

Vysoká škola: strojní a textilní v Liberci

Katedra: textílních materiálů a výrobků

Fakulta: textilní

Školní rok: 1970/71

## DIPLOMOVÝ ÚKOL

pro

Alena Tomínová

obor

textilní materiály a předení

Protože jste splnil požadavky učebního plánu, zadává Vám vedoucí katedry ve smyslu směrnic ministerstva školství o státních závěrečných zkouškách tento diplomový úkol:

Název tématu: Proveďte identifikaci vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy za použití horizontálního goniometru a proveďte výklad reflexních maxim vzhledem k štěrbinovému svazku záření.

### Pokyny pro vypracování:

1. Porovnejte snímkovací metodu "na průchod" pro válcový a štěrbinový svazek záření.
2. Vložte geometrii zobrazování reflexí diatropických rovin (OkO) při štěrbinovém svazku.
3. Jako experimentální materiál použijte PAO-6 monofil.

Rozsah grafických laboratorních prací:

Rozsah průvodní zprávy: cca 40 stran

Seznam odborné literatury:

Práce na rtg goniometru (ČSVTS)

Přednášky: Metody zjišťování jemné struktury

Vedoucí diplomové práce: Prof. Ing. Dr et RNDr J. Čirlič DrSc

Konsultanti: Ing. Jaroslav Staněk

Datum zahájení diplomové práce: 19. X. 1970

Datum odevzdání diplomové práce: 30. 6. 1971

L. S.

Vedoucí katedry

Děkan

v Liberci dne 25. března 1971

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg anlyzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracovala samostatně na katedře textilních materiálů a výrobků za použití uvedené literatury.

*Olga Šauková*

Děkuji Prof. Ing. Dr et RNDr J. Čirličovi DrSc za umožnění této práce a dále děkuji Ing. J. Staňkovi za cenné připomínky, které přispěly k celistvosti práce z hlediska dané problematiky.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP
O B S A H .		
1.	Úvod .....	1
2.0	Rentgenografické studium struktury .....	3
2.1	Teoretická část .....	3
2.11	Rentgenovo záření -vznik, druhy, vlastnosti....	3
2.12	Difrakce rentgenových paprsků na krystalech ..	5
2.13	Rentgenové difrakční metody pro studium makro- molekulárních látek .....	8
2.131	Popis textur .....	8
2.132	Typy textur .....	9
2.133	Textury makromolekulárních látek .....	10
2.134	Ewaldovo odvození reflexní podmínky .....	11
2.2	Rentgenové metody zkoumání textur .....	15
2.21	Snímkovací metoda na průchod pro válcový sve- zek záření .....	15
2.22	Snímkovací metoda na průchod pro stěrbinový svazek záření .....	16
2.3	Zobrazování reflexí diatropických rovin .....	18
3.0	Praktická část .....	22
3.1	Experimentální materiál .....	22
3.2	Použité experimentální přístroje a zařízení ..	23
3.3	Příprava preparátů a postup práce .....	25
4.0	Výsledky .....	27
4.1	Vyhodnocení rentgenogramu .....	27
4.11	Proměřování rentgenogramu .....	28
4.2	Porovnání obou metod na základě přesnosti měření .....	28

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP
4.3	Identifikace materiálu .....	36
5.0	Diskuse .....	41
6.0	Závěr .....	43
7.0	Seznam použité literatury .....	44
8.0	Dodatek .....	45
8.1	Chyby ovlivňující grafický záznam interferenč- ních čar .....	45
	Tabulky .....	47

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 1

## 1. Ú V O D .

V době, kdy se začínala plánovat výroba plně syntetických vláken (ve 40. letech 20. stol.), měla již výroba umělých vláken téměř padesátiletou tradici. Klasická umělá vlákna (umělé hedvábí a viskosová stříž) jsou ve své surovinové základně odkázána na živou hmotu. V případě polyamidových vláken se poprvé podařilo vyrobit textilní vlákno chemickou syntézou z neživých základních látek. Toto vlákno se nyní uplatňuje bez omezení ve všech odvětvích textilního průmyslu. Polyamidová vlákna předčí všechna dosud známá vlákna přírodní i umělá svou velkou pevností v tahu, pružností, stálostí ve vyvážce a snadnou barvitelností. Proto se polyamidová vlákna stala ihned, jakmile jich bylo možno průmyslově využít, středem zájmu výrobců umělých vláken i středem pozornosti veřejnosti.

Pro zpracovatele, odběratele i pro výrobu je důležitá dokonalá a přesná znalost nejobecněji platných zákonitostí mezi základními parametry materiálů a látek. Při náročnějších technických aplikacích nelze vystačit s povrchní charakteristikou jednotlivých materiálů. V dnešní době je již věda na takové úrovni, že může sledovat samu podstatu vlastností jednotlivých materiálů a změny těchto vlastností za různých podmínek, jako je na př. teplota, tlak, namáhání, atd..

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 2
<p>Vlastnosti pevných látek se dají odvodit v souvislosti s jejich atomovou strukturou. Rentgenová difrakto- grafie je jedna z metod, která podává informaci o struk- tuře vláken v atomovém měřítku. Rentgenové difraktogra- fie bylo také použito pro tuto diplomovou práci. Difrakč- ní metody rentgenova záření poskytují spolu s empirickými zkouškami dostatečný obraz o struktuře a vlastnostech různě dlouženého polyamidu.</p>		

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	3

2.0 Rentgenografické studium struktury.

Strukturní rentgenografie je obor, který se zabývá studiem atomové výstavby pevných látek pomocí difrakce záření. Metod strukturní rentgenografie se používá k identifikaci látek, kvantitativní i kvalitativní analýze, ke sledování zrnitosti materiálu a jeho vnitřního pnutí, k určení textur a pod.. V této práci bylo použito strukturní rentgenografie k identifikaci syntetického materiálu.

2.1 TEORETICKÁ ČÁST.

2.11 Rentgenovo záření - vznik, druhy, vlastnosti.

Rentgenovy paprsky jsou příčné elektromagnetické vlnění, které má stejnou podstatu jako viditelné světlo, ale má mnohem kratší vlnovou délku. Vlnový rozsah je v rozmezí 0,02 až 1000 Å. Ve strukturní rentgenografii se používá rentgenových (dále jen rtg) paprsků v poměrně úzkém vlnovém úseku 0,5 až 2,5 Å.

Rtg paprsky vznikají zabrzděním rychle se pohybujících elektronů (katodových paprsků) na hmotě (kovu anody), tj. primární buzení. Sekundární buzení vzniká při dopadu primárních rtg paprsků na atomy hmoty. Pro strukturní rentgenografii připadá v úvahu jedině primární způsob buzení rtg paprsků, protože má poměrně velkou intenzitu.



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 4

Jako zdroje rtg záření se používají rentgenové lampy - rentgenky, které se mohou dělit podle mnoha hledisek (1). Rentgenka je úzká trubice různého tvaru, v níž jsou umístěny vzájemně izolované elektrody, anoda a katoda. Na ně se vkládá vysoké napětí od 10 do 1000 kV. Rentgenka je čerpaná na vysoký tlak, takže vlivem napětí dochází v trubici k ionisaci zbytku plynu. Kladné ionty jsou přitaženy ke katodě, záporné ionty a elektrony k anodě. Po dopadu na elektrody změní ionty a elektrony svou kinetickou energii z větší části na energii tepelnou (asi 98%) a z menší části na rtg záření (asi 2%). Z toho vyplývá, že proces vzniku (buzení) rtg záření je velmi neekonomický (1, (4). Pochody brzdění elektronů probíhají různě. Některé elektrony ztratí veškerou svou energii již při první srážce, jiné jí ztrácejí po částech při větším počtu srážek. Protože při každé srážce ztratí elektron část své energie, má vznikající rtg záření stále větší vlnovou délku. To je tzv. spojité spektrum rtg záření s vlnovou délkou od  $\lambda$  min. až k velkým vlnovým délkám. Kromě spojitého spektra je vyzařováno anodou ještě čarové, tzv. charakteristické spektrum. Vlnová délka jednotlivých čar je závislá pouze na druhu látky, ze které je anoda vyrobena. Ke vzniku čarového spektra dochází přeskokem elektronů z vyšší energetické hladiny do nižší, v níž se uprázdnilo místo vyražením původních elektronů elektrony, které jsou emitovány katodou. Rozdíl energií těchto dvou hladin má zcela určitou hodnotu. V důsledku toho vzniklé charakteristické záření má jen

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 5

zcela určitou vlnovou délkou. Čarová spektra všech prvků jsou analogická, jsou tvořena skupinami čar, které nazýváme serie K, L, M. V difraktografii se nejvíce užívá spektrálních čar serie K,  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha_2}$ ,  $K_{\beta}$ . V případě, že se neučiní žádná opatření k odstranění některých čar, objeví se tyto čáry na difrakčním diagramu, a tím se záznam stává nepřehledným.

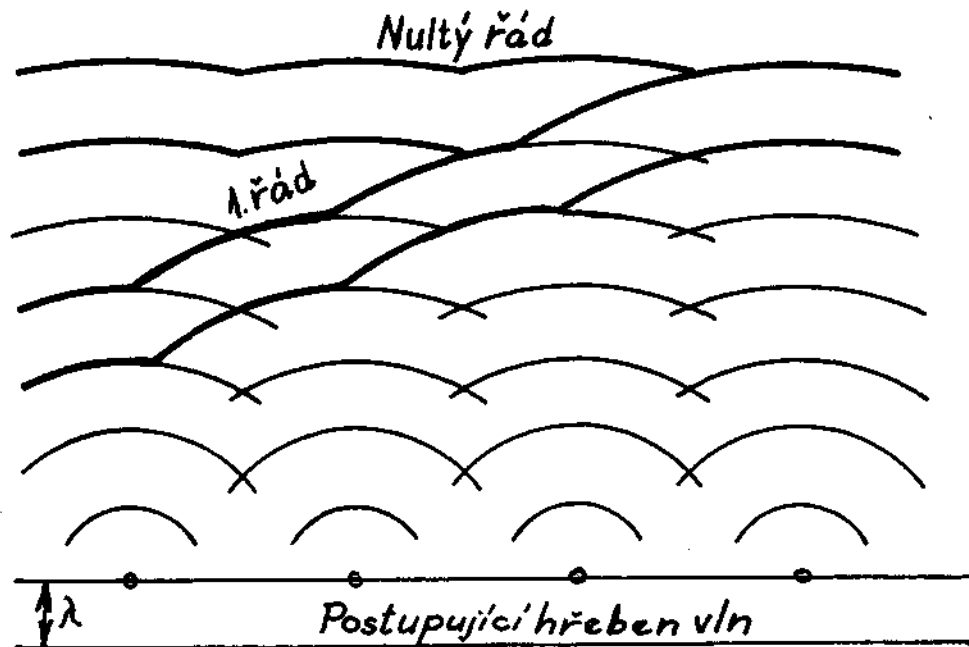
Proto se v rtg difraktografii pracuje s monochromatickým zářením, t.j. záření o jedné vlnové délce. Monochromatisace se provádí pomocí tzv.  $\beta$  filtrů, které se skládají z vrstvy látky relativně propouštějící záření  $K_{\alpha}$ , ale zeslabují záření  $K_{\beta}$  (3), (6). K monochromatisaci rtg záření se používá i jiných způsobů (viz 4).

## 2.12 Difrakce rentgenových paprsků na krystalech.

Podle Huggensova principu, dopadají-li na krystalovou strukturu pevné látky některý druh záření, stávají se jednotlivé body (atomy) krystalické mříže rozptylovými středy (t.j. zdroji vlnění). Takto vzniklé vlnění má stejnou frekvenci a vlnovou délku, jako dopadající svazek záření a šíří se v kulových vlnoplochách. Vztahy mezi fázemi jednotlivých vln budou různé. Vlny, vyzařované atomy krystalu se navzájem skládají tak, že v jistých směrech od krystalu budou tyto vlny ve fázi, budou se navzájem zesilovat a vzniknou difraktované paprsky. V jiných směrech se naopak vzájemně ruší, takže

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 6

z toho vyplývá, že intenzita v každém směru závisí na tom, zda vlny od jednotlivých atomů interferují či nikoliv. Tomuto interferenčnímu jevu říkáme difrakce (1), (6), (viz obr. 1).



