

Ferrite(SUS430)材料の結晶方位解析

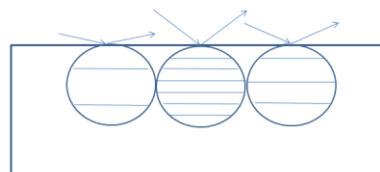
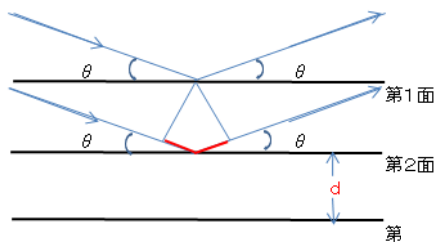
StandardODF

2017年07月18日
 HelperTex Office
 山田義行

1

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: $\lambda = 0.70930 \text{ \AA}$

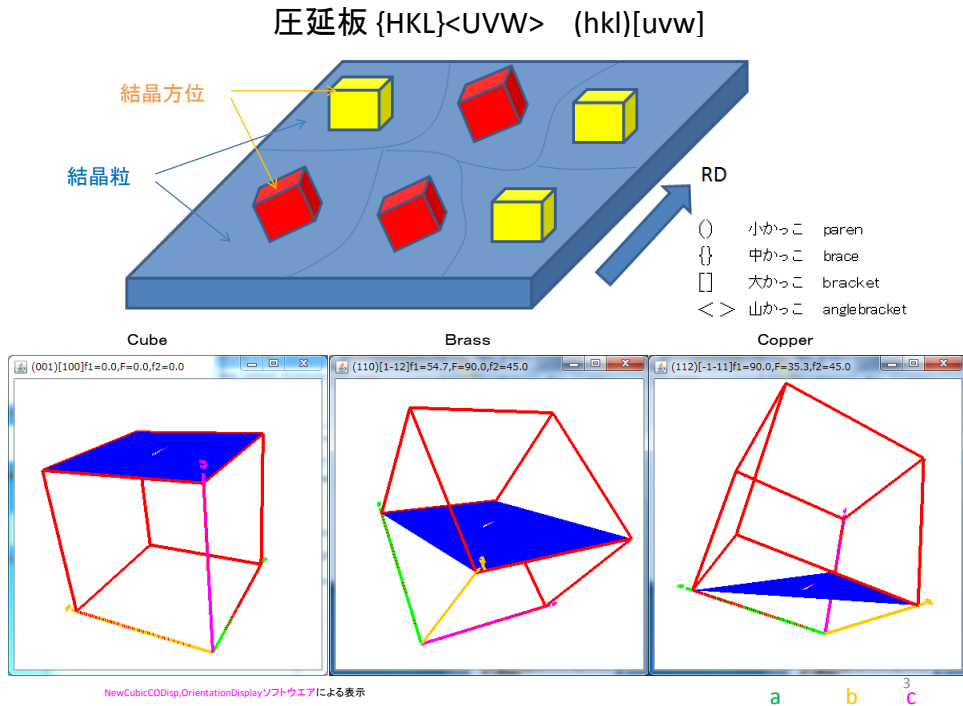
Cuターゲット: $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$

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

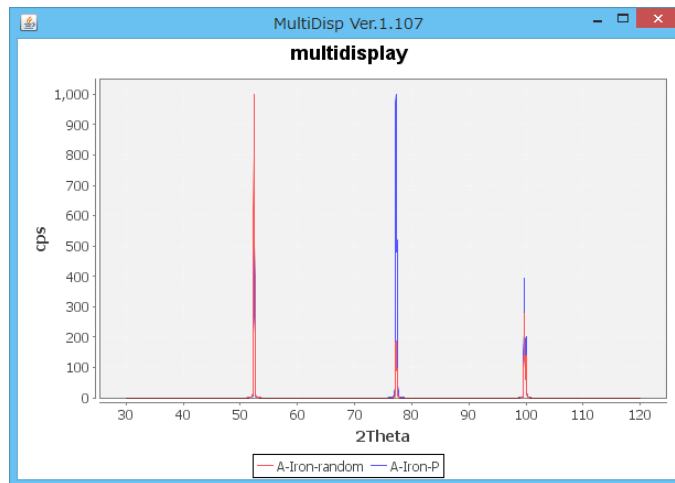
波長が一定なら、 θ が小さいとdは大きくなる。

(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	146.710
(420)	8.0	0.906	46.116	46.116	162.108
(422)	8.0	0.627	50.814	30.814	---

2



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

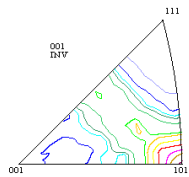
$\{hkl\}\langle uvw \rangle$

ODF(複数の極点図から解析)

