

FRS-XRSA 表征双轴取向聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜的取向分布*

吕文琦 胡家璁

(复旦大学高分子科学系 上海 200433)

摘 要 X-射线散射理论分析(FRS-XRSA)是作者为了研究和表征取向高聚物结晶度与晶粒取向分布(ODC)的一种新方案. 在表征 ODC 方面应用分峰法(CPR)消除了传统极图法(PFM)中高重叠峰相互干扰的困难, 克服了取向分布函数分析(ODFA)中出现虚结构的困难, 并且经一次系统的 FRS-XRS 测定, 可以得到几乎所有主要(hkl)晶面法向的 ODC. 作者应用 FRS-XRSA 对二类双轴取向 PET 磁带薄膜进行了 ODC 的研究. 基于结晶几何学原理(CGP), 建立了三斜晶系晶粒坐标系与试样坐标系的关系, 并用于推演未测定方位角(α_i, β_i)(hkl)的晶面散射以及未测($h'k'l'$)晶面的 ODC. 作者建立了双轴取向函数 $\langle \cos^2 \varphi_{hkl,i} \rangle, i=N, M, T$ 的计算公式. 按照 FRS-XRSA 获得了反映取向分布的 10 个晶面的双轴极图、三个主晶面(100)、(010)、(T05)的总极图, 以及反映平均取向的各种取向函数, 如 $\langle \cos^2 \varphi_{hkl,i} \rangle, f_{hkl,i}^c$ 等, 结果十分令人满意.

关键词 FRS-XRSA, 双轴取向 PET, 双轴极图, 极图, $f_{hkl,i}^c$

高聚物材料的加工-结构-性能-应用之间有着极其密切的关系^[1]. 双轴取向(BO) PET 膜性能优良而可调节, 应用十分广泛, 并仍在作新的开发^[2], 研究其结构对提高性能、开发应用有着很重要的意义. 前文报告了用 FRS-XRSA 测定 BO-PET 的结晶度^[3], 本文重点是用 FRS-XRSA 研究其取向结构. 关于高聚物的取向结构, 前人已做了大量工作^[4,5], 但是传统的极图法 PFM 研究择优取向聚合物的取向存在着一些不足^[6]. 例如, PFM 遇到高重叠峰相互干扰的问题, 取向分布函数分析(ODFA)中出现虚结构的疑难等^[7]. 用 FRS-XRSA 来研究这一问题时就克服了上述困难, 它以直接测量法代替了间接函数分析法, 它在一次系统测定中, 同时可获几乎所有重要的(hkl)的极图, 简化了取向的研究并完善了数据处理方案, 得到令人满意的结果. 说明 FRS-XRSA 是研究择优取向聚合物的有效方案, 建议推广应用.

1 实验部分

1.1 试样和测试

试样和 XRS 测试方法同前文^[3].

1.2 数据处理

* 1993-06-30 收到; 1994-06-26 修稿

对收集到的各个方位角(α_i, β_i)的 XRS 原始数据, 进行空气、极化因子和对应于透射法、反射法的吸收校正, 再进行微机分峰(CPR). 用 FRS-XRSA 建立取向表征公式, 得出各个(hkl)晶面的双轴极图和总极图, 按作者提出的方位角均方余弦 $\langle \cos^2 \phi_{hkl,i} \rangle$ 公式计算双轴取向因子 $f_{hkl,i}^c$.

2 结果和讨论

2.1 结晶几何学原理(CGP)

Roe 在处理单轴和双轴取向高聚物的取向问题时, 首先建立了晶粒坐标与样品坐标的关系, 然后用取向分布函数分析(ODFA)来获得 ODF^[1]. 但 ODFA 是间接法, 存在出现虚织构的问题. 为了克服这个困难, 本文在建立了 PET 三斜晶系晶粒坐标与薄膜样品坐标的关系后, 用直接法 FRS-XRSA 求得各(hkl)晶面的取向分布, 并且不存在虚织构, 还可以推得未测定方位角(α_i, β_i)的(hkl)晶面的散射强度以及未测($h'k'l'$)晶面的取向分布. 本文的坐标选取大大简化了数据处理, 比 ODFA 更为方便.

