

3.21 Röntgenkleinwinkelstreuung an teilkristallinen Polymeren

Ausarbeitung

Fortgeschrittenenpraktikum an der TU Darmstadt

Versuch durchgeführt von: Mussie Beian, Jan Schupp, Florian Wetzel

Versuchsdatum: 11.05.2009

Betreuer: Martin Engel



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Inhaltsverzeichnis

1.....Theorie zum Versuch	3
1.1. Polymere	3
1.2. Streuung mit Röntgenstrahlen.....	5
2.....Durchführung	8
2.1. Vermessung des Primärstrahls	8
2.2. Leermessung der Aluminiumschichten	9
2.3. Streu- und Intensitätsmessungen verschieden getemperter Proben	9
2.4. Herstellung einer eigenen getemperten Probe	10
3.....Auswertung	11
3.1. Fitwerte	14
3.1.1. Autokorrelationsfunktionen.....	14
3.1.2. Kristallitdicke.....	14
3.1.3. Langperiode.....	14
3.1.4. Kristallinität.....	14

1. Theorie zum Versuch

1.1. Polymere

Die in unserem Versuch zu untersuchenden Proben bestanden aus Polyethylterephthalat (kurz PET), einem Polymer.

Polymere sind typischerweise kovalent gebundene Kohlenstoffketten, deren Bausteine, die so genannten Monomere, sich wiederholen. Dabei sind Homopolymere die einfachsten Polymere, da sie sich aus nur einem einzigen Typ von Monomeren zusammensetzen. Typische Polymere haben eine Länge von 100 bis 10000 Monomeren. Diese Länge bezeichnet man als Polymerisationsgrad, der alternativ auch über das Molekulargewicht bestimmt werden kann.

Aus dem Alltag kennt man Polymere z.B. als Plexiglas (PMMA), PET, aber es gibt auch natürliche Polymere, wie z.B. die DNS, Zellulose oder Stärke.

Polymere können in drei Klassen eingeordnet werden: Thermoplasten, Duroplasten, Elastomere.

Thermoplasten (z.B. PET) haben die besondere Eigenschaft, dass sie sich einschmelzen und anschließend wieder in eine neue Form gießen lassen.

Duroplasten hingegen behalten ihre Form bei und werden durch Erwärmung lediglich spröde. Elastomere sind in ihrer Form dehnbar, kehren jedoch immer wieder in ihre Ausgangsform zurück. Auch sie lassen sich nicht einschmelzen und in eine neue Form bringen.

Dies hängt mit der Bindungsart der Monomere zusammen. Während Thermoplasten langkettige Polymere sind, zeichnen sich Duroplasten und Elastomere zusätzlich durch kovalente Bindungen aus. Diese Bindungen sind bei Duroplasten sehr viel stärker, als bei Elastomeren, wo eine gewisse Bewegungsfreiheit vorherrscht, die zu der erwähnten Dehnbarkeit führt.

Thermoplasten liegen in der Schmelze als ein Gauß'sches Knäuel vor, d.h. die Anordnung des Polymers hat eine beliebige, unabhängige Form, deren Verteilungsfunktion einer Gauß-Verteilung entspricht.

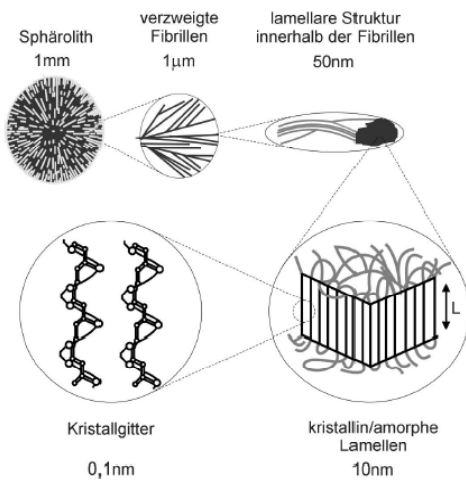
Eine mit dieser Form zusammenhängende Eigenschaft eines solchen ist der so genannte Trägheitsradius (oder auch Gyrationradius). Dieser ist ähnlich dem Trägheitsmoment definiert und beschreibt das mittlere Abstandsquadrat der Monomere vom Schwerpunkt des Knäuels. Typischerweise ist der Trägheitsradius proportional zur Quadratwurzel des Polymerisationsgrades.

Beim Abkühlen eines Thermoplasten treten im Wesentlichen zwei Effekte auf: Unter dem so genannten Glasübergang versteht man das „Einfrieren“ der Freiheitsgrade.

Wird der geschmolzene Thermoplast schnell genug (~ 1 K/min) unter die Glasübergangstemperatur abgekühlt oder liegt die Kristallisierungstemperatur unterhalb der Glasübergangstemperatur, so kann ein Thermoplast auch bei tiefen Temperaturen vollständig amorph vorliegen. Typische, amorph vorliegende Thermoplaste sind Polykarbonat oder PMMA.

Wird der Thermoplast entsprechend langsam abgekühlt und liegt die Kristallisierungstemperatur in einem gewissen Abstand (etwa 50 K) oberhalb der Glasübergangstemperatur, so kristallisiert das Polymer stellenweise. Die Kristallisierung beginnt in der Regel an Einschlüssen im Material oder an Stellen, an denen verschiedene Kettenteile bereits eine gewisse parallele Ordnung zueinander haben. Da Polymerketten aufgrund der enthalpischen Energiegewinnung ein paralleles Anordnen bestreben, breitet sich die Kristallisierung anschließend von diesen Stellen ausgehend weiter aus. Aufgrund der Verhakungen der Polymerketten ist es jedoch unwahrscheinlich, dass sich eine Kette komplett ausrollt. Stattdessen entstehen vielmehr kristalline Bereiche, zwischen denen wiederum amorphe Bereiche

liegen. Diese Struktur ist die Grundlage für die später verwendete Modellvorstellung eines zweidimensionalen Gitters der Elektronendichtefunktion.



