
EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

**AUTOMATICKÁ DIFRAKČNÁ KOMÔRKA K MIKORÖNTGENU
MIKROMETA****MILAN KOZLER**

Výskumný ústav chemických vlákien vo Svite

Medzi modernými fyzikálnymi metódami na štúdium štruktúry prírodných a syntetických vlákien stoja röntgenografické metódy na prvom mieste. Svedčia o tom mnohé práce vynikajúcich zahraničných autorov, ako napr. P. H. Hermansa, A. Weidingera, O. Kratkeho, W. Kasta a pod. [1, 2, 3, 6]. Uvedení autori sledovali vo svojich prácach závislosti medzi fyzikálno-mechanickými hodnotami a fázovým zložením vláknitých materiálov. Veľmi dôležité je stanovenie pomeru medzi amorfnými a kryštalickými oblasťami, a práve tu dávajú röntgenografické metódy veľmi cenné výsledky. Pri všetkých metódach, ktoré uvedení autori opisovali, hlavnou nevýhodou kvantitatívneho vyhodnocovania je pomerne veľká experimentálna chyba, spôsobená jednak nedokonalým technickým zariadením, jednak ťažkosťami pri dodržiavaní porovnateľných podmienok.

Za predpokladu dobrej prípravy preparátov a vylúčenia ostatných subjektívnych chýb bolo treba riešiť otázku nedokonalosti technického zariadenia. Týmto problémom sa zaoberal O. Kratky [4] pri konštrukcii „porovnávaacej kamery“ a A. Kochanovská [5] pri sledovaní kryštalinity celulózy.

Riešenie O. Kratkeho bolo zamerané iba na zhotovenie dvoch vzoriek za porovnateľných expozičných podmienok, pričom sa neeliminujú chyby, ktoré môže spôsobiť nerovnomernosť fotografickej emulzie na filme a nerovnomerné vyvolávanie porovnávaných röntgenogramov. Naproti tomu možno hodnotiť i snímky s textúrou, pretože každý preparát sa exponuje na celý film.

Automatická komôrka navrhnutá Kochanovskou berie do úvahy odstránenie uvedených zdrojov chýb, pretože všetky porovnávané röntgenogramy sú exponované na jeden film. Okrem toho umožňuje vyhodnocovanie rozptylu na vzduchu a okrajoch clonky, ako aj korekciu na spojité žiarenie. Ďalšou prednosťou je i to, že počas expozície sa vzorka pozvoľna otáča, takže výsledný interferenčný obraz vznikne priemerom z celej premeranej oblasti. Vsunutím druhej vzorky pred clonku sa dá získať rozptyl na vzduchu už korigovaný o absorpciu, takže túto korekciu netreba zložito vypočítavať.

Experimentálna časť

Na našom ústave sme skonštruovali zjednodušený typ automatickej komôrky, ktorá má všetky prednosti úprav podľa Kochanovskej okrem integrácie vzorky pozvoľným otáčaním. Dokonalou homogenizáciou vzorky sa však možnosť tejto chyby zníži na minimum.

Prednosť komôrky spočíva najmä v tom, že je konštrukčne oveľa jednoduchšia, čo má veľký význam najmä pri zhotovovaní zariadenia priamo na pracovisku.

S možnosťou zariadenia monochromátora pred komôrku sa v našom návrhu nepočítalo, pretože pre bežnú prax stačí zavedenie korekcie na spojité žiarenie, ktoré sa vyhodnotí z polovice röntgenogramu, krytej hliníkovou fóliou. Pre presné práce, pri ktorých sa nemožno obísť bez monochromatického žiarenia, bolo by treba riešiť zachytenie komôrky na držiak röntgenovej lampy zložitejším spôsobom, avšak jednoduchý princíp pretáčania pomocou elektromagnetov by mohol zostať nezmenený.

