

Een elektronenluminescentie-apparaat

Prof. Dr. Ir. J. B. LE POOLE, Ir. A. B. BOK,
W. J. BOOGERD

TECHNISCH PHYSISCHE DIENST TNO-TH

Samenvatting

Het ontworpen elektronenluminescentie-apparaat is bestemd voor het waarnemen van de luminescentie van geologische preparaten, die door een bundel elektronen worden getroffen. Met een 30 kV miniatuur elektronenbron en een eveneens miniatuur elektromagnetische lens met afbuig- en stigmatorspoelen, wordt een elektronenbundel met een middellijn van 30 μm op het preparaat gericht. De as van het bestralingsstelsel maakt een hoek van 45° met de microscoopas. De röntgenstralen die ontstaan door de beschieting van het preparaat met elektronen, treden naar buiten door twee beryllium vensters. Het waarnemen van de luminescentie geschiedt met een optische microscoop, met vergrotingen: 90 x, 150 x en 300 x.

De microscoop is eveneens geschikt voor het waarnemen van de preparaten bij doorvallend of bij opvallend gepolariseerd licht.

Het met behulp van een vacuumkraan met drie kleppen, automatisch bediende vacuumsysteem maakt het mogelijk preparaten binnen 40 seconden te wisselen.

Summary

The electron luminescence apparatus is designed to observe the luminescence of geological specimens due to electron bombardment. A 30 kV miniaturized electron gun and electro-magnetic lens with deflector and stigmator coils provides a 30 μm spot on the specimen. The axis of the irradiating system is at 45 degrees with the microscope axis. X-rays produced as a result of electron bombardment of the specimen, can be taken off through two beryllium windows. Observation of the luminescence is done by an optical microscope with magnifications of 90 x, 150 x and 300 x.

This microscope is also suited for observation of the specimen in transmitted or reflected polarized light.

The vacuum system is automatized with a three piston vacuum-valve and enables specimen changing within 40 seconds.

Inleiding

Een elektronenbestraling van mineralogische of geologische preparaten heeft in vele gevallen tot gevolg een fotonenemissie in het zichtbare spectraalgebied. De kleur van dit licht blijkt een goede identificatiemogelijkheid voor deze preparaten te leveren.

Een analoog effect — hoewel meestal veel minder brillant — treedt op bij bestraling met ultraviolet licht bij sommige van deze preparaten. Verschillende mineralen reageren echter niet op zowel langgolvig als kortgolvig ultraviolet licht maar fluoresceren wel tijdens elektronenbestraling.

Elektronenluminescentie is reeds als nevenverschijnsel bekend bij gebruikers van zogenaamde „electron micro probe” analysatoren. Met het hier beschreven apparaat konden in mineralogische preparaten detailstructuren worden waargenomen, die niet met ultraviolette bestraling of gepolariseerde belichting waren te zien.

Bij het ontwerp van dit apparaat, dat speciaal bestemd is voor de elektronenluminescentie, werden de volgende richtlijnen aangehouden:

1. De elektronen afkomstig van een verhitte gloeidraad, dienen met behulp van een elektromagnetische lens op het preparaat te kunnen worden gefocusseerd, tot een bundel met een middellijn van 30 μm .
2. Het luminescentieverschijnsel moet met een optische microscoop bij verschillende vergrotingen (max. 300 x) kunnen worden waargenomen. Voor het verkrijgen van meer informatie dient

er een mogelijkheid te zijn, om het preparaat zowel in doorvallend als in opvallend gepolariseerd licht te bestuderen.

3. Om een meervoudige preparaathouder — een meer gecompliceerde en hierdoor relatief dure oplossing — te vermijden, moet het apparaat met een enkelvoudige houder worden uitgerust, terwijl het preparaat wisselen maximaal 35 sec mag duren.
4. De voor het preparaat karakteristieke röntgenstraling die ontstaat door het elektronenbombardement, moet indien wenselijk, kunnen worden geanalyseerd.

Op deze wijze is het mogelijk te bepalen welke elementen en in welk percentage, er binnen een preparaatgebiedje van 30 μm middellijn voorkomen. De door een beryllium venster uittredende röntgenstraling dient daartoe met een kristalspectrometer te worden onderzocht.

