



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

NÁVRH DRŽÁKU VZORKŮ S ELEKTRICKÝMI KONTAKTY PRO UHV SEM/SPM

DESIGN OF A SAMPLE HOLDER WITH ELECTRICAL CONTACTS FOR UHV SEM/SPM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Vojtěch Krutil

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

BRNO 2018



Tato bakalářská práce byla vypracována na
Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i.

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Urban, Ph.D.

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Vojtěch Krutil**
Studijní program: Strojirenství
Studijní obor: Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Pavel Urban, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Návrh držáku vzorků s elektrickými kontakty pro UHV SEM/SPM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Téma je zaměřeno na návrh držáku vzorků pro UHV SEM/SPM mikroskop, který je vyvíjen v rámci projektu AMISPEC, Centra kompetence TAČR. Mikroskop bude sloužit pro přípravu a charakterizaci vzorků nanostruktur v širokém rozsahu pracovních teplot 20 K až 700 K. Mikroskop musí umožňovat vkládání a transport vzorků v podmínkách UHV a provedení měření elektrických vlastností vytvořených nanostruktur. Pro tyto účely je třeba navrhnout držák vzorků s elektrickými kontakty, do kterého bude zakládána transportní paletka se vzorkem, kterou je rovněž nutné navrhnout a vybavit odpovídajícími elektrickými kontakty. Transportní paletku je třeba osadit také odporovým teplotním snímačem a topným tělesem. Držák vzorků bude navržen pro instalaci do vymezeného zástavbového prostoru analytické UHV komory mikroskopu, kde bude instalován na piezoelektrickém skeneru SPM mikroskopu. Maximální dovolené mechanické zatížení při zakládání paletky do držáku vzorků je omezeno typem použitého skeneru na 10 N.

Cíle bakalářské práce:

1. Provedení rešeršní studie v současnosti používaných nosičů vzorků s elektrickými kontakty pro UHV.
2. Konstrukční návrh držáku vzorků a transportní paletky umožňující ohřev, chlazení a měření elektrických vlastností vzorků a teploty paletky v omezeném rozsahu 20 K až 300 K.
3. Provedení testovacích měření s cílem ověřit funkčnost držáku vzorku.
4. Návrh úprav držáku vzorků pro použití za vysokých teplot až do 700 K.

Seznam doporučené literatury:

VOŇKA, J. Materials and their application in low temperature parts of STM microscope, bakalářská práce, FSI VUT Brno 2011.

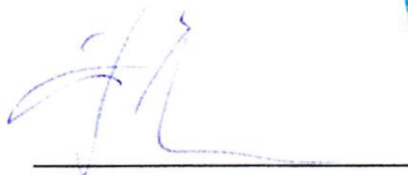
JELÍNEK, J., MÁLEK, Z. Kryogenní technika, SNTL 1982.

EKIN, J. W. Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements, Oxford University Press 2006.

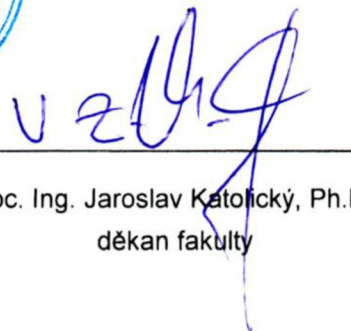
BARRON, R. F. Cryogenic Heat Transfer, Taylor & Francis 1999.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.

V Brně, dne 31. 10. 2017



prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
ředitel ústavu



doc. Ing. Jaroslav Katoňický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Práce se zabývá návrhem držáku vzorku s elektrickými kontakty pro UHV SEM/SMP mikroskop, který bude pracovat za nízkých teplot (20 K – 300 K). Nově navržený držák vzorku je vybaven deseti odpruženými kontakty pro elektrické spojení transportní paletky se vzorkem, která bude osazena teplotním snímačem a topným elementem. Dvě čtveřice kontaktů jsou vyhrazeny pro vzorek a teplotní snímač, zbývající dvojice pro topný element. Z provedené rešeršní studie komerčně dostupných držáků vzorků vyplývá, že držáky pro uvažované použití nejsou na trhu dostupné. Při nízkoteplotních testech nově navrženého držáku vzorků ve zkušební vakuové komoře s průtokovým systémem chlazení, byla dosažena mezní teplota držáku 24 K při teplotě okolí 300 K. Funkce kontaktů byla úspěšně ověřena měřením přechodového elektrického odporu na spoji pevné a odpružené části kontaktů. Dále byl proveden návrh úprav držáku vzorků pro použití za vysokých teplot (300 K – 700 K).

Klíčová slova

Držák vzorku, UHV SEM/SPM mikroskop, tepelně izolační podložka, chlazený držák vzorku, braid

ABSTRACT

The presented thesis focuses on designing a sample holder for an UHV SEM/SPM microscope suitable for using in low temperature (20 K - 300 K) applications. This newly designed sample holder is equipped with ten spring-loaded contacts for electrical connection of a transport pallet to the sample holder, which will be equipped with a temperature sensor and a heating element. Two quadruples of contacts are reserved for the sample and the temperature sensor and the remaining pair for the heating element. A thorough research study of commercially available sample holders indicates that the holders for the intended use are not available on the market. In the low-temperature tests of the newly designed sample holder, the limit temperature of the 24 K was reached in a test vacuum chamber with a flow cooling system. The ambient temperature was 300 K. The contact function was successfully verified by measuring the transient electrical resistance at the fixed and the spring contact sections. Additionally, a modification of the sample holder for high temperature (300 K - 700 K) was suggested.

Key words

Sample holder, UHV SEM/SPM microscope, thermal insulation pad, cooled sample holder, braid

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

KRUTIL, V. *Návrh držáku vzorků s elektrickými kontakty pro UHV SEM/SPM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 38 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Pavel Urban, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma **Návrh držáku vzorků s elektrickými kontakty pro UHV SEM/SPM** vypracoval(a) samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

.....
Datum

.....
Jméno a příjmení

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto svému vedoucímu Ing. Pavlu Urbanovi, Ph.D. za odborný dozor a pomoc při psaní této práce.

V Ústavu přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. a v jeho vědecké skupině Kryogenika a supravodivost jsem našel vstřícné a podnětné prostředí k vypracování mé bakalářské práce.

Zvláštní poděkování patří pracovníkům Střediska technických služeb ústavu, kteří vyráběli jednotlivé díly držáku vzorku a skupině Speciálních technologií, kteří se podíleli na výrobě topného elementu.

Děkuji také své rodině za podporu po celou dobu svého studia a velký dík patří také Míši.

podpis

OBSAH

ÚVOD.....	1
1 TEORETICKÝ ÚVOD.....	3
1.1 Mechanismy přenosu tepla.....	3
1.1.1 Přenos tepla zářením.....	3
1.1.2 Přenos tepla vedením.....	6
1.1.3 Kombinace tepelných toků.....	8
1.2 Optimalizace délky elektrických vodičů.....	10
1.3 Pružné elektrické kontakty.....	11
1.4 Výběr materiálu pro UHV.....	12
2 REŠERŠE.....	13
2.1.1 PTS 1000 RES/C.....	13
2.1.2 Scienta Omicron.....	13
2.1.3 RECOMEC13.....	14
3 KONSTRUKČNÍ NÁVRH.....	15
3.1 Zástavbový prostor.....	15
3.2 Držák vzorku (20 K – 300 K).....	16
3.3 Držák paletky.....	18
3.4 Držák elektrických kontaktů.....	20
3.5 Testovací paletka.....	22
3.6 Topný element.....	24
4 VÝPOČET TEPELNÝCH TOKŮ.....	25
4.1.1 Návrh braidu.....	26
5 PROVEDENÍ TESTOVACÍCH MĚŘENÍ.....	27
6 DRŽÁK VZORKU (300 K – 700 K) – NÁVRH ÚPRAV.....	30
ZÁVĚR.....	31
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	32
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	34
SEZNAM OBRÁZKŮ.....	35
SEZNAM TABULEK.....	36
SEZNAM PŘÍLOH.....	37

ÚVOD

Vysoké učení technické v Brně ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky Akademie věd České republiky (dále jen ÚPT) a firmou TESCAN ORSAY HOLDING a.s. vyvíjejí prototyp kombinovaného ultravakuového elektronového mikroskopu spojeného s rastrovací sondovou mikroskopií (UHV SEM/SPM), který bude sloužit pro přípravu a analýzu povrchů a nanostruktur v širokém rozsahu teplot (20 K – 700 K).

Spojení SEM s SPM využívá kombinace vlastností obou metod. SEM je relativně rychlá metoda pro získání přehledu o morfologii vzorku, zatímco SPM jsou velice přesné, ale pomalé metody pro detailní zkoumání topografie vzorku. Kombinace těchto metod tedy spočívá v lokalizaci vhodného místa pomocí SEM a následné 3D analýze s velkým rozlišením pomocí SPM [1].

Tato práce se zabývá návrhem a ověřením funkčnosti držáku vzorku pro UHV SEM/SPM, schematicky znázorněného na Obr. 0.1, který bude v celém teplotním rozsahu 20 K – 700 K umožňovat elektrické kontaktování vzorku pomocí 10 kontaktů na vyjímatelné paletce. Čtyři kontakty slouží pro elektrické kontaktování vzorku, další čtyři pro kontaktování teplotního snímače a dva kontakty pro kontaktování topného elementu.

Kvůli nutnosti tepelné izolace nosiče vzorků od piezokeramického skeneru SPM mikroskopu byla vyvinuta tepelně-izolační podložka InBallPad (dále jen IBP). Ta se vyznačuje svou velmi efektivní izolační schopností, změřenou v práci [2] a vysokou mechanickou tuhostí, která je srovnatelná s tuhostí piezokeramického skeneru. Podložka IBP je složena ze dvou desek ze slitiny Ti, které jsou vzájemně odděleny kuličkovými podpěrami z taveného křemene s velkým tepelným odporem [3]. Horní deska slouží k instalaci nosiče vzorků s proměnnou pracovní teplotou (20 K – 700 K), zatímco spodní deska slouží k mechanickému uchycení ke skeneru SPM mikroskopu, který je držen pomocí ukotvení braidem¹ na přibližně pokojové teplotě (~300 K).

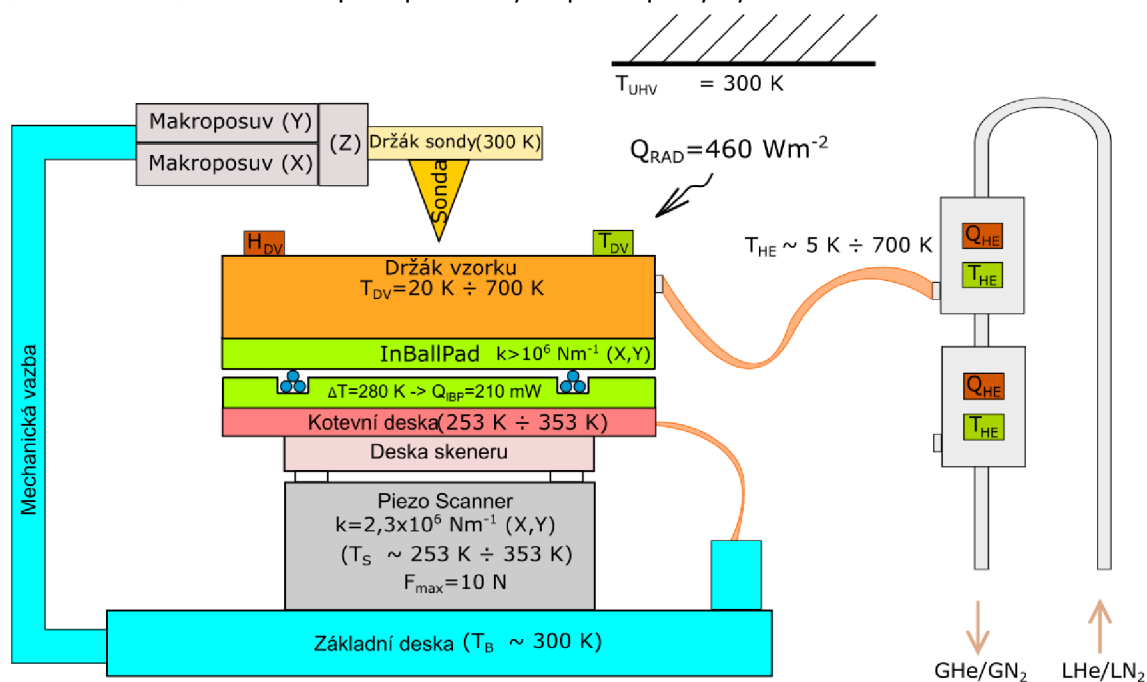
Pro dosažení nízkých teplot bude využit LHe/LN₂² průtokový kryostat, vyvinutý pro tento účel v ÚPT. Kryostat umožňuje připojení k zásobníku s kryogenní kapalinou (Dewarově nádobě) prostřednictvím nízkoztrátového přepouštěče. Tekutý dusík (LN₂) je možné použít pro teploty do 80 K a tekuté helium (LHe) pro teploty nižší než 80 K. Kryostat je složen ze dvou sériově řazených tepelných výměníků, propojených s chlazenými částmi pomocí braidů, které minimalizují přenos vibrací z výměníku, které by negativně ovlivnily rozlišení mikroskopu. Konstrukce kryostatu je podrobně popsána v diplomové práci [4].

¹ Braid je zde svazek tenkých, vysoce tepelně vodivých, měděných vláken

² LHe – z anglického Liquid Helium, LN₂ – z anglického Liquid Nitrogen

Držák vzorku spolu s podložkou IBP má vymezený zástavbový prostor o rozměrech 32x30x18 mm, který je dán konstrukcí mikroskopu. Dalším limitujícím požadavkem je, aby síla při zakládání/vyjímání paletky nepřesáhla 10 N, což je omezení piezokeramického skeneru.

Tato práce se věnuje návrhu a testům držáku pro nízké teploty (20 K - 300 K) a návrhu úprav potřebných pro teploty vysoké (300 K – 700 K).



Obr. 0.1 Schematické znázornění výchozího stavu konfigurace SPM mikroskopu se zjednodušeným zobrazením navrhovaného držáku vzorku s uvedeným rozsahem teplot a základních parametrů

Rozbor celé problematiky návrhu je po teoretické stránce popsán v kapitole č. 1, která popisuje mechanismy vedení tepla a návrh pružných elektrických kontaktů. V kapitole č. 2 je vypracována rešerše komerčně dostupných držáků vzorku s elektrickými kontakty. V kapitole č. 3 je popsán konstrukční návrh držáku, včetně funkce jednotlivých komponent. Kapitola č. 4. se zabývá výpočty tepelných toků, které jsou potřebné pro návrh celého držáku, a především braidu a topného elementu Kapitola č. 5 je poté věnována testování již vyrobeného držáku, posouzení jeho vlastností a ty jsou poté reflektovány v kapitole č. 6, která se věnuje budoucím úpravám pro použití za vysokých teplot.

