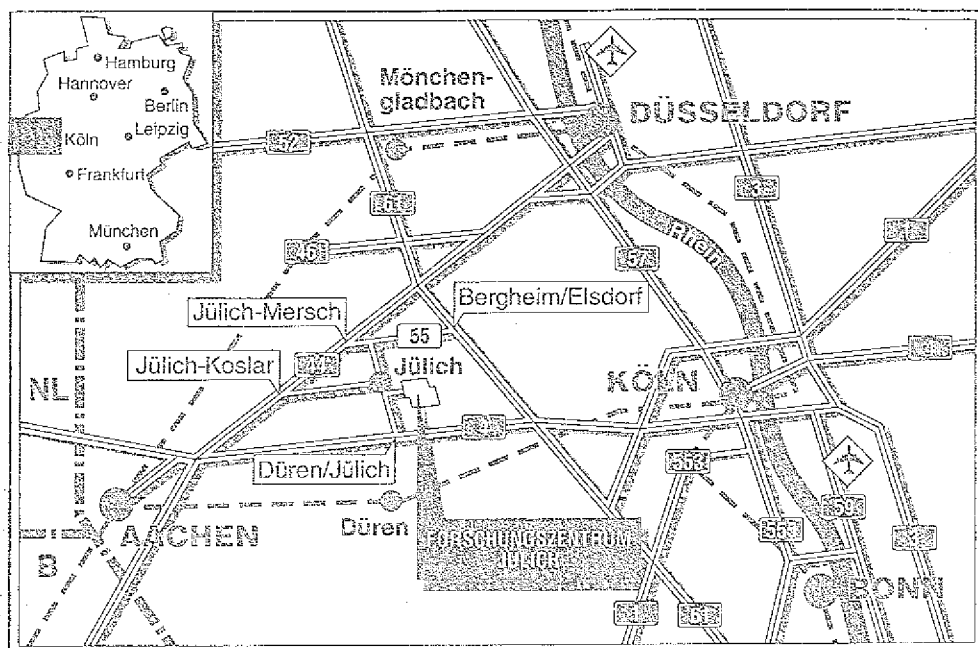


Institut für Chemie 1: Nuklearchemie

Probenpräparation und Analyse von Kometen-Analogkörpern

K. Roessler



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2452

ISSN 0366-0885

Institut für Chemie 1 (Nuklearchemie) Jül-2452

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Probenpräparation und Analyse von Kometen-Analogkörpern

Beiträge 1987/1989 des Instituts für Chemie 1 (Nuklearchemie) des
Forschungszentrums Jülich GmbH zum DFG-Schwerpunktprogramm
„Kleine Körper im Sonnensystem“
Teilprogramm Ro 724/1-1

K. Roessler

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY
1100 EAST 58TH STREET
CHICAGO, ILL. 60637

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY
1100 EAST 58TH STREET
CHICAGO, ILL. 60637

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

PREPARATION AND ANALYSIS OF ANALOG MATERIAL FOR COMET SIMULATION EXPERIMENTS KOSI

**Contributions of Institut für Chemie 1 (Nuklearchemie),
Forschungszentrum Jülich for Schwerpunktprogramm "Kleine Körper im Sonnen-
system" of Deutsche Forschungsgemeinschaft DFG for the period
1. Juli 1987 to 17. February 1989.**

The report describes the preparation of analog material for comet simulation experiments KOSI-1 to 3 in the big Space Simulator Chamber of DLR Köln. Suspensions of minerals (mostly olivine, montmorillonite and kaolinite) are sprayed with N_2 or CO_2 gas into LN_2 . The frozen CO_2 forms the volatile component responsible for dust and gas ejection. Other methods of ice sample preparation, including that of amorphous ice are presented. Analysis of the samples was performed mainly by optical spectrometry and gas chromatography of the volatile components. Laboratory experiments on binary and ternary ice mixtures are reported. The cryohandling and -analysis of the standard and the insolated samples was achieved in cold glove boxes with LN_2 baths. Material strength was measured by drilling boreholes with rods connected to a newtonmeter.

The large mineral-ice sample of ca. 10 ltr. volume in the big Space Simulator Chamber are a first effort in comet simulation studies to scale up experiments which were until recently performed in small cryostats only, to better match the conditions of real comets.

Coworkers engaged in the experiments were:

Dr. Paolo Hsiung (sample preparation and analysis), Dipl.Phys. Michael Heyl (material strength) and Dipl.Phys. Rita Schulz (chemical analysis) who fully (P.H.) or partially were employed on the DFG grant;

furthermore from Institut für Chemie I of KFA Jülich:

Dr. Kurt Roessler (coordination), Dr. Archita Patnaik (spectroscopy), Günter Eich (glove box operations), Dipl.Ing. Elmar Biel (spectroscopy),

and via cooperation:

Dipl.Phys. Hermann Kochan, Dr. Jürgen Klinger, Dr. Hellmann (Institut für Raumsimulation, DLR Köln) and Dipl.Geol. Achim Oehler (Institut für Optoelektronik, DLR Oberpfaffenhofen).

Bericht über die Arbeiten, die vom 1. Juli 1987 bis zum 17. Februar 1989 im Rahmen des Teilantrages von Dr. Kurt Roessler (Ro 724/1-1) im Schwerpunktprogramm "Kleine Körper im Sonnensystem" durchgeführt wurden.

Die im Berichtszeitraum ausgeführten Arbeiten beinhalten zunächst die Teilnahme an der Planung, Vorbereitung, Durchführung und Auswertung der drei KOSI-Großexperimente im Raumsimulator der DLR-Köln-Wahn, an denen z.T. bis zu fünf Mitarbeiter des Instituts für Chemie der KFA-Jülich beteiligt waren, zuzüglich Transporte, Wartung von Geräten, etc. Besonders eng gestaltete sich die Zusammenarbeit mit dem Institut für Raumsimulation der DLR-Köln-Wahn (DP. Kochan, Dr. Klinger, Dr. Hellmann). Im Rahmen dieser Zusammenarbeit gab es im Hinblick auf das Arbeitsprogramm, wie es bei der Antragstellung formuliert wurde, einige Problemverschiebungen, die auch zur Hereinnahme neuer Aufgaben führten. Der vorliegende Report beschränkt sich im wesentlichen auf Themen, die von der Gruppe der KFA-Jülich ausgeführt wurden. Es handelt sich um: A. Die Präparation der für die KOSI-Experimente benötigten Eis- und Mineral-Eiskörper, B. deren Diagnostik und C. die Entwicklung von Kryotechniken zur Lagerung, Transport, Verteilung und Analyse größerer Mengen tiefkalter Proben, u.a. auch im Hinblick auf Probleme der Probennahme an Kometen (ROSETTA-Mission).

A. Probenpräparation

Im Hinblick auf die Präparation geeigneter Proben aus Wassereis, CO₂-Eis und Mineralstäuben wurden verschiedene Methoden entwickelt oder zumindest diskutiert. Während Versuche in konventionellen Kryostaten Probenmengen von ca. 0.02 ml, in der Kleinkammer der DLR-Köln von ca. 420 ml und bei der rotierenden Zylinderkaltwand (s.u.) von etwa 2.4 l benötigten, betrugen sie bei den Großversuchen im Raumsimulator etwa 10-20 l. Für die Herstellung solcher großer Probenmengen fielen alle Methoden über fl. He-Kühlung aus finanziellen und technischen Gründen aus. Als typisches Kältereservoir wurde daher im wesentlichen Flüssigstickstoff eingesetzt.

Typische Bedingungen für die Präparation waren die Herstellung von kristallinem Eis der kometaren Dichte von ca. $0.3-0.4 \text{ g cm}^{-3}$ (Halley) und die möglichst homogene Inkorporation der Mineralbestandteile. "Blockeis" und "Schneephase" sollten vermieden werden, wenn sie auch in gezielten Kleinkammerexperimenten in der DLR in wenigen Experimenten gesondert untersucht wurden. Die zuerst entwickelten Verfahren gehen von der plötzlichen Abschreckung wässriger Mineralstaubemulsionen aus. Unter A.1 wird über das Aufsprühen auf Kältewände berichtet, in A.2 über das Einsprühen in fl. N_2 -Bäder. A.3 gibt die Versuche zur Kondensation aus der Gasphase in Schutzgasatmosphäre wieder; A.4 berichtet über Kondensation von reinen $\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2-\text{NH}_3$ -etc. Gemischen aus dem Vakuum.

A.1 Aufsprühen von Suspensionen auf Kaltwände

Ziel dieser Untersuchung war es, einen zusammenhängenden Probenkörper auf einer festen Unterlage (hier ein Zylinder) zu schaffen, bei dem Wärmetransport und Wärmeanbindung an die Unterlage gut definiert war. Es wurde ein rotierender Zylinderkörper aus Edelstahl gewählt, mit einem Außenradius von 5 cm und einer Höhe von 11 cm, dessen Oberfläche scharriert war, um eine bessere Haftfestigkeit zu erreichen. Der Körper war im Inneren hohl (Wandstärke 1 mm) und konnte mit Flüssigstickstoff gefüllt werden. Durch ein Düsensystem mit acht übereinanderliegenden Düsen von je 0.2 mm Durchmesser (Elektronenstrahlbohrung!) wurden mit einem Anfangsdruck von etwa 12-15 atü Stickstoff die Suspensionen auf die Kaltwand gesprüht. Die Versuche wurden in einer 80 x 80 x 80 cm großen Glove-Box (Handschuhkasten) unter Reinststickstoff (5.0) als Schutzgas durchgeführt, um Kondensation atmosphärischen Wassers zu vermeiden. Als optimaler Abstand erwiesen sich 30 cm von Düseneinheit bis zur Zylinderoberfläche. Es wurden reines H_2O und Suspensionen von 1 Gew.% feinstverteiltem Kohlenstoff (Aktivkohle Merck), sowie ca. 2 bis 10% Silikatstaub von 5-20 μm Teilchendurchmesser (Montmorillonit, Kaolinit, Dunit) gesprüht. Die Sprühgeschwindigkeit, d.h. der Druck des Treibgases, mußte mit zunehmender Dicke der aufgefrorenen Schicht schrittweise verringert werden, da wegen der abnehmenden Kühlleistung die Gefahr bestand, daß die feinen Tröpfchen (Aerosole) nicht mehr direkt kristallisierten, sondern sich

eine flüssige Oberflächenschicht bildete. Hiermit war die Gefahr der Bildung von "Blockeis" gegeben. Bei typischen Sprühzeiten von 1-3 h konnten Eisschichten bis zu 5 cm Dicke erhalten werden. Bei geschickter Auslegung der Versuche konnten auch 10 cm Dicke in etwa 10 h erreicht werden. Hierzu war aber eine aktive Kühlung der Oberfläche durch einen He- oder N₂-Kaltgasjet erforderlich. Die typische Dichte der erhaltenen Eisproben betrug 0.3-0.5 g cm⁻³. Die Verteilung der Suspensionspartner war homogen. Die Konsistenz der Probe war sehr gut; sie entsprach etwa dem von Polystyrol-Schaumkunststoff. Die Anbindung an die Zylinderrückwand war so gut, daß die Proben mit dem Spatel abgestemmt werden mußten. Abb.1 zeigt den schematischen Aufbau der Apparatur in der Glove-Box, Abb.2 und 3 die Apparatur in Betrieb. Abb.4 zeigt eine typische, "dicke" Schicht von etwa 5 cm mit der rautenförmigen Struktur der Oberfläche, die beim Auftreten von Flüssigphasen durch Wechselwirkung mit dem Aerosolstrahl entsteht. Abb.5 schließlich zeigt einen Teil einer dünneren Reineis-Schicht mit ihrer vorzüglichen Probenkonsistenz.

Die bei 10 cm Schichtdicke erhaltene Probenmenge betrug etwa 2.4 l (ca. 1 kg). Die Methode eignet sich hervorragend zur Darstellung mittlerer Mengen zusammenhängender Proben, wie sie z.B. bei Raumversuchen mit Kunstkometen wünschenswert wären. Für die Großversuche in der Raumkammer der DLR-Köln, für die Probenmengen von 2 x 12 l (Probe und Vergleichsprobe), d.h. ca. 10-12 kg nötig waren, hätte die oben beschriebene Methode unter erheblichem Kostenaufwand verändert werden müssen. Insbesondere wäre das Besprühen einer größeren Platte von etwa 30 x 30 cm wünschenswert gewesen, was einen Rotationsmechanismus von Platte oder Düsensystem erfordert hätte. Da gleichzeitig die unter A.2 beschriebene Methode entwickelt wurde und die notwendigen Probenmengen ohne großen Aufwand lieferte, wurde die weitere Entwicklung der Kaltplattenmethode zunächst zurückgestellt. Außer der generellen optischen Inspektion der Probe wurden keine weiteren Untersuchungen durchgeführt. Wegen der relativ geringen Abkühlgeschwindigkeit ($<10^4$ K s⁻¹) dürfte die Probe ausschließlich aus kristallinen, hexagonalem Eis I_h bestanden haben.

A.2 Sprühen von Suspensionen in Flüssigstickstoff

Die Methode wurde von Saunders et.al. (Icarus 66, 94-104 (1986)) übernommen und in der KFA-Jülich und DLR-Köln weiterentwickelt. Im Prinzip wird, wie in Abb.6 gezeigt, durch eine Sprüheinrichtung die Emulsion mit einem Treibgas zerstäubt und die Aerosole, bzw. auch größere Tröpfchen, in Flüssigstickstoff geschossen. Die Schockkühlung bewirkt das Ausfrieren, z.T. als Reineis, z.T. als Mischung mit den Staubteilchen. Diese Methode erlaubt die Herstellung größerer Mengen von Eis-Staubmischungen in wenigen Stunden und verdrängte daher bei den KOSI I- und II-Versuchen alle anderen Präparationsmethoden. Sie enthält aber besonders viele variable Parameter, deren Einfluß auf die Probenkonsistenz erst allmählich erkannt wurden. Bei KOSI III und KOSI IV ist bzw. wird diese Methode noch angewandt, allerdings aus mehr praktischen Überlegungen und für die Zeit, bis die Vorbereitungen der Probenpräparation aus der Gasphase abgeschlossen sind.

Als erste Sprüheinrichtungen wurden Glasdüsen (für Aerosolsprays) verwendet. DP. Kochan (DLR-Köln) führte schon für KOSI I 1987 Lakierspritzpistolen ein, die sich allerdings als relativ schwer einzustellen erwiesen und inhomogene und wenig reproduzierbare Proben ergaben. Für KOSI III (Ende 1988) wurden vom Institut für Planetologie der Universität Münster Hochleistungsspritzpistolen der Fa. Rotert, Osnabrück (Walther Pilot IV) eingeführt, die genormte Maße besitzen und besser einzustellen sind. Alle seit dieser Zeit an der Probenpräparation beteiligten Gruppen (DLR-Köln, Planetologie Münster, KFA-Jülich) verwenden dieses Fabrikat.

Die bei KOSI I und II eingesetzten Proben bestanden aus 10 Gew.% Mineralien (Schichtensilikate wie Montmorillonit oder Kaolinit und Inselsilikate wie Olivin, Dunit, etc.) und reinem destillierten Wasser. Die Auswahl, Reinigung, Größensortierung der Körner und die Herstellung der Suspensionen wurden immer vom Institut für Planetologie der Univ. Münster (Prof. Stöffler, Dr. Bischoff, Frau

Düren, Herrn Knölker) durchgeführt. Vor dem Sprühen wurden die fertiggelieferten Suspensionen in Schüttelapparaturen erneut aufgewirbelt, beim Sprühen durch Rührer ständig in Agitation gehalten und mit Ultraschall behandelt, um evtl. gebildete Teilchenaggregate aufzulösen. Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die bis zu KOSI II eingesetzten Mineralmischungen. Ständiger Mischungsbestandteil der Proben war eine Rußemulsion (0.08 Gew.% Derussol, Fa. Degussa) die zur Einstellung bestimmter Albedos zugegeben wurde, ohne ansonsten die Gesamtdynamik der Probe zu verändern. Die Dichte der durch die oben beschriebene Methode erhaltenen Proben betrug etwa 0.3 bis 0.4 g cm^{-3} , der Albedo (im VIS) etwa 0.05 bis 0.20 . Die Kristallstruktur war wegen der langsamen Abkühlrate ($<10^4 \text{ K s}^{-1}$) mit großer Wahrscheinlichkeit kristallin, hexagonal I_h . Bei der Kristallisation in den Zwischenräumen der Mineralbestandteile ist aber eine Bildung amorphen Eises I_a nicht völlig auszuschließen (Prof. Mayer, Innsbruck; Dr. Klinger, Grenoble). Die bei KOSI I und II erhaltenen Kristallite hatten Durchmesser zwischen 10 und $1000 \mu\text{m}$, mit einer größten Häufigkeit von $100 \mu\text{m}$. Dünnschliffe von eingebettetem Material zeigten teilweise Umschichtung der Mineralkörner, aber auch Einbau in Korngrenzen (Frau Düren, Planetologie Münster).

Der noch bis KOSI IV weiterzuführende Anteil der Mineralkomponente von ca. 10 Gew.% der Probe rechtfertigt sich zunächst aus der Praxis der Herstellung und Verarbeitung der Suspensionen. Ein größerer Mineralanteil würde kaum mehr das Sprühen erlauben, zudem wäre die Aggregatbildung der Mineralkörner sehr groß. Bei 10% ist eine bessere Umhüllung mit Eisschichten gewährleistet. Letztlich dürfen auch die jungen Kometen, deren Evolution die Versuche eigentlich simulieren wollen, einen größeren Anteil an volatilen Komponenten haben. Für die Auswahl der Mineralanteile vgl. den Bericht von Herrn Prof. Stöffler, Planetologie Münster. Bei KOSI I wurden Kaolinit, Illit und Montmorillonit im Gew.verhältnis 18:1:1 und grobdispergierter Kohlenstoff verwandt, bei KOSI II eine Mischung aus Olivin und Montmorillonit im Gew.verhältnis 7:3. Die Herstellung der Proben erfolgte in großen Dewars (40-50 cm Durchmesser, 60-80 cm Höhe), die Proben wurden vor dem Füllen der Probenbehälter (für Raumsimulator bzw. Kleinkammer und Vergleichsprobe

"Dummy") gut durch Rühren im Flüssigstickstoff vermischt. Sie wurden dann mit einem leichten Überschuß fl. N_2 mit Schöpflöffeln in die Behälter gefüllt, wobei der verdampfende Stickstoff die Oberfläche vor thermischer Veränderung und Aufkondensieren von atmosphärischem Wasser und CO_2 schützte.

Der erste Großversuch mit einer zweiten volatilen Komponente neben H_2O , nämlich CO_2 , war KOSI III (November 1988). Das Verfahren, CO_2 als Treibgas der Suspension zu verwenden, war 1988 von Dr. Klinger, Grenoble vorgeschlagen worden. Im Laufe der Vorstudien und Kleinkammerexperimente erwies sich, daß der CO_2 -Gehalt der Proben, der über die in Kapitel B.1 beschriebene Methode bestimmt wurde, ein kritischer Parameter der Probenqualität und -homogenität war. Die Analyse des CO_2 -Gehalts erlaubte einzelne Parameter der Probenpräparation gesondert zu testen, und zwar schon während der Herstellung einer größeren Probe. Im Verbund mit den in Zusammenarbeit mit der DLR-Köln (Dr. Kochan, Dr. Hellmann) und ESA-ESTEC Nordwijkerhout (Dr. Schwehm) entwickelten Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit und anderen Methoden zur Bestimmung von Dichte und Porosität (Dr. Hellmann, DLR-Köln) konnten so die diversen Variablen des Sprühverfahrens in Flüssigstickstoff erkannt und weitgehend beherrscht werden. Abb. 7 zeigt ein Schema des Verfahrens und die verschiedenen Variablen, wie z.B. Suspensionsfluß (abhängig von Niveauhöhe h), CO_2 -Treibgas-Druck, Sprühhöhe, etc. Erste Voruntersuchungen der Abhängigkeit der CO_2 -Konzentration vom Treibgasdruck ergaben zwar einen generellen Anstieg mit dem CO_2 -Druck, zeigten aber doch relativ große Schwankungen, wenn der Fluß der Suspension nicht konstant gehalten wurde, Abb. 8-10. Wurde dagegen der Suspensionsfluß bei konstantem Druck durch Variation von h kontrolliert, so ergaben sich relativ zufriedenstellende Abhängigkeiten, wie in Abb. 11-13 gezeigt, bei der Variation des Flusses von $1-4 \text{ ml s}^{-1}$ bei Treibgasdrücken von 1.8 bis 2.5 bar. Als kritischer Parameter erwies sich ebenfalls die Einstellung der Düse, weniger die Grundeinstellung (Verschraubung), als die bei fortschreitendem Sprühen zunehmende Verstopfung durch Eiskondensation, die sowohl den Treibgasdruck, als auch den Fluß der Suspension sehr veränderte. Bei allen Präparationen wurde daher die Düse alle $1/2 \text{ min}$ regelmäßig enteist und gesäubert. Es zeigte sich, daß

der Abstand der Düse vom Flüssigstickstoff-Niveau ebenfalls eine große Rolle für die Probenzusammensetzung spielte, da hier eine unterschiedliche Entwicklung der Aerosole oder Tröpfchen im Sprühstrahl erfolgen konnte. Daher wurde das Flüssigstickstoffniveau durch Zufügen immer konstant gehalten, oder die Düse nachgeführt. Als optimaler Abstand erwiesen sich ca. 10-12 cm, als Höhe des Suspensionsniveaus über die Düse ca. 80 cm. Weniger kritisch erwies sich die Lagerung der Proben unter Flüssigstickstoff. Abb.14 zeigt das Verhältnis des CO_2 -Gehaltes im frischen Eis zu dem im gelagerten Eis nach 1.5 bis (meistens) 24 h. Die Abweichungen von der 1:1 Gerade sind nicht sehr signifikant.

Ein wichtiges Kriterium war die äußere Morphologie der Proben. Bei Einzelexperimenten wurde durch einen höheren Gehalt von Insel- (Neso) Silikaten wie Dunit, Olivin, einen geringeren Suspensionsfluß, bzw. einen höheren CO_2 -Treibgasdruck eine "Schlamm"-ähnliche Konfiguration feinsten Eis-Partikel erhalten, die meist bei Kleinkammerversuchen mit einer künstlichen Sonne von 1-3 SK. eine relativ geringe "Aktivität" zeigten. Größere "Aktivität" hatten im allgemeinen "Schnee"-ähnliche Proben, mit größeren Kristalliten, die sich bevorzugt bei der Verwendung von Phyllosilikaten (Montmorillonit), höherem Suspensionsfluß und geringerem CO_2 -Treibgasdruck bildeten. Tabelle 2 bestätigt im wesentlichen die Einzelexperimente, zeigt allerdings, daß das Wechselspiel der Parameter manchmal noch zu scheinbar abweichenden Ergebnissen führen kann.

Die Probe für KOSI III sollte ca. 10 Gew.% Mineralstaub enthalten und ca. 12-25 Gew.% CO_2 als Simulation für die 10 Vol.% $\text{CO} + \text{CO}_2$, die nach den Messungen in der Koma vom Komet Halley zunächst auch für den Kern angenommen werden. Es wurde eine 10% Suspension von Olivin und Montmorillonit (9:1) mit einem Flow von ca. 2 ml s^{-1} , einem CO_2 -Treibgasdruck von 1.5 bis 1.7 bar und einem Düsen-Flüssigstickstoffabstand von 10-12 cm gesprüht. Es ergab sich schließlich eine Mischung von 77.9 Gew.% H_2O -Eis, 13.8 Gew.% CO_2 -Eis und 8.3 Gew.% Mineralien. Die Mischung wurde mit feinen Sieben unter Mitnahme eines gewissen Anteils von Flüssigstickstoff in den Probenbehälter im Raumsimulator bzw. den Behälter für die Vergleichsprobe in der großen Glove-Box (s.u.) eingefüllt.

Eine wesentliche Kritik an der Benutzung wässriger Suspensionen war, daß in der Lösung Aggregation der Partikel und andere Veränderungen durch Angriff des Wassers stattfinden können. Zudem entspricht diese Methode nicht den Vorstellungen, daß sich die Einzelkörner des Kometenmaterials durch Aufkondensation flüchtiger Komponenten auf kalte Silikatkerne in den frühen Stadien des Sonnensystems gebildet haben. Es wurde daher in verstärktem Maße nach alternativen Präparationsmethoden aus der Gasphase gesucht. Durch Kristallisation aus der flüssigen Phase kann eine nur sehr niedrige Abkühlrate erhalten werden ($<10^4 \text{ K s}^{-1}$). d.h. das Eis wird immer die kristalline, hexagonale I_h -Struktur annehmen. Will man die amorphe I_a -Struktur oder die kristalline, kubische I_c -Struktur erreichen, so muß unter den Phasenübergängen bei $135 \pm 10 \text{ K}$ bzw. $165 \pm 10 \text{ K}$ kristallisiert werden. Das langsame Vorwärtsschreiten des Kälteschocks im Wassertropfen beim Einsprühen in Flüssigstickstoff erlaubt kaum, eine Kristallisationstemperatur unter 165 K zu erreichen. Hier ist die Kondensation aus der Gasphase besser geeignet. Findet sie in Schutzgas (He , N_2 , etc.) bei 1 bar statt, wird allerdings die Wärmeanbindung an das Gas die Kristallisationstemperatur auf dem Kaltfinger heraufsetzen, insbesondere bei der hier geforderten großen Probendurchsetzung (warmer Wasserdampf). Am besten geeignet, allerdings technisch am aufwendigsten und z.T. nur mit geringem Probendurchsatz betreibbar, ist die Kondensation im Vakuum. Hier ist die Wärmeanbindung an die Umgebung minimal, die kondensierte Dampfmenge relativ gering, so daß große Abkühlraten in den Größenordnungen von $>10^5 \text{ K s}^{-1}$ und relativ niedrige Kristallisationstemperaturen erreicht werden können. Die Präparation von amorphem Eis ist sehr wünschenswert, da der Effekt des ersten, relativ stark exothermen Phasenübergangs (I_a/I_c bei $135 \pm 10 \text{ K}$) mit einer Wärmetönung von -1290 J/Mol (Hallbrucker, Mayer, Johari, J.Phys.Chem, 1989, in press) für die thermische Dynamik des Kunstkometen besonders wichtig ist. Der Phasenübergang (I_c/I_h bei $165 \pm 10 \text{ K}$) trägt dagegen mit ca. -50 J/Mol nur geringfügig zur Thermik bei. Es sei aber nicht verschwiegen, daß die

schnelle Präparation von ca. 10 bis 20 kg amorphen Eises, insbesondere auch das homogene Einbringen der Staubkomponente und anderer volatiler Bestandteile eine verfahrenstechnische Aufgabe ist, die im Rahmen des DFG-Projekts durch Versuche sondiert, aber ohne externe Hilfe (evtl. der Industrie) kaum realisiert werden kann. Es wird daher in A.3 zunächst über den Zwischenschritt nämlich die Kondensation aus der Gasphase (1 bar) berichtet.

