

---

---

## EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

---

---

### Vákuová teplotná komora pre röntgenovú analýzu polymérov

L. ULICKÝ

*Katedra fyzikálnej chémie Slovenskej vysokej školy technickej,  
Bratislava*

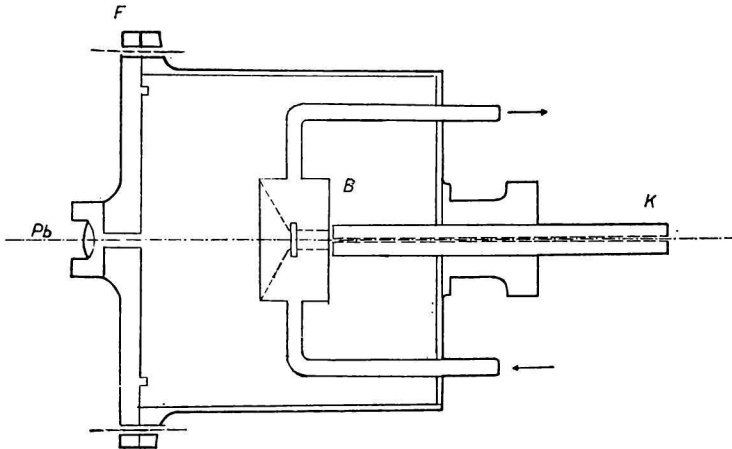
V práci je opísaná konštrukcia vákuovej teplotnej komory pre röntgenovú analýzu polymérov metódou na priechod. Na temperovanie sa používa cirkulačná technika, umožňujúca pracovať s jednou vzorkou v rozmedzí teplôt  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $+250\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Teplotný režim možno udržiavať v intervale  $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Teplota sa meria termočlánkom. Na snímke možno zachytiť difrakčný kruh zodpovedajúci medzirovínnej vzdialenosti minimálne  $2,4\text{ \AA}$ .

Röntgenové snímky polymérov získané pri rozličných teplotách poskytujú informácie o teplotnej závislosti kryštalinity, fázových premenách, zmenách medzirovinných vzdialeností (najmä pri nízkych teplotách) a pod. Konštrukcia príslušných komôr si obzvlášť pri vysokých teplotách vyžaduje ochranu vzorky pred vplyvom atmosféry a filmu pred tepelným žiarením. Pri nižších teplotách treba vzorku chrániť pred kondenzáciou vodných pár, pri nízkych teplotách pred námrazou, prípadne usadením tuhého  $\text{CO}_2$ . Vyhrievanie vzorky, najmä pri práškových a monokryštálových metódach býva spravidla elektrické [1]. Pri zisťovaní tepelných vplyvov na polyméry sa najvyššia teplota pohybuje v rozmedzí  $200\text{—}250\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Na túto teplotu možno vzorku vyhrievať cirkulačnou technikou pomocou termostatu [2]. Pri sledovaní fázových alebo štruktúrnych zmien je výhodné snímať difrakčné obrazce z jedinej vzorky v pomerne širokom teplotnom intervale. Z toho dôvodu sme skonštruovali vákuovú teplotnú komoru pre metódu na priechod, v ktorej sa vzorka temperuje cirkulačnou technikou, čo umožňuje pracovať s jednou vzorkou v intervale  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $+250\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