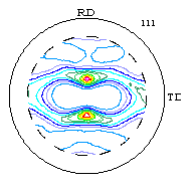
結晶方位の分布

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

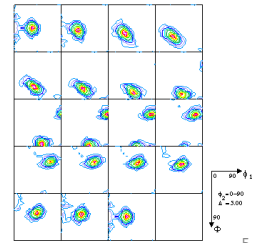
逆極点図



極点図



ODF図

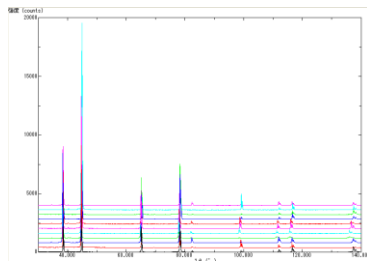


5

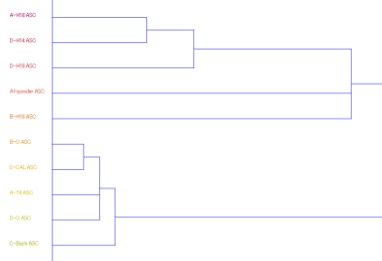
θ/θ プロファイルから逆極点(random試料との強度比率)

セル内での複数のASCデータを一括処理

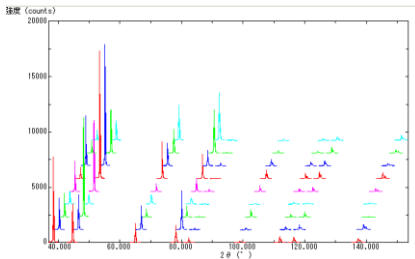
アルミニウム(合金状態と圧延が異なる)



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

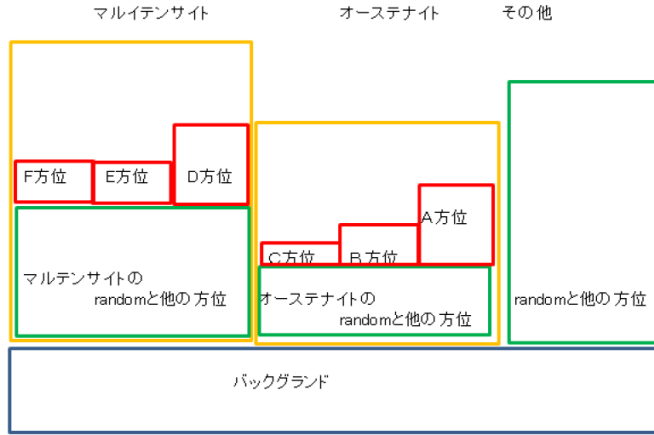


InverseAllソフトウェアでrandom試料との強度比計算

	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[301]	[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-D	0.5	2.535	0.589	0.879	0.512	3.445	0.592	0.768	0.811
C-Balch	0.111	2.835	1.427	0.853	0.070	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-H18	0.194	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-D	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]										
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-D	0.5	2.535	0.589	0.879	0.512	3.445	0.592	0.768	0.811	
7 C-Balch	0.111	2.835	1.427	0.853	0.070	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-H18	0.194	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-D	0.0040	3.922	0.594	0.752	-0.0090	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

7

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

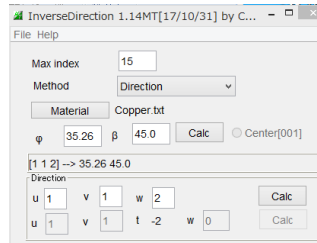
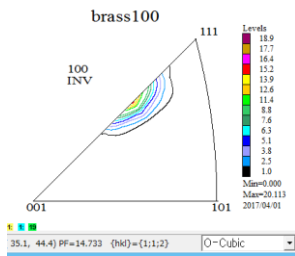
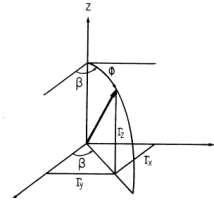
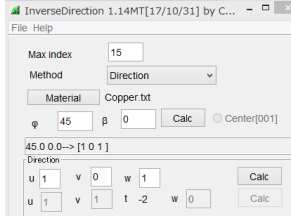
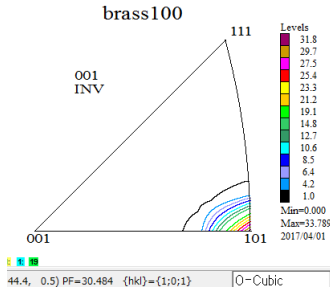
ODFは方位が分離される。極点図は材料座標系、逆極点図は結晶座標系表現

VolumeFraction

結晶方位(Orientation)の定量(VF%)を計算

No.	VF(%)	Phi1(FWHM)	Phi(FWHM)	Phi2(FWHM)	Orientation
1:	123	13.8	27.7	18.6	{ 0 0 1 1 0 0 } > cube
2:	11.7	31.6	20.9	18.6	{ 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



