

Graphiteの配向評価

2017年09月26日

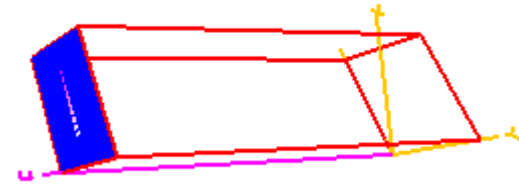
HelperTex Office

山田 義行

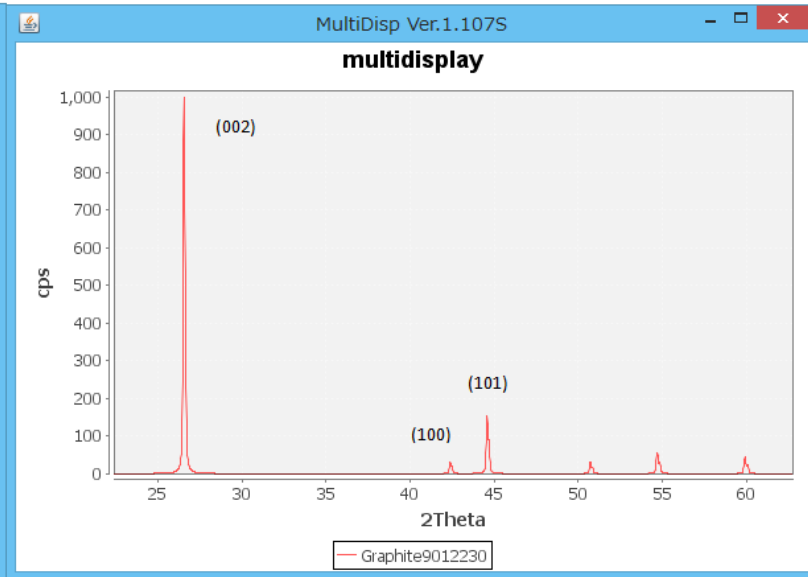
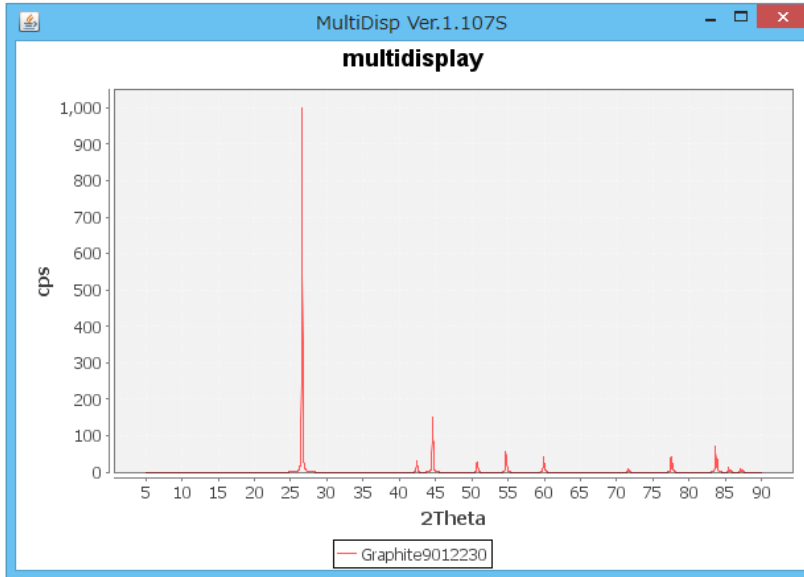
Graphiteの形態

