

ポリエチレンをTexToolsによりODF解析

CTRソフトウェアとTexToolsを使って
ポリエチレンの結晶方位の定量値 (Volume Fraction) を求める。

2017年03月08日

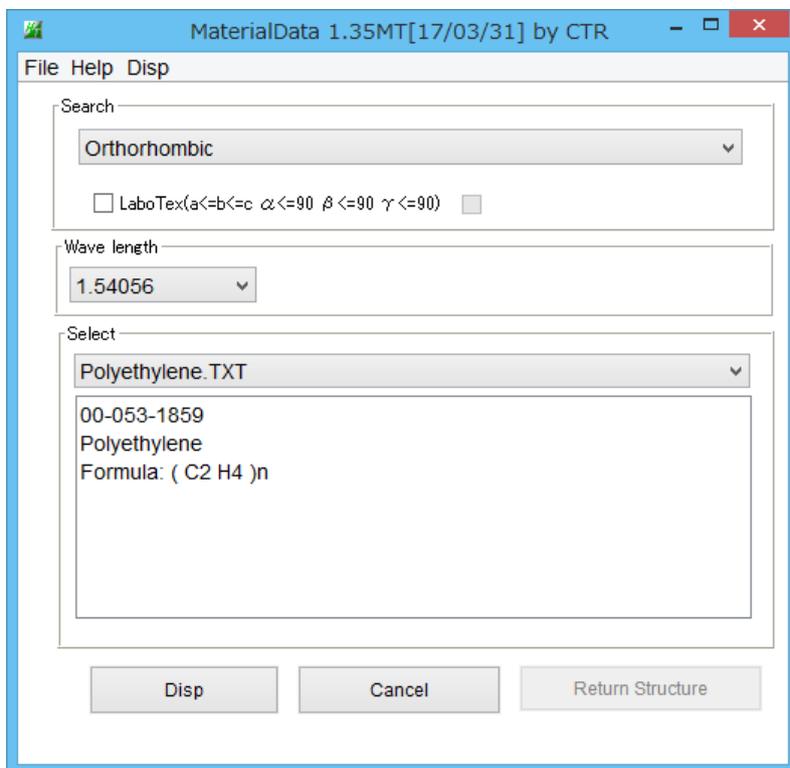
HelperTex Office

概要

高分子材料の方位解析ではXRDによる極点測定からODF解析が行われる。
本資料では、ポリエチレンの極点図測定、極点処理、ODF解析の流れを説明致します。

ポリエチレンの基本データを確認する。

MaterialData ソフトウェアでポリエチレン基本データを確認

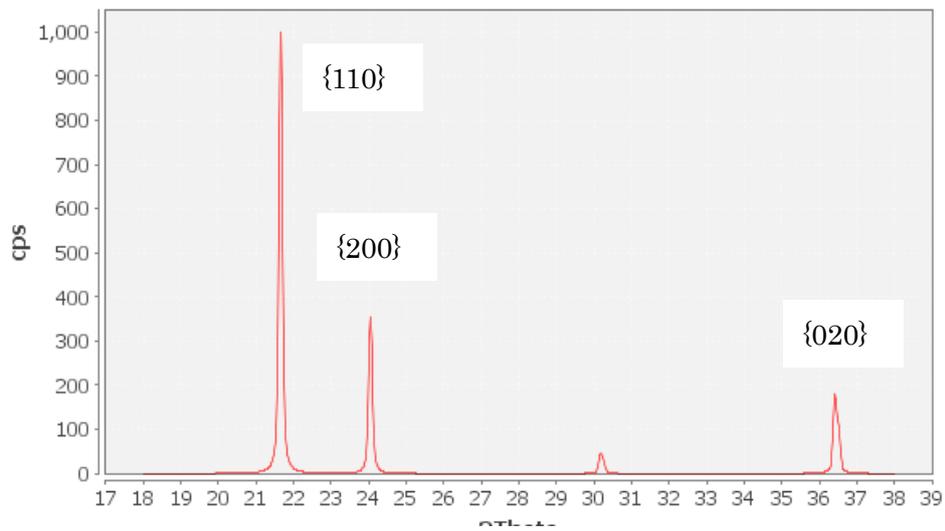


PolyethyleneDISP
Orthorhombic
7.4 (1.0)
4.93 (0.6662)
2.54 (0.3432)
90.0
90.0
90.0
1.54056
9

1	1	0	100.0	4.1029	21.642
2	0	0	35.0	3.7	24.032
2	1	0	5.0	2.9593	30.175
0	2	0	20.0	2.465	36.418
0	1	1	25.0	2.2579	39.893
3	1	0	20.0	2.206	40.875
1	1	1	20.0	2.1596	41.792
2	2	0	15.0	2.0514	44.109
3	1	1	25.0	1.6655	55.095

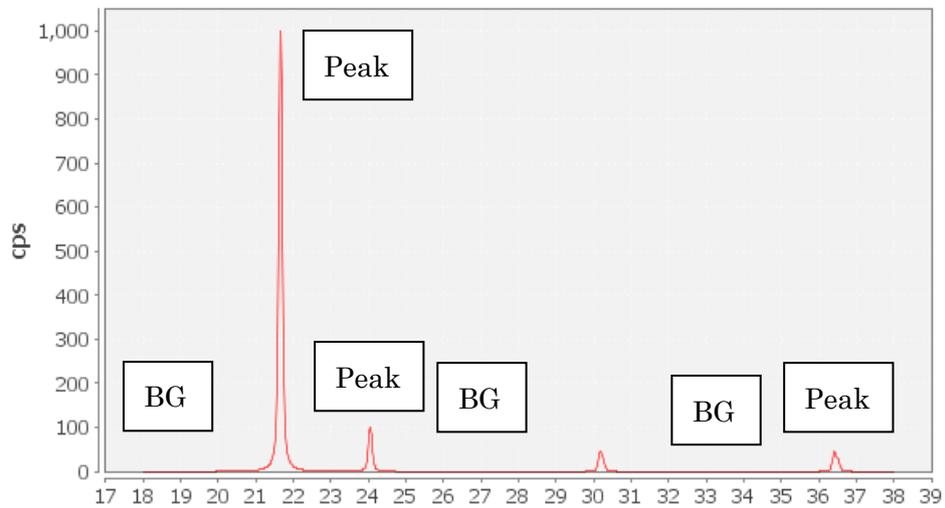
相対強度と 2θ 角度から{110},{200},{020}極点図を測定する。

CreateProfile ソフトウェアでプロファイルを確認する



実試料によるプロファイル測定

DS=1/2deg、RS=0.3mm、SS=1/2deg 2θ/θ スピード 10deg/min 測定間隔 0.02deg

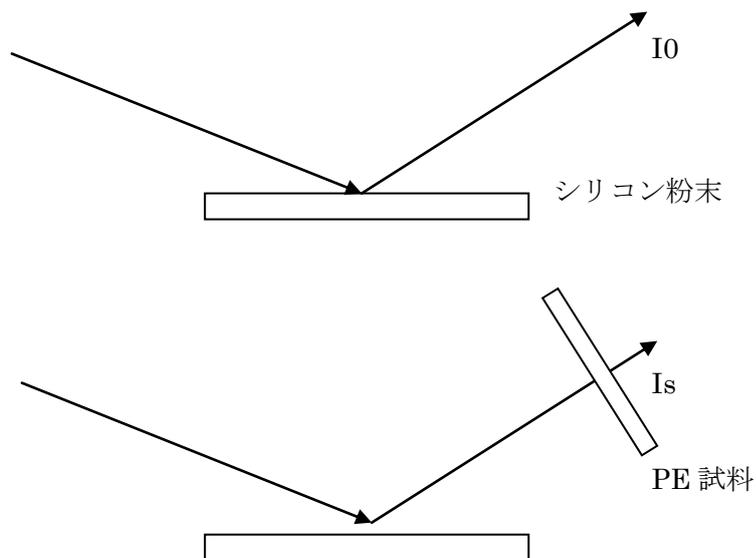


ピーク位置を実測し、ピーク位置から3度離れた位置をバックグラウンドとする

透過法も同様に測定位置を決定する

実試料の吸収係数の測定

DS=1/2deg, SRS=0.3mm SS=1/2deg
28.7deg-> 29.0deg sampleing 0.02deg speed 1deg



吸収係数 $\mu_t = -\ln(I_s / I_0)$

極点測定

透過法

DS=0.1mm、SS,RS=6mm (ゴニオ半径 185mm)

