

X線による集合組織解析

2012/07/13 Oxford

HelperTex Office

山田 義行

odftex@ybb.ne.jp

はじめに

X線回折は物質の同定、定量、結晶子サイズ、残留応力、集合組織等に 응용されていたが、近年 EBSDの発達で、集合組織分野では残念ながら知名度が低下気味である。特に若い技術者では 8割を超える人がEBSDの経験者としたデータもあります。確かにEBSDではX線では得られない貴重な情報が得られます。しかし、逆の事も言えます。

X線回折では測定領域が広い為、材料の**平均的な結晶方位**が得られます。

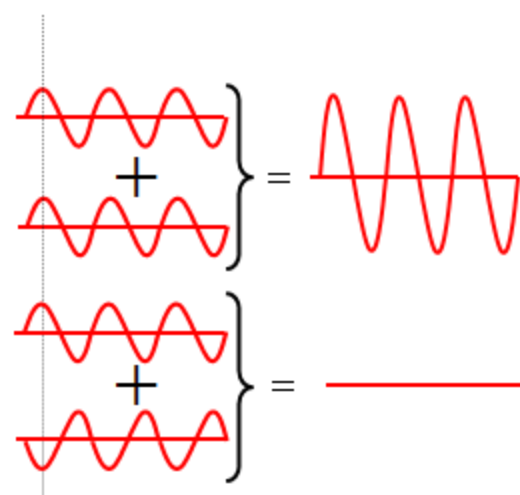
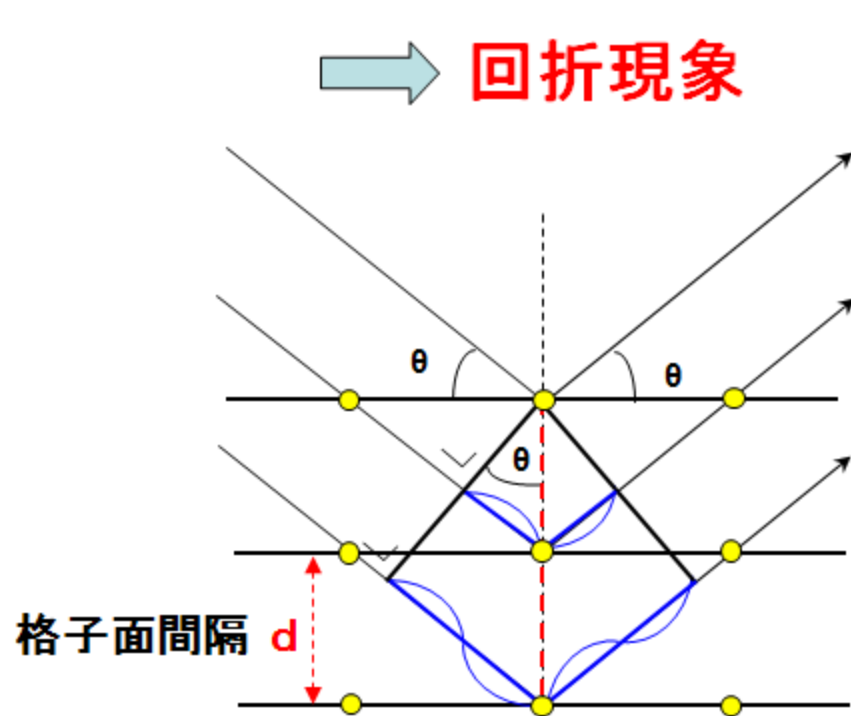
或いは、微小X線源を用いたシステムでは湾曲したパイプの外側、内側を**表面加工せず**にそのまま測定も出来ます。

EBSDに加えてX線回折を用いる事で更に多くの情報量が得られます。

X線回折でどのような事が出来るか
集合組織とて、アルミニウム材を用いて
 高速逆極点測定
 極点測定
 ODF解析
 ODFから体積分率算出
の紹介致します。

Bragg条件

- X線がその波長と同程度の周期で、規則的に原子が配列した物質(結晶)に入射すると、X線は特定の方向へ散乱される



光路差が整数倍のとき強め合い
回折現象を起こす

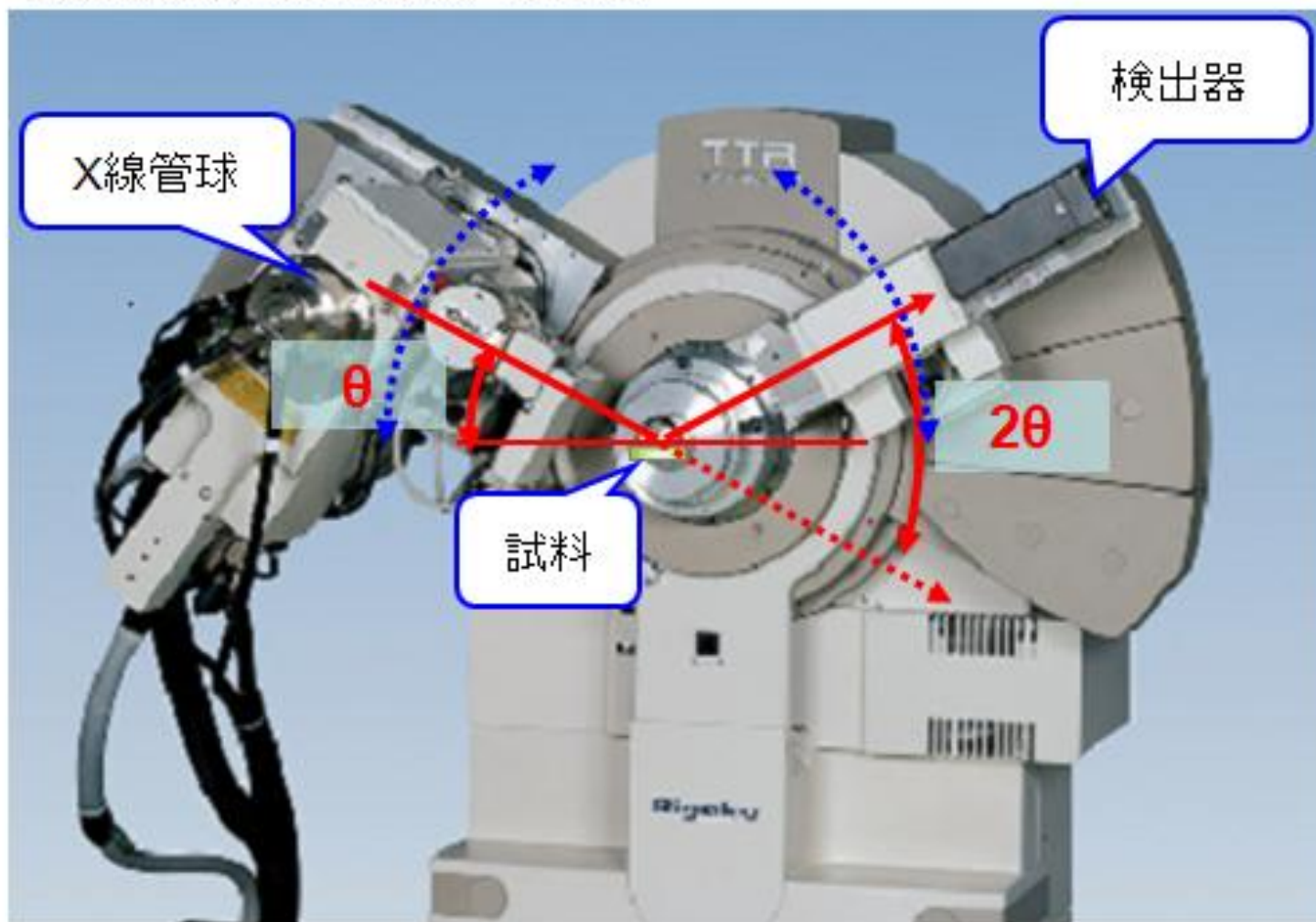
$$\text{Braggの回折条件} \quad 2d \sin\theta = n\lambda$$

X線回折の応用

	注目する回折図形	解析目的
広角測定	回折線の位置・強度	定性分析・定量分析・結晶構造 格子定数精密化
	回折線の幅	結晶子の大きさと格子歪み
	回折強度の試料方位依存性	集合組織・配向(結晶方位の偏り)
	回折角度の変化量	残留応力
	非晶質ハロー・結晶質ピーク強度比	結晶化度
	非晶質ハローの強度分布	動径分布関数(非晶質の構造解析)
小角測定	周期性ピークの位置	周期構造の積層周期
	方向性	配向性
	散漫散乱線の拡がり・強度分布	粒径分布解析

測定装置

試料水平型多目的X線回折装置

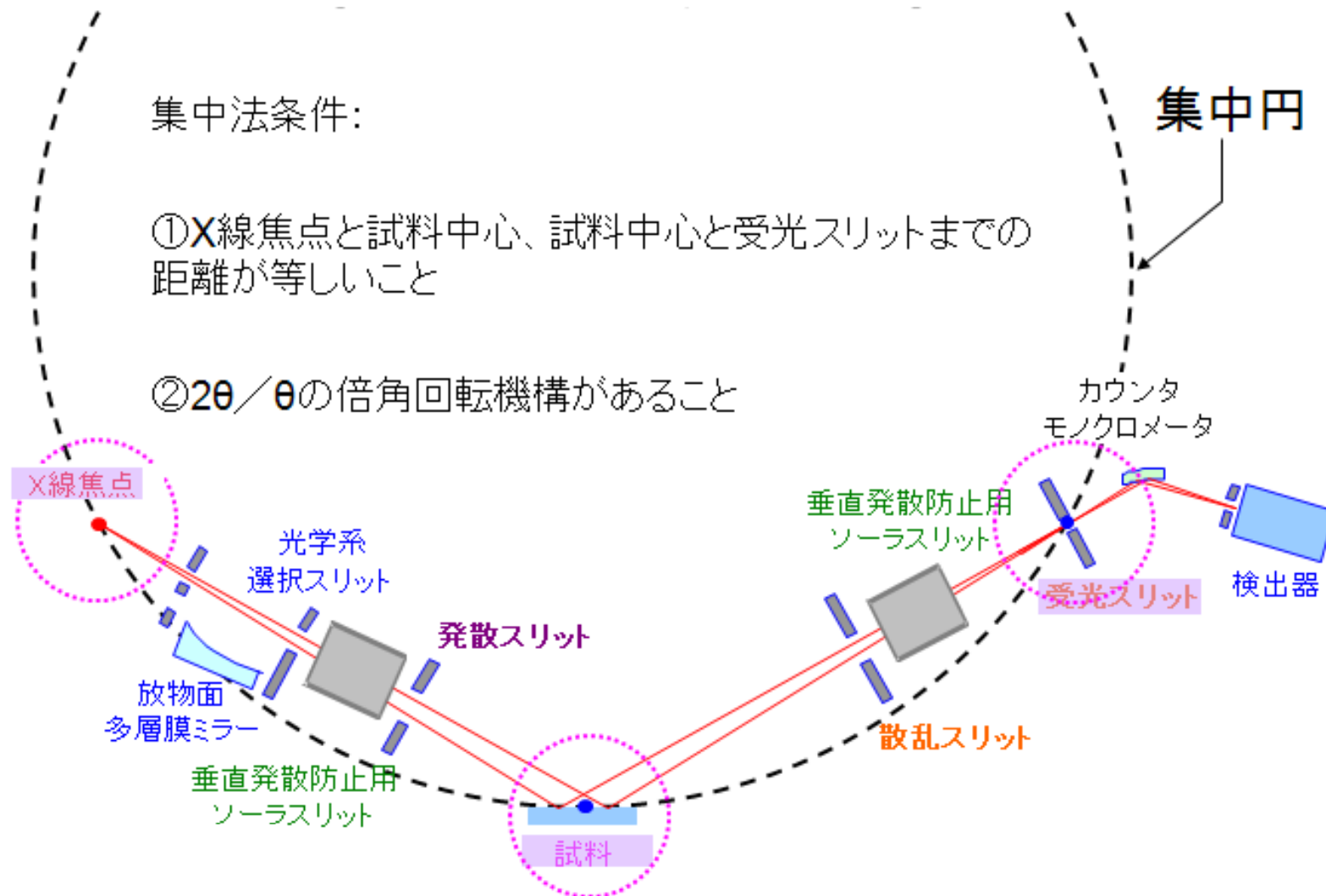


光学系

集中法条件:

