

УДК 541.64:539.29

© 1991 г. Т. Миера, М. Н. Хан, Т. Пейтл, Н. В. Бхатт

## МАЛОУГЛОВОЕ РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СИЗАЛЬСКОЙ ПЕНЬКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОРРЕЛЯЦИОННЫХ ФУНКЦИЙ

Методом малоуглового рентгеновского рассеяния с использованием теоретического аппарата, развитого Вонком, определены характеристики макромолекул высущенного на воздухе волокна agave sisalana в предположении, что материал является плотно упакованной мицеллярной системой. Экспериментальная дифракционная кривая отклоняется от закона Порода, что указывает на соответствие структуры реальной системы неидеальной двухфазной модели, характеризующейся непрерывным изменением электронной плотности на границе фазового раздела. Согласно этой модели, градиент среднего квадрата электронной плотности изотропной структуры пропорционален четвертому моменту распределения интенсивности рассеяния и второй производной корреляционной функции в начале координат обратного пространства. Наиболее общий подход к анализу картины рассеяния дает использование корреляционных функций, которые в принципе содержат всю информацию, получаемую из экспериментальной кривой в виде следующих параметров: средняя периодичность в направлении, перпендикулярном переходному слою; удельная внутренняя поверхность; объемная доля материала; объемная доля пустот; когерентная длина; размеры соответствующих областей в перпендикулярном слое направлении; параметр неоднородности и объемная доля переходного слоя.

Малоугловое рентгеновское рассеяние, обнаруженное примерно в 1930 г. [1–3], наблюдается в системах, содержащих частицы или неоднородности плотности коллоидных размеров. Большой период характерен также для некоторых молекул типа целлюлозы, коллагена, протеинов и т. д. По закону Порода [4] интенсивность хвостовой области кривой малоуглового рентгеновского рассеяния уменьшается пропорционально  $S^{-4} = (2\theta/\lambda)^{-4}$  ( $\theta$  – половина дифракционного угла,  $\lambda$  – длина волны применяемого излучения) для структур с резкой фазовой границей. Однако недавние исследования [5–7] показали существенное отклонение от закона Порода, согласно которым падение интенсивности пропорционально скорее  $S^{-6}$ , чем  $S^{-4}$ . В работе [8] Руланд развел теорию метода для двухфазной модели с переходным слоем шириной  $E$ , в которой электронная плотность непрерывно изменяется в промежутке между веществом и пустотами. Поскольку высущенное на воздухе девоскированное сизальское волокно является по существу целлюлозой и макромолекулярной системой [2], малоугловое рентгеновское рассеяние было выбрано в качестве основного метода, позволяющего, согласно работам [9, 10], охарактеризовать надмолекулярную структуру материала.

Сизальскую пенку получали из зрелых листьев агавы методом декортации. Это наиболее распространение лиственничное волокно (его производство составляет более половины мировой промышленной продукции всех лиственных текстильных волокон). Оно является предметом экспорта, но также широко используется в военно-морском, рыболовецком и торговом флотах. Объектом исследования служил образец, полученный в Сизальской исследовательской лаборатории (Бамара, Орисса, Индия), который представлял собой плотно спрессованный из отдельных слоев брикет типа «страниц в книге» [11]. Этот образец характеризовался следующими свойствами: цвет желто-белый, плотность 1,485 г/см<sup>3</sup>, коэффициент преломления 1,532, содержание целлюлозы ~78% [12], модуль Юнга ~26,8 ГПа.

Кривые рассеяния получали на камере Кратки A-854 (рис. 1) фирмы «Anton Paar», установленной на рентгеновском генераторе PW 1729 фирмы «Phillips» с пер-

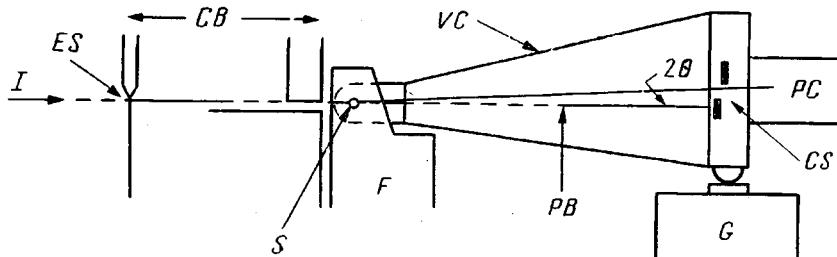


Рис. 1. Схематическое изображение камеры Кратки (выполнено не в масштабе):  $I$  – рентгеновский пучок;  $ES$  – входная щель;  $CB$  – узел коллимации пучка;  $S$  – образец;  $F$  – вилка;  $VC$  – вакуумная камера;  $PB$  – первичный пучок;  $G$  – электронный гониометр;  $CS$  – щель счетчика;  $PC$  – пропорциональный детектор;  $2\theta$  – дифракционный угол

вичной щелью 150 мкм и аналитической щелью 375 мкм. Использовали излучение  $CuK_{\alpha}$  ( $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ ) с рабочим режимом 40 кВ и 30 мА, монохроматизацию осуществляли Ni-фильтром. Все конструкционные элементы камеры, за исключением систем регистрации (пропорционального счетчика), находились в вакууме (~0,5 мм рт. ст.), что позволяло устранить рассеяние на воздухе. Первичный и дифракционный рентгеновские лучи проходили соответственно через входное и выходное окна, заклеенные Ве-фольгой толщиной 0,25 мм. Изменение толщины, а следовательно, и поглощающей способности Ве-окон при различных положениях камеры (различных дифракционных углах) приводило к преубеждению малой погрешности ( $\leq 0,5\%$ ) в измерении абсолютных интенсивностей. Исследуемые образцы волокна располагали параллельно первичному пучку, расстояние образец – счетчик составляло 20 см. Съемку вели при  $22,5 \pm 0,5^\circ$ .

