

# Bouw en ontwikkeling van EXAFS-goniometer\*

Ir. P. Brinkgreve, Technische Universiteit Eindhoven, Centrale Technische Dienst

## Inleiding

**De EXAFS meettechniek – EXAFS staat voor Extended X-Ray Absorption Fine Structure – is een röntgenanalysetechniek door middel van de absorptie van röntgenstralen, die de mogelijkheid biedt om de lokale structuur van zowel kristallijne als amorphe stoffen te bepalen. Informatie kan worden verkregen over afstanden tot (0,01 Å), aantallen ( $\pm 20\%$ ) en aard van nabuuratomen.**

Het aantal te verrichten metingen is echter groot en daarom is het aan te bevelen deze metingen niet alleen met een deeltjesversneller, maar ook met behulp van een laboratoriumspectrometer uit te voeren, omdat de meettijd op een lineaire versneller zeer duur en schaars is. Het doen van een veel goedkopere laboratorium-EXAFS-meting kan dan zeer nuttig zijn.

Een laboratorium-EXAFS-spectrometer moet dan wél een grote fotonflux hebben en een grote energieresolutie bezitten. Ten behoeve van deze meting is een spectrometer ontwikkeld.

Deze EXAFS-spectrometer bestaat uit:

- een commercieel verkrijgbare hoogvermogen röntgenbron van 15 kVA (met roterende anode, 3000–6000 rpm),
- een precisiegoniometer met een gebogen kristal als monochromator;
- het elektronische besturings- en dataverwerkingsgedeelte.

De laatste twee zijn niet commercieel verkrijgbaar en moesten speciaal voor dit doel worden ontwikkeld.

De monochromator is ontwikkeld door

het natuurkundig laboratorium van de Nederlandse Philips Bedrijven BV (dr. M.P.A. Vlieggers); de goniometer met de elektronica door de Technische Universiteit Eindhoven; de fysische aspecten door dr.ir. D.Koningsberger, de elektronica door ir. B. Kranenburg en het mechanisch ontwerp door ir. P. Brinkgreve.

## Principe van de EXAFS-spectrometer

In figuur 1 wordt aangegeven hoe met behulp van een gebogen en geslepen monochromatorkristal de gehele bundel van de röntgenbron, die het oppervlak van de monochromator treft, effectief benut kan worden zonder dat dit ten koste gaat van het oplossend vermogen van de spectrometer.

Om dit te doorzien, moet men begrijpen (weten) dat het kristal gebogen is over straal  $2R$  en geslepen met straal  $R$ .

In de geschetste situatie geldt dan voor het gehele kristaloppervlak dezelfde Bragg-voorwaarde  $\lambda = 2d \sin \theta$  – de golflengte van de doorgelaten, gereflecteerde straling moet een heel aantal malen passen tussen de roostervlakken. Hierdoor wordt het monster dan door monochromatische (één golflengte) straling bereikt. De verschillen van de straling die dan gemeten worden in de tellers  $I_0$  en  $I$  zijn de basis voor EXAFS-berekeningen.

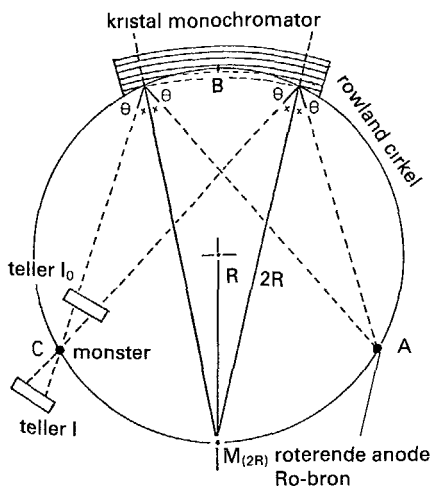
Om nu als functie van de golflengte te kunnen meten, moet de hoek  $\theta$  gevarieerd worden. Dit kan door zowel de röntgenbron als het monster over de cirkel te verplaatsen en wel zó, dat lengte  $AB = BC$ . Deze cirkelconfiguratie heet *Rowlandcirkel*.

