高分子材料

# 1軸配向ポリプロピレンの解析手順

軸配向を強調して解析



SMAxisOrientation 処理



2018年09月18日 HelperTex Office 高分子材料を解析する場合、透過極点図と反射極点図の測定を行い、極点図の接続を行うのが一般的で あるが、処理が煩雑である。以下に手順を説明します。

吸収補正のため、吸収係数を測定する。 光学系補正のため、random試料を測定する。 試料の測定

吸収係数の測定

Siの回折線を用い、入射X線強度(I<sub>0</sub>)と透過X線強度(I)を測定する。



u t = - l o g (I / I<sub>0</sub>)で計算

使用ソフトウエア

極点処理	ODFPoleFigure2 (Ver. 3. 80)
ODFファイル作成	PFtoODF3 (Ver. 8. 35)
1 軸配向平滑化	SMAx is $Or$ i entation (Ver. 1.00)
Error評価	ValueODFVF (Ver. 2. 22)

ODF解析

LaboTex (Ver. 3. 0. 51) TexTools (Ver. 3. 3) MTEX (Ver. 5. 1. 1)

解析に疑問、使い方は問い合わせください。

<u>odftex@ybb.ne.jp</u>

CTRソフトウエアの説明書は

http://www.geocities.jp/helpertex2/Soft/Soft-index.html

## r a n d o mデータ処理

# 透過、反射極点の一括処理

## {0,4,0} 5256.0 ×       ## {0,4,0} 5683.0 ×       ## {1,1,0} 8967.0 ×       ## {1,1,0} 7544.0 ×       ## {1,3,0} 4274.0 ×       ## {1,1,0} 5027.0         RD	×					
CUDPPOIEHIGURE/2 3.805KT[19/03/31] by CTR						
Files select						
ASCIRINI-PC) V B 040-3mm-ref ASC 040-3mm-trans ASC 110-3mm-trans ASC 130-3mm-ref ASC 140-3mm-ref ASC 140-3mm-ref ASC 140-3mm-ref ASC 140-3mm-ref ASC 140-3mm-ref ASC 140-3mm-r						
Valoration Condition - Previous Next CNOTRW1-AXIS-PPWrandomW040-3mm-ref ASC 0.4.0 Church						
Backgroud delete mode						
🗹 🖲 DoubleMode 🔾 SingleMode 🔾 LowMode 🔿 HighMode 🔿 Nothing 🛛 BG defocus SmartLab-DSH2mm-Schulz 🗸 🖓 Minimum mo						
$\bigcirc$ Minimum( $\alpha$ , $\beta$ ) $\bigcirc$ MinimumAverage( $\alpha$ )X 0.5 Trans blinds angle 30.0 RD $\bigcirc$ 0.0 Interportation $\checkmark$ Full Disp						
Peak slit 3.0 mm BG Slit 3.0 mm I PeakSlit / BGS_ BG Scope 80.0 deg. 90.0 deg. Set Disp α Inhibit						
✓ Perf ✓ Trans Schulz reflection method v Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness1 cm v Set 2Theta 16.66 deg. ● 1/Kt Profile						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T						
O Defocus(1) functions file						
Make defocus function files by TXT2 Files V Normalization						
O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz v Limit Alfa Defocus value Free/(LimitValue=0.0) v						
Derucusk2/ nunction mes interrolatic backderucus/ SmartLab-USH2mm-Schulz     Search minimum equal Angle Popi(cubic only)						
Smoothing for ADC						
Cycles 3 V Weight b Disp						
ValueODFVF-A						
Bur Contraction of the Contracti						
実測から計算したutを入力し、Setする。						
I Ref I Trans Schulz reflection method → Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness 1 Cm ✓ Set						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T						
「Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc Ref 『Trans Schulp reflection method control Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness 1 Cm Y Set						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ▼Ref ▼Trans Schulz reflection method ▼ Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness1 cm ▼ Set						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ▼Ref ▼Trans Schulz reflection method ▼ Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness1 Cm ▼ Set						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ▼Ref ▼Trans Schulz reflection method ▼ Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness1 Cm ▼ Set Prime file Schutz Transiening defocus HKL+T バックグランドを削除し、吸収補正処理を行う。						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ■ Ref ■ Trans Schulz reflection method ▼ Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness 1 cm ▼ Set Defocus file Select Transient defocus HKL+T バックグランドを削除し、吸収補正処理を行う。						
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ● Ref ● Trans Schulz reflection method	×					
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T Setすると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ● Ref ● Trans Schulz reflection method ● Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness 1 Cm ● Set Defocus file Select Transient defocus HKL+T バックグランドを削除し、吸収補正処理を行う。 ● RD (1.40)	×					
Defocus file Select Trasmission defocus HKL+T S e t すると、入力した値の色が変わり、すべての極点図に反映します。 AbsCalc ■ Ref ■ Trans Schulz reflection method ▼ Change Absorption coefficien 0.3115 1/cm Thickness 1	×					

