

Ing. Boris Navinšek
Ing. Z. Gabrovšek
Ing. P. Zazula
Institut "Jožef Štefan" - Ljubljana

Referat nagradjen na
V Konferenciji
ETAN-a

ELEKTRONSKI DIFRAKTOGRAF IN NJE- GOVA UPORABA

UVOD

Namen tega sestavka je podati v kratkem zahteve in rezultate pri izdelavi instrumenta za elektronski uklon s širokim področjem uporabe. Podana je bila zahteva, naj čimpreprostejša konstrukcija in delovanje zadosti fizikalnim zahtevam, sestavni deli naj bodo po možnosti iz domačega materiala in zamenjivi, možna naj bo dodatna izpopolnitev aparature.

Ker so konstruktorje zadnjih 15 let vodile težnje za izdelavo instrumenta s čimvečjo ločljivostjo, širokim merilnim območjem in v zvezi s tem gradnja nosilcev preparata za segrevanje, ohlajevanje preparata in možnost zveznega snemanja na film, se je bilo treba ozirati tudi na te zahteve.

Celotna aparatura se zato sestoji iz treh glavnih enot:

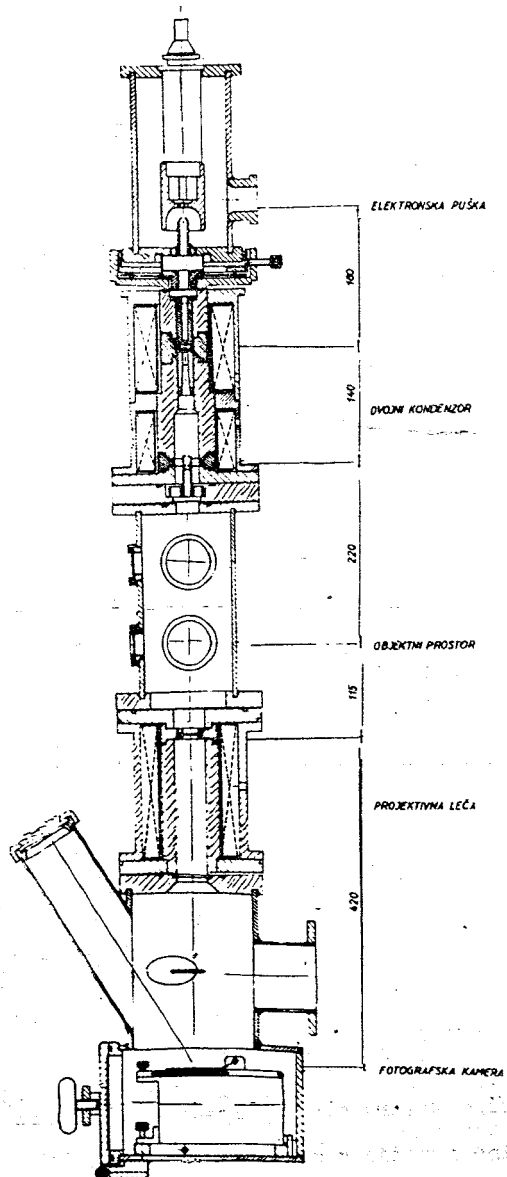
- a/ Elektronsko-optični sistem s fotografsko kamero
- b/ Elektronika, regulacije in visokonapetostni generator
- c/ Vakumski sistem.

ELEKTRONSKO-OPTIČNI SISTEM S FOTOGRAFSKO KAMERO

Sestoji se iz:

- osvetljevalni sistem
- objektni prostor z nosilci objekta in projektivom
- podnožje stebra elektronskega difraktografa s fotografsko kamero
- nosilno ogrodje z mizo.