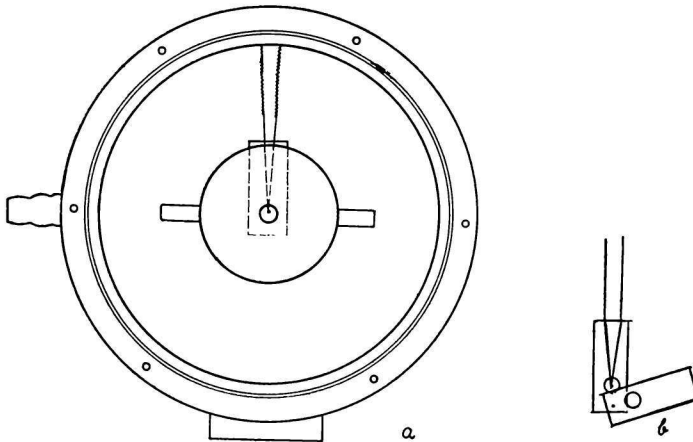
#### *Komora*

Teleso komory (obr. 1) tvorí ocelová rúra, uzavretá čelnou stenou, na ktorej je prívod a vývod temperačného média, vedúci do mosadzného temperačného bubna *B*. Do čela je súčasne zaskrutkovaný kolimátor *K*. Na spodnej časti (obr. 2a) je privarený podstavec, ktorým sa komora upevňuje v univerzálnom nosiči posunovateľnom po tyči závesu komôr Mikromety. Sklolaminátové izolanty, cez ktoré je vyvedený termočlánok ( $\text{Fe-Ko}$ ), sú zapustené v hornej časti komory. Na zadnej časti tela je príruka, na ktorú sa pomocou krídlových maticiek upevňuje kazeta s filmom *F*. Dno kazety, ako aj celý jej vnútorný povrch je pokrytý olovenou fóliou, zabraňujúcou rozptýlenému žiareniu, ktoré by mohlo vzniknúť najmä pri použití medenej antikatódy. Kolimátor skonštruovaný podľa [3] je vymeniteľný, čo umožňuje použiť clonky s rozličným priemerom, prípadne sklenú

clonku, obzvlášť výhodnú pri snímkaní pri nízkych teplotách. Dĺžka kolimátora sa volí tak, aby sa dosiahol čo najparalelnejší primárny zväzok. Vákuotesnosť kolimátora sa dosiahla 0,02 mm hrubou acetátcelulózovou fóliou, nalepenou na jeho vstupnej strane. Zhotovil sa aj kolimátor, na ktorom tesnenie obstarávala kovová fólia (niklová pri použití Cu žiarenia, železná pri Co žiarení), priskrutkovaná na vstupnej strane, ktorá súčasne slúžila ako filter. Rozptylu na okrajoch clonky zabráňuje olovená vložka na konci kolimátora. Vzorka je vo forme fólie umiestená medzi dve strieborné doštičky s otvorom pre prechod primárneho žiarenia (obr. 2b). V spodnej doštičke je zapustený termočlánok,

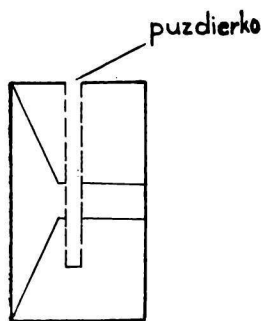


Obr. 1.



Obr. 2.

ktorého zvar sa vlisuje do vzorky v tesnej blízkosti miesta, v ktorom prechádza primárne žiarenie. Temperačný bubon (obr. 3) je skonštruovaný podobne ako temperačná komôrka v práci [4]. Vzorka medzi doštičkami sa zasúva do puzdierka. Jej teplota sa meria termočlánkom železo—konštantán (studený spoj pri 0 °C). Stopu primárneho lúča možno vycloniť oloveným terčíkom, umiesteným v strede krycieho papiera filmu, alebo malým lapačom primára, pričom ju možno sledovať na tienidle, krytom olovnatým sklom (Pb na

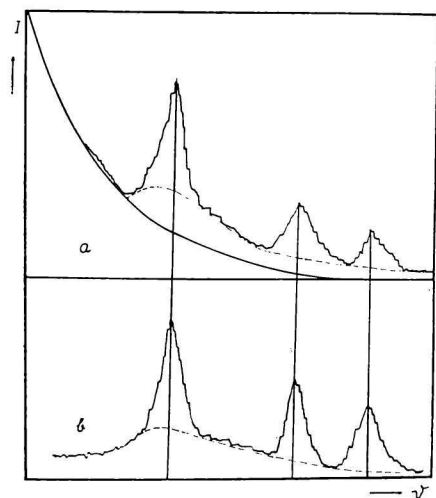


Obr. 3.

obr. 1). Tesnenie medzi kazetou s filmom a prírubou na zadnej časti komory obstaráva teflonový medzikružok. Pri presných meraniach medzirovinných vzdialeností alebo ich zmien je potrebné tesnenie kov na kov. Stýkajúce sa plochy musia byť dokonale zbrúsené a pred priskrutkovaním potrebné jemnou vrstvou silikónového oleja.

