

EUR 3897 d

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

**TECHNIKEN ZUR UNTERSUCHUNG
PLUTONIUMHALTIGER PROBEN MITTELS
RÖNTGENBEUGUNG**

von

U. BENEDICT

1968



**Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Karlsruhe - Deutschland**

Europäisches Institut für Transurane

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Gemeinschaften ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, daß die Kommission der Europäischen Gemeinschaften, ihre Vertragspartner und die in deren Namen handelnden Personen :

keine Gewähr dafür übernehmen, daß die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind, oder daß die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen, oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;

keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen, oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird in den auf der vierten Umschlagseite genannten Vertriebsstellen

| | | | | |
|------------------------|--------|---------|----------|---------|
| zum Preise von DM 3,20 | FF 4,— | FB 40,— | Lit. 500 | Fl. 3,— |
|------------------------|--------|---------|----------|---------|

verkauft.

Es wird gebeten, bei Bestellungen die EUR-Nummer und den Titel anzugeben, die auf dem Umschlag jedes Berichts aufgeführt sind.

Gedruckt von Guyot, s.a.
Brüssel, April 1968

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.

EUR 3897 d

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

TECHNIKEN ZUR UNTERSUCHUNG
PLUTONIUMHALTIGER PROBEN MITTELS
RÖNTGENBEUGUNG

von

U. BENEDICT

1968



Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Karlsruhe - Deutschland

Europäisches Institut für Transurane

ZUSAMMENFASSUNG

Es werden Vorrichtungen und Methoden für die kontaminationsfreie Röntgenfeinstrukturuntersuchung von plutoniumhaltigen Proben beschrieben.

SCHLAGWORTE

X-RADIATION
DIFFRACTION
PLUTONIUM COMPOUNDS
DEBYE-SCHERRER DIAGRAMS
GUINIER-PRESTON ZONES

LAUE DIAGRAMS
LABORATORY EQUIPMENT
SAMPLING
GONIOMETERS
HIGH TEMPERATURE

INHALTSVERZEICHNIS

| | Seite |
|--|-------|
| <u>Einleitung</u> | 4 |
| 1. <u>Apparate für Film-Methoden</u> | 5 |
| 1.1. <u>Debye-Scherrer-Kammern</u> | 5 |
| 1.1.1. Aufbau der Kammern | 5 |
| 1.1.2. Vorbereitung und Justierung der Probe | 10 |
| 1.1.3. Eichung der Kammern | 11 |
| 1.2. <u>Guinier-Kammer</u> | 11 |
| 1.3. <u>Laue-Kammer</u> | 12 |
| 2. <u>Apparate für Zählrohr-Methoden</u> | 14 |
| 2.1. <u>Probenbehälter für das Diffraktometer</u> | 14 |
| 2.1.1. Aufbau des Probenbehälters | 15 |
| 2.1.2. Ladevorrichtung | 15 |
| 2.1.3. Probenvorbereitung | 20 |
| 2.1.4. Drehbarer Probenbehälter für das Goniometer | 22 |
| 2.2. <u>Hochtemperaturdiffraktometer</u> | 22 |
| <u>Literatur</u> | 23 |

TECHNIKEN ZUR UNTERSUCHUNG PLUTONIUMHALTIGER PROBEN
MITTELS RÖNTGENBEUGUNG (+)

EINLEITUNG

Bei der Röntgenuntersuchung unbestrahlter plutoniumhaltiger Proben sind zusätzlich zu den normalen Erfordernissen einer exakten Röntgenanalyse zwei weitere Anforderungen zu stellen, die durch die Sicherheitsvorschriften beim Umgang mit Plutonium bedingt sind :

- 1) Die Probe muß in allen Stadien der Vorbereitung und Untersuchung staubdicht von der Laboratmosphäre abgetrennt sein, damit Kontamination des Personals vermieden wird.
- 2) Der Kontakt der α -strahlenden Substanz mit den benutzten Röntgenstrahlungsdetektoren (Film, Zählrohr) soll möglichst vermieden werden, da sich daraus Störungen der Methode oder, im Falle von Filmen, ebenfalls Gefahren der Kontamination des Personals ergeben können.

Unter diesen Gesichtspunkten wurden im Röntgenlabor des Europäischen Instituts für Transurane, Sektion Struktur der Brennstoffe, die im folgenden beschriebenen Methoden und Einrichtungen entwickelt.

(+) Manuskript erhalten am 9. Januar 1968.

1. APPARATE FÜR FILM-METHODEN

1.1. Debye-Scherrer-Kammern (1)

Bei diesen Kammern befindet sich der Film völlig getrennt von der Probe in einer lichtdichten Filmkassette. Ein- und Austritt der verwendeten $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung erfolgt durch Berylliumfenster, die in die Kammerwandung eingefügt sind. Als Konstruktionsmaterial wurde rostfreier Stahl verwendet.

Zwei Kammern dieses Typs sind seit drei Jahren ständig ohne Störung in Betrieb.