Прежде всего проанализируем общее выражение для градиента среднего квадрата электронной плотности для произвольных структур с непрерывным изменением электронной плотности. Согласно Вонку [13], амплитуда  $F$ , выраженная в абсолютных единицах рассеяния при ненулевых углах, и отклонение  $\eta$  электронной плотности от среднего значения связаны соотношением

$$\eta(\mathbf{r}) = F(\mathbf{S}) \exp(2\pi i \mathbf{r} \cdot \mathbf{S}) dV_s = T_f[F(\mathbf{S})], \quad (1)$$

где  $\mathbf{r}$  – вектор в реальном пространстве с координатами  $x, y, z$ ;  $\mathbf{S}$  – вектор в обратном пространстве с координатами  $u, v, w$ ;  $dV_s = du dw dv$ ;  $T_f$  – оператор фурье-преобразования.

Область интегрирования в обратном пространстве определяется экспериментально наблюдаемой картиной рассеяния, тогда как в реальном пространстве – облучаемым объемом образца. Дифференцирование  $\eta(\mathbf{r})$  по  $x$  приводит к выражению

$$\partial \eta / \partial x = T_f(2\pi i u F(\mathbf{S})) = T_f(T(\mathbf{S})), \quad (2)$$

где  $T(\mathbf{S}) = 2\pi i u F(\mathbf{S})$ . Применяя теорему Парсеваля, получим

$$\int |\partial \eta / \partial x|^2 dV_r = \int |T|^2 dV_s, \quad (3)$$

где  $dV_r = dx dy dz$ . Аналогичные выражения получаются при дифференцировании по  $y$  и  $z$ . Проведя подстановку

$$u^2 + v^2 + w^2 = |\mathbf{S}|^2 \text{ и } (\partial \eta / \partial x)^2 + (\partial \eta / \partial y)^2 + (\partial \eta / \partial z)^2 = |\text{grad } \eta|^2,$$

получим формулу

$$4\pi \int |\mathbf{S}|^2 I(S) dV_s = \int |\text{grad } \eta|^2 dV_s,$$

которая преобразуется в выражение

$$16\pi^3 \int_0^\infty S^4 I(S) dS = \int_0^\infty |\text{grad } \eta|^2 dV_r, \quad (4)$$

Здесь  $I(S)$  – интенсивность с учтенной коллимационной поправкой («сколлинированная» интенсивность) в абсолютных единицах. Соотно-

шение (4) может рассматриваться параллельно с выражением

$$4\pi \int_0^\infty S^2 I(S) dS = \int_0^\infty \eta^2 dV_r, \quad (5)$$

где  $S^2 I(S)$  обычно называется «сколлимированным» инвариантом. В случае невозможности абсолютных измерений отношение выражений (4) и (5) определяет полезный параметр

$$R = \frac{\langle |\text{grad } \eta^2| \rangle}{\langle \eta^2 \rangle} = 4\pi \frac{\int_0^\infty S^4 I(S) dS}{\int_0^\infty S^2 I(S) dS} = 6\pi^2 \frac{\int_0^\infty S^3 I(S) dS}{\int_0^\infty S I(S) dS}, \quad (6)$$

( $\tilde{I}(S)$  — «неколлимированная» интенсивность в относительных единицах).

Отношение  $R$  является характеристикой структуры. В случае идеальной двухфазной модели градиент на границе фазового раздела бесконечно велик и, следовательно,  $R$  также стремится к бесконечности. Но, если параметр  $R$  конечен, электронная плотность в переходном слое толщиной  $E$  меняется от одной фазы к другой непрерывным образом. Выражение (6) в координатах  $x$  [6] преобразуется в соотношение

$$R = 3/2(2\pi/\lambda a) \frac{\int_0^\infty x^3 \tilde{I}(x) dx}{\int_0^\infty x \tilde{I}(x) dx}, \quad (7)$$

где  $x$  — позиционная координата интенсивности рассеяния от центра первичного пучка,  $a$  — расстояние образец — счетчик.

Поскольку дифракционный угол  $S=|\mathbf{S}|$  и определяется соотношением  $S=2\theta/d$ , где  $2\theta=x/a$ , получим  $S=x/da$ . Согласно теориям [4, 14], в случае двухфазных систем «неколлимированный» инвариант кривой рассеяния не зависит от формы и размера частиц, на которых происходит рассеяние, но зависит от рассеивающей способности системы, которая пропорциональна  $(\Delta\eta)^2$ , где  $\Delta\eta$  — разность электронной плотности между двумя фазами. Интеграл  $\int_0^\infty \tilde{I}(x) dx$  — это интегральная энергия рассеяния в отсутствие коллимационной поправки.

