

鉄系材料の結晶方位解析

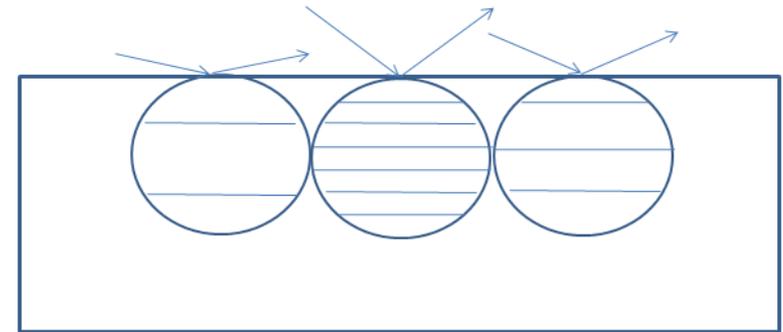
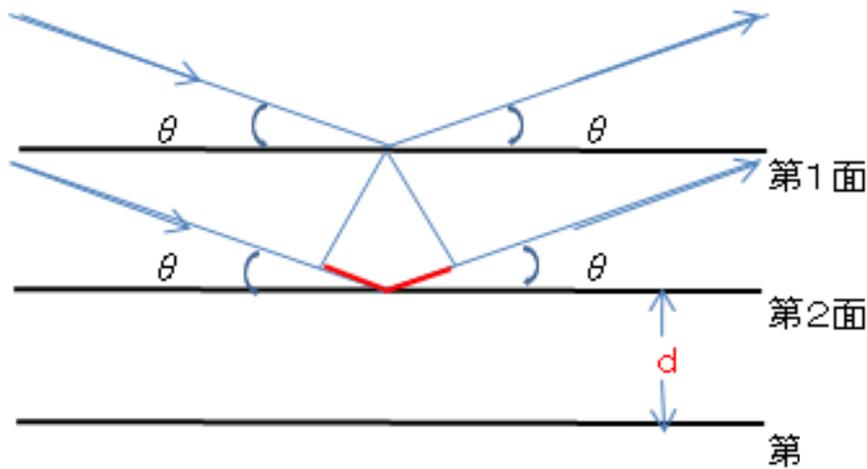
2017年07月18日

HelperTex Office

山田義行

結晶による回折現象

ブラッグの公式 $2d \sin \theta = n\lambda$



$$1/d^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 \quad (\text{Al} : a = 4.0494 \text{ \AA})$$

Moターゲット: $\lambda = 0.70930 \text{ \AA}$

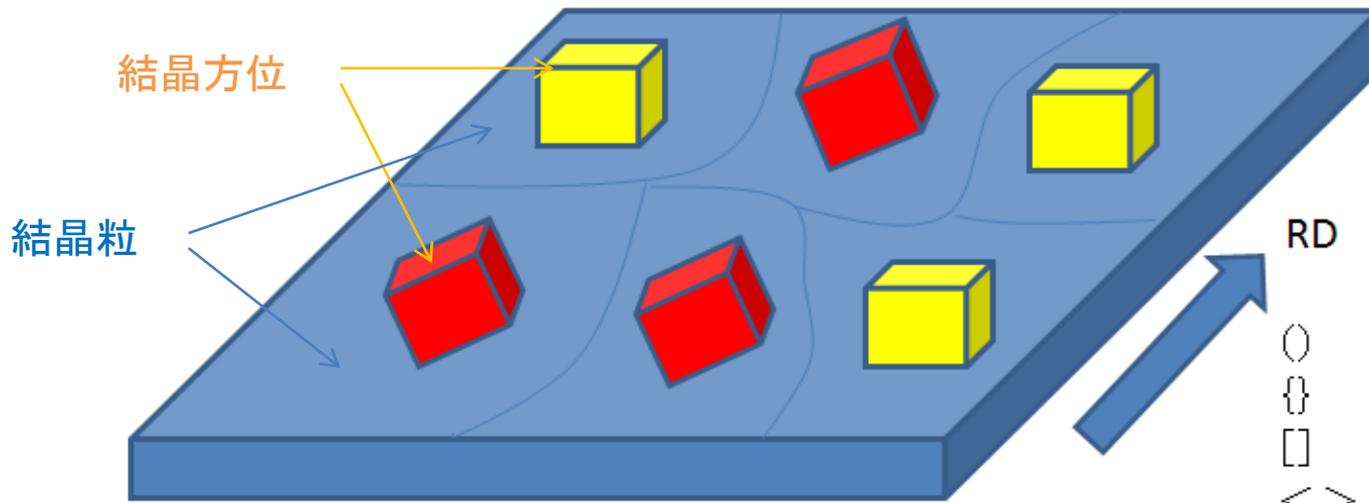
Cuターゲット: $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$

Coターゲット: $\lambda = 1.78897 \text{ \AA}$

波長が一定なら、 θ が小さいとdは大きくなる。

(hkl)	I(f)	d(Å)	2θ (Mo)	2θ (Cu)	2θ (Co)
(111)	100.0	2.338	17.450	38.472	44.988
(200)	47.0	2.024	20.183	44.738	52.455
(220)	22.0	1.431	28.699	65.133	77.376
(311)	24.0	1.221	33.771	72.227	94.207
(222)	7.0	1.169	35.321	82.435	99.844
(400)	2.0	1.012	41.012	41.012	124.142
(331)	8.0	0.929	44.890	44.890	148.710
(420)	8.0	0.906	46.116	46.116	162.108
(422)	8.0	0.627	50.814	30.814	---

圧延板 {HKL}<UVW> (hkl)[uvw]

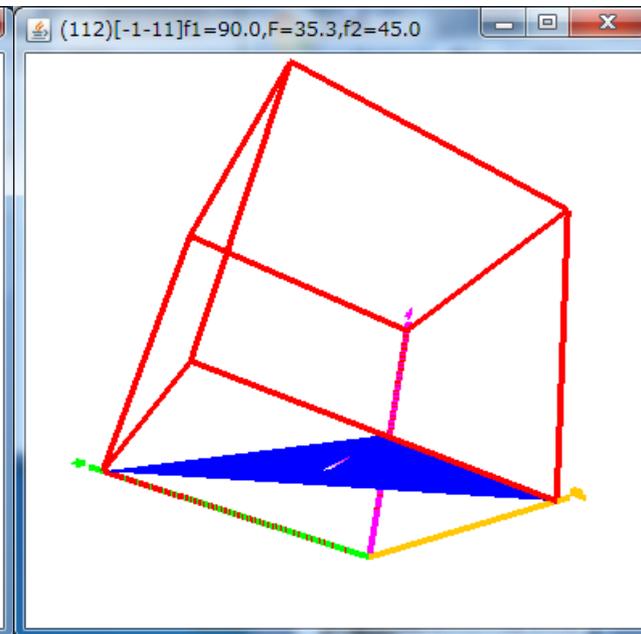
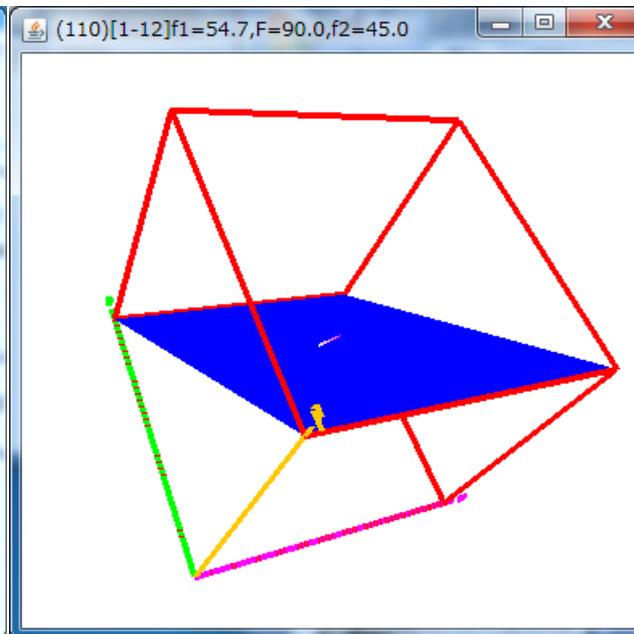
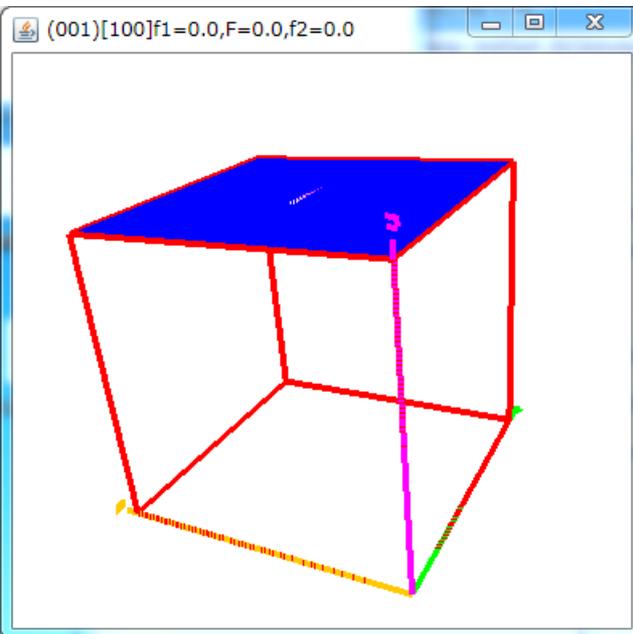