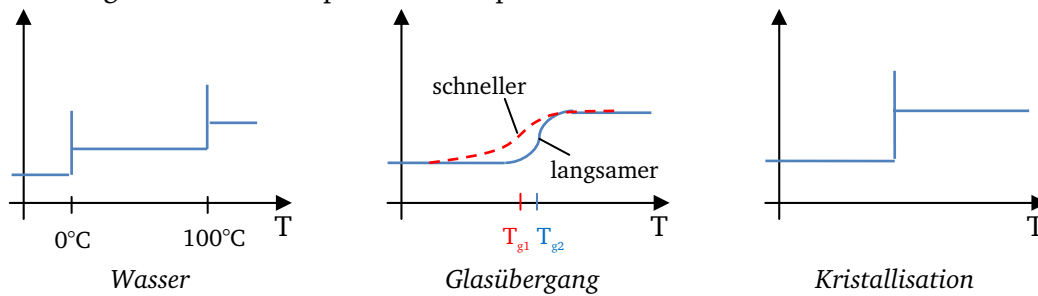
Strukturhierarchie in polymeren Festkörpern
(Quelle: Anleitungsblatt)

Die entstehenden kugelförmigen, kristallisierten Bereiche werden Sphärolite genannt. Wird das Polymer eher langsam abgekühlt, so entstehen weniger dieser Sphärolite, dafür können sie größer wachsen, bei einer vergleichsweise schnellen Abkühlung entstehen mehr Sphärolite, diese sind dann allerdings relativ klein.

Wie in der nebenstehenden Grafik zu sehen ist, setzen sich diese aus lamellaren Strukturen innerhalb der Fibrillen und schließlich den kristallinen und amorphen Bereichen der Polymerketten zusammen.

Kristallisierte Polymere sind im Gegensatz zu den in der Regel durchsichtigen Gläsern matt, was auf Streu- und Beugungsprozesse an den Gitterstrukturen der kristallisierten Bereiche zurückzuführen ist.

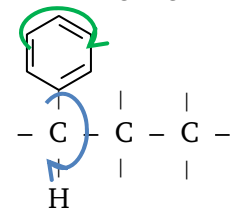
Beobachtet man Kristallisation und Glasübergang mithilfe der Kalometrie, so kann man folgende Zusammenhänge zwischen Temperatur und spezifischer Wärme feststellen:



Zum Vergleich haben wir den Graphen zunächst für Wasser dargestellt. Die spezifische Wärme beschreibt im Wesentlichen die Anzahl der Freiheitsgrade. Dementsprechend erhält man bei den verschiedenen Aggregatzuständen unterschiedliche Niveaus. Die starken Peaks bei 0°C und 100°C entsprechen der latenten Wärme, die dem System zugeführt werden muss, um die Phasenübergänge zu ermöglichen. Dabei muss zum Aufspalten der Bindungen, bzw. zum Entstehen neuer Freiheitsgrade Energie zugeführt werden, ohne dass sich eine Temperaturerhöhung einstellt.

Der zum Glasübergang zugehörige Graph zeigt das Einfrieren der Freiheitsgrade. Bei den Freiheitsgraden, die bei diesem Übergang eingefroren werden, handelt es sich neben Bewegungen der Hauptkette beispielsweise auch um Rotationen der Monomere um die Kohlenstoffkette. (vgl. nebenstehende Grafik)

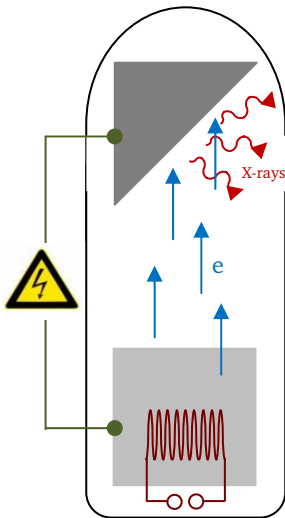
Durch schnelleres Abkühlen erreicht man eine Verringerung der Glasübergangstemperatur, weshalb es sich strenggenommen nicht um einen thermodynamischen Phasenübergang handelt. Im Gegensatz zu den übrigen Phasenübergängen in den anderen Graphen, handelt es sich hier um keinen physikalischen Phasenübergang. Dies kann unter anderem mit Hilfe der unterschiedlichen Glasübergangstemperaturen bei verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten motiviert werden.



Der dritte Graph zeigt den Phasenübergang beim Kristallisieren. Hier erkennt man ebenfalls die latente Wärme, die in diesem Fall zum Kristallisieren benötigt wird.

1.2. Streuung mit Röntgenstrahlen

In diesem Versuch verwendet man zur Erzeugung von Röntgenstrahlen eine Röntgenröhre. Diese besteht aus einer geheizten Kathode, aus der Elektronen austreten. Aufgrund der anliegenden Hochspannung (40 kV bei 40 A) zur Anode werden die Elektronen zur Anode hin beschleunigt.



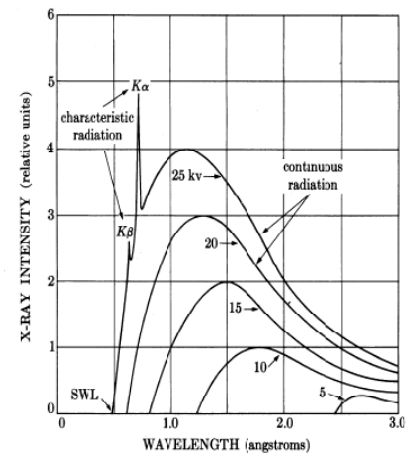
Aufbau einer Röntgenröhre

Dort werden die Elektronen abgebremst und erzeugen somit Röntgenstrahlung. Dabei gibt es im Wesentlichen zwei Arten der frei werdenden Röntgenstrahlung.

Zum einen entsteht aufgrund der Abbremsung am elektromagnetischen Feld der Anodenelektronen die so genannte Bremsstrahlung. Diese ist aufgrund des breiten Spektrums der Geschwindigkeiten und somit der Energien der Elektronen kontinuierlich verteilt.

Darüber hinaus entsteht die so genannte charakteristische Strahlung. Diese entsteht, wenn ein beschleunigtes Elektron ein Elektron einer inneren Schale des

Anodenmaterials herausschlägt. Dieser frei gewordene Zustand wird von einem Elektron auf einer weiter außen liegenden Schale des gleichen Atoms aufgefüllt. Die Differenz der Bindungsenergien dieses Elektrons wird als Röntgenstrahlung frei. Aufgrund der diskreten Energieniveaus, tritt diese Strahlung bei speziellen Wellenlängen auf, die entsprechend vom Anodenmaterial abhängig sind.