2.1.1 三斜晶系晶粒坐标系 O-xyz

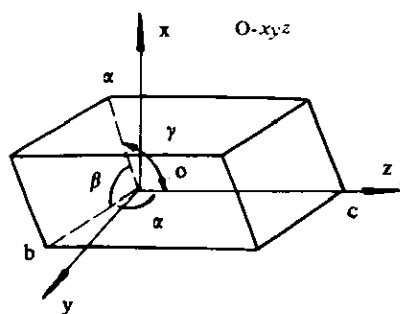


Fig. 1 Crystallite coordinate system O-xyz

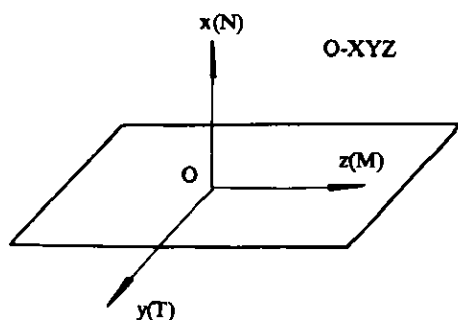


Fig. 2 Sample coordinate system O-XYZ

O-xyz 示于图 1, 对三斜晶系, 令 c 晶轴与 z 轴重合, b 晶轴在 yz 平面内, 也即规定了(100)晶面法向与 x 轴平行. 假定晶轴与晶面在 O-xyz 中的方程分别为:

a, b, c 轴: $x/l = y/m = z/n$

(hkl) 晶面: $A_{hkl}x + B_{hkl}y + C_{hkl}z + D = 0$

式中 l, m, n 与 $A_{hkl}, B_{hkl}, C_{hkl}$ 分别为晶轴与晶面的方向余弦与方向数, 则(hkl)晶面法向 r_{hkl} 在 O-xyz 中与 Ox 轴形成的极角 Φ_{hkl} 以及与 Oz 轴形成的幅角 β_{hkl} 可由下式得到:

$$\begin{aligned} \Phi_{hkl} &= 90^\circ - \alpha_{hkl} \\ \alpha_{hkl} &= 90^\circ - \arccos \left(\frac{A_{hkl}}{\sqrt{A_{hkl}^2 + B_{hkl}^2 + C_{hkl}^2}} \right) \\ \beta_{hkl} &= \arccos \left(\frac{C_{hkl}}{\sqrt{B_{hkl}^2 + C_{hkl}^2}} \right) \end{aligned} \quad (1)$$

于是晶面(hkl)与($h'k'l'$)间夹角 $\phi_{hkl;h'k'l'}$ 为:

$$\varphi_{hkl, h'k'l'} = \arccos \left(\frac{A_{hkl}A_{h'k'l'} + B_{hkl}B_{h'k'l'} + C_{hkl}C_{h'k'l'}}{\sqrt{A_{hkl}^2 + B_{hkl}^2 + C_{hkl}^2} \cdot \sqrt{A_{h'k'l'}^2 + B_{h'k'l'}^2 + C_{h'k'l'}^2}} \right) \quad (2)$$

同理, (hkl) 晶面法向与 a 、 b 、 c 晶轴的夹角为:

$$\varphi_{hkl, axis} = \arccos \frac{A_{hkl}l + B_{hkl}m + C_{hkl}n}{\sqrt{A_{hkl}^2 + B_{hkl}^2 + C_{hkl}^2} \cdot \sqrt{l^2 + m^2 + n^2}}$$