1 TEORETICKÝ ÚVOD

1.1 Mechanismy přenosu tepla

Na přenosu tepla v navrhované systému držáku vzorku v UHV SEM/SPM komoře se uplatňují pouze dvě složky, a to přenos tepla kondukcí (vedením) a radiací (tepelným zářením). Jelikož bude držák provozován v prostředí UHV, je možné přenos tepla vedením zbytkovým plynem v UHV zanedbat.

Při stanovení celkové bilance tepelných toků je nutné uvažovat všechny tepelné příspěvky, tedy že na každou část systému působí jak kondukce, tak i radiace.

1.1.1 Přenos tepla zářením

Tepelné záření na obklopené těleso

Intenzitu záření Φ_B z povrchu komory vystihuje Obr. 1.1, kdy lze v uzavřeném prostoru komory UHV SEM/SPM mikroskopu pokládat intenzitu záření povrchu komory za intenzitu záření černého tělesa bez ohledu na materiál stěn komory [5]. Intenzitu záření komory v tomto případě udává Stefanův—Boltzmannův zákon – vyjádřený rovnicí (1.1).

$$\Phi_B(T) = \sigma T^4, \quad (1.1)$$

kde σ je Stefanova-Boltzmannova konstanta $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$ a T je absolutní teplota tělesa.

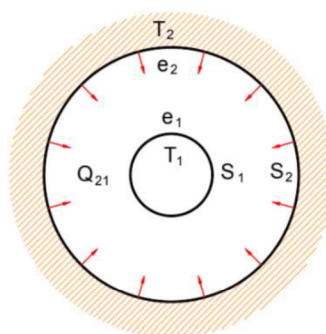
Příklady hodnot celkové intenzity záření na m^2 plochy pro různé teploty zářícího černého tělesa jsou uvedeny v tabulce 1.1.

Tab. 1.1 Hodnoty intenzity záření černého tělesa v závislosti na teplotě [6]

T	[K]	300	77	20	4
Φ_B	[Wm^{-2}]	460	1,99	9,1E-3	1,45E-8

Výsledný tepelný tok Q_{12} mezi teplým povrchem 2 o ploše S_2 , teplotě T_2 obklopujícím přijímací chladný povrch 1 o ploše S_1 , teplotě T_1 , kde platí, že $T_1 < T_2$, je pro případ soustředných koulí a válců, schematicky znázorněných na Obr. 1.1, dán vztahem (1.2), kde $S_{21} \approx S_1$ platí pro většinu případů, kdy těleso s povrchem S_2 obklopuje těleso s povrchem S_1 . Vzájemná emisivita E_{21} je dána vztahem (1.3), kde e_1 a e_2 jsou součinitelé záření (emisivity) povrchů 2 a 1. Na Obr. 1.2 je graf emisivity v závislosti na teplotě pro vybrané materiály.

$$Q_{21} = \sigma E_{12} S_{21} (T_2^4 - T_1^4) \quad (1.2)$$



Obr. 1.1 Schematické znázornění tepelného záření na držák vzorku v komoře UHV
Převzato z [7].

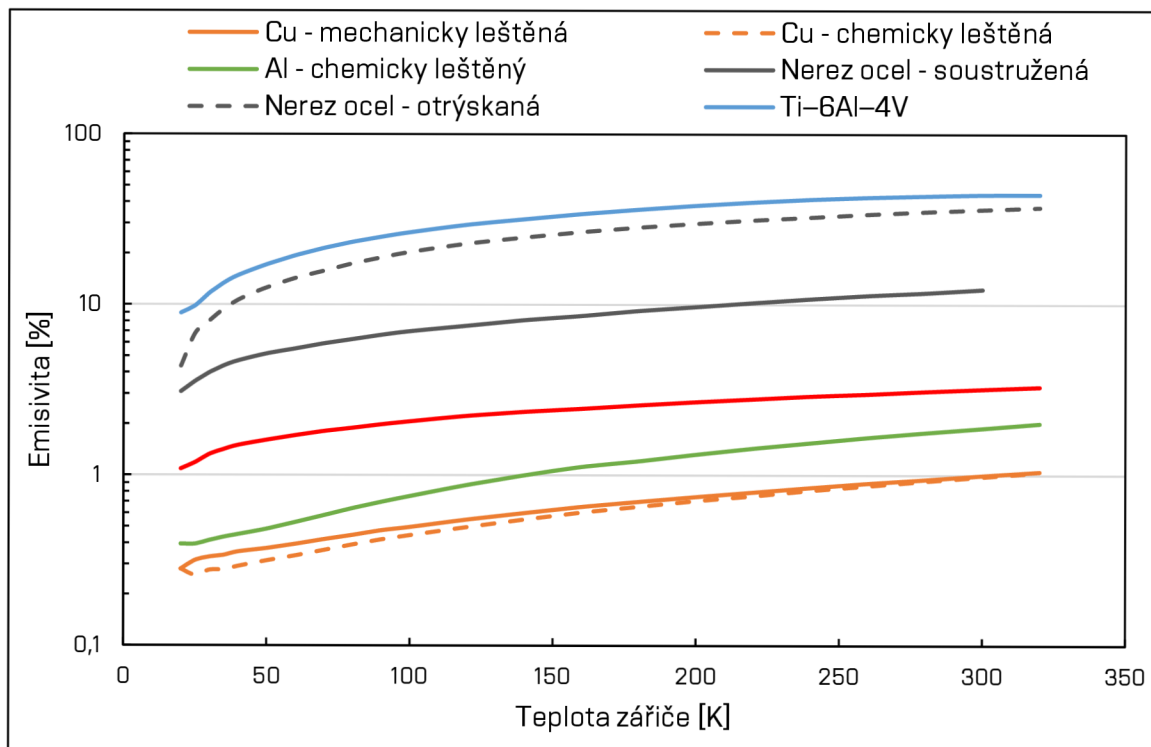
V našem případě, kdy povrch obklopeného tělesa je mnohonásobně menší než tělesa obklopujícího, tedy $S_1 \ll S_2$, je vzájemná emisivita rovna e_1 . Její velká hodnota může být výhodná pro silové elektrické vodiče, které se chladí svým vyzařováním, ale nevýhodné např. pro příklady teplotních snímačů, které se ohřívají absorpcí tepelného záření a je nutné jejich ukotvení na měřené těleso.

$$E_{21} = \frac{e_1 e_2}{e_2 + \frac{S_1}{S_2} (1 - e_2) e_1} \quad (1.3)$$

Ke stejnému závěru dospějeme, když emisivita obklopujícího tělesa e_2 je přibližně rovna jedné ($e_2 \sim 1$). Poté je podle rovnice (1.3), po dosazení $e_2 = 1$, vzájemná emisivita E_{12} rovna emisivitě obklopeného tělesa e_1 [7].

Z výše uvedeného rozboru vyplývá, že pro výpočet výsledného tepelného toku z vnitřní stěny komory na držák vzorku lze použít rovnici (1.4), kde $E_{21} = e_1$ a $S_{21} = S_1$

$$Q_{21} = \sigma e_1 S_1 (T_2^4 - T_1^4) \quad (1.4)$$



Obr. 1.2 Graf emisivit v závislosti na teplotě pro vybrané materiály [8], [9]

1.1.2 Přenos tepla vedením

Přenos tepla vedením má v navrhovaném držáku vzorku tři složky. Jsou to tepelné toky po připojených elektrických vodičích a skrze IBP, které představují tepelnou zátěž držáku vzorku. Třetí složkou je vedení tepla braidem, který musí tuto tepelnou zátěž odvádět.

K přenosu tepla vedením dochází uvnitř jakékoliv látky, jejíž části mají rozdílné teploty a dochází k němu proti směru gradientu teploty ∇T a popisuje jej Fourierův zákon [10]. Rovnice (1.5) představuje Fourierův zákon pro jednorozměrný problém znázorněný na Obr. 1.3.

$$Q = -\lambda(T) \cdot S \cdot \frac{dT}{dx}, \quad (1.5)$$

kde $\lambda(T)$ je součinitel tepelné vodivosti a S je průřez tyče. Vztah (1.5) přepíšeme do integrálního tvaru

$$\frac{Q}{S} \cdot \int_0^L dx = - \int_{T_2}^{T_1} \lambda(T) dT \quad (1.6)$$

Jelikož je tepelná vodivost závislá na teplotě, lze s výhodou použít pro analytické řešení pravé strany rovnice (1.6) tzv. integrální tepelnou vodivost, jejíž hodnoty jsou tabelovány [6]

$$K(T) = - \int_0^T \lambda(T) dT \quad (1.7)$$

Tímto je možné určit hodnotu $K(T_1, T_2)$, která je rozdílem integrálních tepelných vodivostí, vzhledem k libovolné referenční teplotě T_0

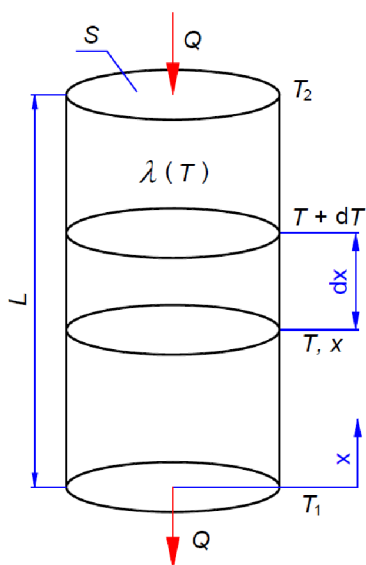
$$\int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT = - \left(\int_{T_0}^{T_1} \lambda(T) dT - \int_{T_0}^{T_2} \lambda(T) dT \right) \quad (1.8)$$

$$K(T_1, T_2) = K(T_2) - K(T_1) \quad (1.9)$$

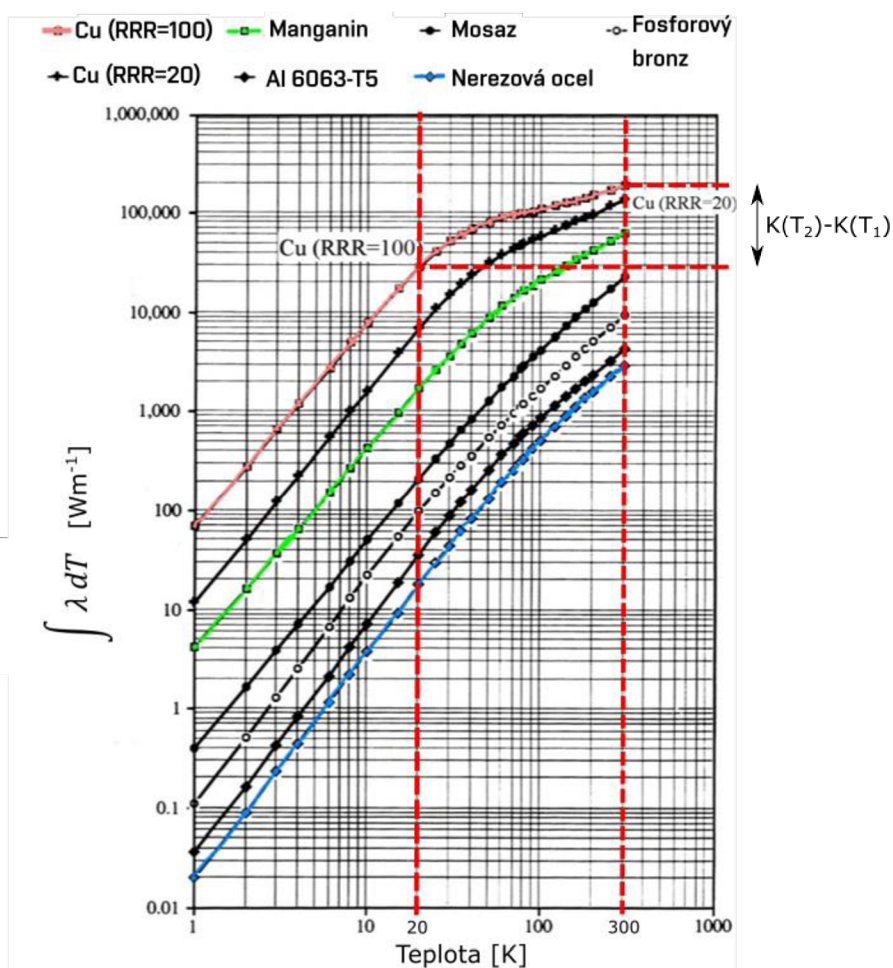
Výsledný tepelný tok je tedy dosazením do rovnice (1.6)

$$Q = \frac{S}{L} [K(T_2) - K(T_1)] \quad (1.10)$$

Zavedení integrální tepelné vodivosti umožňuje analytické řešení některých úloh, jak již bylo řečeno, pomocí tabulek integrální tepelné vodivosti. Grafické znázornění tepelné závislosti integrální tepelné vodivosti pro vybrané materiály je na Obr. 1.4.



Obr. 1.3 Tepelně izolovaná tyč konstantního průřezu s teplotami konců T_1 a T_2 umístěná ve vakuu. Převzato z [7].



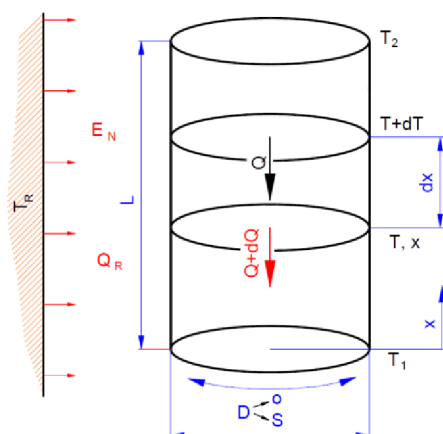
Obr. 1.4 Graf integrální tepelné vodivosti v závislosti na teplotě pro vybrané kovy. Převzato z [11].

1.1.3 Kombinace tepelných toků

Pro určení tepelného toku tyčí, umístěné ve vakuu, na kterou působí tepelná radiace, znázorněnou na Obr. 1.5 je nutné řešit soustavu diferenciálních rovnic (1.11) a (1.12), kde (1.11) je shodná s (1.5). Tato soustava již není řešitelná analyticky a je nutné její řešení numerické. Význam jednotlivých veličin je patrný z Obr. 1.5, tedy O je obvod tyče, E_N je vzájemná emisivita tělesa a okolí T_R je teplota teplého okolí a T je teplota elementu tyče.