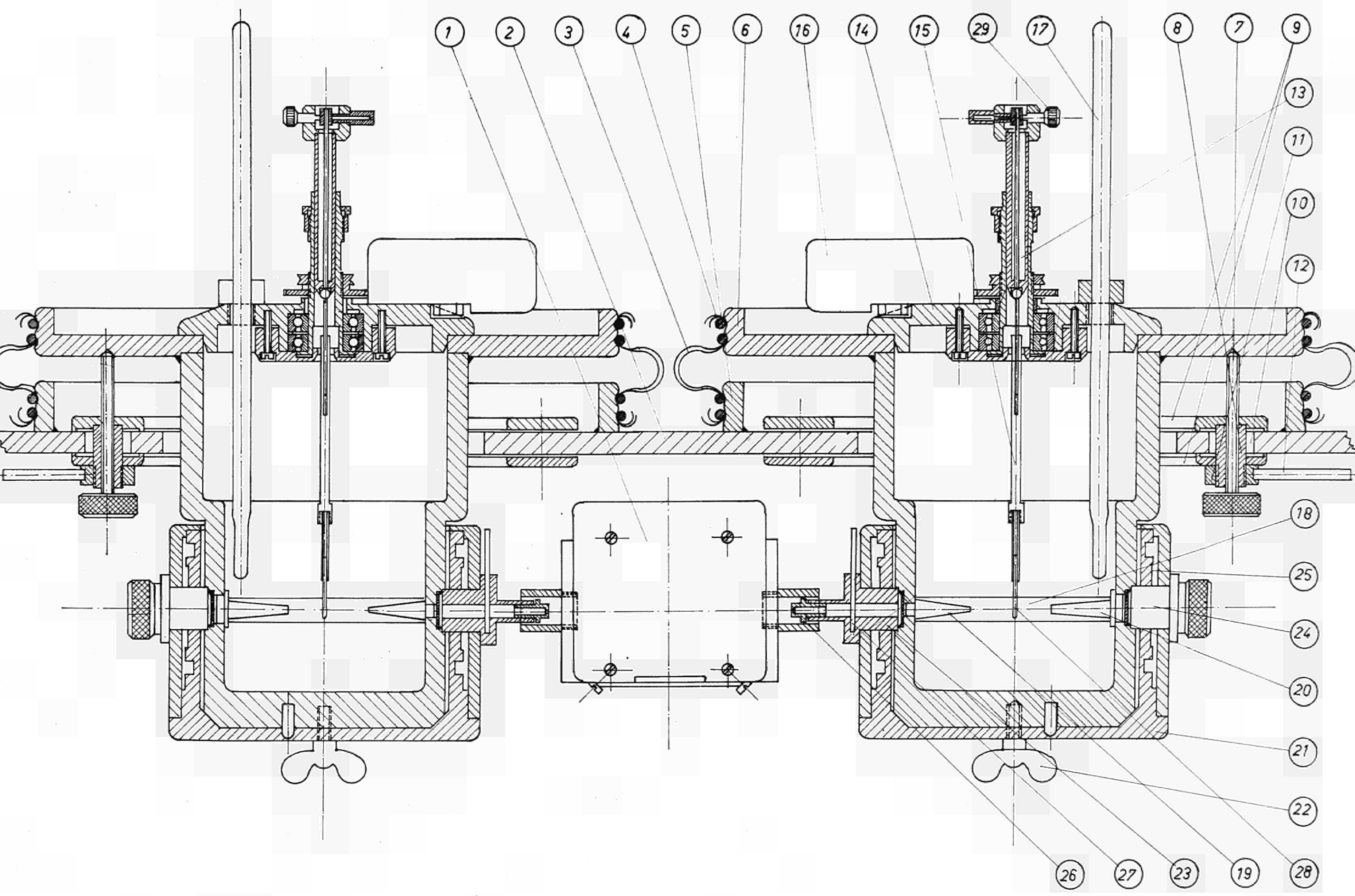
1.1.1. Aufbau der Kammern

Fig. 1 gibt eine Schnittzeichnung von zwei solcher Kammern, die zu beiden Seiten einer Röntgenröhre [1] * in die Bodenplatte [2] eines Handschuhkastens eingebaut sind. Beide Kammern müssen dicht mit dem Handschuhkasten verbunden sein und trotzdem zur Einjustierung auf die feststehende Röntgenröhre die Möglichkeit der horizontalen und vertikalen Translation, der Drehung um eine vertikale Achse und der Kippung um horizontale Achsen bieten. Dichte Verbindung ohne Behinderung der erforderlichen Bewegungsfreiheit wird durch eine doppelte PVC-Manschette [3] erreicht, die mittels Rundschnurringen [4] und Klebeband an zwei gerillte Flansche [5] [6] angepreßt wird, von denen je einer am Boden des Handschuhkastens und an der Debye-Kammer dicht angeschweißt ist. Vertikale Verschiebung und Kippung um horizontale Achsen wird für jede Kammer durch drei peripher in Abständen von 120° angeordnete Gewindezapfen [7] bewirkt, deren abgerundete Kuppen in konische Vertiefungen des Kammerflansches eingreifen. Nur an diesen drei Punkten des Kammerflansches ist die Kammer unterstützt. Der Kammerkörper hängt völlig berührungsfrei durch einen Ausschnitt im

* Die Zahlen in eckigen Klammern verweisen jeweils auf die im gleichen Abschnitt erwähnten Abbildungen.

Fig. 1 : Schnitt durch die Debye-Scherrer-Kammern

- 1 Röntgenröhre
- 2 Bodenplatte der Box
- 3 PVC - Manschette
- 4 Rundschnurringe
- 5 Bodenflansch
- 6 Kammerflansch
- 7 Gewindezapfen
- 8 Gegengewinde
- 9 Klemmringe
- 10 Aussparung
- 11 Klemmschraube
- 12 Hebel der Klemmschraube
- 13 Probenträger
- 14 Kammerdeckel
- 15 Verlängerungsstück
- 16 Ansteckmotor
- 17 Thermometer
- 18 Schlitz für Strahlendurchtritt
- 19 Präparatblende
- 20 Streustrahlenblende
- 21 Filmkassette
- 22 Flügelschraube
- 23 Blendenträger
- 24 Primärstrahlfänger
- 25 Filmauflagefläche
- 26 Vorderblende
- 27 β -Filter
- 28 Probe



Boden des Handschuhkastens nach unten durch. Die Plastikmanschette ist breit genug, um die maximal nötige vertikale Verschiebung der Kammer durch Glättung bzw. Ausbuchtung ihrer nicht auf den Flanschen aufliegenden Zone zu ermöglichen. Das Gegengewinde [8] der Gewindezapfen ist durch zwei Klemmringe [9] in der Ebene des Bodens des Handschuhkastens fixiert, aber horizontal innerhalb des Durchmessers einer im Boden vorgesehenen Aussparung [10] beweglich. Dadurch wird die horizontale Translation der Kammer und ihre Drehung um eine vertikale Achse ermöglicht. Nach beendeter Justierung wird die Kammer dadurch blockiert, daß die Klemmringe, die etwas Spiel gegen die Bodenplatte der Box haben, durch eine Klemmschraube [11] mit Hebel [12] fest gegen die Bodenplatte [2] angedrückt werden.