Obr. 1 Zesílení vln rozptýleného záření interferencí, dávající vznik difraktovaným paprskům různých řádů.

Vztah mezi směrem zesílení difraktovaných svazků a prostorovým uspořádáním atomů, pravidelně se opakujícím, vyjadřuje Braggův zákon reflexe (6). Na soustavě rovnoběžných rovin (viz obr. 2), na kterou dopadá svazek monochromatických rtg paprsků, nastane zesílení odrežené vlny tehdy, odpovídá-li fázový rozdíl vln celistvému násobku vlnových délek.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 7

Dráhový rozdíl je podle obr. 2:

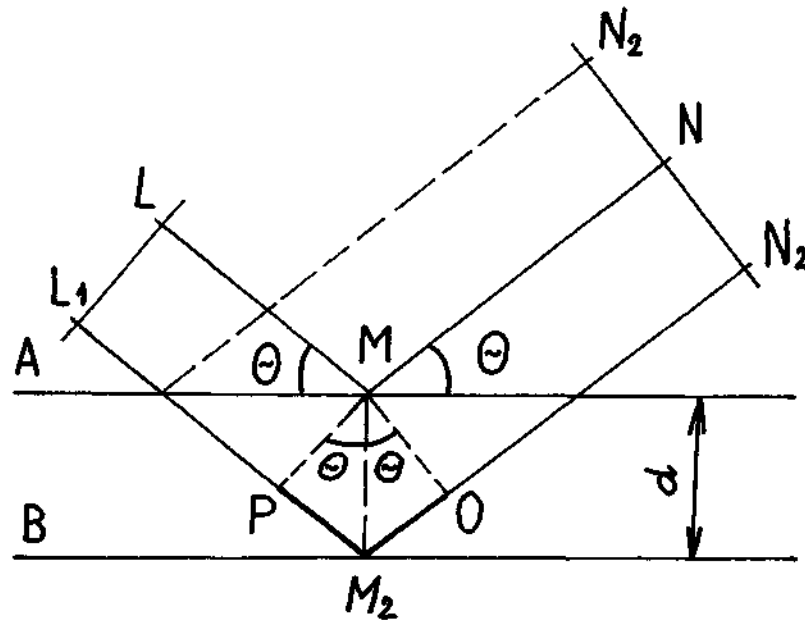
$$PM_2 + M_2O = 2d \sin \Theta$$

kde  $d$  je mezivrstevná vzdálenost a  $\Theta$  Braggův úhel.

Musí tedy platit Braggova rovnice:

$$2d \sin \Theta = \lambda \cdot n$$

při čemž  $n$  je celé číslo (1, 2, ...) a  $\lambda$  vlnová délka v  $\text{Å}$ .



Obr. 2 : Znázornění Braggova zákona reflexe na atomových rovinách krystalu.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 8

Braggova rovnice patří k nejdůležitějším vztahům, týkajících se difrakce rtg paprsků na krystalech. Používá se k určení vzdáleností  $d$  atomových rovin mřížky krystalu, známe-li vlnovou délku užitého rtg záření a hodnotu Braggova úhlu  $\theta$ .

## 2. 13 Rentgenové difrakční metody pro studium makromolekulárních látek.

Za určitých okolností může dojít u materiálů k význačné orientaci větší či menší části krystalů. Tato orientace má rozhodující vliv na vlastnosti materiálů. U polymerů může vznikat kromě jiného i mechanickým zpracováním. Při určování orientace u polymerů lze využít řady poznatků ze studia textur kovů.

## 2. 131 Popis textur.

Orientace každého typu rovin  $(h, k, l)$  je možno popsat vektorem  $\vec{H}_{(hkl)}$ , jež je definován tak, že se jeho velikost rovná reciproké hodnotě mezirovinné vzdálenosti  $d$  rovin  $(hkl)$  a směr je totožný se směrem normály k rovinám  $(hkl)$ . Umístíme-li vektory  $\vec{H}_{(hkl)}$ , odpovídající všem možným systémům rovin  $(hkl)$  daného monokrystalu do společného počátku, pak jejich koncové body vytvoří tzv. reciprokou mřížku. Podobným postupem lze popsat i polykrystalický vzorek. Při studiu textury polykrystalického vzor-

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 9

ku se snažíme nalézt statické rozdělení vektorů  $\vec{H}_{(hokolo)}$  příslušných rovin (hokolo). Předpokládejme, že známe reciprokou mřížku monokrystalu látky, jejíž polykrystalický vzorek zkoumáme. Kolem počátku této reciproké mřížky vpíšeme kouli o poloměru  $\vec{H}_{(hokolo)}$ , tzv. polohovou kouli, které přiřazujeme všechny možné polohy konce vektoru  $\vec{H}_{(hokolo)}$ , které může tento vektor obecně zaujmout. Tyto polohy se všeobecně nazývají representační body. Podobně lze sestavit polohové koule i k dalším vektorům  $\vec{H}_{(hkl)}$ .

Jsou-li polohové koule libovolných vektorů  $\vec{H}_{(hkl)}$  daného vzorku pokryty representačními body homogenně, pak říkáme, že daný materiál nejeví přednostní orientaci, neboli nemá texturu. Jsou-li však polohové koule některých vektorů  $\vec{H}_{(hkl)}$  pokryty representačními body nehomogenně s výraznými maximy v určitých směrech, říkáme, že daný materiál jeví přednostní orientaci. Z rozdělení representačních bodů se dá usuzovat na typ a dokonalost textur.

## 2. 132 Typy textur.

Mezi označením a rozdělením jednotlivých typů textur je v literatuře značná nejednotnost. V tomto případě je rozdělení provedeno vzhledem k představě reciproké mřížky. Dané orientace se mohou zkoumat vzhledem k referenčnímu směru, který je dán význačným směrem zkoumané látky, na př. směr protahování, osa vlákna, atd..

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 10

Směry orientací budou určeny vektory  $\vec{H}_{(hkl)}$ .

Je zjišťováno, jaký úhel  $\mathcal{L}$  svírá tento vektor s referenčním směrem. Úhel  $\mathcal{L}$  může nabývat těchto hodnot:

- 1)  $\mathcal{L}$  nabývá libovolných hodnot bez zřetele na výběr vektoru  $\vec{H}_{(hkl)}$  - tzn. materiál je bez textury
- 2)  $\mathcal{L}$  je konstantní, ale různý od nuly. Tento případ se nazývá spirální textura. Speciální případ spirální textury je textura plošná -  $\mathcal{L} = 90^\circ$ .
- 3)  $\mathcal{L}$  je rovno 0. Tato textura se nazývá vláknitá.
- 4)  $\mathcal{L}$  je rovno 0 a jiný vektor  $\vec{H}_{(h_2k_2l_2)}$  svírá konstantní úhel  $\mathcal{L}_2$  s jiným referenčním směrem - tj. úplná textura.

Ve skutečnosti nebylo nikdy dosaženo dokonalé textury, protože representační body vykazují vždy určitý rozptyl, který je významnou charakteristikou textury. Rozptyl je určen nepř. úhlovým oborem kolem ideálního směru, který je dán 50% representačních bodů. Kromě jednotlivých textur může materiál vykazovat textury, vzniklé superposicí několika typů textur najednou.

## 2. 133 Textury makromolekulárních látek.

Polymery se vyskytují jako monokrystaly velmi vzácně. Makromolekulární látky tvoří obvykle molekulární řetězce, které mají charakter krystalu. Chování takového materiálu je zhruba takové, jako u polykrystalického materiálu. Působením vnějších sil může dojít k uspořádání

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 11

krystalických oblastí makromolekulární látky do význačného směru. Orientace bude tím výraznější, čím větší anisotropii materiál vykazuje. Docílením dokonalé textury u polymerní látky se její chování blíží monokrystalu. To umožňuje určit strukturu látek, které nelze získat ve formě monokrystalů.

## 2. 134 Ewaldovo odvození reflexní podmínky.

Braggova reflexní podmínka je splněna pro ty roviny monokrystalu, jejichž zobrazovací bod leží na povrchu reflexní koule, která se dotýká reciproké mřížky a má poloměr rovný reciproké hodnotě vlnové délky rtg záření. Střed reflexní koule leží na přímce, odpovídající směru dopadajícího úzkého svazku monochromatického rtg záření. Odvození je zřejmé z obr. 3, kde :

P ..... bod reciproké mřížky

O ..... zobrazení soustavy krystalických  
rovin

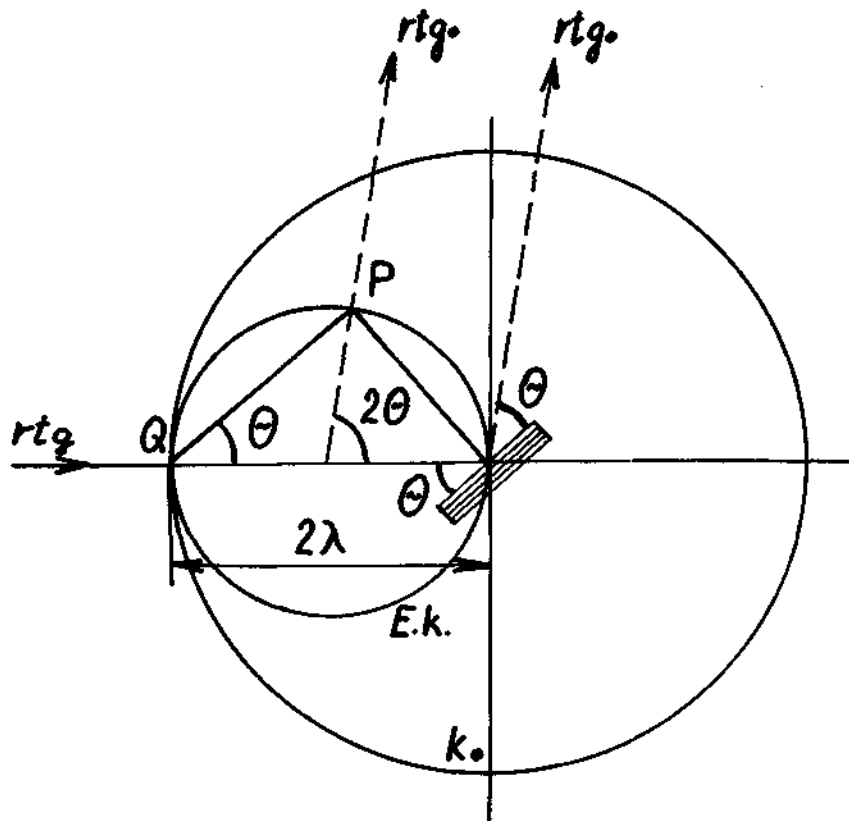
$\lambda$ ..... vlnová délka záření

Bod P bude ležet na reflexní kouli, bude-li platit

$$\sin \theta = \frac{r^+}{\frac{2}{\lambda}}$$



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 12



Obr. 3 : Ewaldova konstrukce reflexí v reciproké mřížce.

$r^*$  ..... délka reciprokého vektoru  $\vec{H}_{(hkl)}$  viz obr. 3  
 Dosadíme-li za  $r^*$   $1/d$  dostaneme vztah

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d}$$

totožný s Braggovou podmínkou. Odražený paprsek svírá se směrem dopadajícího paprsku úhel  $2\theta$ . Směry difraktovaného záření můžeme najít jakospojnice středu reflexní koule s těmi body reciproké mřížky, které padly na reflexní kouli. Z předešlého lze usoudit, že při náhodné volbě směru dopadajícího záření vzhledem ke krystalické struk-

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 13

tuže ideálního krystalu, nemusí dopadnout vždy bod reciprokého vektoru na reflexní kouli. Nemusí být tedy krystal obecně v reflexní poloze. K tomu, abychom dostali body reciproké mříže na reflexní kouli, můžeme užít v podstatě trojího postupu (1),(7).

