

# HCP材料配向評価のためのTools

2015年12月28日

*HelperTex Office*

Version 管理¥DATA¥HCP

## 概要

材料評価として極点図を使った異方性評価は古くから行われています。  
評価法としては、

- 無配向試料（ICDD）との強度比による逆極点評価
- Lotgering 評価
- 完全極点図による配向関数評価
- 反射極点図による配向関数評価
- ODF 解析をサポートするソフトウェア
- ODF 解析による Volume Fraction 定量
- ODF 解析による配向関数評価
- ODF 解析による逆極点評価

などが考えられます。

CTR パッケージソフトウェアではこのような評価を行うため ODF 解析を除くソフトウェアを揃えています。

## 目次

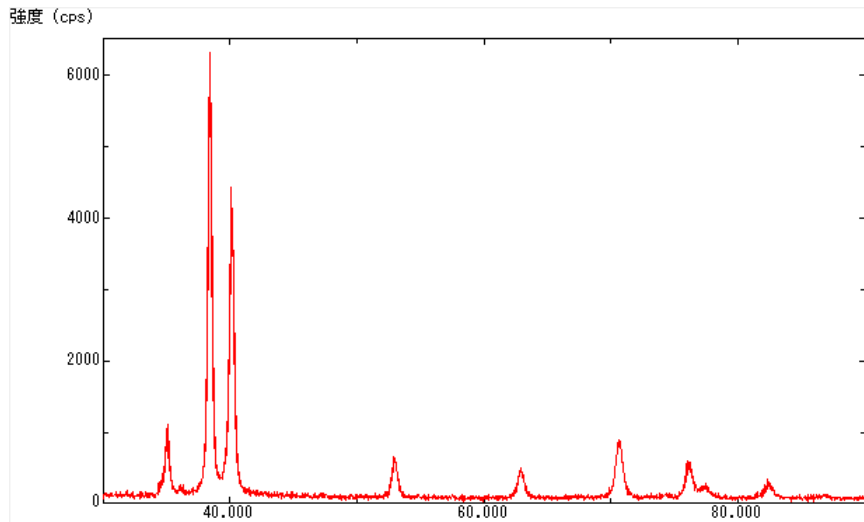
1. 無配向試料（ICDD）との強度比による逆極点評価
2. Lotgering 法による配向評価
3. 完全極点図による配向関数評価
4. 反射極点図による配向関数評価
5. ODF 解析をサポートするソフトウェア
  5. 1 測定メーカ各社データを CTR ソフトウェアで解析を可能にするソフトウェア
  5. 2 3 指数  $\leftrightarrow$  4 指数変換
  5. 3 結晶方位図描画
  5. 4 逆極点の Direction  $\leftrightarrow$  Plane 変換
  5. 5 各社 ODF 解析の ODF 図から結晶方位位置の決定
  5. 6 各社 ODF 解析の逆極点図から ND, TD, RD の方位を Plane、Direction で描画
  5. 7 各社 ODF 解析の再計算極点図を TXT2 ファイルに変換
  5. 8 ODF 入力極点図の Error 評価を行う ValueODFVF
6. ODF 解析による Volume Fraction 定量
7. ODF 解析による配向関数評価
8. ODF 解析による逆極点評価

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。HellerText サイトからご請求下さい。

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。

# 1. 無配向試料 (ICDD) との強度比による逆極点評価

INPUTデータ：2θ/θ scanによる連続測定データ

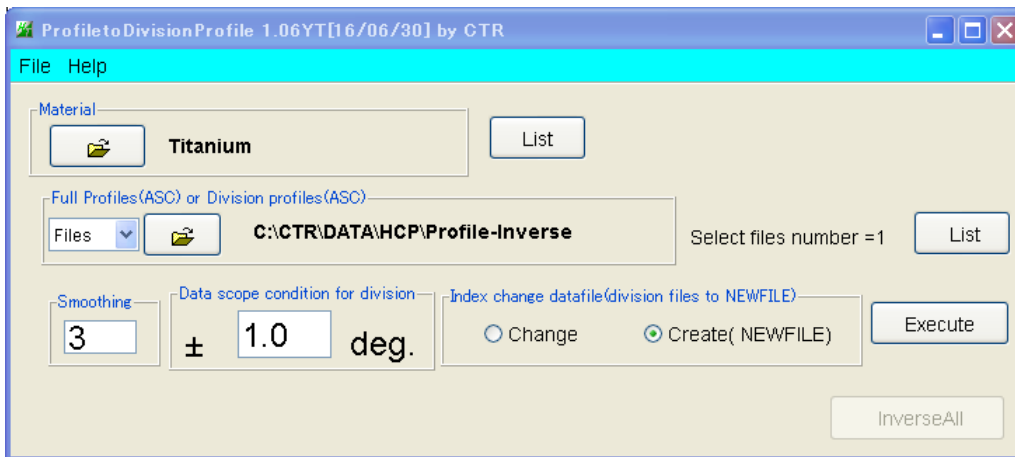


処理

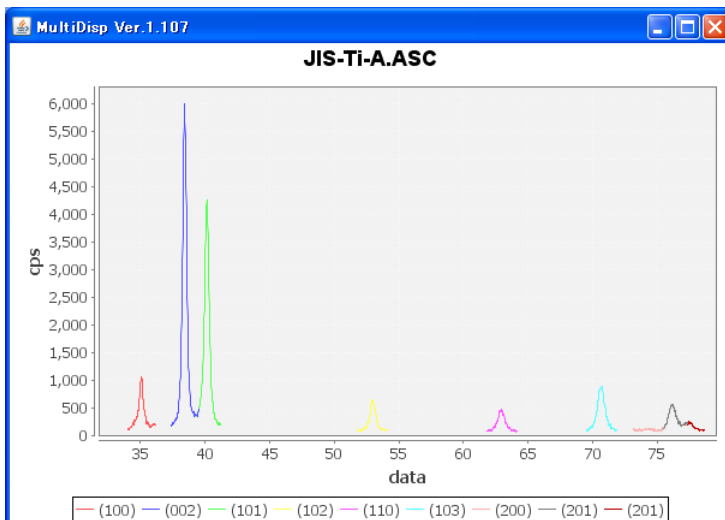
連続データから指数毎の分割データに変換し、標準強度データとの強度比を作成し逆極点図を描画する。求められる情報は、試料面方向の方位分布 (Plane) である。複数データの同時処理が可能

使用する CTR ソフトウェア

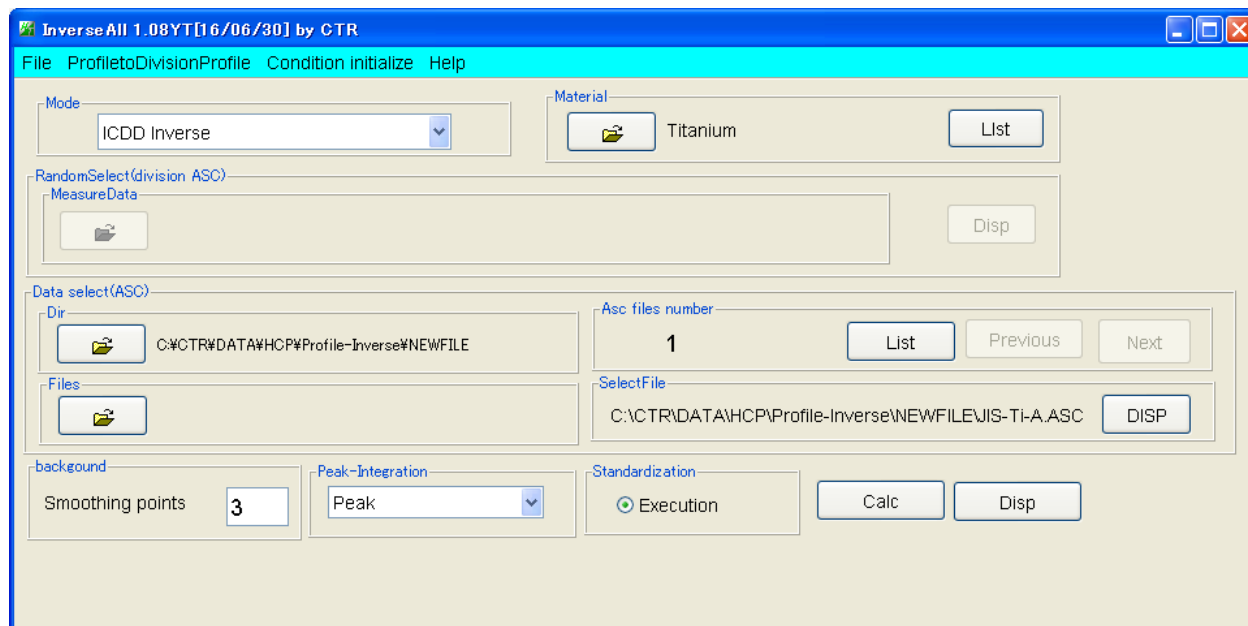
MaterialData、ProfiletoDivisionProfile,InverseAll,InverseDisplayHexa