① X線焦点と試料中心、試料中心と受光スリットまでの距離が等しいこと

② $2\theta/\theta$ の倍角回転機構があること



広角測定データ

ピークの有無 → 結晶質・非晶質の判定

ピーク位置

格子面間隔 d

→ 定性分析

→ 格子定数精密化

d のシフト → 残留応力

回折線幅

結晶性

結晶子サイズ

格子歪み

ピーク強度

定量分析(面積:積分強度)

非晶質の積分強度

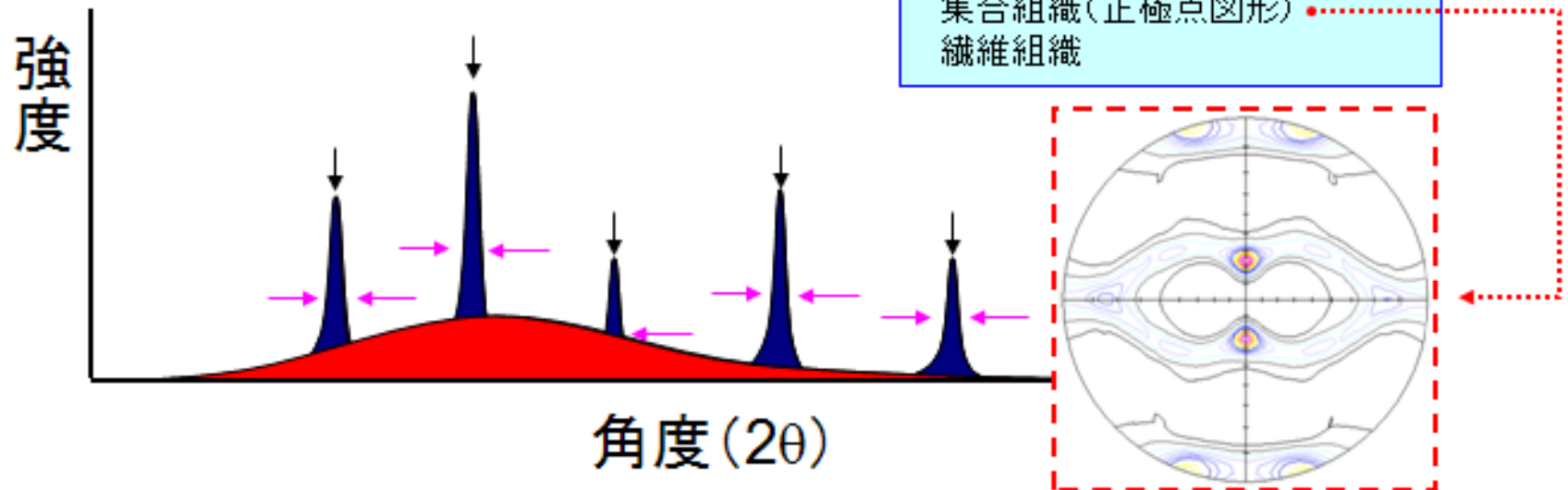
結晶質の積分強度

} 結晶化度

試料方位と強度変化(配向)

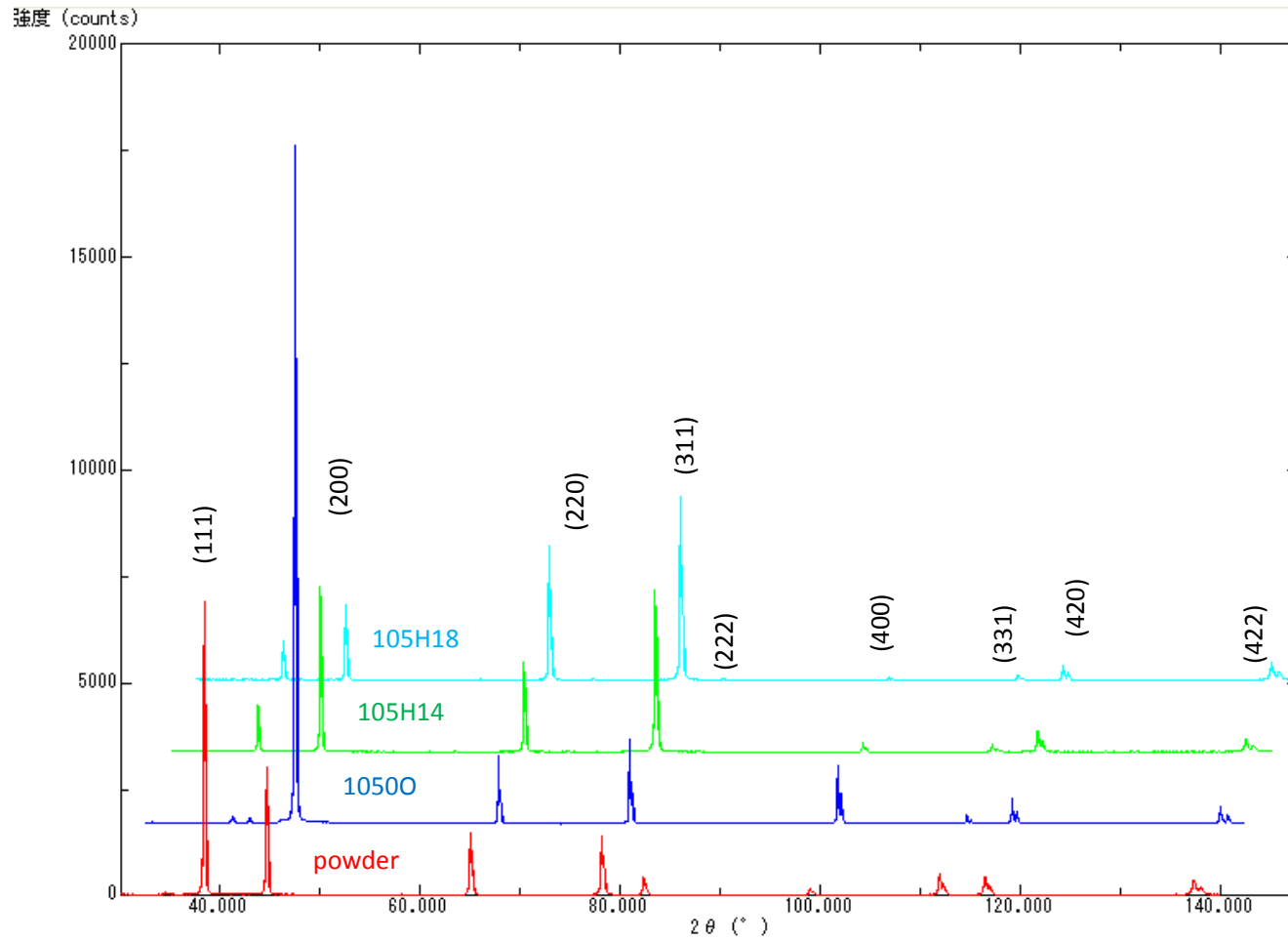
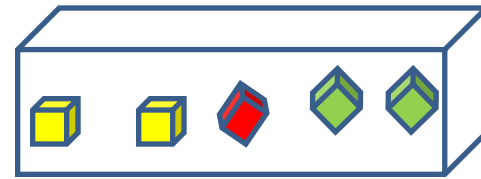
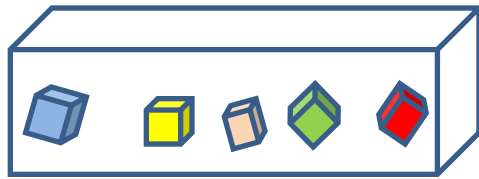
集合組織(正極点図形)

繊維組織



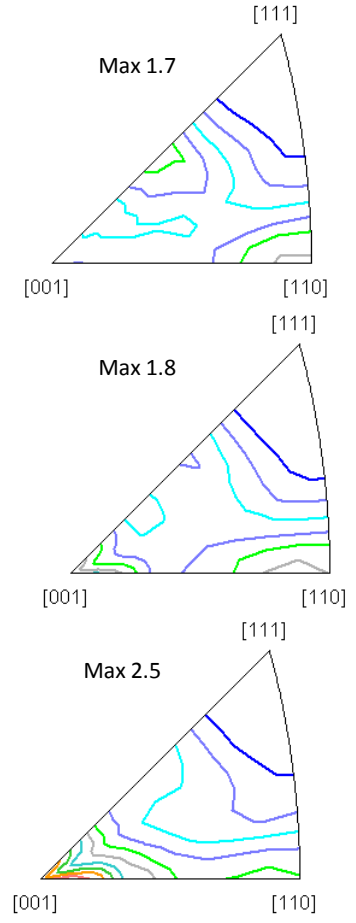
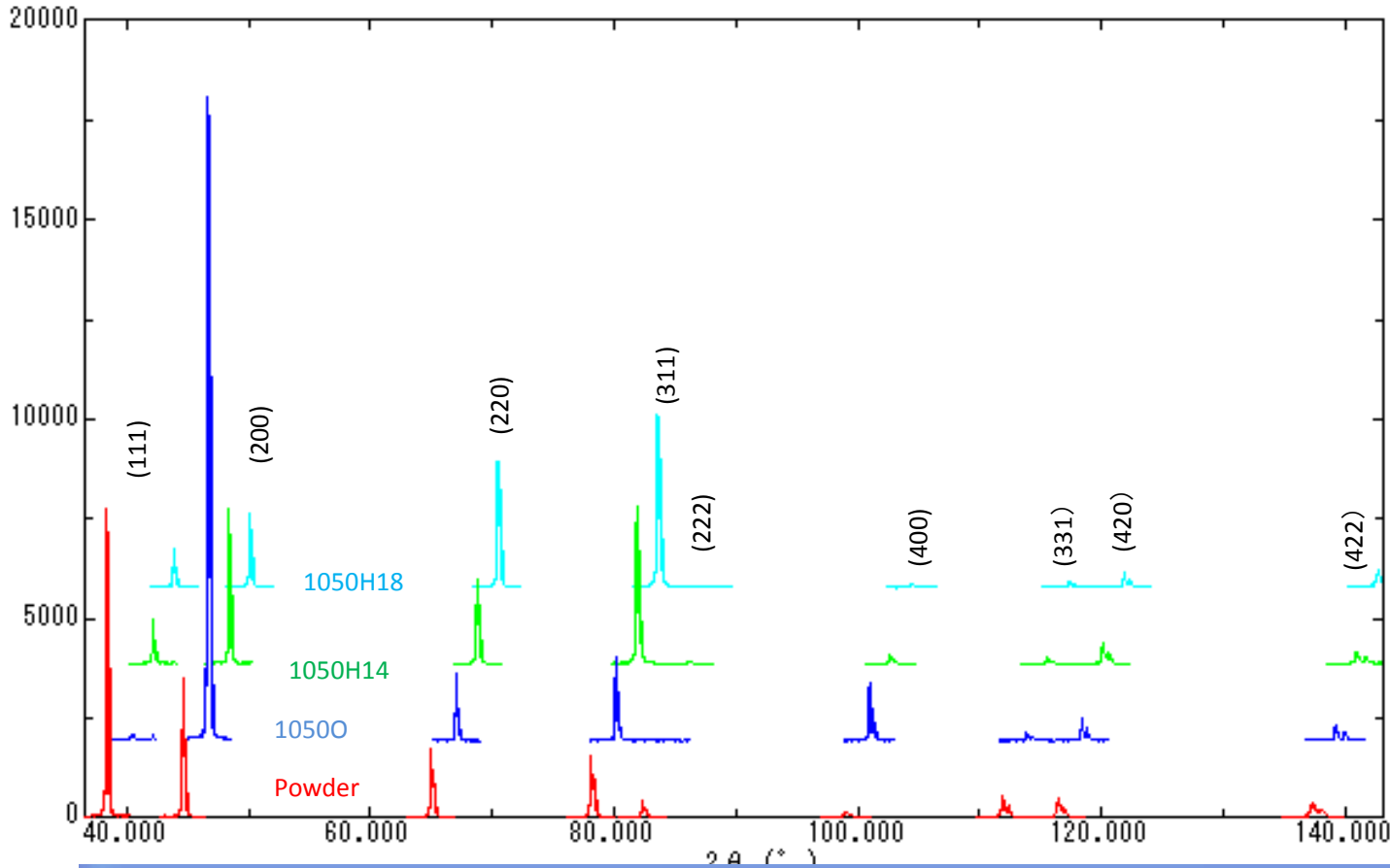
配向

powder



逆極点(材料表面の垂直方向(ND)の結晶方位)

