

P o l y p r o p y l e n e 解析の実際

2016年06月27日

HelperTex Office

概要

XRDによる極点図測定では、反射法測定と透過法測定があるが、高分子材料の場合、極点図の補正を考えると、透過極点測定が有利である。

本資料は、透過極点図から Polypropylene の方位解析を説明します。

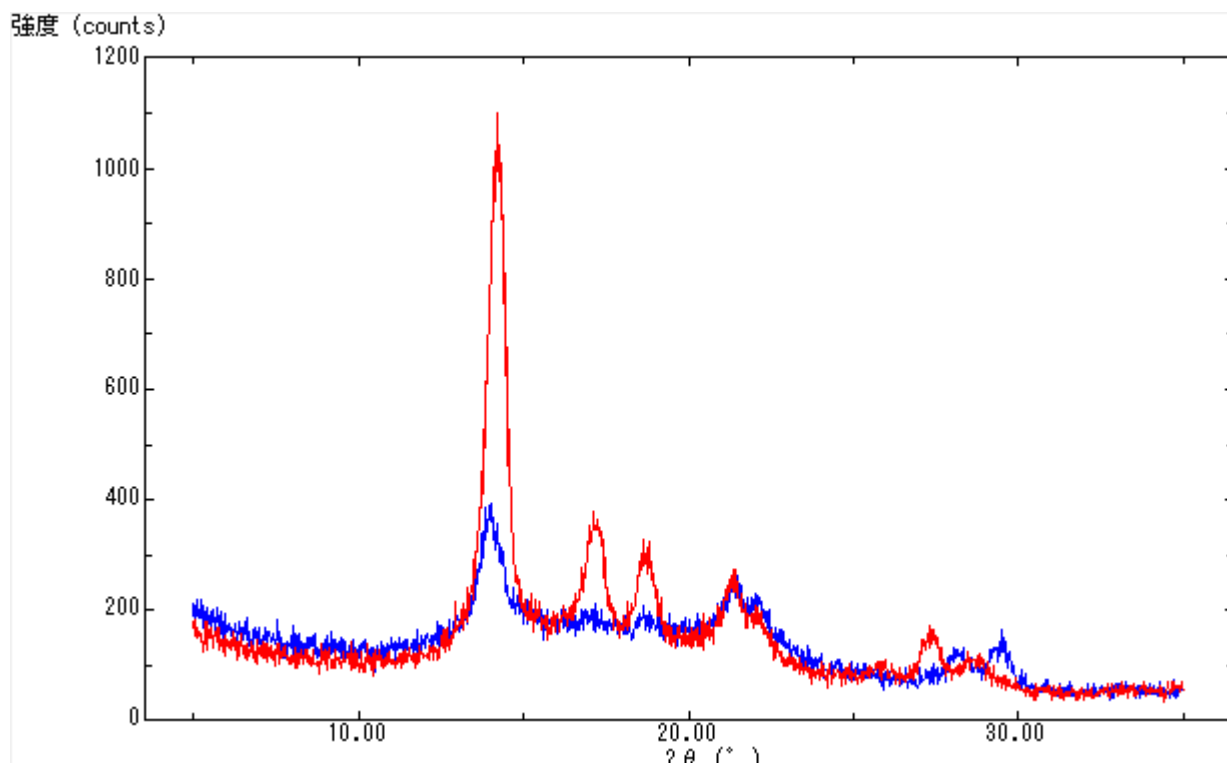
試料は、駅弁のおかずを保護している透明のシートである。

透過測定極点図の補正は吸収補正のみで、吸収を正確に測定できていれば、簡単に極点図の補正が可能になります。

吸収は、Si の回折線を測定し、回折光路にサンプルを置いて減衰率から吸収係数*厚さを測定する。

補正した極点図でODF解析を行い、方位計算を行います。

