

TexToolsによるポリプロピレンのODF解析

CTRソフトウェアとTexToolsを使って
逆極点図を参考に結晶方位を決定し
ポリプロピレンの結晶方位の定量値 (VolumeFraction) を求める。

VolumeFraction を求める 2 つの方法

Euler 角度の広がり求める

結晶方位($\{hkl\}\langle uvw \rangle$ や $\langle 001 \rangle$ - Finer など) から求める

2017年03月13日

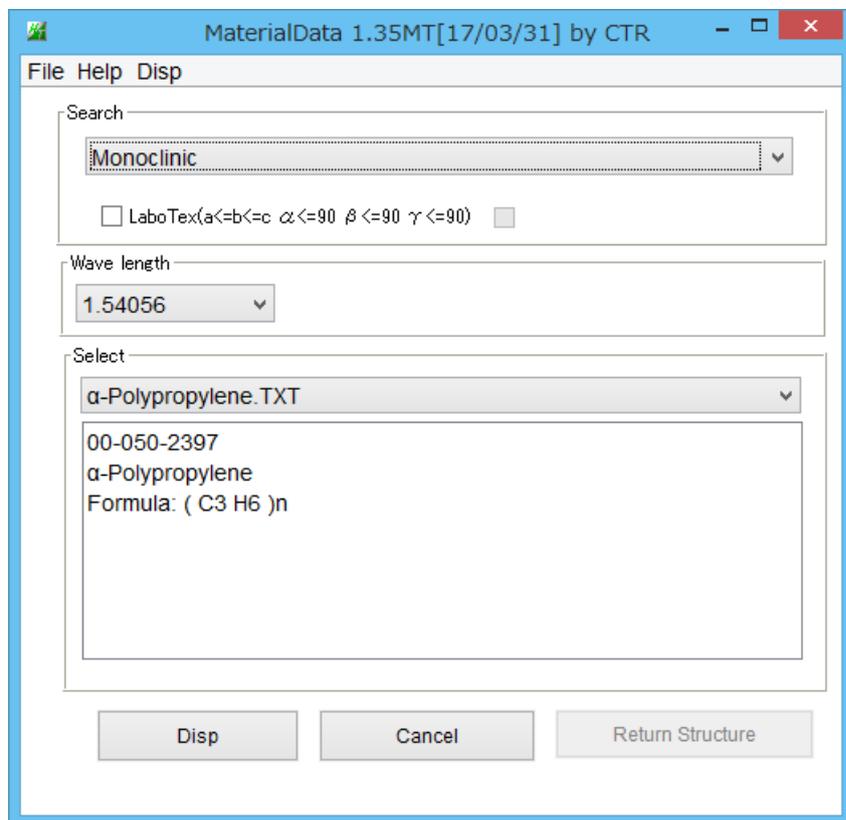
HelperTex Office

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、ポリプロピレンの極点図測定、極点処理、ODF解析の流れを説明致します。

ポリプロピレンの基本データを確認する。

MaterialData ソフトウェアでポリプロピレンの基本データを確認



β-PolypropyleneDISP

Monoclinic

6.63 (1.0)

20.78 (3.1342)

6.5 (0.9804)

90.0

99.5

90.0

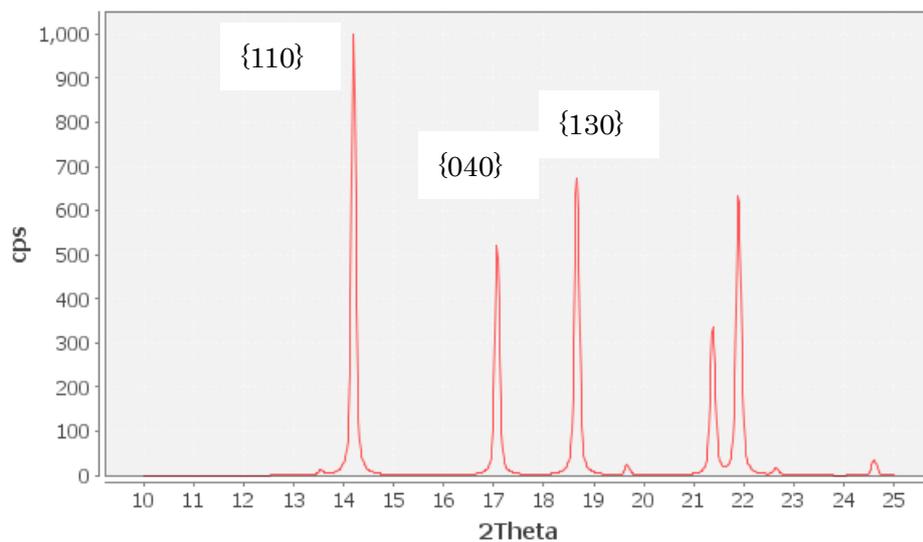
1.54056

145

0	2	0	2.6	10.39	8.503
1	0	0	1.2	6.5391	13.53
1	1	0	100.0	6.2375	14.187
0	4	0	54.0	5.195	17.054
1	3	0	71.4	4.7549	18.645
-1	2	1	2.3	4.5128	19.656
1	1	1	36.9	4.1556	21.364

相対強度と2θ角度から{110},{040},{130}極点図を測定する。

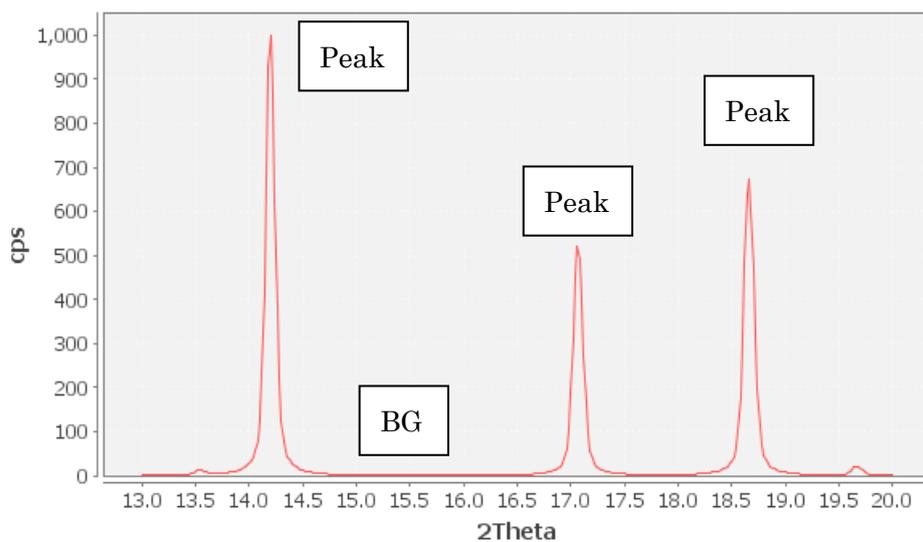
CreateProfile ソフトウェアでプロファイルを確認する



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

以下は上記データの拡大

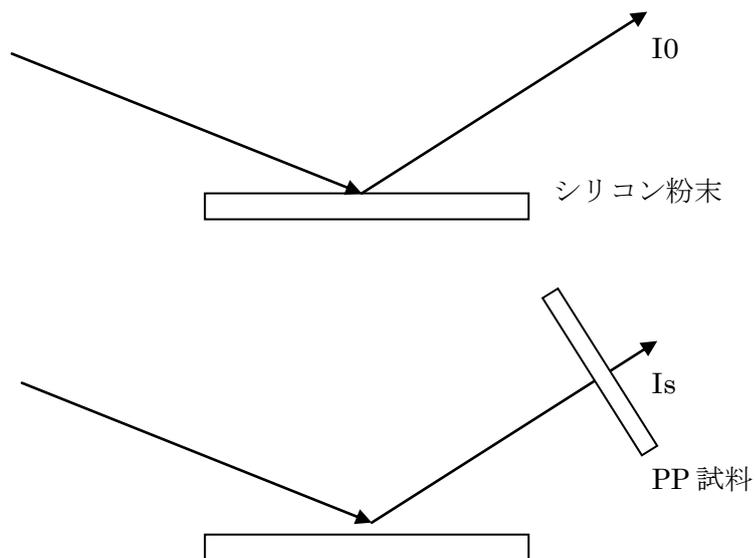


ピーク位置を実測し、ピーク位置から3度離れた位置をバックグラウンドとするが、上記 BG 位置は、非晶質で高い場合がある場合、別の 2θ 角度をバックグラウンドとする

