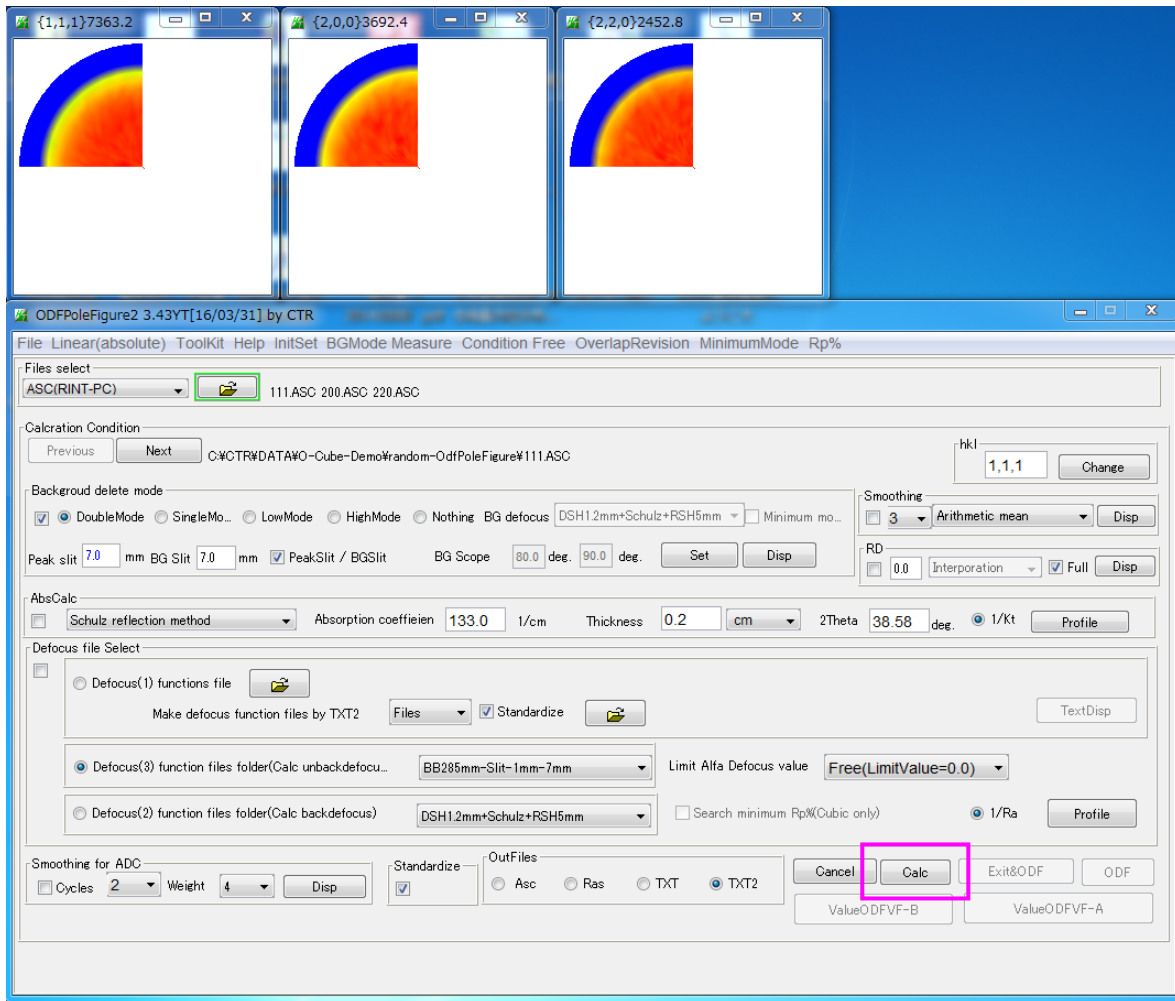


## 6. Defocusデータの作り方

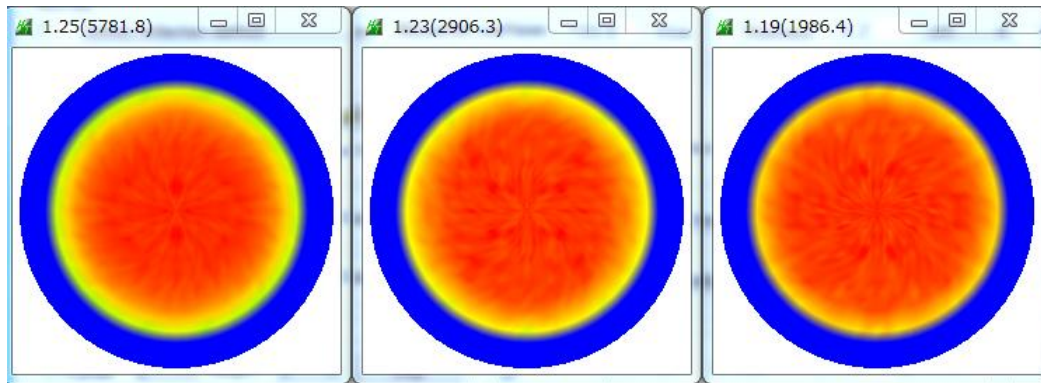
### 6. 1 無配向試料の極点測定データから多項式近似曲線を作成

極点処理はバックグラウンド削除

Random データ C:\CTR\DATA\O-Cube-DEMO\random-ODFPoleFigure



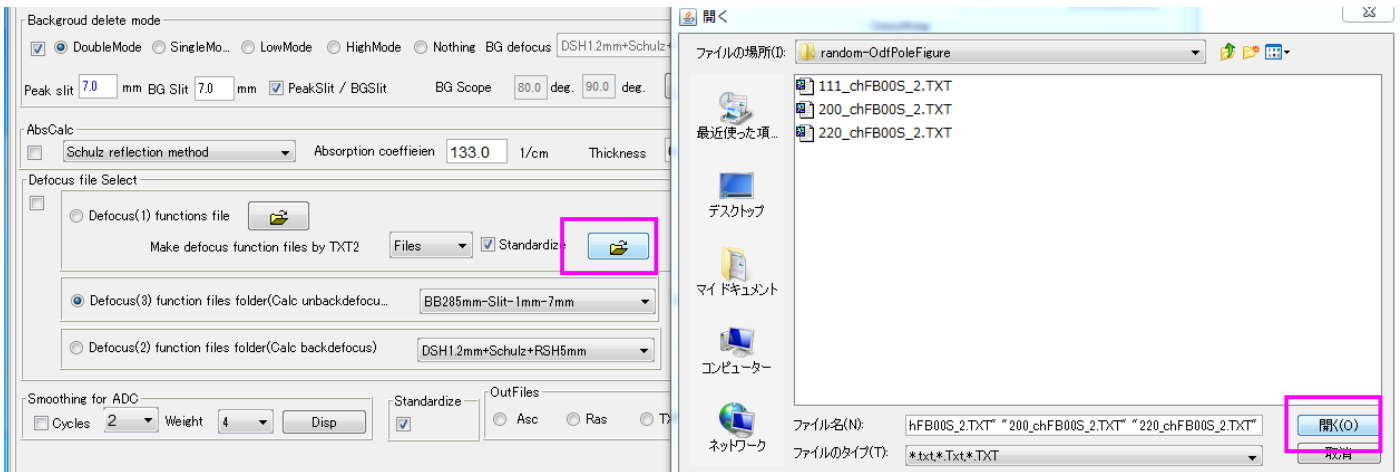
バックグラウンドの削除を行う。



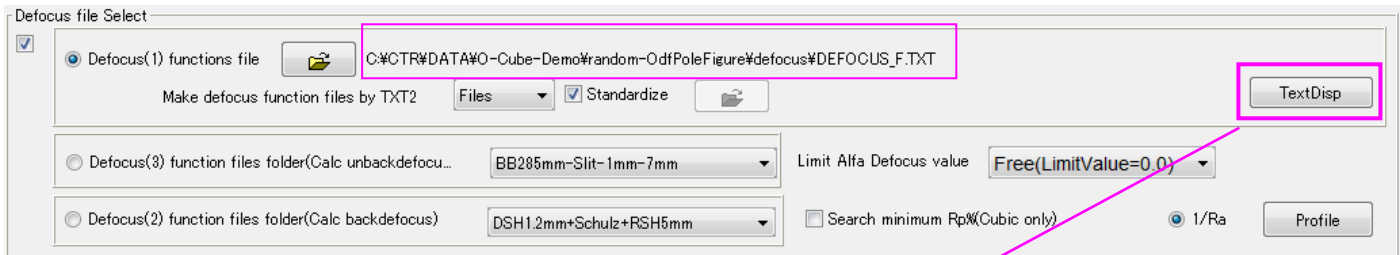
作成されたファイル

111.ASC	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷ-	17 KB
200.ASC	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷ-	17 KB
220.ASC	2014/03/13 7:40	RINT20007ｽｷ-	17 KB
111_chFB00S_2.TXT	2015/10/27 2:12	テキスト文書	22 KB
200_chFB00S_2.TXT	2015/10/27 2:12	テキスト文書	22 KB
220_chFB00S_2.TXT	2015/10/27 2:12	テキスト文書	22 KB
SLITTTHEATAFILE	2015/10/27 2:12	ファイル	1 KB

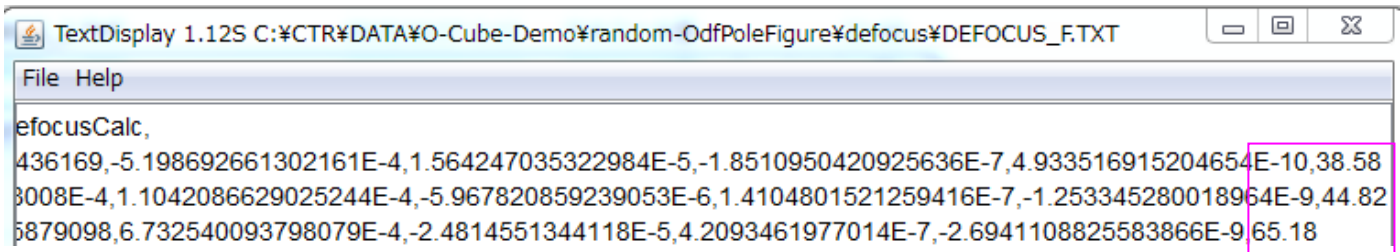
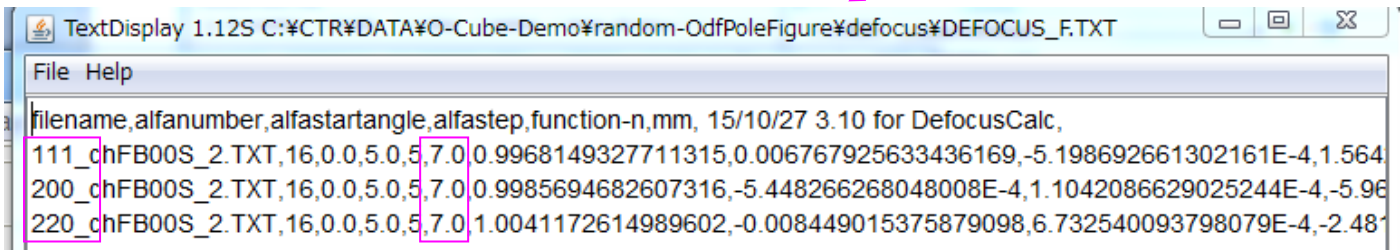
## 6. 2 作成されたファイルから DEFOCUS ファイルを作成