Elektronenoptiek

Om een normale elektronenoptische kolom met een groot gewicht te vermijden, zijn zowel de elektronenbron als de elektromagnetische lens in miniatuur vervaardigd.

De elektronenbron is als volgt geconstrueerd (zie fig. 1).

De penne van een standaard Philips 125 μm gloeidraad (1) worden door een steatiet drukstukje (2) tegen twee gerodineerde veren (3) gedrukt. De ge-

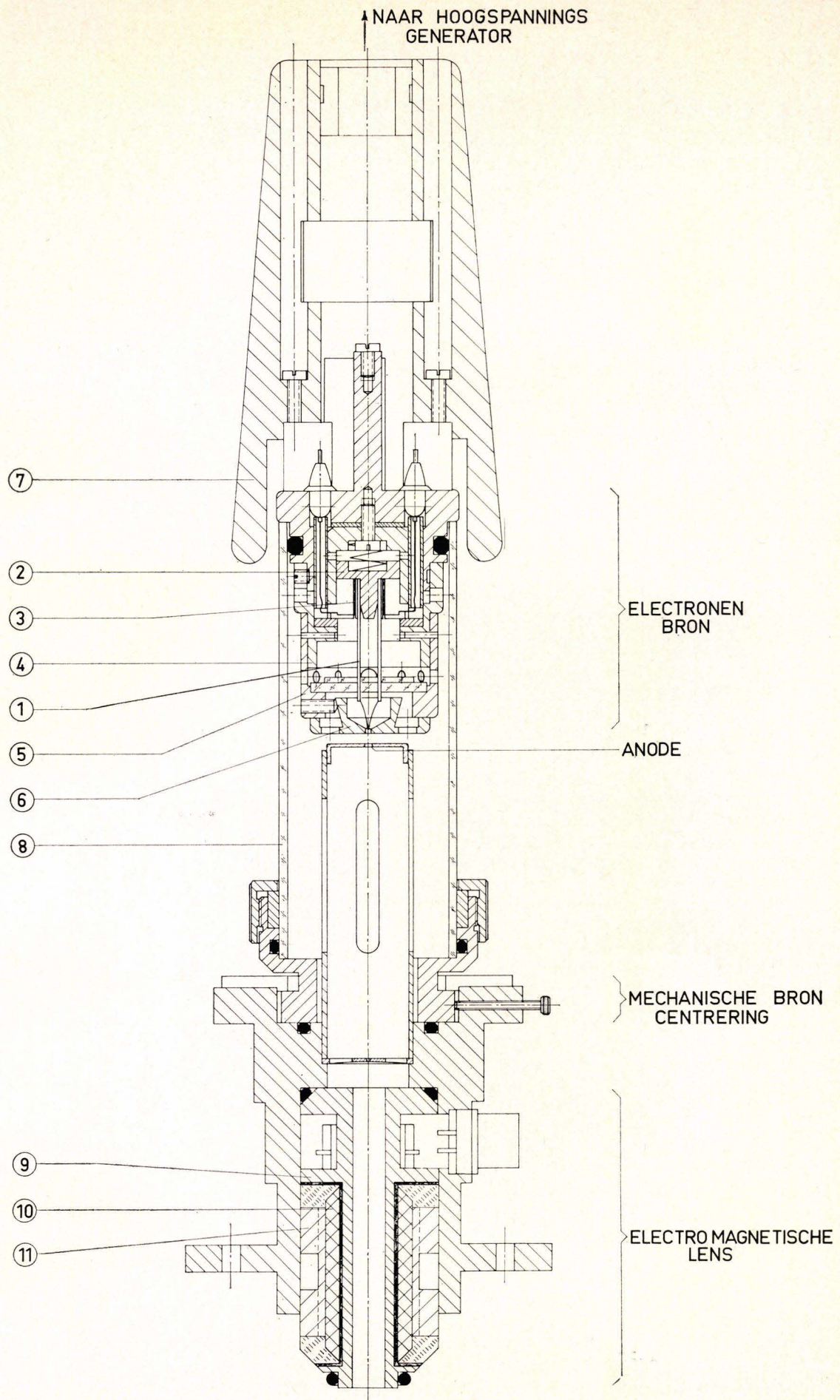


Fig. 1. Schema van het elektronenoptische gedeelte.