α 軸 0->40deg

β 軸 0->360deg 5degstep 300deg/min

反射法

DS=1/4deg+2mm SS,RS=6mm SchulzSlit=1mm

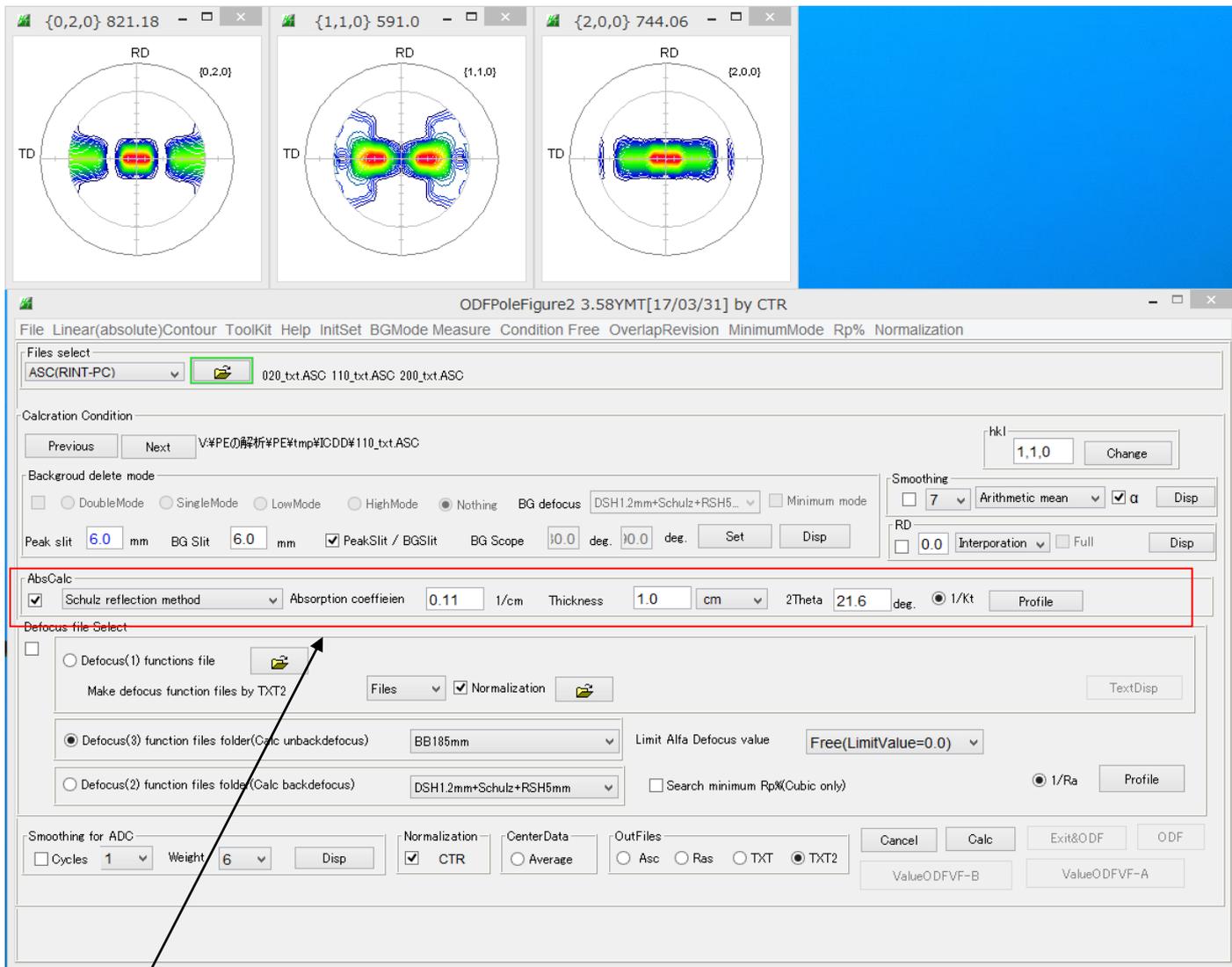
α 軸 20->90deg

β 軸 0->360deg 5degstep 300deg/min

ゴニオ半径が 280mm の場合、受光スリットは 10mm を使用する。

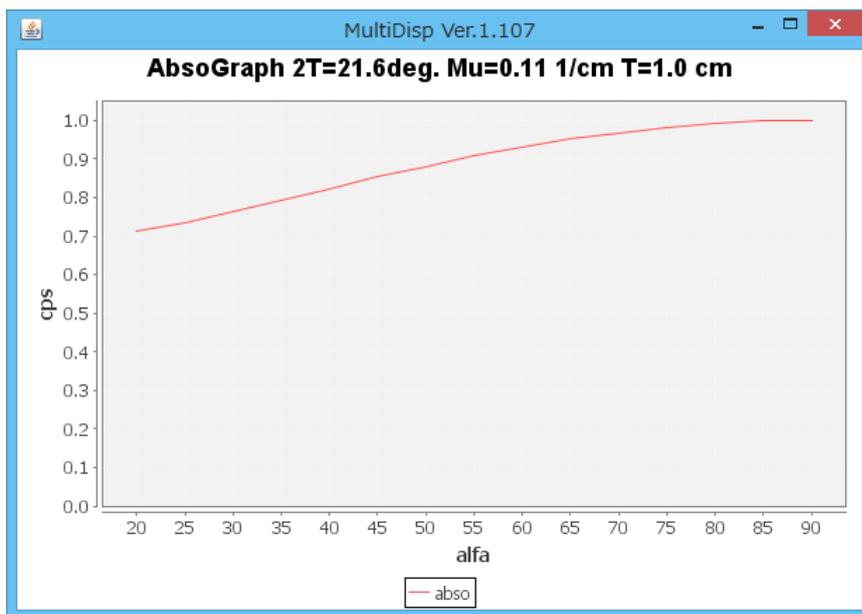
以降の説明の極点図は、LaboTex で作成した極点図です。

ODFPoleFigure2 ソフトウェアによる反射極点図データ処理



吸収補正

補正プロファイル (u t = 1. 0では、補正曲線は直線になります)

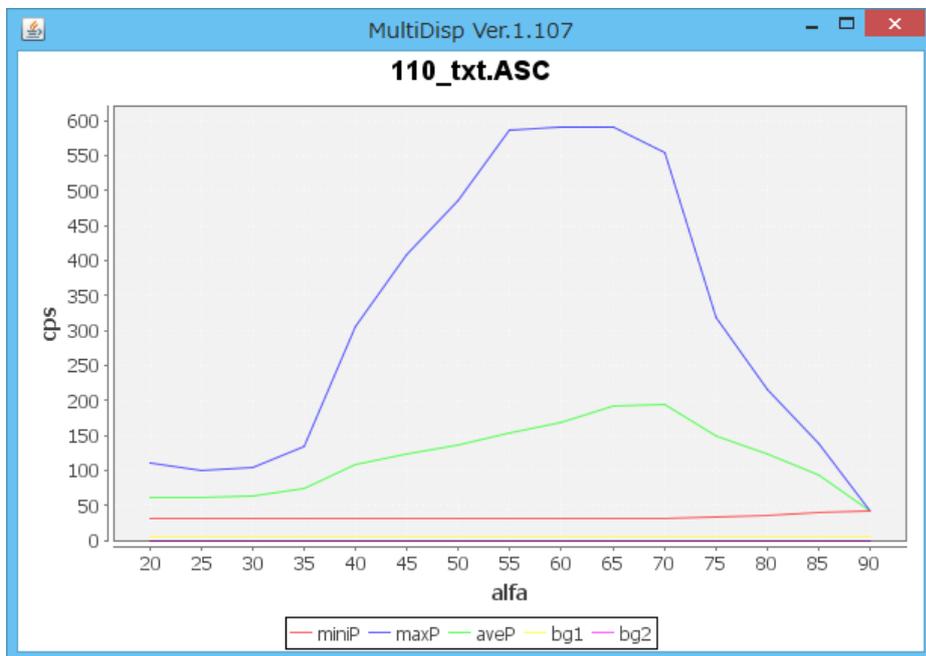


バックグラウンドの確認

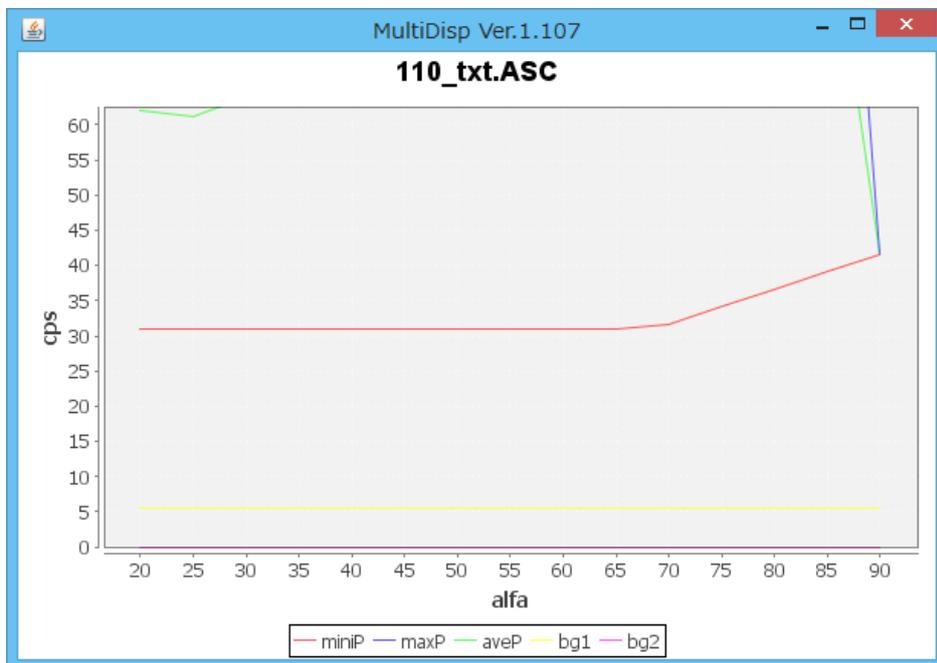
Background delete mode

DoubleMode SingleMode LowMode HighMode Nothing BG defocus DSH1.2mm+Schulz+RSH5... Minimum mode

Peak slit 6.0 mm BG Slit 6.0 mm PeakSlit / BGSlit BG Scope 10.0 deg. 10.0 deg. Set **Disp**

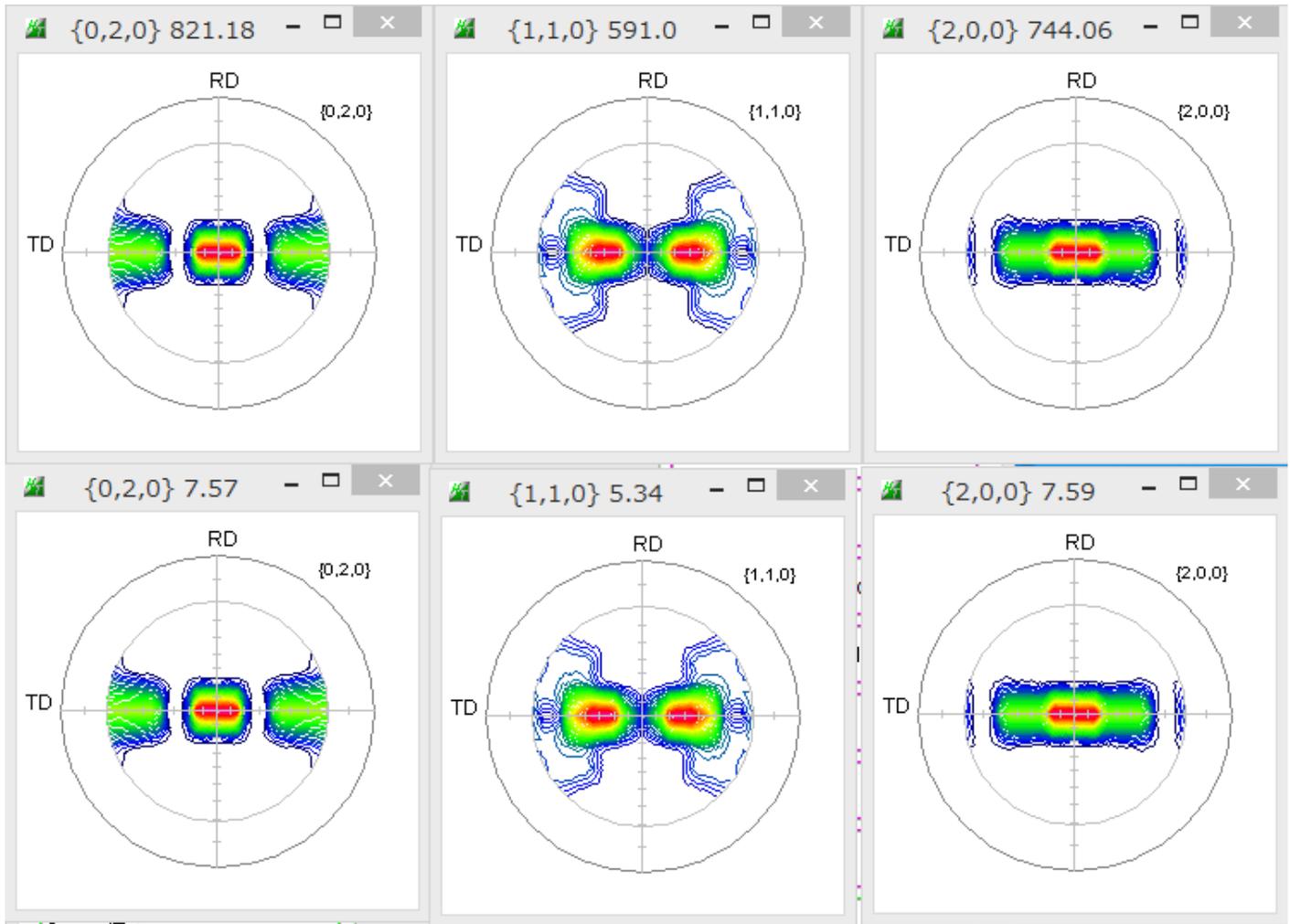
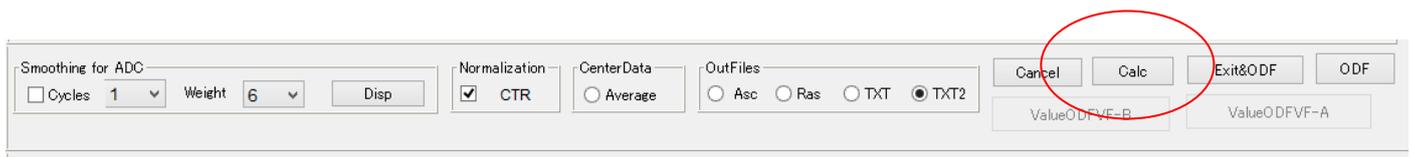


