

第四章 SAXS 數據處理

在 SAXS 的數據處理以及分析做許多討論，為了後續方便閱讀，因此在這章節當中將提到我們如何處理 SAXS 數據以及分析。而在本章節的示意圖形都是以柱狀結構來作為說明。

4-1 SAXS 數據處理說明

在 SAXS 實驗部份，我們分別在清華大學以及台灣科技大學兩地進行實驗，台科大的實驗當中又分 High Flux 以及 High Resolution 兩種模式，這兩種模式差異在於偵測時的畫素大小。HF 模式畫素較大，HR 模式畫素較小，這兩種模式對於低 q 值影響較小，而在高 q 值影響較大。在此，考量到不同實驗地點所產生的 X-ray 強度會有所不同以及每次驟冷的樣品也可能存在厚薄度不一而使散射強度也有所不同地情況。因此在後續的數據處理上都除以各組的總散射強度。因為，相同的樣品若在不同光強下進行實驗可能會造成光強不同而使數據有被放大或縮小的情況，在除以個別的總散射強度後會使數據標準化。表 4-1 與表 4-2 則是各組 SAXS 在進行實驗的地點與方式的整理

溫度	實驗地點及方式
150	台科大 (HF)
160	台科大 (HF)
170	台科大 (HR)
180	台科大 (HF)
200	台科大 (HF)

表 4-1 持溫靜置樣品與 SAXS 實驗地點與方式

溫度	振幅	剪切時間	實驗地點及方式
150	25%	180 分鐘	台科大 (HF)
150	50%	5 分鐘	清大
		10 分鐘	清大
		15 分鐘	台科大 (HR)
		45 分鐘	台科大 (HF)
		90 分鐘	台科大 (HF)
		135 分鐘	清大
		180 分鐘	台科大 (HF)
		360 分鐘	清大
150	100%	5 分鐘	清大
		15 分鐘	台科大 (HR)
		45 分鐘	台科大 (HR)
		90 分鐘	台科大 (HR)
		135 分鐘	清大
		180 分鐘	台科大 (HF)

		360 分鐘	清大
150	200%	15 分鐘	台科大 (HR)
		45 分鐘	台科大 (HR)
		90 分鐘	台科大 (HR)
170	50%	15 分鐘	台科大 (HF)
170	100%	45 分鐘	台科大 (HF)

表 4-2 大振幅剪切後的樣品與 SAXS 實驗地點與方式

另外，在此也對於 SAXS 實驗當中可能存在的疑惑先進行討論。由於在實驗當中我們是將大振幅剪切後的樣品驟冷下來，然後剪裁部分的樣品再進行 SAXS 實驗。所以，在 SAXS 的實驗當中我們所採取的方式並非同步觀察。因此，在 SAXS 二維以及三維的圖形當中可能會造成方向標定的問題，亦即擺放樣品的方向不同所測量到的圖形也會不同。雖然，在本論文當中我們會說明如何擺放樣品，但是，我們並無法很精確的定出流場方向。這點是 SAXS 數據當中稍有誤差的地方。

4-2 SAXS 數據分析說明

從圖 4-1 的 SAXS 二維圖（即原始數據圖檔）可以發現到受剪切以後材料在某些時間點後產生配向，即在特定方向上是有較強的強度。在將 SAXS 二維圖對週邊角積分（ ）再平均來畫出一維圖形

時，如果取的積分角度範圍為 0° 到 360° 可能會造成高強度的區域會被低強度的區域拉低。因此，對於 SAXS 二維圖具有配向性的樣品我們是取積分角度範圍為 90° 。積分的方式如圖 4-1 (B)，將第一根特徵峰環上 360° 中先找出最強的訊號位置，接著在將此位置順、逆時鐘各取 45° 作為積分範圍而繪出 SAXS 的一維圖形，。積分後的圖形如 4-2。從圖 4-2 中的散射峰訊號位置比值可以來判斷材料的微觀相，判斷方式是對照文獻所提出的理論值。