Er zijn nog enkele variaties van het kristal mogelijk: Johann (slechts gebogen), Johannson (gebogen en geslepen) en Hornstra/Vlieggers (dubbel gebogen en geslepen).

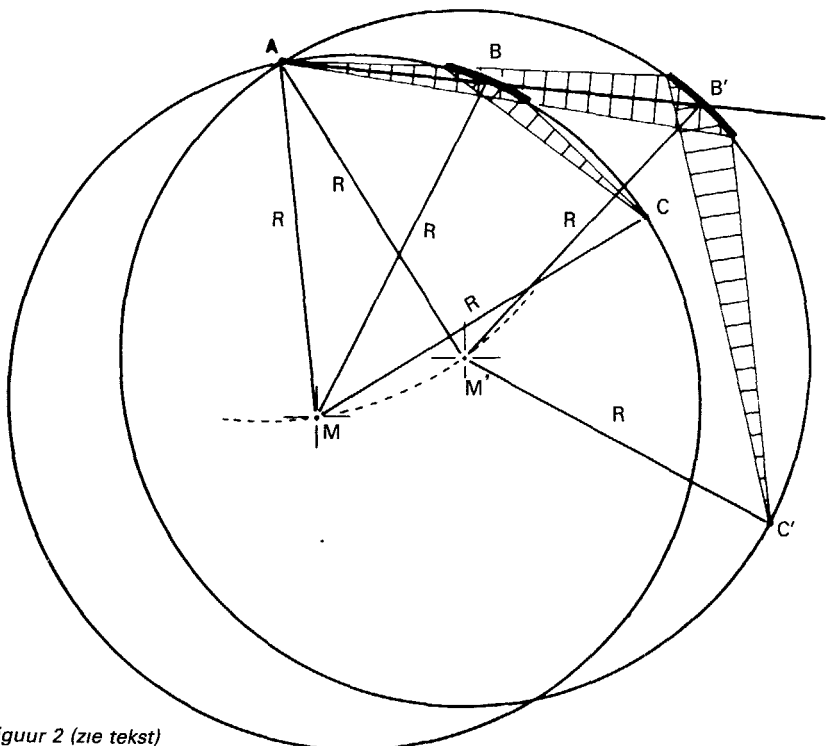
## De precisiegoniometer

### Eisen

- Het handhaven van een Rowlandcirkelconfiguratie, zie figuur 2, zowel wat de positie als de richting van de elementen betreft.



Figuur 1 (zie tekst)



Figuur 2 (zie tekst)

\* Voordracht gehouden tijdens de Manifestatie Fijnmechanische Techniek, 4, 5 en 6 november 1986

- De mogelijkheid om verschillende afnamehoeken van de röntgenbron te gebruiken.
- Een nuttige last van het apparaat (monsterkamer, tellers en ander toebehoren zoals koeling) tot 30 kg.
- Een oplossend vermogen van 1 eV op 10.000 eV.
- Het gebruik van een röntgenbron die uitgerust is met roterende anode vanwege het noodzakelijke hoge vermogen.
- Een diameter van de Rowlandcirkel van 1000 mm.

### Uitwerking

In combinatie met elkaar leiden de eisen, aangevuld met wat praktische gegevens en inzichten, tot de volgende uitgangspunten; zie figuur 3.

- De keuze van de röntgenbron met roterende anode leidt tot de conclusie dat deze een vaste positie in de geometrie moet hebben. Een eenvoudige conclusie, als het vacuümstelsel, de koeling en de aandrijving van het systeem worden bekeken alleen al op hun massa worden getaxeerd.
- Door het fixeren van de röntgenbron kan, bij een gekozen afnamehoek van de röntgenbundel, het monochromatorkristal slechts over één bepaalde lijn worden verplaatst.
- De minimale afstand van het midden van een monochromatorkristal tot het midden van de röntgenbron is dan ook bepaald, door de geometrie van de delen.
- In relatie met het oplossend vermogen van 1 : 10.000 en wat fysica, geeft dit de instelnaauwkeurigheid van de afstand bron-midden tot kristal-midden in mechanische grootheden, te

weten: 15  $\mu\text{m}$ . Eigenlijk geeft dit de waarde aan van de stapjes waarover het kristal verplaatst moet worden.

