

PMDA-ODAPolyimideの配向評価

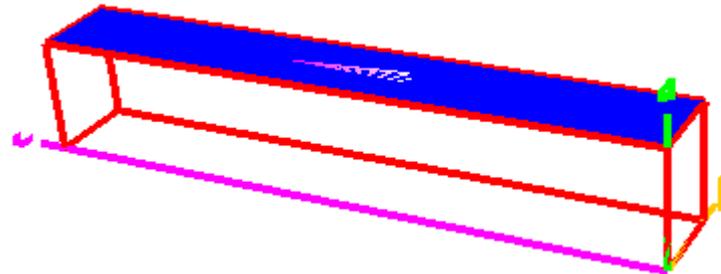
2017年09月26日

HelperTex Office

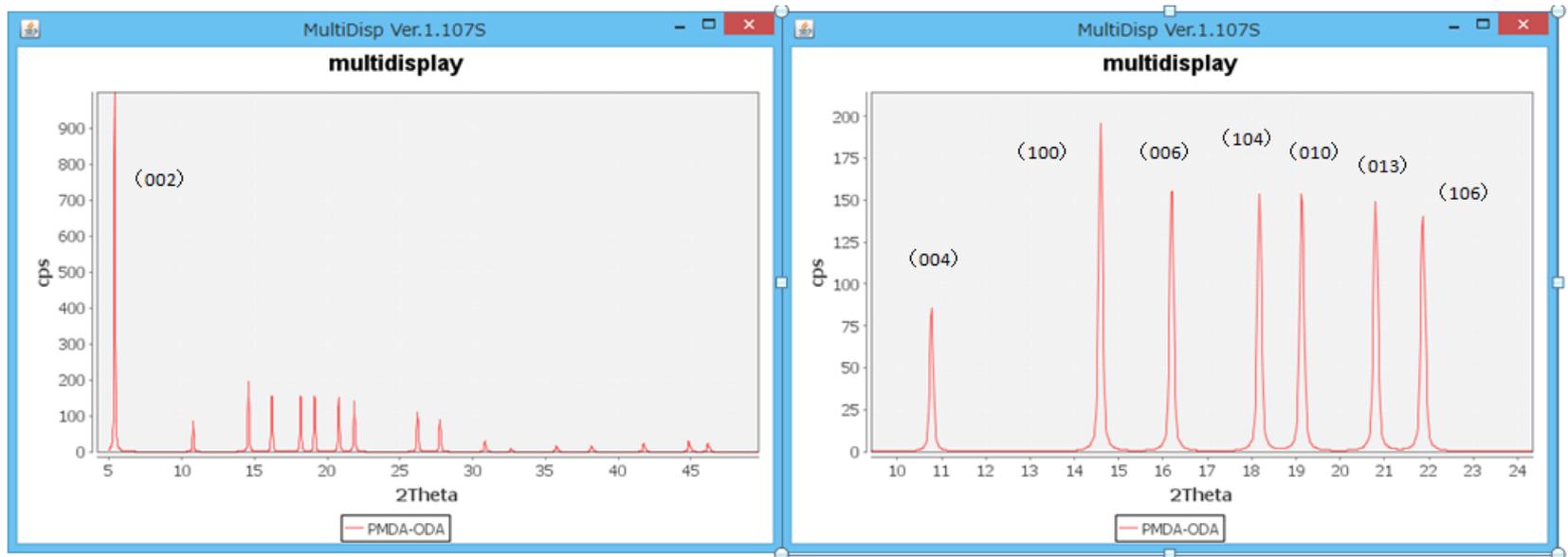
山田 義行

PMDA-ODの形態

6.071 (1.0)
4.639 (0.7641)
32.84 (5.4093)
90.0
90.0
90.0

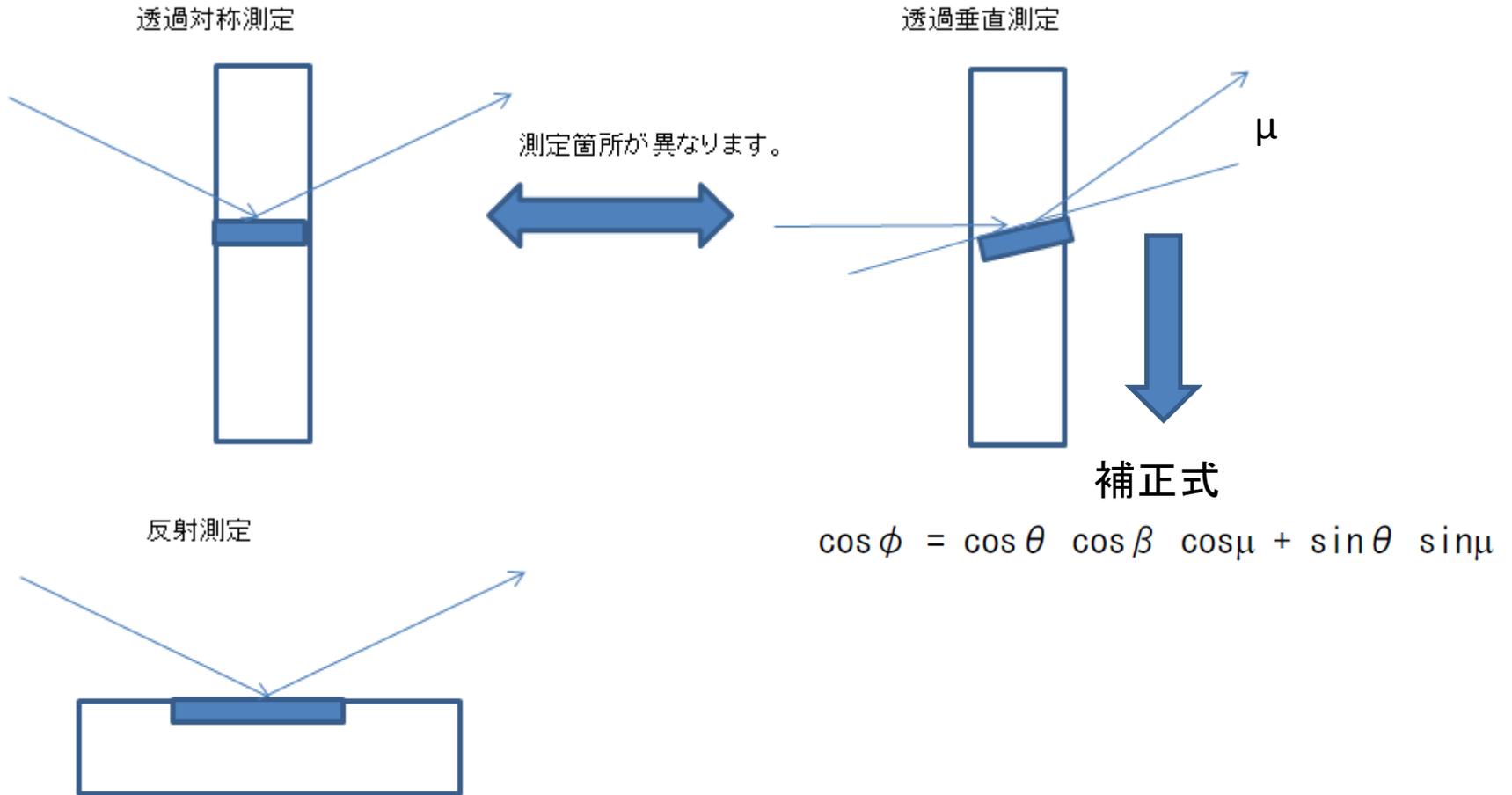


{100}<001>



