

配向

材料物性は、異方性にも影響を受けます。

X線では回折現象を利用して古くから配向評価が行われていています。無配向(random)に対し、特定の方向に結晶粒が偏る為、回折プロファイルに偏りが発生します。試料面方向の測定からCulster、逆極点図、試料のあらゆる方向の測定から極点図、ODF解析が行われています。立方晶における一般的な説明を行い、高分子向けの説明を行います。

2013年11月01日
HelperTex Office

配向

- 材料の異方性は、物性に関係します
材料特許
- 配向性評価
 - プロフィール(Cluster)
 - 逆極点図(試料面方位評価 $\langle hkl \rangle$)
 - 極点図(試料面、圧延方向 $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ 評価)
 - ODF図(結晶方位分布図 $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ 評価)
 - VolumeFraction(体積分率% 方位定量可能)

材料特許明細書例

- 高成形性アルミニウム材料
WO 2007111002 A1
- 要約書
- 結晶方位の異なる結晶粒で構成され、前記結晶粒が、Cube方位結晶粒、Brass方位結晶粒、Copper方位結晶粒、及び残部がその他の結晶方位結晶粒からなり、Cube方位の結晶粒の占有率が0.3から0.7、Brass方位の結晶粒の占有率が0.1から0.5、Copper方位の結晶粒の占有率が0.2以下で、且つこれら結晶方位の総占有率が0.4から1.0であり、残部がその他の結晶方位の結晶粒であるアルミニウム材料、及びそれを用いた自動車部材。

公告番号	WO2007111002 A1
公開タイプ	出願
出願番号	PCT/JP2006/323861
公開日	2007年10月4日
出願日	2006年11月29日
優先日 	2006年3月29日
発明者	Hideo Morimoto
特許出願人	Hideo Morimoto, The Furukawa Electric Co., Ltd.

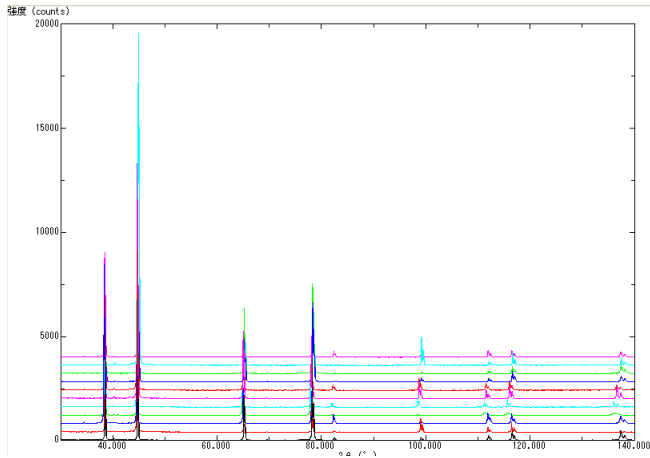
結晶粒、結晶方位、占有率
Cube, Brass, Copper方位

異方性と材料特性

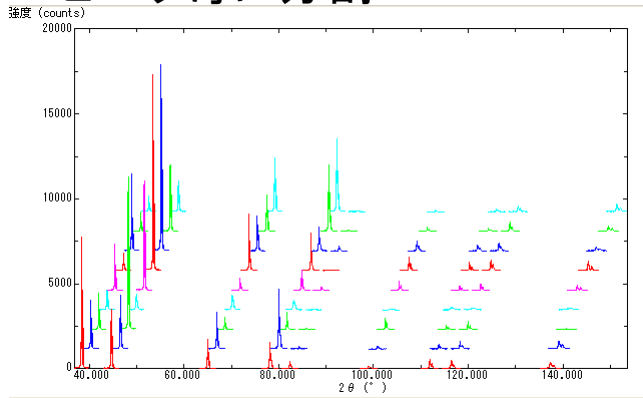
プロフィールと逆極点

逆極点の強度比により、どの方向に偏っているか判断出来ます。

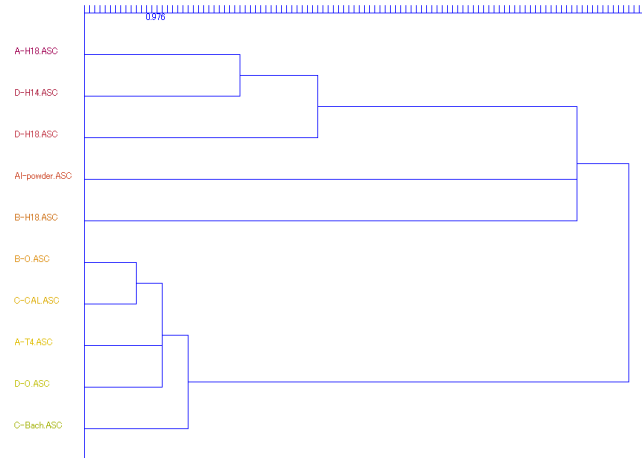
プロフィール測定



ピーク毎に分割



相互相関係数によるソート図(Cluster)