A.3 Kondensation aus der Gasphase (1 bar)

Die Methode hat den Vorteil, daß sie aufwendige Vakuumapparaturen vermeidet. Sie kann in den in der KFA-Jülich zur Verfügung stehenden Glove-Boxen in Schutzgasatmosphäre (He, N₂) durchgeführt werden. Hierbei kann der Durchsatz relativ hoch gehalten werden, da Kristallstrukturen anders als I_h sowieso kaum zu erreichen sind. Abb.17 zeigt das Schema der zur Zeit in Jülich in Test und Weiterentwicklung begriffenen Apparatur (s.auch Abb.18). Kernstück der Anlage ist ein Quarz-Düsensystem, durch das ein kalter He-Jet aus einer Flüssigheliumflasche den feinen Mineralstaub, der in einem Flüssigstickstoffdewar vorgekühlt wurde, in die Glove-Box sprüht. Als bestes Düsensystem erwies sich eine Anordnung, die exakt der der altbekannten Wasserstrahlpumpe entspricht, nur das hier das Wasser durch den He-Jet, die Luft durch den Staub (2-5 µm Durchmesser, Montmorillonit, Olivin) ersetzt ist. Dieser He-Staubstrahl wird mit einem oder mehreren Wasser-Gasstrahlen gekreuzt. Abb.19 zeigt, daß im Prinzip eine Kondensation des unterkühlten Gases auf den Staubkörnern stattfindet. Abgesehen davon, daß sie sehr kalt sind, wirken sie auch allgemein als Kristallkeime. Das Problem ist nur, genügend H₂O-Gas herbeizuschaffen, daß sich alle Staubkörner mit Eis bedecken. (Weitere volatile Komponenten sind z.Z. noch nicht eingesetzt worden). H₂O-Dampf wird in Kolben außerhalb der Glove-Box mit Hilfe von Heizpilzen erzeugt und über mit Heizdrähten und äußerer Isolation versehene Rohre zur Kondensationszone gebracht. Eingebaute Filter sollen den Durchtritt von H₂O-Tröpfchen verhindern. In einiger Entfernung (ca. 30 cm) von den Düsen steht eine mit Flüssigstickstoff im Umwälzverfahren gekühlte Platte (30 x 40 cm), mit abgeschrägten Ecken, die die Eis-Staubpartikel abfangen, evtl. sogar noch zu einer zusätzlichen

Kondensation des H_2O führen kann. Unter der Platte befindet sich ein in einem Flüssigstickstoffbad gekühlter Rezipient für die von der Platte fallenden Kristallite. Die hier etwa $1m \times 0.7m \times 0.8m$ große Glove-Box wird mit N_2 (5.0) und dem vom Bad verdampfenden Stickstoff gespült. Der Raum über dem Bad, die Kondensationszone, wird vom kalten N_2 -Strom und vom He-Jet (ca. 50 K) vorgekühlt. Die Kondensation findet in einer Zone statt, in der das He den Stickstoff verdünnt hat, was zur Vermeidung der N_2 -Inkorporation in den Proben wünschenswert ist. Bei Verwendung einer Durchlaufkühlung für den Rezipienten könnte N_2 als Schutzgas ganz durch He ersetzt werden. Es ist aber zu fragen, ob die Vorkühlung der Kondensationszone ähnlich gut wie bei der Verwendung von Flüssigstickstoff ist. Die Dimensionen der Glove-Box waren groß genug, um eine Kondensation des Wassers auf der Innenfläche, bzw. eine Außenkondensation atmosphärischen H_2O -Dampfs zu verhindern, zumindest bei Betriebszeiten unter 1 h. Obwohl die Methode noch in der Entwicklung ist, gelang es schon einige 10 bis 100g Eis-Staubmischung, evtl. für Kleinkammerversuche, herzustellen. Wenn das Problem der Zuführung von genügenden Mengen Wasserdampf (ohne Tröpfchen und nicht zu heiß) gelöst ist, kann diese Methode Eis-Staubmischungen in einer weiten Variation der Mischungsverhältnisse herstellen.

Ein älterer Vorschlag (Abb.20), der bisher noch nicht realisiert wurde, sieht das Einfallen von vorgekühltem Mineralstaub aus Düsen in eine mit kaltem He-Gas (100 K) beschickte Kammer vor. Die Kondensation des H_2O soll z.T. schon auf den fallenden Körnern, z.T. als Zusammenfrieren der herabgefallenen Körner auf einer 5 K-Kaltplatte stattfinden. Diese Methode würde sich durch die Herstellung einer in sich konsistenten Probe auszeichnen. Das Problem ist hier allerdings die Temperaturführung der Wände, die eine Wandkondensation, aber auch eine zu starke Aufheizung des Kühlgases verhindern sollte. Die oben beschriebene, zur Zeit realisierte Methode stellt eine Variante dieses Vorschlages dar.

A.4 Kondensation aus dem Vakuum

Zu diesem Problempunkt besteht eine Zusammenarbeit mit dem Institut für Raumsimulation der DLR-Köln (Dipl.-Phys. Kochan, Dr. Hellmann), dem Max Plank Institut für Kernphysik Heidelberg (Dr. Grün) und der Universität Tel-Aviv, Israel (Prof. Bar-Nun). Vorversuche zur Kondensation von H_2O -Dampf auf Kaltplatten (77 K) wurden am 8.7.1988 im MPIK in Heidelberg von Herrn Dr. Grün (assistiert von Herrn Dr. Hsiung) durchgeführt. Abb.21 zeigt das Schema der Apparatur. Die Anbindung des Wasserdampfes an die Kaltplatten wurde durch einen He-Gaszufuß variiert. Es wurde He bis zu einem Gesamtdruck von 0.5 mbar (auf ein Kammervakuum von $4 \cdot 10^{-3}$ mbar) zugegeben. In 2.3 h bildeten sich nur ca. 32 g Eiskristallite. Die Methode ist also relativ langsam. Die Probleme der Wasserdampfzufuhr sind ähnlich, wie schon bei A.3 beschrieben.

Eine Variante zu der oben beschriebenen Anordnung von Herrn Dr. Hsiung, die den Transport von Staub erlauben soll, ist in Abb.22 gezeigt. Hier trägt ein He-Jet den Staub in die Kondensationszone. Das Problem dieser Art von Kammern ist, daß viel H_2O und Staub in die Vakuumpumpen gelangt. Ebenfalls schlägt sich das H_2O auch auf den äußeren Wänden nieder, was eine zusätzliche Heizung bedingen würde. Prof. Bar-Nun entwickelt z.Z. eine Kammer, die mit isolierten Außenwänden durch Flüssigstickstoff-gekühlte Platten ganz auf 77 K liegt, Abb.23. Die einzige Wärmequelle ist das H_2O -Gas. Die Kondensationsgeschwindigkeit ist hier limitiert über die Wärmeeingabe. Die Temperatur der Kondensationszone muß zur Präparation von Eis I_a unter 135 K liegen. Die Zugabe von Staubkomponenten ist in Tel-Aviv nicht vorgesehen. Ein weiterer, bisher nicht realisierter Vorschlag ist die Wirbelbettkondensation im Gegenstromverfahren, Abb.24. Zwei wesentliche Probleme tauchen hierbei auf: 1.) Die Staubkörner sind zu klein, als daß ihre Wärme-(Kälte)-kapazität zur Kondensation eines Eismantels reicht; 2.) Das H_2O schlägt sich bevorzugt auf den Wänden nieder. Eine Heizung der Wände müßte sensibel den optimalen Temperaturbereich zur Kondensation anfahren; die Temperaturen dürften dabei nur knapp unter 0°C liegen!

Aus den in Tel-Aviv, Heidelberg und Jülich (siehe A.3) gewonnenen Erfahrungen soll unter Berücksichtigung der Komponenten der ande-

ren Vorschläge eine Apparatur konzipiert werden, die die Herstellung von ca. 10 kg amorphen Eises mit Mineralbestandteilen erlaubt.

Im Rahmen von Vorarbeiten zur Untersuchung thermischer (heißer) Reaktionen und strahlenchemischer Prozesse in binären und ternären Eismischungen (H_2O , CO_2 , NH_3 , CH_4 , etc), wurden die Kondensationscharakteristiken dieser Mischungen in Kryostatenexperimenten untersucht. Im Hinblick auf die Kondensation von H_2O zusammen mit anderen volatilen Komponenten bei der KOSI-Probenpräparation wurden einige wichtige Systeme ($\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3$, $\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2$, NH_3-CO_2 , $\text{H}_2\text{O}-\text{CH}_4$, $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CO}_2$, $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CH}_4$, $\text{NH}_3-\text{CO}_2-\text{CH}_4$) besonders gründlich vermessen. Es werden hier nur solche Resultate berichtet, die für die Probenpräparation aus der Gasphase von Bedeutung sind. Die Konsequenzen der Kondensationscharakteristiken der Mischungen für die Festkörperbildung im protosolaren Nebel werden hier nicht behandelt. Die Mischungen wurden bei Drucken von einigen bis einigen 10 mbar in einer Gasmischapparatur mit Rührer, Heizband und Baratron hergestellt, Abb.25. Die durch den Wassersättigungsdampfdruck von ca.25 mbar bei RT bedingten niedrigen Drucke, erfordern einen gründlichen Mischvorgang (1 h mit geheizten Wänden, ca. 80°C , und Rührer). Andererseits sind die kleinen Drucke von Vorteil, da sie an Ventilen nur zu geringfügigen Entmischungen Anlaß geben. Die Gasmischungen wurden über ein Ventil in einen optischen Kryostaten (Fa. L'Air Liquide, 2 l fl. He-Tank, Abb.26) gegeben, dessen Fenster teil zwei Stahlkapillaren links und rechts von dem Probenhalter (Kaltfinger) enthielt. Die Stahlkapillaren waren über Verzweigungen so mit dem Aufgabeventil verbunden, daß der Gasstrom von beiden Enden der Kapillaren zuströmte. Dies und die Tatsache, daß die eigentlichen Düsen aus Löchern bestanden, die oben und unten einen Durchmesser von 0.2 mm, nach innen von 0.3 mm und in der Mitte von 0.4 mm hatten, bewirkte eine homogene Kondensation der Gase auf der ca. 2 cm^2 großen KBr-Einkristallplatte, die als Substrat auf den Kaltfinger montiert war, Abb.27 und 28. Es wurde bei Temperaturen von 77 K und 10 K kondensiert; der Substanzfluß betrug etwa $1\text{ }\mu\text{Mol min}^{-1}$, das Vakuum vor dem Versuch $1-3\cdot 10^{-6}$ mbar, während der Kondensation ca. 0.3 bis $3\cdot 10^{-5}$ mbar. Die Analyse der Schichtdicken wurde in situ mit Hilfe der Infrarotspektroskopie in

Transmission bestimmt. Details in: E.Biel, A.Patnaik, K.Roessler, Report Jül-2248 (Dez.1988) pp.60.

Abb.29 zeigt das Schema in dem die Ergebnisse aufgezeichnet wurden: Auf der Abzisse ist der Molenbruch der jeweils leichter flüchtigen Komponente in der Gasmischung, auf der Ordinate der im Kondensat aufgetragen. Bei vollständiger Kondensation beider Komponenten würde sich die eingezeichnete Diagonale ergeben. In Wirklichkeit wird die leichterflüchtige Komponente im allgemeinen weniger eingebaut, so daß sich eine Abweichung nach unten ergibt. Die Abb.30-33 zeigen dieses Verhalten für die binären Mischungen $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3$, $\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2$, NH_3-CO_2 bei 77 K und $\text{H}_2\text{O}-\text{CH}_4$ bei 10K. Bei 77K konnte keine Kokondensation von CH_4 oder CO erreicht werden. Abb.33 zeigt deutlich, daß der Effekt der Abweichung von der mittleren Geraden auch bei großen Unterschieden im Siedepunkt ($\text{H}_2\text{O}-\text{CH}_4$) bei 10K geringer ist als bei den bei höheren Temperaturen kondensierten Paaren mit geringerem Unterschied in der Flüchtigkeit. Ein interessantes Ergebnis bietet Tabelle 3 für die Kondensation von äquimolaren binären Mischungen bei 10 K. CO_2 wird trotz seines wesentlich höheren Siedepunktes von CH_4 aus dem Kondensat verdrängt, wie es auch schon durch NH_3 geschieht. Offenkundig spielt bei so tiefen Temperaturen, die Flüchtigkeit eine geringere Rolle als die Haftfestigkeit. Diese dürfte im Falle des linearen CO_2 erheblich kleiner sein als für NH_3 oder CH_4 . Die Abb.34-36 geben die entsprechenden Diagramme für die ternären Gemische $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CH}_4$, $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CO}_2$ und $\text{NH}_3-\text{CO}_2-\text{CH}_4$ bei 10K wieder. Die Punkte auf den drei Mittelachsen bedeuten die molare Zusammensetzung der Gasphasen, die von innen durch Pfeile erreichten Punkte die dazugehörige Zusammensetzung der kondensierten Phasen. Ähnliche Auswahlkriterien wie bei den binären Gemischen gelten auch für die ternären. Abb.37 zeigt am Beispiel des CH_4 im System $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CH}_4$, daß es mit zunehmender Schichtdicke weniger akzeptiert wird und zwar bei Vorlage CH_4 -reicher Gassysteme noch weniger als bei CH_4 -armen. Hier dürfen vor allem thermische Effekte der schlechteren Wärmeabfuhr bei dickeren Schichten eine Rolle spielen. Die Versuche werden an Mischungen mit CO , CH_2O , etc. fortgesetzt. Die vorliegenden Daten gestatten allerdings schon jetzt die Auswahl ge-

eigneter Gasmischungen zur Präparation fester Phasen bestimmter Zusammensetzung.

B. Diagnostik der Eisproben

Die von der KFA-Jülich übernommene Entwicklung von Methoden der Eisdiagnostik umfaß zur Zeit: Analyse flüchtiger Bestandteile (CO_2 , NH_3) durch Gaschromatographie, Messung spektraler Eigenschaften in Reflexion (zusammen mit DLR-Oberpfaffenhofen), chromatographische Analyse (HPLC) auf neugeformte chemische Bestandteile, Strukturanalyse mit X-Diffraktion (zusammen mit Univ. Innsbruck), Thermodifferentialanalyse und -kalorimetrie $^{16}\text{O}/^{18}\text{O}$ -Isotopenhäufigkeitsanalyse und Härtetest der Eisproben mit dem Penetrator (zusammen mit DLR-Köln und ESA-ESTEC).

B.1 Analyse des CO_2 -Gehaltes über Gaschromatographie

Eine einfache volumetrische Analyse des CO_2 -Gehaltes war nicht möglich, da sich nach der Präparation der Eis-Staubmischungen durch Einsprühen in Flüssigstickstoff große Mengen flüssigen N_2 in der Probe befanden. Eine einwandfreie Trennung von N_2 und CO_2 , die aufgrund der Siedepunkte möglich wäre, scheiterte daran, daß ein großer Teil CO_2 mit dem N_2 vergesellschaftet ausgetrieben wurde. Evtl. bildet sich etwas wie ein azeotropes Gemisch? Eine Methode, das CO_2 als BaCO_3 zu fällen und gravimetrisch zu bestimmen, scheiterte an der langsamen Einstellung des Gleichgewichtes zwischen dem gelösten CO_2 und der HCO_3^- bzw. CO_3^{2-} -Form. Abb.38 zeigt die Diskrepanz zwischen dem tatsächlich vorhandenem CO_2 in einer Lösung und dem über BaCO_3 bestimmten Anteil.

Es wurde daher eine Methode entwickelt, die es erlaubte das ganze Gas ($\text{N}_2 + \text{CO}_2$) herauszutreiben durch allmähliches Erwärmen eines zunächst 77K kalten Tefloncontainers, in den die Probe eingewogen worden war, auf 50°C und in großen, graduierten Glaszylindern als Rezipienten aufzufangen. Das Gas im Rezipienten wurde nach Gaspro-

benentnahme über Septen mittels Gaschromatographie auf Porapak Q Säulen (Siemens L 350) auf seinen CO_2 -Gehalt analysiert, Abb.39. Da die CO_2 -Entwicklung zwar nie ganz frei von N_2 war, aber doch bei höheren Temperaturen eine gewisse Eigendynamik zeigte, waren in den Rezipienten manchmal Schichten, die verschiedene Mengen CO_2 enthielten, s.Abb.40. Wenn man lange genug wartete oder aber auch durch Mittelung von drei geometrisch unterschiedlichen Proben, ließen sich zufriedenstellende Werte erhalten, vgl. Abb.41. Leider löste sich ein gewisser Anteil des CO_2 im H_2O , was zu aufwendigen Korrekturen geführt hätte. Es zeigte sich jedoch, daß durch Zugabe von Na_2SO_4 und H_2SO_4 die Löslichkeit von CO_2 wesentlich herabgesetzt werden konnte, s.Abb.42. Ferner wurde die Flüssigkeitsoberfläche mit einem schwimmenden Korken weiter gegenüber der Gasphase isoliert und der Zufluß des Gases von oben in den Rezipienten geleitet, so daß der größte Teil des ohnehin schon mit N_2 verdünnten CO_2 mit der wässrigen Lösung kaum in Berührung kam, Abb.43. Die Methode funktionierte jetzt bei Eichmessungen voll reproduzierbar. Für den Zug der Wassersäule am jeweiligen Volumen wurde korrigiert. Zur Vermeidung letzter Absorptionen und im Hinblick auf die Verwendung von NH_3 als flüchtiger Komponente wurde eine neue Sammelmethode ausgearbeitet, s.Abb.44. Die aus den Proben entweichenden Gase werden in einen vorher evakuierten Tank von 5 l Inhalt geleitet, ihr Druck mit einem Baratron gemessen. Dann wird mit He auf 1 bar aufgefüllt und über das Septum mit einer Gaspipette eine Probe entnommen und zur Chromatographie gebracht. Ein kleiner Vorraum von 0.3 l ist für kleinere Probenmengen gedacht, kann aber in den großen Raum überführt werden. Ein Rührwerk sorgt für homogene Vermischung.

Als Beispiel für die Anwendung der CO_2 -Analyse seien die Bestimmung der Tiefenprofile in Vergleichsprobe und Bestrahlungsprobe von KOSI III angeführt. Abb.45 zeigt das CO_2 -Tiefenprofil der Vergleichsprobe. Es ist zu sehen, daß der Einfüllvorgang und das Abdampfen des fl. N_2 den CO_2 -Gehalt nur an der Oberfläche leicht verändert haben. Nach der Bestrahlung (rechter Teil von Abb.45) ist das CO_2 aus dem oberen Teil der Probe fast völlig verschwunden. Die kleinen Anteile sind möglicherweise CO_2 , das nach dem Experiment beim Transport in die Glove-Box aus der Atmosphäre auf-

dampfte. Der untere Teil der Probe (nahe der fl.N₂-gekühlten Rückplatte) enthält noch etwas CO₂, insbesondere eine weiße, feste Schicht auf der Rückplatte selbst. Ihr CO₂-Gehalt scheint erheblich höher als der der Ausgangszubstanz zu sein. Ähnliche Tiefenprofile wurden für alle Kleinkammerversuche (s.Tab.2) erstellt.

B.2 Optische Spektrometrie

in Zusammenarbeit mit dem Institut für Optoelektronik der DLR-Oberpfaffenhofen (Prof. Neukum, DP. Oehler, DP. Hoffmann) wurden Methoden zur "Fernerkundung" entwickelt, d.h. Feldspektrometrie der Mineral-Eisproben - insbesondere von KOSI II und III - in Reflexion in der Glove-Box. Detektor und Lichtquelle befanden sich außerhalb der Glove-Box und sahen durch Quarzfenster auf die Probe, Abb. 46. Die von der DLR-Oberpfaffenhofen eingesetzten Spektrophotometer (Barnes Field Spectrometer) erlaubten einen Teil des sichtbaren Spektralbereichs und das nahe IR auszumessen (500-2500 nm). In Jülich wurden in der Glove-Box Eichmessungen mit Proben unterschiedlichen Kohlenstoff- und Mineralstaubgehaltes durchgeführt, Abb. 47. Hierzu gehören auch Verbleichsmessungen mit konventioneller Reflexion (direkt und diffus mit der -Ulbrich-Kugel) an reinen Mineralkomponenten (Kaolinit, Montmorillonit, Bentonit, Dunit, Olivin, etc.). Ein Höhepunkt dieser Messungen war die Bestimmung der Albedos der KOSI II- und III-Proben vor und nach der Bestrahlung mit der künstlichen Sonne (die weitgehend von der DLR-Oberpfaffenhofen durchgeführt wurden), Abb. 48-52. In Jülich wurden Spektralverfahren entwickelt, die den von den oben genannten Geräten nicht abgedeckten Spektralbereich des Vakuum-UV, normalen UV und nahen Sichtbaren (50-500 nm) und den IR-Bereich abdecken. Es erfolgte der Ausbau des VUV-Spektrometers (Jobin-Yvon), sowie die Einrichtung von Kühlaggregaten (Kryostat beim VUV, Flüssigstickstoff gekühlte Probenplatte bei der "Praying Mantis-Reflexionseinheit" der IR-Geräte. Abb. 54 und 55 zeigen die Anordnung dieser Spektrometer mit ihren typischen "Satelliten-

Glove-Boxen", die zur Vermeidung der Kondensation von atmosphärischem H_2O und CO_2 mit Trockenstickstoffgas (5.0) gespült wurden. Die Messungen an den Proben von KOSI III, die tiefgefroren bei 77 K gelagert wurden, werden z.Z. durchgeführt. Wegen der spektralen Limitierung der Feldspektrometer auf 500 nm, muß auch noch der sichtbare Teil des Spektrums (300-500 nm) in einem mit Kryostaten versehenen Beckman-VIS-Spektrometer nachgemessen werden.

Neben der Bestimmung der Albedos (s.Abb. 51-53) ist vor allem die Kontrolle physikalischer und chemischer Veränderungen in der Oberfläche und dem Inneren der Substanz von Interesse. Die von der KFA-Jülich durchgeführten Messungen in Satelliten-Glove-Boxen erlauben die Messungen von Proben aus allen Schichten des bestrahlten Mineral-Eiskörpers. Hier ist insbesondere der IR-Bereich von Interesse.

B.3 HPLC-Analyse der Proben

Neben der schnellen gaschromatographischen Analyse der (groben) Zusammensetzung der Proben (Volatile) wird ab KOSI III auch eine Feinuntersuchung auf neugebildete chemische Verbindungen durchgeführt. Es ist durchaus zu erwarten, daß der geringe UV-Anteil der Kunstsonne (bei 250 nm abgeschnitten durch die Quarzlinsen), die Thermik des sichtbaren Lichtes und die katalytische Wirkung der Staubpartikel (oberflächenreiche Tonmineralien) chemische Reaktionen in Gang setzen können. Bei H_2O - CO_2 -Eis ist dabei vor allem an die Bildung von CH_3OH , $HCOOH$, CH_2O , und ähnlicher Kohlenstoff-Sauerstoffverbindungen zu denken. Die Analysen werden in der KFA-Jülich mit einem Beckman-Zweipumpen-Hochdruck-Flüssigchromatograph auf RP 18 Säulen durchgeführt, wobei zunächst die unteren Nachweisgrenzen bestimmt werden.

B. 4 Mechanische Untersuchung der Festigkeit der Proben

Diese Untersuchungen werden mit dem "Penetrator" des ESA-ESTEC, Abb. 56 und 57, durchgeführt. Die Versuche an den Proben von KOSI

II und Eichmessungen wurden von der KFA-Jülich (insbesondere Dipl.-Phys. Heyl), die von KOSI III und Kleinkammerversuchen von der DLR-Köln (Dr. Hellmann, assistiert von DP. Heyl) durchgeführt. Der bei KOSI II verwendete "Penetrator" bestand aus einem Stahlrohr von 3 cm Innendurchmesser, das an der Spitze konisch zulief. Es enthielt eine Teflonhalterung im Inneren mit der Probenkerne entnommen werden konnten. Leider erlaubte das relativ bröckelige Material von KOSI II nicht, die Kerne aus der Probe zu ziehen. Sie rutschten wieder heraus. Daher wird z.Z. an einer neuen Anordnung gearbeitet, die eine verschließbare Röhre vorsieht. Immerhin konnten bei KOSI II interessante Ergebnisse zur Festigkeit der Probe (Druckmessung mit Newtonmeter beim Einstoßen in die Probe) erhalten werden. Abb. 58-60 zeigen den Vorgang und die Meßergebnisse, in dem sich die ca. 3-4 cm dicke Kruste durch einen deutlichen Anstieg des Preßdrucks, bzw. einen Abfall nach Durchstoßen kundtat.

Da die relativ großen Penetratorköpfe zu einer erheblichen Störung der Umgebung der Bohrung führten und auch sonst bei der beschränkten Probenoberfläche zu viel Platz beanspruchten, wurden sie bei den in 1988 durchgeführten Kleinkammerexperimenten (auch in-situ!) und KOSI III in der Gove-Box durch einen dünnen Stab mit einer kleinen zylindrischen Verdickung von ca. 3 mm Durchmesser ersetzt, Abb. 61. Abb. 62 zeigt ein typisches Messergebnis für eine Kleinkammerprobe, Abb. 63 an der KOSI III-Probe nach der Bestrahlung (41 h mit 1.3-2.7 S.K.). Details sind dem Bericht von Herrn DP. Kochan (DLR-Köln) zu entnehmen.

B. 5 Strukturuntersuchung und Differentialthermoanalyse

Anfang 1989 wurde eine Zusammenarbeit mit dem Institut für Anorgan. und Analyt. Chemie der Universität Innsbruck (Prof. Mayer) begonnen. Tiefkalte Proben werden in Innsbruck mit einem Tieftemperaturgoniometer (Abb. 64) zur Röntgenstrukturuntersuchung vermessen und die Eisphasen bestimmt (I_a , I_c , I_h). Es ist geplant mit Hilfestellung von Prof. Mayer in Jülich ein entsprechendes Goniometer auszubauen. Zur Auswertung der Spektren wird aber auch wei-

terhin die Expertise der Innsbrucker Gruppe notwendig sei. Ferner wird z.Z. in Jülich eine DTA-DSC-Apparatur (Differential Thermo-Analyse/Differential Scanning Calorimetry) der Fa. Du Pont ergänzt und erweitert, um Messungen des Thermoverhaltens der Proben von etwa 77 K an aufwärts durchzuführen.

B. 6 Isotopenzusammensetzung

Die $^{16}\text{O}/^{18}\text{O}$ -Isotopenzusammensetzung der Eisproben vor und nach dem Versuch wird parallel zu Untersuchungen in der GSI-Neuherberg (Dr. Stichler) auch im Institut für Radioagronomie der KFA-Jülich (Dr. Förstel) mittels massenspektrometrischer Routineverfahren bestimmt. Für die Auswertung der Daten und den Vergleich mit den Neuherberger Messungen sei auf den Bericht und die Veröffentlichungen von Herrn Dr. Klinger et al. verwiesen.

