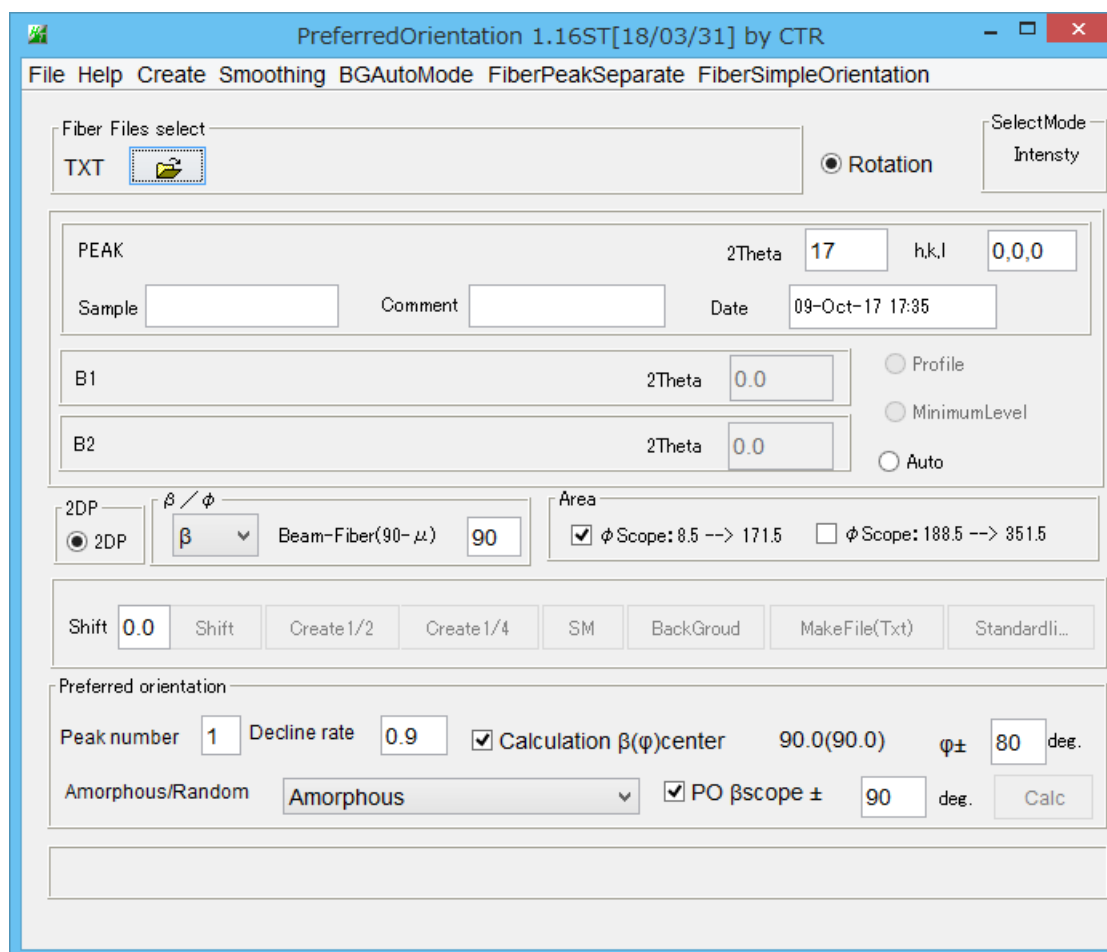


高分子材料の配向度算出の為のデータ処理

PreferredOrientationソフトウェア

Ver.No.1.16M



G i g z a g F i b e r ソフトウェアに追加

入力データはASC或いはTXT(β、I) データの区切りはスペースかタブ

2017年10月07日



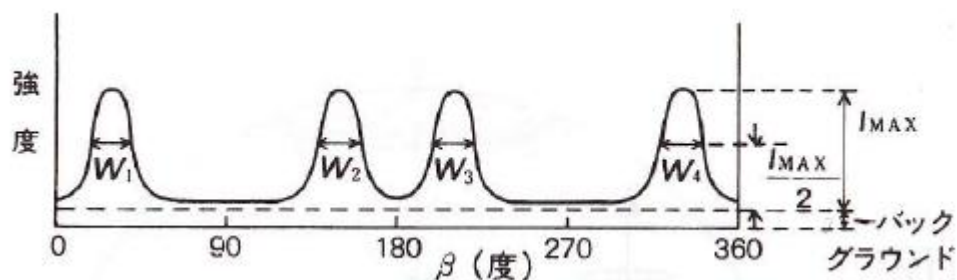
HelperTex Office

<http://helpertex.sakura.ne.jp>

概要

高分子の配向解析を、角戸、笠井「高分子 X 線解析」手法の半価幅から求める手法で β プロファイルの半価幅から計算する方法である。

$\langle \cos^2 \phi \rangle$ 計算を行い、 $\langle \cos^2 \phi_c \rangle$ の判断が可能になります。



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

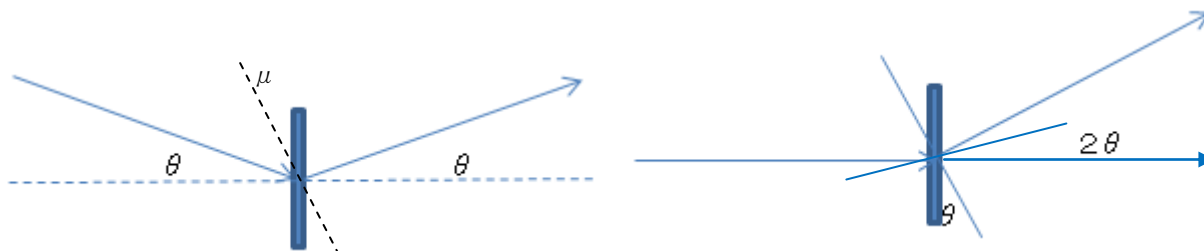
$$\text{配向係数 } \langle \cos^2 \phi \rangle = \frac{\int I(\phi) \cos^2 \phi \sin \phi d\phi}{\int I(\phi) \sin \phi d\phi}$$

しかし、この計算では random レベルが考慮されていない為、本ソフトウェアでは random レベルも考慮した計算を提供します。

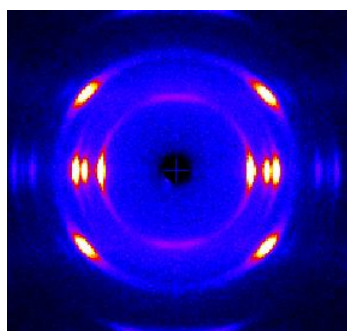
更に、二次元ディテクタを用いた非対称透過光学系の補正も可能にしています。(θ 補正) ゴニオメータの透過法、反射法の補正 (μ) も行います。