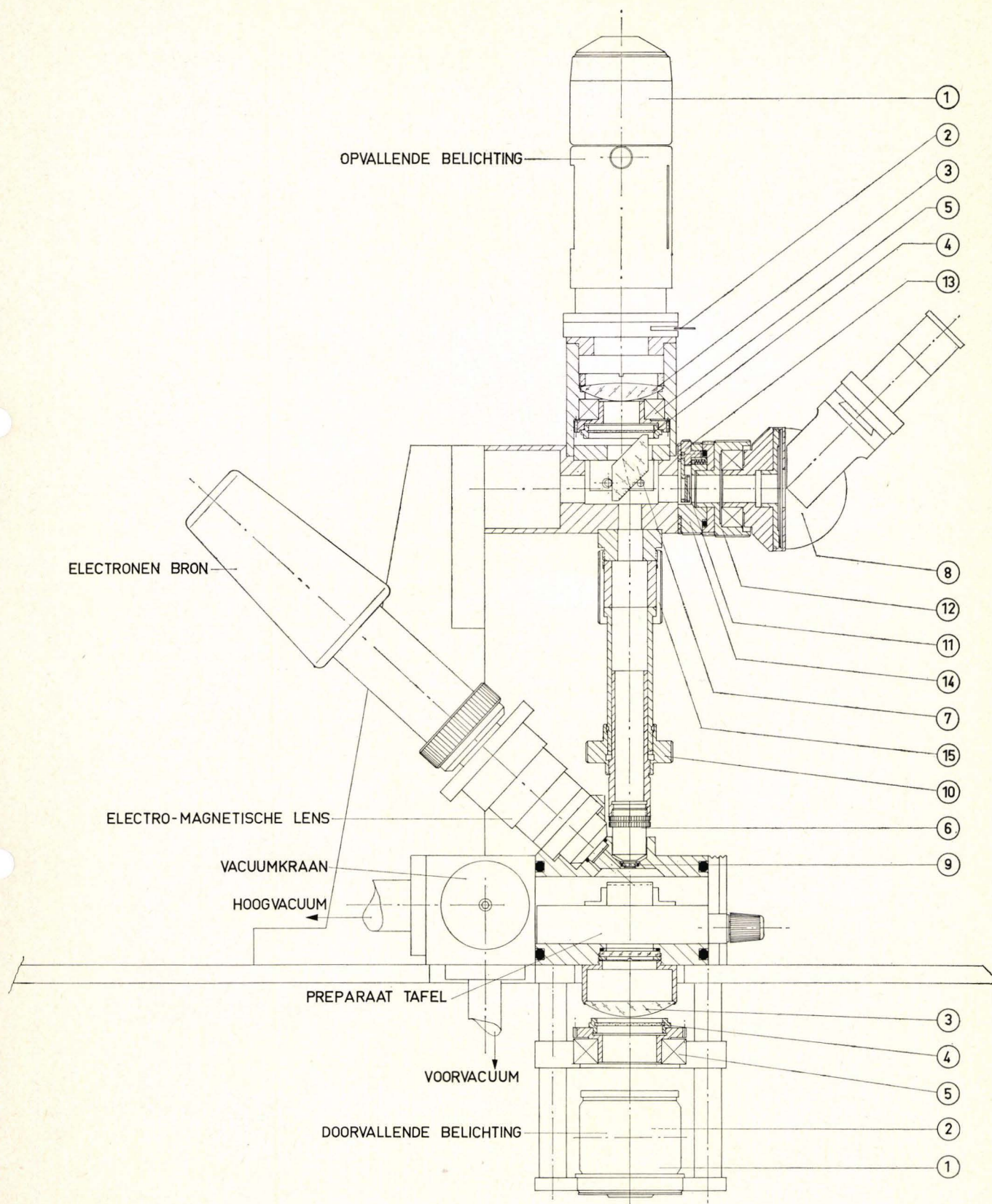


Fig. 2. Schema van het optische gedeelte.

perste glazen voet van de gloeidraad wordt door een roestvrij stalen kap (4) voorgecentreerd in de zitting van mantel (5). De wehneltdop (6) kan met behulp van drie schroeven, rond de gloeidraadpunt worden nagecentreerd. De gehele bron is gemonteerd in een araldiet kap (7), waarin tevens de aansluitingen voor de hoogspanning en voor de gloeidraadvoeding zijn ondergebracht. Via gaten in de araldiet kap kan de bron door natuurlijke lucht-circulatie worden gekoeld. De bron wordt door een 8 cm lange buis (8) van pyrexglas geïsoleerd van de gearde delen.