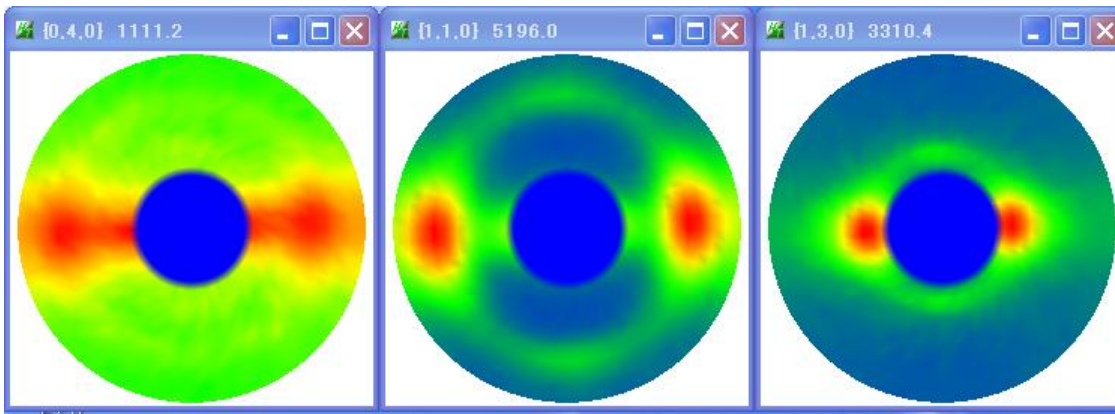
回折プロファイル



吸収係数

Si	Si+PP	I/I ₀
605158.7	568973.4	0.940205
	ut=	0.061657

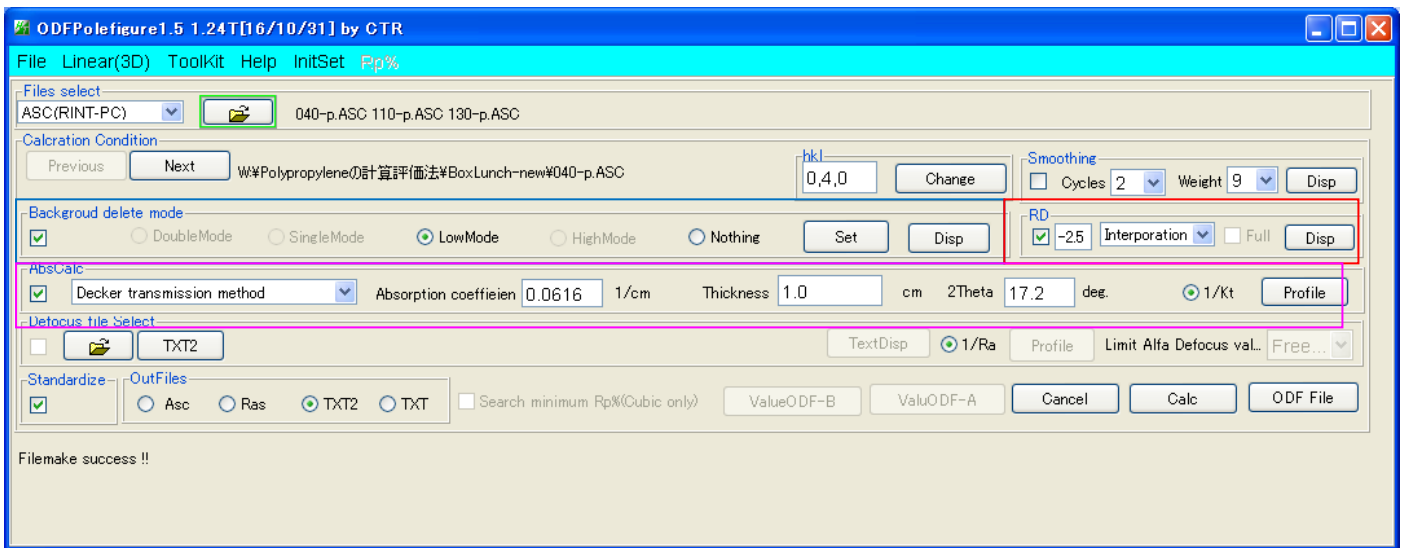
極点データ処理



バックグラウンド除去

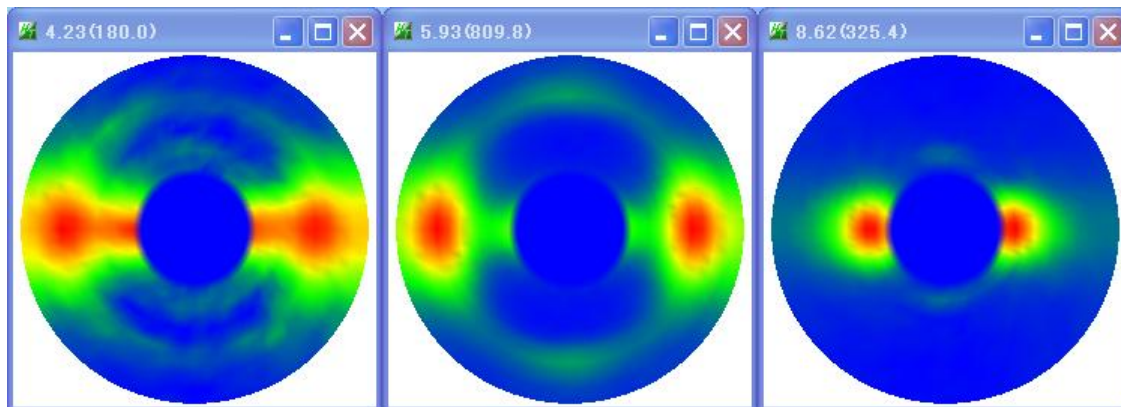
RD 補正

吸収補正

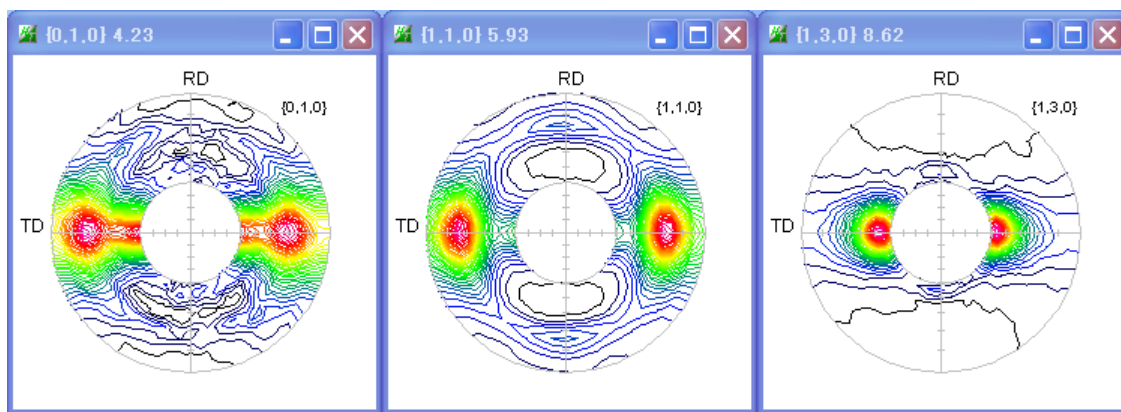


処理結果

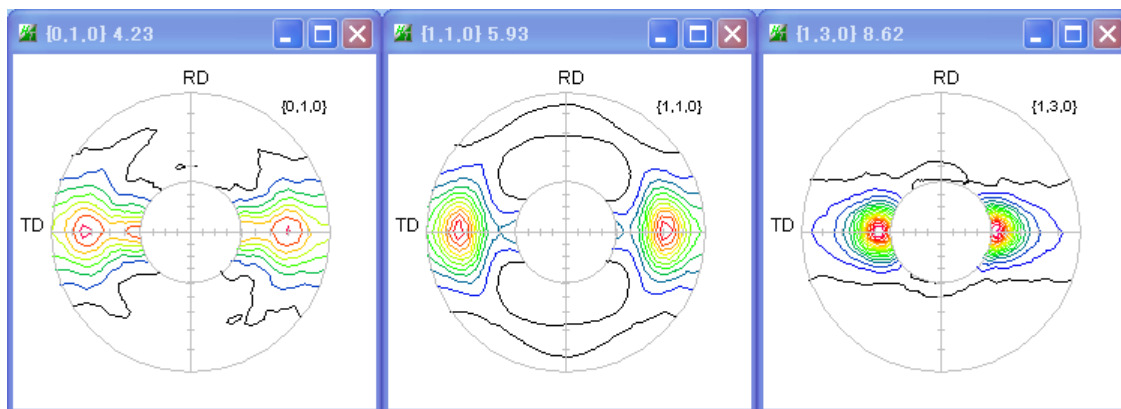
ミラー指数と規格化強度を表示



処理結果を等高線（40本表示）に切り替えると、ミラー指数と規格化密度を表示

