

Научный журнал «Костюмология» / Journal of Clothing Science <https://kostumologiya.ru>

2026, Том 11, № 3 / 2026, Vol. 11, Iss. 3 <https://kostumologiya.ru/issue-3-2026.html>

URL статьи: <https://kostumologiya.ru/PDF/17TLKL326.pdf>

2.6.16. Технология производства изделий текстильной и легкой промышленности (технические науки)

Ссылка для цитирования этой статьи:

Репина, М. В. Влияние плазменной обработки в среде аргона на разрывную нагрузку и стойкость к истиранию трикотажного полотна из конопляного волокна: структурное обоснование по данным рентгенофазового анализа и ИК-Фурье спектроскопии / М. В. Репина, Э. А. Хамматова // Костюмология. — 2026. — Т. 11. — № 3. — URL: <https://kostumologiya.ru/PDF/17TLKL326.pdf>.

For citation:

Repina M.V., Khammatova E.A. Effect of argon plasma treatment on the breaking load and abrasion resistance of hemp fiber knitted fabric: structural rationale based on X-ray phase analysis and FTIR spectroscopy data. *Journal of Clothing Science*. 2026;11(3): 17TLKL326. Available at: <https://kostumologiya.ru/PDF/17TLKL326.pdf>. (In Russ., abstract in Eng.).

УДК 677.017

Репина Марина Викторовна

ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия
Аспирант кафедры «Дизайн»

Хамматова Эльмира Айдаровна

ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия
Профессор кафедры «Дизайн»
Доктор технических наук
E-mail: RepinaMV@corp.knrtu.ru

Влияние плазменной обработки в среде аргона на разрывную нагрузку и стойкость к истиранию трикотажного полотна из конопляного волокна: структурное обоснование по данным рентгенофазового анализа и ИК-Фурье спектроскопии

Аннотация. Изучено влияние низкотемпературной плазменной обработки в аргоновой среде на прочностные свойства трикотажного полотна кулирной глади поверхностной плотностью 195 г/м², состоящего из 100 % волокон технической конопли. Обработку проводили в вакуумной камере при частоте разряда 13,56 МГц и остаточном давлении в камере 18–20 Па в течение 9 минут, расход плазмообразующего газа составил 2000 см³/с. Установлено, что плазменное воздействие приводит к выраженному упрочнению структуры конопляного трикотажа, разрывная нагрузка вдоль петельных столбиков возрастает на 23,13 % достигая 244,81 Н, поперек петельных столбиков — на 4,87 % (124,91 Н), а эксплуатационная стойкость к истиранию по методу Мартиндейла повышается на 12,03 %, до 242 циклов до разрушения. По данным рентгенофазового анализа полуширина дифракционного максимума снизилась с 1,59° у контрольного образца до 1,52° у образца, обработанного аргоном в течение 9 минут, что указывает на укрупнение и упорядочение кристаллитов и повышение степени кристалличности целлюлозы. Размер кристаллической решетки после плазменной обработки составил 55,7 Å, что на 4,7 % больше, чем размер кристаллической решетки целлюлозы необработанного образца. Уплотнение кристаллической фракции ограничивает подвижность макромолекул и перераспределение напряжений в волокне, что объясняет рост механической прочности. Данные ИК-Фурье спектроскопии подтвердили сохранность полосы гликозидного мостика

(1160 см⁻¹), что исключает деструкцию макромолекул целлюлозы при выбранном режиме плазменной обработки. Показано, что плазменная обработка является управляемым методом улучшения прочностных свойств текстиля из волокон технической конопли.

Ключевые слова: конопляное волокно; трикотаж; низкотемпературная плазма; аргон; разрывная нагрузка; стойкость к истиранию; рентгенофазовый анализ; инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье; индекс кристалличности

Введение

Текстильные материалы на основе технической конопли рассматриваются как перспективная альтернатива импортному хлопковому волокну в отечественной легкой промышленности. Культивация технической конопли возможна в различных регионах России, а интерес к данному сырью обусловлен не только экономическими, но и экологическими факторами, конопля не требует обильного полива и может возделываться без применения пестицидов. Наличие сырьевой базы требует развития технологий глубокой переработки и комплексного использования данного ресурса в различных сферах промышленности [1; 2]. Применение технической конопли для производства тканей обусловлено ее гипоаллергенностью, стойкостью к ультрафиолетовому излучению, способностью подавлять рост микробов и грибов [3]. Улучшение потребительских качеств данной продукции путем применения экологичных технологий является важной задачей. Одним из способов направленного изменения свойств текстильных материалов является обработка низкотемпературной плазмой пониженного давления, эффективность и механизм действия которой определяются составом плазмообразующего газа и продолжительностью воздействия [4].

