

# Laat de Hippos maar schuiven

*De Hippo is een parallelle shear-cell, een supernauwkeurige translatieslede voor een microscoop die wordt gebruikt voor onderzoek aan colloïdale suspensies. Dat onderzoek vereist een nauwkeurigheid in de orde van enige tientallen nanometers. Uitdagingen bij de constructie van de Hippo waren onder meer het ontbreken van een stabiele granieten ondergrond, het vatten van de glasplaatjes waartussen de suspensies worden afgeschoven, en de eisen aan de aandrijving.*

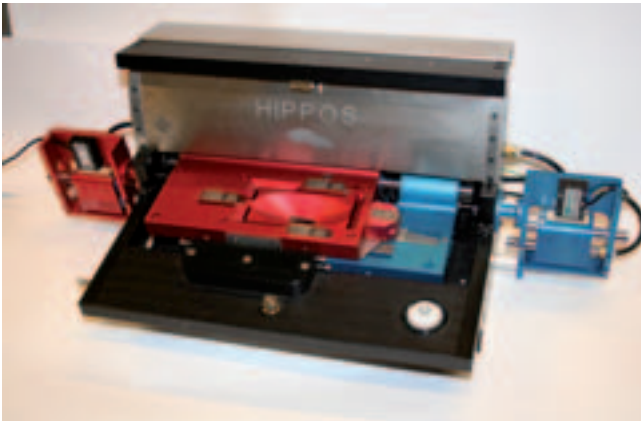
• J.H.J. Brand, J.L.A. van Gemert, J. Verkerk, Y.L. Wu, A. Imhof en A. van Blaaderen •

**D**e schuimkraag van bier, pigmenten in verf of inkt, melk en mayonaise zijn maar een paar voorbeelden van colloïdale suspensies. Kenmerkend is dat het een mengsel van twee stoffen betreft waarbij de ene stof in zeer fijne deeltjes (5  $\mu\text{m}$  en veel kleiner) verdeeld zit in de andere. Als een colloïdale vloeistof in beweging is kan er 'kristalvorming' optreden of kunnen deeltjes 'vermelten'. De wetenschap heeft echter nog weinig beeld van de wetmatigheden die hierbij gelden, zodat er op meerdere plaatsen onderzoek naar wordt gedaan. Het liefst zouden we een enkel deeltje volgen en zien wat er gebeurt. Er valt echter pas wat te zien als de colloïdale vloeistof onder een sterk vergrotende microscoop wordt afgeschoven, omdat de deeltjes zo klein zijn. Het verkrijgen van een

scherp beeld bij die sterke vergroting vereist een extreem precieze rechtgeleiding.

## Inleiding

De Hippo (Figuur 1) is ontwikkeld om stromende colloïdale suspensies te kunnen bestuderen. De deeltjes in deze vloeistoffen zijn zichtbaar als tegen elkaar aangelegene bolletjes. Door de vloeistof tussen twee evenwijdige tegenovergesteld bewegende glasplaatjes af te schuiven (shearen) ontstaat een laminaire stroming. Afhankelijk van de snelheid van elk van de glasplaatjes is er op een bepaalde hoogte in de spleet een vlak te vinden dat ten opzichte van het objectief van de microscoop stil staat.



Figuur 1. De Hippos, een shear-cell voor het onderzoek aan colloïdale suspensies.

Omdat de bolletjes zo klein zijn, moet de microscoop waarmee het afschuiven wordt bestudeerd een resolutie van 100 nm hebben. Het afschuiven van de suspensie moet dusdanig stabiel worden gerealiseerd dat de afgebeelde laag vloeistof met de resolutie van de microscoop maximaal een volledig stilstaand beeld oplevert. Hieruit volgde als ontwerpeis dat de rechtloop en de snelheidsverhouding waarmee deze glasplaatjes worden bewogen gezamenlijk een fout van minder dan 50 nm moeten hebben.