対称光学系 (μ 補正が可能)

2次元検出器 (非対称光学系)



この手法は、1軸繊維配向材料に適用できます。



入力データは ASC ファイル、或いは TXT ファイル (β 、 I)、(α 、 β 、 I)

注意

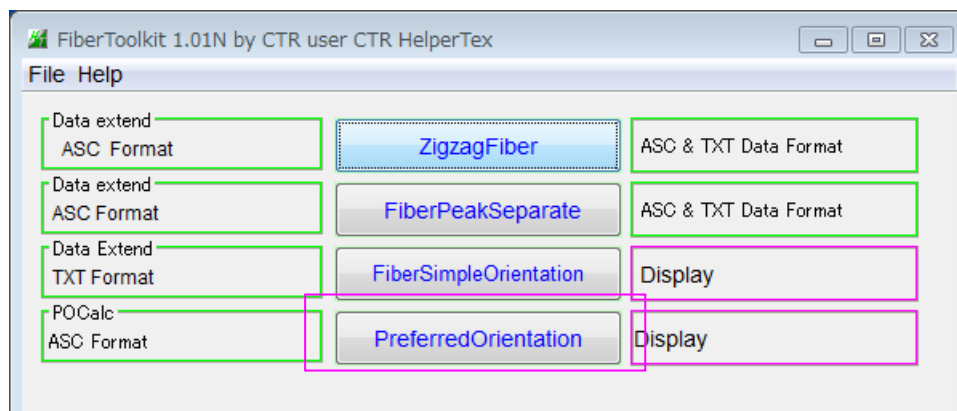
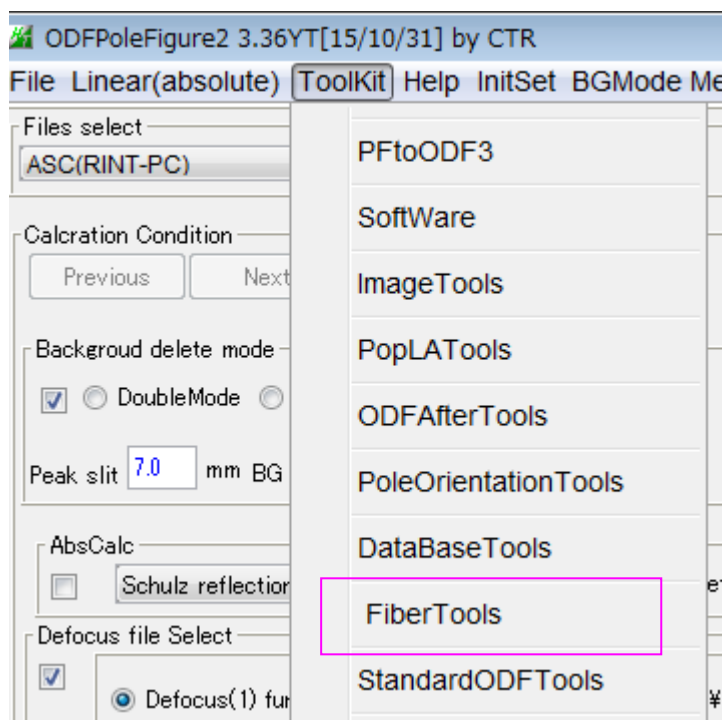
透過測定と反射測定では RD 方向が 90 度異なります。通常測定時この問題は同じになるよう透過法測定の β スタート角度を shift し測定されています。

しかし、2次元ディテクタを用いた場合、90度 shift しています。

測定時、試料の取り付けを調整した場合、shift 機能は使いません。

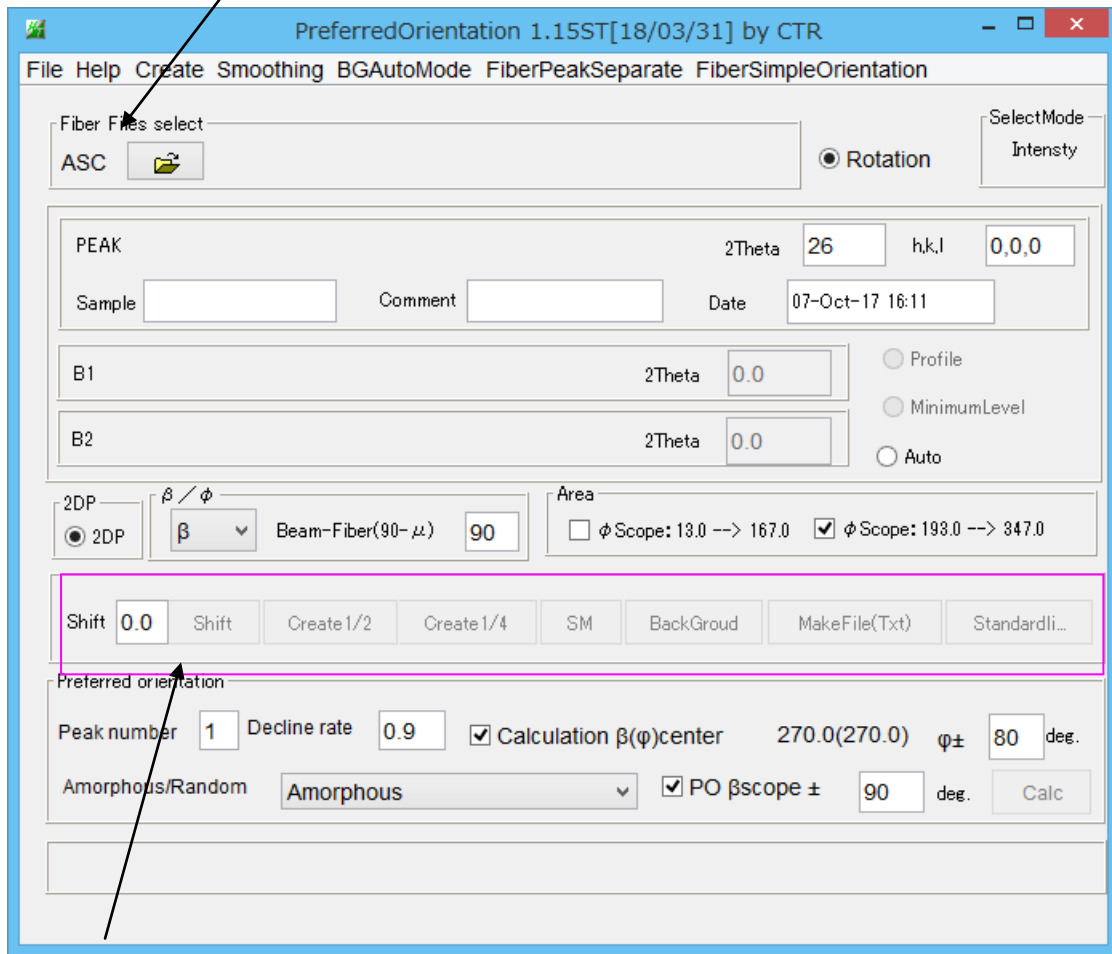
ソフトウェアの使い方

- 1) C:\¥CTR¥bin¥PrefferdOrientation.jar のダブルクリック
- 2) ODFPoleFigure2 ソフトウェアの ToolKit->FiberTools->PreferredOrientation