В ряде работ показано, что инертные плазмообразующие среды, в частности аргон, преимущественно реализуют физический механизм модификации поверхности волокна за счёт бомбардировки ионами Ar⁺, тогда как химически активные среды воздуха, кислорода дополнительно инициируют окислительную деструкцию макромолекул целлюлозы [5].

Целью настоящей работы является определение влияния плазменной обработки в среде аргона на разрывную нагрузку и стойкость к истиранию трикотажного полотна из 100 % волокон технической конопли и структурное обоснование наблюдаемых изменений по данным рентгенофазового анализа и ИК-Фурье спектроскопии на примере парных образцов, соответствующих необработанному контролю и образцу, обработанному аргонной плазмой в течение 9 минут.

Материалы и методы

Объектом исследования являлось трикотажное полотно кулирной глади китайского производства из 100 % конопляного волокна поверхностной плотностью 195 г/м². Модификацию текстильного материала осуществляли на вакуумной плазменной установке высокочастотного ёмкостного разряда. Обработка образцов проводилась потоком неравновесной низкотемпературной плазмы пониженного давления высокочастотного ёмкостного разряда в среде аргона при частоте разряда 13,56 МГц, остаточном давлении в камере 18–20 Па и объемном расходе газа 2000 см³/с, массовый расход аргона при 20°C равен 3,32 г/с. Продолжительность обработки исследуемого образца составила 9 минут.

Разрывную нагрузку определяли на разрывной машине Metrotest STM 200 по ГОСТ 3813-72. Стойкость к истиранию оценивали по методу Мартиндейла (ГОСТ Р ИСО 12947-1–2011, ГОСТ ISO 12947-2-2021) с использованием в качестве абразива ультратонкой наждачной бумаги на латексной основе с зерном карбида кремния P2000, фиксировалось число циклов истирания до появления признаков разрушения структуры полотна.

Рентгенофазовый анализ выполнен аналитическим исследовательским центром «Наноаналитика» ФГБОУ ВО «КНИТУ» на дифрактометре рентгеновском Rigaku SmartLab.

ИК-Фурье спектроскопия выполнена на ИК-Фурье спектрометре ФСМ 1202 с приставкой многократного нарушенного полного внутреннего отражения. Спектры поглощения регистрировались в диапазоне волновых чисел от 4000 до 600 см⁻¹.

Результаты и обсуждение

Механические свойства

Трикотажное полотно из волокон технической конопли демонстрирует прирост прочности и износостойкости после модификации в ВЧ-плазме аргона в течение 9 минут. Результаты испытаний образцов до и после модификации приведены в таблице 1. Разрывная нагрузка трикотажного материала вдоль петельных столбиков возрастает на 23,13 %, с 198,82 Н до 244,81 Н. Показатель разрывной нагрузки поперек петельных столбиков характеризуется менее выраженной динамикой, прирост составляет 4,87 %, с 119,10 Н до 124,91 Н.

Таблица 1

Значения показателей прочностных характеристик трикотажного полотна из волокон технической конопли после плазменной обработки

Показатель	Значение показателя	Изменение относительно контрольного образца, %
Разрывная нагрузка вдоль петельных столбиков, Н	244,81	+23,13
Разрывная нагрузка поперек петельных столбиков, Н	124,91	+4,87
Стойкость к истиранию, циклы Мартиндейла	242,00	+12,03

Составлено авторами

Выраженная анизотропия прочностных свойств связана с особенностями строения кулирной глади. При растяжении полотна вдоль петельных столбиков нагрузку принимают вертикальные участки петель, и усилие передается непосредственно на осевое растяжение конопляных нитей. При поперечном растяжении сначала происходит геометрическая перестройка структуры, петельные дуги распрямляются, а столбики сближаются, из-за чего преобладают деформации изгиба и сдвига в точках контакта.