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 sampling 0.02deg speed 1deg



吸収係数 $u t = - \ln (I s / I o)$

極点測定

透過法

DS=0.1mm、SS,RS=6mm (ゴニオ半径 1 8 5 mm)

α 軸 0->40deg

β 軸 0->360deg 5degstep 300deg/min

反射法

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

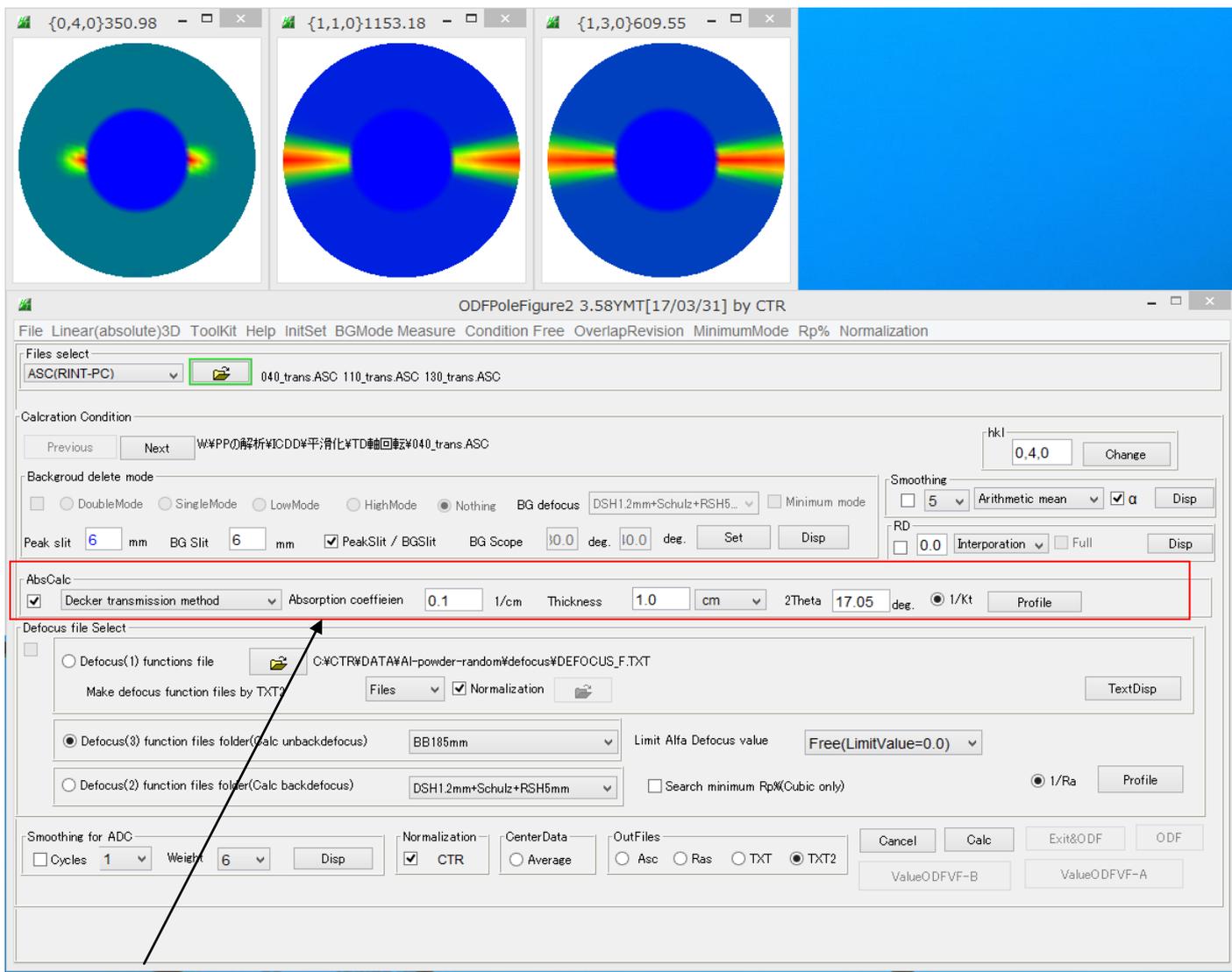
α 軸 20->90deg

β 軸 0->360deg 5degstep 300deg/min

ゴニオ半径が 2 8 0 mm の場合、受光スリットは 1 0 mm を使用する。

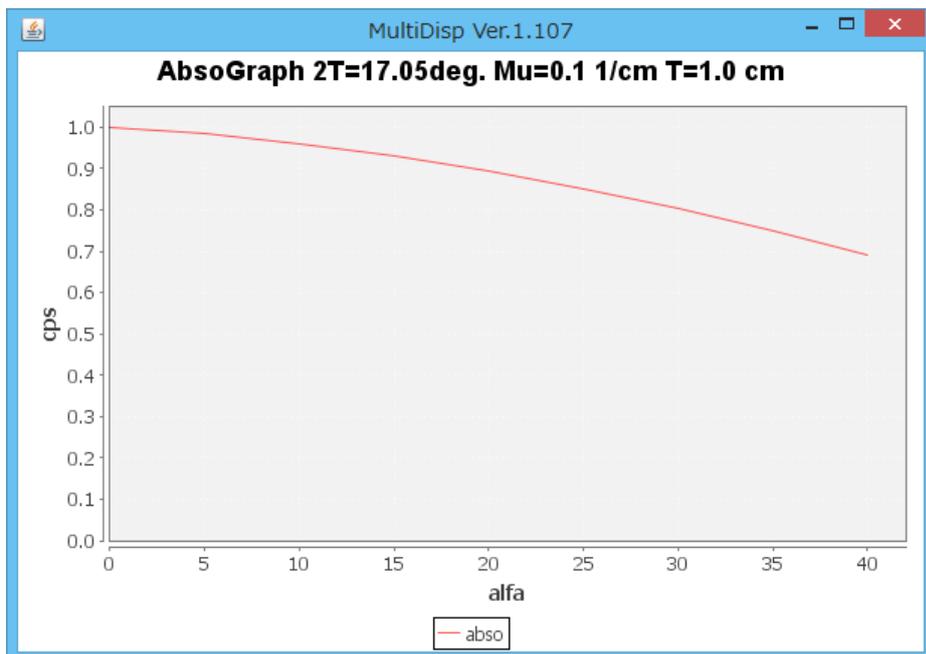
以降の説明の極点図は、LaboTex で作成した極点図です。

ODFPoleFigure2 ソフトウェアによる透過極点図データ処理



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)