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

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

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

9

手引きの極点図をピーク角度から{hkl}<uvw>の決定

Orientation	angle	bangle	Polelevel
1,0,0	45.0	55.0	8.81
	45.0	125.0	8.81
	45.0	235.0	8.81
1,1,0	30.0	305.0	3.64
	90.0	0.0	8.88
	30.0	110.0	3.64
1,1,1	55.0	35.0	9.15
	55.0	145.0	9.15
	55.0	215.0	9.15

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

- 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

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

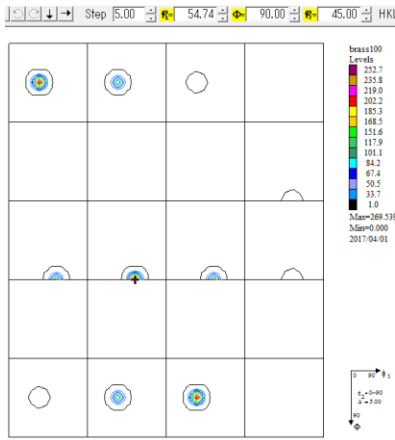
($h_2 k_2 l_2$)	100	110	111
100	0 90		
110	45 90	60 90	
111	54.7 90	35.3 90	0 109.5
210	26.6 63.4 90	18.4 50.8 71.6	39.2 75.0
211	35.3 65.9	30 54.7	19.5 61.9
221	48.2 70.5	19.5 73.2 90	15.8 54.7 78.9

{110} <-112> が決まる

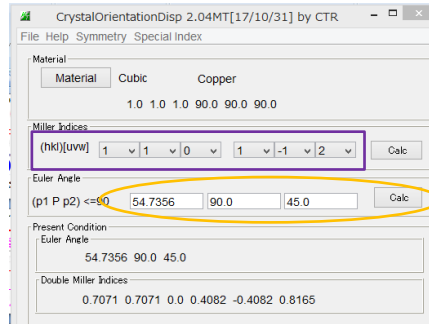
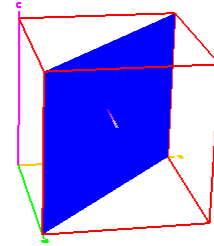
PoleHKLUVSearchソフトウェアでピークサーチ

10

ODF図から結晶方位を求める



$$\begin{aligned} h &= n \sin \Phi \sin \varphi_2 \\ k &= n \sin \Phi \cos \varphi_2 \\ l &= n \cos \Phi \\ u &= n'(\cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi) \\ v &= n'(-\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi) \\ w &= n' \sin \varphi_1 \sin \Phi \end{aligned}$$



11

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す。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

12

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。

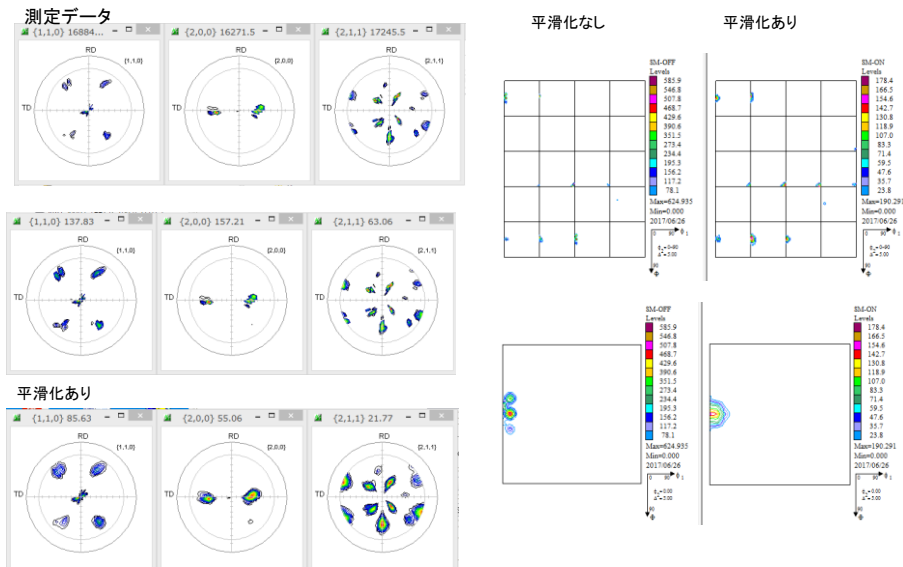
対称操作(PFtoODF3)