2.1.2 样品坐标系 O-XYZ

O-XYZ 示于图 2, 在薄膜样品中, 假定 OZ 为拉伸纵向 MD, OY 为拉伸横向 TD, OX 为薄膜法向 ND, 而晶粒坐标轴 x, y, z 在样品坐标系 O-XYZ 中方程为 $A_{hkl}'x + B_{hkl}'y + C_{hkl}'z + D' = 0$, 那么 $A_{hkl}', B_{hkl}', C_{hkl}'$ 均可由 $A_{hkl}, B_{hkl}, C_{hkl}$ 及 $\alpha_i, \beta_i (i=x, y, z)$ 根据坐标变换而求得^[47]. 进而得到 (hkl) 晶面法向在 O-XYZ 中的角坐标如下(各参数意义同方程(1), 而在 O-XYZ 系中加上标“'”):

$$\begin{aligned} \Phi_{hkl}' &= 90^\circ - \alpha_{hkl}' \\ \alpha_{hkl}' &= 90^\circ - \arccos \left(\frac{A_{hkl}'}{\sqrt{A_{hkl}'^2 + B_{hkl}'^2 + C_{hkl}'^2}} \right) \\ \beta_{hkl}' &= \arccos \left(\frac{C_{hkl}'}{\sqrt{B_{hkl}'^2 + C_{hkl}'^2}} \right) \end{aligned} \quad (3)$$

另外, 晶面 (hkl) 法向与 X, Y, Z 夹角为:

$$\Phi_i = 90^\circ - \arcsin \left(\frac{P'}{\sqrt{A_{hkl}'^2 + B_{hkl}'^2 + C_{hkl}'^2}} \right) \quad (4)$$

当 i 分别为 X, Y, Z 时, P' 分别为 $A_{hkl}', B_{hkl}', C_{hkl}'$.

由于 $\alpha_i, \beta_i (i=x, y, z)$ 在 O-XYZ 中的值可通过 FRS-XRS 测量获得, 所以只要我们知道晶粒中任意两个晶轴或晶面的取向参数, 如本文中的 c 晶轴和 (100) 晶面法向的取向情况, 则所有其它晶面和晶轴的取向情况就都可以推演而得^[8].

2.1.3 PET 各 (hkl) 晶面法向的 Φ_i 与 α', β'

PET 晶系是三斜晶系, 晶胞参数为 $a=0.456\text{nm}$, $b=0.594\text{nm}$, $c=1.075\text{nm}$, $\alpha=98.5^\circ$, $\beta=118^\circ$, $\gamma=112^\circ$ ^[9]. 用式(2)、(3)、(4)算得结果列于表 1.

Tab. 1 α', β' and Φ_i values in O-XYZ (°)

Φ_i α', β'	(hkl)	(100)	(010)	(105)	(011)	(101)	(110)	(121)	(113)	(201)	(210)
$X(N)$		0	59.6	85.2	79.2	22.9	42.2	86.5	58.1	10.4	19.7
$Y(T)$		90	30.4	81.5	32.4	86.7	47.8	15.1	69.2	88.5	70.3
$Z(M)$		90	90	9.2	59.9	67.4	90	75.3	39.5	79.7	90
α'_{hkl}		90	30.4	4.8	10.8	67.1	47.8	3.5	31.9	79.6	70.3
β'_{hkl}		—	90	8.5	—59.3	8.5	90	75.3	—24.7	8.5	90

* $C // OZ$, (100) plane normal $// OX$

2.2 取向表征公式和双轴极图

由于测量是在 MD($\beta_i=0^\circ$) 和 TD($\beta_i=90^\circ$) 两个方向进行的, 所以每个 (hkl) 晶面在各个 $\alpha_i=0^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ$ $\beta_i=0^\circ, 90^\circ$ 的相对散射强度 I'_{hkl} 可以直接从 CPR 得到, 即:

$$I'_{hkl}(\alpha_i, \beta_i) = \frac{I_{hkl}(\alpha_i, \beta_i)}{\langle I \rangle}, \quad \alpha_i=0^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ; \quad \beta_i=0^\circ, 90^\circ$$