拡大



若し、バックグラウンドが、m i n Pより大きい場合
PoleBackgroundEditor ソフトウェアで強制的に修正します。

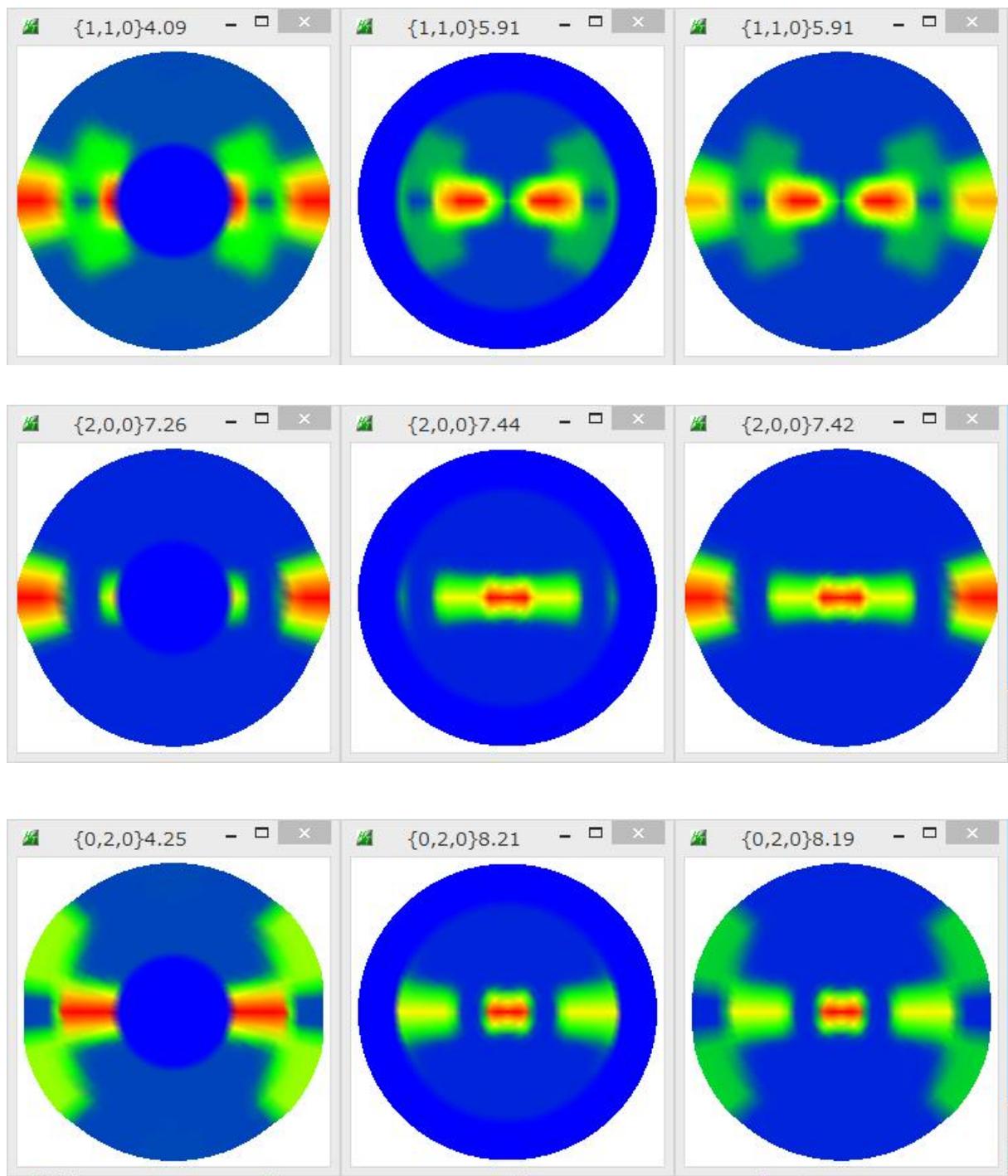
一括補正



同様に透過法データも補正を行う。

透過法、反射法データの接続

PFConnection ソフトウェアでデータの接続を行う。



接続した極点図からTexTools入力データを作成

PFtoODF3 ソフトウェアで作成

The screenshot displays the PFtoODF3 software interface. At the top, three pole figure plots are shown for {020} (8.19), {110} (5.91), and {200} (7.42). The main window title is "PF to TexTools by CTR PFtoODF3 8.28MT[17/03/31] by CTR". The interface includes a menu bar (File, Option, Symmetric, Software, Data, Help) and a "Lattice constant" section with a material dropdown set to "Polyethylene.txt" and a structure code of "3 - D2 (orthorhombic)". The unit cell parameters are: a = 1.0, b = 0.6662, c = 0.3432, alpha = 90.0, beta = 90.0, gamma = 90.0. The "PF Data" table is as follows:

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(ab,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
020_2_tran_Connect_2.TXT	0,2,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
110_2_tran_Connect_2.TXT	1,1,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
200_2_tran_Connect_2.TXT	2,0,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

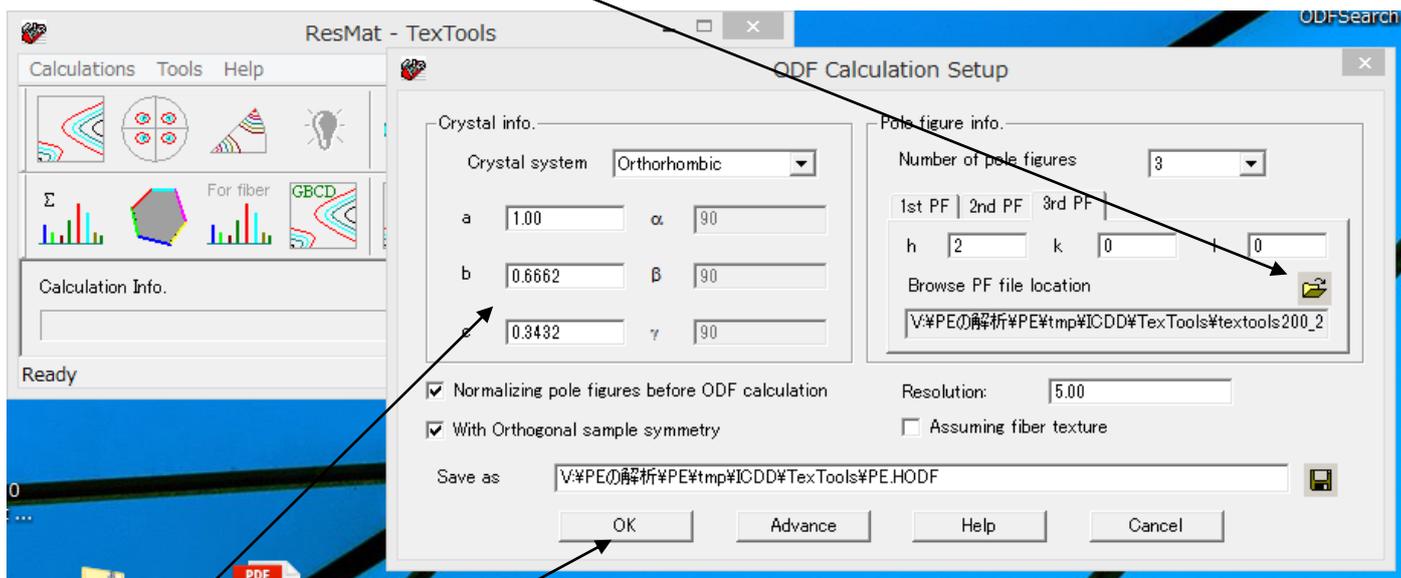
At the bottom, the "Symmetric type" is set to "Full", "CenterData" is set to "Average", and the output format is "TexTools(pol) text". The "Labotex(EPF),popLA(RAW) filename" is "labotex". A red circle highlights the "AllFileSelect" button, and arrows point from the text below to this button and the "TexTools(pol) text" button.