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」も参照してください。

13

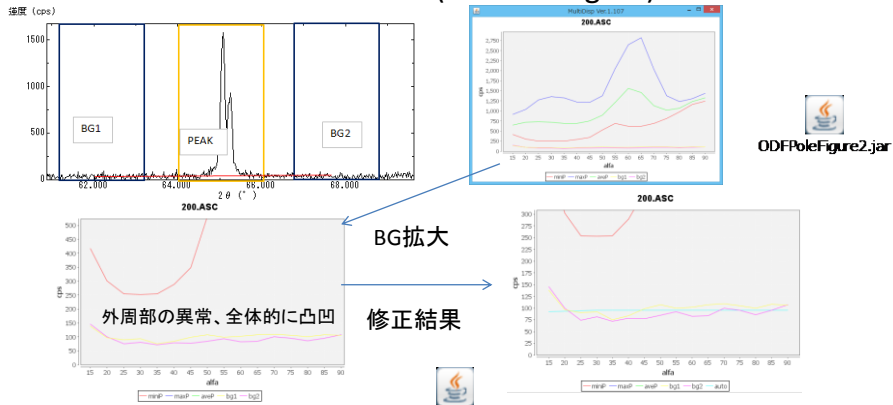
平滑化



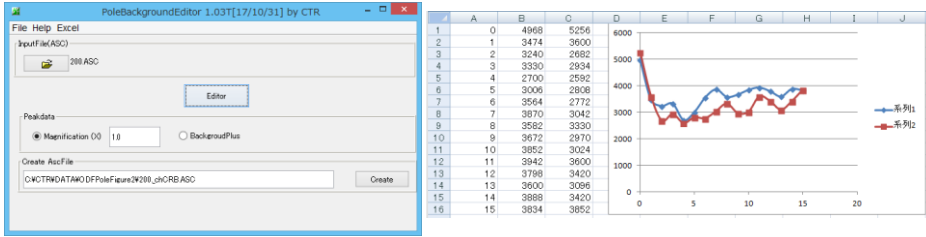
粒径が粗い場合、平滑化で本来の情報が得られます。

14

バックグラウンド(ODFPoleFigure)



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。

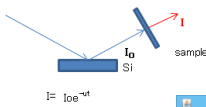
反射法 (Schulz 法)

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

透過法 (Decker 法)

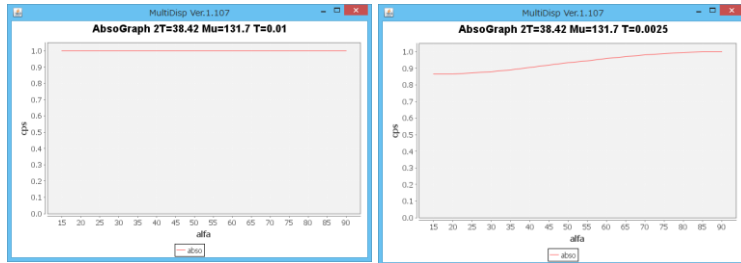
$$K_T(\alpha) = \frac{I_\alpha}{I_{\alpha=0^\circ}} = \frac{\cos\theta \cdot \cos(\alpha - \theta)}{\mu t \cdot \exp\left(-\frac{\mu t}{\cos\theta}\right) \cdot \{\cos(\alpha - \theta) - \cos(\alpha + \theta)\}} \times \left[\exp\left\{\frac{-\mu t}{\cos(\alpha - \theta)}\right\} - \exp\left\{\frac{-\mu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

μt の実測定



文献よりアルミニウム μt を求める
 質量吸収係数 μ/ρ (cm^2/g) $\text{CuK}\alpha = 48.6$
 密度 (g/cm^3) 2.71
 $\mu t = 131.7$

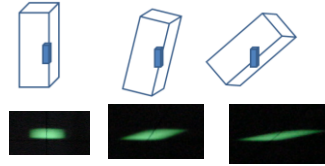
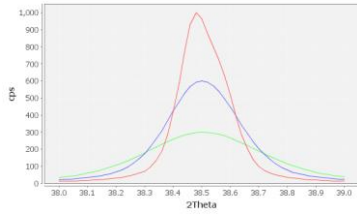
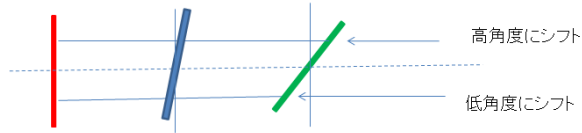
μt による補正量



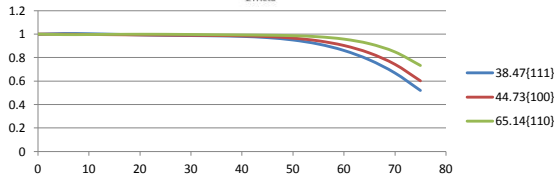
$\mu t = 1$ では吸収補正は不要

試料を傾けるとプロファイルが広がる(Defocus)