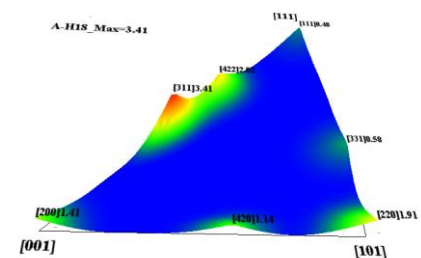
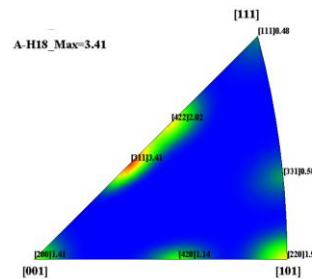
random試料との強度比(逆極点list、&逆極点図)

TextDisplay 1.10S

File Help

Randommode Standardization Integration

	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]
A-H18	0.435	1.053	1.446	2.532	0.234	0.811	0.519	0.965	1.65
A-T4	0.356	3.261	0.468	0.643	0.188	4.457	0.48	0.836	0.162
B-H18	0.52	0.968	1.942	1.545	0.572	0.781	1.289	1.1	1.321
B-O	0.5	2.535	0.589	0.879	0.512	3.445	0.592	0.768	0.811
C-Bach	0.111	2.835	1.427	0.953	0.0070	3.455	0.562	0.891	0.9
C-CAL	0.458	2.648	0.962	0.695	0.456	2.987	0.568	0.832	0.491
D-H14	0.184	1.438	1.489	2.911	0.014	1.428	0.43	1.303	0.99
D-H18	0.173	0.715	2.325	3.48	0.068	0.32	0.258	0.791	1.456
D-O	0.0040	3.922	0.594	0.752	-0.0090	4.753	0.23	0.587	0.485

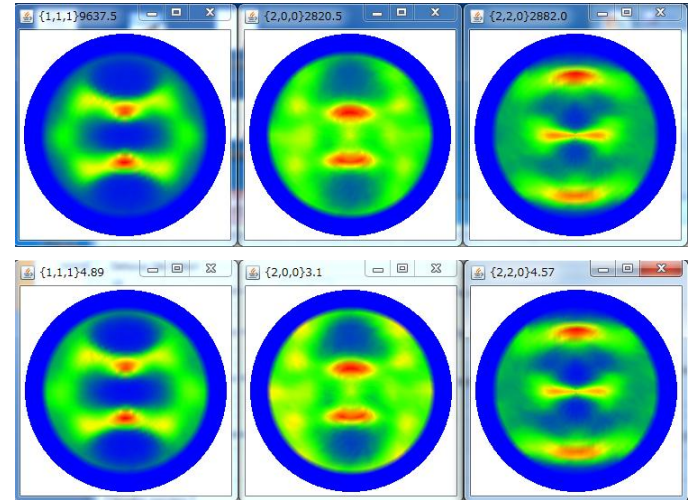


極点測定からODF



1面から4面(直接法ODFでは1面が可能)

Harmonic法 — StandardODF, popLA-Harmonic
 直接法 — popLA-WIMV, TexTools, LaboTex, Vector

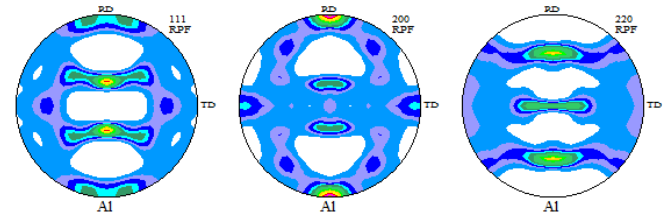
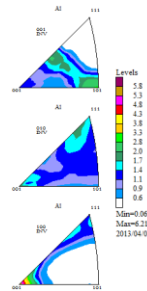
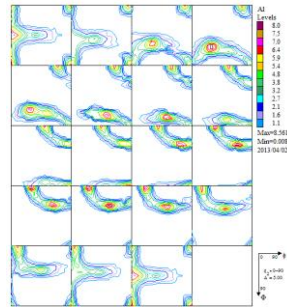