De elektromagnetische lens bestaat uit een messing spoellichaam (9) met daar omheen zestien regelmatig gewikkelde lagen (10). Op de kern van het spoellichaam is een schroefdraad gesneden met een spoed gelijk aan de draadmiddellijn. De eerste laag windingen is in de schroefdraad gelegd, terwijl de volgende vijftien lagen sporend op de eerste laag en steeds in dezelfde richting zijn gewikkeld.

De verbindingsdraden tussen de in serie geschakelde lagen zijn teruggevoerd in zestien gelijkmatig over de omtrek verdeelde groeven, die in twee messing schalen (11) zijn gefreesd. Met deze wikkelmethode bereikt men een maximum aan rotatiesymmetrie en een hoge vulfactor. De resterende afwijkingen van de rotatiesymmetrie, die aanleiding geven tot astigmatische beeldfouten, kunnen worden gecorrigeerd door twee over 45° verschoven stigmatorspoelen.

Bovendien is de lens voorzien van een stel X-Y-afbuigspoelen opdat het snijpunt van de elektronen-optische en de optische as — beide assen sluiten een hoek van ongeveer 45° in — precies in het vlak van het preparaat ligt.¹⁾

De met lucht geïsoleerde 30 kV hoogspanningsinstallatie is van het cascadetype met selenium gelijkrichtcellen en bijbehorende condensatoren. De straalstroom van de elektronenbron kan worden geregeld door variatie van de kathodeweerstand. De gehele hoogspanningvoeding is ondergebracht in een bak van kunststof (pvc) van 47 x 34 x 13 cm.

Lichtoptiek

Beide verlichtingssystemen (zie fig. 2) zowel voor opvallend als voor doorvallend licht, bestaan uit een lichtbron (1) met diafragma (2), een condensorlens (3) en een polarisatiefilter (4), gemonteerd op een naaldlager (5). De afbeelding van het preparaat wordt verkregen door middel van een objectief (6) ($N.A. = 0,25$), een $\pm 80\%$ reflecterend prisma (7) en een binoculair (8). Eindvergrotingen van 90 x, 150 x en 300 x zijn mogelijk met resp. 6 x 10 x en 20 x oculairen.

De vrije objectafstand van het objectief — 11 mm — is groot gekozen, opdat het objectief door een glazen venster (9) van de vacuümruimte gescheiden kan blijven; hierdoor kan een standaard handelsobjectief worden gebruikt. De glazen vensters — middellijn 8,5 mm — kunnen gemakkelijk worden verwisseld, indien zij vervuild raken door dam-

pen, die bij elektronenfocussing op het preparaat ontstaan.

De scherpstelling geschiedt door het axiaal verplaatsen van het objectief met wartel (10).

Opvallend of doorvallend gepolariseerd licht kan worden geanalyseerd met een analysator (11) gemonteerd voor het binoculair. Daar het preparaat zich hier in het vacuüm bevindt, worden beide polarisatoren en analysatoren gedraaid, in plaats van een preparaatrotatie zoals in een normaal polarisatiemicroscop gebruikelijk is. Het roteren van een preparaat om de optische as in vacuüm, waarbij ondanks de translatie deze draaiingsas op zijn plaats moet blijven, zou een gecompliceerde mechanische constructie vereisen. Bij draaiing van het kartelwiel (12) worden alle polarisatiefilters via een tandwiel- en kabelkoppeling gelijktijdig in de goede richtingen gedraaid.