- Als nu deze stapjes over de afstand bron-midden tot kristal-midden worden gemaakt, moet de afstand kristal-midden tot monster daaraan gelijk worden. Bovendien maakt het niet uit of kleine stapjes worden gemaakt of dat de absolute positie van dat "stapen" bekend is. Beide zijn nodig.
- Het Johannson-kristal waarvoor is gekozen als monochromator, is een zeer moeilijk te maken component. Het heeft uiteraard ook vorm- en maattoleranties. Wil nu een optimaal gebruik van enig Johannson-kristal kunnen worden gemaakt, dan moet de Rowlandcirkelstraal daarop aangepast kunnen worden. Dus de keuze van  $R_{\text{Rowland}}$  is een nominale keuze en geen absolute keuze.
- De mogelijkheid om verschillende afnamehoeken van een röntgenbron te gebruiken leidt tot de conclusie, dat de genoemde "verplaatsingslijn" van het monochromatorkristal rond het midden van de bron gedraaid moet kunnen worden.

### Resumé

Resumerend kan aan de hand van figuur 4 het volgende worden gesteld.

- Er is een hoofdas nodig waarlangs het kristal met een absolute nauwkeurigheid van 15  $\mu\text{m}$  verplaatst en gepositioneerd kan worden. Tevens moet de hoofas gedraaid kunnen worden, afhankelijk van de afnamehoek.
- De loodlijn op het kristal moet altijd naar het midden van de Rowlandcirkel zijn gericht.

- De straal van de Rowlandcirkel moet aangepast kunnen worden.
- Er moeten tellers vóór en achter het monster geplaatst worden die steeds gericht zijn langs de optische as van het systeem.

Een apparaat dat aan dergelijke eisen voldoet, is bekend als een lineaire goniometer. In dit geval een precisiegoniometer vanwege de hoge positie-nauwkeurigheid van de delen.

De absolute nauwkeurigheid van 15  $\mu\text{m}$  van de lengte van de twee assen lijkt niet extreem; deze is echter opgebouwd uit.

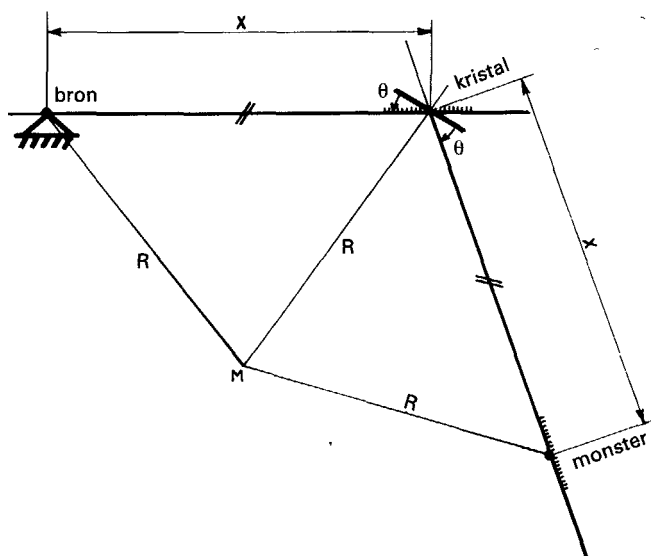
- een rondlooppnaauwkeurigheid van de roterende anode van 5  $\mu\text{m}$  (deze loopt tot 6000 rpm en wordt warm);
- tenminste 5  $\mu\text{m}$  in de plaatstolerantie die wordt "vergeven" door de samenstellende overige delen van de goniometer;
- tenslotte een positie-nauwkeurigheid van 5  $\mu\text{m}$  van het monochromatorkristal en de monsterhouder over een werkslag van 450 mm.

Dit betekent een positie-nauwkeurigheid van 1 : 10<sup>-5</sup> terwijl de oorspronkelijke fysische eis was 1 : 10<sup>-4</sup>. Bovendien is dit een minimale eis.