Hexagonal

2.461 (1.0)
2.461 (1.0)
6.708 (2.7257)
90.0
90.0
120.0

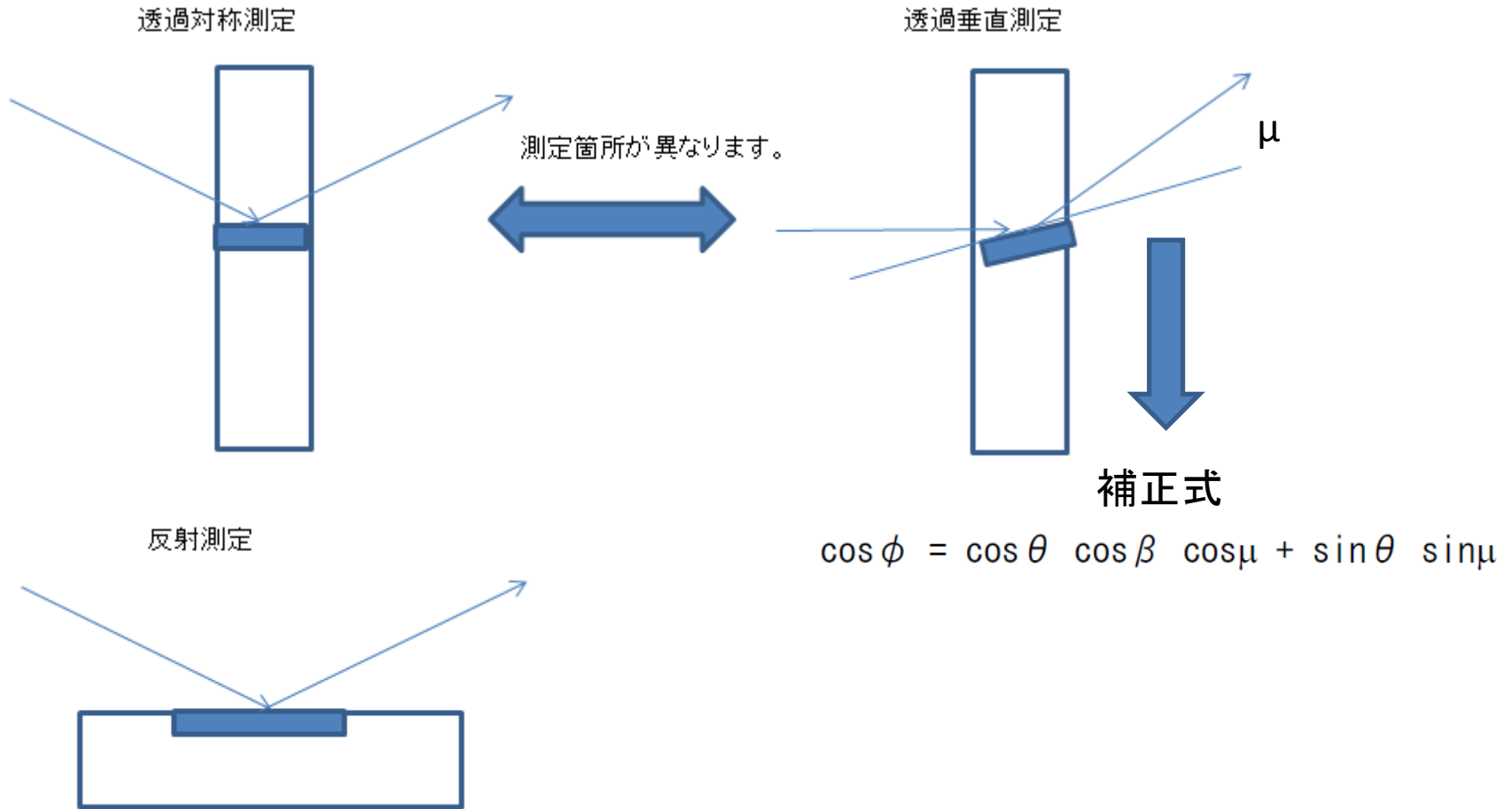


{001}<100>



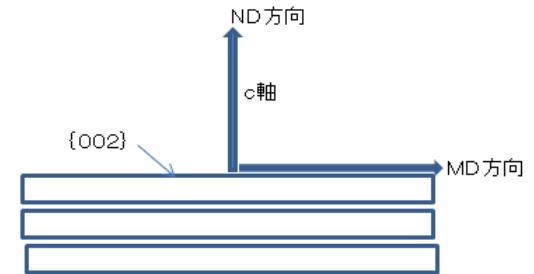
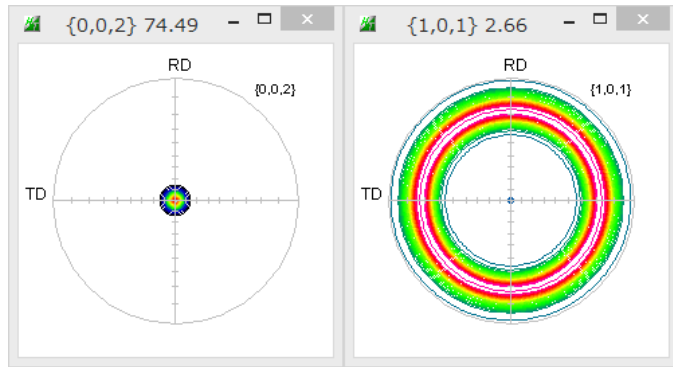
{002}と{101}が適當
測定データのError評価が必須です。

透過、反射、透過垂直測定



軸配向と面配向

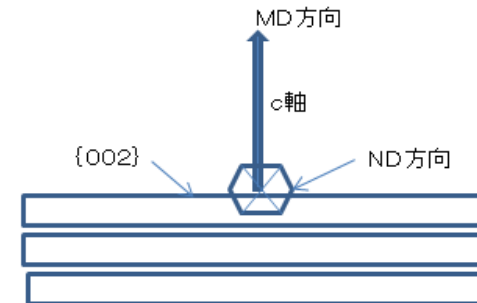
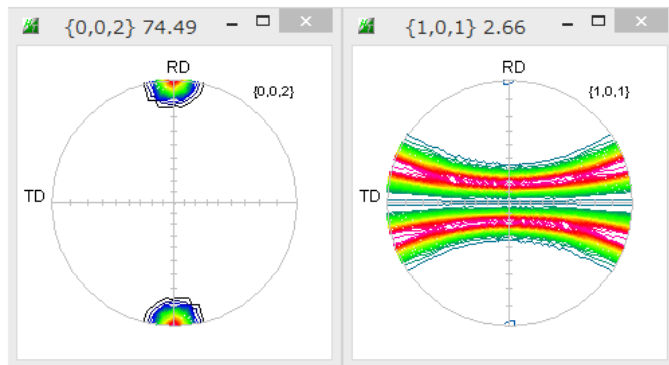
{002}面配(c軸がND軸に平行の場合を示す)