- 1) Otáčením krystalu kolem osy, procházející počátkem, bude se spolu s ním otáčet i reciproká mříž. Jednotlivé body reciprokého prostoru vlivem otáčení opisují kružnice, které musí protnout reflexní kouli ve dvou bodech, je-li vzdálenost bližšího z nich od počátku menší, než průměr reflexní koule  $2/\lambda$ . Protože absolutní hodnota vektoru  $r$  je reciprokou hodnotou mezimřížkové vzdálenosti  $d$ , může nastat difrakce, bude-li platit podmínka  $2d \geq \lambda$ , což je ve shodě s Braggovou rovnicí. Otáčením reciproké mříže nelze uvést všechny body na reflexní kouli, ale pouze ty, které leží v anuloidu, vytvořeném otočením reflexní koule kolem osy rotace krystalu. Kdyby však byla zvolena za osu otáčení reciproké mříže jiná přímka, procházející počátkem, dostaneme anuloid stejných rozměrů, stočený však o úhel, který spolu svírá původní a nová osa rotace. Všechny takto vytvořené anuloidy vyplní tzv. mezní kouli (1) nebo ohraničující kouli (7), která má střed v počátku O. Průměr takto vytvořené mezní koule se rovná dvojnásobnému průměru reflexní koule, tedy  $4/\lambda$ . Všechny body, které leží vně mezní koule není možné dostat otáčením na reflexní kouli

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 14

a nelze tudíž jim příslušné mřížkové roviny uvést do reflexní polohy. Tím je počet reflexních rovin omezen na konečný počet.

2) Jako další způsob uvedení bodů do difrakčních poloh je možno použít spojitého intervalu vlnových délek o šířce  $\Delta\lambda$ . Místo reflexní koule dostáváme reflexní mezikouli o tloušťce  $\Delta\lambda$ . Čím je širší interval vlnových délek, tím větší je tloušťka reflexního mezikouli, tím více se může vyskytnout reflexních poloh.

3) v dalším případě můžeme difrakce dosáhnout zvýšením hustoty reciprokových bodů v určitém oboru natolik, aby byly v prostoru rozděleny spojitě. Do počátku umístíme nekonečný počet reciprokových mříží téhož druhu, vzájemně pootočených do libovolných směrů. Tím vytvoří polohové vektory o stejné absolutní hodnotě  $(r^+) = 1/d$  v Ewaldově konstrukci koule, tzv. polohové o poloměru  $\rho = (r^+)$ . Reflexní podmínku budou pak splňovat všechny body, ležící na průsečnicích polohových koulí s Ewaldovou reflexní koulí, což jsou tzv. reflexní kružnice. Spojnice středu reflexní koule s body reflexních kružnic vytvoří potom kužely difraktovaného záření.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 15

## 2. 2 Rentgenové metody zkoumání textur.

Pro získání všestranných informací při experimentálním zkoušení textur se rozdělují rtg metody na tři základní skupiny (7).

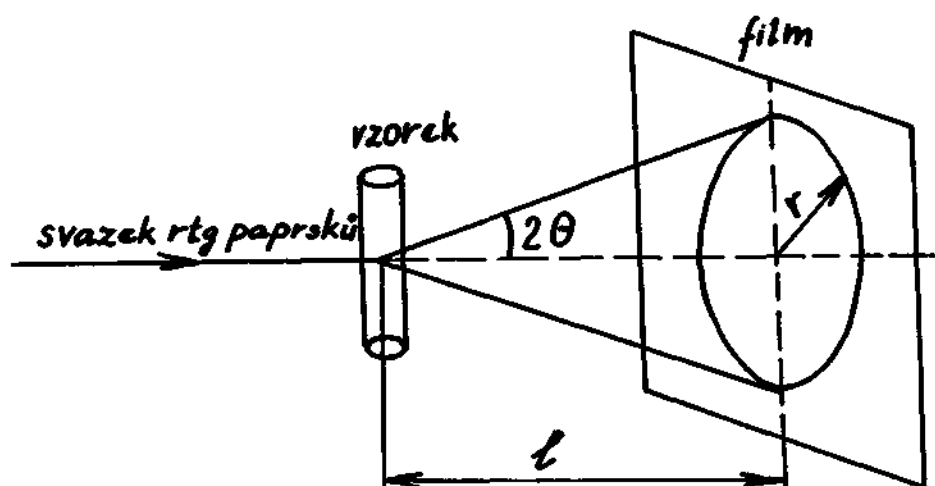
- 1) Metody s nepohyblivým filmem
- 2) Metody s pohyblivým filmem
- 3) Metody počítačové

Dále se tyto metody mohou dělit na metody na odraz a na průchod a potom podle způsobu provedení difrakční komůrky (1),(2). Jejich použití závisí na druhu zkoumaného materiálu.

### 2. 21 Snímkovací metoda na průchod pro válcový svazek záření.

K proměření různě dlouženého polyamidu 6 monofilu na mikrostrukturní aparatuře Mikrometa bylo použito metody na průchod s nepohyblivým rovinným filmem, který je umístěn v poloze kolmé na směr dopadajícího monochromatického rtg svazku paprsků, který prochází vlákny. Poloha zkoumaného svazku vláken je rovněž kolmá na primární svazek paprsků X.

Princip metody je patrný z obr. č. 4.



Obr. 4 : Princip stacionární metody na průchod.

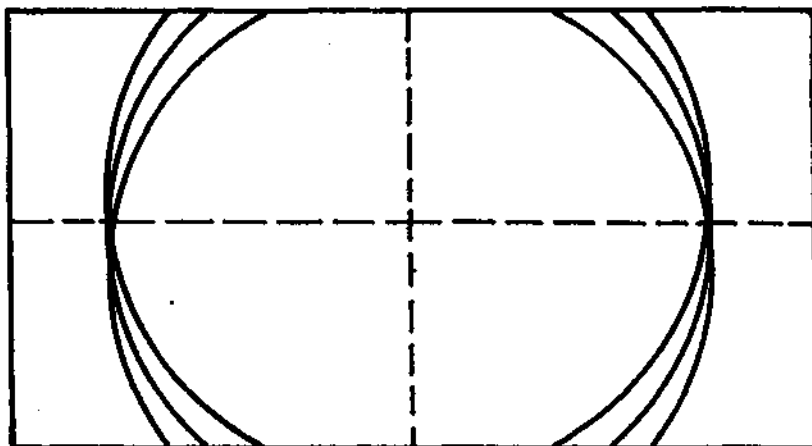
Difrakční záznam na rovinném filmu je při použití válcového svazku záření charakterisován ostrými liniemi. Délka linie je potom závislá na stupni orientace vlákna. S rostoucí orientací se délka difrakční linie zmenšuje, až přechází do difrakčních skvrn a bodů.

## 2. 22 Snímkovací metoda na průchod pro šterbinový svazek záření.

Této metody bylo použito k opětovnému proměření daného materiálu, ovšem na novějším přístroji Mikrometa 2, jehož přídatným zařízením pro registraci rtg záření je středový goniometr. U válcového svazku záření byl ozářen poměrně malý objem vzorku, a proto se v této metodě snažíme o co největší ozářený objem vzorku. Příliš rostoucími rozměry vzorku však klesá rozlišovací schopnost goniometru. Nechceme-li příliš snižovat tuto rozlišovací schop-

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 17

nost, musíme zůstat při optimálních rozměrech průměrů vzorků 0,2 - 1,0 mm. Ozářený objem je možno také zvětšit ozářením co největší délky vzorku. Toto, spolu s uvážením vhodné vzájemné polohy ohniska rentgenky a vzorku, vede k použití kolimační clonky se štěrbinovým (obdélníkovým) otvorem. Velikost vzorku volíme 10 x 20-50 mm. Šířka vzorku závisí na šířce rozbíhavého svazku primárního záření, kterou určujeme velikostí clony a úhlem  $2\Theta$ , od kterého chceme pořídit rentgenogram. Šířku clony je nutné volit tak, aby vymezené rtg záření dopadlo na vzorek vždy a beze zbytku při minimálním úhlu  $2\Theta$ , od kterého je rentgenogram pořizován. Šířka clony nesmí být menší, než je optická šířka ohniska rentgenky (8). Výška obdélníkové štěrbiny však také nemůže být neomezená, protože při velkém délkovém rozměru obdélníkové štěrbiny se uplatňuje tzv. deštníkový jev, který rozšiřuje šířku čar a ovlivňuje asymetrii profilu čar, čímž se snižuje rozlišovací schopnost goniometru. Tento deštníkový jev se uplatňuje více u předních a zadních reflexí.



Obr. 5 : Kvalitativní znázornění deštníkového jevu.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 18

Při použití štěrbinových clonek jsou tudíž difrakční linie ostré pouze v rovinné oblasti. Směrem k hornímu a dolnímu kraji se rozšiřují. Jde-li však o určení polohy linií a poměru jejich intenzit u homogenního materiálu, nemá toto rozšíření vliv. Rozšíření linií se dá proto ovlivnit vhodnou volbou velikosti štěrbinové clony.

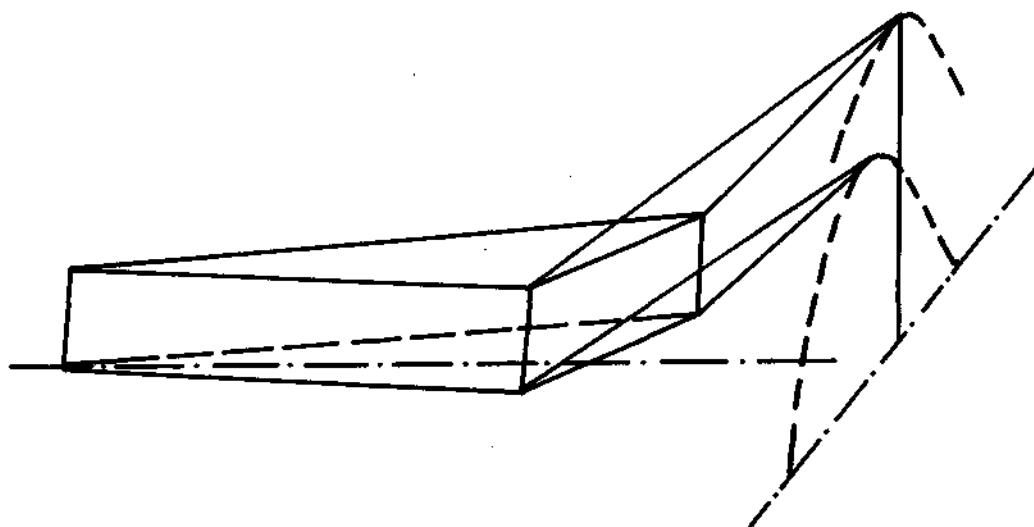
### 2. 3 Zobrazování reflexí diatropických rovin.

Je-li vlákno ideálně orientováno, což by bylo možno dosáhnout axiálním dloužením, jsou osy krystalů rovnoběžné s osou vlákna a tudíž diatropické roviny (OkO) jsou kolmé na osu vlákna. Dopadne-li na vzorek primární rtg záření propuštěné obdélníkovou štěrbinou, vytváří při difrakci v každém místě vzorku Deb-Scherrerův kužel. Všechny kužele, takto vytvořené jsou proti sobě posunuty. Posunutí kužele se rovná až vzdálenosti totožné s ozářenou výškou vzorku. Pro snazší výklad můžeme zavést ideální předpoklad, že štěrbinový svazek záření se skládá z nekonečného množství malých válcových svazků záření.