ソフトウェア

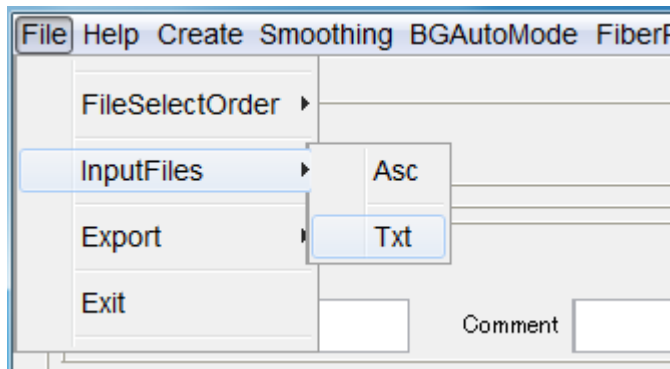
処理ファイルの選択



ZigzagFiber を参考にして下さい

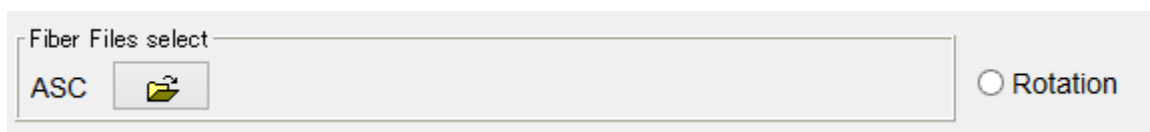
ASCデータとTXTデータの切り替え

File->InputFiles で Asc 或いは Txt を選択



ファイル選択

ピークファイルと最大2つのバックグラウンドファイルを選択 (合計3ファイル同時選択)



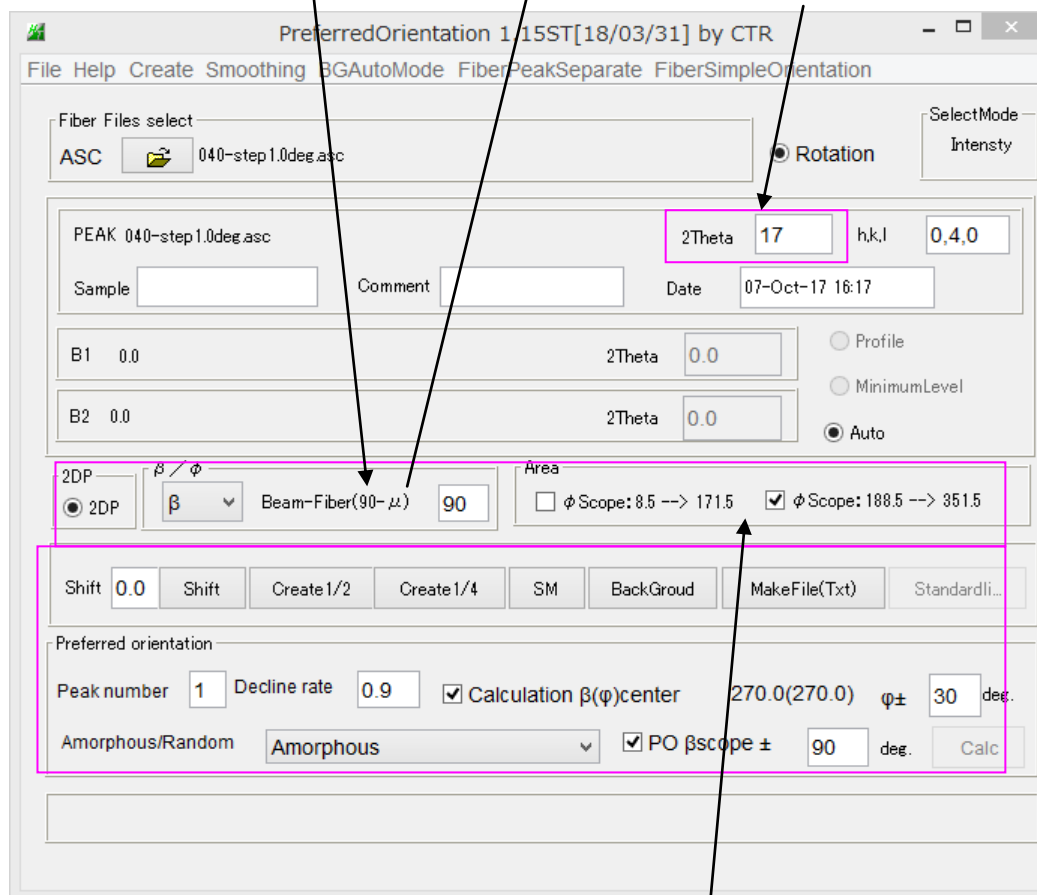
非対称光学系で測定されたデータなので、光学系補正を行う。

$$\cos \phi = \cos \theta \cos \beta \cos \mu + \sin \theta \sin \mu$$

測定β角度

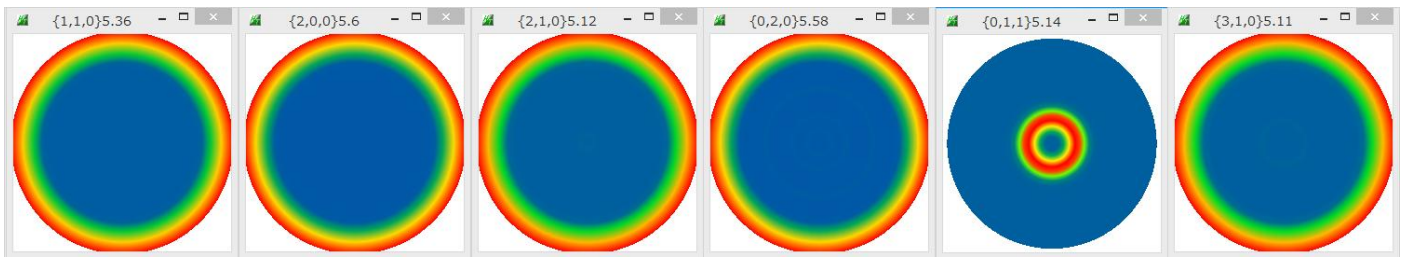
入射ビームと繊維軸の角度（通常は90度）

測定回折角度

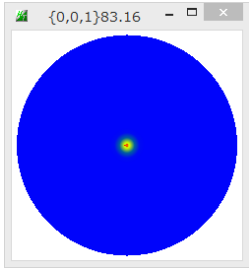


2θ値が zero の場合、角度を入力して 2DP を選択する。
ゴニオメータによる透過極点図 ($\alpha = 0$) の場合、 $\theta = 0$ で計算される。
2DP から対称光学系への補正を行うと、計算 ϕ の領域が狭くなります。(θの影響)
配向度計算は PO β 範囲で行われます。

