

極点測定から結晶方位

2017年04月17日

<http://helpertex.sakura.ne.jp>

HelperTex Office

• 高成形性アルミニウム材料

WO 2007111002 A1

• 要約書

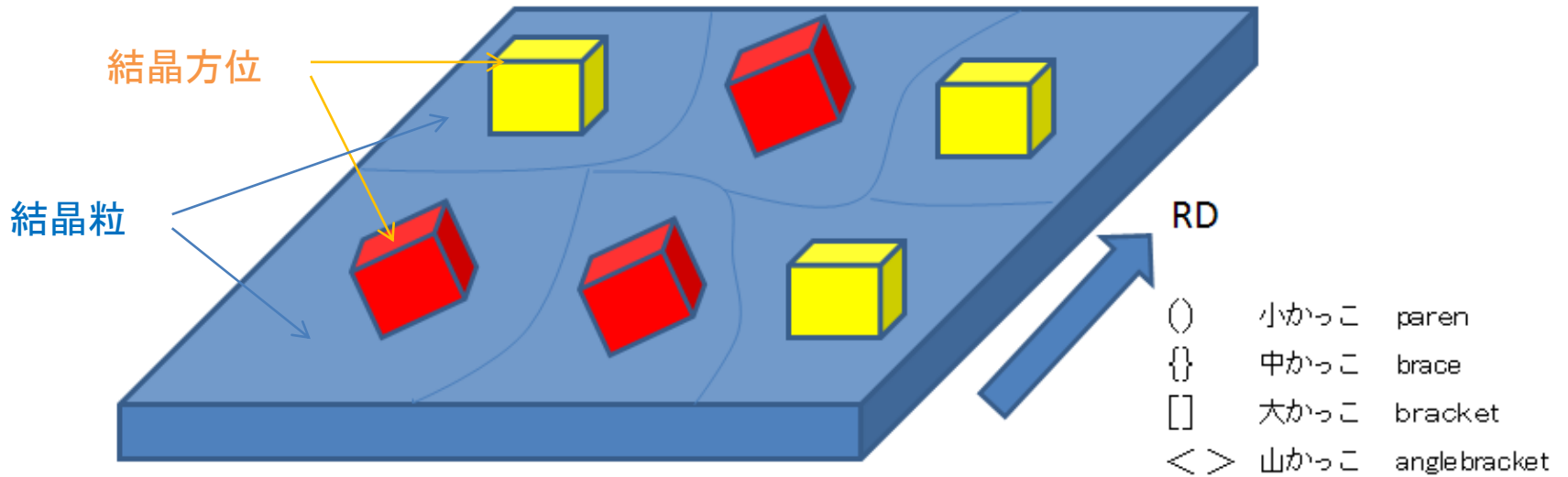
- **結晶方位**の異なる**結晶粒**で構成され、前記結晶粒が、**Cube**方位結晶粒、**Brass**方位結晶粒、**Copper**方位結晶粒、及び残部がその他の結晶方位結晶粒からなり、Cube方位の結晶粒の**占有率**が0.3から0.7、Brass方位の結晶粒の占有率が0.1から0.5、Copper方位の結晶粒の占有率が0.2以下で、且つこれら結晶方位の総占有率が0.4から1.0であり、残部がその他の結晶方位の結晶粒であるアルミニウム材料、及びそれを用いた自動車部材。

公告番号	WO2007111002 A1
公開タイプ	出願
出願番号	PCT/JP2006/323861
公開日	2007年10月4日
出願日	2006年11月29日
優先日 	2006年3月29日
発明者	Hideo Morimoto
特許出願人	Hideo Morimoto, The Furukawa Electric Co., Ltd.

結晶粒、結晶方位、占有率
Cube, Brass, Copper方位

異方性と材料特性

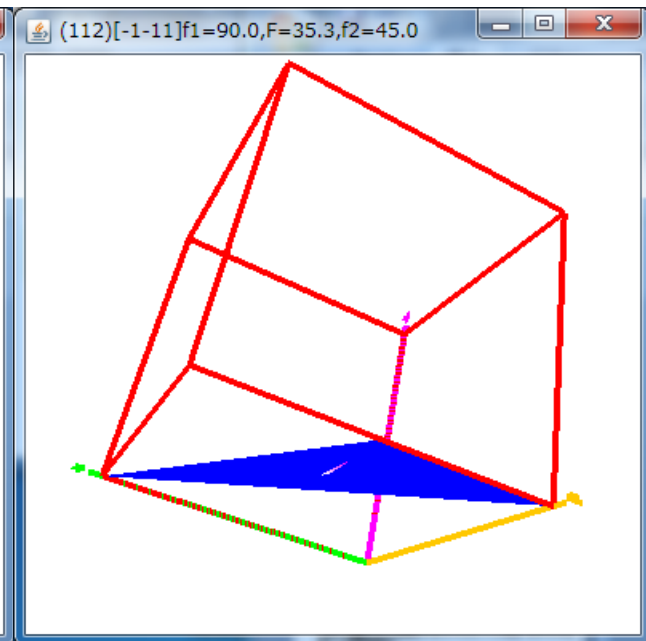
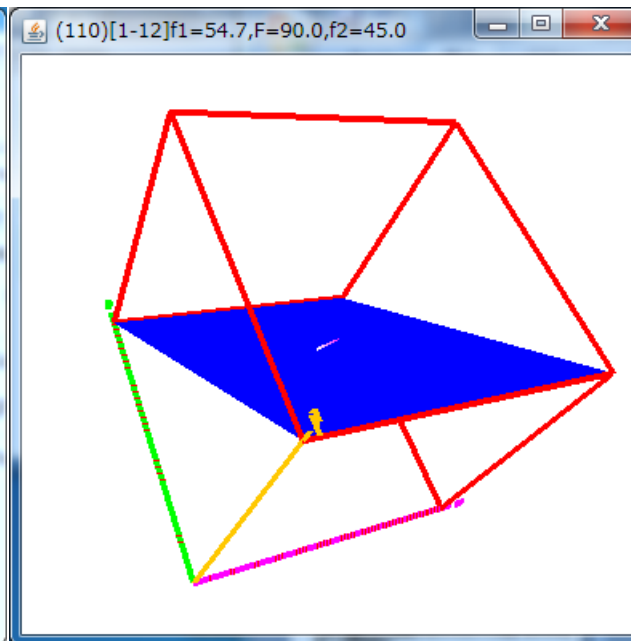
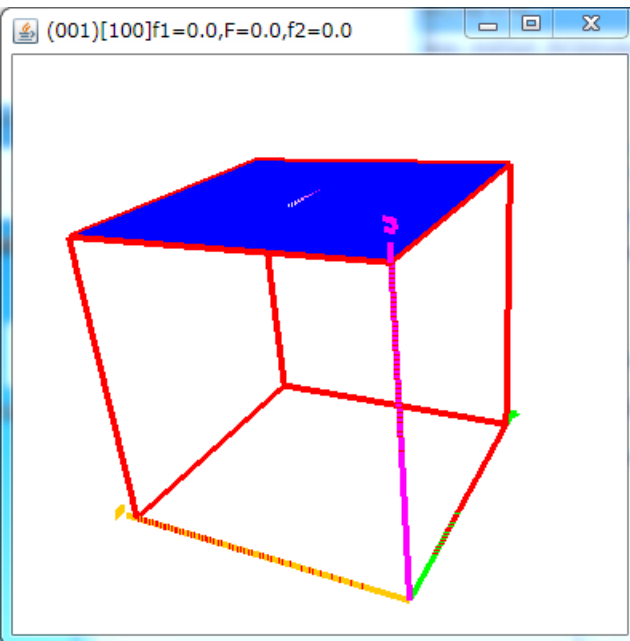
圧延板 {HKL}<UVW> (hkl)[uvw]



Cube

Brass

Copper



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)

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)

材料座標系(ND-RD)を基準で結晶方位の分布を表現

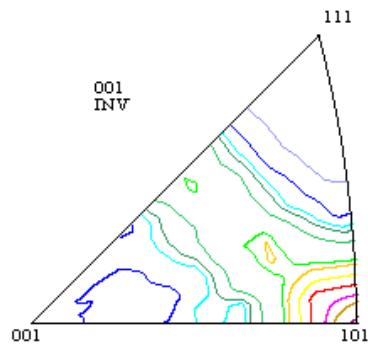
$\{hkl\}\langle uvw \rangle$

ODF (複数の極点図から解析)

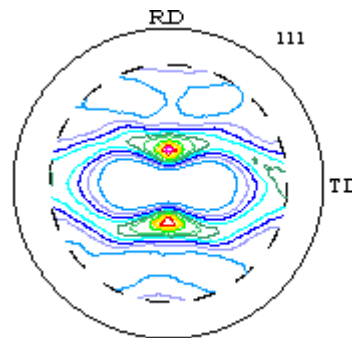
結晶方位の分布

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

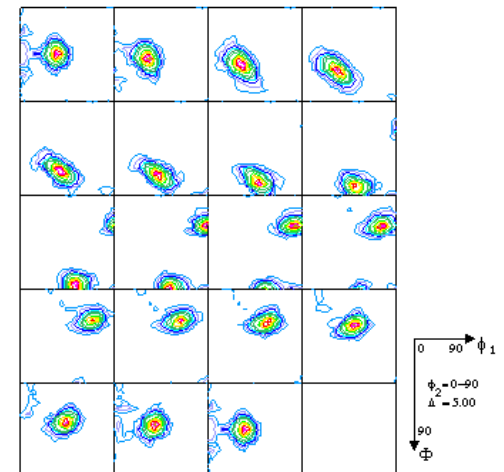
逆極点図



極点図






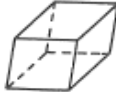
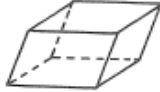


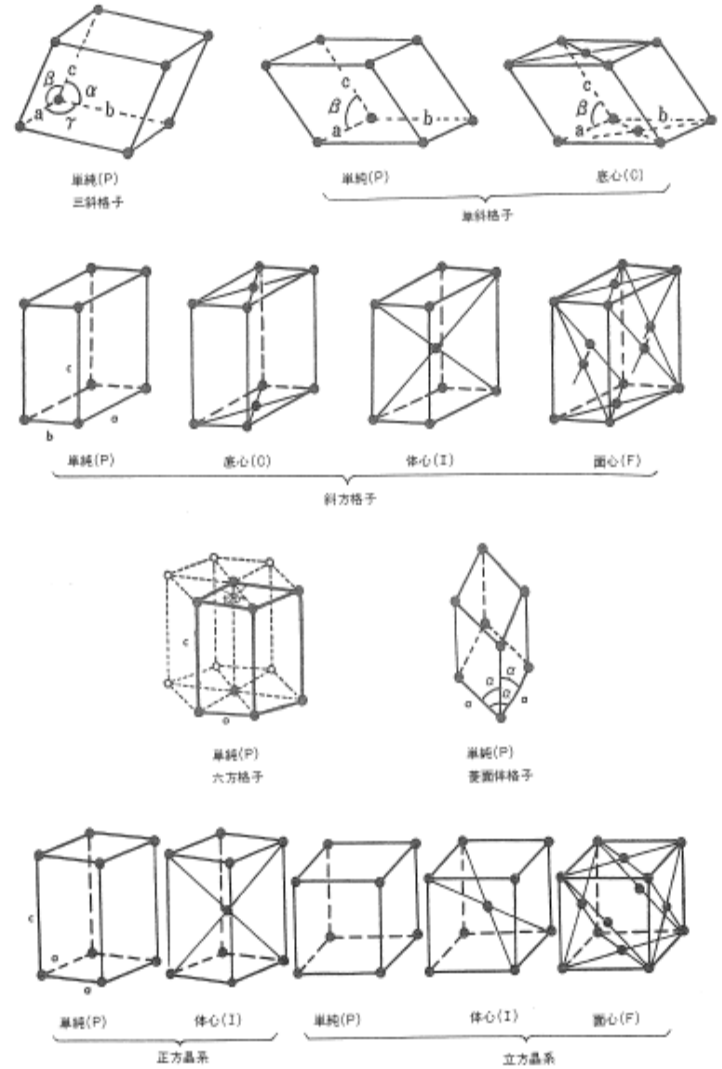
ODF図



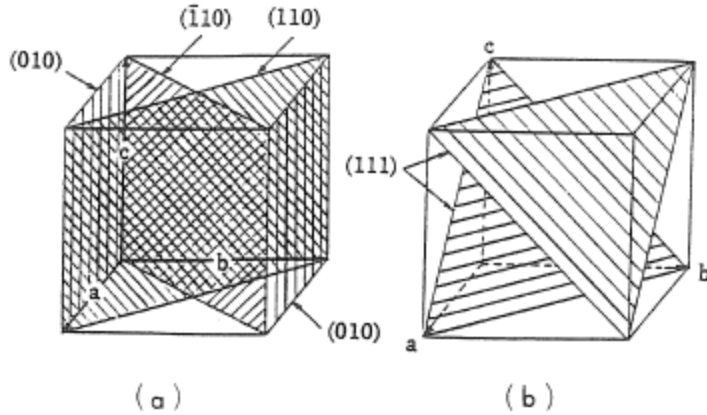
結晶

表 1.8.1 結晶系とブラベー格子

結晶系	結晶軸	ブラベー格子と記号	特徴を表わす図形
立方晶系 (cubic)	$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	単純 P 体心 I 面心 F	
正方晶系 (tetragonal)	$a=b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	単純 P 体心 I	
斜方晶系 (orthorhombic)	$a \neq b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	単純 P 体心 I 底心 C 面心 F	
菱面晶系 (rhombohedral or trigonal)	$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$	単純 P	
六方晶系 (hexagonal)	$a=b \neq c$ $\alpha=\beta=90^\circ$ $\gamma=120^\circ$	単純 P	
単斜晶系 (monoclinic)	$a \neq b \neq c$ $\alpha=\gamma=90^\circ \neq \beta$	単純 P 底心 C	
三斜晶系 (triclinic)	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	単純 P	

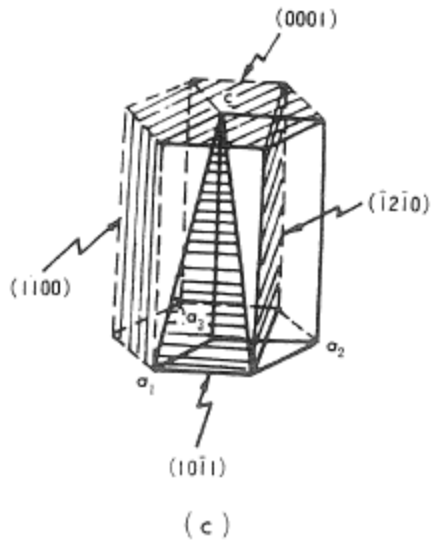


ミラー指数



(a)

(b)



(c)

図 1.8.5 ミラー指数の例

- u, v, w : 格子点座標
- $[uvw]$: 原点と格子点を結んだ方向を示す指数
- $\langle uvw \rangle$: 同型の晶帯軸の指数
- (hkl) : 結晶面の指数
- hkl : 逆格子の座標、または反射X線の指数
- $\{hkl\}$: 同型の面の指数

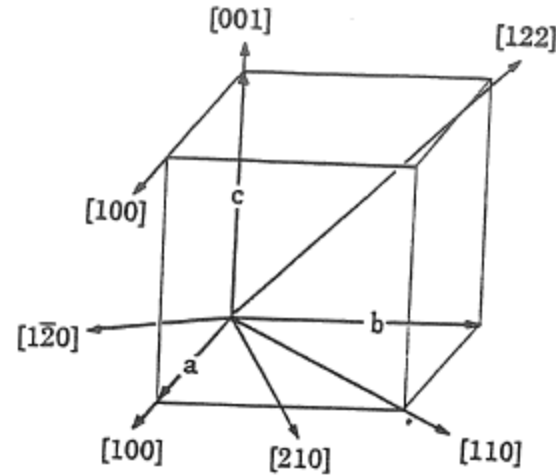
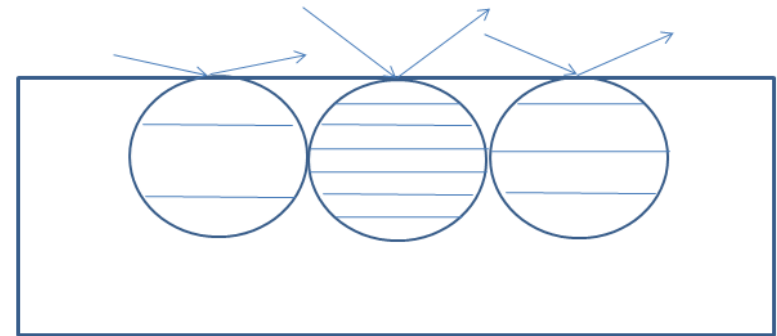
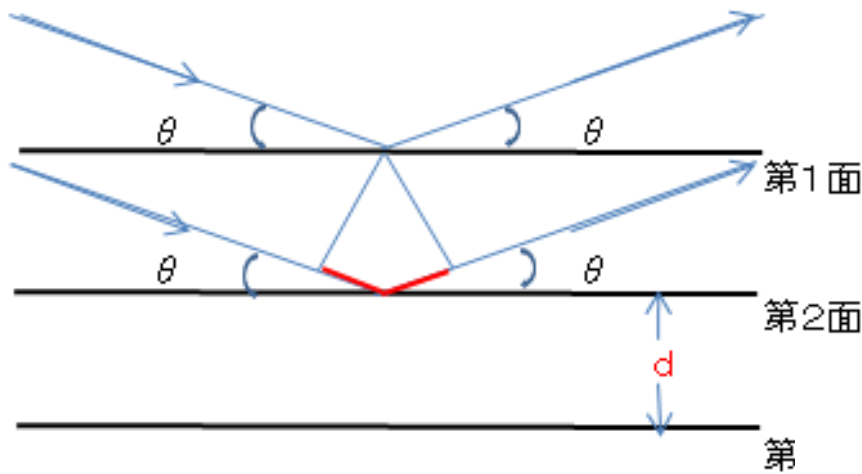