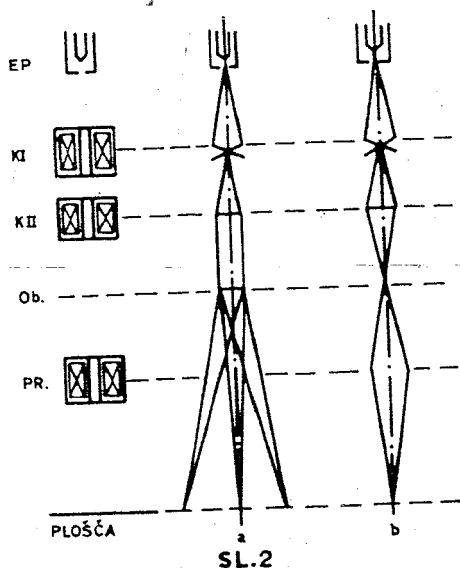
Osvetljevalni sistem elektronskega difraktografa se sestoji iz elektronske puške in dvojnega kondenzorja. Ker na ločljivost uklonskih obročev vpliva predvsem velikost "crossoverja", sferična aberacija prve leče in lastnosti preparata, je bil predviden



Sl. 1

osvetljevalni sistem z dvojnimi kondenzorjem, kjer se ločljivost v odvisnosti od $d_{hkl} / \lambda E / 5$ do 10 krat zboljša s pretpostavko, da nam osvetljevalni sistem daje v ravnini objekta premer svetlobne lise manjši od 10 μ .

Slika 1 prikazuje prerez stebra elektronskega difraktografa. Naloga elektronske puške je proizvajati homogen elektronski snop velike hitrosti s čim manjšim "crossoverjem" in čim večjo tokovno gostoto na objektu. Sestoji se iz wolfram katode, Wehneltovega valja in anode. Emitirane elektrone, ki so pospešeni z napetostjo 10 - 100 kV delno fokusira električno polje med posebno oblikovanim Wehneltovim valjem in anodo. Nato dvojni kondenzor približno 60 krat pomanjša premer elektronskega snopa z namenom, da dobimo na objektu čim manjšo svetlobno liso /manjšo od 10 μ /. Prva leča je močna z goriščno razdaljo 2 mm in ima nalogo pomanjšati izvor elektronov, druga je šibka z goriščno razdaljo 60 - 200 mm in služi trem namenom: za mikrodifrakcijo, za visoko ločljivost in za senčno mikroskopijo.



Pri mikrodifrakciji fokusira druga leča elektronski snop na objekt /sl. 2a/ in prvi visoki ločljivosti na fotografsko ploščo /sl. 2a/. Pri senčni mikroskopiji fokusira druga leča elektronski snop tik nad objekt /povečava 20.- 60 krat/.

Merilno območje pri sistemu dvojnega kondenzorja in visoki ločljivosti je

$$5 \text{ AE} > d > 0,8 \text{ AE}$$

S projektivom /sl. 1/ to merilno območje povečamo, tako da je končno merilno območje za izdelani elektronsko-optični sistem

$$17 \text{ AE} \geq d \geq 0,4 \text{ AE}$$

/1/

Elektromagnetne leče so računane po K. Liebmann in P. Durandeu, C. Fert. Pri elektronski puški kot pri dvojnem kondenzorju in še posebno pri polovih čevljihi prve leče je važna visokokvalitetna izdelava. Tuljavi elektromagnetnih leč imata sledeče podatke:

kondenzor I	2300 Aov	2500 Ohmov	Reg.toka	20 - 130 mA
kondenzor II	1200 Aov	2100 Ohmov	Reg.toka	20 - 100 mA

Na ohišju objektnega prostora /sl. 1/ stá na prednji strani dve okenci, ki služita za opazovanje in grubo namestitev objekta in kontrolo poteka napajanja. Z desne strani segatav ohišje nosilec za napajanje in pod njim objektni nosilec, ki služi za presevanje preparata /max. debelina preparata 1000 AE/, odboj elektronov na preparatu pod malim kotom /opazovanje strukture površin in obenem tudi za segrevanje preparata. Za ohlajevanje s tekočim zrakom je predvidena posebna izvedba objektnega nosilca. Pod objektnim prostorom je projektivna leča, ki je šibka z goriščno razdaljo 100-400 mm. Njena naloga je, da pri divergentni ali paralelni osvetlitvi preparata fokusira elektronski snop na fotografsko ploščo, da pri konvergentni osvetlitvi preparata poveča uklonsko sliko in tudi, da poveča senčno mikroskopsko sliko. Tuljava projektiva ima sledeče podatke:

projektiv	2600 Aov	2450 Ohmov	Reg.toka	30 - 140 mA
-----------	----------	------------	----------	-------------