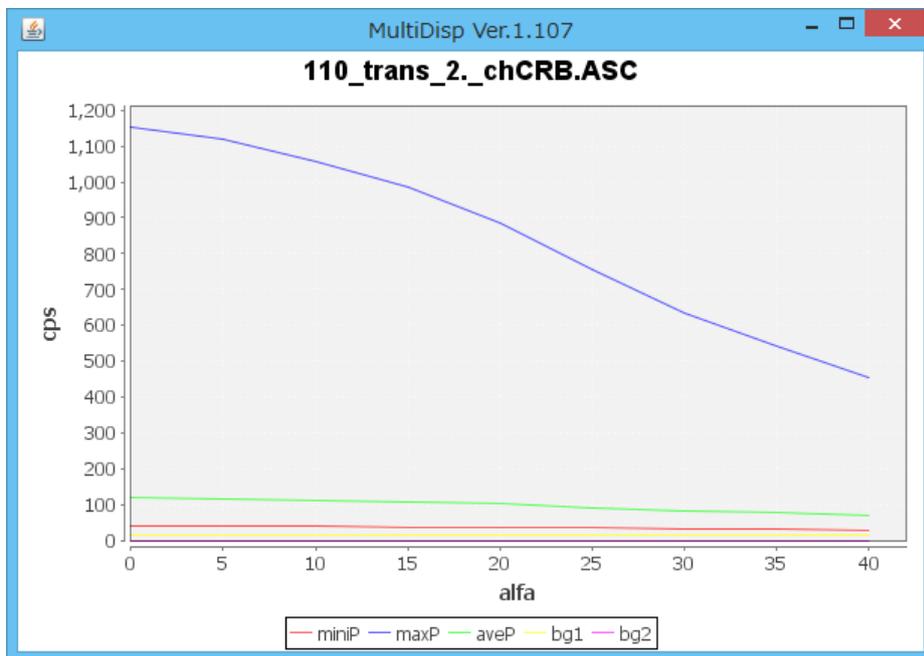
透過データでは、極点図の外側より内側は、解析に寄与する体積が大きいため、補正する

バックグラウンドの確認

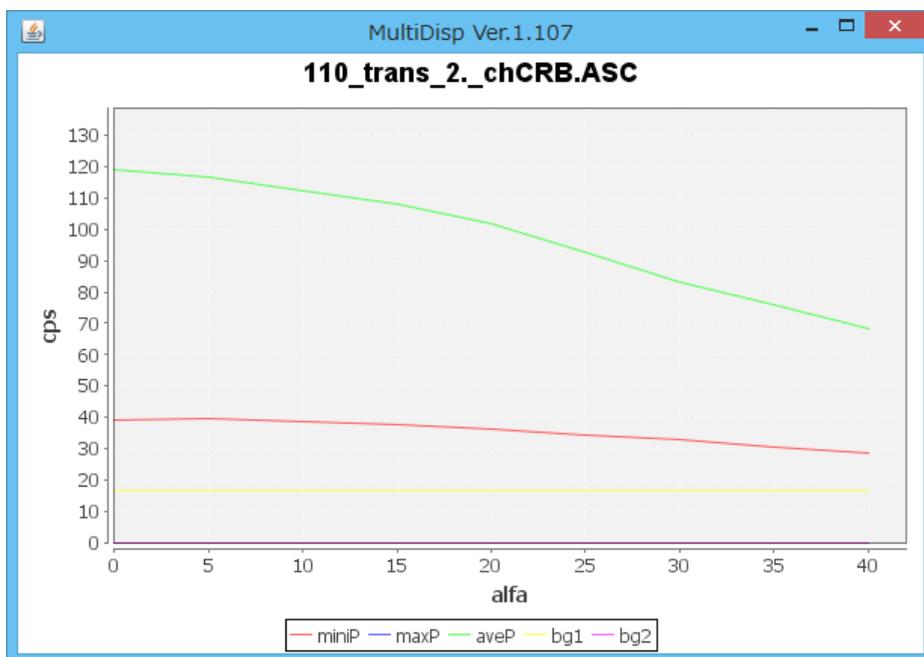
Background delete mode

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**

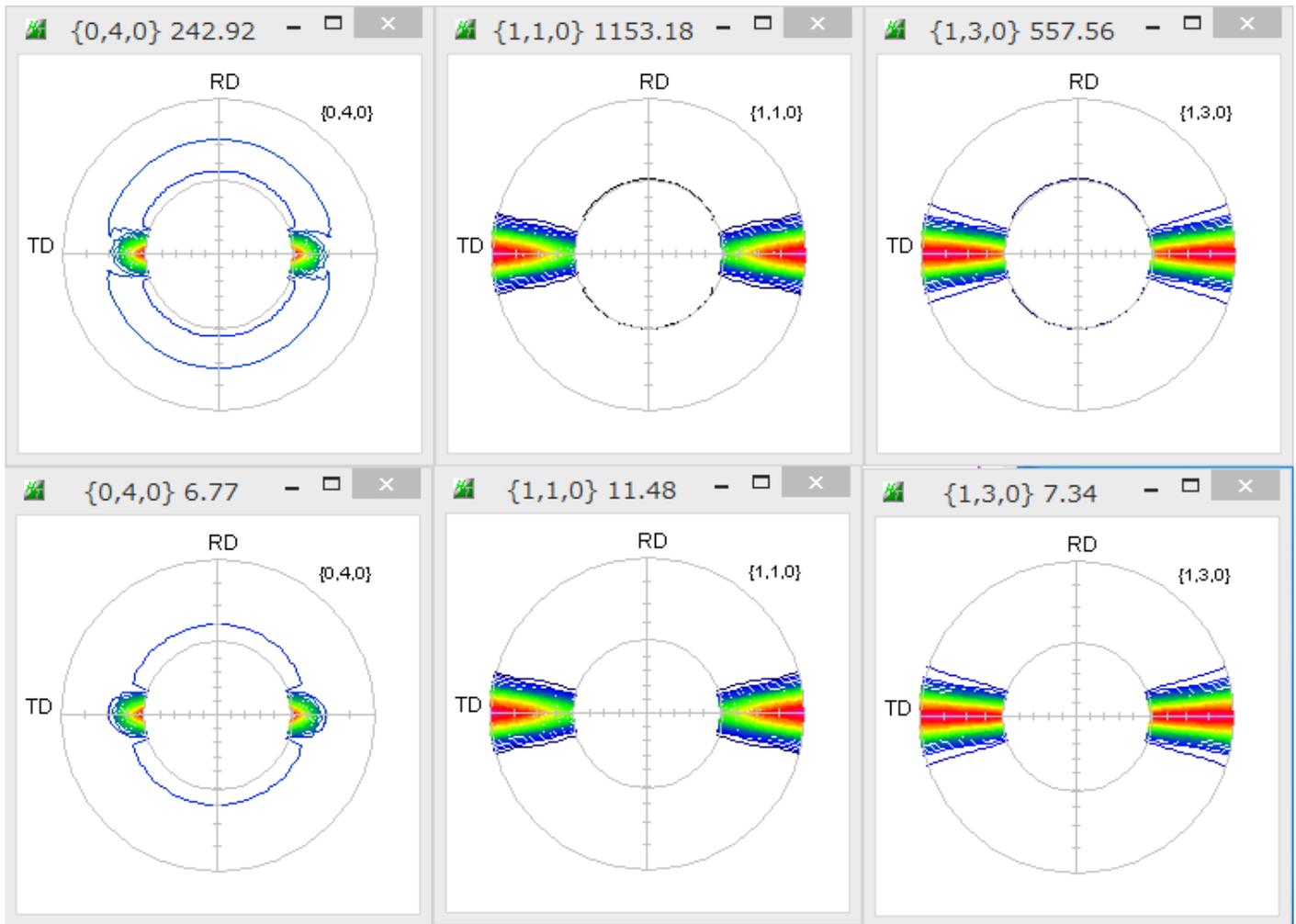
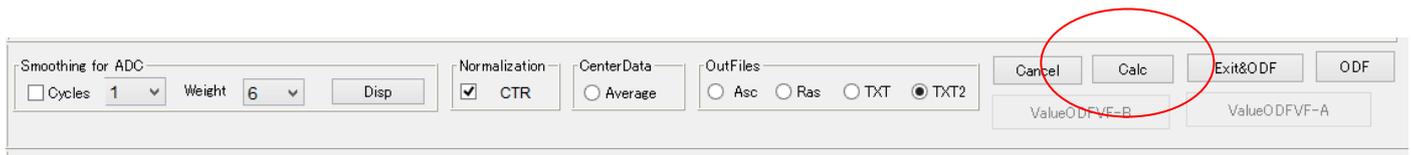