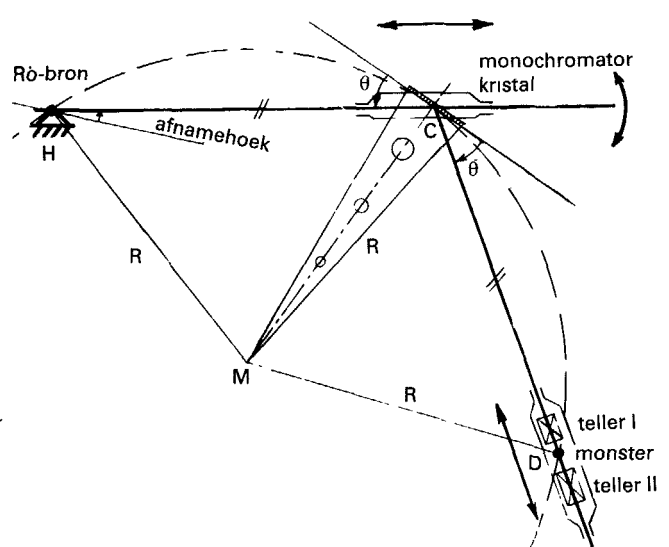
Mede gezien het vorige, is getracht een systeem te maken dat ook bij een voortschrijdende behoefte aan nauwkeurigheid kan worden aangepast wat betreft de positie-nauwkeurigheid.

De overzichtsfiguur 5 geeft de uitwerking van het een en ander aan. Er is een constructie gemaakt:

- met een hoge stijfheid bij een laag gewicht vanwege de hoge relatieve nauwkeurigheid,



Figuur 3 (zie tekst)



Figuur 4

- zonder spelingen of virtuele spelingen,
- met een hoge precisie in de samenstellende delen,
- met een duidelijke bewegingssymmetrie omdat in twee richtingen gemeten moet worden - heen- en weer- gaand moeten dezelfde meetresultaten worden verkregen.

Het principe van het kinematisch en statisch bepaald construeren houdt o.a. in dat drie punten een vlak en twee punten een lijn bepalen; eigenlijk is dit één van de uitgangspunten van het moderne construeren.

Om de volgende redenen wordt daarop de aandacht gevestigd. Indien een minimum aantal van dergelijke punten

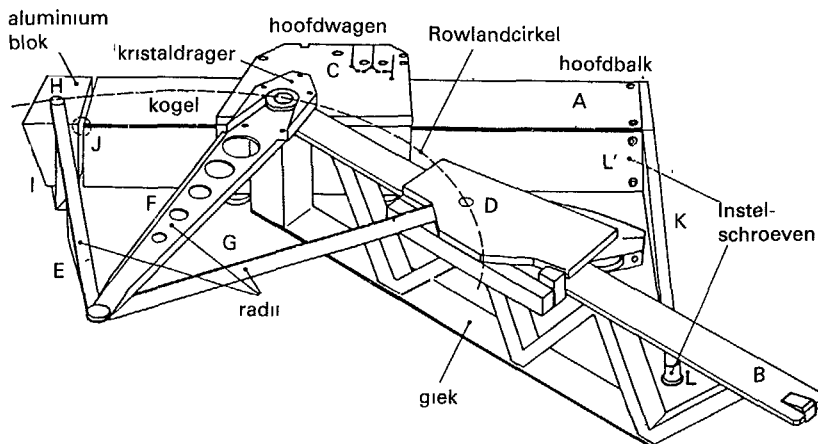
In het gebied waar grote vervormingen, veroorzaakt door grote belastingen, niet aan de orde zijn - zoals bij de Experimentele Instrumentenbouw - kan het kinematisch en statisch bepaald construeren met succes worden toegepast.

Op basis daarvan (de "basisstrategie") zijn het constructieve hoofdsysteem en de samenstellende delen van de goniometer uitgewerkt. Bij deze constructie dragen de tijd en de moeite die eraan besteed zijn, dan ook maximaal bij tot de uiteindelijke hoge stabiliteit en nauwkeurigheid van het geheel. Doordat de medewerkers aan dit project ook op basis van deze "basisstrategie" de overige delen en componenten hebben geconstrueerd en vervaardigd, is tevens een evenwichtige uitvoeringsvorm ontstaan.