Podnožje stebra elektronskega difraktografa s fotografsko kamero /sl. 1/ se nahaja pod novojem mize, tako da je objekt 250 mm nad mizo. Na prednji strani je v podnožje privarjena cev, skozi katero opazujemo uklonsko sliko na fluorescentnem zaslonu. Pod to cevjo so vrata, skozi katera vložimo eno od fotografskih kamer. Ena je namreč za snemanje na plošče /20 komadov/ in druga za snemanje na film. Na levi strani se nahaja mehanizem za pomik filma s motorjem in reduktorjem, ki ima prestave 6 mm /min in 24 mm/min. Pod reduktorjem se nahaja ročica za dvig fluorescentnega zaslona, ki služi istočasno za eksponiranje. Z gumbom na desni strani se pri zveznem, snemanju na film poišče primerno režo, z ročico pod njim pa je vezana menjava plošč. Za zaščito fluorescentnega zaslona pred premočnim centralnim snopom neuklonjenih elektronov je predvidena dvižna zaslonka.

Podnožje stebra s fotografsko kamero, na katerem so pritrjeni objektni prostor, dvojni kondenzor in elektronska puška, je montirano na nosilnem ogrodju, ki je sestavljeno iz L profilov. Za stebrom je na ogrodju pritrjen pult z instrumenti in vsemi regulacijami. Miza je popolnoma ločena od nosilnega ogrodja, tako da je tudi operator mehansko popolnoma ločen od stebra difraktografa, ki je zelo občutljiv na mehanske udarce in tresljaje.

ELEKTRONIKA, VISOKONAPETOSTNI GENERATOR IN REGULACIJE

Celotni električni del aparature je v glavnem razdeljen

na:

- elektronska stabilizacija tokov za elektromagnetne leče
- elektronska stabilizacija generatorja visoke napetosti
- regulacije, kontrola in signalizacije.

Elektronska stabilizacija tokov za elektromagnetne leče, ki deluje na principu zaključene zanke, je danes edina, ki pride v poštev za moderne elektronsko-optične instrumente. S spreminjanjem magnetilnega toka leč se namreč spreminja tudi njihova gorišča razdalja. Dvojni kondenzor in projektiv normalno ne potrebujeta ekstremno visokih stabilnosti toka. Naša želja pa je bila doseči čim boljše ločljivost, ki je podana z

$$\frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = - \frac{\Delta R}{R} \quad /2/$$

kjer je $\Delta R/R$ najmanjša razdalja med dvema sosednima obročema, ki jo še lahko ločimo, ali najmanjša razlika dveh d_{hkl} , ki jo še lahko izmerimo.

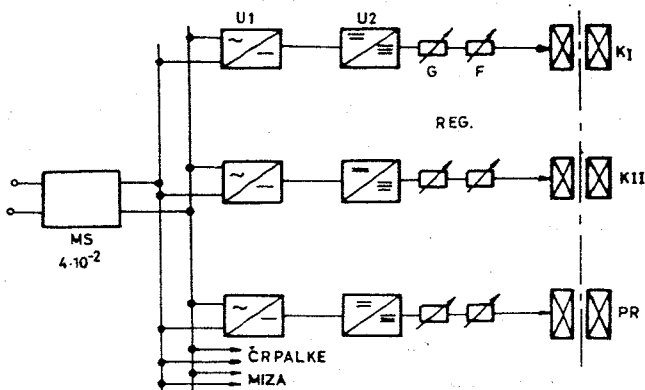
Za izračunani dvojni kondenzor je to razmerje 1:3000, ki pa velja za spremembe pospeševalne napetosti. Za magnetilni tok pa je to razmerje še enkrat večje, kar vidimo iz enačbe za kromatično aberacijo

$$\Delta r_k = c_k \cdot \mathcal{L} \left(2 \frac{\Delta B}{B_z} - \frac{\Delta U}{U} \right) \quad /3/$$

in je vpliv sprememb pospeševalne napetosti in magnetilnega toka leče na ločljivost instrumenta podana z izrazom

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta U}{2U} - \frac{\Delta I}{I} \quad /4/$$

Če želimo zadostiti tem zahtevam, mora biti stabilnost magnetilnih tokov za leče boljša kot 1 : 6000, ali 1.5×10^{-4} .