另外，從二維圖形上將第一根特徵峰作對 q 值的週邊角積分，如圖 4-1 (C)。積分出來的圖形如 4-3 所示，可以由此圖形來判斷材料配向的方向。圖 4-3 的示意圖當中，主要的訊號峰在渦度方向上也就是在渦度方向上有週期性的排列，因此代表六角柱軸的配向方向是在速度方向上。在比較配向程度方面，我們將圖 4-3 的週邊角積分圖形的訊號峰拆解並計算其線下面積與總面積的比例。如果其比例越高，所代表的則是配向程度越好。另外，在 3-5 節的敘述當中我們也說明驟冷後樣品實驗上的角度誤差。因此，為了在後續在討論上的方便，我們將 SAXS 三維圖以及週邊角積分圖以第一根特徵峰的最高強度所對應的角度作平移。平移的方式是先找出第一根特徵峰環上最強的訊號的方向，其方向通常會與流場方向成垂直。由於具配向之 SAXS 的圖因樣品擺置的緣故並非每個圖上配向方向都相同，我們藉由數據

旋轉將訊號峰的方向個別轉某個角度而使訊號峰方向或是流場方向變相同。

根據 Scherrer 方程式 (公式 4-1), 對於結晶的高分子其晶粒大小 (L) 是與晶面衍射峰的半峰高的寬度 (β) 成反比。如果將根據 Scherrer 方程式套用在嵌段共聚物其所代表的則是微疇 (domain) 大小與 SAXS 一維圖形上第一根特徵峰半峰高成反比關係。當第一根特徵峰的半高寬值越大, 則代表微疇越小; 當半高寬的值越小, 則代表微疇越大。圖 4-4 為柱狀結構的微疇示意圖, 從圖形當中可以看到柱狀結構是平躺於紙面, 而某些地方則是以柱頭形式呈現。微疇指的是相同的結構當中, 某一個區域裡的結構的排列方式或者配向方向是相同, 與其他區域又會有所不同。而這個區域就稱為微疇。因此, 在後續也會將後續 SAXS 實驗所得到的第一根特徵峰半峰高與微疇作討論。