Als dreh- und justierbarer Probenträger [13] wurden die entsprechenden Originalteile der Siemens-Debye-Kammer mit 114,6 mm \varnothing übernommen und in einem Deckel [14] befestigt, der genau zentriert auf der Kammer aufliegt und so die Zentrierung des Probenträgers bewirkt. Entsprechend der großen Höhe der Kammer wurde der Probenträger durch ein aufsteckbares Teil [15] nach unten verlängert. Der Deckel trägt ebenfalls den Ansteckmotor [16] zur Probendrehung und ein durch eine Bohrung geführtes, in $0,2^\circ$ geteiltes Thermometer [17], das die Temperatur in unmittelbarer Nähe der Probe mißt.

Der untere verjüngte Teil der Kammer trägt in der Höhe des Strahlendurchtritts einen 10 mm hohen Schlitz [18] sowie in Primärstrahlrichtung zwei kreisförmige Öffnungen zur Aufnahme von Präparatblende [19] und Streustrahlenblende [20]. Auf Schlitz und Öffnungen ist 0,3 mm starke Berylliumfolie aufgeklebt, die also an dieser Stelle die Boxwandung darstellt. Um den unteren Kammer- teil greift eine lichtdichte Filmkassette [21] herum, die nach Lösen der im Kammerboden befestigten Schraube [22] und Herausziehen von Blendenträger [23] und Primärstrahlfänger [24] aus den passenden Zentriervertiefungen

der Kammer abgenommen und zum Entladen und Laden in die Dunkelkammer gebracht werden kann. In der Kassette wird der Film mittels Gummiringen oder Klebeband an eine zylindrische, in bezug auf die Kammer zentrierte Fläche [25] so angedrückt, daß er einen Durchmesser von 114,6 mm annimmt. Als Vorderblende [26], Präparatblende [19], β -Filter [27], Streustrahlenblende [20] und Primärstrahlfänger [24] werden Originalteile der Siemens-Debye-Kammer mit leichten Abänderungen verwendet.

1.1.2. Vorbereitung und Justierung der Probe

Das Pulver der Probe wird in einem Handschuhkasten mittels eines kleinen von einem Stativ gehaltenen Trichters in die Kapillare, die selbst am oberen Ende eine trichterförmige Erweiterung besitzt, eingefüllt. Die Kapillare ist dabei mittels Knetmasse in einer Messinghülse befestigt, die wiederum in einer im Deckel eines Plastikbehälters festgeklemmten PVC-Platte festgeschraubt ist.

Nach dem Füllen wird die Kapillare mit einem Glühdraht zugeschmolzen und außen mit einer Klebstofflösung überzogen, die lose Kontamination bindet. Beim Transfer in die Debye-Kammer-Box wird die Kapillare durch einen Plastikbehälter geschützt, der in den obengenannten zugehörigen Deckel eingeschoben wird. In der Debye-Kammer-Box befindet sich ein Justierstativ, das am oberen Ende ein Justiermikroskop trägt. Das Okular dieses Mikroskops greift in eine nach außen über die Boxwandung vorgeschobene Metallfassung ein, in der eine Glasscheibe den Einblick in das Mikroskop von außerhalb der Box ermöglicht. Unterhalb des Mikroskops ist am gleichen Stativ in genau fixiertem Abstand eine geschlitzte Platte befestigt, in deren Schlitzen der Kammerdeckel mit dem Probenträger festgeklemmt wird. Die auf den Probenträger mittels ihrer Messinghülse festgeschraubte Kapillare wird in dem mit einer 1/10 mm-Skala versehenen Mikroskop zentriert, Deckel mit Probe wird in die Kammer eingehängt, die Probe, wenn

erforderlich, im Röntgenstrahl nachzentriert.

1.1.3. Eichung der Kammern

Die Kammern wurden bei Raumtemperatur mit Gold-, Silber- und Wolframpulver geeicht. Die erhaltenen Werte der Gitterkonstanten weichen um 1×10^{-4} bis 2×10^{-4} Å von den besten Literaturwerten ab (Tab. 1).

Tabelle 1 : Eichung der Debye-Kammern. Gitterkonstanten in Å.

| | Gefundener Mittelwert | | Literaturwert |
|----|-----------------------|----------|-------------------------------|
| | Kammer 1 | Kammer 2 | |
| Au | 4.0783 | 4.0782 | 4.0783 (Structure Rep.21,125) |
| Ag | 4.0861 | 4.0862 | 4.0860 (Structure Rep.20,34) |
| W | - | 3.1651 | 3.1652 (Acta Cryst. 13,838) |

1.2. Guinier-Kammer

Für das Guinier-Durchstrahlverfahren muß die Probe in Form eines dünnen, ebenen Plättchens vorliegen. Ein solches Plättchen wird durch flaches Ausstreichen einer Mischung des Probenpulvers mit einer Klebstofflösung auf einer Glasplatte gewonnen. Nach dem Trocknen wird das Plättchen von der Glasplatte abgehoben und in einen PVC-Sack der Box eingeführt, dessen geschlossenes Ende durch eine flache Tasche aus einer speziellen PVC-Folie (Guttadena-Weich-PVC-Folie der Firma Kalle; Foliendicke 0,15 mm) ersetzt ist. Diese Folie gibt keinerlei Röntgenbeugungsinterferenzen. Durch Schweißelektroden mit kreisförmigem Teil wird

um das Probenplättchen herum eine kreisförmige Zone der Folie verschweißt. Durch Ausstanzen längs einer in dieser Zone liegenden Kreislinie wird eine flache, plutoniumdicht verpackte Probe erhalten, die direkt in den Probenhalter der Guinierkammer eingespannt werden kann. Die Absorption der Röntgenstrahlung durch die PVC-Weichfolie bleibt trotz deren Dicke in erträglichen Grenzen; Belichtungszeiten in der Größenordnung einer Stunde ergaben gute Filme (Kammerdurchmesser 76 mm).