図 1.8.6 格子中の方向 (方向指数)

結晶による回折現象 ($\theta/\theta_{\text{scan}}$ 測定)

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: $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$

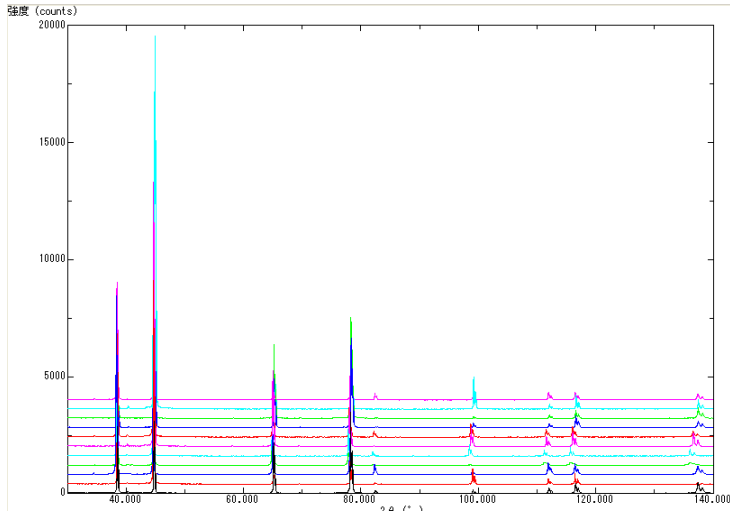
Coターゲット: $\lambda = 1.78897 \text{ \AA}$

波長が一定なら、 θ が小さいとdは大きくなる。

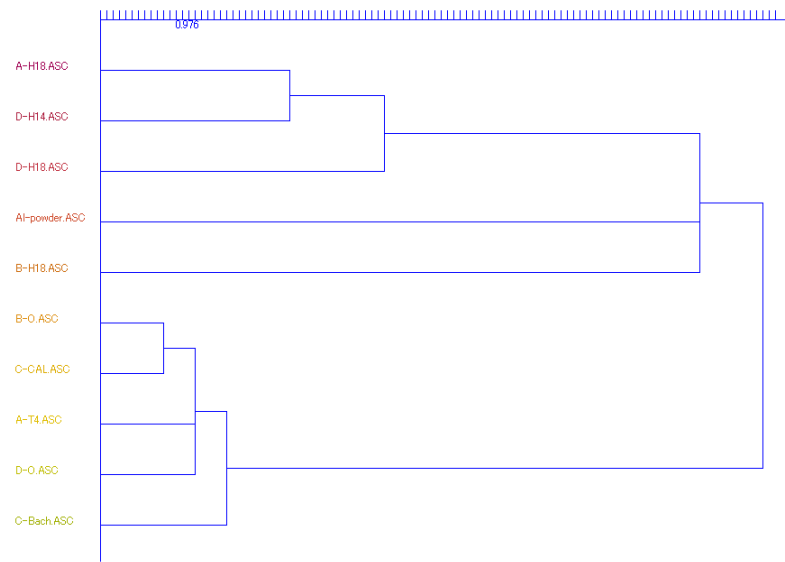
(hkl)	I(f)	d(Å)	2θ (Mo)	2θ (Cu)	2θ (Co)
(111)	100.0	2.338	17.450	38.472	44.988
(200)	47.0	2.024	20.183	44.738	52.455
(220)	22.0	1.431	28.699	65.133	77.376
(311)	24.0	1.221	33.771	72.227	94.207
(222)	7.0	1.169	35.321	82.435	99.844
(400)	2.0	1.012	41.012	41.012	124.142
(331)	8.0	0.929	44.890	44.890	148.710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

θ/θ_{scan} による逆極点(random試料との強度比率)

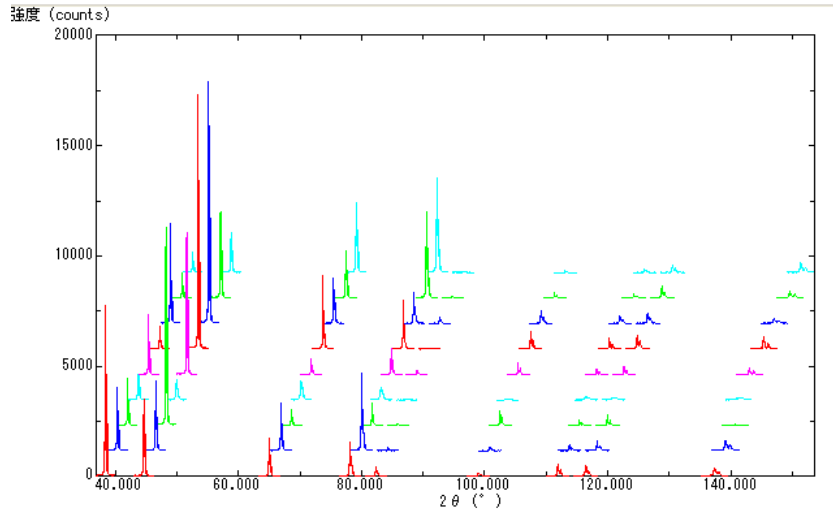
アルミニウム(合金状態と圧延が異なる)



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

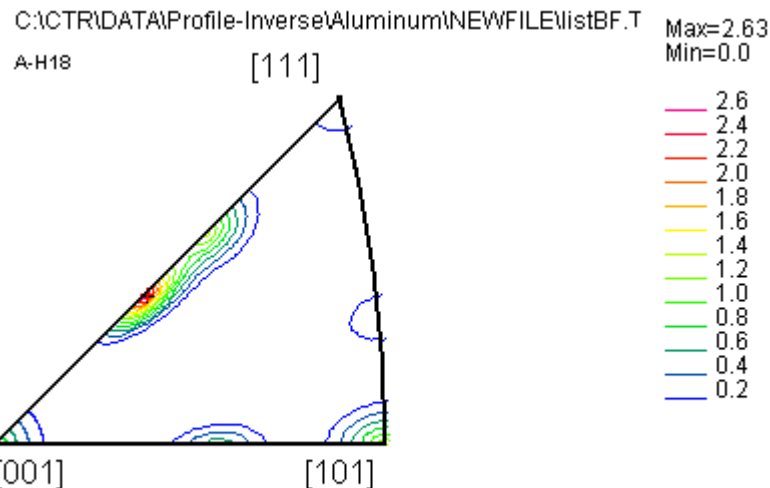
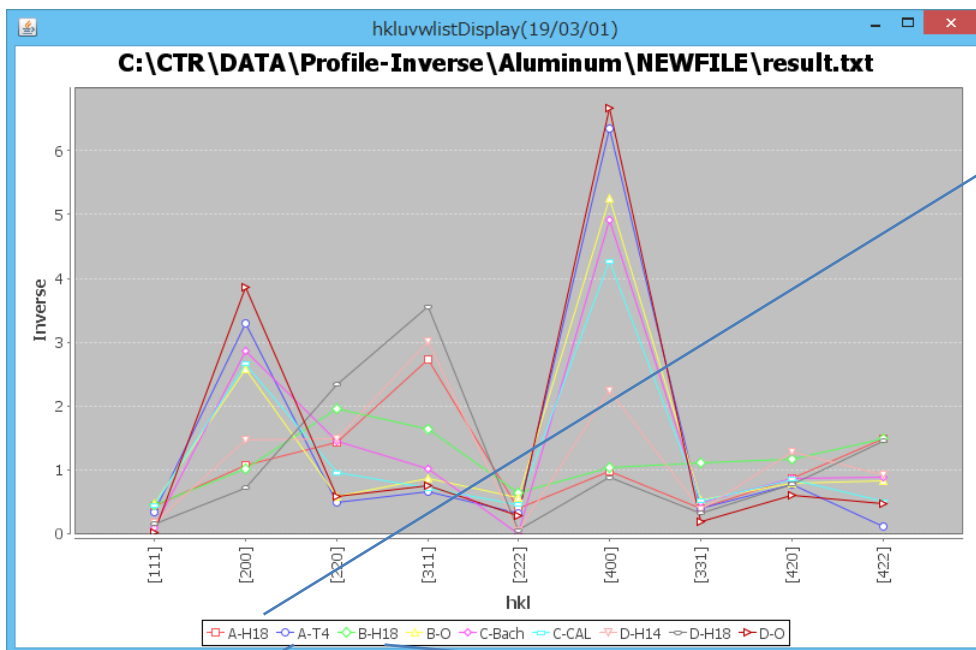
File Help

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

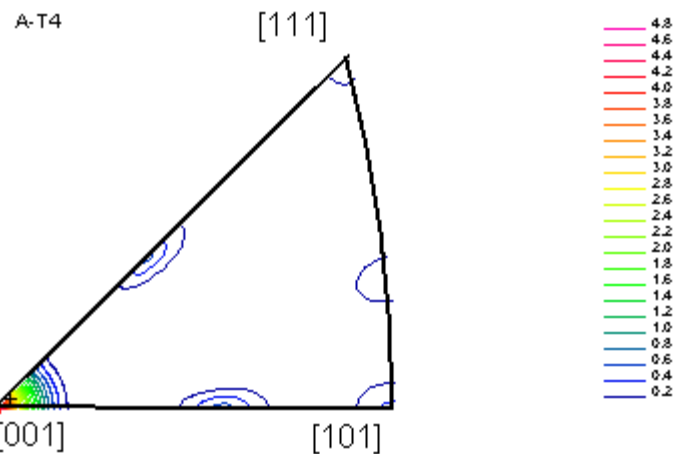
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Randommode Standardization Integration									
2		[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]
3	A-H18	0.435	1.053	1.446	2.532	0.234	0.811	0.519	0.965	1.65
4	A-T4	0.356	3.261	0.468	0.643	0.188	4.457	0.48	0.836	0.162
5	B-H18	0.52	0.968	1.942	1.545	0.572	0.781	1.289	1.1	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

逆極点の集計と逆極点図(集計表からInverseDisplayで描画)



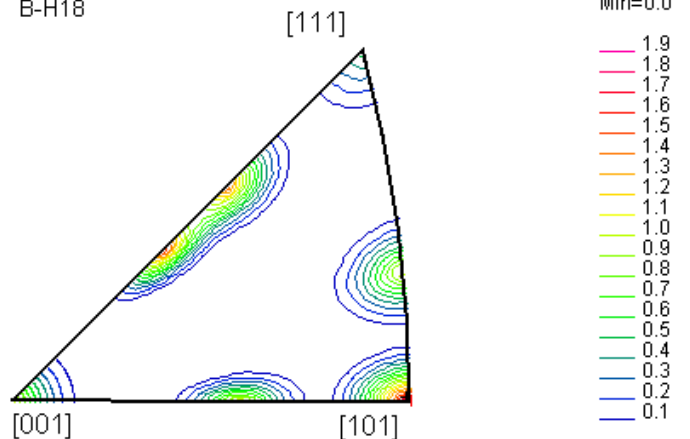
($\beta=45.0$, $\varphi=25.2$) Z=2.63 --> [1,1,3]

C:\CTR\DATA\Profile-Inverse\Aluminum\NEWFILE\listBF.T



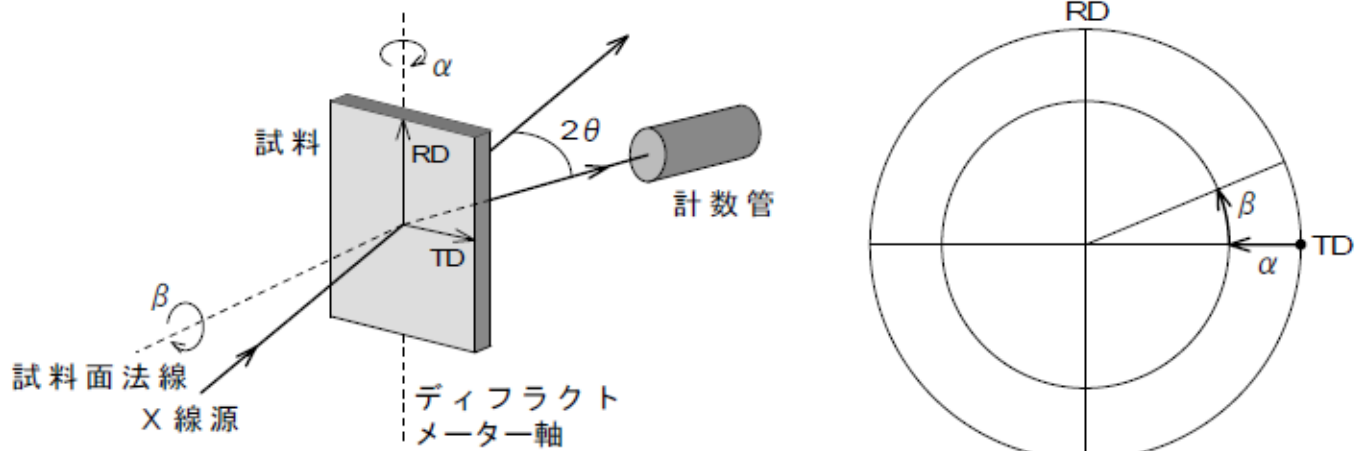
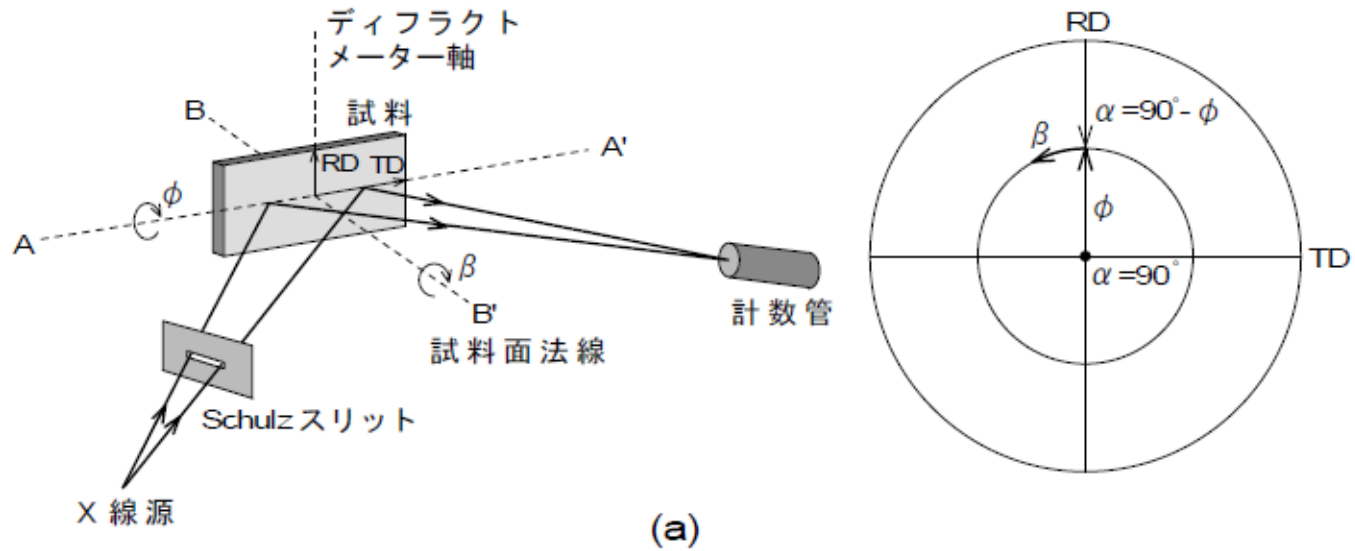
($\beta=43.1$, $\varphi=1.4$) Z=4.02 --> [0,0,1]

C:\CTR\DATA\Profile-Inverse\Aluminum\NEWFILE\listBF.TXT

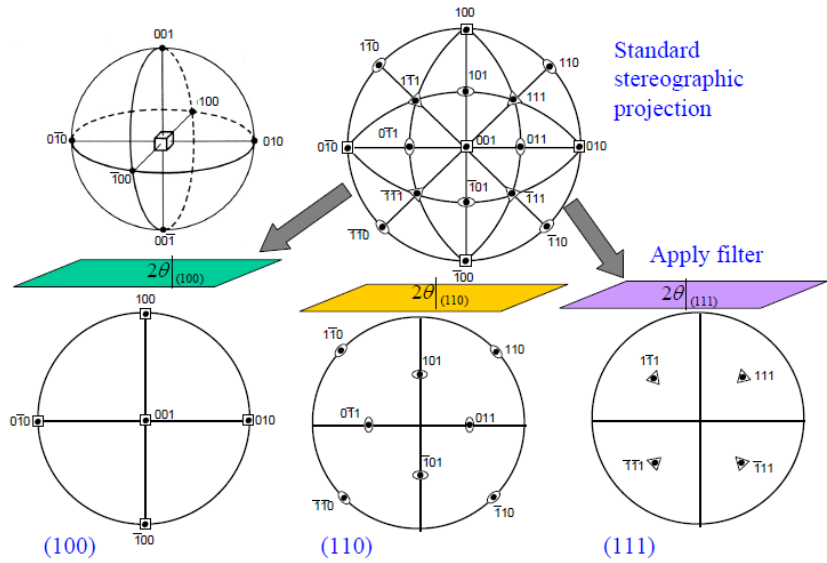


($\beta=0.7$, $\varphi=44.5$) Z=1.63 --> [1,0,1]