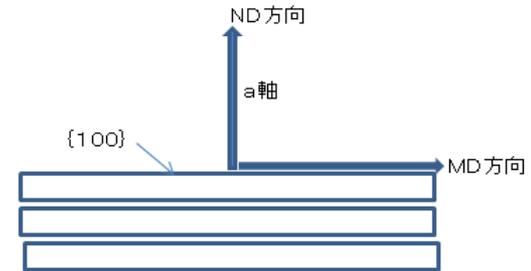
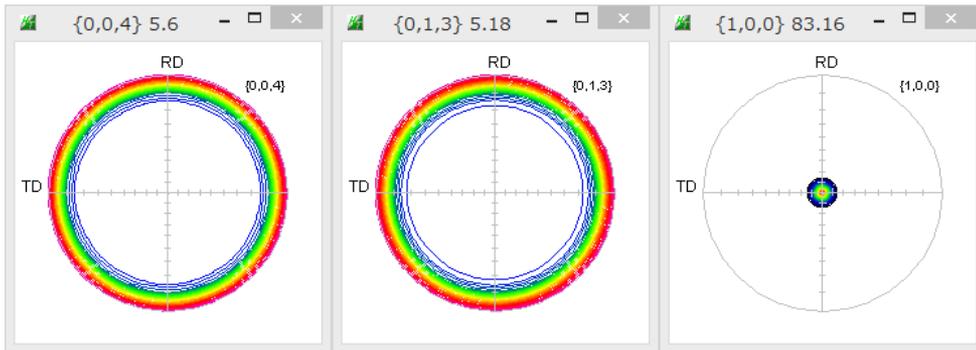
高分子材料は測定反射角度が低いため、defocusが大きく作用します。
{002}より、{004}が適当、他に{100}、{013}が考えられる。
又、吸収係数が小さいため、吸収補正量も大きくなります。
測定データのError評価が必須です。

透過、反射、透過垂直測定



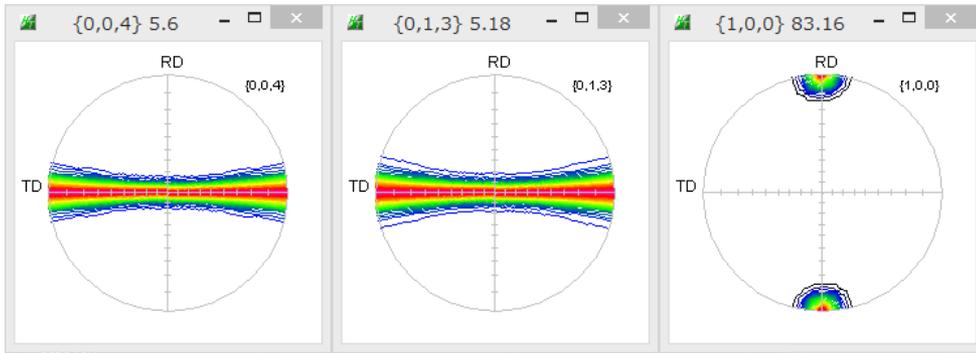
軸配向と面配向

{100}面配(a軸がND軸に平行の場合を示す)