1.3. Laue-Kammer (Fig. 2)

Plutoniumhaltige Einkristalle [1] werden in einer Box mit niedrigem Kontaminationsniveau auf eine Metallplatte [2] aufgeklebt und mit einer dünnen Schicht Araldit [3] überzogen. Die Metallplatte mit dem Kristall wird aus der Plutonium-Box in einem PVC-Sack [4] ausgeschweißt, der auf der Unterseite der Metallplatte dicht aufgeklebt ist. An der Unterseite der Metallplatte befindet sich ein Gewindeloch [5], mit dem die Metallplatte auf den Goniometerkopf [6] der Laue-Kammer aufgeschraubt wird, nachdem an dieser Stelle der PVC-Sack durchtrennt worden ist.

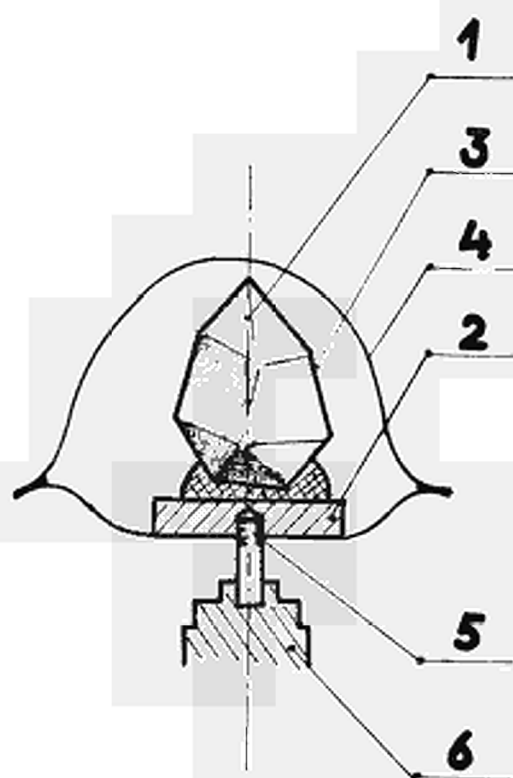


Fig. 2 : Umhüllung und Montage der Einkristalle für die Laue-Kammer

- 1 Kristall
- 2 Metallplatte
- 3 Aralditschicht
- 4 PVC-Hülle
- 5 Gewindeloch
- 6 Goniometerkopf

2. APPARATE FÜR ZÄHLROHR-METHODEN

2.1. Probenbehälter für das Diffraktometer

Für Plutoniumuntersuchungen mit dem Diffraktometer hat man die Möglichkeit, entweder das Röntgengoniometer in einen Handschuhkasten zu montieren oder die plutoniumhaltige Probe in einer staubdichten, aber für Röntgenstrahlen durchlässigen Verpackung auf ein außerhalb des Handschuhkastens befindliches Goniometer zu setzen. Für unsere Raumtemperatur-Diffraktometer wählten wir den letzteren Weg. Er bietet den Vorteil, dass das Goniometer für Reparaturen, Umbauten und auch für den normalen Betrieb leichter zugänglich ist, und hat den Nachteil einer komplizierteren Probenvorbereitung.

Ein häufig beschrittener Weg zur Verpackung der Plutonium-Probe besteht darin, ein mit dem Probenpulver bestrichenes Plättchen in einer Plastikhülle aus dem Handschuhkasten auszuschweißen und mit dieser Plastikhülle als Schutz auf das Goniometer zu bringen. Verwendet man hierfür aus Sicherheitsgründen eine dicke Plastikfolie, so wird bei den üblichen Goniometerkonstruktionen die Probe um die Dicke der Folie aus der Goniometer-Drehachse herausgeschoben, wodurch die Genauigkeit der Messung leidet. Dünne Folien bieten jedoch zu wenig Sicherheit gegen Beschädigung beim Ausschweißen und beim Handhaben außerhalb der Box. Eine Lösung, die diesen Gesichtspunkten Rechnung trägt, besteht in der Verwendung eines metallischen Probenbehälters, in dem die Probenoberfläche in der Drehachse des Goniometers fixiert ist (2). Dieser Behälter, der für die Verwendung an einem Philips-Goniometer konstruiert ist, wurde von uns weiterentwickelt und an die Goniometer der Firmen Siemens und Secasi angepaßt. Zum Laden und Entladen des Behälters wurde die Methode des doppelten Deckels eingeführt. Für die Probenvorbereitung wurde eine völlig kontaminationsfreie Methode entwickelt.

2.1.1. Aufbau des Probenbehälters

Fig. 3 zeigt eine Ansicht des Probenbehälters für das Siemens-Diffraktometer mit seinem Transportbehälter und dem Spezial-Probenträger, mit dem er auf das Siemens-Diffraktometer aufgesetzt wird. Fig. 4 ist eine Ansicht der Vorrichtung, mit der der Probenbehälter be- und entladen wird. Eine Schnittzeichnung des Behälters und seiner Be- und Entladevorrichtung zeigen die Fig. 5, 5a und 6, auf die sich die Hinweisziffern der Beschreibung in den Abschnitten 2.1.1. und 2.1.2. beziehen.