サンプルチェンジャーと組み合わせた高速測定



TextDisplay 1.10S

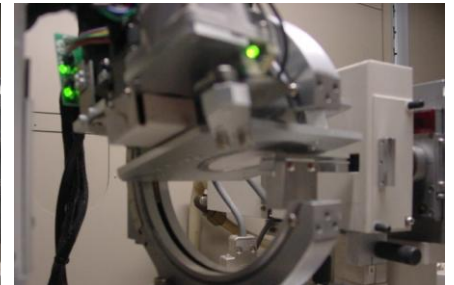
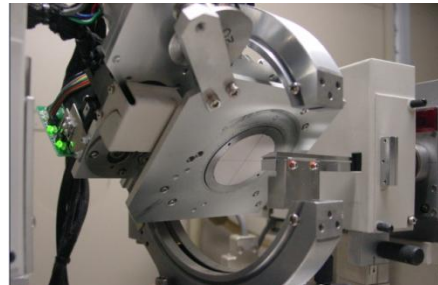
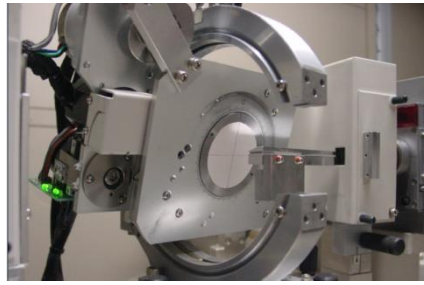
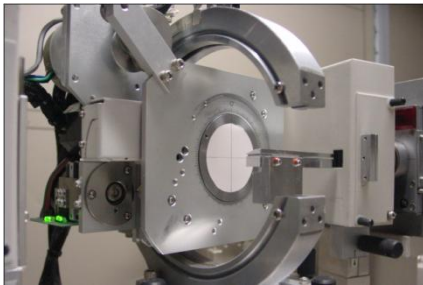
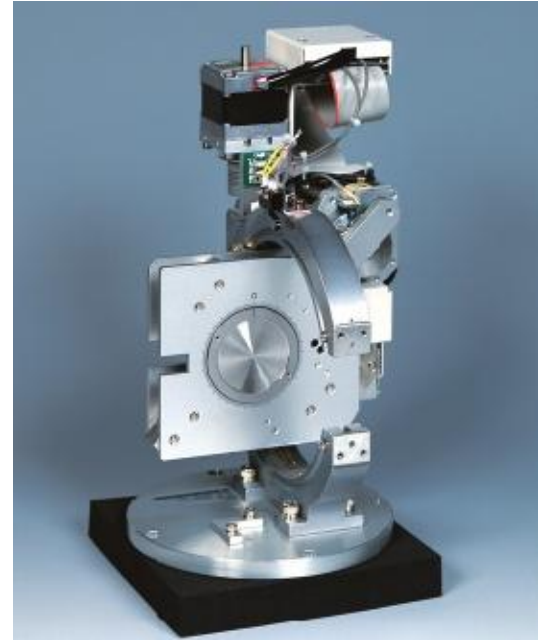
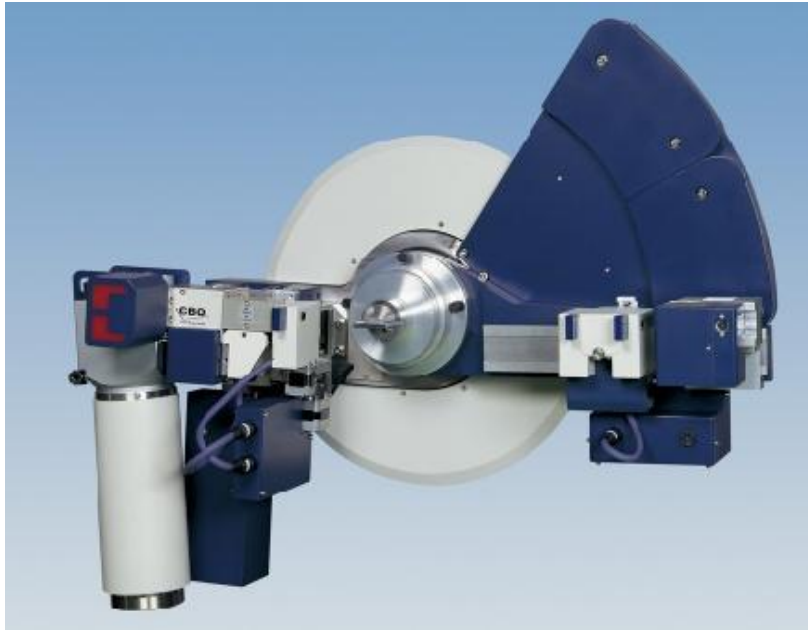
File Help

Randommode Standardization PEAK

	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]
1050H14	0.191	1.488	1.659	3.392	0.159	2.044	0.445	1.509	1.04
1050H18	0.176	0.761	2.681	4.064	0.114	0.707	0.381	1.143	1.839
1050O	0.011	3.356	0.703	0.993	0.046	6.716	0.281	0.912	0.807

極点測定

材料をあらゆる方向に傾けて結晶面の分布測定、1極点図、最速15分程度



極点図の測定

軽金属では厚さ方向の平均値が測定出来る透過極点測定も可能です。

正極点測定

ファイル(F) 編集(E) 表示(V) オプション(O) ヘルプ(H)

No.1 No.2 No.3 No.4 No.5 No.6 No.7 No.8 No.9 No.10 No.11 No.12 No.13

測定者: Administrator 機:

h	k	l	結晶系	試料厚[cm]	線吸収係数[1/cm]	試料径[mm]	プロファイルを重ね書きする
1	1	1	立方晶系	0.0000000	0.0000	0.0000000	<input checked="" type="checkbox"/>

測定方法: 連続 計数単位: counts オートスケール 初期ゲイン: 1000

本測定

測定手法	α 開始角度	α 終了角度	α ステップ角度	電圧[kV]	電流[mA]	BG測定	
透過法	無し						
反射法	バルク反射	15.000	90.000	5.000	40	40	2測定

走査方法	α 開始角度	α 終了角度	α ステップ角度	β スキャン速度	γ 振動幅[mm]
同心円	0.00	360.00	5.0	60.00	20mm

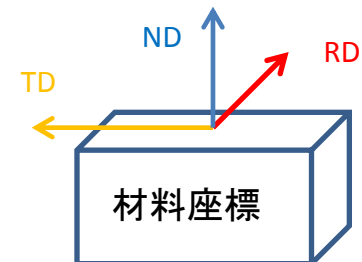
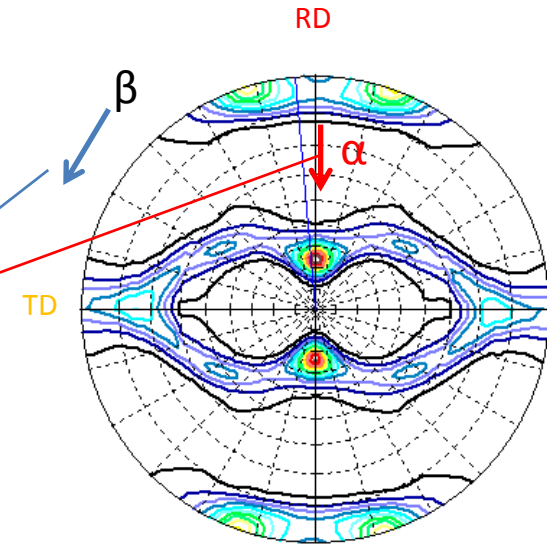
2 θ 固定角度	発散縦制限	発散スリット	散乱スリット	受光スリット	コメント	
反射法	38.400	2.00mm	1/2°	7.00mm	7.00mm	

バックグラウンド測定

BG走査方法	β 開始角度	β 終了角度	β ステップ角度	β スキャン速度
1点	0.00	90.00	5.0	60.00

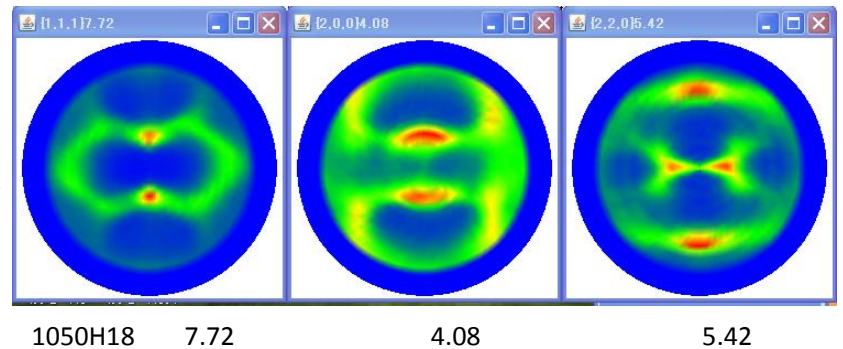
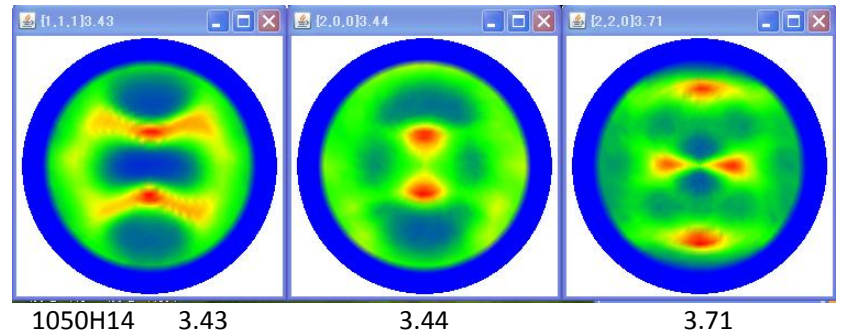
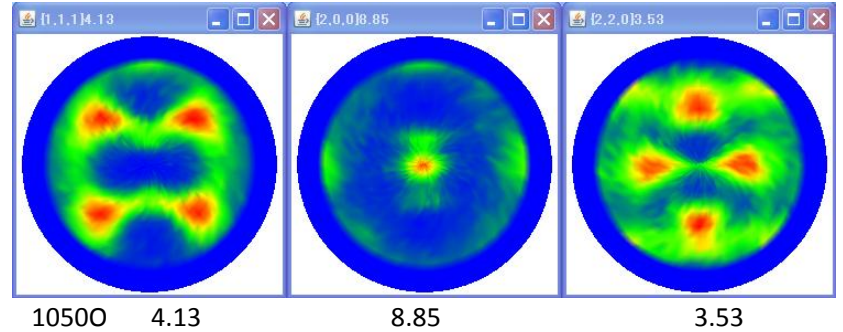
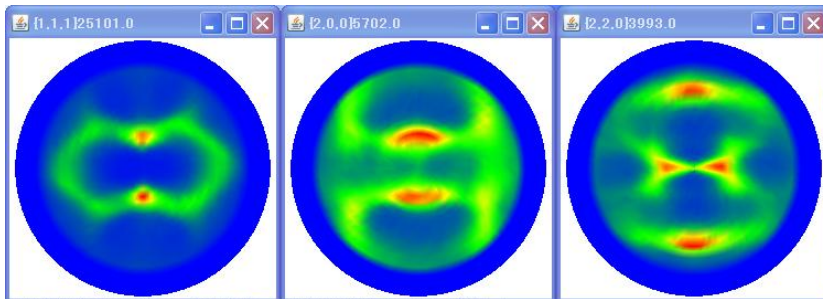
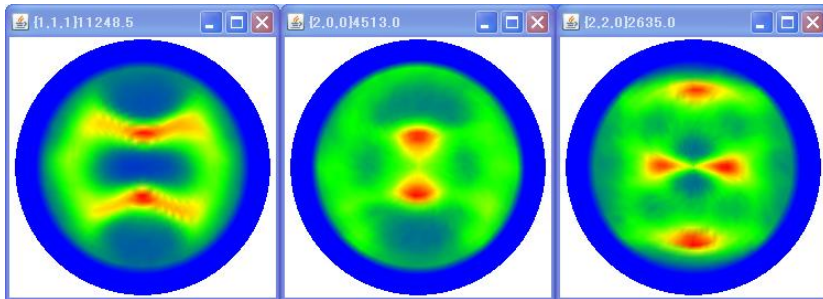
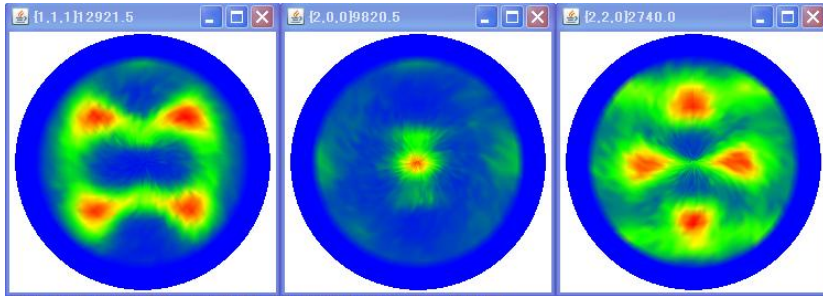
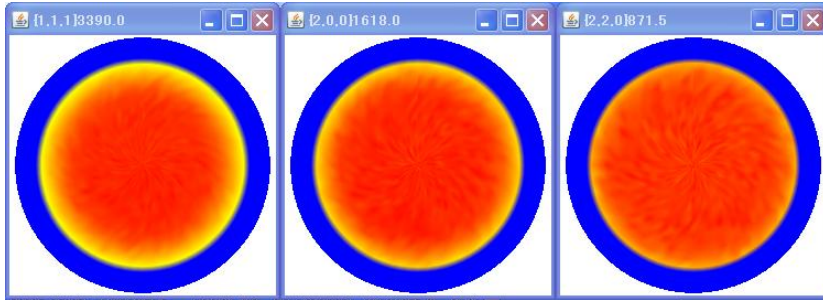
α ステップ角度	BG1角度	散乱スリット	受光スリット	BG2角度	散乱スリット	受光スリット	
透過法							
反射法	5.000	37.400	7.00mm	7.00mm	39.400	7.00mm	7.00mm