画面上に DEFOCUS ファイルが表示されます。



TextDisp で DEFOCUS ファイルを確認

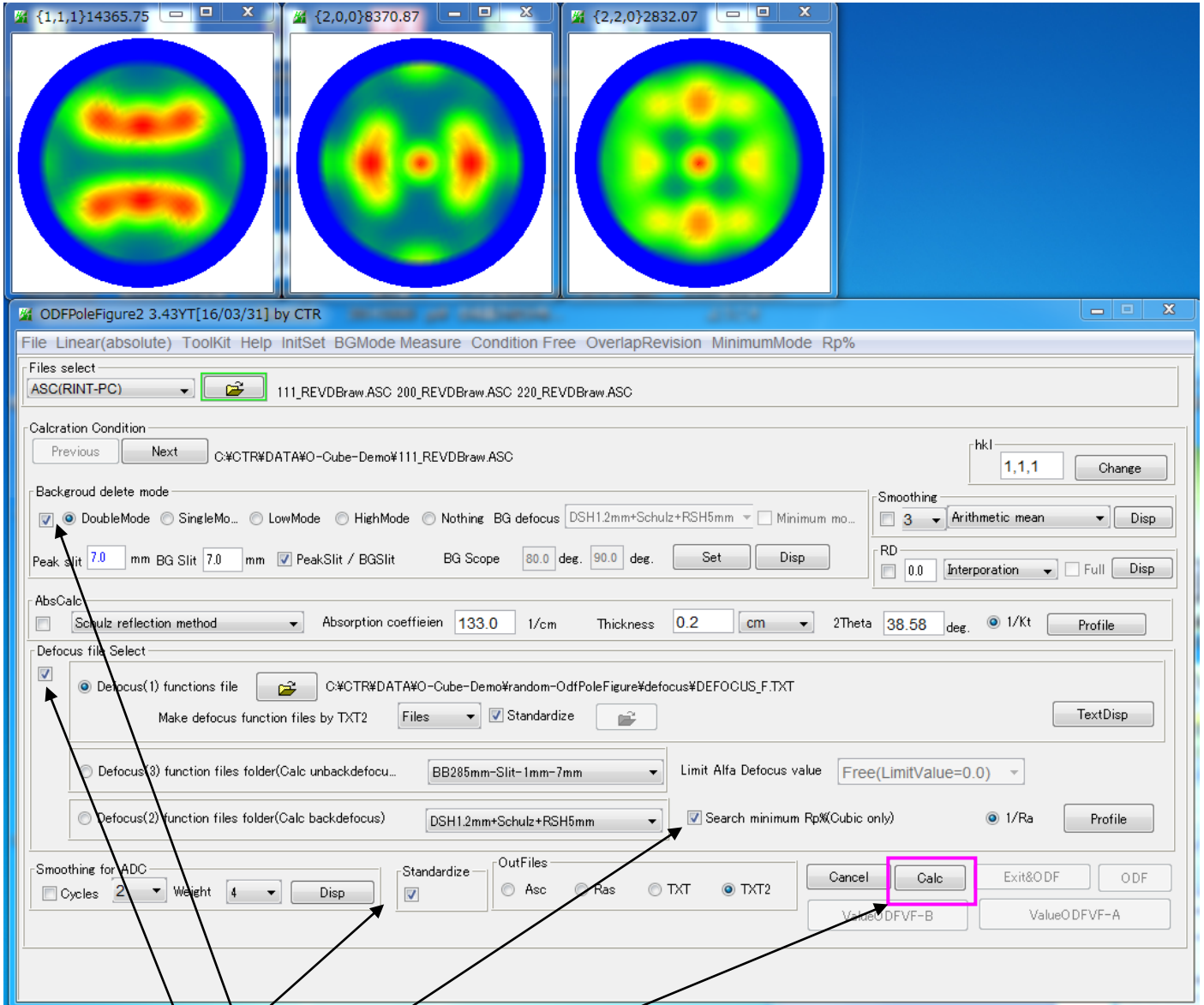


各行の先頭に指数、スリット幅、最後に  $2\theta$  角度が配置されていることが重要です。  
バージョンの古い ODFPoleFigure ソフトウェアでは異なります。



## 7. 配向試料の極点処理

Random 試料と同じスリット条件で測定した配向試料の極点測定



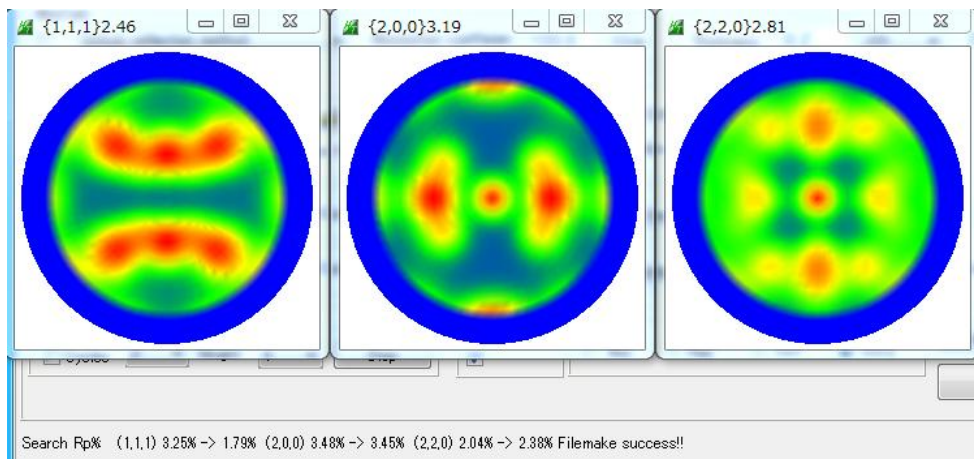
バックグラウンド削除

defocus 補正

規格化

Rp%の最適化

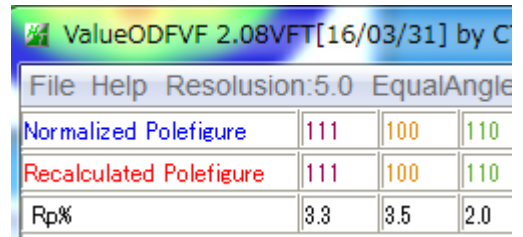
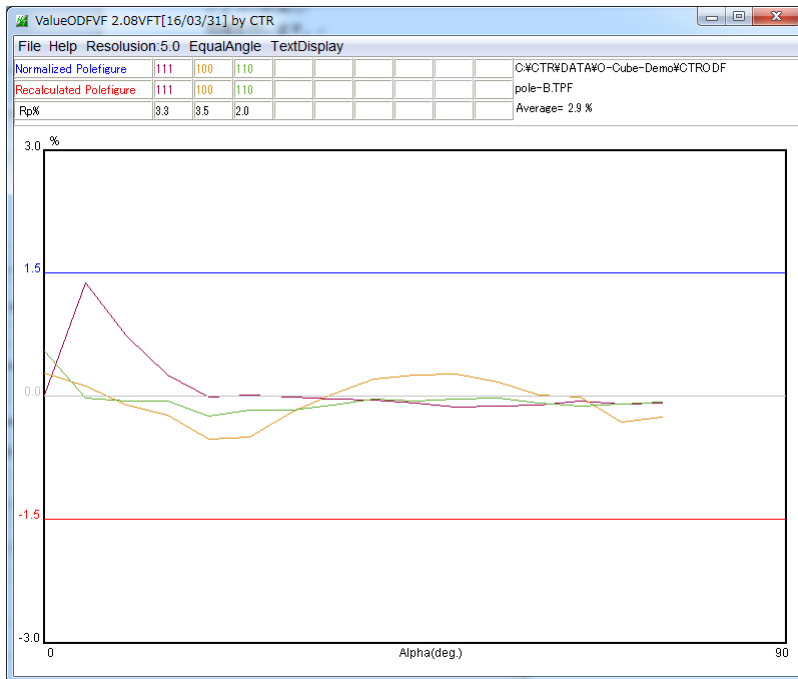
処理を行います。



## 8. 最適化処理の確認

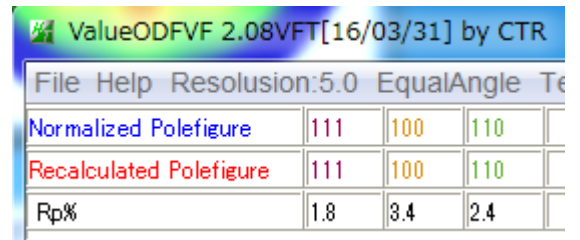
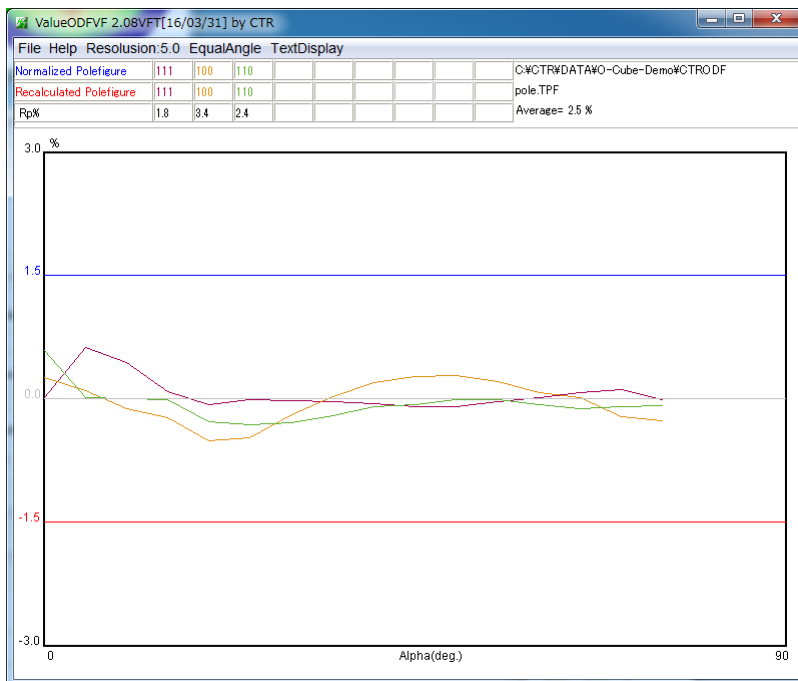
最適化する前

ValueODFVF-B



C:\CTR\DATA#O-Cube-Demo#CTRODF  
pole-B.TPF  
Average= 2.9 %

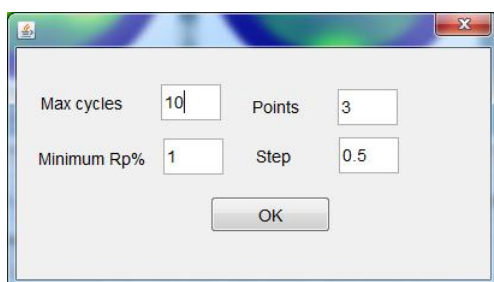
最適化後



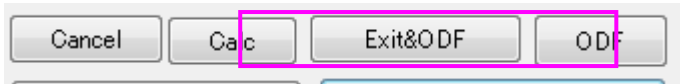
C:\CTR\DATA#O-Cube-Demo#CTRODF  
pole.TPF  
Average= 2.5 %