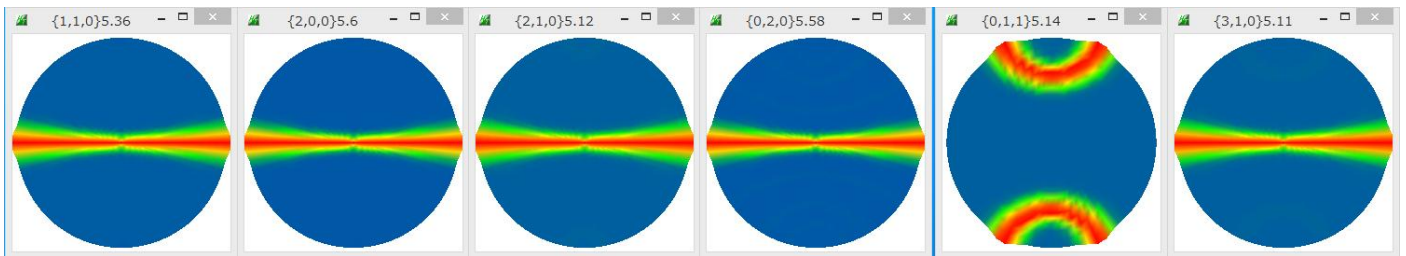
1面配向のポリエチレンの極点図



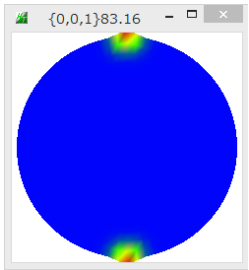
予測される (0 0 1) 極点図、しかし (0 0 1) 反射は存在しないため極点は測定出来ない



サイド測定では

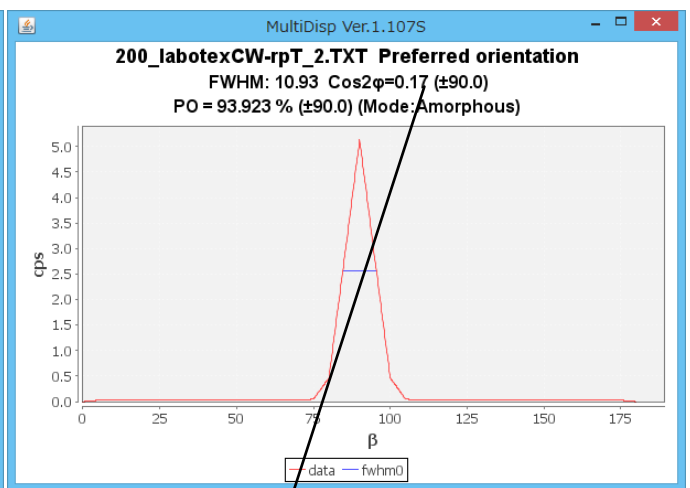
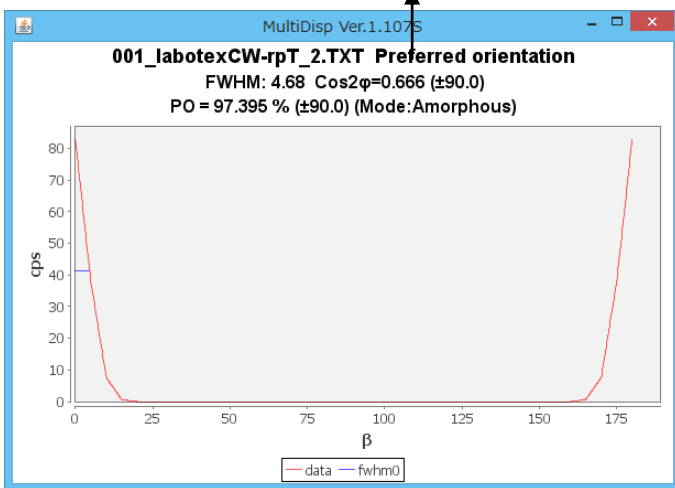


サイド測定の予測される (0 0 1) 極点図



予測される (001) の配向係数(0.666)

(200)の配向係数

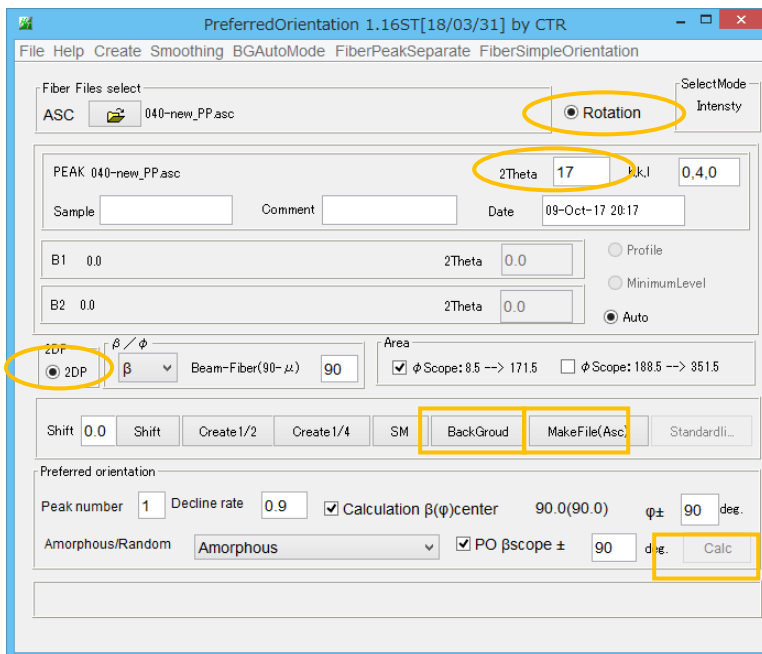
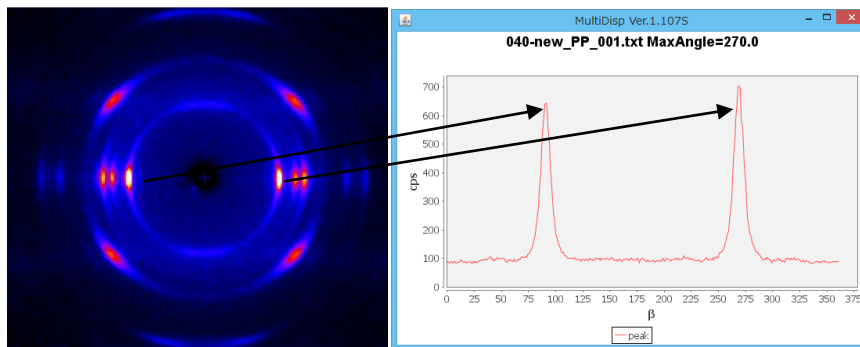
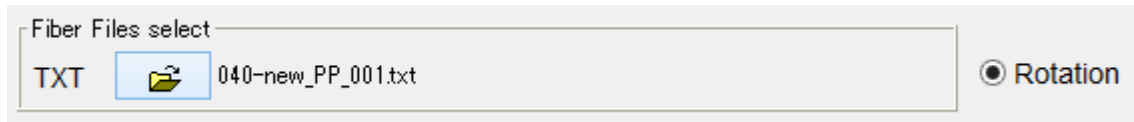