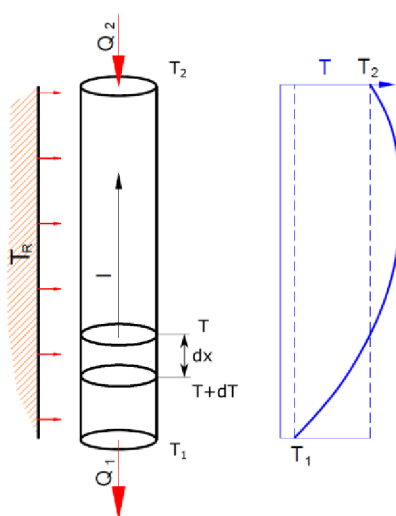
$$Q = -\lambda(T) \cdot S \cdot \frac{dT}{dx} \quad (1.11)$$

$$dQ_R = O \cdot dx \cdot \sigma \cdot E_N(T) \cdot (T_R^4 - T^4) \quad (1.12)$$



Obr. 1.5 Tepelně izolovaná tyč konstantního průřezu s teplotami konců T_1 a T_2 umístěná ve vakuu a vystavená tepelnému záření. Převzato z [7].

Pro výpočet tepelného toku elektrického vodiče, umístěného ve vakuu, který má konce ukotveny na teplotách T_2 a T_1 , na který působí radiace a je zahříván průchodem elektrického proudu vývinem Jouleova tepla, znázorněného na Obr. 1.6, je nutné řešení soustavy tří diferenciálních rovnic.

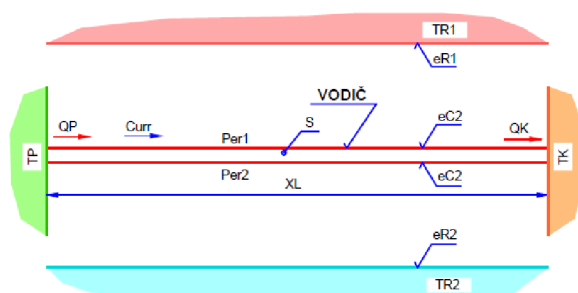


Obr. 1.6 Vlevo - vodič umístěný ve vakuu, s teplotami na koncích T_1 a T_2 , na který působí radiace a kterým protéká el. proud, Vpravo – příklad výsledného teplotního profilu. Převzato z [7].

K rovnicím (1.11) a (1.12) tak přibude vliv protékajícího proudu, vyjádřeného rovnicí (1.13), kde $\rho(T)$ je měrný elektrický odpor vodiče v závislosti na teplotě a I je proud protékající vodičem.

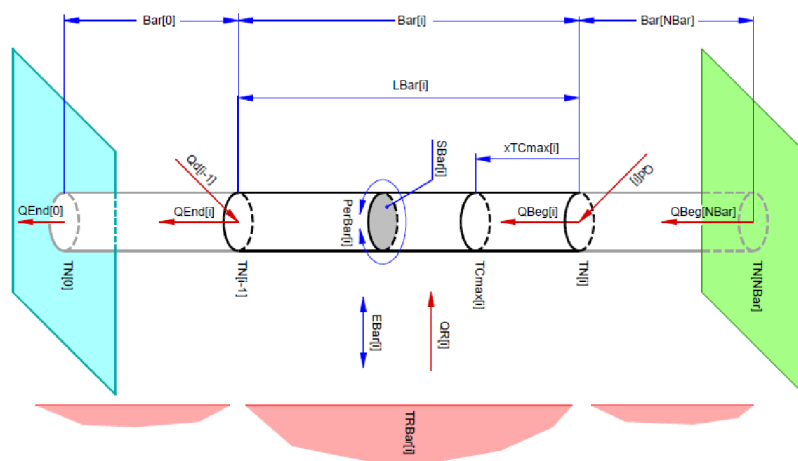
$$dQ_I = \frac{\rho(T)}{S} \cdot I^2 \cdot dx \quad (1.13)$$

Tepelný tok elektrickými vodiči teplotních snímačů a topného elementu na držáku vzorku byl vypočítán pomocí programu VVV_3³, vyvinutého v ÚPT. V tomto toku je již započítán vliv radiace na samotný vodič, stejně jako jeho ohřívání protékajícím proudem. Na Obr. 1.7 je schematicky znázorněn model počítané soustavy s parametry programu VVV_3.



Obr. 1.7 Model počítané soustavy s parametry programu VVV_3. Převzato z [12].

Tepelný tok braidem byl vypočítán pomocí programu BarSer1⁴, který byl taktéž vyvinut v ÚPT. Do výpočtu je možné zahrnout všechny části potřebné pro připojení braidu, kterými jsou kromě samotného braidu také jeho koncovky, sloužící k připojení k tepelnému výměníku a k samotnému držáku vzorku. V celkovém toku je započítán vliv radiace na každou část braidu. Na Obr. 1.8 je schematicky znázorněn model počítané soustavy s parametry programu BarSer1.



Obr. 1.8 Model počítané soustavy s parametry programu BarSer1. Převzato z [13].

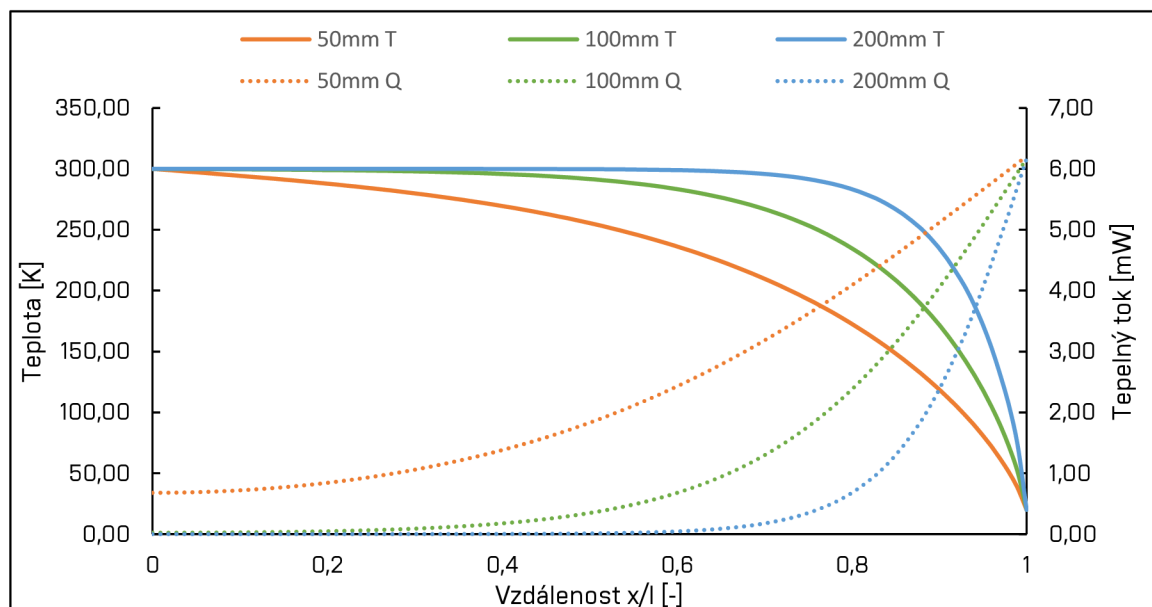
³ Program VVV_3 počítá ustálené teploty a tepelné toky v elektrickém vodiči umístěném ve vakuu, který má konce ukotvené na konstantních teplotách. Vodič je charakterizován plochou průřezu, obvodem, délkou, emisivitou, měrnou tepelnou a elektrickou vodivostí a protékajícím proudem [12].

⁴ Program BarSer1 počítá ustálené teploty a tepelné toky v soustavě sériově řazených tyčí ve vakuu, které mají konce ukotvené na konstantních teplotách. Každá tyč může být z jiného materiálu a s jiným průřezem. Tyč je charakterizována plochou průřezu, délkou obvodu, délkou, koeficientem vzájemné emisivity s okolím a měrnou tepelnou vodivostí závislou na teplotě [13].

1.2 Optimalizace délky elektrických vodičů

Pro dosažení nízké teploty je třeba snížit tepelný příkon chlazeného objektu na minimum, takže je nutné se zabývat i přívodem tepla po elektrických vodičích. U těch je nutné vypočítat minimální délku, a to z toho důvodu, že pokud je vodič příliš krátký, funguje jako tepelný zkrat se svorkovnicí, která má pokojovou teplotu. Tomu se dá zabránit stanovením minimální potřebné délky vodiče, která musí být taková, aby byl tepelný tok mezi svorkovnicí a držákem minimální, což nastane v případě, kdy se v určité vzdálenosti od „studeného kontaktu“ vodič ohřeje vlivem radiace natolik, že ještě před svorkovnicí má pokojovou teplotu. Poté je teplotní gradient u svorkovnice roven 0, a tedy je nulový i tepelný tok.

Jak je vidět na Obr. 1.9, pokud je vodič delší, než je jeho ideální délka, nedochází k nepříznivému tepelnému ovlivnění, pouze je další délka pro tepelnou izolaci nadbytečná. Pro stanovení optimální délky vodičů bude použit program VVV_3, který dokáže na základě emisivit a teplot povrchů, proudu protékajícího vodičem a délky vodiče vypočítat teplotní profil podél vodiče.



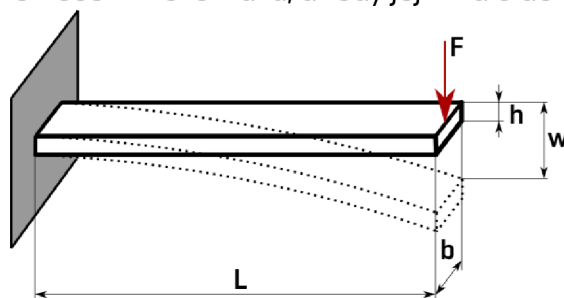
Obr. 1.9 Zobrazení teplotního profilu vodiče v závislosti na jeho délce (plná čára) a profilu tepelného toku odpovídajícího vodiče. Hodnoty byly vypočítány pomocí programu VVV_3 pro bronzový vodič o průměru 0,127 mm, průměr izolace 0,158 ukotveného na teplotách 300 K a 20 K.

1.3 Pružné elektrické kontakty

Pružné elektrické kontakty na držáku vzorku mají sloužit především pro měření teploty paletky se vzorkem, ale také pro elektrické měření na vzorku a případně pro jeho ohřev topným elementem.

Protože je vyžadována možnost paletku snadno vyjmout a založit bez nutnosti manuálního kontaktování, byl zvolen kontakt pružiny s kolíkem, který umožňuje přítlak kontaktu definovanou silou, která je dána průhybem pružiny. Výhodou takového kontaktování je také to, že se při nájezdu kolíku na pružinu poruší vrstva oxidů na pružině, což pozitivně přispívá ke stabilnímu odporu kontaktu.

Síla F , působící na kontakt je dána průhybem pružiny w , kterou je možné modelovat pomocí výpočtu průhybu vetknutého nosníku schematicky znázorněného na Obr. 1.10. Průhyb by měl být dostatečně velký na to, aby bylo možné zanedbat případné výrobní nepřesnosti. Je tedy třeba nalézt optimální sílu pro bezproblémové kontaktování a současně dostatečně velký průhyb a tomu přizpůsobit rozměry pružiny tak, aby nedošlo k překročení meze kluzu, a tedy její trvalé deformaci.



Obr. 1.10 Průhyb vetknutého nosníku

Pro průhyb w vetknutého nosníku v závislosti na zatěžovací síle F platí [14]

$$w = \frac{4FL^3}{Eb^3h^3} \quad (1.14)$$

Kde L je délka ohýbané části, E je Youngův modul pružnosti, b je šířka a h je tloušťka nosníku.

Pro přítlačnou sílu F tedy platí

$$F = \frac{wEb^3h^3}{4L^3} \quad (1.15)$$

Pro mechanické napětí σ platí

$$\sigma = \frac{6LF}{bh^2} \quad (1.16)$$

Mechanické napětí nesmí překročit smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$, tzn. $\sigma < R_{p0,2}$, protože by došlo k plastické deformaci a pružina by se nevrátila do své původní pozice.

Jelikož je dána omezující síla při zakládání paletky, je nutné zvážit vliv třecích sil působících na držák paletky při zakládání paletky. Pro výpočet statické třecí síly platí

$$F_t = F f_s, \quad (1.17)$$

kde F je normálová síla působící na pružinu a f_s je statický součinitel tření.

1.4 Výběr materiálu pro UHV

Při výběru materiálu do UHV prostředí je nutné brát ohled na vzájemnou kompatibilitu materiálů z hlediska technologií spojování (pájení a svařování), kompatibilitu s kryogenním použitím pro nízké teploty a také na odplyňování, které způsobuje zhoršení vakua a také může kontaminovat vzorek a tím negativně ovlivnit pozorování. Odplyňování je u kovů relativně nízké, ale u většiny polymerů několikanásobně vyšší, což je také důvod, proč se nepoužívají v UHV prostředí.

1.5 Tepelný kontakt

Tepelně vodivé kontaktování dvou těles ve vakuu je bez přidaného tepelně vodivého materiálu (např. pájky) značně problematické. Na vzduchu probíhá přenos tepla nejen vedením přes mikroskopické stykové plošky, které tvoří téměř bodový kontakt, ale i konvekcí plynem, který vyplňuje spáry mezi stykovými ploškami.

Ve vakuu plyn není, takže zbývá pouze přenos tepla vedením přes stykové plošky, které mají kvůli své velmi malé stykové ploše špatnou tepelnou vodivost. Částečným řešením je vyplnění spár vhodným materiálem. Běžně se používá např. vakuový tuk, nebo indiová fólie, které spáry částečně vyplní a zlepší tím tepelnou vodivost [15].

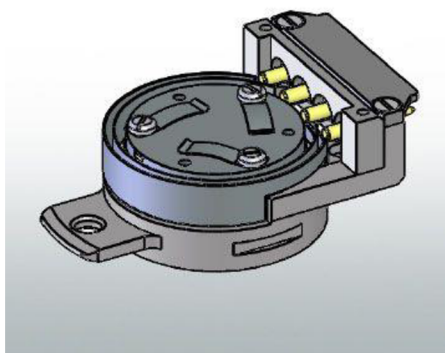
Kvůli rozsahu a složitosti problematiky, se tato práce nebude tepelným kontaktům podrobněji věnovat.

2 REŠERŠE

Před návrhem držáku byla provedena rešerše komerčně dostupných řešení, která obsahují elektrické kontaktování paletky se vzorkem. Pro dané parametry se nepodařilo najít vhodnou variantu, která by vyhovovala všem požadavkům specifikovaným v úvodu této práce. Většina komerčních produktů nepočítá s elektrickým kontaktováním vzorku, anebo je lze použít pouze ve velmi omezeném teplotním rozmezí.

2.1.1 PTS 1000 RES/C

Držák od firmy PREVAC na Obr. 2.1, kompatibilní s UHV, umožňuje chlazení na teploty 100 K a ohřev až na teploty 1300 K [16]. Ke kontaktování paletky jsou k dispozici 4 elektrické kontakty, které vyčnívají nad rovinu vzorku, což je pro danou aplikaci nepřijatelné z důvodu množství analytických metod pro zkoumání vzorku. Je tedy pro danou aplikaci nevhodný. Další specifikace nejsou na stránkách výrobce uvedeny.