バックグラウンド補正、defocus補正、疑似規格化

規格化は完全極点図時成り立つ、
 不完全極点図のため、疑似規格化とする

結晶方位図(ODF), 再計算極点図、逆極点図

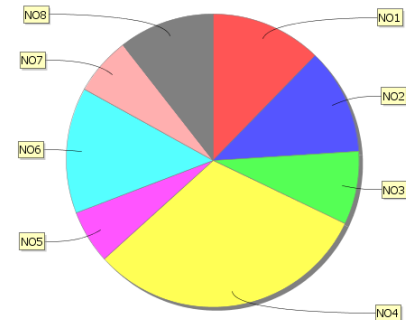
ODFは方位が分離される。極点図は材料座標系、逆極点図は結晶座標系表現



VolumeFraction

結晶方位{hkl}<uvw>の定量(VF%)を計算

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	12.3	13.8	27.7	18.6	{ 0 0 1 1 0 0 } < cube
2:	11.7	31.6	20.9	13.6	{ 1 1 0 0 0 1 } < goss
3:	8.1	23.1	15.1	20.7	{ 0 1 3 1 0 0 } <
4:	31.2	23.8	15.8	21.2	{ 1 3 2 6 -4 3 } < S-1
5:	5.9	19.8	16.9	20.4	{ 1 1 0 1 -1 2 } < brass
6:	13.9	25.6	19.3	25.5	{ 1 1 2 1 1 -1 } < copper
7:	6.4	27.6	17.4	16.7	{ 1 1 0 1 -1 1 } <
8:	10.57	Background Volume Fraction			



高分子材料の配向

- プロファイル測定によるcluster評価
- 繊維試料台による配向度評価
- 繊維試料台、極点試料台による配向関数評価
- 極点試料台（透過and反射データから）配向関数評価
- 極点試料台（透過or反射データから）ODF解析を行い
各種評価

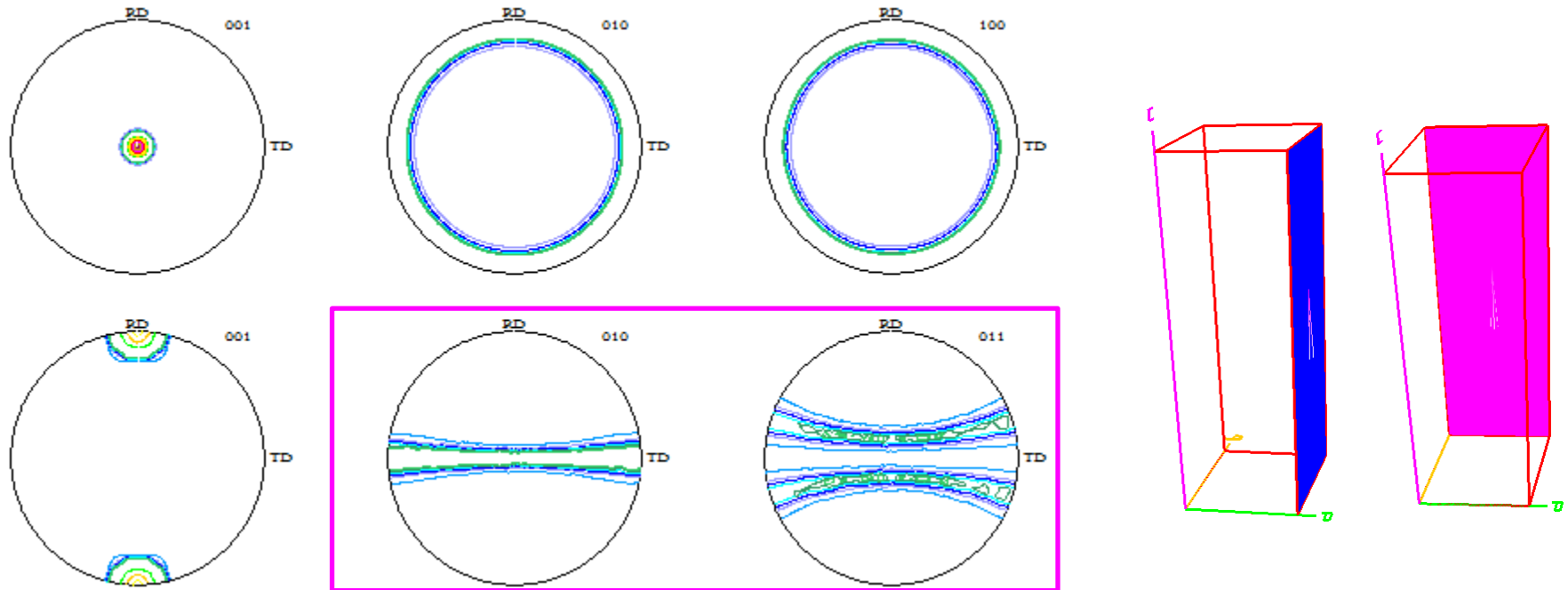
赤は、1軸配向材料、他は全ての材料

参考資料

高分子材料の配向評価（佐々木伸太郎先生）

Polypropyleneの1軸配向

格子定数を6. 5x6. 63x20. 78x90x90x80. 5として、材料横方向(TD)の測定が{001}Fiber状態の場合、材料表面のNDでは1軸配向状態になる。