分割指数付けされたプロファイル

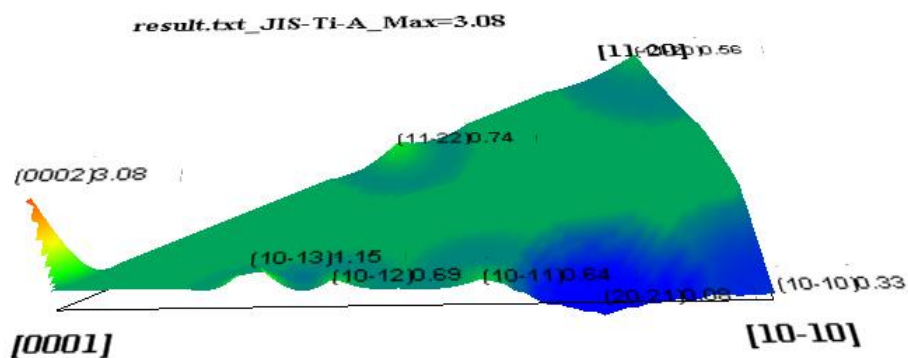


InverseAll で標準データとの強度比を計算

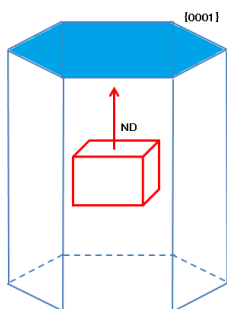


ICDDmode	Standardization	BG	smoothing points	PEAK	(100)	(002)	(101)	(102)	(110)	(103)	(200)	(112)	(201)
JIS-Ti-A			3		0.578	3.075	0.642	0.691	0.564	1.149	0.087	0.735	0.083

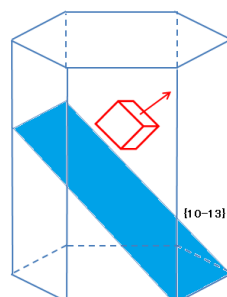
強度比から逆極点図の描画



材料と結晶の関係



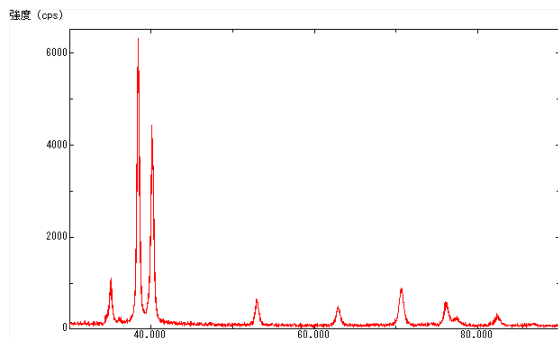
材料表面法線方向 (ND) と結晶面{0001}が直行しています。



材料表面法線方向 (ND) と結晶面 10-13}が直行しています。

## 2. Lotgering法による配向評価

INPUTデータ：2θ/θ scanによる連続測定データ



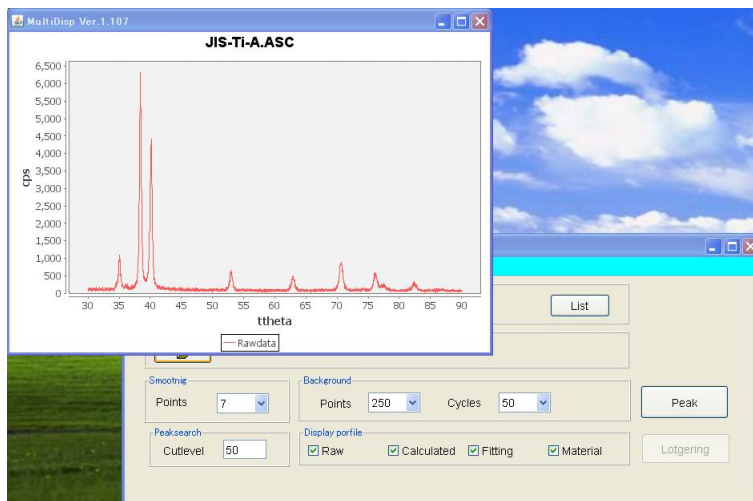
### 評価法

前記逆極点との違いは、無配向試料なしに、測定されているすべての面方位の強度との比較を行う。前記逆極点では無配向材では全て1.0であるが、Lotgering法では0.0である。複数データの同時処理が可能。

使用する CTR ソフトウェア

MaterialData、Lotgering

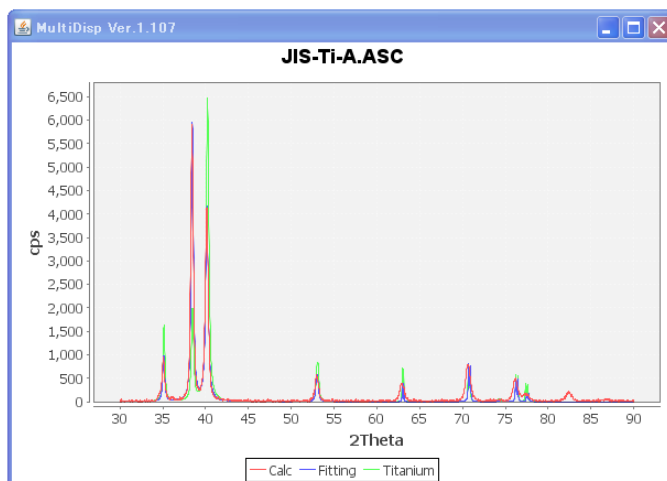
Lotgering ソフトウェアで連続データを読み込む



Peak 計算を行う。

Lotgering Method Ver.1.00 Value(%)

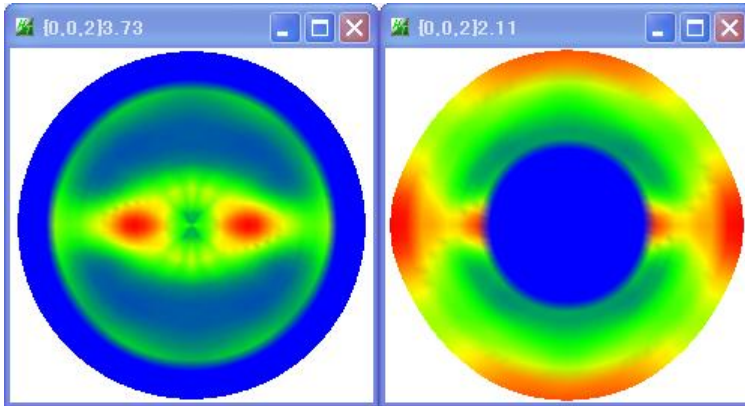
	{1,0,0}	{0,0,2}	{1,0,1}	{1,0,2}	{1,1,0}	{1,0,3}	{1,1,2}	{2,0,1}	Sum
JIS-Ti-A-ASC	-5.71	34.12	-34.99	-2.2	-2.54	0.61	-0.68	-1.6	-13.03



計算結果が表示されます。

### 3. 完全極点図による配向関数評価

INPUTデータ：{0 0 2} 透過極点図と {0 0 2} 反射極点図



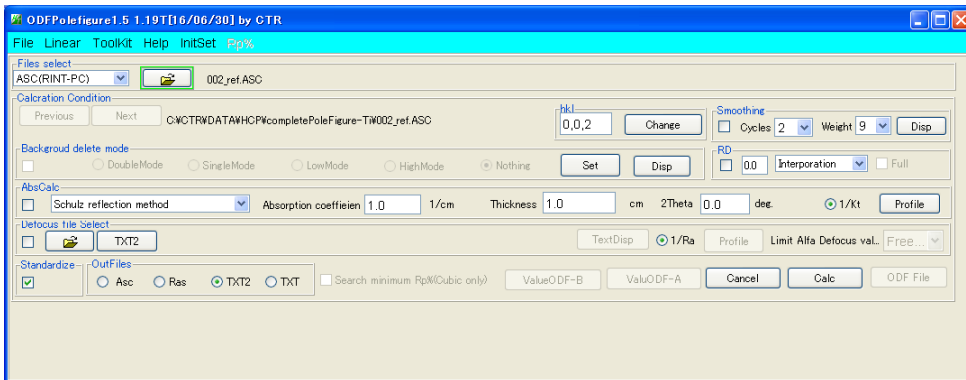
#### 評価法

透過極点図のバックグラウンド、吸収補正、反射極点図のバックグラウンド、defocus補正を行い透過反射極点図の接続からND, TD, RD方向への偏りを数値化する。