SL.3

Blok shemo celotne elektronske stabilizacije tokov predstavlja slika 3. Za dosegno čim večje stabilnosti tokov, kakor tudi delovanja celotne aparature, imamo dovod izmenične napetosti preko magnetnega stabilizatorja 400 VA. Napajanje za vsako lečo je izvedeno poseboj. Principielno je vezava za vse leče ista. Napajanje vsake leče se sastoji iz usmernika U_1 , ki mora dajati maksimalno 600V in 120 mA. Elektronsko stabilizirani usmernik U_2 sestavljajo: regulacijska cev, navitje leče, potenciometer kot detekcijski člen in enosmerni ojačevalnik. Detekcijski člen je sestavljen iz grobe regulacije G in fine F magnetilnega toka. Regulacijska cev mora imeti čim večjo strmino, dajati čim večji tok in imeti malo notranjo upornost. Glede na naše zahteve je bila izbrana EL34. Izkazalo se je, da je to najboljša regulatorka, kar jih je možno danes na trgu kupiti. Prav zadnji rezultati iz področja elektronske stabilizacije to mnenje potrjujejo. Referenčna napetost je dobljena na verigi tlivk 85A2. Enosmerni ojačevalnik za EF42 dela v protitaktnem stiku, leva stran kot katodna ojačevalka in desna stran kod enosmerna ojačevalka na paralelno vezani regulatorki EL34. Padeč napetosti na katodnem uporu predstavlja referenčno napetost za enosmerno ojačevalko. Ker so tuljave popolnoma zaprte v ohišje leče, je važna temperatura, na katero se segrejejo. S temperaturo se namreč spreminja upornost tuljave in s tem vrednost stabilizacije, ki je odvisna od bremenske upornosti. Normalno je pri več kot 3000 Aov potrebno vodno hlajenje. Da se temu izognemo, je izbrano število ovojev največ 2600, in še ta vrednost se pri praktičnem delu doseže v zelo kratkem času. Zato je bila izmerjena temperatura na notranji steni tuljave in podana predpostavka, da je temperatura navitja največja na nekaj več kot $2/3$ debeline navitja proti notranji steni.

Kondenzor I	segrevanje	4h	tok 85 mA	temp. 74°C
Kondenzor II	"	3h	" 90 mA	" 70°C
Projektiv	"	3h	" 95 mA	" 68°C

Magnetilni tok posamezne leče mora biti konstanten v času snemanja. Pri normalnem delu znaša ta čas največ 30 sek do 1 min. La pri zveznem snemanju na film je ta čas daljši, ker snemamo neko kon tinuirno dogajanje v difraktografu. Zato za izračun stabilnosti pre dpostavimo, da bo sprememba omrežne napetosti v tem času največ 3 - 4 V. Magnetni stabilizator /MS sl. 3/ stabilizira najmanj 15 - 20 krat. Torej bo na izhodu magnetnega stabilizatorja v tem času naj- večja sprememba omrežja $\Delta U_{omr} = 0.2 - 0.3$ V. Pri izmerjeni karak- teristiki magnetilnega toka I_m v odvisnosti od omrežne napetosti, ki je podana na sliki 4, dobimo neko spremembo magnetilnega toka ΔI_m za določeno spremembo napetosti omrežja. Pri izračunu stabilnosti mo- ramo upoštevati še največjo spremembo omrežja in to vzamemo od 180- 230 V. Torej bo $\Delta U_{omr} = 50$ V. Sprememba magnetilnega toka, ki bo važna za celotno stabilnost, bo potem podana z izrazom