- () 小かっこ paren
- { } 中かっこ brace
- [] 大かっこ bracket
- < > 山かっこ anglebracket

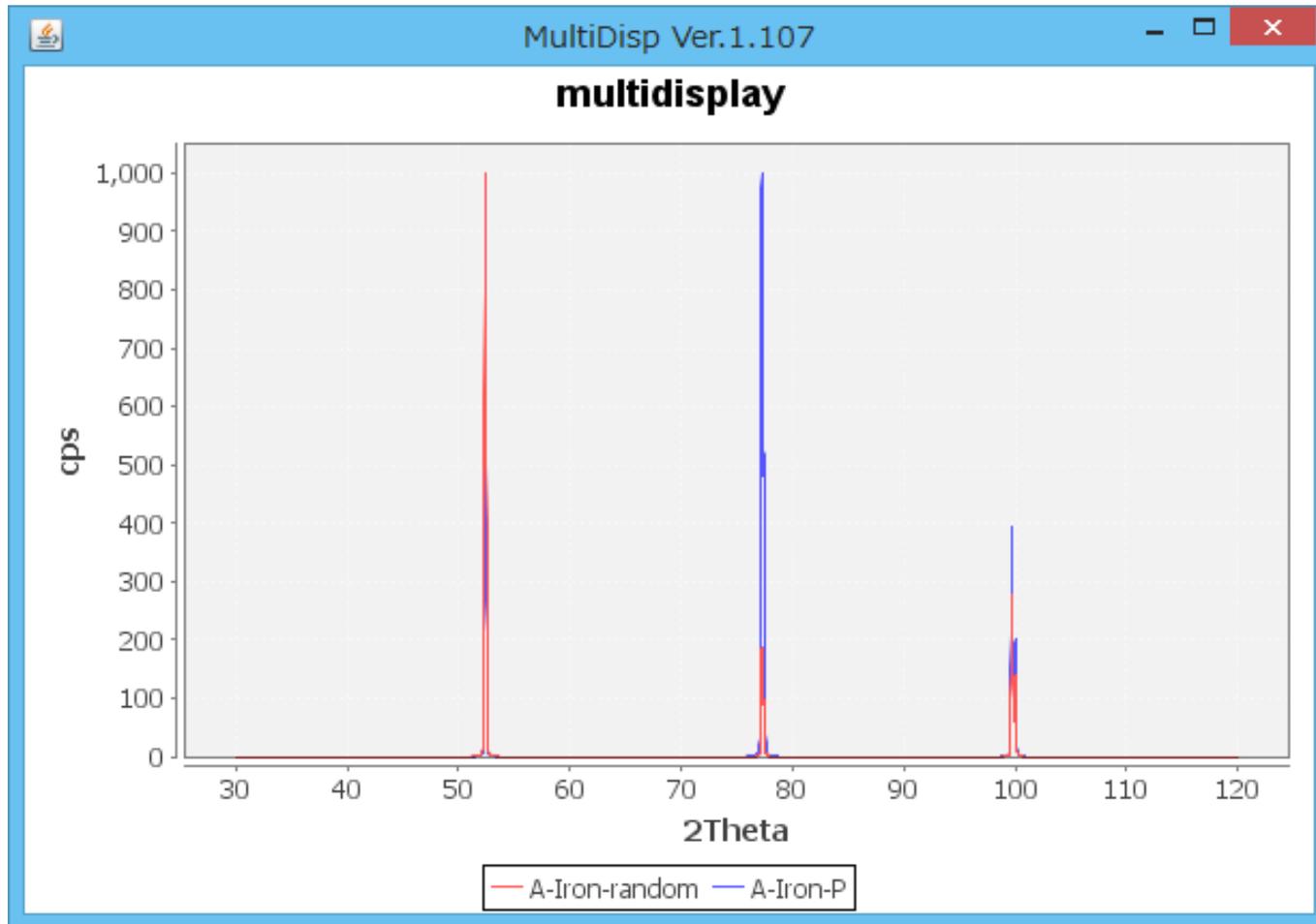
Cube

Brass

Copper



Random試料と配向試料のプロファイル



配向評価として、集合組織評価(逆極点、極点、ODF解析)

集合組織の表現

逆極点図 (θ/θ_{scan} によるプロファイル測定とODF解析結果から)
結晶座標系を基準で材料方位の分布を表現

$\langle hkl \rangle$

正極点図 (極点測定、ODF解析結果から)

材料座標系(ND-RD)を基準で結晶方位の分布を表現

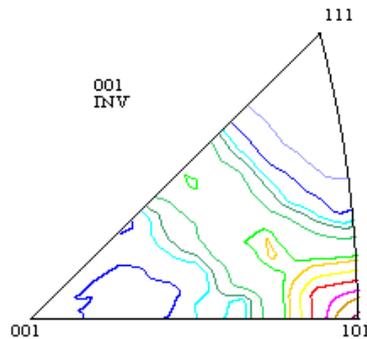
$\{hkl\}\langle uvw \rangle$

ODF (複数の極点図から解析)

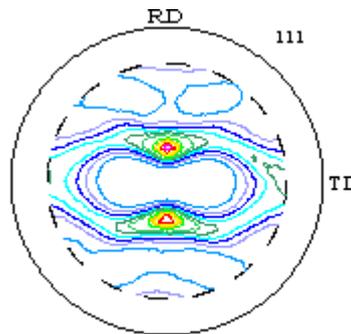
結晶方位の分布

$\{hkl\}\langle uvw \rangle$

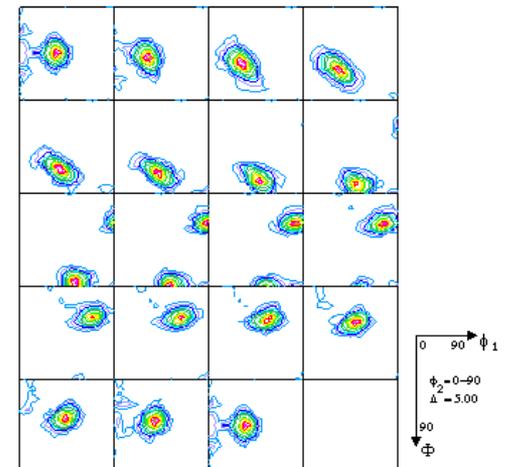
逆極点図



極点図

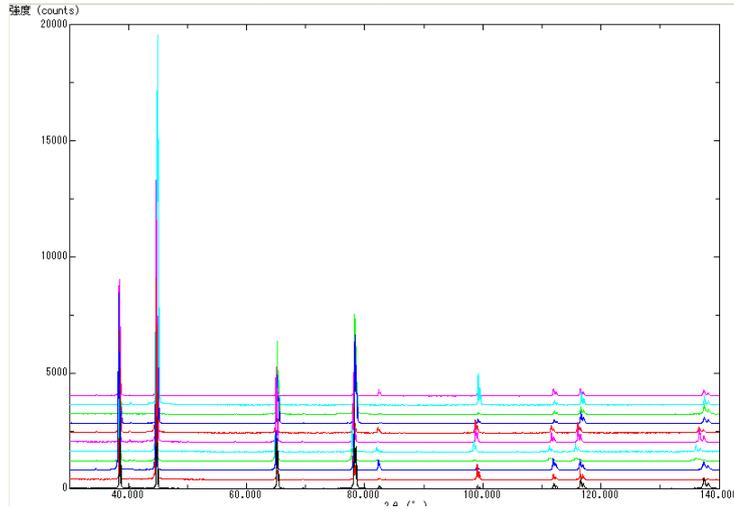


ODF図

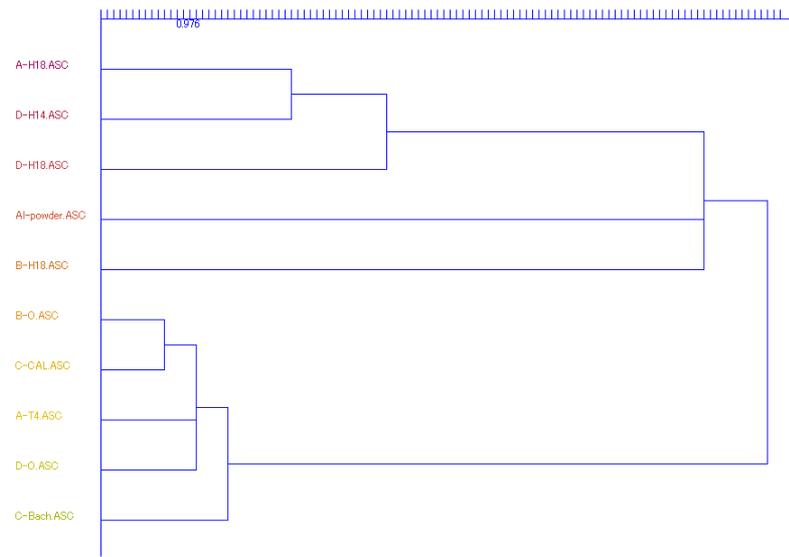


θ/θプロファイルから逆極点(random試料との強度比率)