多面配向も可能、吸収補正、defocus補正とError評価

1軸配向(c軸がMD軸に平行の場合を示す)

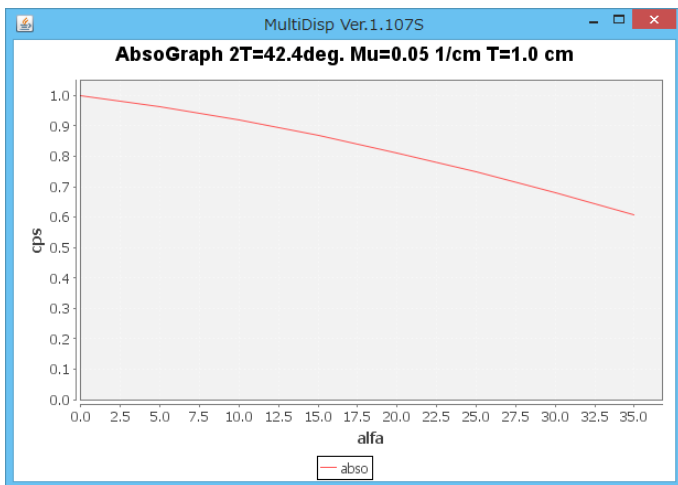
Side測定



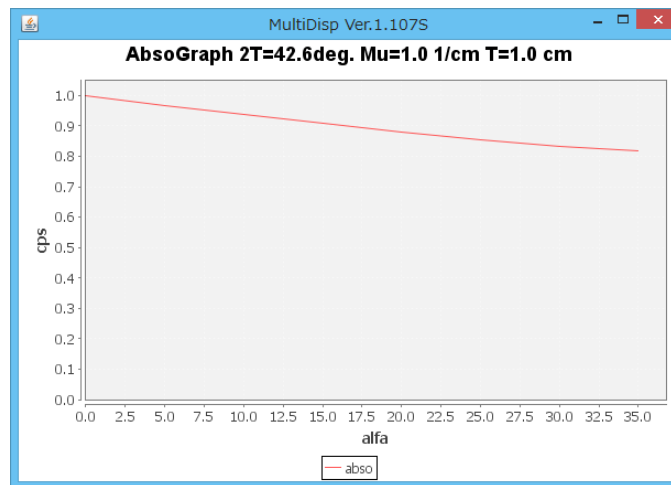
1軸配向の場合、透過対称極点図の外周測定で配向評価が可能
透過垂直測定では、{002}のRD方向測定強度が低下する