V úvahu bereme pouze horní a dolní krajní svazek. Difraktované záření nám vytváří dva kužele, které jsou mezi sebou posunuty o vzdálenost, rovnou vzdálenosti těchto dvou válcových svazků. (Viz obr. č. 6)

Při práci s rtg difrakčním goniometrem se posunutí Deb-Scherrerových kuželů projeví jako rozšíření interferenčních čar. Používá-li se velmi malá clona co do

délky i výšky, obdržíme záznam interferenčních čar, zatížený nejmenší chybou. Interferenční čáry jsou v tomto případě velmi úzké.

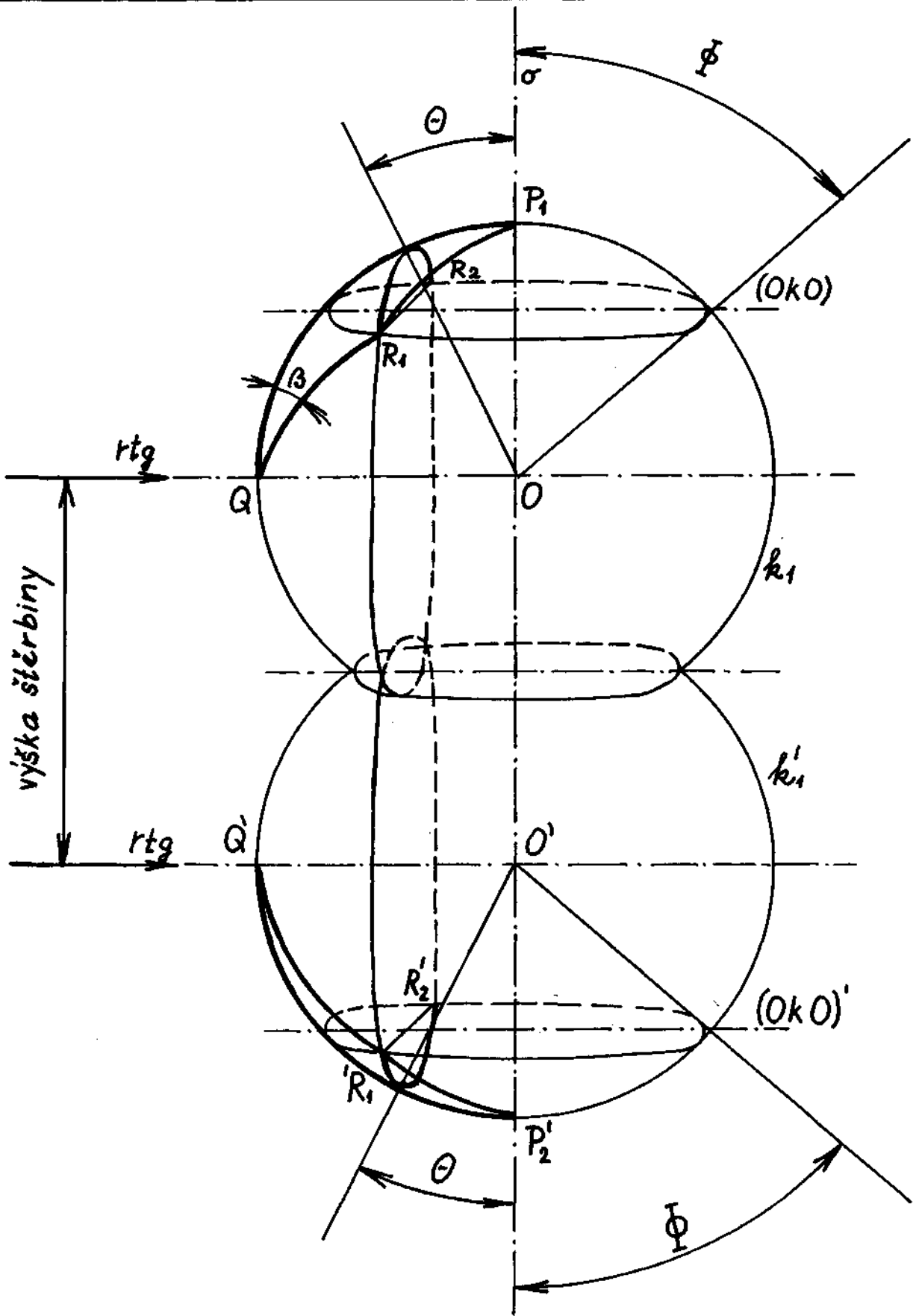


Obr. 6: Znázornění vlivu štěrbinu na rozšíření interferenčních čar.

Geometrie zobrazování reflexí diatropických rovin je možno také vyjádřit za stejné ideální podmínky válcových svazků záření pomocí dvou polárních koulí, posunutých o vzdálenost rovnou délce štěrbinu. (Viz obr. 7)

Případu ideální orientace diatropických rovin (OkO) odpovídají na polárních koulích body  $P_1$  a  $P_2'$ . Tyto body se nazývají póly a leží v průsečíku osy vlákna s polární koulí. Ve skutečnosti se ideální orientace nikdy nedosáhne.





VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 21
<p>Póly jednotlivých diatropických rovin budou s proměnnou hustotou rozptýleny kolem pólů <math>P_1</math> a <math>P_2'</math>, a to v rozsahu maximálního úhlu rozptylu <math>\phi</math>. Zvolená reflexní kružnice nám protne kulové vrchlíky, vytvořené v horní polovině polární koule <math>k_1</math> na oblouku <math>R_1 R_2</math> a v dolní polovině polární koule <math>k_1'</math> na oblouku <math>R_1' R_2'</math>. Promítnutím těchto oblouků by bylo možné dostat na rovině filmu difrakční záznam. (9)</p>		

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	22

### 3. 0 PRAKTICKÁ ČÁST.

#### 3. 1 Experimentální materiál.

Jako experimentálního materiálu bylo v této práci použito různě dlouženého polyamidu 6. Vlastnosti vlákna ukazuje následující tabulka.

ČM	Titr	Pevnost (p/den)	Tažnost (%)	Poznámka
1:3,20	23,2	114	52	g/den=4,9
	23,0	113	52	
	23,1	114	53	
		150	52	
		113	53	
Ø	23,1	113,8	52,4	
1:3,45	21,4	111	37,2	g/den=5,1
	21,3	111	41,8	
	21,4	109	37,0	
		108	37,6	
		103	43,8	
Ø	21,36	110	39,5	
1:3,73	19,9	131	38,6	g/den=6,4
	19,9	125	33,2	
	20,0	131	39,0	
		128	39,8	
		124	32,6	
Ø	19,93	128	36,6	

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 23

### 3. 2 Použité experimentální přístroje a zařízení.

Rtg snímky materiálu byly pořizovány na mikrostrukturní aparatuře Mikrometa 1, vyrobeném národním podnikem Chirena Modřany. Jmenovaná aparatura se skládá ze skříně, ve které je umístěn :

- 1) Zdroj rtg záření .
- 2) Zdroj vysokého napětí.
- 3) Ústrojí pro regulaci kV a mA s měřicím zařízením .
- 4) Pomocná zařízení
  - a) chladicí
  - b) zabezpečující
  - c) stabilizující
- 5) Vysokovakuové zařízení pro čerpání rentgenek.
- 6) Zařízení k registraci čar.

Zdrojem rtg záření je zde rentgenka, která vyčívá ze skříně. Na hlavici rentgenky jsou upevněny dvě nosné tyče, na které se nasouvá držák s kazetou. Maximální nastavitelné hodnoty pro napětí jsou 60 kV a proud 50 mA. Pro pořizování snímků bylo použito rentgenky s měděnou anodou. K odstranění nežádoucí složky charakteristického spektra bylo použito  $\beta$  filtrů, které snadno propouštějí záření  $K_{\alpha}$ , ale zeslabují záření  $K_{\beta}$ . Bylo použito niklového filtru. Záření prochází od rentgenky dirkovým kolimačním systémem, který vyloní úzký rovnoběžný svazek paprsků. Difraktované paprsky dopadají na plochý film, jehož rovina leží kolmo na směrprimárního paprsku. Vzdálenost filmu od vzorku se nastavuje pomocí stupnice, vyznačené

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 24

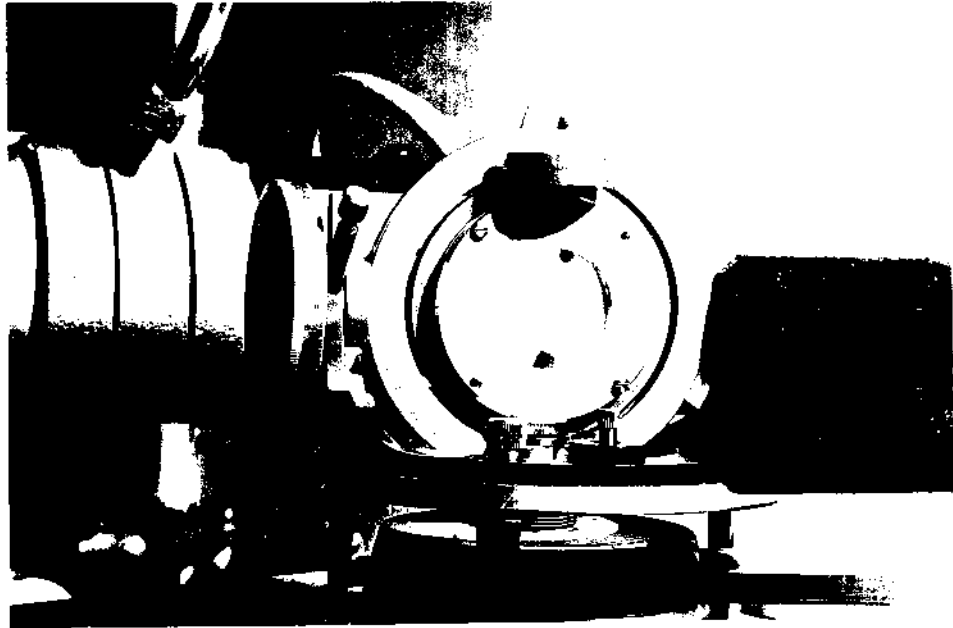
na nosné tyči. Držák vzorku se skládá z kovového kruhu, ve kterém je umístěn malý držáček, umožňující snadné upnutí vzorku do polohy kolmé k primárnímu svazku záření.

Pro porovnání dvou rentgenových metod byly vzorky polyamidu rentgenovány také na přístroji Mikrometa 2, který je již vybaven strukturním goniometrem a kterého se používá pro kvalitativní a kvantitativní analýzu. Aparatura Mikromety 2 se opět skládá ze skříně, v níž jsou umístěna všechna zařízení, nutná k provozu přístroje. Zdrojem rtg záření je opět vyčnívající rentgenka, jejíž záření dopadá přes štěrbinovou clonu na rentgenovaný vzorek ve tvaru destičky. Po difrakci na vzorku prochází rtg záření přes průchodovou clonu do detektoru rtg záření. Tam tvoří absorbovaná kvanta, nárazová napětí, která se zesilují, počítají a v časové konstantě integrují. Potom se registrují na registračním zařízení.

V této práci bylo použito strukturního goniometru středového, který má značný úhlový rozsah od  $0^\circ$  pro  $2\theta$  až do  $172^\circ$  pro  $2\theta$ . Princip středového goniometru je takový, že ohnisko rentgenky se nachází na kružnici ve stejné vzdálenosti od středu plochy zkoumaného vzorku, jako štěrbinová clona, umístěná před detektorem rtg záření. Tato kružnice se nazývá kružnicí fokusační (8).

Pro snadné nastavení vzorku do správné polohy vůči rtg záření a pro splnění podmínek, nutných pro správné vyhodnocování, byl zkonstruován stolek, který je zřejmý z obr. 8. Tento stolek umožňuje natáčet a sklápět daný vzorek do různých poloh vůči štěrbinovému svazku rtg záření.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 25



Obr. 8: Stolek pro nastavování vzorku.