Трехмерная корреляционная функция  $C(r)$  для «неколлимированной» интенсивности  $\tilde{I}(S)$  в соответствии с работой [15] выражается соотношением

$$C(r) = \frac{\int_0^\infty S \tilde{I}(S) J_0(2\pi r S) dS}{\int_0^\infty S \tilde{I}(S) dS} \quad (8)$$

( $J_0$  — функция Бесселя первого рода нулевого порядка).

В выражении (8)  $C(r)$  определяется «неколлимированной» интенсивностью  $\tilde{I}(S)$ , где коллимационная поправка на щель бесконечной вы-

соты вводится по формуле

$$\tilde{I}(S) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\sqrt{S^2 + t^2}) dt,$$

которая в неявном виде содержится в функции Бесселя  $J_0$ . Здесь  $t$  – произвольный параметр, представляющий в данном случае высоту щели. В терминах переменной  $x$  соотношение (8) может быть записано в виде

$$C(r) = \frac{\int_0^{\infty} x \tilde{I}(x) J_0(2\pi r x / (\lambda a)) dx}{\int_0^{\infty} x \tilde{I}(x) dx} \quad (9)$$

Значение ширины переходного слоя  $E$  может быть получено из трехмерной корреляционной функции, нормированной на единицу в начале реального пространства. Согласно работе [13],

$$E = -4/R(dC(r)/dr)_r = E_v \quad (10)$$

Чтобы определить  $E$ , требуется рассчитать значения  $C(r)$  для различных величин  $r$  в прямом пространстве.

Для слоевых структур в работе [16] была показана возможность применения одномерной корреляционной функции  $C_1(y)$ . Выражение для  $C_1(y)$  в соответствии с работой [15] имеет следующий вид:

$$C_1(y) = \frac{\int_0^{\infty} S \tilde{I}(S) [J_0(z) - z J_1(z)] dS}{\int_0^{\infty} S \tilde{I}(S) dS}, \quad (11)$$

где  $z = 2\pi S y$ ,  $J_1$  – функция Бесселя первого рода первого порядка. Преобразуя к  $x$ -переменной, вместо формулы (11) получим

$$C_1(y) = \frac{\int_0^{\infty} x \tilde{I}(x) [J_0(z) - z J_1(z)] dx}{\int_0^{\infty} x \tilde{I}(x) dx} \quad (12)$$

Здесь  $z = 2\pi x y / (\lambda a)$ . Согласно работе [13], положение первого вторичного максимума одномерной корреляционной функции  $C_1(y)$  определяет периодичность  $D$  в перпендикулярном поверхности слоя направлении.

Используя выражение [13]

$$\left( \frac{dC_1(y)}{dy} \right)_{y>E} = -I/D \frac{(\Delta\eta)^2}{\langle \eta^2 \rangle}, \quad (13)$$

можно рассчитать значение  $(\Delta\eta)^2/\langle \eta^2 \rangle$ , где  $\Delta\eta$  – разность электронной плотности между двумя фазами. Здесь тангенс угла наклона берется в точке  $y$ , превышающей величину  $E$ .

Согласно работе [13], для слоевой структуры удельная внутренняя поверхность  $S/V$ , т. е. граница раздела фаз, приходящаяся на единицу

объема дисперсной фазы, определяется как

$$S/V=2/D, \quad (14)$$

а для неидеальных двухфазных структур хорошо соблюдается соотношение

$$\frac{\langle \eta^2 \rangle}{(\Delta \eta)^2} = \left( \Phi_1 \Phi_2 - \frac{ES}{6V} \right), \quad (15)$$

где  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  — объемные доли первой и второй фаз соответственно.

Фазовая граница выбирается в середине переходного слоя. Учитывая, что сумма объемных долей двух фаз равна единице, выражение (15) может быть использовано для определения величин  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$ .

В соответствии с работой [4] для расчета так называемых трансверсальных длин может быть определено распределение по длинам (в нерегулярных двухфазных системах, если стрелки векторов направлены во всех возможных направлениях, длины средних пересечений называются трансверсальными длинами и обозначаются  $\bar{l}_1$  и  $\bar{l}_2$ ). Согласно работе [17], они определяются как

$$\bar{l}_1 = 4\Phi_1 V/S \quad (16)$$

$$\bar{l}_2 = 4\Phi_2 V/S$$

$$1/\bar{l}_r = 1/\bar{l}_1 + 1/\bar{l}_2 \quad (17)$$

Таким образом, параметр неоднородности  $\bar{l}_r$  является наименьшим по величине и соответствует среднему диаметру частиц образца, занимаемого веществом (а не пустотами).