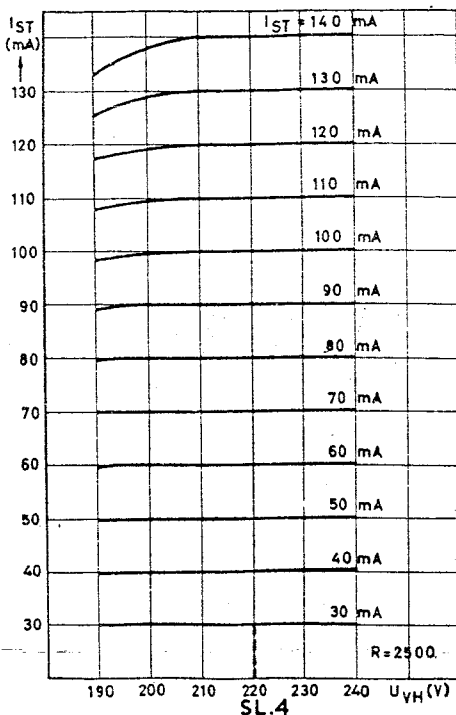
$$\Delta I_m' = \Delta I_m \frac{\Delta U_{omr}}{U_{omr}} \quad /5/$$

Stabilnost je potem določena z

$$S_1 = \frac{I_m}{\Delta I_m'} \quad /6/$$

Stabilnost moramo potem izračunati iz meritev za neko ce- lotno območje regulacije magnetilnega toka. Ta stabilnost pa velja

le za neko časovno obdobje. Tekom daljše dobe pa so poznani vzroki nestabilnosti, kot nestabilnost referenčne napetosti, temperaturna



odvisnost detekcijskega potenciometra in potovanja ni čelne točke enosmernega ojačevalnika, ki je najbolj neprijetno v prvi stopnji. Rešitev s katodno stopnjo je zato najbolj enostavna in daje zadovoljive rezultate. Največja stabilnost, katero je mogoče doseči, je 10^{-4} do 3×10^{-2} . Iz slike 4 lahko izračunamo stabilnost St za tok 80 mA:

$$\Delta U'_{\text{omr}} = 0.3 \text{ V}$$

$$\Delta U_{\text{omr}} = 50 \text{ V}$$

$$\Delta I_{\text{omr}} = 0.7 \text{ mA}$$

$$I_m = 80 \text{ mA}$$

$$St = 18.200$$

To je izračunana stabilnost iz karakteristik stabilizatorja. Resnično stabilnost pa nam pokaže šele posnetek na registrirnem instrumentu.

Normalno bodo leče delale z največ 50 do 80 mA, zato lahko sklepamo, da bo stabilnost več kot zadovoljiva. Kako se spreminja

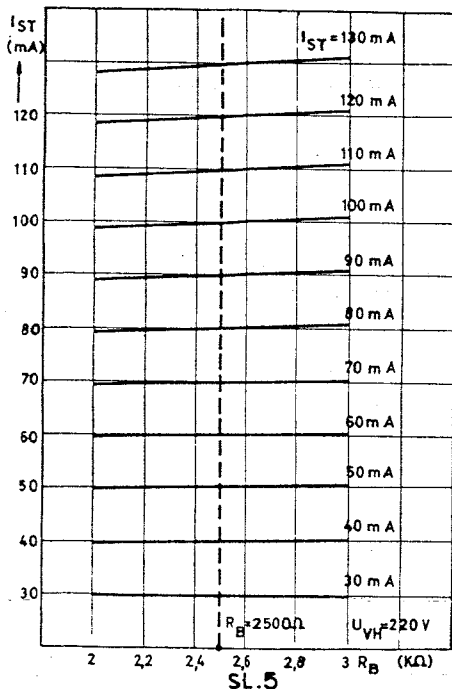
magnetilni tok I_m , če se spreminja bremenska upornost R_b , pa nam prikaže diagram na sliki 5. Namesto tuljave, je bila vzeta uporovna dekada. Če pa upoštevamo majhne temperaturne spremembe tuljave, ki nastanejo pri fokusiranju elektronskega snopa, se nam praktično z bremenom stabilnost ne bo spreminjala. Diagrama na sliki 4 in 5 sta posneta za kondenzor I, ki ima največ ovojev /24000/, za ostali dve leči pa so razmere še boljše. Drift in stabilnost sta bila nato kontrolirana še na Speedomax registrirnem instrumentu. Iz krivulje na sliki 6 vidimo, da se razmere stabilizirajo že po 12 min, ko je največji drift še 0.7 mV, nato pa ga praktično tekom cele ure ni. Prezentljivo je tudi to, da je stabilizacija odlična tudi tekom daljše dobe, in sicer tekom 1 ure približno 0.2 mV ali stabilnost 1:9000. V času, ki pa je resnično važen za snemanje, to je največ 1 do 2 min, pa je tudi precej boljša in sicer na označenem mestu boljša kot 1 : 30.000, in na nekaj mestih celo boljša kot 1 : 50.000. Izvedba torej popolnoma odgovarja postavljenim zahtevam.