Плазменная обработка удаляет с поверхности волокон природные восковые вещества и создает микрошероховатость. Это повышает коэффициент межволоконного трения и препятствует проскальзыванию волокон внутри пряжи. В результате при осевом растяжении внешняя нагрузка распределяется более равномерно, вовлекая в работу большее число фибриллярных пучков.

Рост стойкости к истиранию на 12,03 %, с 216 до 242 циклов Мартиндейла, свидетельствует о формировании упрочненного поверхностного слоя текстильного материала. Абразивный износ текстильных полотен обусловлен отслаиванием слабосвязанных кутикулярных и пектиновых фрагментов, фибрилляцией и расщеплением кончиков выступающих поверхностных волокон с последующим образованием локальных узлов износа. Ионная бомбардировка аргоном устраняет дефектные выступы, энергия ионов может вызвать локальную перестройку молекулярной структуры, обеспечить сшивку полимерных цепей, за счет чего возникает локальное уплотнение поверхностного слоя, обеспечивающее устойчивость текстильного материала к истирающему воздействию.

Рентгенофазовый анализ

Результаты рентгенофазового анализа необработанного образца текстильного материала из технической конопли и образца после плазменной обработки приведены в таблице 2.

Дифрактограммы данных образцов характеризуются выраженными дифракционными рефлексами в угловых диапазонах $2\theta = 14,8^{\circ}$ – $16,5^{\circ}$, соответствующих наложению плоскостей (1 $\bar{1}$ 0) и (110) и интенсивным пиком при $2\theta = 22,6^{\circ}$ – $22,9^{\circ}$, соответствующим плоскости (200). Сохранение положений указанных рефлексов подтверждает, что энергетическое воздействие высокочастотного емкостного разряда в среде аргона сохраняет нативную форму целлюлозы I, не провоцирует фазового перехода в форму целлюлозу II, а также не вызывает объемной деструктивной аморфизации полимерного скелета [6].

Полуширина дифракционного максимума образца текстильного материала снизилась с $1,59^{\circ}$ контрольного образца до $1,52^{\circ}$ у образца, обработанного плазмой в среде аргона в течение 9 минут. Размер кристаллической решетки, т. е. область, внутри которой кристаллическая решетка упорядочена и непрерывна, после плазменной обработки увеличился на 4,7 %. Снижение показателя дифракционного максимума при неизменной длине волны излучения свидетельствует об увеличении степени кристалличности структуры целлюлозы [7].

Наблюдаемый прирост прочностных показателей обусловлен комплексом взаимосвязанных процессов, инициируемых низкотемпературной плазмой. Снижение доли аморфной фазы и увеличение степени кристалличности целлюлозы снижает концентрацию локальных механических напряжений в объеме волокна и способствует увеличению прочности текстильного материала [8].

Таблица 2

Показатели кристаллической структуры целлюлозы текстильного материала

Режим обработки	FWHM, град.	Размер кристаллической решетки, Å	Δ FWHM, %
Необработанный образец	1,59	53,3	—
Образец после плазменной обработки, Ar, 9 мин	1,52	55,8	-4,4

Составлено авторами

ИК-Фурье спектроскопия

Для идентификации изменений химического строения и оценки функционального состава поверхности модифицированных волокон был применен метод инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье (ИК-Фурье). Характеристические полосы в спектрах текстильных материалов из конопли обусловлены содержанием целлюлозы, лигнина и гемицеллюлозы. Полосы поглощения (пропускания) в инфракрасной области соответствуют валентным и деформационным колебаниям химических связей полимеров растительного волокна, оценка изменения функционального состава проводилась по основным характеристическим спектрам волокон технической конопли [9; 10].

В ИК-спектрах образца трикотажного материала из 100 % волокон технической конопли после проведения плазменной обработки не зарегистрировано изменение полосы гликозидного мостика 1160 см^{-1} , гликозидный скелет целлюлозы после проведения плазменной модификации остаётся неповреждённым.

Одновременно полосы, связанные с аморфной неупорядоченной зоной 895 и 950 см^{-1} , показывают рост пропускания, то есть сигнал от разупорядоченной фазы ослабевает.