C. Kryohandhabung

Hier ist insbesondere die Entwicklung von Methoden zu Transport, Lagerung, Kryoanalyse und Verteilung der Proben wichtig. Als zentrale Einheit erwies sich die große Glove-Box, die von der KFA-Jülich schon zu KOSI II eingeführt wurde, Abb.65. Es handelt sich um einen 80 x 80 x 80 cm großen Plexiglaskasten mit einer Kunststoffwanne, Löchern zum Aufstecken der Handschuhe, einer Tür, einer relativ kleinen Schleuse und Quarzfenstern für die optischen Messungen. Die Probenkühlung wurde durch eine mit Flüssigstickstoff gefüllte Wanne bewirkt, in die die Probe (Vergleichsprobe oder bestrahlte Probe) in einen zylindrischen Topf eingesetzt wurde. Die Verwendung von offenen Kühlbädern erwies sich als sehr vorteilhaft, da zunächst der ganze Inertgasbedarf (leichter Überdruck) davon gedeckt werden konnte. Die Verwendung von Reinststickstoffgas (5.0) wäre umständlicher und sehr teuer geworden. Zudem bildete das kühle N_2 -Gas über der Wanne (ca. 100-150 K) einen hervorragenden thermischen Schutz der Probenoberfläche. Abb. 66 zeigt das Temperaturdiagramm der KOSI III-Probe nach Ausbau aus

dem Raumsimulator und Einführung in die Glove-Box. Es wurde an drei Thermoelementen mit unterschiedlichem Abstand zur Probenoberfläche gemessen (1, 6, 11 cm), die noch von den Messungen im Raumsimulator in der Probe steckten. Die Temperaturen waren zufriedenstellend tief, um z.B. die Ausgasung von CO_2 zu verhindern. Ein weiterer Vorteil des offenen Kühlbades war, daß bei der Probenahme (Abb. 67) die Geräte (Spatel, etc) und Behälter in dem Bad auf 77 K gekühlt werden konnten und somit auf einfachste Weise eine schonende Probennahme gewährleistet war. Die Proben wurden in flachen, mit Flüssigstickstoff gefüllten Schalen durch die Schleuse nach draußen gebracht und in Dewars eingelagert.

Diese Wanne, die aus 1 mm starkem Stahlblech bestand, wurde mit einem ebensolchen Deckel versehen auch zum Transport der Probe vom Raumsimulator in die Glove-Box verwendet. Der massive Deckel wurde durch verdampfendes N_2 und über die Wärmeleitfähigkeit des Material vom unteren Bad her auf tiefer Temperatur gehalten. Die relativ große Wärme- (Kälte) Kapazität sorgte dabei für relativ konstante Temperaturen um 150 K. Somit war die Probe in der Wanne nicht nur durch das verdampfende N_2 -Inertgas, sondern auch thermisch geschützt (insbes. die Oberfläche), da eine tiefe Temperatur des Gases auch oberhalb der Probe gewährleistet war, Abb. 68. In der Glove-Box sind als in-situ Messungen möglich: generelle Inspektion (Abb. 69), optische Reflexionspektrometrie (Albedo), Festigkeitstest (Penetrator), Leitfähigkeitsmessungen (ESA-ESTEC), Temperaturmessung, und die Probennahme bei tiefen Temperaturen (insbes. für CO_2 -Gehalt, Strukturbestimmung und Isotopenverhältnisse), vergl. Abb. 70. Danach kann die Probe ins Kaltlabor bei -20°C bis -40°C überführt werden, wo bei Verlust des CO_2 (!) die anderen petrographischen und strukturalischen Untersuchungen durchgeführt werden.

Ähnliche Verfahren unter Verwendung von Glove-Boxen, Kaltbädern und Kryostaten werden weiter entwickelt auch im Hinblick auf eine Kryobehandlung zukünftiger Kometenproben.

Anfang 1989 wird von der KFA-Jülich eine neue, etwas größere Glove-Box gebaut werden (1 x 1 x 1 m), die eine 50 x 50 x 80 cm

große Schleuse, und Taschen für Probennahmegeräte und -gefäße enthalten wird. Die bisher schon fahrbare Wanne, soll dann noch mit einer pneumatischen Hubebene versehen werden, um die Höhenverstellung zu gewährleisten.

Veröffentlichungen

1. E. Grün, H. Kochan, K. Roessler, and D. Stöffler, Simulation of cometary nuclei, Diversity and Similarity of Comets, eds. E.J. Rolfe and P. Battrick, ESA-SP 278, 501-508 (1987)
2. B. Nebeling and K. Roessler, Radiation chemistry of carbon and nitrogen compounds in H₂O and NH₃ ices; relevance for chemical evolution in space J.Physique (Paris) 48, 693-695 (1987)
3. K. Roessler and B. Nebeling, Diversity of comets, synergic temperature effects and the stability of organic compounds in icy nuclei Diversity and Similarity of Comets, eds. E.J. Rolfe and B. Battrick, ESA-SP-278, 509-513 (1987)
4. E. Grün, H. Kochan, K. Roessler, and D. Stöffler, Initial comet simulation experiments at DLR, Experiments on Cosmic Dust Analogues, eds. E. Bussoletti et al., Kluwer Acad. Publ. Dordrecht, 17-23 (1988)
5. K. Roessler, A. Bischoff, G. Eich, E. Grün, H. Fechtig, F. Joo, J. Klinger, H. Kochan, D. Stöffler, and K. Thiel, Cometary matter in observation and simulation experiments, Lunar and Planet. Sci. XIX, LPI, Houston, 996-997, (1988)
6. J. Klinger, J. Benkoff, S. Espinasse, E. Grün, W. Ip, F. Joo, H.U. Keller, H. Kochan, H. Kohl, K. Roessler, W. Seboldt, T. Spohn, and K. Thiel, How far do results of recent simulation experiments fit current models of cometary nuclei? Lunar and Planet. Sci. XIX, LPI, Houston, 611-612 (1988); Proc. 19th Lunar Planet. Sci. Conf., in press (1989)
7. H. Kochan, J. Benkhoff, A. Bischoff, H. Fechting, B. Feuerbacher, E. Grün, F. Joo, J. Klinger, H. Kohl, D. Krankowsky, K. Roessler, W. Seboldt, K. Thiel, G. Schwehm, and U. Weishaupt, Laboratory simulation of a cometary nucleus: Experimental setup and first results, Lunar and Planet. Sci. XIX, LPI, Houston, 617-618 (1988); Proc. 19th Lunar Planet. Sci. Conf., in press (1989)
8. H. Kochan, B. Feuerbacher, F. Joo, J. Klinger, W. Seboldt, A. Bischoff, H. Düren, D. Stöffler, T. Spohn, H. Fechtig, E. Grün, H. Kohl, D. Krankowsky, K. Roessler, K. Thiel, G. Schwehm, and U. Weishaupt, Comet simulation experiments in the DLR Space Simulators, Proc. COSPAR Workshop on Comet Nucleus Modeling and Cometary Materials, Adv. Space Res., in press (1989)
9. J. Klinger, G. Eich, A. Bischoff, F. Joo, H. Kochan, K. Roessler, H. Stichler, and D. Stöffler, "KOSI" comet simulation experiment at DLR: Sample preparation and the evolution of the ¹⁸O/¹⁶O and the D/H ratio in the icy component, Proc. COSPAR workshop on Comet Nucleus Modeling and Cometary Materials, Adv. Space Res., in press (1989)

10. E. Biel, A. Patnaik, and K. Roessler
Herstellung binärer Eisschichten durch Kondensation aus
der Gasphase, Report-Jül-2248 (Dez. 1988) pp.60
11. H. Kochan, K. Roessler, and K. Thiel, eds. 2. Kometenwerk-
statt Bad Honnef, 2.-3.Mai 1988, KFA-Jülich 1988, pp.183
12. K. Roessler, G. Eich, M. Heyl, K. Kochan, A. Oehler,
A. Patnaik, W. Schlosser, and R. Schulz,
Handling and analysis of ices in cryostats and glove boxes
in view of cometary samples
Workshop on Analysis of Returned Comet Nucleus Samples,
Milpitas, CA., 16-18 January 1989, 62-63 (1989)
13. K. Thiel, H. Kochan, K. Roessler, E. Grün, G. Schwehm,
H. Hellmann, P. Hsiung, and G. Kölzer,
Mechanical and SEM analysis of artificial comet nucleus
samples
Workshop on Analysis of Returned Comet Nucleus Samples,
Milpitas, CA., 16-18 January 1989, 75-76 (1989)
14. K. Roessler, P. Hsiung, H. Kochan, H. Hellmann, H. Düren,
K. Thiel, and G. Kölzer
A model comet made from mineral dust and H_2O-CO_2 Ice:
sample preparation development
Lunar and Planet. Sci. XX, LPI, Houston 1989, in press

Tabelle 1: Typische Probenzusammensetzung bei Kleinkammerversuchen bis KOSI II (April 1988)

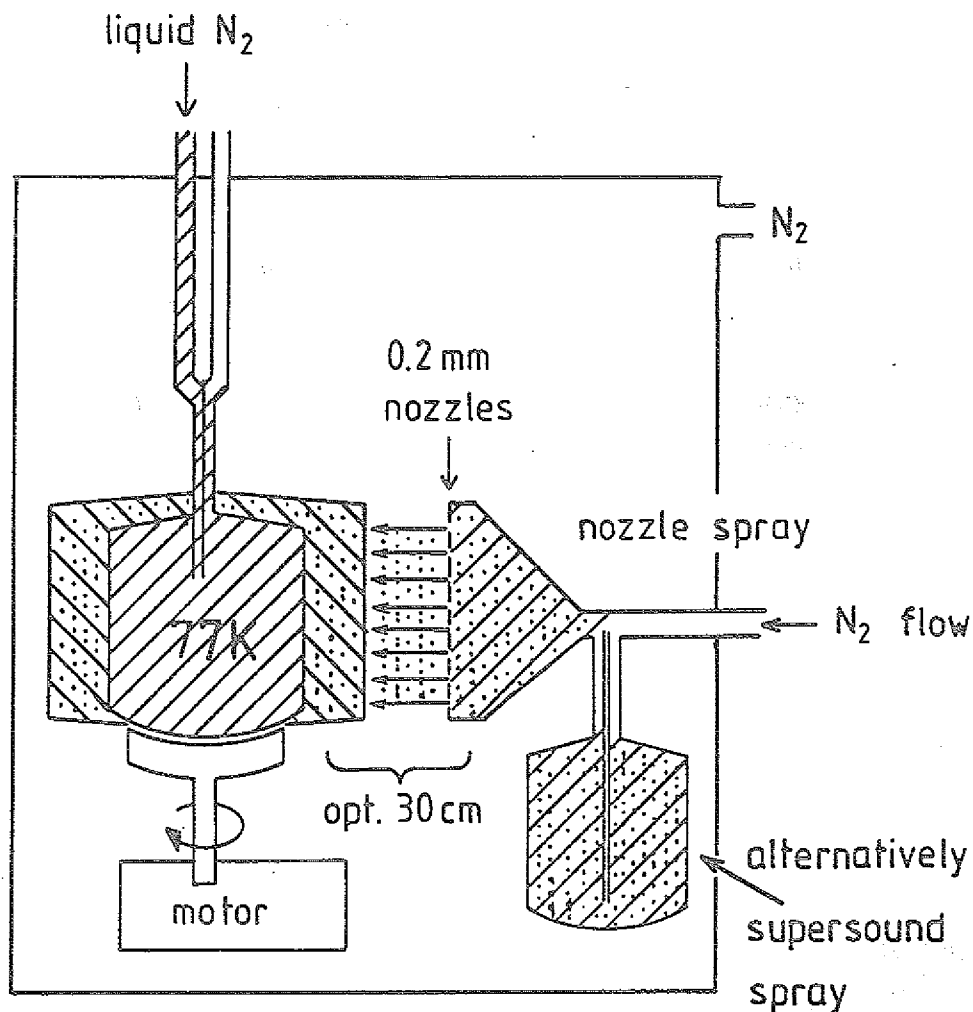
	kaolinite	montmorillonite	illite	olivine	carbon
1. April/July 87' (HD Ton Buchtal)	8.2 w.%	0.3-0.5 w.%	0.5 w.%	-	1-2 w.%
2. Sept/Nov. 87'	4.5 w.%. (China Clay Supreme in in H ₂ O)	4.5 w.%. (Tixoton in 0.01 m Na- pyrophosphate)	-	-	0.083 w.%. Derussol VU 25
3. Dec. 87' (pure olivine)	-	-	-	9.1 w.%. (Dunit)	0.083 w.%. Derussol VU 25
4. Dec.87'/Feb.88' (mixture 7)	3 w.%. "	3 w.%. (Bentonit ASB 350)	-	3 w.%. "	0.08 w.%. Derussol VU 25
5. >Feb. 88' (new mixture)	-	0.9 w.%. "	-	8.1 w.%. "	0.08 w.%. Derussol VU 25

Tabelle 2: Ergebnisse der Kleinkammerversuche und von KOSI III (zusammengestellt von Dr. Hellmann, DP. Kochan, Prof. Thiel, Dr. Hsiung et al.)

Experiment No.	8	9	10	11	12	KOSI III
ratio of mineral composition (olivine: montmorillonite)	7:3	9:1	7:3	7:3	9:1	9:1
CO ₂ -content [%]	6.5	4.0	5.0	14.0	13.0	13.8
Intensity of irradiation [SK]	2.0 - 2.4	2.0	2.0 - 2.4	2.0 - 2.4	2.0 - 2.4	1.3 - 1.6
Irradiation period [h:min]	3:37	2:13	2:15	2:45	3:38	41:10
Texture	mud	snow	snow	mud	snow	mud
Density [g/cm ³]	0.41	0.43	0.38	0.36	0.41	0.48
Porosity [%]	--	--	59	63	60	57
Strength of crust [MPa]	0.30 - 1.3	0.43 - 0.55	0.15 - 0.19	0.75 - 1.10	0.35 - 0.88	1.3 - 5.1
Thickness of crust [mm]	20 - 25	16 - 28	20 - 24	10 - 26	20 - 42	28 - 70
Strength below crust [MPa]	0.1 - 0.3	0.04 - 0.06	0.03 - 0.05	0.08 - 0.24	0.03 - 0.08	0.2 - 0.5
No. of strength measurements	4	7	9	5	6	7

Tabelle 3: Molenbruch binärer, äquimolarer Gasmischungen
nach der Kondensation auf Kaltfinger bei 10 K.

1:1 mixture	mole fractions in condensate
H ₂ O-CO ₂	0.684 - 0.316
H ₂ O-CO ₂	0.652 - 0.348
NH ₃ -CO ₂	0.780 - 0.220
NH ₃ -CH ₄	0.493 - 0.507
CO ₂ -H ₂ O	0.316 - 0.684
CO ₂ -NH ₃	0.220 - 0.780
CO ₂ -CH ₄	0.048 - 0.952



- up to 5cm thick layers
- density $0.3 - 0.5 \text{ g cm}^{-3}$
- relatively stable and consistent
- crystalline, hexagonal ice
- dust/ice ratio up to 1/10

Abb.1: Schematische Anordnung des Aufsprühens auf einen rotierenden Kaltzylinder (77 K) innerhalb einer Glove-Box.

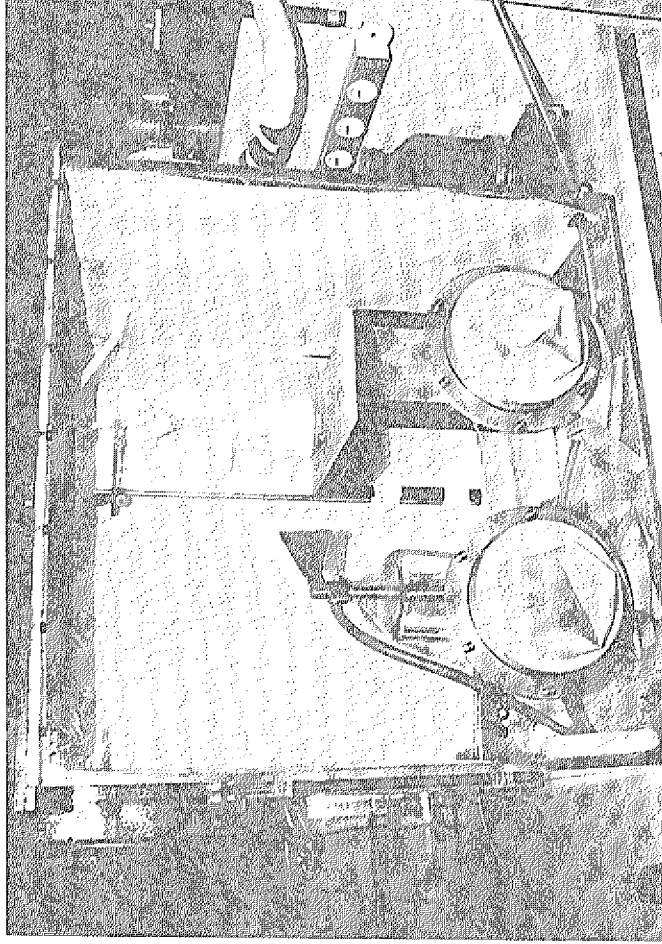


Abb.2: Apparatur in der Glove-Box

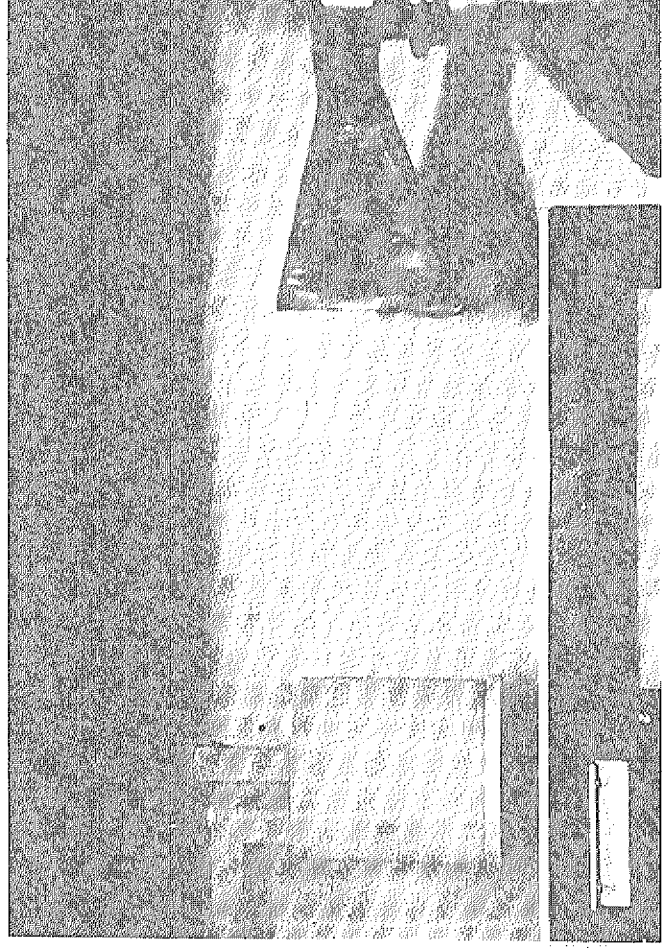


Abb.3: Beginn des Aufsprühens

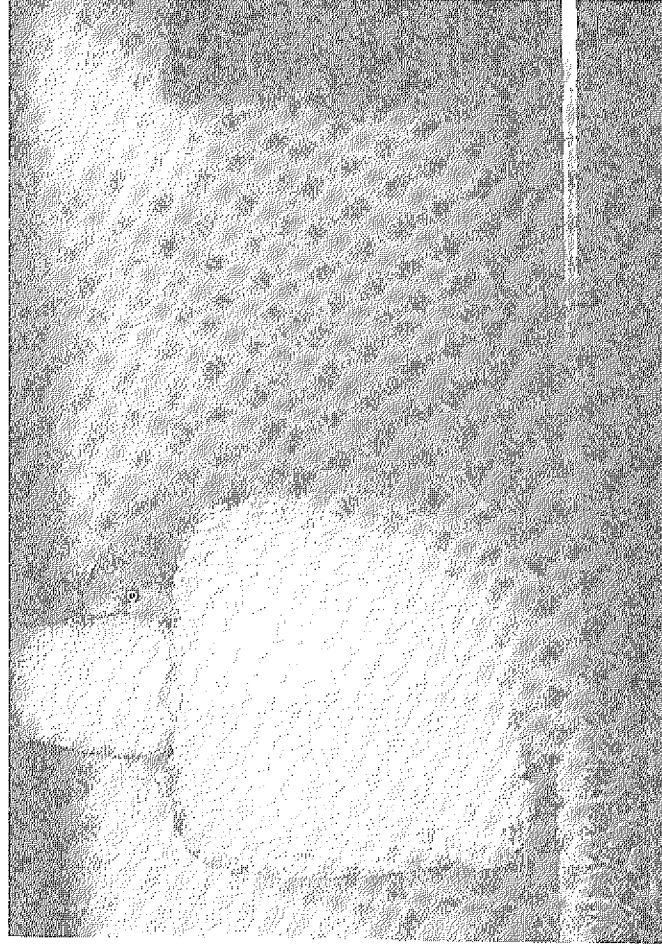


Abb.4: Relativ dicke Schicht (5 cm) mit
"Flüssigkeitsstrukturen"

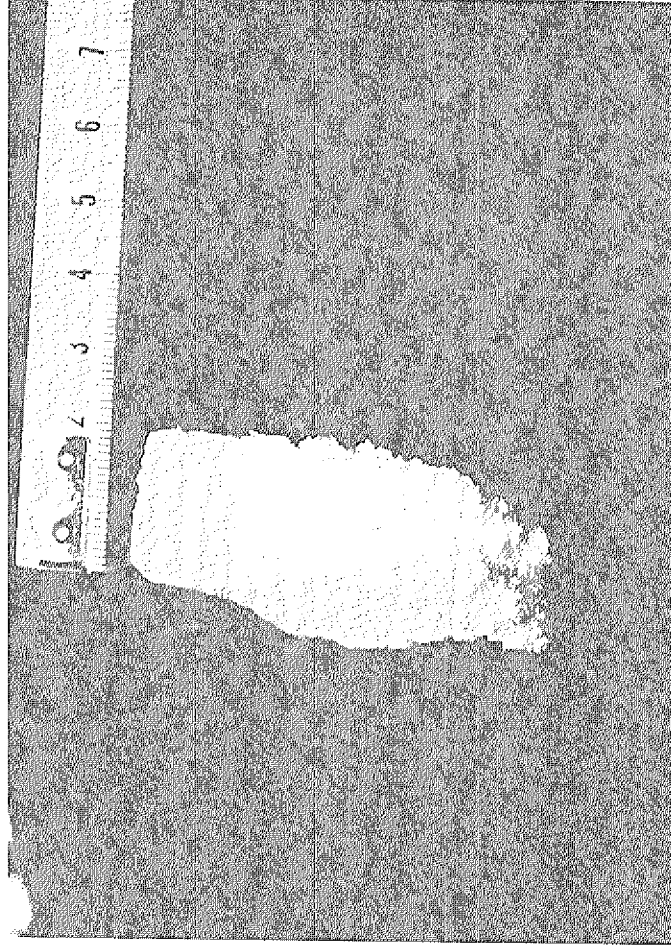


Abb.5: Sehr konsistente dünne Schicht nach Ablösen
von der Kaltwand.

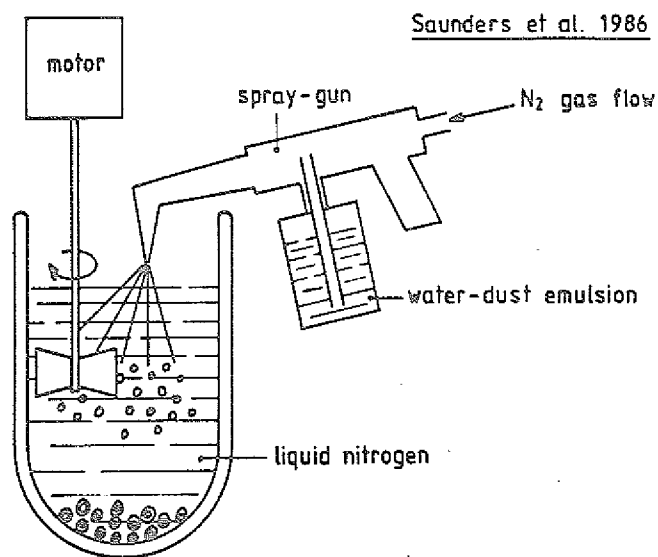


Abb.6: Prinzip der Suspensions-Sprühmethode in Flüssigstickstoff

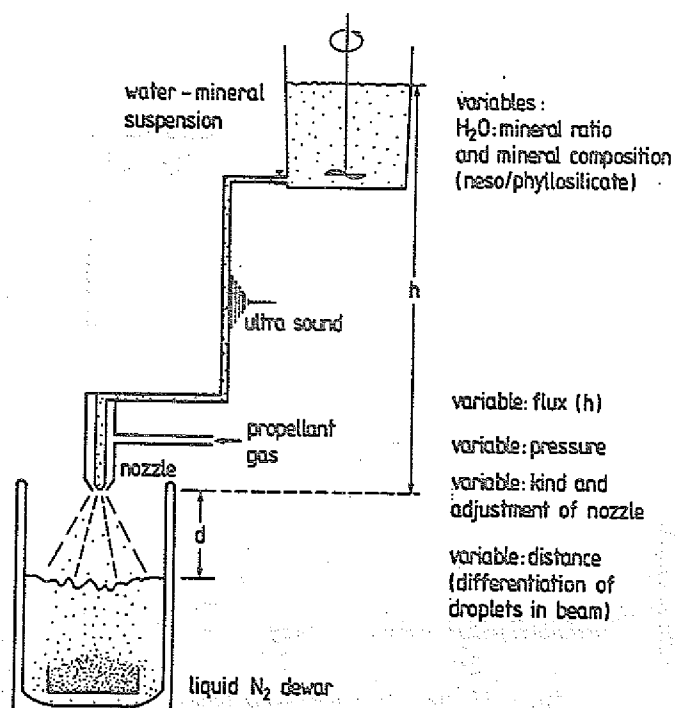


Abb.7: Sprühanordnung seit Sept. 1988 und die Variablen, die die Probeneigenschaften bestimmen.