3つの極点図を一括選択

TexTools(pol)で作成

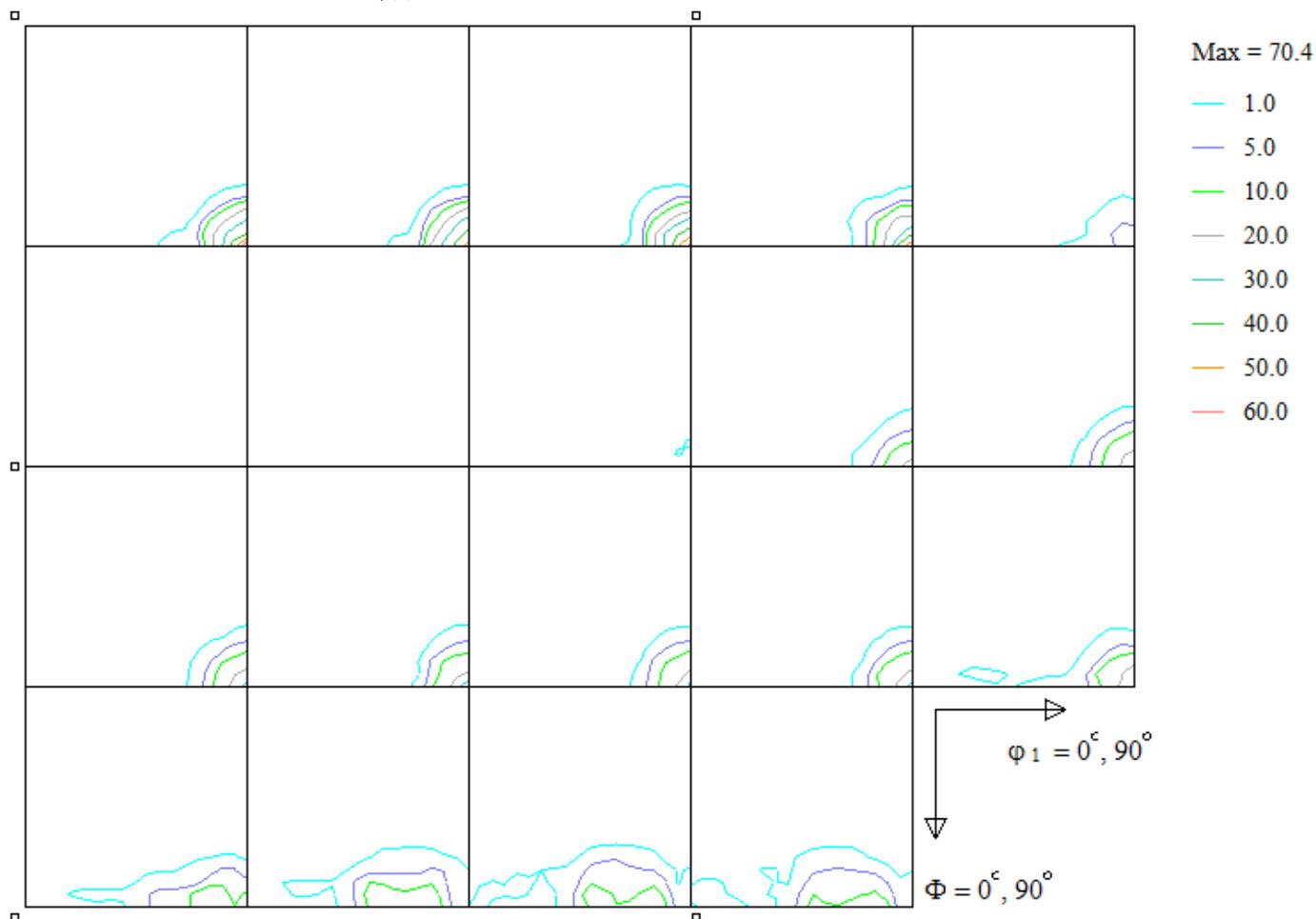
TexToolsでODF解析

PFtoODF3で作成したPOLファイルを指定

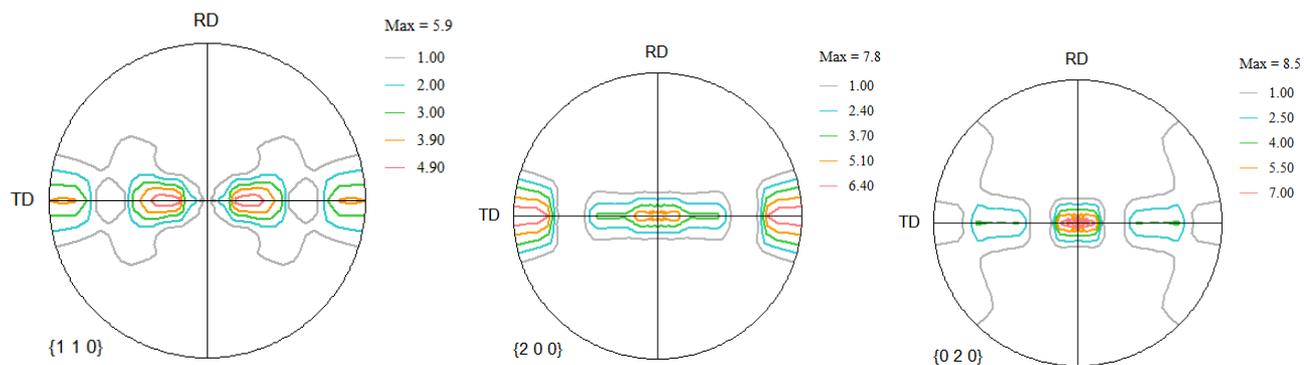


PEの格子定数を入力

OKでODF解析

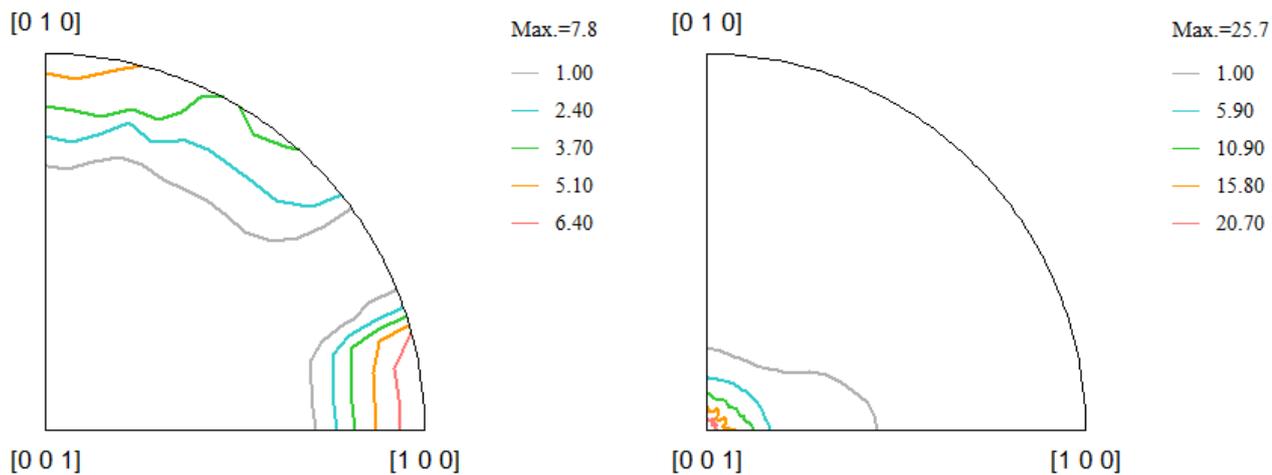


再計算極点図と逆極点図表示

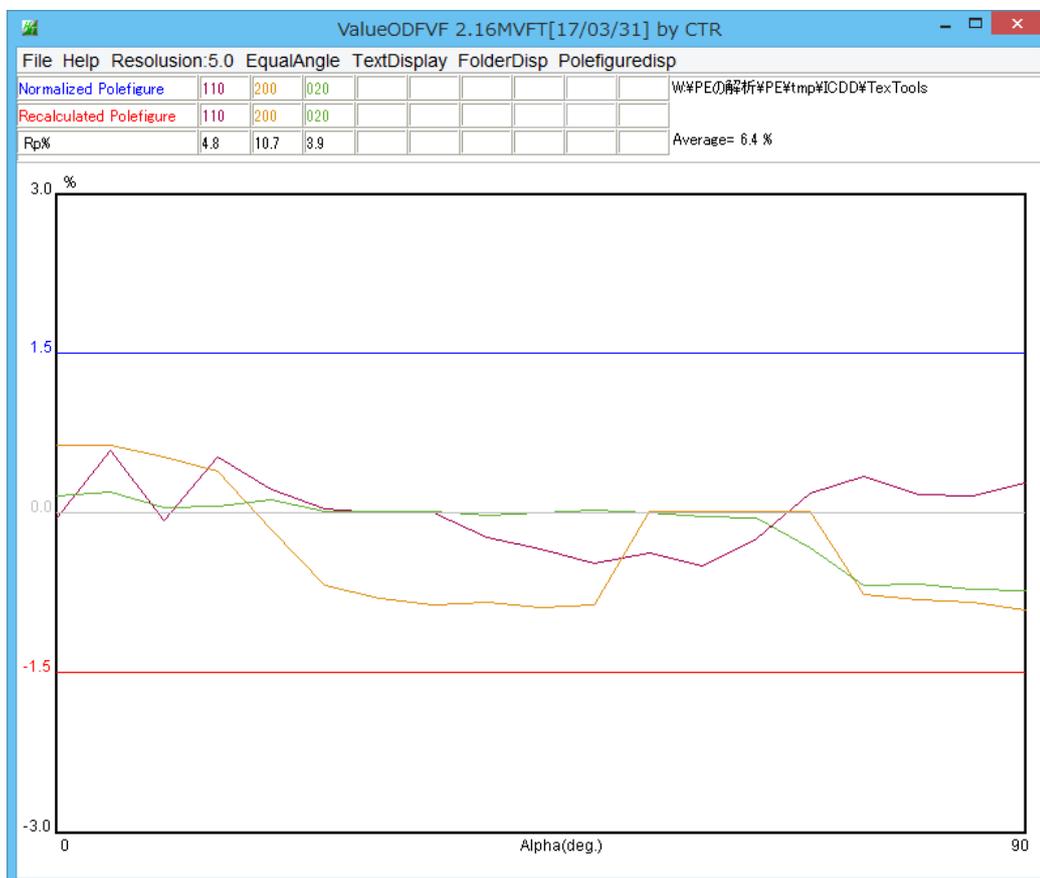


ND

RD



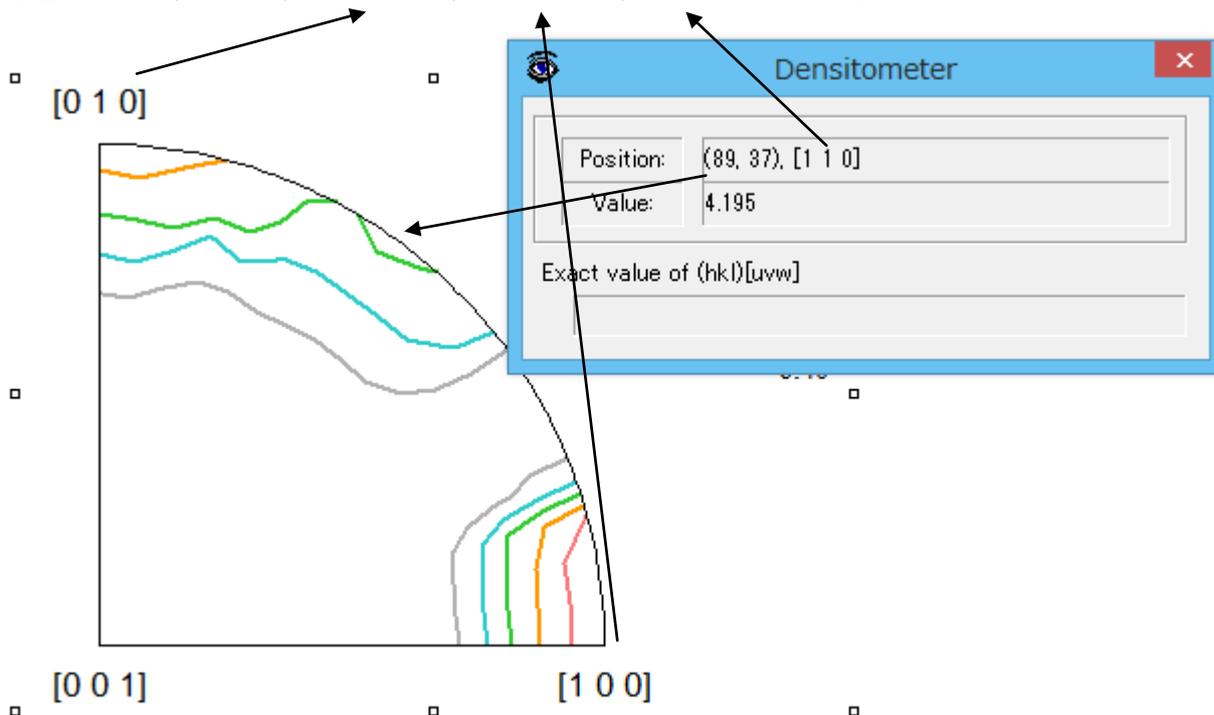
ValueODFVFソフトウェアで入力極点図のエラー (Rp%) を計算



Rp%が±3%以内であり、正常入力データである事が分かります。

結晶方位の解析

逆極点図から、NDは、 $\langle 010 \rangle$ 、 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ が考えられ



MD方向は $\langle 001 \rangle$ と考えられます。

組み合わせは

$$\{010\} \langle 001 \rangle$$

$$\{100\} \langle 001 \rangle$$

$$\{940\} \langle 001 \rangle \quad \text{PEの}\langle 110 \rangle\text{は}\{940\}\text{と直交}$$