In een vroeg stadium, bij het formuleren van de ontwerp-eisen en specificatie, is tevens goed rekening gehouden met de mogelijkheden en onmogelijkheden van de bijdragende vakgebieden. Dit is niets anders dan zorgen voor eenduidigheid (= bepaaldheid) in de noodzakelijke ondersteuning aan elkaar.

Dit is terug te vinden in:

- de keuze van de Rowlandcirkelstraal - deze is afhankelijk van de variaties in het slijpwerk van het monochromatorkristal;
- de positioneer-nauwkeurigheid (eigenlijk het verplaatsingsincrement), die is afgeleid van de tolerantie van de samenstellende componenten;
- de keuzen van de motorreducties die de mechanische en elektronische impedanties (traagheden) op elkaar afstemmen.



Figuur 5 (zie tekst)

## Beschrijving van de constructie

De constructie met zijn elementen en functies kan als volgt worden beschreven; zie figuur 6.

Centraal staat de hoofdbalk A. Over deze hoofdbalk beweegt een hoofdwagen C, waaraan een griek B is bevestigd, waarover een monsterwagen D, verplaatst kan worden.

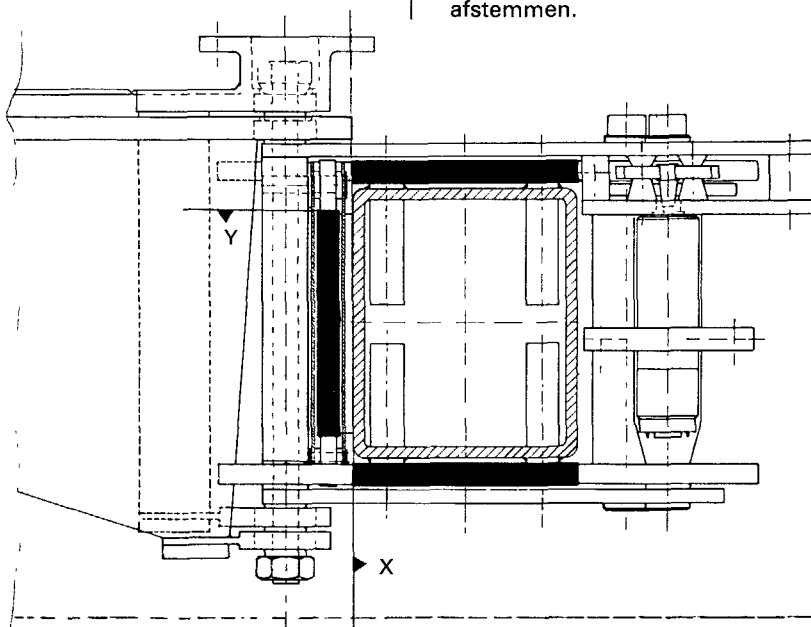
Aan de scharnierlijn tussen hoofdwagen en griek is tevens een kristaldrager aangebracht, die door een richtingsstabiele straal gericht blijft op het middelpunt van de Rowlandcirkel. Tevens zijn nog een basisblok I en twee extra stralen E en G te herkennen.

De hoofdbalk is een zwaar rechthoekig profiel waarin gaten zijn geboord. In deze gaten zijn later proppen gelast. Na het "spanningsvrij gloeien" zijn aan dit profiel drie geleidingsstrippen geschroefd. Deze strippen zijn halffabrikaten voor papiersnijmessen en in de handel verkrijgbaar. Deze geleidingsstrippen vormen de basis en het hart van de goniometer.

- vlak x, dat wordt gevormd door de voorzijden van de bovenste en onderste strip,
- vlak y, dat door de bovenzijde van de linker strip wordt gevormd.