Obr. 2.1 Držák vzorku PTS 1000 RES/C. Převzato z [16].

2.1.2 Scienta Omicron

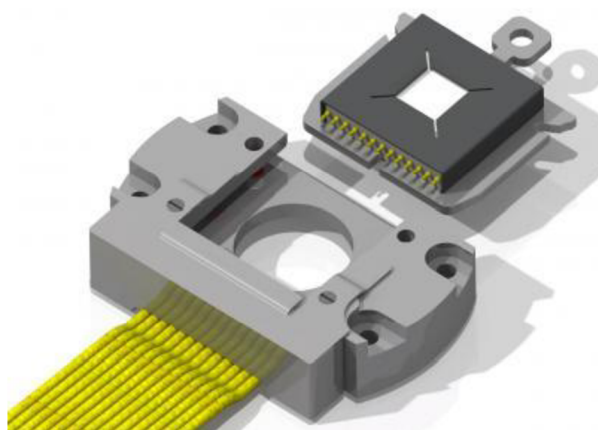
Držák od firmy Scienta Omicron na Obr. 2.2, určený do UHV nabízí 4 elektrické kontakty, které jsou provedeny formou pružných kontaktů. Tento držák umožňuje ohřev až na 500 K a ochlazení pomocí měděného braidu spojeného s průtokovým LHe kryostatem na teplotu 50 K. Přímo v držáku je také integrován Pt100 senzor pro měření teplot [17]. Tento držák je nevyhovující, jelikož nepodporuje dostatečně velký teplotní rozsah a také obsahuje pouze 4 elektrické kontakty. Další specifikace nejsou na stránkách výrobce uvedeny.



Obr. 2.2 Držák vzorku Scienta Omicron. Převzato z [17].

2.1.3 RECOMEC13

Držák od firmy FERROVAC na Obr. 2.3 je určený pro použití v UHV. Obsahuje 13 pružných elektrických kontaktů z pozlaceného beryliového bronzu. Kontakty jsou od držáku z korozivzdorné oceli izolovány pomocí keramiky Shapal M⁵. S držákem je kompatibilní paletka SHOMECE13, jejíž tělo je vyrobeno z molybdenu, a která není záměnná se standardní paletkou používanou firmou TESCAN. Paletka je v držáku umístěna na 3 rubínových kuličkách, které zajišťují velmi přesné uložení paletky – dle výrobce s přesností na 1 mikrometr. Chlazení držáku není podporováno a jeho maximální provozní teplota je stanovena na 450 K [18]. Z těchto důvodů není vhodný pro požadovanou aplikaci v UHV SEM/SPM.



Obr. 2.3 Držák vzorku RECOMEC13 Převzato z [18].

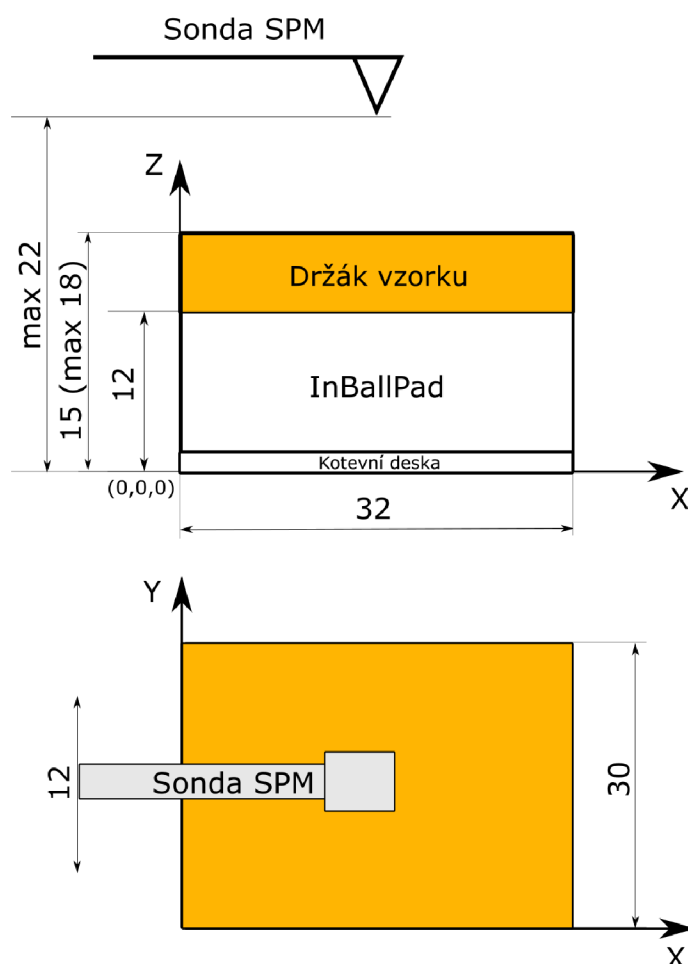
⁵ Shapal M – Alumino nitridová keramika, vhodná pro obrábění, vynikající svou vysokou tepelnou vodivostí, výbornou elektrickou izolací, vysokou mechanickou pevností a je vhodná pro použití ve vakuu. [19]

3 KONSTRUKČNÍ NÁVRH

Cílem návrhu držáku vzorků bylo zajistit mechanicky stabilní uložení paletky se vzorkem při co nejlepším tepelném kontaktu s držákem vzorku s mezní teplotou $T = 20\text{ K}$, a zároveň použití stanoveného počtu kontaktů. Počet kontaktů byl stanoven na 10. Čtyři elektrické kontakty jsou pro elektrické kontaktování vzorku, čtyři pro teplotní snímač a dva pro topný element. Při návrhu bylo taktéž nutné zohlednit velikost zástavbového prostoru, dostupnost konstrukčních materiálů pro nízkoteplotní použití, jejich kompatibilitu s UHV a technologické možnosti výroby.

3.1 Zástavbový prostor

Držák vzorku s elektrickými kontakty, bylo potřeba přizpůsobit zástavbovému prostoru danému konstrukcí mikroskopu. Na Obr. 3.1 je schematicky znázorněn vymezený zástavbový prostor pro držák včetně tepelně izolační podložky IBP, a místo, které zabírá izolační podložka IBP. Jak je z obrázku zřejmé, na držák s paletkou zbylo maximálně 6 mm výšky. Navržený držák je vysoký 4,95 mm, tudíž se vešel do zadaného limitu.



Obr 3.1 Schematické znázornění vymezeného prostoru

3.2 Držák vzorku (20 K – 300 K)

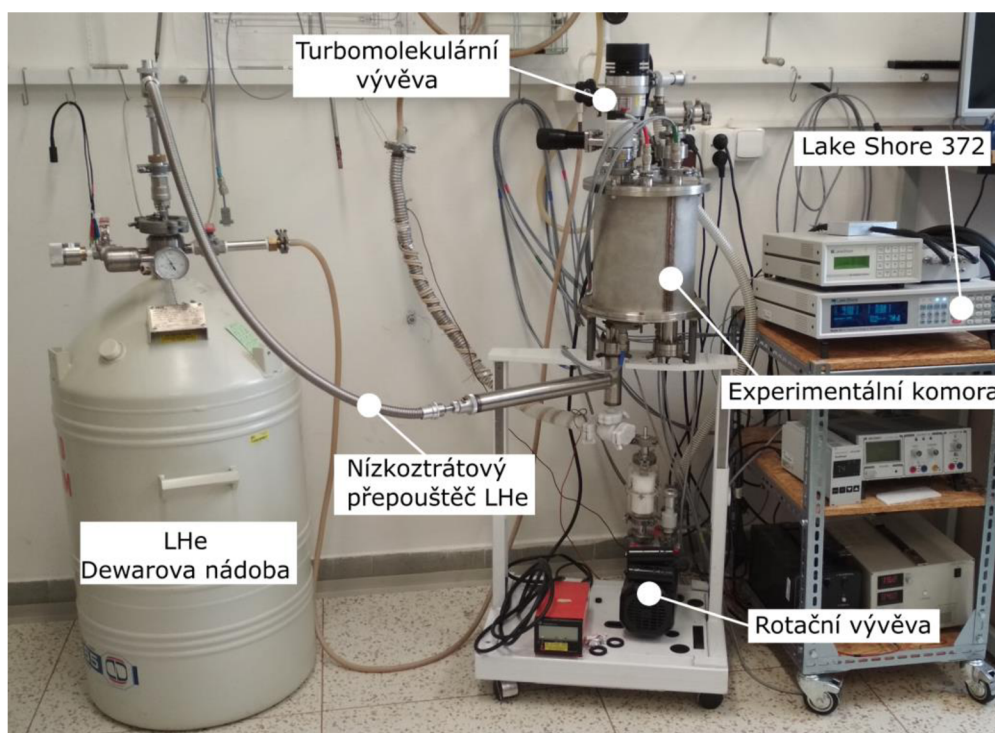
Držák vzorku byl navrhnut tak, aby splňoval všechny zadané požadavky. Návrh se soustředil především na přizpůsobení držáku pro nízké teploty. Návrh nutných úprav pro vysoké teploty (300 K – 700 K) je uveden v kapitole 6.

Držák vzorku je složen ze tří podsestav viditelných na Obr. 3.3, kterým se věnují následující kapitoly 3.3-3.5. Hlavní podsestavou je držák paletky, kterému se věnuje kapitola 3.3. Další podsestavou je držák elektrických kontaktů, popsáný v kapitole 3.4 a testovací paletka je popsána v kapitole 3.5. Tabulka 3.1 je kusovníkem této sestavy, ve kterém jsou uvedeny základní údaje.

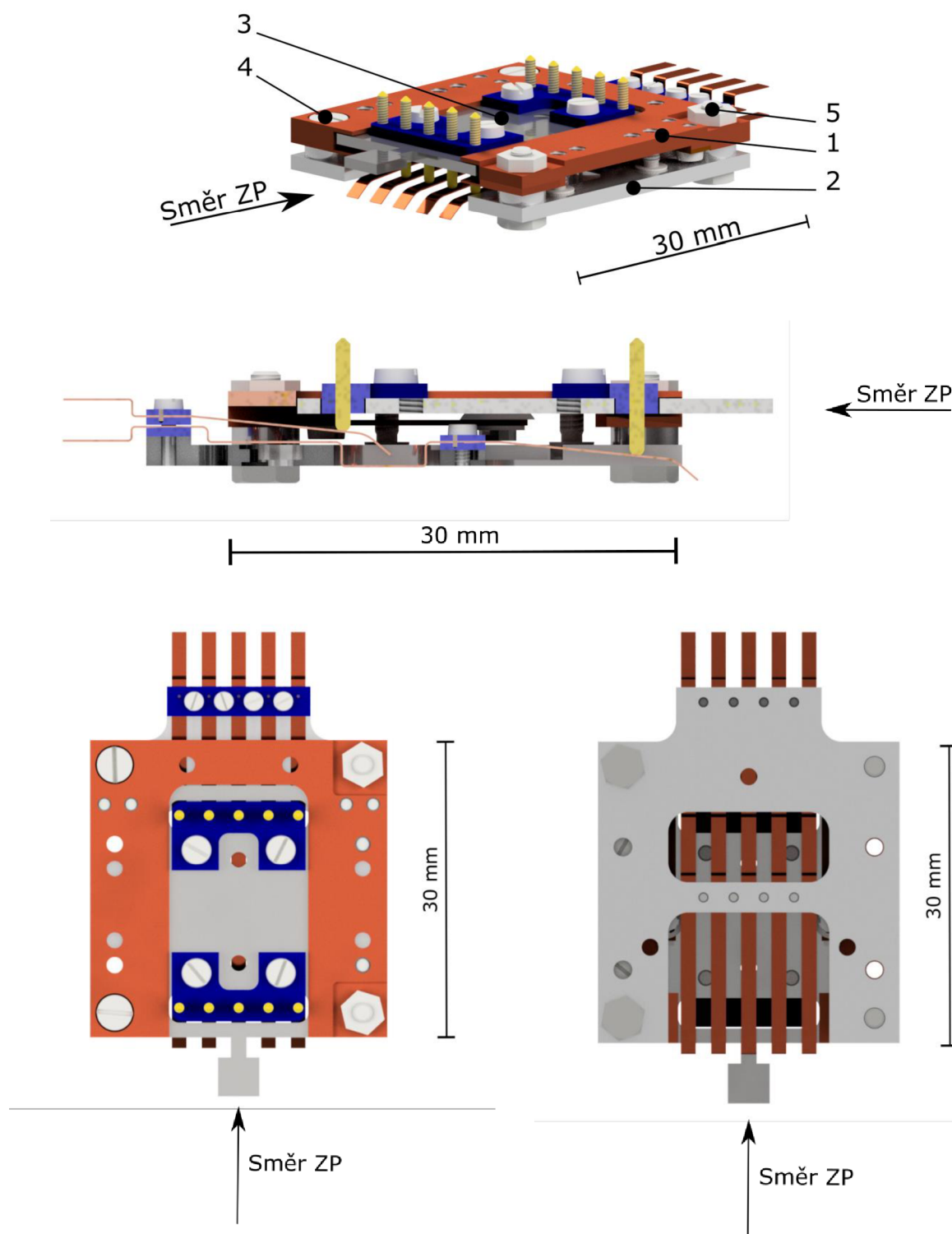
Tab. 3.1 Základní parametry jednotlivých podsestav držáku vzorku

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo součásti
1	Držák paletky		6,6	1	SH2-01-00
2	Držák el. kontaktů		3,5	1	SH2-02-00
3	Testovací paletka		5,1	1	SH2-03-00
4	Šroub kratší	DIN 1.4301	0,2	2	DIN 84-M2x4
5	Šroub delší	DIN 1.4301	0,3	2	DIN 933-M2x6
Celková hmotnost			16,1		

Držák byl pro účely testování umístěn do experimentální vakuové komory Obr. 3.2, kam byl umístěn na tepelně izolační podložku InBallPad stejným způsobem, jako bude umístěn v mikroskopu.



Obr. 3.2 Experimentální vakuová komora s připojenou Dewarovou nádobou



Obr. 3.3 Sestava držáku vzorku. Nahoře označení jednotlivých podsestav, uprostřed řez středem držáku vzorku, vlevo dole pohled shora, vpravo dole pohled zdola. Směr ZP označuje směr zakládání paletky

3.3 Držák paletky

Držák paletky, zobrazený na Obr. 3.4, představuje hlavní a výrobně nejkomplicovanější díl celého držáku. Jeho funkcí je především definované založení, ale také tepelné kontaktování paletky, které je zajištěno stykovými plochami s paletkou, na které je paletka přitlačena dvojicí pružin s opěrkami.