Gedurende de observatie van het luminescentiever-schijnsel wordt de analysator uit de bundel geklapt, om onnodige lichtabsorptie te voorkomen. Bij reflectie van lineair gepolariseerd licht aan een niet 100% reflecterend oppervlak zoals dat van prisma (7), zal het licht gedeeltelijk elliptisch worden gepolariseerd. Dit laatste betekent, dat de uitdooving van het gereflecteerde licht door de analysator niet volledig kan zijn. Doordat het reflecterend vermogen van het prisma groot is gekozen — in dit geval 80% — blijkt het effect van niet volledige uitdoving niet hinderlijk te zijn.

Het mechanische en het vacuümgedeelte

De kruistafel is geschikt voor preparaten ingegoten in kunststofblokjes (doorsnede 25 mm, lengte ca. 17 mm), bij gebruik van opvallende belichting en voor preparaatglasjes (76 x 26 mm) waarop zgn. „dünn-schliffe” worden gemonteerd, bij doorvallende belichting.

De maximale preparaatverplaatsing van uit de optische as bedraagt in alle richtingen 13 mm. De gehele preparaatkruistafel schuift als een lade in de preparaatkamer, die uit één massief stuk brons is gemaakt. Uitsparingen voor uittredende röntgenstralen onder hoeken van 15° met het preparaatvlak, en voor de objectieflens met het glazen venster, zijn in de preparaatkamer aangebracht. De gehele optische kolom rust, via een aluminium juk met steunen aan weerszijden van de preparaatkamer, op een aluminium basisplaat.

De voorvacuüm- en de hoogvacuümklep zijn gecombineerd tot een vacuümkraan (zie fig. 3), bestaande uit een as (3) met drie onderling gefixeerde zuigers (1), heen en weer bewegend in een roestvrij stalen huis, en voorzien van een vacuümafdichting met O-ringen. Door de as met de zuigers te bewegen, kan het gehele vacuümprogramma worden doorlopen. De as met de zuigers wordt daartoe aangedreven door een excentriek (4) en een motor. Aan de arm (5) van de excentriek is een kogellager (6) gemonteerd, dat past in een gebogen, in de as gefreesde baan. De lengte van de excentriekarm en de kromtestraal van de spiebaan, zijn bepalend voor de verhouding van de tijden, nodig voor het bewegen van de zuigers van links naar rechts v.v. Voor het bereiken van een korte evacuerings tijd is het volume van de preparaatkamer beperkt tot minder

1) Miniature lens, J. B. Le Poole. 3rd European Conference Electron Microscopy, Prague 1964.

Miniature lens, J. B. Le Poole. Conference unconventional Electron Microscopy, Cambridge 1965.