Navrhované zariadenie splňuje tieto základné podmienky:

1. Komôrka je rovinná pre snímkovanie preparátov metódou na priechod, bežnou pri väčšine vyhodnotení organických a vysokomolekulových vzoriek.
2. Za celkom rovnakých expozičných podmienok je možné snímkať 8 vzoriek.
3. Pretáčanie vzoriek a kazety s filmom je úplne automatické.
4. Stratové časy pri pretáčaní sú potlačené na minimum.
5. Konštrukcia komôrky vychádza z bežných súčastí príslušenstva k röntgenogramu *Mikrometa* a dá sa veľmi ľahko upevniť priamo na držiak kaziet.

Opis automatickej komôrky

Princíp komôrky spočíva v tom, že vzorkovnice sa vždy po jednominútovej expozícii pretočia a tak sa umiesti ďalšia vzorka do zväzku röntgenových lúčov. Súčasne s tým sa pretočí i kazeta s filmom, takže každá vzorka sa exponuje vždy na svoje príslušné dvoj-pole. Tento cyklus sa opakuje tak dlho, až súčet expozičných dôb dáva dostatočne exponovanú snímku. Pri pretáčaní jednotlivých vzoriek mohli by na okrajoch vzorkovnice nastať rušivé interferencie. Preto sa pred každým pretočením vyloní primárny lúč olovenou clonkou.

Funkcia komôrky vysvitne z tohto opisu. Automatická komôrka je zostavená z 3 častí:

1. časovacej skrinky, 2. kazety na preparáty, 3. kazety na filmy.

Časovacia skrinka

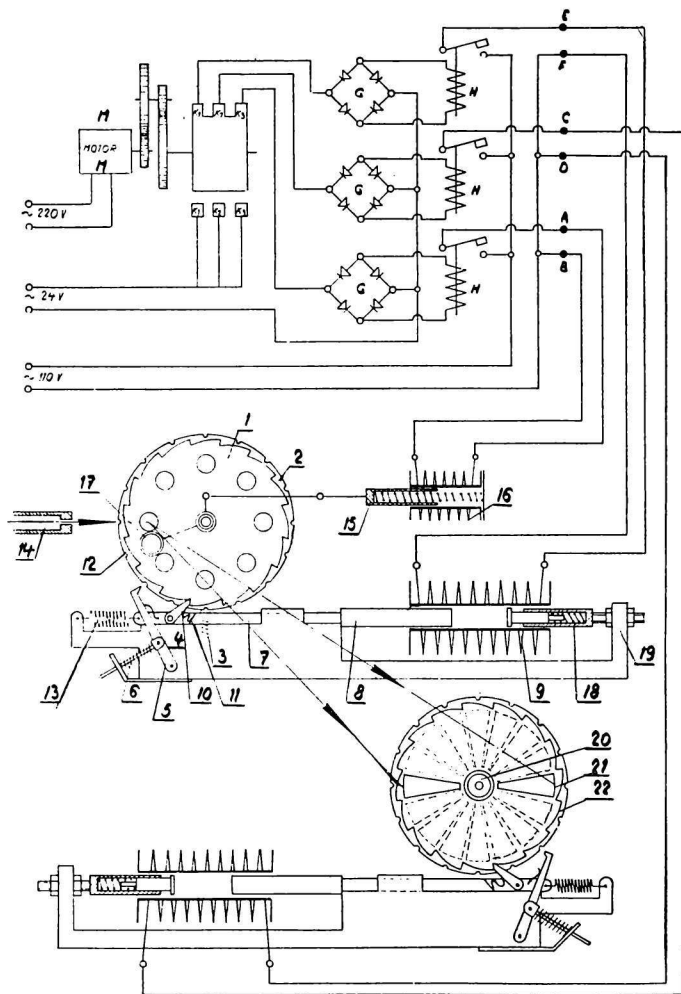
Jej jednotlivé časti sú (pozri schématický náčrt): hodinový motor (M) s prevodom a so zárážkami (K_1 , K_2 , K_3), perové kontakty, trojitý selénový usmerňovač 24 V/0,5 A (G), 3 relé 24 V, 160 ohm (H).