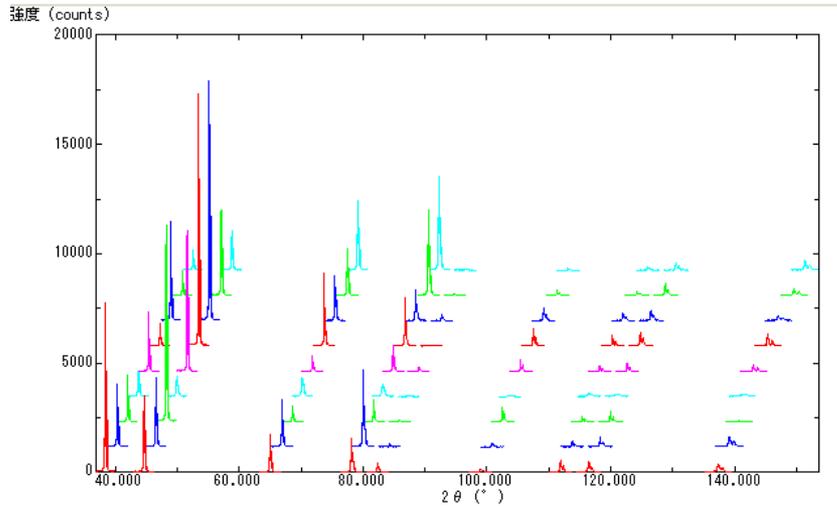
アルミニウム(合金状態と圧延が異なる)



プロファイルの違いを相互相関係数を計算するClusterソフトウェアで解析



ProfiletoDivisionProfileソフトウェアで分割データ



InverseAllソフトウェアでrandom試料との強度比計算

TextDisplay 1.10S

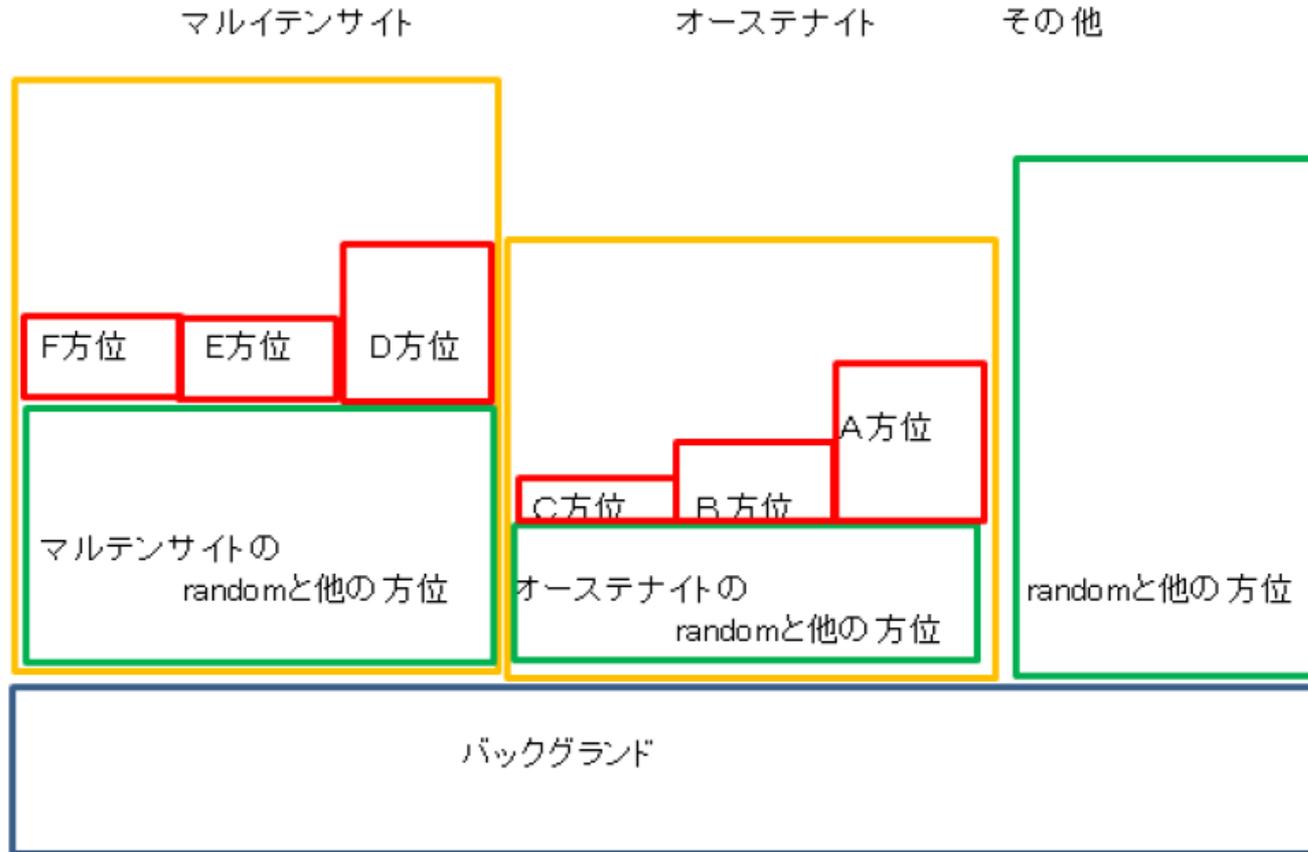
File Help

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

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Randommode Standardization Integration									
2		[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]
3	A-H18	0.435	1.053	1.446	2.532	0.234	0.811	0.519	0.965	1.65
4	A-T4	0.356	3.261	0.468	0.643	0.188	4.457	0.48	0.836	0.162
5	B-H18	0.52	0.968	1.942	1.545	0.572	0.781	1.289	1.1	1.321
6	B-O	0.5	2.535	0.589	0.879	0.512	3.445	0.592	0.768	0.811
7	C-Bach	0.111	2.835	1.427	0.953	0.007	3.455	0.562	0.891	0.9
8	C-CAL	0.458	2.648	0.962	0.695	0.456	2.987	0.568	0.832	0.491
9	D-H14	0.184	1.438	1.489	2.911	0.014	1.428	0.43	1.303	0.99
10	D-H18	0.173	0.715	2.325	3.48	0.068	0.32	0.258	0.791	1.456
11	D-O	0.004	3.922	0.594	0.752	-0.009	4.753	0.23	0.587	0.485

X線回折で得られる情報



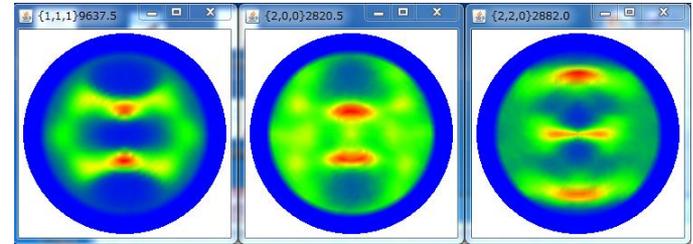
バックグラウンドは実測値(計算は出来ません)、randomはODF解析による計算値

極点測定からODF

極点測定

1面から4面(直接法ODFでは1面が可能)

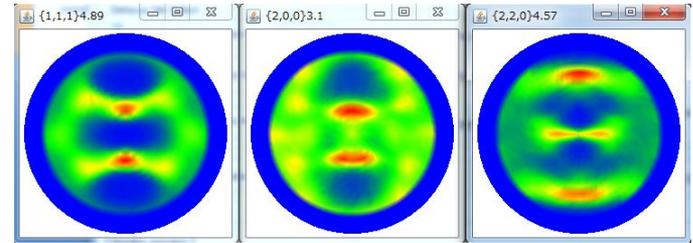
Harmonic法 — StandardODF, popLA-Harmonic
 直接法 — popLA-WIMV, TexTools, LaboTex, Vector