R p %の最適化は、処理前が2.9%、処理後は2.5%に改善されています。

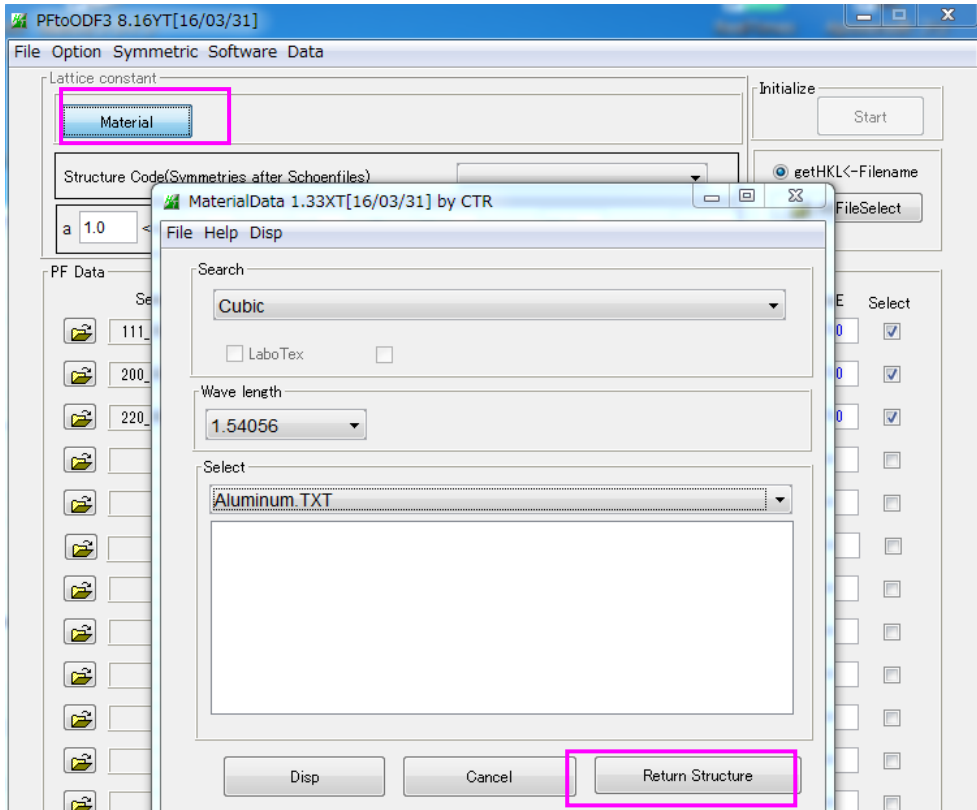
使用したR p %最適化パラメータ



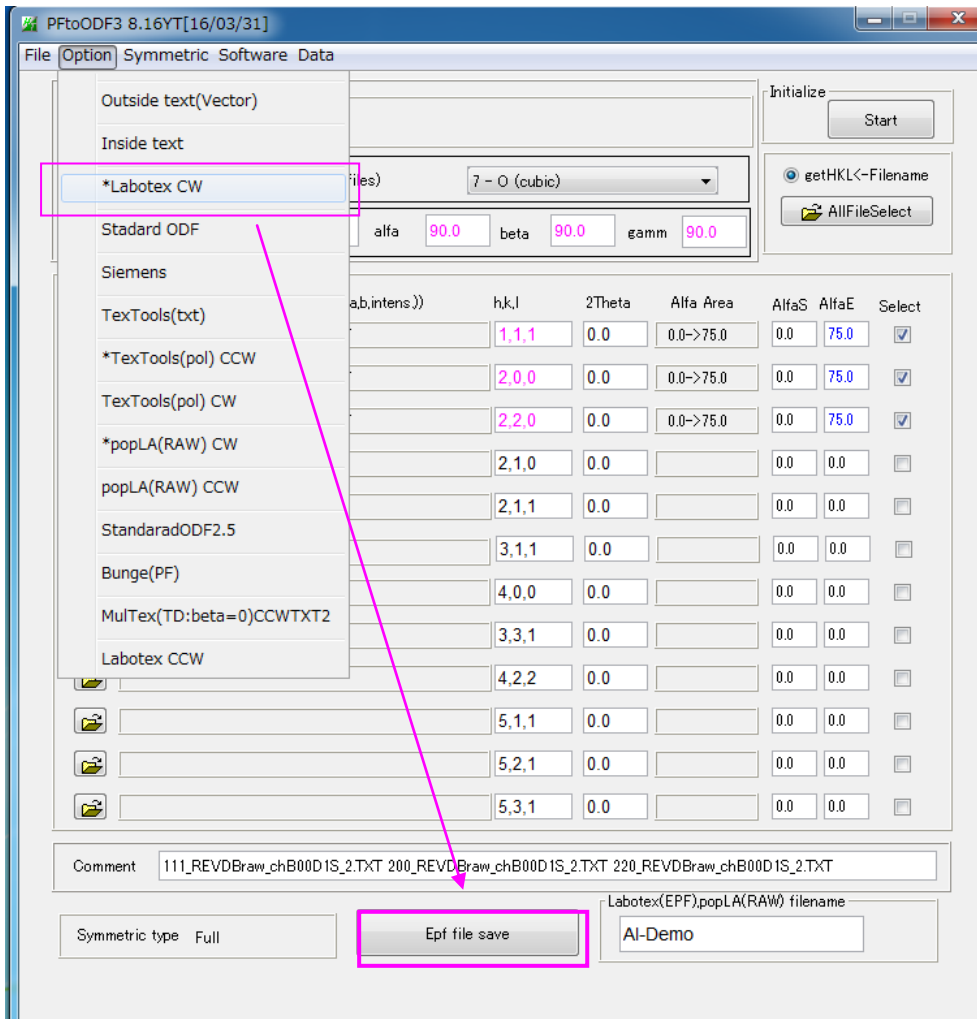
9. ODF 向けファイルの作成



Material で Aluminum を選択



ODF を選択して



## 作成されるファイル

random-OdfPoleFigure	2015/10/27 2:16	ファイル フォル...	
CTRODF	2015/10/27 2:38	ファイル フォル...	
LaboTex	2015/10/27 7:40	ファイル フォル...	
111_REVDBraw.ASC	2015/10/26 8:26	RINT2000アスキー	16 KB
200_REVDBraw.ASC	2015/10/26 8:31	RINT2000アスキー	15 KB
220_REVDBraw.ASC	2015/10/26 8:34	RINT2000アスキー	15 KB
111_REVDBraw_chB00D1S_2.TXT	2015/10/27 2:38	テキスト文書	22 KB
200_REVDBraw_chB00D1S_2.TXT	2015/10/27 2:38	テキスト文書	22 KB
220_REVDBraw_chB00D1S_2.TXT	2015/10/27 2:38	テキスト文書	22 KB

## PFtoODF3 で作成された LaboTex 入力極点図ファイル

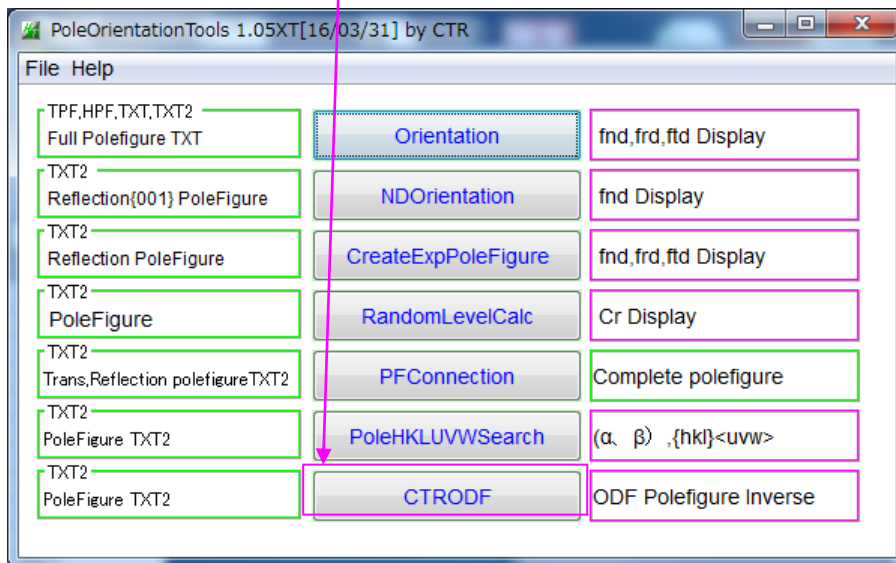
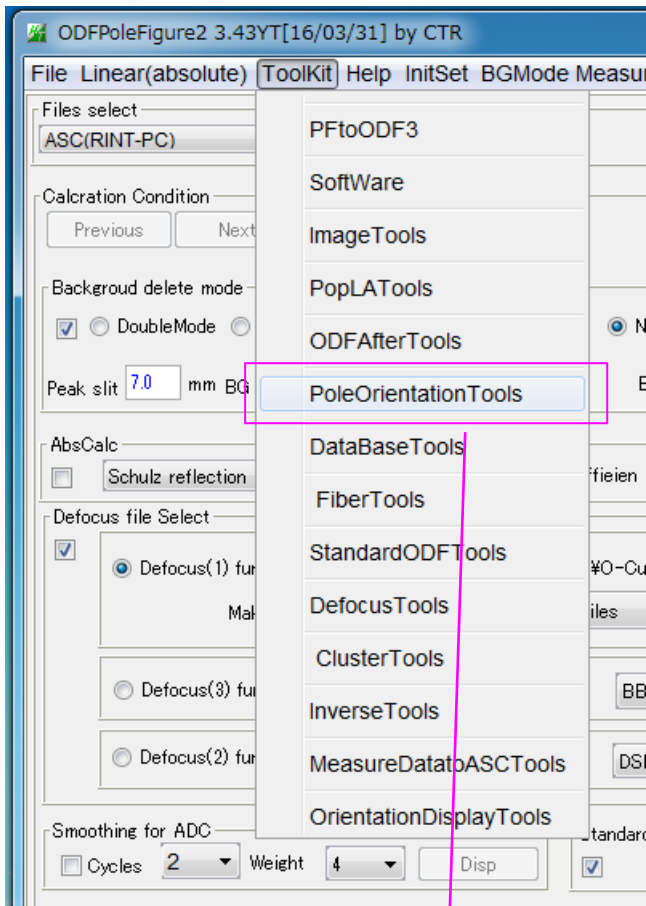
windows7-64 (C:) > CTR > DATA > O-Cube-Demo > LaboTex > CW

ツール(T) ヘルプ(H)