Malý synchronný motorček (M) má pripojený prevod s takým pomerom obvodov, aby sa posledné kolo otočilo raz za minútu. Toto kolo nesie zárážku, zloženú z troch častí (K_1 , K_2 , K_3), ktorá v určitej polohe spína perové kontakty. Tým sa uzavretý obvod striedavého prúdu o napätí 24 V usmerní na usmerňovači (G) a uvedie sa do činnosti na nej pripojené relé (H), ktoré dá impulz príslušnému elektromagnetu (pozri ďalej). Zárážka na prevodovom kole je skonštruovaná tak, aby elektromagnety dávali najkratšie impulzy, okrem magnetu, ktorý uzaviera olovenou clonkou vstup primárneho lúča na vzorku. Ten je zapnutý počas celej doby pretáčania kazety a vzorkovnice kontaktom K_3 , teda po dobu asi 2—3 sekúnd. Napätie 24 V potrebné pre spínanie relé sa odoberá zo zástrčky cez malý transformátor, napätie potrebné pre pohon elektromagnetov sa berie pritom z regulačného transformátora v *Mikromete*.

Kazeta na preparáty

Kruhovú vzorkovnicu (1), do ktorej 8 otvorov sa vkladajú preparáty, skladá sa z dvoch kruhov. Prvý (2) má na obvode 16 zárezov, slúžiacich na presné nastavenie vzorkovnice po jej otočení, čo zaisťuje i guľčiková západka (3). Zároveň zabraňuje pretočeniu kazety

o väčší uhol, ako je potrebné ($22,5^\circ$), pretože pri pretáčaní uvoľní západku (4), ktorá je potom perom (6) pritlačená k obvodu kruhu a zapadne do príslušného zárezu. Posun je spôsobený ťahadlom (7), prechádzajúcim do jadra (8) elektromagnetu (9). Toto ťahadlo má pohyblivú západku (10) odpruženú perom (11), ktorá zapadá do jednostranných zubov na obvode nosiča (12). Po pretočení sa ťahadlo okamžite vráti do pôvodnej polohy, priťahované perom (13), západka (10) zaskočí do ďalšieho zuba a kazeta je pripravená na ďalšie pretočenie. Celá kazeta je pripevnená na excentrickom nosiči, posuno-



Obr. 1.

vanom na upevňovacej tyči röntgenovej lampy. Nosič je vysunutý tým spôsobom, že vždy jedno okienko je vo zväzku primárnych lúčov, vystupujúcich z clonky (14). Pri pretáčaní vťiahnutím jadra (15) do elektromagnetu (16) zakryje olovená clonka (17) vstup lúčov do kazety, takže nastavenie ďalšej vzorky prebieha bez osvetlenia röntgenovými lúčmi. Vinutie elektromagnetov (16 a 9) je vyvedené na izolačné kontakty AB, EF,

kde sa privádza prúd z časovacej skrinky. Prudký doraz jadra (8) je miernený nastaviteľným perovým nárazníkom (18), pripraveným na nosiči (19).

Kazeta na filmy

Kruhovú kazetu (20) je pripravená na dvoch nosičoch (21 a 22), totožných s nosičmi (1 a 2) pri kazete na preparáty, ktoré umožňujú posun kazety úplne rovnako ako pri kazete na preparáty. Film sa vkladá na dno kazety (20) pod mosadznú masku, ktorá udáva veľkosť jednotlivých exponovaných segmentov. Ďalej je pred kazetou umiestnený mosadzný kryt, ktorý pri pretáčaní kazety s filmom zostáva stáť a umožňuje tak, aby bol film exponovaný vždy len na dvoch úzkych, proti sebe ležiacich výsečiach.