Een soortgelijke eis geldt ook voor de vlakheid van de glas-

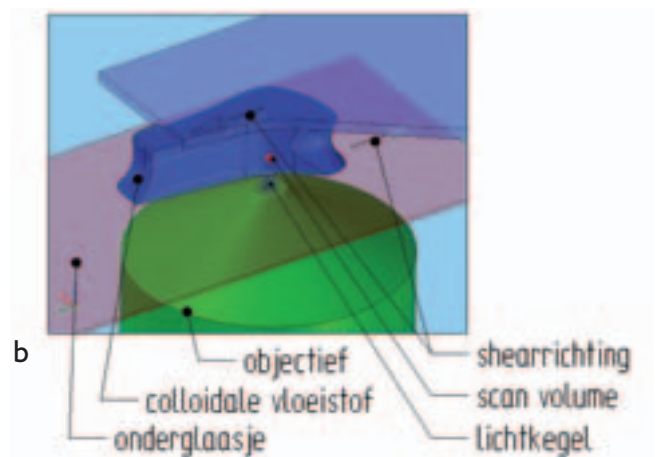
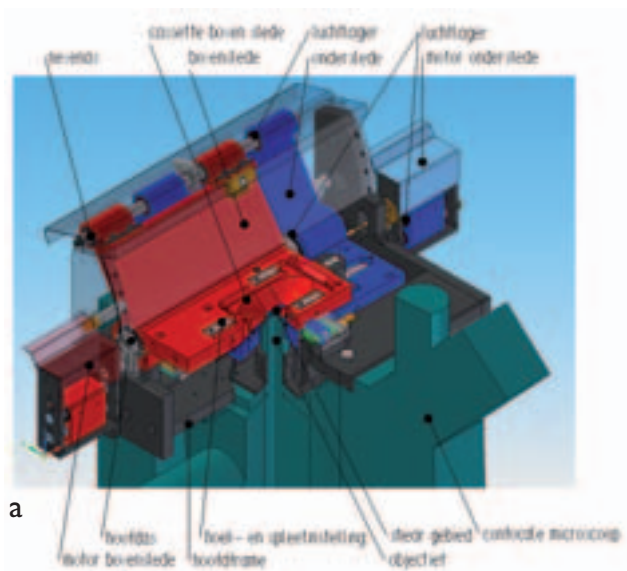
plaatjes. Het is vermoedelijk de geringe dikte van de glasplaatjes (microscoop-preparaatglasjes) die de oorzaak is dat een dergelijke kwaliteit niet te koop is. Om toch de benodigde vlakheid te realiseren hebben we besloten de glasjes op metalen frames (cassettes) te spannen, die met de vereiste evenwijdigheid kunnen worden afgesteld. Doordat de cassettes uitwisselbaar zijn kan in de toekomst extra kwaliteit en functionaliteit worden toegevoegd. Figuur 2 benoemt de belangrijkste onderdelen van de shear-cell en in detail het shear-volume.

### Ontwerpeisen

Voor het verkrijgen van een 'stilstaand' beeld zonder bewegingsonscherpte is het nodig dat twee sledes tegen elkaar inlopen met een rechtheid en evenwijdigheid beter dan 50 nanometer. Dit is de helft van de afbeeldingsresolutie van de microscoop.

Andere eisen zijn:

- Evenwijdig in te stellen vloeistofspleet van 10-200  $\mu\text{m}$  tussen de glasplaatjes.
- Snelheidsbereik: 2,5  $\mu\text{m/s}$  - 10 mm/s.
- Snelheidsfout: maximaal 2%.
- Vrij te kiezen hoogte van het afbeeldingsvlak in de vloeistofspleet, met andere woorden elk van de beide sleden moet het gehele snelheidsbereik doorlopen.
- Slaglengte: 15 mm.
- Dampslot om de glaasjes, zodat een afgesloten ruimte



Figuur 2. Ontwerp van de shear-cell.

(a) Overzichtstekening met aanduiding van de onderdelen.

(b) Het shear-volume in detail.

ontstaat waarin het sample wordt afgeschoven, om uitdroging te voorkomen.

### Ontwerp van de sledes

Om bij het ontwerp gevoel te krijgen wat nanometernauwkeurigheid betekent is het interessant om aan een eenvoudig balkelement te rekenen. Wat is voor de gegeven opstelling een reële stoorkracht en wat levert dat aan vervormingen op? De indruk die je daaraan overhoudt is dat je met rubber in plaats van metaal aan het construeren bent. Alles vervormt.

