高分子材料の配向度算出の為のデータ処理

PreferredOrientationソフトウエア

Ver.No.1.16M

24	PreferredOrientation 1.16S	T[18/03/31] by C	TR	- 🗆 🗙
File Help Create Smoothi	ng BGAutoMode FiberPeak	Separate FiberSim	pleOrientation	
Fiber Files select			 Rotation 	SelectMode — Intensty
РЕАК		2Theta	17 h,k,l	0,0,0
Sample	Comment	Date	09-Oct-17 17:35	
B1		2Theta 0.0	O Profile	nlevel
B2		2Theta 0.0	O Auto	ILCYCI
2DP 2DP β	am-Fiber(90-µ) 90 Area	φScope:8.5> 171.5	_ φ Scope: 188.5 -	> 351.5
Shift 0.0 Shift C	ireate1/2 Create1/4 SM	BackGroud	MakeFile(Txt)	Standardli
Preferred orientation				
Peak number 1 Declir	e rate 0.9 Calculatio	n β(φ)center g	φ±	80 deg.
Amorphous/Random	morphous	PO βscop	e ± 90 deg.	Calc

GigzagFiberソフトウエアに追加 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

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。

 $< c o s^2 \phi hkl > 計算を行い、 < c o s^2 \phi_c > の判断が可能になります。$



しかし、この計算では r a n d o m レベルが考慮されていない為、本ソフトウエアでは r a n d o m 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)



20

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。

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

ODFPoleFigure2 3.36YT[1	5/10/31] by CTR		
File Linear(absolute) Too	IKit Help InitSet BGMode Me		
Files select ASC(RINT-PC)	PFtoODF3		
Calcration Condition	SoftWare		
Previous Next	ImageTools		
Backgroud delete mode-	PopLATools		
🔽 🔘 DoubleMode 🔘	ODFAfterTools		
Peak slit 7.0 mm BG	PoleOrientationTools		
AbsCalc	DataBaseTools		
Defocus file Select	FiberTools		
 Defocus(1) fur 	StandardODFTools		

🖀 FiberToolkit 1.01N by CTR user CTR HelperTex 🛛 🗐 🔀							
File Help							
Data extend ASC Format	ZigzagFiber	ASC & TXT Data Format					
Data extend ASC Format	FiberPeakSeparate	ASC & TXT Data Format					
Data Extend TXT Format	FiberSimpleOrientation	Display					
ASC Format	PreferredOrientation	Display					

ソフトウエア

処理ファイルの選択	
PreferredOrientation 1.15ST[18/03/31] by CTR -	
File Help Create Smoothing BGAutoMode FiberPeakSeparate FiberSimpleOrientation	
Fiber Files select	SelectMode — Intensty
PEAK 2Theta 26 h.k.l C	0,0,0
Sample Comment Date 07-Oct-17 16:11	
B1 2Theta 0.0 Profile	evel
B2 2Theta 0.0 O Auto	
$\begin{bmatrix} 2DP & & \\ \bullet & 2DP \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \beta & \checkmark & \\ \beta & \checkmark & Beam-Fiber(90-\mu) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} Area & & \\ \Box & \phi \operatorname{Scope}: 13.0 & > 167.0 & \checkmark & \phi \operatorname{Scope}: 193.0 & > \\ \bullet & & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & \bullet & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & \bullet & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & & \bullet & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & \bullet & \bullet \\ \hline & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & & & & \bullet \\ \hline & & & & & & & & & & & & & & & & & \\ \hline & & & &$	347.0
Shift 0.0 Shift Create 1/2 Create 1/4 SM BackGroud MakeFile(Txt) Sta	andardli
Preferred orientation Peak number 1 Decline rate 0.9 \checkmark Calculation $\beta(\phi)$ center 270.0(270.0) ϕ_{\pm} and ϕ_{\pm} Amorphous/Random Amorphous \checkmark \checkmark PO β scope \pm 90 deg.	80 deg. Calc
/	