最終結果への影響が大きい



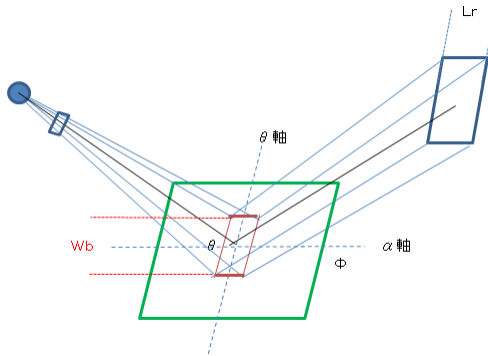
試料位置に蛍光板を置き、水平位置にカメラで撮影



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。

17

Defocus



以下の式でFittingが可能

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

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

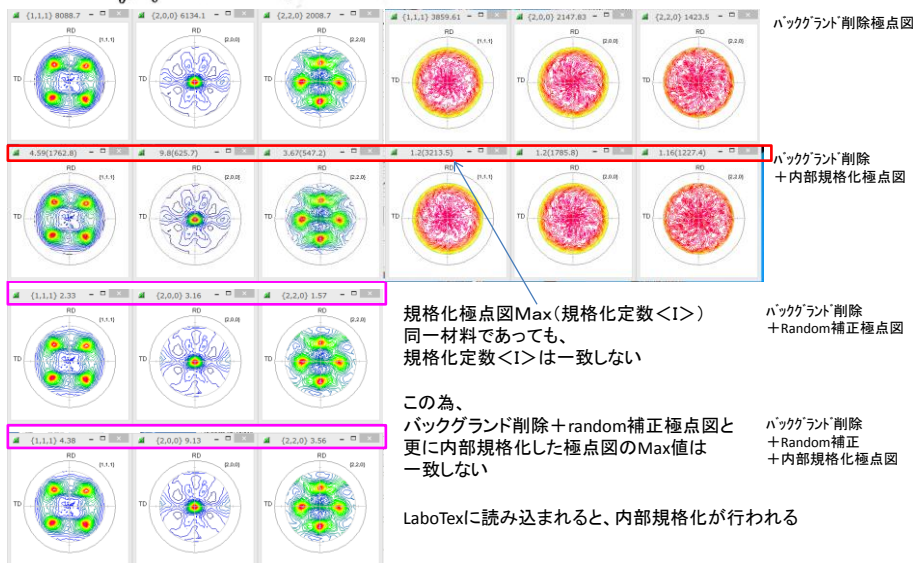
(Received 16 January 1970; in final form 3 April 1970)

18

規格化

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

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



19

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)	—	—	CWTD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。