De shear-cell moet de af te beelden laag stabiel op zijn plaats houden ten opzichte van het objectief van de microscoop. Om thermische en andere invloeden te minimaliseren is ervoor gekozen om de shear-cell rechtstreeks op de microscoop te plaatsen. Dit betekent dat de ruimte beperkt is en dat hij niet al te zwaar mag zijn. Daarmee vervalt de keuzemogelijkheid voor een stabiele en stijve granieten ondergrond zoals die bij vrijwel alle apparaten in het nanometerbereik wordt toegepast.

Een onorthodoxe aanpak is dus vereist. De constructie van bed en geleidingen mag slechts weinig wegen en daarom is voor de volgende oplossing gekozen: beide sledes bewegen door middel van luchtlagers over *dezelfde* hoofdas. Een nevenas die met een tangentiële spriet is opgehangen, legt de vijfde vrijheidsgraad, rotatie om de hoofdas vast.

De lagers van beide sledes zijn om en om op de assen geplaatst zoals de bussen van een scharnier. Dit geheel is stijf. Het zijn de beide sledes die de nevenas uitlijnen ten opzichte van de hoofdas: de stijfheid ligt in de sledes en niet in het frame waarin de assen zijn opgehangen. Beide assen worden elk door vier lagers omsloten. Deze overbepaaldheid is ondervangen door de nevenas, die in het stijve vlak van de twee sledes ligt, relatief slap te maken.

De beperkte stijfheid betekent dat de vereiste hoge nauwkeurigheid niet door het gehele apparaat gehaald kan worden: met het bewegen van een slede zal het hele frame vervormen onder invloed van het verschuiven van het zwaartepunt. Daarom is ernaar gestreefd de vervormingen rondom het focus van het microscoopobjectief minimaal te maken. Om dit te bereiken zijn onder meer de volgende zaken in het ontwerp verwerkt:

- Beide sledes lopen over dezelfde geleiders; hierdoor is de paralleliteit maximaal gewaarborgd.
- Door de V-vorm van het slede-profiel (met een vrij te

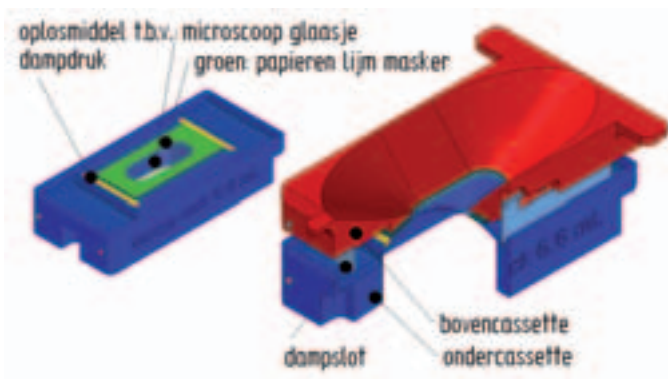
kiezen hoek) kan het zwaartepunt heel dicht bij de hoofdas worden gelegd. De belasting en dus de vervorming van de nevenas is daardoor minimaal.

- Door de nevenas overbepaald te maken is deze zelfuitlijnend geworden met de hoofdas.
- De luchtlagerbussen van de nevenas zijn loodrecht op het vlak van de slede gemonteerd; hierdoor veroorzaken ze geen spanningen loodrecht op dat vlak. In het vlak is de slede stijf, om de spanningen op te nemen.
- De nevenas is dunner dan de hoofdas om spanningen ten gevolge van fabrikage-onnauwkeurigheden in de sledes te verlagen. De nevenas is met een spriet afgesteund tangentiaal ten opzichte van de hoofdas. Daarmee is er geen overbepaaldheid bij de bevestiging op de microscoop. Het gebruik van poreuze New Way luchtlagers geeft een goede uitmiddeling van productiefouten in de geleidesassen. Deze lagers zijn zelfuitlijnend en daardoor gemakkelijk in het gebruik. Ze zijn bovendien erg stil en relatief ongevoelig voor vervuiling in de luchttoevoer. Het afschuifvlak voor de vloeistoffen loopt door het hart van de hoofdas om Abbe-fouten te minimaliseren.
- Het zwaartepunt van de sledes ligt horizontaal net naast de hoofdas. Daardoor kan een bevestigingspunt worden gerealiseerd voor de aandrijfmotor direct gericht naar het zwaartepunt, waarmee kantelmomenten worden vermeden.
- De plaatsopnemers (meetlinialen) zijn zo dicht mogelijk bij het objectief geplaatst waardoor afwijkingen in de gemeten positie als gevolg van thermische invloeden zijn geminimaliseerd.