極点測定

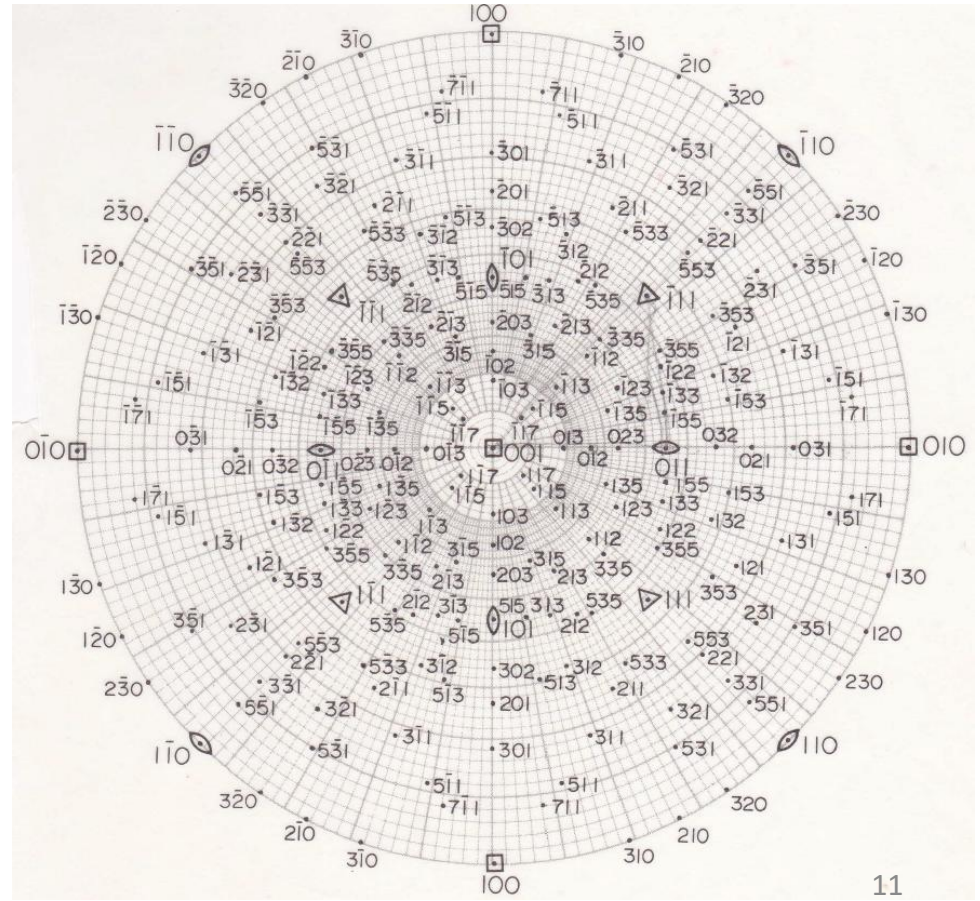


極点



(100), (110), and (111) pole figures of CUBE {001}<100>

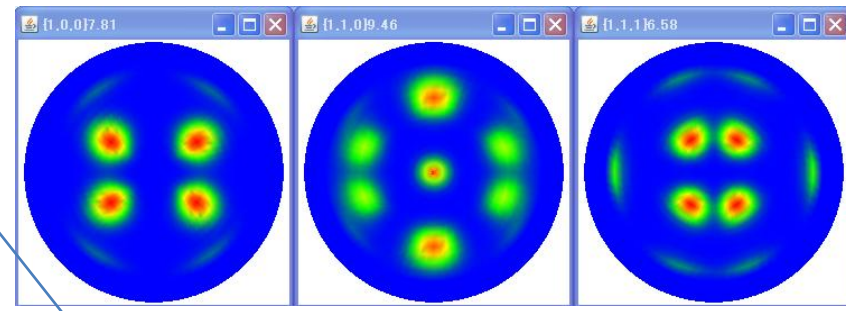
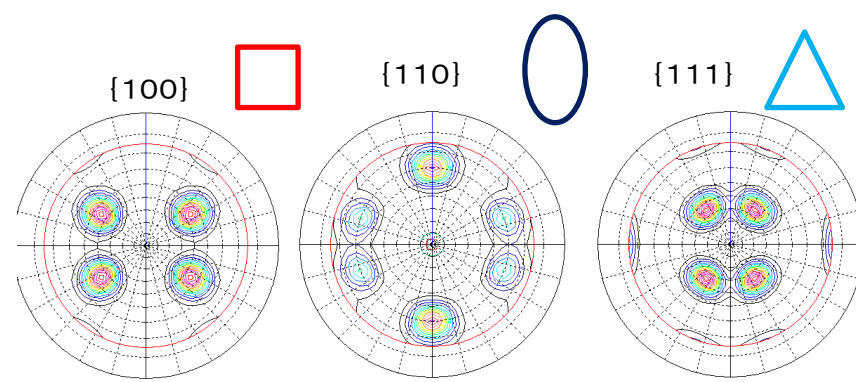
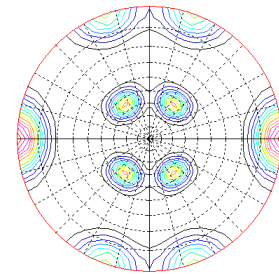
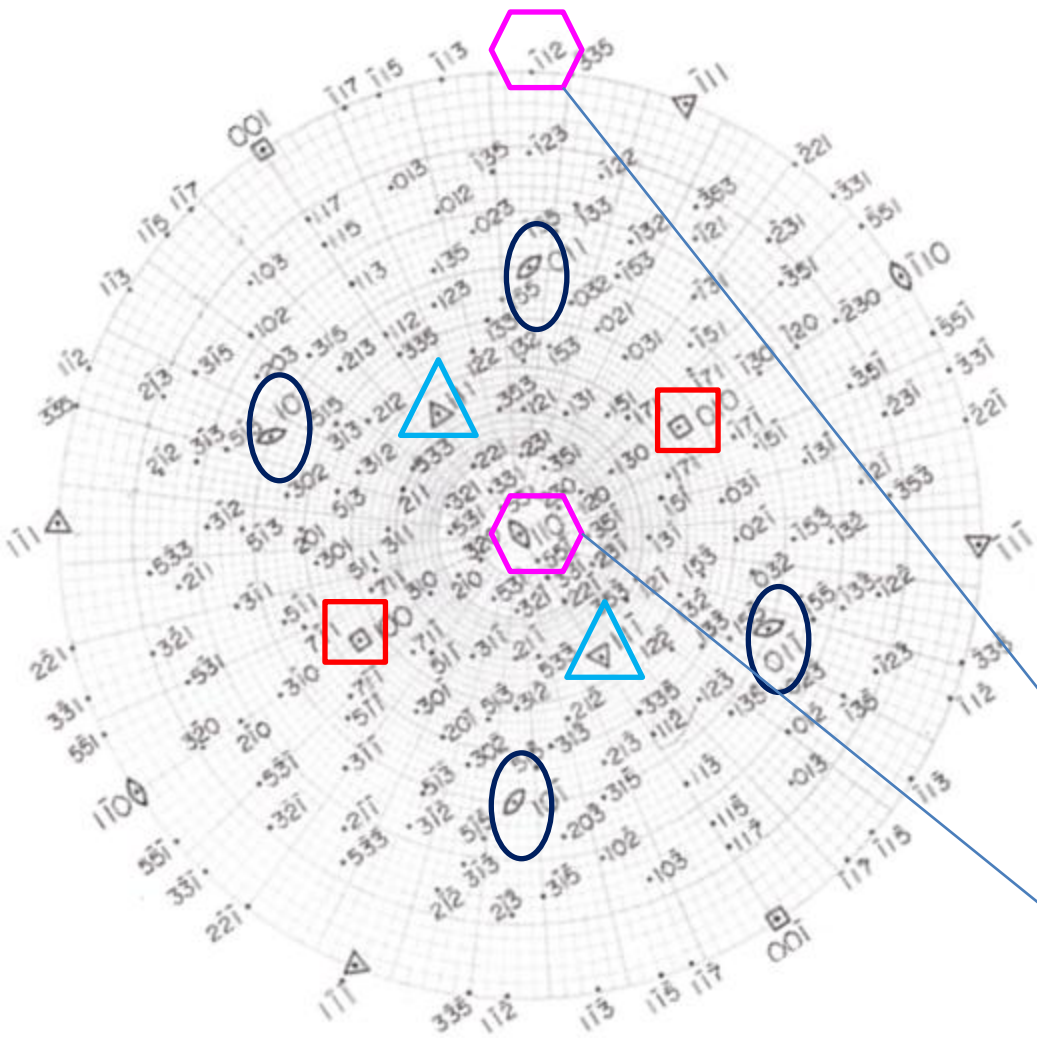
14



11

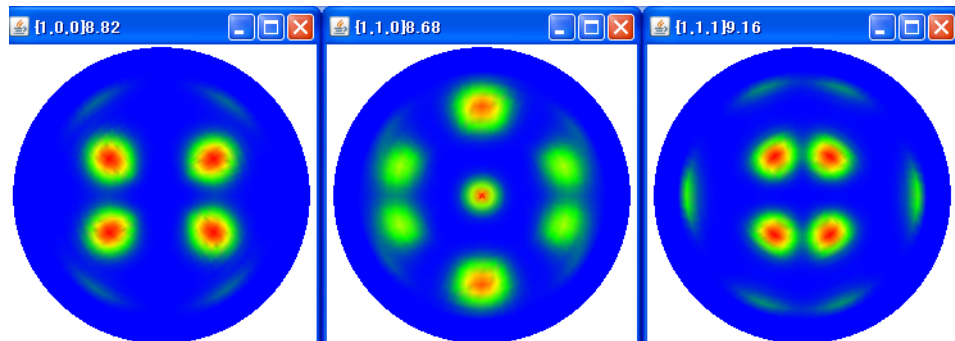
手引きの極点図を標準ステレオ投影図から $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ の決定

複数標準ステレオ投影図から一致する投影図を見つける。回転も必要なケースもある。



極点図をすべて説明出来る投影図から
投影図の中心(Plane)と上の方向(RD)
 $\{110\} \langle -112 \rangle$ が決まる。

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	325.0	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

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. 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

手引きの極点図をPoleHKLUVSearchソフトウェアで {hkl}<uvw>の決定

結晶方位の決定

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

Material select: Cubic

Holder: C:\tmp\brass

File Name: 100_chS_2.TXT 110_chS_2.TXT 111_chS_2.TXT

{HKL}: {1,0,0} {1,1,0} {1,1,1}

Peak Search: Peak search minimum level: 0.1, Same peak scope(degree): 15, Search button highlighted.

Exclude: start angle(1=0.0), Minimum level: 1.0

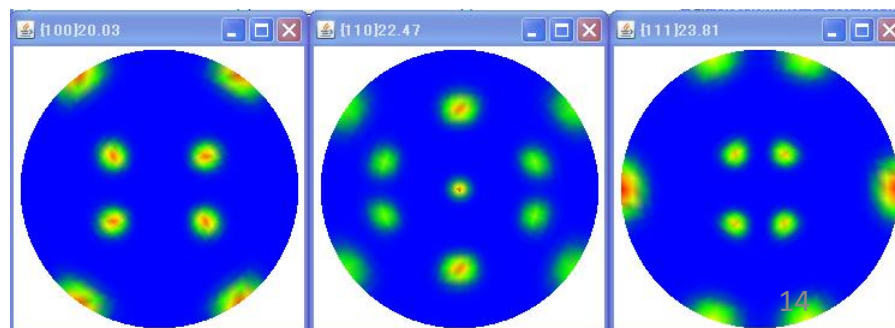
HKLUVSearch: Limit Distance: 7.5, Manual HKLUVW button highlighted.

AutoHKLUVW: Minimum level: 1.0, Auto HKLUVW button.

TextDisplay 1.11S C:\CTR\work\PoleHKLUVSearch\RESULT.TXT

File	Help
1,0,0	aangle bangle Polelevel
0	45.0 55.0 8.81 {110}<-1-12>(0.0)
1	45.0 125.0 8.81 {110}<-1-12>(0.0)
2	45.0 235.0 8.81 {110}<-1-12>(0.0)
3	45.0 305.0 8.81 {110}<-1-12>(0.0)
1,1,0	aangle bangle Polelevel
0	90.0 0.0 8.68 {101}<-52-5>(0.0)
1	30.0 0.0 7.28 {110}<-1-12>(0.0)
2	30.0 70.0 3.64 {101}<-52-5>(1.0)
3	30.0 110.0 3.64 {101}<-52-5>(1.0)
4	30.0 180.0 7.28 {110}<-1-12>(0.0)
5	30.0 250.0 3.64 {101}<-52-5>(1.0)
6	30.0 290.0 3.64 {101}<-52-5>(1.0)
1,1,1	aangle bangle Polelevel
0	55.0 35.0 9.15 {110}<-1-12>(0.0)
1	55.0 145.0 9.15 {110}<-1-12>(0.0)
2	55.0 215.0 9.15 {110}<-1-12>(0.0)
3	55.0 325.0 9.15 {110}<-1-12>(0.0)
Result	
	{101}<-52-5> {110}<001> {110}<-1-1> {110}<-1-12> {112}<11-1>
1,0,0	0.0 0.0 0.0 1.0 0.0
1,1,0	0.55 0.2 0.14 1.0 0.25
1,1,1	0.0 0.0 0.0 1.0 0.0