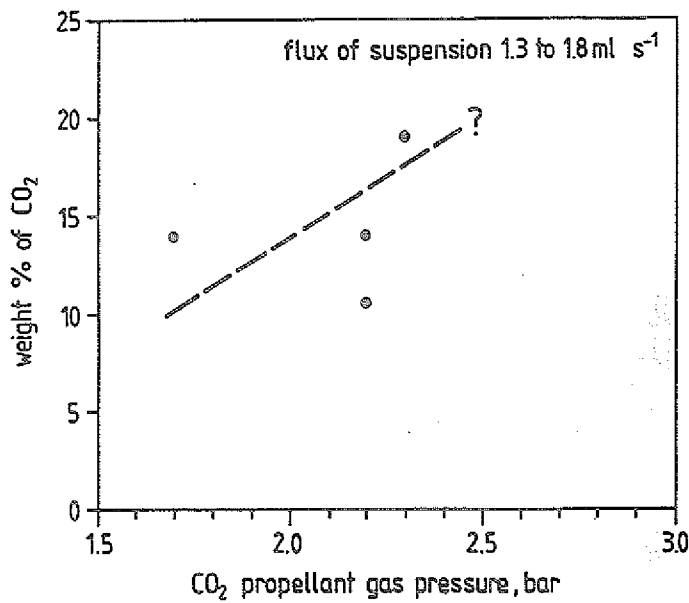


Abb.8: CO₂-Gehalt als Funktion des CO₂-Treibgasdrucks bei einem Suspensionsfluß von 1.3 bis 1.8 ml s⁻¹.

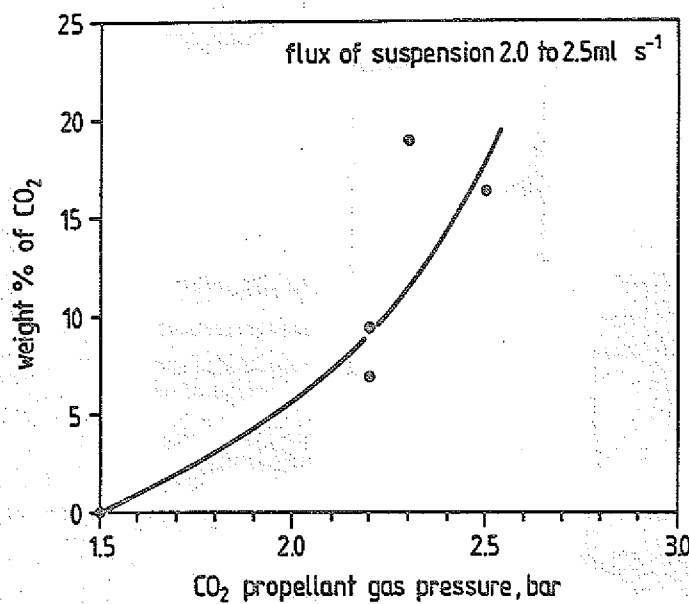


Abb.9: CO₂-Gehalt als Funktion des CO₂-Treibgasdrucks bei einem Suspensionsfluß von 2.0 bis 2.5 ml s⁻¹.

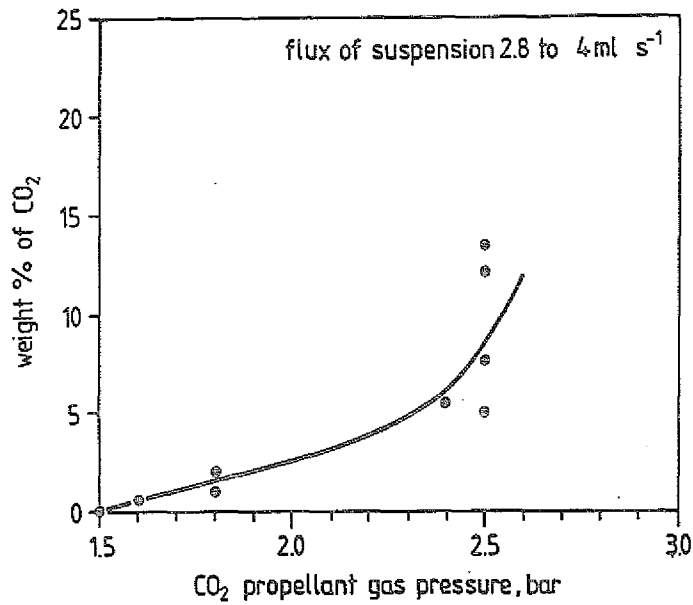


Abb.10: CO₂-Gehalt als Funktion des CO₂-Treibgasdrucks bei einem Suspensionsfluß von 2.8 bis 4 ml s⁻¹.

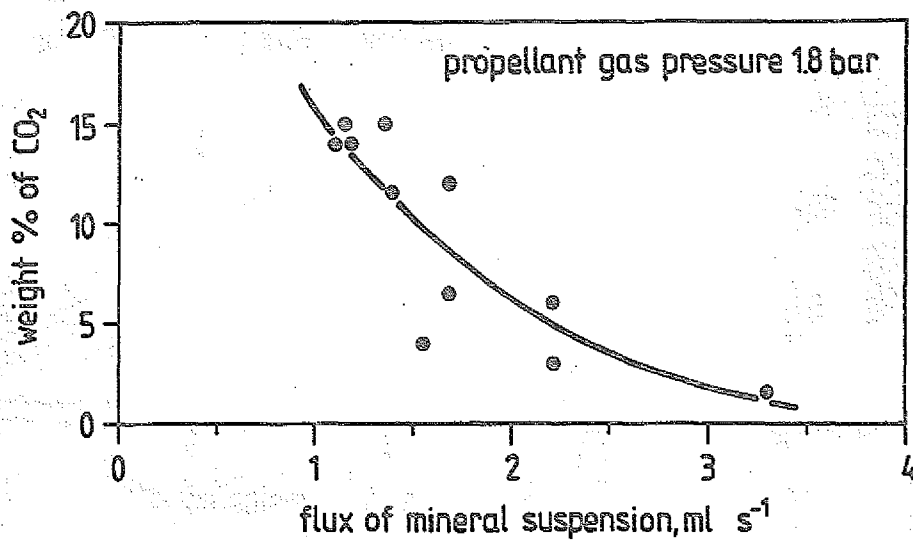


Abb.11: CO₂-Gehalt als Funktion des Suspensionsflusses bei konstantem CO₂-Treibgasdruck von 1.8 bar.

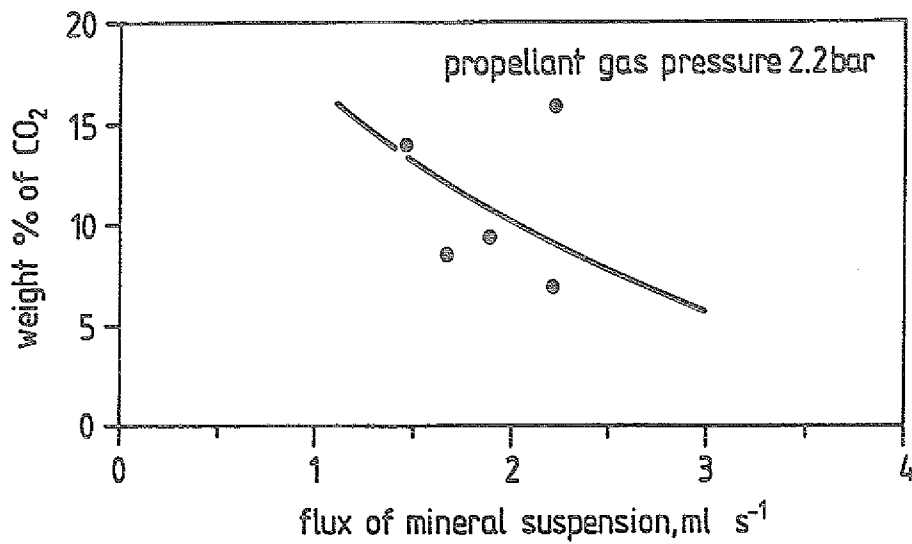


Abb.12: CO₂-Gehalt als Funktion des Suspensionsflusses bei konstantem CO₂-Treibgasdruck von 2.2 bar.

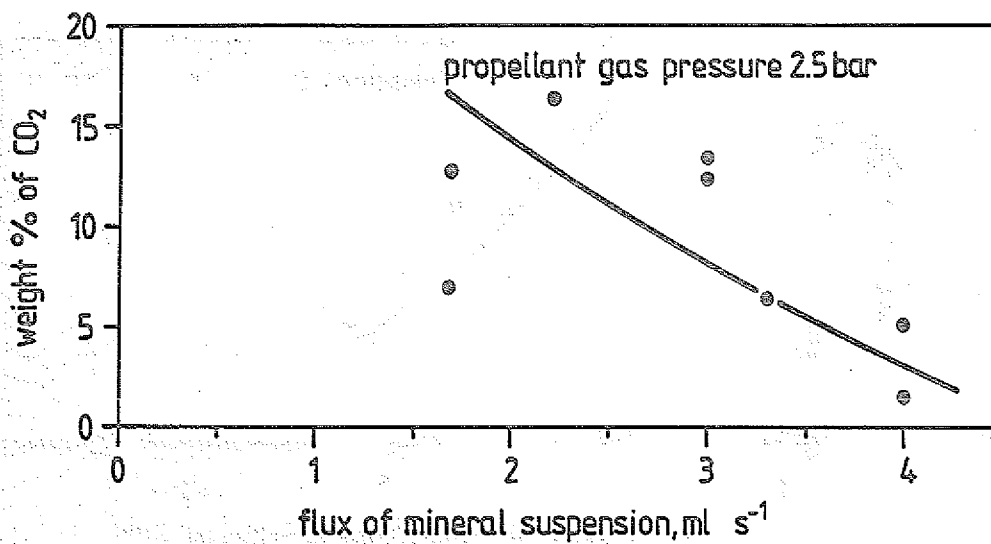


Abb.13: CO₂-Gehalt als Funktion des Suspensionsflusses bei konstantem CO₂-Treibgasdruck von 2.5 bar.

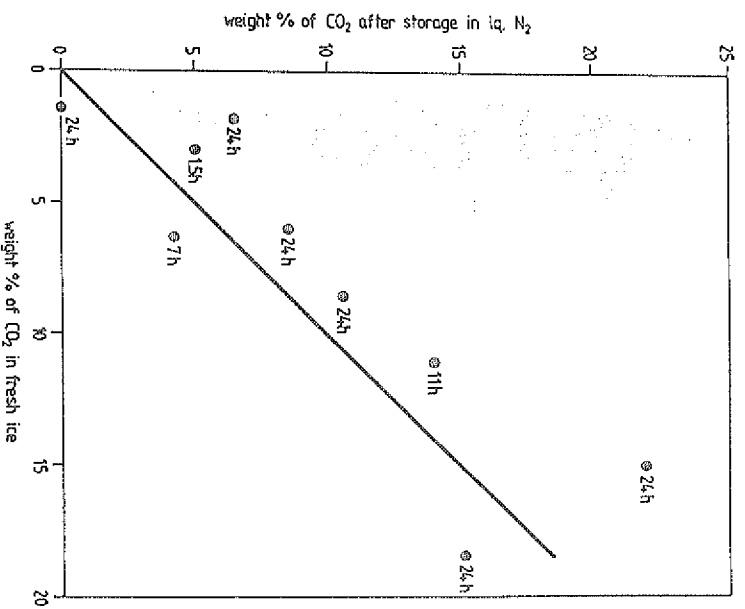


Abb.14: Verhältnis des CO₂-Gehaltes in frischem und gelagertem Eis.

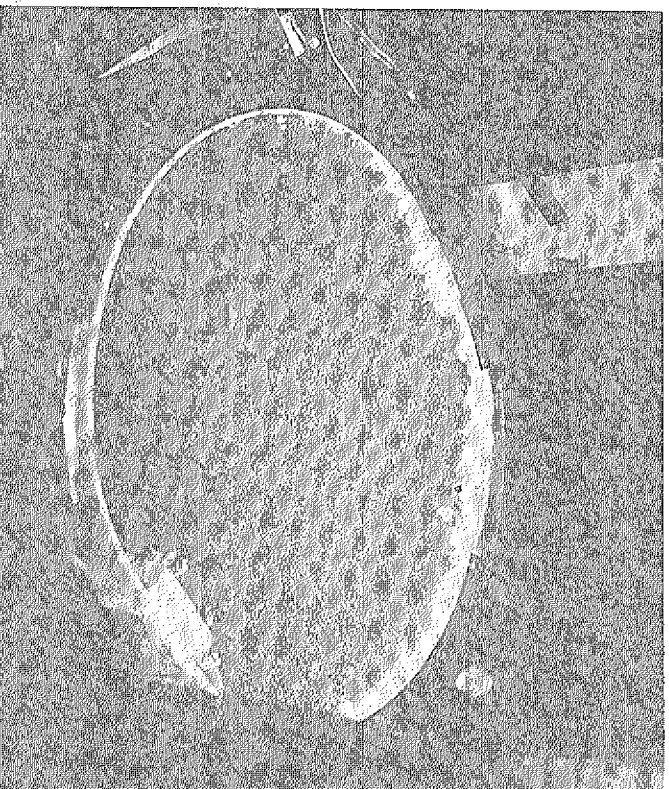


Abb.15: KOSI III-Probe (H₂O-CO₂-Eis, Mineralbestandteile vor dem Großversuch.

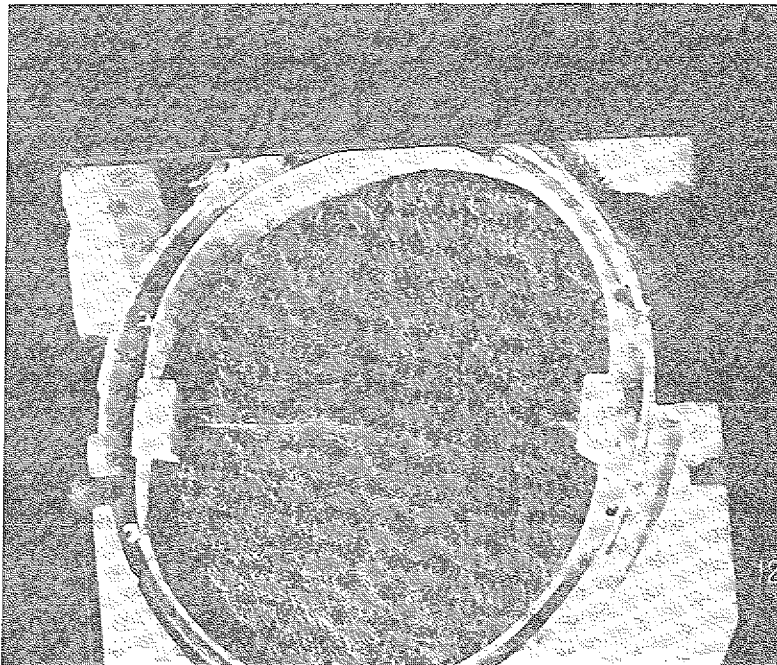


Abb.16: KOSI III-Probe nach dem Großversuch
(ca. 41 h bei 1.3 - 2.7 S.K. künstlicher
Sonnenbestrahlung)

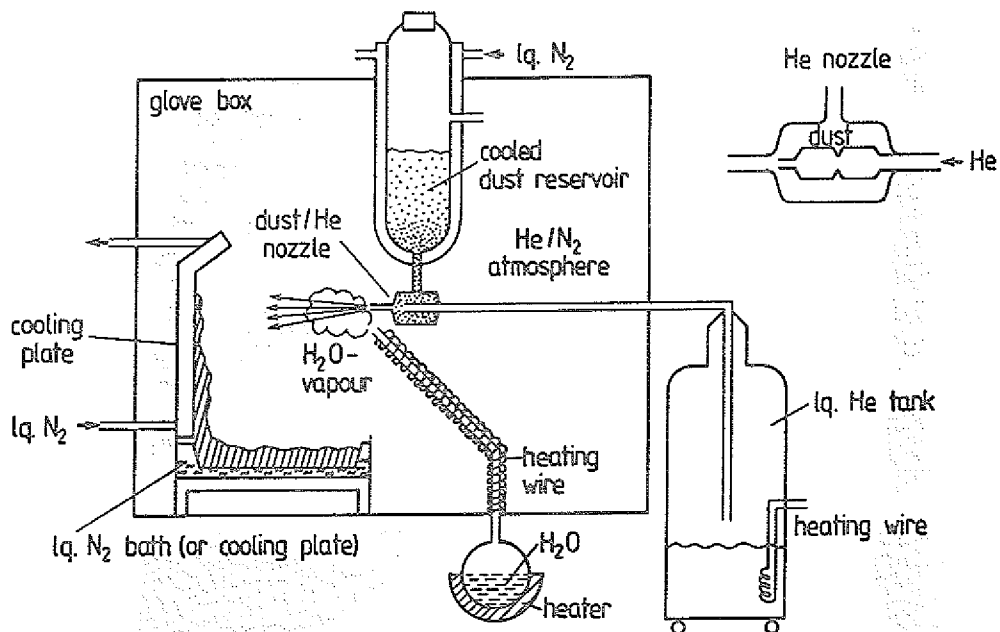


Abb.17: Schema der Apparatur zur Kondensation in der
Gasphase (1 bar) in einer Glove-Box.

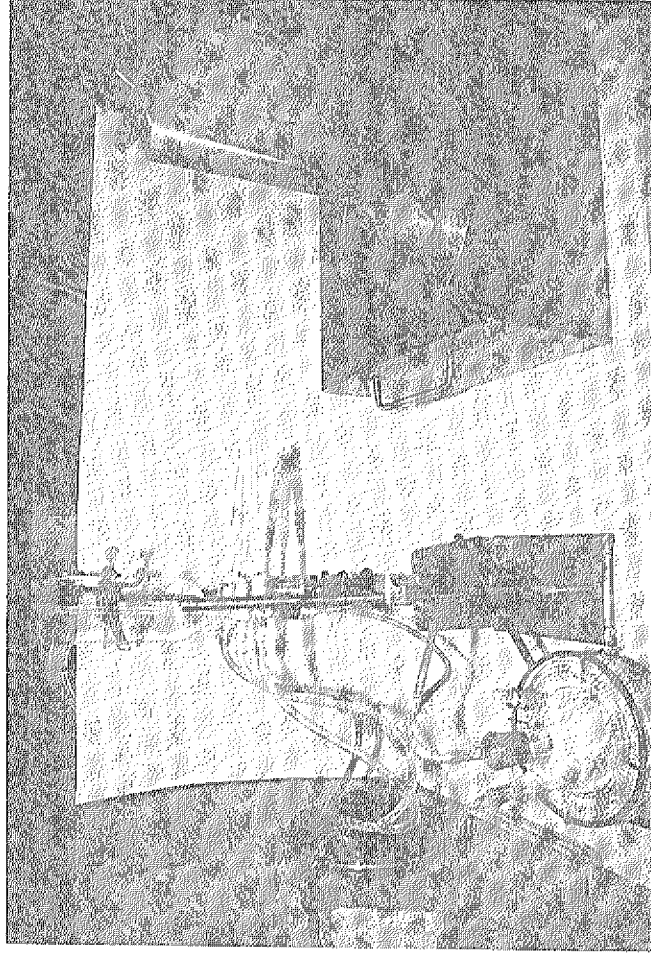


Abb.18: Kondensationsapparatur im Testzustand

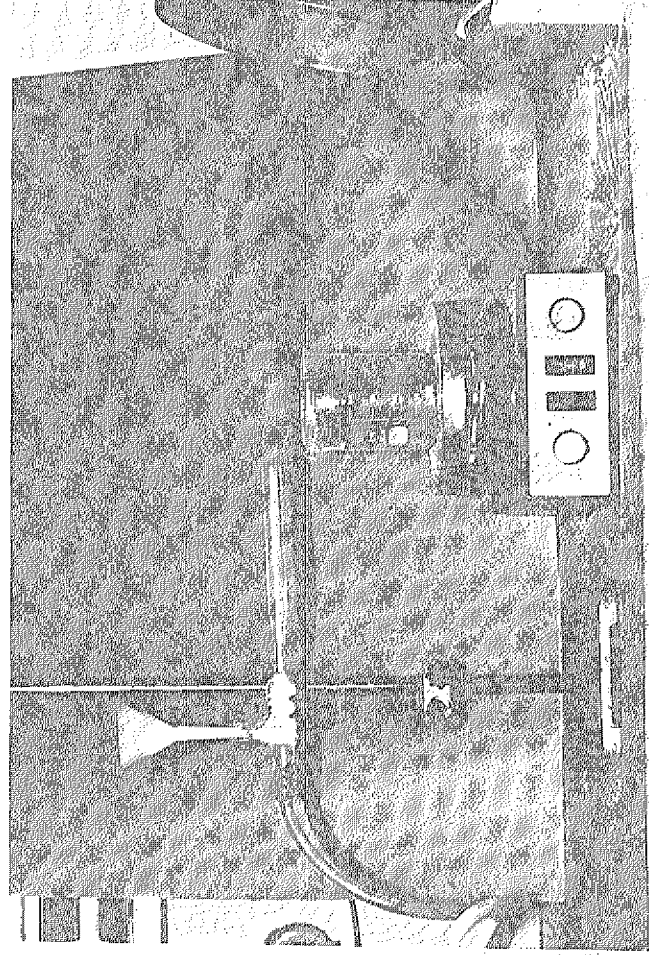


Abb.19: Kondensation von Wasserdampf im He-Staub-Jet

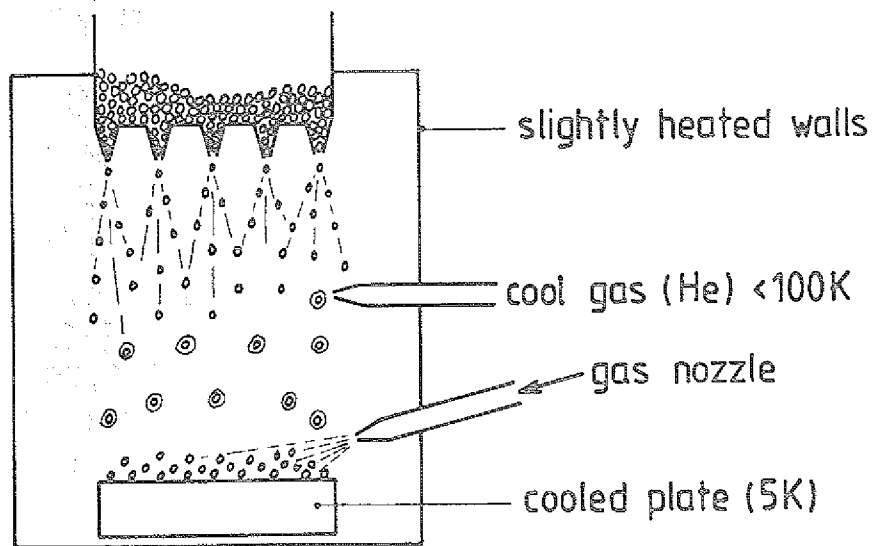


Abb.20: Früher vorgeschlagenes Verfahren zur Kondensation auf Staubpartikel in der Gasphase.

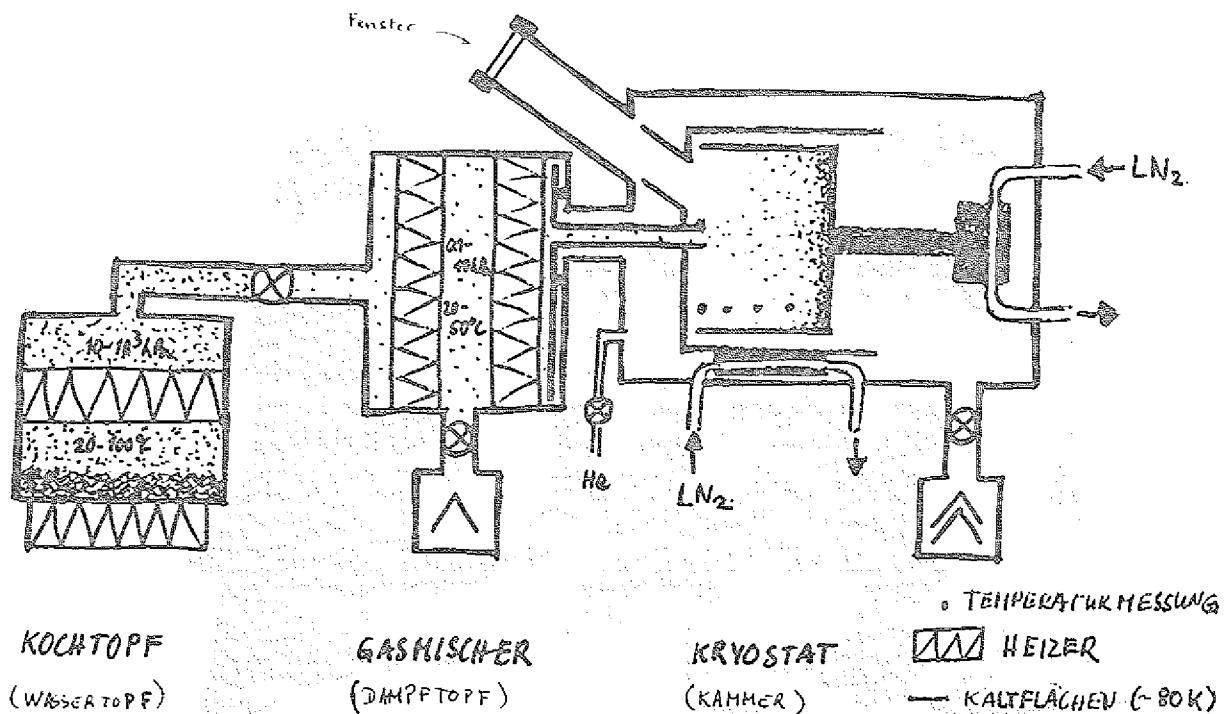


Abb.21: Apparatur des MPI-Kernphysik Heidelberg (Dr.Grün) zum Test der H_2O -Kondensation auf Flüssigstickstoffgekühlte Platten im Vakuum, bzw. verdünnter He-Atmosphäre

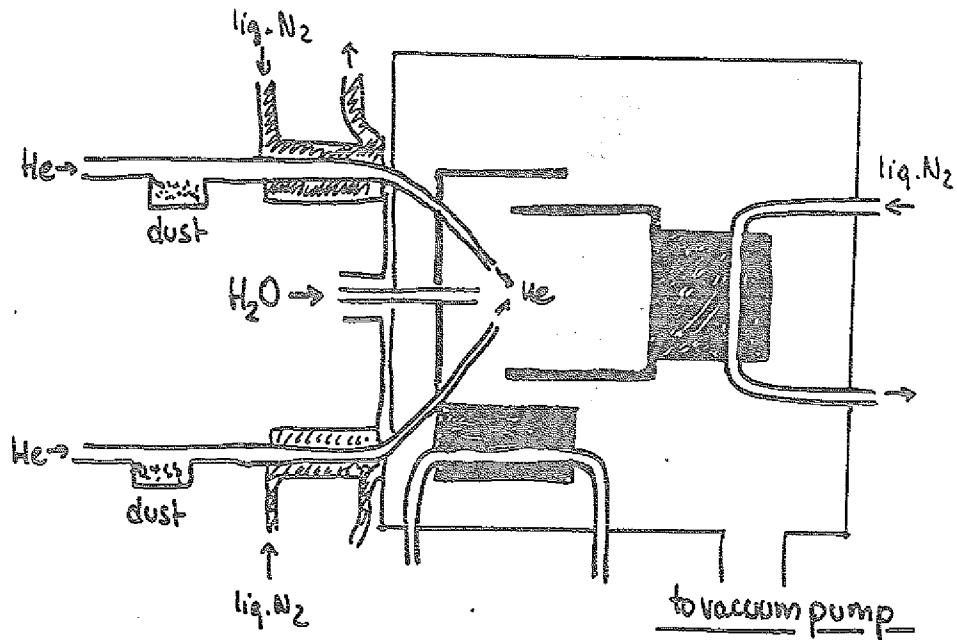


Abb.22: Anordnung des ICH-1/KFA Jülich (Dr. Hsiung) zur Kondensation von H₂O auf Staubpartikel