この結晶方位の Euler 角度を CrystalOrientationDisp ソフトウェアで確認

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	0 ▾ 1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 1 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	90.0 90.0 0.0 Calc

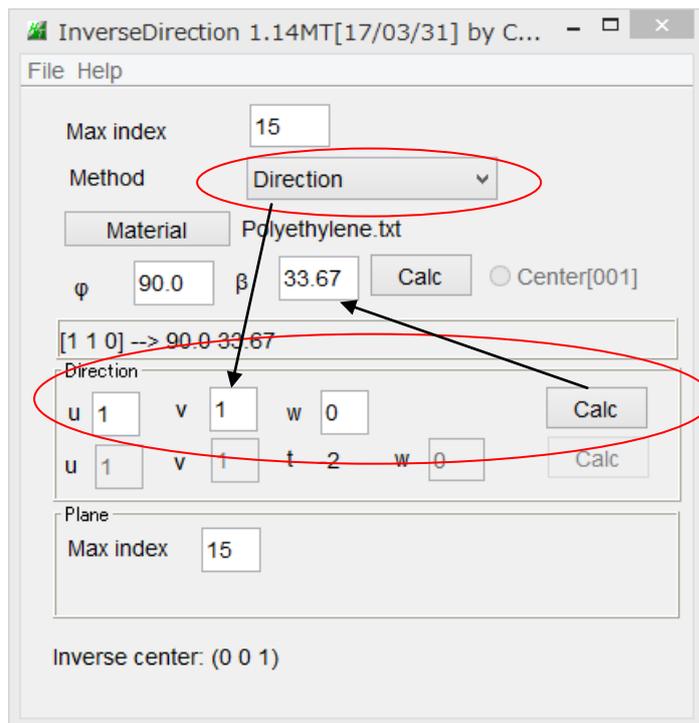
Miller Indices	
(hkl)[uvw]	1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 1 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	90.0 90.0 90.0 Calc

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	9 ▾ 4 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 1 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	90.0 90.0 56.2914 Calc

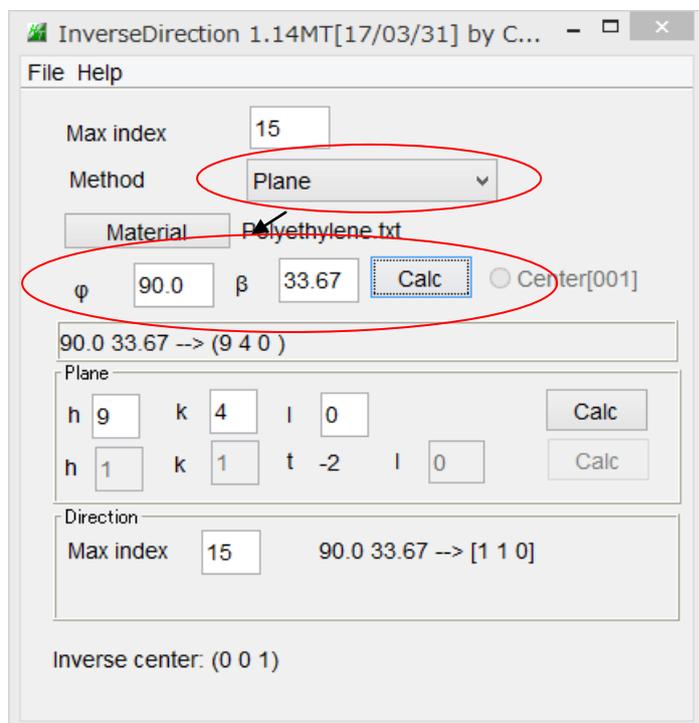
PE の<110>は{940}と直交の確認

InverseDirection ソフトウェアで確認

逆極点の Directionmode (これが普通の表現法)