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

File	Help Create Sr	no	othing	BG	AutoMode	Fiber
	FileSelectOrder	ŀ				
	InputFiles	ł	As	SC		
	Export	I	D	đ		
	Exit				Comment	

ファイル選択

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

Fiber Files select	
ASC 🚔	○ Rotation

お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。 測定β角度
$\cos\phi = \cos\theta \cos\beta$	+ sinθ sinμ
へ射ビームと繊維軸の角度(通常は90度	測定回折角度
PreferredOrientation 1/15ST[1	8/03/31] by CTR – 🗆 🗙
File Help Create Smoothing BGAutoMode FiberPeakSepa	Rotation SelectMode - Intensty
PEAK 040-step 1.0deg.asc	2Theta 17 hk.l 0,4,0 Date 07-Oct-17 16:17
B1 0.0 B2 0.0	2Theta 0.0 Profile 2Theta 0.0 MinimumLevel © Auto
$\begin{array}{c c} 2DP & \beta & \phi \\ \hline \bullet & 2DP & \beta & \bullet \\ \hline \bullet & 2DP & \beta & \bullet \\ \hline \end{array} \\ \hline \begin{array}{c} \beta & \phi \\ \hline \bullet & Beam - Fiber(90 - \mu) \\ \hline \end{array} \\ \hline \begin{array}{c} \phi \\ 90 \\ \hline \end{array} \\ \hline \end{array} \\ \hline \begin{array}{c} \rho \\ \varphi \\ Sc \\ \hline \end{array} \\ \hline \end{array}$	ope:8.5> 171.5
Shift 0.0 Shift Create1/2 Create1/4 SM	BackGroud MakeFile(Txt) Standardli
Preferred orientation Peak number 1 Decline rate 0.9 I Calculation β(φ)center 270.0(270.0) φ± 30 deg.
Amorphous/Random Amorphous V	PO βscope ± 90 deg. Calc

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(001)極点図、しかし(001)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(001)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 軸配向係数< c o s ${}^{2}\phi_{c} >= 1 - 2 < c o s {}^{2}\phi_{200} >= 1 - 2 * 0.$ 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。





(040)から< cos² ϕ_{040} >=0.068を得る





(110) 極点図から< cos² ϕ_{110} >=0.065を得る



$$< c \circ s^2 \phi c >= 1 - 1. 1 < c \circ s^2 \phi_{110} > - 0. 9 < c \circ s^2 \phi_{040} >$$

= 1 - 1. 1 * 0. 065 - 0. 9 * 0. 065
= 0. 87
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



仮想バックグランドの想定



配向度計算領域



以下の処理方法は ZizagFiber ソフトウエアを参考にして下さい。

Shift	90	Shift	Create 1/2	Create 1/4	SM	BackGroud	MakeFile(Txt)	Standardli
D f								

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。

ポリエチレン1軸配向の{200}極点図

{2,0,0}5.6	×				
_					
	通党 运	長温梅 占図のみ 国	如公から計(当します ((u - 0)
					$(\mu = 0)$
2次元	:検出器(2DP:(ON)ではないの /	で、2Theta ト	の値は使	用しませ
a	PreferredOrientation 2	1.16ST[19/03/31] by 0	CTR	- □ ×	
ile Help Create Si	moothing BGAutoMode Fiber	PeakSeparate FiberSim	pleOrientation	\	
Fiber Files select		/		SelectMode — Intensty	
IXI 📂 200			CROLALION		
PEAK 200_labotexC	W-rpT_2.TXT	2Theta	24 h,k,l	2,0,0	
Sample	Comment	Date	10-Oct-17 06:07		
B1 NaN		2Theta 0.0	O Profile		
			O Minimu	nLevel	
	/	21neta 0.0	Auto		
2DP O 2DP	v Beam-Fiber(90-μ) 90	Area 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(Txt)	Standardli	
Preferred orientation -					
Peak number 1	Decline rate 0.9 Calo	culation β(φ)center	φ±	90 deg.	
Amorphous/Randor	n Amorphous	v PO βscop	e ± 90 deg.	Calc	