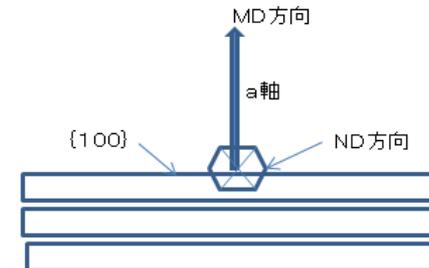


多面配向も可能、吸収補正、defocus補正とError評価

1軸配向(a軸がMD軸に平行の場合を示す)



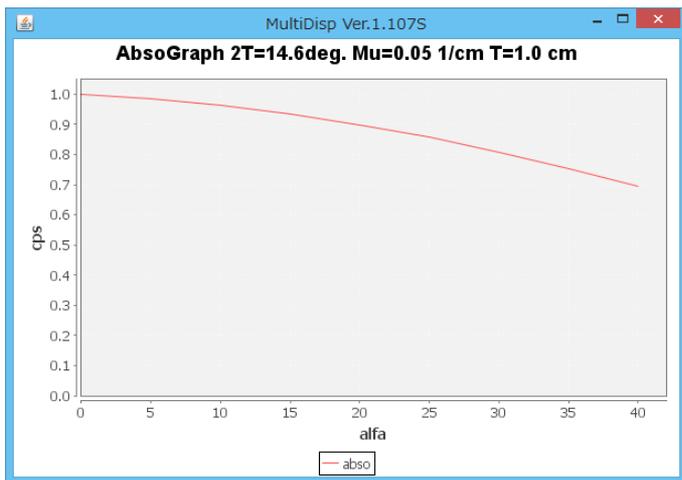
Side測定



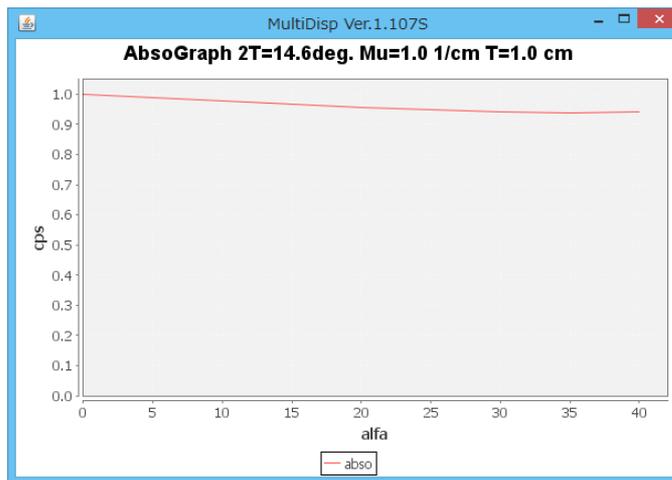
1軸配向の場合、透過対称極点図の外周測定で配向評価が可能
透過垂直測定では、{100}のRD方向測定強度が低下する