Sommige van de bovenstaande keuzes zijn nog wat aangepast. Zo ligt het zwaartepunt van de sledes niet recht onder de hoofdas maar er net iets naast, zodat de nevenas enigszins wordt voorgespannen. Daarmee wordt voorkomen dat een lage stijfheid 'rondom 0' wordt doorlopen.

### Het vatten van de glasplaatjes

De glasplaatjes, waartussen de vloeistof wordt afgeschoven, worden bevestigd op een uitneembare boven- en ondercassette (frame); zie Figuur 3. Deze cassettes worden geplaatst in de bijbehorende sledes. Dit vereenvoudigt de toegankelijkheid en de uitwisselbaarheid van de glasplaatjes. Tevens geeft dit de mogelijkheid om in de toekomst, door het ontwikkelen van speciale cassettes, nog experimentele mogelijkheden aan de shear-cell toe te voegen, zoals een opnemer voor real-time shear-krachtmeting.



Figuur 3. De uitneembare cassettes waarop de glasplaatjes worden bevestigd.

Voor het bevestigen van de glasplaatjes moest met een aantal eisen rekening worden gehouden. Zo 'kijkt' de microscoop van onder naar boven en omdat de focusdiepte bij deze vergroting zeer beperkt is, moet het onderste glasplaatje zeer dun zijn (0,13 mm). De glasplaatjes moeten gemakkelijk kunnen worden vervangen door schone. Verder kunnen de te onderzoeken vloeistoffen allerhande vluchtige oplosmiddelen bevatten, die niet mogen weglekken. Dit alles beperkt de opspanmogelijkheden van de glasplaatjes sterk. Ze zijn zo dun dat ze onder geen enkele omstandigheid van zichzelf een submicrometer-vlakheid hebben. Derhalve moest een bevestigingsmethode worden gevonden waarbij de glasplaatjes hun vlakheid overnemen van een referentievlak.

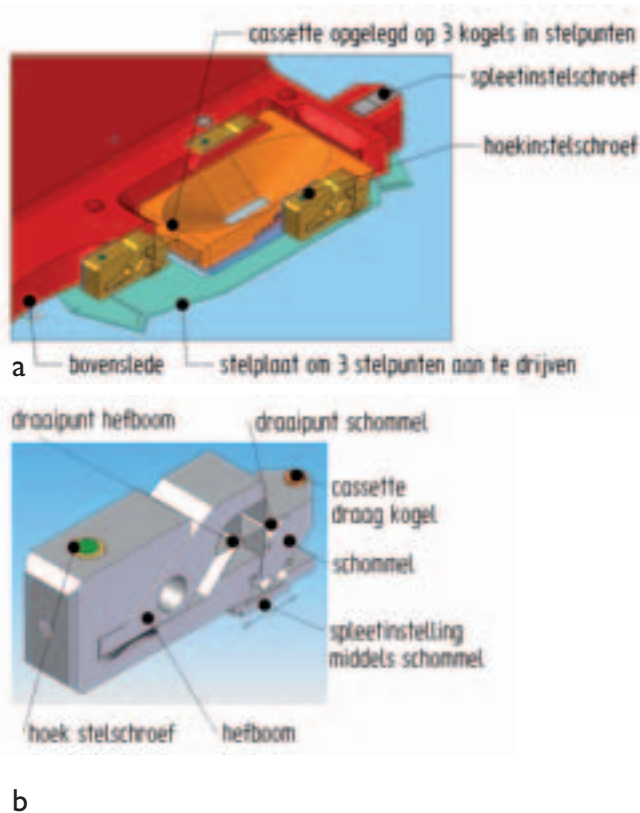
De oplossing is gevonden door de glasplaatjes aan de rand op een zachte papieren drager te verlijmen. In de drager zit een gat voor het objectief. De drager wordt verzadigd met epoxylijm, op de cassette gelegd en het glasplaatje er bovenop. Tijdens het uitharden wordt het glasplaatje met een planglas aangedrukt, zodat het de vlakheid van het planglas kan overnemen. De Newton-ringen die zichtbaar worden tussen het planglas en het glaasje geven meteen weer hoe vlak de verlijming gebeurt.