为了获得 (hkl) 晶面在 β_i 从 0° 到 90° 之间的散射分布, 但又不增加 FRS-XRS 的测量工作量, 根据由 CGP 推得的 ($h'k'l'$) 与 (hkl) 晶面之间的 $\Delta\alpha_{hkl, h'k'l'} = \alpha_{h'k'l'} - \alpha_{hkl}$ 与 $\Delta\beta_{hkl, h'k'l'} = \beta_{h'k'l'} - \beta_{hkl}$ (表 1), 我们可以选择性地利用在 $\beta_i=0^\circ$ 与 90° 测得的 ($h'k'l'$) 晶面散射, 根据 $\Delta\alpha_{hkl, h'k'l'}$ 与 $\Delta\beta_{hkl, h'k'l'}$ 推算相应的 (hkl) 晶面应该出现散射的方位角 $\alpha_{i, hkl}$ 与 $\beta_{i, hkl}$, 由之内插而获得 (hkl) 晶面在 $\beta_i=0^\circ \sim 90^\circ$ 的全部散射分布, 当对每一个 α_i 的 $\beta_i=0^\circ \sim 90^\circ$ 的散射分布都推得后, FRS-XRS 的散射分布也就得到了。

若以 ($\bar{1}05$) 晶面为例, 则应有:

$$\begin{aligned} I'_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_1=0^\circ) &= \frac{I_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_1=0^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_2=22.5^\circ) &= C_{\bar{1}05, 0\bar{1}1} \cdot \frac{I_{0\bar{1}1}(\alpha_j=\alpha_i+6^\circ, \beta_4=90^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_3=67.5^\circ) &= C_{\bar{1}05, 0\bar{1}1} \cdot \frac{I_{0\bar{1}1}(\alpha_k=\alpha_i+6^\circ, \beta_1=0^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_4=90^\circ) &= \frac{I_{\bar{1}05}(\alpha_i, \beta_4=90^\circ)}{\langle I \rangle} \end{aligned}$$

式中强度校正因子 $C_{\bar{1}05, 0\bar{1}1} = I_{\bar{1}05, Rm} / I_{0\bar{1}1, Rm} = 1.003$

$I_{hkl, Rm}$ 为 PET 消取向试样经 CPR 所得的 I_{hkl} , 因 PET 晶胞属三斜晶系, 其各 (hkl) 晶面的多重性因子均为 2, 所以在 $C_{hkl, h'k'l'}$ 中无需考虑该因子的校正。

同理, 对 (010) 晶面, 则有:

$$\begin{aligned} I'_{010}(\alpha_i, \beta_1=0^\circ) &= \frac{I_{010}(\alpha_i, \beta_1=0^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{010}(\alpha_i, \beta_2=30.8^\circ) &= C_{010, 0\bar{1}1} \cdot \frac{I_{0\bar{1}1}(\alpha_j=\alpha_i+19.7^\circ, \beta_1=0^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{010}(\alpha_i, \beta_3=59.2^\circ) &= C_{010, 0\bar{1}1} \cdot \frac{I_{0\bar{1}1}(\alpha_k=\alpha_i+19.7^\circ, \beta_4=90^\circ)}{\langle I \rangle} \\ I'_{010}(\alpha_i, \beta_4=90^\circ) &= \frac{I_{010}(\alpha_i, \beta_4=90^\circ)}{\langle I \rangle} \end{aligned}$$

式中 $C_{010, 0\bar{1}1} = I_{010, Rm} / I_{0\bar{1}1, Rm} = 1.074$

因此对每个 (hkl) 晶面的各个 $\alpha_i, \beta_i=\beta_1, \beta_2, \beta_3, \beta_4$ 四点的相对强度值 $I'_{hkl}(\alpha_i, \beta_i)$ 可由上述方法求出。假定取向分布平滑变化, 就可以确定在各个 α_i 的 (hkl) 晶面衍射强度的分布曲线。按此绘制了 $2\theta=12^\circ \sim 37^\circ$ 内所有晶面 (100)、(010)、($\bar{1}01$)、($\bar{1}21$)、($\bar{1}\bar{1}3$)、

($\bar{1}10$)、($\bar{2}10$)、($\bar{2}01$)、($0\bar{1}1$)和($\bar{1}05$)的双轴极图。图 3 是四个样品的主要晶面 (100)、($\bar{1}05$)、(010)的双轴极图, 其余晶面的双轴极图见前文[3]。这三个主晶面的双轴极图代表了 PET 膜的取向分布总貌^[10]。从图可见平衡膜 1*、2* 的($\bar{1}05$) 晶面 T 取向