### 3. 3 Příprava preparátů a postup práce.

Vlákno polyamidu 6 bylo pro tuto práci již předem připraveno, tzn. vydlouženo na dané dloužící poměry 1:3,20; 1:3,45; 1:3,73. Při vytváření interferenčního obrazce na rtg snímku s hlavně pro jeho vyhodnocení má velký význam rovnoběžné urovňování vláken vzorku. Při práci na přístroji Mikromete 2, kde k upevnění vzorku slouží stolek (viz obr.8) se materiál navíjel pokud to bylo možné rovnoběžným vinutím na okénko. Okénko s navinutým materiálem se spolu s krycí kruhovou destičkou upnulo pomocí šroubu do stolku. Vzorek byl nastaven do polohy kolmé k primárnímu svazku záření a nastavením zvolených hodnot napětí a proudu mohl být rentgenován. Středový goniometr registroval intenzitu rtg paprsků a registrační zařízení nám přímo

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 26

podalo grafický záznam závislosti intensity interferenčních čar na úhlu  $2\theta$ , rentgenogram. Pro rentgenování vzorků byly voleny hodnoty napětí 30 kV a proudu 30 mA. Velikost štěrbinových clon  $20'/10''$ . Citlivost registračního zařízení 500 imp./sec.. Rentgenogram byl pořizován zhruba od  $5^\circ$  pro  $2\theta$ , do  $48^\circ$  pro  $2\theta$ .

U přístroje Mikrometa 1 se materiál navinul do výřezu v destičce, upnuté pomocí šroubů do držáku, který opět umožňuje nastavit vzorek do kolmé polohy vůči válcovému svazku záření. Průměr svazku vláken byl 2 mm. Pro rentgenování byly zvoleny hodnoty napětí 30 kV a proudu 30 mA. Expoziční doba 2 hod., vzdálenost filmu od vzorku byla 40 mm.

Pro exponování bylo použito filmu značky ORWO-Röntgen-film s oboustrannou emulzí. Rozměry filmu jsou 180 x 240 mm. Pro naši potřebu byl film upraven na rozměr 180 x 120 mm. Exponované filmy byly vyvolávány 1,5 min. ve vývojce, potom opláchnuty vodou a 15 min. ustalovány v ustalovači.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 27

4. 0 VÝSLEDKY.

4. 1 Vyhodnocení rentgenogramu.

Rentgenogramy polymerů jsou charakterisovány řadou difrakčních stop. Většinou však je počet i ostrost těchto reflexů menší, než u pravidelných krystalů. Spolu se skutečností, že na snímcích jsou známky difuzního halo, můžeme soudit, že krystalická struktura je méně dokonalá a zaujímá jen část hmoty vzorku. Čím je materiál více orientován, tzn. že krystaly jsou ve hmotě uspořádány přednosně, tím se difrakční linie zužují, až dosahují malých skvrn. Při hodnocení rentgenogramu si všímáme těchto charakteristických znaků:

- 1) počtu difrakčních linií
- 2) vzdálenosti každé linie
- 3) relativní intensity linií
- 4) šířky a ostrosti linií
- 5) intensity zčernání pozadí ( odpovídající amorfnímu podílu)

Počet, vzdálenost a relativní intenzita závisí na typu krystalické struktury uspořádaných oblastí. Orientace, šířka difrakčních linií a intenzita amorfního halo souvisí s procesy úpravy vzorků.



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 28

4. 11 Proměrování rentgenogramu.

V této práci byly rtg snímky převedeny na grafickou závislost intenzity interferenčních čar a Braggova úhlu  $2\theta$ . Snímky byly fotometrovány na mikrofotometru zn. Schnellfotometr, Carl Zeiss, Jena. Od naměřených hodnot jsme odečetli intenzitu zčernání filmu dle vztahu

$$I = \frac{I_0 - I_1}{I_0}$$

kde  $I_0$  je intenzita zčernání filmu a  $I_1$  je intenzita naměřená.

Milimetry posuvu jsme přepočítali na úhel  $2\theta$  ze vztahu

$$\operatorname{tg} 2\theta = \frac{p}{l}$$

kde  $p$  je posuv v mm a  $l$  vzdálenost preparátu od filmu.

4. 2 Porovnání obou metod na základě přesnosti měření.

Ke srovnání přesnosti obou rentgenografických metod bylo použito výpočtu periody identity (dále PI), která je materiálovou konstantou a měla by být relativně u všech měření shodná. Rozptyl jednotlivých měření měl ukázat, s jakou přesností je možné měření provádět. Výpočet PI byl proveden pro diatropické roviny (020), (040), (070), na kterých jsou výrazná maxima.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	29

Výpočet se prováděl podle následujícího vzorce:

$$I = \frac{k \cdot \lambda}{\sin 2\theta}$$

kde :

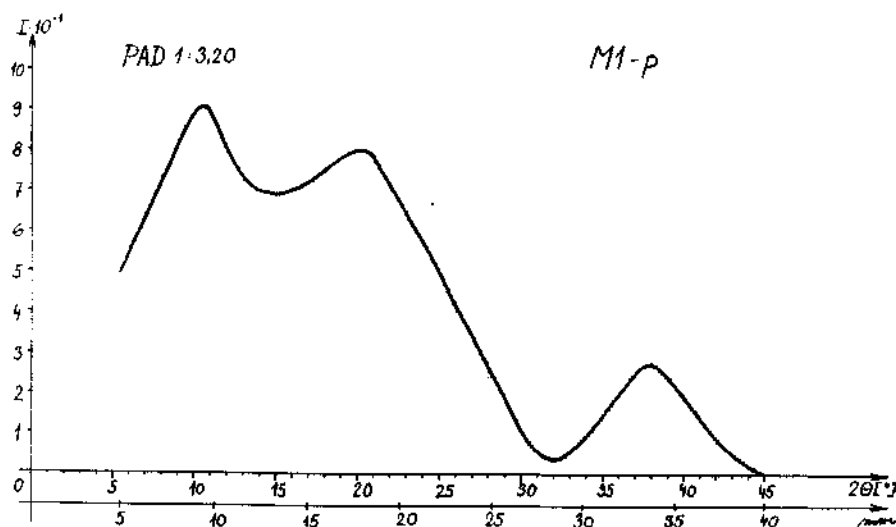
I ..... perioda identity

k ..... řád roviny

$\lambda$  ..... vlnová délka rtg záření

$2\theta$  ..... příslušný Braggův úhel

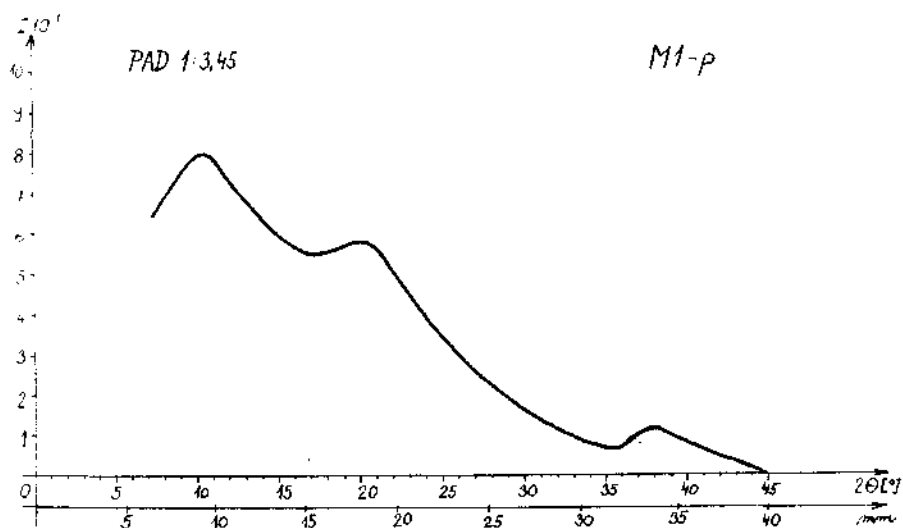
Z důvodů zachování fyzikální podobnosti byly počítány aritmetické průměry PI a rozptyly pro jednotlivé dloužící poměry. Vypočtené hodnoty pro každý materiál jsou uvedeny v tabulkách č. 2 - 7 .



Obr. 9: Rentgenogram PAD 6 - 1:3,20  
(zařízení Mikrometa 1)

Tabulka č. 2

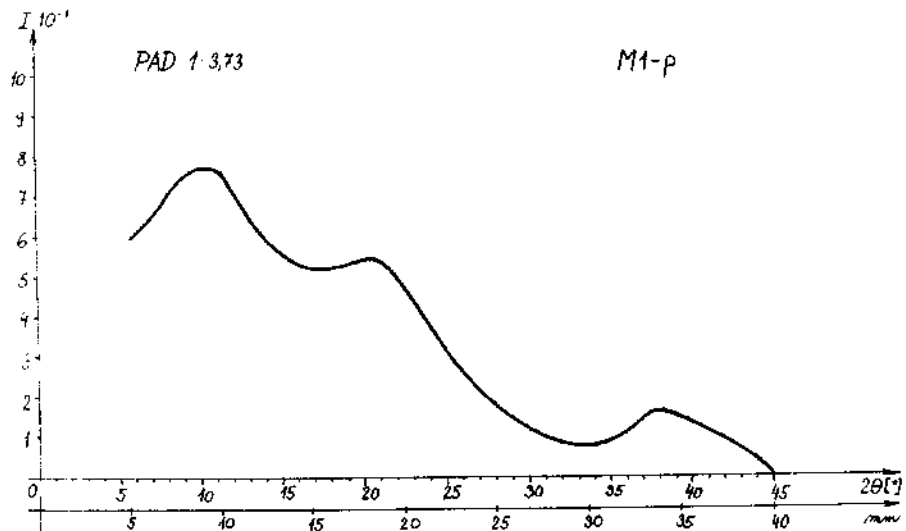
roviny	(020)	(040)	(070)
PI	17	17,6	17,5
∅ PI	17,3		
Prevděpod. chyba	0,19		



Obr. 10: Rentgenogram PAD 6 - 1:3,45  
(zařízení Mikrometa 1)

Tabulka č. 3

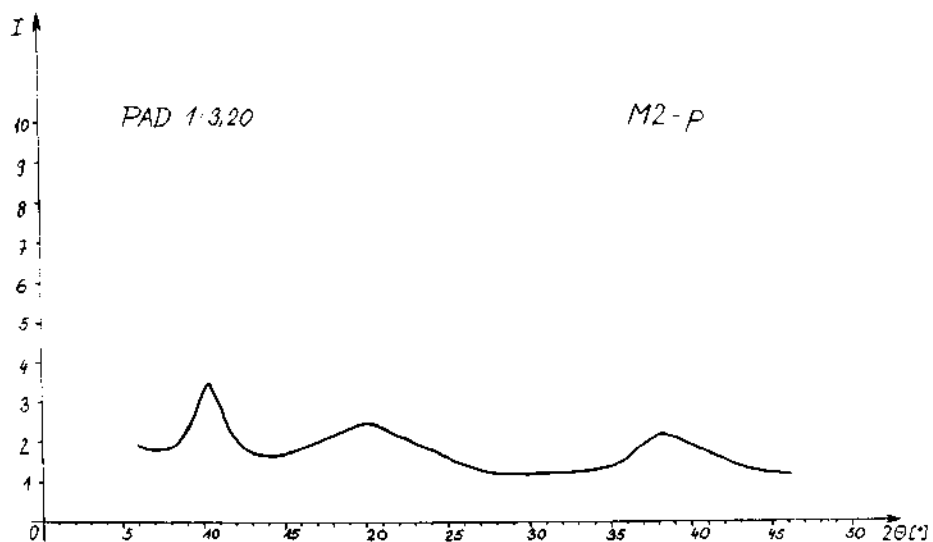
roviny	(020)	(040)	(070)
PI	17	17,6	17,5
Ø PI	17,3		
chyba	0,19		