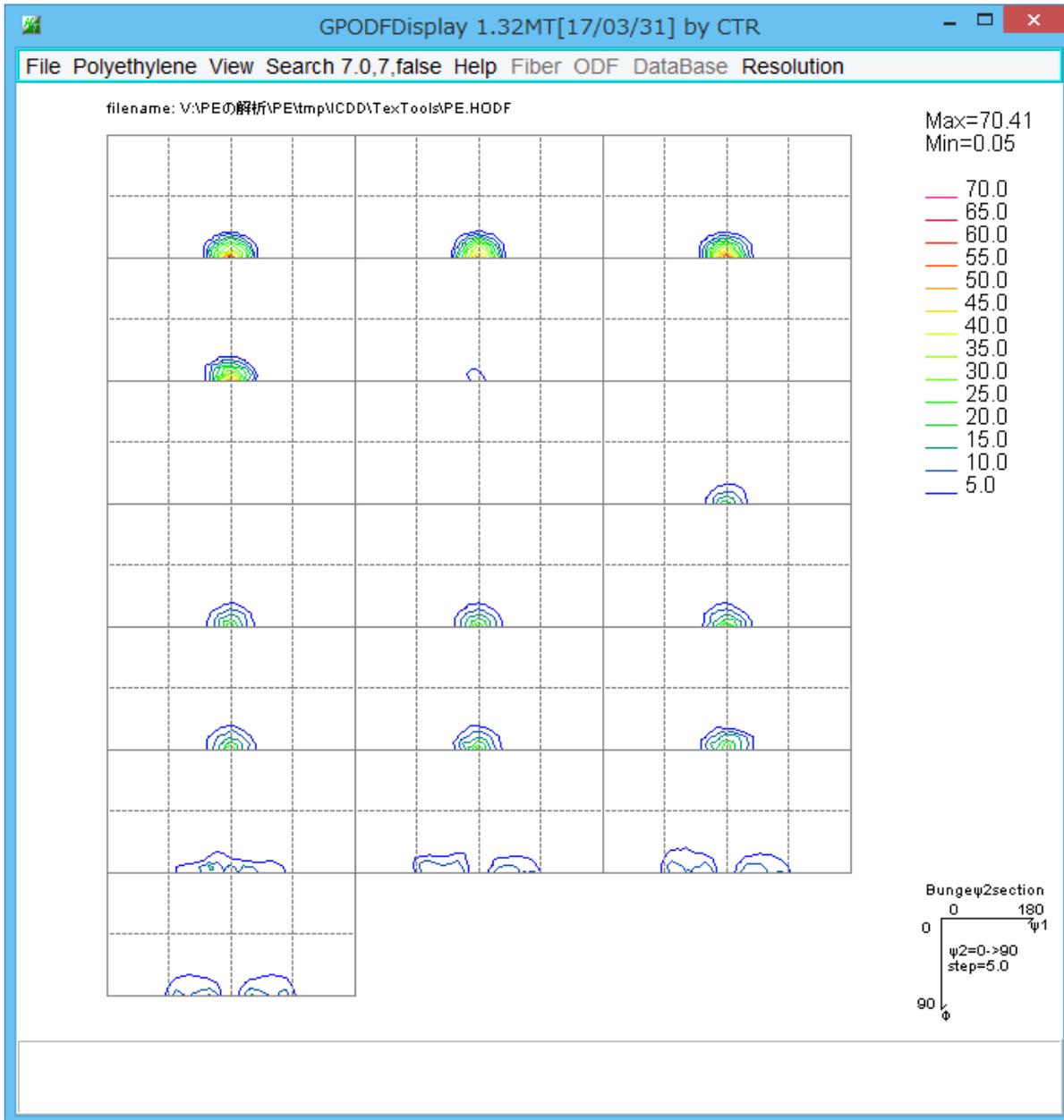


次に φ 90.0 β 33.67 Calc の Plane を計算

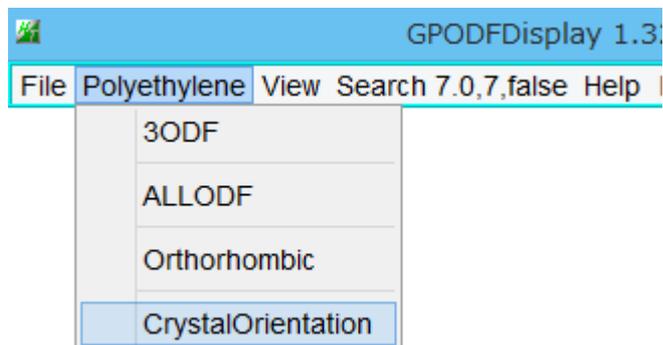


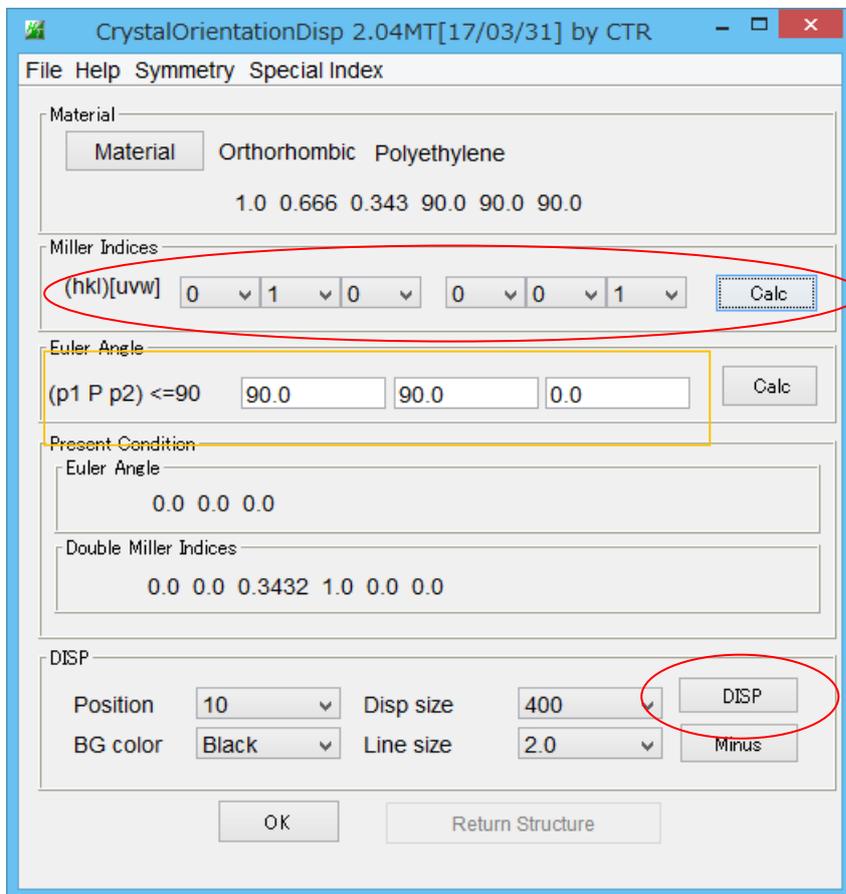
Direction 表現<110>は、Plane 表現{940}に変換されます。

$\{010\} \langle 001 \rangle$ 、 $\{100\} \langle 001 \rangle$ 、 $\{940\} \langle 001 \rangle$ の方位位置を確認
 GPODFDisplay ソフトウェアで TexTools 解析の ODF を読み込む

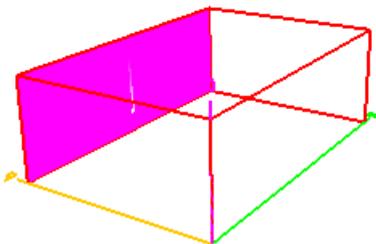


TexTools の対称 ODF 図は、 ϕ_1 が $0 \rightarrow 180$ で表現されていることが分かります。
 $\{010\} \langle 001 \rangle$ 方位位置の確認は、Polyethylene の Orientation を呼び出します。



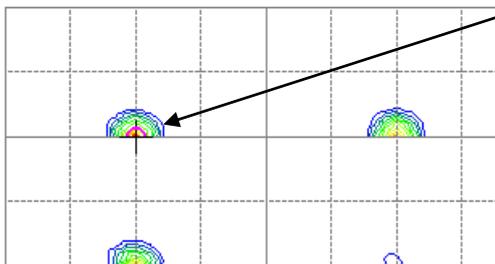


{010}<001>から Euler 角度(90,90,0)を得ます。この結晶方位図を表示します。



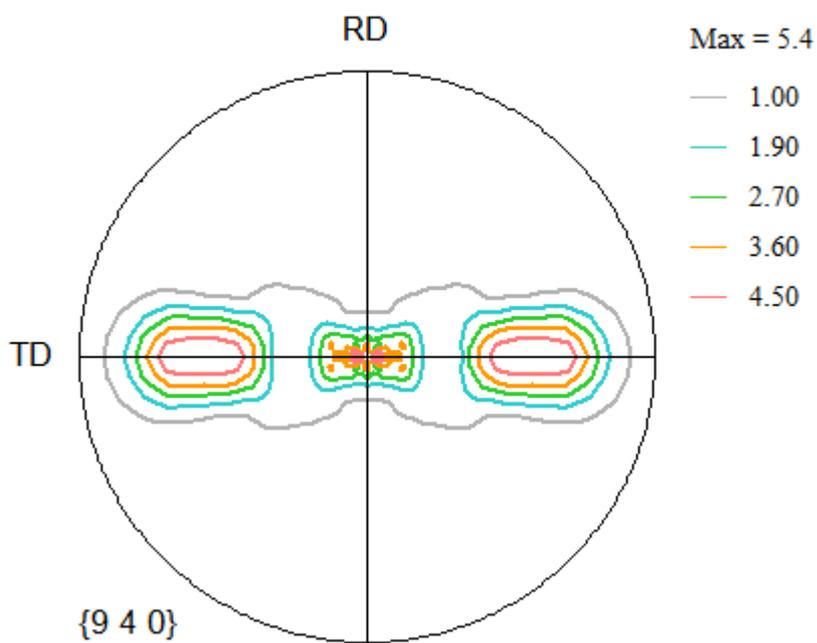
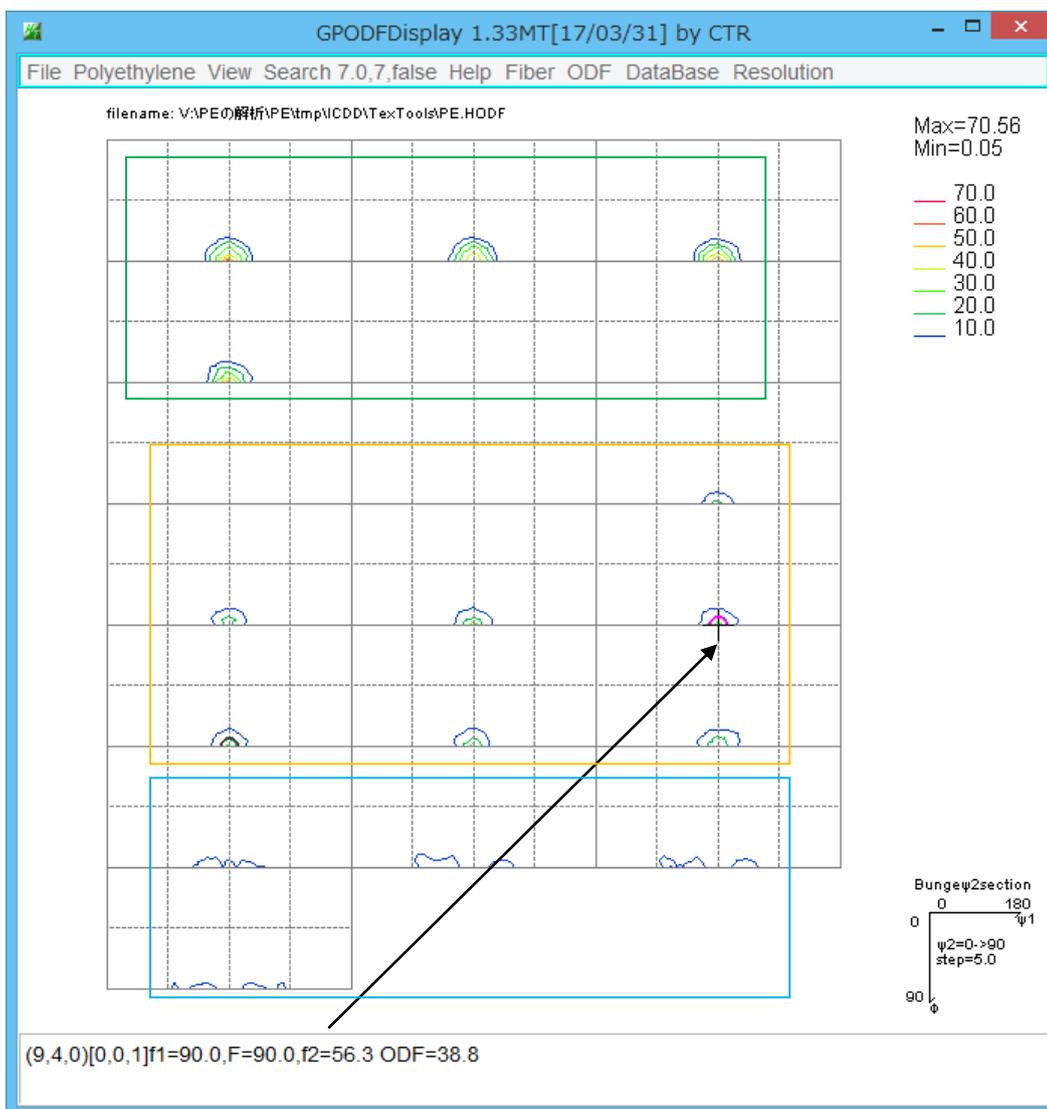
結晶方位図を表示後、ReturnStructure で ODF 図上にマークが表示されます。

