

高分子材料解析

PETの吸収とdefocus

反射極点図ではrandom試料を用いても極点図が一定にならず
 α 方向に関数変化を持ちます。

試料が薄いと極点測定の煽りにより体積に変化が現れます。

この曲線は $ut = 1$ でほぼ直線になります。

本資料では、吸収補正がほとんど直線になる厚さのPETを用いて
 α 方向の強度分布を測定してみました。

2017年10月12日

HelperTex Office

概要

金属などでは、defocus補正が必要であるが、高分子材では吸収とdefocusの関係がどのように作用するか、実測定データを元に検証を行う。

高分子材料は回折線が近接し広い受光スリットでは測定出来なく、測定される回折強度も低く統計変動が大きいため、バックグラウンド測定も難しいため、本検証ではバックグラウンドは各 α 毎に β 方向の最小値を用いた。更にdefocus曲線は、Tenchoff曲線でFittingを行い、更に複数の極点図によるFitting値の検証を行い修正を行った。

測定

ゴニオメータ 185 mm

DS : 1 / 3 deg

SS, RS : 1 mm

40 kV - 40 mA

α 、 β 測定間隔 5 deg speed : 60 deg / min

吸収 (ut) : 0.345264 (実測値)

測定データ

2θ : 16.3

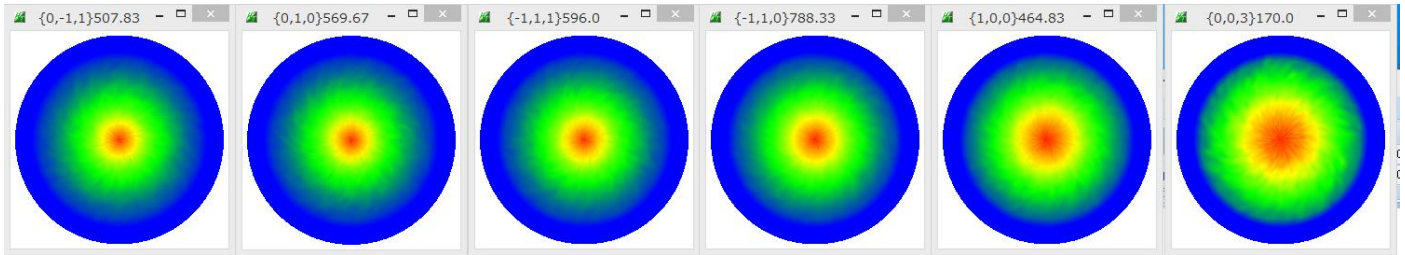
17.7

21.5

22.7

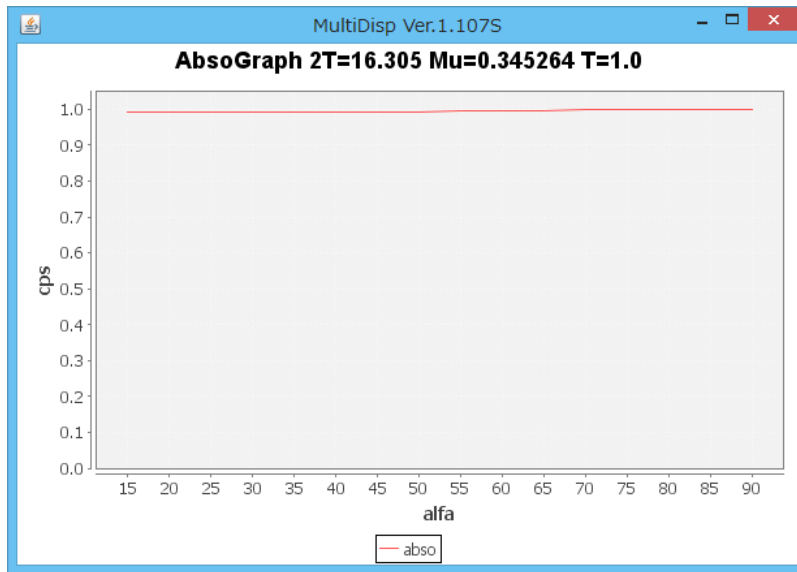
26.1

31.3



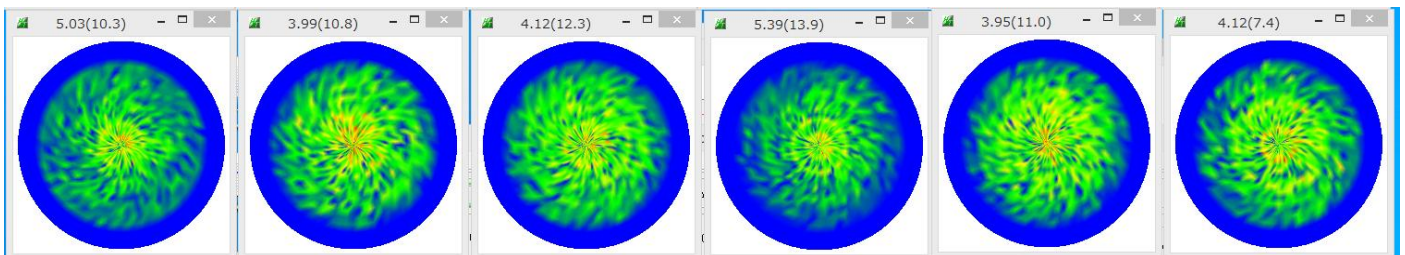
吸収補正

2θ 角度の低い $\{0-11\}$ の補正量



よって、defocusが含まれる。

バックグラウンド除去(最小強度)、吸収補正結果により defocus 補正量を算出



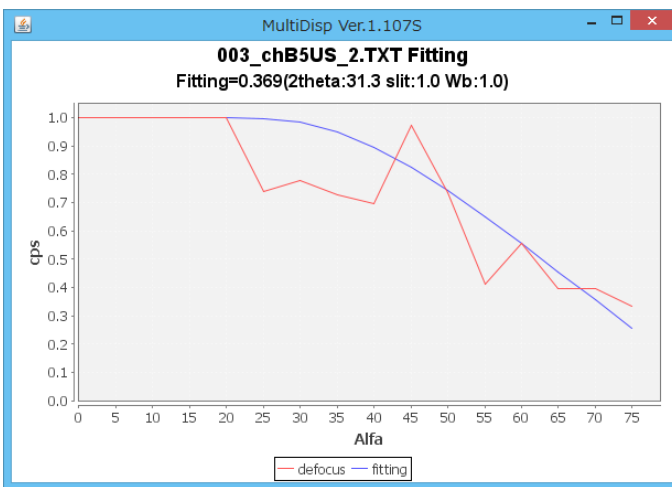
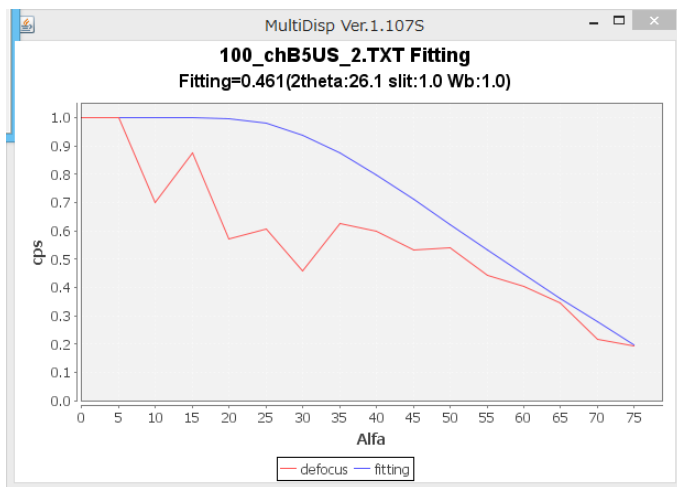
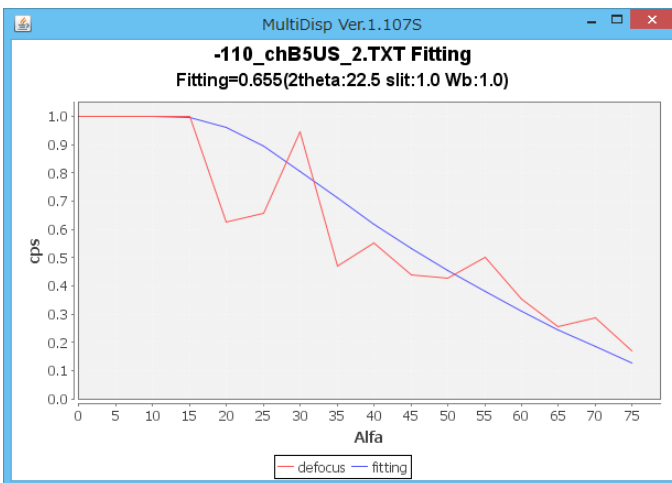
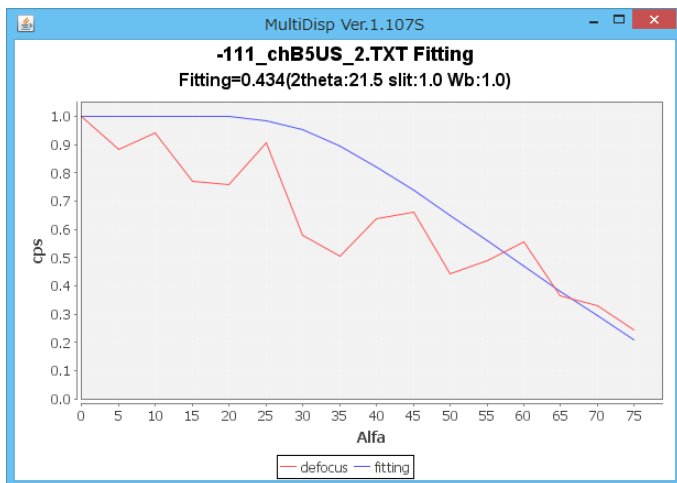
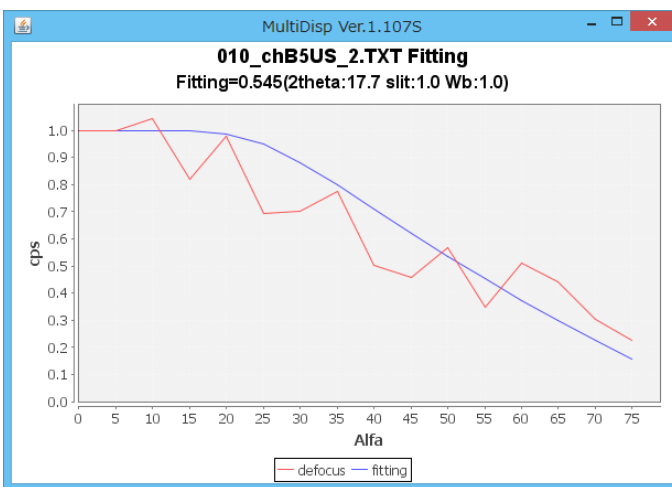
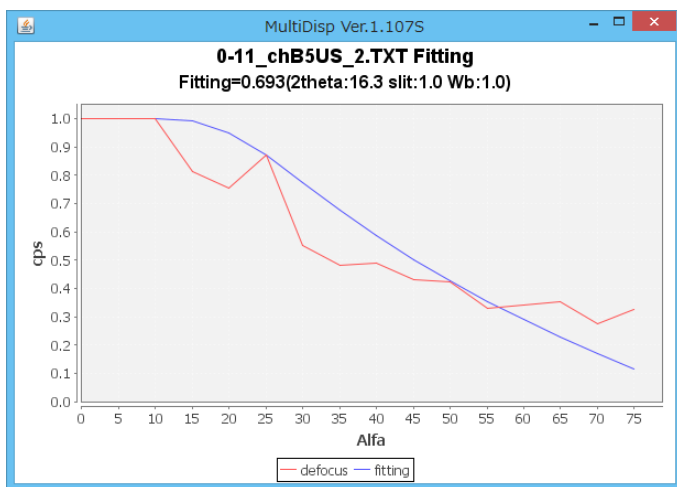
T e n c h o f f 曲 線 に F i t t i n g