共有 ▾ 書き込む 新しいフォルダー

名前	更新日時	種類	サイズ
Al-Demo.epf	2015/10/27 7:40	Exchange Certifi...	35 KB

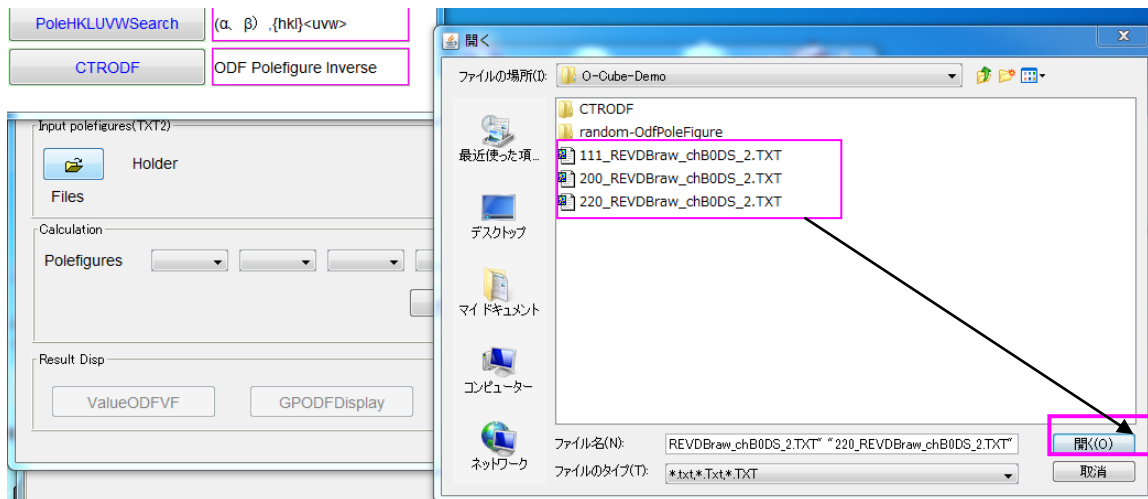
## 10. ODF 処理を理解するために



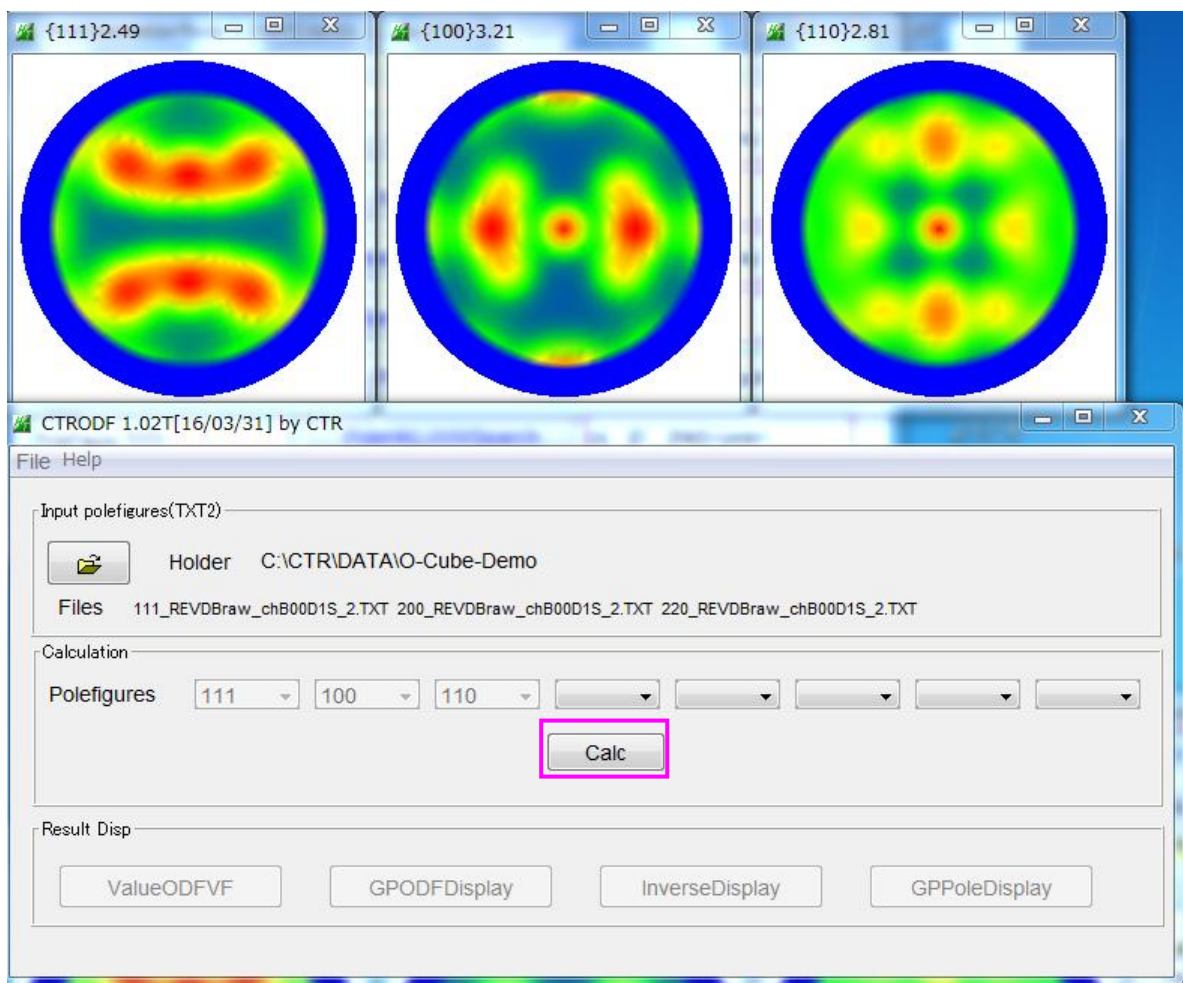
CTRODF で予備知識を得ます。

尚、正確な ODF 計算は、LaboTex, TexTools, StandardODF を用いて下さい。

## 10. 1 CTRODFで先ほどの極点処理データ (TXT2) 解析



Holder, Files, 極点図が表示されます。



極点図指数が変更されています。

{111} ——> {111}

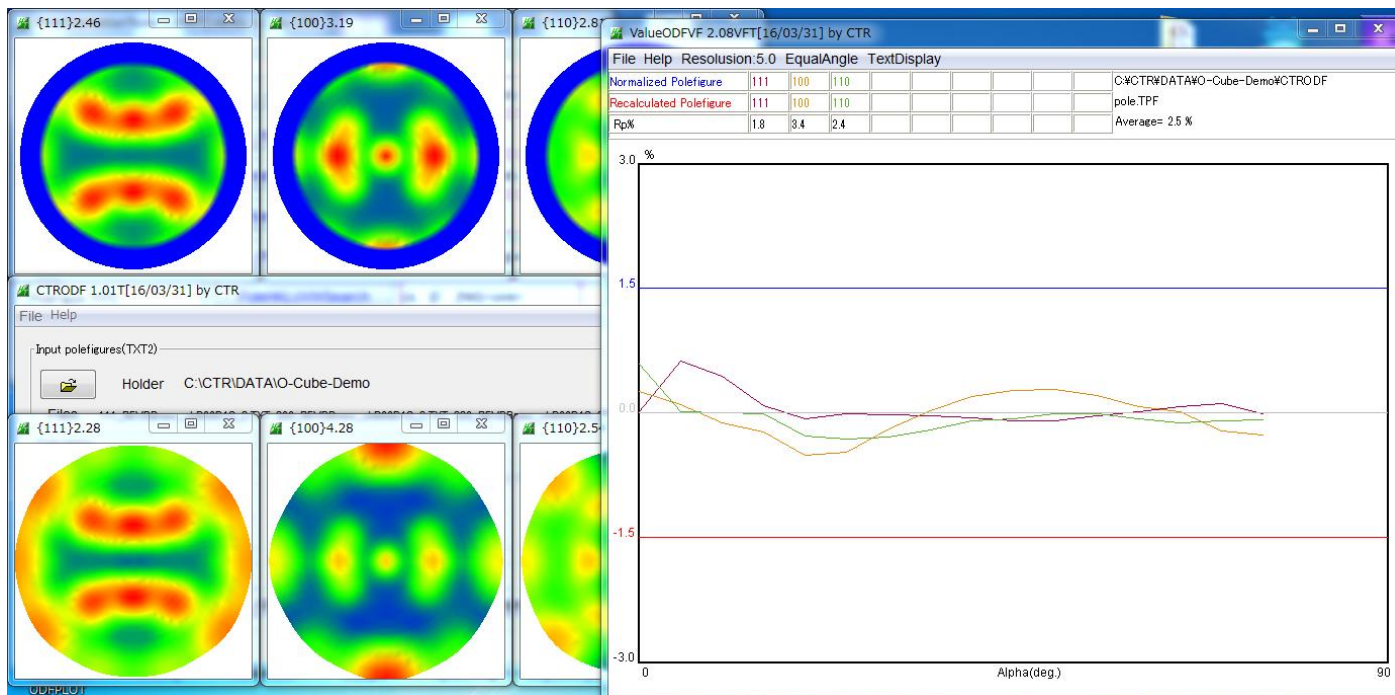
{200} ——> {100}

{220} ——> {110}

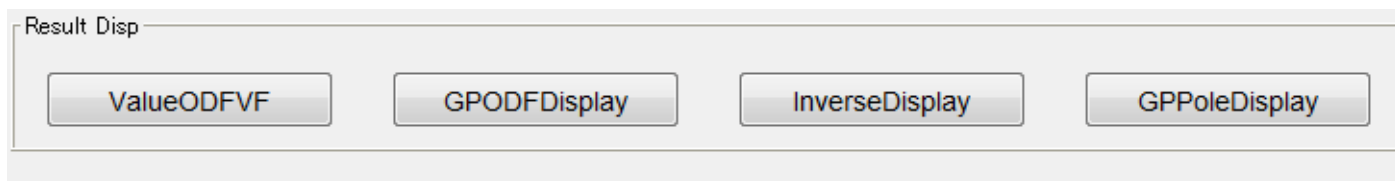
Calc で計算が始まります。

計算終了画面

ODF 解析結果の再計算極点図と ValueODFVF による Rp%評価結果が表示される。

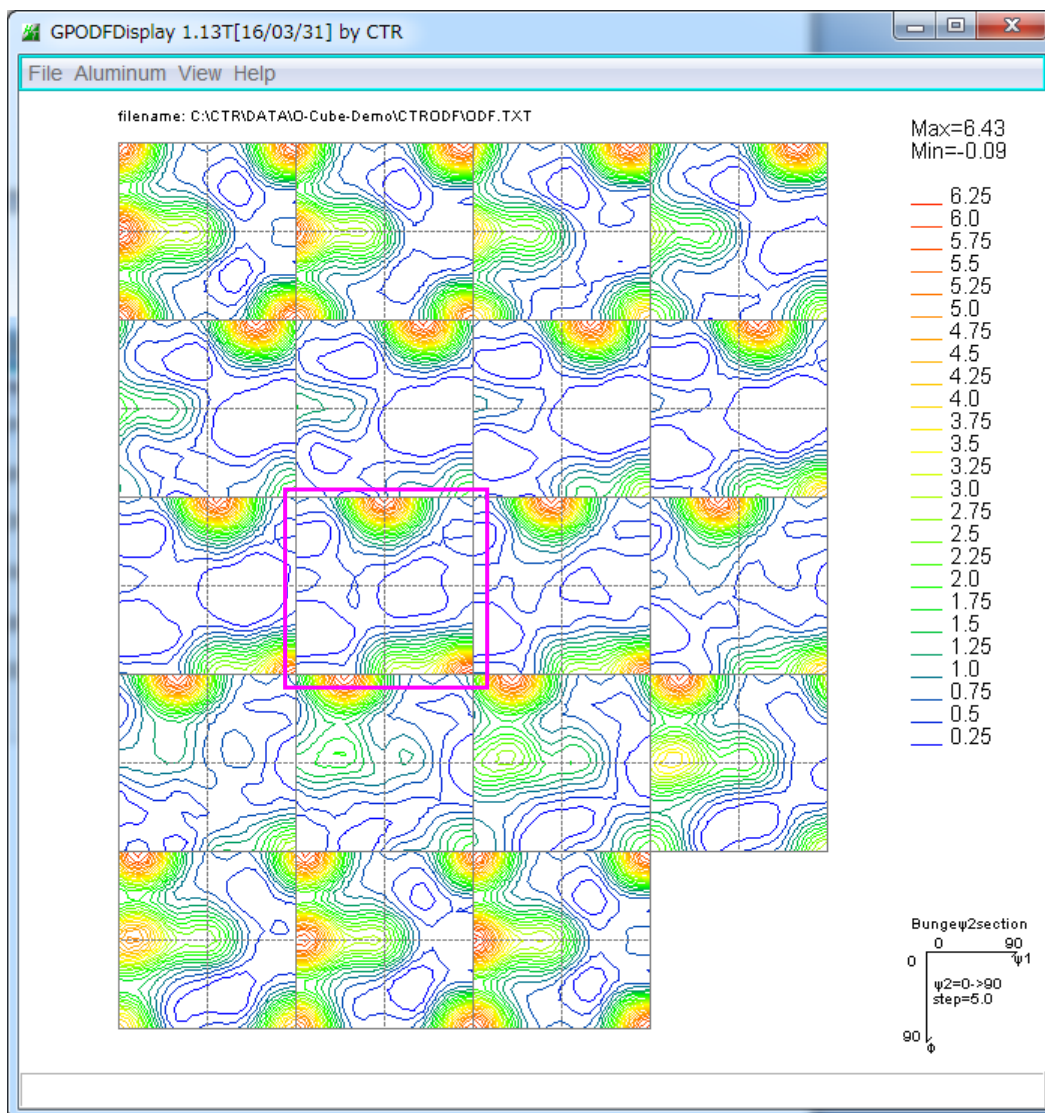
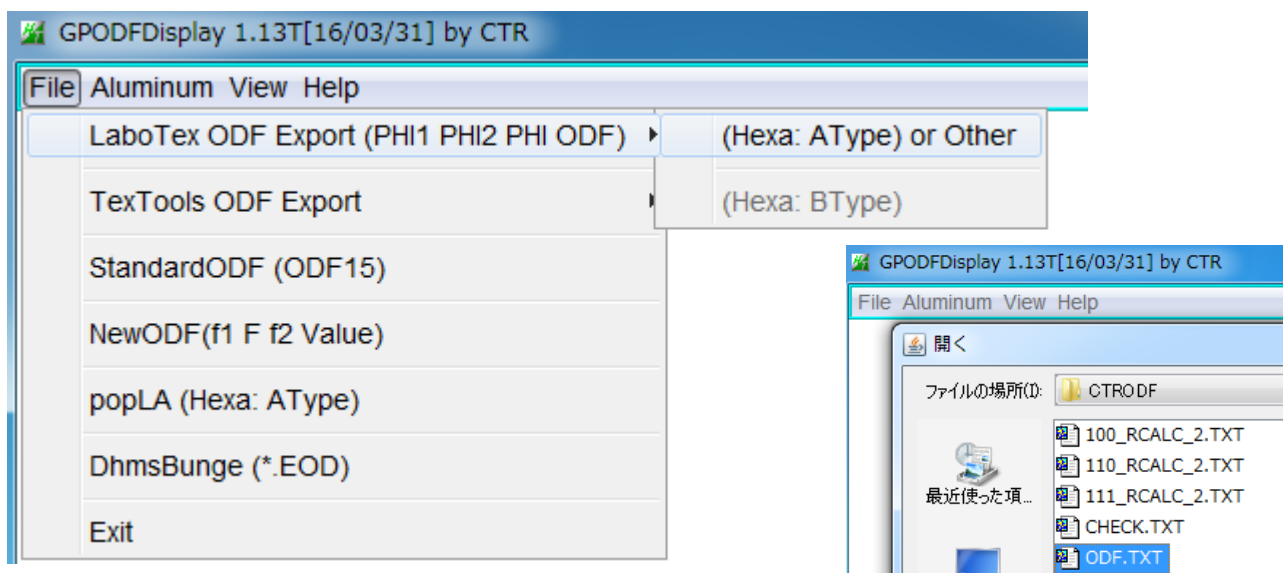


ODF 図などは



- ValueODFVF Rp %の確認
- GPODFDisplay ODF 図から{hkl}<uvw>の決定
- InverseDisplay ND,TD,RD 方向の方位分布の確認
- GPPoleDisplay 極点図から{hkl}<uvw>の決定

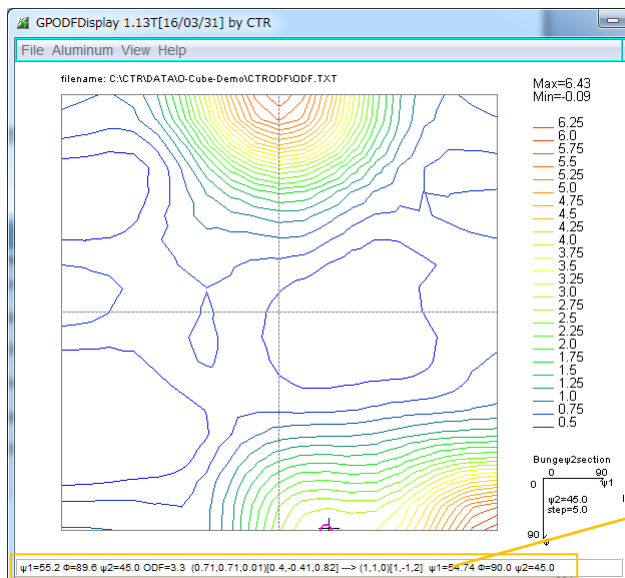
10. 2 ODF 図



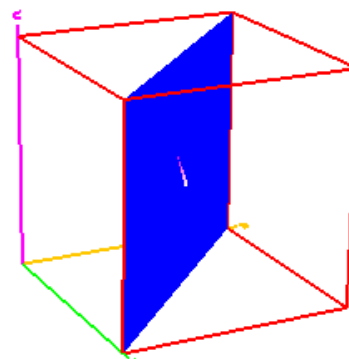
$\phi$  2 断面 4 5 度をマウスセンタークリックで  $\phi$  2 断面 = 4 5 度単独表示