Op de vlakken x en y wordt op kinematisch en statisch bepaalde wijze de hoofdwagen gesteund. De rechte lijn die deze wagen beschrijft, is de hoofdbeweging van de goniometer.

wordt gebruikt, dan wordt het werkplaatstechnisch moeilijke vermeden, namelijk tegelijk (te) veel punten tegelijk ergens bij laten horen. Hierdoor kan tijd en moeite worden bespaard die weer voor andere nuttige zaken gebruikt kan worden, zoals het haaks op elkaar laten staan van vlakken en het parallel laten lopen van bewegingsassen.



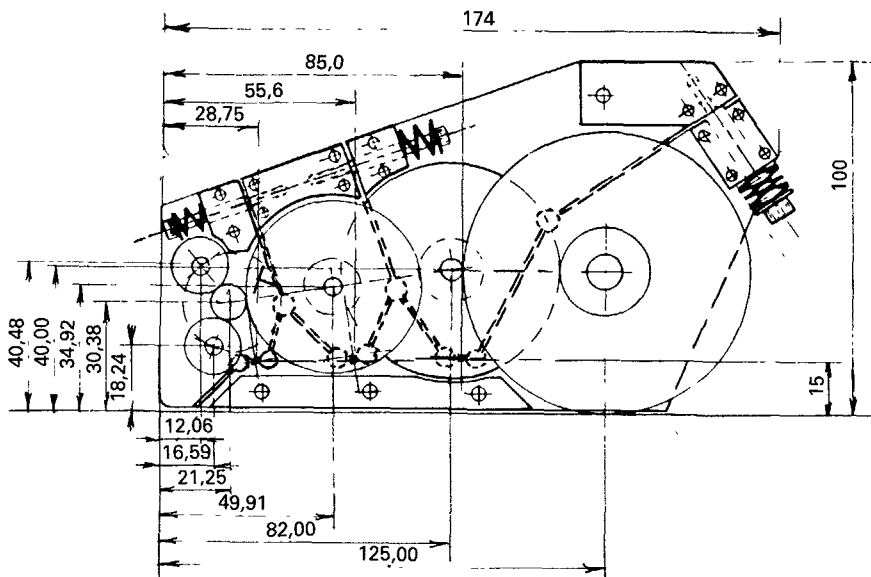
Figuur 6 (zie tekst)

### Wrijvingsoverbredingen

Als laatste wordt enige aandacht gevraagd voor die elementen uit het geheel, waar elektronica en fijnmechanisch werk heel duidelijk samengaan: de toegepaste wrijvingsoverbredingen die de uiteindelijke verplaatsingen verzorgen. De toegepaste wrijvingsoverbredingen vragen een zorgvuldige afstemming van elektronische en werktuigbouwkundige ontwerp-specificaties.

Moderne wrijvingsoverbredingen gebruikt om verplaatsingen in het submicrongebied te realiseren, vinden hun oorsprong op het Natuurkundig Laboratorium van de Nederlandse Philips Bedrijven BV (ing. M.M.J. Dona en ing. A.J. Franken).

De Centrale Technische Dienst van de TUE heeft de laatste 5-6 jaar eigen ontwikkelingen op dit gebied gedaan en is tot enige karakteristieke en relatief goedkope oplossingen gekomen. Er worden systemen gebruikt met verplaatsingen van 0,1  $\mu\text{m}$  bij 750 Hz, een ruwheidsmeter met verplaatsingen vanaf 0,01  $\mu\text{m}$ , gasdoseerkransen, enz. Deze aandrijvingen worden als volgt gerealiseerd: zie figuur 7. De noodzakelijke nauwkeurige paralleliteit van de assen van de samenstellende wrijvingswielen wordt bereikt door twee lagerplaten gezamenlijk te boren en te kotteren. Deze paralleliteit is essentieel, omdat de kleinste scheefstand al kan leiden tot axiale slip met eventueel sterke slijtage tot gevolg.



Figuur 7 (zie tekst)

Hierna worden zodanig elastische scharnieren aangebracht dat in elk contactpunt van de contactvlakken de contactkracht kan worden ingesteld door het aanbrengen van een voorspanning in een veerpakket.

De plaats van het veerpakket is zodanig gekozen dat de evenwijdigheid van de assen ook hierdoor niet wordt beïnvloed. De voorspanning is medebepalend voor de vlaktedruk in de contactvlakken die maximaal 3000 N/mm<sup>2</sup> draagt.