極点処理 (バックグラウンド、吸収補正) を行った処理データに対し

2 θ 角度、受光スリット、試料上の照射幅により F i t t i n g

本来 F i t t i n g 値は一定と思われるが、S c h u l z スリットと試料間距離が

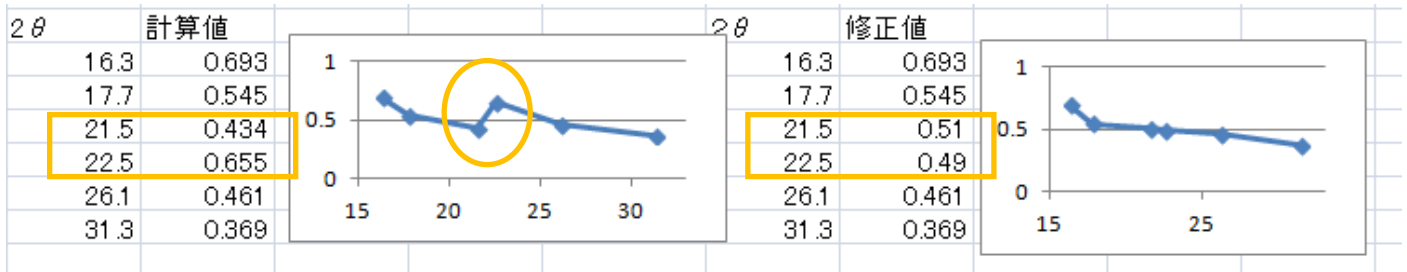
2 θ 角度により変化しているため変動する。この変動曲線を E x c e l で確認する。



