

Über die Intensitätsverteilung der Faserdiagramme.

Von Yukichi GO, Saburo NAGATA und Jiro KAKINOKI.

(Eingegangen am 15. Januar 1938.)

I. Einleitung. Für die Entstehung der Faserstrukturen sind allgemein zwei Gründe massgebend, nämlich das natürliche Wachstum und die mechanische Deformation.

Als Wachstumsfaserstrukturen kann man nennen die von allen organischen Pflanzenfasern, ferner von tierischen Haaren und Wolle und vielleicht noch die von mineralischen Fasern.

Demgegenüber ist die Faserstruktur bei der Naturseide, Seidenstramin, Kunstseide, Zellwolle und den dünnen Metallfasern auf Einflüsse der mechanischen Deformation zurückzuführen.

Aber auch die oben angegebenen Fasern haben nicht immer die einfache Faserstruktur, sondern es können auch Spiralfaserstruktur,⁽¹⁾ Ringfaserstruktur und ganz allgemein noch abweichende Strukturen verschiedenen Grades vorliegen.

Im Folgenden wird nun die Intensitätsverteilung bei Röntgenaufnahmen dieser verschiedenen Faserstrukturen besprochen.

Über die Beziehung zwischen der Orientierung der Kristallite und der Intensitätsverteilung von Röntgenfaserdiagrammen existiert bisher nicht viele Literatur. Nach der allgemeinen qualitativen Systematisierung von K. Weissenberg,⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾ hat O. Kratky⁽⁴⁾ zum ersten Mal einen quantitativen Ausdruck für die Äquator-Reflexe der Spiralfaserstruktur abgeleitet, als er den Deformationsmechanismus der Faserstoffe untersuchte. I. Sakurada und K. Hutino haben für den Fall der Ringfaserstruktur die Intensitätsverteilung nicht nur für die Äquator-Reflexe, sondern auch für die allgemeinen Reflexe quantitativ diskutiert. Der noch allgemeinere Fall, nämlich der allgemeinen Reflexe der verschiedenen Faserstrukturen, wurde im hiesigen Laboratorium untersucht.⁽⁶⁾ Beinahe zur gleichen Zeit hat C. Matano nach eigener Rechnungsweise ebenfalls den allgemeinen Fall behandelt.⁽⁷⁾

(1) K. Weissenberg, *Z. Physik*, **8** (1921), 20.

(2) K. Weissenberg, *Ann. Physik*, **69** (1922), 421.

(3) K. Weissenberg, *Z. Krist.*, **61** (1925), 58.

(4) O. Kratky, *Kolloid-Z.*, **64** (1933), 213.

(5) I. Sakurada und K. Hutino, *Sci. Papers Inst. Phys. Chem. Research (Tokyo)*, **24** (1934), 193.

(6) Y. Go, J. Kakinoki und S. Nagata, *Rept. Japan. Assoc. Adv. Sci.*, **12** (1937), 128.

(7) C. Matano, *J. Soc. Chem. Ind. Japan*, **39** (1936), 478.

II. Anwendung der Polanyi'schen Lagenkugel. Für die Diskussion des Faserdiagrammes ist bekanntlich die Anwendung der Polanyi'schen Lagenkugel⁽⁸⁾ am bequemsten. Jeder Kristallit des Aggregates wird durch Parallelverschiebung in den Mittelpunkt einer Einheitskugel gebracht und die Durchstosspunkte seiner Achsen an der Kugeloberfläche werden aufgesucht. Die „Dichte“ oder „Belegungsdichte“, welche diese „Repräsentationspunkte“ an einer bestimmten Stelle haben, ist ein Mass für die Häufigkeit der entsprechenden Achsenrichtung. Die Dichteverteilung dieser „Repräsentationspunkte“ auf der Lagenkugel zeigt den Ordnungszustand der Kristallite im Aggregat.

Für die Ermittlung der Intensitätsverteilung längs des Debye-Scherrer-Kreises jedoch muss in erster Linie die Dichteverteilung der Netzebenenrepräsentationspunkte auf der Lagenkugel entlang dem Reflexionskreise untersucht werden.

III. Verhältnisse auf der Lagenkugel. Die Lagenkugel für die Diskussion der Intensitätsverteilung ist in Abb. 1 abgebildet. Die Röntgenstrahlen gehen durch S_0 nach O. Eine zu untersuchende ideale Spiralfaser befindet sich im Punkte O und ihre Faserachse OF steht senkrecht zur Richtung S_0O . Da die Kristallitachse OC der Faser, welche mit der Symmetriechse OF einen Winkel φ bildet, um diese gleichmässig verteilt ist, bildet der geometrische Ort von C einen Kreis, welcher OF als seine Achse besitzt.

