



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **261 214 A1**

4(51) G 01 N 23/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 01 N / 287 834 0	(22)	13.03.86	(44)	19.10.88
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Freiburger Präzisionsmechanik, Hainichener Straße 2a, Freiberg, 9200, DD
(72)	Steidel, Egon, DD

(54) **Probenteller für Probenwechsler**

(57) Die Erfindung betrifft einen Probenteller für Probenwechsler zu Diffraktometern, speziell Röntgendiffraktometern, der zur Aufnahme von mehreren Küvetten oder größeren kompakten Proben dient und Messungen mit Einstrahlwinkeln ω von 0° – 90° im Horizontal- und Vertikalbetrieb des Diffraktometers ermöglicht.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Patentanspruch:

1. Probenteller für Probenwechsler, **dadurch gekennzeichnet**, daß die zu untersuchende Probe bzw. Küvette (2) zwischen einer als Anlagefläche dienenden rückseitigen Peripherie der Planfläche einer Scheibe (1) und jeweiliger Knagge (6) geklemmt wird und sich die zu bestrahlende Probenfläche in der Nulllinie des Goniometers befindet ohne daß der Strahlengang bei Messungen bis Einstrahlwinkel $\omega = 0^\circ$ durch Körperkanten beschnitten wird.
2. Probenteller nach Punkt 1 **dadurch gekennzeichnet**, daß die radiale Orientierung der Küvetten (2) durch Knaggen (6) und Küvettennut vorgenommen wird und durch die in sich geschlossene Anlagefläche größere und nicht nur in Küvetten aufgenommene Proben befestigt werden können.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen Probenteller für Probenwechsler eines Diffraktometers, insbesondere eines Röntgendiffraktometers, der es ermöglicht Küvetten und größere Proben im Winkelbereich ω von 0° – 90° im Vertikal- und Horizontalbetrieb zu untersuchen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zu Röntgendiffraktometern bekannter Ausführung werden verschiedene automatische Probenwechsler angeboten, die sowohl automatische Reihenanalysen mehrerer Proben als auch das automatische Einschwenken von Standardproben für Korrekturzwecke ermöglichen. Bei allen bekannten Probenwechslern müssen die zu untersuchenden Proben in Küvetten eingebracht werden um sie in den jeweiligen Probenwechsler aufnehmen zu können bzw. von den zu untersuchenden Materialien müssen entsprechend kleine Proben in Größe und Form der Küvetten angefertigt werden.

Besonders bei der Integration von Röntgendiffraktometern in den Produktionsprozeß wirkt es sich nachteilig aus, wenn von den zu untersuchenden Materialien erst Probestücke mit genau definierten Formen und Maßen angefertigt werden müssen, da sich der Zeitpunkt der Behebung der durch die Messung erkannten Mängel im Produktionsablauf zu weit nach hinten verschiebt.

Der Probenwechsel bei den bekannten Probenwechslern wird durch relativ fertigungs- und platzaufwendige Probentrommeln bzw. -magazine oder durch Probenteller vorgenommen.

Bei Verwendung von Probenwechslern mit Probentrommeln bzw. -magazinen können nur teilweise Messungen bis zum Einstrahlwinkel $\omega = 0^\circ$ bzw. bis zum Einstrahlwinkel $\omega = 90^\circ$ vorgenommen werden, und die Probengröße ist nur sehr klein und genau definiert.

Bekannte Probenwechsler bei denen der Probenwechsler mit Probentellern, bei denen jeweils 4 bis 10 Proben kreisförmig angeordnet sind, vorgenommen wird, benötigen zwar weniger Platz auf dem Diffraktometer jedoch ermöglichen sie keine Messung bei Einstrahlwinkeln bis zu $\omega = 0^\circ$, da die vor der zu bestrahlenden Fläche liegenden konstruktiv bedingten Kanten des Gerätes den Strahlengang bei kleinen Meßwinkeln bescheiden.

Nur wenige der bekannten Probenwechsler sind im Horizontal- und Vertikalbetrieb des Diffraktometers funktionsfähig.

Ziel der Erfindung

Durch die Erfindung soll ein Probenteller geschaffen werden, der bei geringem Fertigungs- und Materialaufwand die Untersuchung von mehreren Proben bei Einstrahlwinkeln bis nahe $\omega = 0^\circ$ im Horizontal- und Vertikalbetrieb des Diffraktometers ermöglicht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, einen Probenteller zu schaffen, der es ermöglicht mehrere Proben so aufzunehmen, daß eine Messung bei Einstrahlwinkel bis $\omega = 0^\circ$ im Horizontal- und Vertikalbetrieb vorgenommen werden kann.

Gemäß der Erfindung wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß an die als Anlagefläche dienende, in die Nulllinie des Diffraktometers justierte, Stirnfläche der Probentellerscheibe die Vorderfläche der Küvette bzw. des Probestücks mittels einer Knagge gedrückt wird.

(Die Nulllinie eines Diffraktometers wird definiert als Fluchtlinie, die die Diffraktometerachse senkrecht schneidet und die durch die Schwerpunkte der strahlenoptisch wirksamen Querschnitte der Eintrittsblende bzw. des Fokus der Strahlungsquelle und der Detektorblende verläuft.)