Die Probe [1] wird durch die Feder [2] über eine zwischengelegte Glasplatte [3] gegen die Auflageflächen [4] gedrückt, die in einer Ebene mit den äußeren Justierflächen [5] liegen. Diese Justierflächen liegen nach dem Einschieben des Probenbehälters [7] in den in Fig. 3 sichtbaren Probenträger in der Ebene, die durch die Goniometer-Drehachse geht und den Fokussierungskreis berührt. Damit ist die Probenoberfläche [6] auf dem Goniometer einjustiert.

Der Probenbehälter [7] ist zur Seite des Strahlenein- und -austritts durch eine halbzyylinderförmige gebogene Berylliumfolie [8] geschlossen, die mit Araldit auf halbkreisförmige Seitenwände [9] dicht aufgeklebt ist. Auf der anderen Seite erfolgt der Verschluß des Behälters durch einen Deckel [10] mit Bajonettverschluß, der mittels der Teflondichtung [11] abgedichtet wird.

2.1.2. Ladevorrichtung

Die Be- und Entladevorrichtung ist in der in Fig. 4 und 5 dargestellten Weise in der Grundplatte [14] eines Handschuhkastens befestigt. Die Innenseite des Handschuhkastens befindet sich also oberhalb der Grundplatte [14].

Zum Entladen der Probe und Einbringen einer neuen Probe wird der Probenbehälter [7] mit dem unteren Teil seines Transportbehälters [12] von unten her derart in der Lade-

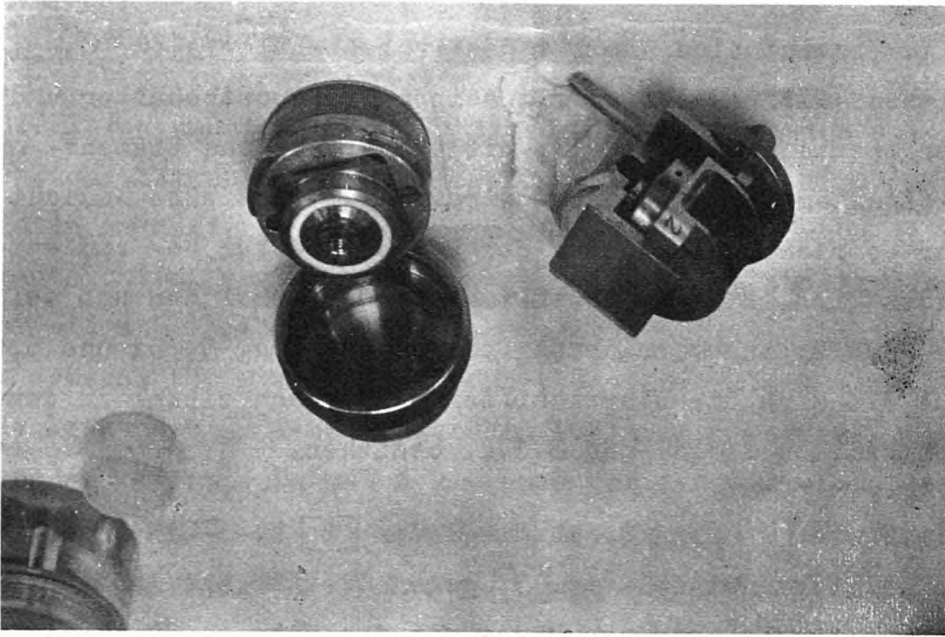


Fig. 3 : 2 Probenbehälter für das Goniometer. Ein Behälter ist in den Probenträger des Siemens-Goniometers eingeschoben, der andere in den Transportbehälter eingelegt.

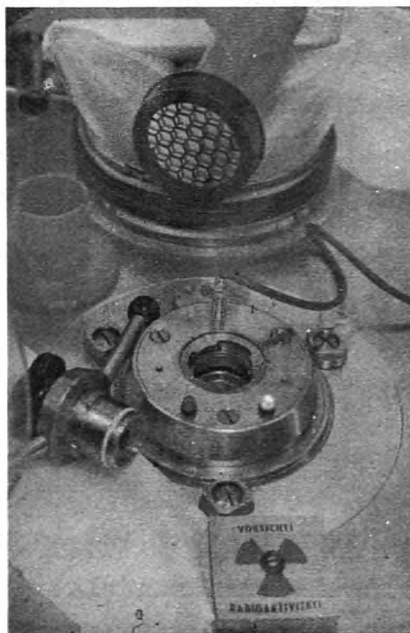


Fig. 4 : Be- und Entladevorrichtung mit herausgezogenem Doppeldeckel.