Численные значения показателя пропускания в ключевых полосах приведены в таблице 3. Поведение полосы 1160 см^{-1} , отвечающей за гликозидный мостик C–O–C целлюлозы, изменение ее интенсивности в пределах -2,2 % практически не выходит за рамки инструментального шума, что свидетельствует об отсутствии заметного гидролиза гликозидных связей и, следовательно, об отсутствии деструкции цепей целлюлозы под действием аргоновой плазмы за 9 минут воздействия.

Некоторое снижение интенсивности полос ароматических колебаний лигнина (1595 и 1505 см^{-1}) и полосы 1735 см^{-1} (карбонил пектина/гемицеллюлозы) согласуется с представлением о преимущественном удалении наиболее рыхлого, слабо связанного поверхностного материала (восков, пектина, аморфно-связанного лигнина) под физическим воздействием ионной бомбардировки, при сохранении объёмной химической структуры волокна. Разрушение аморфных углеводов приводит к тому, что доля кристаллической целлюлозы и доля стойкого лигнина на поверхности относительно возрастают. Наблюдаемое падение пропускания в полосе лигнина и одновременно с этим повышение кристалличности целлюлозы связано с тем, что аморфной фазы стало меньше [5].

Таблица 3

Значения показателей пропускания текстильного материала из конопли до и после плазменной обработки

Полоса пропускания, см^{-1}	Отнесение полосы к характеристическим группам	T необработанного образца, %	T образца после плазменной обработки (Ar, 9 мин), %	Δ , %T
3335	Валентные колебания гидроксильных групп О–Н	76,3	75,0	-1,3
2896	Валентные колебания связей С–Н в алифатических СН- и СН ₂ -группах углеводного скелета целлюлозы	80,5	79,6	-0,9
1735	Валентные колебания карбонильных групп С=О в группах пектина и ацетильных группах гемицеллюлозы.	85,6	74,8	-10,8
1595/1505	Ароматическое кольцо лигнина	82,8/87,9	75,4/85,6	-7,4/-2,3
1425	Кристаллическая СН ₂	80,2	77,5	-2,7
1160	С–О–С, гликозидный мостик	69,5	67,3	-2,2
895	Аморфная целлюлоза	49,3	59,5	+10,2

Составлено авторами

Совокупность экспериментальных данных, рентгенофазового анализа и ИК-Фурье спектроскопии свидетельствует о следующих изменениях в структуре текстильного материала из технической конопли. Ионы аргона, обладая достаточной кинетической энергией для физического травления поверхности, не вступая в химические реакции с целлюлозой, преимущественно удаляют и переупорядочивают наиболее доступный, рыхлый поверхностный слой волокна, аморфную фазу целлюлозы, слабо связанные, разупорядоченные участки микрофибрилл, не затрагивая при этом гликозидный остов макромолекулы целлюлозы. Освобождающиеся поверхностные цепи вступают в дополнительные связи с соседними участками, что выражается в сужении дифракционного максимума при рентгенофазовом анализе и в росте степени кристалличности. Более плотная и упорядоченная структура волокна обеспечивает более эффективную передачу механической нагрузки между соседними микрофибриллами и волокнами внутри нити, что проявляется в приросте разрывной нагрузки и стойкости к истиранию. Одновременно устранение наиболее уязвимых, слабо закреплённых поверхностных элементов, обычно первыми вовлекаемых в процесс истирания, снижает число очагов инициации износа и обеспечивает рост числа циклов истирания до разрушения структуры полотна.

Выводы

1. Обработка трикотажного полотна кулирного переплетения из 100 % волокон технической конопли низкотемпературной высокочастотной емкостной плазмой пониженного давления в среде аргона в течение 9 минут обеспечивает увеличение