Defocus、吸収の影響(100)の場合

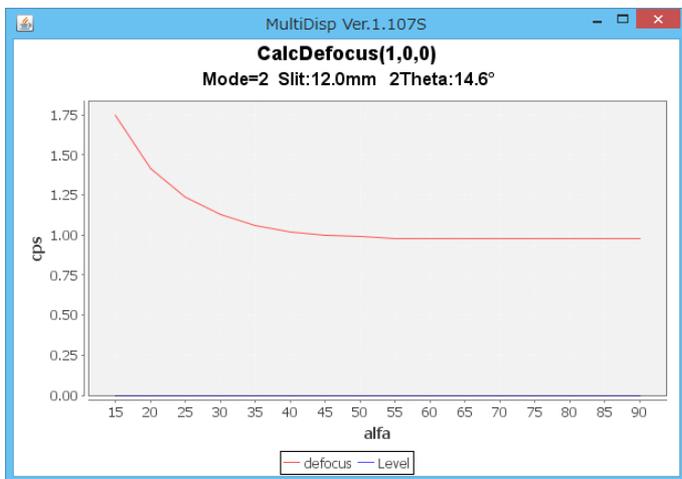
透過法 $ut=0.05$ の場合



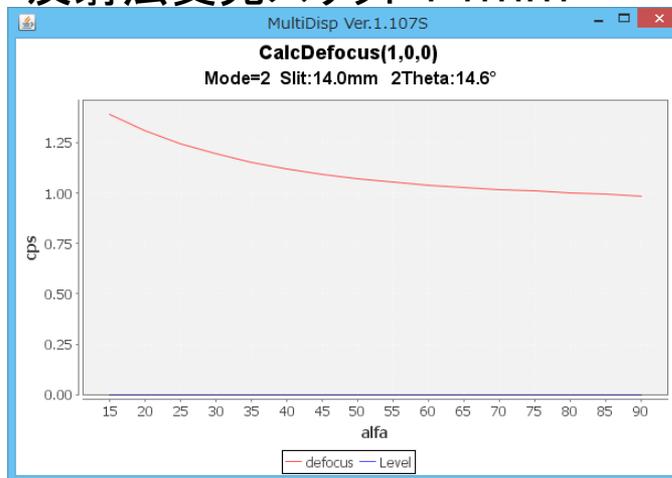
透過法 $ut=1$ の場合



反射法受光スリット12mm

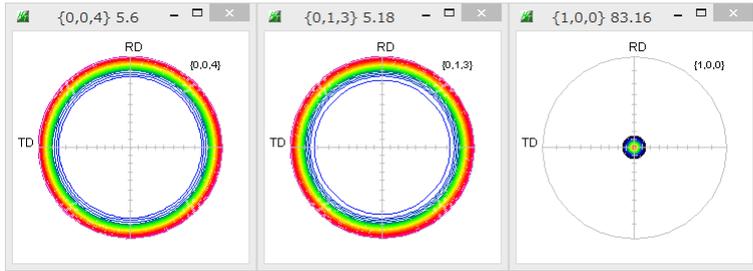


反射法受光スリット14mm



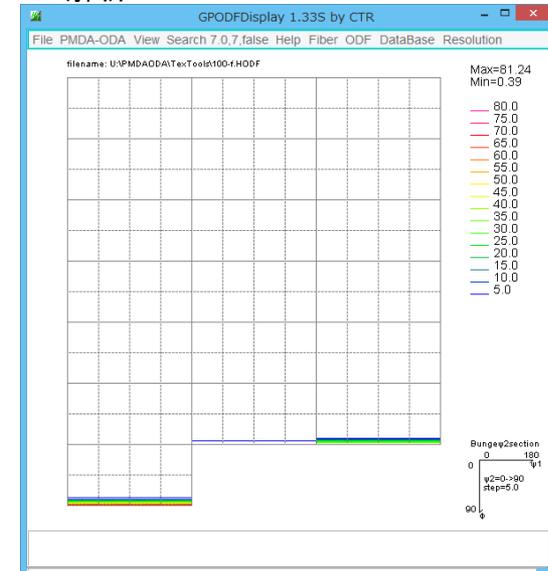
補正量を小さくすると、測定データのErrorが小さくなる。
 $Ut=1$ とし、受光スリットは、近接ピークが畳込まれない幅とする。