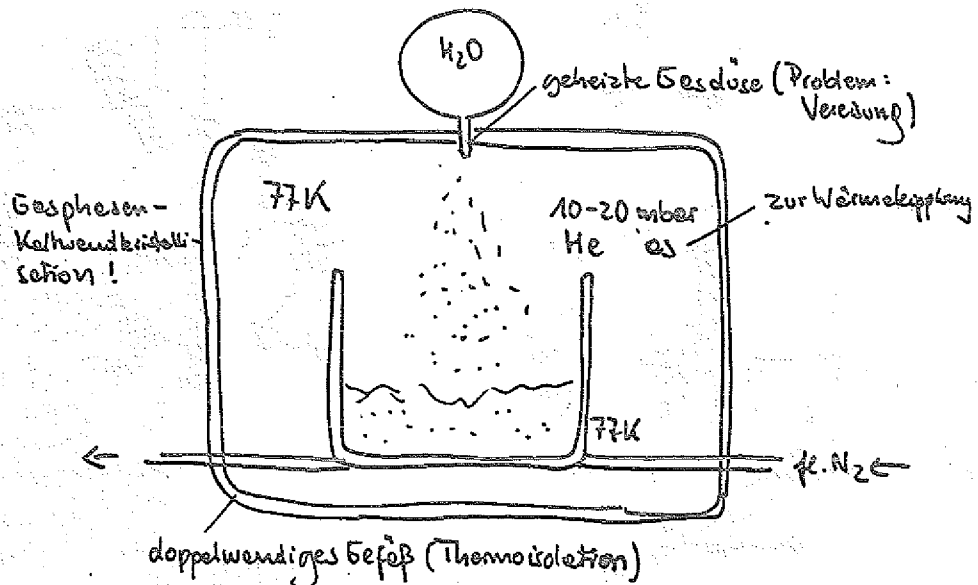


Abb.23: Anordnung der Physik der Univ. Tel-Aviv, Israel (Prof. Bar Nun) zur Kondensation amorphen Eises aus der Gasphase

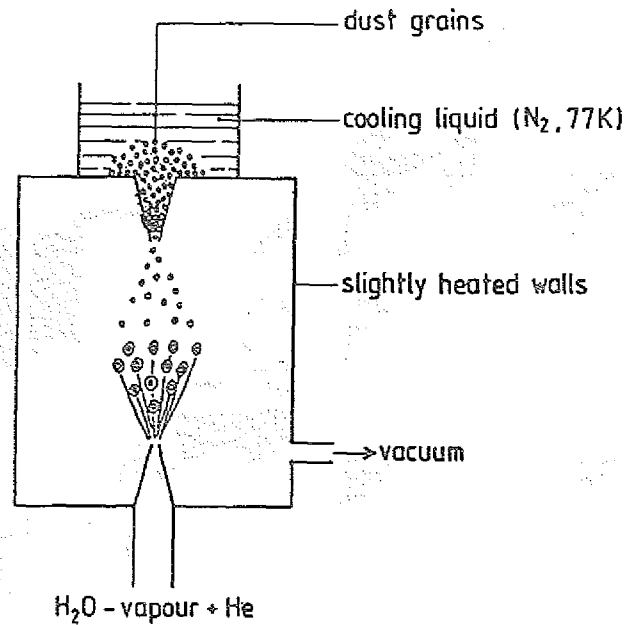


Abb.24: Vorschlag eines Gegenstromverfahrens zur Eisbeschichtung von Staubkörnern, ICH-1/KFA Jülich (Dr. Roessler)

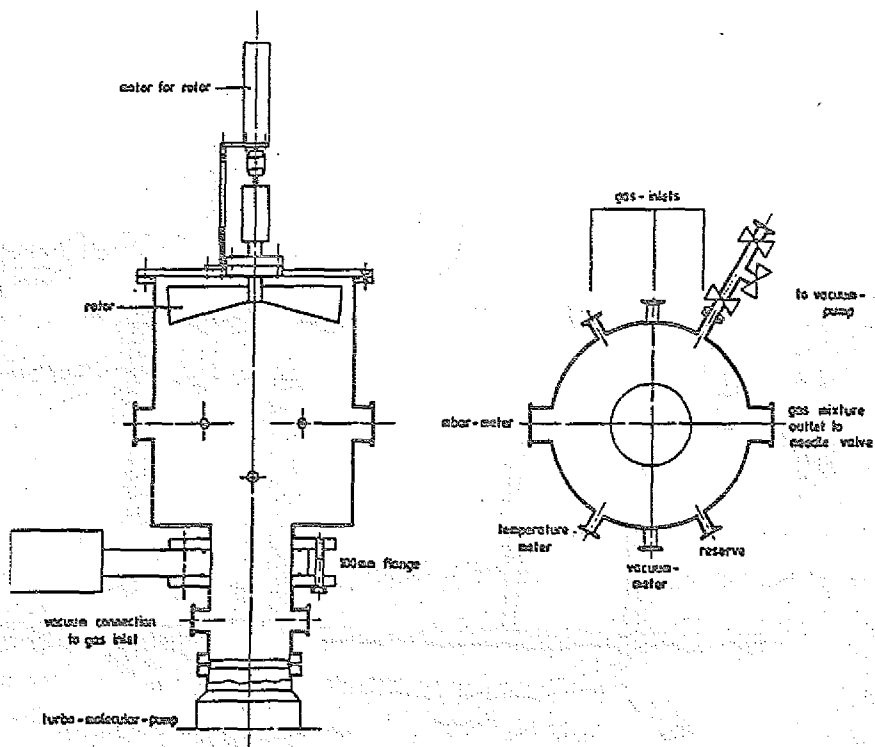


Abb.25: Mischkammer für Gase bei mbar-Drücken

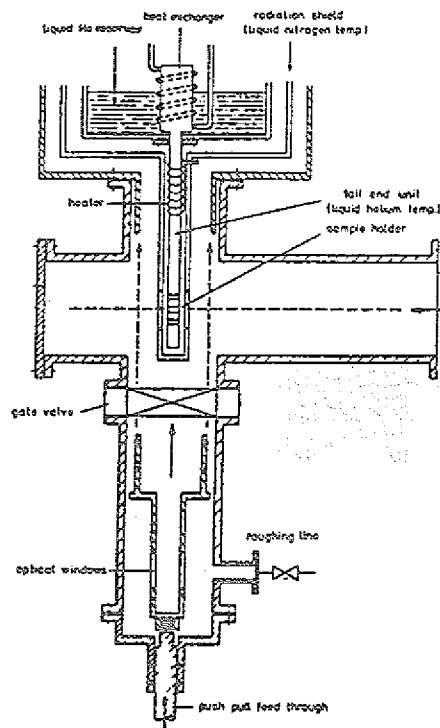


Abb.26: Optischer Kryostat mit Wechselkopf

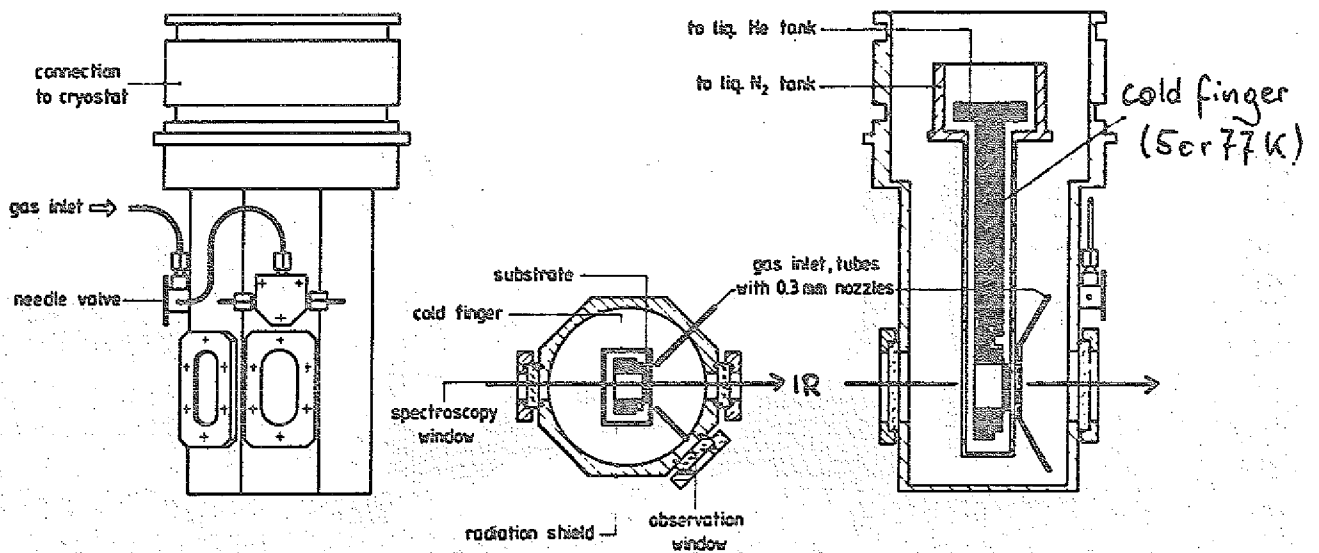


Abb.27: Optischer Fensterteil mit Gasdüsen zur Kondensation

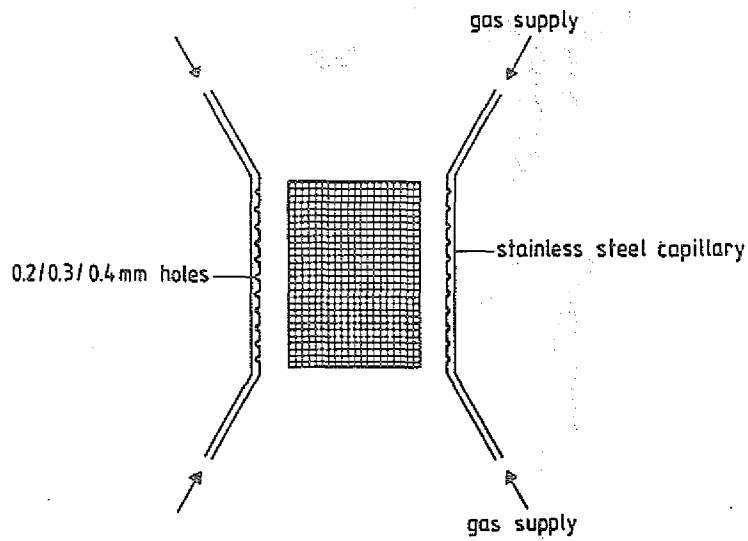


Abb.28: Das verwendete Düsenleistensystem

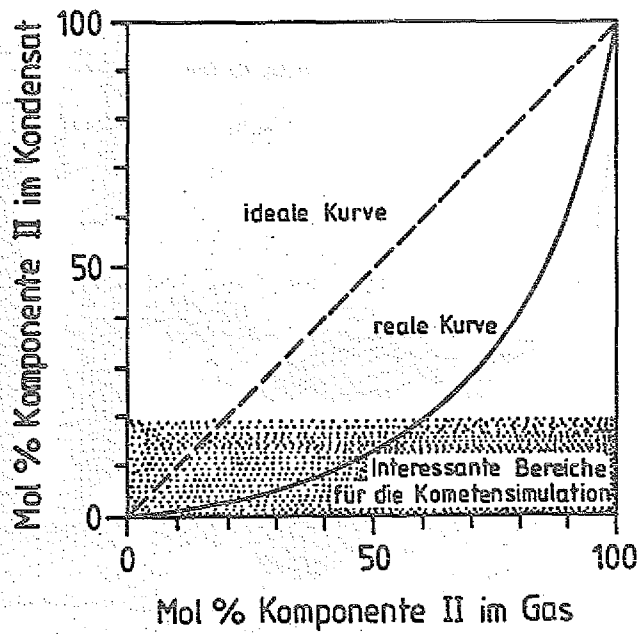


Abb.29: Schematische Darstellung der Molverhältnisse binärer Systeme in Gas- und Testphase

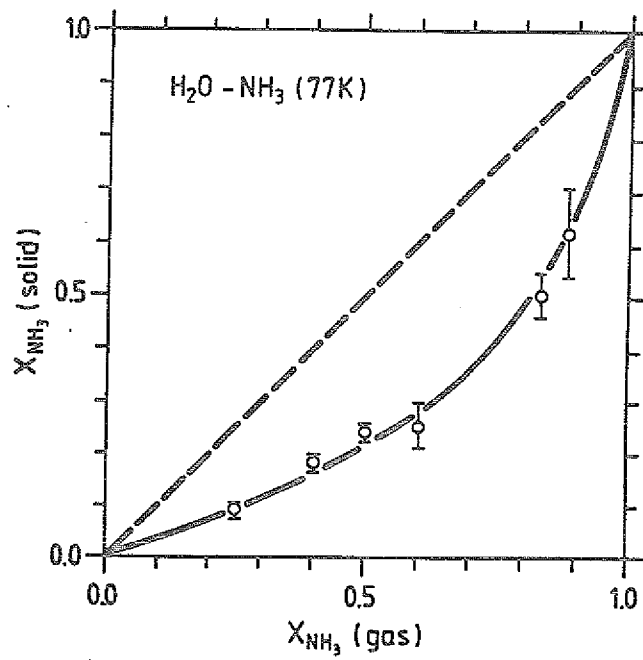


Abb.30: Das System $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3$ (77K)

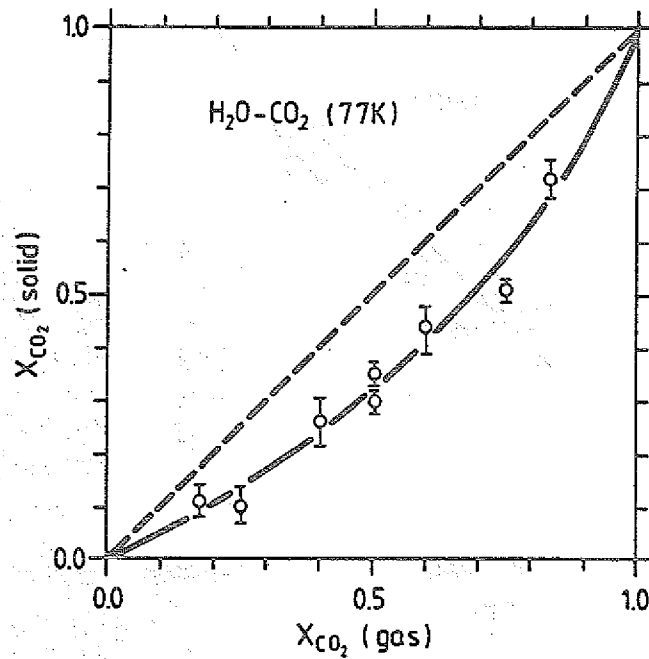


Abb.31: Das System $\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2$ (77K)

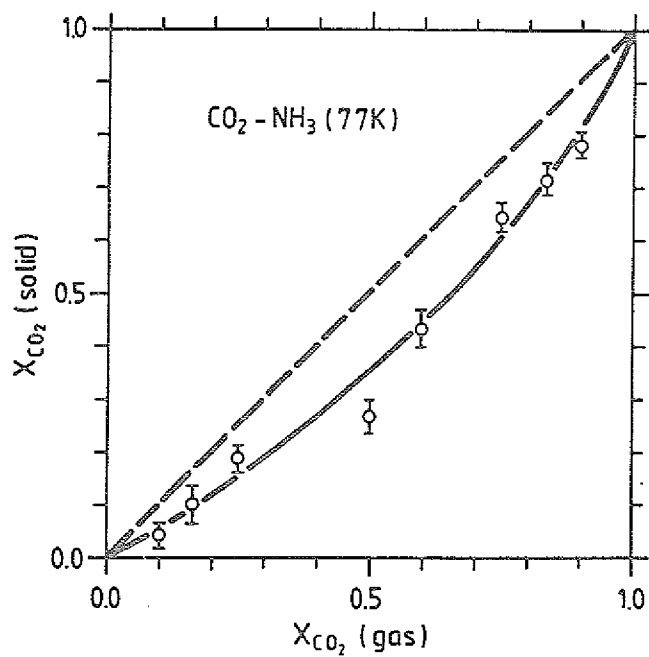


Abb.32: Das System NH₃-CO₂ (77K)

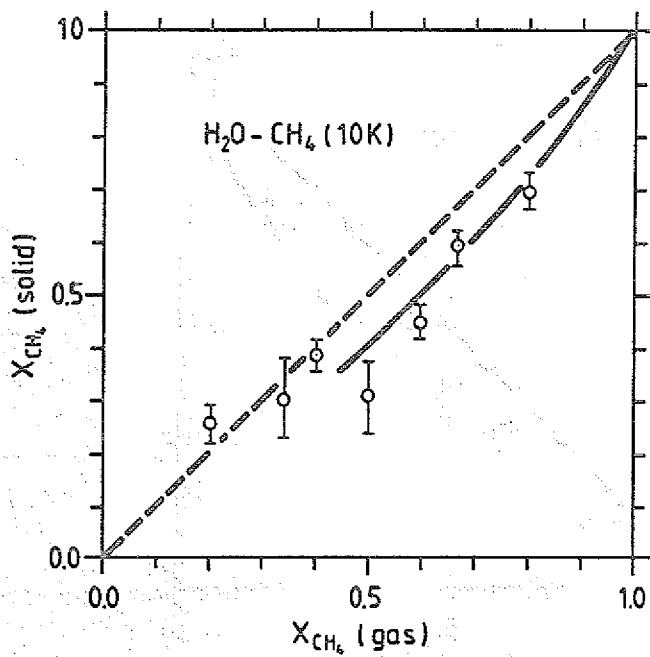


Abb.33: Das System H₂O-CH₄ (10K)

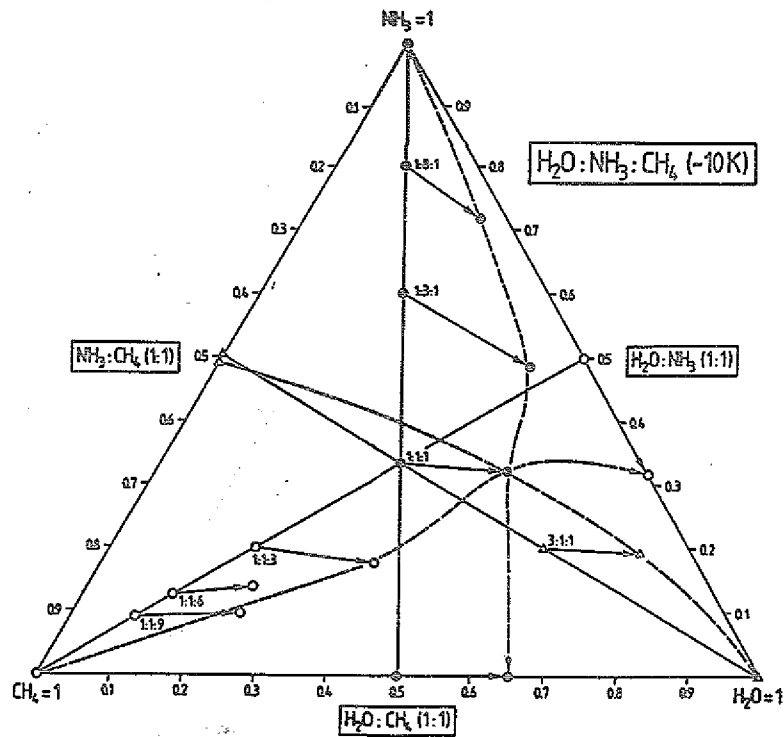


Abb.34: Das tenäre System $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CH}_4$ (10K)

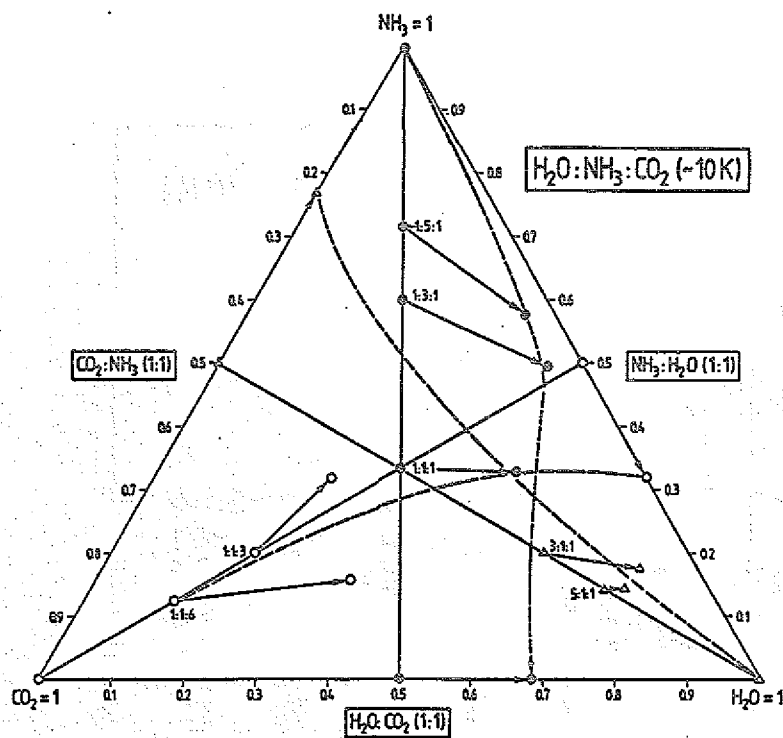


Abb.35: Das ternäre System $\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3-\text{CO}_2$ (10K)

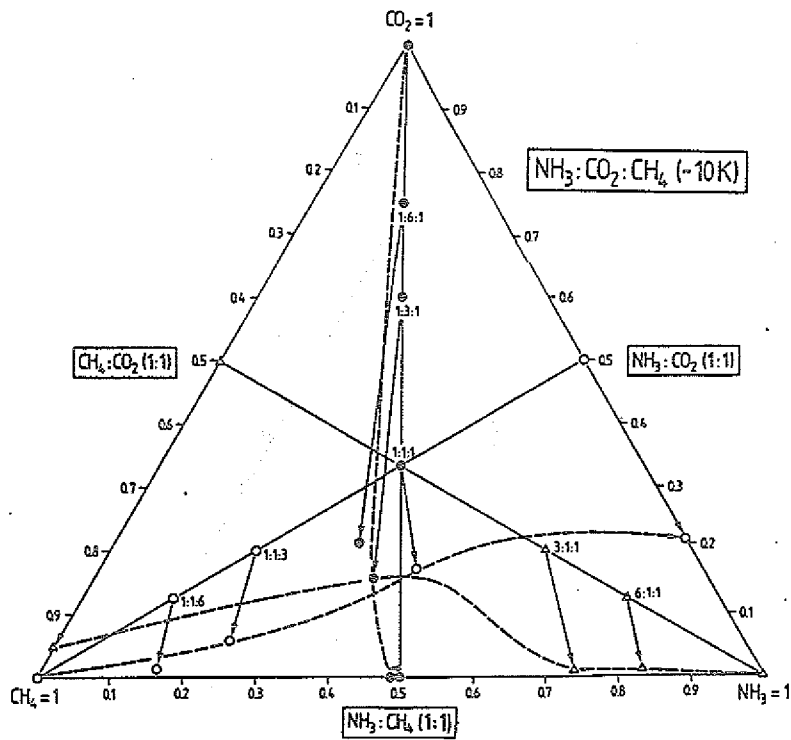


Abb.36: Das ternäre System $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-CH}_4$ (10K)

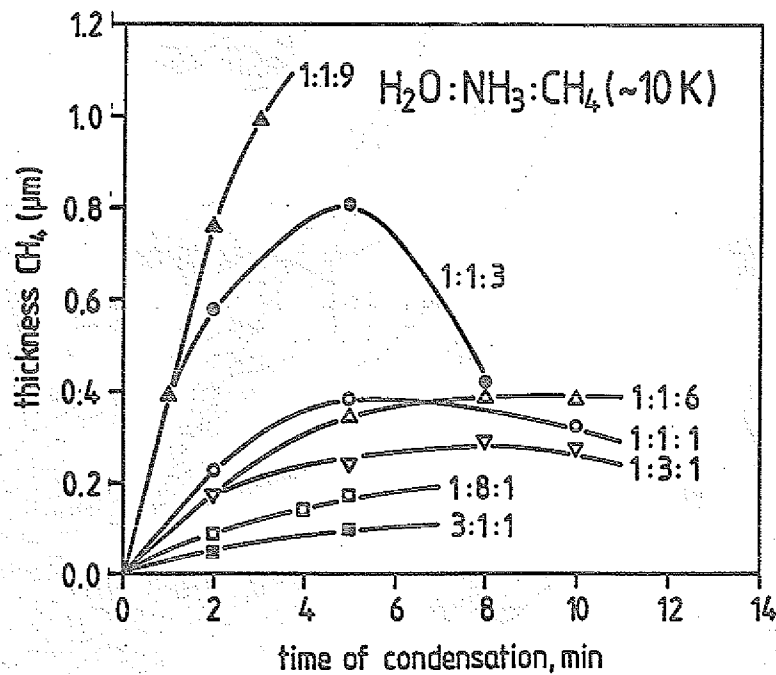


Abb.37: Abhängigkeit der CH_4 -Schichtdicke im System $\text{H}_2\text{O-NH}_3\text{-CH}_4$ (10K) von der Kondensationszeit

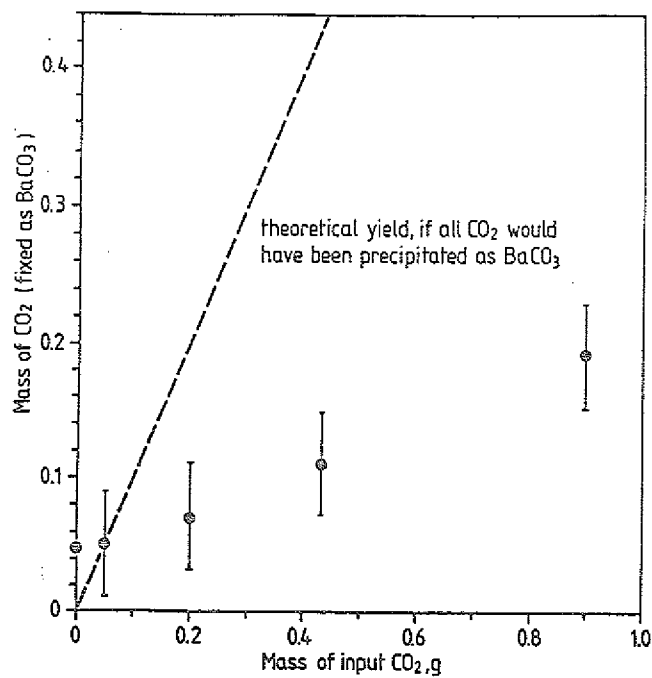


Abb.38: Verhältnis der CO_2 -Menge in wässriger Lösung zu der, die als BaCO_3 gefällt werden konnte.