Еще один параметр, легко определяемый экспериментально из трехмерной корреляционной функции, — это когерентная длина  $l_c$  [17]:

$$l_c = 2 \int_0^\infty C(r) dr \quad (18)$$

Другой метод для оценки величины  $E$  предложен в работе [13]. Функциональное выражение для  $I(S)$  в хвостовой области экспериментальной кривой малоуглового рентгеновского рассеяния для неидеальной двухфазной системы записывается в виде

$$I(S) = \pi C / 2 (1/S^3 - 2\pi^2 E^2 / 3S), \quad (19)$$

где  $C$  — константа пропорциональности, а параметр  $E=0$  в случае идеальной двухфазной структуры. При переходе к  $x$ -переменной выражение (19) можно представить следующим образом:

$$I(x)x = \pi C / 2 (\lambda a)^3 x^{-2} - \pi^3 C / 3 (\lambda a) E^2 \quad (20)$$

Значение  $E$  может быть рассчитано графически в координатах  $I(x)x = f(x^2)$  (график Руланда).

В каждом эксперименте возникает проблема вычитания фона, неизбежно накладывающегося на кривую рассеяния. Оба метода определения ширины переходного слоя (как Руланда, так и Вонка) дают результат, весьма чувствительный к систематическим ошибкам в хвостовой области рассеяния. Корреляционные функции в начале координат также чувствительны к этим ошибкам [13]. Таким образом, следует уделить особое внимание отделению кривой интенсивности  $I(S)$  от фонового рассеяния  $I_{bg}(S)$ . Как показано в работе [18], фоновая кривая в некоторых экспериментах имеет тенденцию к росту при больших значениях  $S$ . В этом случае наблюдаемые данные в хвостовой области могут быть представлены в виде следующего уравнения:

$$I(S) = a + bS^n, \quad (21)$$

где  $a$  и  $b$  — константы, а  $n$  — положительное четное целое число. С другой стороны [19], величина  $I_{bg}(S)$  остается постоянной в области, где вклад функции  $I(S)$  наиболее значителен. Для обоих подходов по учету

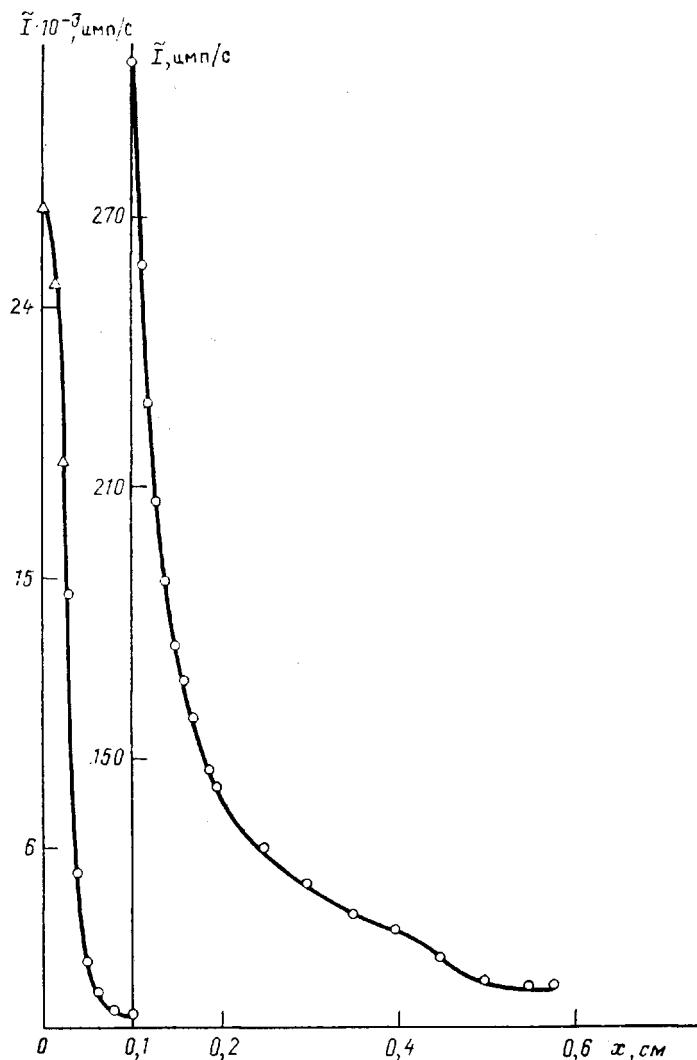


Рис. 2. Кривая малоуглового рентгеновского рассеяния без учета коллимационных искажений. Треугольниками обозначены точки, полученные экстраполяцией.  $I$  – «неколлимированная» интенсивность.  $I_{bg}=99,117$

фона при расчете значения  $E$  методами Вонка или Руланда разница оказывается незначительной. Поэтому аппроксимация фоновой кривой константой, соответствующей минимальному значению кривой интенсивности, вполне оправдана [6]. Процедура коррекции на вычитание фона в хвостовой области кривой малоуглового рентгеновского рассеяния должна удовлетворять двум условиям: стандартное отклонение в этой области не должно превышать 0,5 [20], а коэффициент регрессии [21] должен приближаться к единице. Именно такая процедура фоновой коррекции применялась в последующем анализе.