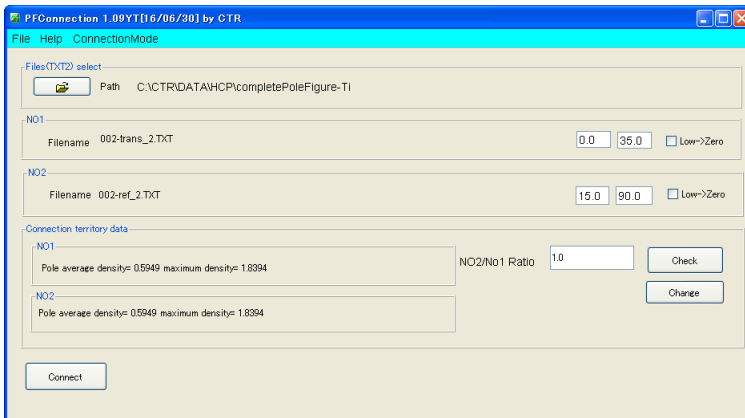
使用するCTRソフトウェア

ODFPoleFigure1.5、PFConnection、Orientation

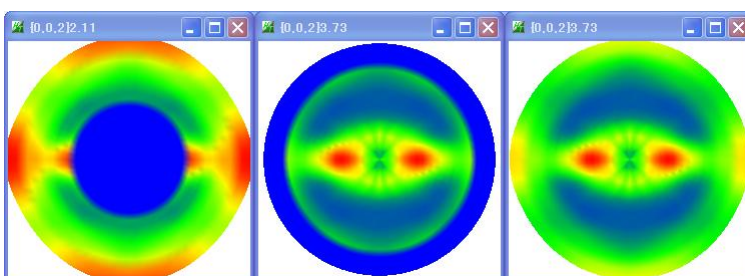
バックグラウンド、吸収、defocus補正を個別に行う。



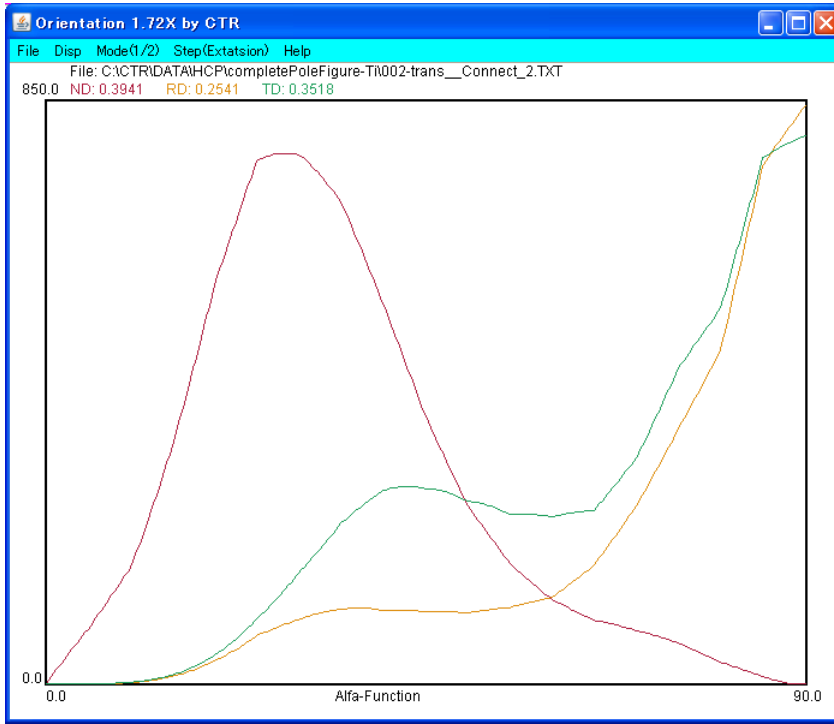
#### 透過反射データの接続



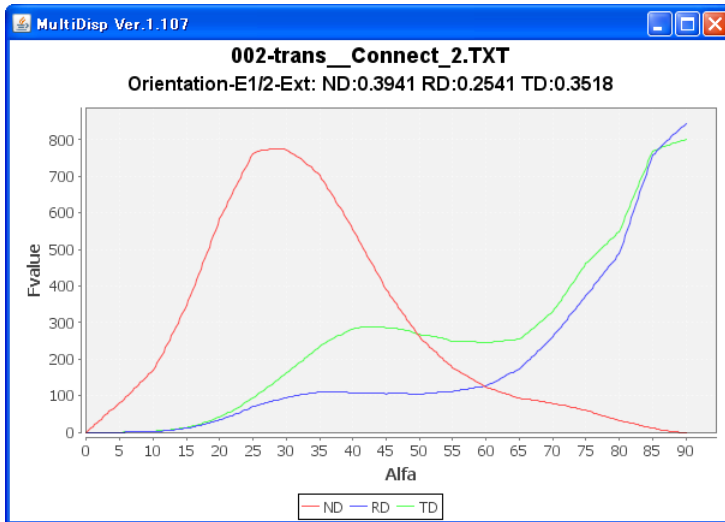
接続した完全極点図が得られる。



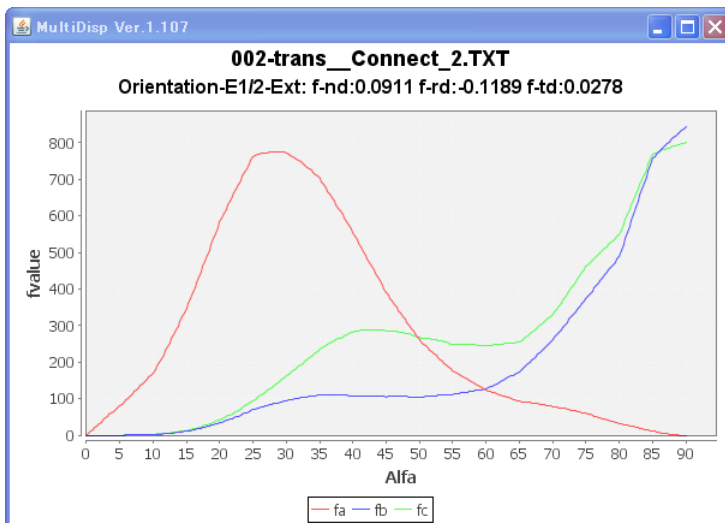
得られた完全極点図から配向関数の計算



ND,RD,TD による評価 (randomは0.3333)



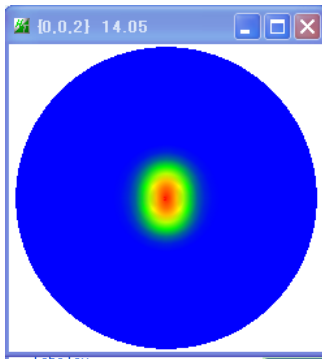
f-nd, f-td, f-rdによる評価 (randomは0.0)



#### 4. 反射極点図による配向関数評価

透過極点図を得るためには、試料を薄くしなくてはなりません。厚い試料をそのまま評価するとなると反射極点を用います。この評価法は、配向が底面に集中している場合です。

INPUTデータ：{002} 反射極点図



評価法

{002} 極点図の中心付近に極密度が集中し、他に極が存在しない場合、defocus補正の必要としない領域の測定を行い、バックグラウンドのみ削除する。

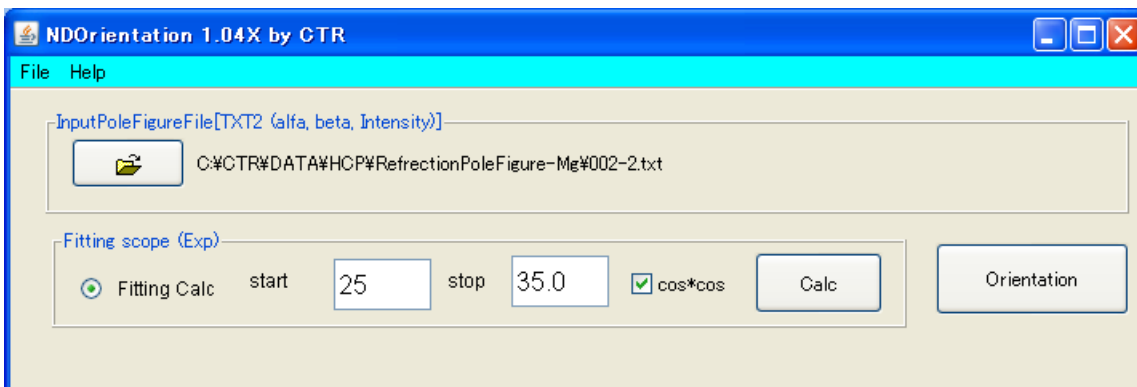
測定されていない領域は指数関数でFittingを行い、完全極点図を作成し配向関数評価を行う。