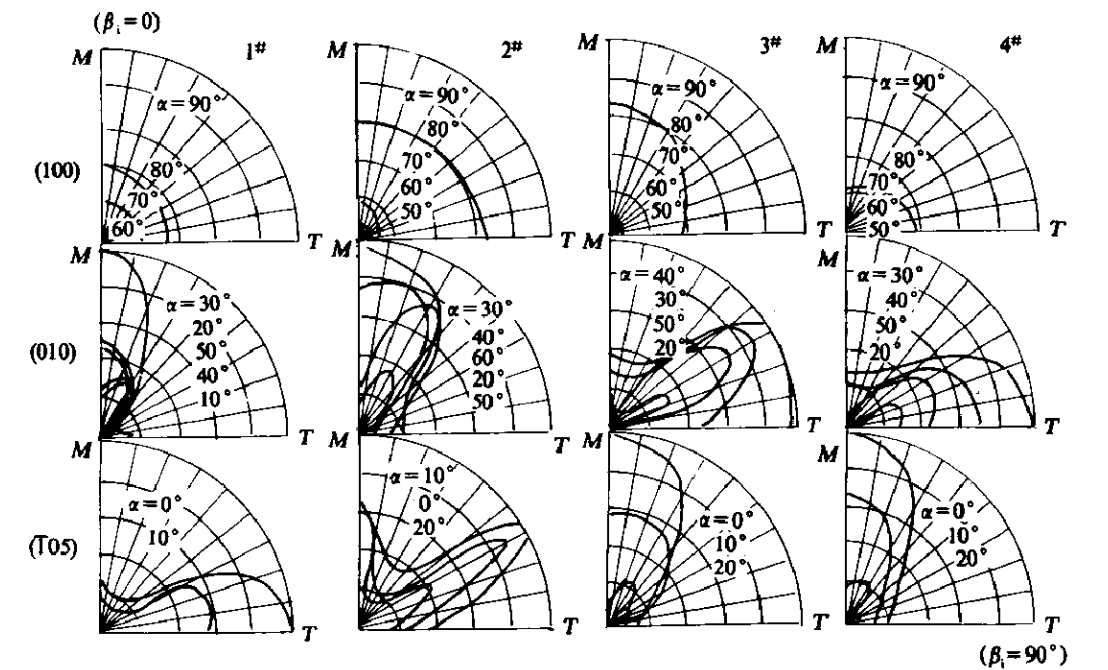


Fig. 3 Biaxial pole figures of (100), (010), ($T05$) plane-normals of four PET films