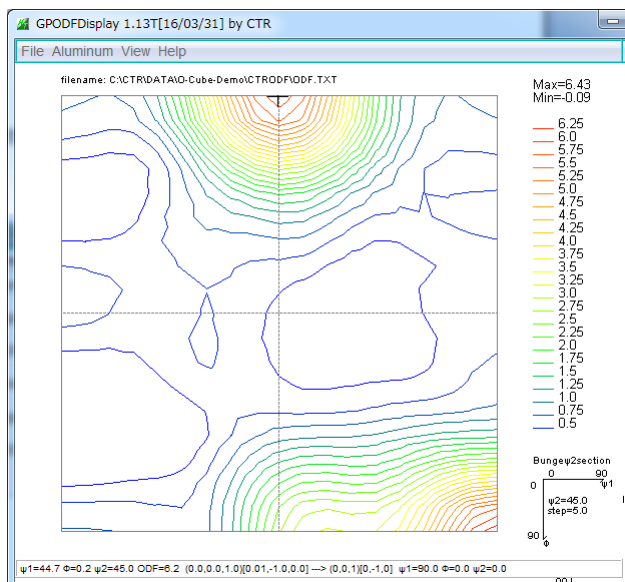
Brass



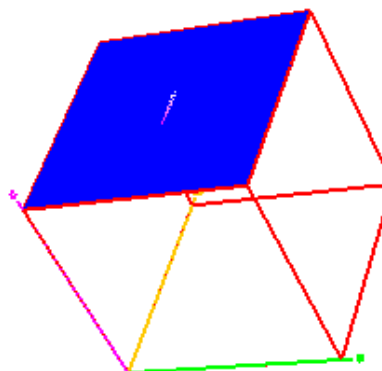
(54.7,90,45)をマウス左クリック  
 ODF=3.3 の{110}<-1-12>  
 テキスト部分クリックで方位図表示



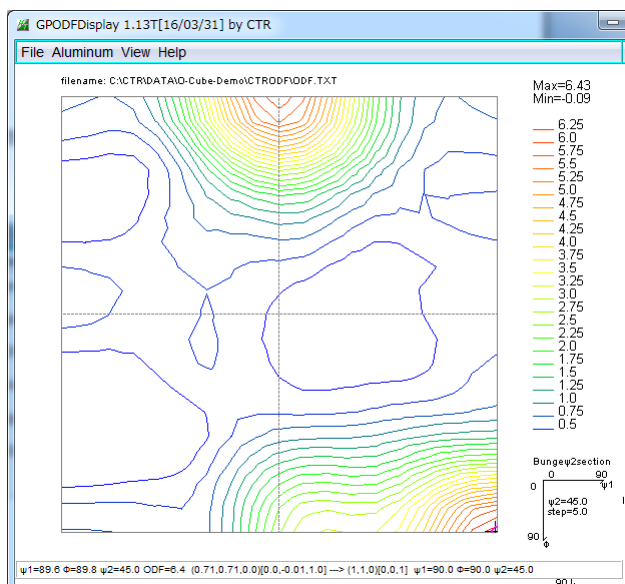
Cube



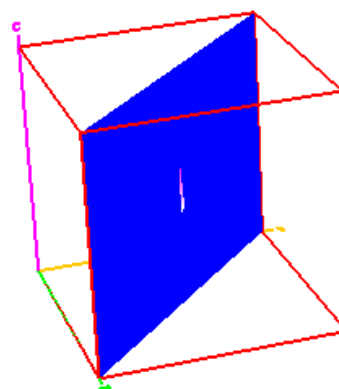
(0,45,45)をマウス左クリック  
 ODF=6.2 {001}<100>



Goss



(90,90,45)をマウス左クリック  
 ODF=6.4 {110}<001>

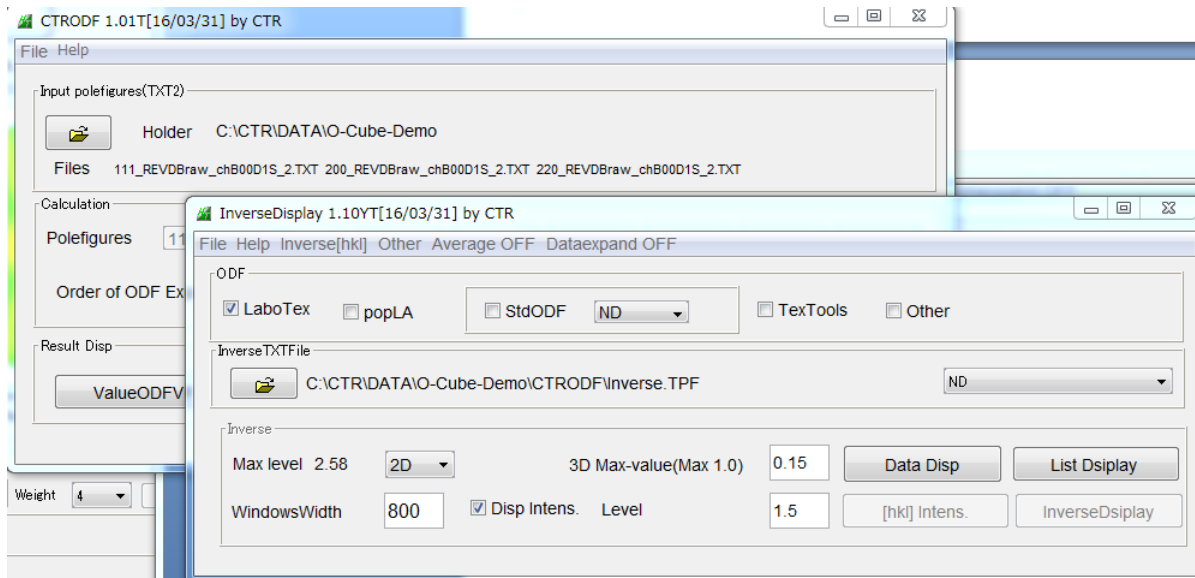
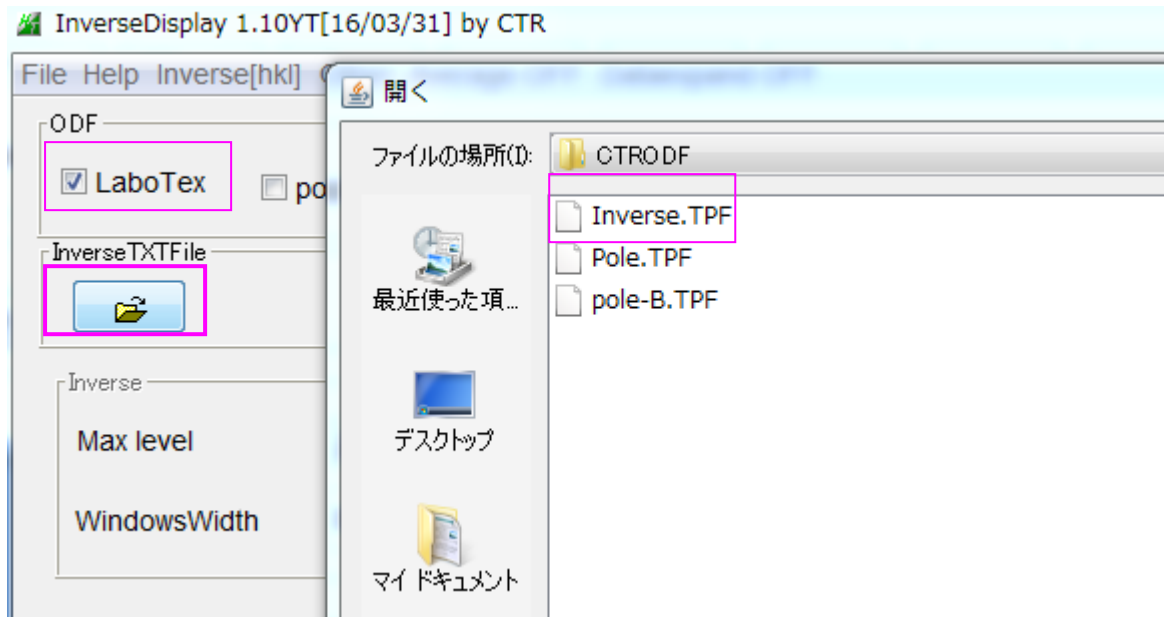