Die Normale von der Netzebene, welche bestimmten Netzebenenabstand „d“ besitzt verteilt sich um OC herum gleichmässig mit dem bestimmten Winkel ρ . Der geometrische Ort der Repräsentationspunkte dieser Normalen bilden einen sogenannten „Netzebenenkreis“ um die Achse OC.

Während die Kristallitachse OC um die Faserachse OF herum verteilt ist und ihre Repräsentationspunkte C folglich einen Kreis bilden, bestreicht der Netzebenenkreis eine Zone (auf der Abbildung schraffiert) auf der Lagenkugel. Alle Repräsentationspunkte der in Frage kommenden Netzebenen fallen also in diese Zone hinein. Diese Zone kann man die „Netzebenenzone“ nennen.

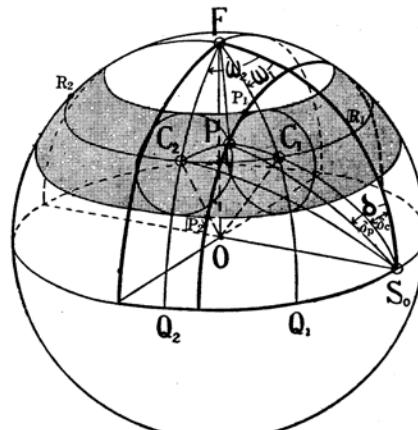


Abb. 1.

(8) M. Polanyi, *Z. Physik*, 7 (1921), 149.

Im allgemeinen wenn die den bestimmten Netzebenenabstand „ d “ besitzende Netzebene die Röntgenstrahlen reflektiert, muss ihre Normale nach einer bestimmten Richtung gerichtet sein, welche die Bragg'sche Beziehung $n\lambda = 2ds\sin\theta$ erfüllt. Der geometrische Ort der Repräsentationspunkte einer solchen Normale bildet einen sogenannten „Reflexionskreis“ auf der Lagenkugel um die Achse OS_0 , welche von dem Punkt S_0 den Abstand $90^\circ - \theta$ besitzt.

Der Schnittpunkt von Reflexionskreis und Netzebenenkreis bildet einen Interferenzpunkt auf dem Debye-Scherrer-Kreis. Der Punkt P in Abb. 1 ist ein dieser Reflexionsstelle entsprechender Punkt auf der Lagenkugel.

Der Richtungswinkel δ einer Reflexionsstelle längs des Debye-Scherrer-Kreises wird auf der photographischen Platte von der Projektionslinie der Achse OF aus gemessen, und zwar von dem Punkte S_0 aus gesehen nach links als positiv. Dann ist der Winkel zwischen den beiden Hauptkreisen FS_0 und PS_0 kein anderer als δ .

IV. Diskussion der Intensitätsverteilung. Einerseits denken wir uns die Intensität an der Reflexionsstelle proportional der Anzahl der Kristallitachsen, welche in dem kleinen Bereich $d\delta$ ihren Einfluss ausüben.

Die Lage der Repräsentationspunkte C der Kristallitachse OC , deren Netzebenenkreis den Reflexionskreis im Punkte P schneidet, wird durch den Winkel ω bestimmt. Dabei ist ω der Winkel zwischen den Hauptkreisen FS_0 und FC , gemessen von F aus gesehen nach rechts als positiv. Die Zahl der Kristallitachsen ist dann proportional $d\omega$ und die gesuchte Intensität muss dem Werte $\frac{d\omega}{d\delta}$ proportional sein.

Andererseits kann man die Wanderungsgeschwindigkeit des Punktes P —längs des Reflexionskreises zwischen P_1 und P_2 —mit $v = \frac{d\delta}{dt}$ annehmen, während die Kristallitachse OC mit der konstanten Geschwindigkeit $\frac{d\omega}{dt} = \text{Konst.}$ um ihre Achse rotiert. Nach der Beziehung $\frac{d\delta}{d\omega} \cdot \frac{d\omega}{dt} = \frac{d\delta}{dt}$ ist daher $\frac{d\omega}{d\delta} = \frac{1}{v}$. Also ist die gesuchte Intensität proportional $\frac{1}{v}$. Je schneller also der Punkt P längs des Reflexionskreises wandert, desto kleiner wird die Intensität der entsprechenden Reflexionsstelle im Diagramm. Unsere Aufgabe besteht nunmehr darin, den Wert von $\frac{d\delta}{d\omega}$ oder v auszurechnen. Der Winkel δ wird in zwei geteilt; δ_c ist derjenige zwischen den beiden Hauptkreisen CS_0 und FS_0 , und δ_p der zwischen PS_0 und CS_0 .