予想測定時間 透過法:0分 反射法:117分 14:57



測定データと処理結果

1mmに圧延したアルミニウム板の表面測定とdefocus補正後の極点図



結晶方位解析

Crystallite Orientation Distribution Function(ODF)

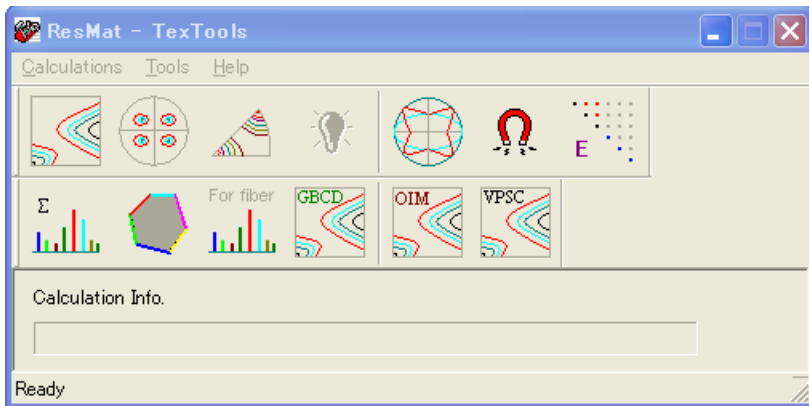
StandardODF(Harmonic)

popLA(Harmonic WIMV)

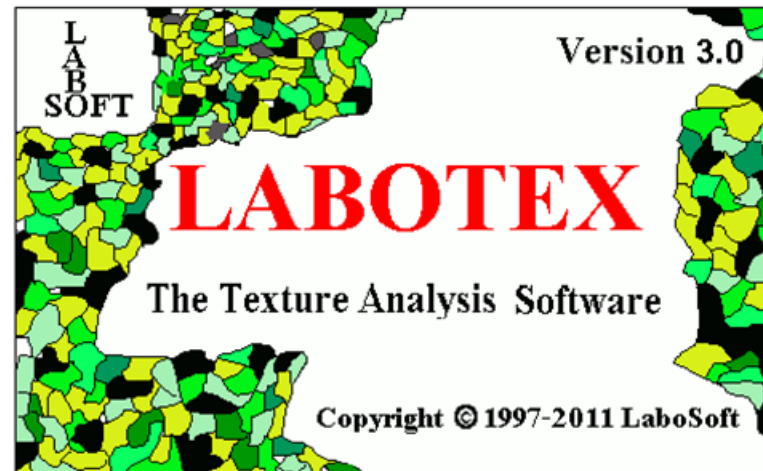


```
popLA: preferred orientation package - Los Alamos (Page 1)
U.F. Kocks, J.S. Kallend, H.R. Wenk (May 1999)
0. QUIT
1. Get specimen DIRECTORY and VIEW a file
2. MESSAGE data files: correct, rotate, tilt, symmetrize, smooth, compare
3. WIMV: make spec.SOD; calculate PFs and inverse PFs; make matrices
4. HARMONIC analysis: COMPLETE rim (.FUL), get Roe Coeff.file (.HCF)
5. CONVERSIONS, permutations, transformations, paring
6. DISPLAYS and plots
7. Derive PROPERTIES from .SOD or .HCF files, make WEIGHTS file for simul.
8. DOS (temporary: type EXIT to return)
Please type a number from 0 to 8 -->
```

TexTools(ADC)



LaboTex(ADC)



ODFの特徴

	StandardODF	popLA	LaboTex	TexTools
メーカー	府立大井上先生	Los Alamos	LaboSoft	ResMat
解析法	級数展開法	WIMV, 級数展開法	ADC	ADC
Windows	XPからWin7まで	DOS	XPからWin7まで	XPからWin7まで
極点図	中心から	中心から80度まで	制限なし	制限なし
Cubic	○	○	○	○
Hexagonal	—	○	○	○
Trigonal	—	○	○	○
Orthorhombic	—	○	○	○
Other	—	—	○	○
非対称解析	—	—	○	○
ODF図	○	—	○	○
再計算極点図	○	—	○	○
逆極点図	○	—	○	○
cursor強度、方位	—	—	○	○
VolumeFraction (Integral)	—	—	○	○
VolumeFraction (Model Function)	—	—	○	—
その他	r値面内異方性評価 ソフトウェアと連携		Project VolumeFractionからODF	結晶方位図とODFが連携

入力データが同じでも、計算ODFは解析方法やソフトウェアで異なります。
方位位置は同じであるが、各方位の強度が異なる傾向があります。
級数展開法 < ADC, WIMV

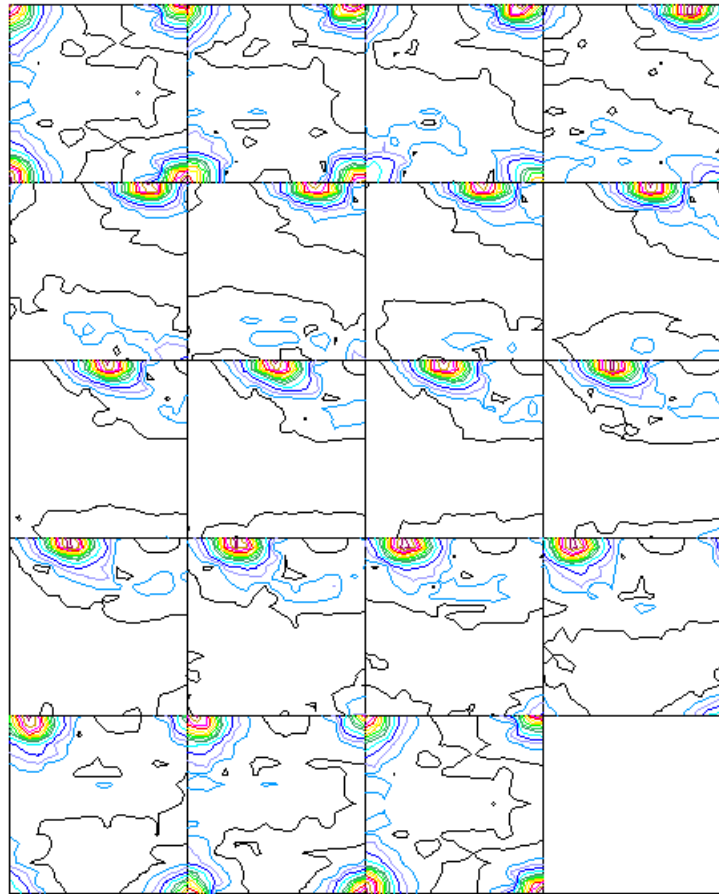
WIMV method: Williams method, Imhof methodをmatthiesとVinelが結合
ADC method : Arbitrarily Defined Cells

10500材のODF解析、再計算極点図、逆極点図

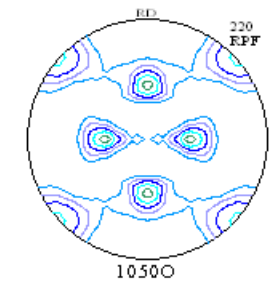
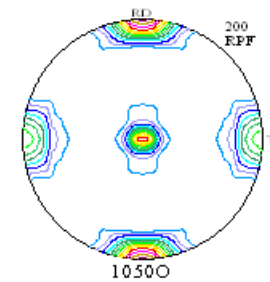
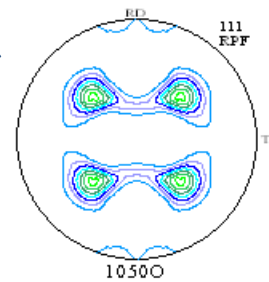
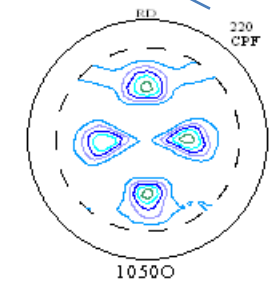
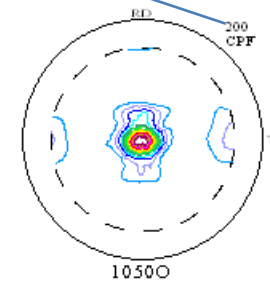
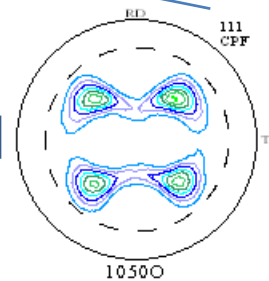
極点図の111は{111}

200は{100}

220は{110}

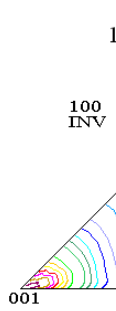
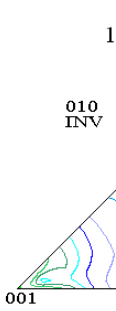
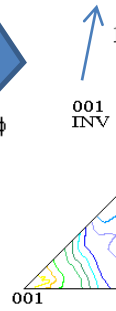


10500
Levels
18.0
17.0
16.0
15.0
14.0
13.0
12.0
11.0
10.0
8.0
6.0
4.0
2.0
0.5
Max=19.132
Min=0.016
2012/06/15



Levels
7.0
6.5
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0
1.5
1.0
Min=0.027
Max=8.334
2012/06/15