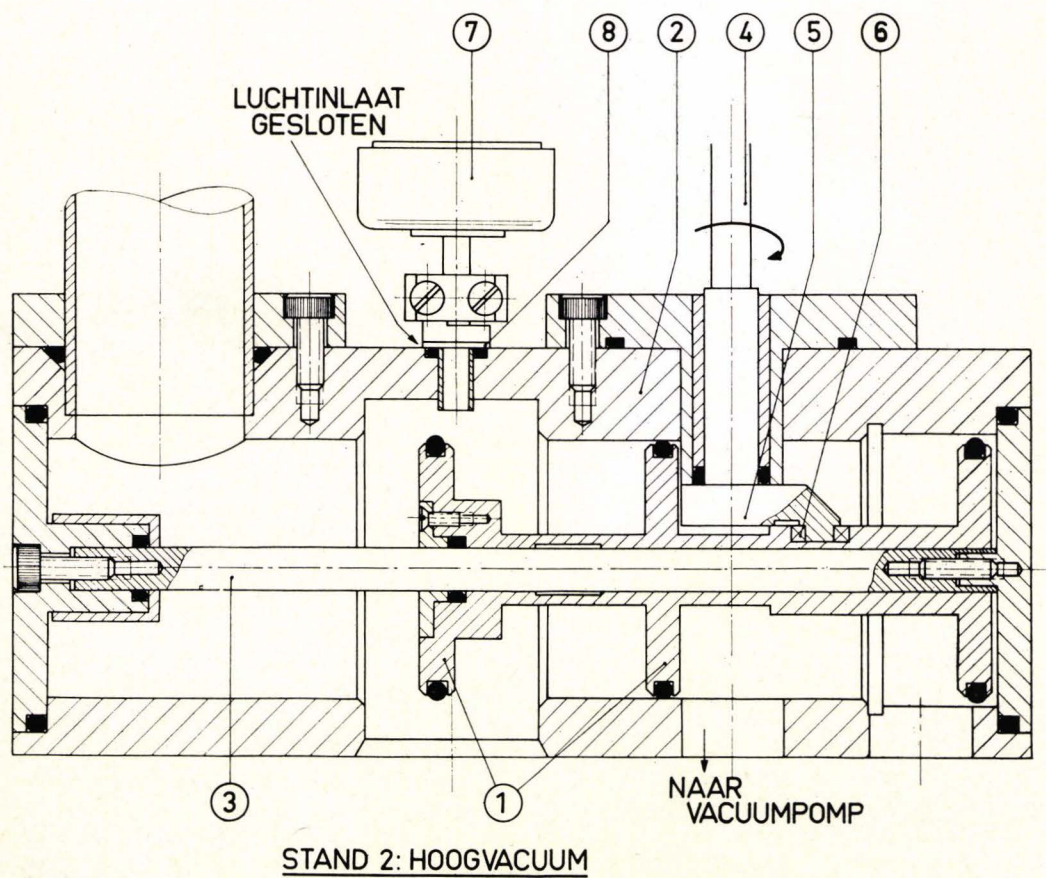
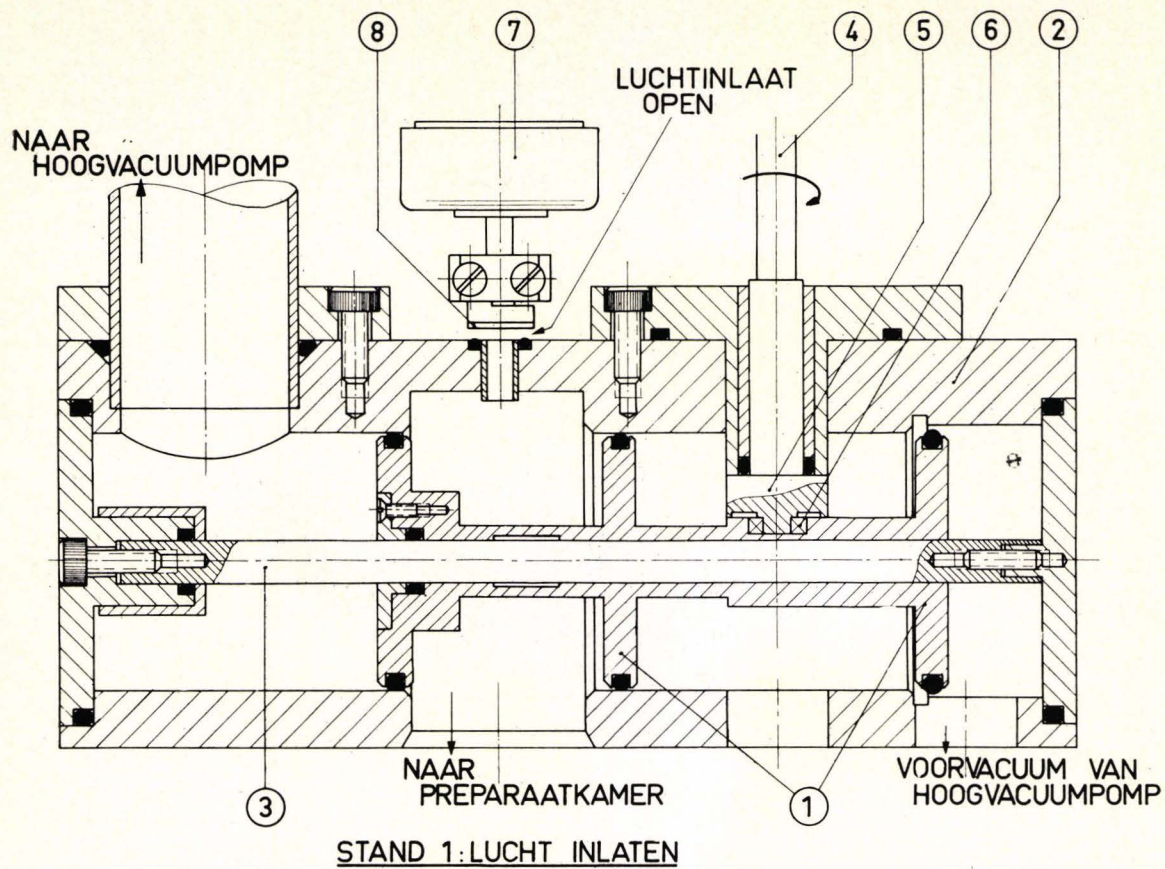