$$\delta = \delta_c \pm \delta_p \quad (1)$$

$$\therefore \frac{d\delta}{d\omega} = \frac{d\delta_c}{d\omega} \pm \frac{d\delta_p}{d\omega}$$

Aus den drei sphärischen Dreiecken PCS₀, FCS₀ und CQS₀ (Q ist der Schnittpunkt eines zu OF senkrecht stehenden und durch den Punkt S₀ gehenden Hauptkreises SQ mit dem Hauptkreis FC) können die folgenden drei Gleichungen abgeleitet werden.

$$\cos \delta_p = (\cos \rho - \cos \beta \sin \theta) / \sin \beta \cos \theta \quad (2),$$

$$\cos d_c = \cos \varphi / \sin \beta \quad (3),$$

$$\cos \beta = \sin \varphi \cos \omega \quad (4),$$

wobei β der Winkel zwischen OC und OS₀ ist.

Aus diesen drei Grundbeziehungen folgt:

$$\begin{aligned} \frac{d\delta}{d\omega} = & \frac{\sin \varphi}{(1 - \sin^2 \varphi \cos^2 \omega)} \left\{ \cos \varphi \cos \omega \pm \mu \sin \omega (\sin \varphi \cos \omega \cos \rho - \sin \theta) \right. \\ & \times \left. (\cos^2 \theta - \sin^2 \varphi \cos^2 \omega - \cos^2 \rho + 2 \cos \rho \sin \theta \sin \varphi \cos \omega)^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (5), \end{aligned}$$

\pm ist bestimmt nach (1): $\mu = +1$ wenn $\sin \delta_p \geq 0$ und $\mu = -1$ wenn $\sin \delta_p < 0$.

Da im allgemeinen jeder Interferenzpunkt P zu zwei Netzebenenkreisen (C₁ und C₂ in Abb. 1) gehören kann, so müssen beide bei der Rechnung berücksichtigt werden. Dementsprechend sind auch für ω zwei Werte ω_1 und ω_2 möglich und wird nach jedem einzelnen bestimmt, nämlich $v_1 = \frac{d\delta}{d\omega_1}$ und $v_2 = \frac{d\delta}{d\omega_2}$.

$$v_1 = \left(\frac{d\delta}{d\omega} \right)_{\omega=\omega_1} = \frac{A}{A^2 - B_1^2} \left\{ \cos \varphi \cdot B_1 + \kappa_1 \frac{(\cos \rho \cdot B_1 - \sin \theta \cdot A) \sqrt{\sin^2 \varphi \cdot A^2 - B_1^2}}{\sqrt{A^2 \cos^2 \theta - B_1^2 - A^2 \cos^2 \rho + 2 \cos \rho \sin \theta \cdot A \cdot B_1}} \right\}$$

$$v_2 = \left(\frac{d\delta}{d\omega} \right)_{\omega=\omega_2} = (B_1 \text{ und } \kappa_1 \text{ sind durch } B_2 \text{ und } \kappa_2 \text{ zu ersetzen}).$$

Wobei $A = 1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta$

$$B_1 = \sin \theta \cos \rho - \cos \varphi \cos \delta \sin \theta \cos \theta + \cos \theta \sin \delta \sqrt{c}$$

$$B_2 = \sin \theta \cos \rho - \cos \varphi \cos \delta \sin \theta \cos \theta - \cos \theta \sin \delta \sqrt{c}$$

$$c = \sin^2 \varphi - \cos^2 \rho - \cos^2 \theta \cos^2 \delta + 2 \cos \rho \cos \varphi \cos \theta \cos \delta$$

κ_1 und κ_2 sind +1 oder -1.

Die gesuchte Intensität ist nun:

$$I \propto \left| \frac{1}{v_1} \right| + \left| \frac{1}{v_2} \right| \quad (7),$$

Einige spezielle Fälle.

(A) Äquator-Reflexe der Spiralfaserstruktur $\rho = 90^\circ$.

$$\begin{aligned} v_1 &= \frac{A}{A^2 - B_1^2} \left\{ \cos \varphi B_1 + \frac{\sin \theta A \sqrt{\sin^2 \varphi A^2 - B_1^2}}{\sqrt{A^2 \cos^2 \theta - B_1^2}} \right\} \\ v_2 &= \frac{A}{A^2 - B_2^2} \left\{ \cos \varphi B_2 - \kappa_2 \frac{\sin \theta A \sqrt{\sin^2 \varphi A^2 - B_2^2}}{\sqrt{A^2 \cos^2 \theta - B_2^2}} \right\} \end{aligned} \quad (8)$$

κ_1 ist hierbei immer -1 und nur κ_2 muss wie folgt bestimmt werden:

- (1) wenn $\cos \delta < \tan \varphi \tan \theta$
 - wenn $\cos \delta \leq \cos \varphi \sin \theta$, $\kappa_2 = \pm 1$
 - wenn $\cos \delta = \cos \varphi \sin \theta$, $v_2 = \infty$ unabhängig von κ_2
- (2) wenn $\cos \delta = \tan \varphi \tan \theta \dots \dots v_2 = -\tan \varphi \dots \dots \dots$
- (3) wenn $\cos \delta > \tan \varphi \tan \theta \dots \dots \kappa_2 = -1$

(B) (i) Ringfaserstruktur (allgemeine Reflexe) $\varphi = 90^\circ$.

$$v_{1,2} = \frac{A(\cos \rho B_{1,2} - \sin \theta A)}{\sqrt{A^2 - B_{1,2}^2}} \times \left\{ A^2 \cos^2 \theta - B_{1,2}^2 - A^2 \cos^2 \rho + 2 \cos \rho \sin \theta A B_{1,2} \right\}^{-\frac{1}{2}} \quad (9)$$

(ii) Äquator-Reflexe der Ringfaserstruktur $\varphi = 90^\circ$, $\rho = 90^\circ$.

$$v_1 = v_2 = (1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta) / \cos \delta \sin \theta \cos \theta \quad (10)$$

Die Gleichungen (9) und (10) stimmen mit denjenigen überein, welche von Sakurada und Hütino abgeleitet wurden.

V. Systematisierung der verschiedenen Diagramm-Typen. Da die Intensität I nicht imaginär sein kann, kann

$$C = \sin^2 \varphi - \cos^2 \rho - \cos^2 \theta \cos^2 \delta + 2 \cos \rho \cos \varphi \cos \theta \cos \delta$$

keinen negativen Wert haben und damit folgt:

$$\frac{\cos(\varphi - \rho)}{\cos \theta} \geq \cos \delta \geq \frac{\cos(\varphi + \rho)}{\cos \theta} \quad (11).$$

Unter Zugrundelegung dieser Bedingung kann man sämtliche möglichen Diagrammtypen systematisieren, wie es in der folgenden Tabelle 1 gezeigt wird.

Dabei scheiden von vornherein die zwei folgenden Fälle aus:

- (1) Wenn $\theta > \rho + \varphi$ ist, tritt kein Reflex auf.
- (2) kann nicht 0 sein.

Tabelle 1.

1		$\begin{cases} \rho = 0 \\ \theta = \varphi \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = 0 \\ \theta = \varphi \end{cases}$	$\begin{cases} \rho < \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta = \varphi + \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta = 2\varphi \end{cases}$	$\begin{cases} \rho > \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta = \rho + \varphi \end{cases}$
		$\begin{cases} \rho = 0 \\ \varphi = 90^\circ \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = 90^\circ \\ \varphi = 0 \end{cases}$			
2		$\begin{cases} \rho = 0 \\ \varphi = 90^\circ \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = 90^\circ \\ \varphi = 0 \end{cases}$			
3		$\begin{cases} \rho = 0 \\ \varphi + 90^\circ \end{cases}$	$\begin{cases} \varphi = 0 \\ \theta < \rho \neq 90^\circ \end{cases}$			
4		$\begin{cases} \rho < \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta < \varphi - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho > \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta < \rho - \varphi \end{cases}$			
5		$\begin{cases} \rho < \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq \varphi - \rho \\ \theta < \varphi + \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta < 2\varphi \end{cases}$	$\begin{cases} \rho > \varphi \\ \rho < 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq \rho - \varphi \\ \theta < \rho + \varphi \end{cases}$		
6		$\begin{cases} \rho < \varphi \\ \rho = 90^\circ - \varphi \\ \theta < \varphi - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho < \varphi = 90^\circ \\ \theta < 90^\circ - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho > \varphi \\ \rho = 90^\circ - \varphi \\ \theta < \rho - \varphi \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = 90^\circ > \varphi \\ \theta < 90^\circ - \varphi \end{cases}$	
7		$\begin{cases} \rho < \varphi = 90^\circ \\ \theta = 90^\circ - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho < \varphi \\ \rho = 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq \varphi - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho < \varphi \neq 90^\circ \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq 180^\circ - (\varphi + \rho) \end{cases}$	$\begin{cases} \rho < \varphi = 90^\circ \\ \theta > 90^\circ - \rho = \varphi = 45^\circ \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = \varphi \neq 90^\circ \\ \theta \geq 180^\circ - 2\rho \end{cases}$
8		$\begin{cases} \rho < \varphi \neq 90^\circ \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta < \varphi - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} 90^\circ \neq \rho > \varphi \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta < \rho - \varphi \end{cases}$	$\rho = \varphi = 90^\circ$	$\begin{cases} \rho > \varphi \\ \rho = 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq \rho - \varphi \end{cases}$	$\begin{cases} 90^\circ \geq \rho > \varphi \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq 180^\circ - (\varphi + \rho) \end{cases}$
9		$\begin{cases} \rho < \varphi \neq 90^\circ \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta \geq \varphi - \rho \end{cases}$	$\begin{cases} \rho = \varphi \neq 90^\circ \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta < 180^\circ - 2\varphi \end{cases}$	$\begin{cases} 90^\circ \neq \rho > \varphi \\ \rho > 90^\circ - \varphi \\ \theta < 180^\circ - (\varphi + \rho) \end{cases}$		