Deska držáku byla vyrobena z mědi, která byla zvolena jako nejvhodnější materiál pro výrobu, především však pro vysokou tepelnou vodivost, která je zásadní jak pro chlazení, tak pro ohřev. K desce je připojen braid a je na ní také umístěn topný element, popsáný v kapitole 3.6, i teplotní snímače v PSB pouzdře navrženém v ÚPT [20]. Jedním z požadavků na desku byla možnost montáže vícero teplotních snímačů, stejně tak jako jejich libovolná orientace. Z tohoto důvodu je teoreticky možné na desku umístit až 3 teplotní snímače a 2 topné elementy najednou.

Pro přitlačení paletky k držáku jsou na desce umístěny dvě ploché pružiny z beryliového bronzu, na kterých jsou přišroubovány opěrky pro snadnější navedení paletky a její rovnoměrné přitlačení, čímž zajišťují lepší tepelný kontakt.

Rozměry, přitlačná síla a ostatní parametry pružin jsou uvedeny v tabulce 3.2. Průhyb pružin byl zvolen stejný, jako je výška paletky, tedy 1 mm a to z důvodu jednoduchosti výroby, aby na pružině nemusel být žádný ohyb. Přitlačná síla je poté podle rovnice (1.15) rovna 1,5 N na každou pružinu, což je dostatečné pro stabilní uložení a tepelný kontakt. Třecí síla je podle rovnice (1.17) rovna 0,27 N na každou pružinu, což je dostatečně malá hodnota.

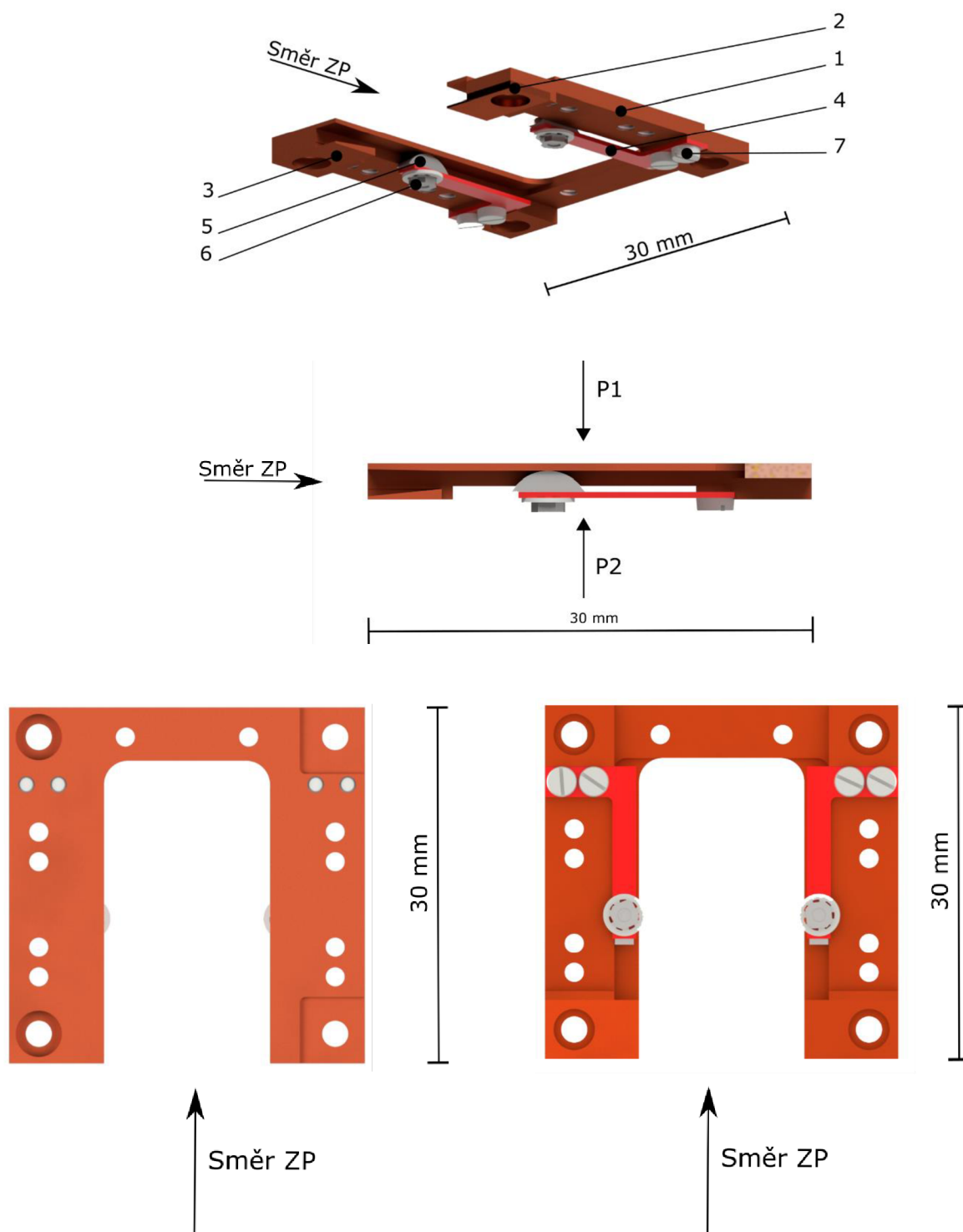
Tab. 3.2 Parametry pružin paletky. h -tloušťka, b -šířka, L -délka pružné části, E -Youngův modul pružnosti, $R_{p0,2}$ -smluvní mez kluzu, k -tuhost pružiny, w -průhyb, σ -maximální mechanické napětí pružiny při zatížení silou F , F_t -vypočtená třecí síla

h [mm]	b [mm]	L [mm]	E [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	k [N·mm ⁻¹]	F [N]	w [mm]	σ [MPa]	F_t [N]
0,4	2	13	103	440	1	1,5	1	244	0,27

Držák paletky je jako podsestava složen z více součástí tak, aby byl vyrobitelný a aby se daly některé části vyměnit a případně poruchy, nebo náhrady. Tabulka 3.3 je kusovník této podsestavy, ve kterém jsou uvedeny základní údaje o každé součásti.

Tab. 3.3 Základní parametry a označení jednotlivých komponent držáku paletky

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo součásti
1	Deska držáku	Cu	5,55	1	SH2-01-01
2	Vodítko paletky pravé	Cu	0,16	1	SH2-01-02
3	Vodítko paletky levé	Cu	0,16	1	SH2-01-03
4	Pružina paletky	Be bronz	0,14	2	SH2-01-04
5	Opěrka	DIN 1.4301	0,08	2	SH2-01-05
6	Matice opěrky	DIN 1.4301	0,02	2	SH2-01-06
7	Šroub pružiny	DIN 1.4301	0,06	4	DIN 84-M1,4x2
Celková hmotnost			6,57		



Obr. 3.4 Podsestava držáku paletky. Nahoře označení jednotlivých součástí, uprostřed řez středem držáku paletky, vlevo dole pohled shora, vpravo dole pohled zdola. Směr ZP označuje směr zakládání paletky

3.4 Držák elektrických kontaktů

Držák elektrických kontaktů, vyrobený z duralu, slouží pro uchycení kontaktních pružin elektrických kontaktů. Pružiny jsou přitlačeny mezi destičky z techtronu⁶ s drážkami, které zajišťují jejich polohu a elektricky je izolují od zbytku držáku.

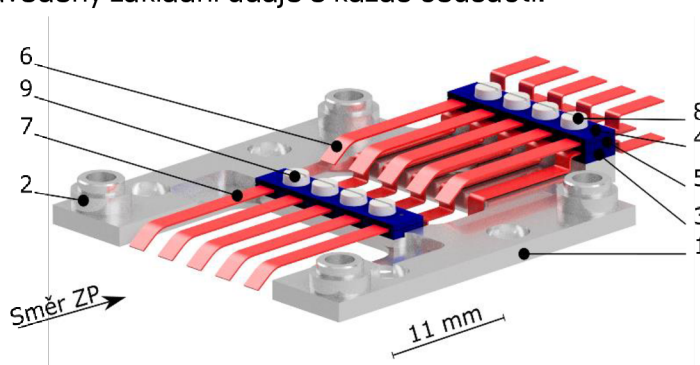
Jak bylo uvedeno v kapitole 1.3, pro kontaktování paletky byl zvolen kontakt kolíku na paletce s plochou pružinou. Pro výrobu pružin byl zvolen beryliový bronz, pro svou vysokou mez kluzu, nízký měrný elektrický odpor a jeho vhodnost pro použití jako pružina. Potřebných 10 kontaktů nebylo možné kvůli omezeným rozměrům umístit vedle sebe, takže byla zvolena varianta umístění ve dvou řadách po 5, jak je vidět na obr 3.5. Každá řada byla umístěna do jiné výšky, aby nedošlo ke vzájemnému zkratování elektrických kontaktů. S ohledem na třecí sílu, působící proti zakládání paletky, byla přitlačná síla F zvolena 0,15 N na každý kontakt. Poté je podle rovnice (1.17) třecí síla F_t rovna 0,03 N.

Rozměry, přitlačná síla a ostatní parametry pružin jsou uvedeny v tabulce 3.4. Tyto parametry platí pro přední i zadní řadu pružin, jelikož jejich pružná část je identická. Řady pružin se liší pouze prodloužením, které slouží pro připojení elektrických vodičů. Průhyb pružin kontaktů byl zvolen dostatečně velký, aby bylo možné zanedbat výrobní nepřesnosti a aby bylo možné pružiny umístit za sebe při současné snaze o co nejnižší výšku držáku. Pro přitlačnou sílu $F = 0,15 \text{ N}$ a délku pružné části $L = 10 \text{ mm}$ byla navržena pružina o šířce $b = 1,5 \text{ mm}$ a tloušťce $h = 0,15 \text{ mm}$. Větší pružina nebyla z důvodů omezeného prostoru možná. Tyto parametry vedou podle rovnice (1.14) k průhybu $w = 1,15 \text{ mm}$.

Tab. 3.4 Parametry pružin el. kontaktů. h -tloušťka, b -šířka, L -délka pružné části, E -Youngův modul pružnosti, $R_{p0,2}$ -smluvní mez kluzu, k -tuhost pružiny, w -průhyb, σ -maximální mechanické napětí pružiny při zatížení silou F , F_t -vypočtená třecí síla

h [mm]	b [mm]	L [mm]	E [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	k [N·mm ⁻¹]	F [N]	w [mm]	σ [MPa]	F_t [N]
0,15	1,50	10	103	440	0,09	0,15	1,15	178	0,03

Držák elektrických kontaktů je jako podsestava složen z více součástí tak, aby byl výrobitelný a splňoval funkční požadavky. Tabulka 3.5 je kusovník této podsestavy, ve kterém jsou uvedeny základní údaje o každé součásti.

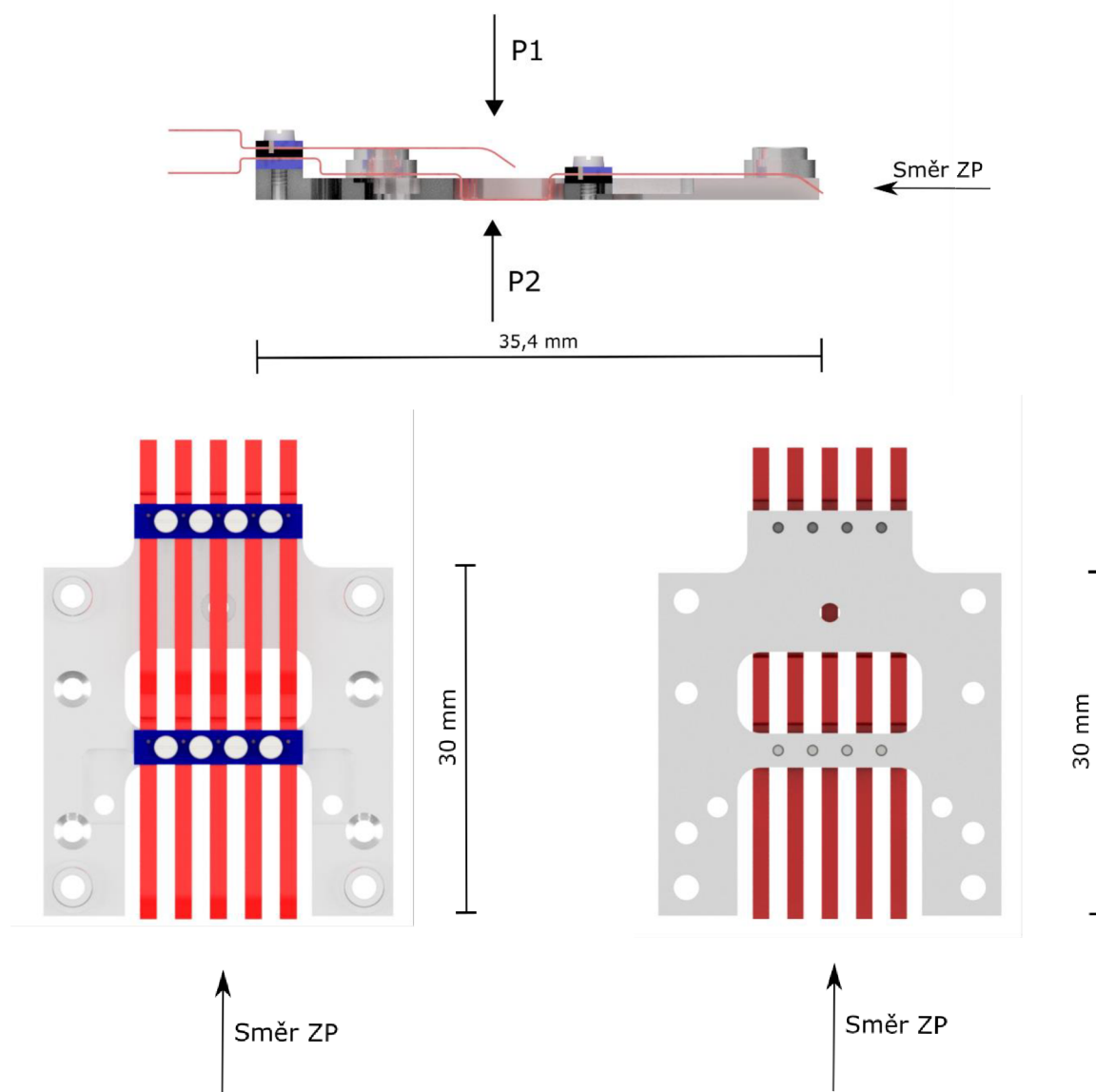


Obr. 3.5 Podsestava držáku elektrických kontaktů s označením jednotlivých komponent

⁶ Techtron – (Polyfenylsulfid) Technický plast vyznačující se vysokou mechanickou pevností, tvrdostí, dobrými elektroizolačními vlastnostmi a odolností do teplot až 220 °C. [21]