極点処理

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



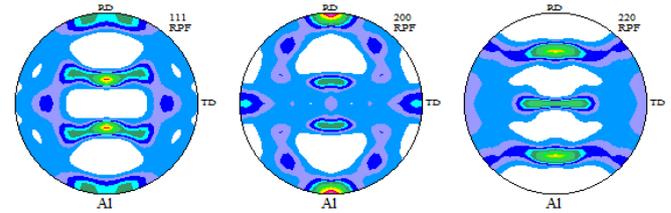
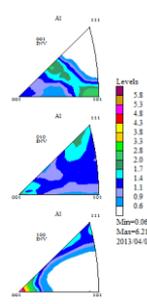
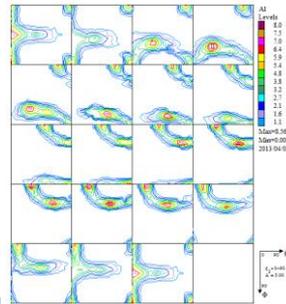
Errorの最適化

ODF解析

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

Error評価

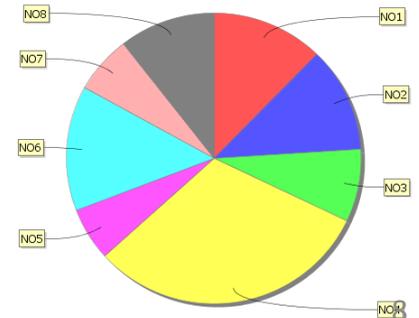


VolumeFraction

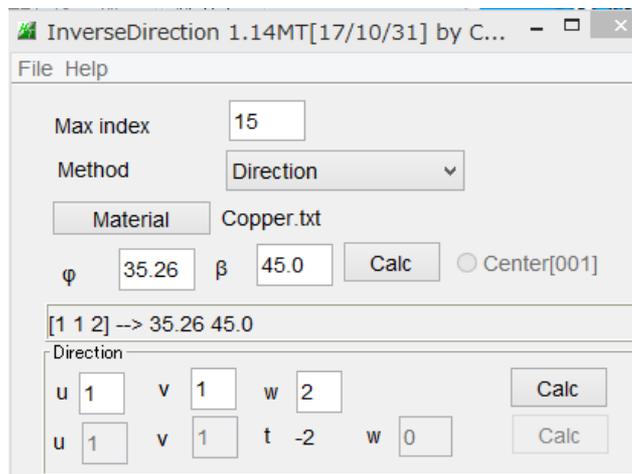
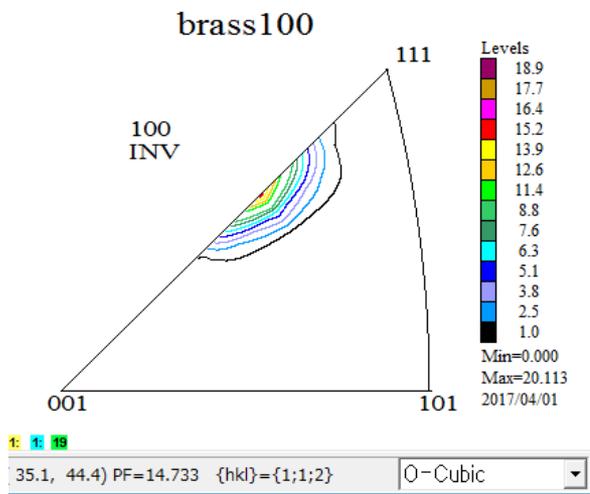
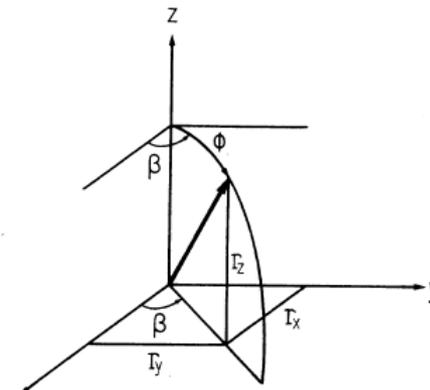
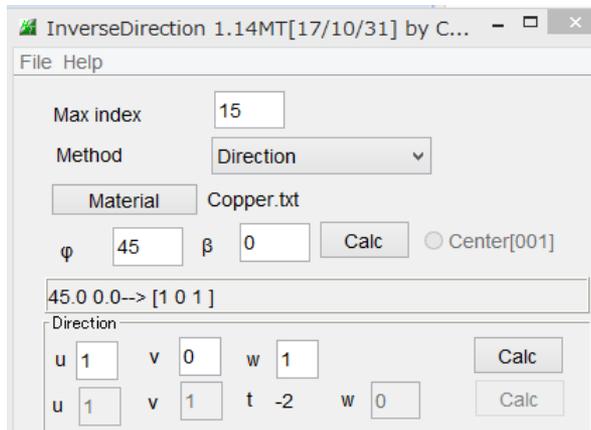
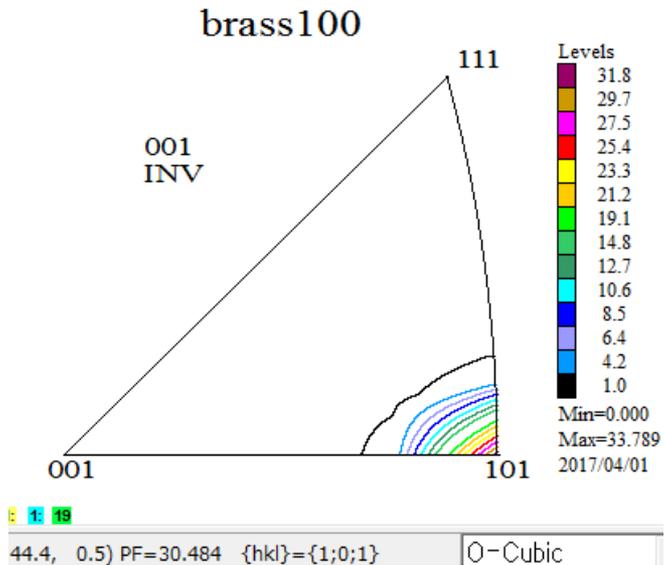
結晶方位(Orientation)の定量(VF%)を計算

Error評価

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			



逆極点図から結晶方位を求める

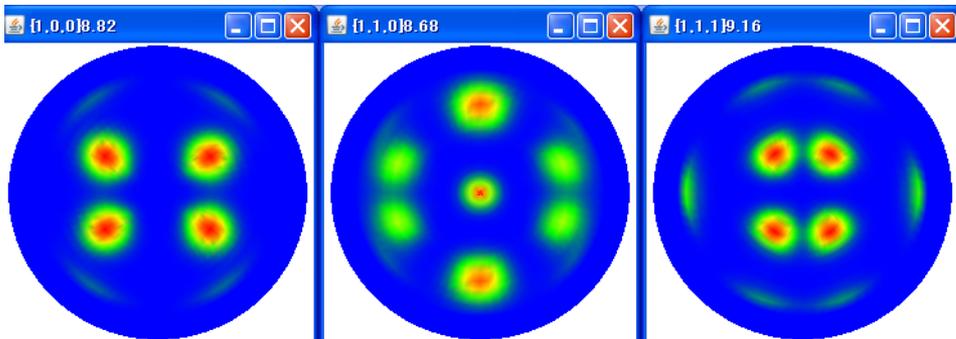


$$h = n \cdot \sin \Phi_{ND} \cos \beta_{ND}$$

$$k = n \cdot \sin \Phi_{ND} \sin \beta_{ND}$$

$$l = n \cdot \cos \Phi_{ND}$$

手引きの極点図をピーク角度から{hkl}<uvw>の決定



PoleHKLUVWsearch 2.03XT[14/03/31] by CTR

File Help Simulation Absolute density

Material select: Cubic

TXT2(*2.TXT*.TXT) files select

Holder: C:\tmp\brass

FileName: 100_chS_2.TXT 110_chS_2.TXT 111_chS_2.TXT

TextDisplay 1.11S C:\CTR\work\PoleHKLUVWSearch\PEAK.TXT

hkl	aangle	bangle	Polelevel
1,0,0	45.0	55.0	8.81
0	45.0	125.0	8.81
2	45.0	235.0	8.81
3	45.0	305.0	8.81
1,1,0	90.0	0.0	8.68
0	30.0	0.0	7.28
1	30.0	70.0	3.64
2	30.0	110.0	3.64
3	30.0	180.0	7.28
4	30.0	250.0	3.64
5	30.0	290.0	3.64
6	30.0	360.0	3.64
1,1,1	55.0	35.0	9.15
0	55.0	145.0	9.15
1	55.0	215.0	9.15
2	55.0	325.0	9.15