Fig. 3. Schema van de vacuümkraan.

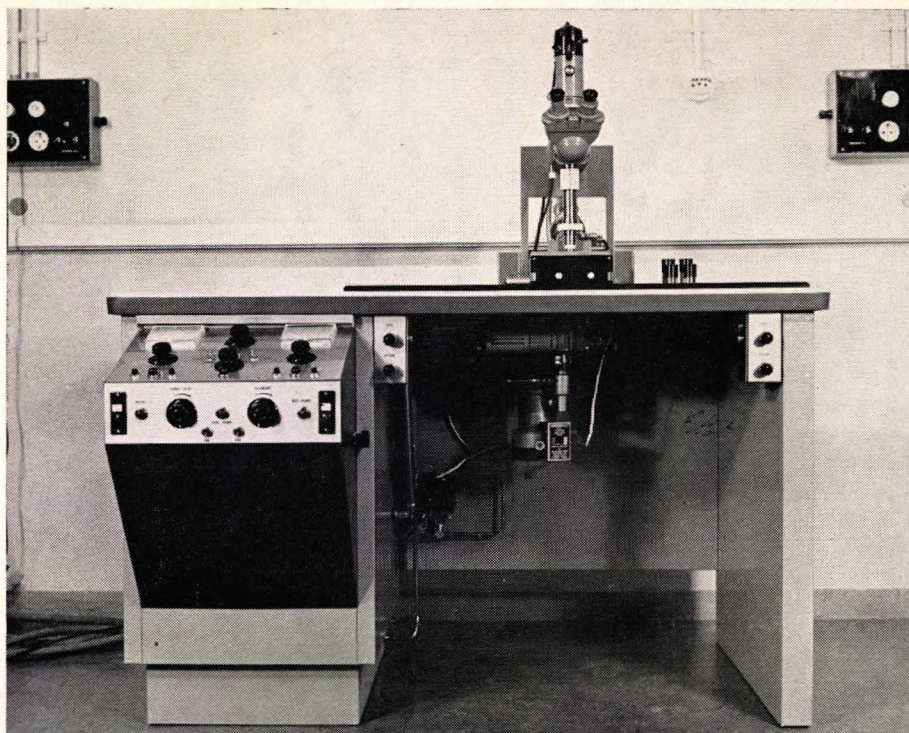


Fig. 4. Het elektronenluminiscentie-apparaat.

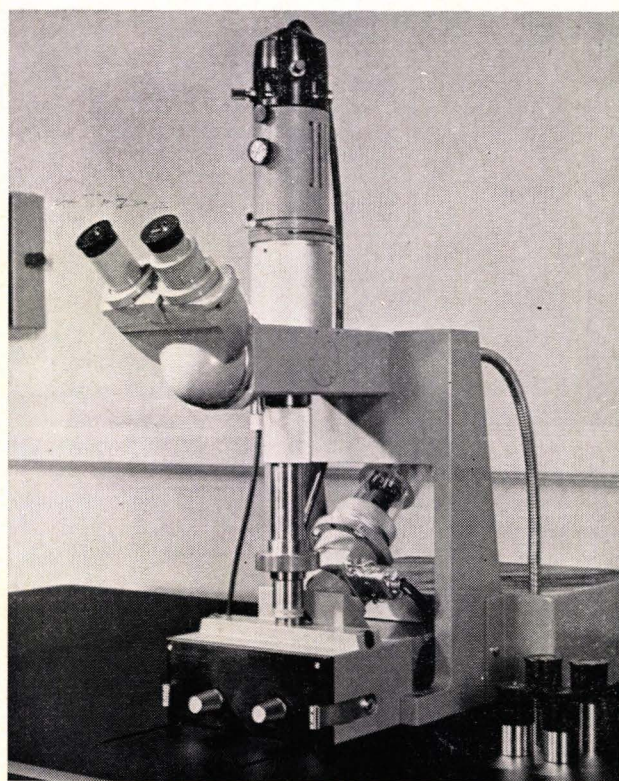


Fig. 5. Detail van de bovenbouw.