Diese Tabelle zeigt natürlich nur die typischen Formen der Diagramme, gibt dagegen keine Auskunft über die Intensitätsverhältnisse.

Alle diese Reflexions- bzw. Diagramm-Typen können ebenfalls abgeleitet werden ohne die Beziehung (11) anzuwenden, und zwar mit Hilfe einer einfachen Betrachtung der Lagenkugel. Dieses hat bereits früher K. Weissenberg getan. Einer der von K. Weissenberg beschriebenen Fälle muss aber hier korrigiert werden. Für den Fall $\rho > \varphi$ wurde von ihm ein Diagrammtypus besprochen, der durch eine Intensitätsverdopplung in der vertikalen Mittellinie charakterisiert war. Aber wie man in der Tabelle 1 deutlich sieht, existiert diese Möglichkeit nicht.

Eine experimentelle Bestätigung hierfür konnte wie folgt durchgeführt werden. Ein Steinsalzkristall wurde um eine Achse herumgedreht, welche ihrerseits nochmals mit dem Neigungswinkel $\varphi = 51^\circ 10'$

(dem Spiralwinkel entsprechend) um eine zweite Achse rotierte. Bestrahlt man diesen rotierenden Kristall senkrecht zur zweiten Drehachse, dann erhält man ein der idealen Spiralfaserstruktur entsprechendes Diagramm. Trotzdem die Reflexionen der Ebenen (111), (200) und (220) die Bedingung $\rho > \varphi$ erfüllen, tritt dabei keine Intensitätsverdopplung in der vertikalen Mittellinie auf. Ein schematisches Bild und die Winkelverhältnisse werden in Abb. 2 und Tabelle 2 gezeigt.

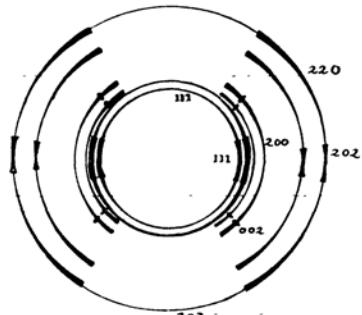


Abb. 2.

Tabelle 2.

Index	λ	$\varphi = 51^\circ 10'$		K_α	K_β	Reflexe
		ρ	γ			
111	α	54°41'	13°41'	0°	106°20'	()
	β	54°41'	12°21'	0°	106°10'	()
200	α	90°	15°51'	36°	144°	()
	β	90°	14°18'	36°30'	143°30'	()
002	α	0°	15°51'	49°20'	49°20'	- -
	β	0°	14°18'	49°40'	49°40'	- -
220	α	90°	22°42'	32°20'	147°40'	()
	β	90°	20°42'	33°50'	146°10'	()
202	α	45°	22°42'	0°	96°40'	()
	β	45°	20°24'	0°	96°30'	()

VI. Vergleich der Intensitätsformeln von verschiedenen Autoren. Jeder Autor hat nach eigenem Arbeitsprinzip die Verteilungsfunktionen ausgerechnet und ist zu verschiedenen Formeln gekommen, die aber beinahe gleiche Kurven zeigen. Diese Formeln müssen zunächst auf eine gleiche Bezeichnungsweise gebracht und dann zusammengestellt werden.

(1) *Spiralfaserstruktur.* (a) Allgemeine Reflexe.

$$(i) \text{ unsere Formel: } I \propto \left| \frac{1}{v_1} \right| + \left| \frac{1}{v_2} \right|$$

$$v_{1,2} = \left(\frac{d\delta}{d\omega} \right)_{\omega_1, \omega_2} = \frac{A}{A^2 - B_{1,2}^2} \left\{ \cos \varphi \cdot B_{1,2} + \kappa_{1,2} \frac{(\cos \rho B_{1,2} - \sin \theta \cdot A) \sqrt{\sin \varphi A^2 - B_{1,2}^2}}{\sqrt{A^2 \cos^2 \theta - B_{1,2}^2 - A^2 \cos^2 \rho + 2 \cos \rho \sin \theta \cdot A \cdot B_{1,2}}} \right\}$$

$$A = 1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta$$

$$B_1 = \sin \delta \cos \rho - \cos \varphi \cos \delta \sin \theta \cos \theta + \cos \theta \sin \delta \sqrt{c}$$

$$B_2 = \text{, , } -\cos \theta \sin \delta \sqrt{c}$$

$$c = \sin^2 \varphi - \cos^2 \rho - \cos^2 \theta \cos^2 \delta + 2 \cos \rho \cos \varphi \cos \theta \cos \delta$$

