

特許明細書における結晶方位の扱い

2016年12月20日

HelperTex Office

概要

材料の物性に関して、集合組織も関係するため、結晶方位による特許申請が行われる事があります。結晶方位解析には、重要な項目があります。

材料を圧延板とした場合、重要な事項は

圧延版の加工履歴

最終製品の圧延版の形状

極点測定する材料のサンプリング位置と形状

サンプリングされた材料の表面処理

測定を行う光学系

r a n d o m試料の粒径と測定条件

評価試料の粒径と測定条件

極点処理方法（ソフトウェア名）

r a n d o m試料のE r r o r評価

評価試料の平均化

評価試料の極点処理とE r r o r評価

結晶方位の定義（結晶方位密度の最大値、体積分率、面積率など）

結晶方位解析を行うODFソフト名

ODF解析時のE r r o r評価

結晶方位ピーク位置のシフト範囲

などが考えられます。

圧延版のサンプリング位置による結晶方位の違い

Helpertexサイト、技術資料、研削集合組織と体積分率を参考にして下さい。

サンプリングされた材料の表面処理

サンプリング位置による結晶方位の違いと同様に深さ方向に集合組織を持ちます。

反射法極点測定の場合、極表面と内側では集合組織に違いがあります。

中心部分の集合組織が深さ方向の大部分の集合組織を表します。

粒径の影響

粗大結晶材料の場合、試料毎の再現性が得られません。

通常圧延版の幅方向の平均極点図測定で評価できますが、長さ方向の平均極点図も必要になります。

結晶粒評価としては、材料のロッキングカーブ評価でも代用出来ます。

測定を行う光学系

疑似集中法光学系と平行ビーム光学系では、測定結果が異なる可能性があります。

結晶方位の広がり非対称の場合、平行ビーム光学系では、制限された広がりでも測定されています。

結晶方位密度は結晶方位の高さで求められ、VolumeFraction は結晶方位の広がりを考慮して計算されます。この関係で、結晶方位密度と VolumeFraction の比率に差が出ます。

測定条件

一般的な極点図を得るために、

極点測定はSchulzスリットを用いた疑似集中法の光学系が用いられます。

極点図測定ではバックグラウンドの測定が重要です。

バックグラウンドの測定条件とバックグラウンド評価も行って下さい。

random試料評価

XRDの極点測定ではX線ビームに対し、材料を煽って測定が行われます。

極点図の外側ではdefocusが発生し、回折強度が低下します。

この現象の補正に無配向試料を用います。

補正曲線評価を行います。

TenckhoffCalcソフトウェアで評価を行います。

極点図処理

バックグラウンド削除、defocus補正、Rp%の最小化を行います。

評価試料の平均化

圧延版の幅方向の平均化を行います。

極点処理を行った複数の極点図の平均化を行います。

Adding Poleソフトウェアで平均化処理を行う。

結晶方位密度の定義

ODF解析を行った後、各結晶方位（例えば、cube、copperなど）に対する大きさを評価するが、最大値や体積分率などで評価される。

結晶方位位置はEuler角度位置で決定されるが、copper方位などは決められた結晶方位位置とは異なるEuler角度にシフトする傾向があります。

又、Euler角度を($\phi 1$ 、 Φ 、 $\phi 2$)とした場合、S方位は(27.03、57.69、18.4)であり5度間隔のODF図では表現出来ません。このような方位の最大方位密度の決定方法をどのように扱うかを決めなければなりません。

ODF解析ソフトウェア

ODF解析法は、Hermonic、ADC法などがあり、解析方法によりODF図は大きく異なります。結晶方位密度の最大値を扱う場合、Herminicは、測定間隔、展開回数も関係します。

ADC法の場合、打ち切り条件も関係します。

解析した時の、Rp%とODFのError評価も重要な項目になります。

β -Fiber評価

brass方位近くからS方位近くを通過しcopper方位近くに至る β -Fiberに関する評価法として、 $\phi 2$ -結晶方位密度のプロファイル比較があります。