- разрывной нагрузки вдоль петельных столбиков на 23,0 % до 244,81 Н и поперек столбиков на 5,0 % до 124,91 Н относительно необработанного текстильного материала.
2. Эксплуатационная стойкость к плоскостному абразивному истиранию по методу Мартиндейла у трикотажного конопляного полотна после плазменной обработки в среде аргона в течение 9 минут возрастает на 12,0 % до 242 циклов.
 3. По данным рентгенофазового анализа плазмообработанного образца установлено сужение полуширины дифракционного максимума нативной целлюлозы I с 1,59° до 1,52°. Рост размера кристаллитов составил 4,7 % (с 53,2 до 55,7 Å).
 4. Методом ИК-Фурье спектроскопии не выявлено процессов химической модификации вследствие плазменной обработки.
 5. Установленный механизм уплотнения и упорядочения структуры целлюлозы объясняет одновременный прирост разрывной нагрузки и стойкости к истиранию и подтверждает целесообразность выбора аргона в качестве плазмообразующего газа при необходимости повышения прочностных характеристик текстильных материалов из технического конопляного волокна.

ЛИТЕРАТУРА

1. Дымникова Н. С., Ерохина Е. В. Отечественное целлюлозное волокно — перспективное сырье для российской текстильной промышленности // Химия растительного сырья. 2025. № 4. Online First. <https://doi.org/10.14258/jcprm.20250417261>.
2. Губаненко Г. А., Маюрникова Л. А., Рубчевская Л. П. Перспективы комплексного использования регионального нетрадиционного растительного сырья при производстве пищевых продуктов // Пищевая промышленность. 2015. № 4. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/perspektivy-kompleksnogo-ispolzovaniya-regionalnogo-netraditsionnogo-rastitelnogo-syrya-pri-proizvodstve-pischevyh-produktov>.
3. Ravindra B. Malabadi, Kiran P. Kolkar and Raju K. Chalannavar. Industrial Cannabis sativa: Role of hemp (fiber type) in textile industries. World Journal of Biology Pharmacy and Health Sciences, 2023, 16(02), 001–014. Article DOI: <https://doi.org/10.30574/wjbphs.2023.16.2.0450>.
4. Кумпан, Е. В. Повышение механических свойств текстильных материалов на основе натуральных и синтетических полимерных волокон модифицированных потоком высокочастотной плазмы пониженного давления / Е. В. Кумпан, И. Ш. Абдуллин, В. В. Хамматова // Вестник Казанского технологического университета. — 2010. — № 10. — С. 166–169. — EDN NBOQCD.
5. Bapat K., Kailas L., Pask C., Kee T.P., Russell S. Study of hemp fiber properties modified via long-duration low-pressure argon and oxygen plasma treatments // ACS Omega. 2025. № 10(50) — С. 61435–61451 — URL: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC12750193/>.
6. Akerholm, Margaretha & Hinterstoisser, Barbara & Salmén, Lennart. Characterization of the crystalline structure of cellulose using static and dynamic FT-IR spectroscopy. // Carbohydrate research. 2004 — № 339(3). — С. 569–78. — URL: https://www.researchgate.net/publication/8340053_Characterization_of_the_crystalline_structure_of_cellulose_using_static_and_dynamic_FT-IR_spectroscopy.