(ii) Matano'sche Formel:

$$I \propto \frac{\sin \rho}{\sqrt{\sin^2 \varphi - \cos^2 \rho - \cos^2 \theta \cos^2 \delta + 2 \cos \theta \cos \rho \cos \varphi \cos \delta}}$$

$$\propto \frac{\sin \rho}{\sqrt{c}} \propto \frac{1}{\sqrt{c}} \quad (\sin \rho \text{ ist konstant bei einem bestimmten } \rho)$$

Die Matano'sche Formel ist viel einfacher als die von uns. Sie enthält nur den Ausdruck \sqrt{c} .

(b) Äquator-Reflexe. $\rho = 90^\circ$.

(i) unsere Formel:

$$v_{1,2} = \frac{A}{A^2 - B_{1,2}^2} \left\{ \cos \varphi \cdot B_{1,2} - \kappa_{1,2} \cdot \frac{\sin \theta \cdot A \sqrt{\sin^2 \varphi A^2 - B_{1,2}^2}}{\sqrt{A^2 \cos^2 \theta - B_{1,2}^2}} \right\},$$

$$I \propto \left| \frac{1}{v_1} \right| + \left| \frac{1}{v_2} \right|.$$

$$(ii) \text{ Matano: } I \propto \frac{1}{\sqrt{\sin^2 \varphi - \cos^2 \theta \cos^2 \delta}}.$$

$$(iii) \text{ Kratky: } I \propto \frac{\sin \varphi}{\sqrt{\sin^2 \varphi - \cos^2 \theta \cos^2 \delta}} \propto \frac{1}{\sqrt{\sin^2 \varphi - \cos^2 \theta \cos^2 \delta}}.$$

($\sin \varphi$ ist konstant bei einem bestimmten φ)

Hier stimmen die Formeln von Matano und Kratky überein.

(2) *Ringfaserstruktur.* (a) Allgemeine Reflexe.

(i) unsere Formel:

$$v_{1,2} = \frac{A(\cos \rho B_{1,2} - \sin \theta \cdot A)}{\sqrt{A^2 - B_{1,2}^2}} \times \left\{ A^2 \cos^2 \theta - B_{1,2}^2 - A^2 \cos^2 \rho + 2 \cos \rho \sin \theta A \cdot B_{1,2} \right\}^{-\frac{1}{2}},$$

$$I \propto \left| \frac{1}{v_1} \right| + \left| \frac{1}{v_2} \right|.$$

$$(ii) \text{ Matano: } I \propto \frac{\sin \rho}{\sqrt{1 - \cos^2 \rho - \cos^2 \theta \cos^2 \delta}}.$$

(b) Äquator-Reflexe.

$$(i) \text{ unsere Formel: } I \propto \frac{\cos \delta \sin \theta \cos \theta}{1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta}.$$

$$(ii) \text{ Matano: } I \propto \frac{1}{\sqrt{1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta}}.$$

$$(iii) \text{ Kratky: } I \propto \frac{1}{\sqrt{1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta}}.$$

$$(iv) \text{ Sakurada u. Hutino: } I \propto \frac{\cot \theta \cos \delta}{1 + \cot^2 \theta \sin^2 \delta} = \frac{\cos \delta \sin \theta \cos \theta}{1 - \cos^2 \delta \cos^2 \theta}.$$

Hier findet man zwei paarweise Übereinstimmungen, nämlich einerseits zwischen uns und Sakurada-Hutino, und andererseits zwischen Matano und Kratky.

Die zwei verschiedenen Funktionen sind in Abb. 3 graphisch dargestellt.

Die Kurven der Funktionen unterscheiden sich zu wenig von einander und auch die experimentelle Genauigkeit ist nicht gross genug, um die Richtigkeit der Funktionen einwandfrei festzustellen.