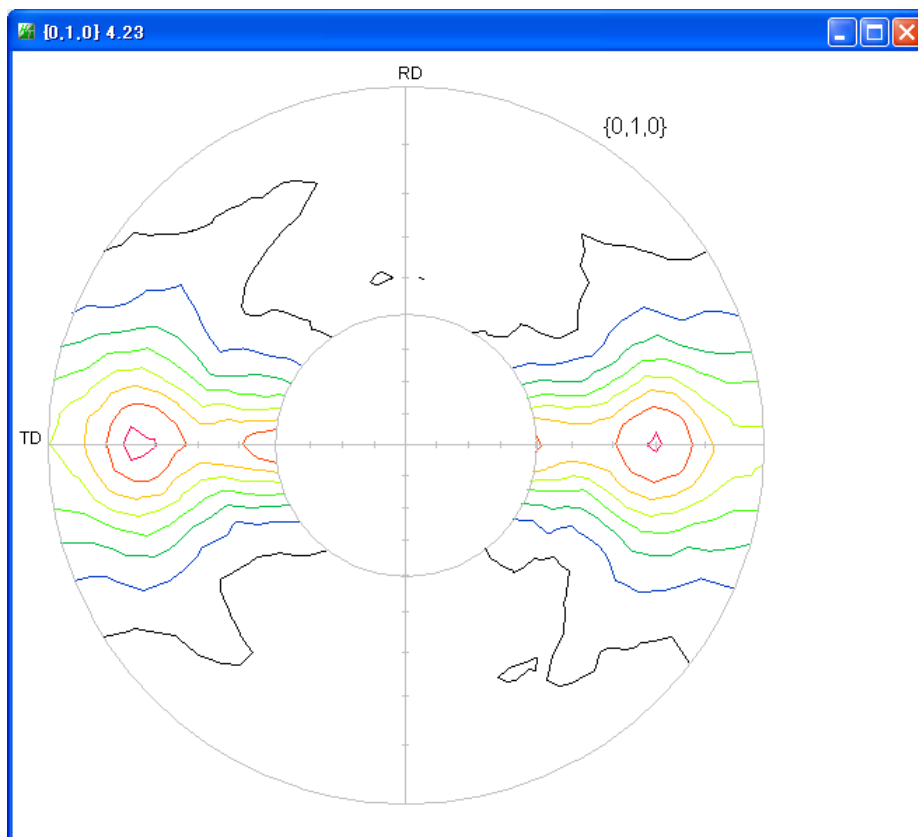


等高線間隔を0.5に変更

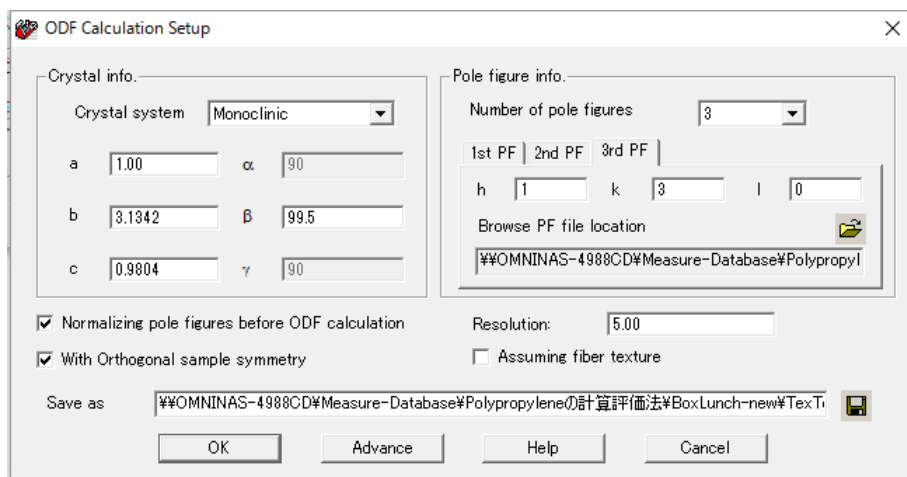


RD 変更で、1/4 対称になりました。

画面を広げることも可能

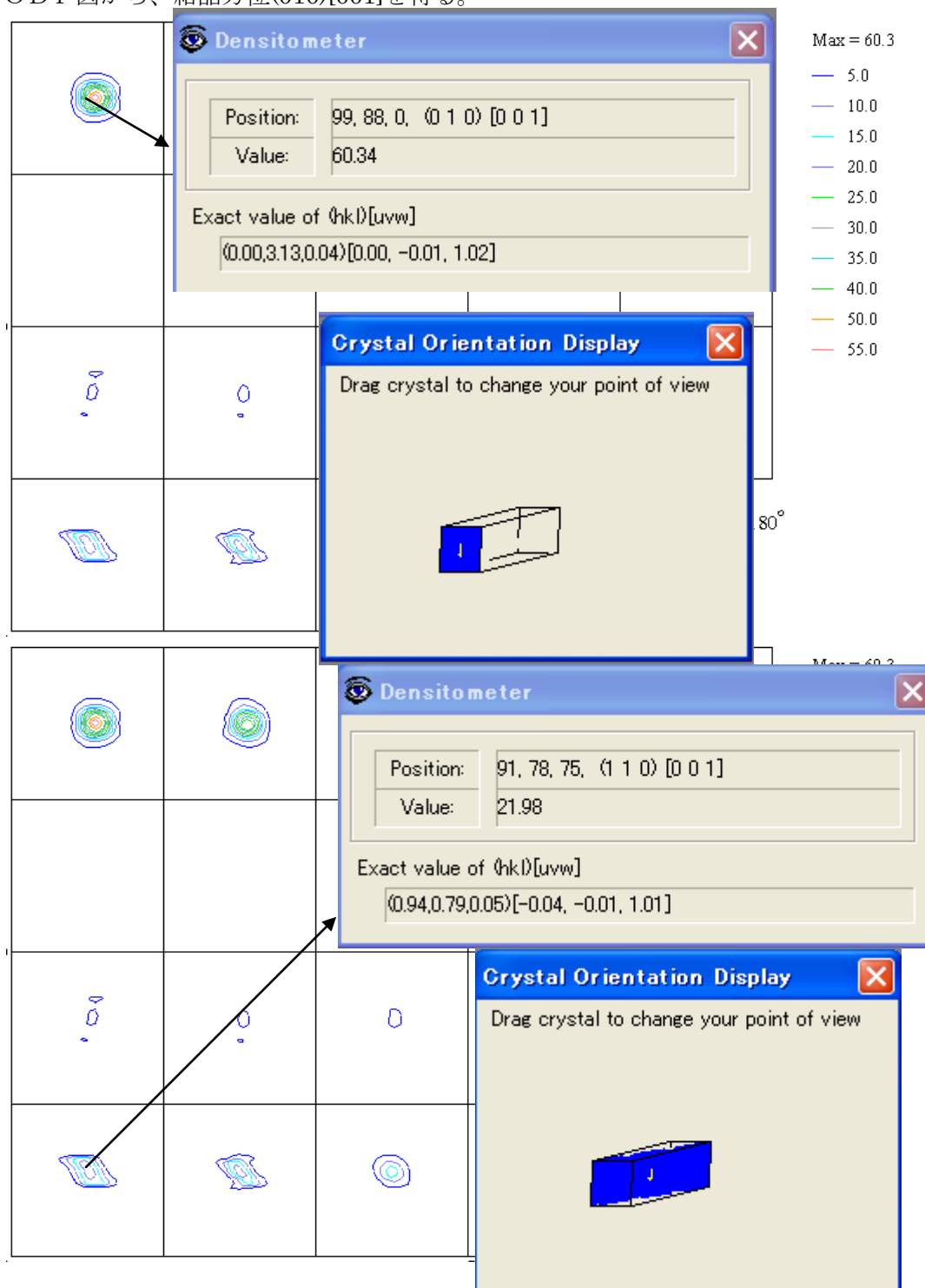


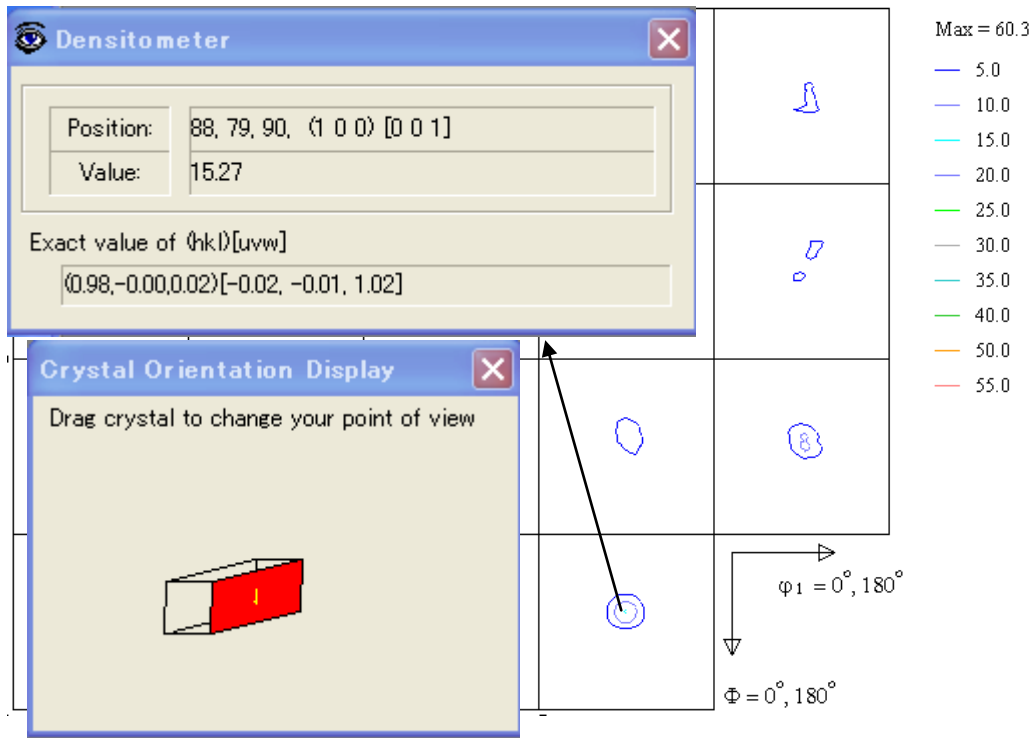
ODF 解析



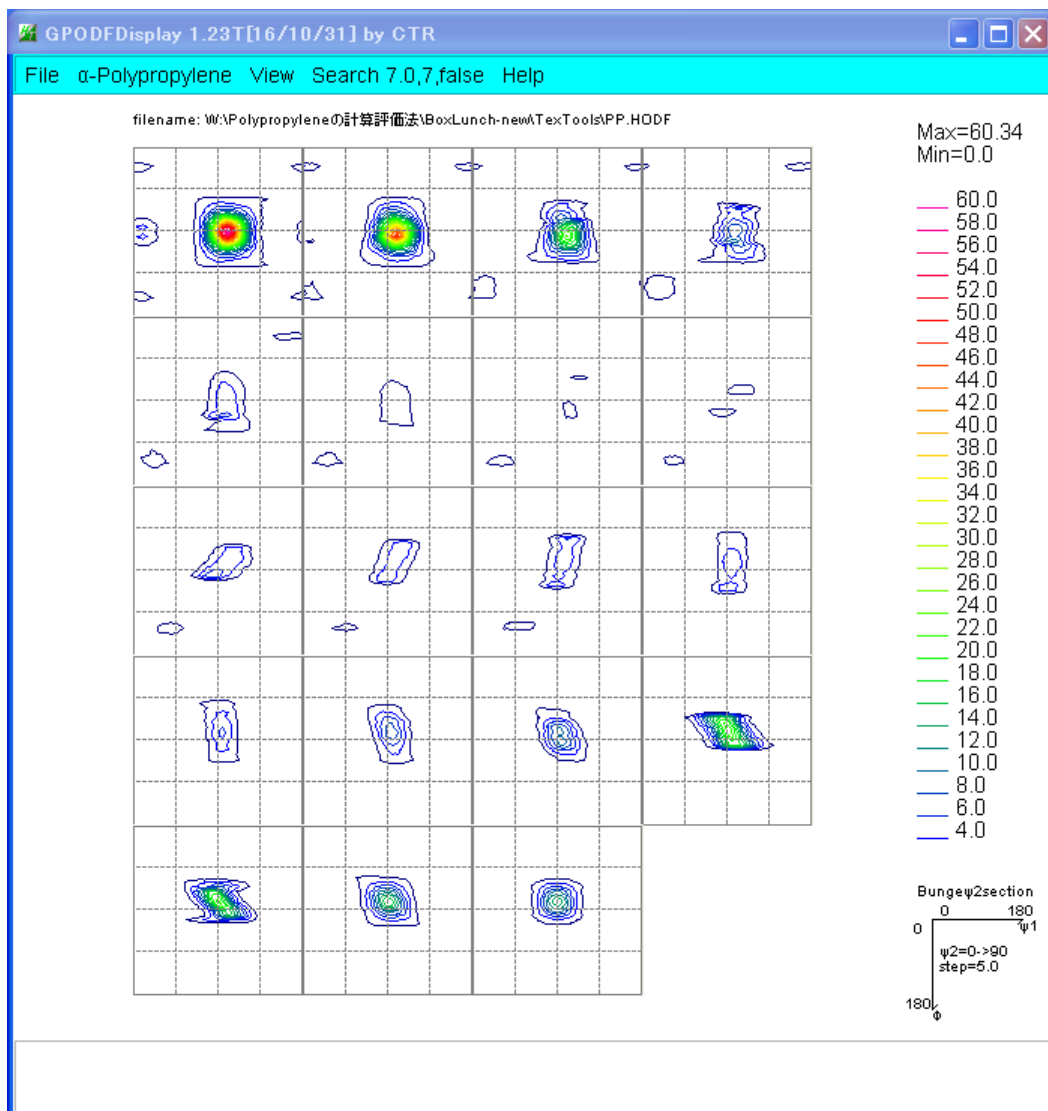
15
0.0100 15↓
0.1284↓

ODF 図から、結晶方位(010)[001]を得る。





結晶方位は、 $(010)[001] \rightarrow (hk0)[001] \rightarrow (100)[001]$ と繋がっていると考えられます。