	Contract ()	AVERAGE TO ASC O MICKASC O TOO
🖳 040-3mm-ref.ASC	2011/09/09 14:24	RINT200077+-
🖳 040-3mm-trans.ASC	2011/09/11 14:27	RINT200077+-
🖳 110-3mm-trans.ASC	2011/09/11 14:27	RINT200077+-
🖳 130-3mm-ref.ASC	2011/09/11 14:27	RINT200077+-
🖳 130-3mm-trans.ASC	2011/09/11 14:27	RINT200077+-
🖳 110-3mm-ref.ASC	2011/09/11 14:27	RINT20007X‡-
📳 040-3mm-ref_chUB00_2.TXT	2018/09/18 4:04	テキスト文書
📳 040-3mm-trans_chUB00_2.TXT	2018/09/18 4:04	テキスト文書
📳 110-3mm-ref_chUB00_2.TXT	2018/09/18 4:04	テキスト文書
110-3mm-trans_chUB00_2.TXT 110-3	2018/09/18 4:04	テキスト文書
📳 130-3mm-ref_chUB00_2.TXT	2018/09/18 4:04	テキスト文書
130-3mm-trans_chUB00_2.TXT 130-3	2018/09/18 4:04	テキスト文書
SLITTTHETAFILE	2018/09/18 4:04	ファイル

#### 処理後のデータをdefocusに登録

Defo	cus file Select Trasmission defocus HKL+T	
	O Defocus(1) functions file	
	Make defocus function files by TXT2	Files Normalization

高分子材料の場合、厚さの異なる試料を扱うため、規格化を行って登録する。

Defoc	us file Select Trasmission defocus HKL+T	<u>\$</u>	開く
	O Defocus(1) functions file Make defocus function files by TXT2 Files ∨ ♥ Normalization	ファイルの場所(I):	👔 random 🗸 🦻 🗁 🛄 -
	Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)     SmartLab-DSH2mm-Schulz      Li     Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)     SmartLab-DSH2mm-Schulz	最近使った項 デスクトップ	
Smoo	Sycles     3     Weight     6     V     Disp       After connection     Average	F#1x>F PC	ファイル名(N): 10-3mm-ref_chUB00_2.TXT ** 130-3mm-trans_chUB00_2.TXT 開K ファイルのタイプ(T): *_2.Txt *_2.txt *_2.TXT ・ 現2音

全てのTXT2ファイルを選択する。\*\*\*\_F.TXTが表示されます。

Defoc	us file Select Trasmission defocus H	HKL+T		
	O Defocus(1) functions file	<b>1</b>	C.¥CTR¥1-AXIS-PP¥random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT	
	Make defocus function files by	y TXT2	Files V Invalization	TextDisp

\*\*\*\_F. TXTは、透過反射極点図のdefocusファイルです。

透過反射を区別するため、TextDispでファイルを表示し、透過ファイル名の指数も後にT"を追加



d e f o c u s 処理を終わる。

#### 試料処理

≇ {0,4,0} 1827 □ ×	🜌 {1,3,0} 7509.0 - 🗆 🛛	₩ {1,3,0} 2112 □ ×	₩ {1,1,0} 8813.0 - □ ×	🚄 {1,3,0} 1394 🗖 🛛	🚄 {1,3,0} 7704.0 - 🗆 🛛		
RD (0.4.0)	TD (1.3.0)	RD (1.3.0)	FD (1.1.0)		TD		
<b>M</b>	ODF	PoleFigure2 3.80SKT[19/03/31] b	y CTR	- 🗆 🗙			
File Linear(absolute)Contour Tool	Kit Help InitSet BGMode Measure Co	ndition Free OverlapRevision Minimum	Mode Rp% Normalization				
ASC(RINT-PC)	040-3mm-ref.ASC 040-3mm-trans.ASC 110-3	nm-ref.ASC 110-3mm-trans.ASC 130-3mm-ref.A	SC 130-3mm-trans.ASC				
Calcration Condition				hkl			
Previous Next C#CTR#1-AXIS-PP¥sample¥040-3mm-ref.ASC 0,4,0 Change							
Backgroud delete mode							
UoubleMode U SingleMode U LowMode U LowMode U LowMode U Nothing Blä defocus IsmartLab-USHZmm-Schulz V Minimum mo							
Peak slit 3.0 mm BG Slit 3.0 mm ♥ Peak Slit / BGS_ BG Score 80.0 dee Set Disn 2/ biblit □ 0.0 Interporation ♥ Full Disp							
AbsCalc							
Ref Trans Schulz reflection	Ref 🗹 Trans Schulz reflection method 🗸 Change Absorption coefficien 0.0612 1/cm Thickness1 Cm 🗸 Set 2Theta 16.66 deg. 💿 1/Kt Profile						
Defocus file Select Trasmission defocus I	HKL+T						
<ul> <li>Defocus(1) functions file</li> </ul>	C#CTR¥1-AXIS-PP¥random¥defocu:	¥DEFOCUS_F.TXT					
Make defocus function files by	y TXT2 Files ♥ ♥ Normali	zation		TextDisp			
O Defocus(3) function files folder	O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus) SmartLab-DSH2mm-Schulz v Limit Alfa Defocus value Free(LimitValue=0.0) v						
Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)     SmartLab-DSH2mm-Schulz     Search minimum Equal Angle Rp%(Cubic only)     I/Ra     Profile							
Smoothing for ADC		0.1.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0.0		Gancel Galc Connect			
Cycles 3 ∨ Weight 6	✓ Disp     ✓ CTR	Connect Average Asc MTe	exAsc ORas OTXT INT2	Exit&ODF ODF			
After connection				ValueODFVF ValueODFVF-A			
<u></u>							