Es ist also notwendig irgendeinen Fall herauszusuchen, bei dem die Funktionen schon qualitativ verschieden sind. Die Maximum- und Minimumpunkte der Funktionen würden ausgerechnet und verglichen, aber leider findet man bei der Ringfaserstruktur in allen Fällen, und bei der Spiralfaserstruktur im Falle der Äquator-Reflexe keine Unterschiede. Nur bei den allgemeinen Reflexen der Spiralfaserstruktur ergibt sich die Möglichkeit einer Nachprüfung, da die Funktionen von uns und von Matano einen voneinander experimentell unterscheidbaren Minimumpunkt besitzen. Die Abb. 4 zeigt die Kurven für die Netzebene (021) der Cellulose; die ausgezogene Linie ist die nach unserer Funktion, die Gestrichelte Linie die nach Matano errechnete Kurve.

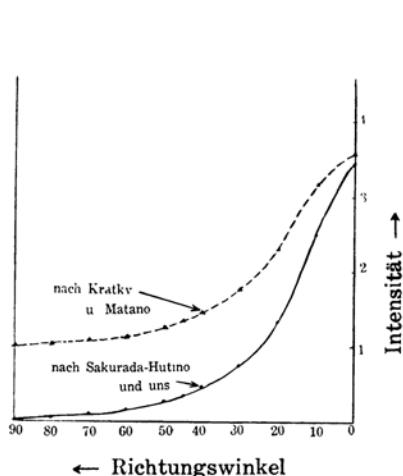


Abb. 3.

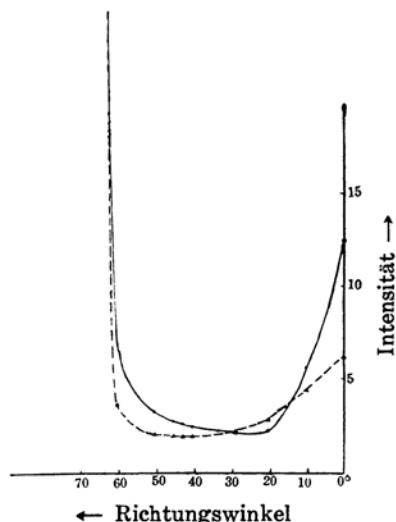


Abb. 4.

In unserer letzten Aufnahme konnten wir feststellen, dass die nach unserer Funktion errechnete Kurve mit dem experimentellen Ergebnis übereinstimmt.

VII. Realisierung der verschiedenen Faserstrukturen durch Rotation des „Einkristalls“ Wie es schon im Paragraph V erklärt ist, kann man durch die doppelte Rotation des „Einkristalls“ beliebige ideale Faserstrukturen realisieren. Hier zeigen wir das letzte Modell unserer Kamera und einige damit gemachte Aufnahmen.

Der Kristall K (Abb. 5) wird zunächst auf die Spitze einer Drehachse A gesetzt und mit einer konstanten Geschwindigkeit, welche durch einen kleinen synchronisierten Motor erzeugt wird, um eine bestimmte kristallographische Achse herum gedreht. Das ganze System lässt man dann nochmals um eine zweite Achse B (der Faserachse entsprechend) herum rotieren. Der Winkel φ zwischen den beiden Drehachsen A und B, welcher dem Spiralwinkel entspricht, ist beliebig regulierbar konstruiert. Durch die Blende S wird der Kristall senkrecht zur Achse B mit Röntgenstrahlen bestrahlt und das Diagramm wird auf einer flachen photographischen Platte oder einem zylindrisch gerollten Film F aufgenommen. Um längs des Debye-Scherrer-Kreises praktisch zu photometrieren, ist der zylindrisch gerollte Film geeignet, dessen Achse aber dabei mit dem Röntgenstrahlbündel übereinkommen muss. Da das „Einkristall“ der Cellulose selbst nicht hergestellt und daher auch nicht untersucht werden kann, so wird zur annäherungsweisen Realisierung beliebiger Faserstrukturen von

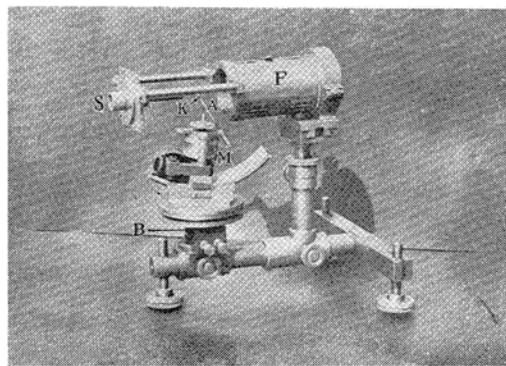


Abb. 5 Doppeldrehe-Kristall Kamera.

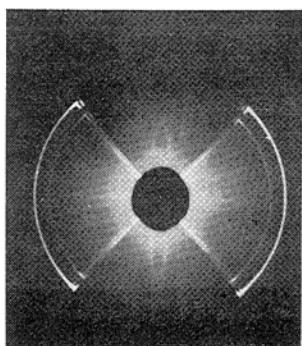


Abb. 6.