### Slotopmerking

Is Experimentele Instrumentenbouw "het bouwen van experimentele instrumenten" of "het maken van instrumenten ten behoeve van experimenten"?

### Literatuur

- "Het voorspellen van Dynamisch Gedrag en Positioneringsnauwkeurigheid van constructies en mechanismen" door prof.ir W van der Hoek Dictaat 4.007 1 van de TUE
- Patent 8300927 "Kinematisch rontgenanalyse apparaat"
- "Constructie-elementen ten behoeve van microverplaatsingen" dooring M J.J. Dona, Mikroniek Jrg 21, nr. 6.

## boekbespreking

**Wirtschaftliche Fertigungstechnik**, auteur H H Raab, Vieweg Verlag Braunschweig 1984, ISBN 3-528-04297-4; 330 blz A5

Veel leerboeken zijn er geschreven over produktietechniek. Meestal is gekozen voor wat ik een verticale indeling zou willen noemen. De boeken zijn onderwerpgebonden, ze behandelen verspaningstechniek, omvormtechniek, gieterijtechniek, lastechniek, gereedschapswerktuigen, meettechniek.

Deze klassieke indeling is vrijwel de enige mogelijkheid indien men bij een redelijk te hanteren omvang voldoende diepgang wil bereiken. De omvang van de kennis over deze onderwerpen neemt nog steeds toe dus ook de omvang van deze boeken. Dit staat in lijnrechte tegenstelling tot de tijd die bij de technische opleidingen voor deze onderwerpen beschikbaar is. Het maakt daarbij niet uit of men MTS-, HTS- of TH-opleidingen beschouwt.

Ook in de industriële praktijk kan men de on-

derwerpen in de produktie niet zo scherp scheiden. Studenten dienen daarop te worden voorbereid. Een heel nuttige poging in die richting is "Wirtschaftliche Fertigungstechnik" van H H. Raab.

In dit boek wordt een groot aantal aspecten van de moderne produktietechnologie besproken. Zoals in vrijwel alle Duitse boeken wordt hierbij veel gebruik gemaakt van DIN-normen en VDI-richtlijnen. Steeds probeert men om op basis van fundamentele aspecten betreffende vorm, materiaal en aantal te vervaardigen produkten die informatie te verstrekken die nodig is voor een keuze, op economische gronden, van de vervaardigingsmethode, de machine, de gereedschappen en de procescondities.

Door de breedte van het gebied kan uiteraard niet alles besproken worden. In eerste instantie heeft de auteur zich willen beperken in het aantal te behandelen onderwerpen. Toch treft men in dit boek onderwerpen aan, die men in veel soortgelijke boeken mist. Voorbeelden daarvan zijn, wrijving en slijtage, milieu-aspecten, werkomstandigheden van het produktiepersoneel, het aanbrengen van deklagen, onder andere met

galvanische technieken. Vandaar dat ik dit boek zou willen omschrijven als een horizontale doorsnede van het vakgebied produktietechniek. Pas in de tweede plaats werd de diepgang van de behandeling beperkt. Zo is er bijvoorbeeld wel degelijk enige aandacht voor fundamentele aspecten als de plasticiteitsmechanica.

Het boek bevat veel korte verklaringen van vervaardigingstechnieken, ca. 400 figuren, talrijke voorbeelden uit de industriële praktijk, tabellen, rekenvoorbeelden, kostprijsvergelijkingen van alternatieve mogelijkheden en literatuurverwijzingen voor verdere studie.

Het boek verdient de aandacht van alle docenten die hun produktietechnisch onderwijs anders willen opzetten. Dit geldt niet alleen voor het reguliere dagonderwijs maar net zo goed voor bedrijfs- en deeltijdopleidingen. Men hoeft daarbij niet alleen te denken aan werktuigbouwers. Ook voor anderen zoals industriële ontwerpers, bedrijfskundigen, elektrotechnici, etc kan dit boek goede diensten bewijzen.

C. A. van Luttervelt