Spektrum von Röntgenstrahlen
(Quelle: Anleitung zu 3.17)

Da bei einem winkelabhängigen Streuexperiment monochromatische Röntgenstrahlung benötigt wird, wird bei der verwendeten Kupferanode ein Nickel-Filter verwendet, der die Intensitäten niedrigerer Wellenlängen (unterhalb des $K\alpha$ -Peaks der charakteristischen Röntgenstrahlung) stark absorbiert.

Die Versuchsanordnung folgt unmittelbar aus dem Bragg Gesetz:

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Unter Verwendung von Wellenvektoren kann man ein Röntgenstreuexperiment als elastische Streuung ansehen.

Da die Wellenlänge des einfallenden und des gestreuten Strahls gleich ist, sind auch die Beträge der Wellenvektoren gleich: $k = k' = \frac{2\pi}{\lambda}$

Der Vektor, der sich aus der Differenz der beiden Wellenvektoren ergibt, wird folgendermaßen beschrieben:

$$|\vec{q}| := |\vec{k}' - \vec{k}| = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta$$

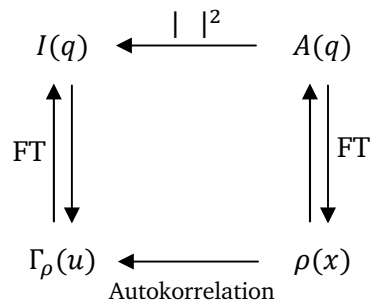
Die Amplitudenfunktion und die Intensität werden im Folgenden in Abhängigkeit dieses Vektors betrachtet.

Die im Versuch gemessene Intensität ergibt sich als das Betragsquadrat der Amplitudenfunktion:

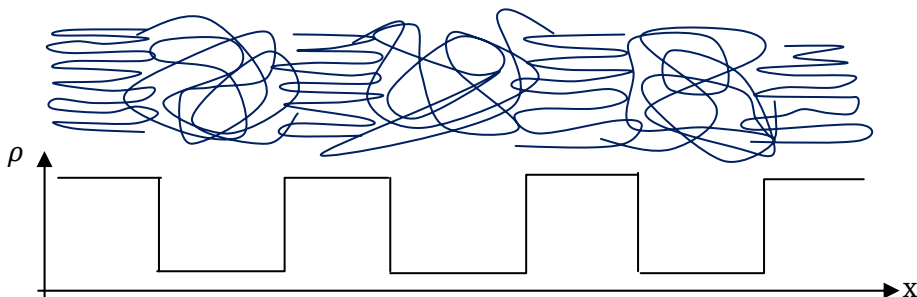
$$I(q) = |A(q)|^2$$

Die Amplitudenfunktion ist zwar die Fouriertransformierte der gesuchten Elektronendichtefunktion, allerdings gehen durch das Betragsquadrat Informationen verloren, so dass nicht mehr eindeutig auf eine Elektronendichtefunktion zurückgeschlossen werden kann.

Aus diesem Grund erzeugt man sich die Autokorrelationsfunktion der Elektronendichtefunktion, die wiederum die Fouriertransformierte der Intensität darstellt.

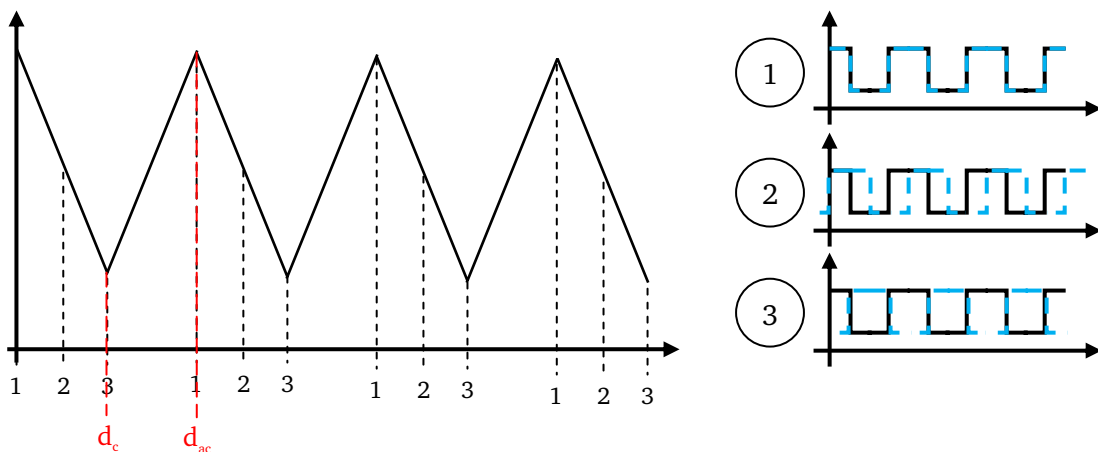


In der bereits erwähnten Modellvorstellung der Elektronendichtefunktion besitzt diese die Form eines zweidimensionalen Gitters, da die kristallinen Bereiche eine höhere Elektronendichte aufweisen als die amorphen:



Die Autokorrelationsfunktion einer Funktion vergleicht, wie aus dem Namen herauszulesen ist, verschiedene Bereiche der selbigen Funktion. Anschaulich gesehen wird dabei die Funktion für jeden Wert immer wieder leicht verschoben und mit der unverschobenen Funktion multipliziert und aufsummiert.

Die Autokorrelationsfunktion eines perfekten Gitters ist folglich eine Sägezahnfunktion:



Sind die amorphen Bereiche des Gitters breiter als die kristallinen, so verbreitern sich die mit „3“ gekennzeichneten Punkte entsprechend zu Niveaus.

Aus dieser anschaulichen Herleitung der Autokorrelationsfunktion geht direkt hervor, warum die Breite der kristallinen Zonen d_c und die Gesamtbreite einer „Einheitszelle“ (kristallin + amorph) d_{ac} an den eingezeichneten Stellen abgelesen werden kann.