Fig.5

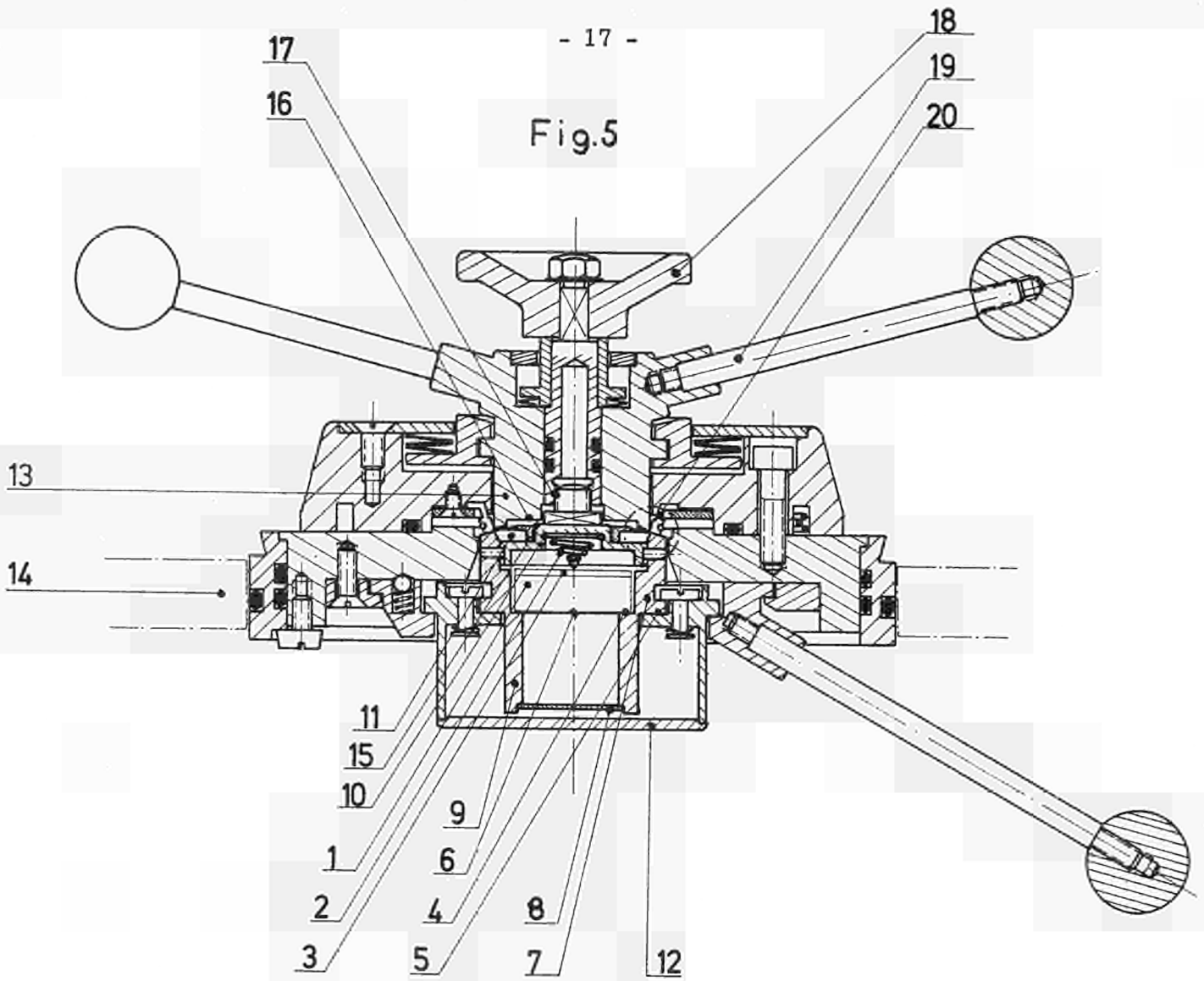


Fig. 5 : Schnitt durch den Probenbehälter für das Goniometer und seine Ladevorrichtung

Fig. 5a

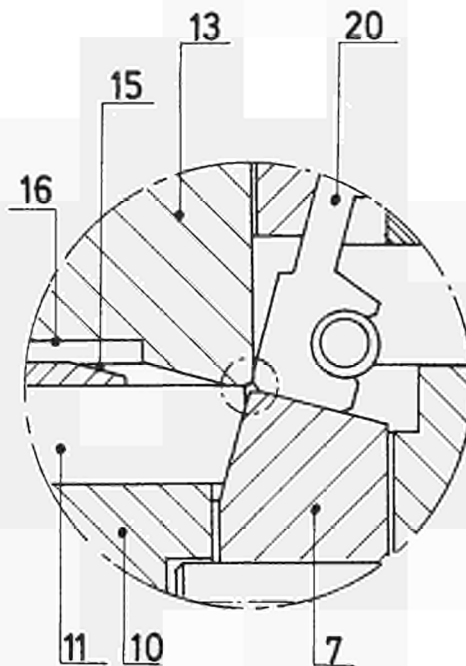


Fig. 5a: Dichtungszone des Doppeldeckelsystems

- 1 Probe
- 2 Andruckfeder
- 3 Glasplättchen
- 4 Auflageflächen
- 5 Justierflächen
- 6 Probenoberfläche
- 7 Probenbehälter
- 8 Berylliumfolie
- 9 Seitenwände des Probenbehälters
- 10 Deckel des Probenbehälters (unterer Teil des Doppeldeckels)
- 11 Teflondichtung
- 12 Unterteil des Transportbehälters
- 13 Verschlusspfropfen (oberer Teil des Doppeldeckels)
- 14 Grundplatte der Box
- 15) Kontaminationsfreie Flächen
- 16)
- 17 Gewinde } zum Verschrauben der beiden Teile des Doppeldeckels
- 18 Handrad }
- 19 Hebel zum Abnehmen und Aufsetzen des Doppeldeckels
- 20 Hutmanschette mit Feder

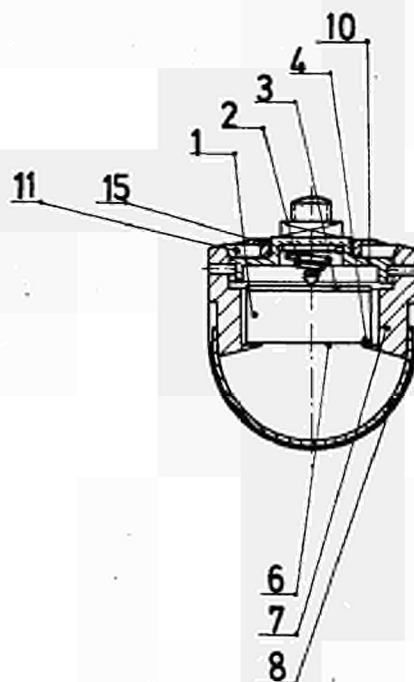


Fig. 6 : Schnitt durch den Probenbehälter für das Goniometer in einer Ebene senkrecht zur Ebene der Fig. 5.