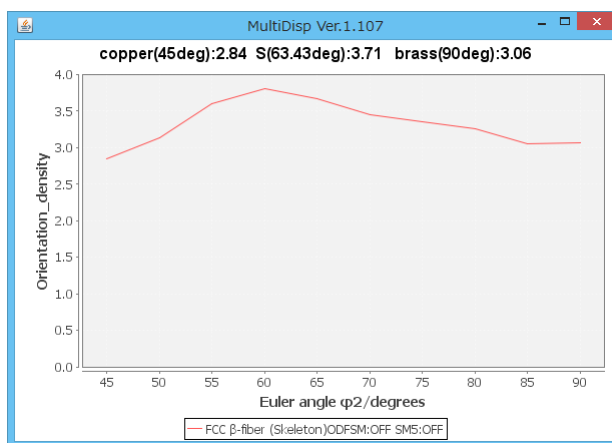
近くと表現したのは、圧延版から得られる結晶方位は一般的な結晶方位位置からずれて測定されます。

この問題を解決するために、brassやS、copper方位の真の位置から許容範囲内の最大値で代用する方法があります。

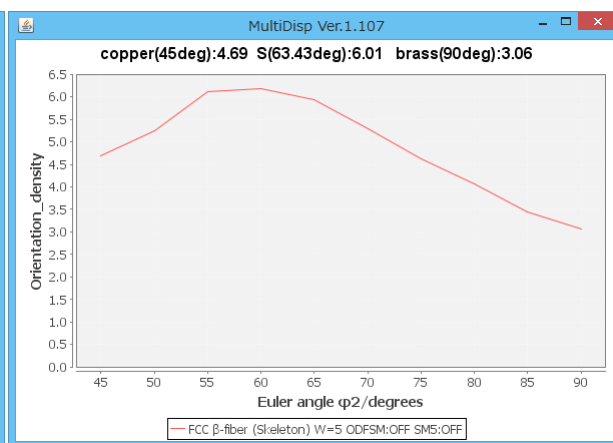
$\phi 2$ -結晶方位密度のプロファイルは、ODFDisplay2ソフトウェアで実現しています。

Euler 角度から計算

Euler 角度周辺の最大密度から計算

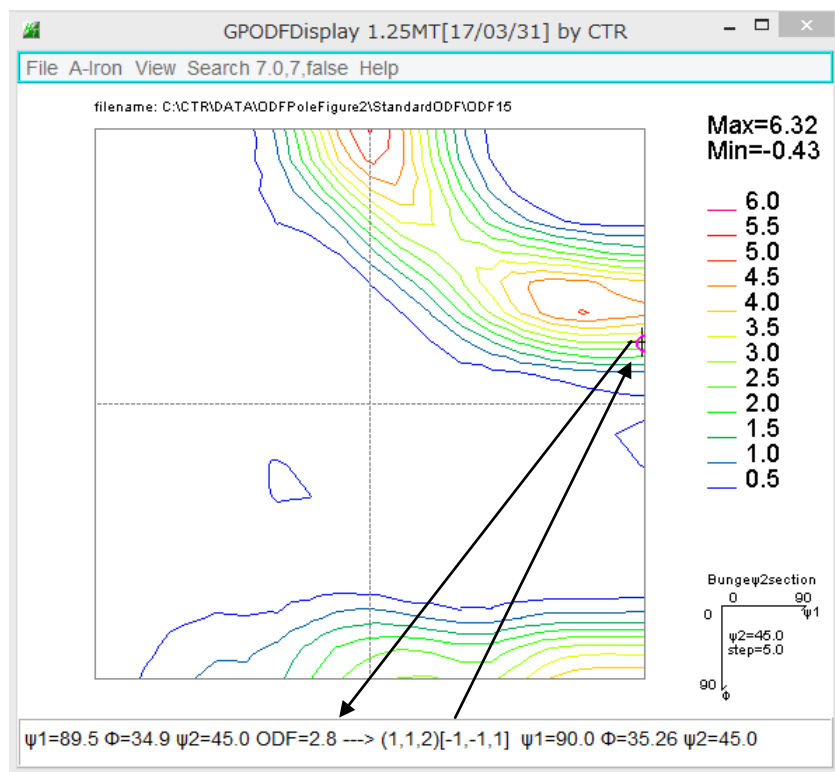


copper(45deg):2.84 S(63.43deg):3.71 brass(90deg):3.06



copper(45deg):4.69 S(63.43deg):6.01 brass(90deg):3.06

copper 位置の結晶方位密度
 $\phi_2=45.0\text{deg}$



Copper 位置の結晶方位密度は 2.8 で近くにより大きい結晶方位が存在しています。