Het zachte papier met lijmlaster functioneert daarbij als een bed van veren die het glasplaatje gelijkmatig tegen het planglas drukken. Het papier biedt tevens ruimte om kleine vervuilingen op te nemen zonder dat dit meteen de vlakheid van het glas aantast. Verder voorkomt het papier geknoei met lijmlaster doseren. De verdeling van de lijmlaster is gelijkmatig en het werkt zeer hygiënisch. Het verwijderen van de glasplaatjes gebeurt door de cassette even boven 60 °C te verwarmen, waarna ze eenvoudig met een beitel kunnen worden losgestoken.

De shear-monsters bevatten oplosmiddelen. Zowel om ARBO-redenen als om uitdroging te voorkomen, zijn onderen bovencassette voorzien van een dampslot. Dat bestaat uit een in elkaar passende rand en groef die met vloeistof gevuld is. De viscositeit van de afdichtingsvloeistof is zo gering dat ze het experiment niet beïnvloedt.

### Uitlijning

Er zitten diktevariaties zowel in de lijmlagen als in de glasplaatjes zelf. Dit betekent dat elke cassette voor elk opgelegd glasplaatje opnieuw uitgelijnd moet worden om het glas evenwijdig aan de bewegingsas te krijgen. Ook moet de afstand tussen de glasplaatjes kunnen worden veranderd, zodat verschillende spleetbreedtes ingesteld kunnen worden. Dat betekent dat de drie oplegpunten op twee verschillende manieren moeten kunnen worden ingesteld:



Figuur 4. Oplegging van de cassette op de slede.

- (a) Drie kogels op stelpunten.
- (b) Hefboom voor de afstelling van een oplegkogel.



- Individuele verstelling van de oplegpunten voor het evenwijdig stellen aan de bewegingsas.
- Gelijktijdige verstelling van de drie oplegpunten om de onderlinge afstand (spleetgrootte) te kunnen instellen

Dit is gerealiseerd zoals in Figuur 4 is weergegeven. Elke cassette wordt op de bijbehorende slede afgesteund met drie kogels op drie stelpunten (Figuur 4a). In de stelpunten is een hefboom verwerkt; hiermee kan elke oplegkogel afzonderlijk worden afgesteld met een resolutie van circa 10 nm (Figuur 4b). Daarnaast kunnen de drie stelpunten met behulp van een horizontale plaat gelijktijdig een gemeenschappelijke verplaatsing op de drie kogels overbrengen. De schommel zet de horizontale verplaatsing van de plaat om naar een verticale die dient voor de instelling van de spleet tussen de glaasjes. De spleetinstelling heeft een slag van 0,2 mm. Dit is voldoende om de hele spleet in te kunnen stellen. Wel is vereist dat het lijmen van de glasplaatjes binnen vrij kleine marges kan worden uitgevoerd.

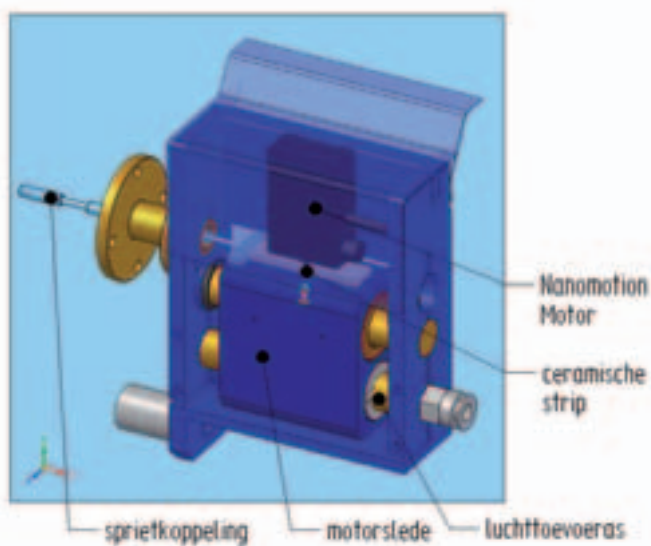
De stelpunten zijn met bladveerscharnieren geconstrueerd om speling- en hysteresevrij te zijn. Om bij de beperkte inbouwruimte voldoende stelweg te hebben en gelijktijdig voldoende stijf te zijn in de shear-richting, is gebruik