拡大



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



同様に反射法データも補正を行う。

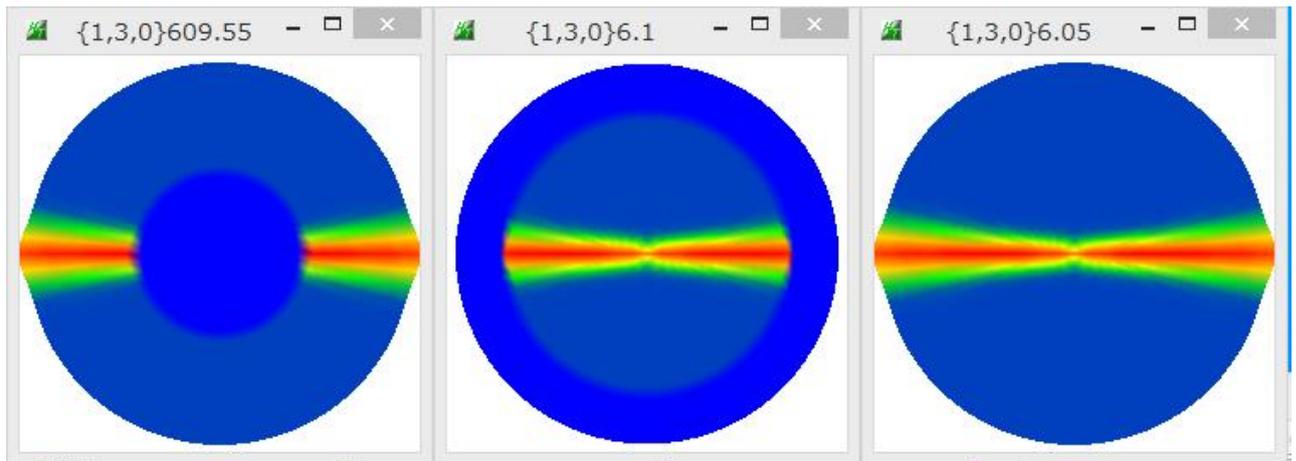
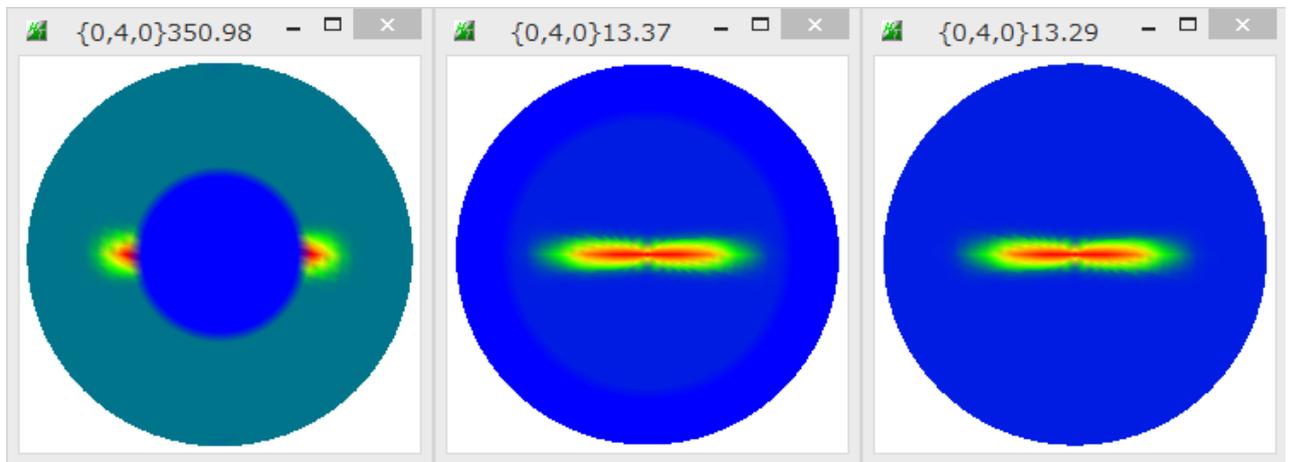
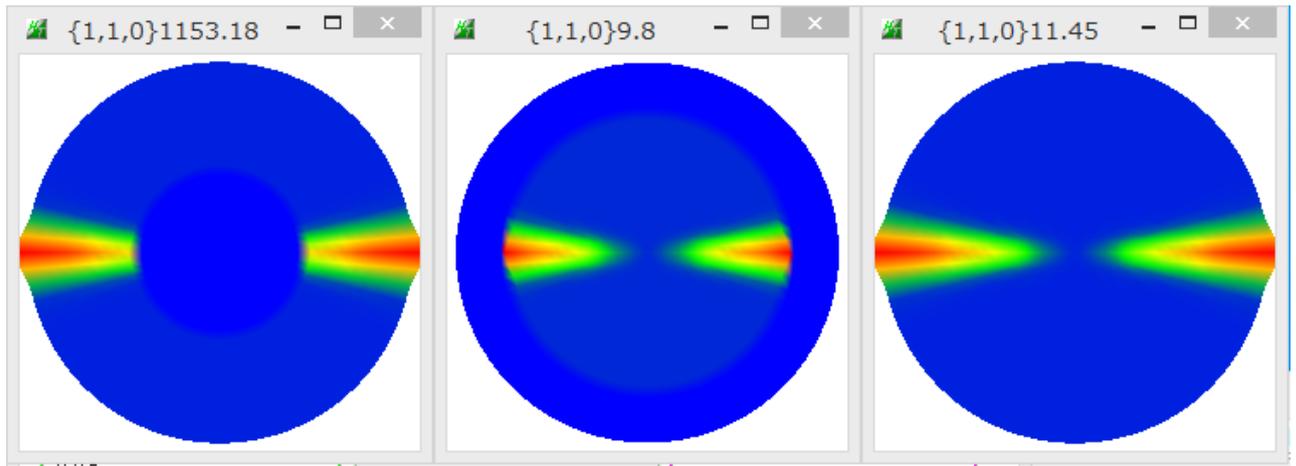
透過法、反射法データの接続

PFConnection ソフトウェアでデータの接続を行う。

透過極点図

反射極点図

透過+反射極点図



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 {040}, {110}, and {130} reflections. 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 control panel with buttons for "Material" (Aluminum.txt), "Structure Code" (7 - 0 (cubic)), and "Initialize" (Start). A red circle highlights the "getHKL<-Filename" and "AllFileSelect" buttons. Below this is a table of PF Data with columns for file selection, h,k,l, 2Theta, Alfa Area, AlfaS, AlfaE, and Select. The table lists three selected files: 040_tran_Connect_2.TXT, 110_tran_Connect_2.TXT, and 130_tran_Connect_2.TXT. At the bottom, there are fields for "Comment", "Symmetric type" (Full), "CenterData" (Average), "TexTools(pol) text", and "Labotex(EPF),popLA(RAW) filename" (labotex).