Quantitativ kann die Autokorrelationsfunktion folgendermaßen hergeleitet werden:

$$I(q) = A(q) \cdot A^*(q)$$

$$I(q) = \left[\int \rho(u') e^{-iq'u'} du' \right] \left[\int \rho(u) e^{iq'u} du \right]$$

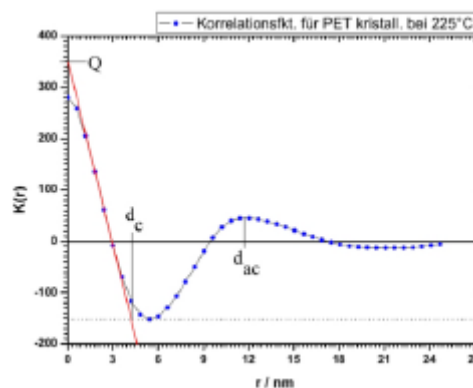
Substitution: $r = u' - u$

$$I(q) = \int \underbrace{\left[\int \rho(u) \rho(u+r) du \right]}_{:= \Gamma_\rho(r)} e^{-iq'r} dr$$

Die Autokorrelationsfunktion kann offensichtlich auch als Fouriertransformierte der Intensität betrachtet werden. Die experimentell bestimmte Autokorrelationsfunktion weicht allerdings von ihrer theoretischen Form ab. Dies ist im Wesentlichen auf folgende Gründe zurückzuführen:

- Weder die kristallinen noch die amorphen Bereiche haben alle die gleiche Breite.
- Auch die Dichteverteilungen der kristallinen und amorphen Bereiche unterliegen Schwankungen.
- Die Übergänge zwischen den kristallinen und den amorphen Bereichen sind nicht so scharf, wie die der Modellannahme.

Aufgrund der (in guter Näherung) beibehaltenen Frequenz lassen sich trotzdem die interessanten Breiten ablesen:



Quelle: Anleitungsblatt

Die ebenfalls ablesbare Invariante Q ist wie folgt definiert:

$$Q = \int_0^\infty \sum q dq$$

Dies entspricht dem über den reziproken Raum integrierten Streuquerschnitt. Für ein zweiphasiges System, wie in unserem Versuch ergibt sich:

$$K(z=0) = Q = \phi_c(1 - \phi_c)(\Delta\rho^2)$$

Daraus ergibt sich die Kristallinität zu:

$$\phi_{c_1} = \frac{1}{2} \pm \sqrt{\frac{1}{4} - \frac{Q}{\Delta\rho_e^2}} \quad \text{mit der Elektronendichte } \Delta\rho_e = 37,61 \frac{e}{\text{nm}^3}.$$

Die Elektronendichte $\Delta\rho$ berechnet sich aus den Massedichten zu: $\Delta\rho_e = \frac{\Delta\rho_m \cdot N_A}{M}$.

Aus den beiden erhaltenen Lösungen lässt sich die physikalisch richtige Lösung über das Verhältnis $\frac{d_c}{d_{ac}} \approx \phi_c$ abschätzen und auswählen.

Diese Formel lässt sich durch diverse Umformungen vereinfachen zu:

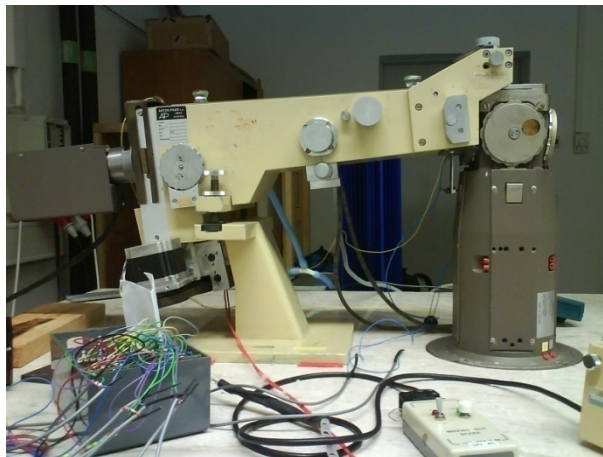
$$\phi_{c_2} = 1 - \frac{Q}{Q - m}$$

mit dem Minimum m der Autokorrelationsfunktion.

Allerdings ist diese Formel aufgrund des zusätzlich abzuschätzenden Minimums stärker fehlerbehaftet, so dass wir in der Auswertung auf die erste Formel zurückgreifen werden.

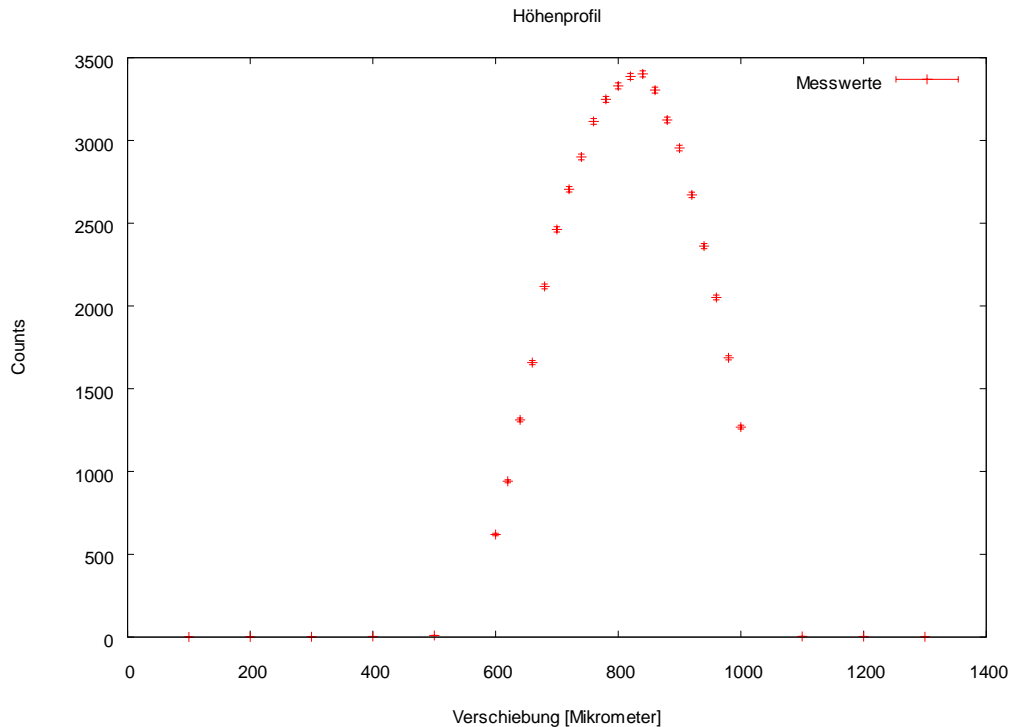
2. Durchführung

2.1. Vermessung des Primärstrahls



Zu Beginn des Versuchs mussten wir die Position des Primärstrahls bestimmen. Diese muss an jedem Versuchstag neu bestimmt werden, da verschiedene äußere Einflüsse, wie beispielsweise die Temperatur, sich auf diese Position auswirken.