vorrichtung befestigt, daß die obere äußere Kante seiner Teflondichtung [11] entlang einer Kreislinie gegen die spitzwinklige Unterkante des Verschlußpfropfens [13] angepreßt wird. Damit wird für die Dauer der Ladeoperation eine dichte Verbindung zwischen dem Behälterdeckel [10] und dem Verschlußpfropfen [13] hergestellt, die die Kontamination der mit der Laborluft in Berührung kommenden Flächen [15] und [16] vermeidet. Verschlußpfropfen [13] und Behälterdeckel [10] bilden den oberen bzw. unteren Teil des "doppelten Deckels". Diese beiden Teile werden über das Gewinde [17] mittels des Handrades [18] fest miteinander verschraubt. Durch eine Drehung der Hebel [19] um einen bestimmten Winkel wird der Deckel [10] aus seinem Bajonettverschluß gelöst und mitsamt dem Verschlußpfropfen [13] ins Innere der Box herausgezogen. Das Innere des Probenbehälters [7] ist nun von der Box her frei zugänglich. Dieses Stadium zeigt die Aufnahme der Fig. 4. Mittels einer Pinzette, die in zwei Löcher der Probe eingreift, wird die alte Probe herausgehoben und eine neue eingelegt. Danach wird durch Wiederholung aller beschriebenen Arbeitsgänge in umgekehrter Reihenfolge und mit umgekehrtem Drehsinn der Probenbehälter wieder verschlossen und von der Ladevorrichtung abgenommen.

Die Abdichtung der Box in der Zone des doppelten Deckels übernimmt die Hutmanschette mit Feder [20]. Ist der Doppeldeckel abgenommen, so dichtet sie mit ihrer unteren Dichtfläche gegen den Probenbehälter [7]. Ist dagegen der Probenbehälter abgenommen, dichtet sie mit ihrer inneren Dichtfläche gegen den Verschlußpfropfen [13]. Diese Dichtungszone ist in Fig. 5a vergrößert herausgezeichnet.

Beim Be- und Entladevorgang kann eine eventuelle Kontamination der Außenseite des Probenbehälters bzw. der Außenseite der Hutmanschette [20] und des Verschlußpfropfens [13] nur entlang einer Kreislinie erfolgen, die in unmittelbarer Nähe der spitzwinkligen Unterkante

des Verschlusspfropfens [13] liegt. Ein Schnitt durch diese Zone möglicher Kontamination ist in Fig. 5a durch einen Kreis angedeutet. Das Doppeldeckelsystem verhindert also nicht absolut den Austritt von Kontamination, sondern sein Wesen besteht darin, die Kontamination auf eine leicht kontrollierbare Kreislinie zu beschränken. Die Kontrolle der Kontamination kann darin bestehen, daß man die Zone entlang der Kreislinie einfettet und so eventuelle aktive Partikel bindet. Wird nach dem Ladevorgang durch Messung Aktivität in dieser Zone festgestellt, so läßt sie sich durch sorgfältiges Abwischen entfernen.

2.1.3. Probenvorbereitung

Die Sicherheit wird bei unseren Arbeiten noch erhöht durch die Verwendung von äußerlich unkontaminierten Proben. Die Herstellung dieser Proben wird in Fig. 7 schematisch dargestellt.

In einen Plexiglasring [1], der unten mit einer aufgeklebten 10 μ -Hostaphanfolie [2] verschlossen ist, wird in einer Box mit geringem Kontaminationsniveau das Pulver der Probe [3] oder eine kompakte Probe [4] mit ebener Fläche eingebracht. Die Probe wird mit einer Bleischeibe [5] beschwert und mit Araldit [6] umgossen. Der Plexiglasring mit seiner Füllung stellt die Probe dar, die in den Probenbehälter eingelegt wird. Damit die Außenflächen dieser Probe unkontaminiert bleiben, befindet sich der Plexiglasring während der Probenvorbereitung in einem Schutzbehälter [8], ist die Oberseite von Plexiglasring und Schutzbehälter mit Klebefolie [7] geschützt, und wird Pulver durch einen sehr weiten Trichter in den Plexiglasring eingefüllt.

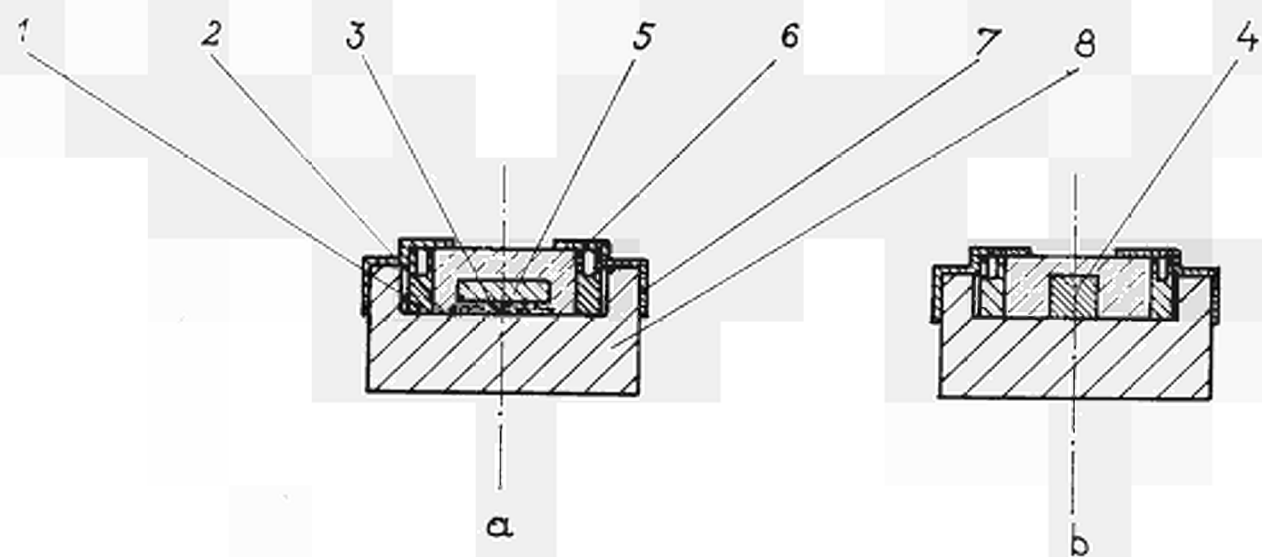


Fig. 7 : Probenvorbereitung für das Diffraktometer

- | | |
|---|----------------|
| 1 | Plexiglasring |
| 2 | Hostaphanfolie |
| 3 | Pulver-Probe |
| 4 | Kompakte Probe |
| 5 | Bleischeibe |
| 6 | Araldit |
| 7 | Klebefolie |
| 8 | Schutzbehälter |