使用する CTR ソフトウェア

ODFPoleFigure2(1\_5), NDOrientation,

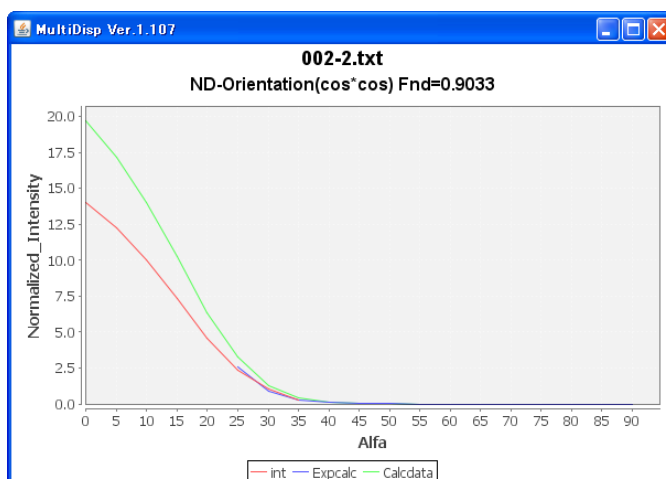
ODFPoleFigure でバックグラウンドを削除し、TXT2 ファイルを作成

NDOrientation ソフトウェアでTXT2を読み込む



$\alpha$  角度 25 - 35 のデータを用いて測定されていない領域を外挿し、配向関数を計算

Orientation 評価も可能





5. ODF 解析をサポートするソフトウェア

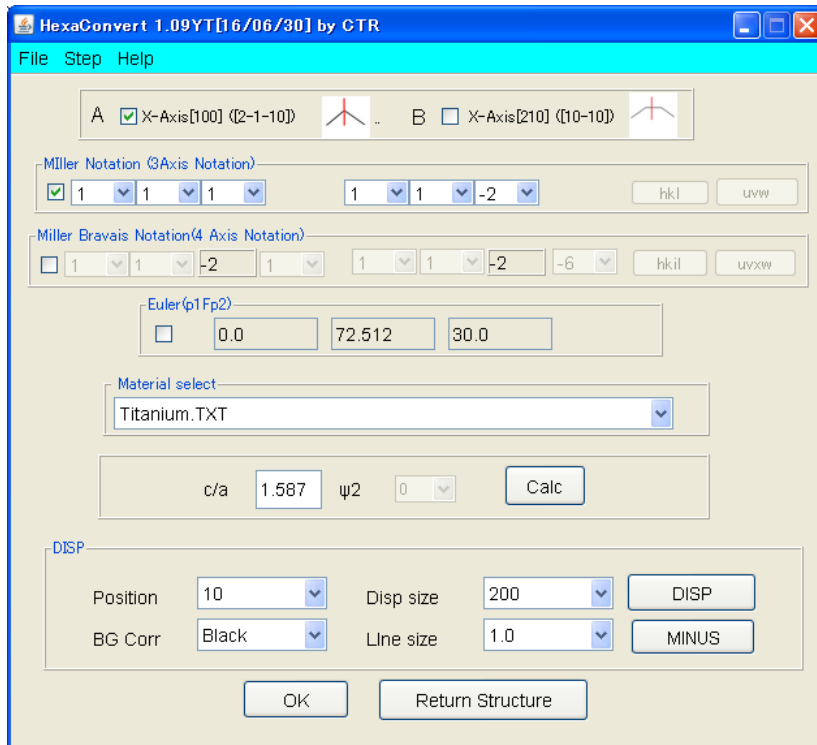
5. 1 測定メーカー各社データを CTR ソフトウェアで解析を可能にするソフトウェア

The screenshot shows the 'MeasureDatatoASC 1.06X by CTR' software window. The interface is organized into a grid of data format conversion options. Each option consists of a source data format, a conversion button, and the resulting output format. The options are grouped into three categories on the right side of the window:

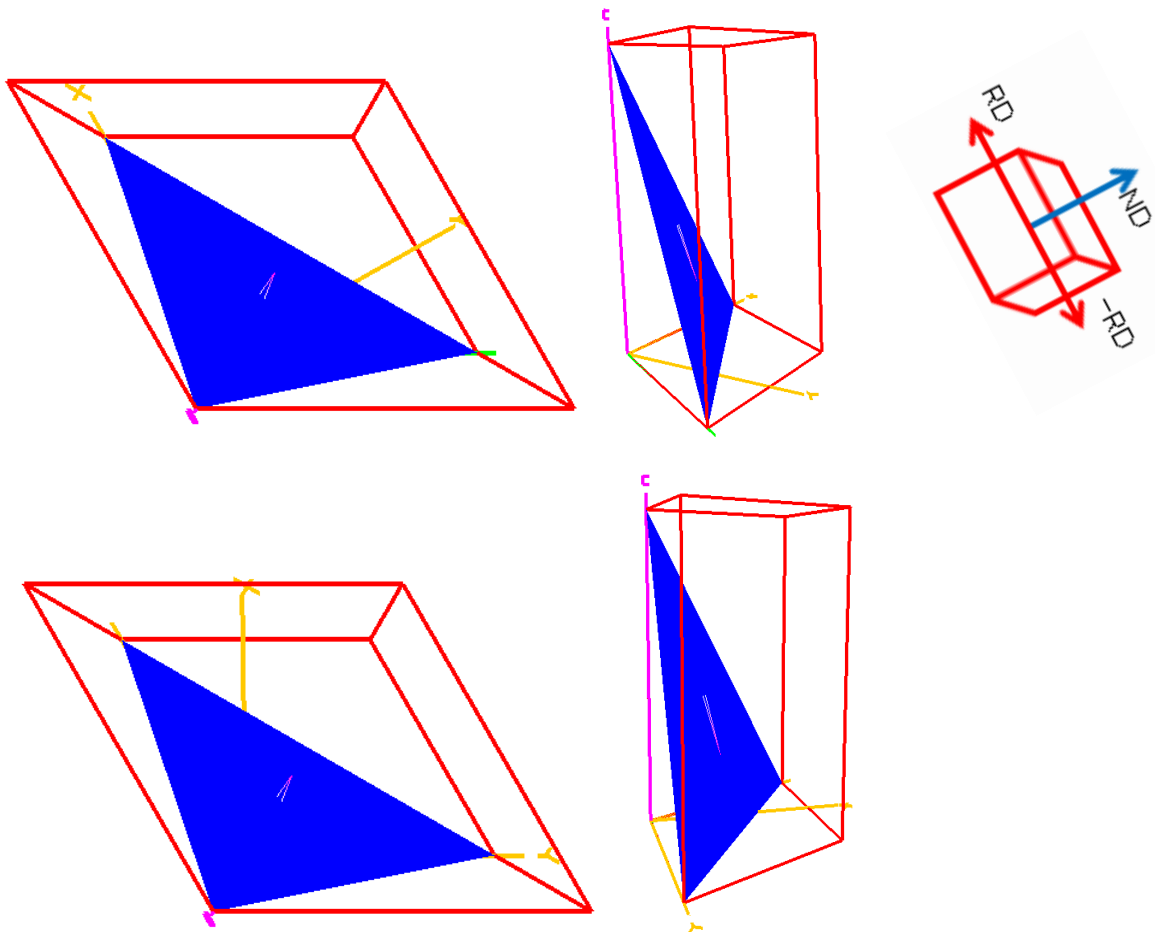
Source Data Format	Conversion Button	Output Format	Category
SmartLab measure data Ras Format Data(N)	RasPFtoASC	ASC Format Data	Rigaku-SmartLab Bruker 極点
Bruker data Uxd Format Data(N)	UxdtoASC	ASC Format Data	
RINT Inplane ,other data Asc Format Data(N)	PluralAsctoAsc	ASC Format Data	PANa 極点
PANalytical pole figure data TXT,xdrml Data(N)	PANatoAsc	ASC Format Data	
FullPoleFigure Asc Format(Trans-Ref)	PFTRSeparate	TransPF ,ReflectPF ASC data	
$\beta$ smAsc Asc Format (N)	PoleFigureAsctoSMAsc	ASC Format Data	
PANalytical data CSV format (N)	PANaCSVtoASC	ASC Format Data	PANa 極点
RigakuOldData Asc format(N)	Rad2050HpFilter	ASC Format Data	
PANalytical T/T data xrdml Data(N)	PANaTTDatatoAsc	ASC Format Data	PANa 連続データ

## 5. 2 3 指数 $\leftrightarrow$ 4 指数変換

六方晶の方角解析では、3 指数で測定を行い、解析結果は、3 指数、或いは4 指数で表現されます。3 指数、4 指数、Euler 角度入力から3 指数、4 指数、Euler 角度に変換を行い、結晶方位図を描画します。下図は3 指数から変換しています。