7. Park S., Baker J.O., Himmel M.E., Parilla P.A., Johnson D.K. Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impacts on interpreting cellulase performance // *Biotechnology for Biofuels*. — 2010. — Vol. 3. — Art. 10. DOI: 10.1186/1754-6834-3-10.
8. Pickering K.L., Beckermann G.W., Alam S.N., Foreman N.J. Effect of various chemical treatments on the fibre structure and tensile properties of industrial hemp fibres // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2011. Vol. 42, No. 8. P. 888–895 — URL: https://www.researchgate.net/publication/50882164_Effect_of_various_chemical_treatments_on_the_fiber_structure_and_tensile_properties_of_industrial_hemp_fiber.
9. Jasti A., Biswas S. Characterization of Elementary Industrial Hemp (*Cannabis sativa* L.) Fiber and Its Fabric // *Journal of Natural Fibers*. — 2023. — Vol. 20, № 1. — Art. 2158982. — URL: https://www.researchgate.net/publication/366804932_Characterization_of_Elementary_Industrial_Hemp_Cannabis_Sativa_L_Fiber_and_Its_Fabric.
10. Н. В. Иванова, Е. А. Короленко, Е. В. Королик, Р. Г. Жбанков Математическая обработка ИК спектра целлюлозы // *Журнал прикладной спектроскопии*, 1989 — № 51(2) — С. 301–306 — URL: https://scholar.google.ru/citations?view_op=view_citation&hl=ru&user=q9SEYro17TLKL326J&citation_for_view=q9SEYro17TLKL326J:7bRg-L-9LFcC.
11. Кумпан, Е. В. Исследование влияния комплексного воздействия потока низкотемпературной плазмы на механические свойства натуральных полимерных материалов / Е. В. Кумпан, И. Ш. Абдуллин, В. В. Хамматова // *Вестник Казанского технологического университета*. — 2011. — № 16. — С. 144–147. — EDN OHJNR.
12. Хамматова, Э. А. Улучшения свойств многофункциональных текстильных материалов специального назначения для производства конкурентоспособных изделий / Э. А. Хамматова // *Физика волокнистых материалов: структура, свойства, наукоемкие технологии и материалы (SMARTEX)*. — 2014. — № 1. — С. 44–48. — EDN TGTWRL.
13. Хамматова, В. В. Повышение стойкости к истиранию натуральных текстильных материалов при воздействии потока низкотемпературной плазмы / В. В. Хамматова, Р. Ф. Гайнутдинов // *Фундаментальные и прикладные проблемы создания материалов и аспекты технологий текстильной и легкой промышленности: Сборник статей Всероссийская научно-техническая конференция, Казань, 14–15 ноября 2019 года*. — Казань: Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2019. — С. 135–139. — EDN PPVEFW.
14. Халиуллина, М. К. Разработка ткани с универсальными свойствами с помощью инновационных технологических процессов модификации текстильных материалов из натуральных волокон / М. К. Халиуллина, В. В. Хамматова // *Техническое регулирование: базовая основа качества материалов, товаров и услуг: Сборник научных трудов / Редколлегия: В. Т. Прохоров [и др.]*. — Новочеркасск: ООО "Лик", 2019. — С. 140–144. — EDN TVYNGA.
15. Хамматова, В. В. Формовочная способность текстильных материалов с содержанием полимерных волокон / В. В. Хамматова // *Вестник Казанского технологического университета*. — 2012. — Т. 15, № 14. — С. 158–159. — EDN PCNUDL.

Repina Marina Viktorovna

Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

Khammatova Elmira Aydarovna

Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

E-mail: RepinaMV@corp.knrtu.ru

Effect of argon plasma treatment on the breaking load and abrasion resistance of hemp fiber knitted fabric: structural rationale based on X-ray phase analysis and FTIR spectroscopy data

Abstract. The effect of low-temperature plasma treatment in an argon medium on the strength properties of a knitted fabric with a surface density of 195 g/m², consisting of 100 % industrial hemp fibers, has been studied. The treatment was carried out in a vacuum chamber at a discharge frequency of 13,56 MHz and a residual pressure in the chamber of 18–20 Pa for 9 minutes, the consumption of plasma-forming gas was 2000 cm³/s. It has been established that plasma treatment leads to a pronounced strengthening of the structure of hemp knitwear: the breaking load along the stitch columns increases by 22,0 %, reaching 244,81 N; across the stitch columns — by 5,0 % (124,91 N); and the wear resistance according to the Martindale method increases by 12,0 %, up to 242 cycles before failure. According to X-ray phase analysis, the full width of the diffraction maximum (FWHM) decreased from 1,59° in the control sample to 1,52° in the sample treated with argon for 9 minutes, which indicates coarsening and ordering of crystallites and an increase in the degree of crystallinity of cellulose. The size of the crystal lattice after plasma treatment was 55,7 Å, which is 4,7 % larger than the size of the crystal lattice of the untreated cellulose sample. The consolidation of the crystalline fraction limits the mobility of macromolecules and the redistribution of stresses in the fiber, which explains the increase in mechanical strength. IR-Fourier spectroscopy data confirmed the preservation of the glycosidic bridge band (1160 cm⁻¹), which rules out the destruction of cellulose macromolecules under the selected plasma treatment regime. It has been shown that plasma treatment is a controlled method for improving the strength properties of textiles made from technical hemp fibers.

Keywords: hemp fiber; knitted fabric; low-temperature plasma; argon; breaking load; abrasion resistance; X-ray diffraction; FTIR spectroscopy; crystallinity index