PoleHKLUVWSearch.jar

面間隔 d_1 の面 $(h_1k_1l_1)$ と、面間隔 d_2 の面 $(h_2k_2l_2)$

$$\text{立方: } \cos \phi = \frac{h_1h_2+k_1k_2+l_1l_2}{\sqrt{(h_1^2+k_1^2+l_1^2)(h_2^2+k_2^2+l_2^2)}}$$

- NDからの角度
- {100}極点図、45度
- {110}極点図、0,60度
- {111}極点図、35度

RDからの角度

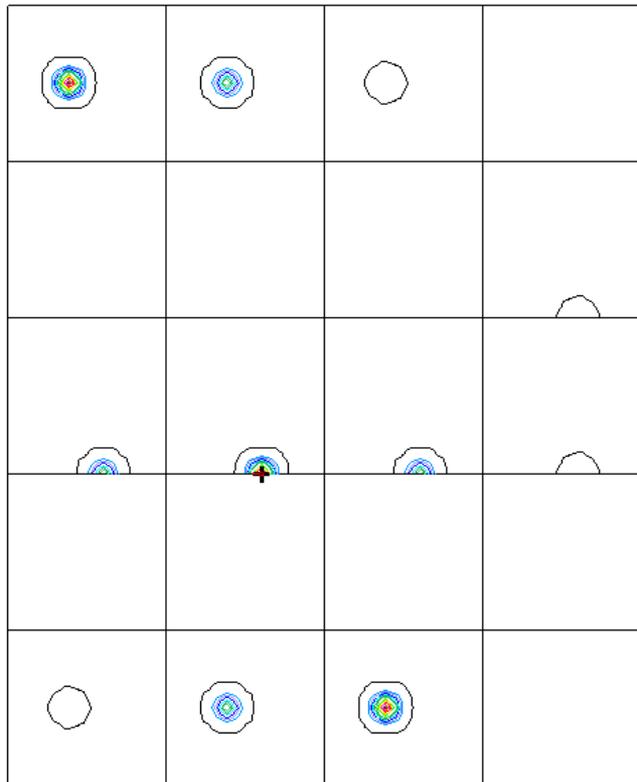
- Wulffnetなし: $\beta=0,180,90,270$ 上
- {100}極点図、該当ない
- {110}極点図、90,30度
- {111}極点図、該当なし

$(h_2k_2l_2)$	100	110	111
100	0 90		
110	45 90	0 60 90	
111	54.7	35.3 90	0 70.5 109.5
210	26.6 63.4 90	18.4 50.8 71.6	39.2 75.0
211	35.3 65.9	30.0 54.7 73.2 90	19.5 61.9 90
221	48.2 70.5	19.5 45 76.4 90	15.8 54.7 78.9

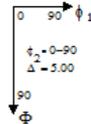
{110} <-112> が決まる

ODF図から結晶方位を求める

Step 5.00 $\varphi_1=$ 54.74 $\Phi=$ 90.00 $\varphi_2=$ 45.00 HKI



brass100
Levels
252.7
235.8
219.0
202.2
185.3
168.5
151.6
117.9
101.1
84.2
67.4
50.5
33.7
1.0
Max=269.535
Min=0.000
2017/04/01



$$h = n \sin \Phi \sin \varphi_2$$

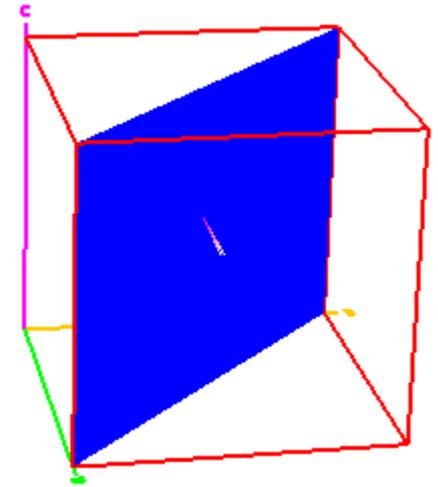
$$k = n \sin \Phi \cos \varphi_2$$

$$l = n \cos \Phi$$

$$u = n'(\cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi)$$

$$v = n'(-\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi)$$

$$w = n' \sin \varphi_1 \sin \Phi$$



CrystalOrientationDisp 2.04MT[17/10/31] by CTR

File Help Symmetry Special Index

Material
Material Cubic Copper
1.0 1.0 1.0 90.0 90.0 90.0

Miller Indices
(hkl)[uvw] 1 1 0 1 -1 2 Calc

Euler Angle
(p1 P p2) <=90 54.7356 90.0 45.0 Calc

Present Condition
Euler Angle
54.7356 90.0 45.0

Double Miller Indices
0.7071 0.7071 0.0 0.4082 -0.4082 0.8165

測定

測定方法は材料の粒径に依存します。粒径が小さければ、どのような測定方法でも測定結果は一致します。配向が小さい場合、十分な強度を得られる測定方法が有利になります。X線回折測定では、回折に関係しない散乱(バックグランド)が測定される。バックグランド測定が重要になる。測定される回折強度は、試料の吸収や、光学系のズレに影響される。

一般的な測定(Schulzの反射法、疑似集中法(RSが広い))

Schulzスリットで照射X線を制限、極点図が広い(75度)、粗大結晶粒に対応(揺動)

透過測定(Deckerの透過法、平行ビーム(DSスリット0.1mm),RSは広い)

極点図の外周部分の測定、測定領域が(90- θ -b)、粗大結晶粒に対応(材料の厚さ)
高分子材料など、

1D検出器

シンチレーションカウンタと同様の使い方なので、一般的な測定が可能

以下は極点測定としては問題がありません。十分な評価を行って下さい。

2D検出器(Point光学系)

微小領域測定(粗大結晶粒には不向き)

高速測定が可能

測定される極点図が狭い

大量の測定データ

近接する領域の差異評価

入射平行ビームによる極点測定

照射エリアが狭くなり、粒径の影響を受けやすい。

point照射と2D検出器組み合わせで利用

受光側に平行スリット

残留応力を含む試料測定には不向き

defocus補正量が大きい

極点処理(ODFPoleFigure)

平滑化

粒径が粗い、照射エリアが狭いなど、データの凸凹の平滑化
粒径が粗い場合、LaboTexなどのADC法では必須
ODDF解析結果の平滑化も可能

RD補正

極点図の真上が圧延方向と一致するように回転する
極点図の非対称性を考慮

バックグラウンド削除

非干渉性散乱、蛍光、非晶質などの測定データ削除
通常、測定 2θ 角度 $\pm 3\text{deg}$ を測定
バックグラウンドの形状を確認し、修正も必要
バックグラウンドは実測値でなければ計算出来ません。

吸収補正

回折が発生する体積の変化に対する補正
試料が薄い場合、補正が必要

Defocus補正

受光スリット部における試料を煽った測定による回折線の広がり補正

規格化

random試料による強度補正であるが
試料により、全回折量が異なるケースもあるので、
1) random規格化
2) random補正 + 内部規格化
では2)を勧めます。

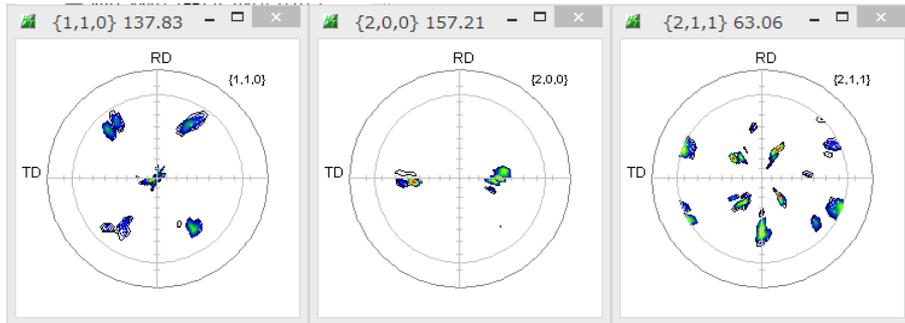
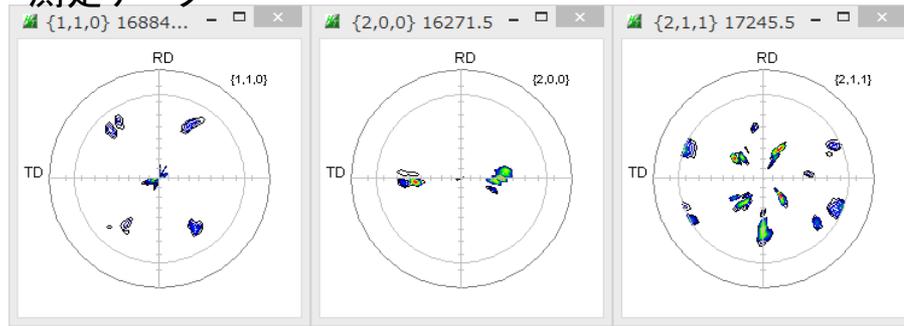
対称操作(PFtoODF3)