$$L=K\lambda/\beta\cos\theta \quad (4-1)$$

β 晶面衍射峰的半峰高的寬度; K 為常數; θ 為衍射角; L 為晶粒大小。

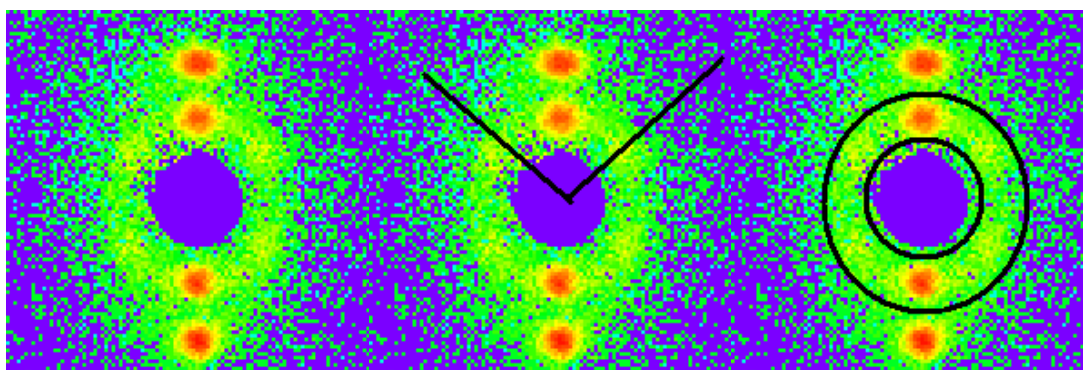


圖 4-1 SAXS 二維圖形示意圖。

(A) 二維圖形。(B) 固定角度對 積分。(C) 對 q 值積分。

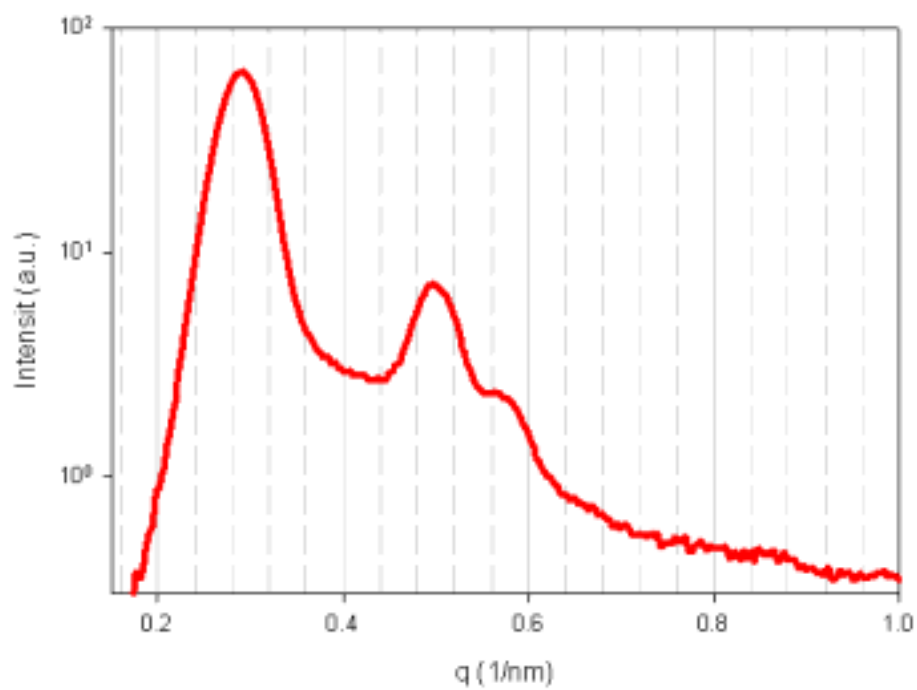


圖 4-2 SAXS 一維圖形示意圖。

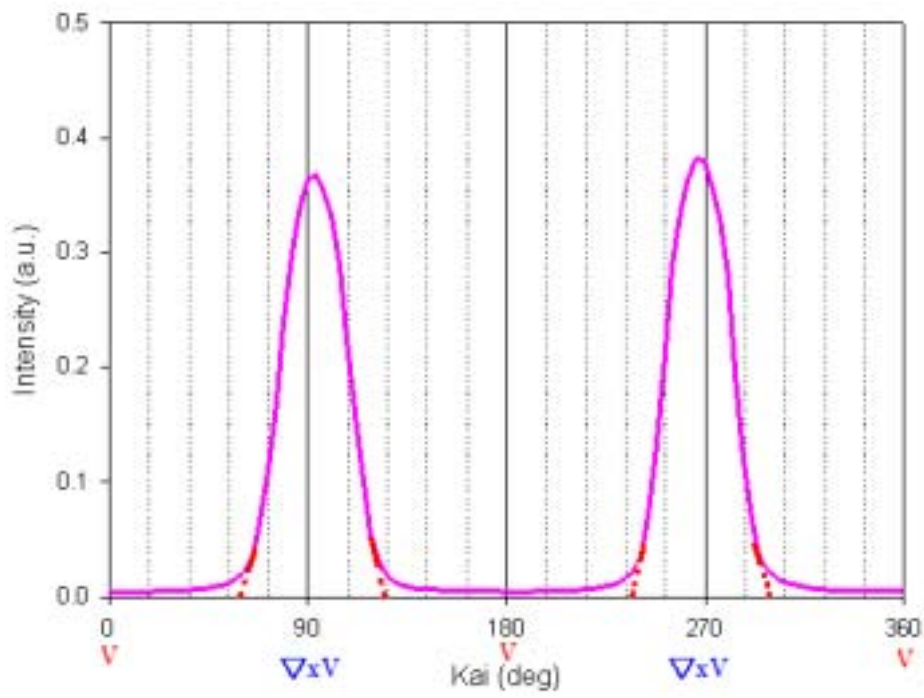


圖 4-3 SAXS 週邊角積分示意圖。



圖 4-4 微疇示意圖。