1面配向のシュミレーション

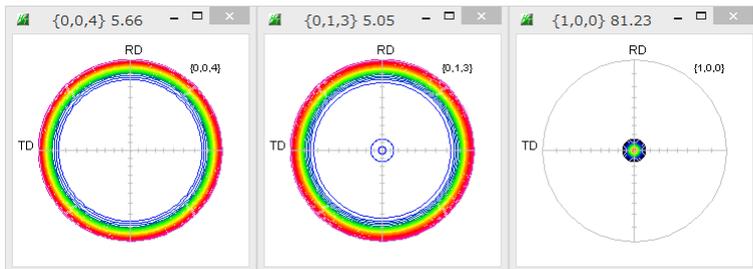


完全な{100}配向なら透過反射データの接続領域に極がない為、接続出来ません。

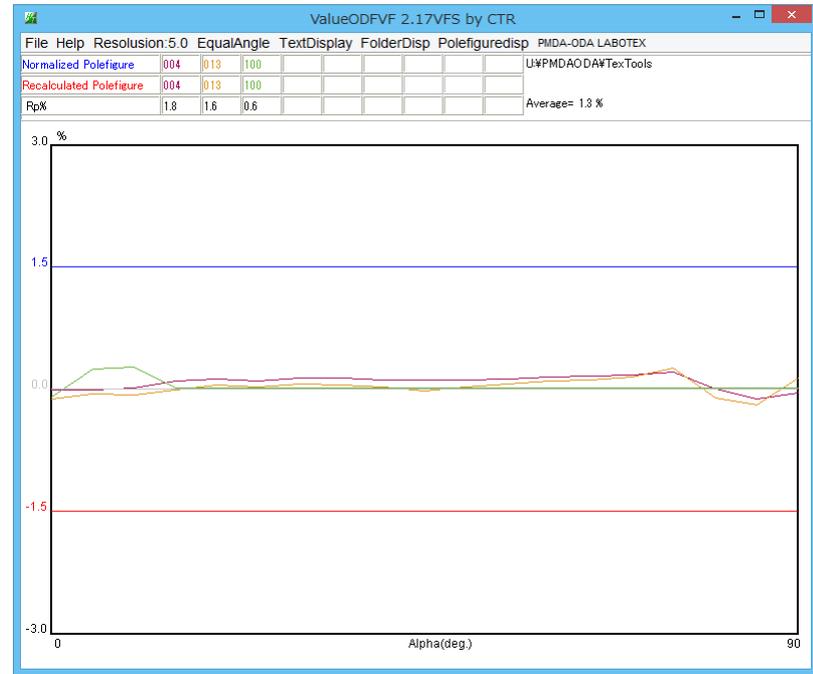
ODF解析



再計算極点図を計算



ODF入力極点図と再計算極点図からRp%を計算

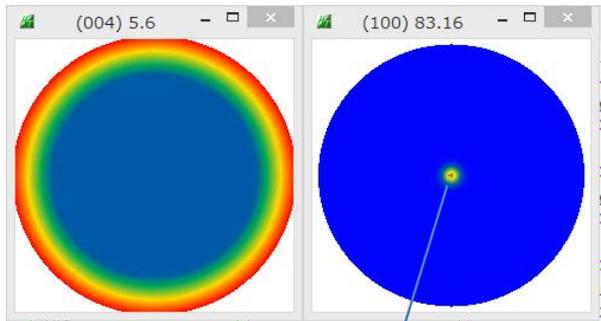


Normalized Polefigure	004	013	100							U#\PMDAODA#\TexTools
Recalculated Polefigure	004	013	100							
Rp%	1.8	1.6	0.6							Average= 1.3 %

Rp%の値から補正極点図の信頼性評価が可能

多面配向の評価

評価する極点図



$$\frac{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \sin^2 \alpha \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}$$

完全極点図の配向関数で評価

PMDA-ODAPolyimideOrientation 1.06ST[17/03/31]

File Help PP&PE&Polyimide&Hexagonal Orientation PrintScreen

Select TXT2

(004) U:\PMDAODA\004_labotexCW-rp_2.TXT

{100} U:\PMDAODA\100_labotexCW-rp_2.TXT

PoleDisp ContourDisp {004}Orientation {100}Orientation Calc

Hexagonal c/a= 2.7257

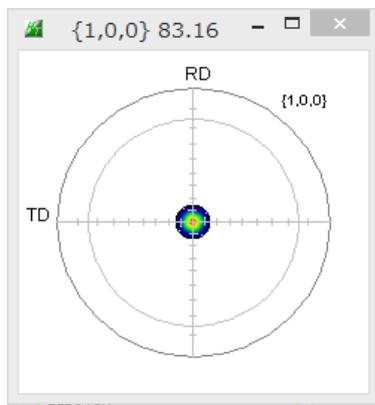
direction	ND	RD	TD	frd	frd	ftd
(004)	0.1697	0.4151	0.4151	-0.2453	0.1226	0.1226
{100}	0.6587	0.1706	0.1706	0.4881	-0.2440	-0.2440
a-axis	0.6587	0.1706	0.1706	0.4881	-0.2440	-0.2440
b-axis	0.1714	0.4142	0.4142	-0.2427	0.1213	0.1213
c-axis	0.1697	0.4151	0.4151	-0.2453	0.1226	0.1226

ResultFile

ND方向にa軸が平行でその分散が0.6587であると計算されます。
Randomは0.333です。

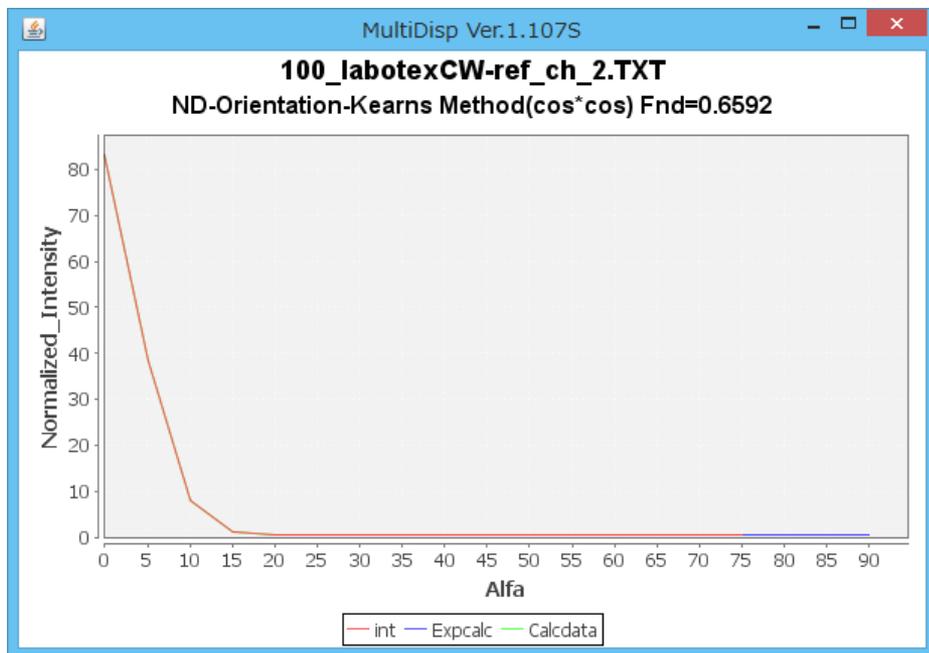
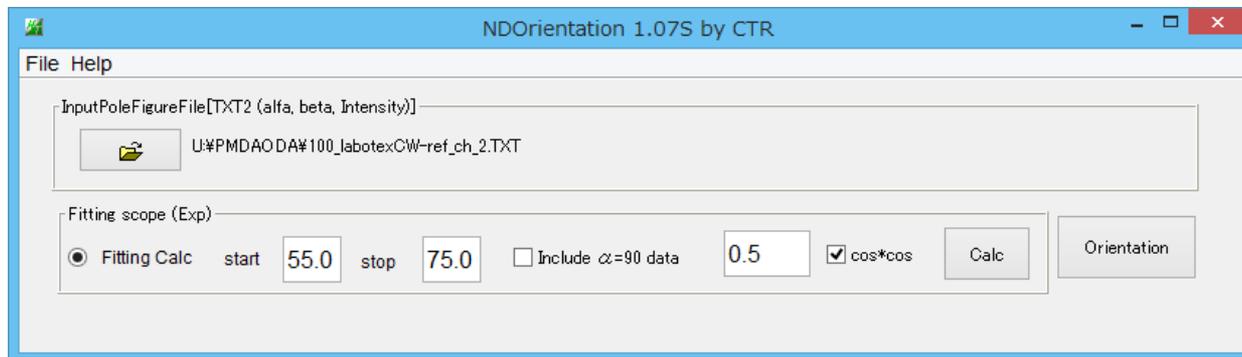
1面配向と考えた場合(不完全極点図の測定されていない領域を計算)