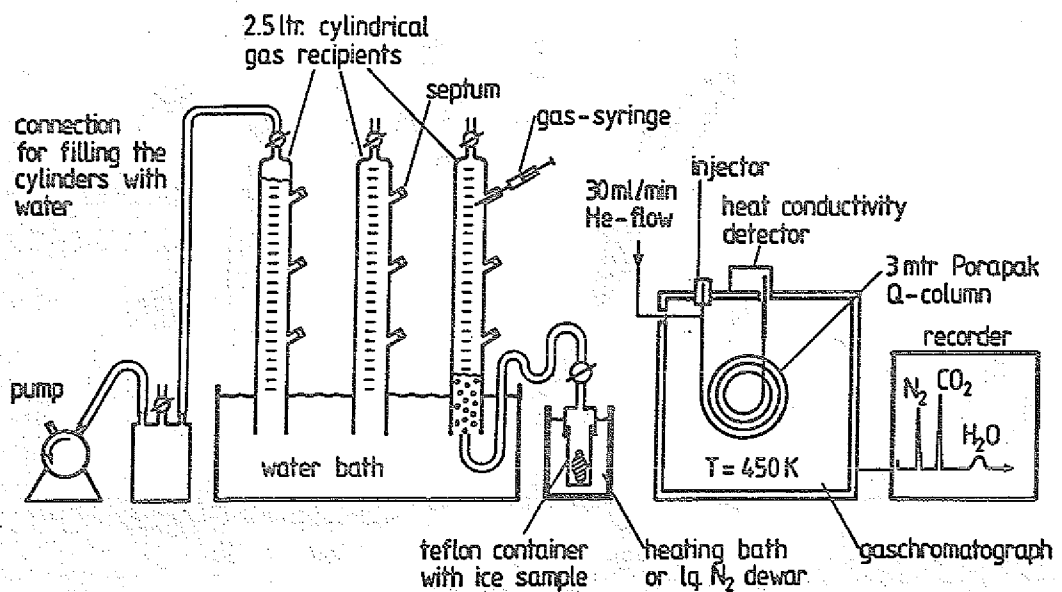


Abb.39: Schematische Anordnung der CO_2 -Apparatur (Bad mit Rezipienten und Gaschromatograph)

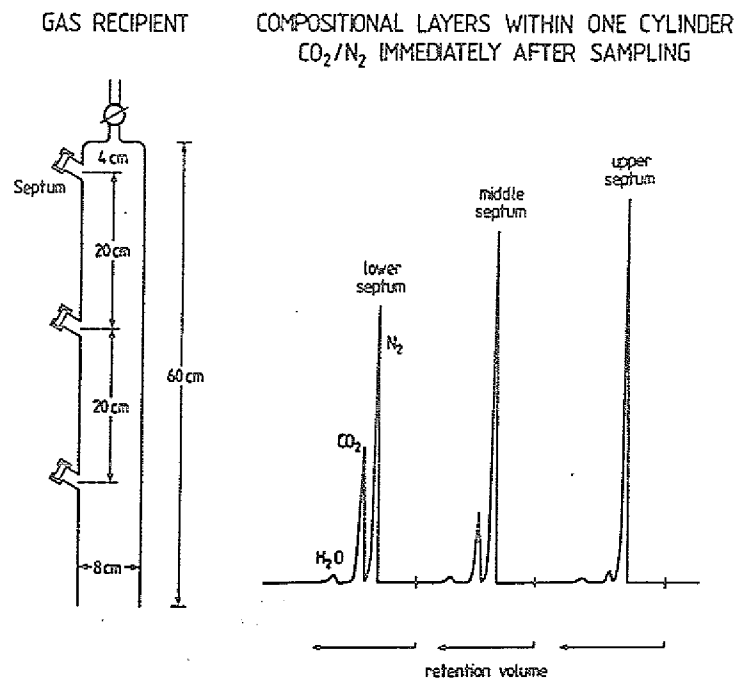


Abb.40: CO₂-Analysergebnisse nach Probenahme aus den drei Septen bei starker Schichtung

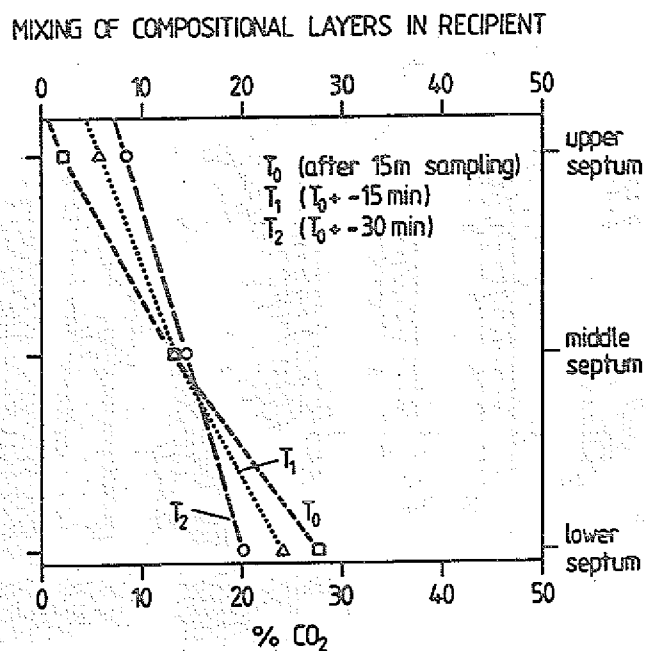


Abb.41: Zeitliche Veränderung einer ungleichen CO₂-Verteilung (vgl. Abb.40)

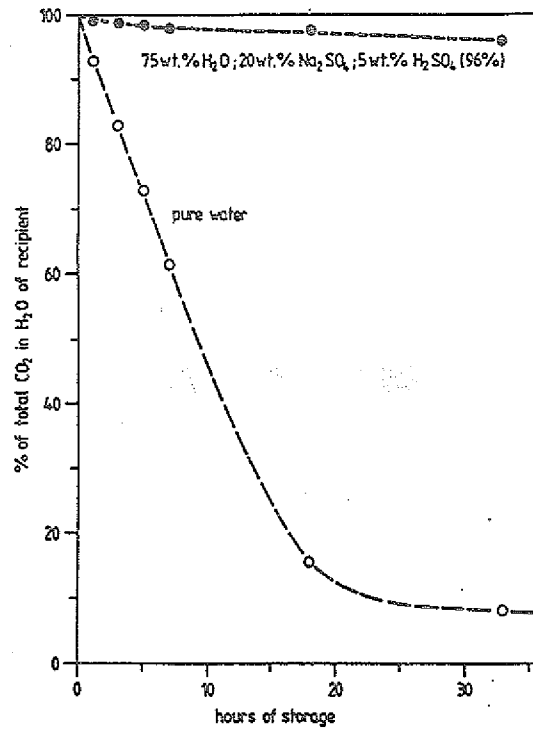


Abb.42: Herabsetzung der Löslichkeit von CO₂ in Wasser bei RT vor und nach Zugabe von Na₂SO₄+H₂SO₄.

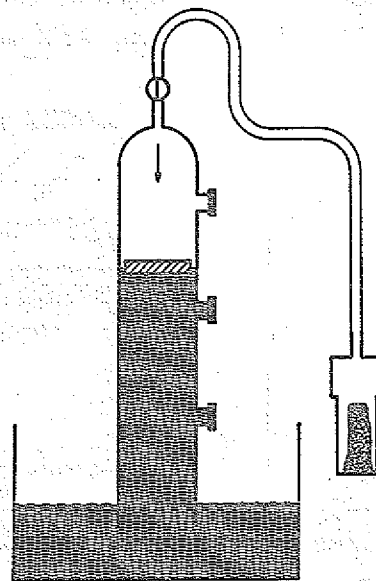


Abb.43: Neue Anordnung zum Auffangen der Gase.

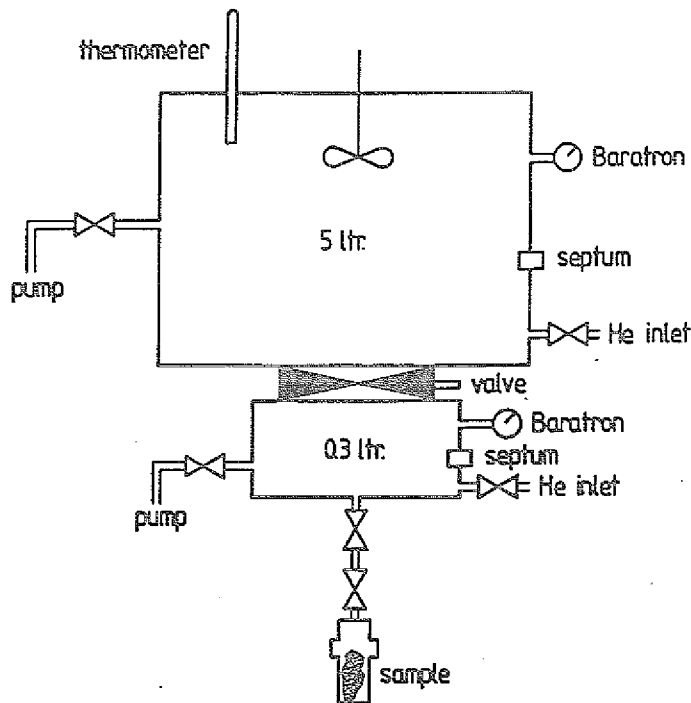


Abb.44: Vakuumapparat zur Auffangung der Gase mit zwei Sammelräumen (0.3 und 5 l)

CO₂ content (weight %) in comet simulation (KOSI III)
(original material: 77.9% H₂O, 13.8% CO₂, 8.3% mineral dust)

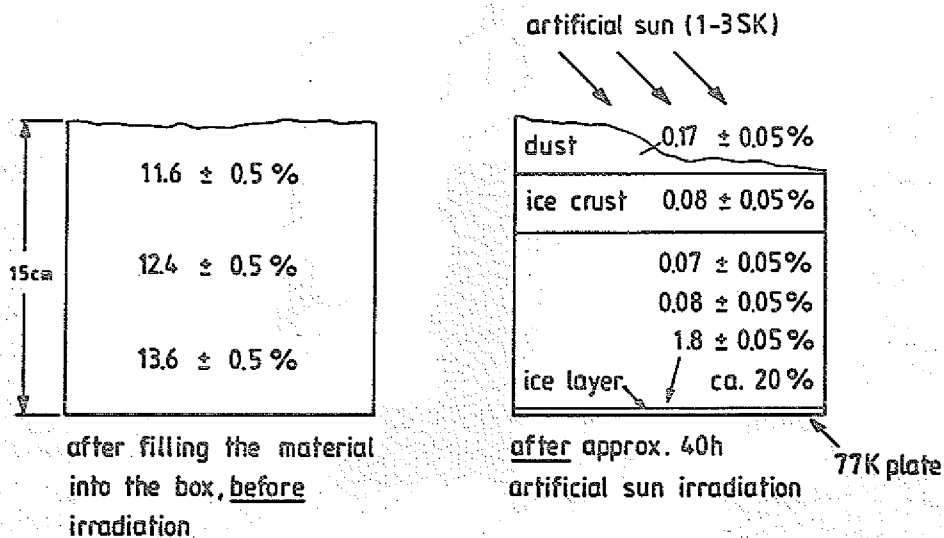


Abb.45: CO₂-Tiefenprofile von KOSI III vor (Vergleichsprobe) und nach 41 h Bestrahlung mit einer künstlichen Sonne von 1.3 - 2.7 S.K.

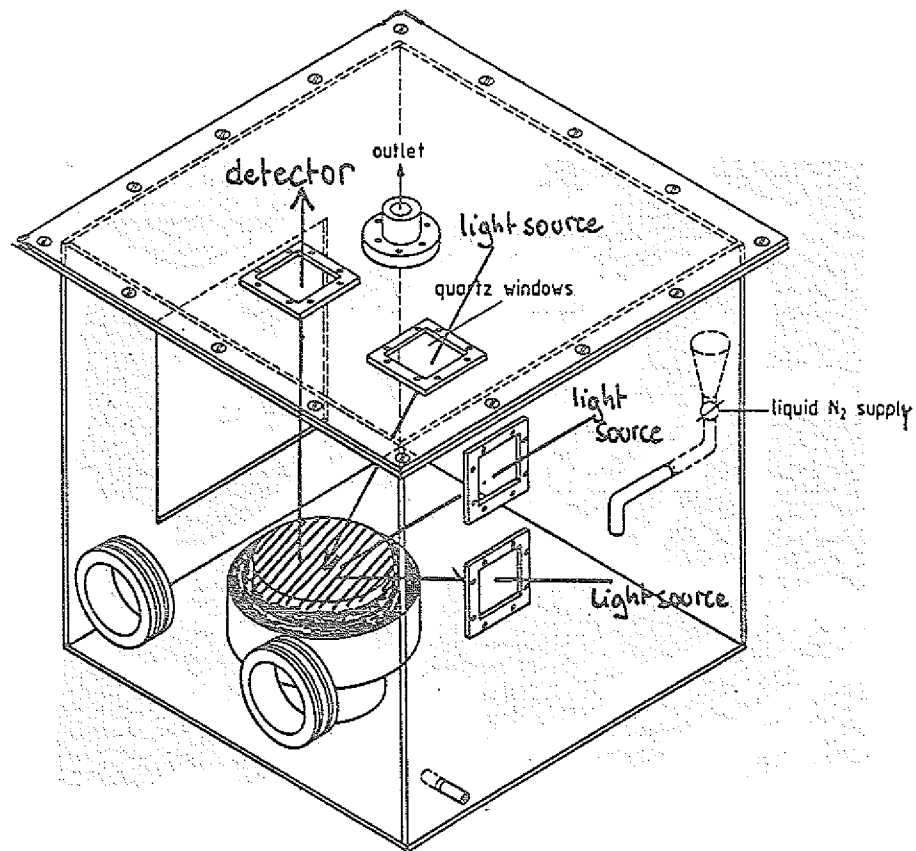


Abb. 46: Glove-Box mit optischen Quarzfenstern für Reflexionsspektroskopie

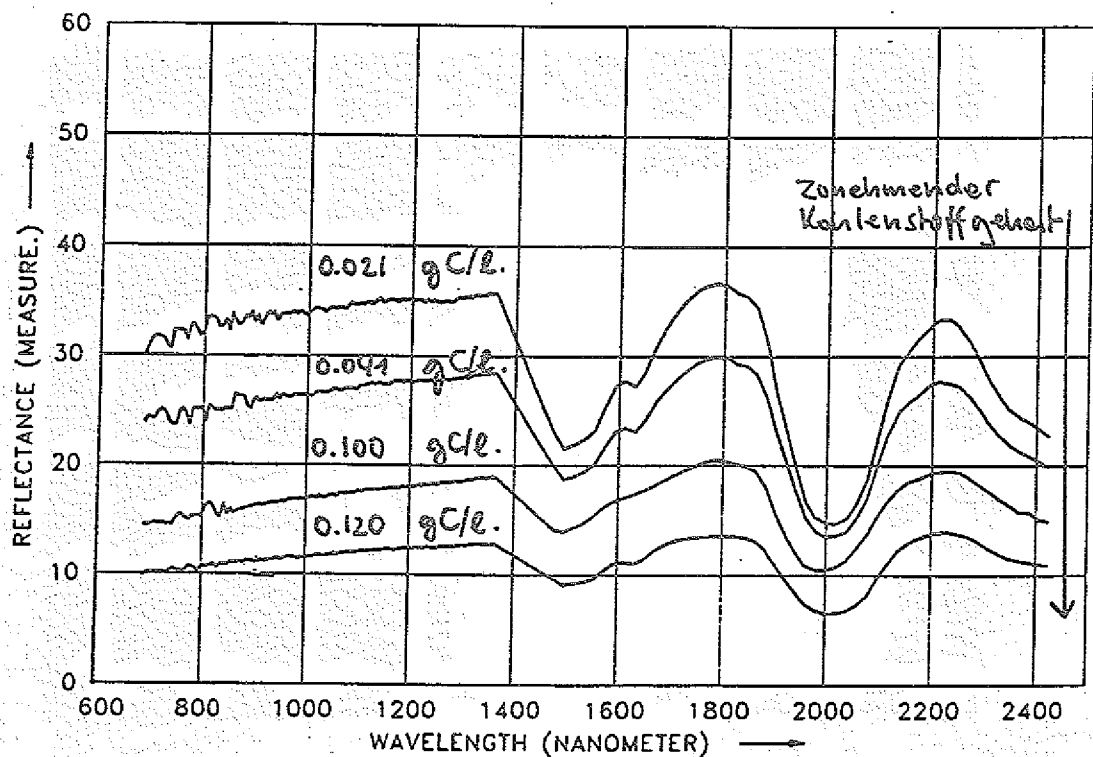


Abb. 47: Abhängigkeit der in der Glove-Box gemessenen Reflexions Spektren von Wassereis vom Kohlenstoffgehalt

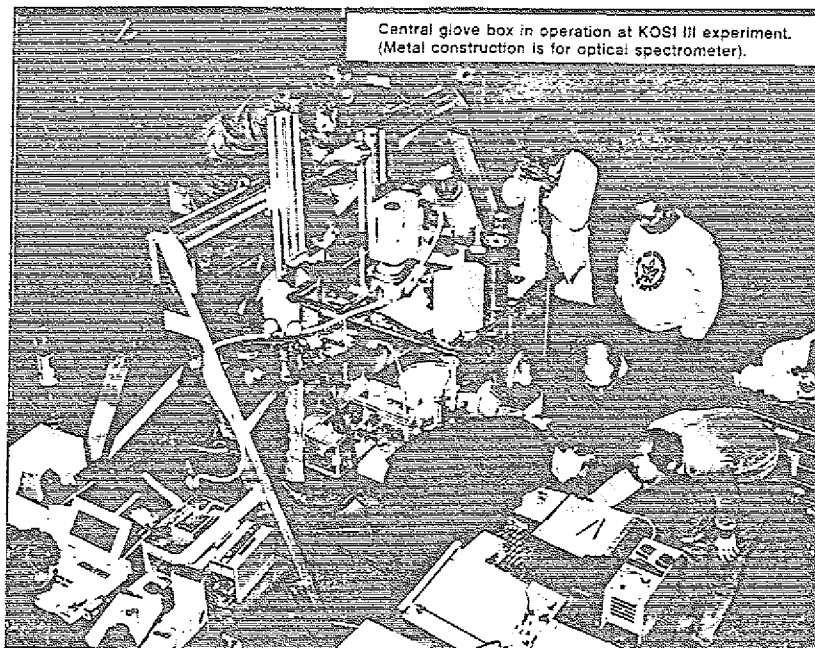


Abb. 48: Glove-Box mit Stativ für optischen Detektor und Lichtquellen im Einsatz bei KOSI III

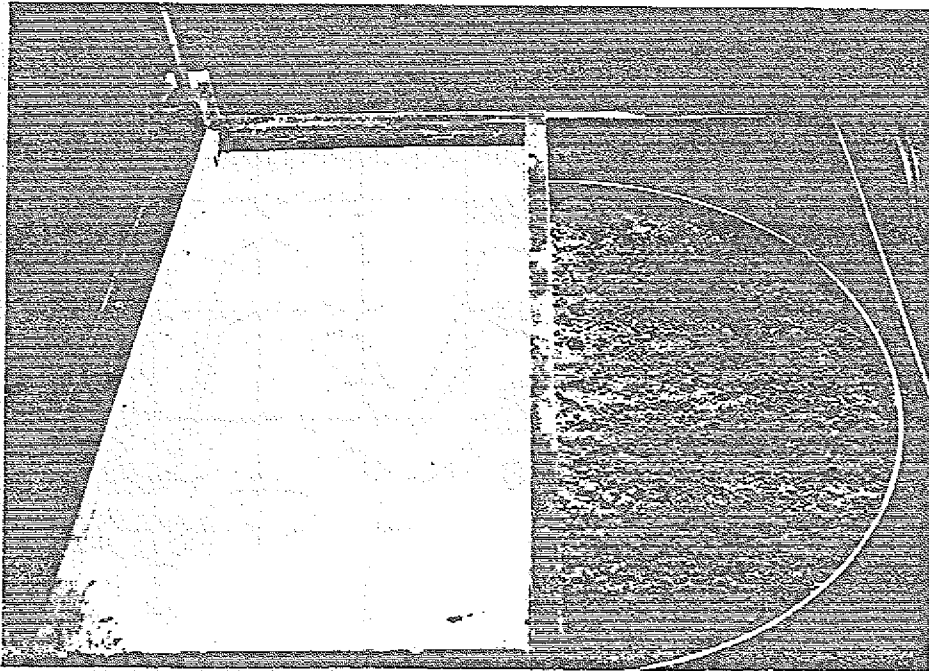


Abb. 49: Weisstandard und Vergleichsprobe, KOSI III.

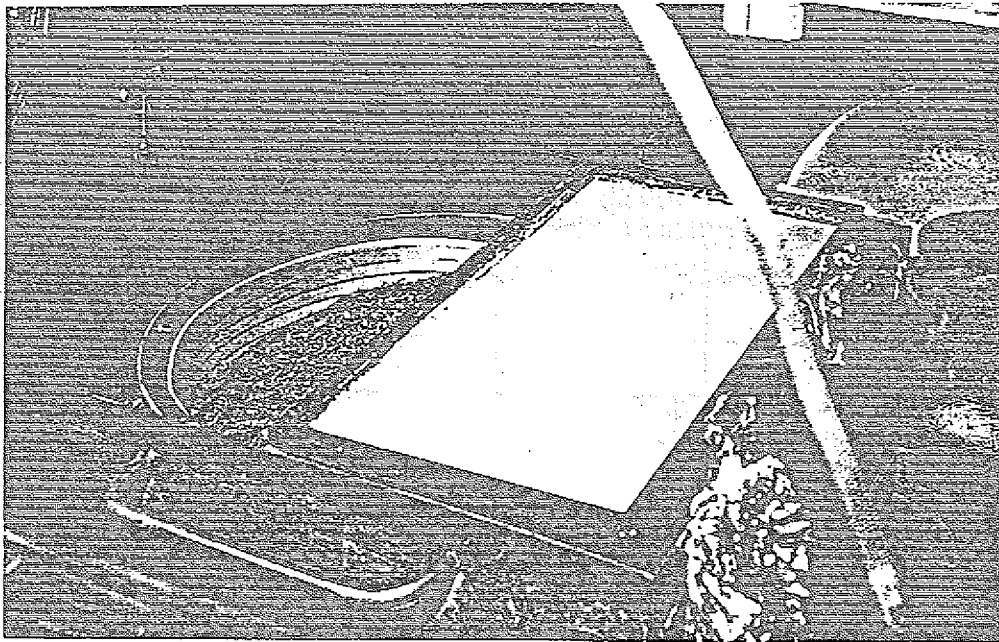


Abb. 50: Weisstandard und bestrahlte Probe, KOSI III

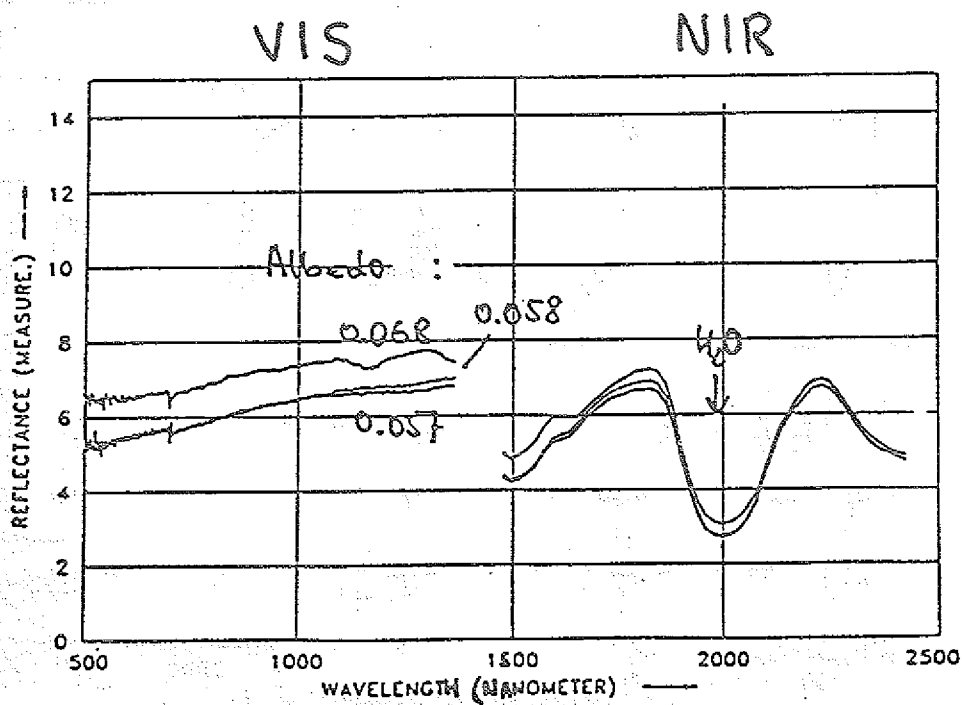


Abb. 51: Reflexionsmessung der KOSI II-Probe vor der Bestrahlung über drei Winkel gemessen in der Glove-Box (A. Oehler)