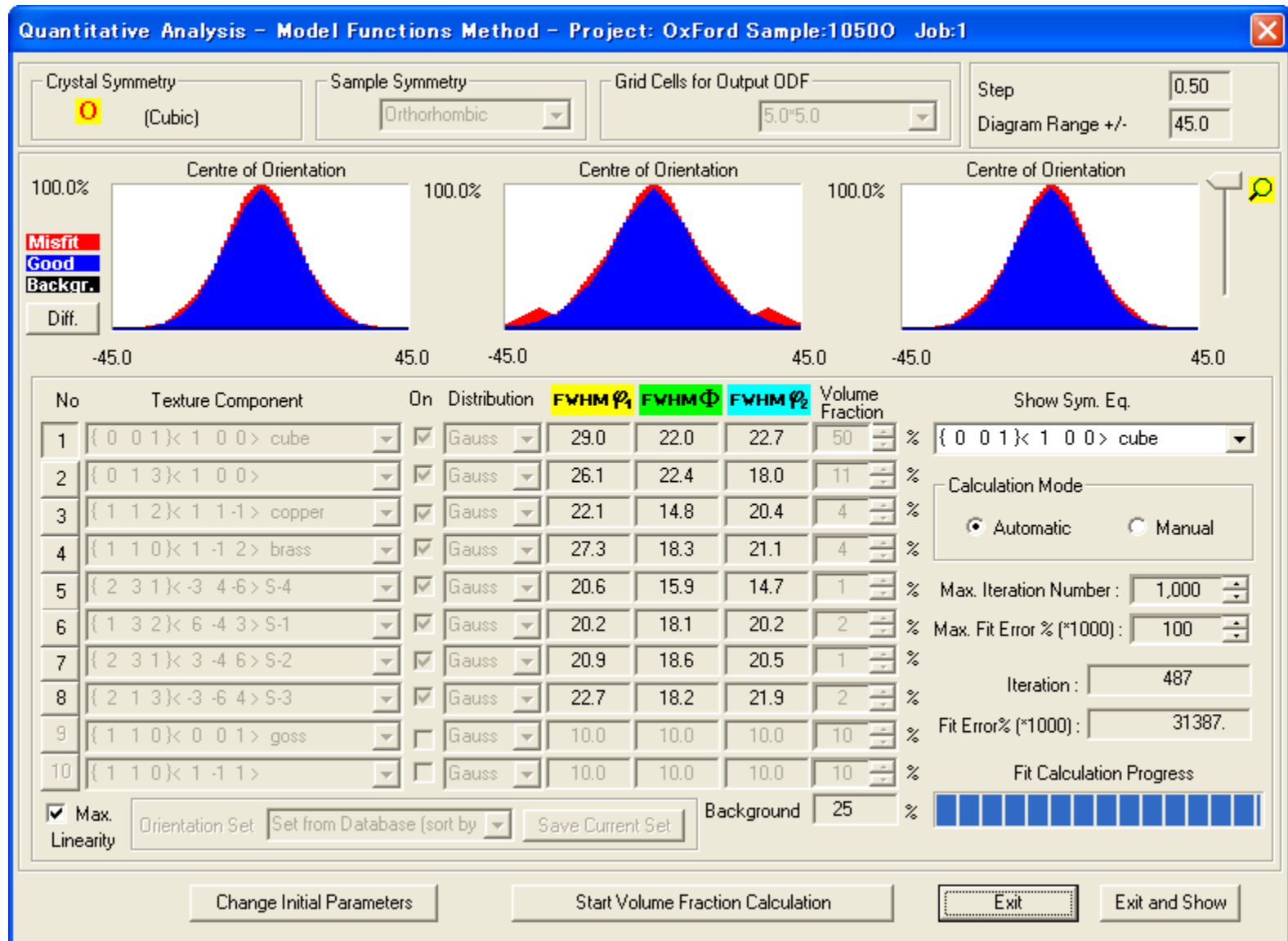
001 INV->ND



Levels
7.6
7.1
6.6
6.1
5.6
5.1
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0
1.5
1.0
0.5
Min=0.051
Max=7.982
2012/06/15

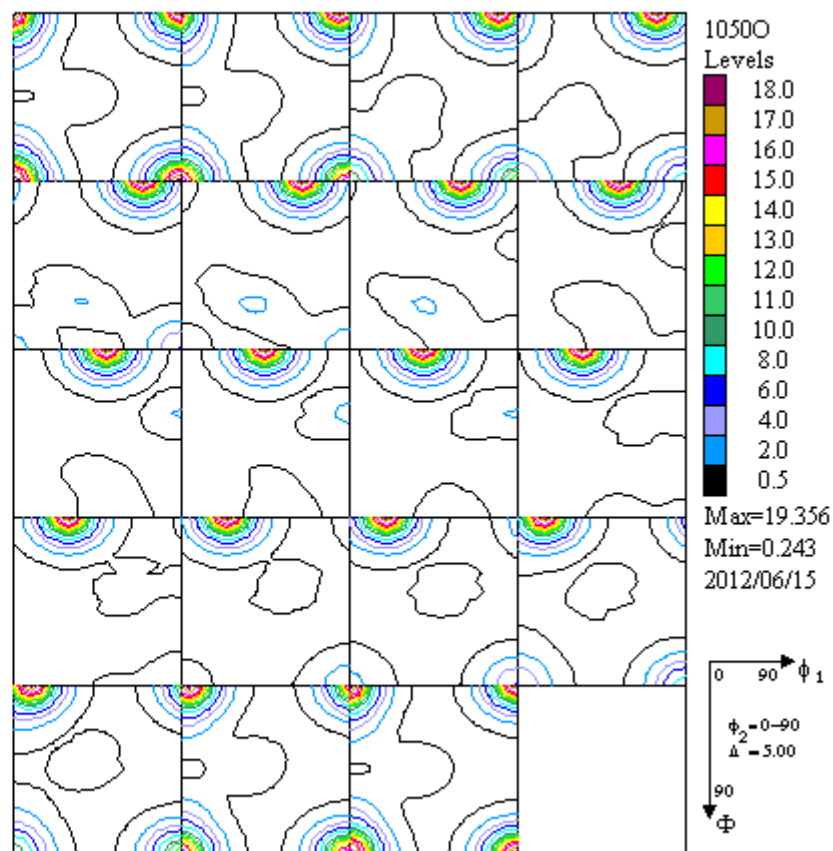
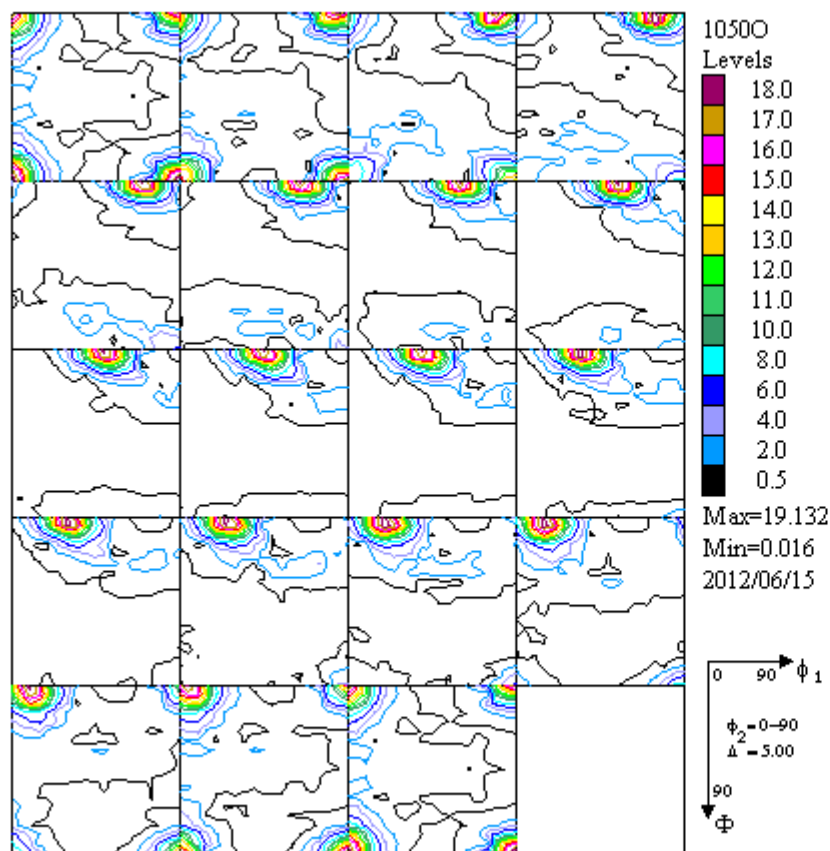
逆極点は結晶方向 001 -> [001]

結晶方位の定量 体積分率 (VolumeFraction) 計算



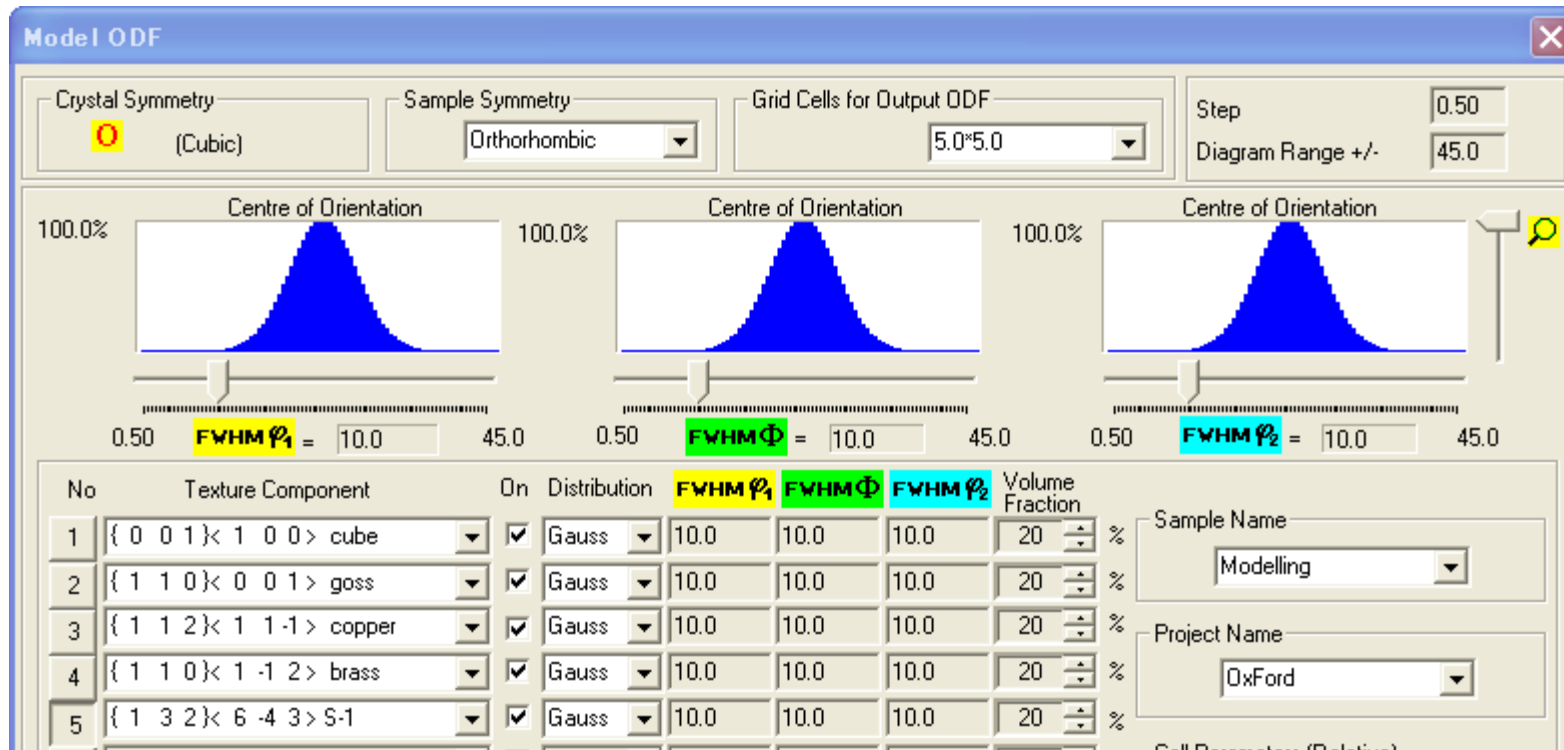
Cube:50% {013}<100>:11% S: 6% copper: 4% brass :4%