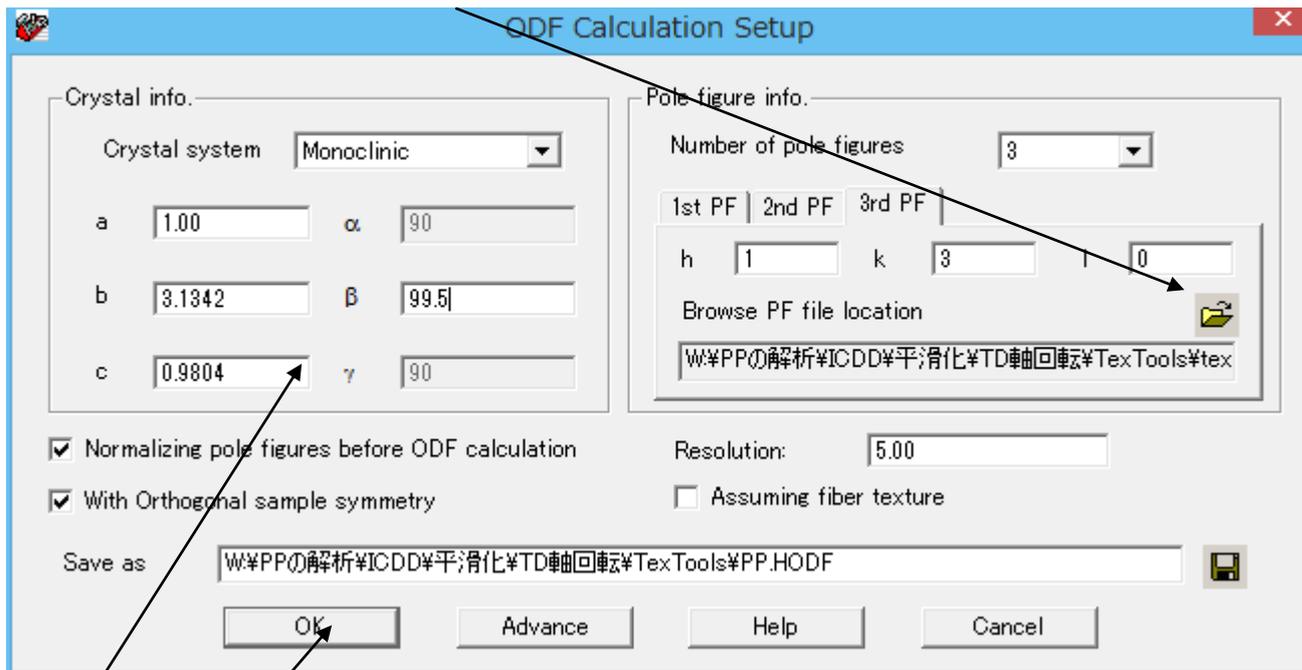
SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alfa Area	AlfaS	AlfaE	Select
<input type="checkbox"/> 040_tran_Connect_2.TXT	0,4,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> 110_tran_Connect_2.TXT	1,1,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/> 130_tran_Connect_2.TXT	1,3,0	0.0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	2,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