Tab. 3.5 Základní parametry a označení jednotlivých komponent držáku elektrických kontaktů

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo součásti
1	Základní deska	Dural	2,18	1	SH2-02-01
2	Distanční podložka	Dural	0,05	4	SH2-02-02
3	Podpěrný izolátor 2	Techtron	0,04	1	SH2-02-03
4	Přítlačný izolátor	Techtron	0,02	2	SH2-02-04
5	Podpěrný izolátor 1	Techtron	0,03	2	SH2-02-05
6	Pružina delší	Be bronz	0,09	5	SH2-02-06
7	Pružina kratší	Be bronz	0,05	5	SH2-02-07
8	Šroub delší (zadní)	DIN 1.4301	0,03	4	DIN 84-M1x3
9	Šroub kratší (přední)	DIN 1.4301	0,03	4	DIN 84-M1x2
Celková hmotnost			3,46		



Obr. 3.6 Podsestava držáku elektrických kontaktů. Nahoře řez středem držáku elektrických kontaktů, vlevo dole pohled shora, vpravo dole pohled zdola. Směr ZP označuje směr zakládání paletky

3.5 Testovací paletka

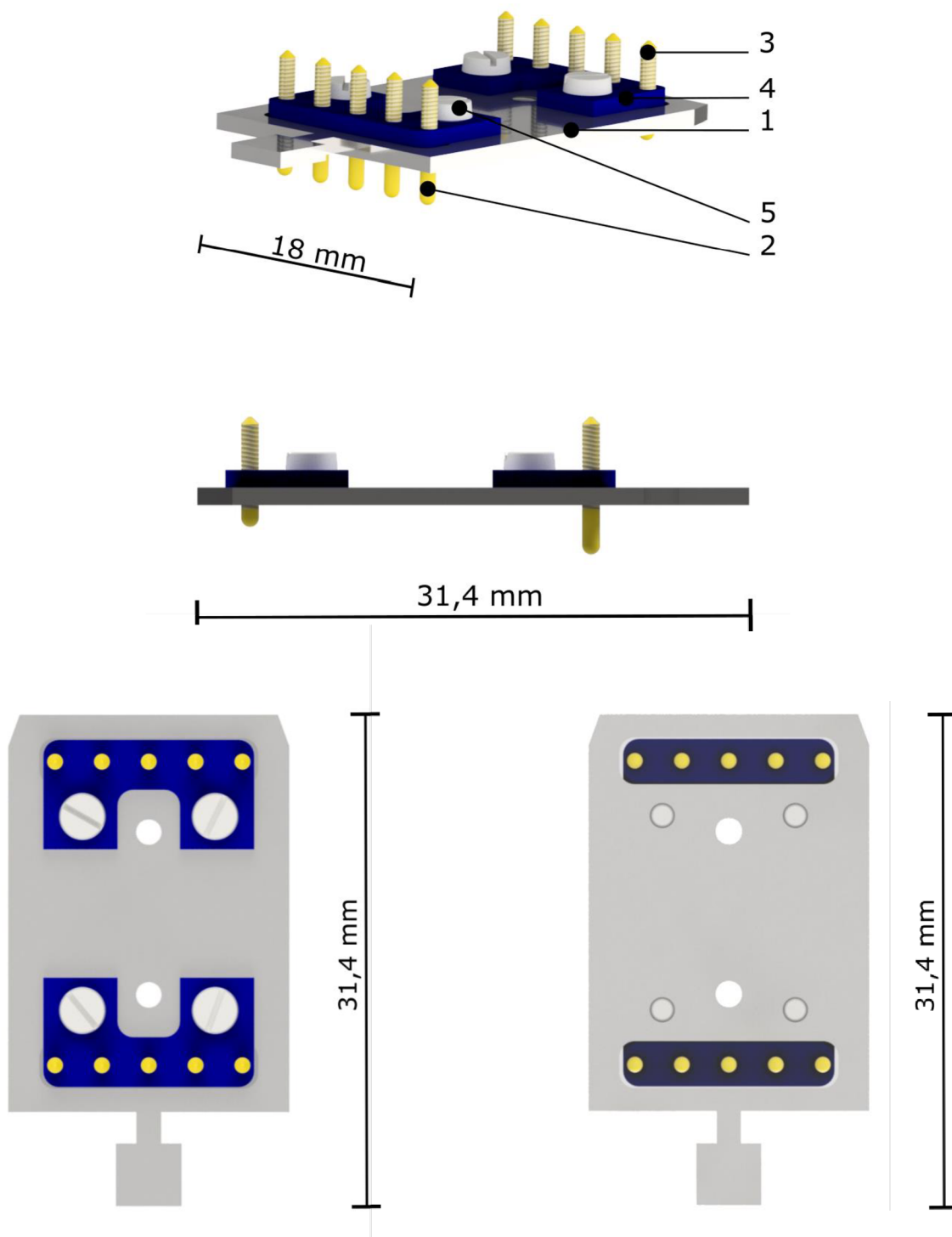
Navrhovaný držák musí být kompatibilní se standardní paletkou používanou ve firmě TESCAN. Pro elektrické kontaktování vzorku byla navržena paletka, jejíž součástí jsou kontaktní kolíky. Tyto musí být elektricky izolovány od paletky a zajistit kvalitní kontakt s pružinou, umístěnou v držáku. Z důvodu plánovaného použití i do vysokých teplot, a s tím souvisejících úprav, byla paletka i kolíky zhotoveny z molybdenu, viz kapitola 6.

Paletka na Obr. 3.7 byla navržena pro testování elektrických kontaktů za nízkých teplot. Z důvodu jednoduchosti výroby byly navrženy držáky kolíků z plastu Techtron, které umožňují snadnou výměnu, případně úpravu. Techtron vyniká svou chemickou i tepelnou odolností a je použitelný pro vakuum, jelikož nepohlcuje vodní páry [22]. Na tuto paletku je možné umístit teplotní snímač, pro ověření teploty.

Paletka je jako podsestava složena z několika součástí tak, aby byla snadno přizpůsobitelná případným změnám v návrhu. Tabulka 3.6 je kusovníkem této sestavy, ve kterém jsou uvedeny základní údaje o každé součásti.

Tab. 3.6 Základní parametry a označení jednotlivých komponent testovací paletky

Pozice	Název	Materiál	Hmotnost [g]	Kusů	Číslo součásti
1	Paletka	Mo	3,92	1	SH2-03-01
2	Kolík paletky přední	Mo	0,06	5	SH2-03-02
3	Kolík paletky zadní	Mo	0,05	5	SH2-03-03
4	Držák kolíků	Techtron	0,15	2	SH2-03-04
5	Šroub	DIN 1.4301	0,08	4	DIN 84-M1,6x2
Celková hmotnost			5,07		

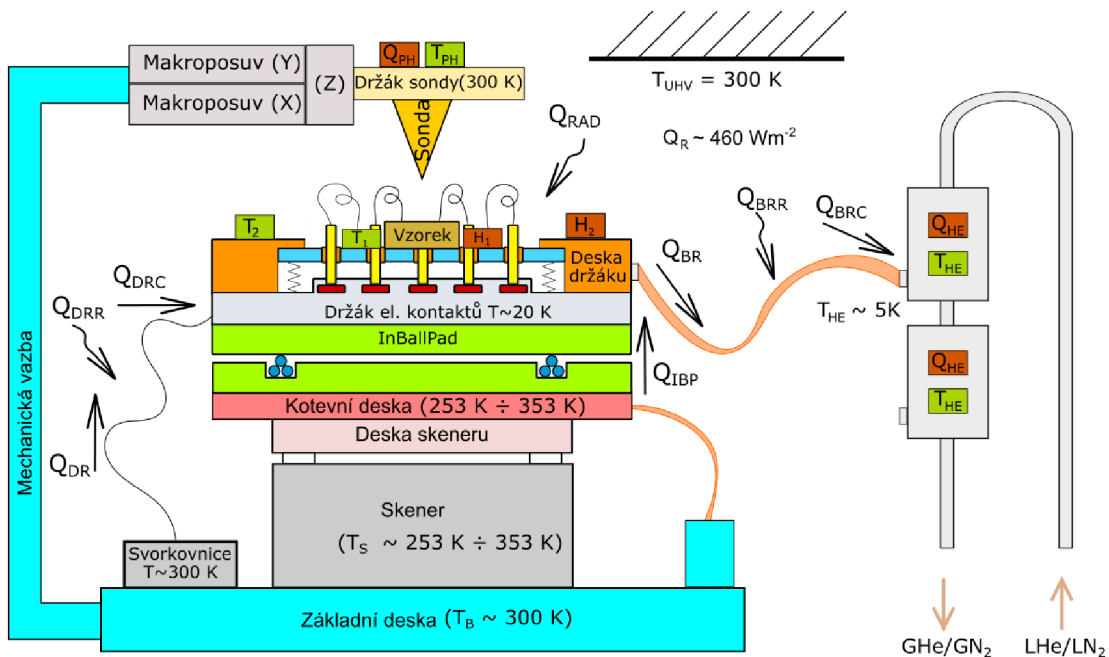


Obr. 3.7 Podsestava testovací paletky. Nahoře označení jednotlivých součástí, uprostřed boční pohled na paletku, vlevo dole pohled shora, vpravo dole pohled zdola.

4 VÝPOČET TEPELNÝCH TOKŮ

Do výpočtů byly zahrnuty všechny relevantní tepelné toky, které ovlivňují koncovou teplotu vzorku. Pro výpočet tepelných toků byly použity programy VVV_3 pro elektrické vodiče a BarSer1 pro braid, které počítají s přenosem tepla jak kondukcí, tak radiací. Výpočet byl proveden pro ustálený stav, znázorněný na Obr. 4.1, s mezní teplotou držáku vzorku 20 K, teplotou tepelného výměníku 5 K a teplotou okolí 300 K.

Držák i se vzorkem je ochlazován z pokojové teploty (300 K) na 20 K. Schéma konfigurace nízkoteplotní části UHV SPM a tepelných toků při mezní teplotě držáku vzorku 20 K je znázorněna na Obr. 4.1.



Obr. 4.1 Detailní schéma navrhovaného držáku vzorku se znázorněním tepelných toků a mezních teplot

Pro ochlazení držáku na určitou teplotu je třeba, aby tepelná rovnováha nastala právě na požadované teplotě, což v praxi znamená, že je třeba odvádět právě tolik tepla, kolik je k němu přiváděno. Celkový braidem odváděný tepelný tok Q_{BR} je dán součtem všech tepelných toků $\sum Q$, které na držák přivádějí teplo – rovnice (4.1).

$$Q_{BR} = \sum Q \quad (4.1)$$

Pro řešený případ ustáleného stavu, znázorněný na Obr. 4.1 bude tato rovnice ve tvaru

$$Q_{BR} = Q_{IBP} + Q_{RAD} \quad (4.2)$$

Kde Q_{IBP} je tepelný tok izolační podložkou IBP a Q_{RAD} představuje záření UHV komory na plochu držáku vystavenou tomuto záření. Je tedy rovno součtu tepelných toků zářením na dílčí podsestavy držáku vzorku.

$$Q_{RAD} = \sum_{i=1}^4 Q_{Ri} \quad (4.3)$$

Hodnoty jednotlivých tepelných toků, uvedených v rovnici (4.2) jsou uvedeny v tabulce (4.1). Hodnoty byly vypočítány podle rovnice (1.4), z plochy vystavené tepelnému záření a odhadnuté emisivitě. Všechny potřebné hodnoty jsou uvedeny v tabulce příloha č.1. Tepelný tok zářením Q_{RAD} je roven součtu záření na držák paletky, paletku a držák elektrických kontaktů.

Tab. 4.1 Vypočtené tepelné toky na jednotlivé podsestavy

Název podsestavy	Označení	Tepelný tok zářením [mW]
Držák paletky	Q_{R1}	69,3
Držák el. kontaktů	Q_{R2}	110,3
Paletka	Q_{R3}	95,5
Přívodní vodiče	Q_{R4}	97,5
IBP	Q_{IBP}	139,7
Celkový tepelný příkon	Q_{RAD}	512,3

4.1.1 Návrh braidu

Aby bylo možné držák dostatečně ochladit, bylo nutné navrhnout braid, který by byl schopen odvést tepelný tok větší, nebo rovný součtu všech tepelných toků přicházejících k tělesu. Jsou možné dva přístupy řešení. Stanovením průřezu braidu a dopočtením jeho optimální délky, anebo určením délky a stanovením vhodného průřezu. V tomto případě byl určen průřez 2,72 mm², který byl zvolen na základě předchozích experimentů v ÚPT. K tomuto byla dopočítána maximální délka, která zajistí dostatečný odvod tepla.

Výpočet byl proveden pomocí programu BarSer1, popsáném v kapitole 1.1.3. Vstupními údaji byla známá integrální tepelná vodivost mědi a parametry uvedené v tabulce 4.2. I když je braid částečně rozpletený, program počítá s plnou tyčí. Rozpletení braidu se simuluje změnou emisivity.

Tab. 4.2 Parametry braidu. T_P -počáteční teplota, což je teplota držáku vzorku, T_K -konečná teplota, což je v tomto případě teplota tepelného výměníku, S -průřez braidu, O -Obvod braidu, E_{21} -vzájemná emisivita okolí s braidem a T_R -teplota záření dopadajícího na braid

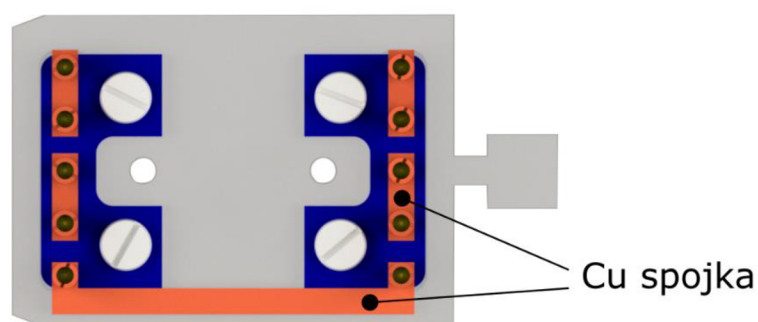
T_P [K]	T_K [K]	S [mm ²]	O [mm]	E_{21} [-]	T_R [K]
20	4,5	2,72	5,85	0,05	300

Pro parametry uvedené v tabulce je minimální délka braidu, schopná odvést požadovaný tepelný tok přibližně 85 mm. Pro účely testování ochlazování držáku byl ale použit braid o délce pouze 50 mm, který byl připájen na měděný pásek o průřezu 25 mm² a délce 40 mm, který je v tepelném kontaktu s výměníkem. Kratší délka braidu byla použita z důvodu rychlejšího ochlazení držáku a dosažení nižší mezní teploty.