**Brass : 3.3    Cube : 6.2    Goss : 6.4**

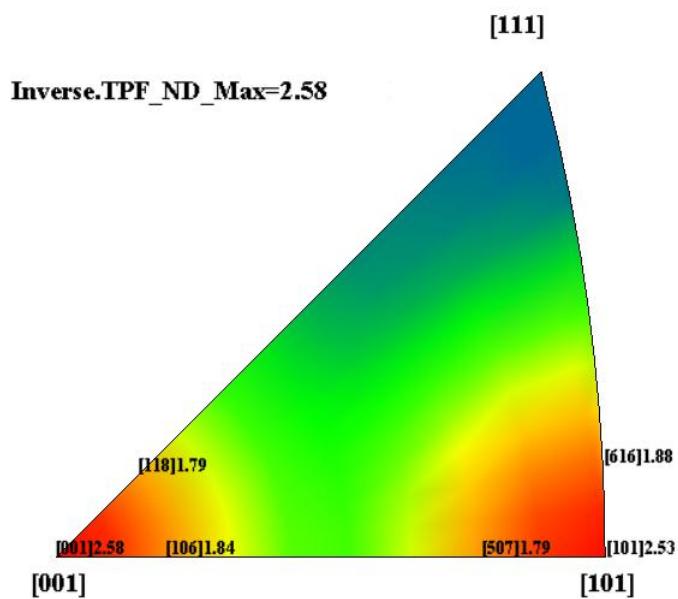
この比率は、定量値 (VolumeFraction) ではありません

### 10.3 逆極点図

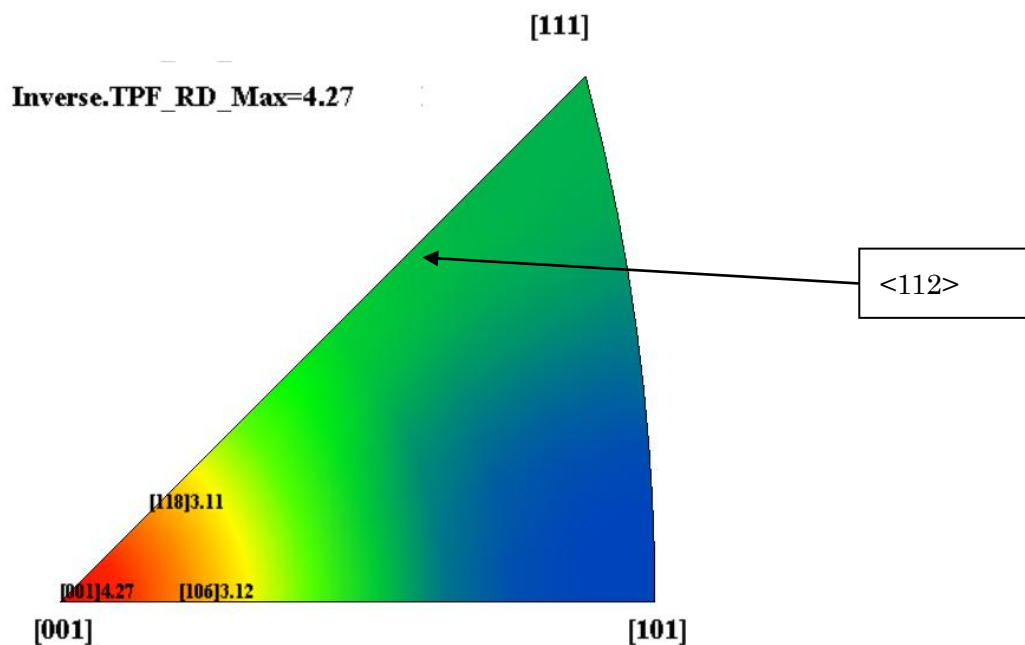
逆極点への入力ファイルは **LaboTex** 仕様で作成されています。



ND 方向は



RD 方向は



ND 方向は  $\langle 101 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$  方向

RD 方向は  $\langle 001 \rangle$  方向

の密度が高くなっています。

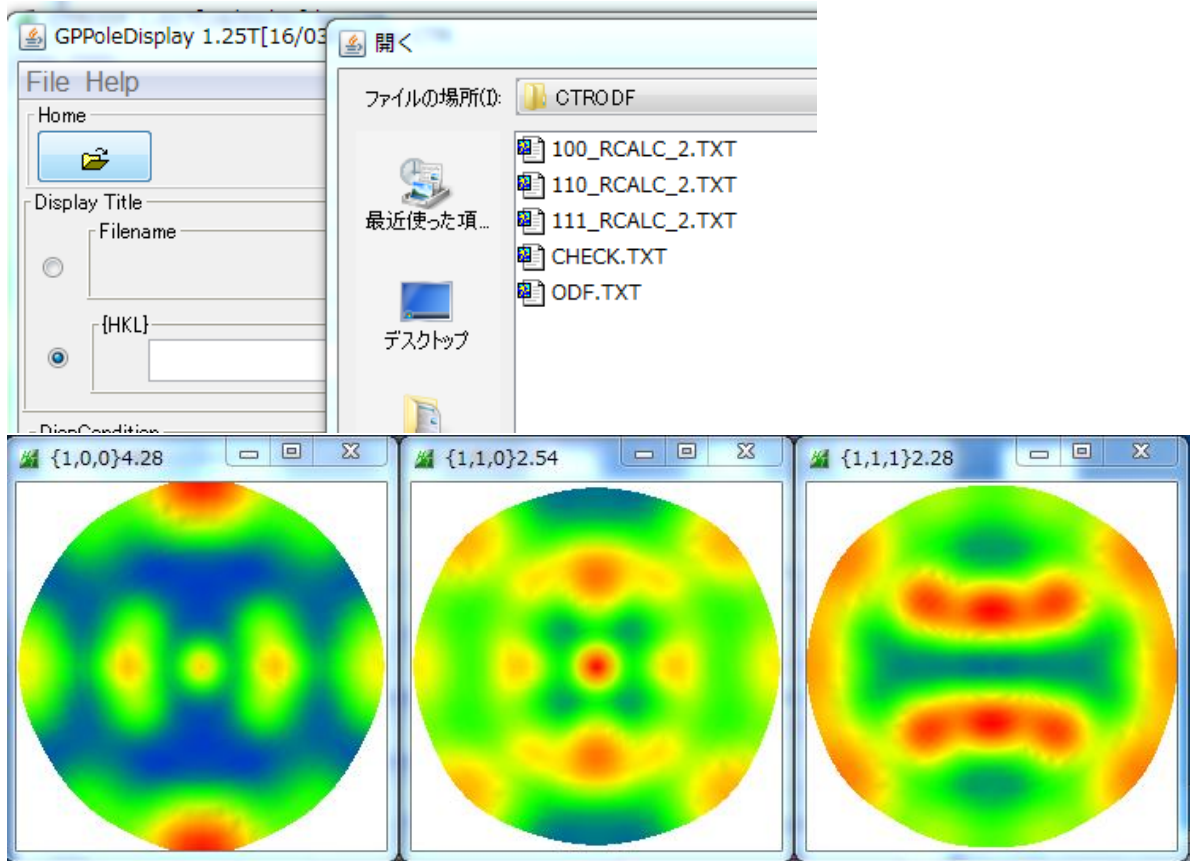
ODF の結果は、

$\{110\} \langle 1-12 \rangle$

$\{001\} \langle 100 \rangle$

$\{110\} \langle 001 \rangle$

10. 4 極点図



極点図の中心に着目 (ND)

$\{100\}$ 、 $\{110\}$

極点図の真上に着目 (RD)

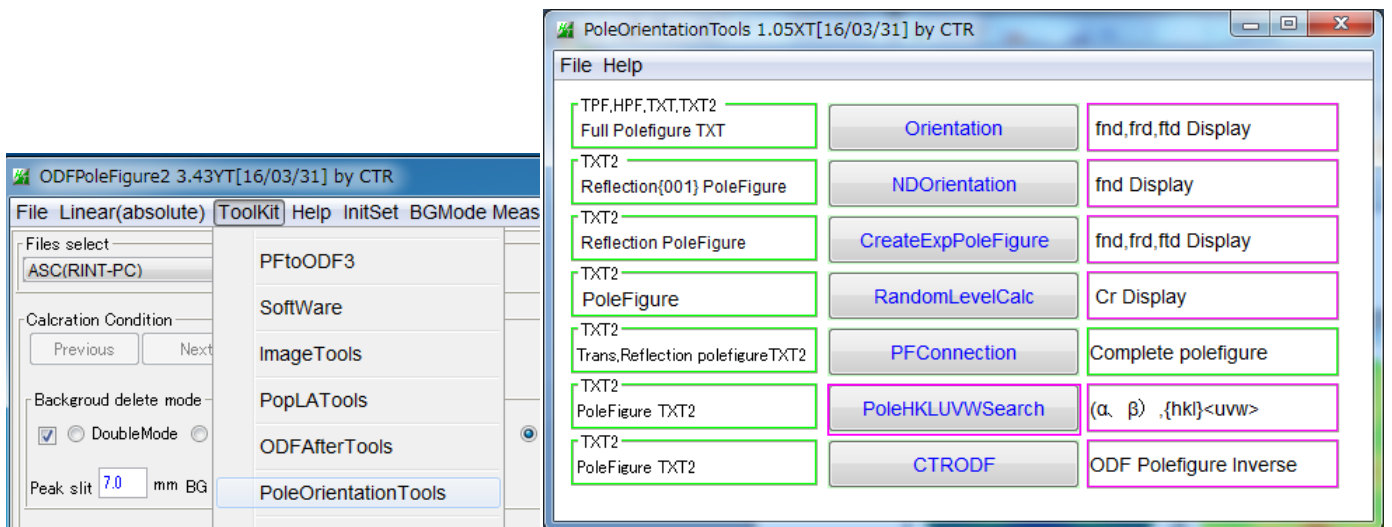
$\langle 100 \rangle$

が存在しています。

組み合わせると  $\{001\} \langle 100 \rangle$ 、 $\{110\} \langle 001 \rangle$  は分かりますが

$\{110\} \langle 1-12 \rangle$  は極点図を回転しないと判明しません。

10. 5 PoleHKLUVWSearchソフトウェア



# PoleHKLUVWSearchによる検索

The image displays the PoleHKLUVWsearch 2.03XT software interface. The top window shows a file selection dialog for the '開く' (Open) operation. The file location is 'CTRODF', and the selected files are '100\_RCALC\_2.TXT', '110\_RCALC\_2.TXT', and '111\_RCALC\_2.TXT'. Other files in the list include 'CHECK.TXT' and 'ODF.TXT'. Below this, three circular plots show simulation results for different Miller indices:  $\{1,0,0\}$  with a value of 4.28,  $\{1,1,0\}$  with 2.54, and  $\{1,1,1\}$  with 2.28. The bottom window shows the main software interface with the following settings:

- Material select: Cubic
- Holder: C:\CTR\DATA\IO-Cube-Demo\CTRODF
- Files selected: 100\_RCALC\_2.TXT, 110\_RCALC\_2.TXT, 111\_RCALC\_2.TXT
- Miller indices:  $\{1,0,0\}$ ,  $\{1,1,0\}$ ,  $\{1,1,1\}$
- Peak search: Peak search minimum level 0.1, Same peak scope (degree) 6
- Exclude:  astart angle (!=0.0), Minimum level 1.0
- Search button
- HKLUVWSearch: Limit Distance 7.5, Manual HKLUVW button
- AutoHKLUVW: Minimum level 0.9, Auto HKLUVW button



結果

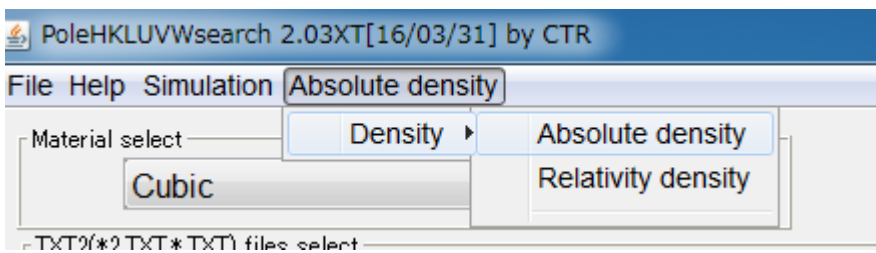
```

***Calc***
{001}<100> {013}<100> {101}<52-5> {110}<001> {110}<1-12> {112}<1-10> {122}<2-21> {323}<1-31> {525}<1-51>
1,0,0      1.0      0.33      0.5      1.0      1.0      0.33      0.33      0.66      1.0
1,1,0      1.0      0.66      0.69      1.0      1.0      0.2      0.4      0.16     0.33
1,1,1      1.0      1.0      0.33      1.0      0.6      0.25     0.5      0.5      1.0

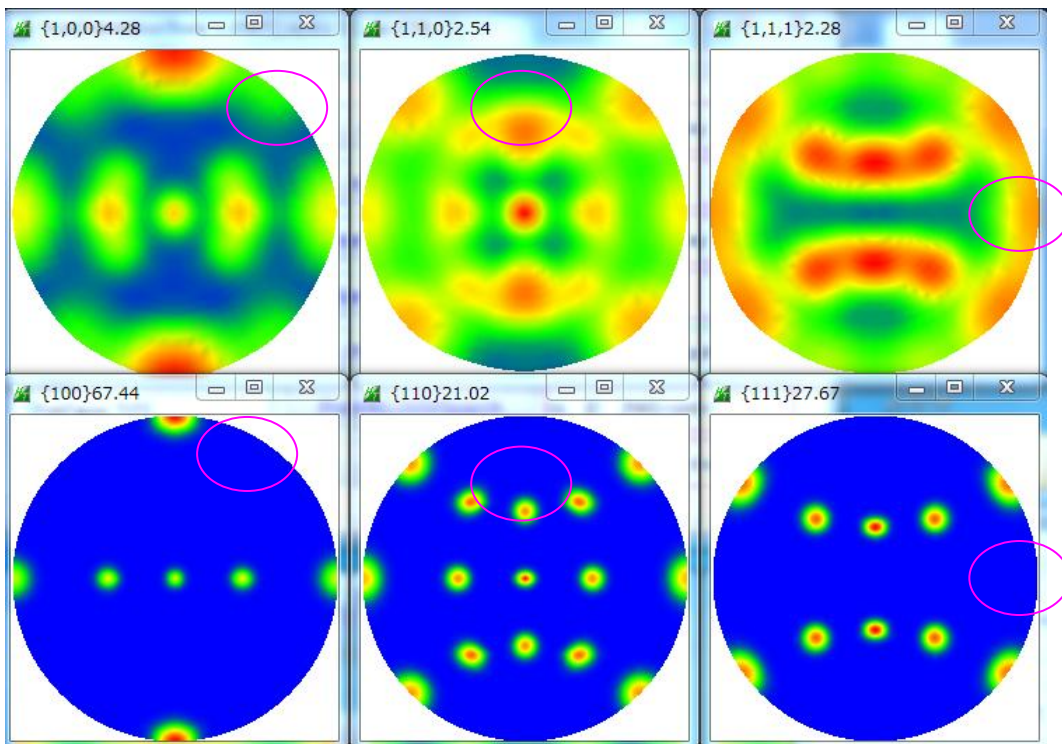
***Result***
{001}<100> {110}<001>
1,0,0      1.0      1.0
1,1,0      1.0      1.0
1,1,1      1.0      1.0
  