又、ODF 図の最小が 0.0 なので、random 方位が非常に少ないと考えられます。

各結晶方位の VolumeFraction は

Orientation Volume Fraction

Ideal Orientations Fibers

Other ideal orientations

ϕ_1 99 Φ 88 ϕ_2 0

Tolerance (degree) 20

With sample symmetrical orientations (4 fold)

gamma fiber (phi = 55, phi2 = 45)

h 1 k 1 l 1


Tolerance (degree) 15

ODF File Name W:\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\PP.HODF >>

Result: 19.82%

Calculate

Cancel



Orientation Volume Fraction

Ideal Orientations Fibers

Other ideal orientations

ϕ_1 91 Φ 78 ϕ_2 75

Tolerance (degree) 20

With sample symmetrical orientations (4 fold)

gamma fiber (phi = 55, phi2 = 45)

h 1 k 1 l 1


Tolerance (degree) 15

ODF File Name W:\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\PP.HODF >>

Result: 16.65%

Calculate

Cancel



Orientation Volume Fraction

Ideal Orientations Fibers

Other ideal orientations

ϕ_1 88 Φ 79 ϕ_2 0

Tolerance (degree) 20

With sample symmetrical orientations (4 fold)

gamma fiber (phi = 55, phi2 = 45)

h 1 k 1 l 1


Tolerance (degree) 15

ODF File Name W:\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\PP.HODF >>