Für die explizite Bestimmung der Position des Primärstrahls wurde ein Messingblock als Filter verwendet und mit Hilfe des Computers eine Höhenprofilmessung aufgezeichnet:



Die gesuchte Position der maximalen Counts konnte bei $813 \mu\text{m}$ bestimmt werden. Da der Motor der Kamera nur in Schritten von $5 \mu\text{m}$ gedreht werden kann, wurde der gefundene Wert auf $815 \mu\text{m}$ gerundet und die weiteren Messungen mit diesem Startwert begonnen.

2.2. Leermessung der Aluminiumschichten

Um eine verwertbare Aussage mit den Messungen treffen zu können, muss man zunächst wissen wie stark andere Einflüsse die Messung verfälschen. Zu diesem Zweck wurde eine Leermessung durchgeführt. Hierbei handelt es sich um eine Messung die exakt so aufgebaut sein sollte wie die eigentliche Messung. Jedoch befindet sich bei dieser Messung keine Probe zwischen den Aluminiumfolien, so dass die späteren Messwerte von Fehlern der Apparatur bereinigt werden können.

2.3. Streu- und Intensitätsmessungen verschieden getemperter Proben

Im weiteren Verlauf des Versuches wurden jeweils eine Intensitäts- sowie eine Streumessung mit jeder der vorbereiteten Proben durchgeführt.

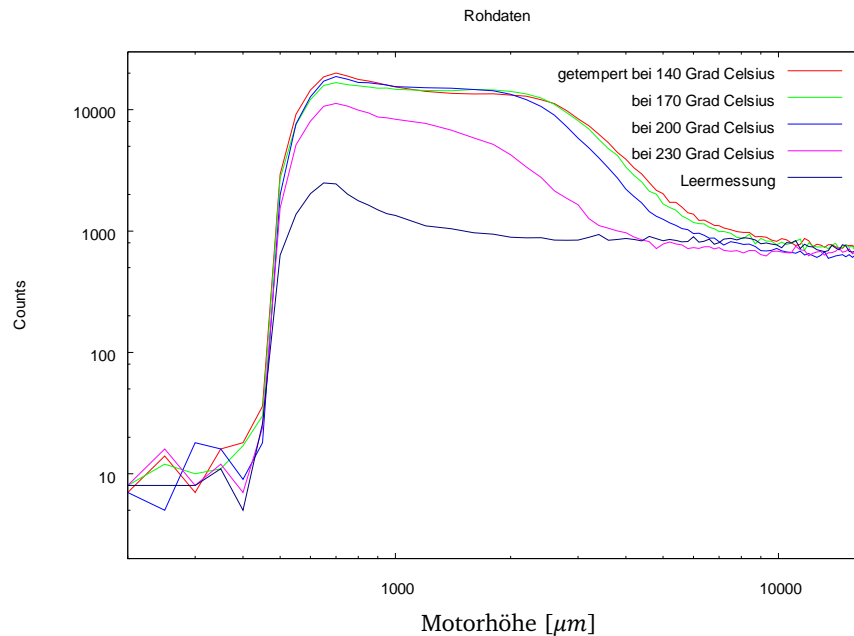
Für die Wanderspaltmessung wurde der Wanderspalt in den vorderen Teil der Kamera eingebaut. Dieser durchlief auf Knopfdruck den Röntgenstrahl zweimal. Dieser Ablauf wurde für jede Messung fünfmal wiederholt. Aus den erhaltenen Messdaten wurde der Mittelwert als endgültiger Wert bestimmt.

Für die Streumessung wurde der Wanderspalt wieder aus der Kamera entfernt und im hinteren Teil der Kamera ein Block in den direkten Lauf des Röntgenstrahls gestellt, so dass dieser bei der Messung nicht den Detektor beschädigen konnte.

In der folgenden Tabelle sieht man die erhaltenen Messwerte der Wanderspaltmessungen. Die angegebenen Fehler resultieren aus erfahrungsgemäßen Schätzwerten.

Getemperte Temperatur /°C	141±1	170±0,5	200±0,3	231±0,4	Aluminium
Zählrate Wanderspaltmessung /s⁻¹	6481±130	5239±105	8616±170	5824±115	15180±300

Im Folgenden haben wir die Rohdaten der durchgeführten Messungen dargestellt:

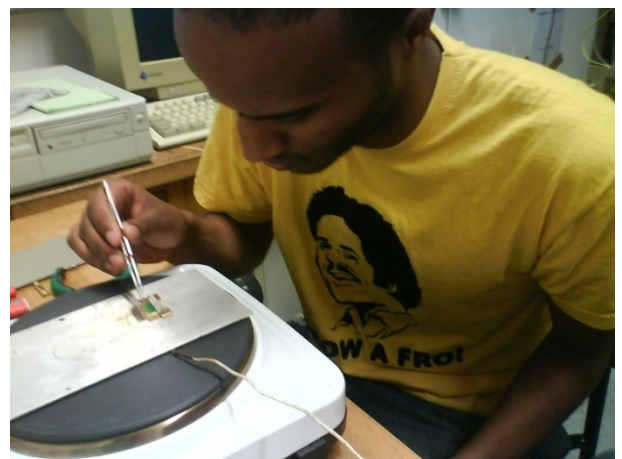


2.4. Herstellung einer eigenen getemperten Probe

Teil dieses Versuchs ist es, eine selbst getemperte Probe zu erstellen. Nachdem die Herstellung einer solchen Probe erläutert worden war, wurde mit ihrer Präparation begonnen. Hierzu wurden verschieden große Stücke aus einer PET-Flasche herausgeschnitten und auf einer Kochplatte bei ca. 290 °C erhitzt. Hierbei wurde darauf geachtet, dass der flüssige Polymer sich innerhalb der hierfür vorgesehenen Halterung befand. Dieser Vorgang wurde so lange wiederholt, bis die Halterung bis zum oberen Rand mit der Probe gefüllt war. Nun wurde das flüssige PET mit einer Aluminiumfolie in der Halterung fixiert und wieder in den Probenhalter geschraubt.