5 PROVEDENÍ TESTOVACÍCH MĚŘENÍ

Na vyrobeném držáku bylo provedeno testovací měření s cílem ověření mezní teploty a funkčnosti elektrických kontaktů při nízkých teplotách. Měřenou veličinou byl přechodový odpor na kontaktech kolíku s pružinou. Veškerá měření probíhala v testovací vakuové komoře v ÚPT Obr. 3.2. Elektrický odpor byl měřen na přístroji LakeShore 372⁷.

Kvůli vysokému počtu kontaktů probíhalo měření odporu po dvojicích, kdy se na paletce propojily spojkami z Cu folie vždy dva sousední kontakty, jak je znázorněno na Obr. 5.1. Šlo tedy o sériové zapojení dvou rezistorů. O naměřeném odporu na dvojici kontaktů lze tedy prohlásit, že odpor žádného samostatného kontaktu není větší než naměřený odpor dvojice.



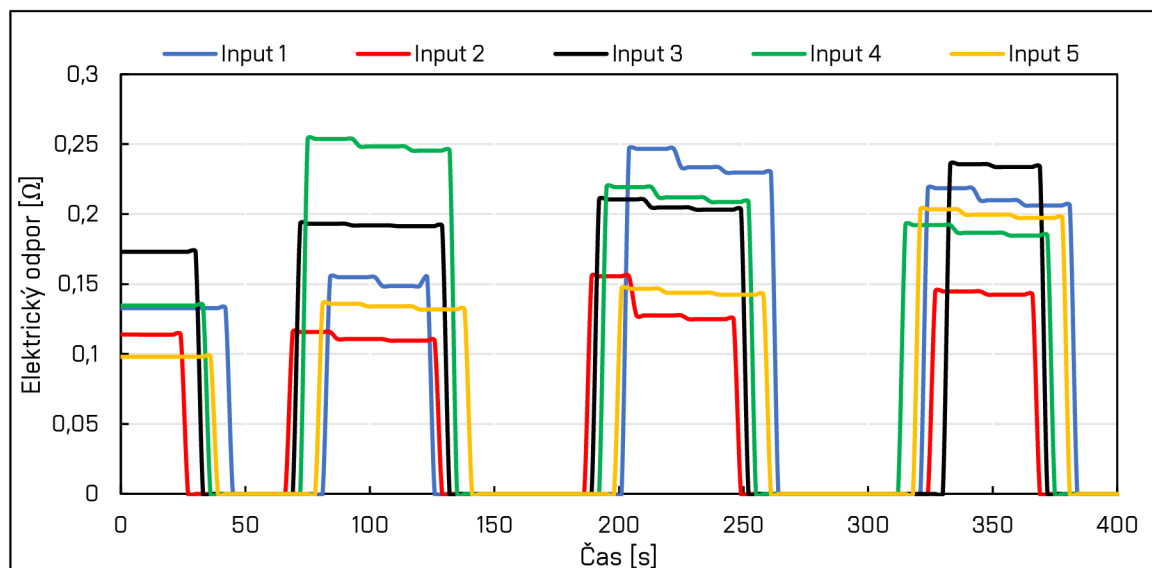
Obr. 5.1 Paletka se sériovým zapojením kolíků testovaných elektrických kontaktů

První měření proběhlo za pokojové teploty na vzduchu a jednalo se pouze o test funkce kontaktů při opakovaném zakládání paletky. Záznam měření je na Obr. 5.2, kde je vidět, že odpor se při opakovaném zakládání mění. To je pravděpodobně způsobeno vrstvou oxidů, která je nerovnoměrně narušována zasunutím paletky. V tabulce 5.1 jsou uvedeny průměrné a maximální hodnoty naměřených odporů pro každou dvojici kontaktů.

Tab. 5.1 Naměřené hodnoty elektrického odporu při opakovaném zakládání paletky do držáku vzorku za pokojové teploty na vzduchu

	Měřící rozsah mΩ	Excitační proud mA	Průměrný odpor mΩ	Maximální hodnota mΩ
Input 1	632	0,01	186,86	247,37
Input 2	632	0,01	157,35	220,75
Input 3	632	0,01	216,40	339,98
Input 4	632	0,01	190,04	212,49
Input 5	632	0,01	173,99	245,96

⁷ LakeShore 372 – odporový most a regulátor teploty. Umožňuje připojení až 16 kanálů a PID regulaci topení s výkonem až 10 W. [24]



Obr. 5.2 Záznam měření odporu dvojic elektrických kontaktů při opakovaném zakládání paletky. Měření proběhlo na vzduchu při pokojové teplotě.

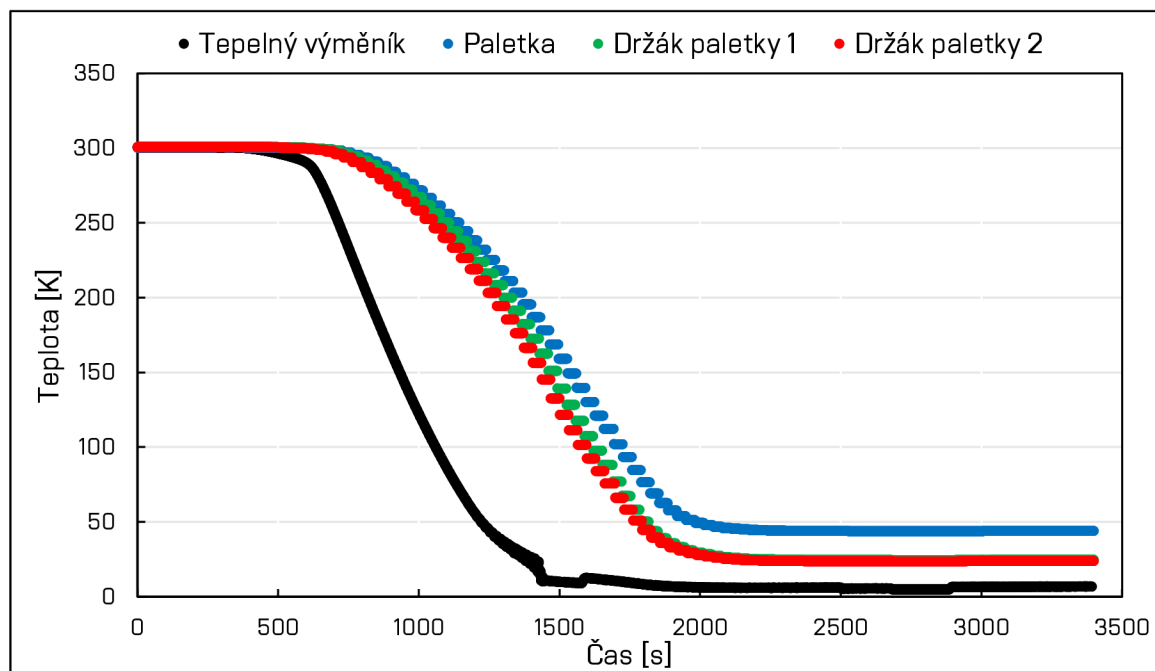
Při měření za nízkých teplot byly na držák paletky umístěny na protilehlých ramenech Cu desky dva teplotní snímače typu CERNOX[®] viz Obr. 5.4, aby se ověřila homogenita teploty držáku, a jeden elektrotechnický odpor typu SMD s odporem 200 Ω. Další snímač pro ověření mezní teploty paletky, byl umístěn na paletku. Topný element ani snímače nebyly připojeny přes testované kontakty, ale byly připojeny napřímo (čtyřvodičově) na svorkovnici komory bronzovými dráty LakeShore o průřezu vodiče 0,0127 mm² a délce 100 mm.

Na Obr. 5.3 je časový záznam průběhu teplot v LHe experimentu, při kterém byl měřen odpor elektrických dvojic kontaktů. Měření odporu je shrnuto v tabulce 5.2. Naměřený odpor se po ochlazení zvýšil, což je pravděpodobně způsobeno teplotními dilatacemi celého držáku, díky kterým se mohl kolík na paletce posunout na část pružiny, kde byla větší vrstva oxidů. Bylo dosaženo mezní teploty na držáku paletky 24 K a na paletce 44 K. Na protilehlých ramenech držáku paletky byl teplotní rozdíl 0,7 K. Tento rozdíl byl způsoben pravděpodobně nekvalitním tepelným kontaktem mezi držákem paletky a samotnou paletkou a také nepřesností při výpočtu braidu, kdy není možné díky množství vláken a jejich spletení přesně odhadnout jeho obvod a tím vypočítat radiční tepelný tok na braid.

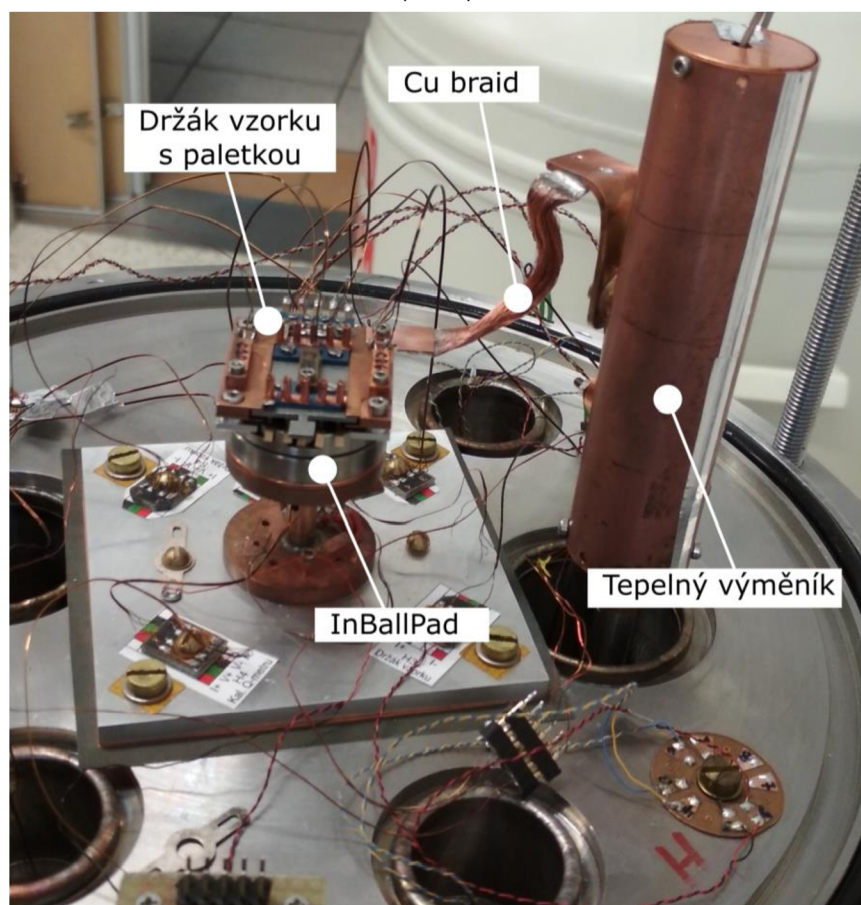
Tab 5.2 Naměřené hodnoty elektrického odporu při LHe experimentu. Je uvedena hodnota v ustáleném stavu při pokojové teplotě 300 K a na ustáleném stavu po ochlazení držáku paletky na 24 K.

	Měřicí rozsah	Excitační proud	El. odpor	
	Ω		při 300 K	při 24 K
	Ω	mA	Ω	Ω
Input 1	63,2	0,1	0,96	8,78
Input 2	63,2	0,1	0,14	34,3
Input 3	63,2	0,1	2,84	10,24
Input 4	63,2	0,1	0,77	12,19
Input 5	63,2	0,1	0,55	8,27

[®] CERNOX – tenkovrstvý odporový teplotní snímač, určený především do kryogenních teplot, umožňující měření teplot od 100 mK až do 420 K. Přesnost měření na teplotě 5 K je ±5 mK.[25]



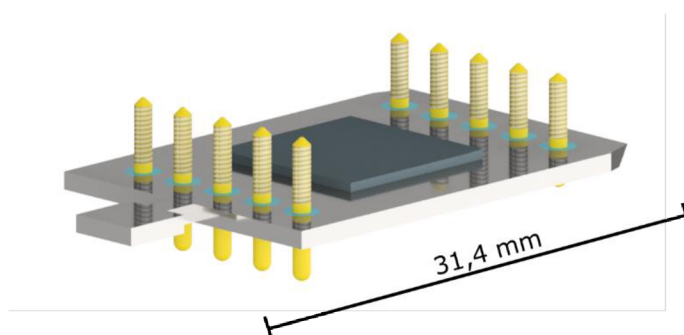
Obr. 5.3 Záznam průběhu teplot LHe experimentu. Byla měřena teplota tepelného výměníku, ve svou místech držáku paletky, kdy držák paletky 1 je na odlehle straně od braidu a držák paletky 2 je na straně u braidu a teplota paletky.



Obr. 5.4 Umístění držáku vzorku v testovací komoře

6 DRŽÁK VZORKU (300 K – 700 K) NÁVRH ÚPRAV

Dosud realizovaný držák není možné použít do vysokých teplot z několika důvodů. Jedním z důvodů je, že plast Techtron, ze kterého jsou některé součásti vyrobeny, je použitelný pouze do teploty 220 °C [22]. Pro použití za vysokých teplot tedy bude nutné tyto plastové komponenty nahradit odolnějším materiálem. Jako vhodná varianta se nabízí různé druhy keramik, jako například Macor⁹, které mají dobré izolační schopnosti a vysokou teplotní odolnost. Bude nutné nahradit také přichycení hrotů k paletce, které jsou rovněž uchyceny v plastových držácích. Tyto držáky by mohly být nahrazeny skleněnými zátavami, které jsou výhodné díky velmi přesnému zatavení, vysoké tepelné odolnosti a výborné elektrické izolaci. Z důvodu těchto plánovaných úprav byly kontaktní kolíky vyrobeny z molybdenu, který je vhodný díky své vysoké odolnosti a zároveň je vhodný pro zatavení. Jak by taková paletka mohla vypadat ukazuje Obr. 6.1.



Obr. 6.1 Paletka se skleněnými zátavami vhodná do vysokých teplot

Dalším důvodem jsou beryliové pružiny, které ztrácejí při vysokých teplotách svou pružnost. Bude tedy nutné nahradit beryliový bronz za pružinový materiál do vyšších teplot. Za vhodnou náhradu byly vybrány žárupevné slitiny Inconel¹⁰, které si své pružné vlastnosti zachovávají i do vyšších teplot [27].

Pro testování za vysokých teplot také bude nutné vybavit držák topným elementem odpovídajícího výkonu.

Pro ohřátí držáku na určenou teplotu je opět třeba počítat se všemi ztrátami. Tentokrát je problém opačný než u chlazení, protože držák vyzařuje své teplo do okolí a část tepla také prochází izolační podložkou InBallPad. Pro návrh topného elementu je tedy třeba vzít v úvahu všechny tepelné toky, které teplo odvádějí a tomu přizpůsobit jeho výkon. Výkon topného elementu musí být roven alespoň součtu všech ztrátových tepelných toků.