Defocus、吸収の影響(002)の場合

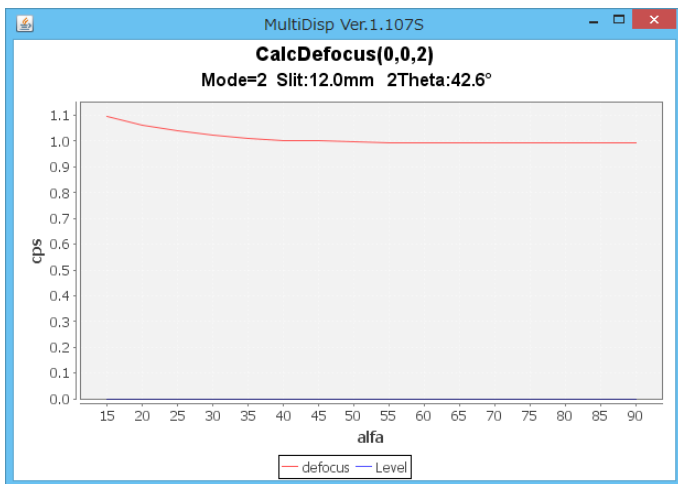
透過法 $ut=0.05$ の場合



透過法 $ut=1$ の場合

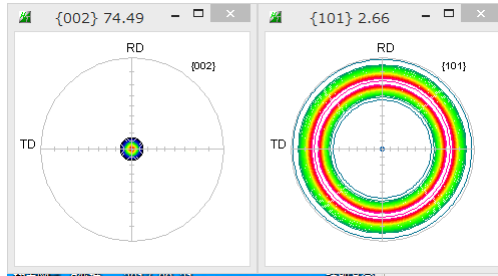


反射法受光スリット12mm



補正量を小さくすると、測定データのErrorが小さくなる。
 $Ut=1$ とし、受光スリットは、近接ピークが畳込まれない幅とする。

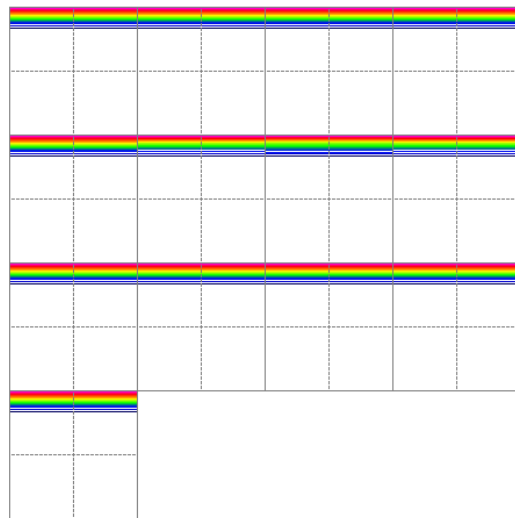
1面配向のシュミレーション



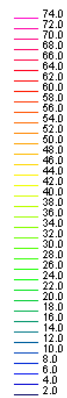
完全な{002}配向なら透過反射データの接続領域に極がない為、接続出来ません。

ODF解析

filename: U:\PMDAODA\Graphite\TexTools\Hex.HODF

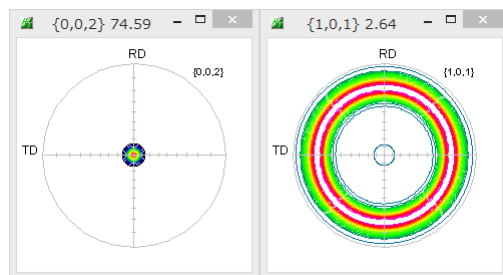


Max=74.61
Min=0.39

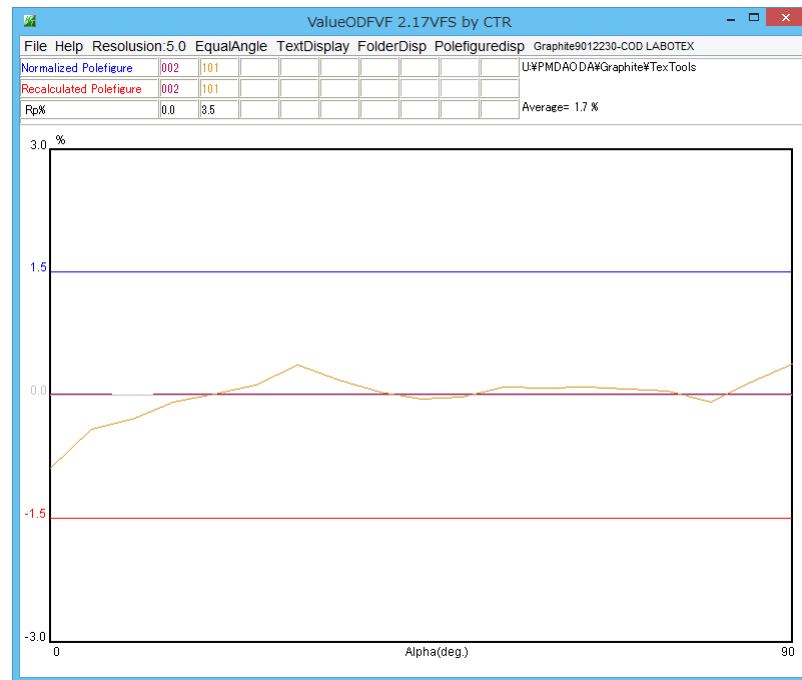


AType X=[2-1-10]
Bungeψ2section
0 90
ψ2=0->60
step=5.0
90 0

再計算極点図を計算



ODF入力極点図と再計算極点図からRp%を計算

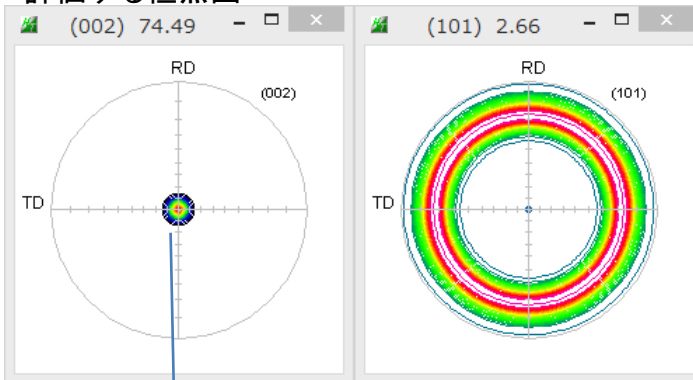


Normalized Polefigure	002	101						U#\PMDAODA#\Graphite#\TexTools
Recalculated Polefigure	002	101						
Rp%	0.0	3.5						Average= 1.7 %

Rp%の値から補正極点図の信頼性評価が可能

多面配向の評価

評価する極点図



$$\frac{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \sin^2 \alpha \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}$$

完全極点図の配向関数で評価

Hexagonal-ODAOrientation 1.06ST[17/03/31]