Obr. 11: Rentgenogram PAD 6 - 1:3,73  
(zařízení Mikrometa 1)

Tabulka č. 4

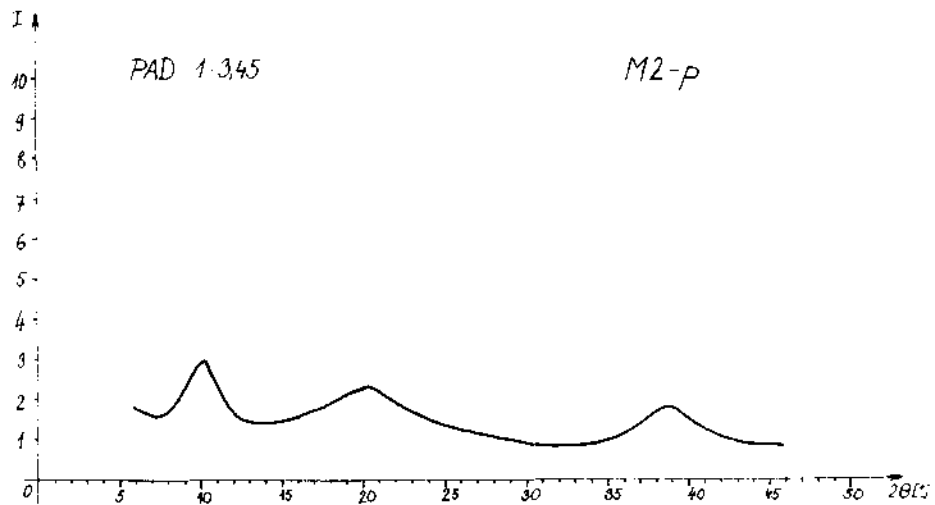
roviny	(020)	(040)	(070)
PI	16,9	17,6	17,5
Ø PI	17,3		
chyba	0,19		



Obr. 12 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,20  
(zařízení Mikrometa 2)

Tabulka č. 5

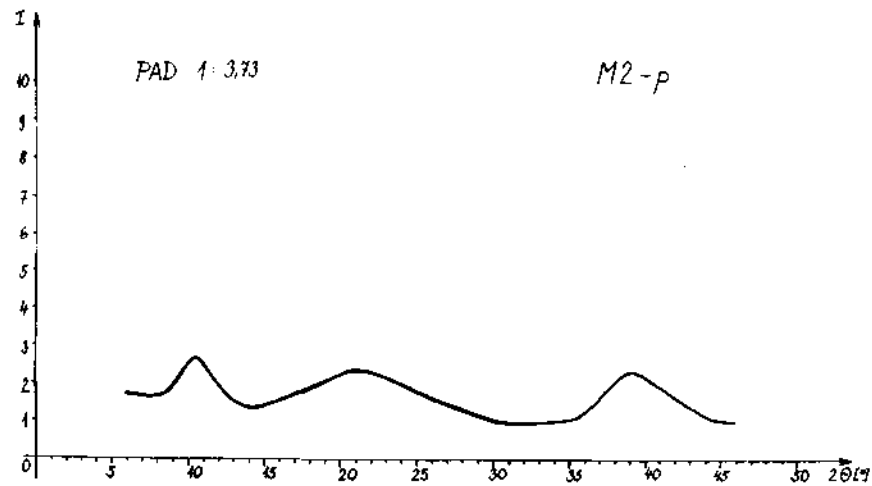
roviny	(020)	(040)	(070)
PI	17,2	17,9	17,5
Ø PI	17,5		
chyba	0,15		



Obr. 13 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,45  
(zařízení Mikrometa 2)

Tabulka č. 6

roviny	(020)	(040)	(070)
PI	17	17,6	17,5
Ø PI	17,3		
chyba	0,19		



Obr. 14 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,73  
(zařízení Mikrometa 2)

Tabulka č. 7

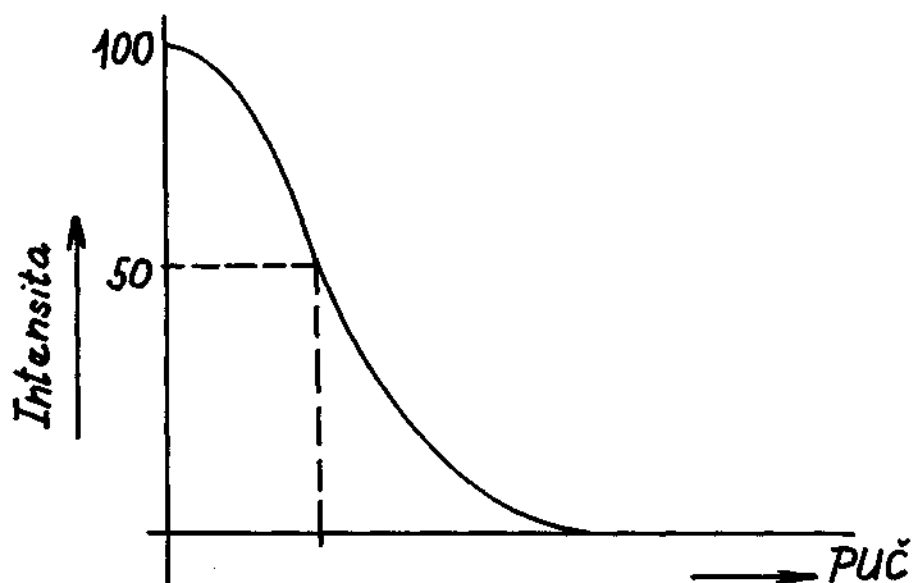
roviny	(020)	(040)	(070)
PI	17,2	17,3	17,2
∅ PI	17,2		
chyba	0,03		



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 36

#### 4. 3 Identifikace materiálu.

Identifikace polyamidu 6 s dlouhými poměry 1:3,20; 1:3,45; 1:3,73 byla provedena na základě orientace makromolekul, která byla sledována určením polovičního úhlu černání (dále PUČ) paratropických reflexních stop. Diatropické reflexní stopy jsou proti paratropickým stopám méně intenzivní, a proto jich nebylo možné použít. Přesto, že nám hodnoty PUČ vyjadřují jen průměrné rozložení příslušných paratropických rovin, je možné v našem případě identifikace vláken tuto metodu použít. Pro určení PUČ bylo použito paratropické stopy (400), která byla nejintenzivnější. Stanovené PUČ z maximální intenzity křivek je znázorněné na obr. č. 15.



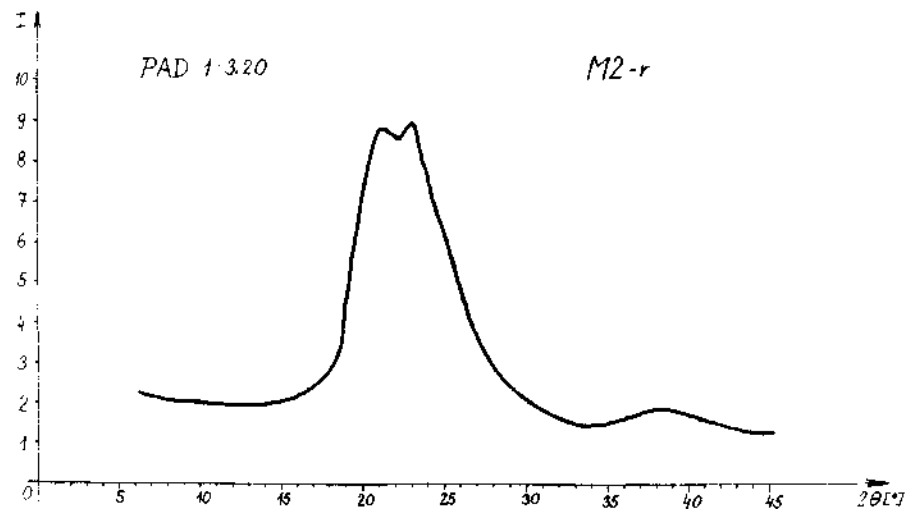
Obr. 15

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	37

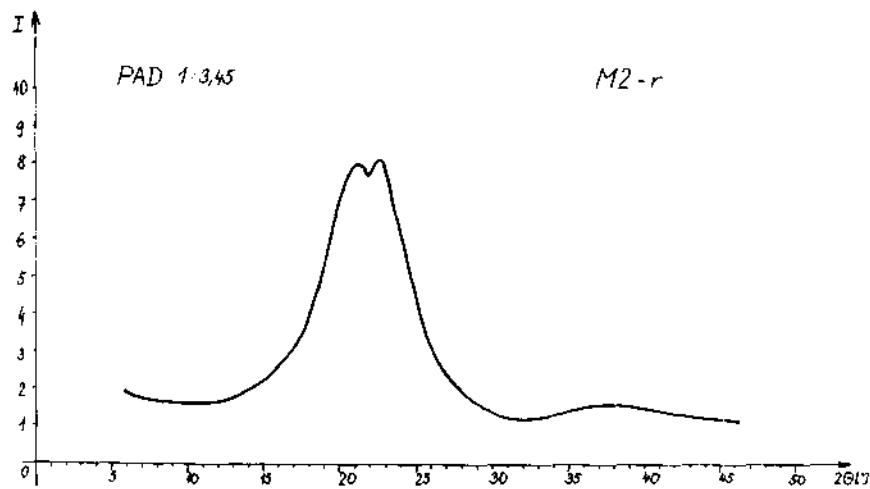
Tabulka č. 8.

Poloviční úhel černání reflexí paratropické roviny  
(400) různě dložených polyamidových vláken.

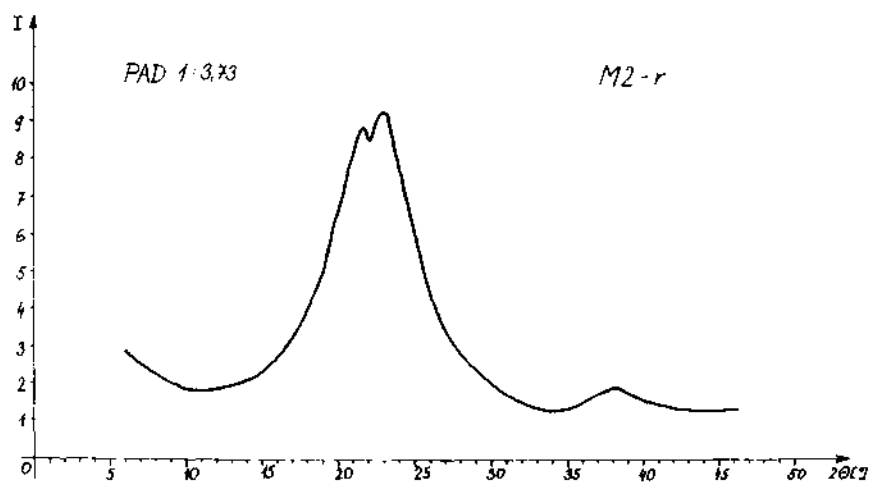
dloužicí poměr	1:3,20	1:3,45	1:3,73
PUČ	3,83	3,50	3,33



Obr. 16: Rentgenogram PAD 6 - 1:3,20  
(zařízení Mikrometa 2)