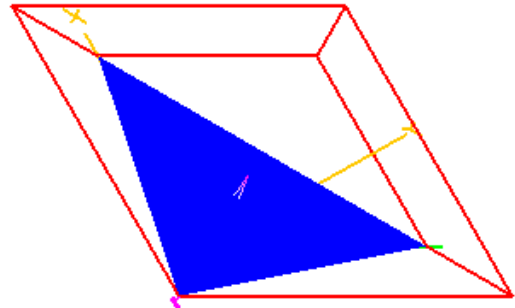
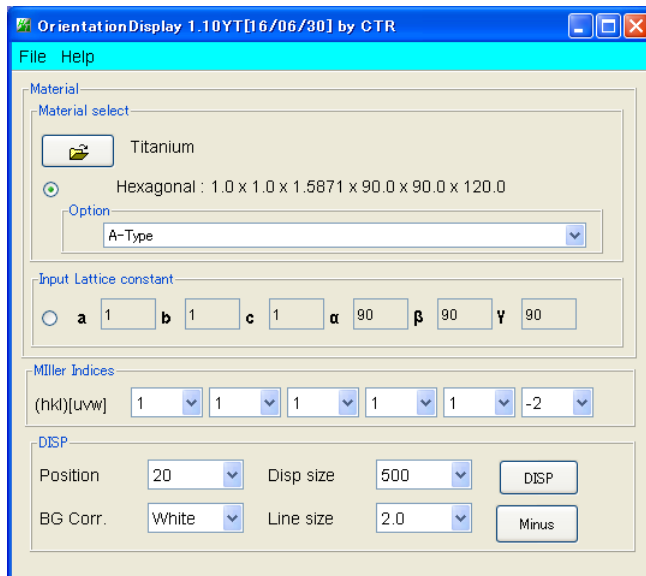
結晶方位図



### 5. 3 結晶方位図描画

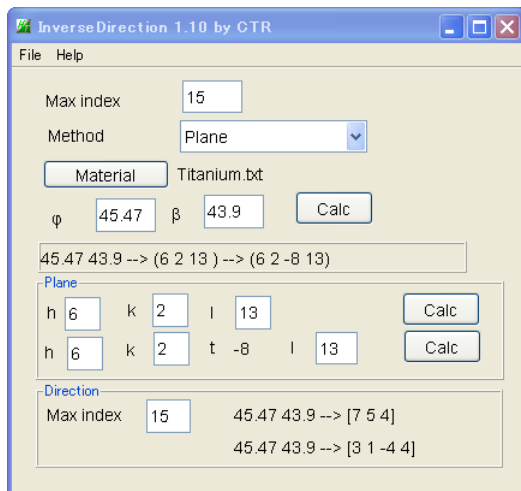
CubicからTriclinicまで結晶方位図を描画します。

以下はHCPで表示する材料を選択し、3指数で入力します。

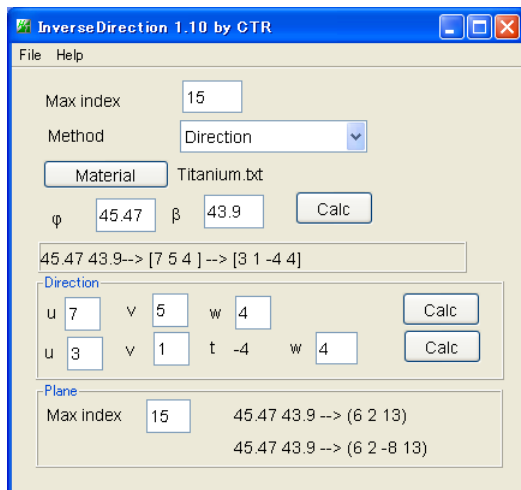


### 5. 4 逆極点のDirection<->Plane変換

逆極点図は、ND, TD, RD方向への方位分布です。立方晶では、PlaneとDirectionは一致するが六方晶では、一致しない部分があります。このため、LaboTexではPlane、TexToolsではDirectionが採用されています。この相互変換の数値計算を行っています。



Plane 逆極点位置(45.47,43.9)から  
Plane (6 2 -8 13) Direction(3 1 -4 4)を計算して  
います。



Direction 逆極点位置(45.47,43.9)から  
Direction(3 1 -4 4)、Plane(6 6 -8 13)を計算して  
います。

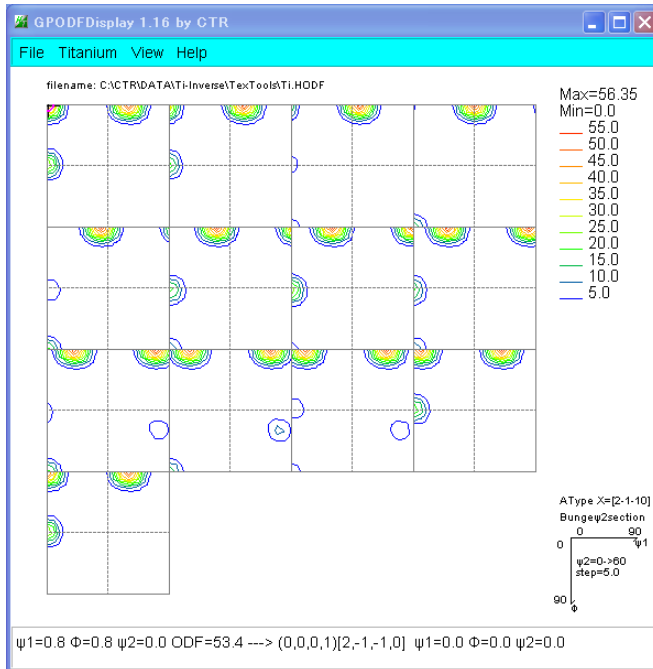
5. 5 各社 ODF 解析の ODF 図から結晶方位位置の決定

ODF の X 軸切り替えは、入力時に変更

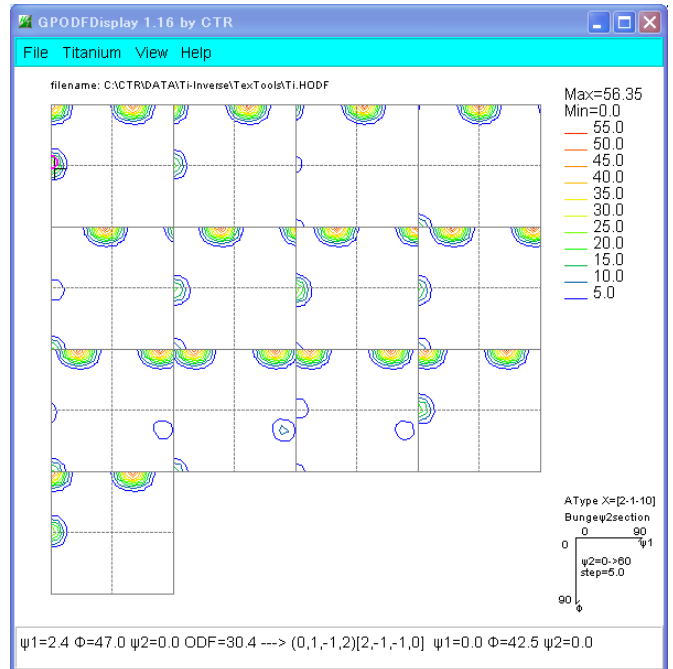
ODF 図上のマウスクリックでクリック位置に+印、

クリック位置の Euler 角度から整数の結晶方位を算出、更に整数の結晶方位から再計算 Euler 角度計算

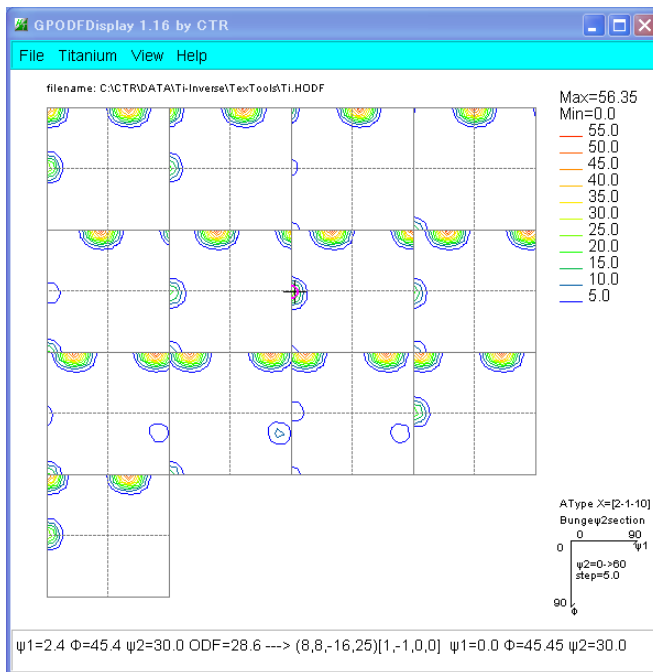
ODF 図上に○印を表示



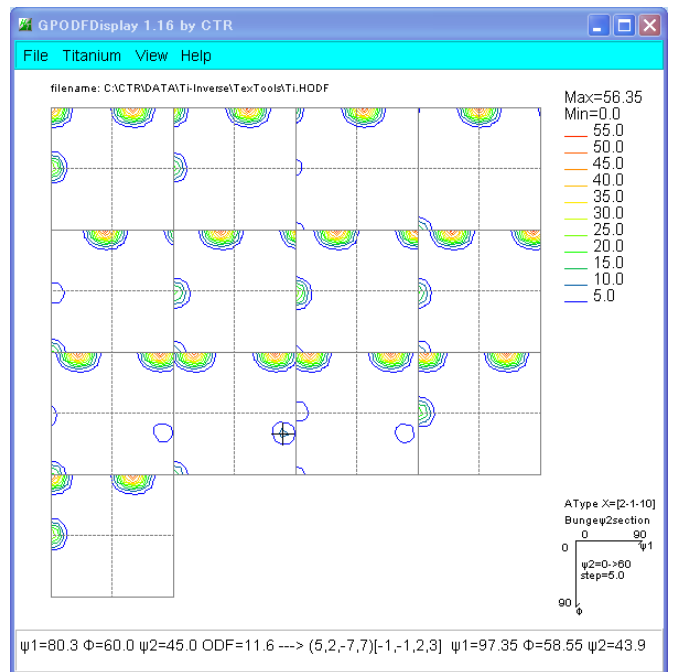
----> (0,0,0,1)[2,-1,-1,0] ψ1=0.0 Φ=0.0 ψ2=0.0