File Help PP&PE&Polyimide&Hexagonal Orientation PrintScreen

Select TXT2

(002) U:\PMDAODA\Graphite\002_labotexCW-rp_2.TXT

{101} U:\PMDAODA\Graphite\101_labotexCW-rp_2.TXT

PoleDisp ContourDisp {002}Orientation {101}Orientation Calc

Hexagonal c/a= 2.7257

Result

direction	ND	RD	TD	fnd	frd	ftd
(002)	0.6595	0.1702	0.1702	0.4893	-0.2446	-0.2446
{101}	0.2157	0.3921	0.3921	-0.1763	0.0881	0.0881
a-axis	0.1843	0.4078	0.4078	-0.2234	0.1117	0.1117
b-axis	0.1843	0.4078	0.4078	-0.2234	0.1117	0.1117
c-axis	0.6312	0.1843	0.1843	0.4468	-0.2234	-0.2234

ResultFile

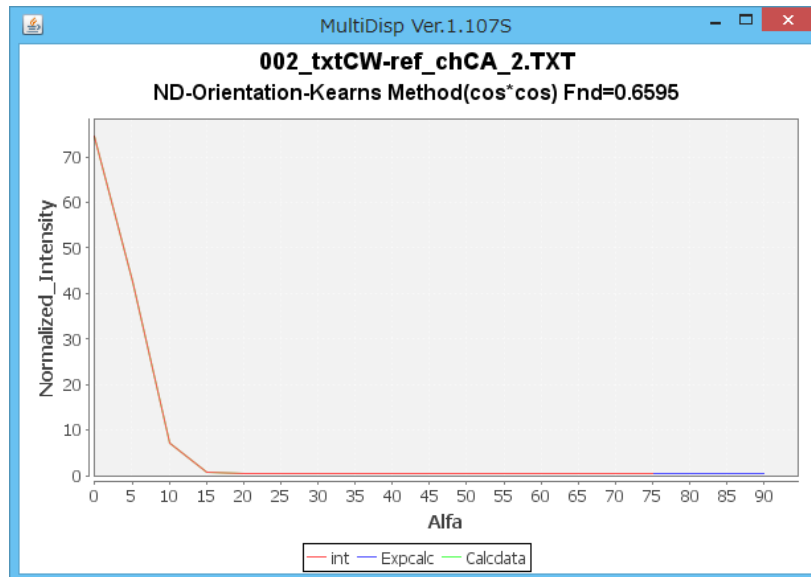
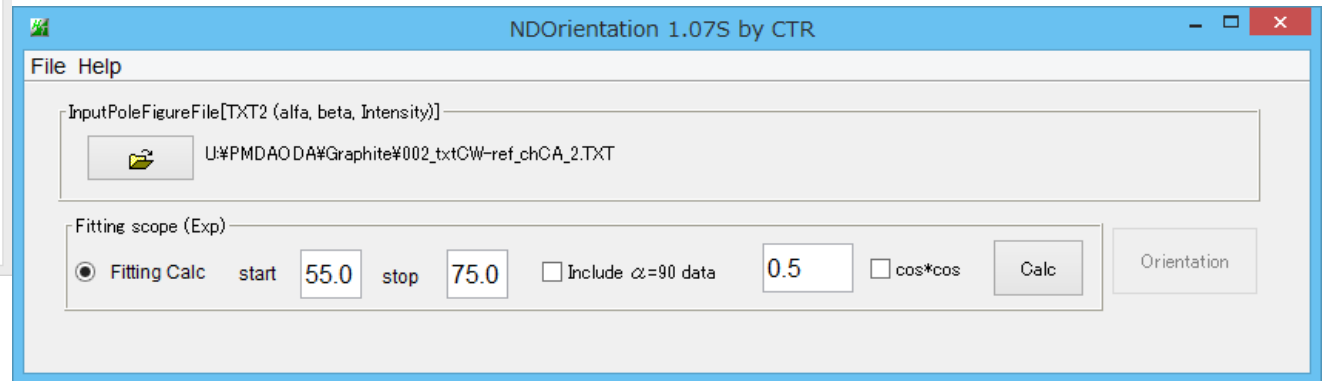
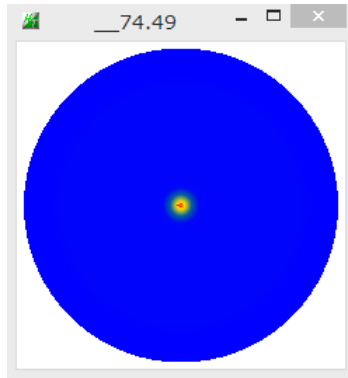
ND方向にc軸が平行でその分散が0.6312であると計算されます。
Randomは0.333です。

1面配向と考えた場合(反射極点図の測定されていない領域を計算)

{002}の反射極点データ

$$\frac{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \sin^2 \alpha \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}$$