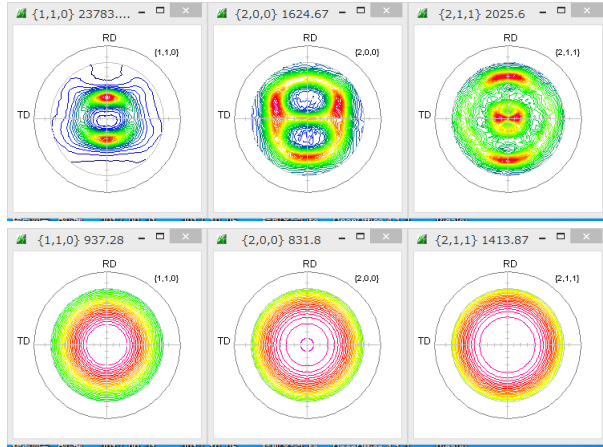
級数展開法<ADC,WIMV

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

20

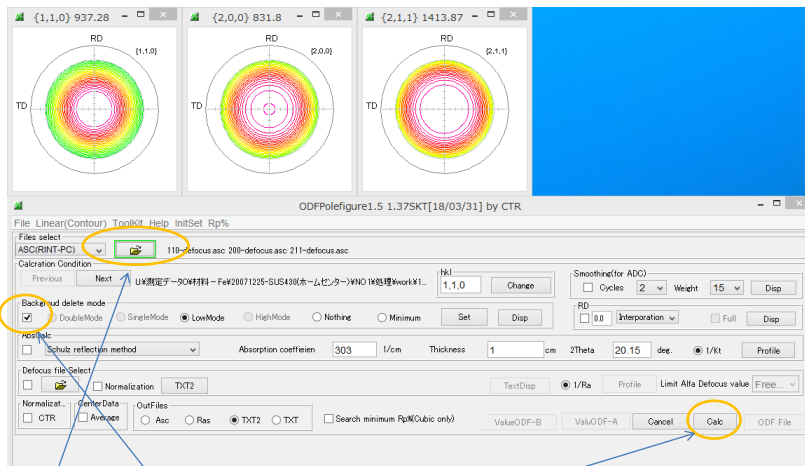
Feサンプル処理の流れ

Defocusファイル作成
 配向試料の極点処理
 バックグラウンド、defocus、(規格化)、最小Rp%
 ODF解析
 Error%の確認
 報告書作成



21

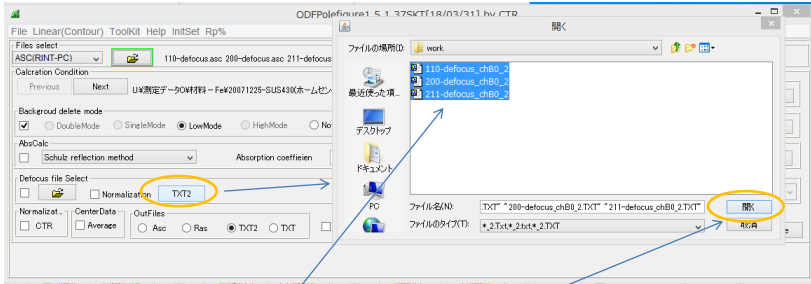
Defocusファイル作成 - 1



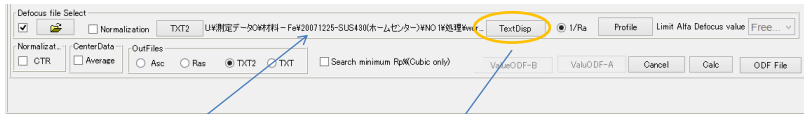
複数のASCファイルを選択
 バックグラウンドを削除したTXT2ファイルを作成

22

Defocusファイル作成-2



バックグラウンドを削除したTXT2ファイルを複数同時選択



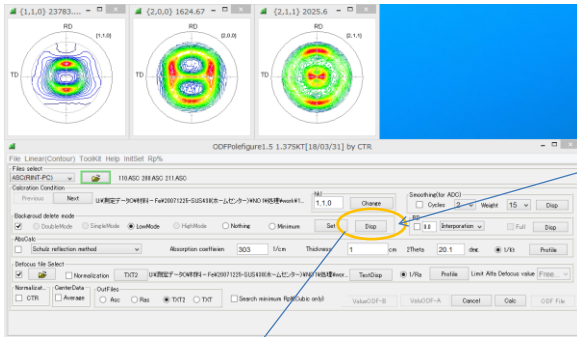
Defocusファイル名が表示

```
filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n.mm,17/10/1
110-defocus_chB0_2.TXT,16,0,0,5,0,5,7,0,938,1035652992404,-1
200-defocus_chB0_2.TXT,16,0,0,5,0,5,7,0,830,6687928688451,1
211-defocus_chB0_2.TXT,16,0,0,5,0,5,7,0,1411,3458613247126,;
```

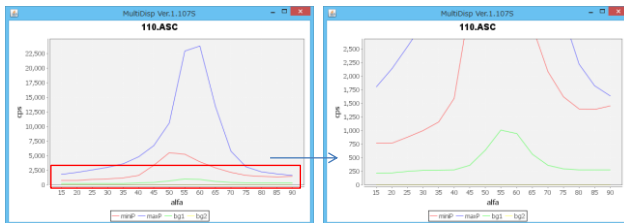
{110},{200},{211}のdefocus曲線が登録されます。
以降、Feのdefocus処理に使われます。

23

極点処理-1



バックグラウンド測定が適正か確認

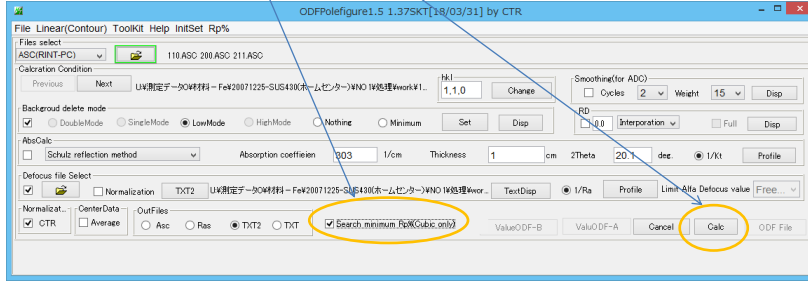


バックグラウンドの修正は、PoleBackgroundEditorで行う

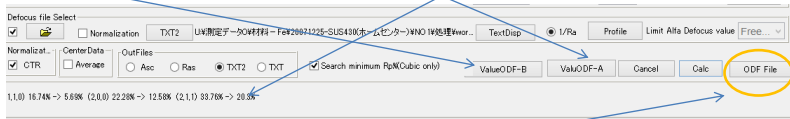
24

極点処理-2

Error(Rp%)の最小化を指定で、極点処理を行う



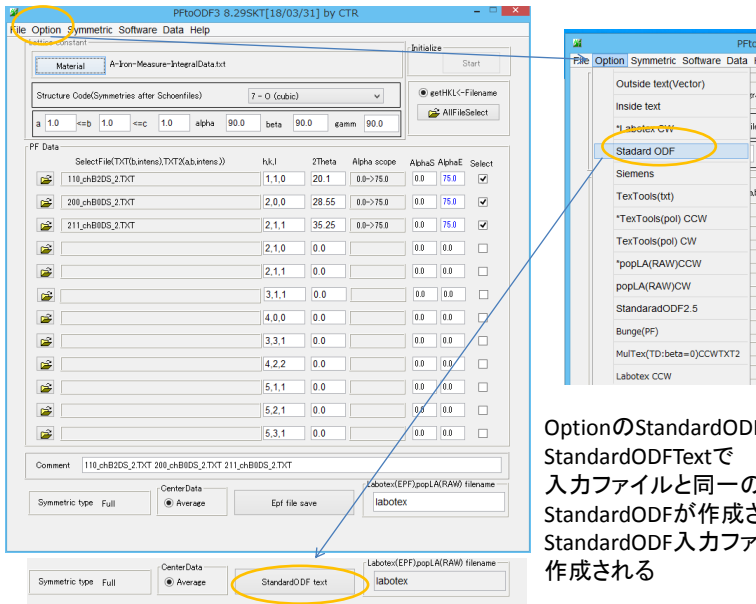
計算時間は、約1分で、適正化前後のRp%が表示されます。
適正化前のRp%プロフィールと適正化後のRp%の確認