### Diskusia

Opísaná komora spĺňa základné podmienky teplotných komôr. Tým, že je počas expozície evakuovaná (pracovný tlak nesmie prevyšovať I torr), je vylúčený vplyv atmosferických činiteľov na vzorku (chemický pri vyšších teplotách, kondenzácia pár a pod. pri nižších teplotách). Vákuum má navyše tú výhodu, že je odstránený rozptyl röntgenového žiarenia na vzduchu, ktorý často splyva s difúznym rozptylom na amorfnom podiele vzorky a pri kvantitatívnych interpretáciách snímok sa musí odstraňovať (obr. 4). Evakuovaný pracovný priestor komory je súčasne výbornou tepelnou izoláciou medzi



Obr. 4. Fotometrický záznam zo snímky polychloroprénového kaučuku, zhotovenej a) normálnou metódou na priechod vzduchu; b) v opísanej komore vo vákuu.

temperačným bubnom a filmom a obmedzuje tepelné straty na minimum. Straty tepla vedením na styčných miestach medzi prívodom a odvodom cirkulačného média a čelom telesa komory sa odstránia vhodným izolantom, ktorý sa však musí dôkladne vákuove utesniť. Izolovanie je obzvlášť nevyhnutné pri nižších teplotách, pretože môže dôjsť k vytváraniu námrazy na kolimátore.

Na termostatovanie sa používa bežná laboratórna technika, cirkulačné médium závisí od teplôt, pri ktorých sa meria. Presnosť udržiavania teplôt závisí od pracovnej teploty (minimálna  $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Temperovanie parami dusíka (teploty pod  $-100^\circ\text{C}$ ) si vyžaduje už náročnejšiu laboratórnu techniku.

Vzdialenosť vzorka—film a priemer filmu sa volili tak, aby sa dali zaregistrovať difrakcie s uhlami  $4\theta$  do  $74^\circ$ . Maximálne možno zaznamenať difrakčný kruh zodpovedajúci medzirovínnej vzdialenosti  $2,4 \text{ \AA}$  (pre žiarenie  $\text{CuK}\alpha$ ). Nevýhodou opísanej komory je nemožnosť otáčania vzorky alebo filmu počas expozície. Vyžaduje si preto vzorky vo forme homogénnych planparalelných filmov, aby sa vylúčili vplyvy nehomogenít na intenzitu sčernania difrakčného kruhu.

*Ďakujem A. Záreckému a E. Lengyelovi za vyhotovenie komory.*

#### ВАКУУМНАЯ ТЕМПЕРАТУРНАЯ КАМЕРА ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОГО АНАЛИЗА ПОЛИМЕРОВ

Л. Улицки

Кафедра физической химии Словацкого политехнического института,  
Братислава

В работе описывается конструкция вакуумной температурной камеры для рентгеновского анализа полимеров методом прямой съемки. Для термостатирования применяется проточный метод, благодаря которому можно работать с одним образцом в интервале температур от  $-50$  до  $+250^\circ$ . Температура поддерживается с точностью  $\pm 1^\circ$  и измеряется термпарой. На фотопленке можно получить дифракционное кольцо для межплоскостного расстояния минимально  $2,4 \text{ \AA}$  (для излучения медного антикатада).

*Preložila T. Dillingerová*

#### TEMPERIERBARE VAKUUMKAMMER FÜR RTG-ANALYSE DER POLYMEREN

L. Ulický

Lehrstuhl für physikalische Chemie an der Slowakischen Technischen Hochschule,  
Bratislava

Es wird die Konstruktion einer Vakuumkammer für RTG-Analyse mit der Durchgangsmethode beschrieben. Zum Temperieren wird eine Zirkulationstechnik verwendet, welche das Arbeiten mit einem Muster im Temperaturgebiet  $-50$  bis  $+250^\circ\text{C}$  ermöglicht. Die Temperatur wird mit einer Genauigkeit von  $\pm 1^\circ\text{C}$  geregelt und mit einem Thermoelement gemessen. Auf der RTG-Aufnahme ist es möglich den Diffraktionskreis, welcher einem minimalen Abstand der Gitterebenen von  $2,4 \text{ \AA}$  entsprechen, noch zu erfassen (Strahlung einer Cu-Antikathode).

*Preložil V. Jesenák*

## LITERATÚRA

1. Klug H. P., Alexander L. E., *X-Ray Diffraction Procedures*, 226. J. Wiley, Inc., New York 1954.
2. Kitajgorodskij A. J., *Rentgenostrukturnyj analiz melkokristalličeskich i amorfných tel*, 245. Gosudarstvennoje izdatelstvo techniko-teoretičeskoj literatury, Moskva—Leningrad 1952.
3. Umanskij M. M., *Apparatura rentgenostrukturných issledovanij*, 21. Gosudarstvennoje izdatelstvo fiziko-matematičeskoj literatury, Moskva 1960.
4. Ulický L., *Chem. zvesti* **16**, 818 (1962).

Do redakcie došlo 19. 2. 1965

*Adresa autora:*

*Inž. Ladislav Ulický, CSc., Katedra fyzikálnej chémie SVŠT, Bratislava, Jánska 1.*