Result: 18.84%

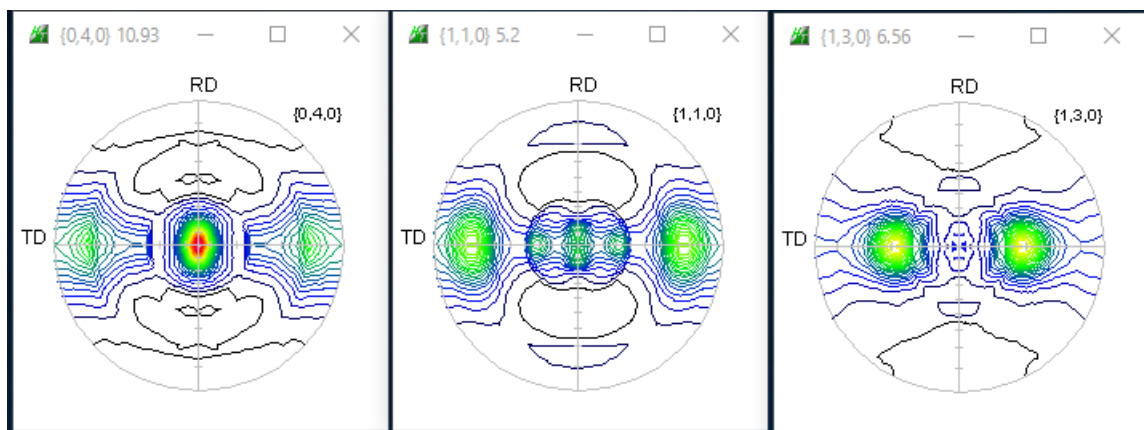
Calculate

Cancel

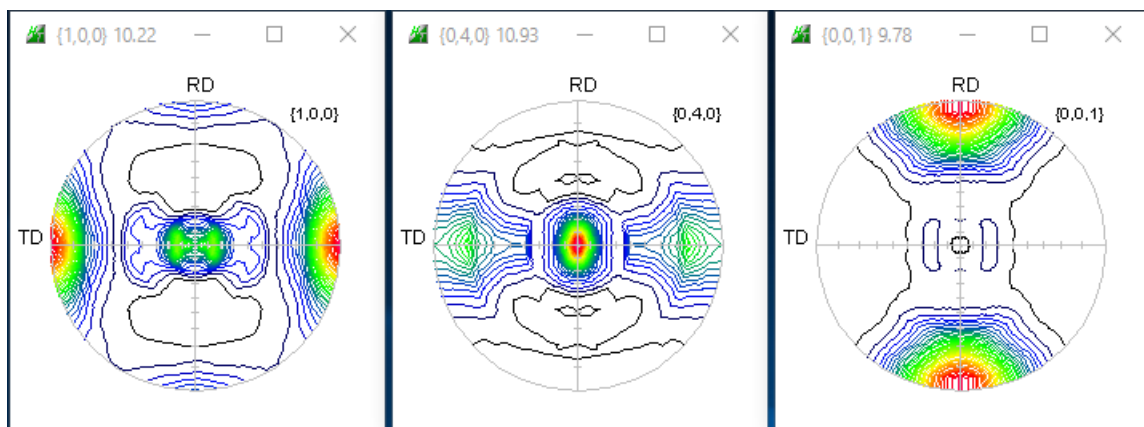


この Volume Fraction 結果から
(010)[001]->(hk0)[001]->(100)[001]にほとんど、集中していると考えられます。

再計算極点図



a, b, c 軸方向の極点図



{1 1 0}、{0 4 0} から計算した配向関数

PPOrientation 1.03X Free

File Help Orientation PrintScreen

Select TXT2

{110} \\OMNINAS-4988CD\Measure-Database\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\110...

{040} \\OMNINAS-4988CD\Measure-Database\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\040...

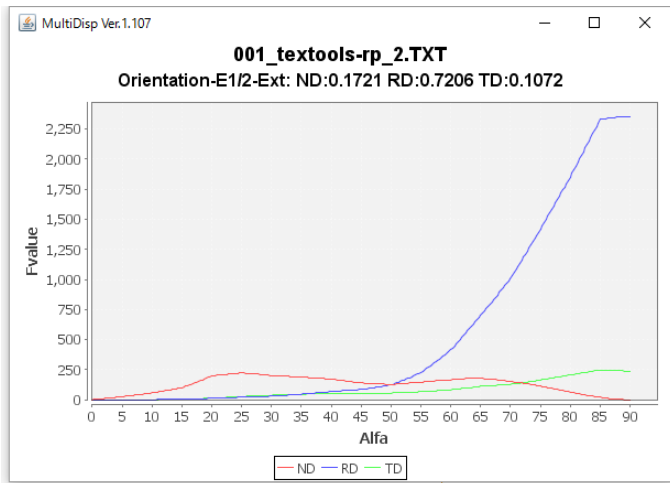
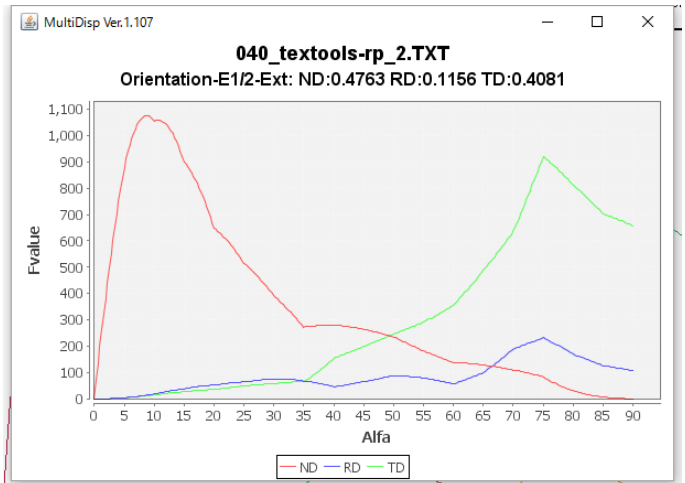
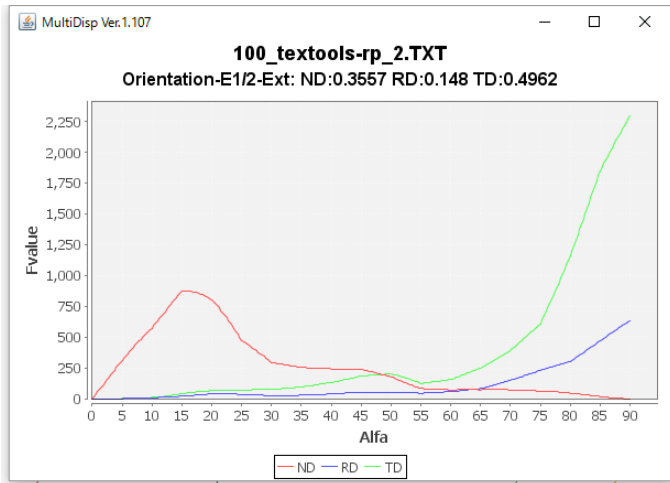
PoleDisp ContourDisp {110}Orientation {040}Orientation Calc