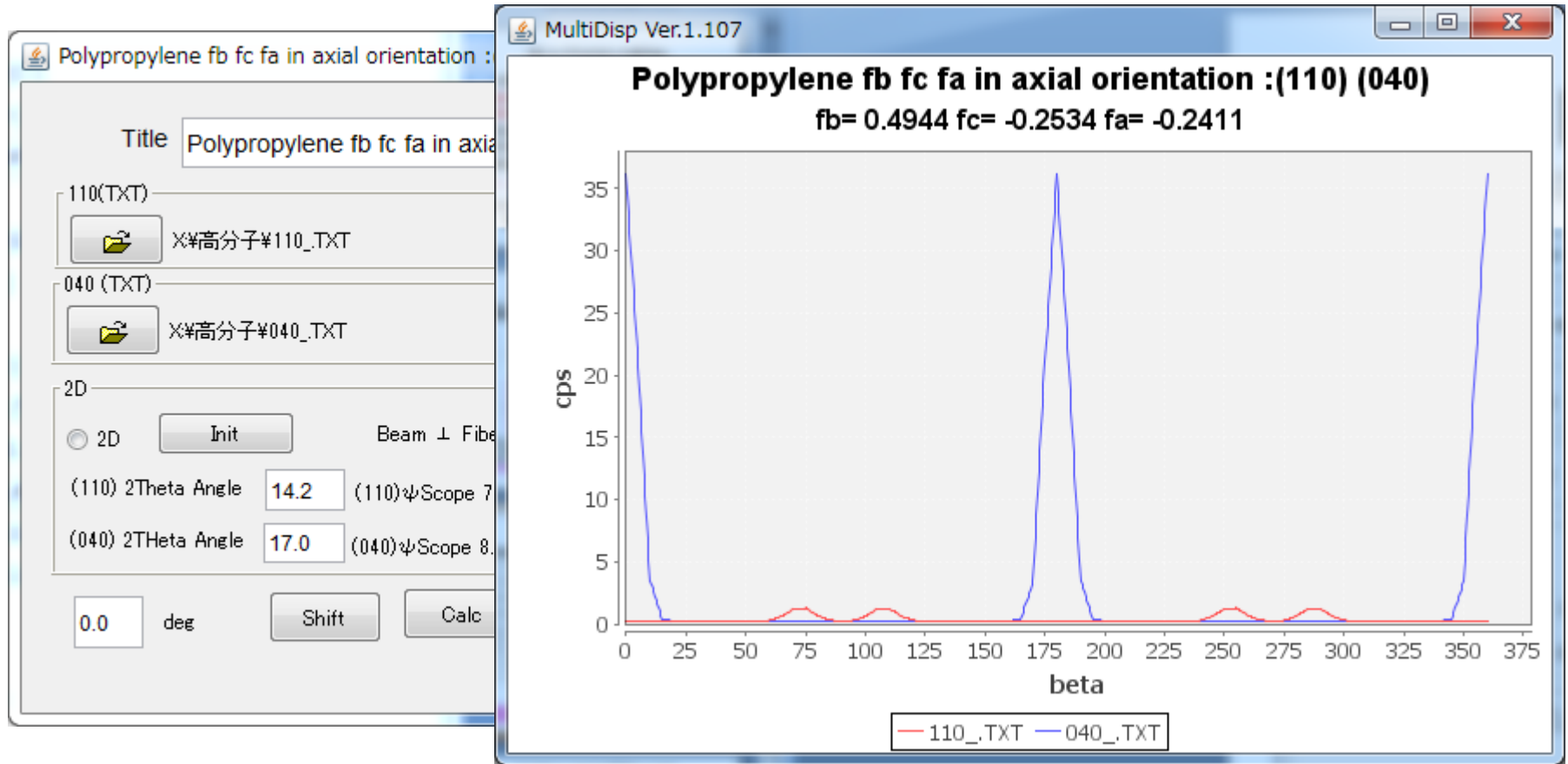


結晶方位が{001}に対して、randomの方向 $\langle 001 \rangle$ Fiberになっていて
{010}や、{011}極点図は、金太郎飴状態で、どの α 位置でも同じ β プロファイルを持つ
方位は $\langle 001 \rangle$ で{hk0}はrandom状態