3つの極点図を一括選択

TexTools(pol)で作成

TextToolsでODF解析

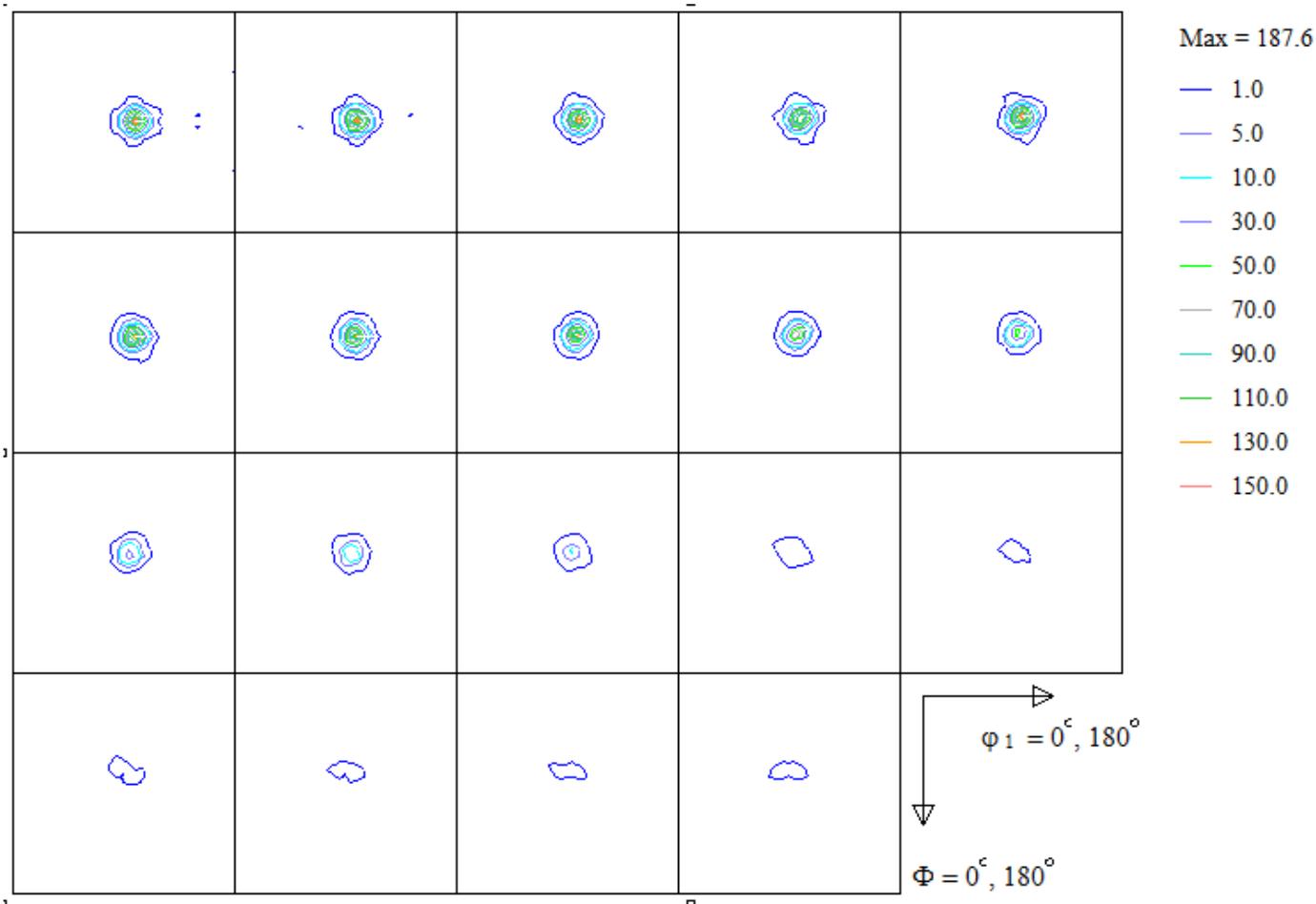
PFtoODF3 で作成した POL ファイルを指定



PP の格子定数を入力

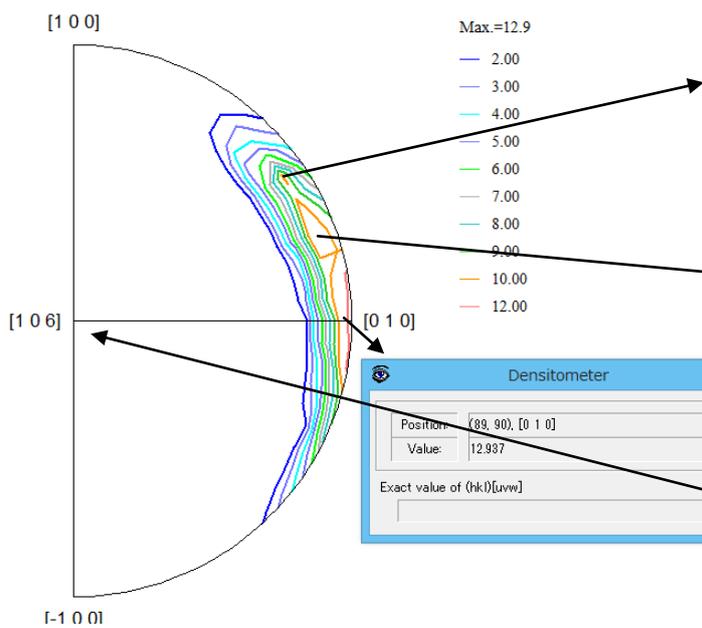
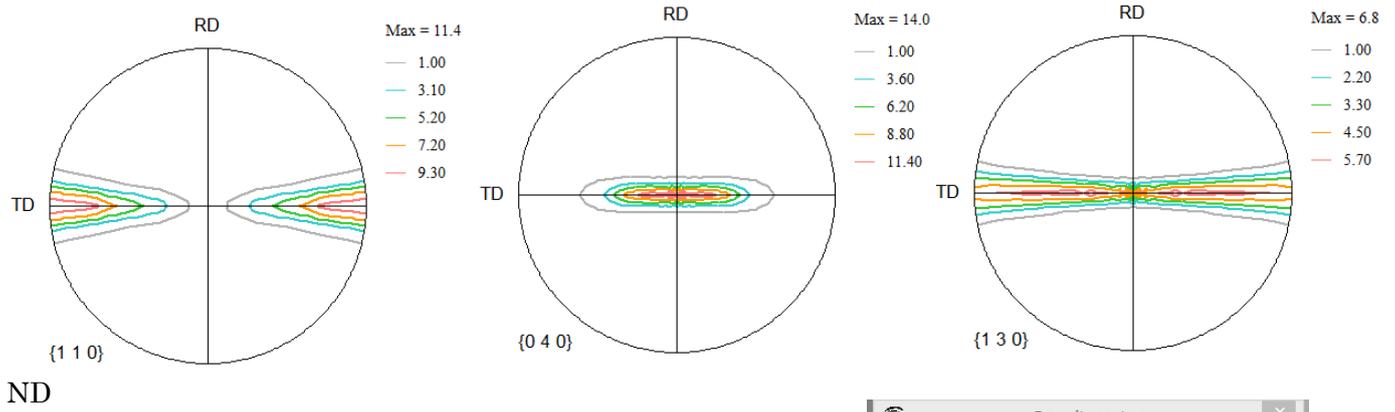
OK で ODF 解析

得られた ODF 図 (ϕ_1 、 Φ 、 ϕ_2) は (180, 180, 90) で表示されている



マウスマウスを ODF 図上に移動させると、結晶方位 $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ と方位密度を表示します。

再計算極点図と逆極点図表示 (逆極点図から Direction が求まります)



Densitometer

Position: (85, 54), [7 3 1]

Value: 10.142

Exact value of (hk)l[uvw]

Densitometer

Position: (86, 70), [4 4 1]

Value: 11.284

Exact value of (hk)l[uvw]

Densitometer

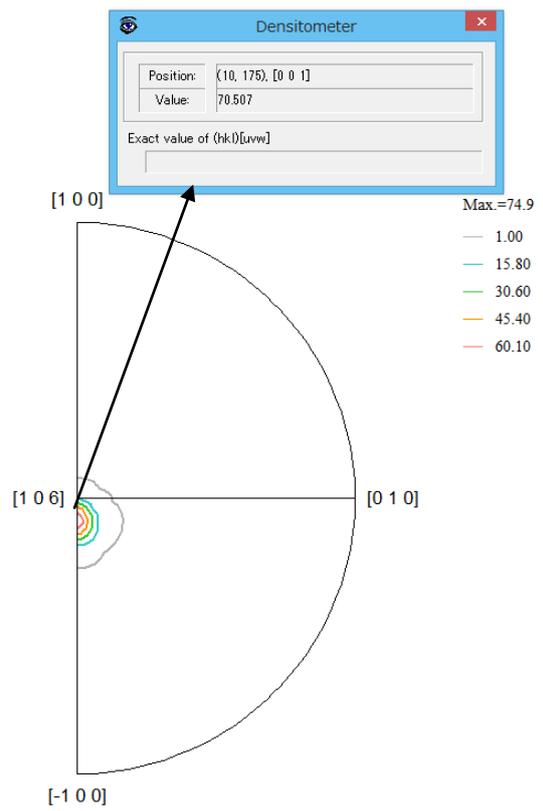
Position: (89, 90), [0 1 0]

Value: 12.997

Exact value of (hk)l[uvw]

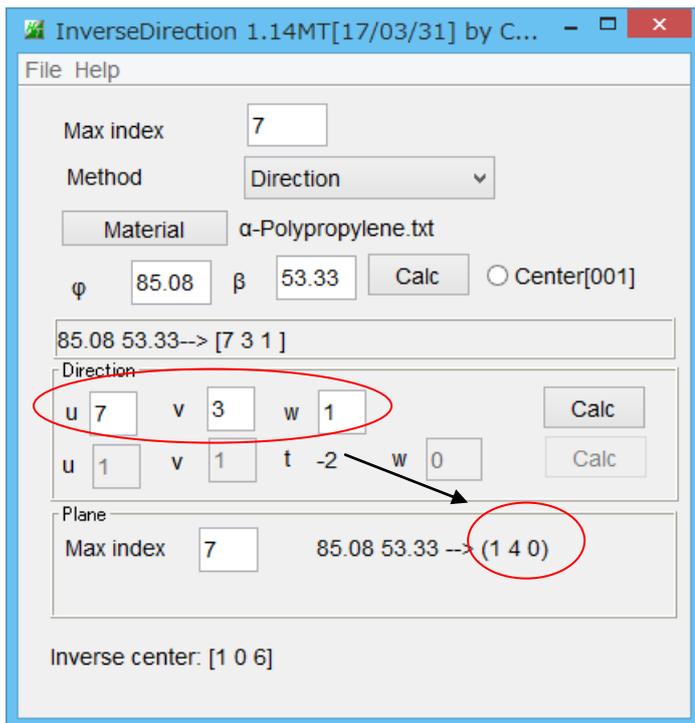
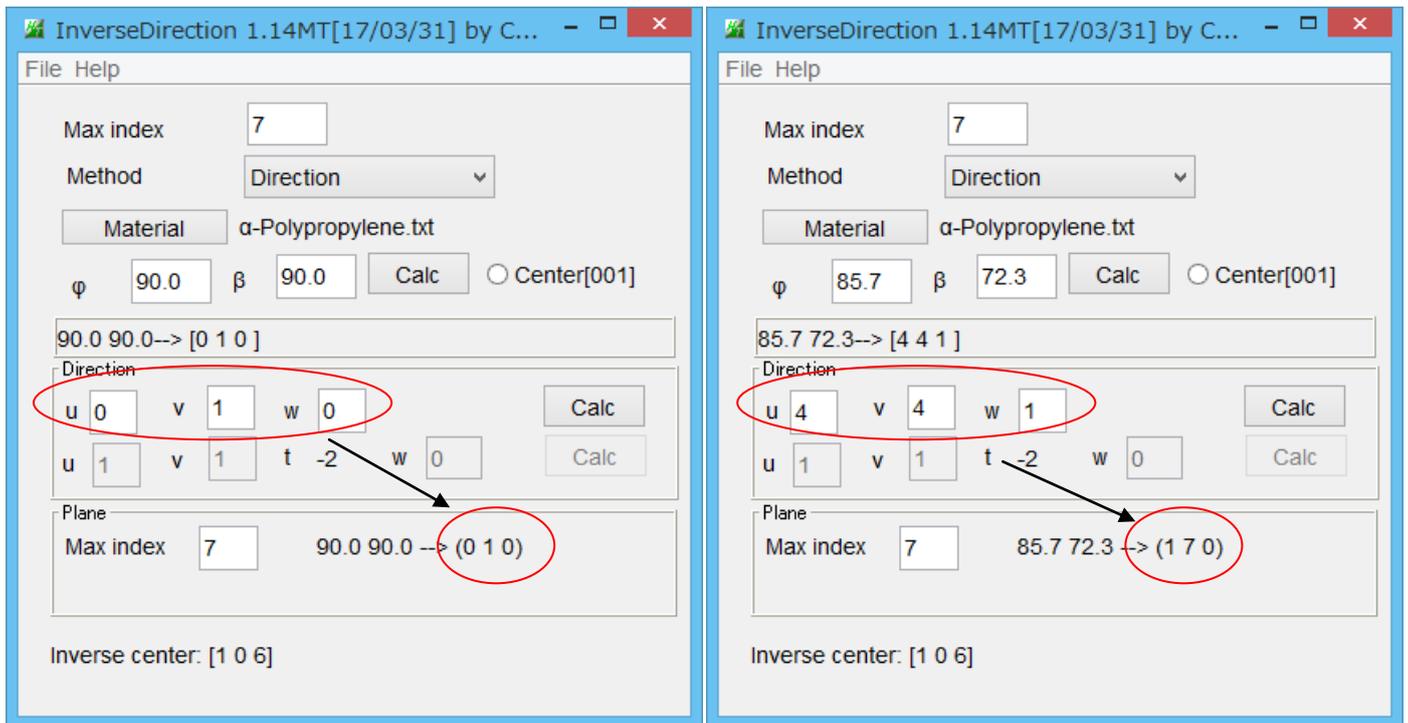
Monoclinic の極点図の中心は [001] ではありません
格子定数により異なります