gemaakt van ‘sterveerscharnieren’. Deze bieden in een kleine ruimte de genoemde voordelen en zijn eenvoudig uit één stuk te maken door middel van draadvonken.

### Aandrijving

De eisen die aan de aandrijving en snelheidsregeling worden gesteld zijn hoog. De laagste snelheid is  $2,5 \mu\text{m/s}$  en de hoogste snelheid is 4.000 maal hoger. Tevens is het gewenst dat de snelheid met niet meer dan 2% varieert over het gehele bereik. De slag is met 15 mm vrij groot in verhouding tot de gewenste nauwkeurigheid. De Hippos wordt bedreven bij zowel een constante shear-snelheid als met een sinusvormig snelheidsprofiel.

Om snelheid te regelen wil men bij voorkeur een snelheidsopnemer in de regellus opnemen. Het is echter niet gelukt een opnemer te vinden die dit volledige snelheidsbereik met voldoende nauwkeurigheid aankan. Derhalve is voor een plaatsopnemer gekozen. Dit heeft tot gevolg dat de regelaar moet differentiëren, wat vertraging oplevert in de regellus. Om bij de lage snelheid geen last te hebben van ‘dither’ (het schokkerig reageren van de regelaar omdat de digitale positie signalen met te lage frequentie binnen komen) is voor een resolutie van 1 nm gekozen.



(a) Schematische weergave.



(b) Als aparte module buiten het hoofdframe van de shear-cell.

Figuur 5. De aandrijving met een piezo-motor.

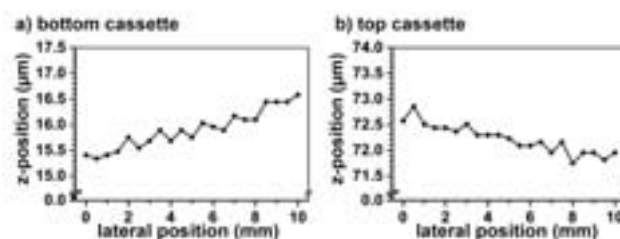
Heidenhain levert de LIP 372 linialen die met de gewenste resolutie en nauwkeurigheid werken. Bij de maximumsnelheid betekent dit een baudrate op de ingang van de regelaar van 1 MHz. Galil levert regelaars die zich in dit hele gebied goed gedragen.

De feitelijke aandrijving gebeurt met de piëzo-motoren van Nanomotion; zie Figuur 5a. Dit zijn motoren met resonerende piëzo-keramische stiften die over een keramische strip ‘lopen’. Deze motoren staan bekend om een zeer hoge (subnanometer) stapresolutie en een onbeperkte slag. Minder bekend is dat de verplaatsing van deze motoren bij lage snelheid onregelmatig was. Vermoedelijk kwamen de stiften dan niet meer los van de strip als gevolg van de geringe uitsturing en kreeg stick-slip de overhand. Recentelijk heeft Nanomotion dit ondervangen door de motoren anders aan te sturen met de nieuwe AB5 versterker. De hoogfrequente hamerfunctie die aan het standaardsignaal is toegevoegd verzekert dat ook bij de kleinste stap de stiften van de motor loskomen van de strip zodat altijd een stap wordt gemaakt in de gewenste richting. Het gedrag van de motoren bij zeer lage snelheid is hierdoor aanzienlijk verbeterd.