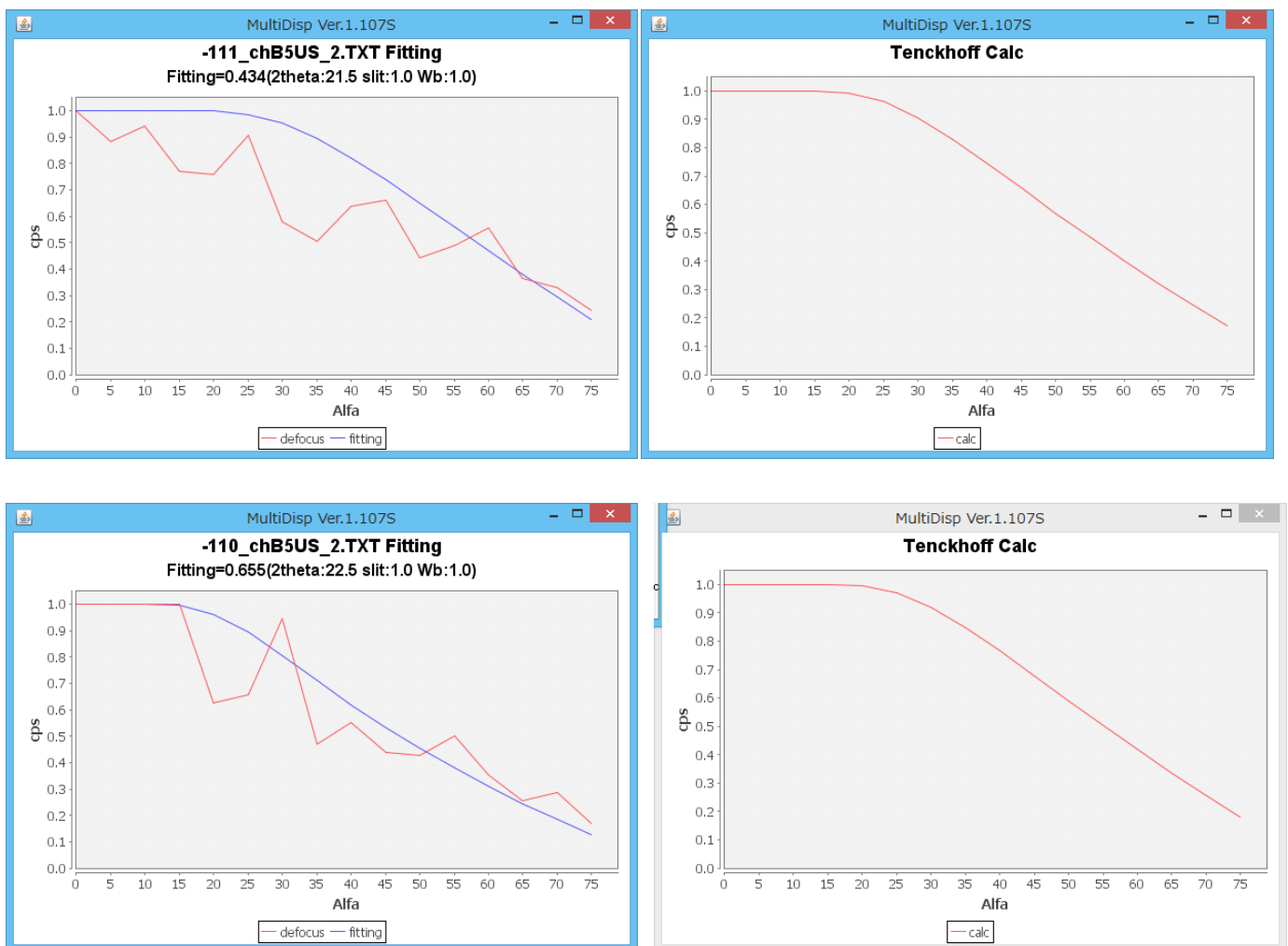
defocus 曲線の修正

Tenchoff 曲線は、 2θ 角度、受光スリット幅、試料上の照射幅で Fitting パラメータを決定しています。このパラメータは 2θ 角度と相関がある事になります。

パラメータを評価すると、21.5deg、22.5deg データに異常が見られるので修正し defocus 曲線を作成します。



修正比較



この結果から defocus ファイルを作成します。

```
filename,alfanumber,alfastartangle,alfastep,function-n,mm, 17/10/12 3.10 for DefocusCalc,
-110_22.5deg_1.0mm_1.0mm_0.49_CalcFit_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,1.001529240687923,-0.
-111_21.5deg_1.0mm_1.0mm_0.51_CalcFit_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,1.0007247008541607,-(
0-11_16.3deg_1.0mm_1.0mm_0.693_Tenchoff_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,0.992962530310623
003_31.3deg_1.0mm_1.0mm_0.369_tenchoff_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,1.0035850622559501,
010_17.7deg_1.0mm_1.0mm_0.55_Tenchoff_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,0.9988990295209565,
100_26.1deg_1.0mm_1.0mm_0.461_Tenchoff_2.TXT,16,0,0,5,0,5,1,0,1.0025904953396823
```

d e f o c u s 曲線修正結果