Nun wurde die vorbereitete Probe in die hierfür vorgesehene Halterung der Kamera montiert. Dieser Probenraum wurde zuvor bereits auf die gewünschte Temperatur von 230 °C erhitzt, um die Probe nun auf einer möglichst konstanten Temperatur zu halten.

Die Probe wurde 10 min lang bei dieser Temperatur getempert und anschließend in einem Wasserbad schnell abgekühlt, um ein Einfrieren des zu diesem Zeitpunkt vorliegenden Zustandes zu gewährleisten. Die Temperatur wurde jede Minute kontrolliert. Der sich daraus ergebende Mittelwert ergab eine Temperatur von 230,1 ± 0,4 °C.



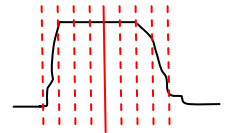
3. Auswertung

Zur Auswertung des Versuchs haben wir diverse Programme erhalten, deren Funktionsweise hier kurz erläutert wird und die jeweiligen Ergebnisse kurz präsentiert werden.

Desmfct

Da der schlitzkollimierte Primärstrahl keine perfekte Rechteckgestalt hat, werden die Ergebnisse verschmiert. Um diese Messwerte wieder zu entschmieren, wird der Primärstrahl vermessen, entsprechend gewichtet und mit den Messdaten verrechnet.

Dazu wird das untere Niveau auf 0 und das obere auf 1 normiert. Anschließend wird der Strahl von der Mitte ausgehend relativ vermessen. Dazu wird jeweils der



Mittelwert zweier Werte gleichen Abstands zum Mittelpunkt berechnet. Insgesamt werden inklusive des mittleren Werts 5 Werte ausgegeben, die die Gestalt des Primärstrahls charakterisieren und somit eine Entschmierung ermöglichen.

Datared

Dieses Programm ermöglicht das Bereinigen der Messwerte vom Untergrund der Alufolie zu bereinigen, zwischen der die Proben eingelegt sind.

Datacor

Mithilfe dieses Programms werden die Messdaten weiter ausgewertet und man erhält eine *.phg-Datei, die folgende Informationen enthält:

Streufaktor /nm	Intensität / $\frac{b_e}{nm^3}$	Intensitätsfehler ΔJ / $\frac{b_e}{nm^3}$
-----------------	---------------------------------	---

(b_e = Elektronenradius)

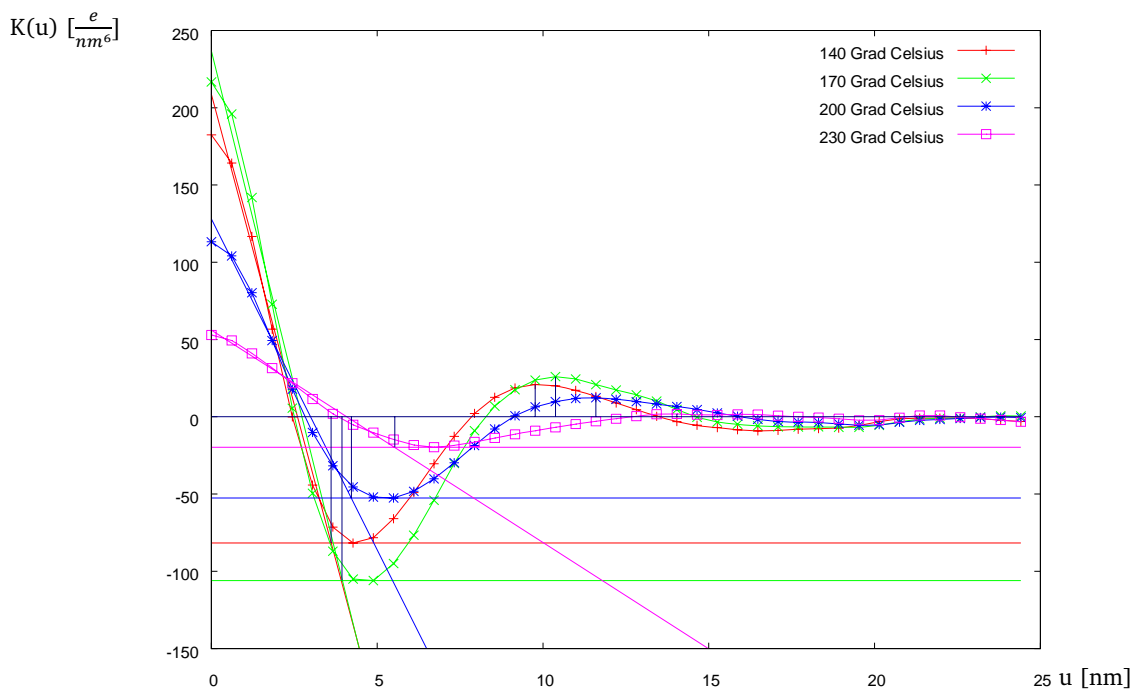
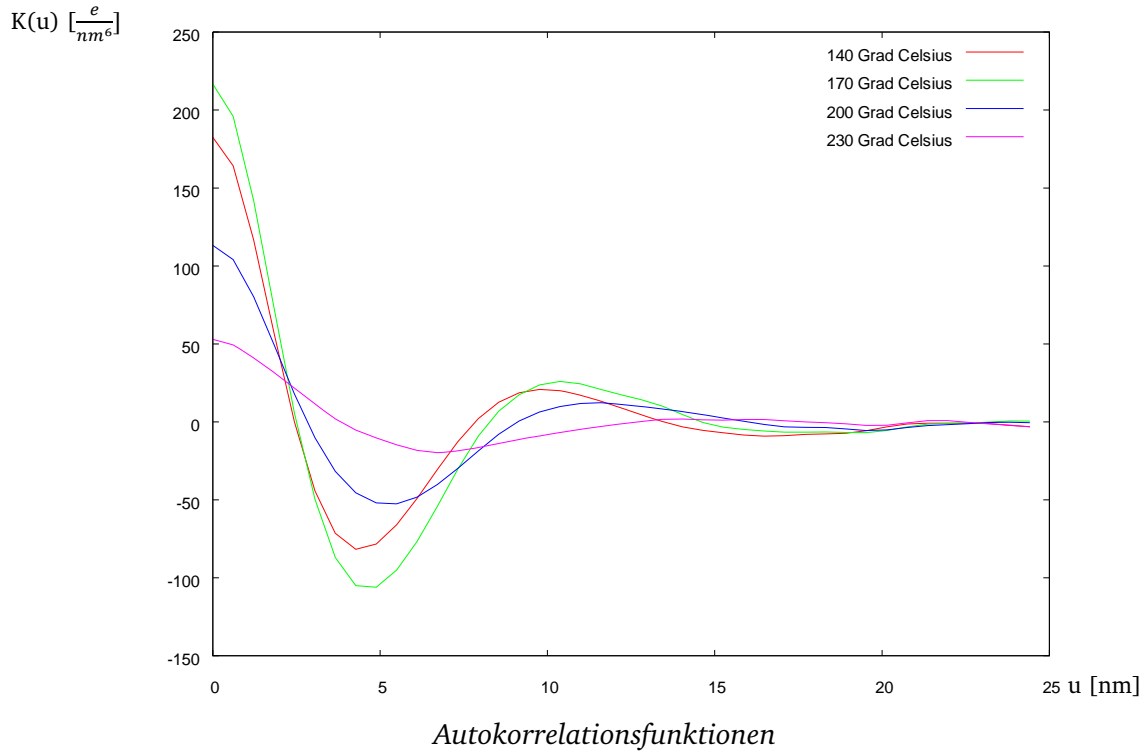
Correl1