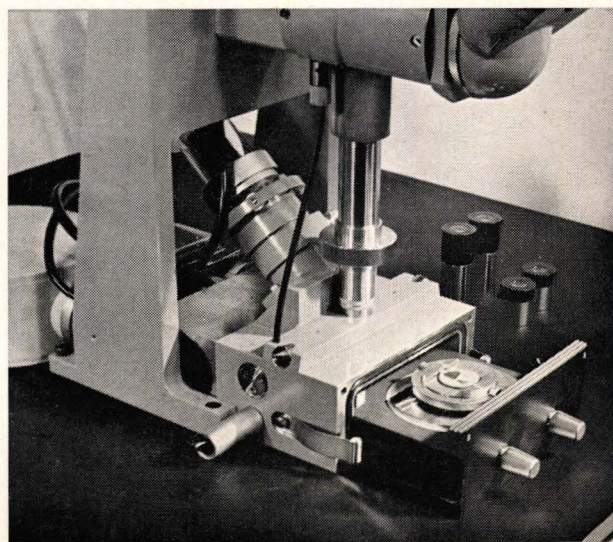


Fig. 6. Geopende lade van de vacuumkamer, met preparaat-tafel.

dan 1 dm³. Bij gebruik van een voorvacuumpomp met een pompsnelheid van 35 l/min en van een hoogvacuumpomp met een pompsnelheid van 150 l/sec, voorzien van een watergekoelde olievanger, bedraagt de pomptijd van atmosferische druk naar 10⁻⁴ mm kwik, ca. 35 sec. De benodigde tijd van hoogvacuum naar atmosferische druk, inclusief lucht inlaten, is ca. 12 sec.

Het lucht inlaten gebeurt elektrisch, met behulp van een solenoïde (7), die bij bekrachtiging een plaatje (8) uit een O-ringzitting trekt. De gehele bediening van de vacuümkraan en de pompen gaat via twee drukknoppen, overeenkomende met de werk- en de ruststand. Tijdens de beweging van ruststand naar werkstand, wordt het vacuüm gecontroleerd door een pirani-meetcel met bijbehorende relaïsschakeling. In geval van lekkage of van slecht functioneren van de voorvacuumpomp, wordt verhinderd dat de hoogvacuumpomp in verbinding komt met de preparaatkamer.

Het in- en uitschakelen van de elektrisch bediende luchtinlaat en van de drukcontrole-schakeling wordt verzorgd door een nokkenschijf met microschakelaars, gemonteerd op de motoras. Verder is de

hoogvacuumpomp beveiligd tegen het uitvallen van de waterkoeling en wordt de hoogspanning door middel van een maximaal-relais uitgeschakeld bij elektrische doorslag. Een drukkcontact maakt het onmogelijk te pompen, indien de preparaatkamer niet wordt afgesloten door de preparaattefel. Ongeveer 20 minuten na het uitschakelen van de beide pompen wordt door een vertragsrelais de spanning over de elektromagnetisch bediende waterkraan verbroken. Dit betekent dat na het uitschakelen van de apparatuur, de hoogvacuumpomp nog 20 minuten wordt nagekoeld.

De gehele apparatuur is gemonteerd op en in een standaard schrijfbureau. In de kast hiervan zijn ondergebracht de hoogspanninggenerator, de transformatoren, relaïsschakelingen, lensvoeding en, op trillingdempers, de voorvacuumpomp. Deze ruimte wordt afgesloten door het bedieningspaneel. De waarde van de hoogspanning en van de straalstroom kunnen op meters worden afgelezen. Aan weerszijden van de preparaatkamer van de microscop is rekening gehouden met de plaatsing van twee kristalspectrometers, voor het meten van de karakteristieke röntgenstraling.