1/4, 1/2(左右対称), Fiber(β 方向平均)操作を行います。

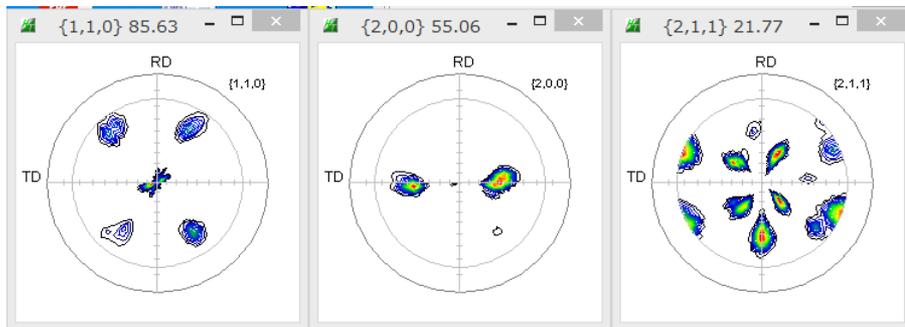
実際の処理はCTR/説明書/Soft/DOC2/「Fe試料によるLaboTex, StandardODF解析比較」を参照してください。

平滑化

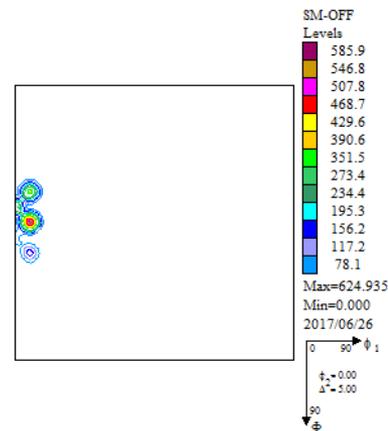
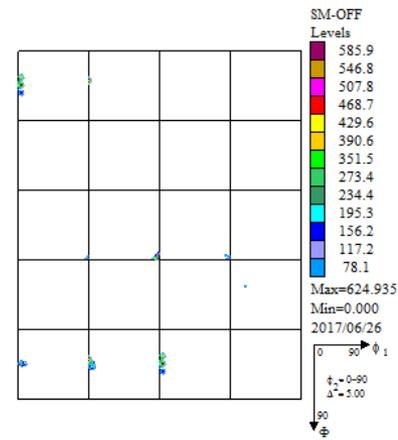
測定データ



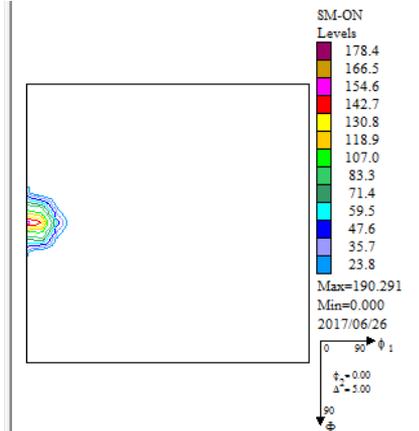
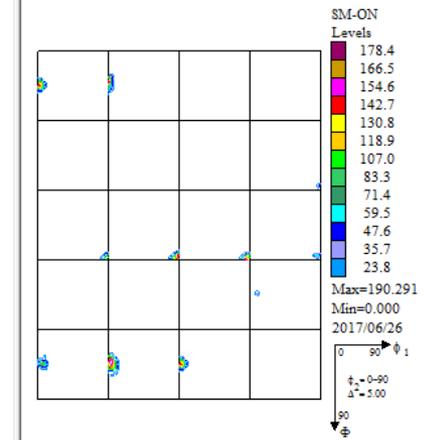
平滑化あり



平滑化なし

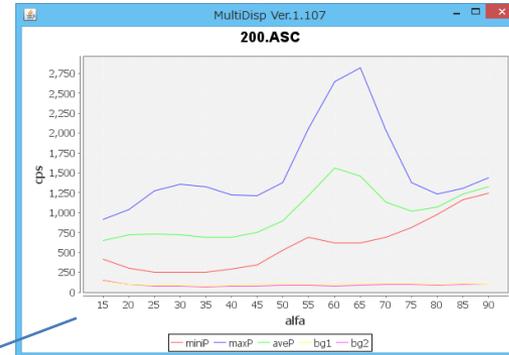
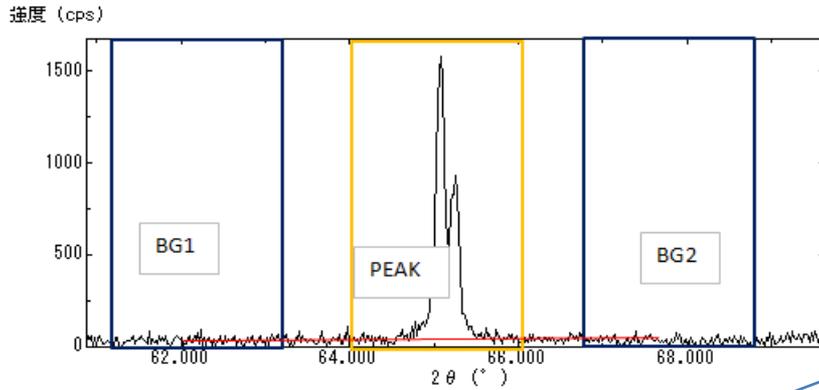


平滑化あり

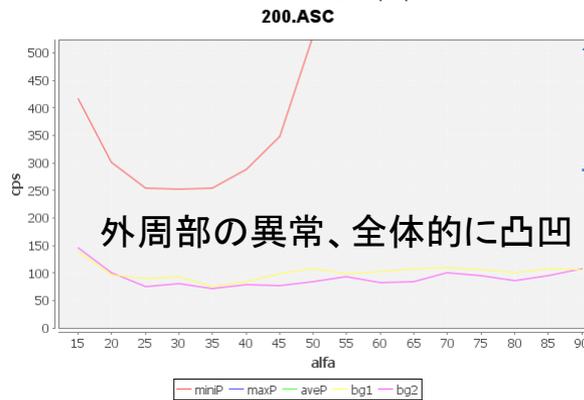


粒径が粗い場合、平滑化で本来の情報が得られます。

バックグラウンド(ODFPoleFigure)

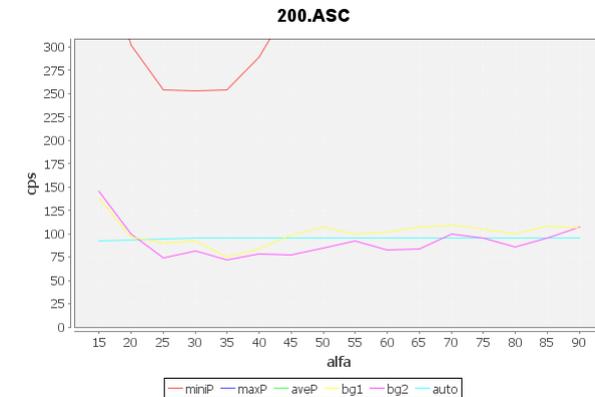


ODFPoleFigure2.jar

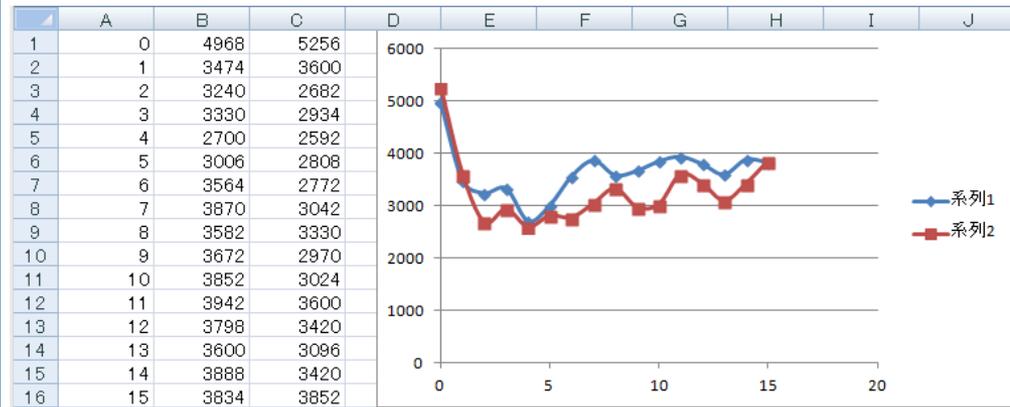
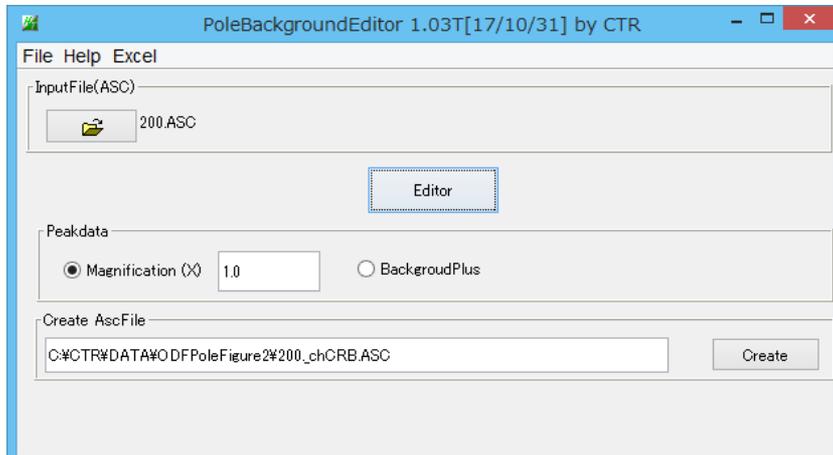