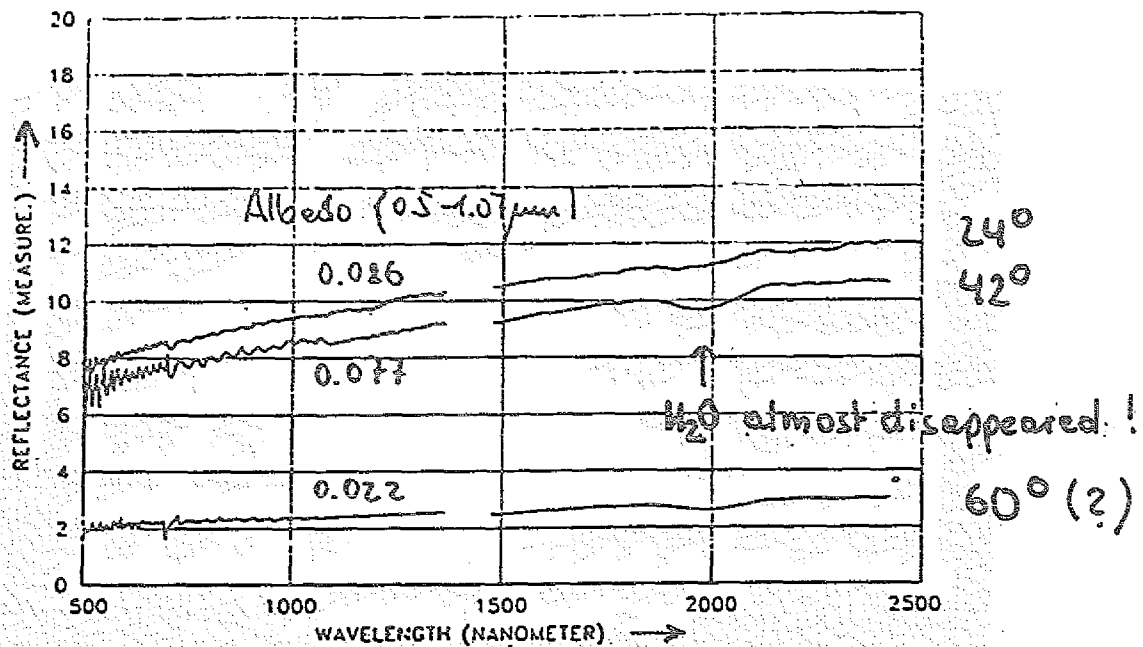


Abb. 52: Reflexionsmessung der KOSI II-Probe nach der Bestrahlung ca. 39 h mit einer Kunstsonne; Messung unter drei Winkeln in der Glove-Box (A.Oehler)

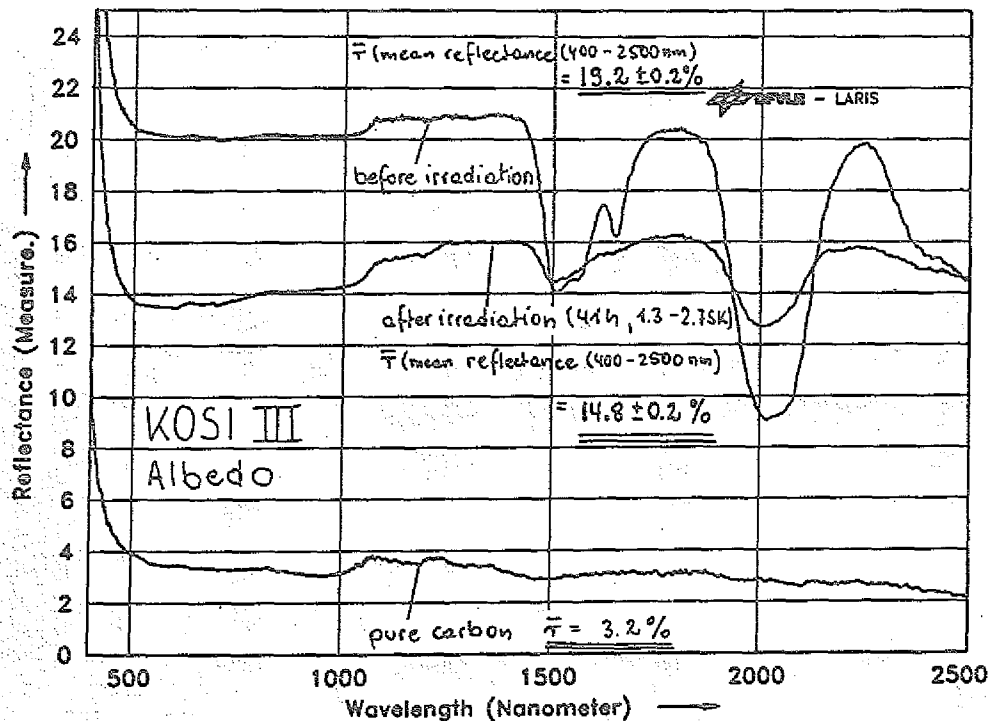


Abb. 53: Reflexionsmessung der KOSI III-Probe vor und nach der Bestrahlung 41 h mit 1.3-2.7 S.K.; Mittelwert über drei Winkel (A. Oehler)

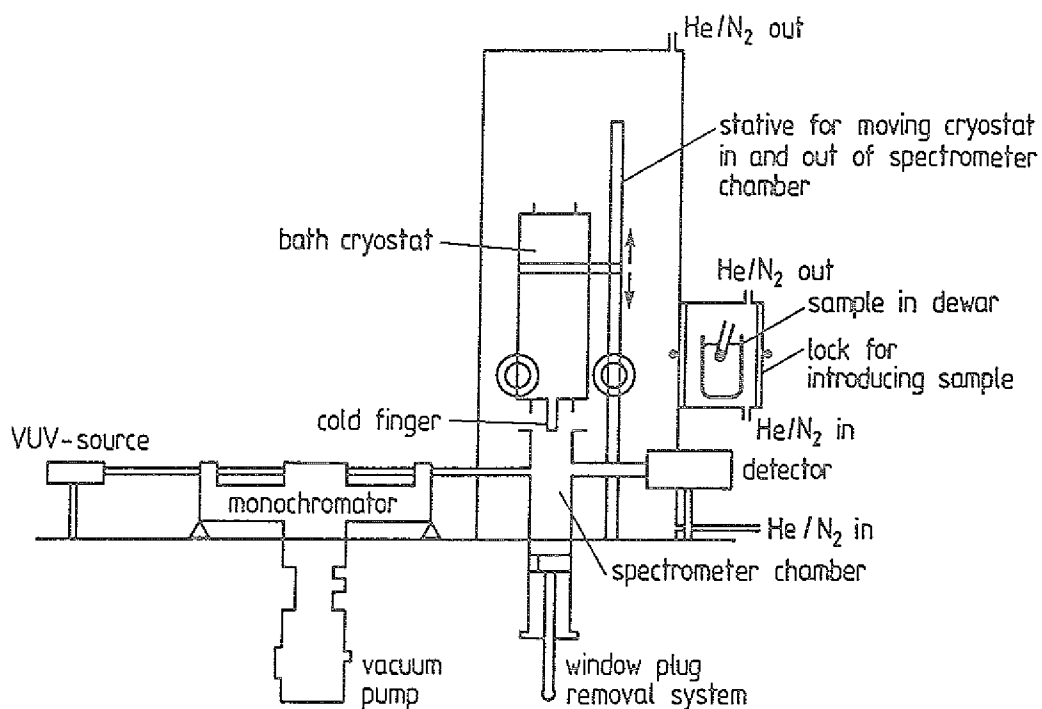


Abb. 54: Vakuum-Ultraviolett-(VUV) Spektrometer mit Kryostat und Glove-Box zum Beschicken unter Inertgas

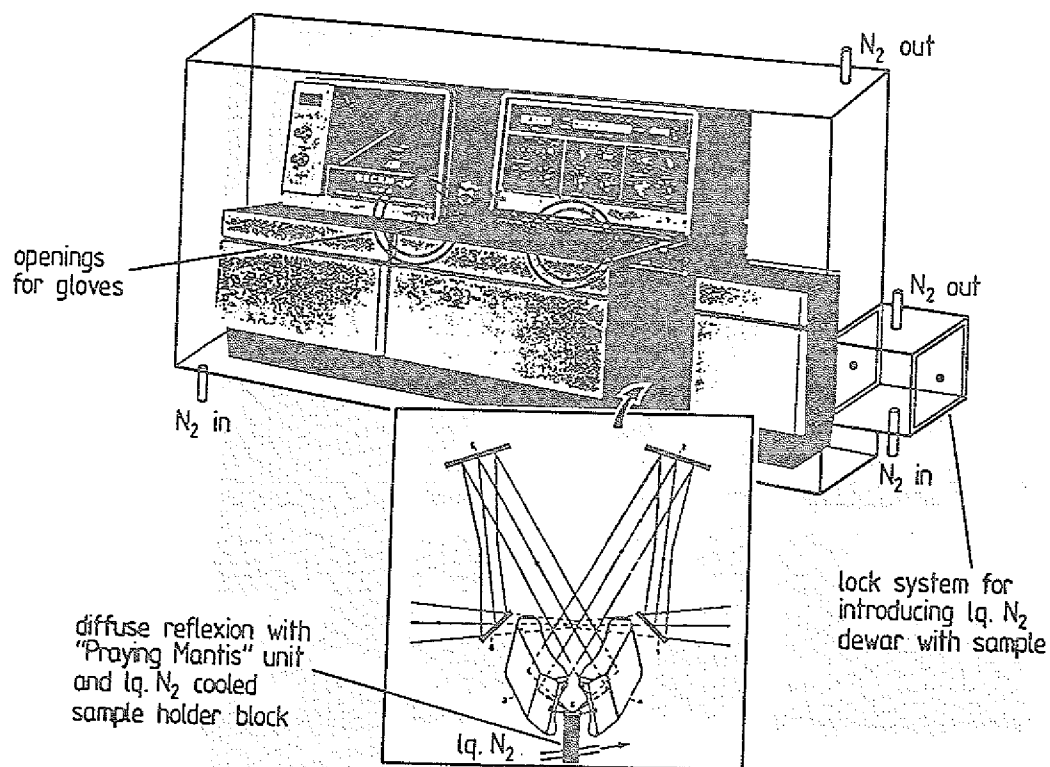


Abb. 55: Infrarotspektrometer mit "Praying Mantis" Reflexions-einheit und Flüssigstickstoff gekühltem Probenhalter

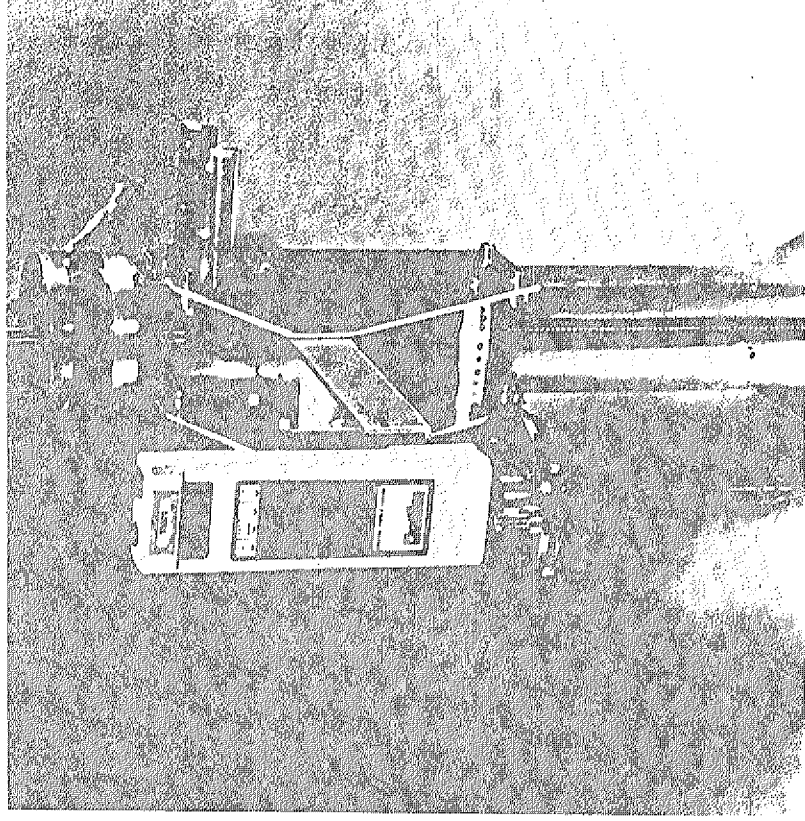


Abb. 56: Penetrator der ESA-ESTEC mit Newtonmeter

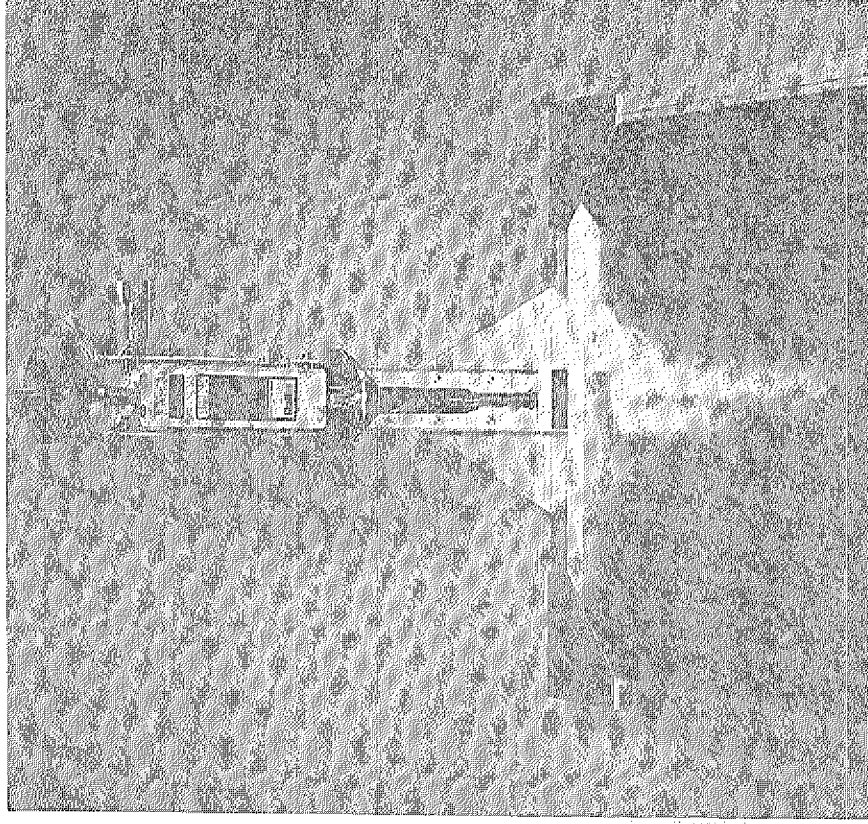


Abb. 57: Penetrator der ESA-ESTEC mit Newtonmeter



Abb. 58: Penetrator in Aktion bei Vergleichsproben von KOSI II

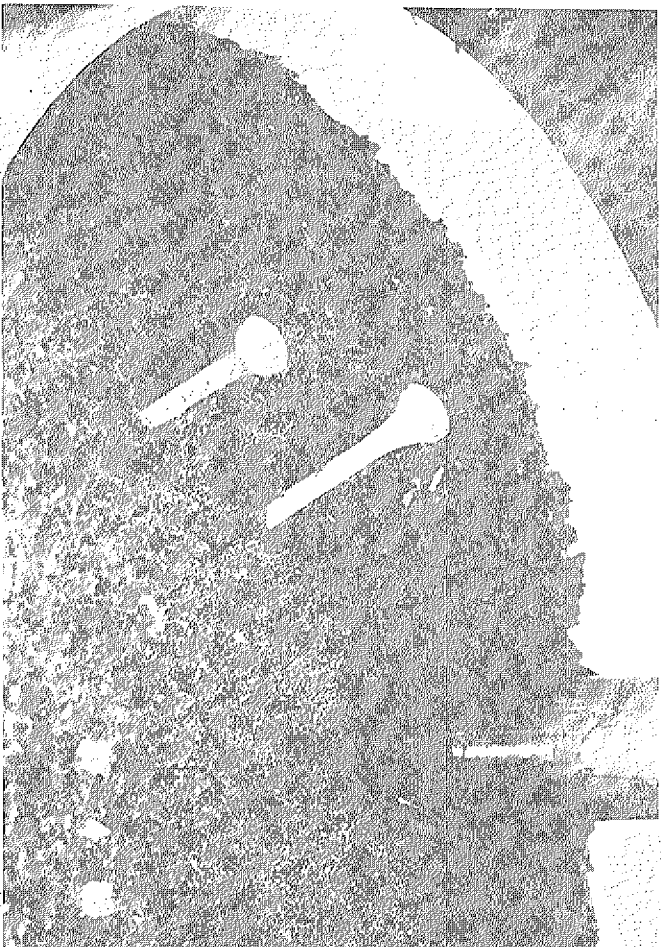


Abb. 59: Penetrator in Aktion bei bestrahlter Probe von KOSI II

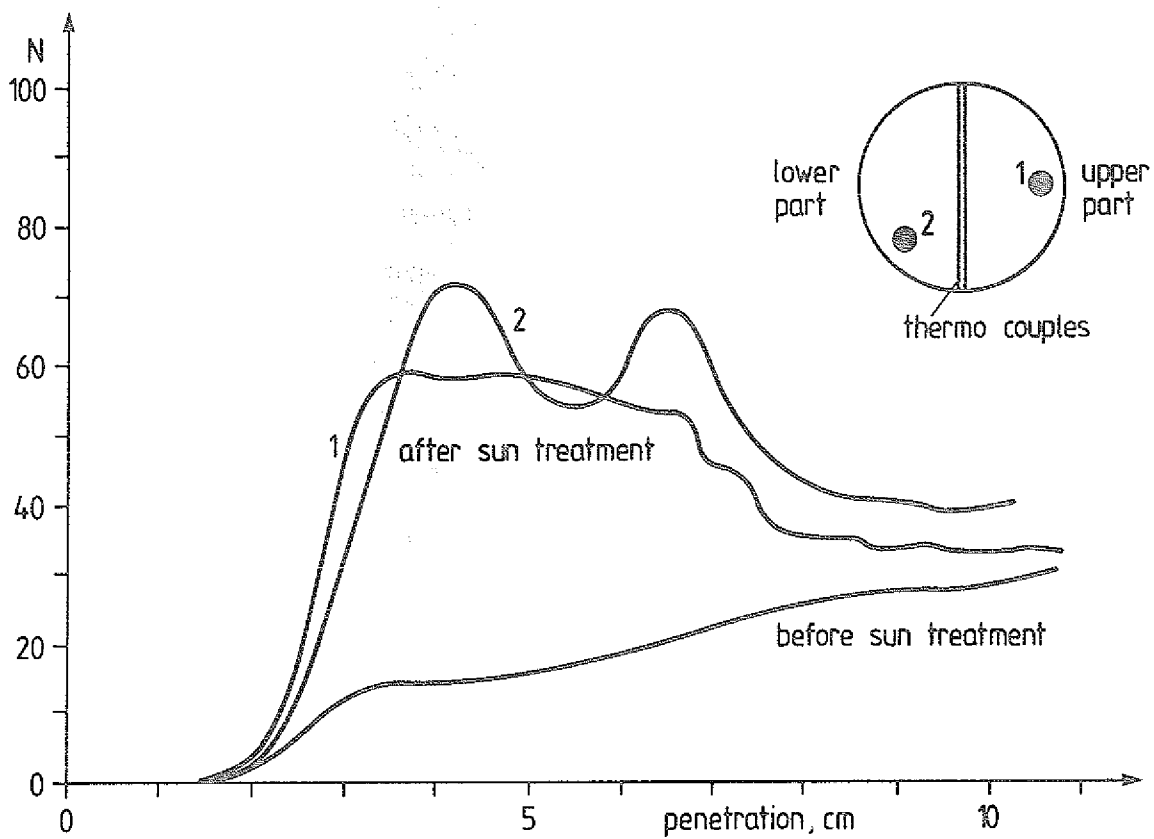


Abb. 60: Messung der Festigkeit mit dem Penetrator in der KOSI II-Probe vor und nach der Bestrahlung

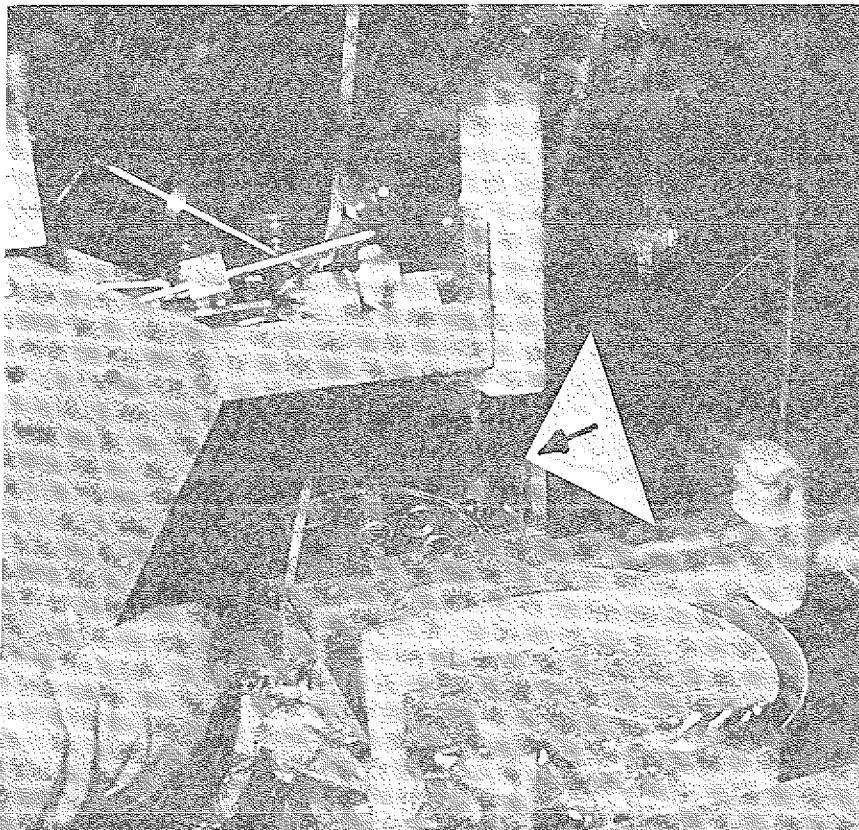
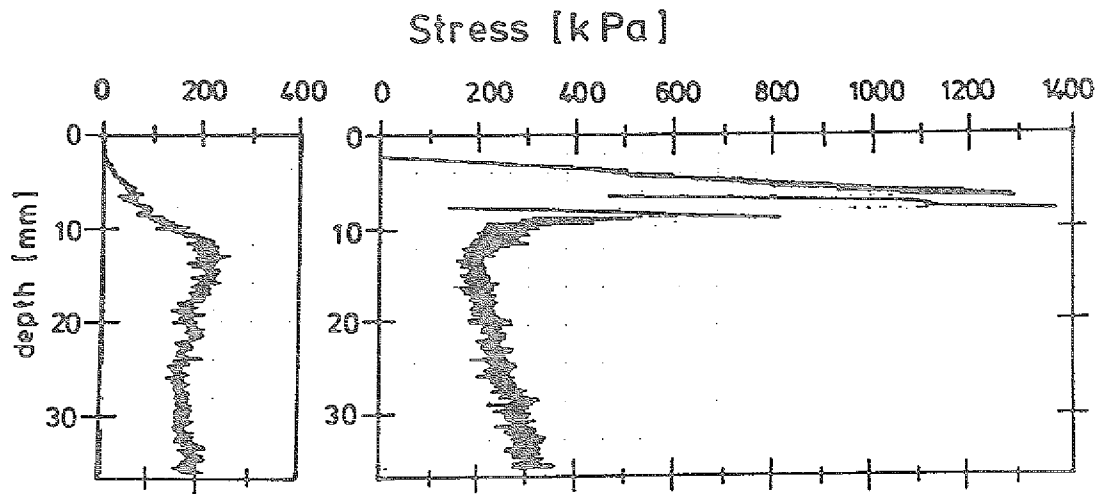


Abb. 61: Neue Penetratorspitze im Einsatz bei KOSI III



Stress-depth profiles of an unirradiated (left) and an irradiated (right) model comet.