filename: V:\PEの解析\PEtmp\ICDD\TexTools\PE.HODF

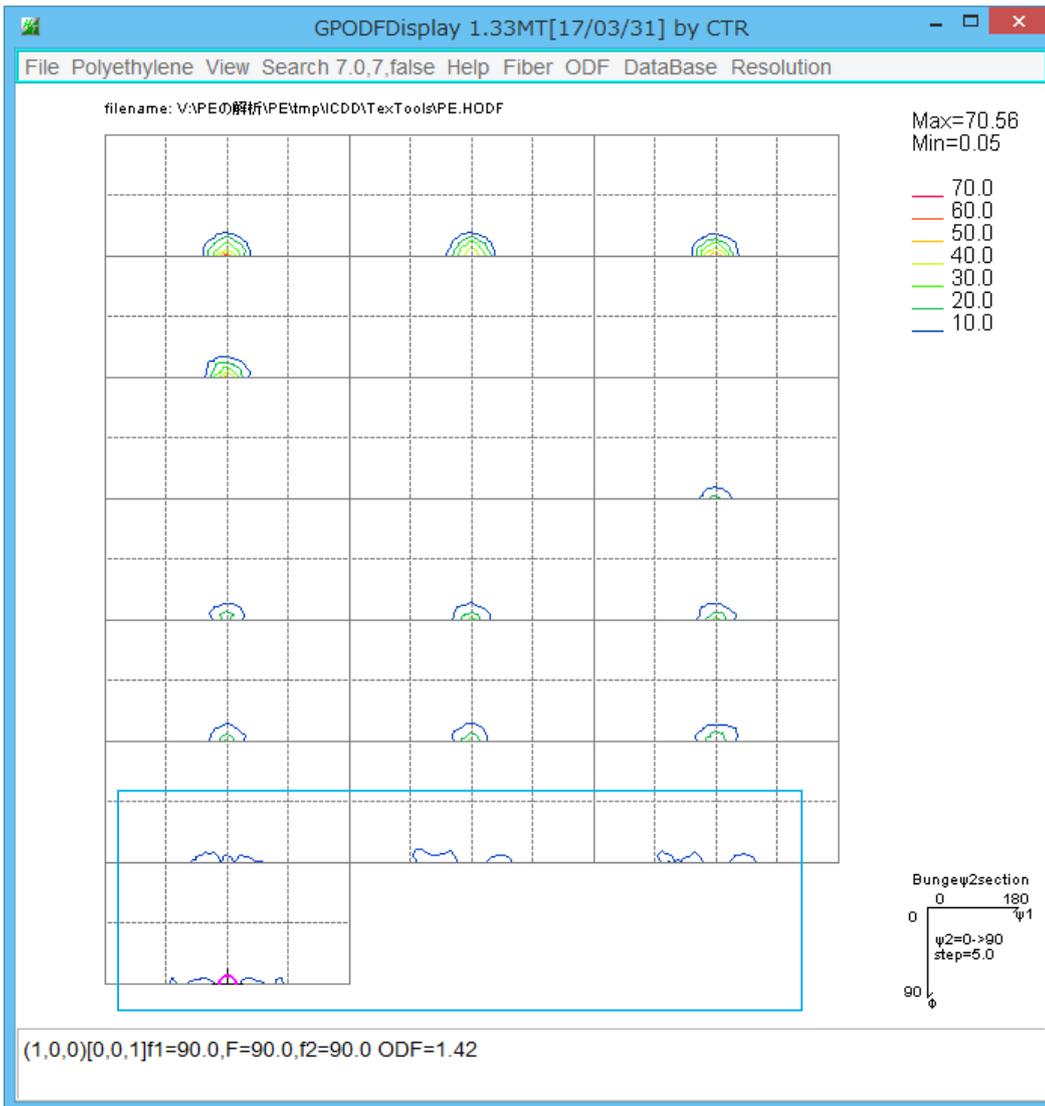


|(0,1,0)[0,0,1]f1=90.0,F=90.0,f2=0.0 ODF=70.56

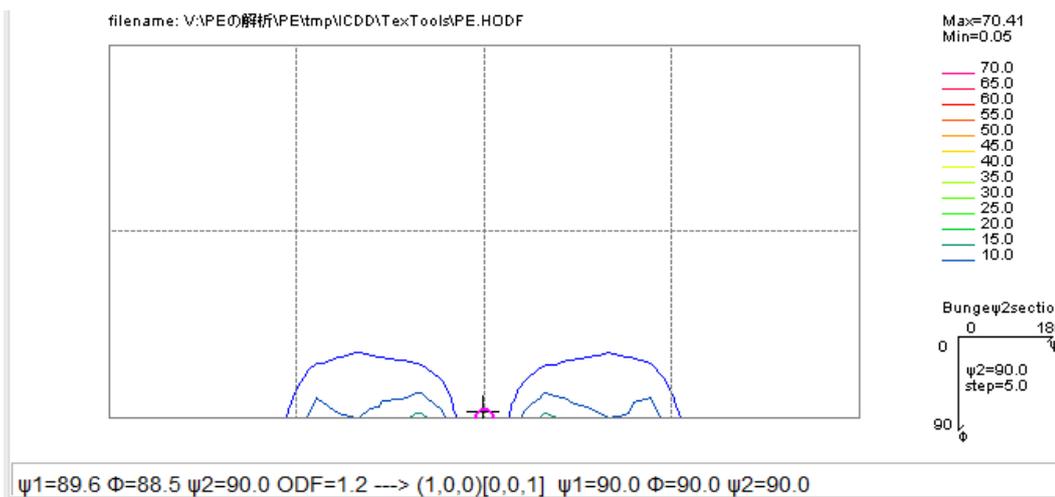
{9 4 0} <0 0 1>も同様な操作を行う。



{100} <001>も同様操作



しかし、ODF 値が低い



{100}<001>から φ 1 が回転した位置の方位が存在しています。

CrystalOrientationDisp で確認

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 1 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	90.0 90.0 90.0 Calc

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ -1 ▾ 56 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	88.0147 90.0 90.0 Calc

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ -1 ▾ 28 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	86.0342 90.0 90.0 Calc

Miller Indices	
(hkl)[uvw]	1 ▾ 0 ▾ 0 ▾ 0 ▾ -1 ▾ 18 ▾ Calc
Euler Angle	
(p1 P p2) <=90	83.8449 90.0 90.0 Calc

などの方位が考えられます。

TexToolsによるVolumeFraction計算

{010} <001>のEuler角度から

Miller Indices

(hkl)[uvw] 0 1 0 0 0 1 Calc

Euler Angle

(p1 P p2) <=90 90.0 90.0 0.0 Calc

Orientation Volume Fraction

Selection orientations

Select orientations by Euler angle

75.00 =< φ1 =< 105.00 75.00 =< Φ =< 90.00

0.00 =< φ2 =< 15.00

Select orientations by intensity (high than)

Both

ODF file name V:\PEの解析\PE\tmp\ICDD\TexTools\PE.HODF >>

Result 18.17 % Calculate Close

{940} <001>のEuler角度から

Miller Indices

(hkl)[uvw] 9 4 0 0 0 1 Calc

Euler Angle

(p1 P p2) <=90 90.0 90.0 56.2914 Calc

Orientation Volume Fraction

Selection orientations

Select orientations by Euler angle

75.00 =< φ1 =< 105.00 75.00 =< Φ =< 90.00

40.00 =< φ2 =< 70.00

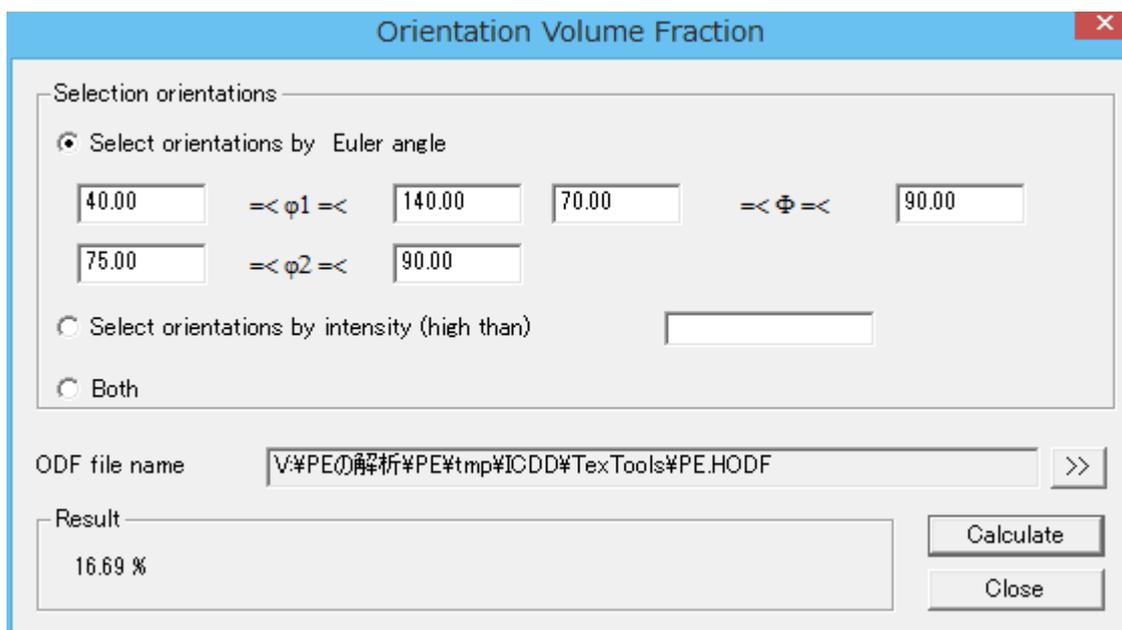
Select orientations by intensity (high than)