### Stoorkrachten

De aandrijving is als een aparte module vormgegeven en buiten het hoofdframe van de shear-cell geplaatst; zie Figuur 5b. De normaalkracht die de piëzomotor op de bijbehorende strip uitoefent is dusdanig hoog dat deze een aparte slede vereist. Via een dunne buigzame spriet wordt alleen druk- of trekkracht doorgegeven aan de slede van de shear-cell zodat er geen stoorkrachten op werken. Een andere stoorkracht zou veroorzaakt kunnen worden door de luchtslang die de voeding van de lagers in de sledes van de shear-cell verzorgt. Wanneer het ene uiteinde aan de slede zit en het andere uiteinde aan de vaste wereld, dan veroorzaakt het buigen van de slang een stoorkracht tijdens beweging van de slede.

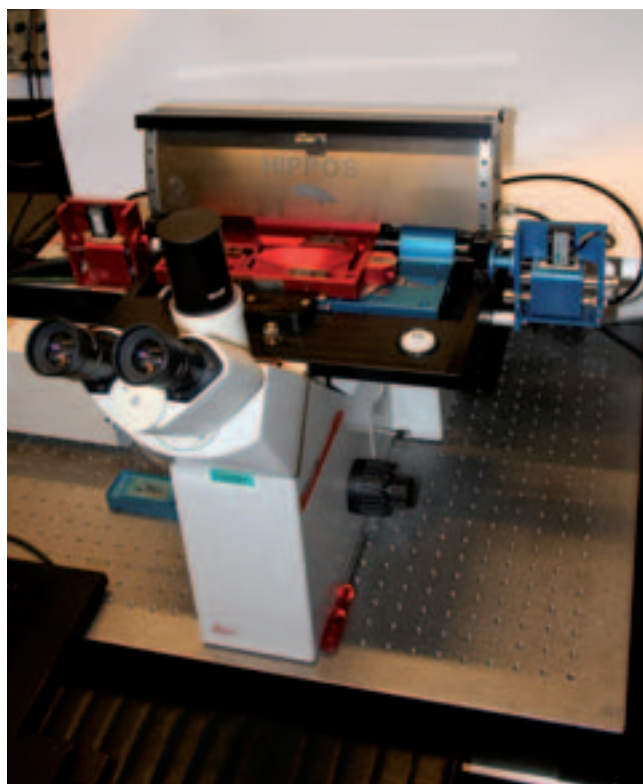
Dit is opgelost met hulp van de motorsledes. Een van de lucht-lagers van de motorslede is aangepast om door een holle lagersluis lucht naar de motorslede te voeren. Als een lager hebben daarmee de functie van een wrijvingsloos schuivende afdichting. Daarmee wordt druklucht van de vaste wereld naar de bewegende slede overgebracht. Met een slang vanaf de shear-cell-slede worden nu de lagers van de shear-cell gevoed. En omdat de snelheid van motorslede en shear-cell altijd gelijk is, is daarmee de stoorkracht van de luchtslang op de slede van de shear-cell verdwenen.



Figuur 6. Meting van de vlakheid van de glasplaatjes.

### Resultaten

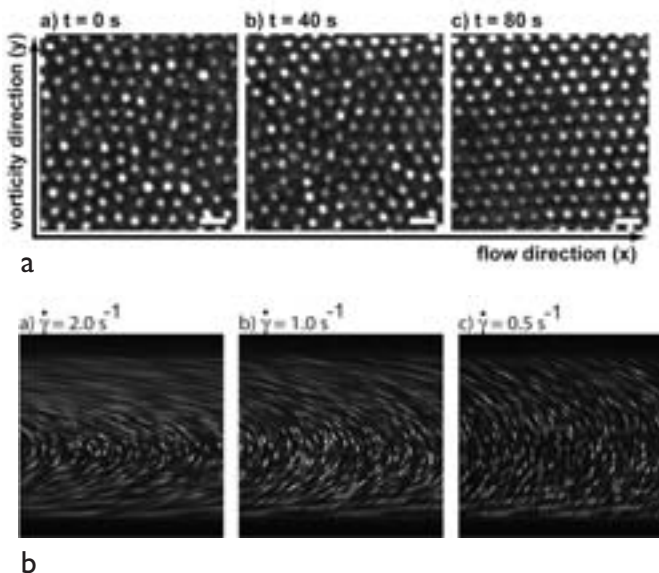
De Hippos is in twee fasen gebouwd. Als eerste zijn de sledes van de shear-cell met de lucht-lagering gebouwd om te zien of de rechtgeleiding aan de nauwkeurigheidseisen voldeed. Voor dat doel zijn speciale cassettes gemaakt die een planglas bevatten waarmee op de microscoop de rechtloop is