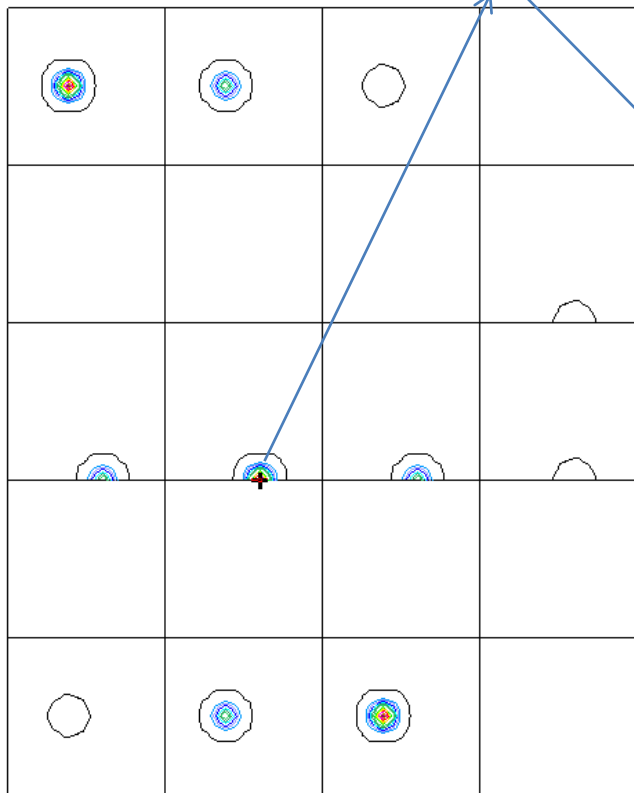
再計算極点図



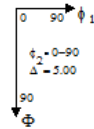
ピークサーチから方位の決定を行い、再計算極点図を表示する

ODF図から結晶方位を求める

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



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



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

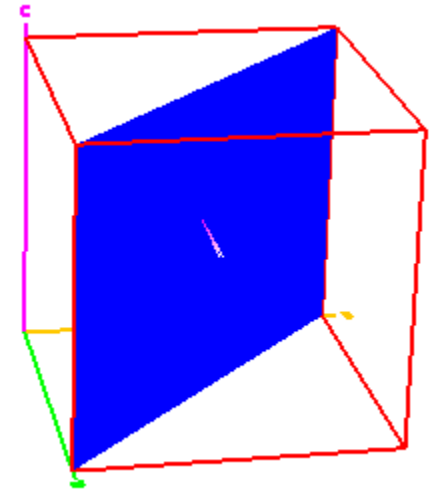
$$k = n \sin \Phi \cos \varphi_2$$

$$l = n \cos \Phi$$

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

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

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



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

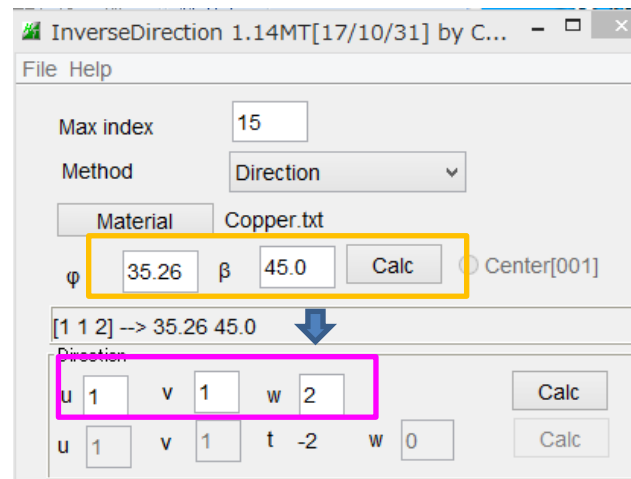
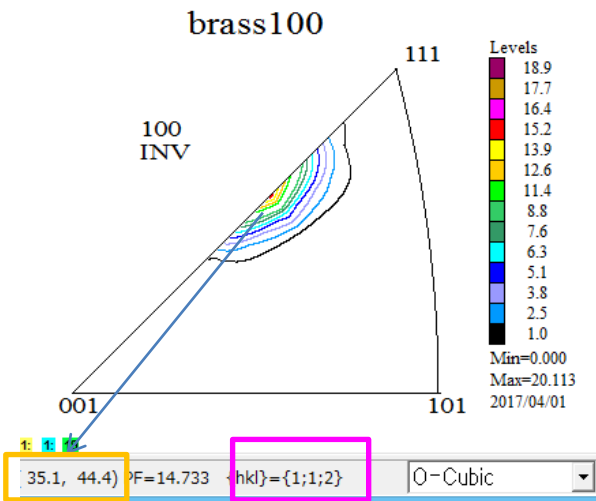
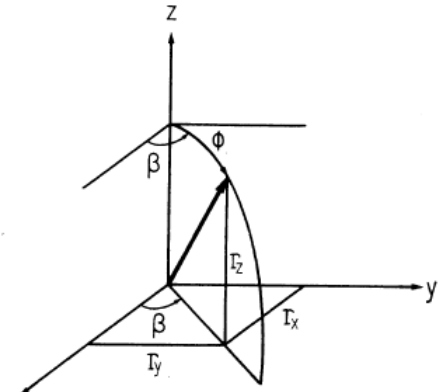
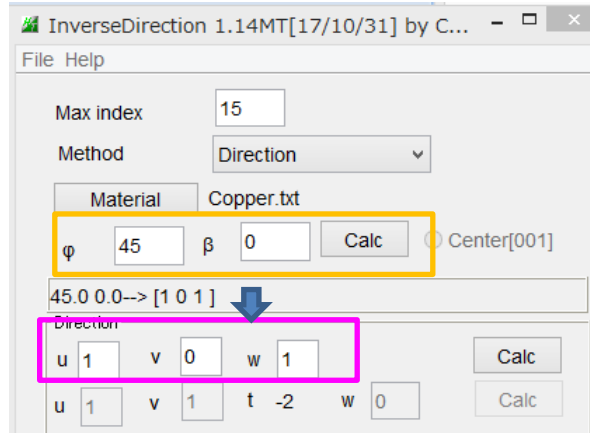
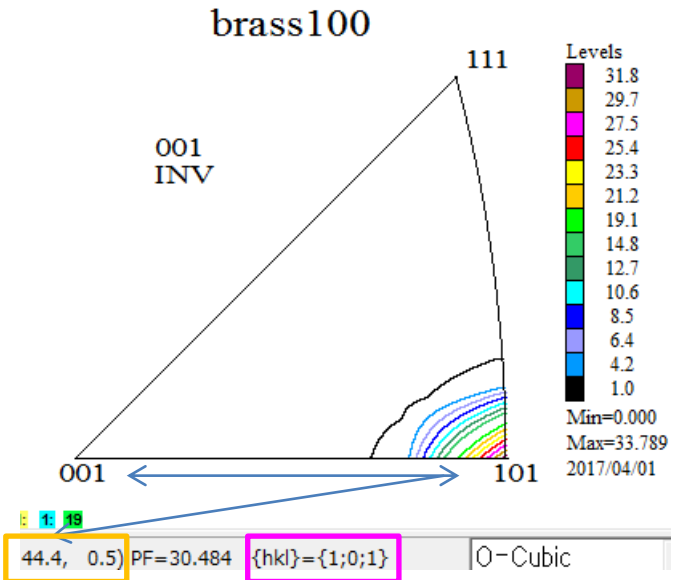
Miller Indices
(hkl)[uvw] 1 1 0 1 -1 2 Calc

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

逆極点図(Direction)から結晶方位を求める

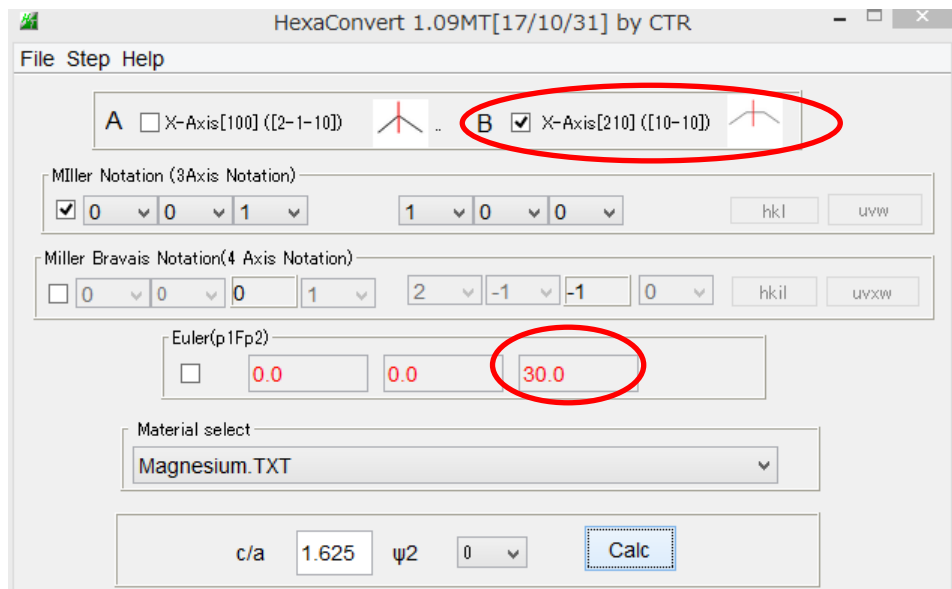


$$h = n \cdot \sin \Phi_{ND} \cos \beta_{ND}$$

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

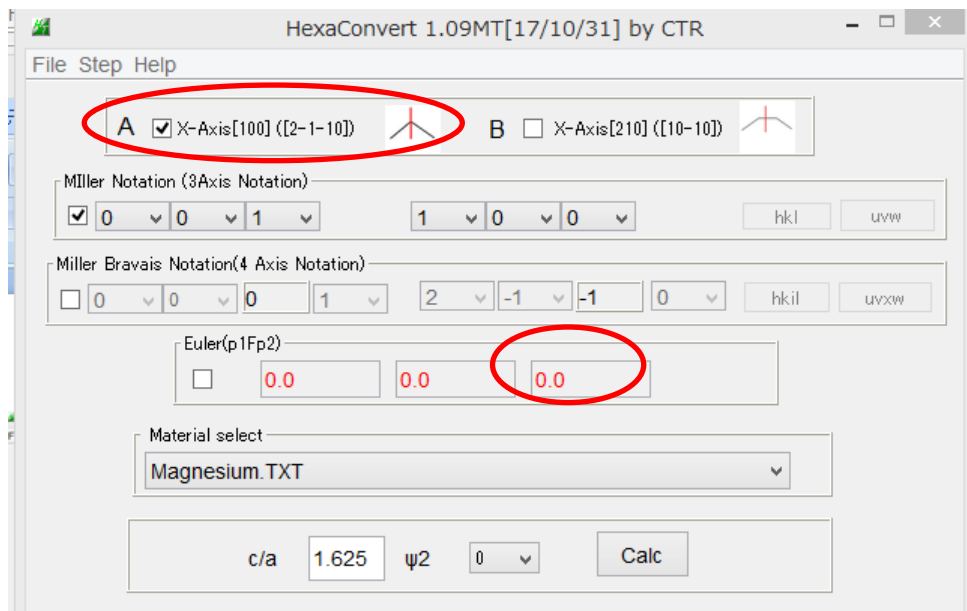
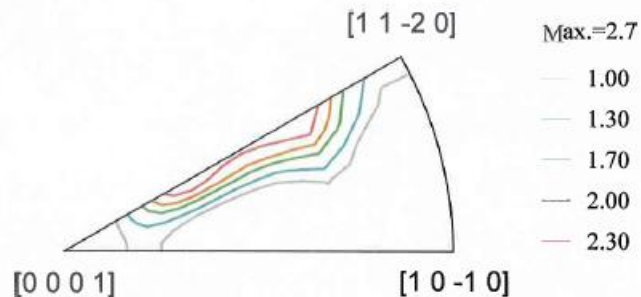
$$l = n \cdot \cos \Phi_{ND}$$

Hexagonalは3指数 \leftrightarrow 4指数表示、X軸

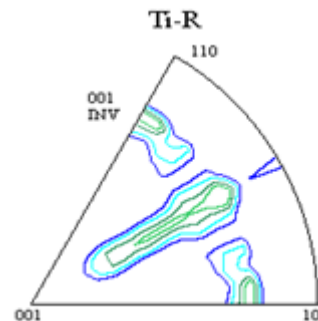


X軸は[10-10]が一般的です。
 LaboTexは3指数でX軸は選択軸の取り方で ϕ 2角度が30度シフト

逆極点図(一般的な表示)
 Direction表示



LaboTexは3指数でPlane表示

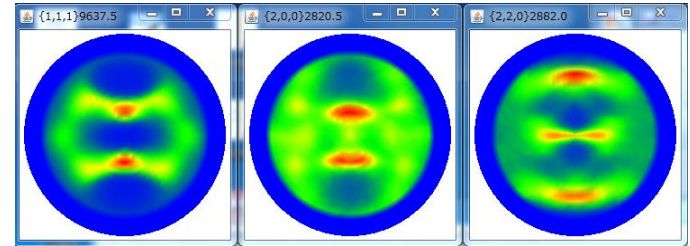


極点測定からODF

極点測定

1面から4面(直接法ODFでは1面が可能)

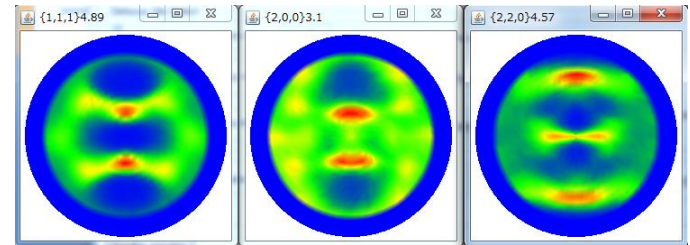
Harmonic法 — StandardODF, popLA-Harmonic
 直接法 — popLA-WIMV, TexTools, LaboTex, Vector



極点処理

バックグラウンド補正、defocus補正、疑似規格化

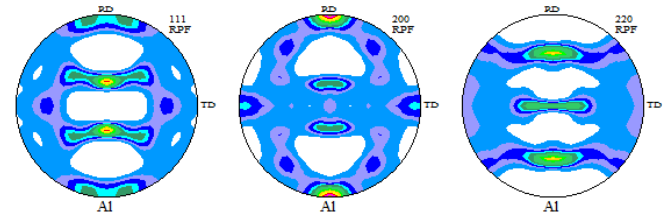
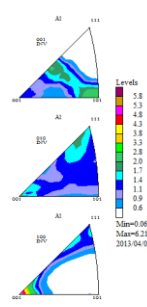
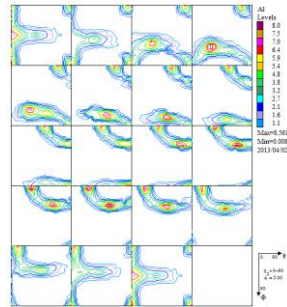
規格化は完全極点図時成り立つ、
 不完全極点図のため、疑似規格化とする