Táto komôrka odstráni pri súčasnom snímkaní 8 vzoriek tieto možné chyby:

1. Tým, že všetky vzorky sú exponované na jednu snímku, je zaručený rovnaký spôsob vyvolávania a zároveň je znížená chyba spôsobená nehomogenitou fotografickej emulzie.

2. Vplyv kolísania sieťového napätia, ktoré nie je väčšinou pri röntgenových prístrojoch stabilizované, vyrovná sa pri všetkých vzorkách, pretože opakovaním jedinomínutových expozícií sa získa určitá stredná hodnota pre každú snímku.

3. Ak počas dlhodobej expozície by bolo možné predpokladať znižujúcu sa intenzitu žiarenia následkom starnutia röntgenovej lampy, je i táto chyba eliminovaná.

Súhrn

V práci sme opísali konštrukciu automatickej difrakčnej komôrky pre röntgenografické snímkovanie 8 vzoriek za konštantných expozičných podmienok. Funkciu komôrky sme vyskúšali na vyhodnotení kryštalického a amorfného podielu vlákien. Podobne dobre sa však komôrka osvedčila i pri sledovaní zmien kryštalinity iných vysokomolekulových zlúčenín. Okrem týchto špeciálnych účelov má ešte široké možnosti použitia pri najrôznejších typoch metód pre kvantitatívne vyhodnocovanie väčšieho množstva vzoriek, a tým sa jej použiteľnosť rozširuje na všetky röntgenové pracoviská s najrôznejšou problematikou.

АВТОМАТИЧЕСКАЯ ДИФФРАКЦИОННАЯ КАМЕРА ДЛЯ МИКРОРЕНТГЕНА МИКРОМЕТА

МИЛАН КОЗЛЕР

Научно-исследовательский институт искусственных волокон, Свят

Выводы

Описана конструкция автоматической камеры для рентгеновской съемки 8 образцов при постоянных условиях режима съемки. Применимость камеры проверена при обнаружении кристаллической и аморфной частей волокнистого материала. Камера оказалась пригодной для исследования изменений кристаллической фазы также других высокомолекулярных соединений. Кроме того камера широко применима для целого ряда других методов количественного исследования большего количества образцов.

Поступило в редакцию 8. 8. 1959 г.

AUTOMATISCHE DIFFRAKTIONS-KAMERA ZUR MIKORÖNTGEN-APPARATUR MIKROMETA

MILAN KOZLER

Forschungsinstitut für chemische Fasern in Svit

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird die Konstruktion einer automatischen Diffraktionskamera für die röntgenographische Aufnahme von 8 Proben unter konstanten Expositionsbedingungen beschrieben. Die Funktion dieser Kamera wurde für die Auswertung des kristallinen und amorphen Anteils von Fasern überprüft. Ähnlich gut bewährte sich diese Kamera jedoch auch bei der Untersuchung von Veränderungen der Kristallinität anderer hochmolekularer Verbindungen. Ausser für diese Spezialzwecke besitzt diese Kamera jedoch noch breite Anwendungsmöglichkeiten bei den verschiedenartigsten Typen von Methoden für die quantitative Auswertung einer grösseren Probenmenge und damit erweitert sich deren Anwendbarkeit auf alle Röntgenarbeitsstätten mit unterschiedlichster Problematik.

In die Redaktion eingelangt den 8. 8. 1959

LITERATÚRA

1. Hermans P. H., Kolloid. Z. 120, 3 (1951). — 2. Hermans P. H., Weidinger A., J. Appl. Phys. 19, 491 (1948). — 3. Kast W., Null Textilber 31, 83 (1950); 32, 361, 442 (1951). — 4. Kratky O., Schlossberger F., Sekora A., Z. Elektrochem. 48, 409 (1942). — 5. Kochanovská A., Papír a celuloza 4, 84 (1954). — 6. Kratky O., Kolloid. Z. 120, 24 (1951).

Do redakcie došlo 8. 8. 1959

Adresa autora:

Inž. Milan Kozler, Svit, okr. Poprad, Výskumný ústav chemických vlákien.