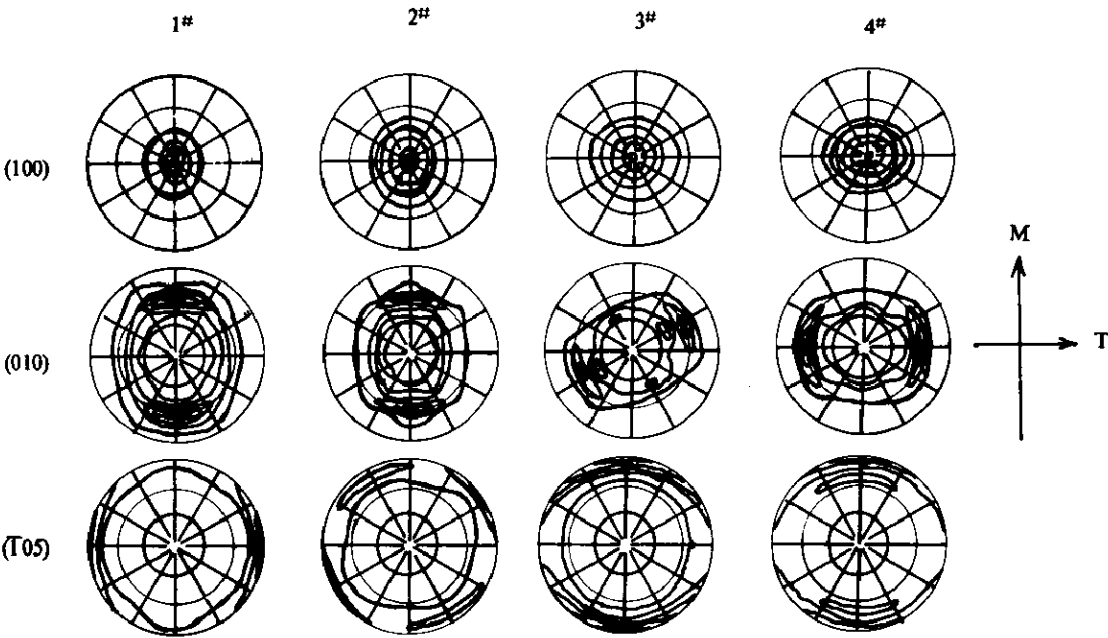


Fig. 4 Pole figures of (100), (010), ($\bar{1}05$) plane-normals of four PET films

优于 M 取向, 而 3^* 、 4^* 的 $(\bar{1}05)$ 晶面 M 取向优于 T 取向. 1^* 与 2^* 相比较: 1^* 不存在偏角, 在 TD 达最大值; 而 2^* 存在偏角, 在 $\beta=60^\circ$ 达最大. 说明取向的方向性 1^* 比 2^* 好. 3^* 和 4^* 的取向方向性均较好. 这些取向的差别记录了平衡膜与强力膜不同的成膜工艺导致 c 晶轴取向的不同. 两类膜的 I_{100} 几乎在任何 β 处都是在 $\alpha=0^\circ$ 取得极大, 而 I_{100} 在所有 β 处都是 $\alpha=90^\circ$ 时为最大, 后者反映了 PET 苯环面与膜面平行. 据此亦说明在用 FRS-XRSA 测结晶度时避开奇点角的处理是完全必要的, 否则 (100) 面的衍射就被忽略了. $(\bar{1}05)$ 晶面在 $\alpha=10^\circ$ 、 20° 以及 (100) 晶面在 $\alpha=70^\circ$ 、 80° 都出现散射, 这说明它们又都是不完善的 $(MT, 100)$ 共面、 c 晶轴不对称的双轴取向薄膜.

2.3 总极图

从四个样品的 (100) 、 (010) 、 $(\bar{1}05)$ 晶面法向的双轴极图, 进一步可以绘制它们的总极图(图 4). 由总极图更易看出四个样品的取向分布情况. 对 (010) 晶面: 1^* 和 2^* 有 M 取向优于 T 取向; 3^* 和 4^* 有 T 取向优于 M 取向, 但 3^* 有约 30° 的偏角存在. 对 $(\bar{1}05)$ 晶面: 1^* 和 2^* 有 T 取向优于 M 取向, 但 2^* 有偏角, 而且取向方向性不如 1^* ; 3^* 和 4^* 有 M 取向优于 T 取向, 取向方向性都比较好.

2.4 平均取向

各晶面法向沿三个特定方向— MD 、 TD 、 ND 的平均取向, 用取向因子 $f_{hkl,i}^c (i=M, T, N)$ 来表征, 并示于取向三角图 OTAF 中. 双轴取向的取向余弦方程为^[11]:

$$\begin{aligned} \langle \cos^2 \varphi_{hkl,N} \rangle &= \frac{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \sin \varphi_{N,i} \cos^2 \varphi_{N,i}}{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \sin \varphi_{N,i}} \\ &= \frac{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \cos \alpha_i \sin^2 \alpha_i}{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \cos \alpha_i} \quad [\varphi_{N,i} = 90^\circ - \alpha_i] \\ \langle \cos^2 \varphi_{hkl,M} \rangle &= \frac{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \sin^2 \beta_i + \sin^2 \alpha_i} \cdot \cos^2 \alpha_i \cos^2 \beta_i}{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_i) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \sin^2 \beta_i + \sin^2 \alpha_i}} \\ &\quad [\varphi_{M,i} = \cos^{-1}(\cos \alpha_i \cos \beta_i)] \\ \langle \cos^2 \varphi_{hkl,T} \rangle &= \frac{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_{T,i}) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \cos^2 \beta_{M,i} + \sin^2 \alpha_i} \cdot \cos^2 \alpha_i \sin^2 \beta_{M,i}}{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_{T,i}) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \cos^2 \beta_{M,i} + \sin^2 \alpha_i}} \\ &= \frac{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_{T,i}) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \sin^2 \beta_{T,i} + \sin^2 \alpha_i} \cdot \cos^2 \alpha_i \cos^2 \beta_{T,i}}{\sum_{\alpha_i=0^\circ}^{90^\circ} \sum_{\beta_i=0^\circ}^{90^\circ} I_\sigma(hkl, \alpha_i, \beta_{T,i}) \sqrt{\cos^2 \alpha_i \sin^2 \beta_{T,i} + \sin^2 \alpha_i}} \\ &\quad [\varphi_{T,i} = \cos^{-1}(\cos \alpha_i \sin \beta_{M,i}) \quad \beta_M + \beta_T = 90^\circ] \end{aligned}$$