Набор экспериментальных значений интенсивности  $I(S)$ , построенный графически в зависимости от  $x$ , соответствует гауссовой функции [22]

$$I(x \rightarrow 0) = pe^{-qx^2},$$

где величины  $p$  и  $q$ , определенные методом наименьших квадратов, равны 27 512,56 и 958,77 соответственно. С учетом значений этих параметров кривая рассеяния была экстраполирована к нулевому углу. Точки экстраполированной прямой обозначены на рис. 2 треугольниками. Следует упомянуть, что экстраполяционная процедура оказывает незначительное влияние на соответствующую часть корреляционной функции,

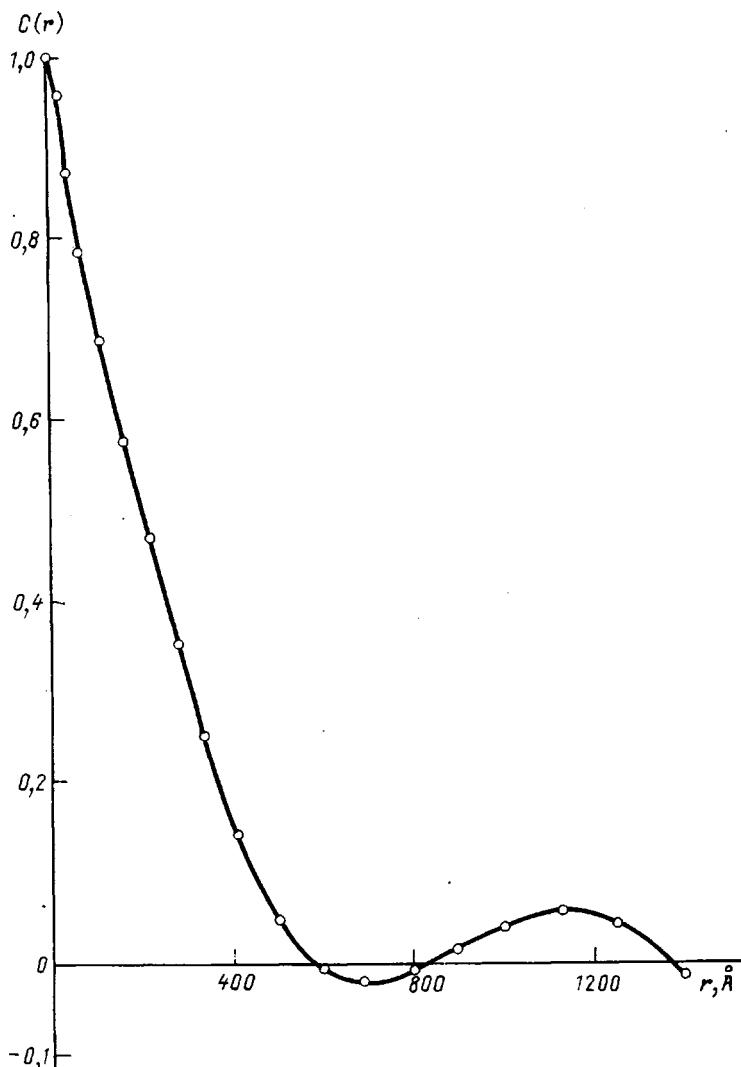


Рис. 3. Значения трехмерной корреляционной функции  $C(r)$

не сказываясь ни на положении, ни на высоте основного вторичного максимума [7]. Два интеграла в выражении (7) для определения параметра  $R$  были рассчитаны численным интегрированием с использованием правила одной трети Симпсона, в результате чего для  $R$  получено значение  $7,26 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}^{-2}$ . Малая, но положительная величина  $R$  указывает на то, что градиент электронной плотности на фазовой границе не является неопределенным. Это в свою очередь позволяет применить неидеальную двухфазную модель для исследуемого волокна. Как показано в работе [13], для изотропного образца справедливо выражение

$$R = -3 \left( -\frac{d^2C(r)}{dr^2} \right)_{r=0}$$

Рассчитывая  $\left( \frac{d^2C(r)}{dr^2} \right)_{r=0}$  пятиточечным методом численного

дифференцирования, получим  $R = 7,21 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}^{-2}$ , т. е. значение, близкое к величине, полученной по формуле (7). Следовательно, исследуемый образец, согласно критерию Кратки [23], можно считать изотропным и для него может быть вычислена трехмерная корреляционная функция. Используя выражение (8), такую функцию рассчитали для различных значений  $r$  (рис. 3).