ODFと体積分率から計算した方位分布図



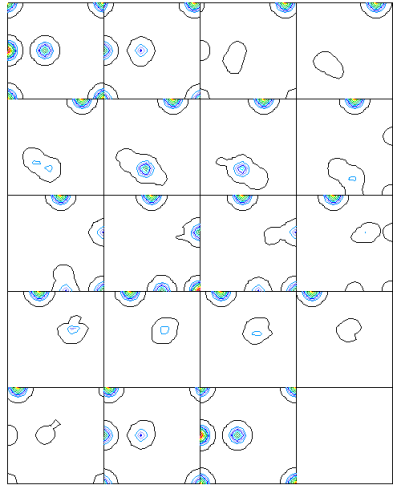
形状が異なる場合、登録されていない結晶方位が存在するので、新たに追加する結晶方位分布図のmax密度位置が主方位とは限らない

結晶方位分布のModelling



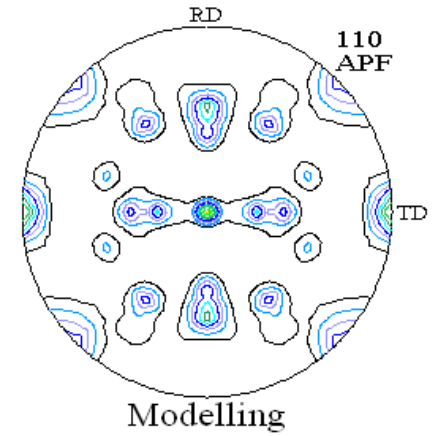
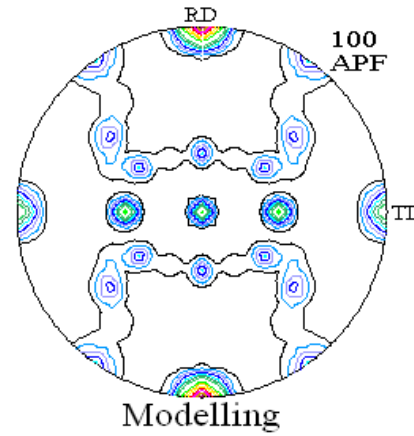
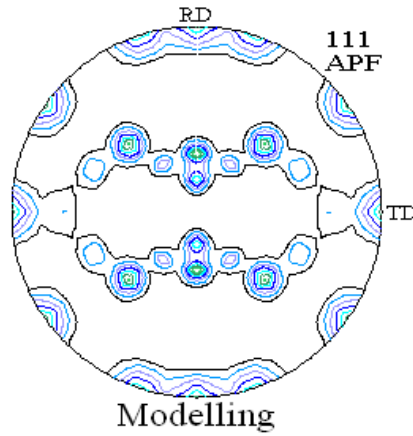
Cube, goss, copper, brass, S方位を体積分率を20%として
gauss関数で ϕ_1 、 Φ 、 ϕ_2 方向の半価幅を10deg.でModellingする。

Modellingの結果

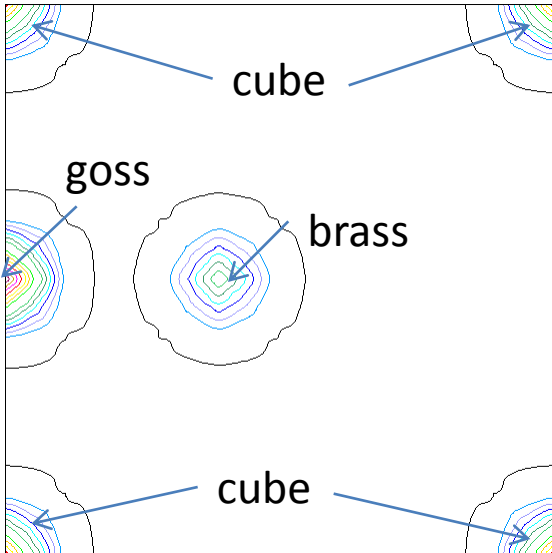


Modelling
 Levels
 101.4
 94.6
 87.9
 81.1
 74.3
 67.6
 60.8
 47.3
 40.5
 33.8
 27.0
 20.3
 13.5
 1.0
 Max=108.12
 Min=0.000
 2012/06/15

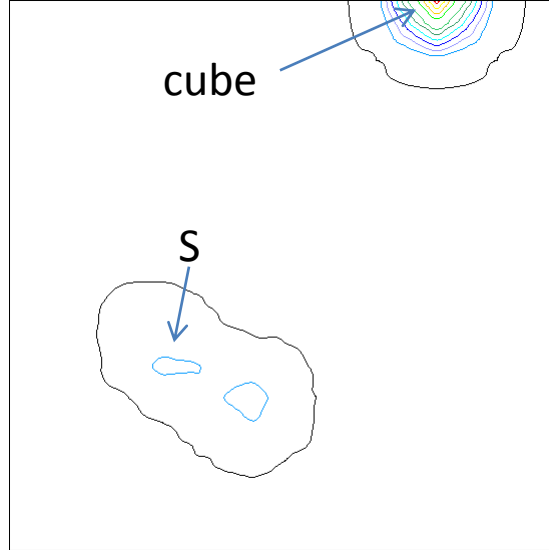
0 ∞ ϕ_1
 $\phi_2 = 0.0$
 $\phi_2 = 180$
 ∞ ϕ



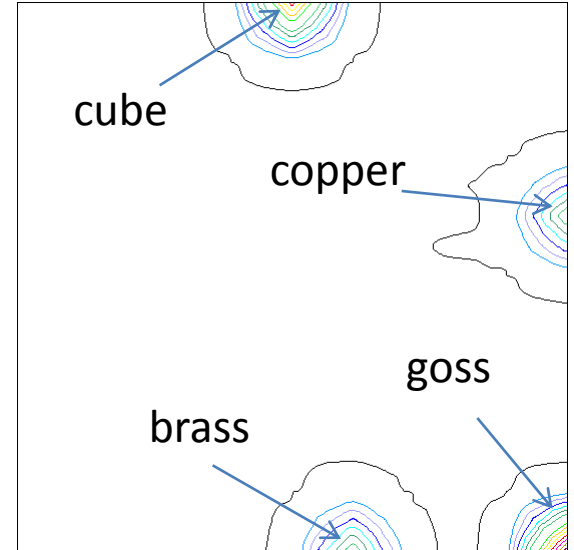
$\phi_2 = 0.0$



$\phi_2 = 20.0$



$\phi_2 = 45.0$



VolumeFractionの文献

Determination of Volume Fractions of Texture Components with Standard Distributions in Euler Space

JAE-HYUNG CHO, A.D. ROLLETT, and K.H. OH

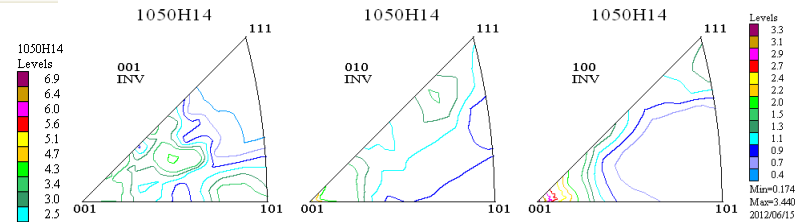
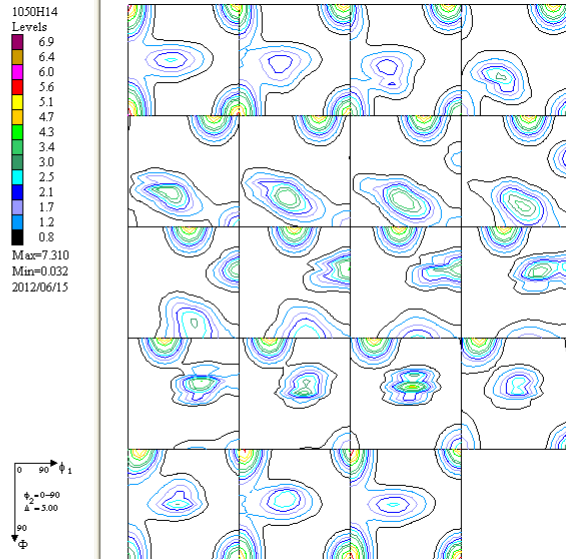
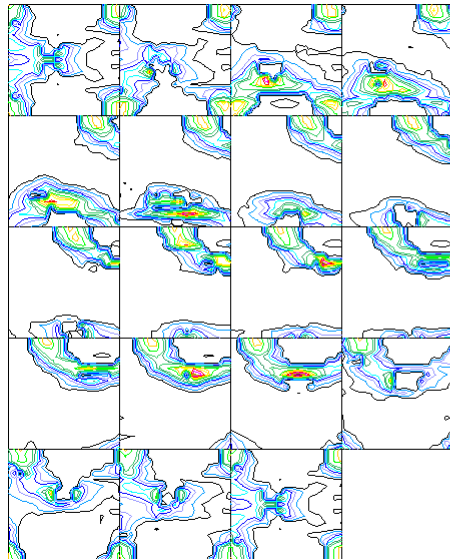
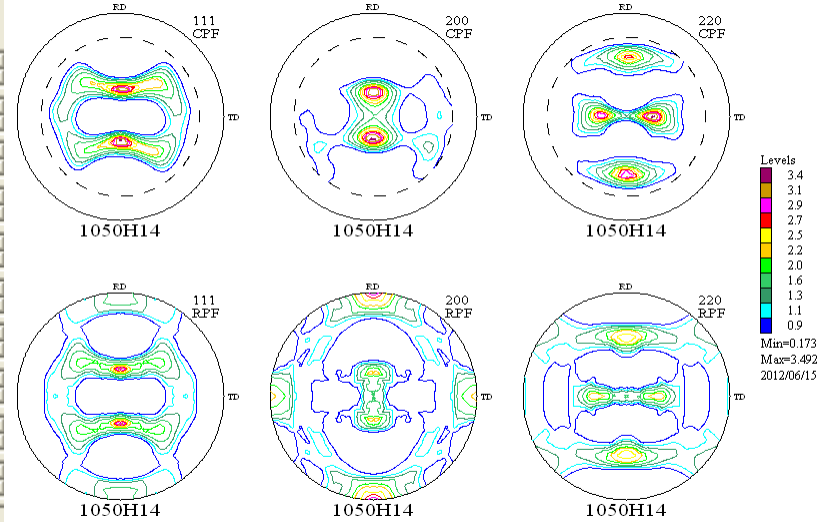
Table I. Standard Texture of Spherical Components with Gaussian Distribution ($b = 12.5$ Deg) and Its Multiplicity (Cubic/Orthorhombic) in the $90 \times 90 \times 90$ Deg Region

Miller Index { <i>hkl</i> }< <i>uvw</i> >	Euler Angles		ODF (Maximum at Exact Position)	Multiplicity (<i>m</i>)
	{ $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ }	{ α, β, γ }		
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