{100}の反射極点データ



$$\frac{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \sin^2 \alpha \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}{\int_0^{90} \int_0^{360} I_c(\alpha, \beta) \cdot \cos \alpha \cdot d\beta \cdot d\alpha}$$

不完全反射極点図の測定されていない部分を指数関数で外挿計算

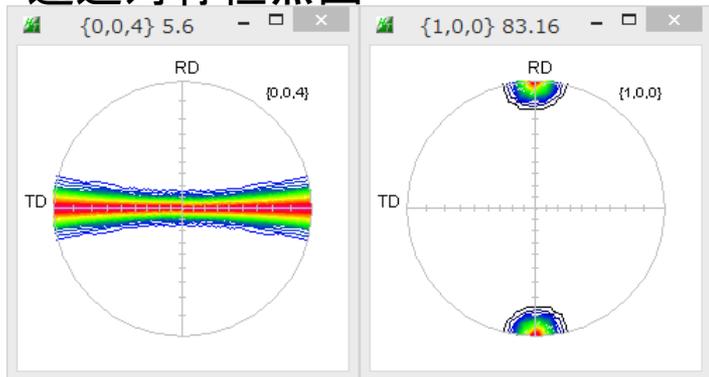


完全極点図から計算した値と同等の結果が得られます。

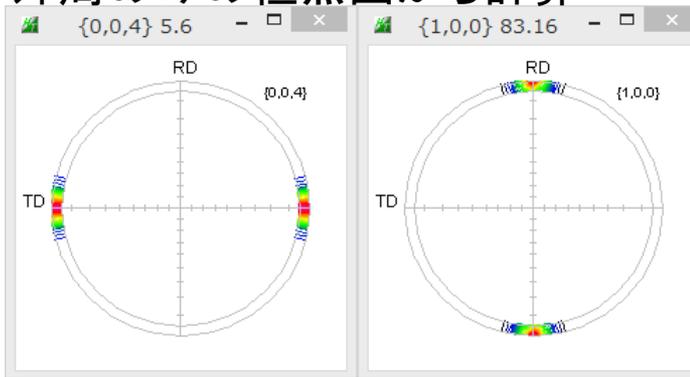
この手法は、Orthoromibic、Hexagonalに
応用できます。

1軸配向試料の計算(佐々木先生の配向分布関数)

透過対称極点図



外周のみの極点図から計算



PMDA-ODA fc fa fb in axial orientation : (004) (100)

Title: PMDA-ODA fc fa fb in axial orientation : (004) (100)

004(TXT or TXT2): U:\PMDAODA\Rotation\004_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT

100(TXT or TXT2): U:\PMDAODA\Rotation\100_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT

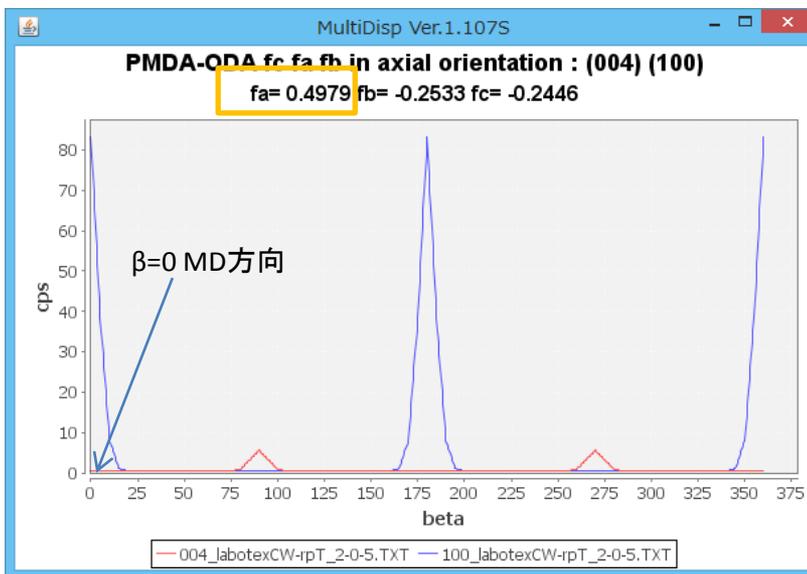
2DP: 2D Beam \perp FiberAxis(90- μ) 90.0 (<=90)