均一配向としたら

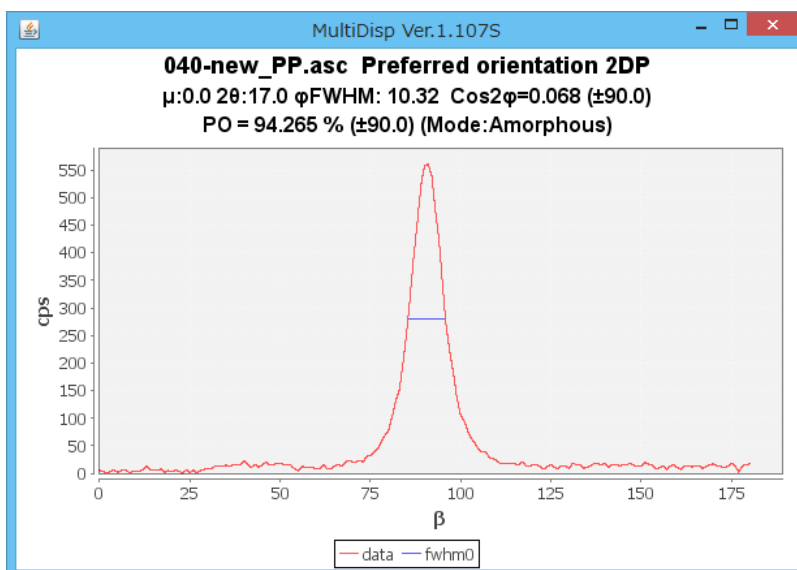
$$C \text{ 軸配向係数 } \langle \cos^2 \phi_c \rangle = 1 - 2 \langle \cos^2 \phi_{200} \rangle = 1 - 2 * 0.17 = 0.66$$

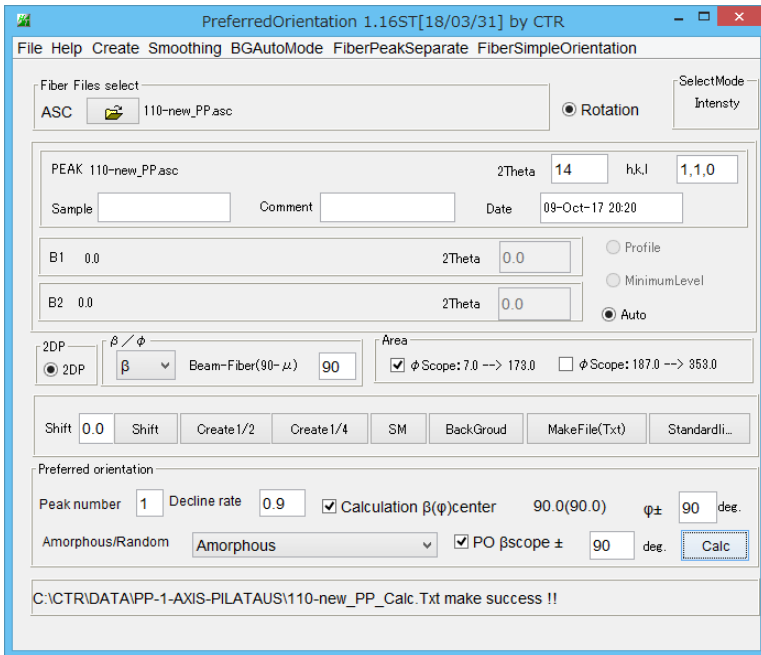
2次元検出器の場合（C:\¥CTR¥DATA¥PP-1-AXIS-PILATAUS¥PP.img を 2DP で切り出し）

透過極点測定の外周に近い部分が測定されます。

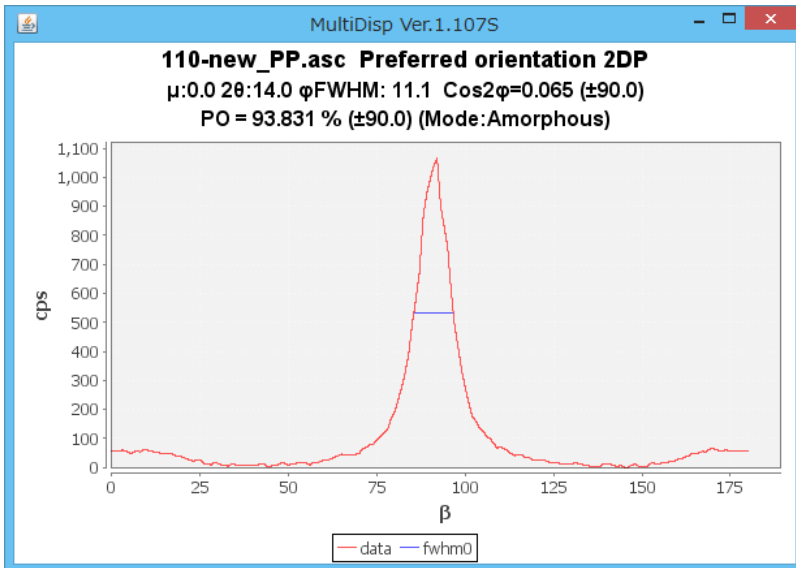


(0 4 0) から $\langle \cos^2 \phi_{040} \rangle = 0.068$ を得る





(1 1 0) 極点図から $\langle \cos^2 \phi_{110} \rangle = 0.065$ を得る



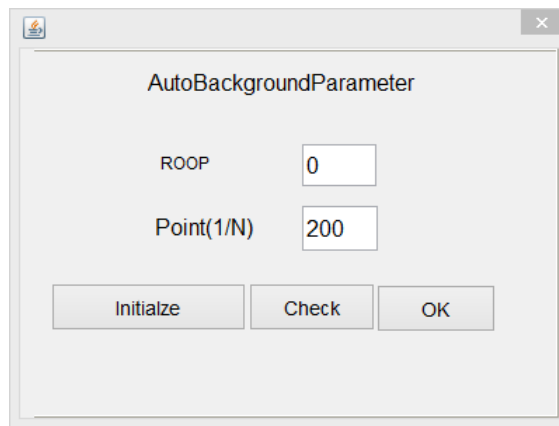
$$\begin{aligned} \langle \cos^2 \phi_c \rangle &= 1 - 1.1 \langle \cos^2 \phi_{110} \rangle - 0.9 \langle \cos^2 \phi_{040} \rangle \\ &= 1 - 1.1 * 0.065 - 0.9 * 0.065 \\ &= 0.87 \end{aligned}$$