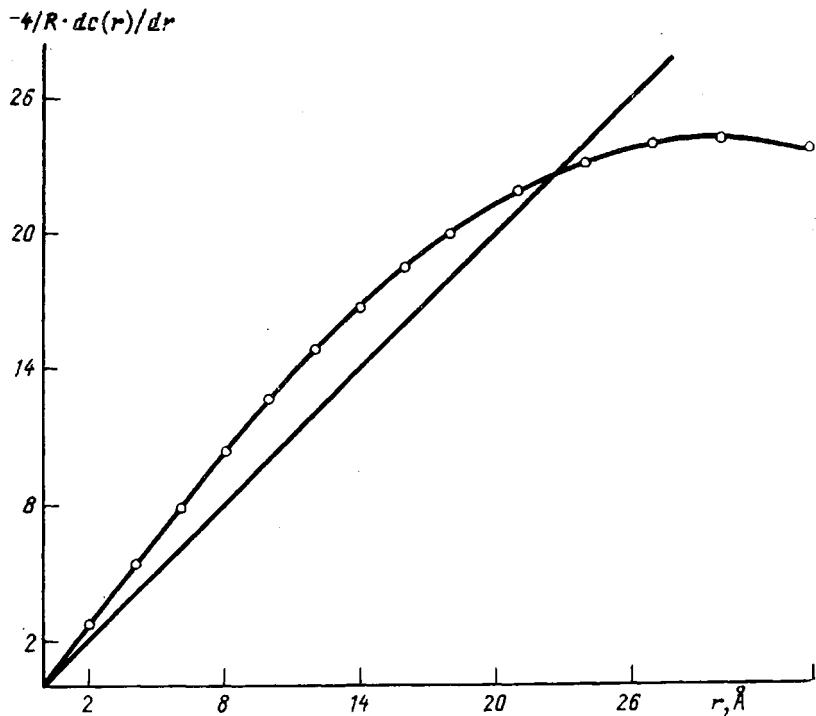


Рис. 4. Кривая зависимости  $-4/R \frac{dC(r)}{dr} = f(r)$ . Прямая линия является биссектрисой.  $E_v = 22,29 \text{ \AA}$  – толщина переходного слоя, определяемая по методике работы [13]

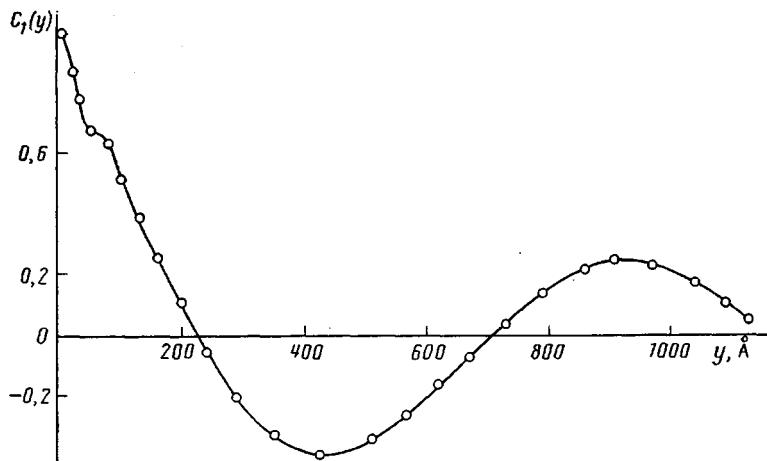


Рис. 5. Значения одномерной корреляционной функции  $C_1(y)$

Тангенсы углов наклона  $C(r)$  в различных точках определяли методом численного дифференцирования с использованием пятиточечной дифференциальной формулы с постоянным интервалом в 1 Å. График зависимости  $-4/R \frac{dC(r)}{dr} = f(r)$  представлен на рис. 4, на котором прямая линия – биссектриса и точка ее пересечения с кривой дает значение  $E$ , отличное от величины  $E_v$ , определяемой по уравнению (10), и равное 22,29 Å.

Сизальская пенька является практически натуральной целлюлозой и, следовательно, обладает ламеллярной структурой [24]. Именно поэтому