Elektronsko - stabilizirani generator za 100 kV je izdelal laboratorija za elektronsko mikroskopijo, Elektrofakulteta Univerze v Ljubljani /6/. Sestoji se iz oljnega kotla z Greinacherjevim podvojitvenim stikom, filtrom za glajenje in transformatorjem, za ogrev katode ki je na visokem potencialu. V manjšem kotlu pa je

regulacija napetosti Wehneltovega valja in 1000 M Ω upor za merjevisoke napetosti. Maksimalni to usmernika je 300 μ A. Elektronska

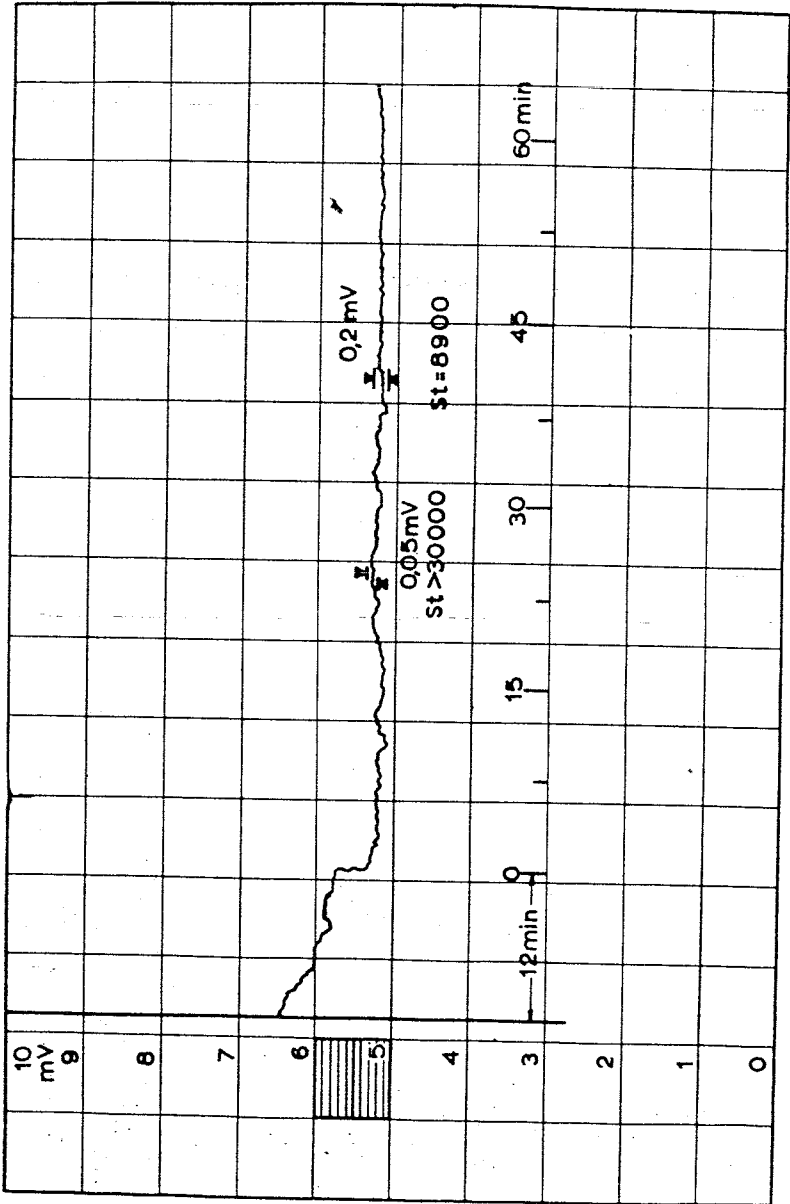
stabilizacija je izvedena s povratno zanko za počasne spremembe z enosmernim ojačevalnikom. Druga povratna zanka služi za glajenje valovitosti in vsebuje izmenični ojačevalnik. Meritve so pokazale, da je stabilizacija pri 80 kV boljša kot 1 : 50.000, valovitost pa v nobenem primeru ni večja kot 1 V. Tudi dolgotrajna stabilnost pri napetosti 70 kV je tekom 1 ure boljša kot 1 : 50.000. Napetost je možno regulirati od 10 - 100 kV.