### 吸収係数を入力

- Absi	Calc Ref 🗹 Trans	Schulz reflection method v Change Absorption coefficien 0.0612 1/cm Thickness 1 cm	▼ Set
D. (	CONT	1 1 1 1 102 T	
d e	focus	の設定	
Defoo	us file Select Trasmis	sion defocus HKL+T	
✓	Defocus(1) funct	ons file C#CTR#1-AXIS-PP¥random¥defocus¥DEFOCUS_F.TXT	
	Make defocus fi	Inction files by TXT2 Files V Vormalization	TextDisp

Profile

O Defocus(3) function files folder(Calc unbackdefocus)	SmartLab-DSH2mm-Schulz v	Limit Alfa Defocus value	Free(LimitValue=0.0)	~		
O Defocus(2) function files folder(Calc backdefocus)	SmartLab-DSH2mm-Schulz v	🗌 Search minimum Equal Ar	ngle Rp%(Cubic only)		۲	) 1/Ra

## 計算を開始



透過、反射のdefocus補正が行われています。



このデータを完全な1軸配向に変形するのであれば

SMAxisOrientation ソフトウエアを使う。

TooKit->PoleOrientation

<b>24</b>	
File Linear(absolute)Contour	ToolKit Help InitSet BGMode M
Files select	PFtoODF3
Calcration Condition	SoftWare
Previous Next C:¥	ImageTools
Backgroud delete mode	PopLATools
✓ ● DoubleModε ○ SingleMo ○ Minimum(αβ)	ODFAfterTools
Peak slit 3.0 mm BG Slit 3	PoleOrientationTools
	DataBaseTools

TXT2 Polefigure (110),(040)	PPOrientation	fa,fb,fc display
TXT2 PE,PP,Polyimide,Hexagonal	PP&PEOrientation	fa,fb,fc display
TXT,csv {100} PoleFigure	Vectorstarter	Vector,sigma files
TXT2 1 Axis orientation	SMAxisOrientation	moothig PoleFigure

#### SMAxisOrientation処理

透過反射接続データから1軸配向に変形





処理内容は、軸配向から面配向に変形し、β方向に平滑化(単純移動平均)を繰り返します。 平滑化の点数、繰り返し回数を変えると別の結果になります。

## (040)







## (130)



L a b o T e x で比較 平滑化前







平滑化後

再計算極点図





Error評価





うまく解析できています。

#### TexToolsで比較







Max = 97.4 - 1.0 - 20.0 - 40.0

- 59.0

- 78.0

۲

۲

₽

 $\phi_1 = 0^{\circ}, 180^{\circ}$ 

うまく解析できています。

#### MTEX処理で比較

CS = crystalSymmetry('2/m', [1 3.1342 0.9804], [90,99.5,90]\*degree, 'X||a', 'Y||b', 'color', 'light blue');





再計算極点図





Error評価



設定が悪い為か、再計算極点図の評価ではうまく解析できていない。

ODF 図表現の違い

LaboTex

格子定数指定

 $1.0 \ \ 1.02 \ \ 3.1969 \ \ 90 \ \ 90 \ \ 80.5$ 

ODF図表示(Orthorombic)

TexTools

格子定数指定

 $1.0 \quad 3.1342 \quad 0.9804 \quad 90 \quad 99.8 \quad 90$ 

ODF図表示(Orthorombic)

$$\phi_1 = 0^{\circ}, 180^{\circ}$$

$$\Phi = 0^{\circ}, 180^{\circ}$$

 $MT \to X$ 

格子定数指定

 $1.0 \quad 3.1342 \quad 0.9804 \quad 90 \quad 99.8 \quad 90$ 

ODF図表示(Orthorombic)