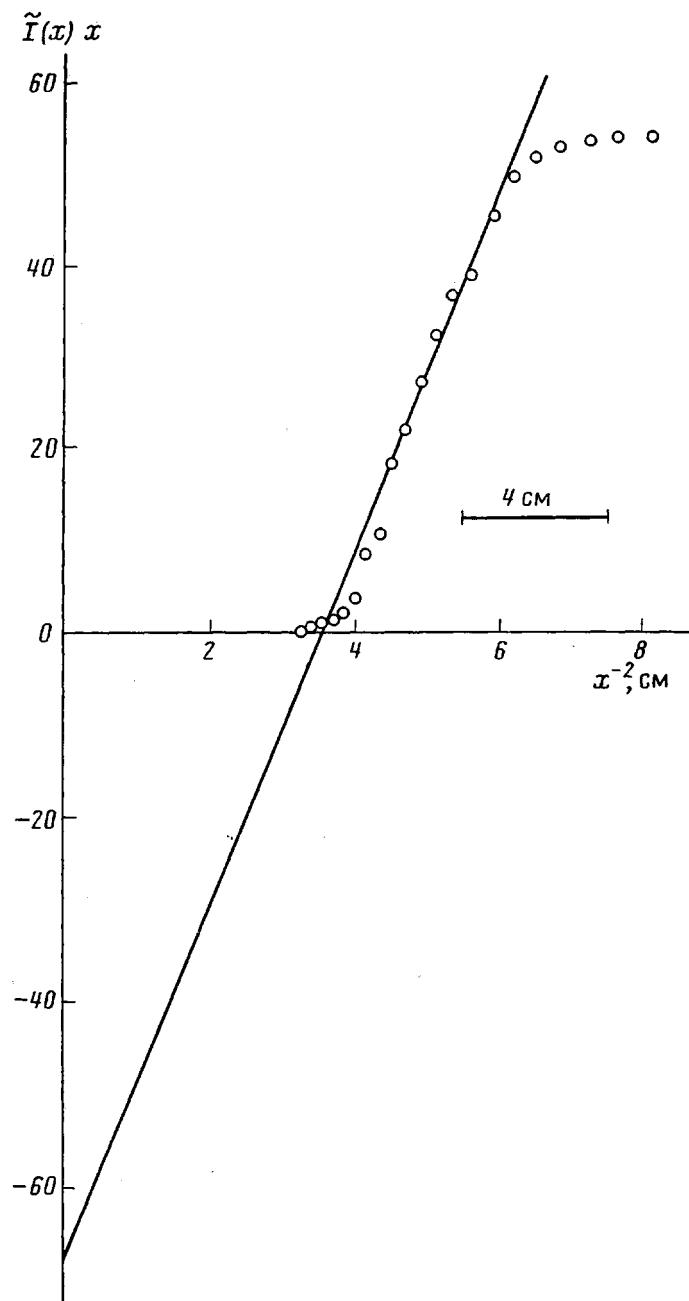


Рис. 6. График Руланда в координатах  $I(x)x = f(x^{-2})$ .  $E_R = 22,65 \text{ \AA}$  – толщина переходного слоя, определяемая по методике Руланда [8]

в данном случае возможно использование одномерной корреляционной функции  $C_1(y)$ , применимой для слоевых структур, которая и была рассчитана с использованием выражения (12) для различных значений  $y$  (рис. 5). Величина  $D$  – периодичность в направлении, перпендикулярном слою, – оказалась равной  $911 \text{ \AA}$ , что соответствует положению основного вторичного максимума на рис. 5.

Используя выражение (14), для параметра  $S/V$  получили значение  $2,19 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ . Тангенсы угла наклона  $\frac{dC_1(y)}{dy}$  были вычислены для различных точек и оказались равными  $-0,01$  и постоянными в диапазоне значений  $y$  от 23 до 31 (т. е. больше, чем  $E_0$ ).

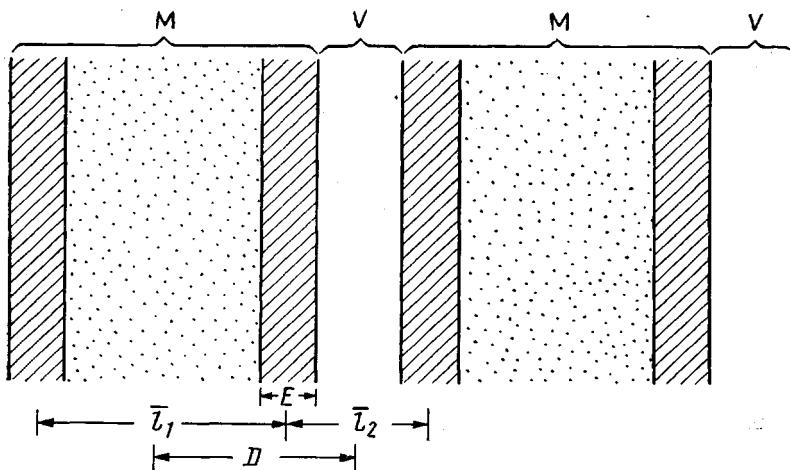


Рис. 7. Схематическое изображение (не в масштабе) ламелярной модели: М – вещество; V – пустоты; D – периодичность в направлении, перпендикулярном поверхности слоя; Е – толщина переходного слоя

Величина  $\frac{(\Delta \eta^2)}{\langle \eta^2 \rangle} = 9,11$  была определена по формуле (13). Учитывая, что  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  равны единице, и используя выражение (15), получим для  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$  значения 0,86 и 0,14 соответственно. Для трансверсальных длин расчет по формуле (16) дал следующие величины:  $\bar{l}_1 = 1574,77 \text{ \AA}$  и  $\bar{l}_2 = 247,23 \text{ \AA}$ . Параметр неоднородности, полученный по формуле (17), оказался равным  $\bar{l}_r = 213,68 \text{ \AA}$ . Когерентная длина, согласно выражению (18), составляет  $l_c = 466,97 \text{ \AA}$ . Объемная доля переходного слоя  $2E/D$ , как оказалось, равна 4,90%, инвариант – 18,44, рассеивающая способность – 831,53.

График Руланда представлен на рис. 6. Как можно видеть, для хвостовой области кривой рассеяния это прямая линия. Тангенсы угла наклона и пересечения оси ординат составляют 1,86 и –6,64 соответственно. Используя эти два значения, определили толщину переходного слоя  $E_r$ , которая оказалась равной 22,65 \AA. Стандартное отклонение интенсивностей  $\sigma(\sqrt{I})$  в хвостовой области кривой рассеяния не превышает 0,15, т. е. уверенно меньше требуемого значения 0,5. Коэффициент регрессии равен 0,96. Таким образом, условия корректности проведения расчетных процедур полностью соблюдены.

Анализ экспериментальной кривой малоуглового рентгеновского рассеяния для сизальской пеньки показал, что система соответствует двухфазной неидеальной модели.

Для идеальной двухфазной модели прямая линия на графике Руланда не пересекает ось ординат, тогда как в данном случае такое пересечение зафиксировано. Отсекаемый отрезок, равный –6,64, является мерой отклонения от идеальной модели и соответственно мерой отклонения от закона Порода. Возможны случаи, когда эта величина будет положительной. Тогда имеются две возможности трактовки данных: исследуемая система не является двухфазной; размеры рассеивающих частиц слишком малы и лежат за пределами разрешения метода малоуглового рентгеновского рассеяния. Неидеальная двухфазная модель характеризуется непрерывным изменением электронной плотности в переходном от частиц к пустотам слое. Ширина переходного слоя  $E$  для сизальской пеньки, рассчитанная в соответствии с теорией Руланда,  $E_r = 22,65 \text{ \AA}$ . Малая разница значений, полученных различными способами, подтверждает корректность проведенного анализа.