不完全反射極点図の測定されていない部分を指数関数で外挿計算

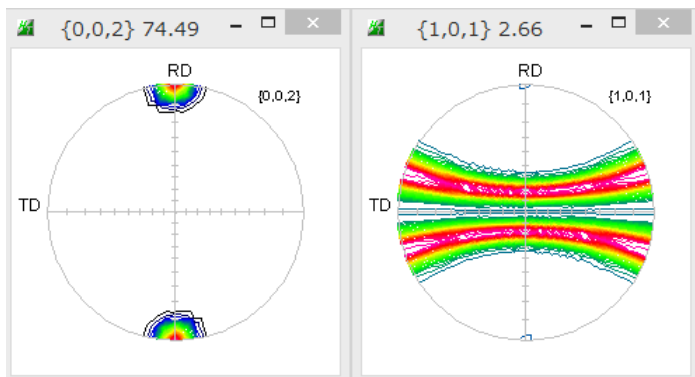


完全極点図から計算した値と同等の結果が得られます。

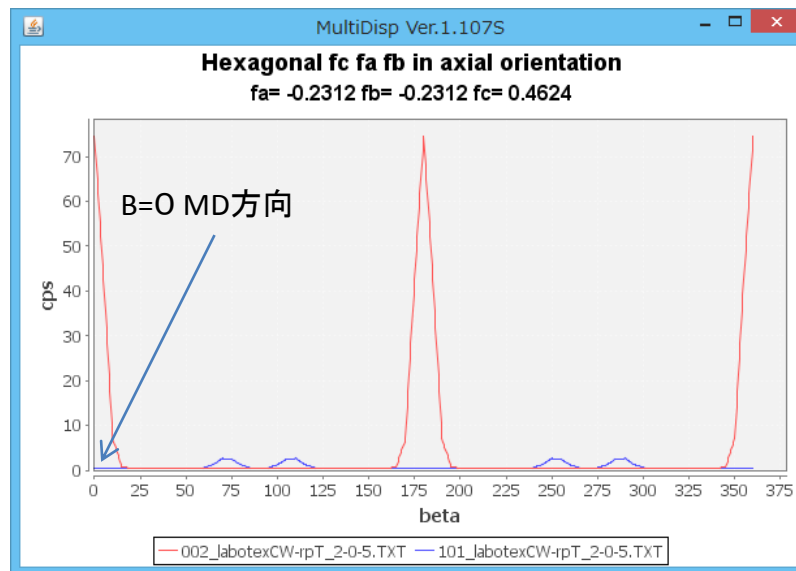
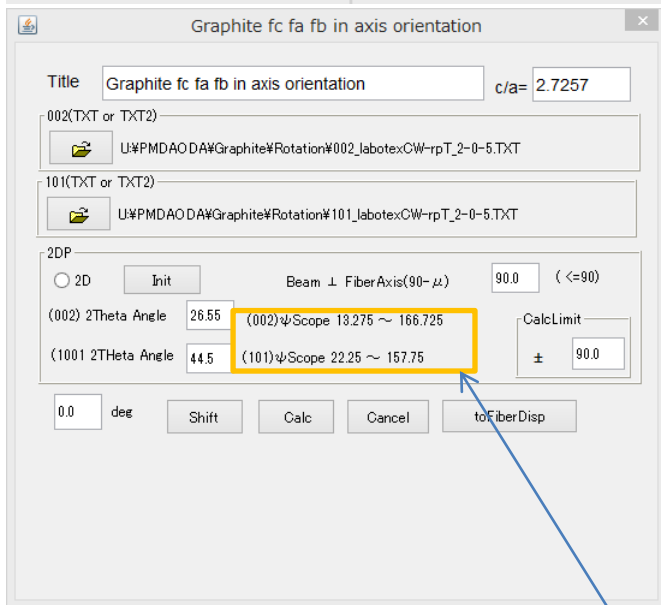
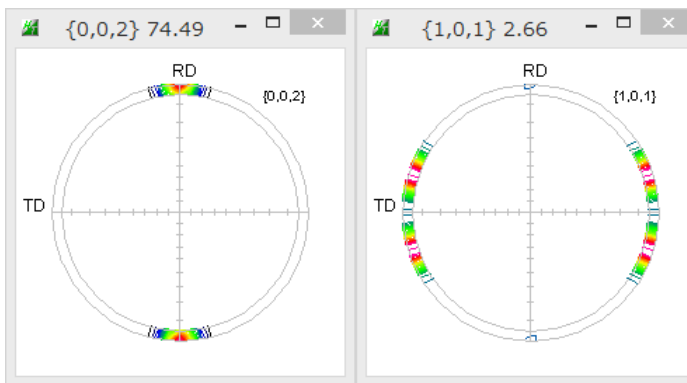
この手法は、Orthoromibic、Hexagonalに
応用できます。

1軸配向試料の計算(佐々木先生の配向分布関数)