BG拡大

修正結果



Excelでバックグラウンド修正 (PoleBackgroundEditor) PoleBackgroundEditor.jar



吸収補正

X線回折は試料体積に影響を受けます。

試料が薄いと、体積が減少し、回折線に寄与する体積が減少し、回折線が減少します。

極点測定のように試料を傾けて測定すると、回折に寄与する体積が変化しています。

この体積変化を補正します。

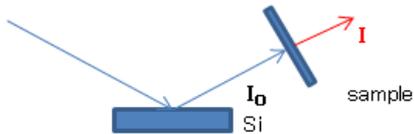
透過法 (Decker 法)

反射法 (Schulz 法)

$$K_R(\alpha) \equiv \frac{I_\alpha}{I_{\alpha=90^\circ}} \equiv \frac{1 - \exp\left(\frac{-2\mu t}{\sin\theta \cdot \sin\alpha}\right)}{1 - \exp\left(\frac{-2\mu t}{\sin\theta}\right)}$$

$$K_T(\alpha) \equiv \frac{I_\alpha}{I_{\alpha=0^\circ}} \equiv \frac{\cos\theta \cdot \cos(\alpha - \theta)}{\mu t \cdot \exp\left(-\frac{\mu t}{\cos\theta}\right) \cdot \{\cos(\alpha - \theta) - \cos(\alpha + \theta)\}} \times \left[\exp\left\{\frac{-\mu t}{\cos(\alpha - \theta)}\right\} - \exp\left\{\frac{-\mu t}{\cos(\alpha + \theta)}\right\} \right]$$

μtの実測定



$$I = I_0 e^{-\mu t}$$

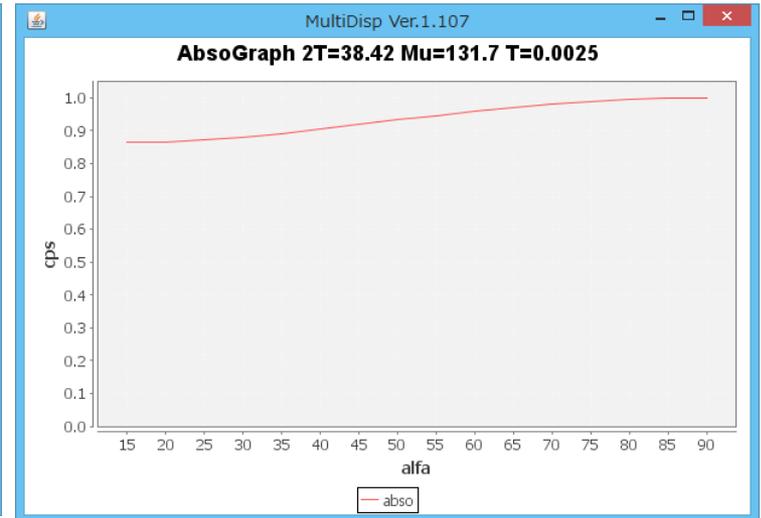
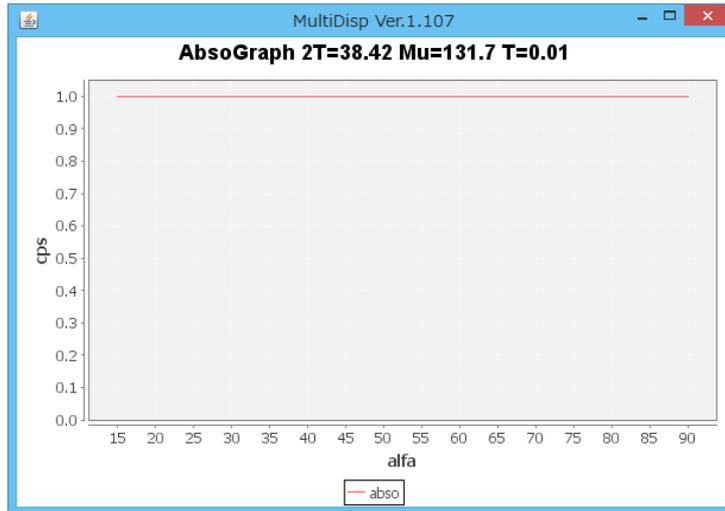
文献よりアルミニウム μt を求める

質量吸収係数 μ/ρ (cm²/g) CuKα = 48.6

密度 (g/cm³) 2.71

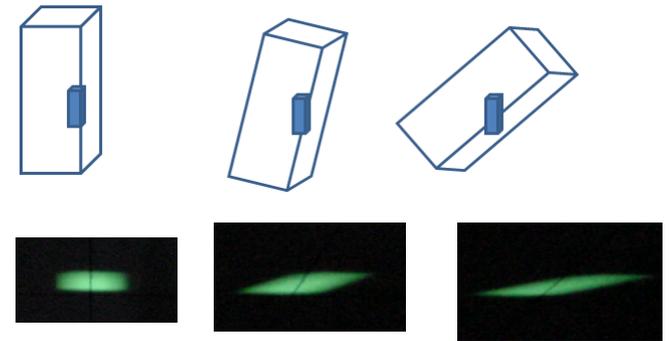
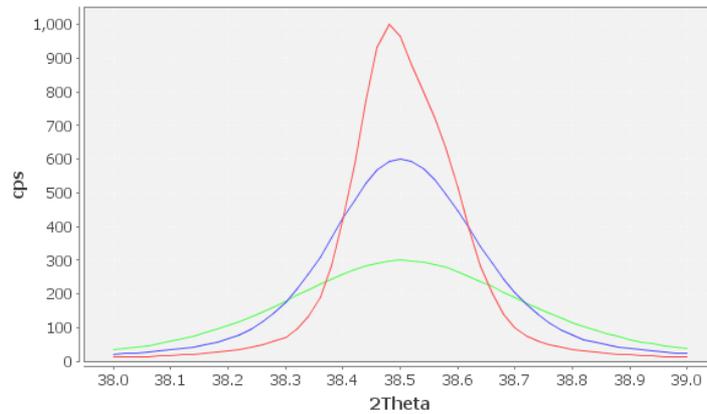
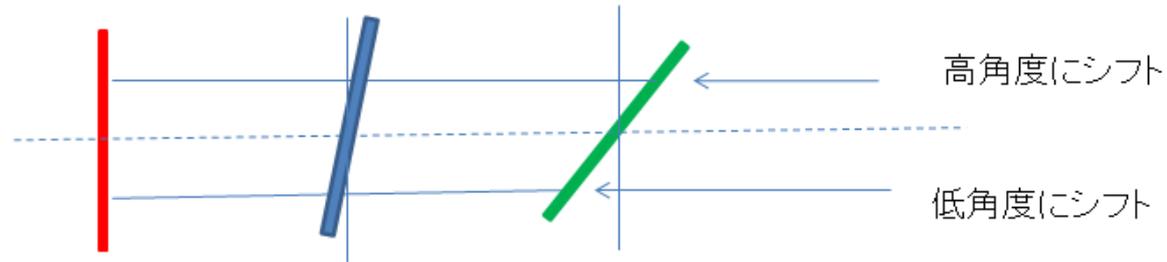
μt = 131.7

μtによる補正量

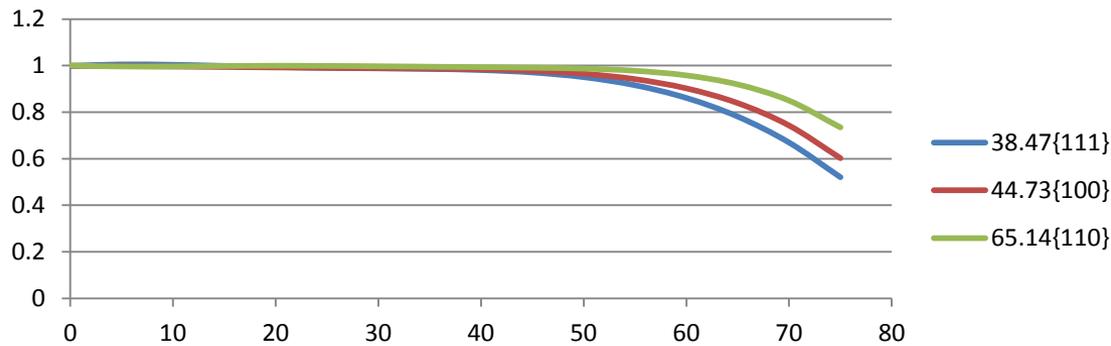


μt = 1 では吸収補正は不要

試料を傾けるとプロファイルが広がる (Defocus)