Figuur 7. De shear-cell op een microscoop.

gemeten. De meting werd als volgt gerealiseerd. Met de microscoop kan zeer precies de glas-luchtvergang van het planglas worden vastgesteld. Na het uitlijnen van de planglazen bleek de grootste afwijking van de sledes in het beeld van het objectief niet groter dan 40 nm.

Deze constatering was het startsein om de tweede, duurdere fase te realiseren, de aandrijving. Na inregeling van het geheel en een kleine aanpassing van de luchtdoorvoerende lagere bleek de aandrijving te werken over het hele gespecificeerde snelheidstraject. Het lukt om de glasplaatjes met een vlakheid van beter dan 1  $\mu\text{m}$  op te spannen zonder gebruik te hoeven maken van een cleanroom; zie Figuur 6. Hoewel dit een orde minder vlak is dan gewenst, blijken de microscoopbeelden van voldoende kwaliteit, vermoedelijk door de langolvige aard van deze fout. Dit betekende een grote stap vooruit. Met de scherpte van de verkregen beelden kunnen nieuwe analyses worden uitgevoerd en worden nieuwe tot nu toe onbekende verschijnselen waargenomen.



Figuur 8. Met behulp van de Hippos gemaakte microscoopafbeeldingen van een colloïdale vloeistof.

(a) Een afbeelding in het stilstaande vlak; men kijkt loodrecht op de verticale as. Bij  $t = 0$  s zijn de colloïden ongeordend en bij  $t = 80$  s zijn ze door de schuifstroom in een kristalvormig patroon komen te liggen. Het schaalstreepje komt overeen met 2 micrometer.

(b) Stroomingsprofielen bij verschillende afschuifsnellheden. Men kijkt in het horizontale vlak, loodrecht op de bewegingsrichting. De profielen zijn samengesteld uit proeven bij verschillende snelheden.

## Tot slot

Het werken met de shear-cell op de microscoop (zie Figuur 7) en het produceren van goede afbeeldingen heeft nog wel enige tijd gekost. De nauwkeurigheid waarmee dit apparaat werkt, vergt van de gebruiker een goed inzicht in waar hij mee bezig is. Zeker het prepareren van de glasplaatjes op de cassettes en het uitlijnen ervan is iets dat men in de vingers moet krijgen.

De afbeeldingen die ermee gemaakt worden zijn echter uniek; zie Figuur 8. Zo kan onder meer de vorming en smelt van de colloïd-kristallen worden gevolgd, de ordening van kristallen onder het afschuifregime en de sedimentatie van de colloïden op de glasplaatjes.

Het is erg prettig om met passieve middelen een hoge nauwkeurigheid te bereiken, omdat het de mechanische constructie aanzienlijk vereenvoudigt. Daardoor kan met twee één-assige aandrijvingen (meetsysteem, motor en regelaar) worden volstaan. De aanpak om de stijfheid van de geleidingen alleen door de sleden en de assen te laten realiseren heeft gewerkt en resulteert in een hoge nauwkeurigheid loodrecht op de bewegingsrichting over een lange slag van de slede. Ook het gewicht van de sledes is daardoor relatief gering gebleven.

## Auteursnoot

J.H.J. Brand, J.L.A. van Gemert en J. Verkerk zijn verbonden aan de groep Instrumentatie van de faculteit Bètawetenschappen van de Universiteit Utrecht.

Y.L. Wu, A. Imhof en A. van Blaaderen zijn onderzoekers bij het programma Soft Condensed Matter and Biophysics aan de faculteit Bètawetenschappen van de Universiteit Utrecht.

## Informatie

[www.science.uu.nl/instrumentatie](http://www.science.uu.nl/instrumentatie)