Both

ODF file name V:\PEの解析\PE\tmp\ICDD\TexTools\PE.HODF >>

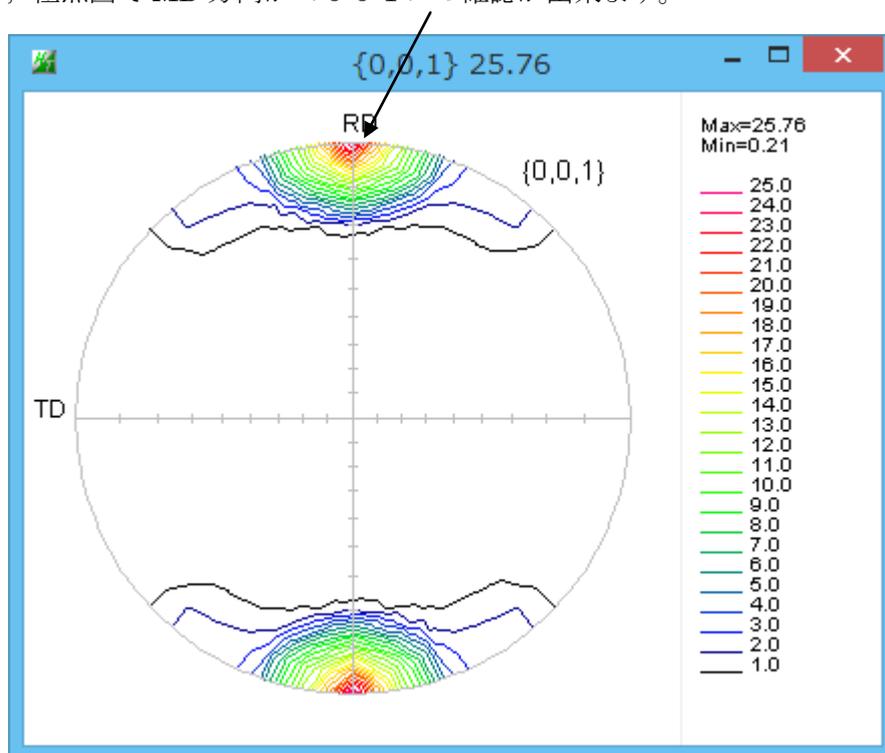
Result 18.19 % Calculate Close

残る方位は広がっているので、範囲を広げて求めます。



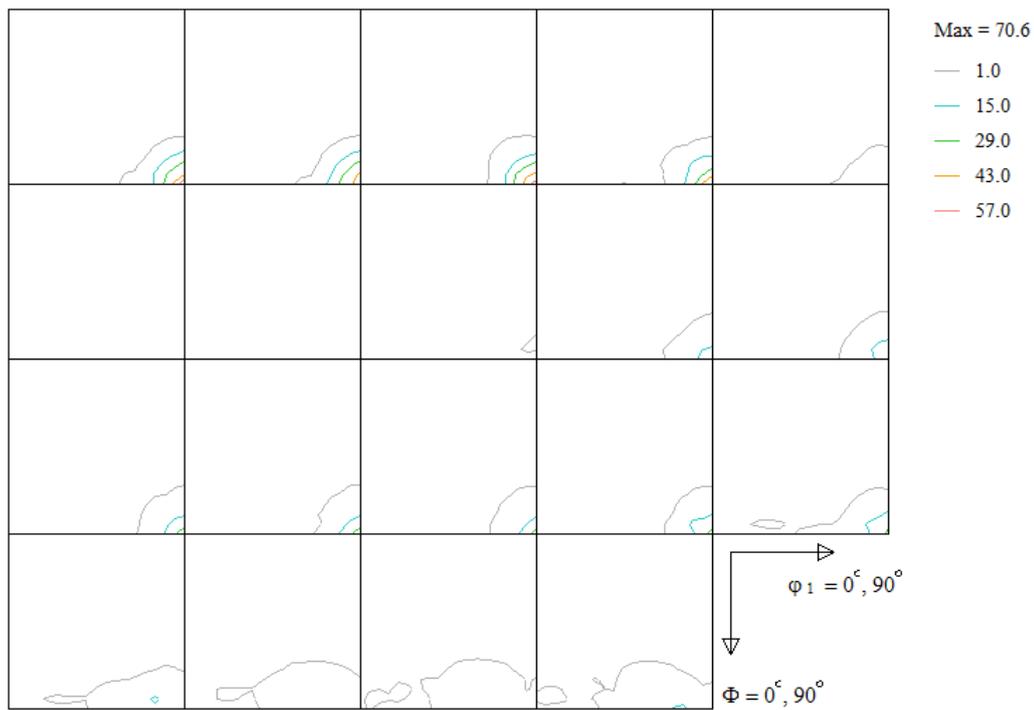
この様に求められます。

{0 0 1} 極点図で MD 方向が< 0 0 1 >の確認が出来ます。

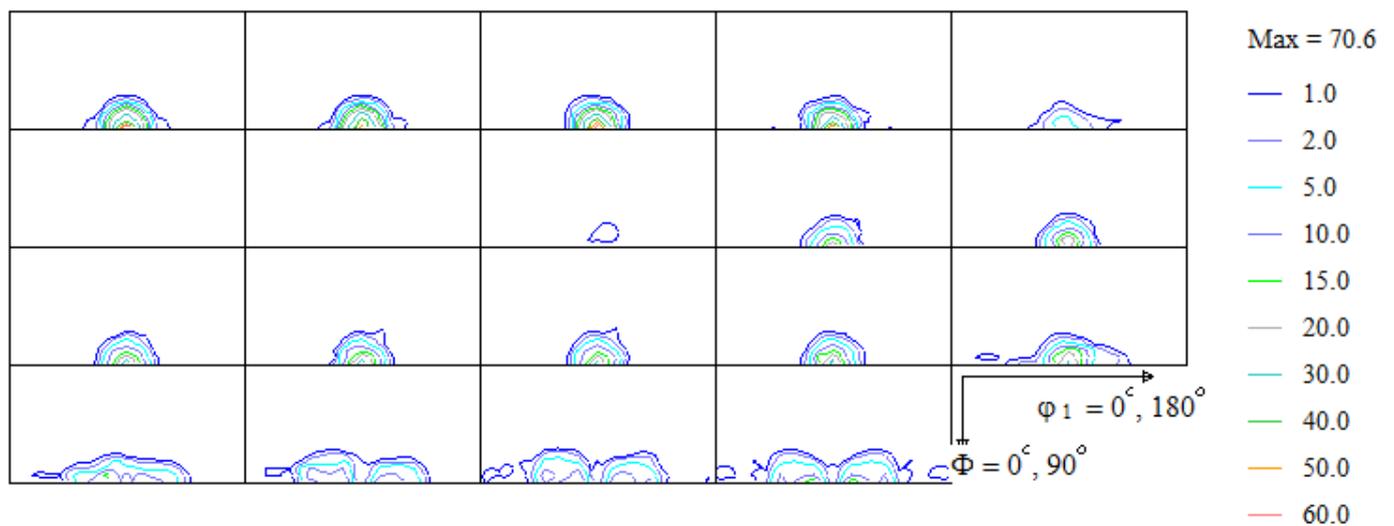


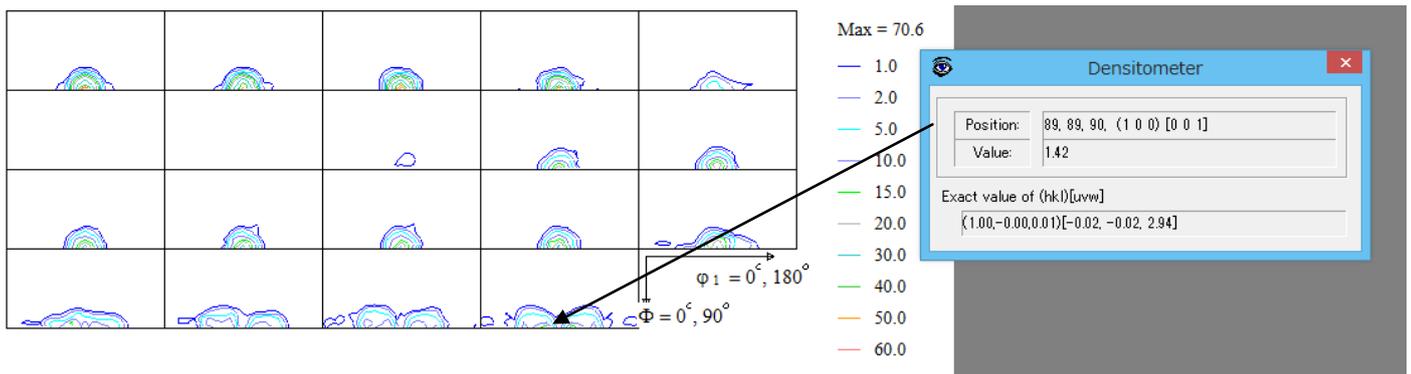
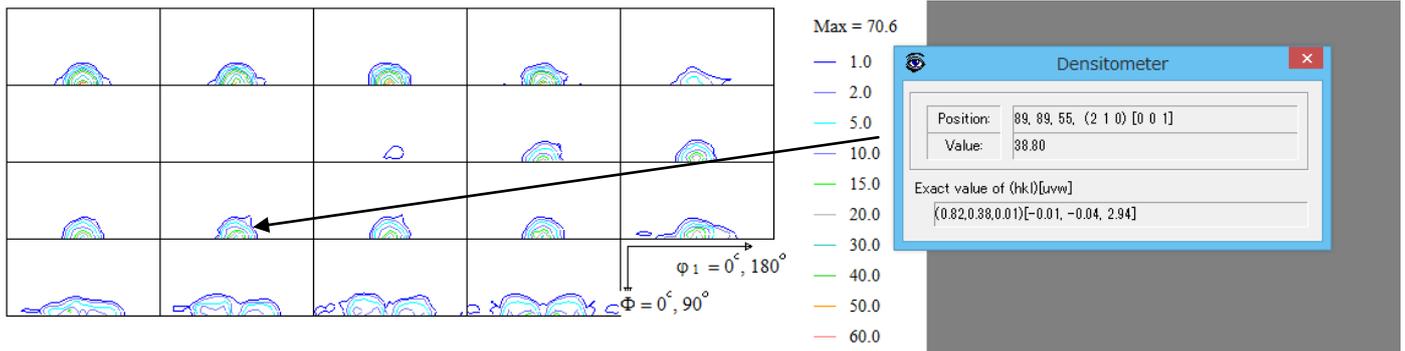
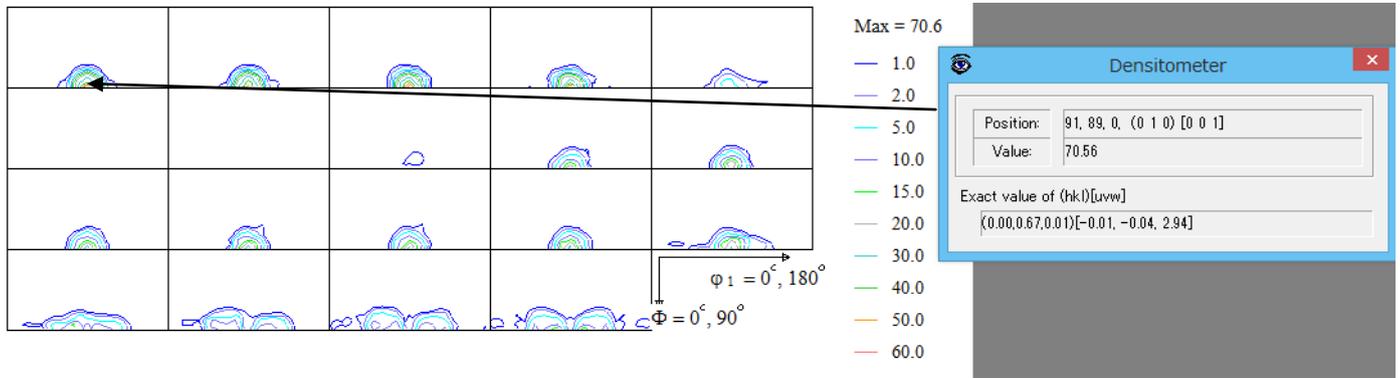
MD 方向は< 0 0 1 >であるが若干の広がりを持っています。

TextToolsのみで行う場合



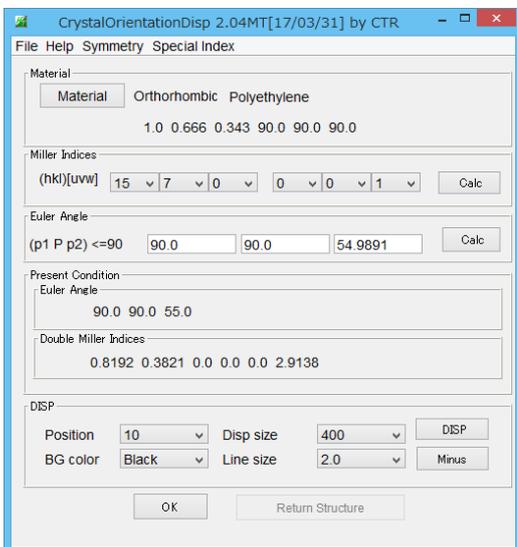
ϕ_1 を $0 \rightarrow 180$ に変更





この値から VolumeFraction を求められます。

Textools の場合、最大ミラー指数が小さいため、
(90, 90, 55) が {210} と計算される。



(90,90,55)から{15,7,0}<001>が計算され
{15,7,0}<001>から
(90,90,54.96)が計算されます。