1050H14材

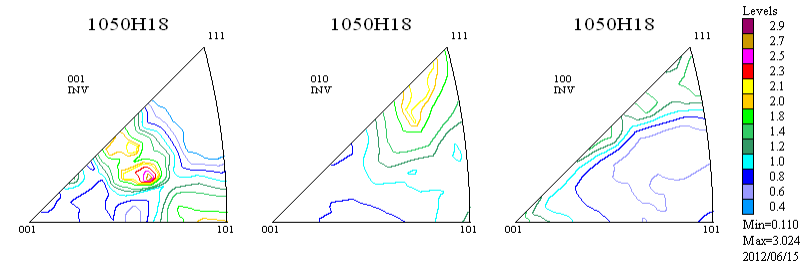
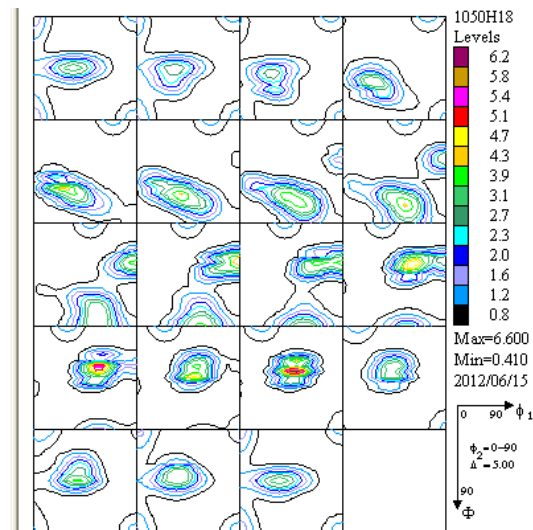
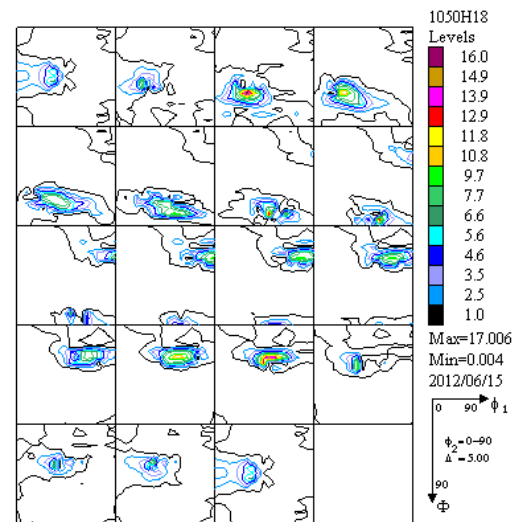
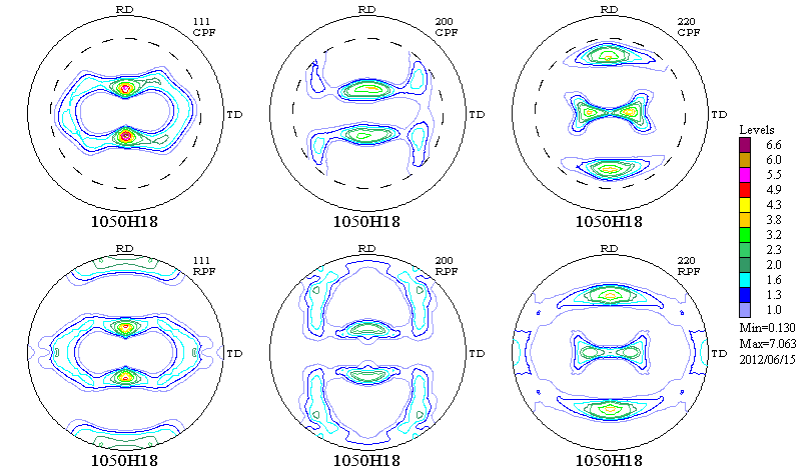
No	Texture Component	On	Distribution	FVHM ρ_1	FVHM Φ	FVHM ρ_2	Volume Fraction
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.8	26.3	22.0	13
2	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	25.5	25.2	22.3	8
3	{ 1 1 2 } < 1 1 -1 > copper	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.1	20.3	22.1	9
4	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	44.9	20.0	19.9	12
5	{ 2 3 1 } < -3 4 -6 > S-4	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.1	20.5	21.0	4
6	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.6	20.5	20.8	2
7	{ 2 3 1 } < 3 -4 6 > S-2	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.6	20.5	20.8	5
8	{ 2 1 3 } < -3 -6 4 > S-3	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.0	17.1	20.8	5
9	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.6	20.9	24.2	3
10	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 > R	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.0	21.3	20.4	3

Max. Linearity
 Orientation Set: SET2
 Save Current Set
 Background: 36

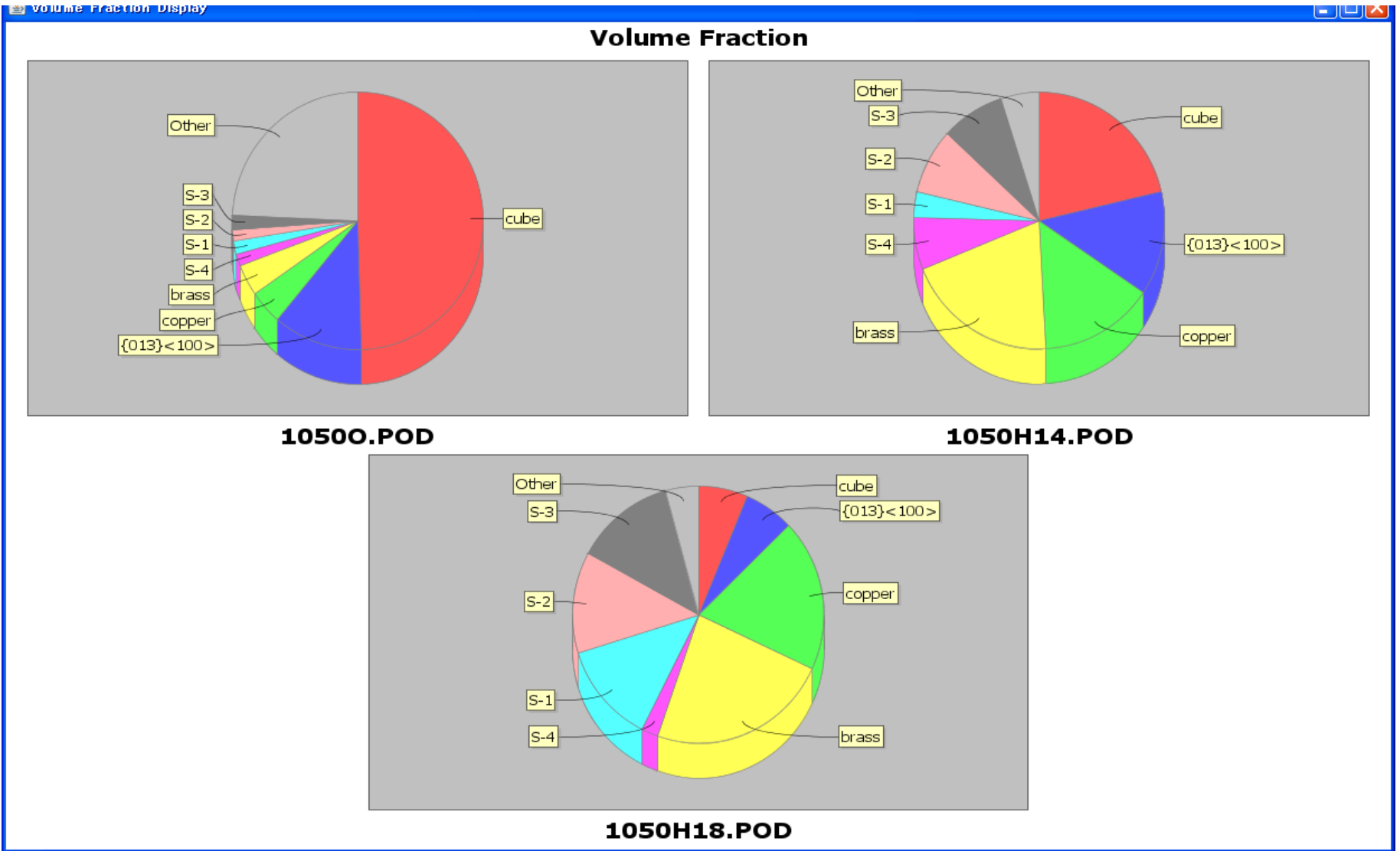


1050H18材

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM ϕ_1	FWHM ϕ_2	FWHM ϕ_3	Volume Fraction
1	{ 0 0 1 } < 1 0 0 > cube	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	30.4	25.0	22.3	3 %
2	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.6	33.1	21.4	3 %
3	{ 1 1 2 } < 1 -1 -1 > copper	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.9	18.3	21.8	9 %
4	{ 1 1 0 } < 1 -1 2 > brass	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	40.5	16.1	18.3	11 %
5	{ 2 3 1 } < -3 4 -6 > S-4	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.1	20.9	23.0	1 %
6	{ 1 3 2 } < 6 -4 3 > S-1	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	18.0	21.6	20.6	6 %
7	{ 2 3 1 } < 3 -4 6 > S-2	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	21.6	21.0	20.9	6 %
8	{ 2 1 3 } < -3 -6 4 > S-3	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.8	21.0	21.8	6 %
9	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	20.8	21.2	21.1	2 %
10	{ 1 2 3 } < 4 1 -2 > R	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	19.8	22.1	22.1	12 %
<input checked="" type="checkbox"/> Max. Orientation Set SET3 Save Current Set Background							41 %