RD



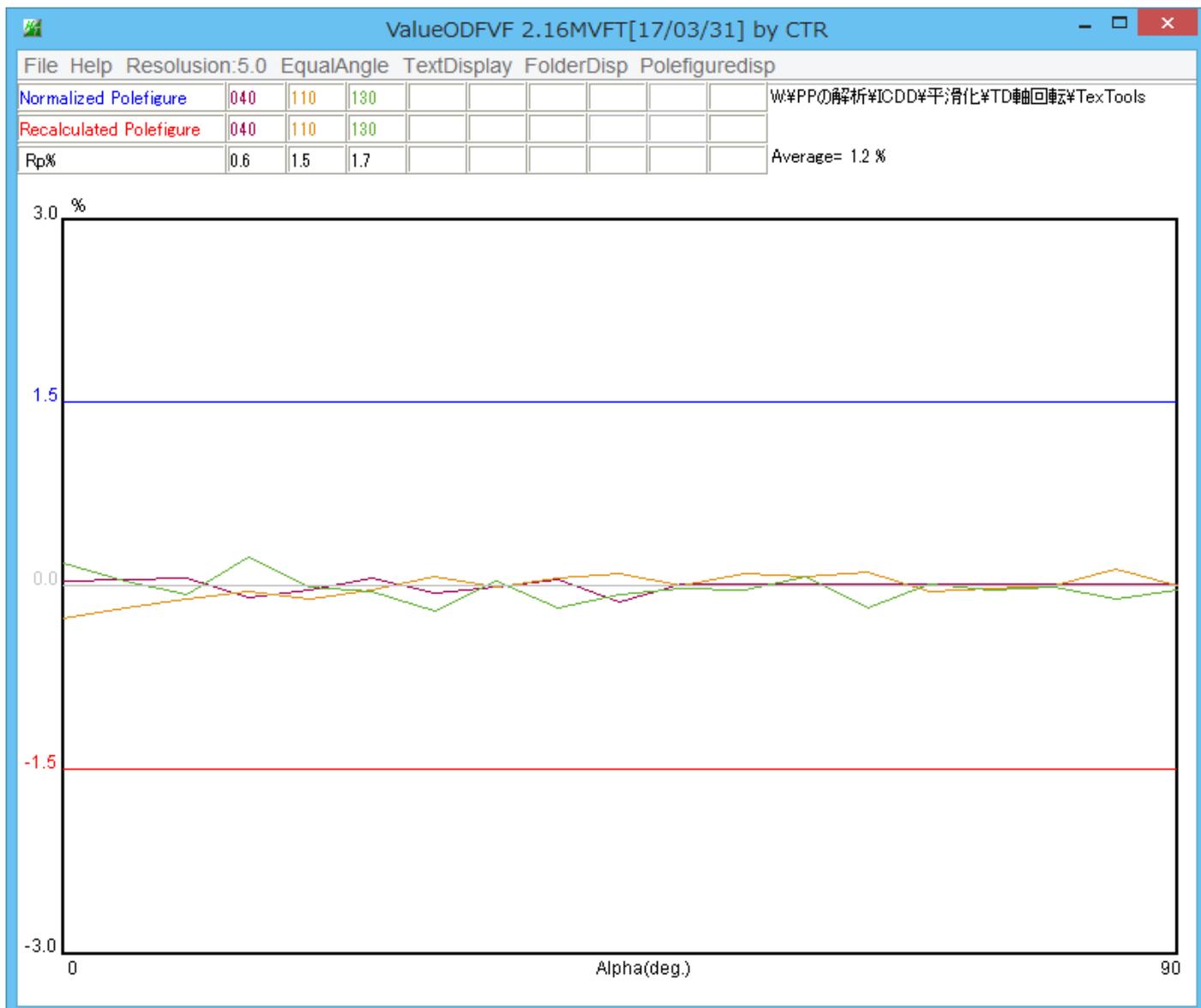
逆極点図では
ND 方向に [731], [441], [010]
[731] -> (140)
[441] -> (170)
[010] -> (010)
RD 方向は [001]
結晶方位を ND と RD を組み合わせて
求める
(140)[001], (170)[001], (010)[001]