Bevor nun aus der Intensitätsfunktion mit diesem Programm durch eine Fourier-Transformation die Autokorrelationsfunktion berechnet werden kann, müssen die Messwerte noch manuell weiter von Fehlern bereinigt werden.

Die Modellannahme beruht auf einem zweidimensionalen Gitter, das eine Streuung in eine bestimmte Richtung bewirkt. Da die Gitterebenen in einem Sphäroliten allerdings auch in verschiedenen Winkeln zueinander liegen können, findet Streuung in alle Richtungen statt. Daher muss die Intensität mit dem Energiefluss verrechnet werden: $I_{ideal} = I_{gemessen} \cdot s^2$

Aufgrund von Dichtefluktuationen in der Probe, weist die Messung außerdem eine gewisse Untergrundstreuung auf, die von den Messwerten abgezogen werden muss. Trägt man die Intensität I gegenüber s auf, so wird die Intensität der Streuung logischerweise gegen 0 abfallen und lediglich die unerwünschte Untergrundstrahlung übrig bleiben. Um den Wert dieser besser bestimmen zu können, empfiehlt es sich, $I \cdot s^2$ gegenüber s^2 aufzutragen und die Untergrundstrahlung als die Steigung des entstehenden linearen Abschnitts zu berechnen. Bei dieser Berechnung erhält man auch gleichzeitig den bereinigten Wert bezüglich der zuvor genannten Fehlerquelle.

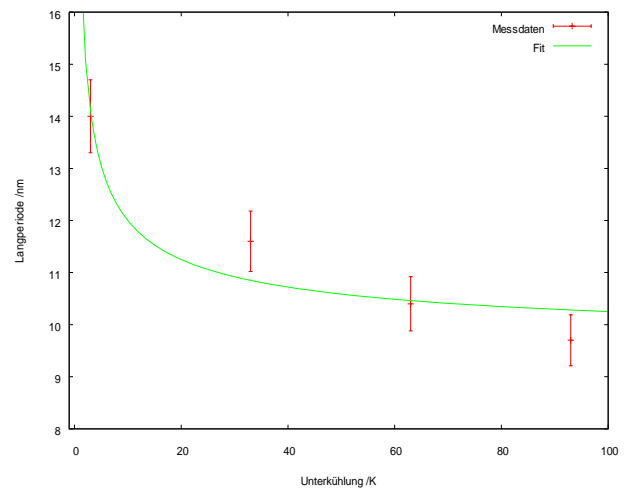
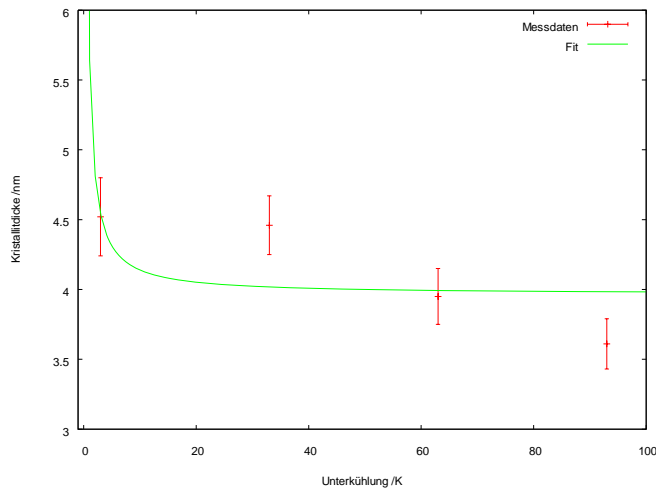
Die derart bereinigten Werte liest man mit dem besagten Programm ein, welches einem dann die Autokorrelationsfunktion mithilfe einer Fourier-Transformation berechnet und die entsprechenden Werte als *.rel-Datei ausgibt.