を得ます。

配向係数計算時、計算範囲を変えると算出される係数は変化します。

バックグラウンド削除パラメータ

処理範囲の最小値、処理条件の値を 0 入力

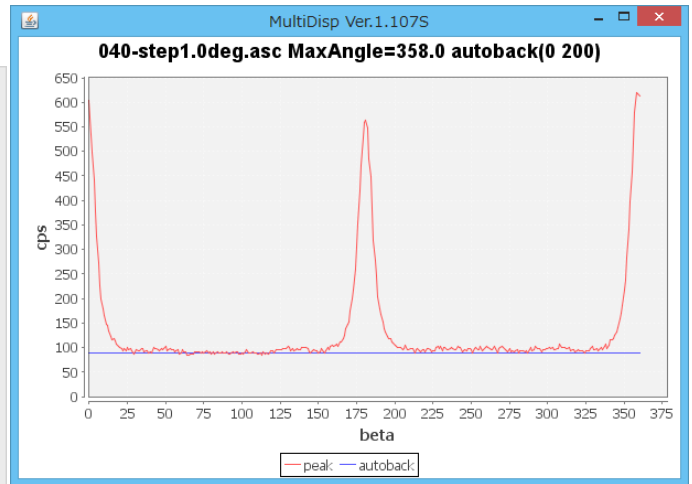


AutoBackgroundParameter

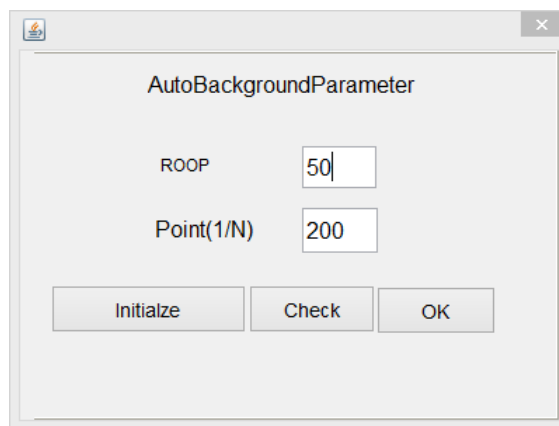
ROOP

Point(1/N)

Initialize Check OK



仮想バックグラウンドの想定

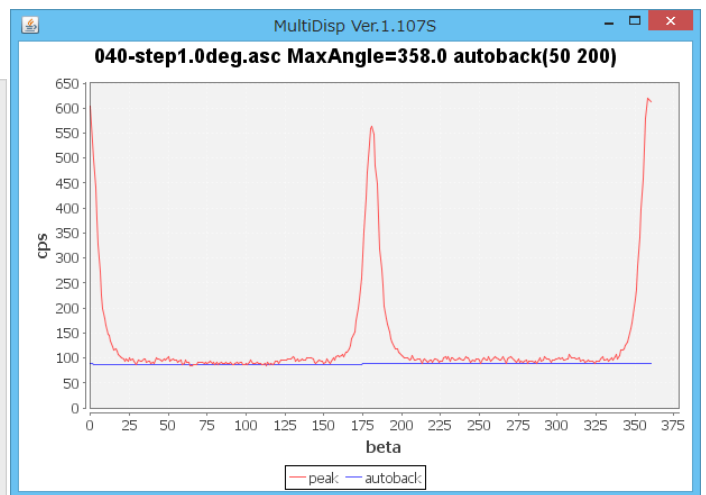


AutoBackgroundParameter

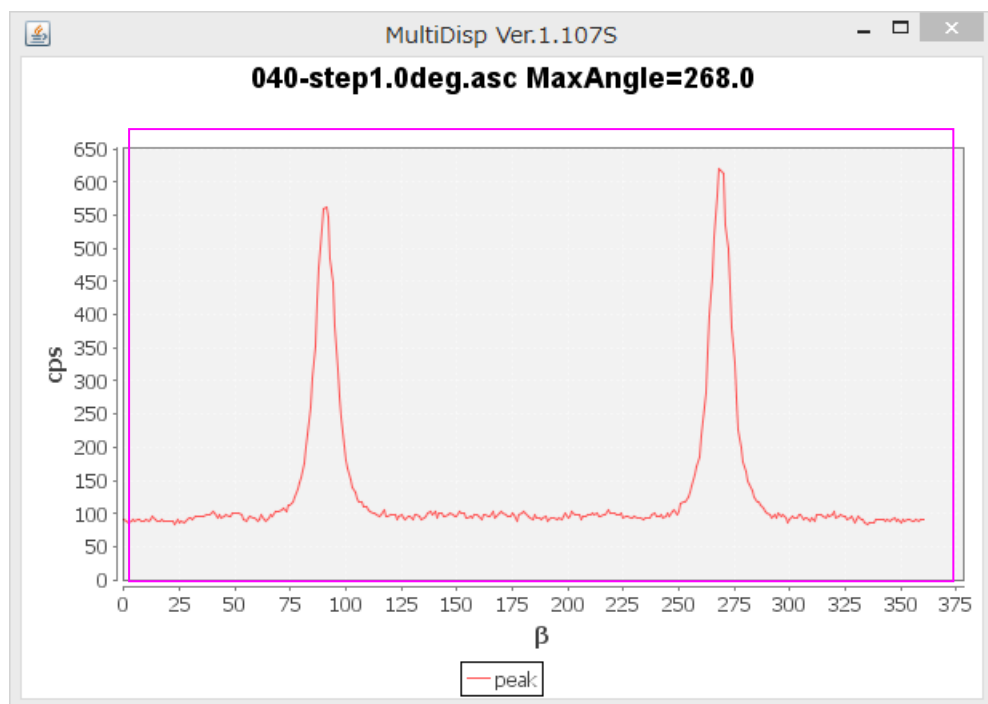
ROOP

Point(1/N)