```

{110}<1-12>は(1,1,1)が1. 0でないので、最終リストにならない

入力極点図と検証極点図を比較する



で検証



一致していません。

検出レベルを下げて検証します。

Autohkluvw

Minimum level

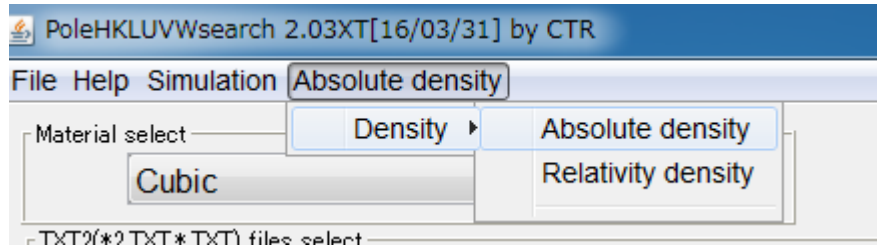
結果

```

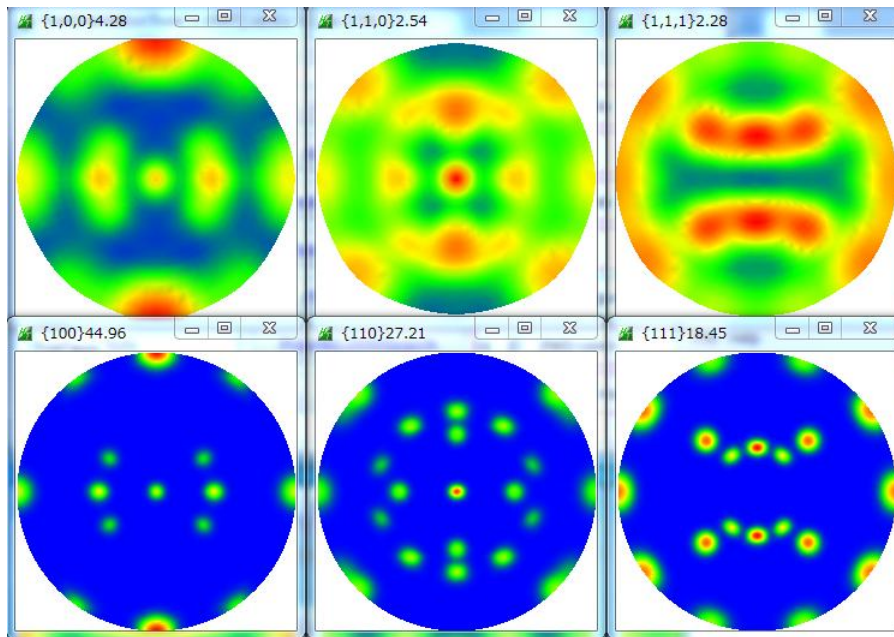
***Calc***
{001}<100> {013}<100> {101}<52-5> {110}<001> {110}<1-12> {111}<-1-12> {112}<1-10> {113}<1-10> {122}<2-21> {213}<-1-42> {323}<1-31> {525}<1-51>
1,0,0 1.0 0.66 0.5 1.0 1.0 0.66 0.33 0.33 0.33 0.66 0.66 1.0
1,1,0 1.0 0.66 0.69 1.0 1.0 0.66 0.2 0.33 0.4 0.55 0.16 0.66
1,1,1 1.0 1.0 0.66 1.0 1.0 0.57 0.25 0.25 0.5 0.42 0.5 1.0
***Result***
{001}<100> {110}<001> {110}<1-12>
1,0,0 1.0 1.0 1.0
1,1,0 1.0 1.0 1.0
1,1,1 1.0 1.0 1.0

```

{110}<1-12>が出現



で検証

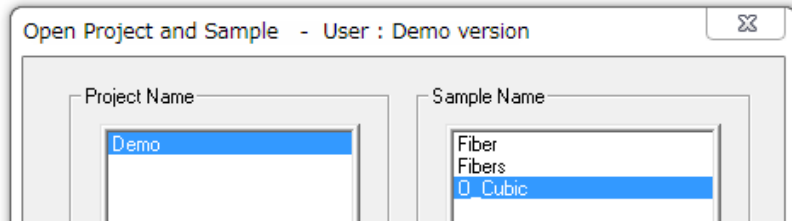
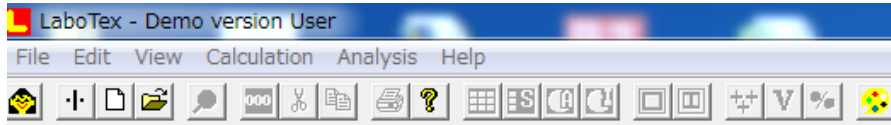


Brass, Cube, Goss 方位が決定されました。

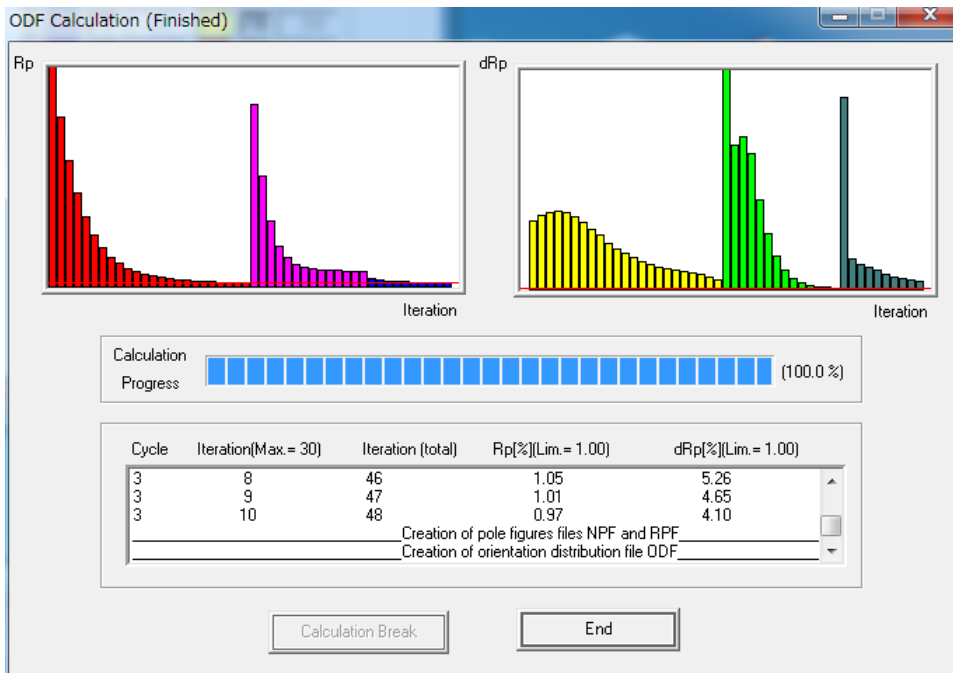
しかし、定量値は得られません。

1 1. 無料で入手可能な L a b o T e x 2. 0 - D E M O

LaboTex2.0 内部データで d e m o を行う。

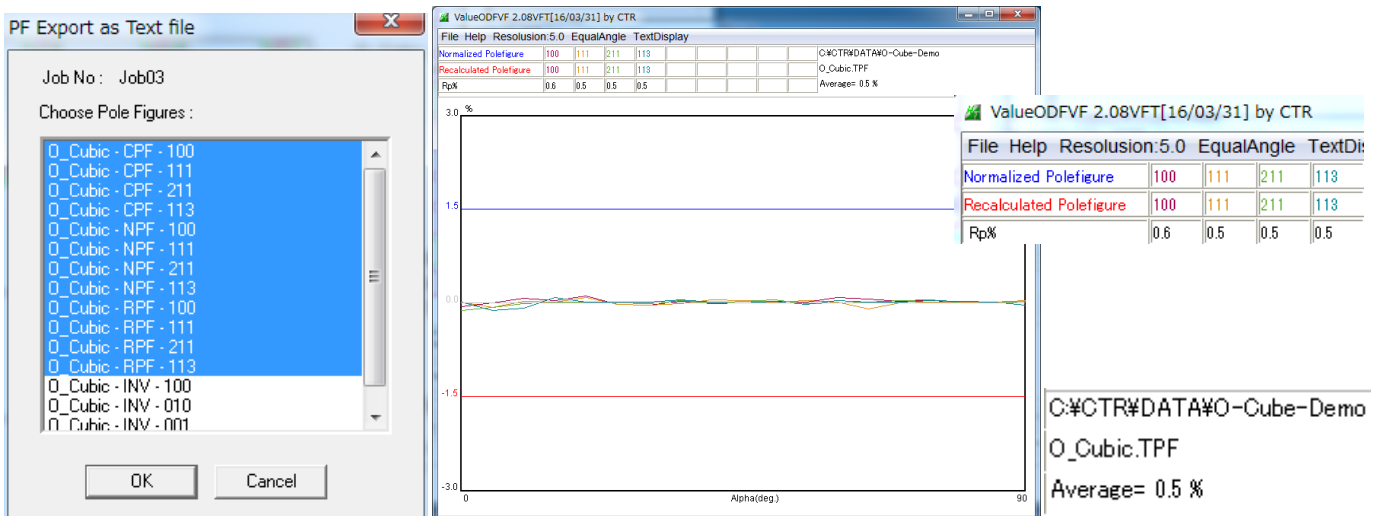


1 / 4 対称で O D F 解析



Rp%が表示されています。

PFExport で、極点図群をファイル化し、ValueODFVF で評価

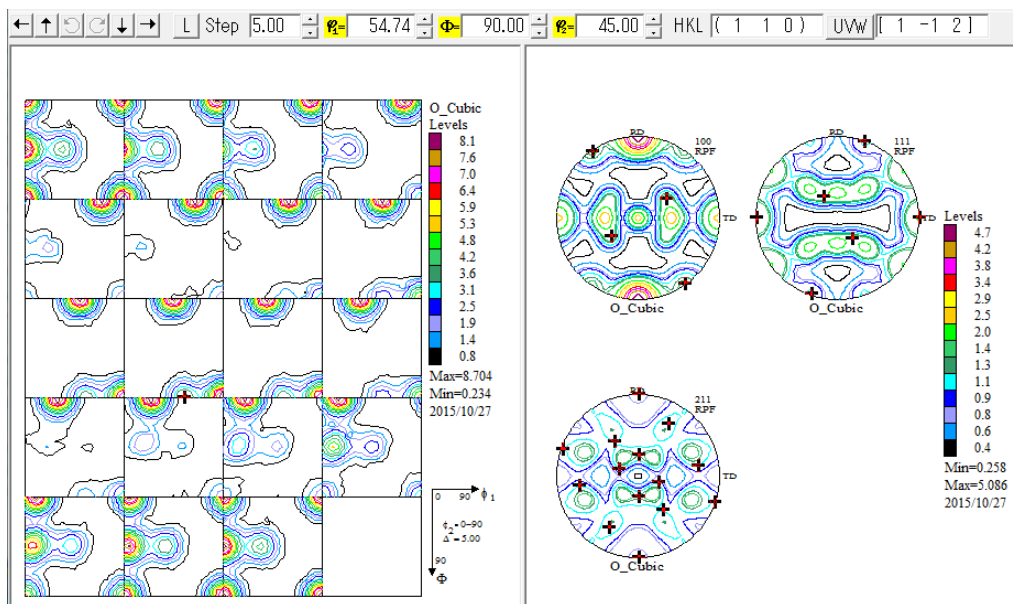


ValueODFVF では LaboTex より低い%になります。

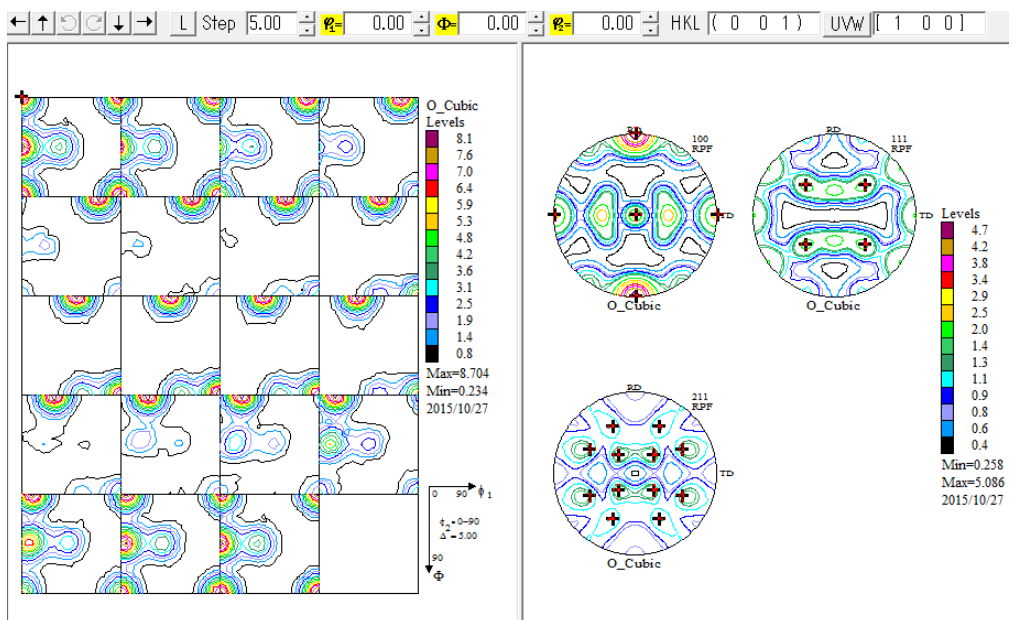
ValueODF は方位密度が低い部分の評価しない様になっています。(ValueODFVF の説明書参照)