(004) 2Theta Angle: 10.9 (004) ψ Scope 5.45 ~ 174.55

(100) 2Theta Angle: 14.6 (100) ψ Scope 7.3 ~ 172.7

CalcLimit: \pm 90

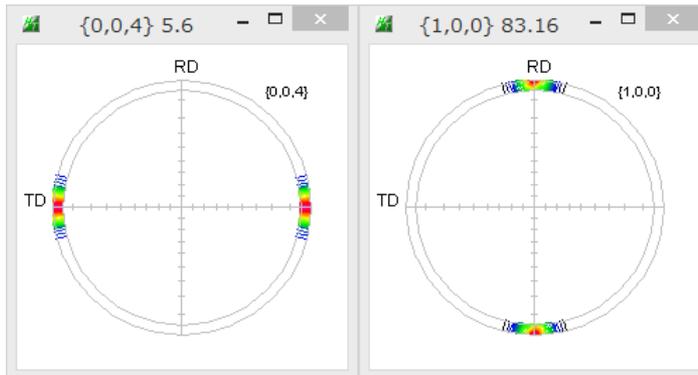
0.0 deg



MD方向にa軸が平行で分散が0.4979と計算されます。
 吸収補正、defocus補正不要
 透過垂直測定では、MD方向の測定が出来ません。透過対称測定で測定します。

1軸配向の半価幅から評価 (Preferred Orientation)

{004}極点図から計算



配向度: $A(\%)$ $A = \frac{360 - \sum W_i}{360} \times 100 (W: \text{度})$

PreferredOrientation 1.16ST[18/03/31] by CTR

Fiber Files select: 004_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT

PEAK 004_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT 2Theta 17 hkl 0,0,4

Sample: Date 12-Oct-17 17:36

B1 NaN 2Theta 0.0 Profile

B2 NaN 2Theta 0.0 MinimumLevel

2DP β / ϕ Area

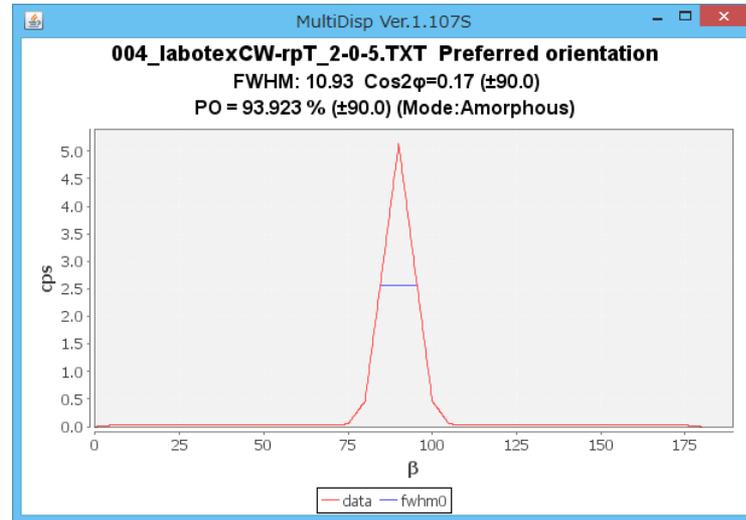
β Beam-Fiber(90- μ) 90 ϕ Scope: 0.0 --> 180.0 ϕ Scope: 180.0 --> 360.0

Shift 0.0 Shift Create 1/2 Create 1/4 SM BackGroud MakeFile(Text) Standard...

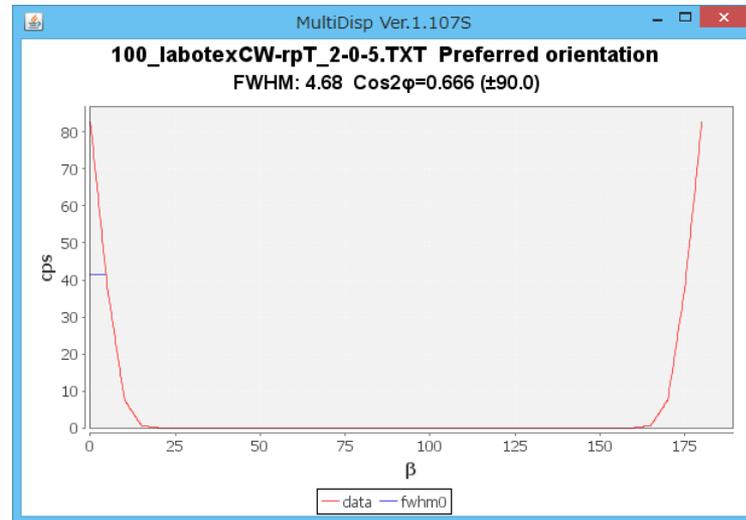
Preferred orientation

Peak number 1 Decline rate 0.9 Calculation $\beta(\phi)$ center 90.0(90.0) $\phi \pm$ 90 deg.