透過対称極点図



外周のみの極点図から計算



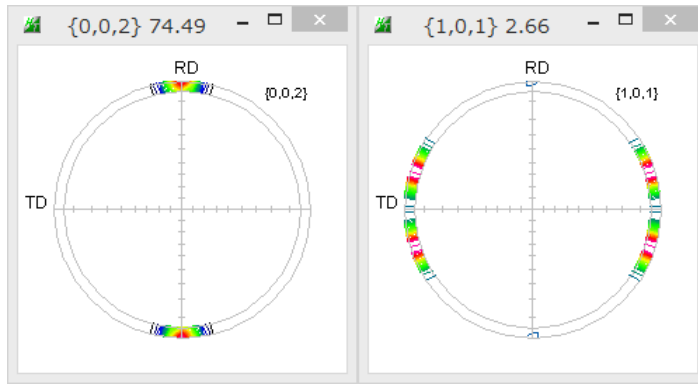
MD方向にc軸が平行で分散が0.4624と計算されます。

吸収補正、defocus補正不要

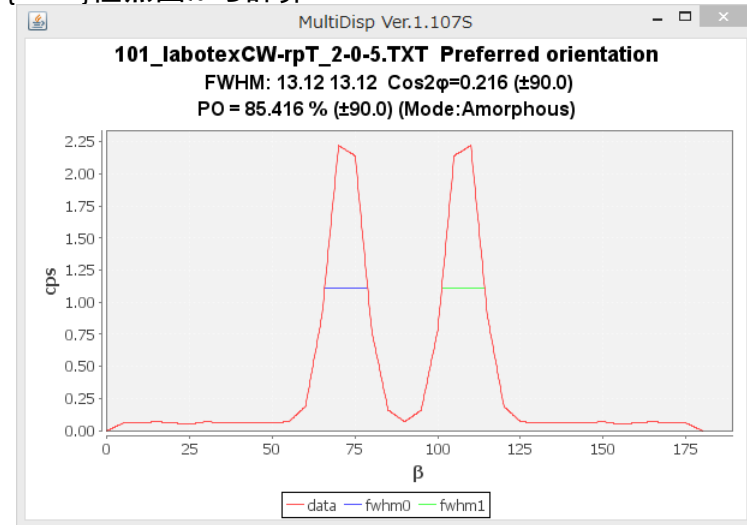
透過垂直測定では、MD方向の測定が出来ません。透過対称測定で測定します。

1軸配向の半価幅,配向係数から評価(Preferred Orientation)

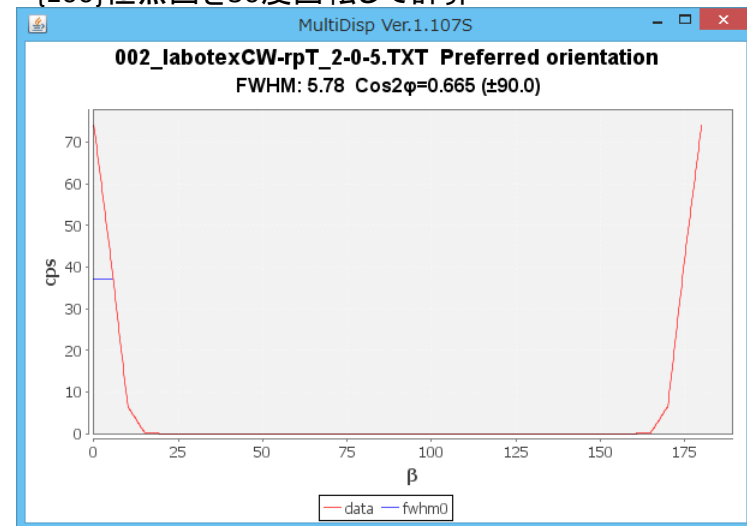
{101}極点図から計算



配向度: $A(\%)$ $A = \frac{360 - \sum W_i}{360} \times 100 (W: \text{度})$



{100}極点図を30度回転して計算



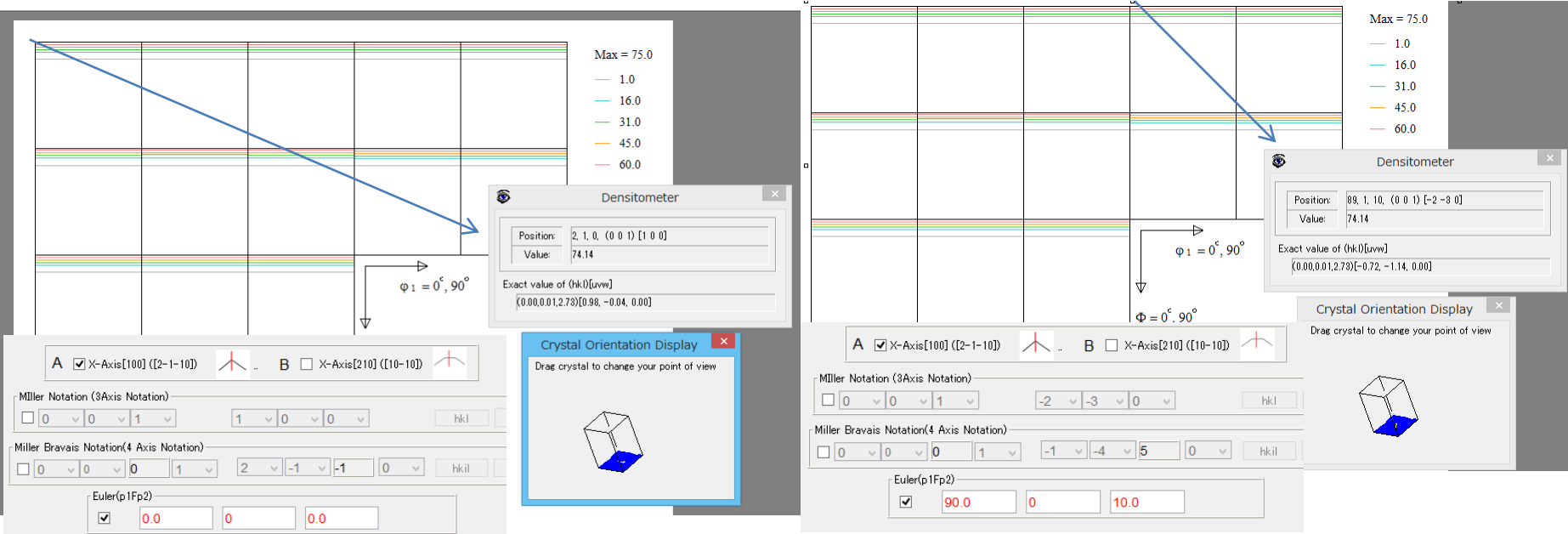
002_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT Preferred orientation