$\varphi_{x,i}$ ($x=N, M, T$) 为晶面法向与 N, M, T 轴的夹角。

双轴取向因子为^[12]:

$$f_{hkl, N}^c = -(f_{hkl, M}^c + f_{hkl, T}^c)$$

$$f_{hkl, M}^c = 2\langle \cos^2 \varphi_{hkl, M} \rangle + \langle \cos^2 \varphi_{hkl, T} \rangle - 1$$

$$f_{hkl, T}^c = 2\langle \cos^2 \varphi_{hkl, T} \rangle + \langle \cos^2 \varphi_{hkl, M} \rangle - 1$$

由上式求得的 $f_{hkl, i}^c$ 列于表 2。四个样品的共同点是 $f_{100, N}^c$ 都接近于 2, 即为 (MT, 100) 共面。只有 2* 的 $f_{100, M}^c$ 与 $f_{100, T}^c$ 比较接近, 即其取向接近于平衡, 是比较理想的平衡膜。1*、2* 有 $f_{100, T}^c > f_{100, M}^c$; 3*、4* 则 $f_{100, M}^c > f_{100, T}^c$, 其取向有些偏向单轴取向膜并可预见其性能也偏向单轴取向膜。两类膜的差别显然是由于成膜工艺不同造成的。1*、2* 是经过 MD-TD 两次拉伸, 而 3*、4* 还存在第三次纵拉, 即 MD-TD-MD。可见最

Tab. 2 $f_{hkl, i}^c$ measured by FRS-XRSA

$f_{hkl, i}^c$ (hkl), i		Sample			
		1*	2*	3*	4*
(100)	M	-0.9818	-0.9379	-0.9561	-0.9615
	T	-0.9834	-0.9415	-0.9575	-0.9566
	N	1.9652	1.8794	1.9136	1.9181
(010)	M	0.2367	0.1159	-0.0740	-0.1381
	T	-0.1299	-0.1419	0.1320	0.1733
	N	-0.1068	0.0260	-0.0580	-0.0352
(T05)	M	0.2260	0.3694	0.7100	0.6528
	T	0.7202	0.4950	0.2045	0.2416
	N	-0.9462	-0.8644	-0.9145	-0.8944

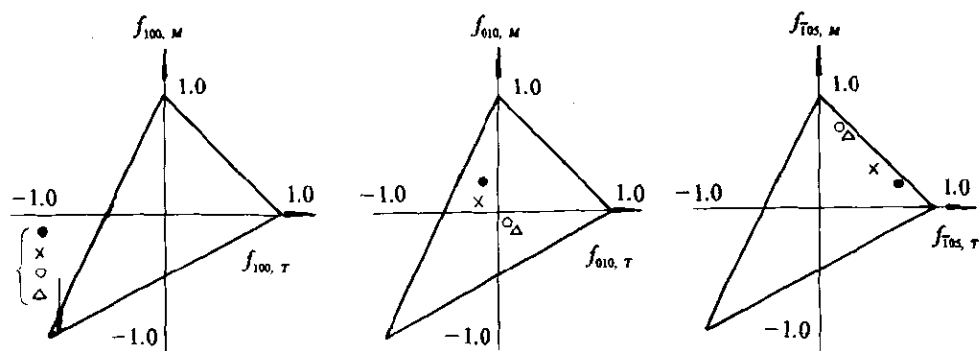


Fig. 5 The Orientation Function Diagrams of $f_{hkl, i}^c$ of (100), (010), (T05) plane-normals