Другие важные параметры структуры имеют следующие значения:  $D = 911 \text{ \AA}$ ;  $S/V = 2,19 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ ;  $\Phi_1 = 0,86$ ;  $\Phi_2 = 0,14$ ;  $\bar{l}_1 = 1574,77 \text{ \AA}$ ;  $\bar{l}_2 = 247,23 \text{ \AA}$ ;  $\bar{l}_r = 213,68 \text{ \AA}$ ;  $2E/D = 4,90\%$ ;  $l_c = 466,97 \text{ \AA}$ .

Схематическое изображение модели структуры сизальской пеньки, основанное на приведенных выше параметрах, представлено на рис. 7. График зависимости  $C(r)=f(r)$  имеет затухающий осциллирующий характер, что находится в соответствии с данными работы [6] для неидеальной двухфазной модели.

Авторы выражают искреннюю признательность сотрудникам Сизальской исследовательской лаборатории (Бамера, Орисса, Индия) за представление объектов исследования, а докторам К. С. Патра, Д. К. Бессойи и В. Н. Бушу — за помощь в работе.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Krishnamurthy P. // Indian J. Phys. 1930. V. 5. P. 473.
2. Mark H. // Physik und Chem. Zellulose. Berlin, 1932. 139 s.
3. Hendricks S. B. // Z. Kristallogr. Mineral. 1932. B. 83. S. 503.
4. Porod G. // Kolloid-Z. 1951. B. 124. S. 83; 1952. B. 125. S. 51.
5. Tavernier S. M. F., Vonk C. G., Gijbels R. // J. Colloid Interface Sci. 1981. V. 81. № 2.
6. Misra T., Patra K. C., Patel T. // Colloid. and Polymer Sci. 1984. V. 262. P. 611.
7. Misra T., Bisoyi D. K., Patel T., Patra K. C., Patel A. // Polymer J. 1988. V. 20. № 9. P. 739.
8. Ruland W. // J. Appl. Cryst. 1971. V. 4. P. 70.
9. Heyn A. N. J. // Text. Res. J. 1949. V. 19. P. 163.
10. Heyn A. N. J. // J. Amer. Chem. Soc. 1948. V. 71. P. 1873.
11. Porod G. // Kolloid.-Z. und Z. für Polymere. 1953. B. 133. S. 16.
12. Lock G. W. Sisal. L. 1969. P. 281.
13. Vonk C. G. // J. Appl. Cryst. 1973. V. 6. P. 81.
14. Debye P., Bueche A. M. // J. Appl. Phys. 1949. V. 20. P. 518.
15. Mering J., Tchoubar D. // J. Appl. Cryst. 1968. V. 1. P. 153.
16. Kortleve G., Vonk C. G. // Kolloid.-Z. und Z. für Polymere. 1968. B. 225.
17. Mittelbach P., Porod G. // Kolloid.-Z. und Z. für Polymere. 1965. B. 202. S. 40.
18. Kortleve G., Tuynman C. A. F., Vonk C. G. // J. Polymer Sci. 1972. V. 42. № 10. P. 851.
19. Konrad G., Zachmann H. G. // Kolloid.-Z. und Z. für Polymere. 1971. B. 247. S. 851.
20. Vonk C. G. // J. Appl. Cryst. 1971. V. 4. P. 340.
21. Topping J. // Errors of Observation and Their Treatment. L., 1972.
22. Vonk C. G. // J. Appl. Cryst. 1975. V. 8. P. 340.
23. Kratky O., Stabinger H. // J. Polymer Sci. 1984. V. 262. P. 345.
24. Kratky O., Miholic G. // J. Polymer Sci. 1963. V. 2. P. 449.

Бомбейский университет  
Отделение химической технологии,  
Индия

Поступила в редакцию:  
30.11.90

T. Misra, M. N. Khan, T. Patel, N. V. Bhatt

#### SMALL-ANGLE X-RAY STUDY OF SISAL FIBRE USING CORRELATION FUNCTIONS

#### Summary

Various macromolecular parameters of air dried *Agave sisalana* (Sisal) fibre have been studied by small-angle X-ray scattering (SAXS) technique considering it as a densely packed micellar system by applying the theory put forward by Vonk. The experimental difractional curve deviates from the Porod's law establishing that the fibre falls under non-ideal two-phase structure characterized by continuous variation of the electron density at the interphase. According this model the mean-square electron density gradient in the isotropic structure is proportional to the fourth moment of the SAXS intensity distribution and to the second derivative of the correlation function at the origin in reciprocal space. The most general approach to analysis of the SAXS picture is based on the use of correlation functions containing all the information obtaining from the experimental curve as following parameters: the average period in the direction normal to the transitional region, specific internal surface, volume fraction of the material, volume fraction of holes, coherent length, dimensions of corresponding regions in the direction normal to the transitional region, heterogeneity parameter and volume fraction of the transitional region.