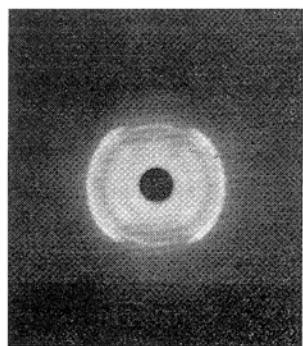


Abb. 7.

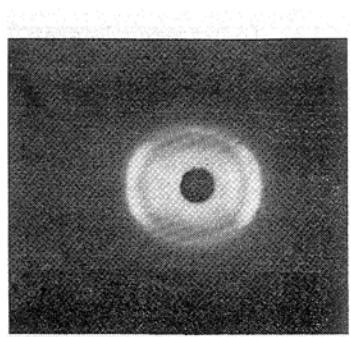


Abb. 8.

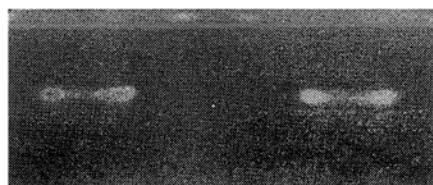


Abb. 9.

Cellulose die Ramiefaser benutzt, da diese den besten Parallelitätsgrad der Kristallite aufweist.

Natürlich ist es nicht notwendig, bei der Ramiefaser die Achse A rotieren zu lassen, weil sie schon axiale Symmetrie besitzt; ferner ist es auch nicht möglich, damit die ideale Spiralfaserstruktur zu realisieren, sondern nur die reale.

Abb. 6 und 7 zeigen die Spiralfaserdiagramme von NaCl und Cellulose ($\varphi = 45^\circ$), welche mit unserer Einrichtung aufgenommen sind. Die Intensitätsverteilungskurven dieser beiden Aufnahmen sind in Abb. 10 dargestellt.

Abb. 8 zeigt das Diagramm der natürlichen Spiralfaser der Agave.

Abb. 9 ist das auf dem zylindrisch gerollten Film aufgenommene Spiralfaserdiagramm der Cellulose mit dem Spiralwinkel 60° .

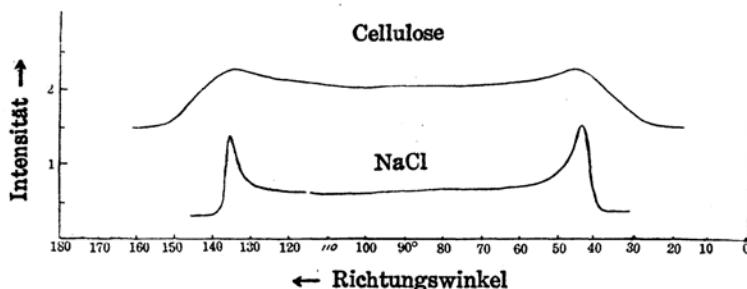


Abb. 10.

Schlussbetrachtung. Es wurde versucht, die Intensitätsverteilung des Faserdiagrammes quantitativ zu erfassen und eine allgemeine mathematische Funktion für die Intensitätsverteilung bei der idealen Spiralfaserstruktur zu finden. Eine solche Funktion schliesst die Intensitätsverteilung bei der Ringfaserstruktur und der einfachen Faserstruktur als Spezialfälle ein, und andererseits kann man sich das Diagramm der realen Faserstruktur aus einer Überlagerung vieler idealer Spiralfaserstrukturdiagramme zusammengesetzt denken.

Es wurde nun auf dem oben beschriebenen Wege eine Formel für die Intensitätsverteilung abgeleitet. Im Anschluss hieran konnte unter Zugrundelegung dieser Formel eine Systematisierung der verschiedenen möglichen Diagrammtypen vorgenommen werden.

Es wurde dann weiterhin ein genauer Vergleich unserer Formel mit den Formeln anderer Autoren vorgenommen. Hierbei zeigte es sich, dass die verschiedenen, auf verschiedenen Wegen erhaltenen Formeln von Kratky, Sakurada-Hutino, Matano und uns zwar sehr ähnlich sind, aber

doch kleine Abweichungen aufweisen. Für den praktischen Gebrauch—zum mindesten in den Fällen, wenn keine grösste Genauigkeit verlangt wird—is die Benutzung der einfacheren und integriebaren Formel Matano's zu empfehlen.

Durch experimentelle Nachprüfung der nach Matano und uns errechneten Kurven in einem speziellen Falle, in dem diese schon qualitativ verschieden sind, konnte gezeigt werden, dass die nach unserer Formel errechnete Kurve richtig ist.

*Institut für Faserforschung,
Kaiserliche Universität zu Osaka.*