Regulacije so izvedene za vsako lečo posebej, in sicer groba in fina. Posebej je izvedena regulacija visoke napetosti, ki je zaščitena v primeru slabega vakuum ali preobremenitve. Motorski pogon filma fotografske kamere ima signalizaciji obeh hitrosti. Oljna difuzijska črpalka je varovana v primeru, če zmanjka vode. Ogrevni tok katode je kontroliran na primarni strani ogrewnega transformatorja.

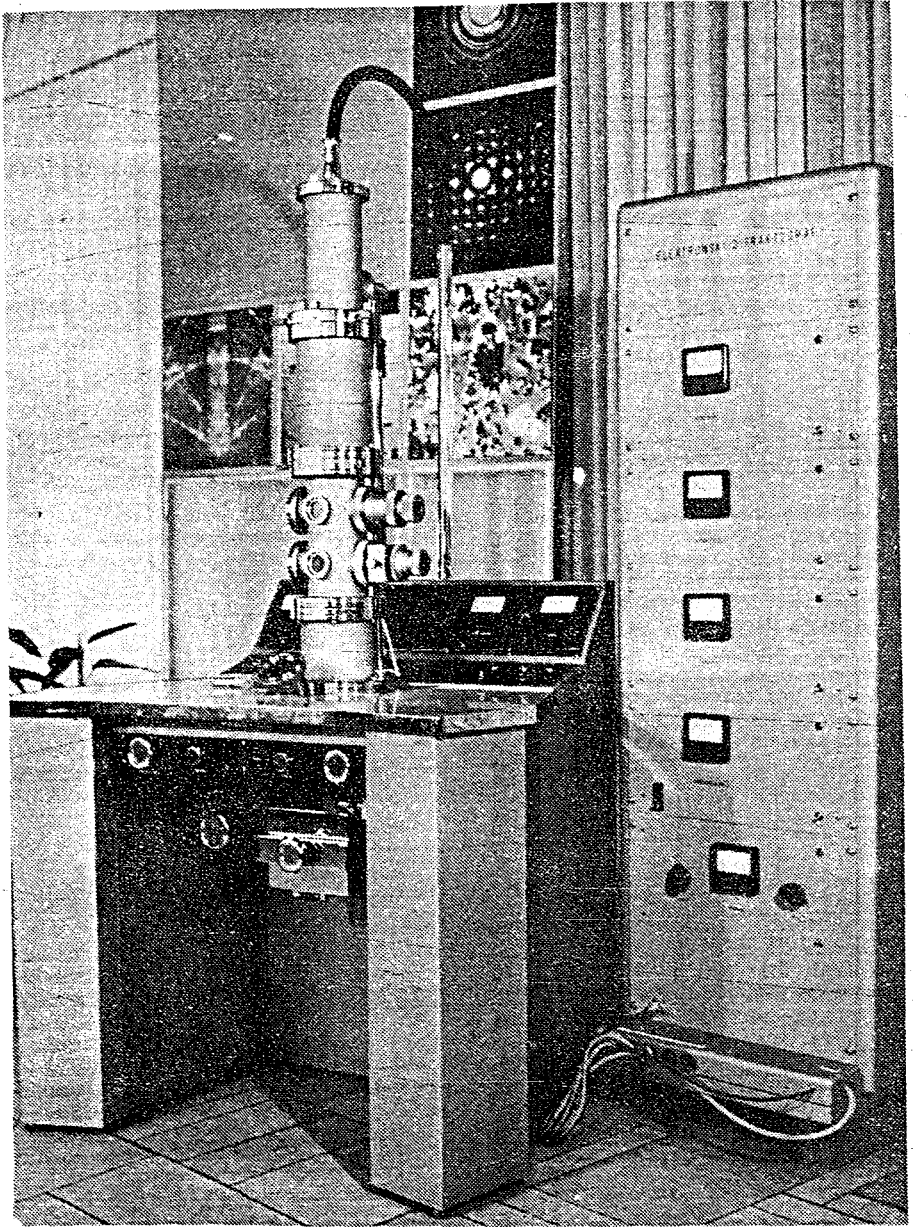


VAKUM

Za dosego predvakuum je uporabljena Leybold rotacijska črpalka DL2, ki doseže 10^{-2} mm Hg. 300 l oljna difuzijska črpalka domače izdelave pa služi za dosego vakuum med 10^{-4} in 10^{-5} mm Hg. Ventili so Edwardsovi, tesnilni obroči so domače izdelave po Edwards normah. Ker so v stebri elektronskega difraktografa majhne zaslonke in odprtine, sta izvedena dva vakuumska priključka in sicer eden na elektronski puški, in drugi v podnožju stebra. Za mjerenje nizkega vakuum je bila izdelana Geislerjeva cev s Teslovim transformatorjem za kontrolo visokega vakuum pa je bil doma izdelan Penning vakuumski merilec. Meritve so pokazale, da je normalno vakuum med 10^{-4} in 10^{-5} , v vsakem primeru pa boljši kot 10^{-4} mm Hg. kar popolnoma ustreza.



SL. 6



UPORABA

Z elektronskim difraktografom je mogoče določati sestavno in kristalno zgradbo snovi. Elektrone, ki jih emitira elektronska puška v evakuirani koloni, in so pospešeni z napetostjo 30 - 80 kV, zberejo elektromagnetne leče v ozek snop na