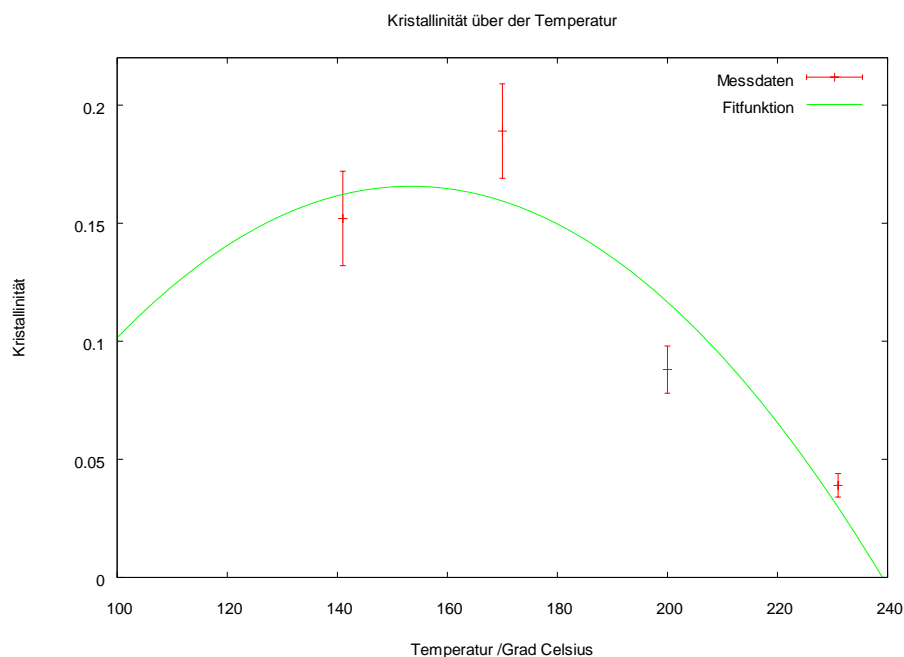
Autokorrelationsfunktionen mit Fits zur Bestimmung der interessanten Werte

Anhand dieser Werte kann man sich nun die Autokorrelationsfunktion zeichnen lassen und d_c , d_{ac} und Q bestimmen, wobei sich aus letzterem die Kristallinität ϕ_c berechnen lässt. Die Langperiode d_{ac} lässt sich, wie im Graph erkennbar, direkt als lokales Maximum ablesen. Mit Hilfe eines Fits an die Autokorrelationsfunktion lässt sich außerdem Q als y-Achsenabschnitt und die Kristallitdicke d_c als Schnittpunkt dieses Fits mit der Tangente am ersten Minimum bestimmen.

<i>Probe getempert bei /°C</i>	d_c /nm	d_{ac} /nm	Q	ϕ_{c_1}
141±1	3,61±0,18	9,7±0,49	208,8±9,1	0,18±0,02
170±0,5	3,95±0,2	10,4±0,52	236,8±10,8	0,213±0,02
200±0,3	4,46±0,21	11,6±0,58	128,1±5,7	0,101±0,01
231±0,4	4,52±0,28	14±0,7	59,1±2,7	0,044±0,005



Anhand unserer Messdaten lässt sich die erwartete $\frac{1}{\sqrt{T}}$ -Abhängigkeit der Langperiode durchaus zeigen, allerdings entspricht die Kristallitdicke nicht der erwarteten $\frac{1}{T}$ -Abhängigkeit. (Fitparameter: siehe nächste Seite) Dies führen wir darauf zurück, dass die von uns bei ca. 230 °C getemperte Probe nicht sauber genug angefertigt worden ist. Da die Langperiode der erwarteten Abhängigkeit entspricht, könnte der Fehler der Kristallitdicke z.B. mit einer unterschiedlichen zeitlichen Länge beim Tempern der verwendeten Proben zusammenhängen.



Anhand unserer Messergebnisse erwarten wir die maximale Kristallisierung bei $T_{k_{max}} = 153\text{ °C}$.

In diesem Versuch haben wir den Kristallisationsgrad von Polymeren in Abhängigkeit von der getemperten Temperatur untersucht. Dazu haben wir aus den Intensitätsverteilungen verschiedener PET-Proben im Kleinwinkelstreuversuch die zugehörigen Autokorrelationsfunktionen ermittelt und durch diverse Abschätzungen die Kristallisationsgrade bestimmt. Ein weiterer Teil des Versuchs war die Herstellung einer selbst getemperten Probe. Aufgrund unserer Ergebnisse erscheint uns diese hergestellte Probe jedoch fehlerbehaftet. Trotzdem konnten wir ein Maximum bei der Darstellung der Kristallisationsgrade in Abhängigkeit von der Temperatur darstellen, welches wir mit Hilfe eines Parabelfits auf $T_{k_{max}} = 153\text{ °C}$ abgeschätzt haben, was einer Unterkühlung von $\Delta T = 70\text{ K}$ entspricht.

3.1. Fitwerte

3.1.1. Autokorrelationsfunktionen

An den ersten absteigenden Teil der Autokorrelationsfunktionen haben wir zur Bestimmung von Q und der Kristallitdicke d_c Geraden der Form $f(x) = a \cdot x + b$ angefitet:

Probe	a	b
141 °C	$-80,41 \pm 4,39$	$208,8 \pm 10,4$
170 °C	$-86,79 \pm 6,21$	$236,9 \pm 17$
200 °C	$-42,85 \pm 2,02$	$128,1 \pm 5,5$
231 °C	$-15,34 \pm 0,28$	$59,1 \pm 0,8$

3.1.2. Kristallitdicke

An die Auftragung der Kristallitdicke d_c gegenüber der Temperatur haben wir eine Funktion der Form $f(T) = \frac{a}{T} + b$ angefitet:

a	b
$1,74 \pm 1,51$	$3,96 \pm 0,25$

3.1.3. Langperiode

An die Auftragung der Langperiode d_{ac} gegenüber der Temperatur haben wir eine Funktion der Form $f(T) = \frac{a}{\sqrt{T}} + b$ angefitet:

a	b
$8,08 \pm 1,75$	$9,44 \pm 0,55$

3.1.4. Kristallinität

An die Auftragung der Kristallinität ϕ_c gegenüber der Temperatur haben wir eine Parabel der Form $f(T) = a \cdot x^2 + b \cdot x + c$ angefitet:

a	b	c
$-2,3 \cdot 10^{-5} \pm 2,4 \cdot 10^{-5}$	$0,0069 \pm 0,009$	$-0,36 \pm 0,82$