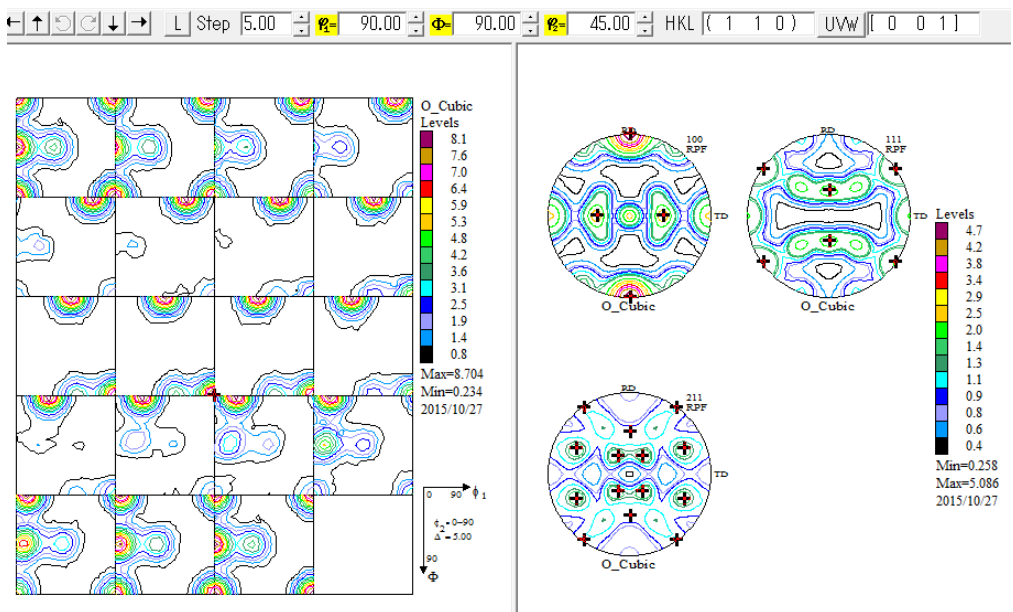
### Brass の ODF 図と極点図の位置関係



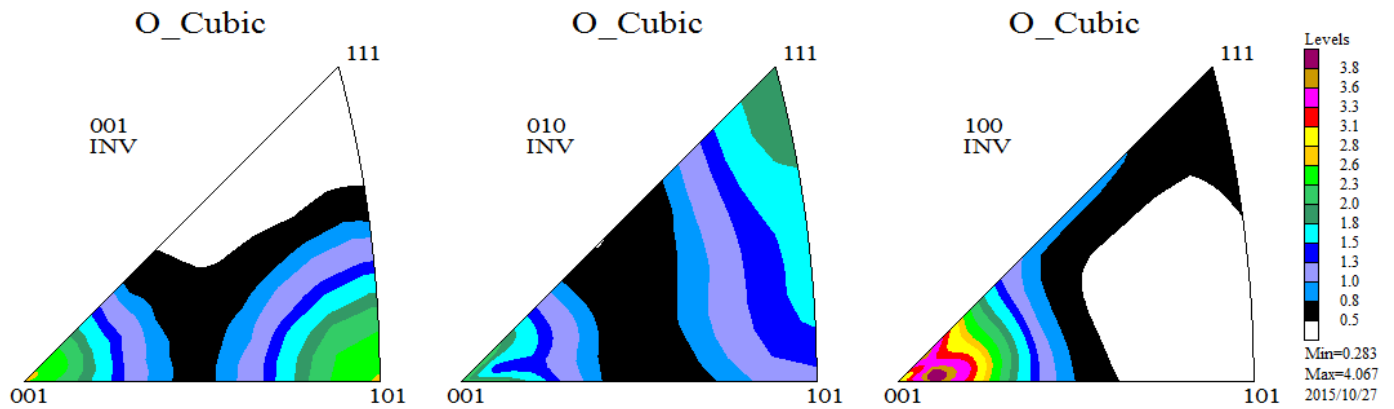
### Cube の ODF 図と極点図の位置関係



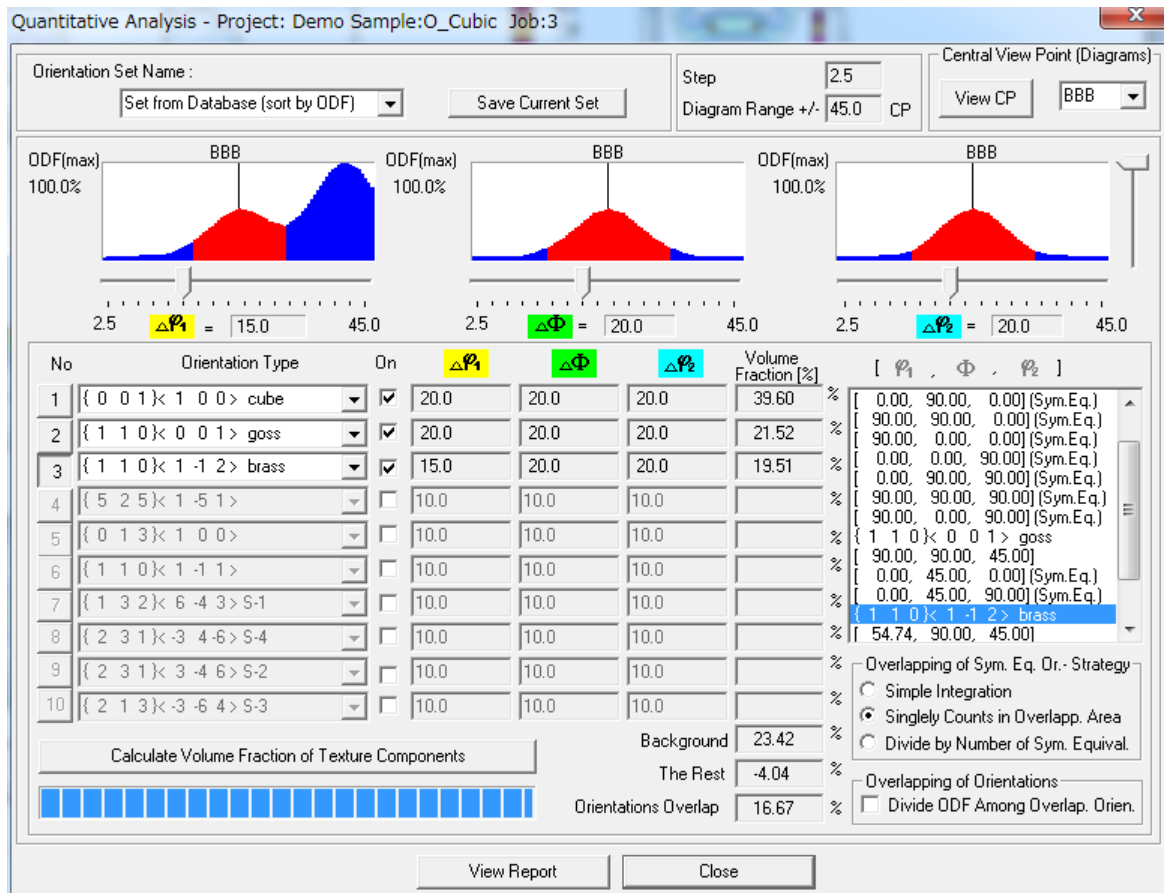
### Goss の ODF 図と極点図の位置関係



## 1 1 . 1 逆極点图

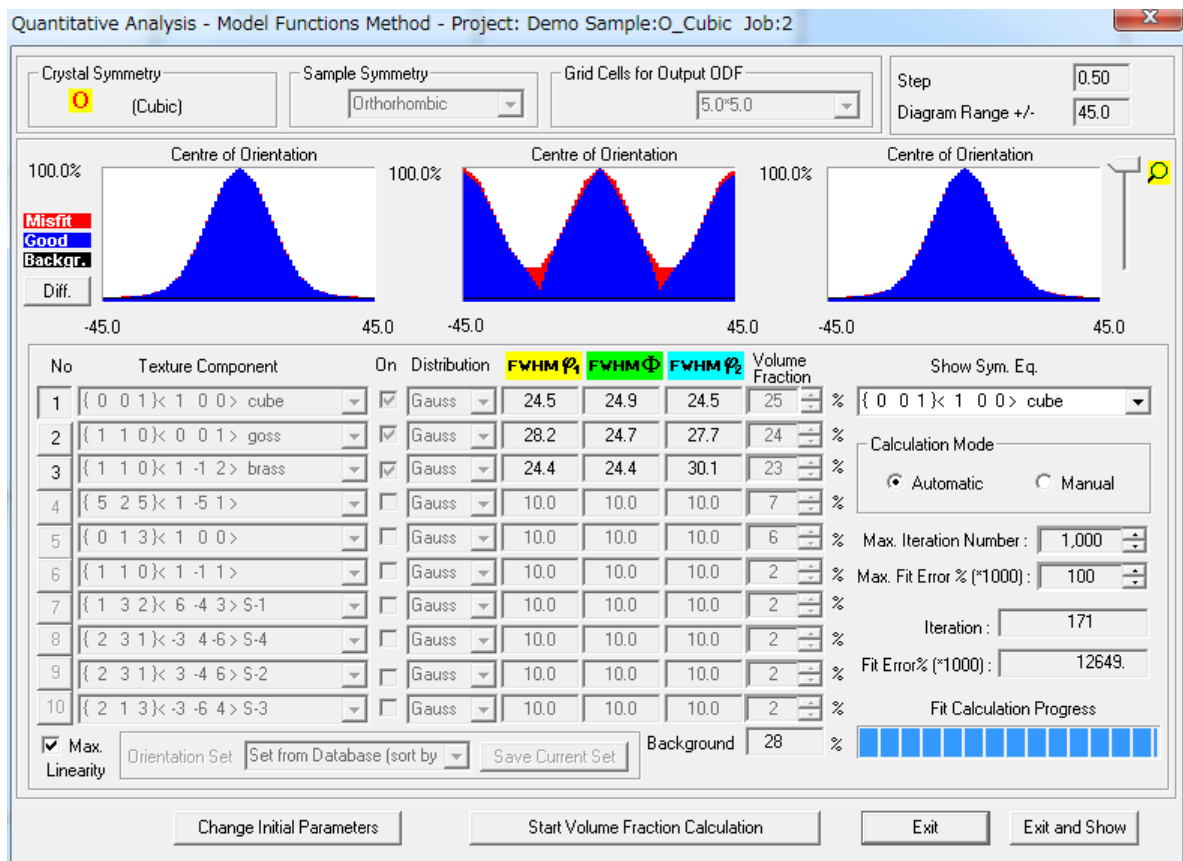


## 1 1 . 2 VolumeFraction



LaboTex2.1 の VolumeFraction は決められた BOX 内の方位密度の和であって、正確な VolumeFraction ではありません。

## 12. LaboTex 3.1のModel FittingによるVolumeFraction



正解が得られます。

結晶方位の定量値が同一でも、ODF 値は方位によって異なります。

**Table I. Standard Texture of Spherical Components with Gaussian Distribution ( $b = 12.5$  Deg) and Its Multiplicity (Cubic/Orthorhombic) in the  $90 \times 90 \times 90$  Deg Region**

Miller Index {hkl}<uvw>	Euler Angles		ODF (Maximum at Exact Position)	Multiplicity (m)
	$\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$	$\{\alpha, \beta, \gamma\}$		
Bs, {110}<112>	{35.26 deg, 45 deg, 0 deg}	{54.74 deg, 45 deg, 0 deg}	130.95	2
Copper, {112}<111>	{90 deg, 35.26 deg, 45 deg}	{0 deg, 35.26 deg, 45 deg}	130.95	2
S {123}<634>	{58.98 deg, 36.7 deg, 63.44 deg}	{31.02 deg, 36.7 deg, 26.57 deg}	56.89	1
Goss, {110}<001>	{0 deg, 45 deg, 0 deg}	{90 deg, 45 deg, 0 deg}	262.22	4
Cube, {001}<100>	$\{\varphi_1 + \varphi_2 = 0$ deg, 90 deg, 180 deg, $\Phi = 0$ deg}	$\{\alpha + \gamma = 0$ deg, 90 deg, 180 deg, $\beta = 0$ deg}	262.22	4
Rotated cube, {001}<110>	$\{\varphi_1 + \varphi_2 = 45$ deg, 135 deg, $\Phi = 0$ deg}	$\{\alpha + \gamma = 45$ deg, 135 deg, $\beta = 0$ deg}	262.22	4
Rotated Goss, {110}<011>	{90 deg, 45 deg, 0 deg}	{0 deg, 45 deg, 0 deg}	262.22	4
{111}<112>	{90 deg, 54.75 deg, 45 deg}	{0 deg, 54.74 deg, 45 deg}	130.95	2
{112}<110>	{0 deg, 35.26 deg, 45 deg}	{90 deg, 35.26 deg, 45 deg}	130.95	2

S < copper = Brass < Cube = Goss

1 : 2 : 4

demoデータの結果

**Brass : 3.3 Cube : 6.2 Goss : 6.4**

は定量値は同じである事がわかります。

## まとめ

材料物性は集合組織の異方性に関係する。

異方性は、結晶方位の分布で定義される。

従来のODFでは、結晶方位の最大値で議論されているが、ODF解析法により方位最大密度は異なります。(今回の説明には含まれていません)

ODFの方位最大密度では定量値にならない

結晶方位の定量は、LaboTexのModel Function Methodが最適