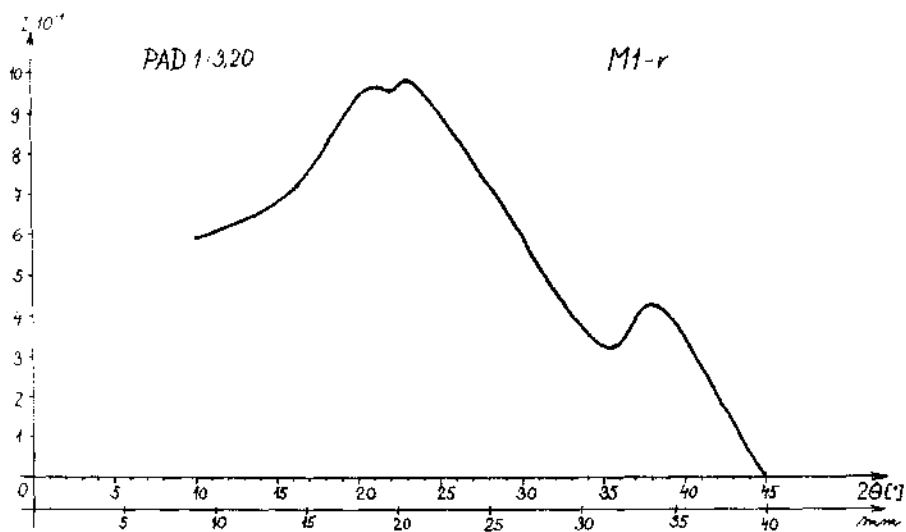


Obr. 17 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,45  
(zařízení Mikrometa 2)

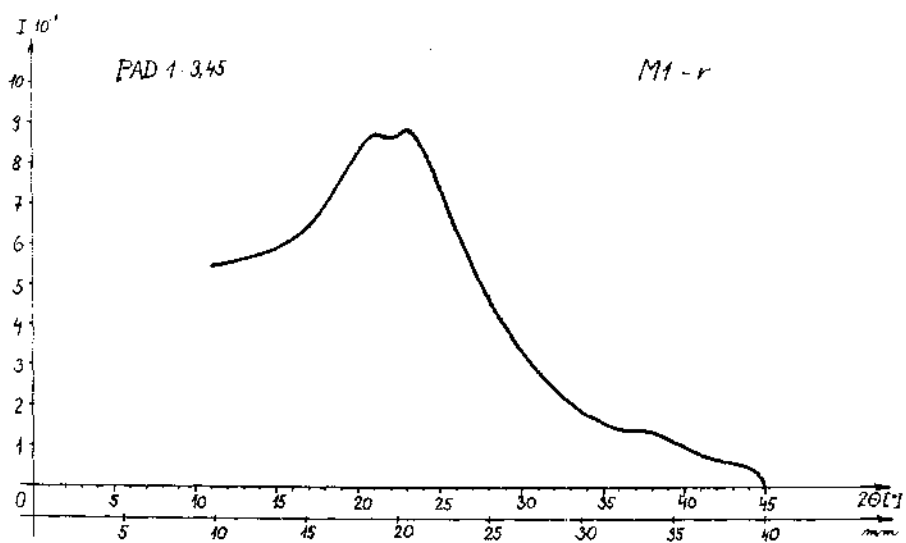


Obr. 18 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,73  
(zařízení Mikrometa 2)

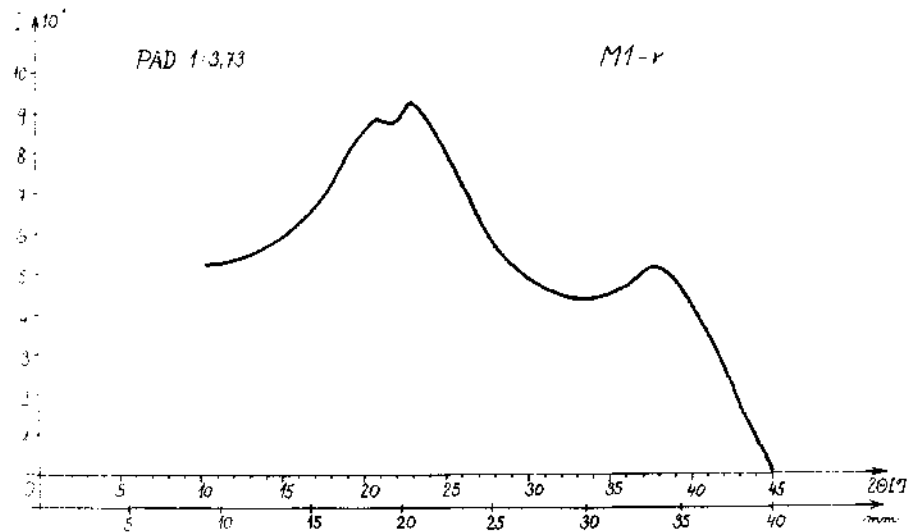
VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 39



Obr. 19 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,20  
(zařízení Mikrometa 1)



Obr. 20 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,45  
(zařízení Mikrometa 1)



Obr. 21 : Rentgenogram PAD 6 - 1:3,73  
(zařízení Mikrometa 1)

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 41

5. O D I S K U S E .

Úkolem této diplomové práce bylo provést identifikaci vláken polyamidu 6 s dloužícími poměry 1:3,20; 1:3,45; 1:3,73. Identifikace byla provedena na základě měření orientace polovičním úhlem černání na paratropických rovinách vlákna. Ze získaných hodnot PUČ lze usoudit, že s rostoucím dloužícím poměrem klesá jeho hodnota, tzn. že se zvyšuje orientace makromolekul ve vlákně.

Ke stanovení exaktnější závislosti PUČ na dloužícím poměru by bylo potřeba většího počtu různě dloužených vzorků, čímž by se získal přesnější průběh této závislosti. V literatuře je uváděno, že pro polyamid vykazuje tato závislost při určitém dloužícím poměru vlákna minimum, ve kterém, jak uvádějí autoři, má materiál nejvýhodnější mechanické vlastnosti (10).

Dalším tématem bylo porovnání dvou rentgenografických metod. Metody na průchod s použitím válcového svazku záření a metody, používající štěrbinového svazku záření. Porovnání bylo provedeno jednak vzhledem k zobrazení difrakčních stop u obou metod a dále vzhledem k přesnosti měření. Přesnost měření byla zjišťována na základě výpočtu střední hodnoty periody identity, za použití rovin (020) (040) (070) pro příslušný dloužící poměr a pravděpodobné chyby příslušného souboru měření. Z rozboru vypočtených hodnot pravděpodobné chyby vyplývá,

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	42

že rozptyly jsou u metody s použitím goniometru menší, než u metody, použité na přístroji Mikrometa 1. Z toho lze usoudit, že intensity interferenčních čar jsou při použití štěrbinového svazku záření intenzivnější (na grafickém záznamu jsou maxima ostřejší) na rozdíl od metody válcového svazku záření, kde maxima jsou plošší a tím je určení vrcholu záznamu zatíženo subjektivní chybou při vyhodnocování. Aritmetické průměry jednotlivých hodnot vykazují naopak menší rozdíly v literatuře uváděné hodnoty periody identity pro polyamid 6 - /  $PI = 17,2/$  u metody s válcovým svazkem záření (11). Tuto nesrovnalost lze vysvětlit tím, že vlivem systematických chyb, které se mohou vyskytnout při rentgenování vzorku štěrbinovým svazkem záření, dochází k posunutí poloh interferenčních čar (8). Vliv chyb je popsán v dodatku.

Z provedené diskuse tedy vyplývá, že použitím Mikromety 2 s goniometrem lze dosahovat přesnějších výsledků než na Mikrometě 1 a to za předpokladu odstranění vlivu výše citovaných systematických chyb.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 43

6. 0 Z Á V Ě R.

Úkolem této diplomové práce byla identifi-  
kace syntetického materiálu s různým dložitím poměrem,  
porovnání metody na průchod pro válcový a štěrbinový  
svazek záření a označení zobrazování reflexí diatropic-  
kých rovin při štěrbinovém svazku záření. Z předešlých  
výsledků vyplývá:

- 1) s rostoucím dložitím poměrem roste orientace vláken
- 2) perioda identity vláken při metodě válcového svazku  
záření  $PI = 17,36$
- 3) použití metody štěrbinového svazku záření (Mikrometa 2  
s goniometrem) se jeví jako výhodnější
- 4) na zobrazování reflexí diatropických rovin při štěr-  
binovém svazku záření má výrazný vliv velikost štěr-  
binové clony.



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 44
<p>7. O SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Sodomka L. - Rentgenová difraktografie pevných látek SNTL Praha 1960</li> <li>2. Simon J. - Zkoušení textilních materiálů a výrobků (199-294) SNTL Praha 1955</li> <li>3. Beimler M. - Rentgenovy paprsky a paprsky gama v prů- myslu, SNTL Praha 1958</li> <li>4. Kochanovská A. - Strukturní rentgenografie, SNTL 1962</li> <li>5. Horák - Krupka - Šindelář - Technická fyzika, SNTL Praha</li> <li>6. Johan- Rotter- Slánský - Analýza látek rtg paprsky SNTL Praha 1970</li> <li>7. Huml R. - Rentgenovy difrakční metody užívané při stu- diu textur u makromolekulárních látek ČSAV Praha 1965</li> <li>8. Metodika práce na rtg difrakčním goniometru - ČSVTS</li> <li>9. Hladík a kol. - Textilní vlákna - SNTL 1970</li> <li>10. Hurt - Jambrich - Príspevok k sledovaniu niektorých texturných a štrukturných zmien silonových vlákien - SAV Bratislava</li> <li>11. Přednášky z jemné struktury vláken - 1969 - J.Černý</li> <li>12. Diplomová práce Z. Kadlecová - VŠST Liberec 1971</li> </ol>		

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 45

## 8. 0 D O D A T E K.

### 8. 1 Chyby, ovlivňující grafický záznam interferenčních čar (8).

Nepřesné nastavení vzdálenosti ohnisku rentgenky - vzorku - detektoru.

Nepřesným nastavením vzdálenosti ohniska rentgenky - středu vzorku - clony - před detektorem záření, t.j. nepřesné nastavení vzdálenosti  $R$ , vnáší chyby do určení správné šíře polohy interferenční čáry. Při nesprávném nastavení vzdálenosti  $R$  a změně o  $\Delta R$  činí velikost chyby

$$\Delta \Theta_h = \Delta R \cdot \frac{b \cdot s}{2 R^2}$$

$\Delta \Theta_h$  - změna šíře interferenční čáry

$b \cdot s$  - šíře rozbíhavého primárního svazku záření

$R$  - poloměr základní kružnice goniometru

Vliv přesazení čelní roviny vzorku mimo střed goniometru.

V tomto případě je nutné, aby vzorek usazený do držáku, určeného k uchycení vzorku byl přesně v ose vřete-  
ne goniometru. Při chybném usazení dostaneme nepřesné výsledky v určení polohy interferenční čáry a dojde také ke ztrátě intenzity interferenční čáry. Velikost posunutí je dána vztahem

$$\Delta \Theta = \frac{s \cdot \cos \Theta}{R}$$

Vliv nepřesného nastavení <sup>poměru</sup> úhlu  $\theta/2\theta$

Při uspořádání středového goniometru je důležité, aby v každém dopadovém úhlu vzorku oproti primárnímu rtg záření byl detektor v odpovídajícím úhlu  $2\theta$ . Dojde-li k vychýlení plochy preparátu jen o malý úhel  $\Delta\theta$ , zeslabuje se intenzita interferovaného záření dle vztahu

$$\frac{\Delta I}{I} = 1 \pm \Delta\theta \cotg \theta$$

mění se tvar interferenčních čar a úhel nutný k určení polohy maxim. Velikost odchylky činí

$$\Delta\theta = \frac{b \cdot s}{R} \cdot \cotg \theta \cdot \Delta\theta$$

Vliv rychlosti ramene časových konstant integrátoru na polohu interferenčních čar.

Difraktované rtg záření prochází clonou do vlastního detektoru. Tam se záření zpracovává a registruje. Při registraci musíme mít na zřeteli, že intenzita, poloha i tvar interferenčních čar závisí na :

- 1) rychlosti otáčení ramene goniometru
- 2) velikosti použitých clon
- 3) nastavené citlivosti
- 4) nastavení časových konstant integrátoru
- 5) stabilisaci záření

K posunutí interferenčních čar při registraci rentgenogramu dochází vlivem použití časových konstant integrátoru a použité rychlosti otáčení ramene goniometru.