ODF解析

結晶方位図(ODF), 再計算極点図、逆極点図

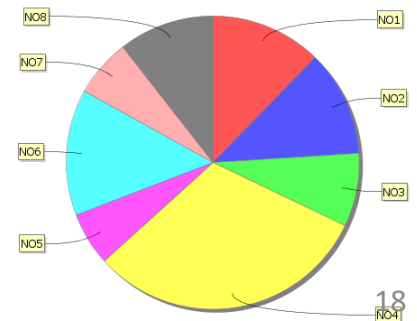
ODFは方位が分離される。極点図は材料座標系、逆極点図は結晶座標系表現



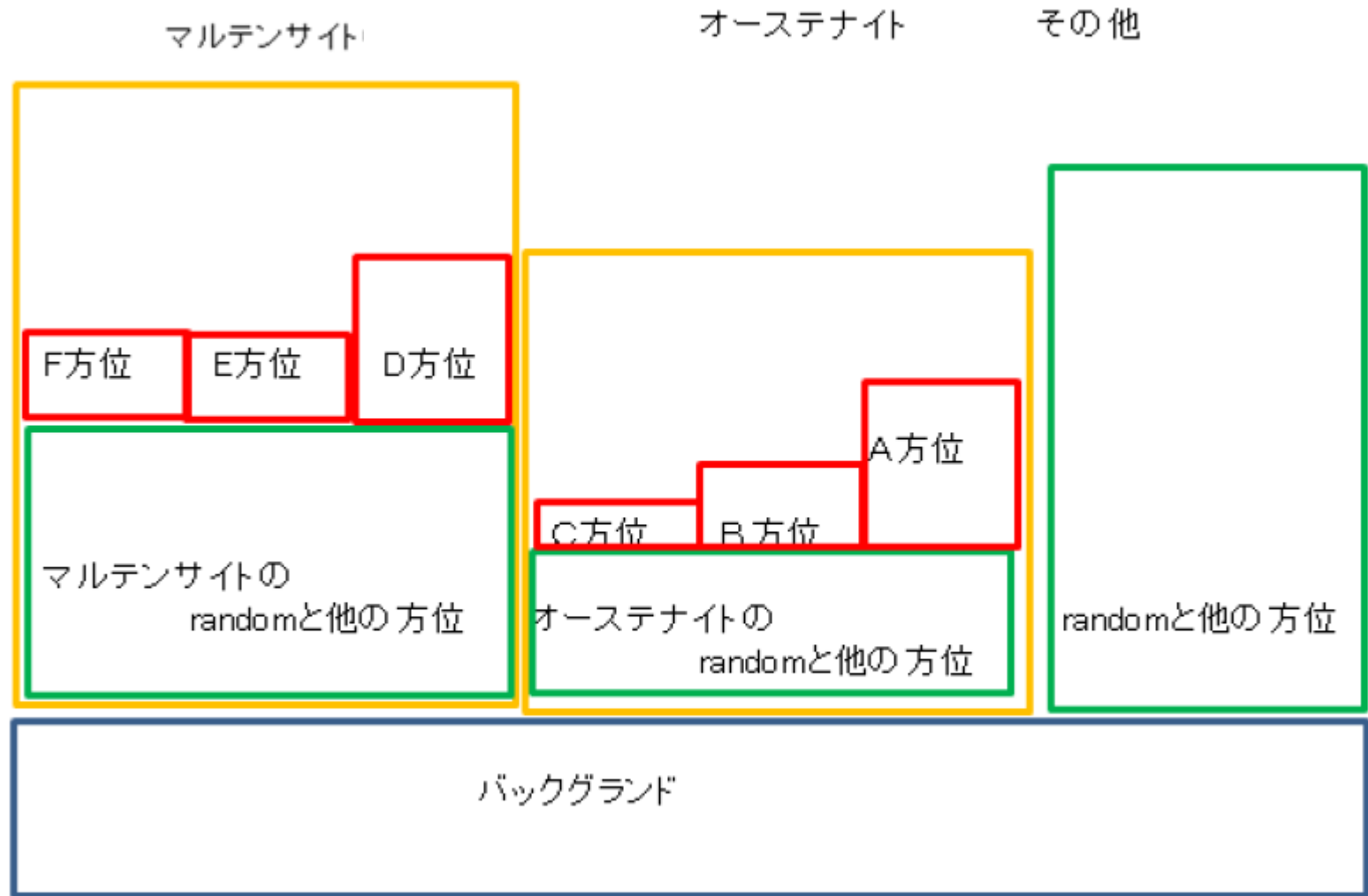
VolumeFraction

結晶方位(Orientation)の定量(VF%)を計算

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			



極点図のバックグラウンドとrandom



バックグラウンドを削除したVolumeFraction計算の**Other**は、random + 他の方位が含まれる

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、

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

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

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

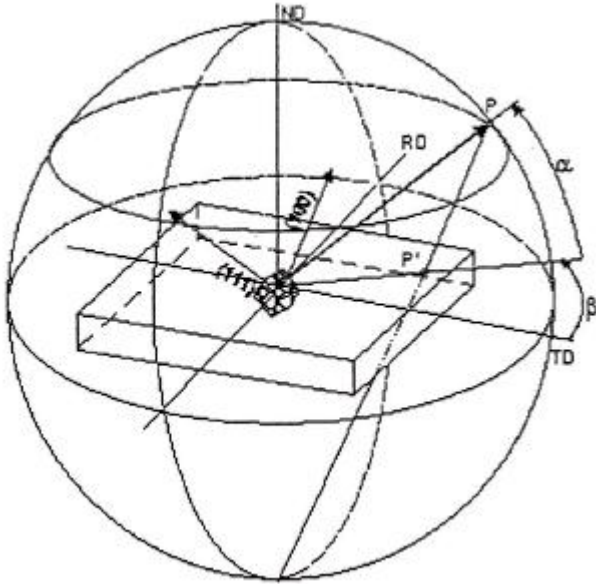
受光側に平行スリット

残留応力を含む試料測定には不向き

defocus補正量が大きい

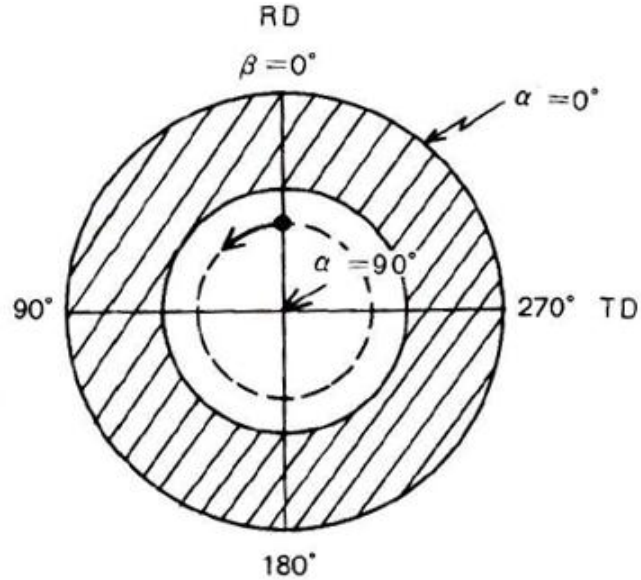
Rigaku-PANalyticalの測定

PANalytical社の光学系



TD方向を $\beta=0$ としているので、
測定時、RD方向をビーム方向に合わせる
試料の回転方向はCWなので、
データの並びは、CCW方向である。

Rigakuの極点図



測定時、RD方向をミームに対し90度とし、極点図の
外側から測定を行っている。
試料の回転方法とデータの並びは同一である。

LaboTexのデータの並びはCWである。

非対称極点図の場合、ODF図がシフトするので注意が必要

極点処理

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

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

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

吸収補正

回折が発生する体積の変化に対する補正

Defocus補正

受光スリット部におけ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。

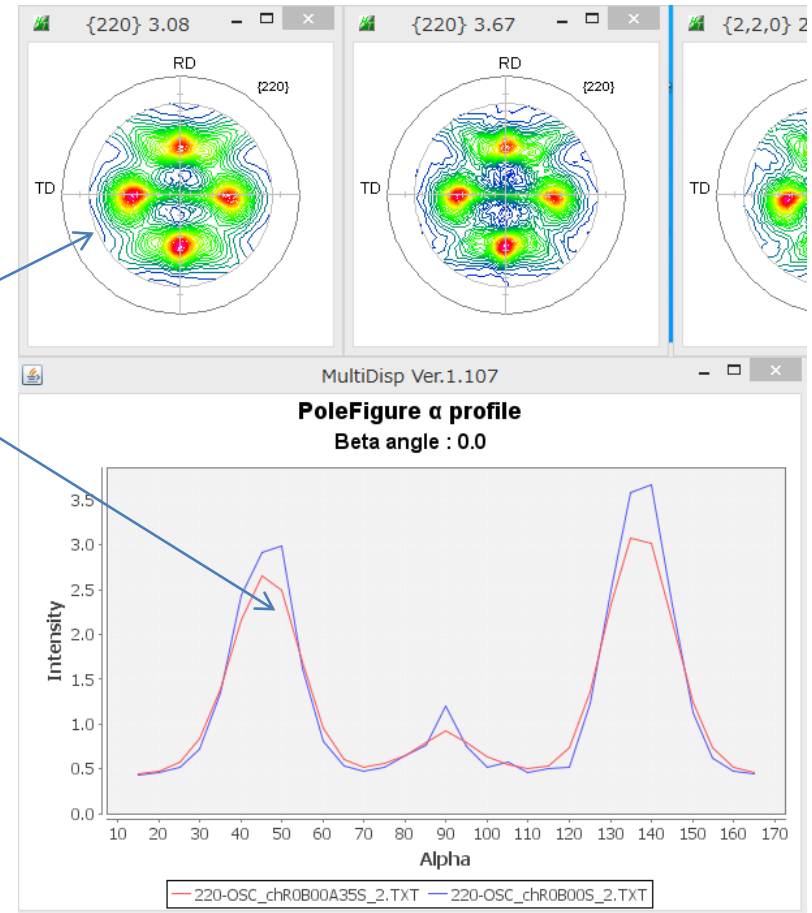
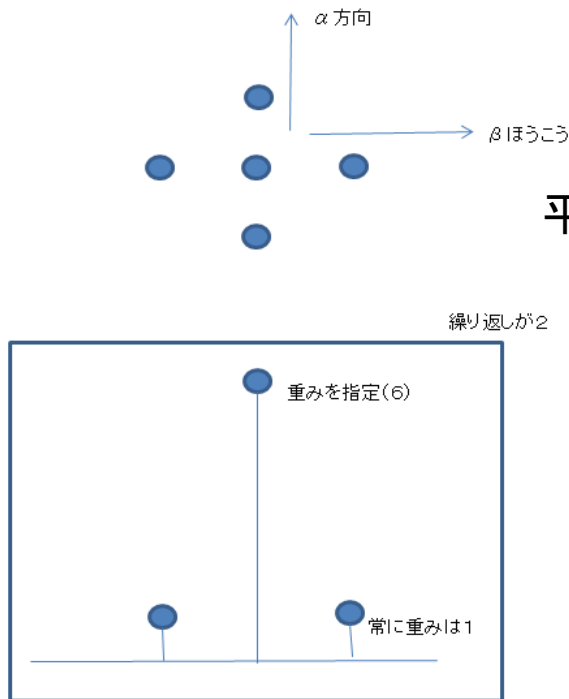
データの平滑化

粒径が粗い(照射エリアが狭い)場合、極点図の平滑化を行う。(測定時揺動出来たら最適) 平滑化で重要な事は、平滑化前と、平滑化後で極点図の相対密度変化を極力抑える。

この為には、極点図の α 方向の両終端データの扱いが重要である。

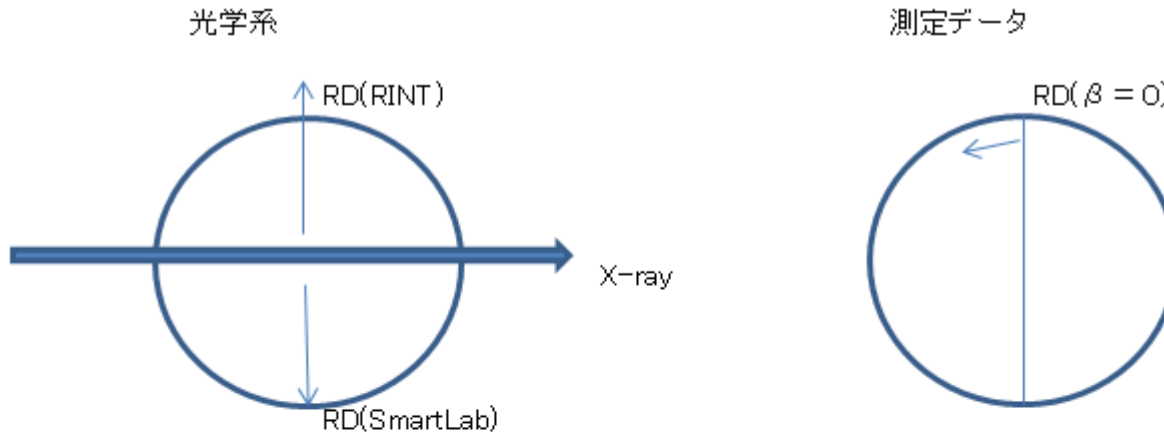
従来、Savitzky-Golayによる平滑化を利用していたが、相対密度が変化しています。CTRソフトウェアでは相対密度変化量を少なくする手法が採用されています。

バックグラウンドデータを確認、平滑化や修正も必要になることもあります。(ODFPoleFigure2機能)

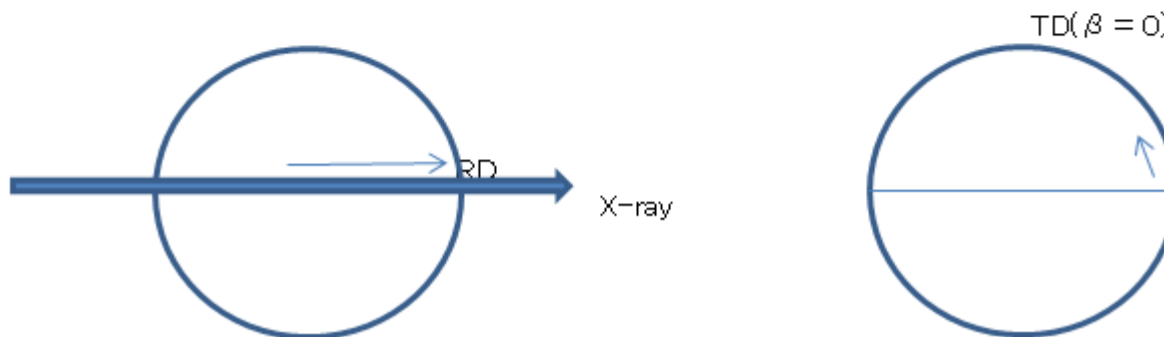


5点データによる繰り返し重み付き移動平均が行われる

RD方向

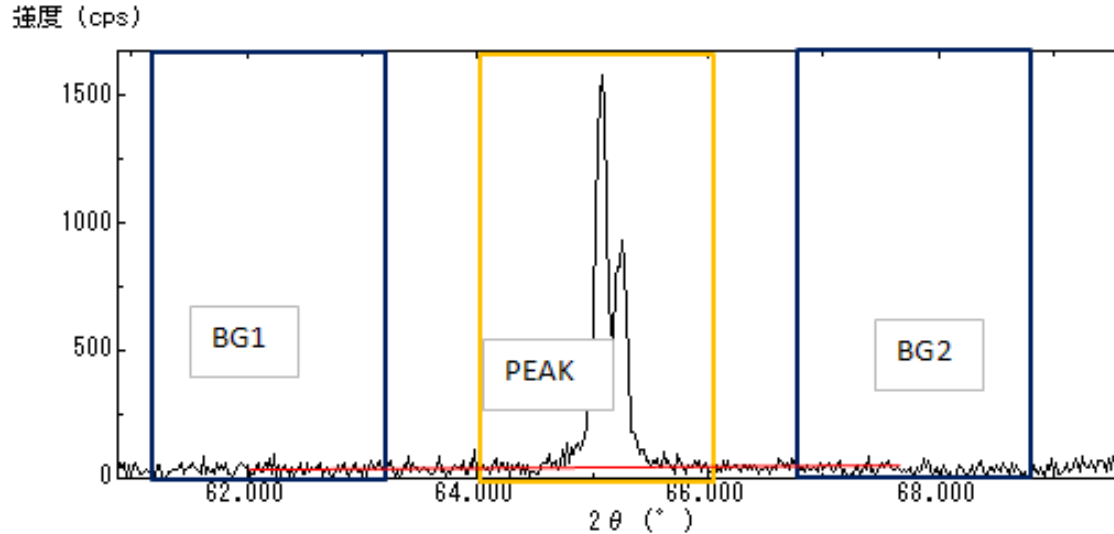


β 0 - \rightarrow 360を5度間隔で測定する場合、測定内部で
Continuous Scanning - 2.5 - \rightarrow 362.5
Fixtime scanning 0 - \rightarrow 360
を測定し、測定データを同一にしています



通常、RD方向に対し極点図は線対称になります。
対称になるように、極点図を回転します。

極点測定(積分強度とバックグラウンド)



測定は、受光側スリットを十分に拡げて積分測定
ピーク積分測定とバックグラウンド積分測定のスリット幅は同じ
バックグラウンド測定は、 2θ 角度は、PEAK ± 3 deg.の位置
粒径が小さく、配向が強い場合、 β scanspeedは、Maxで測定可能
バックグラウンド測定は1点で、peakscanspeedの1/10とし、強度変動を抑える。
粒径が大きい場合、試料を揺動し、ビームがはみ出さないDSを使う
スピードは、揺動周期時間、あるいは、1/2揺動周期時間の倍数で測定

粒径の確認、 θ scanによるロッキングカーブ測定
鋭いピークが発生する場合、揺動する。測定されるバックグラウンドプロファイルを確認し、バックグラウンドの修正や平滑化を行う。
本来、バックグラウンドは、ピーク積分強度 β 方向の最小値以下であるが、ピーク積分強度も変動する。

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。

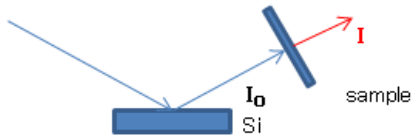
透過法 (Decker 法)

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



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

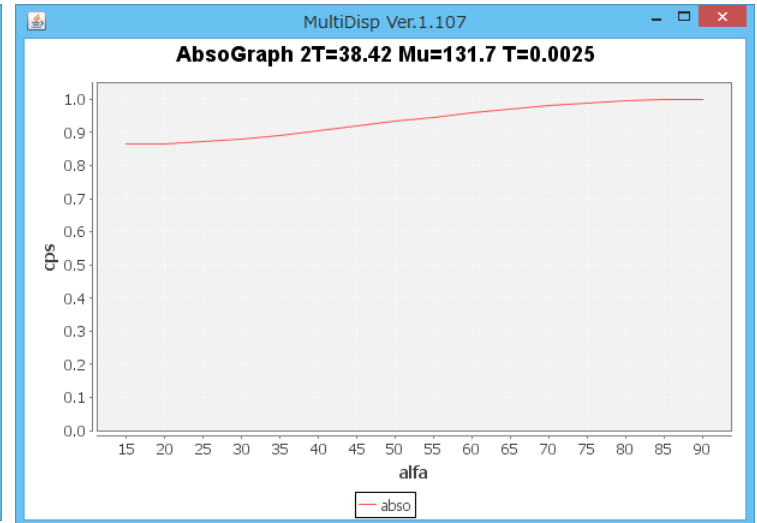
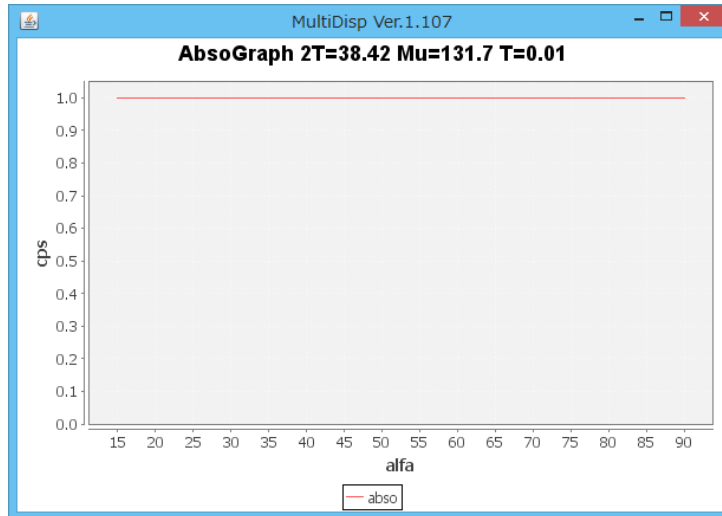
文献よりアルミニウム μt を求める

質量吸収係数 μ/ρ (cm²/g) CuKα = 48.6

密度 (g/cm³) 2.71

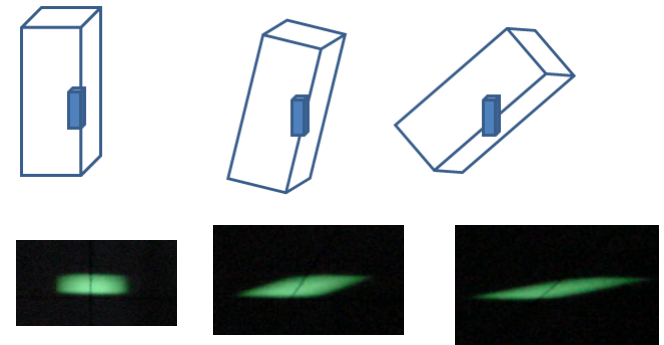
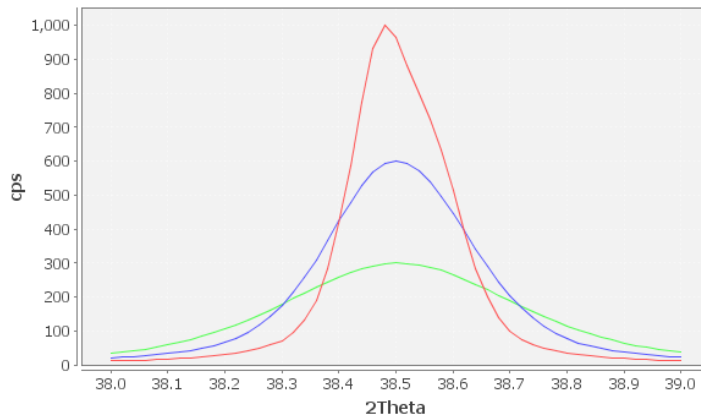
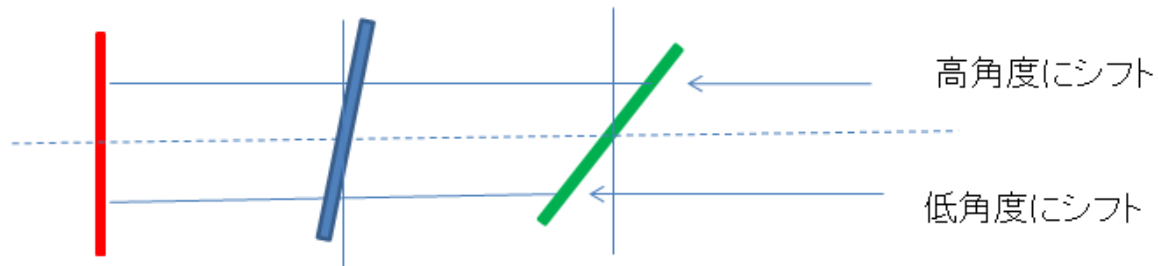
μt = 131.7