β プロファイルの幅から、 $\langle 001 \rangle$ 方向の広がり(ブレ)を評価します。

PPの配向関数算出

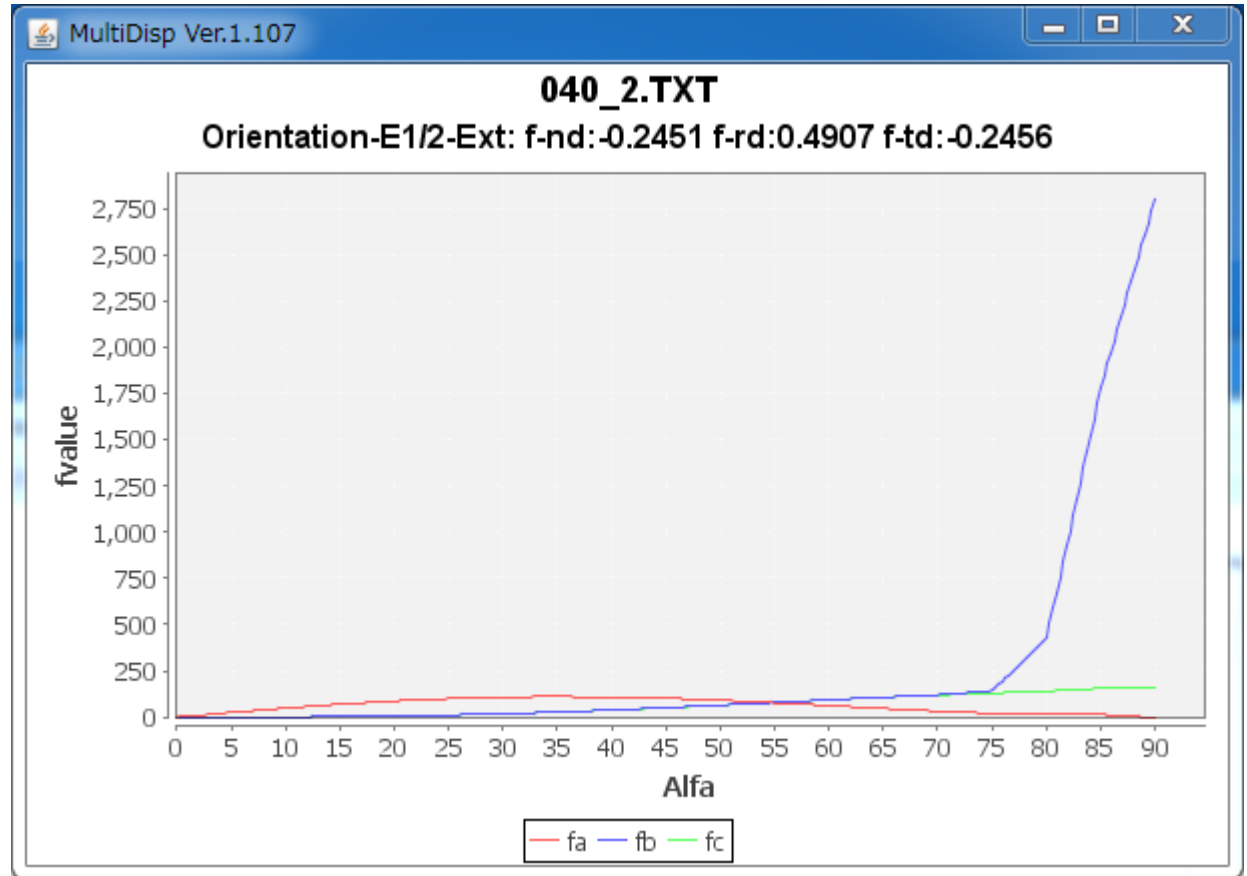
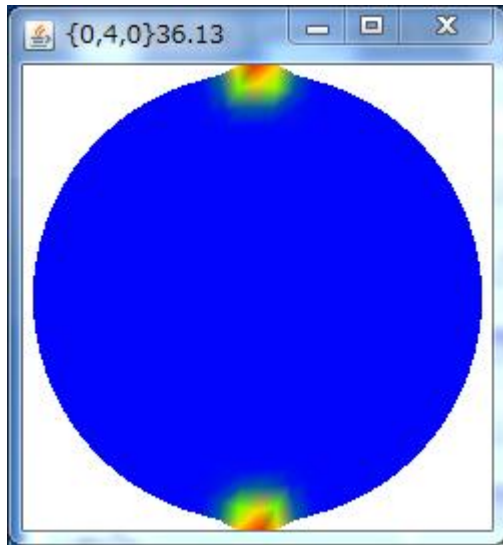
佐々木先生の計算式で計算