Result

direction	ND	RD	TD	fnd	frd	ftd
{110}	0.3665	0.1453	0.4881	0.0497	-0.2820	0.2322
{040}	0.4762	0.1156	0.4080	0.2144	-0.3265	0.1121
a-axis	0.3556	0.1482	0.4961	0.0334	-0.2776	0.2441
b-axis	0.4762	0.1156	0.4080	0.2144	-0.3265	0.1121
c-axis	0.1680	0.7361	0.0957	-0.2478	0.6041	-0.3563

ResultFile

{100}、{010}、{001} 極点図の配無関数と {110} {040} から計算した配向関数比較



PPOrientation 1.03X Free

File Help Orientation PrintScreen

Select TXT2

- {110} \\OMNINAS-4988CD\Measure-Database\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\110...
- {040} \\OMNINAS-4988CD\Measure-Database\Polypropyleneの計算評価法\BoxLunch-new\TexTools\040...

PoleDisp ContourDisp {110}Orientation {040}Orientation Calc

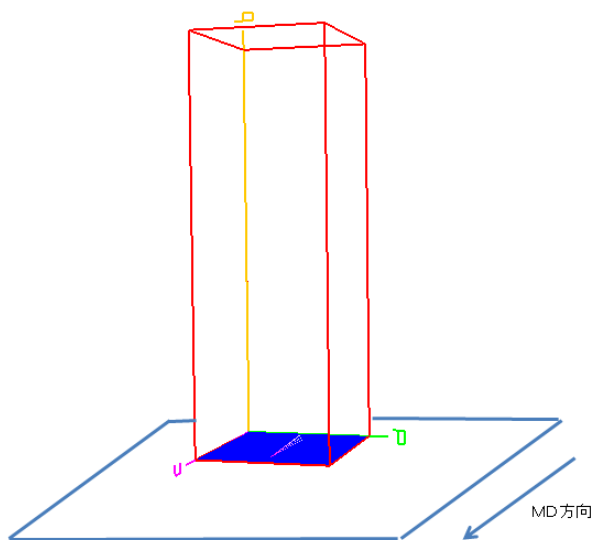
Result

direction	ND	RD	TD	fnd	frd	ftd
{110}	0.3665	0.1453	0.4881	0.0497	-0.2820	0.2322
{040}	0.4762	0.1156	0.4080	0.2144	-0.3265	0.1121
a-axis	0.3556	0.1482	0.4961	0.0334	-0.2776	0.2441
b-axis	0.4762	0.1156	0.4080	0.2144	-0.3265	0.1121
c-axis	0.1680	0.7361	0.0957	-0.2478	0.6041	-0.3563

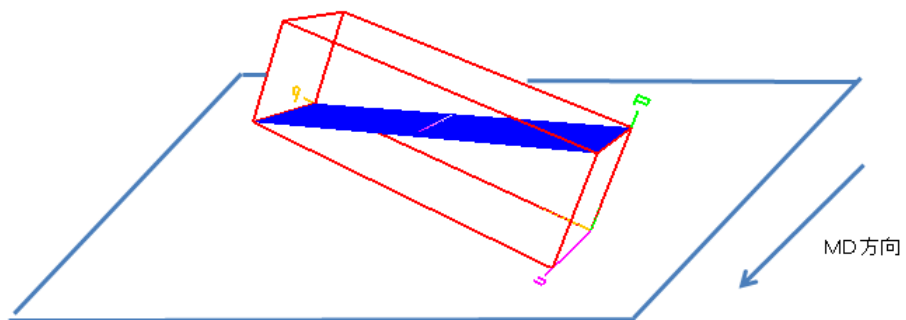
ResultFile

材料を基準としてと結晶の関係

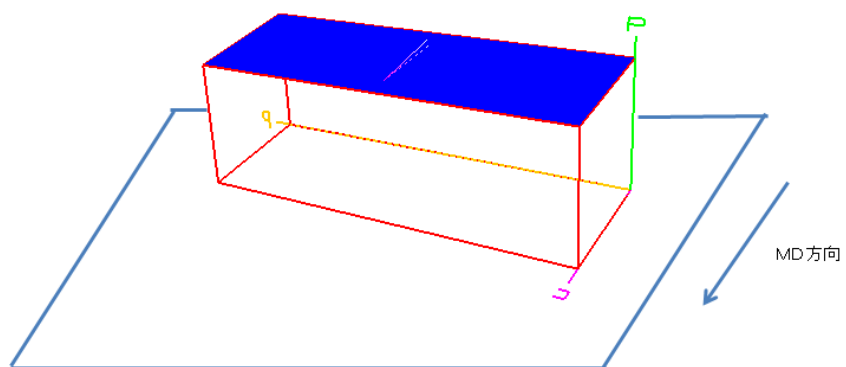
(010)[001]



(110)[001]



(100)[001]



C軸に対し、回転しているが、均一ではありません。