μtによる補正量

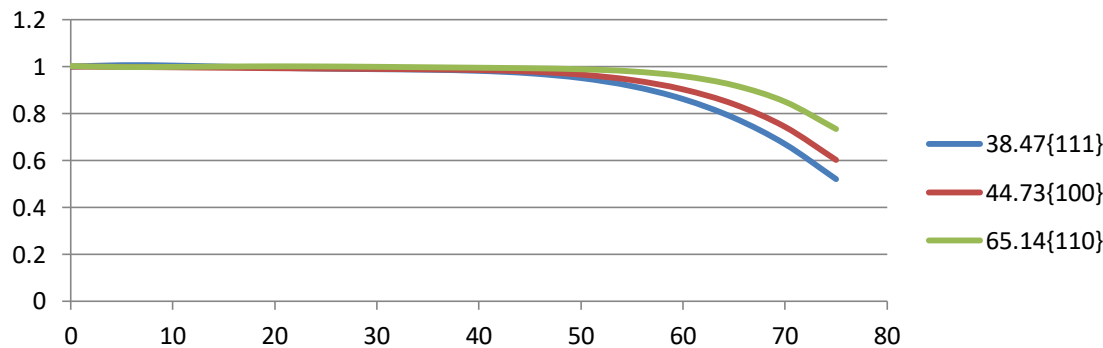


μt = 1 では吸収補正は不要

試料を傾けるとプロファイルが広がる (Defocus)

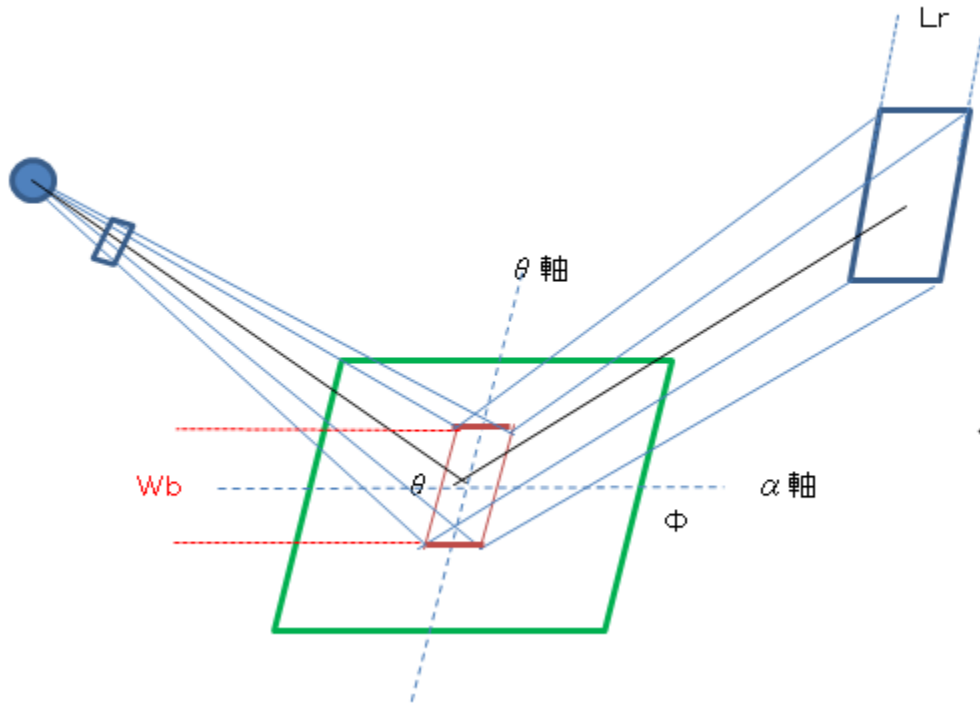


試料位置に蛍光板を置き、水平位置にカメラで撮影



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、極点図の中心を0.0、極点図の外側で徐々に強度が低下
Defocus曲線は、照射X線ビーム幅、測定 2θ 角度、受光スリット幅に影響されます。通常照射X線ビーム幅は一定

Defocus



以下の式でFittingが可能

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

Defocusプロフィール(Φ , Intens)は W_b (X線照射幅)、 θ (入射角度)、 L_r (受光スリット幅)の関数である。
ゴニオ半径、 W_b は装置により固定されている

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)

E.TENCKHOFF

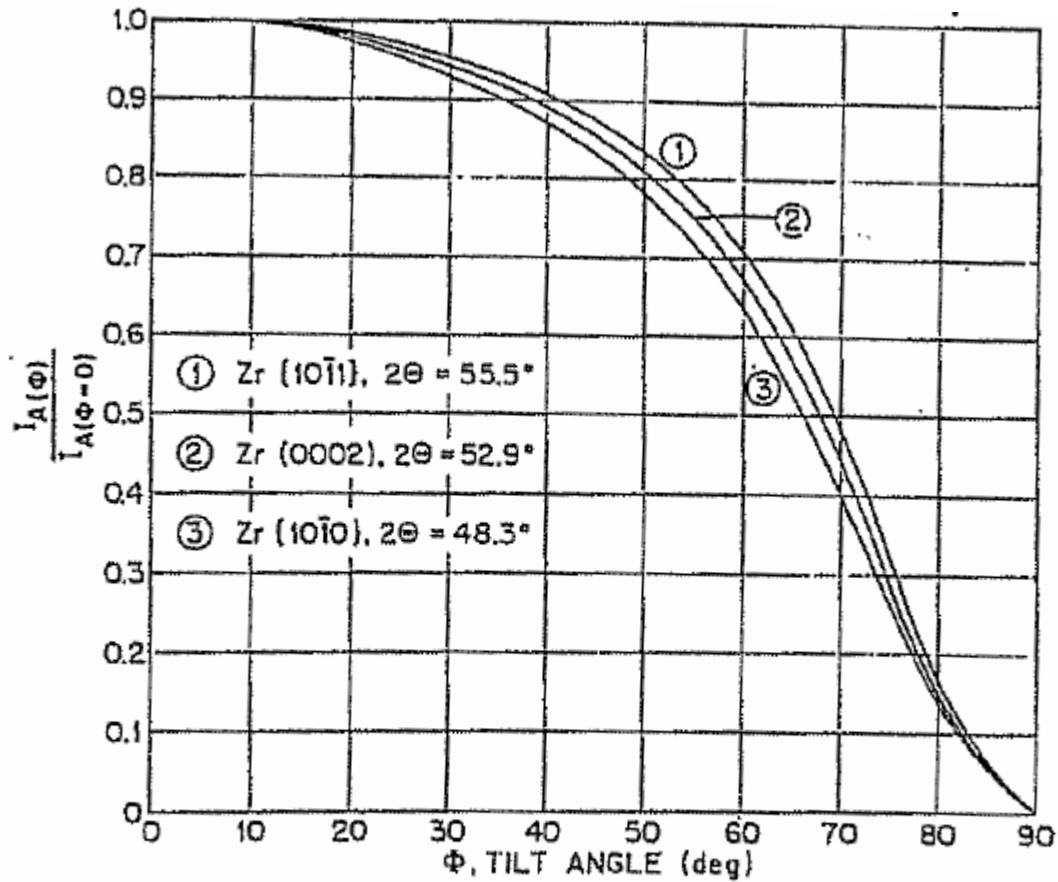
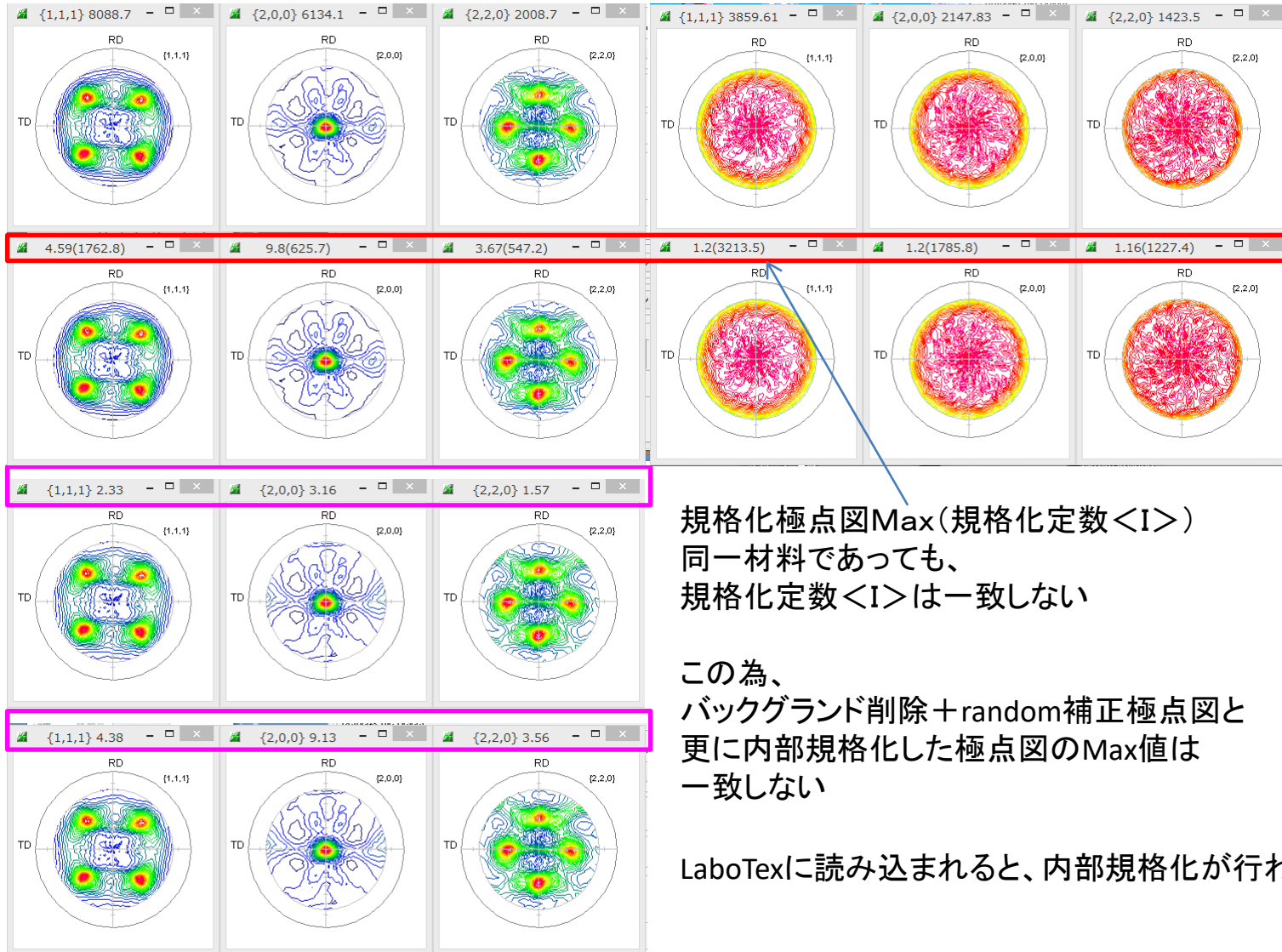


FIG. 2. Decrease in intensity with increasing tilt angle ϕ for different diffracting planes of a zirconium specimen with random orientation.

規格化

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

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



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

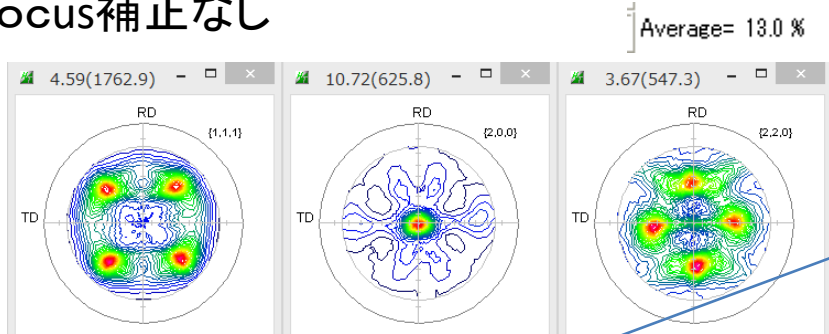
この為、
バックグラウンド削除+random補正極点図と
更に内部規格化した極点図のMax値は
一致しない

LaboTexに読み込まれると、内部規格化が行われる

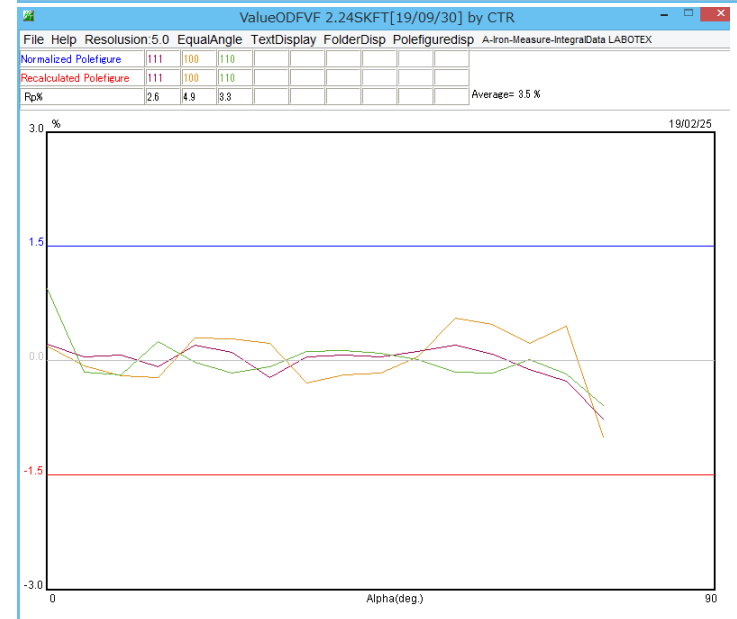
DefocusありなしRp%比較(ODFPoleFigureのValueODFVFで計算)

$$RP_{\{hkl\}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\{PF_{exp.}\}_i - \{PF_{calc.}\}_i}{\{PF_{exp.}\}_i} \right| \cdot 100\%$$

Defocus補正なし

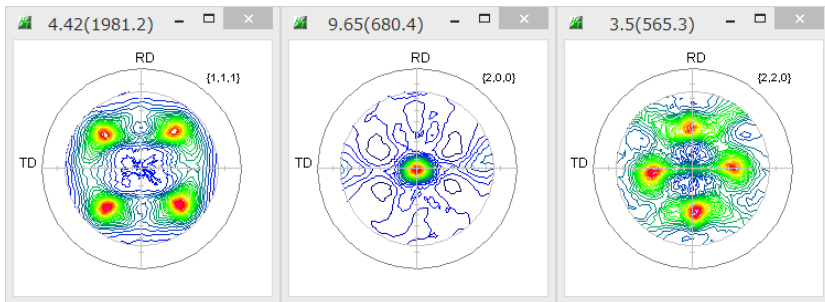


Defocus補正を行わないと、ミダレと極点図外周に向け落ち込みが測定される
この落ち込みからdefocusが計算可能(ODFPoleFigure2で実現)



計算Defocus補正

Average= 3.5 %



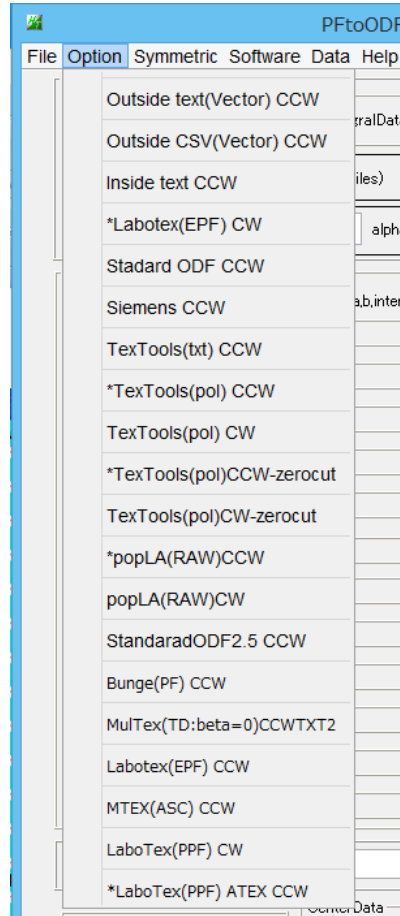
ODFPoleFigure2の計算defocusを使用
Random試料がなくても
受光スリット幅と測定2θ角度からdefocus計算

計算defocus補正はODFPoleFigure2で実現

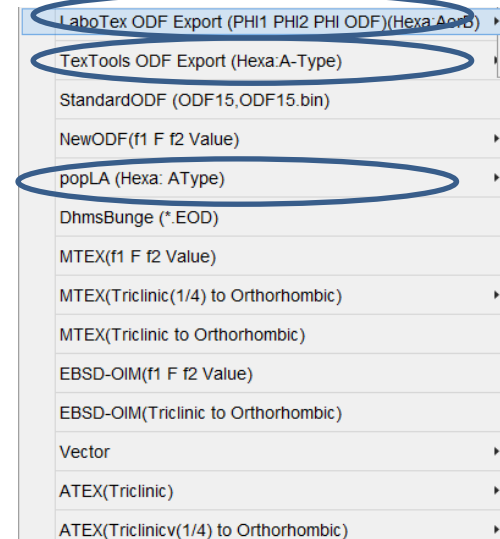
参考: <http://helpertex.sakura.ne.jp/Soft/DOC2/redefocusbyValueODFVF.pdf>