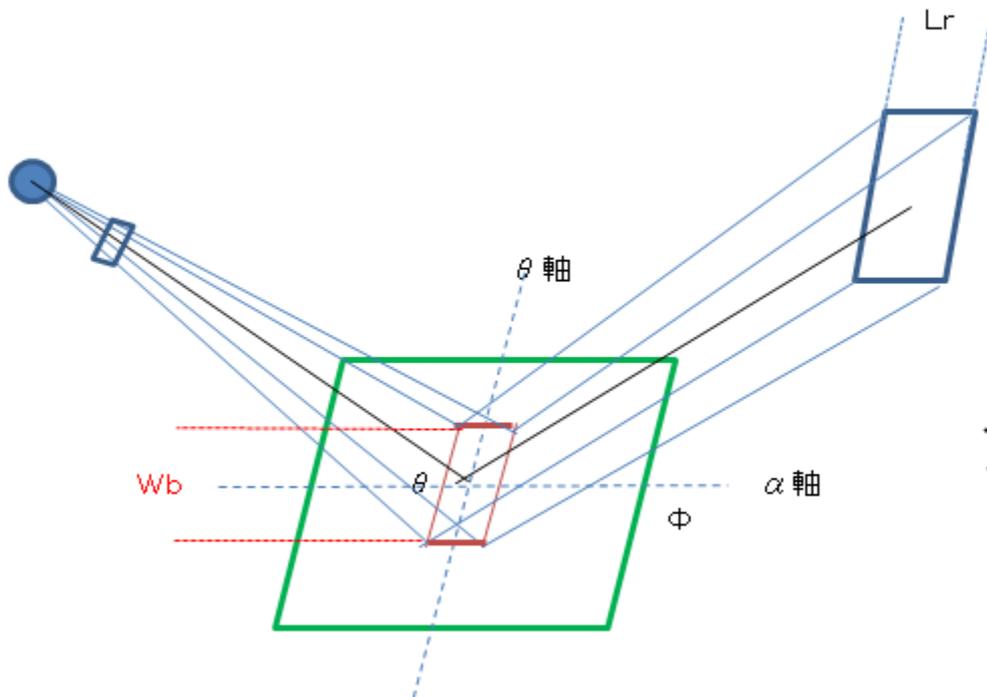


試料位置に蛍光板を置き、水平位置にカメラで撮影



無配向試料の極点測定データの β 方向の平均値を α 軸でプロット、極点図の地位心を0.0、極点図の外側で徐々に強度が低下
Defocus曲線は、測定 2θ 角度、受光スリット幅に影響されます。

Defocus



以下の式でFittingが可能

$$\frac{I_A(\Phi, \theta, W_B, L_R)}{I_A(\Phi=0, \theta, W_B, L_R)} = 1 - \frac{2}{(2\pi)^{1/2}} \int_{-\infty}^{-L_R/P(W_B \tan\Phi \sin 2\theta/\sin\theta)} \exp(-y^2/2) dy.$$

JOURNAL OF APPLIED PHYSICS

VOLUME 41, NUMBER 10

SEPTEMBER 1970

Defocusing for the Schulz Technique of Determining Preferred Orientation*

E. TENCKHOFF

Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee 37830

(Received 16 January 1970; in final form 3 April 1970)

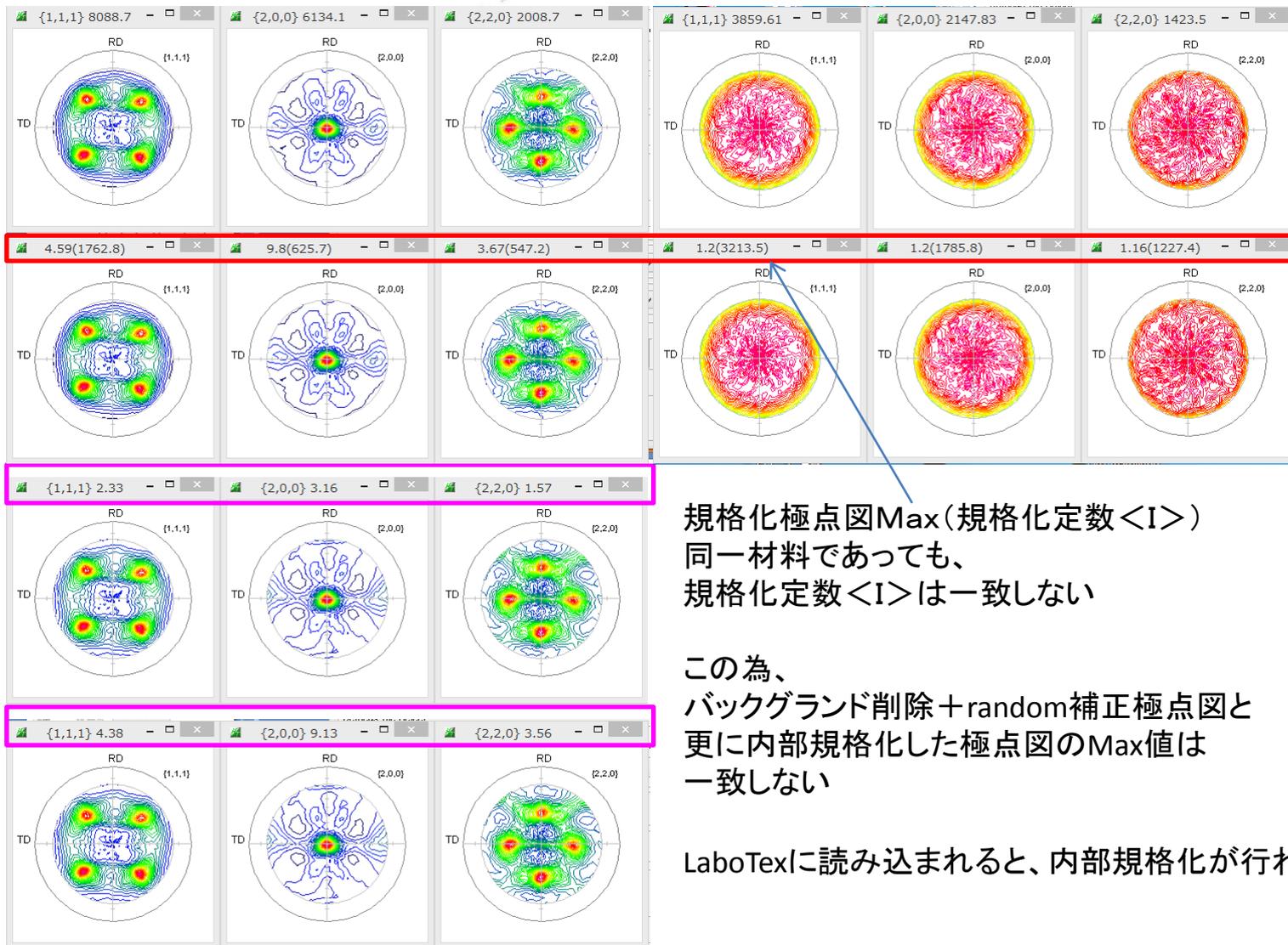
規格化



ODFPoleFigure2.jar

$$\langle I \rangle = \frac{\int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} I(\alpha, \beta) \cdot \cos \alpha \, d\beta \, d\alpha}{\int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} \cos \alpha \, d\alpha \, d\beta}$$

$$I_c(\alpha, \beta) = I(\alpha, \beta) * \langle I \rangle$$



バックグラウンド削除極点図

バックグラウンド削除
+内部規格化極点図

バックグラウンド削除
+Random補正極点図

バックグラウンド削除
+Random補正
+内部規格化極点図

規格化極点図Max(規格化定数<I>)
同一材料であっても、
規格化定数<I>は一致しない

この為、
バックグラウンド削除+random補正極点図と
更に内部規格化した極点図のMax値は
一致しない

LaboTexに読み込まれると、内部規格化が行われる

ODFソフトウェアの特徴

	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	Orthorhombic(1/4)	Monoclinic(ミラー)	Triclinic	Triclinic
RD-TD(極点図)	—	—	CW(TDが右)	CCW(TDが左)
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、各方位の密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