StandardODF解析の為にファイルを作成

25

ODF向けファイル作成



OptionのStandardODFを選択
StandardODFTextで
入力ファイルと同一のフォルダに
StandardODFが作成され
StandardODF入力ファイルが
作成される

26

StandardODF解析－1

作成されたStandardODFホルダ

- 110_chB2DS_2StdODF
- 200_chB0DS_2StdODF
- 211_chB0DS_2StdODF

1. ファイルを入力

2. 同一極点図を指定

4. 計算を実行する

3. α 範囲を指定

5. 計算結果の退避とError評価 (Rp%)

計算結果

完全ODFの最大強度: 9.49
 傾斜ODFの最大強度: 7.89
 再計算極点図の最大強度: 5.79
 逆極点図の最大強度: 5.79

27

StandardODF解析－ファイル退避

StandardODFのワークエリアはC:\%ODFフォルダで解析を繰り返すと上書きされる

計算結果の退避

ODFPoleFigure1.5->ToolKit->StandardODFTools->StandardODFExportImport

StandardODFがインストールされているホルダを指定

退避終了

execute

StandardODF PFDATA delete

Copy Outmax Disp

Comment

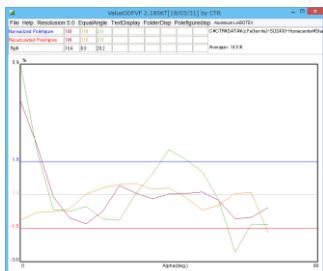
Copy 12 files

PftoODF3で作成したホルダ (StanardrODF)を指定

28

StandardODF解析—Error評価

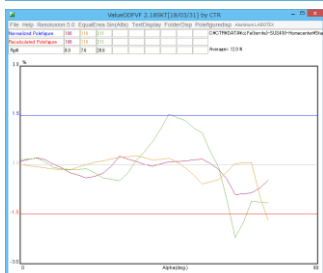
ODFPoleFigure1.5->ToolKit->StandardODFTools->ValueODFVFソフトウェア



等角度でError評価

File	Help	Resolution: 5.0	EqualAngle	TextDisplay	FolderDisp	Polefiguredisp	Aluminum LABOTEX
Normalized Polefigure	100	110	211				C:\CTR\DATA\c2\Fe(f
Recalculated Polefigure	100	110	211				
Rp%	19.4	8.3	29.2				Average= 14.9 %

極点図の中心付近に極があると大きく評価される



等面積でError評価

File	Help	Resolution: 5.0	EqualArea Sin(Alfa)	TextDisplay	FolderDisp	Polefiguredisp	Alumin
Normalized Polefigure	100	110	211				C:\CTR\DATA\c2\1
Recalculated Polefigure	100	110	211				
Rp%	8.0	7.6	20.6				Average= 12.0 %

極点図の中心付近の影響を軽減しdefocusError評価
±1.5%を外れる部分があり、平均Rp%が12.0%

Rp%のプロファイルが10%を超え、defocus補正が少ないと考えられます。

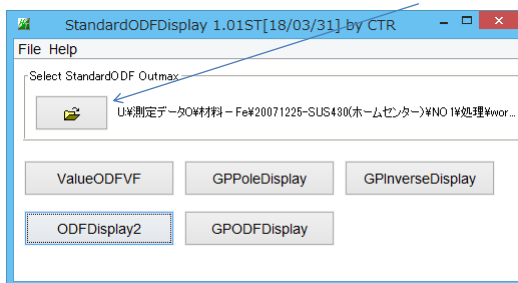
29

StandardODF解析—報告書

ODF解析結果の表示は

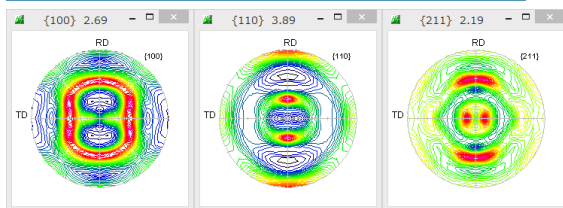
ODFPoleFigure1.5->ToolKit->StandardODFTools->StandardODFDisplay