Amorphous/Random Amorphous PO β scope \pm 90 deg. Calc



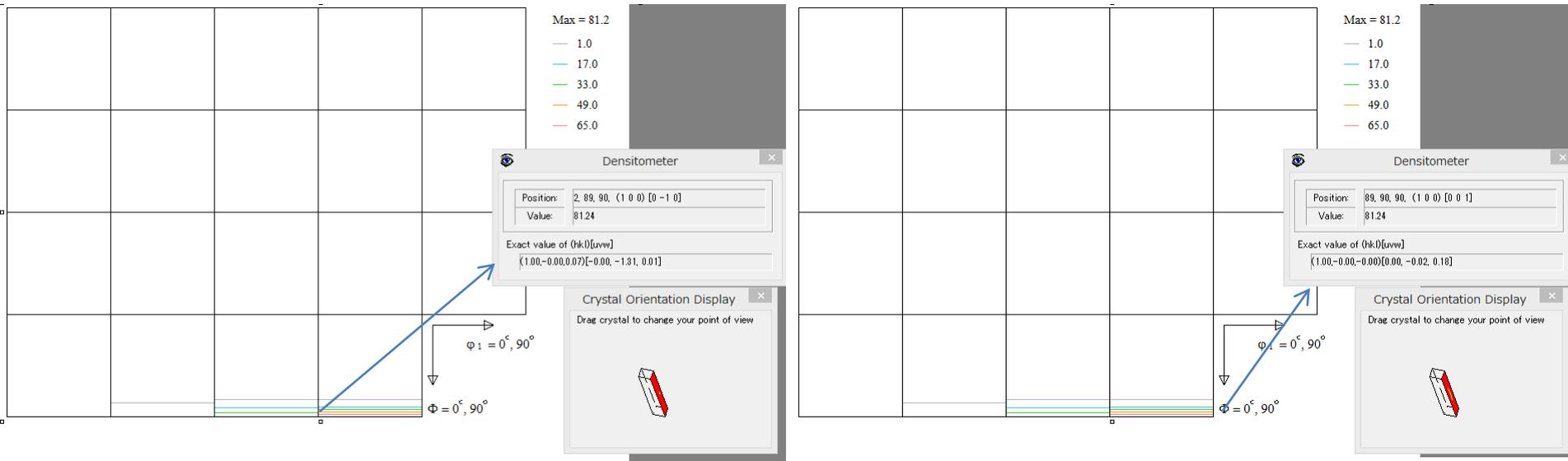
{100}極点図から計算



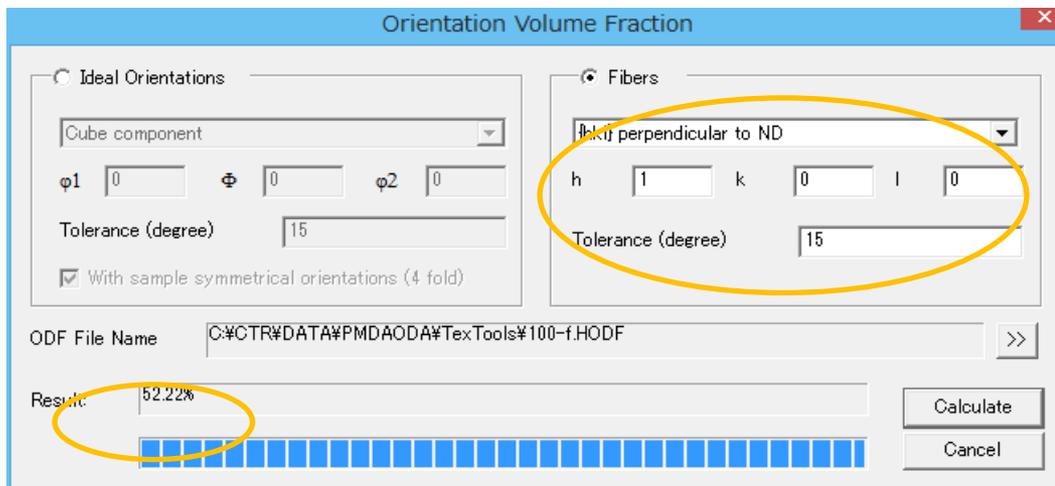
分散が広がるとPO%は小さくなります
透過対称測定で測定します。

100_labotexCW-rpT_2-0-5.TXT Preferred orientation
FWHM: 9.37
PO = 94.791 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

{100}面配向極点図をODF解析しVolumeFractionを求める



{100} <0-10>、{100} <001>などの{100}<0vw>が検出され<100>//NDのVolumeFractionが52.22%と計算される



まとめ

極点図を扱う場合、データ補正が必須で、測定と補正が正確に行われているか評価する。

多面配向と考えた場合、反射極点図と、透過極点を測定、個別ODFのError評価
透過＋反射極点極点図のError評価を行った上で配向評価を行う。

同じ光学系、同じ吸収(ut)でError評価されていれば、再確認不要

Orthorombic、Hexagonalの1面配向評価であれば、反射極点図の手法を利用 *1

1軸配向であれば、佐々木先生解説手法の配向関数を利用する。*2

EBSDに比べ、アナログで測定されているXRDでは補正が重要です。

*1 Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy Vol.50,No1 p45-p49

*2 高分子材料の配向評価(北陸先端科学技術大学院大学) 佐々木伸太郎先生