FWHM: 11.56
PO = 93.576 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

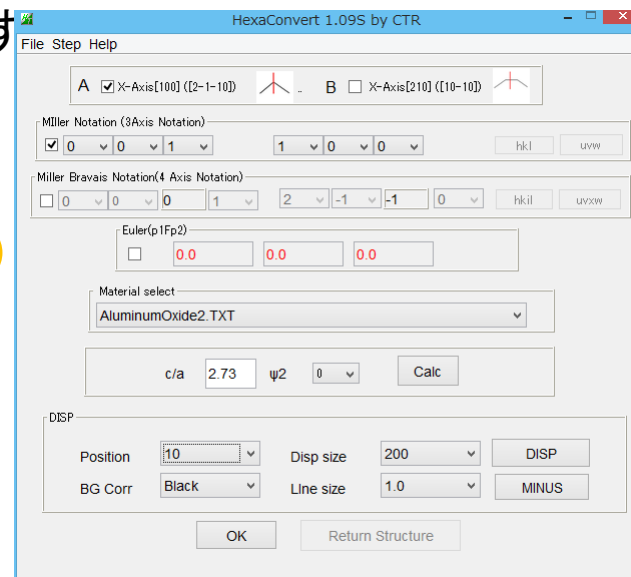
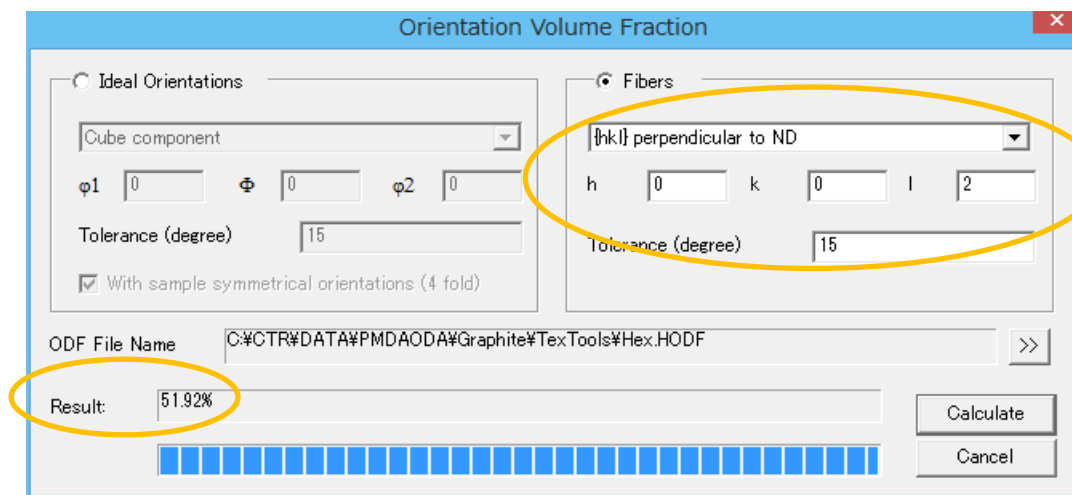
分散が広がるとPO%は小さくなります
透過対称測定で測定します。

バックグラウンド、random、非晶質の区別が重要

{002}面配向極点図をODF解析し、VolumeFractionを計算



{001}<100>, {001}<-2-30>などの{001}<uv0>が検出され、<001>//NDと確認出来ます。
 VolumeFraction (体積分率)は51.92%と計算されます



まとめ

極点図を扱う場合、データ補正が必須で、測定と補正が正確に行われているか評価する。

多面配向と考えた場合、反射極点図と、透過極点を測定、個別ODFのError評価
透過＋反射極点極点図のError評価を行った上で配向評価を行う。
同じ光学系、同じ吸収(ut)でError評価されていれば、再確認不要

Orthorombic、Hexagonalの1面配向評価であれば、反射極点図の手法を利用 *1

1軸配向であれば、佐々木先生解説手法の配向関数を利用する。*2

EBSDに比べ、アナログで測定されているXRDでは補正が重要です。

*1 Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy Vol.50,No1 p45-p49

*2 高分子材料の配向評価(北陸先端科学技術大学院大学) 佐々木伸太郎先生