⁹ Macor je obrobiteľná keramika vyvinutá spoločnosťou Corning Inc. Vyznačuje sa vynikajúcou tepelnou a elektrickou izoláciou, stabilitou za vysokých teplot, malým odplyňovaním a veľmi malou tepelnou rozťažnosťou [26]

¹⁰ Inconel je skupina austenitických nikel-chromových slitin, vyznačujúca sa svojou chemickou odolnosťou a odolnosťou voči vysokým teplotám. Niektoré druhy sú vhodné pre použitie ako pružiny. [27]

ZÁVĚR

Tato práce se zabývala návrhem a testováním držáku vzorku pro prototyp UHV SEM/SPM mikroskopu, který je vyvíjen ve spolupráci Ústavu fyzikálního inženýrství Vysokého učení technického v Brně s Ústavem přístrojové techniky Akademie věd České republiky a firmy TESCAN ORSAY HOLDING a.s.

Teoretická část práce je věnována rozboru navrhovaného držáku. Jsou zde popsány uplatňované mechanismy přenosu tepla, způsobu elektrického kontaktování paletky a také rozvaha nad výběrem materiálu pro UHV kryogenní prostředí. Nedílnou součástí této části je také rešeršní studie komerčních držáků vzorku s možností elektrického kontaktování paletky, z níž vyplývá, že na trhu nejsou dostupné držáky vzorku s parametry, které by vyhovovaly zamýšlenému použití.

Praktická část je věnována z velké části samotnému návrhu držáku vzorku pro nízké teploty (20 K – 300 K), který se skládá ze tří částí a to držáku paletky, držáku elektrických kontaktů a testovací paletky. Součástí je také návrh souvisejících komponent: tj. Cu braidu pro tepelně vodivé spojení držáku s tepelným výměníkem průtokového kryostatu. Topného elementu na bázi NiCr odporové vrstvy na Si destičce s nominálním odporem 300 Ω . Topný element byl vyroben v ÚPT.

Další částí praktické části je testování již vyrobeného držáku vzorku. Byly provedeny dva testy, z nichž první se soustředil na kvalitu elektrického kontaktování paletky opakovaným zakládáním na vzduchu a za pokojové teploty, při kterém byl naměřen elektrický odpor na dvojici kontaktů maximálně 340 m Ω . Druhý test se soustředil na homogenitu teploty v držáku vzorku, spolu s ověřením dosažitelnosti požadované mezní teploty a ověřením funkce elektrických kontaktů za kryogenních teplot. Bylo dosaženo mezní teploty na držáku vzorku 24 K a na paletce mezní teploty 44 K, při kterých vzrostl elektrický odpor kontaktů na maximálně 34,3 Ω . Na protilehlých ramenech držáku paletky byl teplotní rozdíl 0,7 K.

Poslední část práce je zaměřena na budoucí úpravy držáku vzorku, které jsou soustředěny na přizpůsobení pro vysoké teploty (300 K – 700 K).

Do budoucna je třeba držák vzorku dále optimalizovat, aby se dosáhlo spolehlivého kontaktování paletky při opakovaném založení, a také provést test zakládání paletky ve vakuu, který nebyl v době psaní práce realizovatelný. Také bude třeba ověřit funkčnost držáku v reálných podmínkách mikroskopu.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] TROYON, Michel, HEI NING LEI, ZHONGHUI WANG a GUANGYI SHANG. A Scanning Force Microscope Combined with a Scanning Electron Microscope for Multidimensional Data Analysis. *Microscopy Microanalysis Microstructures* [online]. 1997, **8**(6), 393–402. ISSN 1154-2799. Dostupné z: doi:10.1051/mmm:1997130
- [2] POLA, Tomáš. Návrh a ověření funkce nízkoteplotních částí stolku UHV SEM/SPM mikroskopu [online]. 2016 [vid.2018-05-23]. Dostupné z: <http://dspace.lib.vutbr.cz/xmlui/handle/11012/61010>
- [3] HANZELKA P, VONKA J a MUSILOVA V. Low conductive support for thermal insulation of a sample holder of a variable temperature scanning tunneling microscope. *The Review of scientific instruments*. 2013, **84**(8). ISSN 0034-6748.
- [4] VOŇKA, Jakub. Návrh a ověření nízkoteplotní části UHV - STM mikroskopu [online]. 2013 [vid.2018-05-23]. Dostupné z: <http://dspace.lib.vutbr.cz/xmlui/handle/11012/25642>
- [5] HOYT C. HOTTEL. *Přenos tepla záření*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1979. Řada strojírenské lit.
- [6] JELÍNEK, Josef a Zdeněk MÁLEK. *Kryogenní technika*. Praha: SNTL, 1982.
- [7] HANZELKA, Pavel. *Stavba kryogenních systémů* [přednáška]. Brno: Přednáška předmětu Kryogenika, 20. 3. 2018.
- [8] FROLEC, Jiří. Effect of gold coating on emissivity and absorptivity of Ti-6Al-4V alloy [online]. 2017, Cryogenics 2017 /14./. IIR International Conference [vid. 2018-05-24]. ISSN 978-2-36215-022-7. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11104/0274395>
- [9] KRÁLÍK, Tomáš, Věra MUSILOVÁ, Pavel HANZELKA a Jiří FROLEC. Method for measurement of emissivity and absorptivity of highly reflective surfaces from 20 K to room temperatures. *Metrologia* [online]. 2016, **53**(2), 743. ISSN 0026-1394. Dostupné z: doi:10.1088/0026-1394/53/2/743
- [10] WEISEND, J. G. *Handbook Of Cryogenic Engineering*. Philadelphia : Taylor and Francis, 1998. 504 p. ISBN 978-1560323327.
- [11] KRÁLÍK, Tomáš. *Vedení tepla* [přednáška]. Brno: Přednáška předmětu Kryogenika, 7. 3. 2018.
- [12] HANZELKA, Pavel. *VVV_3_Popis*. Brno, 2013.
- [13] HANZELKA, Pavel. *BarSer1_Popis*. Brno, 2016.
- [14] ČERNOCH, Svatopluk. *Strojně technická příručka. 1. [díl] 1. [díl]*. Praha: SNTL, 1968.

- [15] GMELIN, E., M. ASEN-PALMER, M. REUTHER a R. VILLAR. Thermal boundary resistance of mechanical contacts between solids at sub-ambient temperatures. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. 1999, 32(6), R19. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/32/6/004
- [16] *PREVAC • PTS 1000 RES/C WITH EXTRA CONTACT sample holder* [online]. [vid. 2018-04-07]. Dostupné z: <https://www.prevac.eu/en/2,offer/36,sample-holders/26,pts-1000-res-c-with-extra-contact-sample-holder.html>
- [17] *UHV NANOPROBE - Scienta Omicron GmbH* [online]. [vid. 2018-04-20]. Dostupné z: <http://www.scientaomicron.com/en/products/uhv-nanoprobe/further-details>
- [18] *RECOMEC13 Receptacle for SHOMECE13 with 13 electrical contacts* [online]. [vid. 2018-04-07]. Dostupné z: <https://www.ferrovac.com/?tool=ProductDescription&product=RECOMEC13>
- [19] *Shapal™-M - Ceramics - Research Materials - Goodfellow* [online]. [vid. 2018-05-16]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/larger-quantities/ceramics/shapal-m/>
- [20] URBAN, Pavel. Effect of thermal radiation on low temperature measurement for various types of temperature sensor installations. In: *Cryogenics 2017 /14./. IIR International Conference* [online]. 2017 [vid. 2018-05-23]. Dostupné z: <http://invenio.nusl.cz/record/364661>
- [21] *Techtron* [online]. [vid. 2018-05-09]. Dostupné z: <http://www.eppplasty.cz/techtron.php>
- [22] *Techtron® PPS - Quadrant* [online]. [vid. 2018-04-09]. Dostupné z: <https://www.quadrantplastics.com/eu-en/products/engineering-plastics/advanced-160-220-c/techtron-R-pps.html>
- [23] LANE, Clyde H. *Nichrome Resistor Properties and Reliability*. [online]. RADC-TR-73-181. B.m.: ROME AIR DEVELOPMENT CENTER GRIFFISS AFB NY, ROME AIR DEVELOPMENT CENTER GRIFFISS AFB NY. 1973 [vid. 2018-05-24]. Dostupné z: <http://www.dtic.mil/docs/citations/AD0765534>
- [24] *Model 372 | Overview | Lake Shore Cryotronics, Inc.* [online]. [vid. 2018-05-23]. Dostupné z: <https://www.lakeshore.com/products/ac-resistance-bridges/model-372/Pages/Overview.aspx>
- [25] *Cernox | Overview | Lake Shore Cryotronics, Inc.* [online]. [vid. 2018-05-23]. Dostupné z: <https://www.lakeshore.com/products/cryogenic-temperature-sensors/cernox/models/pages/overview.aspx>
- [26] *Macor* [online]. 2018 [vid. 2018-05-23]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Macor&oldid=823759773>
- [27] *Inconel* [online]. 2018 [vid. 2018-05-23]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Inconel&oldid=842404106>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Symbol	Veličina	Jednotka
T	Termodynamická teplota	K
Φ_B	Intenzita záření	$W \cdot m^{-2}$
σ	Stefanova-Boltzmannova konstanta	$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$
S	Plocha tělesa	m^2
E_{21}	Vzájemná emisivita	-
Q	Tepelný tok	$J \cdot s^{-1}$
e	Emisivita	-
λ	Součinitel tepelné vodivosti	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
L	Délka	m
ρ	Měrný elektrický odpor	$\Omega \cdot m$
I	Proud	A
w	Průhyb nosníku	m
F	Síla	N
E	Youngův modul pružnosti	Pa
b	Šířka nosníku	m
h	Tloušťka nosníku	m
σ	Mechanické napětí	Pa
F_t	Třecí síla	N
f_s	Koeficient statického tření	-
k	Tuhost pružiny	$N \cdot m^{-1}$
O	Obvod	m

SEZNAM OBRÁZKŮ

0.1	Schematické znázornění výchozího stavu konfigurace SMP mikroskopu	2
1.1	Schematické znázornění tepelného záření na držák vzorku v komoře UHV	4
1.2	Graf emisivit v závislosti na teplotě pro vybrané materiály	5
1.3	Tepelně izolovaná tyč konstantního průřezu, umístěná ve vakuu	7
1.4	Graf integrální tepelné vodivosti v závislosti na teplotě.....	7
1.5	Tepelně izolovaná tyč konstantního průřezu, vystavena tepelnému záření	8
1.6	Vodič umístěný ve vakuu, kterým protéká el. proud, teplotní profil	8
1.7	Model počítané soustavy s parametry programu VVV_3	9
1.8	Model počítané soustavy s parametry programu BarSer1	9
1.9	Zobrazení teplotního profilu vodiče spolu s tepelným tokem	10
1.10	Průhyb vetknutého nosníku	11
2.1	Držák vzorku PTS 1000 RES/C	13
2.2	Držák vzorku Scienta Omicron	13
2.3	Držák vzorku RECOMEC13	14
3.1	Schematické znázornění vymezeného prostoru	15
3.2	Testovací vakuová komora s připojenou Dewarovou nádobou	16
3.3	Sestava držáku vzorku – různé pohledy	17
3.4	Podsestava držáku paletky – různé pohledy	19
3.5	Podsestava držáku elektrických kontaktů	20
3.6	Podsestava držáku elektrických kontaktů – různé pohledy	21
3.7	Podsestava testovací paletky – různé pohledy	23
3.8	Výřez z výkresu navrhnutého meandru topného elementu	24
3.9	Vyrobené topné elementy	24
4.1	Detailní schéma navrhovaného držáku vzorku, znázornění tepelných toků.....	25
5.1	Paletka se sériovým zapojením kolíků testovaných elektrických kontaktů	27
5.2	Záznam měření odporu dvojic el. kontaktů	28
5.3	Záznam průběhu teplot LHe experimentu.....	29
5.4	Umístění držáku vzorku v testovací komoře.....	29
6.1	Paletka se skleněnými zátavy vhodná do vysokých teplot.....	29

SEZNAM TABULEK

1.1	Hodnoty intenzity záření černého tělesa v závislosti na teplotě.....	3
3.1	Základní parametry jednotlivých podsestav držáku vzorku.....	16
3.2	Parametry pružin paletky	18
3.3	Základní parametry a označení komponent držáku paletky	18
3.4	Parametry pružin elektrických kontaktů	20
3.5	Základní parametry a označení komponent držáku el. kontaktů	21
3.6	Základní parametry a označení komponent testovací paletky	22
4.1	Vypočtené tepelné toky na jednotlivé podsestavy	26
4.2	Parametry braidu	26
5.1	Naměřené hodnoty el. odporu při opakovaném zakládání paletky	27
5.2	Naměřené hodnoty el. odporu při LHe experimentu	28

SEZNAM PŘÍLOH

- 1 Tabulka vypočtených tepelných toků na jednotlivé komponenty držáku vzorku

Příloha 1 : Tabulka vypočtených tepelných toků na jednotlivé komponenty držáku vzorku.

	Plocha mm ²	Emisivita	Teplota K	Kusů	Tepelný tok mW	
Paletka	305,8	0,10	20	1	14,0	
Držáky elektrických kontaktů	70,8	1	20	2	65,0	
Spodní část paletky	42,0	0,10	20	1	1,9	Paletka
Šroubky na paletce	16,5	0,45	20	4	13,6	
Matičky na paletce	18,7	0,01	20	10	0,9	
Paletka celkem					95,5	
Horní deska	433,0	0,01	20	1	2,0	
Horní deska (boky)	163,8	0,01	20	1	0,8	
Šrouby na paletce	11,3	0,45	20	4	9,4	Držák paletky
Mezera (boční)	78,1	1	20	1	35,9	
Mezera (zadní)	46,4	1	20	1	21,3	
Držák paletky celkem					69,3	
Spodní deska (boky)	169,5	0,02	20	1	1,6	
Spodní deska (spodní strana)	239,1	0,02	20	1	2,2	
Izolátory pružin	48,0	1	20	2	44,0	Držák el. kontaktů
Šroubky izolátory	7,5	0,45	20	4	6,2	
Topný element	52,0	1	20	1	23,9	
mezera (zepředu)	60,4	1	20	1	27,7	
Pružiny – zadní části	25,4	0,04	20	10	4,7	
Držák elektrických kontaktů celkem					110,3	
Horní deska IBP	319,2	0,1	20	1	14,7	
IBP				1	125,0	Ostatní
Vodiče		0,5		18	78,5	
Vodič topení		0,5		2	19,0	
Ostatní celkem					237,2	
Celkem					512,3	