2.1.4. Drehbarer Probenbehälter für das Goniometer

Ein Probenbehälter, der zum Ausgleich von Texturen um eine zur Probenebene senkrechte Achse gedreht werden kann, wurde nach dem gleichen Prinzip entwickelt. Sinngemäß ist bei ihm die zylinderförmige Berylliumfolie durch eine halbkugelförmige ersetzt. Er kann ebenfalls in der beschriebenen Doppeldeckelvorrichtung be- und entladen werden. Außerdem kann er auf eine Plankamera zur Präzisionsbestimmung von Gitterparametern aufgesetzt werden.

2.2. Hochtemperaturdiffraktometer

Ein Probenbehälter der oben beschriebenen Art für ein Goniometer läßt sich nicht beheizen. Daher ist man für Hochtemperaturuntersuchungen gezwungen, das Goniometer in eine Box einzubauen. Wir wählten eine Anordnung mit einer Feinfokusröhre, einem Monochromator, der mit praktisch reiner $\text{CuK}\alpha_1$ -Strahlung zu arbeiten gestattet, einem Goniometer mit horizontaler Drehachse und einem Hochtemperaturzusatz, in dem das Pulver der Probe auf ein in der Drehachse des Goniometers befindliches Metallband-Heizelement aufgebracht ist. Alle diese Teile sind innerhalb der Box untergebracht; die Röhrenspannung wird durch eine spezielle Hochspannungsdurchführung in die Box eingeführt. Eine ausführliche Beschreibung dieser experimentellen Anordnung wird an anderer Stelle gegeben werden.

An der Entwicklung der beschriebenen Vorrichtungen und Verfahren waren die Herren H. BAX (1.2., 1.3.), Y. CORNAY (1.2., 2.1.3., 2.1.4., 2.2.), C. DUFOUR (2.1.3.), J. LEWIN (1.1.) und A. PICHON (2.1.1., 2.1.2.) beteiligt.

LITERATUR

- (1) U. BENEDICT, J. LEWIN, Interner Bericht Nr. 11 des Europäischen Instituts für Transurane (1967). Nicht verfügbar.
- (2) J. BLOCH, F. ANSELIN, P. SOLENTE, Bulletin d'Informations Scientifiques et Techniques du C.E.A., No. 92, avril 1965.

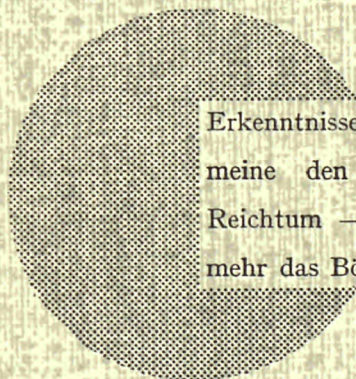
AN UNSERE LESER

Alle Euratom-Berichte werden nach Erscheinen in der von der Zentralstelle für Information und Dokumentation (CID) herausgegebenen Monatszeitschrift **EURATOM INFORMATION** angezeigt. Abonnements (1 Jahr : DM 60) und Probehefte sind erhältlich bei :

Handelsblatt GmbH
"Euratom Information"
Postfach 1102
D-4 Düsseldorf (Deutschland)

oder

Office de vente des publications
des Communautés européennes
2, Place de Metz
Luxembourg



Erkenntnisse verbreiten ist soviel wie Wohlstand verbreiten — ich meine den allgemeinen Wohlstand, nicht den individuellen Reichtum — denn mit dem Wohlstand verschwindet mehr und mehr das Böse, das uns aus dunkler Zeit vererbt ist.

Alfred Nobel

VERTRIEBSSTELLEN

Alle Euratom-Berichte sind bei folgenden Stellen zu den auf der ersten Rückseite des Umschlags angegebenen Preisen erhältlich (bei schriftlicher Bestellung bitte die EUR-Nummer und den Titel, die beide auf der ersten Umschlagsseite jedes Bericht stehen, deutlich angeben).

OFFICE CENTRAL DE VENTE DES PUBLICATIONS DES COMMUNAUTES EUROPEENNES

2, place de Metz, Luxembourg (Compte chèque postal N° 191-90)

BELGIQUE — BELGIË

MONITEUR BELGE
40-42, rue de Louvain - Bruxelles
BELGISCH STAATSBLAD
Leuvenseweg 40-42, - Brussel

LUXEMBOURG

OFFICE CENTRAL DE VENTE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
9, rue Goethe - Luxembourg

DEUTSCHLAND

BUNDESANZEIGER
Postfach - Köln 1

NEDERLAND

STAATSDRUKKERIJ
Christoffel Plantijnstraat - Den Haag

FRANCE

SERVICE DE VENTE EN FRANCE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
26, rue Desaix - Paris 15^e

UNITED KINGDOM

H. M. STATIONERY OFFICE
P. O. Box 569 - London S.E.1

ITALIA

LIBRERIA DELLO STATO
Piazza G. Verdi, 10 - Roma

EURATOM — C.I.D.
51-53, rue Belliard
Bruxelles (Belgique)

CDNA03897DEC