 $\mu = 0$ 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 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:¥CTR¥work¥ZigzagFiber¥mu90.TXT ファイルを作成)
200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation FWHM: 10.93 Cos2 φ =0.033 (±30.0) $\mu = 0$ PO = 93.923 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation FWHM: 11.25 Cos2 φ =0.033 (±30.0) $\mu = 1.5$ PO = 93.75 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation FWHM: 12.81 Cos2 φ =0.032 (±30.0) μ = 3 0 PO = 92.881 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation FWHM: 15.62 Cos2 φ =0.033 (±30.0) $\mu = 4.5$ PO = 91.319 % (±90.0) (Mode:Amorphous)
200_labotexCW-rpT_2.TXT Preferred orientation FWHM: 21.87 Cos2 φ =0.04 (±30.0) $\mu = 6 0$ PO = 87.847 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

	$\langle \cos^2 \phi \rangle$	±30deg		半価幅%	±90deg
μ	補正あり	補正なし	μ	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

る



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
PreferredOrientation 1.15ST[18/03/31] by CTR
Fiber Files select TXT @ Rotation SelectMode Intensty
PEAK 040.TXT 2Theta 17 hk,I 0,4,0
Sample Comment Date 10-Oct-17 06:49
B1 NaN 2Theta 0.0 Profile
B2 NaN 2Theta 0.0 Auto
$\begin{array}{c c} 2DP \\ \hline & 2DP \\ \hline & \beta \\ \hline & Beam-Fiber(90-\mu) \\ \hline & 90 \\ \hline & & \varphi \\ \hline \\$
Shift 0.0 Shift Create 1/2 Create 1/4 SM BackGroud MakeFile(Txt) Standardli
Preferred orientation Peak number 1 Decline rate 0.9 \checkmark Calculation $\beta(\phi)$ center 90.0(90.0) $\phi \pm$ 90 deg. Amorphous/Random Amorphous \checkmark \checkmark PO β scope \pm 90 deg. Calculation

2 θ 角度=1 7 の場合

040.TXT Preferred orientation 2DP μ:0.0 20:17.0 φFWHM: 10.06 Cos2φ=0.021 (±30.0) PO = 94.406 % (±90.0) (Mode:Amorphous)

 $2\theta = 0.0\mu$ の場合 (2DP場合、 $2\theta = 0$ はファイル選択出来ない為)

040. TXT Preferred orientation 2DP μ:0.0 20:0.001 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。

PreferredOrientation 1.16ST[18/03/31] by CTR – 🗆 🗙
File Help Create Smoothing BGAutoMode FiberPeakSeparate FiberSimpleOrientation
Fiber Files select SelectMode ASC Intensty
PEAK 040-new_PPasc 2Theta 17 h.k.l 0,4,0
Sample Comment Date 11-Oct-17 02:36
B1 0.0 Profile MinimumLevel
B2 0.0 2Theta 0.0 O Auto
$\begin{array}{c c} 2DP & & & & \\ \hline \bullet & 2DP & & \\ \hline \bullet & & \\ \hline \end{array} & \\ \hline $ & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline & \\ \hline & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} & \\ \hline & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} & \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} \\ \\ \hline \end{array} & \\ \hline & \\ \\ \\ \\ \end{array} \\ \\ \\ \end{array} \\ \\ & \\ & \\ \hline & \\ & \\ & \\ \\ \\ & \\ & \\ & \\ & \\ \\ & \\ \\
Shift O.0 Shift Create 1/2 Create 1/4 SM BackGroud MakeFile(Txt) Standardli
Preferred orientation
Peak number 1 Decline rate 0.9 Calculation $\beta(\phi)$ center 90.0(90.0) ϕ_{\pm} 30 deg.
Amorphous/RandomAmorphous✓PO βscope ±90deg.Calc



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。