preiskovani snovi. Smer in jakost uklonjenih elektronskih žarkov zavisi od vrste in razporeditve atomov v kristalu. Pri snoveh, sestavljenih iz velikega števila majhnih kristalčkov, dobimo na fluorescentnem zaslonu koncentrične obroče, pri enem samem kristalu pa pravilne razporejene točke. Sliko lahko posnamemo na fotografsko ploščo ali film. Iz izmerjenih razdalj med obroči izračunamo razdalje med atomi v kristalu, in ker je ta razdalja karakteristična za vsako snov, moremo na ta način določiti tudi sestavo snovi.

Predvsem je elektronski difraktograf uporaben za strukturne raziskave surovin in zlitin v kovinski industriji, za preizkave strukturnih sprememb pri mehanski, kemični, elektrolitski ali termični obdelavi v kovinsko-predelovalni industriji, in tu posebno za študij zaščite pred korozijo. V kemiji je važno področje raziskav mineralov, kristalizacije, oksidacije in redukcije, in še posebej fotokemičnih procesov. V elektroindustriji je mogoče raziskovati probleme feromagnetikov, vodnikov, polvodnikov, in lastnosti elementov. Študij strukture in površin stekla, optičnih kristalov in tankih plasti, naparjenih v vakuumu, zanima optično industrijo. V fiziki so velike možnosti uporabe elektronskega difraktorgafa pri raziskavi napak, poškodb in sprememb v strukturi kristalov in tankih plasti pod različnimi pogoji, in še posebno sprememba strukture materije zaradi vpliva sevanja.

Slika 7 nam kaže zunanji izgled elektronskega difraktografa.