StandardODFホルダのoutmaxファイルを選択



再計算極点図が表示

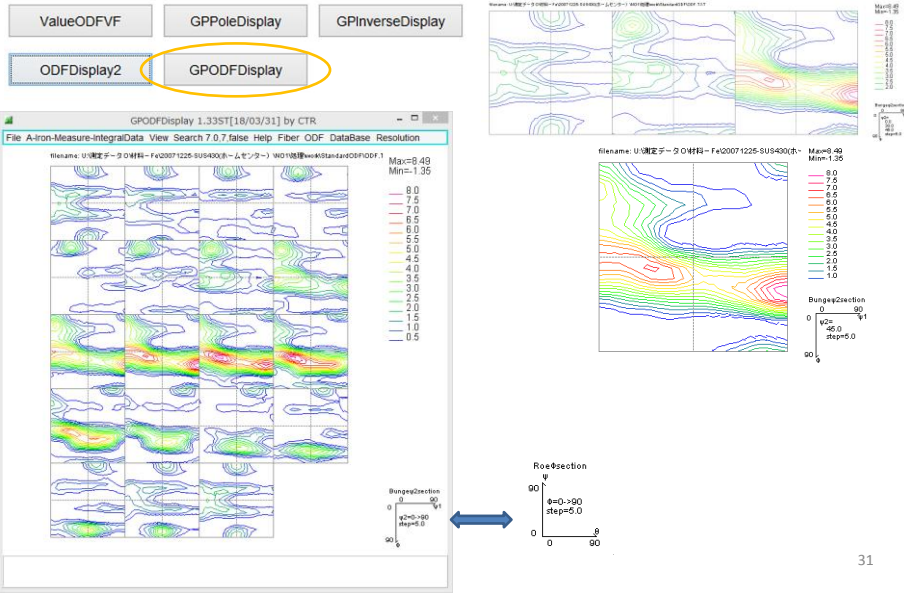
報告書へ切り貼りする。



30

StandardODF-ODF図－1 (ODF図の表示)

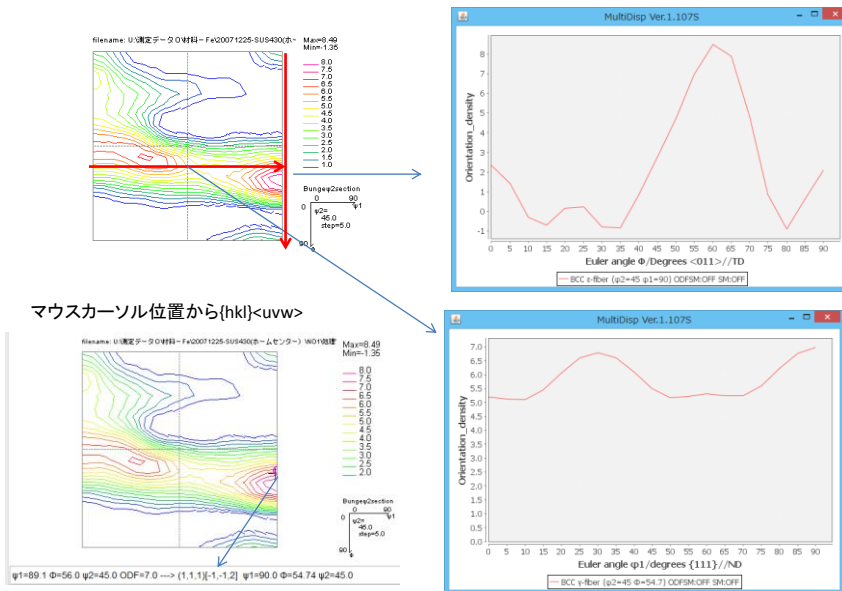
各種表現によるODF図



31

StandardODF-ODF図－2 (Fiber)

FCC, BCC特有なFiber曲線を描く(Fiberに関する方位は説明書を参考にしてください)



32

StandardODF-ODF図ー3(ODF値)

実際に検出される方位角度は、少しずれた方位角度で測定されます。

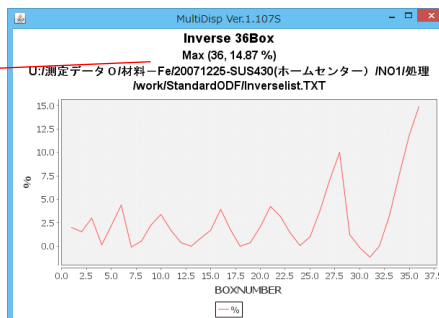
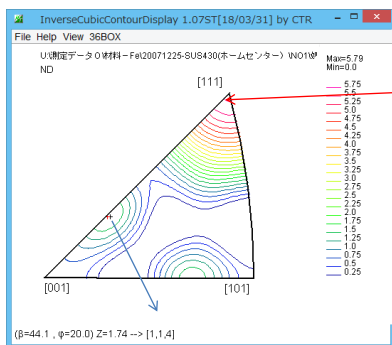
予め指定された方位の方位密度を計算



33

StandardODF-逆極点図

ND, RD, TDはどの方位分布を36Boxで数値化する。



34