透過極点図の外周データのみから計算を行う。
Z軸にb軸がほぼ並行である(平行=0.5)事が分かります。

極点図から配向度関数を計算

透過極点、反射極点測定を行い、極点図を結合して完全極点図として計算

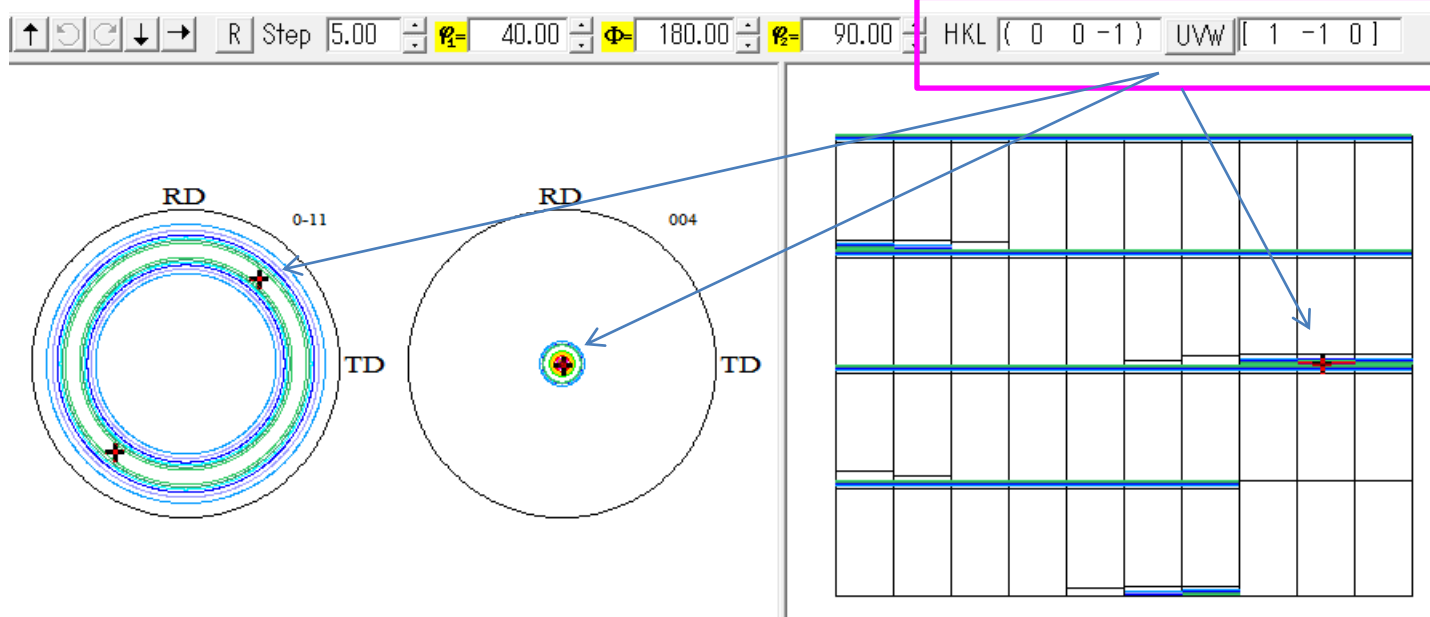


極点図、ND, RD, TD方向への偏りを計算 RD方向に0.49

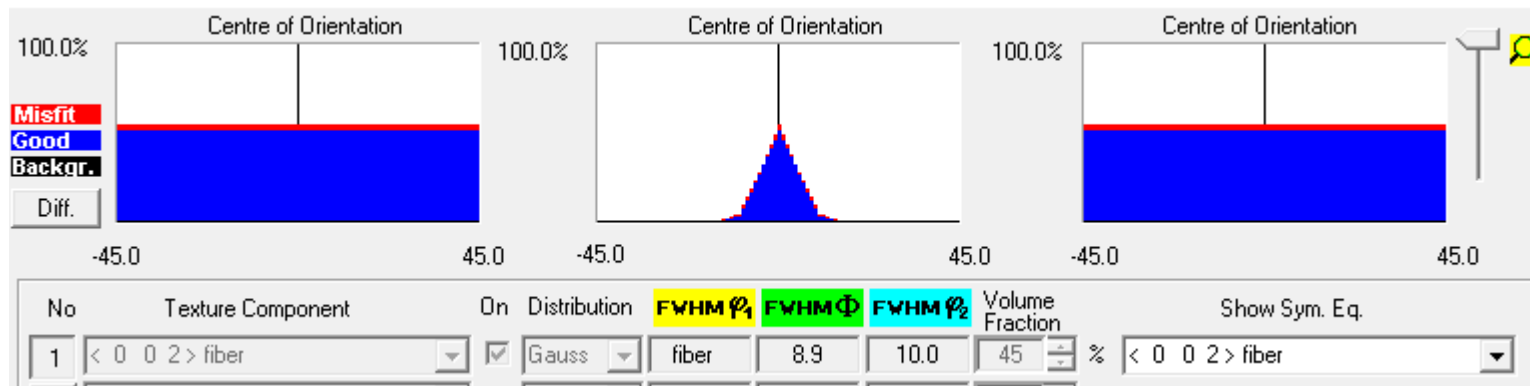
金太郎飴状態なので、極点図の外だけから計算した配向度関数と一致する。

ODFによるPP1軸配向評価(TD方向から)

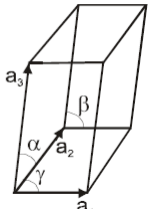
Edge測定から{001}Fiberであることが分かる。



{001}FiberのVolumeFractionは45%と計算される。



LaboTexのTriclinic

Triclinic	C_1	C_1	$a < b < c$	$\alpha \ \beta \ \gamma < 90^\circ$	
-----------	-------	-------	-------------	--------------------------------------	---

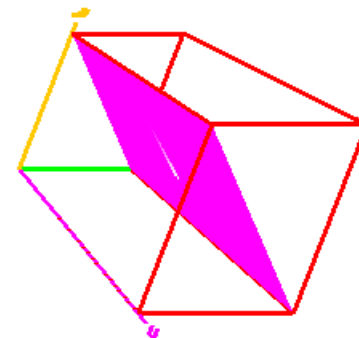
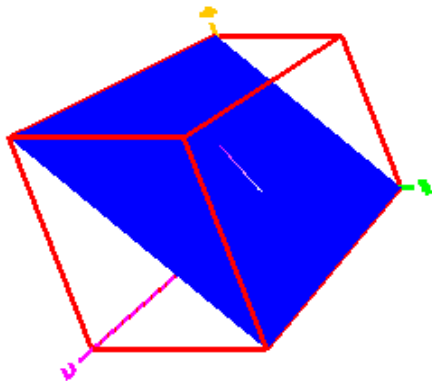
LaboTex向けで表記すると、格子定数、miller指数が変わる。

Poly_ethylene2_6-naphthalenedicarboxylateDISP

```
Triclinic
6.624      (1.0)
5.763      (0.87)
13.244     (1.9994)
81.97
144.71
99.69
1.54056
150
0          0          1          25.4      11.556
-1         0          2          3.8       14.208
0          1          0          95.1      15.586
-1         1          2          9.5       19.354
0          -1         1          7.7       19.484
-1         1          1          11.3      20.29
-1         0          3          2.8       20.903
-1         -1         2          10.8     22.811
1          0          0          100.0    23.331
```