ODF

Hexagonal表示がA-TypeのODF

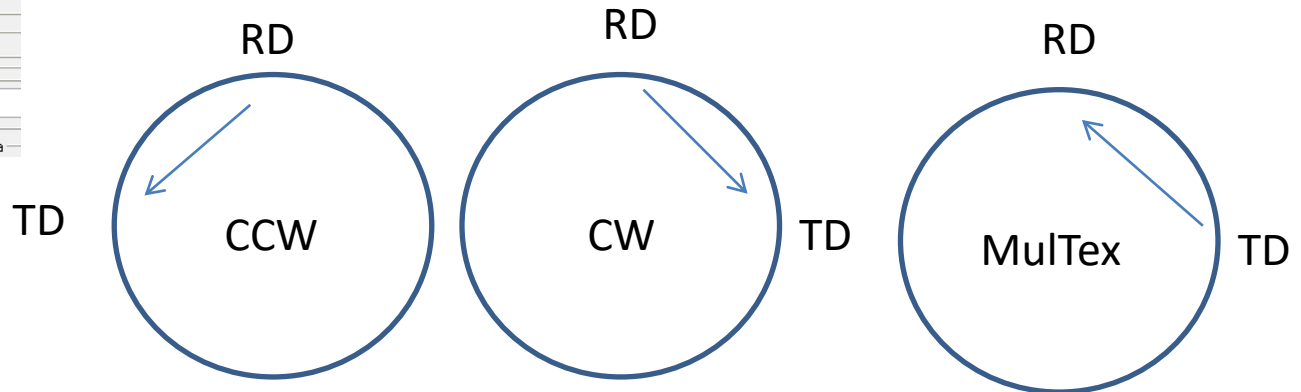


Vector
 LaboTex
 StandardODF
 TexTools
 popLA
 Bunge
 MulTex
 MTEX
 ATEX



CW,CCWは、極点図データの並びで、CWはRD->TDが時計回り方向
 CCWはRd->TDが反時計方向

* が該当ODFの標準



回転方向で非対称でODF解析した場合、 $\phi 1$ 角度が90度シフト。
 ODFのX軸(A-Type,B-Type)で $\phi 2$ 角度が30度シフトする

ODFソフトウェアの特徴

	StandardODF	popLA	LaboTex	TexTools	MTEX
メーカー	府立大井上先生	Los Alamos	LaboSoft	Resmat	
解析法	Hermonic	WIMV, Hermonic	ADC	ADC	Hermonic
Windows	XPからWin10	Dos	XPからWin10	XPからWin10	Win10確認
極点図	中心から	中心から80度	制限なし	制限なし	制限なし
Cubic	○	○	○	○	○
Hexagonal	—	○	○	○	○
Tetoragonal	—	○	○	○	○
Orthorhombic	—	○	○	○	○
Oter	—	—	○	○	○
非対称解析	Orthorhombic(1/4)	Orthorhombic(ミラー)	Triclinic	Triclinic	Triclinic
RD-TD(極点図)	—	—	CW(TDが右)	CCW(TDが左)	CCW(TDが左)
ODF図	○	—	○	○	○
再計算極点図	○	—	○	○	○
逆極点図	○	—	○	○	○
マウスカーソル強度方位	—	—	○	○	—
VolumeFraction(Integral)	—	—	○	○	○
VolumeFraction(ModelFunction)	—	—	○	—	—
その他			Project VF%からODF図		MATLAB
	XRD	XRD	XRD,EBSD	XRD,EBSD	XRD,EBSD

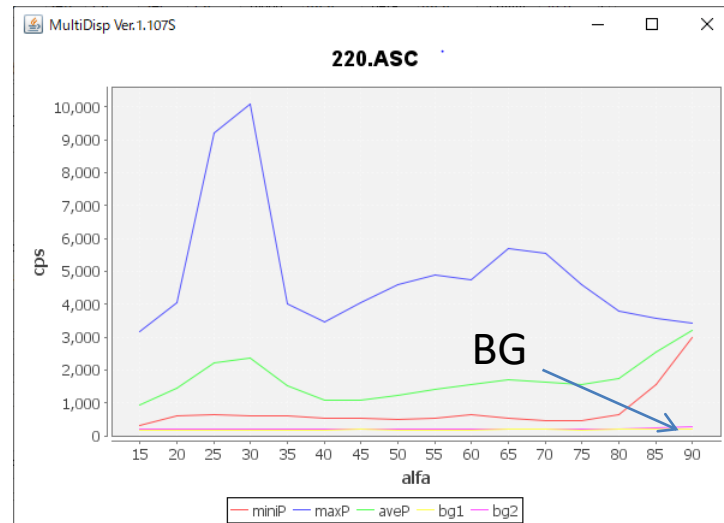
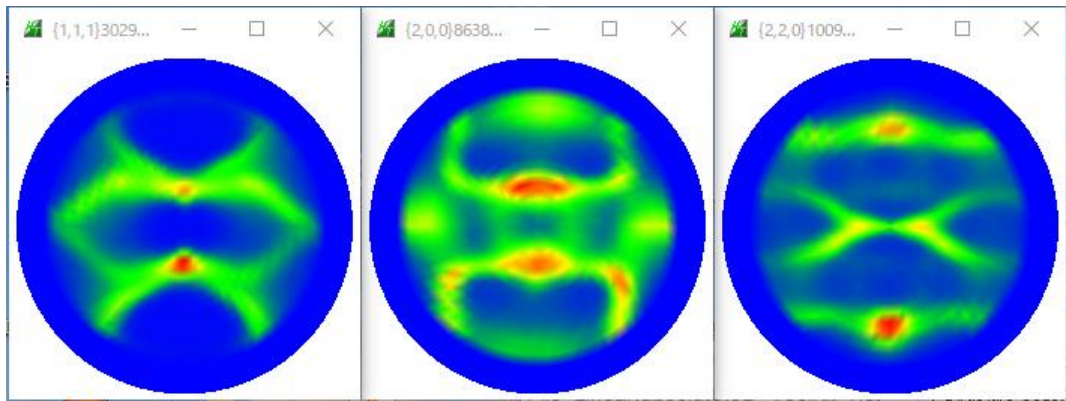
入力データが同じでも、計算ODFは解析方法やソフトウェアで異なります。
方位位置は同じであるが、各方位の強度が異なる傾向があります。

Hermonic < ADC, WIMV

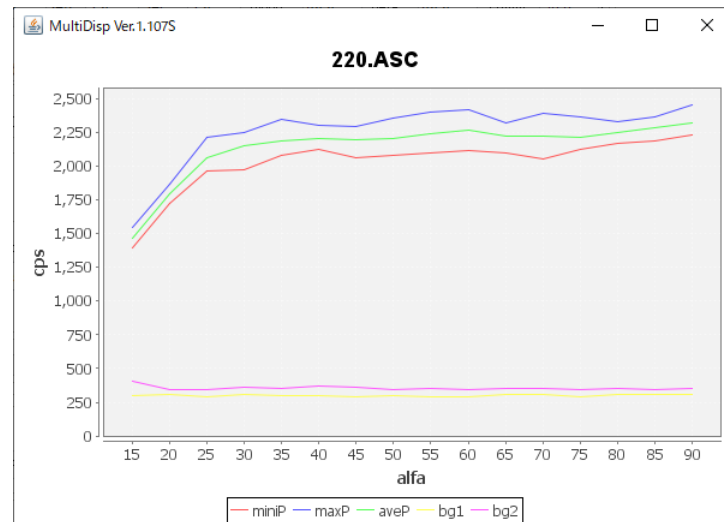
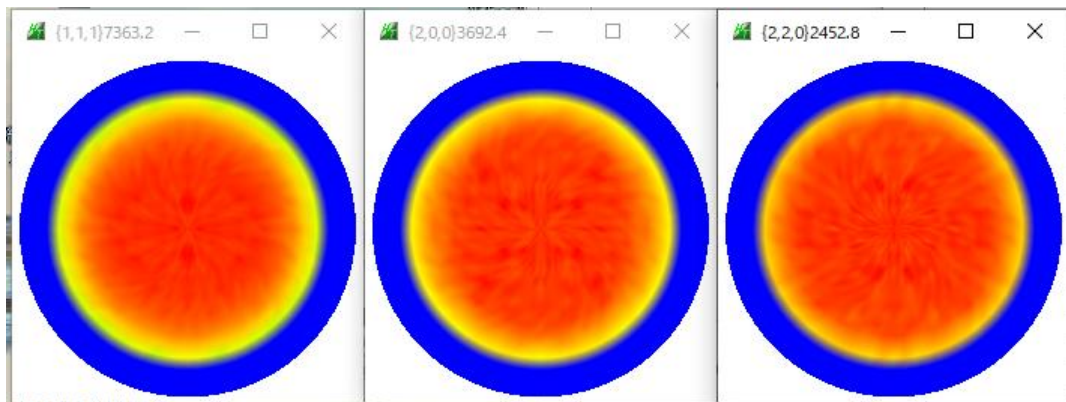
WIMV method: Williams method, Imhof methodをmatthiesとVinelが結合
ADC method : Arbitrarily Defined Cells

極点図からODF解析の実践(極点図)

配向極点図



Random極点図



Random,配向極点図のバックグラウンドを削除し、Random極点図からdefocusプロファイルを作成し、バックグラウンドを削除した配向極点図を補正する

極点図データ処理 (ODFPoleFigure2)

The screenshot shows the ODFPoleFigure2 software interface. Several sections are highlighted with green boxes and labeled with arrows:

- Background delete mode:** Includes radio buttons for DoubleMode, SingleMode, LowMode, HighMode, Nothing, and Minimum(α), along with input fields for BG defocus, Trans blinds angle, Peak slit, and BG Slit.
- Defocus file Select:** Includes a checked checkbox, radio buttons for Defocus(1) functions file, Defocus(3) function files folder, and Defocus(2) function files folder, and a checked checkbox for Search minimum EqualAngleRp% (Cubic only).
- Smoothing for ADC:** Includes a checked checkbox, Cycles (2), Weight (10), and a Disp button.
- Normalization:** Includes a checked checkbox for CTR, a Connect checkbox, and radio buttons for CenterData and Average.

Other visible elements include the File select dropdown (ASC(RINT-PC)), Calculation Condition (C:\CTR#DATA#Aluminum-H-O#Aluminum-H#111.ASC), hkl (1,1,1), Absorbance (133.0), Thickness (0.2), 2Theta (38.5), and buttons for Profile, Calc, and Connect.

バックグラウンド除去

平滑化

Defocus補正

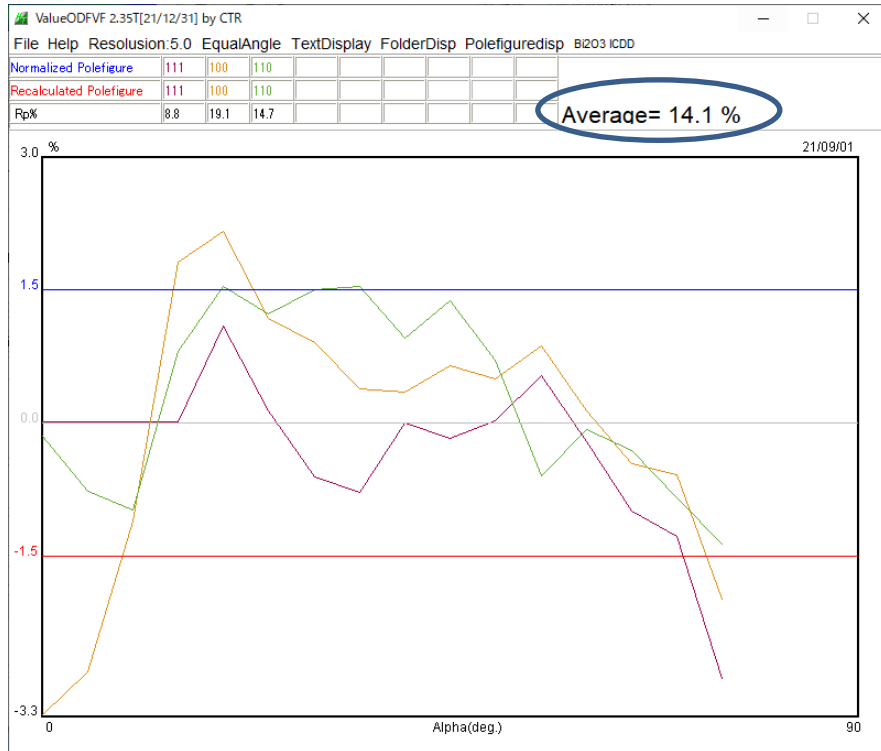
規格化

最適化Rp%指定

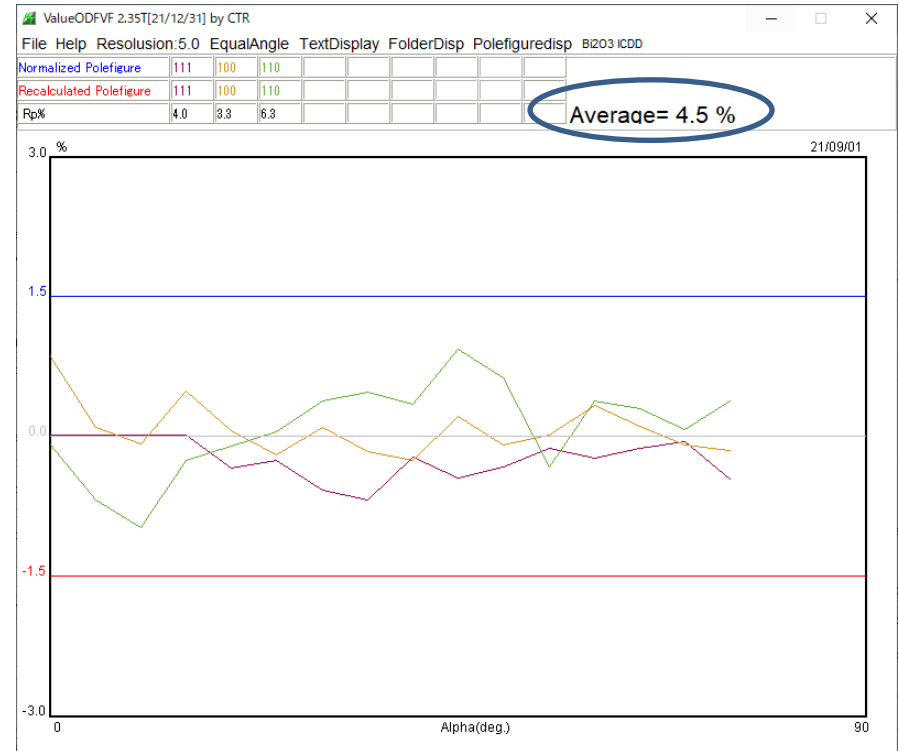
ValueODFVF-A (After)でRp%の確認が行える。

極点処理後、Rp%を確認し最適処理を確認する(±1.5%以内)。

バックグラウンド除去+規格化



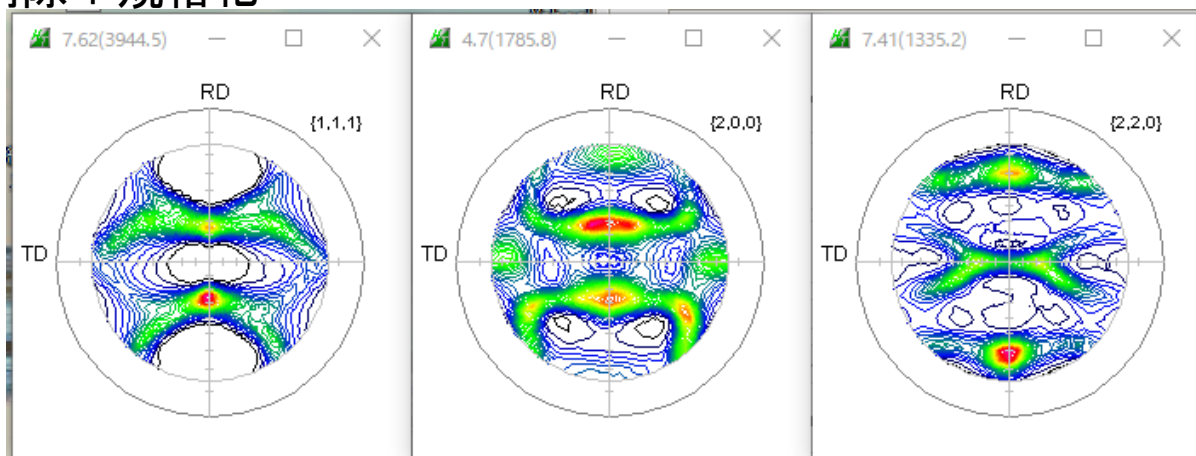
バックグラウンド除去+defocus補正+最適化Rp%



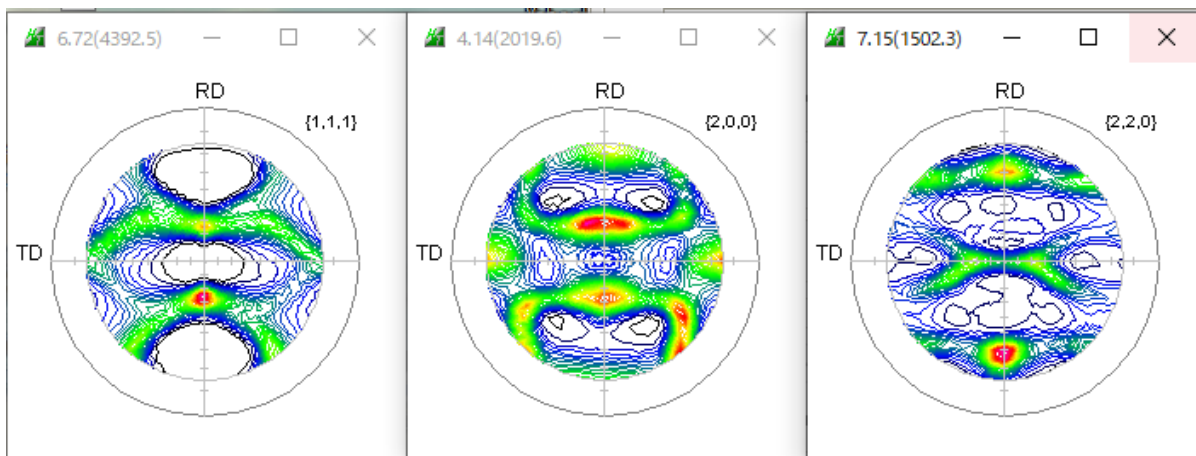
ODFPoleFigure2ソフトウェアでは、ODF解析結果を予測し、ValueODFVFにて極点処理結果とのRp%を計算しています。更に、最適化Rp%では、Rp%の改善をを行っています。