Dadurch wird die Küvette bzw. das Probestück so zwischen der Knagge und der Anlagefläche der Probentellerscheibe befestigt, daß sich die Probenvorderfläche in der Nulllinie des Diffraktometers befindet. Dabei ragt die zu bestrahlende Fläche der Probe so weit über den äußeren Rand der Scheibe hinaus, daß sich die radial benachbarten, auf dem Probenteller aufgenommenen, Küvetten bzw. Proben nicht gegenseitig durch überstehende Kanten den Strahlengang im Meßbereich bis $\omega = 0^\circ$ bescheiden.

Durch diese Anordnung können Proben im Winkelbereich ω von 0° bis 90° untersucht werden. Durch eine an der Rückseite der Küvetten eingebrachte Nut kann eine radiale Orientierung der Küvetten auf dem Probenstellerumfang durch Einrasten der Knaggen in diese Nut erreicht werden. Die dadurch entstandene in sich geschlossene Anlagefläche ermöglicht die Aufnahme von Proben mit größeren Abmaßen als die der Küvetten.

Der Probensteller wird mittels einer Rändelmutter an die Achse des Probenwechslergrundgerätes geschraubt und ermöglicht somit eine Funktion des Probenstellers im Horizontal- und Vertikalbetrieb des Diffraktometers.

Der Probenwechsel wird durch Drehung der Probenstellerscheibe realisiert, auf deren Peripherie mehrere, speziell 10, Proben angeordnet sind.

Ausführungsbeispiel

Den Grundkörper des Probenstellers bildet die Scheibe 1 an deren Peripherie eine Vielzahl (10 Stück) von Küvetten 2 bzw. Proben angeordnet sind. Die Küvetten 2 werden durch Rändelschrauben 3, die in Buchsen 4 gelagert sind und durch Sicherungsscheiben 5 gehalten werden, mittels Knaggen 6 an die Scheibe 1, deren rückseitige Anlagefläche in der Goniometerachse liegt angedrückt.

Die Scheibe 1 wird mittels der im Ring 7 gehaltenen Rändelmutter 8 an der Achse des Probenwechslergrundgerätes befestigt, so daß die freigedrehte Rückseite der Scheibe an der justierten Achsscheibenfläche des Probenwechslergrundgerätes anliegt und durch den Stift 9 des Probenstellers lageorientiert wird, so daß sich demzufolge gleichzeitig die als Probenanlagefläche dienende rückseitige Ringfläche der Scheibe 1 und somit alle anliegenden Proben genau in der Nulllinie des Diffraktometers befinden. (In Zeichnung nicht dargestellt).

Durch die Betätigung der Rändelschraube 3 wird die Knagge 6 zur Anlagefläche hin bzw. weg bewegt und dadurch kann die Küvette oder Probe geklemmt bzw. gelöst werden.

Bei Verwendung von Küvetten 2 rastet die Knagge 6 in die rückseitig angebrachte Nut der Küvette 2 ein und nimmt somit eine Lageorientierung der Küvetten 2 auf der Anlagefläche der Scheibe 1 vor. Durch diese Form der Lageorientierung der Küvetten 2 bleibt die Anlagefläche als ein in sich geschlossener Ring bestehen und ermöglicht somit auch die Aufnahme von beliebig größeren kompakten Proben, die nur soweit in ihrem Maximum beschränkt sind, daß ihre Abmaße nur so groß sein dürfen, daß die Probe nicht am Probenwechslergrundgerät anstößt und ihr Gewicht die Andruckkraft der Knaggen 6 nicht übersteigt. Das bietet große Vorteile für den Anwender, da er nicht mehr, wie bisher, gezwungen ist Proben in Küvetten zu präparieren bzw. sie auf definierte Maße zu bearbeiten.

Da die Küvetten 2 bzw. Proben so weit über die Anlagefläche der Scheibe 1 hinausragen, daß die zu bestrahlende Probenvorderfläche frei im Raum steht und somit durch keine Präparathalterung der Strahlengang beschnitten wird, sind Messungen im Winkelbereich von $\omega = 0^\circ$ bis $\omega = 90^\circ$ möglich.

Die Möglichkeit der Messung bis zu $\omega = 0^\circ$ ist für viele Anwendungsfälle der Mineralogen, Keramiker und Geologen wichtig wo Messungen z.B. an Tonmineralen bis nahe $\omega = 0^\circ$ zur Identifizierung der Phasen notwendig sind.

Die Bestückung des Probenstellers kann separat vom Probenwechslergrundgerät erfolgen. Durch die Art und Weise der Befestigung der Küvetten 2 und Proben im Probensteller bzw. des Probenstellers am Probenwechslergrundgerät, ist es möglich Untersuchungen im Horizontal- und Vertikalbetrieb des Diffraktometers mit dem Probensteller vorzunehmen.

Der Probenwechsel wird durch die Drehung der Scheibe 1 des Probenstellers realisiert, so daß stets eine Probe in den Strahlengang eingeschwenkt wird.