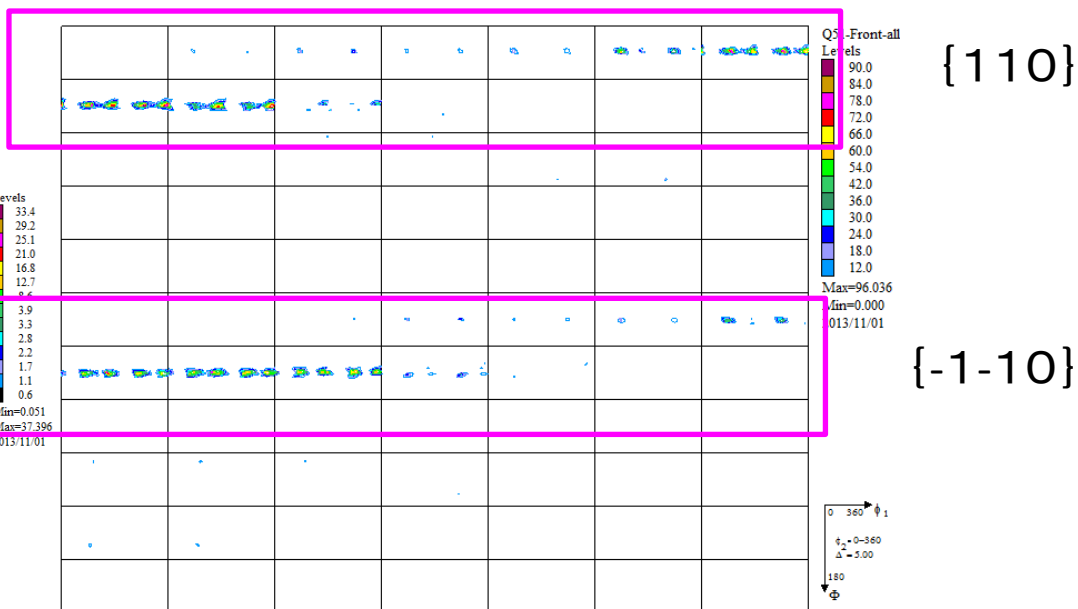
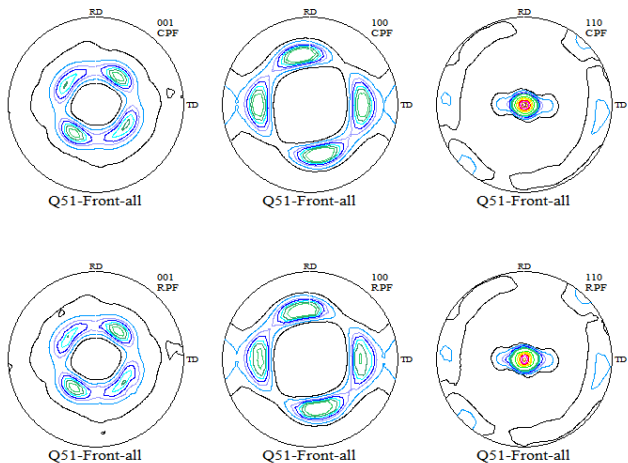
Poly_ethylene2_6-naphthalenedicarboxylateDISP

```
Triclinic
5.763      (1.0)
6.624      (1.1494)
13.244     (2.2981)
35.29
81.97
80.31
1.54056
150
0          0          1          25.4      11.556
0          1          2          3.8       14.208
1          0          0          95.1      15.586
1          1          2          9.5       19.354
-1         0          1          7.7       19.484
1          1          1          11.3      20.29
0          1          3          2.8       20.903
-1         1          2          10.8     22.811
0          -1         0          100.0    23.331
```

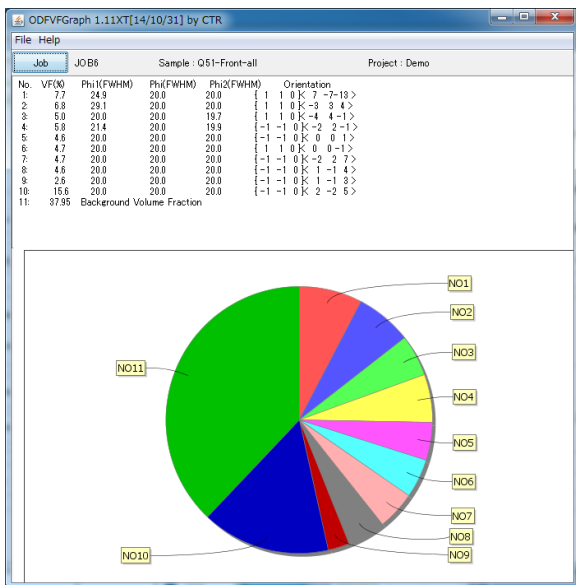


二軸延伸ポリエチレンナフタレート(PEN)の結晶方位解析

入力極点図と再計算極点図



VolumeFraction結果



No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	7.7	24.9	20.0	20.0	{ 1 1 0 7 -7 -13 >
2:	6.8	29.1	20.0	20.0	{ 1 1 0 -3 3 4 >
3:	5.0	20.0	20.0	19.7	{ 1 1 0 -4 4 -1 >
4:	5.8	21.4	20.0	19.9	{ -1 -1 0 -2 2 -1 >
5:	4.6	20.0	20.0	20.0	{ -1 -1 0 0 0 1 >
6:	4.7	20.0	20.0	20.0	{ 1 1 0 0 0 -1 >
7:	4.7	20.0	20.0	20.0	{ -1 -1 0 -2 2 7 >
8:	4.6	20.0	20.0	20.0	{ -1 -1 0 1 -1 4 >
9:	2.6	20.0	20.0	20.0	{ -1 -1 0 1 -1 3 >
10:	15.6	20.0	20.0	20.0	{ -1 -1 0 2 -2 5 >
11:	37.95	Background Volume Fraction			

{110}と{-1-10}が存在している事が分かります。