ND 逆極点図の Direction 表示から -> Plane 表示に変換



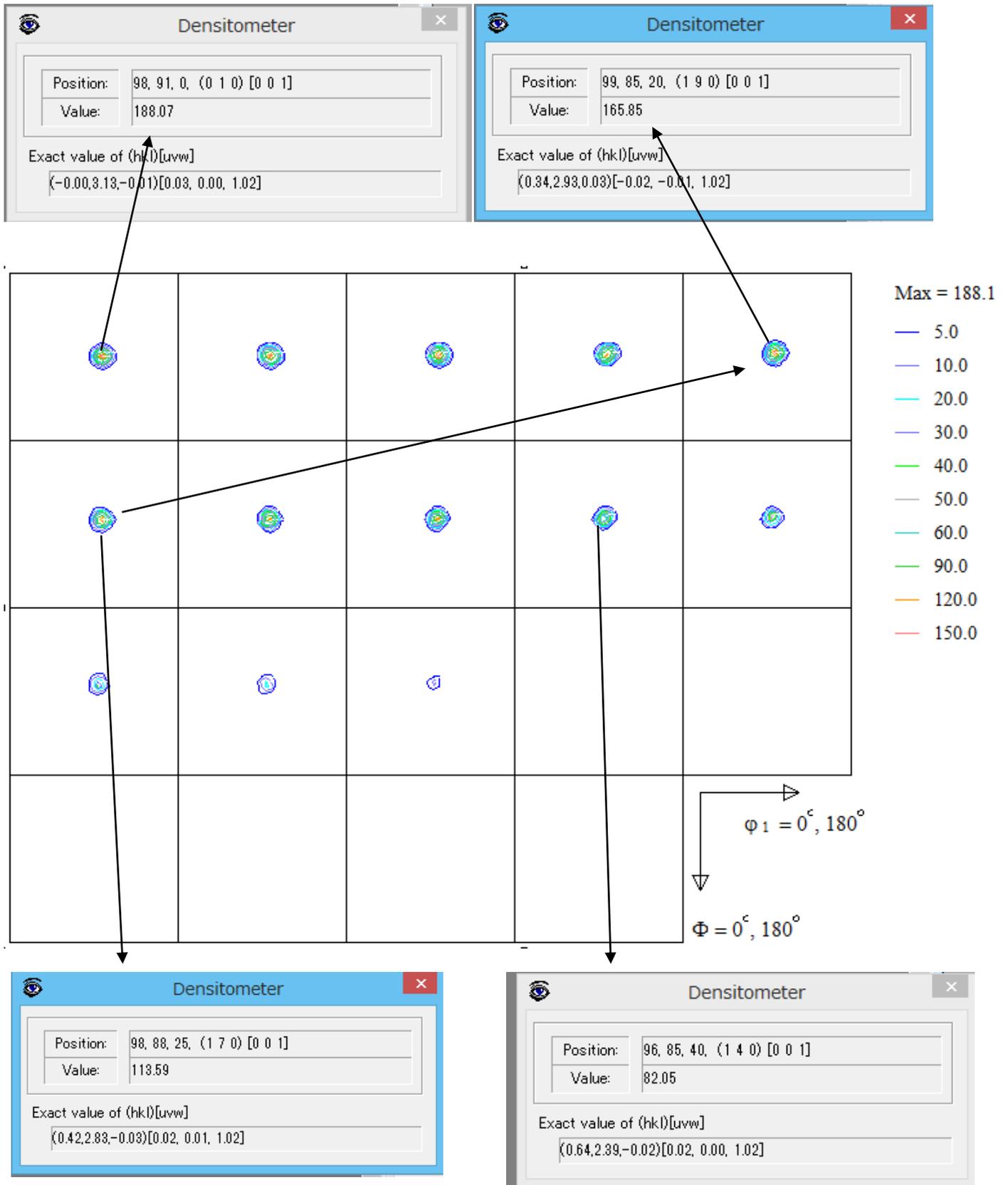
ValueODFVFソフトウェアで入力極点図のエラー (Rp%) を計算

Rp%は入力極点図と再計算極点図の差から計算される



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。

逆極点図を考慮して ODF 解析



(170)[001]より(190)[001]が(010)[001]と(140)[001]の間なので、変更する

ODF図から決まった方位の VolumeFraction

Euler 角度の広がり指定して VolumeFraction を求める

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

Orientation Volume Fraction

Selection orientations

Select orientations by Euler angle

=< ϕ_1 =< =< Φ =<

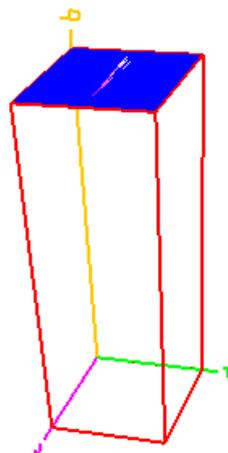
=< ϕ_2 =<

Select orientations by intensity (high than)

Both

ODF file name >>

Result



$\{190\} \langle 001 \rangle$

Orientation Volume Fraction

Selection orientations

Select orientations by Euler angle

=< ϕ_1 =< =< Φ =<

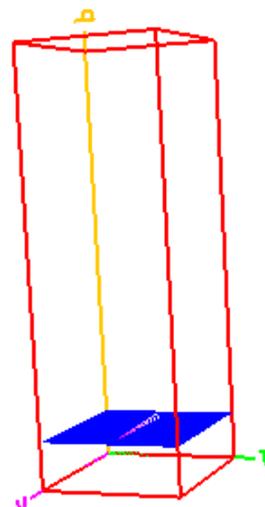
=< ϕ_2 =<

Select orientations by intensity (high than)

Both

ODF file name >>

Result



$\{140\} \langle 001 \rangle$

Orientation Volume Fraction

Selection orientations

Select orientations by Euler angle

=< ϕ_1 =< =< Φ =<

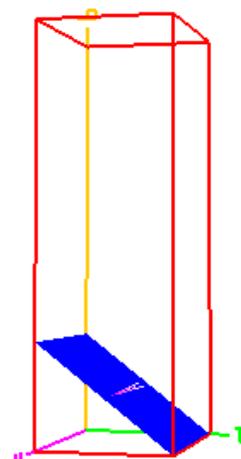
=< ϕ_2 =<

Select orientations by intensity (high than)

Both

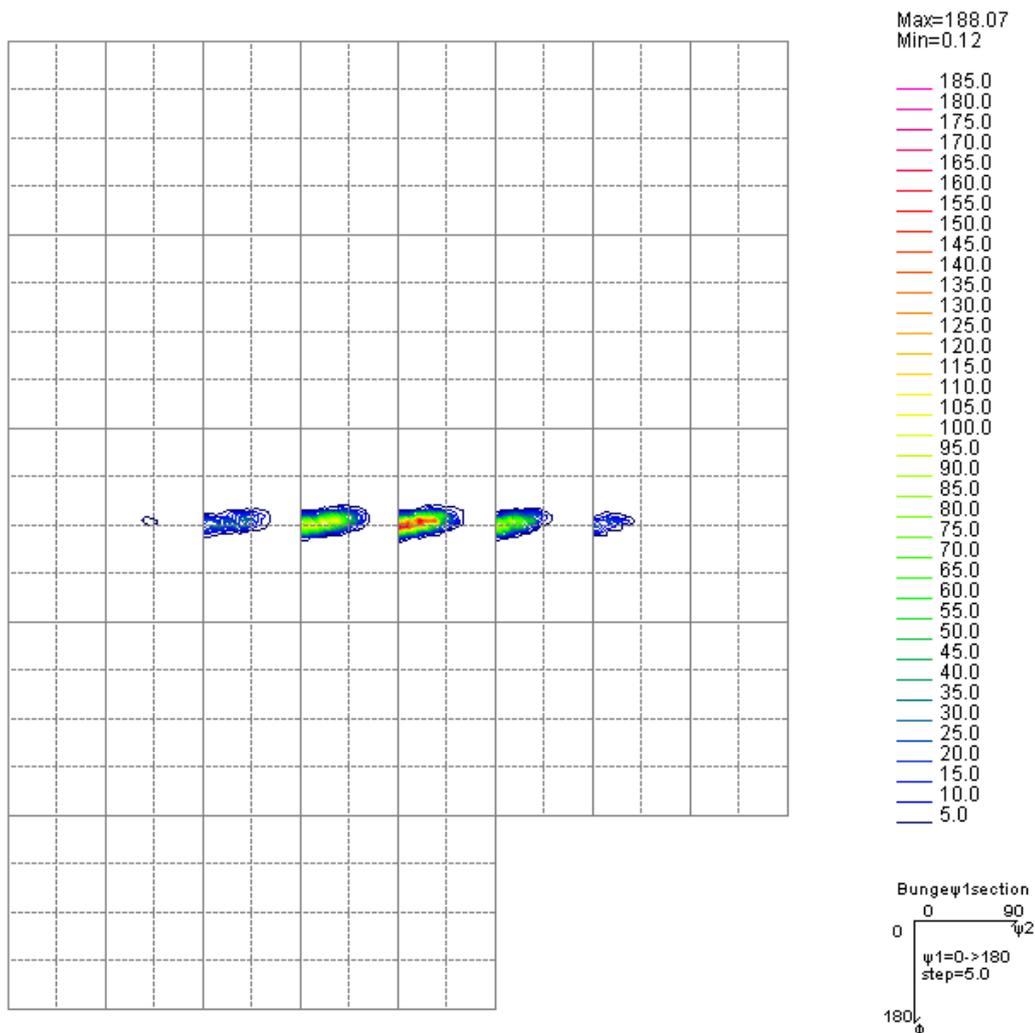
ODF file name >>

Result



$\{010\} \langle 001 \rangle$ から $\{190\} \langle 001 \rangle$, $\{140\} \langle 001 \rangle$ を経由するFiber状態を示す。

GPODFDisplay で ϕ 1 断面を見ると Fiber が観察されます。



結晶方位を指定して VolumeFraction を求める

RD 方向に直交する面 $\{001\}$ の VolumeFraction を求める