----> (0,1,-1,2)[2,-1,-1,0] ψ1=0.0 Φ=42.5 ψ2=0.0



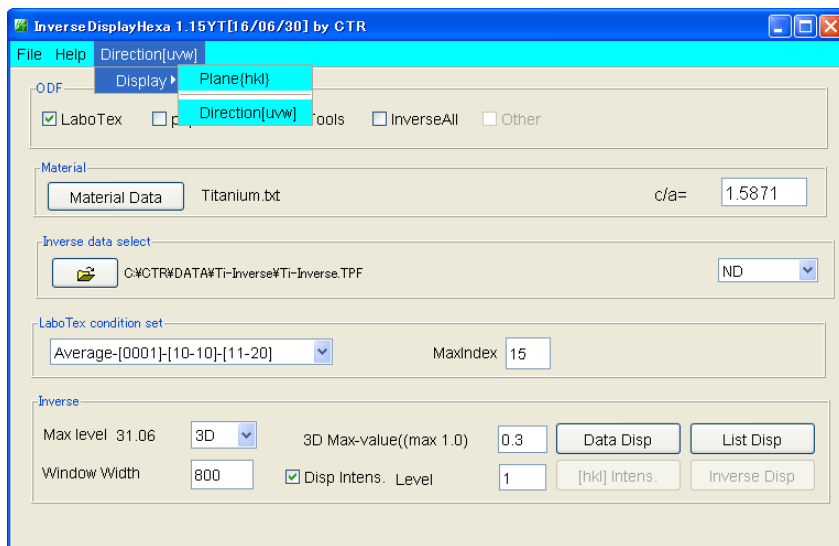
----> (8,8,-16,25)[1,-1,0,0] ψ1=0.0 Φ=45.45 ψ2=30.0



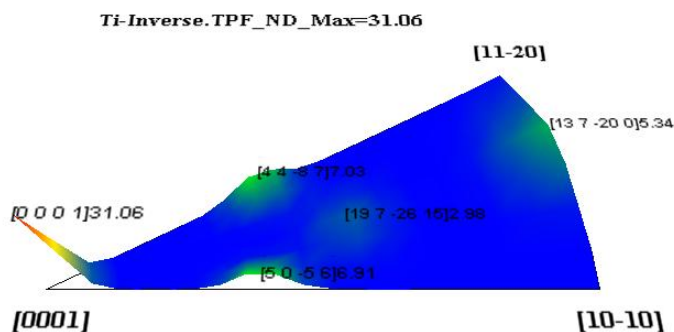
----> (5,2,-7,7)[-1,-1,2,3] ψ1=97.35 Φ=58.55 ψ2=43.9

5. 6 各社 ODF 解析の逆極点図から ND, TD, RD の方位を Plane、Direction で描画 Display により Plane<->Direction 切り替えを行う。

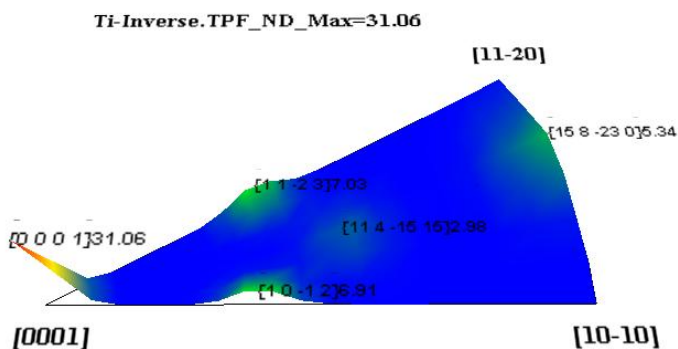
ODF 解析の逆極点を Export し、読み込む、  
ListDisp->[hkl]Intens->InverseDisp で描画する。



Direction で描画 (材料表面法線方向に、[0001],[44-147],[50-56]などの方向が一致しています)



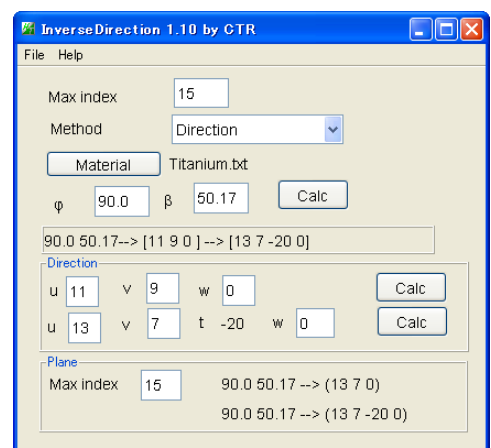
Plane で描画 (材料表面法線方向と、{0001},{11-23},{10-12}が直交しています)



Direction	[13 7 -20 0]	90.0	50.0	5.34	90.0	20.0
Plane	{15 8 -23 0}	90.0	50.0	5.34	90.0	20.0

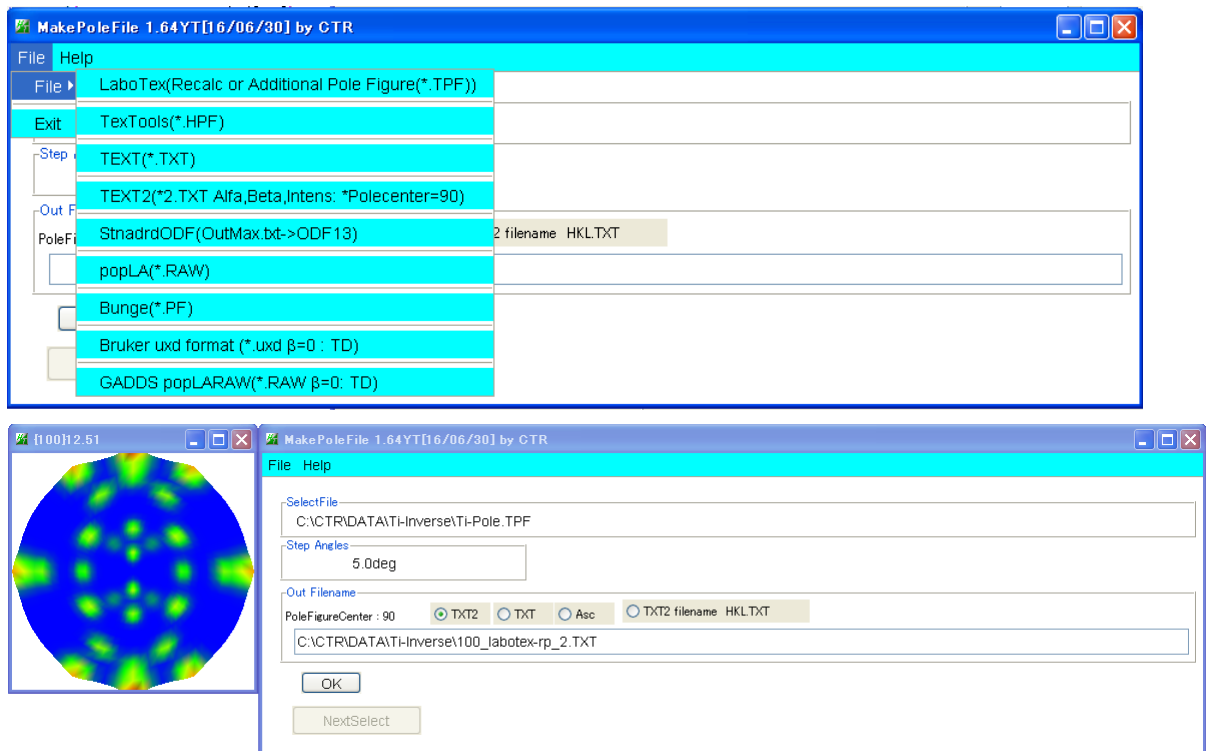
(90,50)で計算すると Direction と Plane が異なりますが [13 7 -20 0]->(90.0,50.17)を計算し、この角度から Direction,Plane を計算すると一致します。