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 47

PAD 6 - 1:3,20 - rovník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_4$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_4$	I
45° 00'	150	0,0000	30° 25'	63	0,5734
44 40	148	0,0128	29 50	57	0,6165
44 20	139	0,0753	29 25	52	0,6508
44 00	140	0,0628	28 50	50	0,6602
43 30	131	0,1283	28 15	43	0,7127
43 10	128	0,1425	27 40	43	0,7127
42 50	125	0,1623	27 00	35	0,7620
42 20	122	0,1835	26 30	30	0,8000
42 00	121	0,1901	26 00	27	0,8203
41 40	119	0,2013	25 30	19	0,8705
41 10	112	0,2521	24 50	16	0,8930
40 50	108	0,2735	24 20	12	0,9215
40 20	100	0,3301	23 37	7	0,9508
39 50	96	0,3615	23 00	4	0,9765
39 30	94	0,3721	22 25	6	0,9591
39 15	91	0,3915	21 50	11	0,9233
38 40	88	0,4115	21 10	6	0,9591
38 13	86	0,4236	20 30	8	0,9445
37 50	88	0,4115	19 55	10	0,9308
37 20	89	0,4005	19 20	16	0,8929
36 50	91	0,3921	18 40	17	0,8810
36 25	100	0,3301	18 00	28	0,8093
36 00	102	0,3157	17 20	34	0,7725
35 27	104	0,3050	16 40	39	0,7363
35 00	100	0,3301	16 03	43	0,7115
34 30	98	0,3451	15 20	46	0,6930
34 00	97	0,3506	14 42	47	0,6820
33 35	91	0,3901	14 00	50	0,6637
33 00	89	0,4025	13 20	54	0,6370
32 30	83	0,4428	12 40	56	0,6215
32 00	77	0,4851	12 00	58	0,6108
31 30	76	0,4901	11 20	58	0,6108
31 00	73	0,5120	10 30	61	0,5915

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 48

PAD 6 - 1:3,20 - poledník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I
45° 00'	150	0,0000	29° 25'	122	0,1821
44 40	149	0,0009	28 50	118	0,2093
44 20	148	0,0123	28 15	110	0,2651
44 00	147	0,0193	27 40	105	0,2951
43 30	146	0,0241	27 00	101	0,3258
43 10	145	0,0325	26 30	91	0,3891
42 50	139	0,0693	26 00	88	0,4128
42 20	136	0,0957	25 30	84	0,4390
42 00	135	0,1015	24 50	73	0,5098
41 40	132	0,1150	24 20	63	0,5753
41 10	130	0,1325	23 37	58	0,6125
40 50	126	0,1538	23 00	52	0,6523
40 20	121	0,1923	22 25	46	0,6915
39 55	118	0,2161	21 50	42	0,7193
39 30	117	0,2195	21 10	34	0,7678
39 15	111	0,2581	20 30	29	0,8025
38 40	108	0,2815	19 55	30	0,8030
38 13	106	0,2897	19 20	31	0,7925
37 50	107	0,2863	18 40	32	0,7831
37 20	110	0,2651	18 00	38	0,7445
36 50	112	0,2531	17 20	44	0,7053
36 25	118	0,2157	16 40	45	0,6988
36 00	120	0,1998	16 03	46	0,6950
35 27	121	0,1886	15 20	45	0,6988
35 00	122	0,1890	14 42	44	0,7053
34 30	129	0,1351	14 00	44	0,7053
34 00	135	0,0993	13 20	42	0,7195
33 35	136	0,0875	12 40	38	0,7451
33 00	140	0,0638	12 00	28	0,8090
32 30	143	0,0435	11 20	16	0,8927
32 00	145	0,0297	10 30	12	0,9163
31 30	144	0,0365	9 15	24	0,8343
31 00	143	0,0398	8 30	31	0,7891
30 25	135	0,0993	7 50	43	0,7126
29 50	131	0,1231	7 10	50	0,6620

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra K M V
Fakulta textilní		DP 49

PAD 6 - 1:3,45 - rovník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I
45° 00'	550	0,0000	30° 25'	374	0,3196
44 40	544	0,0100	29 50	373	0,3208
44 20	537	0,0225	29 25	337	0,3855
44 00	533	0,0296	28 50	328	0,4026
43 30	532	0,0326	28 15	295	0,4621
43 10	528	0,0390	27 40	275	0,4991
42 50	519	0,0558	27 00	235	0,5725
42 20	509	0,0728	26 30	222	0,5963
42 00	504	0,0825	26 00	212	0,6123
41 40	501	0,0966	25 30	193	0,6481
41 10	495	0,0995	24 50	147	0,7320
40 50	494	0,1012	24 20	110	0,7993
40 20	488	0,1115	23 37	86	0,8438
39 55	484	0,1197	23 00	58	0,8953
39 30	489	0,1096	22 25	74	0,8651
39 15	484	0,1197	21 50	72	0,8675
38 40	480	0,1256	21 10	69	0,8731
38 13	478	0,1305	20 30	73	0,8678
37 50	474	0,1365	19 55	102	0,8135
37 20	475	0,1353	19 20	110	0,7993
36 50	475	0,1353	18 40	81	0,8531
36 25	475	0,1353	18 00	165	0,6993
36 00	475	0,1353	17 20	190	0,6531
35 27	471	0,1428	16 40	200	0,6351
35 00	462	0,1596	16 03	214	0,6093
34 30	451	0,1787	15 20	221	0,5973
34 00	445	0,1896	14 42	225	0,5896
33 35	444	0,1921	14 00	239	0,5638
33 00	434	0,2097	13 20	234	0,5731
32 30	425	0,2256	12 40	235	0,5710
32 00	418	0,2391	12 00	240	0,5621
31 30	409	0,2563	11 20	246	0,5512
31 00	392	0,2863			

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	50

PAD 6 - 1:3,45 - poledník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I
45° 00'	490	0,0000	29° 25'	393	0,1963
44 40	489	0,0019	28 50	392	0,2000
44 20	484	0,0120	28 15	380	0,2235
44 00	483	0,0128	27 40	363	0,2581
43 30	479	0,0215	27 00	367	0,2496
43 10	476	0,0285	26 30	349	0,2861
42 50	475	0,0300	26 00	335	0,3156
42 20	477	0,0291	25 30	331	0,3238
42 00	474	0,0312	24 50	307	0,3721
41 40	475	0,0300	24 20	300	0,3865
41 10	454	0,0721	23 37	276	0,4351
40 50	449	0,0823	23 00	279	0,4296
40 20	444	0,0935	22 25	246	0,4963
39 50	442	0,0972	21 50	235	0,5186
39 30	440	0,1008	21 10	219	0,5528
39 15	435	0,1103	20 30	202	0,5863
38 40	431	0,1200	19 55	199	0,5925
38 13	426	0,1297	19 20	208	0,5736
37 50	427	0,1289	18 40	204	0,5826
37 20	434	0,1123	18 00	214	0,5628
36 50	440	0,1012	17 20	218	0,5536
36 25	442	0,0976	16 40	221	0,5485
36 00	449	0,0823	16 03	156	0,6803
35 27	450	0,0804	15 20	200	0,5915
35 00	446	0,0896	14 42	194	0,6028
34 30	444	0,0938	14 00	180	0,6325
34 00	443	0,0952	13 20	151	0,6915
33 35	441	0,1000	12 40	146	0,7018
33 00	441	0,1000	12 00	128	0,7385
32 30	435	0,1115	11 20	103	0,7895
32 00	434	0,1123	10 30	98	0,7997
31 30	425	0,1326	9 15	111	0,7733
31 00	405	0,1721	8 30	140	0,7125
30 25	403	0,1765	7 50	165	0,6628
29 50	397	0,1891	7 10	180	0,6329

VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	51

PAD 6 - 1:3,73 - rovník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I
45° 00'	495	0,0000	30° 25'	248	0,4991
44 40	487	0,0153	29 50	247	0,4999
44 20	445	0,0991	29 25	241	0,5120
44 00	444	0,1005	28 50	238	0,5190
43 30	429	0,1330	28 15	209	0,5760
43 10	418	0,1553	27 40	207	0,5815
42 50	391	0,2086	27 00	182	0,6310
42 20	378	0,2351	26 30	150	0,6950
42 00	352	0,2905	26 00	141	0,7150
41 40	351	0,2996	25 30	117	0,7621
41 10	328	0,3563	24 50	87	0,8230
40 50	309	0,3751	24 20	68	0,8625
40 20	292	0,4091	23 37	51	0,8950
39 55	269	0,4551	23 00	36	0,9265
39 30	203	0,5891	22 25	48	0,8991
39 15	198	0,5917	21 50	54	0,8890
38 40	241	0,5120	21 10	49	0,9000
38 13	238	0,5210	20 30	54	0,8890
37 50	237	0,5200	19 55	61	0,8750
37 20	243	0,5090	19 20	97	0,8026
36 50	247	0,4991	18 40	102	0,7926
36 25	252	0,4890	18 00	141	0,7150
36 00	254	0,4850	17 20	157	0,6820
35 27	257	0,4790	16 40	180	0,6350
35 00	269	0,4551	16 03	190	0,6150
34 30	272	0,4490	15 20	198	0,5997
34 00	274	0,4450	14 42	203	0,5896
33 35	274	0,4450	14 00	210	0,5750
33 00	274	0,4450	13 20	221	0,5530
32 30	265	0,4630	12 40	223	0,5500
32 00	164	0,4650	12 00	225	0,5450
31 30	261	0,4721	11 20	237	0,5210
31 00	257	0,4800	10 30	247	0,5105



VŠST Liberec	Identifikace vybraných syntetických vláken pomocí rtg analýzy	Katedra	K M V
Fakulta textilní		DP	52

PAD 6 - 1:3,73 - poledník  
-----

$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I	$2\theta [^\circ]$	$I_1$	I
45° 00'	590	0,0000	29° 25'	505	0,1426
44 40	583	0,0115	28 50	496	0,1586
44 20	582	0,0135	28 15	513	0,1893
44 00	576	0,0231	27 40	472	0,1995
43 30	558	0,0526	27 00	464	0,2132
43 10	552	0,0631	26 30	434	0,2632
42 50	535	0,0921	26 00	428	0,2738
42 20	531	0,0996	25 30	415	0,2965
42 00	529	0,1031	24 50	399	0,3235
41 40	527	0,1053	24 20	374	0,3656
41 10	523	0,1120	23 37	354	0,4000
40 50	575	0,0290	23 00	313	0,4681
40 20	572	0,0350	22 25	297	0,4953
39 50	505	0,1430	21 50	295	0,4993
39 30	500	0,1523	21 10	279	0,5268
39 15	554	0,0610	20 30	266	0,5481
38 40	492	0,1653	19 55	271	0,5397
38 13	490	0,1693	19 20	277	0,5296
37 50	491	0,1673	18 40	274	0,5350
37 20	495	0,1596	18 00	279	0,5260
36 50	506	0,1421	17 20	281	0,5230
36 25	507	0,1410	16 40	281	0,5230
36 00	512	0,1315	16 03	281	0,5230
35 27	523	0,1135	15 20	253	0,5681
35 00	530	0,1009	14 42	254	0,5701
34 30	531	0,0999	14 00	228	0,6132
34 00	537	0,0896	13 20	201	0,6681
33 35	537	0,0896	12 40	185	0,6853
33 00	537	0,0896	12 00	170	0,7106
32 30	533	0,0951	11 20	142	0,7591
32 00	531	0,0996	10 30	138	0,7651
31 30	530	0,1012	9 15	152	0,7421
31 00	525	0,1100	8 30	169	0,7130
30 25	518	0,1205	7 50	178	0,6983
29 50	512	0,1310	7 10	203	0,6550