• 1* × 2* ○ 3* △ 4*

后一次拉伸对择优取向的情况起主要作用。两类膜取向情况的异同亦可用 OTAF 直观地表现出来(图 5)。

总之, FRS-XRSA 是研究取向聚合物取向行为的一个新方案, 可以得到结晶度、晶粒度以及织构等相当完整的凝聚态结构的许多信息, 比传统的 PM、PFM 和 ODFA 更为优越, 本方案建议推广应用。

参 考 文 献

- [1] Ma T C, Han C D. *J Appl Polym Sci*, 1988, **35**: 1725 ~ 1757
- [2] Heffelfinger C J, Knox K L. *The Science and Technology of Polymer Films*. V 2 Ed by Sweeting O J, Wiley-Intersci, John Wiley and Sons Inc, New York: 1971
- [3] 吕文琦, 胡家璠. 高分子学报, 1996, (4): 385
- [4] Roe R J, Krigbaum W R. *J Appl Phys*, 1964, **35**: 2215
- [5] Wilchinsky Z W. *J Appl Polym Sci*, 1963, **7**: 923; Roe R J. *J Appl Phys*, 1965, **36**: 2024
- [6] 胡家璠. 高分子学报, 1990, (6): 724
- [7] Roe R J, Krigbaum W R. *J Chem Phys*, 1964, **40**(9): 2608; Krigbaum W R, Roe R J. *J Chem Phys*, 1964, **41**(3): 737
- [8] Alexander L E. *X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science*. Wiley-Intersci, John Wiley and Sons Inc, New York: 1969
- [9] Daubeng R de P, Bunn C W, Brown C J. *Proc Roy Soc, London*: 1954, **A226**: 531
- [10] Heffelfinger C J, Schmidt P G. *J Appl Polym Sci*, 1965, **9**: 2261
- [11] 胡家璠, 陈 平, 于同隐. 第四届全国 X-射线衍射会议论文集, 1988, **10**: 158
- [12] White J L, Spruiell J E. *Polym Eng and Sci*, 1983, **23**(5): 247; *Polym Eng and Sci*, 1981, **21**(13): 859
Samuels R J. *J Appl Polym Sci*, 1981, **26**(4): 1383

INVESTIGATION ON ORIENTATIONAL DISTRIBUTION OF BIAXIALLY ORIENTED PET BY FRS-XRSA

LU Wenqi, HU Jiacong

(Department of Macromolecular Science, Fudan University, Shanghai 200433)

Abstract FRS-XRSA is a new procedure to study crystallinity and orientational distribution of crystallites (ODC) of various preferred orientation polymers. It eliminates the overlapping of multipeaks which occurs in the traditional pole figure method (PFM) by CPR, overcomes the difficulty of ghost texture which appears in the orientational distribution function analysis (ODFA) because FRS-XRSA is a direct method, and can obtain ODC of almost all of the important (*hkl*) plane normals by one measurement sequence. In present paper, the ODC of two kinds of biaxially oriented PET magnetic films were studied. Based on the crystal geometry principle (CGP), the general relationship between crystallite-coordinate and sample-coordinate was set up and the ODC of unmeasured (*h'k'l'*) plane was deduced. And up the formula of biaxially orientational function $\langle \cos^2 \varphi_{hkl,i} \rangle$, $i=N,M,T$, also was set up. By FRS-XRSA, we obtained biaxial pole figures of ten(*hkl*) planes, pole figures of three main planes (100), (010), ($\bar{1}05$) and their orientation function $\langle \cos^2 \varphi_{hkl,i} \rangle$, $f_{hkl,i}^c$, etc. The results are very satisfactory.

Key words FRS-XRSA, Biaxially oriented PET, Biaxial pole figure, Pole figure, $f_{hkl,i}^c$