ステレオ三角形頂点と  $\phi=90$  は Direction と Plane は一致します。



5. 7 各社 ODF 解析の再計算極点図を TXT2 ファイルに変換

ODF 解析の再計算極点図は Export できますが、各社異なったフォーマットのファイルが作成されるこの再計算極点図を CTR ソフトウェアで扱える TXT2 ファイル ( $\alpha$ 、 $\beta$ 、Intens) に変換します。



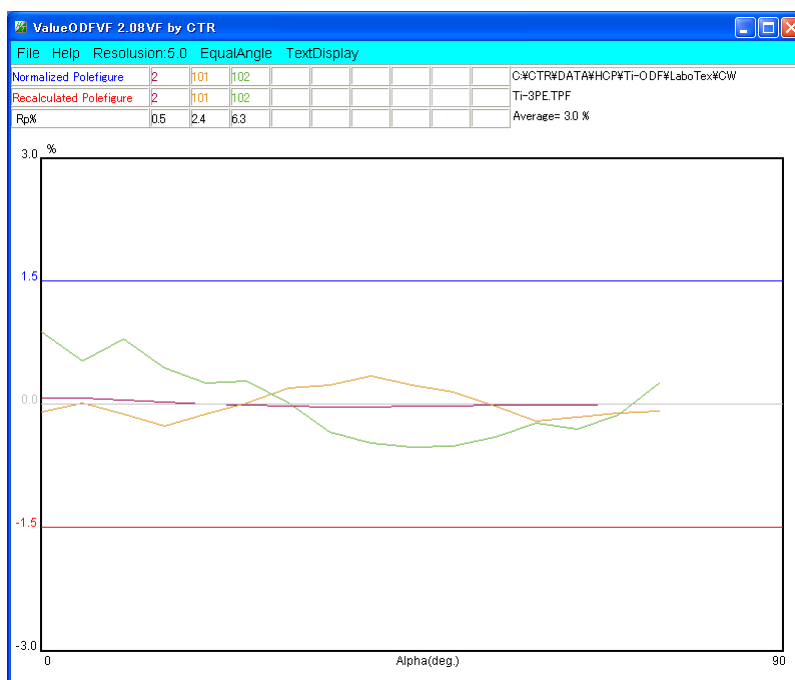
TXT2 は、ODFPoleFigure2 ソフトウェアの解析結果と同一のフォーマット