Initialize Check OK



配向度計算領域



以下の処理方法は ZizagFiber ソフトウェアを参考にして下さい。

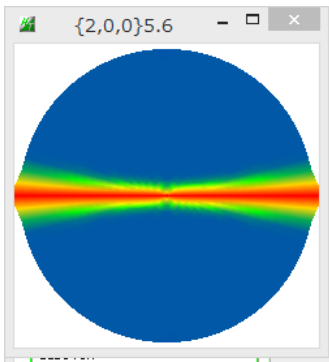


ピークの先端が変動で複数に割れている場合、平滑化を行って下さい。

配向度の計算を行うには、MakeFile を行う。

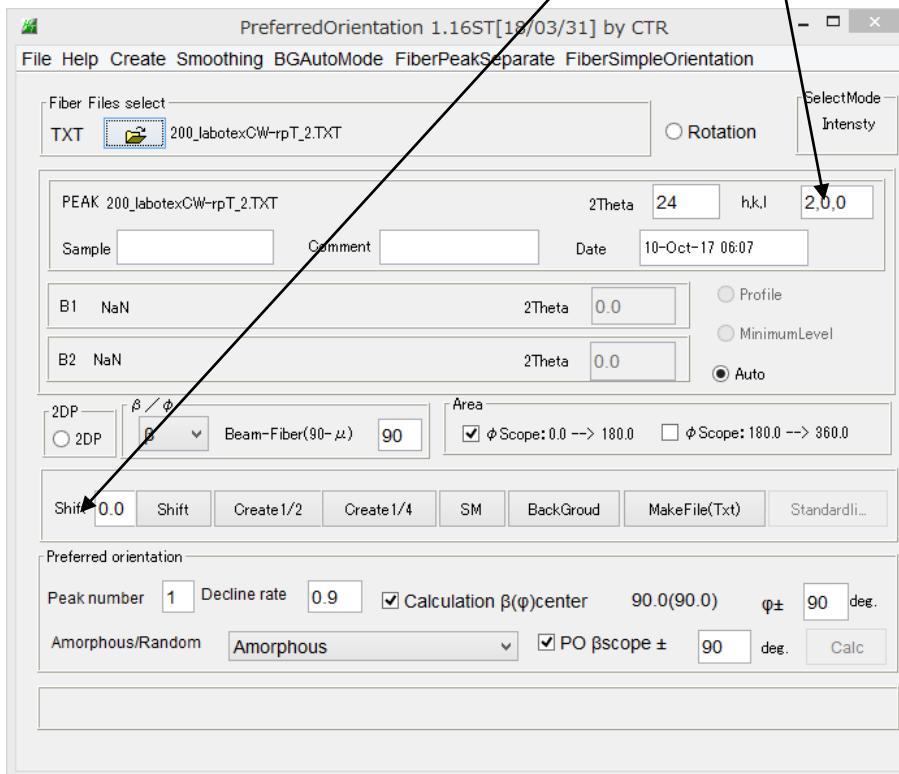
$$\cos \phi = \cos \theta \cos \beta \cos \mu + \sin \theta \sin \mu \quad \text{補正効果}$$

ポリエチレン 1 軸配向の{2 0 0}極点図

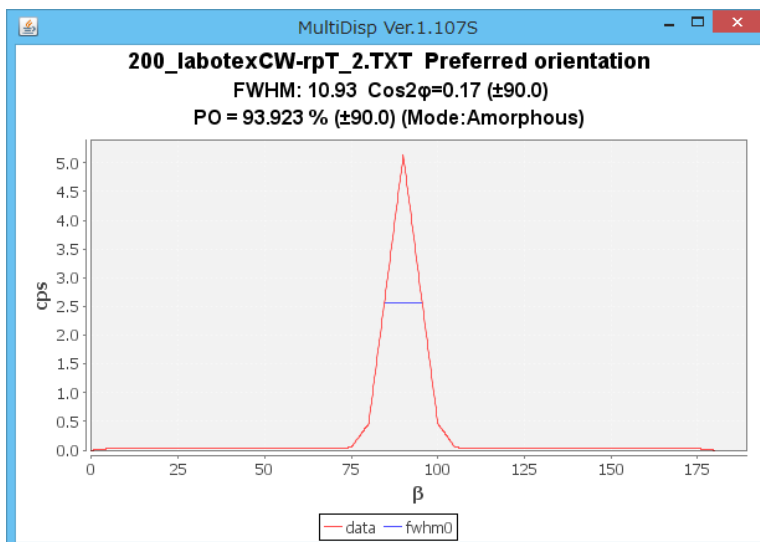


通常、透過極点図の外周部分から計算します ($\mu = 0$)

2次元検出器 (2DP : ON) ではないので、2Theta の値は使用しません。



$\mu = 0$ は 90 を入力する : 極点図の外周を使用するが、内側のデータを使用した場合この値を 90、75、60、45、30 と変えて比較します。



200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

FWHM: 10.93 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 93.923 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

μ:15.0 φFWHM: 10.86 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 93.963 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

μ:30.0 φFWHM: 11.09 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 93.838 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

μ:45.0 φFWHM: 11.03 Cos2φ=0.035 (±30.0)
 PO = 93.871 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

μ:60.0 φFWHM: 10.88 Cos2φ=0.055 (±30.0)
 PO = 93.951 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

補正しない場合 (C:\¥CTRY¥work¥ZigzagFiber¥mu90.TXT ファイルを作成)

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

FWHM: 10.93 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 93.923 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
 μ = 0

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

FWHM: 11.25 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 93.75 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
 μ = 15

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

FWHM: 12.81 Cos2φ=0.032 (±30.0)
 PO = 92.881 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
 μ = 30

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

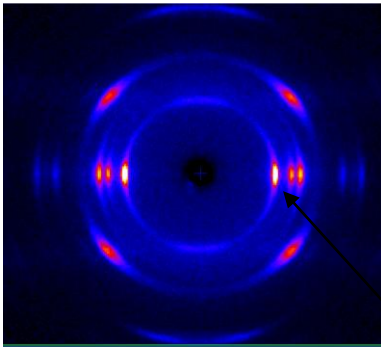
FWHM: 15.62 Cos2φ=0.033 (±30.0)
 PO = 91.319 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
 μ = 45

200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation

FWHM: 21.87 Cos2φ=0.04 (±30.0)
 PO = 87.847 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
 μ = 60

μ	$\langle \cos^2 \phi \rangle \pm 30\text{deg}$		μ	半価幅% ± 90deg	
	補正あり	補正なし		補正あり	補正なし
0	0.033	0.033	0.000	93.923	93.923
15	0.033	0.033	15.000	93.963	93.750
30	0.033	0.033	30.000	93.838	92.881
45	0.035	0.033	45.000	93.838	91.319
60	0.055	0.040	60.000	93.871	87.847