Defocus補正有り無し比較

バックグラウンド削除+規格化



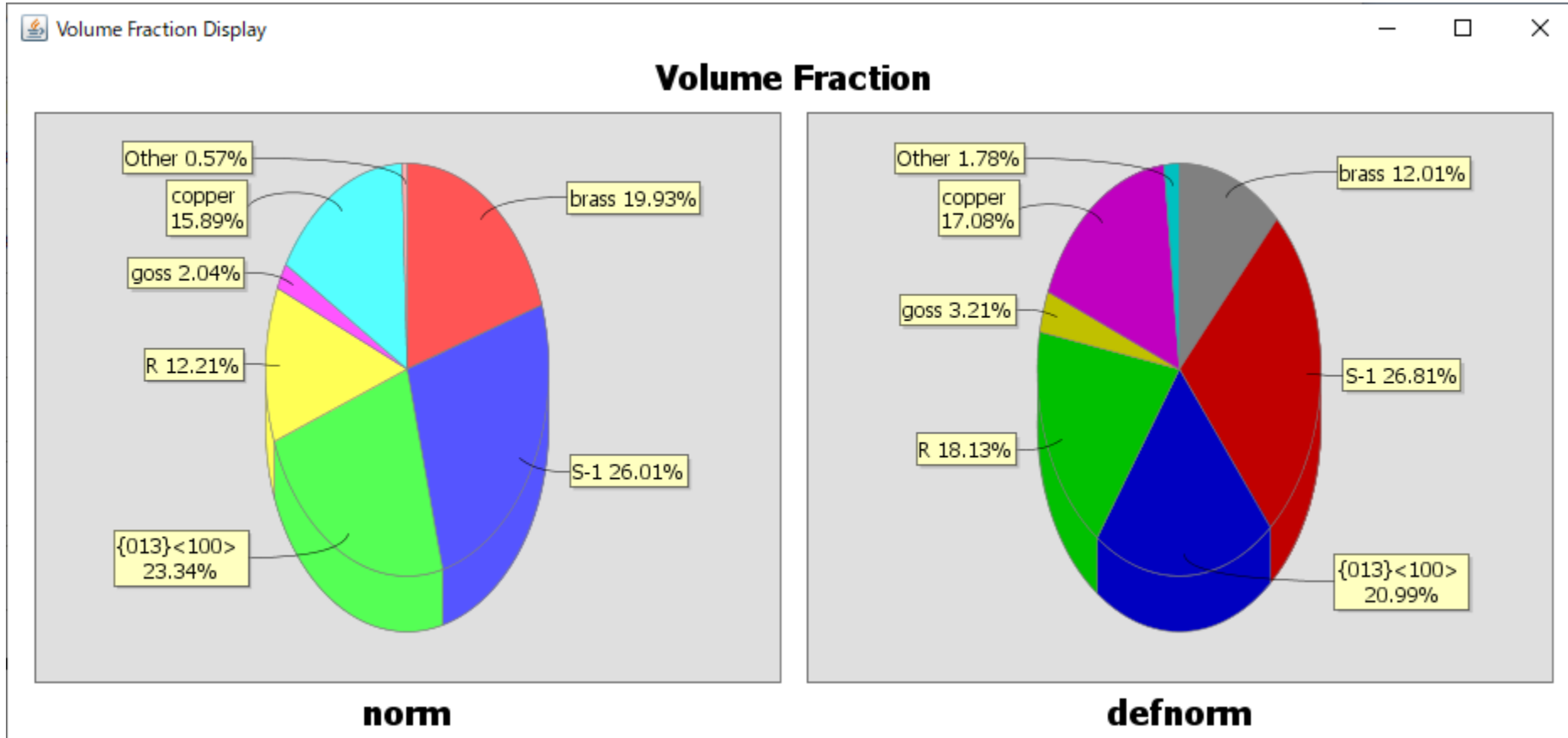
バックグラウンド削除+defocus補正+規格化



Defocusなし、ありの極点図からLaboTexのVF%比較とMTEX解析結果の方位密度比較を行う

LaboTexVolumeFraction比較

	Rp%	dRp%
defocusなし	14.53	0.86
defocusあり	0.90	0.91

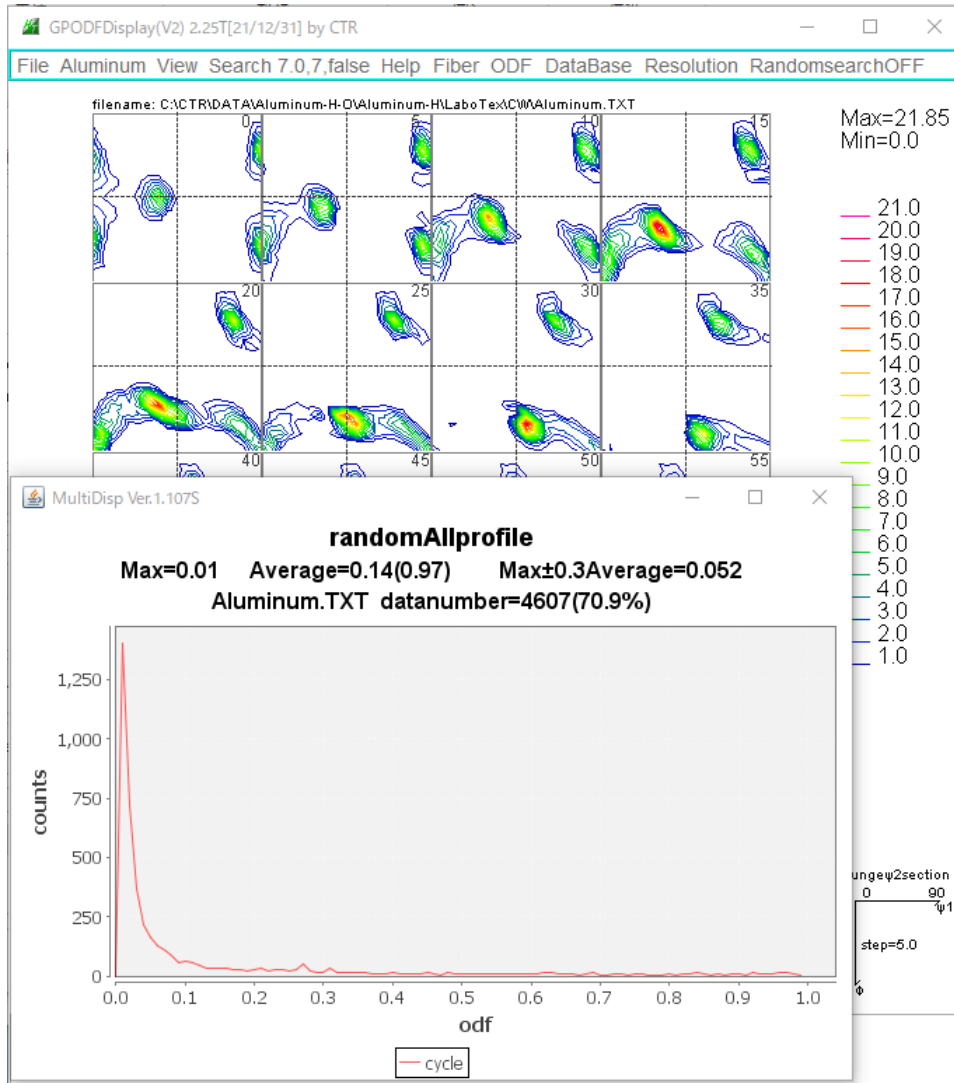


Defocus補正を行わないと、Rp%Errorが大きく、VFも大きく異なります。

LaboTexのVF%をCompareVolumeFractionで表示

Random方位(定量)

方位密度、1.0以下にRandom方位+Ghost+その他の方位が存在します。
ODFの格子点19X19X18の大多数がrandomと考えられる場合、1.0以下にピークを形成します。



Max=0.01

Randomは1%程度かそれ以下

Average=0.14(0.97)

方位1.0以下の平均(すべての平均)

Max±0.3Average=0.052

最大値±0.3の平均

datanumber=4607(70.9%)

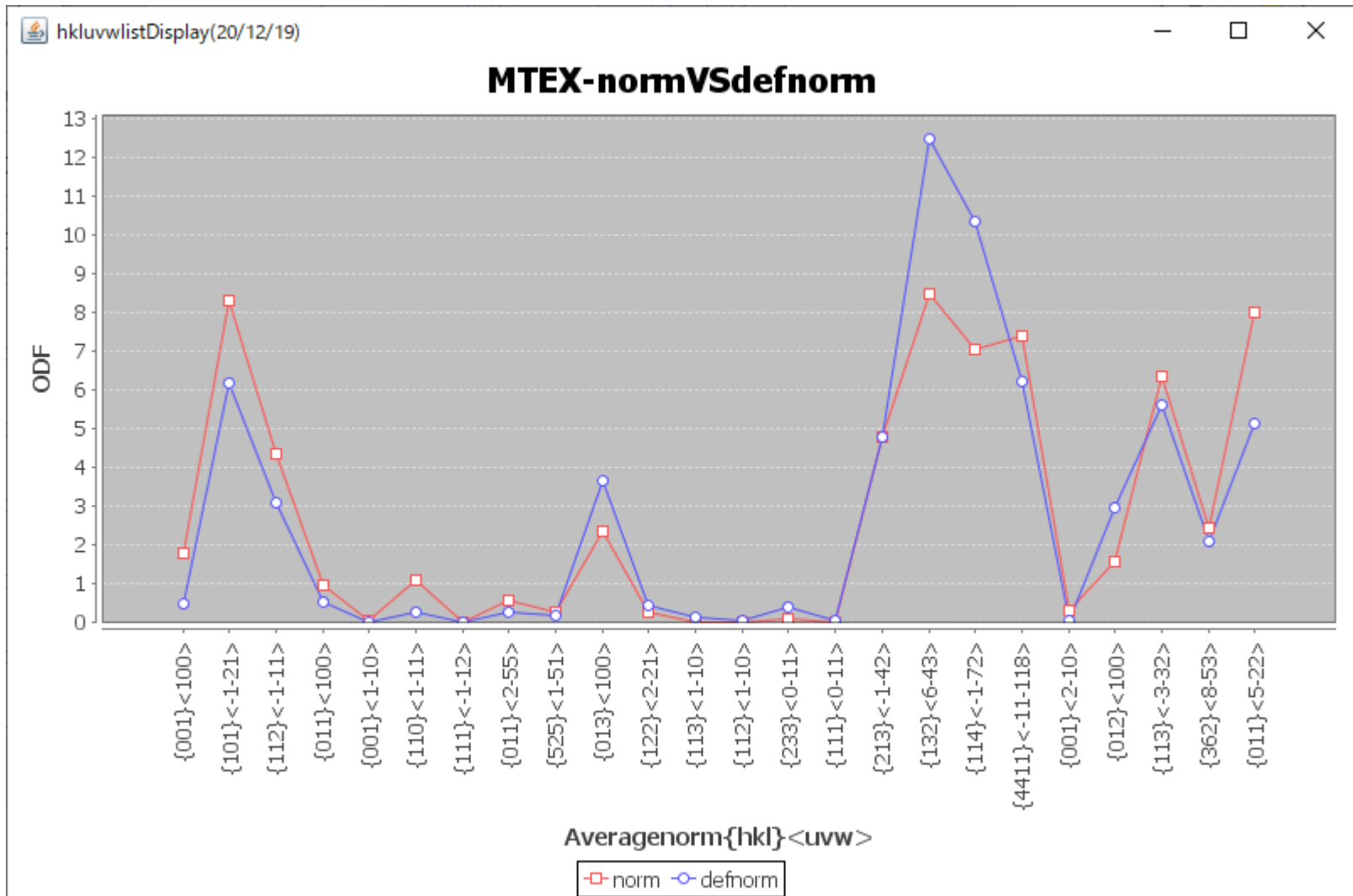
方位1.0以下のデータ点数(割合)

配向部分の点数に対し、微小ピーク(配向+Ghost)が数多く存在しています。

全てRandomの場合、1.0がピーク

Randomが存在しない場合、0.0がピーク

MTEX(他のODFも同様)による方位密度比較

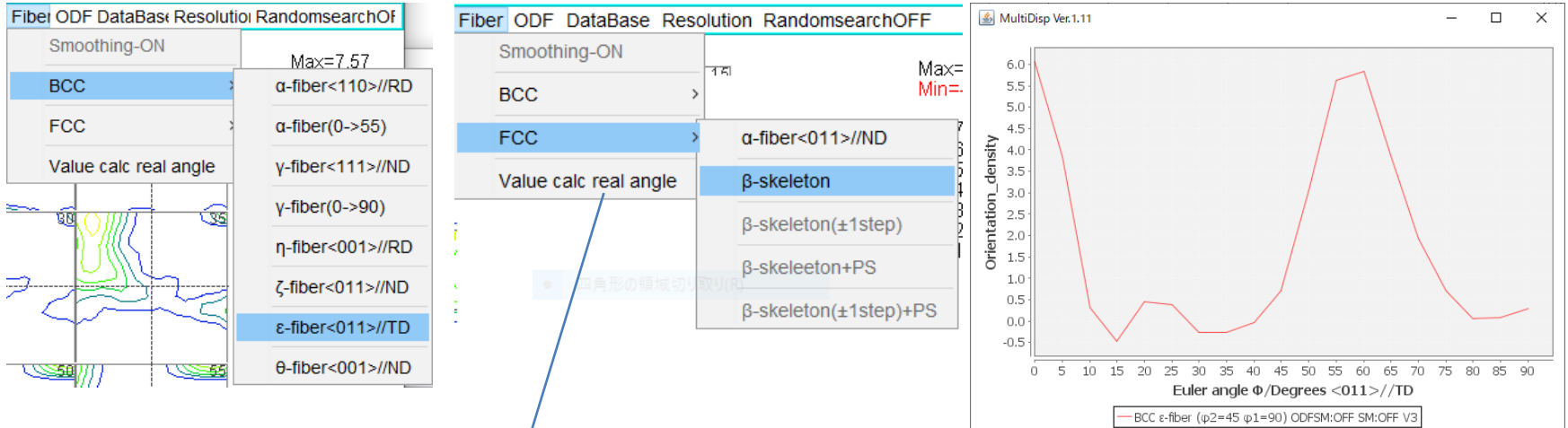


P19の4:2:1を1:1:1に規格化して比較しています。

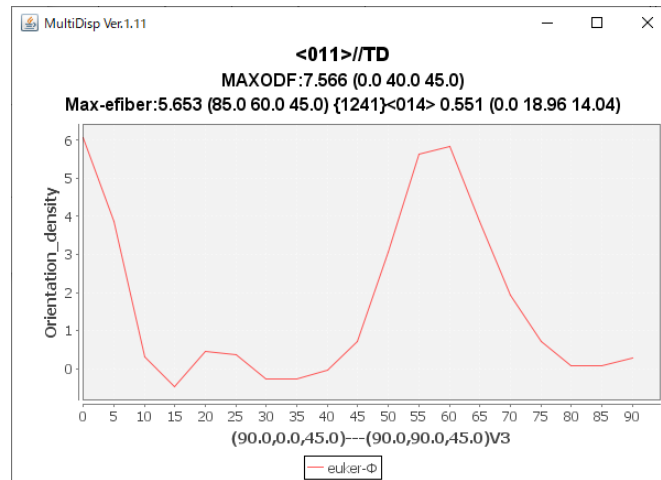
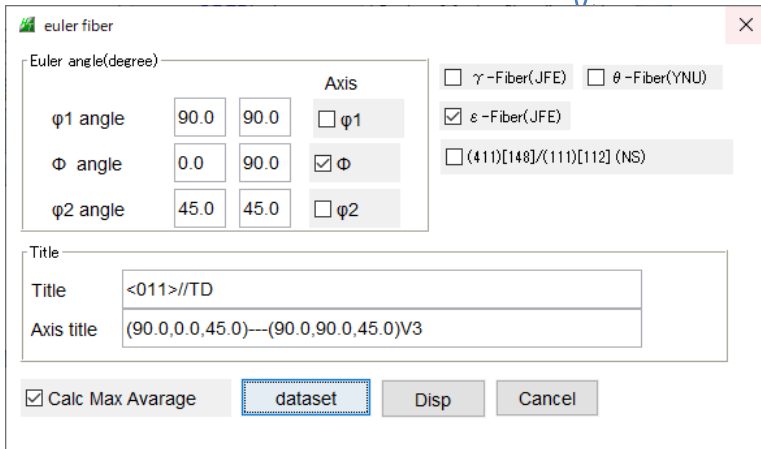
MTEX(他のODF)のODFをExportし、GPODFDisplayで方位を計算し、hkluvlistDisplayで表示

Fiber解析

ODF解析結果から特定方向のプロファイル化



Fiberの数値から特許明細(JP3951402)



最大方位密度がε-Fiber上(Φ:58→62)で{1241}<014>が3.0以上を評価