ASC は、ODFPoleFigure2 ソフトウェアの入力データフォーマット

5. 8 ODF 入力極点図の Error 評価を行う ValueODFVF

ODF への入力極点図には Error が含まれています。この評価を入力極点図と ODF 解析後の再計算極点図で比較し、再測定、極点図処理を行います。

Ti(002),(101)(102)極点図から ODF 解析を行い、再計算極点図を作成後、Error 評価

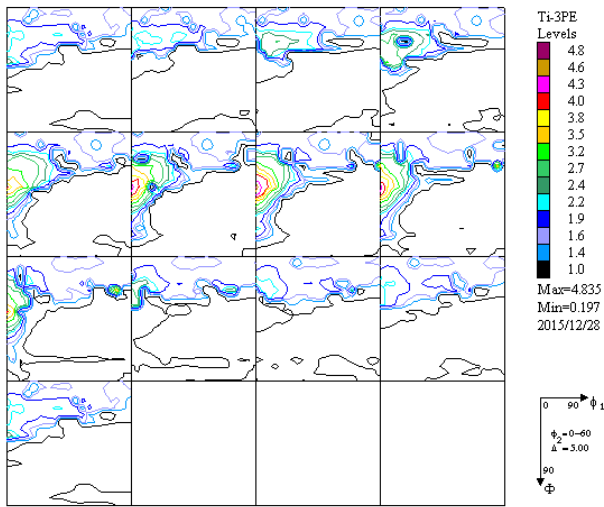


プロファイルが ± 1.5% 以内で入力データは正常です。

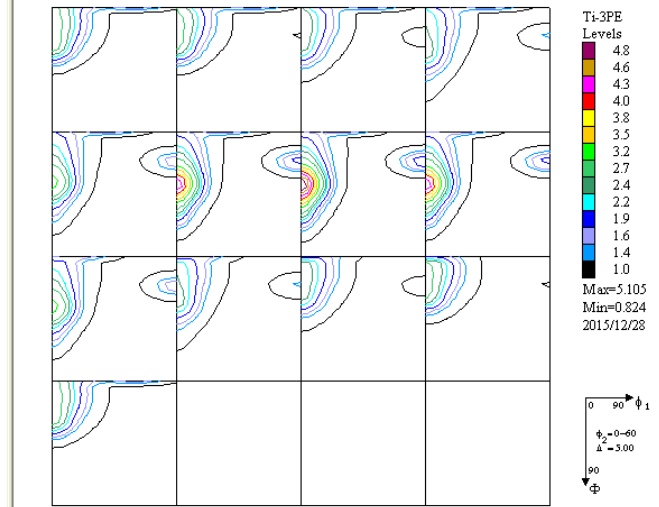
## 6. ODF 解析による Volume Fraction 定量

LaboTex では、ODF 解析後、結晶方位の定量である VolumeFraction 計算を行えます。

入力極点図から解析した ODF 図



VolumeFraction (定量) から計算した ODF 図

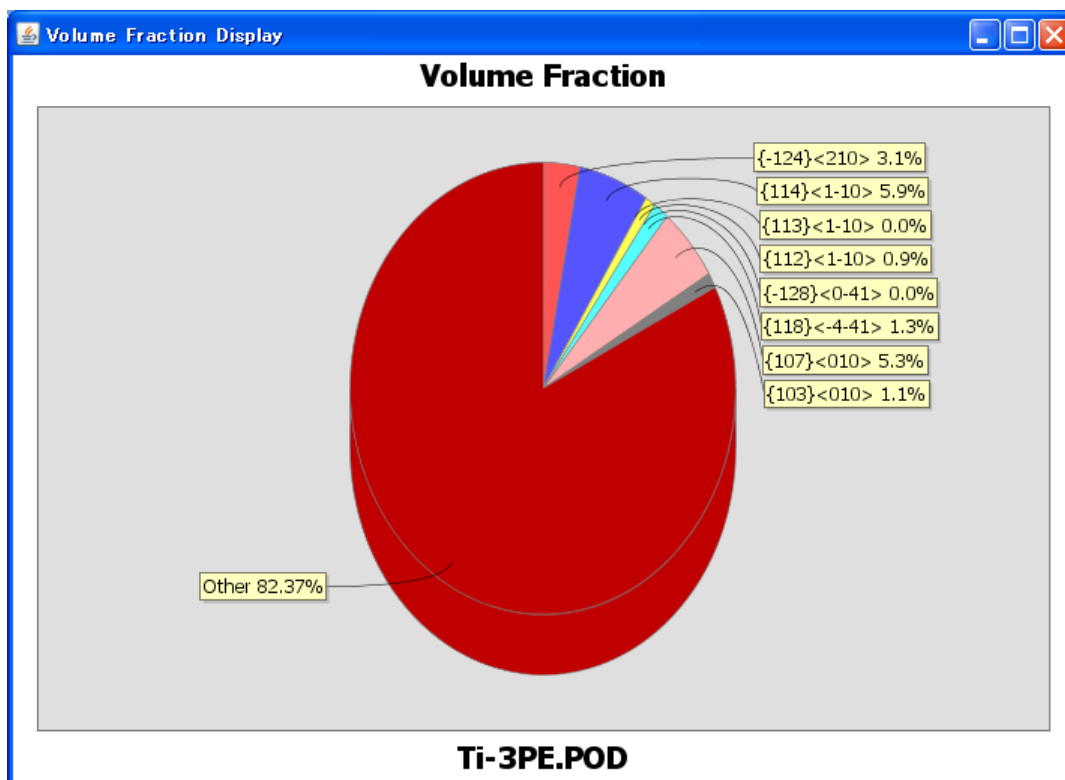


最大 ODF 値が小さいので、random レベルが高いと考えられ、ODF 図がほぼ一致しているのも、VolumeFraction 結果は正しいと考えられます。

数値的に行うのであれば、VolumeFraction から極点図を作成し、valueODFVF で評価します。

VolumeFraction 結果

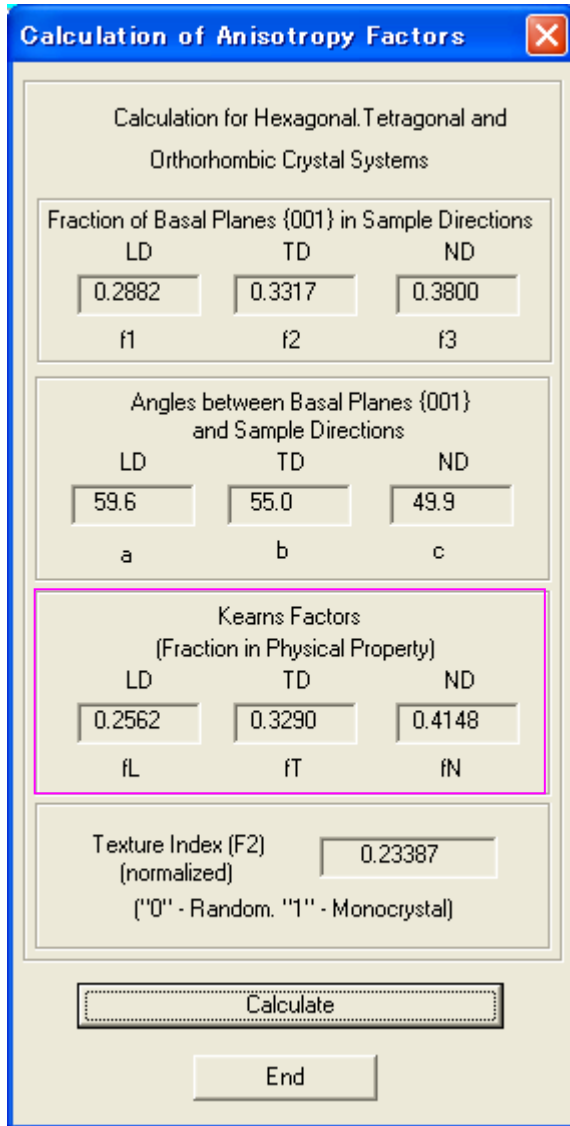
No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	3.1	31.6	18.7	23.3	{-1 2 4}K 2 1 0 >
2:	5.9	29.2	38.8	20.1	{ 1 1 4}K 1 -1 0 >
3:	0.0	21.0	20.5	15.4	{ 1 1 3}K 1 -1 0 >
4:	0.9	14.2	23.1	17.6	{ 1 1 2}K 1 -1 0 >
5:	0.0	18.4	18.0	22.3	{-1 2 8}K 0 -4 1 >
6:	1.3	33.4	13.4	28.9	{ 1 1 8}K -4 -4 1 >
7:	5.3	44.0	30.6	39.5	{ 1 0 7}K 0 1 0 >
8:	1.1	23.8	16.6	22.4	{ 1 0 3}K 0 1 0 >
9:	82.37	Background Volume Fraction			



82%が random 状態であることが分かります。

7. ODF 解析による配向関数評価

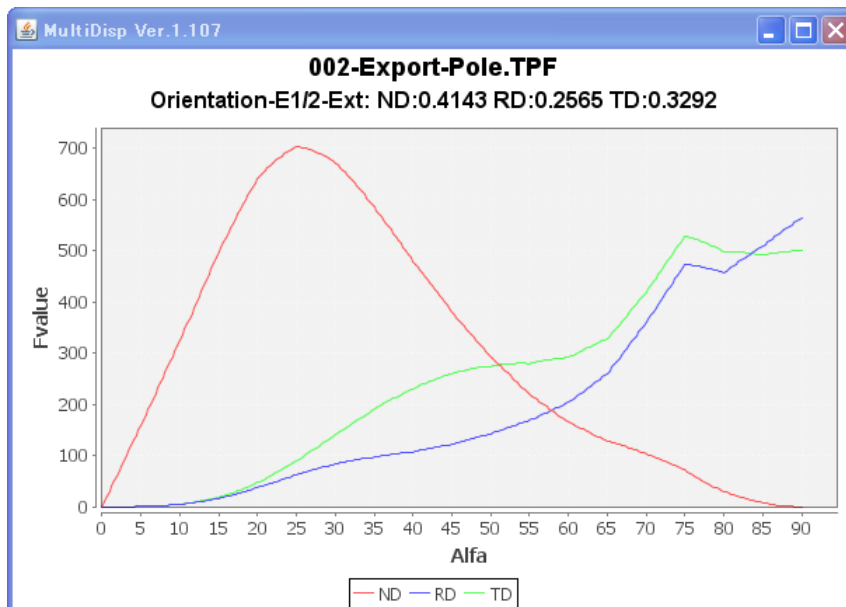
LaboTex は ODF 内部で配向関数の計算が行えます。



{002}極点図を Export して、Orientation で計算

Kearns Factors  
(Fraction in Physical Property)

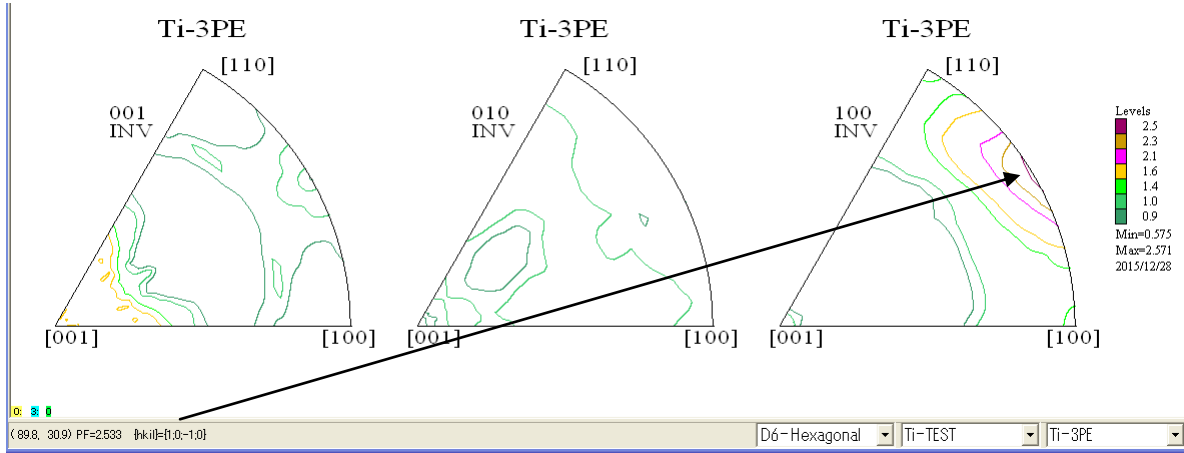
に一致します。



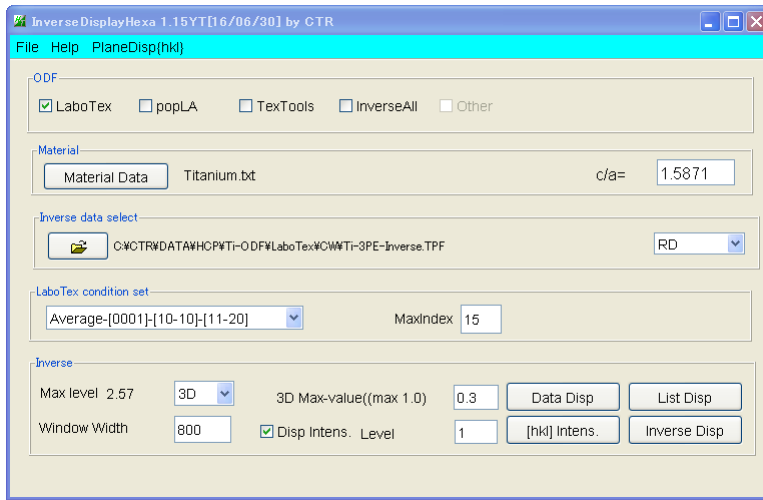


## 8. ODF 解析による逆極点評価

LaboTex では、 $\beta$  が 0->60 の逆極点図で Plane で表示されます。各種 ODF に対応しています。

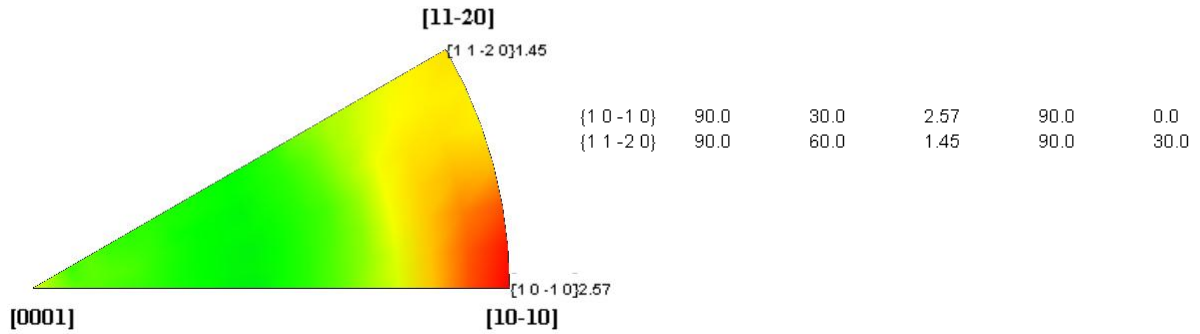


InberDisplayHexa で  $\beta$  が 30->60 のデータで表示し、Plane、Direction で表示します。



RD 方向を Plane で表示 (ステレオ三角形の 3 頂点は Plane=Direction)

Ti-3PE-Inverse.TPF\_RD\_Max=2.57



RD 方向を Direction で表示

Ti-3PE-Inverse.TPF\_RD\_Max=2.57