2次元検出器の場合（赤道付近の回折線を利用する、子午線付近はデータ欠落の恐れがあります）



2次元検出器の場合、チェックしてファイルを選択します。

回折角度を入力する

2θ 角度 = 17 の場合

040.TXT Preferred orientation 2DP
μ:0.0 2θ:17.0 φFWHM: 10.06 Cos2φ=0.021 (±30.0)
PO = 94.406 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

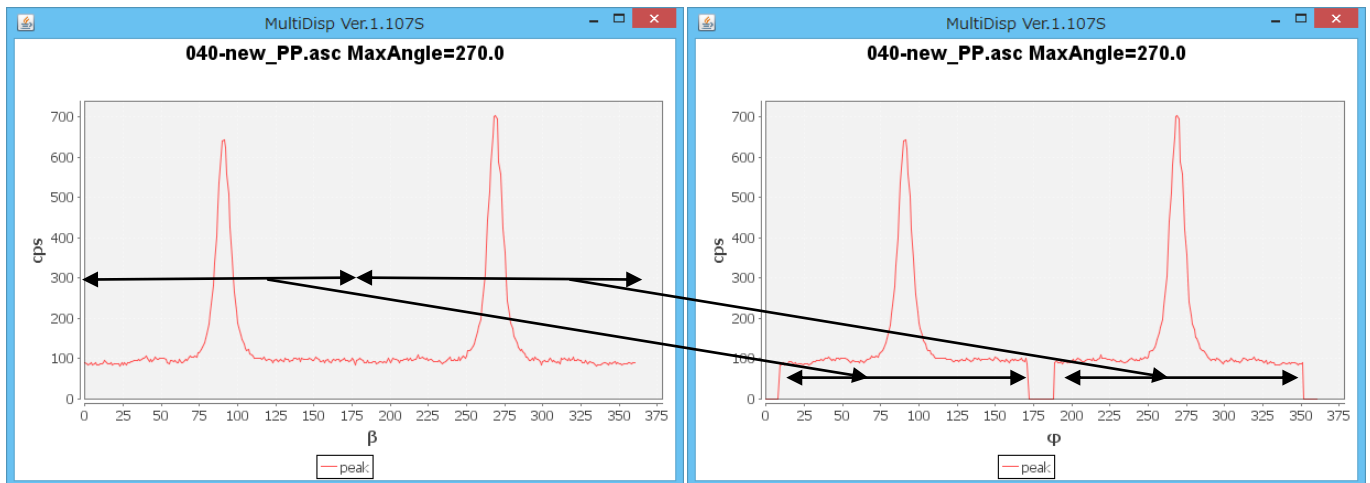
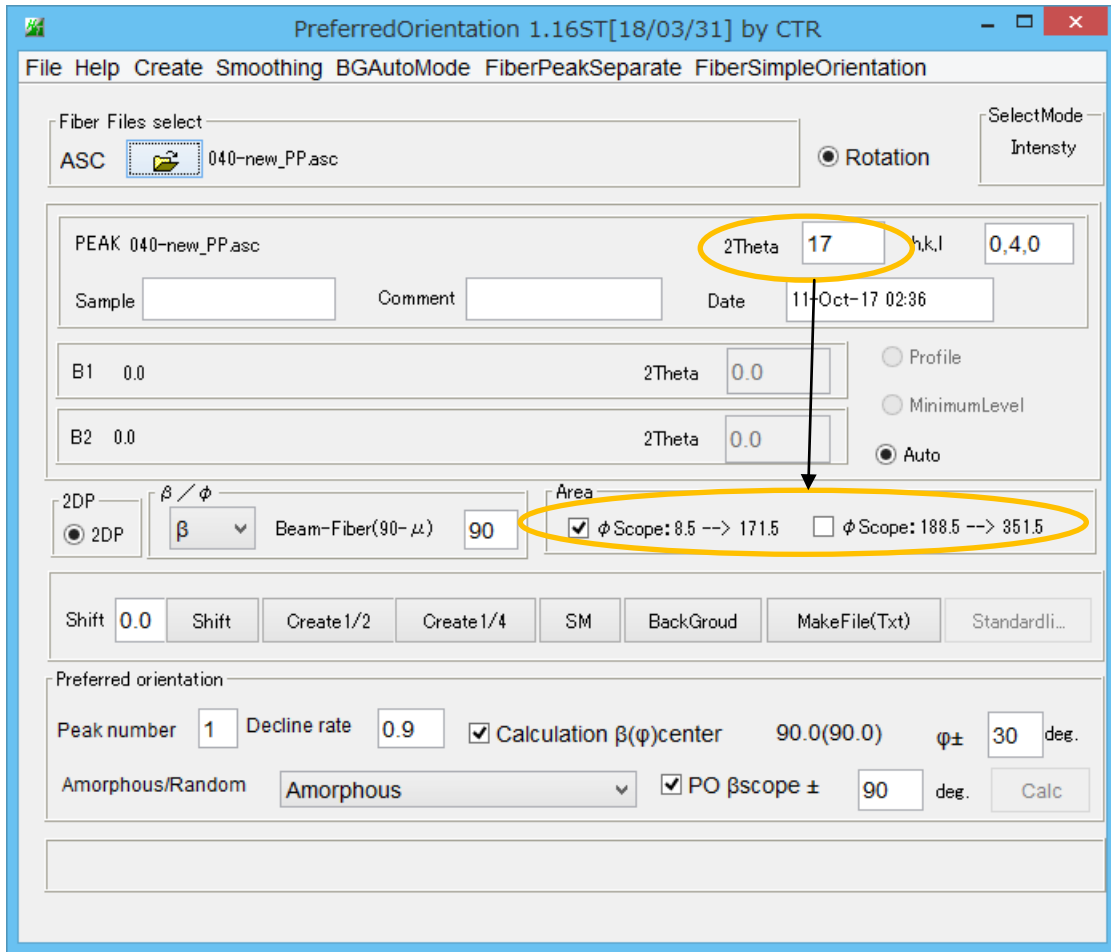
2θ = 0.01 の場合（2DP 場合、2θ = 0 はファイル選択出来ない為）

040.TXT Preferred orientation 2DP
μ:0.0 2θ:0.001 φFWHM: 10.18 Cos2φ=0.021 (±30.0)
PO = 94.343 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

回折角度により、ゴニオメータと同様な事が発生します。

2次元検出器によるPPの β -Iプロファイルと θ 角度の影響

(040)の回折角度は17度付近であり、ブラインド領域は0→8.5度の領域に現れます。



測定データを $\cos \phi = \cos \theta \cos \beta \cos \mu + \sin \theta \sin \mu$ の関係式で圧縮されます。

よって、子午線領域のデータが欠落しています。

配向係数を ± 90 で計算する場合、欠落している部分は0で計算されます。