Abb. 62: Festigkeitsmessung an einer bestrahlten Kleinkammerprobe (Dr. Hellmann)

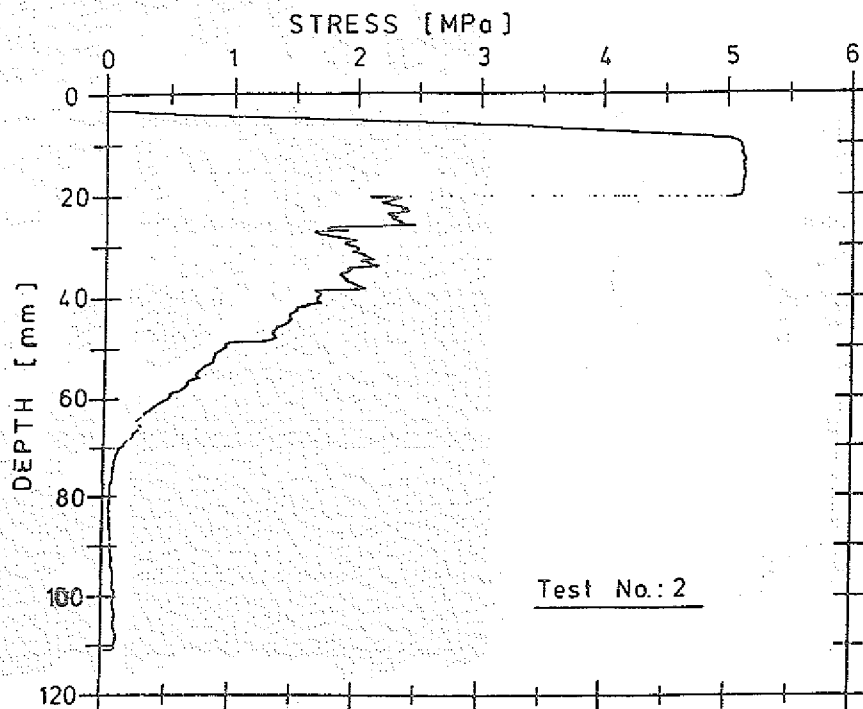


Abb. 63: Festigkeitsmessung an KOSI III-Probe nach 41 h bei 1.3-2.7 S.K. (Dr. Hellmann, DP. Heyl)

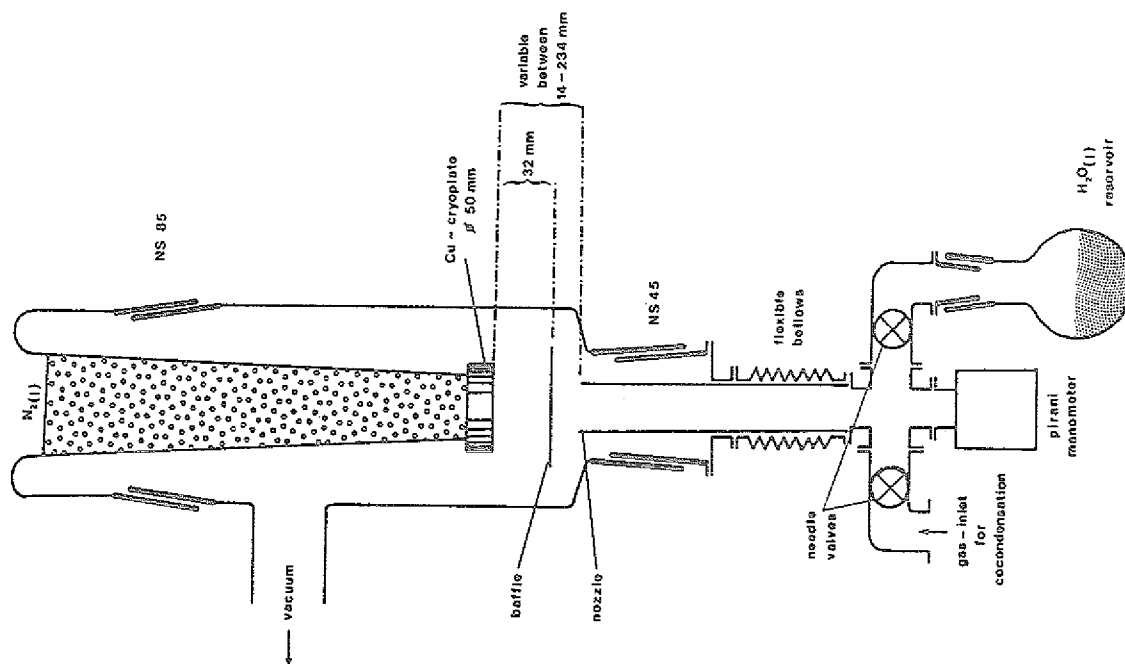


Abb. 64: Tieftemperaturanordnung bei der Röntgendiffraktionsmessung in der Univ. Innsbruck (Prof. Mayer)

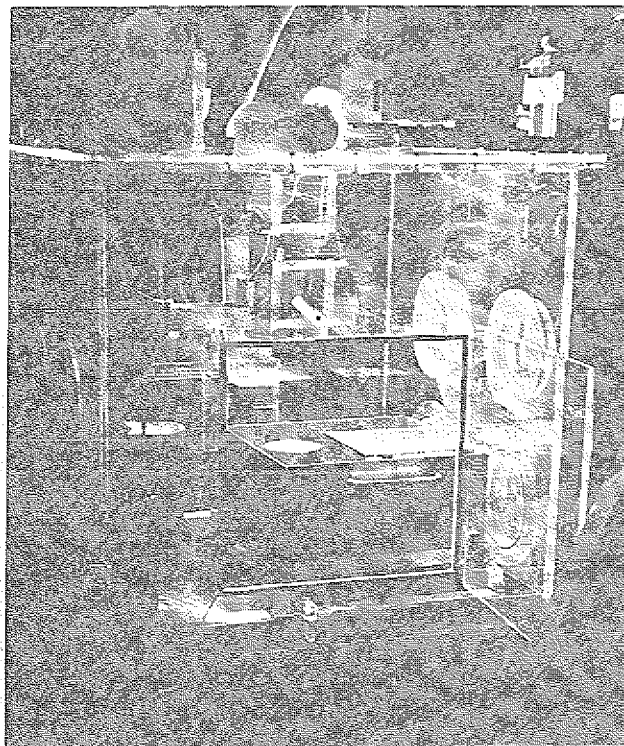
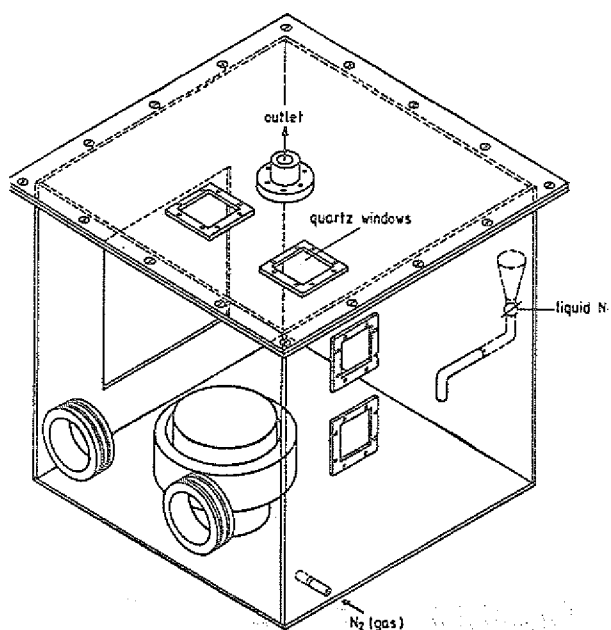


Abb. 65: Schema und Aufnahme der zentralen Glove-Box zur inertierten Vor- und Nachuntersuchung der Probe

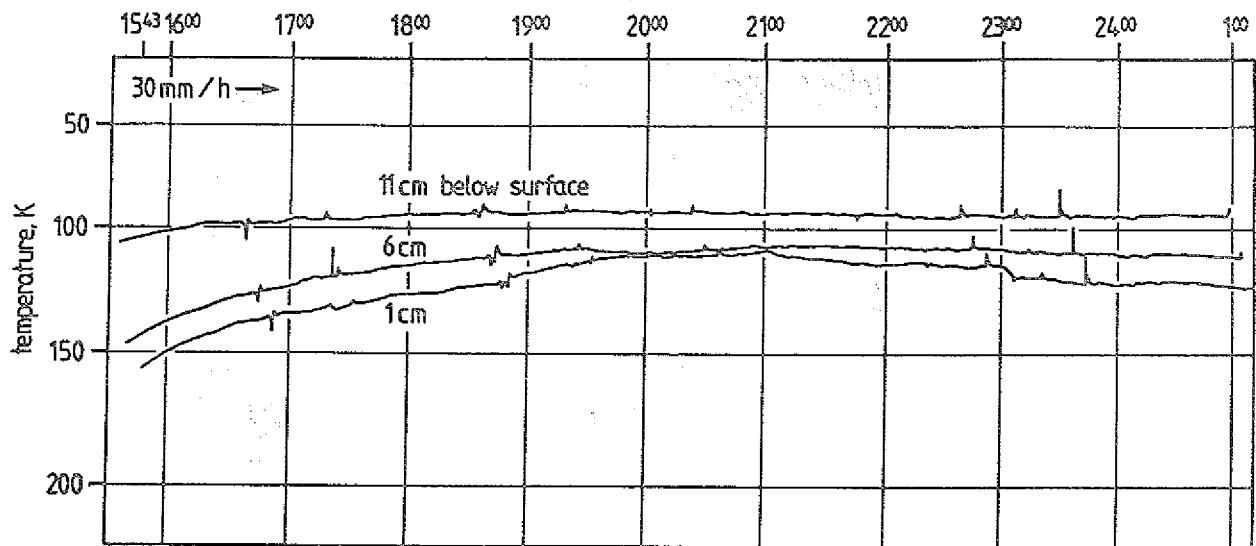


Abb. 66: Temperaturmessungen der bestrahlten Probe von KOSI III nach dem Einbringen in die Glove-Box an drei verschiedenen tief gelegenen Thermoelementen

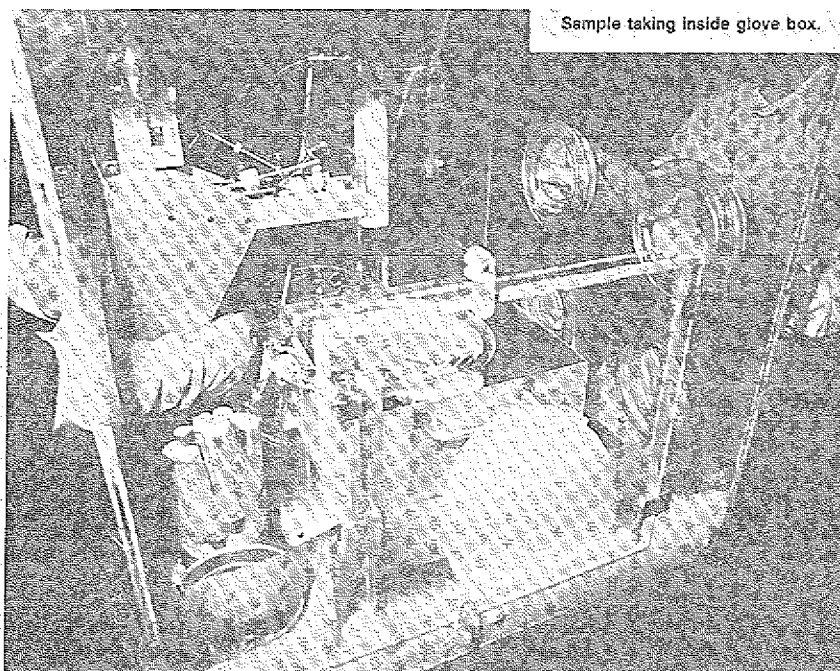


Abb. 67: Probennahme in der Glove-Box bei KOSI III

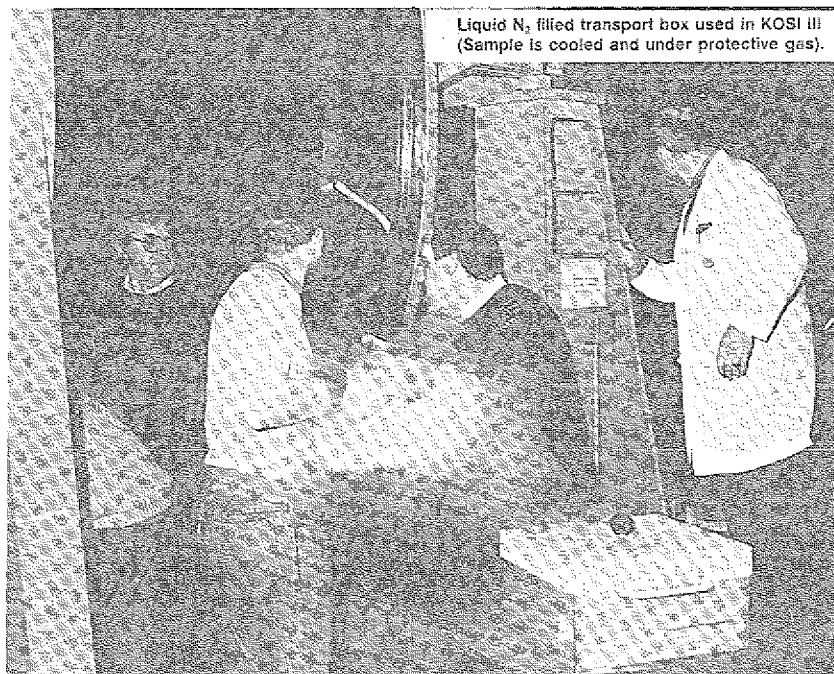


Abb. 68: Stickstoffwanne beim Transport der Probe aus dem Raumsimulator zur Nachuntersuchung in der Glove-Box

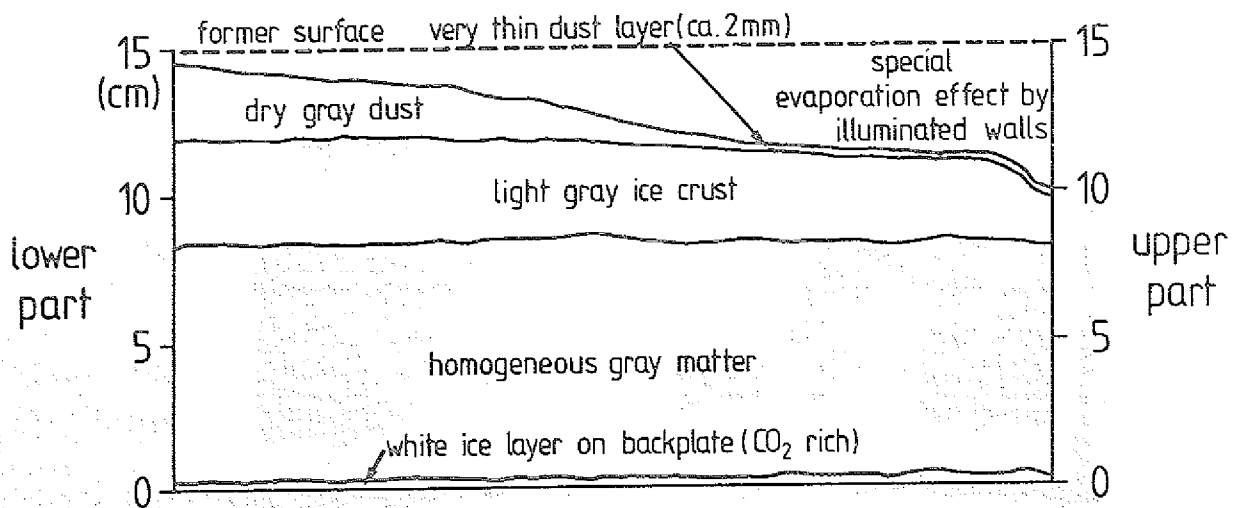
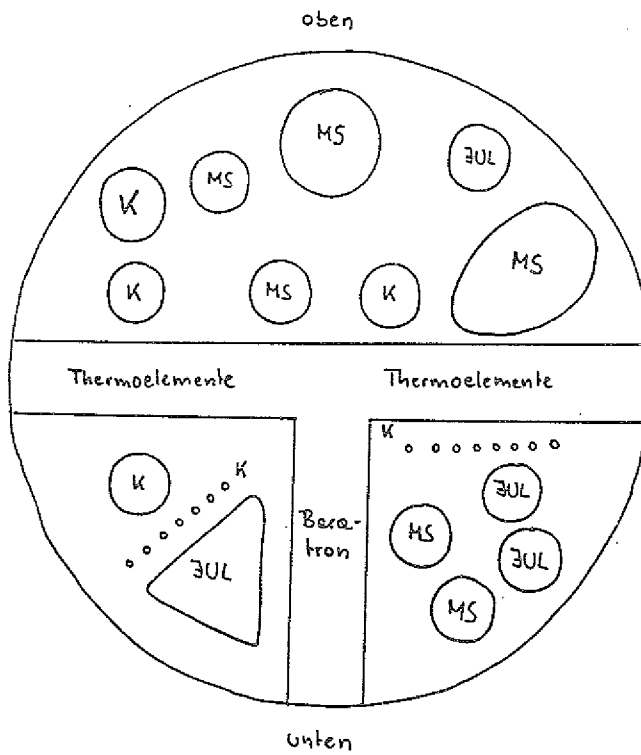


Abb. 69: Ergebniss der generellen, optischen Inspektion der bestrahlten Probe von KOSI III

PLANUNG DER PROBENNAHME (SCHABLONE)



DURCHFÜHRUNG DER PROBENNAHME

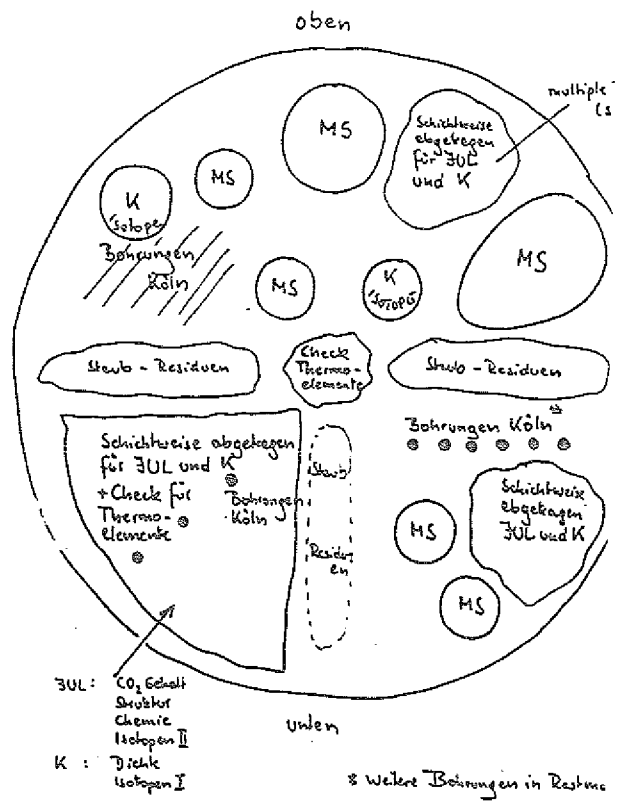
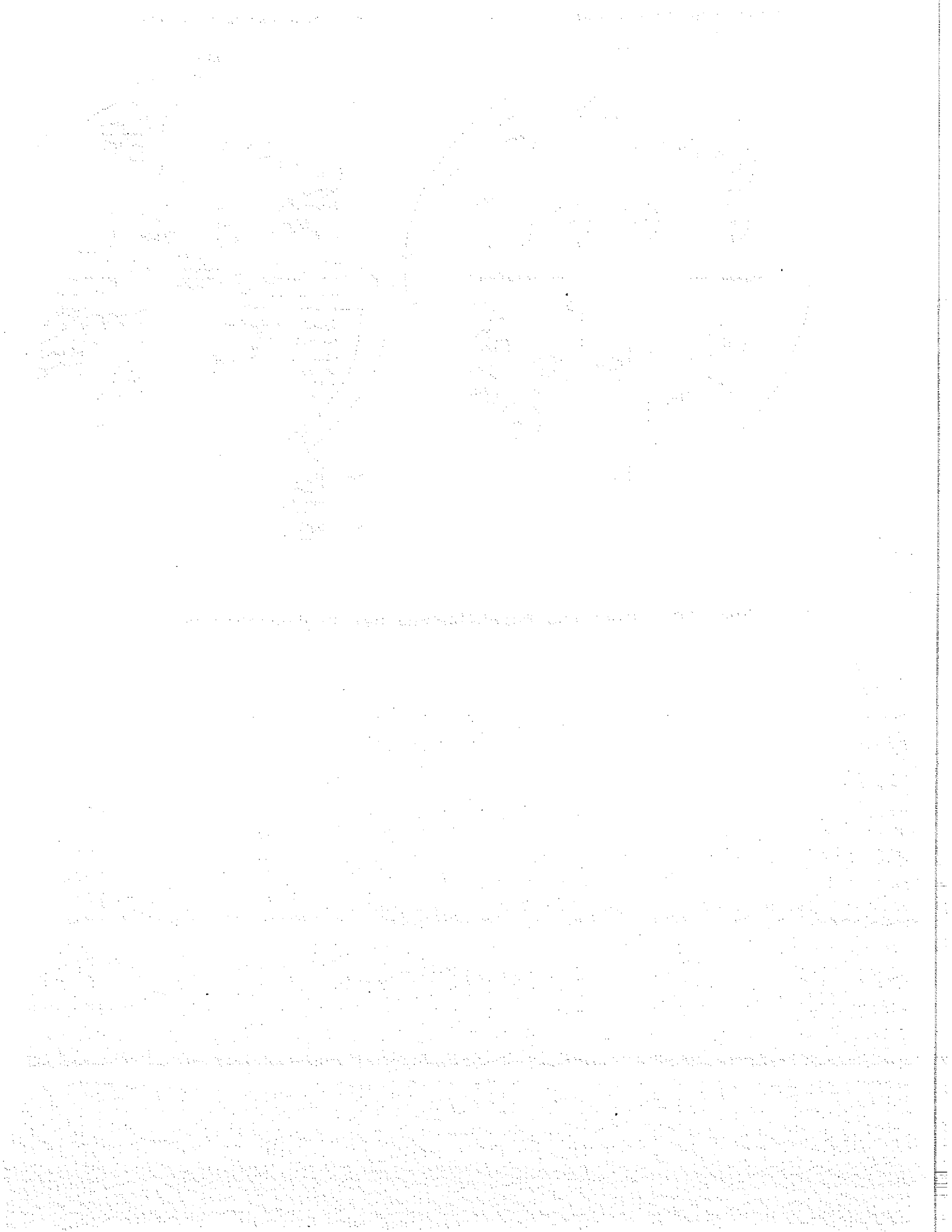


Abb. 70: Plan und Durchführung der Probenahme bei KOSI III



VORTRÄGE 1987-1988

E. Grün, H. Kochan, K. Roessler, D. Stöffler
Simulation of cometary nuclei
ESA-Symp. Diversity and Similarity of Comets,
Brüssel, Belgien, 6.-9. April 1987

E. Grün, H. Kochan, K. Roessler, D. Stöffler, W.-H. Ip
Simulation of cometary nuclei and icy ring particles
XII. General Assembly European Geophysical Society,
Strasbourg, Frankreich, 9.-14. April 1987

K. Roessler
Eispräparation und -diagnostik für die Kometensimulation
1. Kometenwerkstatt, Unterreichenbach, 1.-2. Oktober 1987

J. Benkhoff, E. Grün, J. Klinger, K. Roessler, T. Spohn
Experimente zur Kometensimulation (V): Thermische Modelle zur
Evolution des Probenkörpers
Frühjahrstagung DPG, Extraterrestrische Physik,
Düsseldorf, 1.-4. März 1988

E. Biel, A. Bischoff, F. Joó, H. Kochan, K. Roessler, D. Stöffler
Experimente zur Kometensimulation (II): Eispräparation
Frühjahrstagung DPG, Extraterrestrische Physik,
Düsseldorf, 1.-4. März 1988

E. Biel, A. Patnaik, K. Roessler
Condensation of H_2O , NH_3 , CO_2 and CH_4 ice mixtures at 10 and 77 K
in view of solid state space chemistry
Conf. Astronomische Gesellschaft "Cosmic Chemistry",
Köln, 25.-27. Mai 1988

H. Fechtig, B. Feuerbacher, E. Grün, F. Joó, J. Klinger,
H. Kochan, D. Krankowsky, K. Roessler, W. Seboldt, T. Spohn,
D. Stöffler, K. Thiel
Experimente zur Kometensimulation (I): Experimenteller Aufbau
Frühjahrstagung DPG, Extraterrestrische Physik,
Düsseldorf, 1.-4. März 1988

H. Fechtig, B. Feuerbacher, E. Grün, J. Klinger, H. Kochan,
H. Kohl, K. Roessler, D. Stöffler, K. Thiel
Irradiation induced processes in artificial cometary nuclei
Conf. Astronomische Gesellschaft "Cosmic Chemistry",
Köln, 25.-27. Mai 1988

P. Hsiung, K. Roessler
New developments in sample characterization
3. Kometenwerkstatt, Schloß Ringberg, 14.-15. November 1988

J. Klinger, J. Benkhoff, S. Espinasse, E. Grün, W. Ip, F. Joó,
H.U. Keller, H. Kochan, H. Kohl, K. Roessler, W. Seboldt,
T. Spohn, K. Thiel
How far do results of recent simulation experiments fit with
current models on cometary nuclei?
XIX. Lunar and Planetary Science Conference,
Houston, 14.-18. März 1988

J. Klinger, F. Joó, H. Kochan, E. Biel, K. Roessler, A. Bischoff,
D. Stöffler

Sample preparation for the comet simulation experiment at DFVLR
27th Plenary Meeting of the Committee on Space Research,
Helsinki, Finland, 18.-29. Juli 1988

H. Kochan, A. Bischoff, H. Fechtig, B. Feuerbacher, E. Grün,
F. Joó, J. Klinger, H. Kohl, D. Krankowsky, K. Roessler,
W. Seboldt, K. Thiel, G. Schwehm, U. Weishaupt

Laboratory simulation of a cometary nucleus: experimental setup
and first results

XIX. Lunar and Planetary Science Conference,
Houston, 14.-18. März 1988

H. Kochan, B. Feuerbacher, F. Joó, J. Klinger, W. Seboldt,
A. Bischoff, D. Stöffler, H. Fechtig, E. Grün, H. Kohl,
D. Krankowsky, K. Roessler, K. Thiel, G. Schwehm, U. Weishaupt

Comet simulation experiments in the DFVLR space simulators
27th Plenary Meeting of the Committee on Space Research,
Helsinki, Finland, 18.-29. Juli 1988

A. Oehler, K. Roessler, H. Düren

Spectral measurements on ice-mineral mixtures
2. Kometenwerkstatt, Bad Honnef, 2.-3. Mai 1988

A. Oehler, H. Düren, G. Eich, H. Hoffmann, G. Neukum, K. Roessler
Spectral reflectance of cold mineral-ice mixtures for monitoring
surface reactions in comet simulation experiments
Conf. Astronomische Gesellschaft "Cosmic Chemistry",
Köln, 25.-27. Mai 1988

A. Oehler, K. Roessler, H. Hoffmann, H. Düren, G. Neukum
Reflexionsspektroskopie an Eis-Mineralgemischen (Kometen-
simulation)

DFG-Kolloquium "Kleine Körper im Sonnensystem",
Münster, 3.-5. Oktober 1988

A. Patnaik, E. Biel, K. Roessler

Condensation of binary and ternary gas mixtures in cold fingers
at 10 and 77 K

2. Kometenwerkstatt, Bad Honnef, 2.-3. Mai 1988

K. Roessler, B. Nebeling

Chemical reactions of H_2O-NH_3 ice mixtures as compared to pure
systems

2. Kometenwerkstatt, Bad Honnef, 2.-3. Mai 1988

K. Roessler (für das COSI-Consortium)

Die Eiskomponente bei der Kometensimulation im Labor

48. Jahrestagung, Deutsche Geophysikalische Gesellschaft,
Köln, 21.-25. März 1988

K. Roessler, A. Bischoff, G. Eich, E. Grün, H. Fechtig, F. Joó,
J. Klinger, H. Kochan, D. Stöffler, K. Thiel

Cometary matter in observation and simulation experiments

XIX. Lunar and Planetary Science Conference,
Houston, 14.-18. März 1988

K. Roessler, M. Heyl, E. Langenscheidt, W. Littke, B. Nebeling,
W. Schlosser, R. Schulz
Chemical problems in comet simulation experiments
27th Plenary Meeting of the Committee on Space Research,
Helsinki, Finland, 18.-29. Juli 1988

K. Roessler, A. Patnaik, P. Hsiung, E. Langenscheidt, M. Heyl,
R. Schulz, G. Eich
Präparation, Charakterisierung und Chemie der Eisproben bei der
Kometensimulation
DFG-Kolloquium "Kleine Körper im Sonnensystem",
Münster, 3.-5. Oktober 1988

K. Roessler, P. Hsiung
Plans for sample preparation
3. Kometenwerkstatt, Schloß Ringberg, 14.-15. November 1988

R. Schulz, W. Schlosser, K. Roessler
CN-observations of comet P/Halley and chemistry of possible parent
molecules
Conf. Astronomische Gesellschaft "Cosmic Chemistry",
Köln, 25.-27. Mai 1988

1. The first part of the paper discusses the importance of the study of the history of the world, and the role of the world in the development of the human race. It is stated that the world is a vast and complex system, and that the study of its history is essential for understanding the present and the future. The author argues that the world is a dynamic and ever-changing entity, and that the study of its history is a continuous process. The paper then discusses the role of the world in the development of the human race, and the importance of the study of the history of the world in understanding the human condition.

2. The second part of the paper discusses the role of the world in the development of the human race, and the importance of the study of the history of the world in understanding the human condition.

3. The third part of the paper discusses the role of the world in the development of the human race, and the importance of the study of the history of the world in understanding the human condition.

Jüli-2452

Februar 1991

ISSN 0366-0885