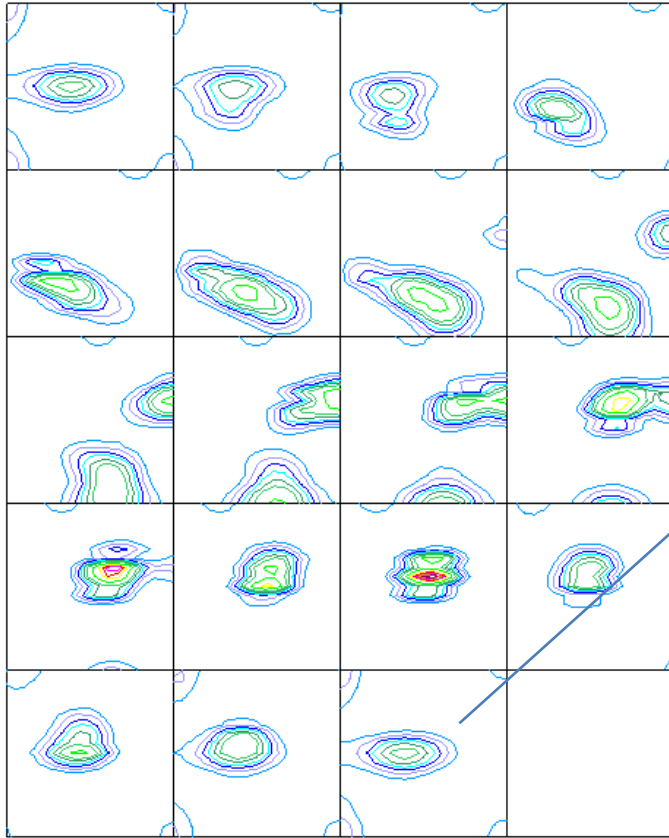


1050 O H14 H18

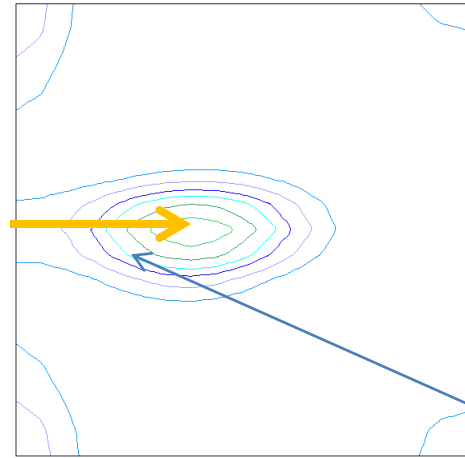


FCC-Fiber

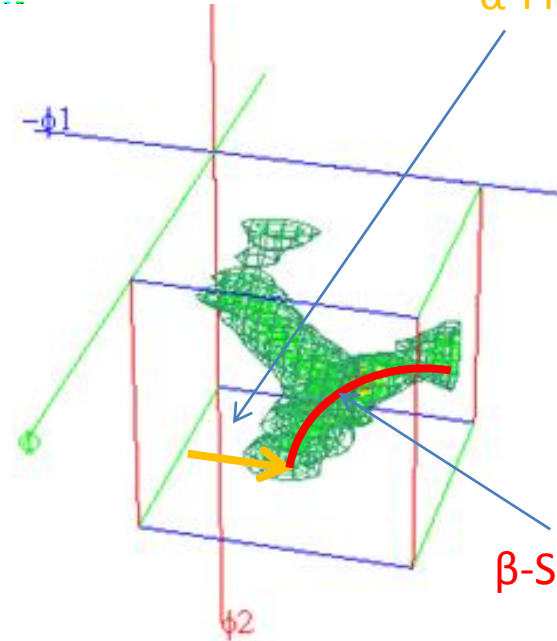
ODFデータをFCCのファイバーと比較すると



$\phi_2=90$

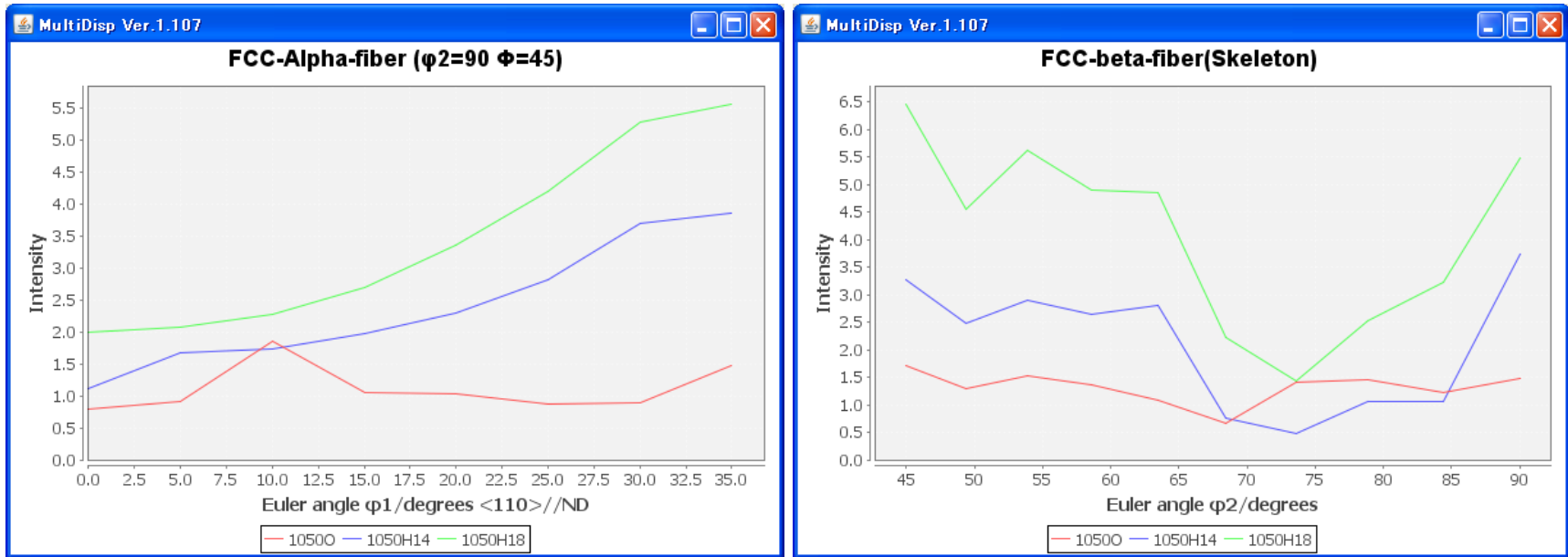


α -Fiber



β -Skeleton

1050合金加工マトメ



熱間圧延板 10t

10500 10t->1t 冷間圧延 中間熱処理 350度-1h 炉冷

1050H14 10t->2t 冷間圧延 中間熱処理 350度-1h 炉冷 冷間圧延 2t->1t

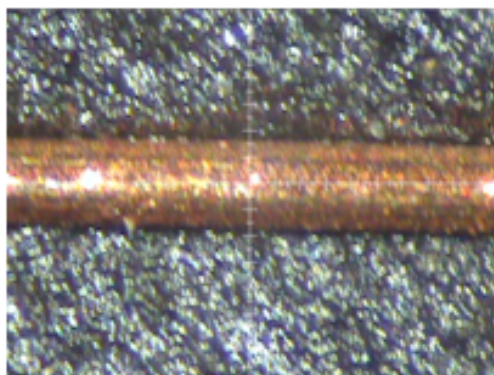
1050H18 10t->1t 冷間圧延

Cube{001}<100>方位が発達している10500に対し、室温での冷間圧延を加える事でβ-Fiberが発達し、copper{112}<11-1>, brass{110}<1-12>方位の多い材料が作製される。

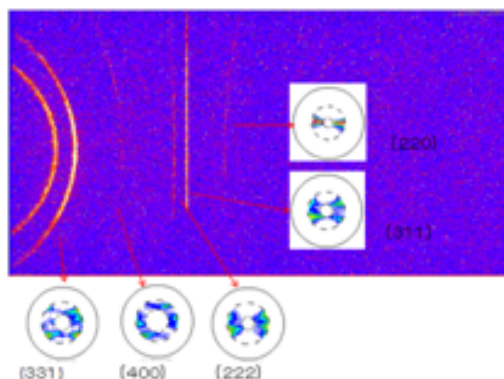
微小X線源システムの応用

多結晶材料において、結晶粒の方位は材料特性に影響を及ぼす重要な因子です。方位の統計的分布を表わす集合組織が材料の異方性を決定すると言われています。

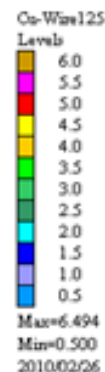
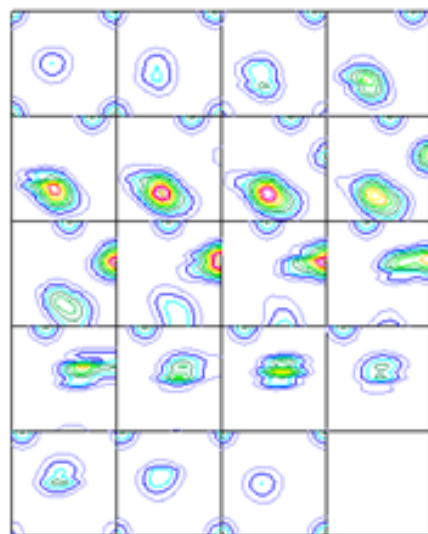
Cuワイヤ-125 $\mu\text{m}\phi$



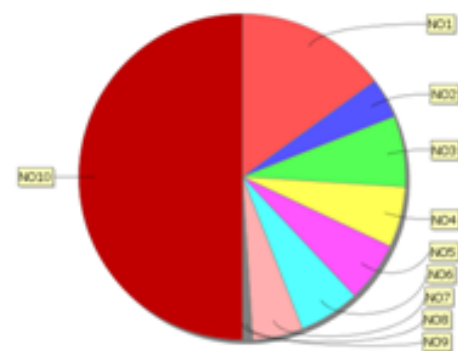
イメージデータから極点図作成



極点図からODF解析

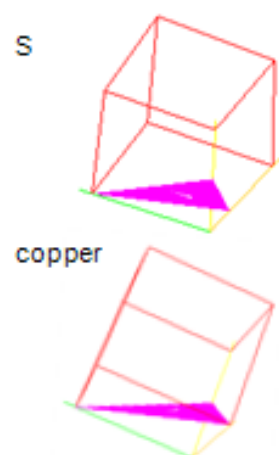


VolumeFractionの円グラフ表示



ODFから体積分率 (VolumeFraction) 計算

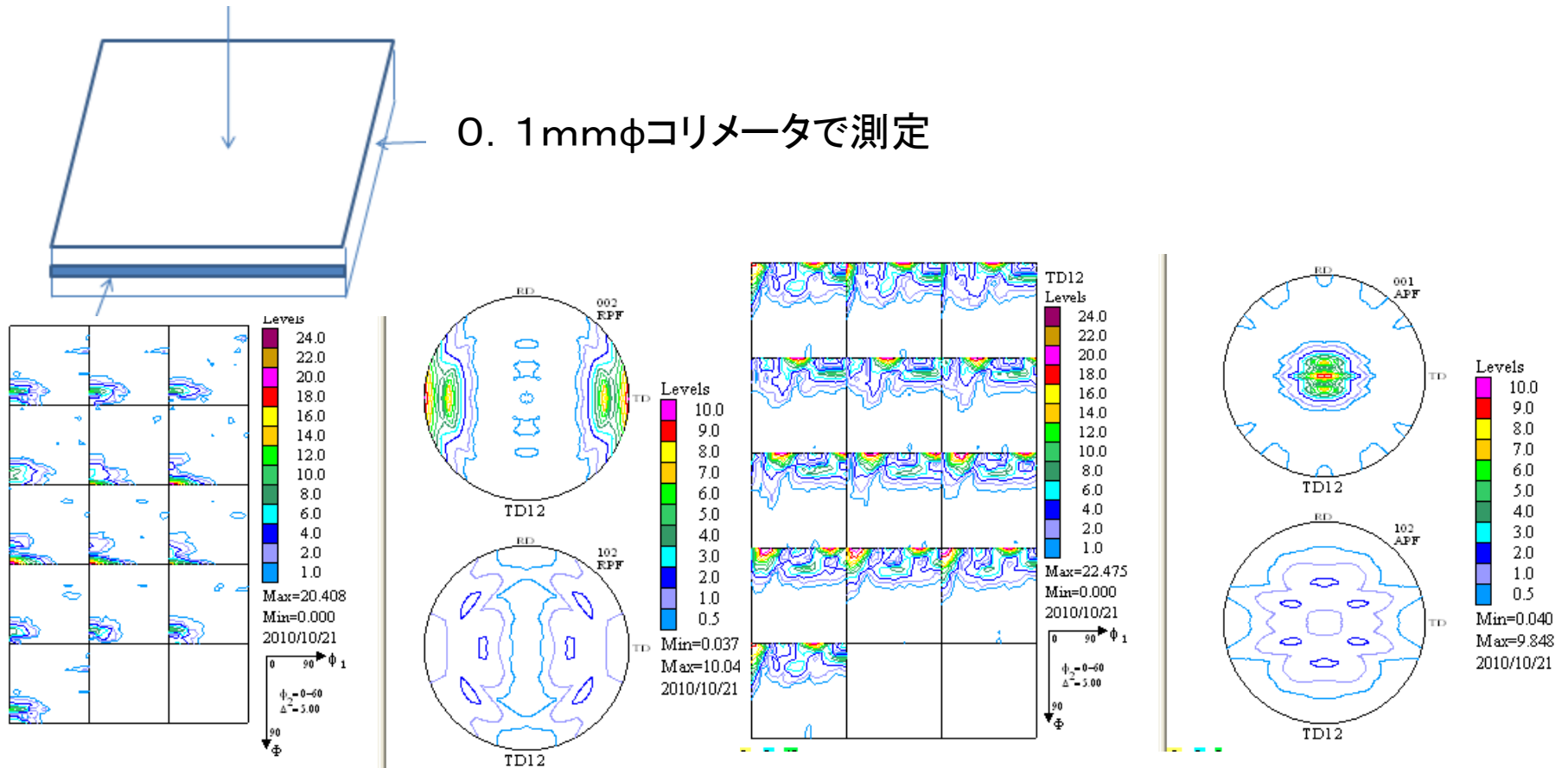
No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi2(FWHM)	Phi3(FWHM)	Orientation
1:	15.0	205	21.4	223	{ 1 1 2 K 1 1 -1 } copper
2:	4.0	202	21.2	20.7	{ 0 0 1 K 1 0 0 } cube
3:	7.0	302	18.6	26.4	{ 2 1 3 K -3 -6 4 } S-3
4:	6.0	268	22.8	20.0	{ 1 3 2 K 6 -4 3 } S-1
5:	6.0	290	20.3	21.6	{ 2 3 1 K 3 -4 6 } S-2
6:	6.0	268	20.3	21.7	{ 2 3 1 K -3 4 -6 } S-4
7:	5.0	26.1	21.0	20.5	{ 1 1 0 K 1 -1 2 } brass
8:	1.0	20.5	20.5	20.4	{ 1 2 3 K 4 1 -2 } R
9:	0.0	20.4	21.1	17.4	{ 1 1 0 K 0 0 1 } goss
10:	50.00	Background Volume Fraction			



体積分率 主方位:S(25%) 副方位:copper(15%)

Mg(AZ31 圧延)材、TD→ND変換例

微小領域測定可能なシステムで、TD方向から測定し、バックグランド処理、スムージング、Defocus補正を行い、TD方向のODF解析を行い、TD→ND変換



TD方向解析

TD→ND変換後