

روش و دستگاهی برای بررسی ساختمان بلورین جامداتی که در حالت عادی گاز هستند ، در دماهای پایین

نوشته :

عزت الله ارضی
استادیار دانشگاه تهران

چکیده

پراش نوترون به وسیله پودر کریستالها می تواند اطلاعات زیادی در مورد کریستالها و تغییر فاز آنها به دست دهد .
هویزه ، این روش در مورد مواد هیدرژن دار و یا موادی که خاصیت مغناطیسی دارند کاربردهای فراوان دارد .
تهیه پودر خوب از موادی که در شرایط متعارفی گاز هستند و ایجاد دماهای خیلی پایین و ثابت نگهداشتن آن
به مدت طولانی ، تا به حال مشکل بزرگی بوده است . به همین دلیل ، اطلاعات بسیار کمی در مورد ساختمان کریستالی و
رفتار این نوع مواد در دست می باشد .

برای از بین بردن این مشکلات ، روش جدیدی ابداع گردید که به وسیله آن می توان از هر نمونه مورد نظر پودری
با دانه های بسیار ریز تهیه کرد . برای این کار یک کرایوستات (cryostat) و یک سیستم " خط انتقال " طرح ریزی
گردید و ساخته شد .

برای تولید و ثابت نگهداشتن دما و همچنین انجام آزمایشهای دیفراکسیون (پراش) نوترون ، یک دستگاه حدید
که قسمت موثر آن از سیلیکای خالص و بسیار نازک می باشد طرح ریزی و ساخته شد . با استفاده از هلیوم و ازت مایع هر
دمایی از $4/2$ درجه کلوین به بالا را می توان با دقت زیاد ایجاد کرد و به مدت حتی چند هفته آن را ثابت نگهداشت .
بزرگترین برتری این دستگاه در این است که در neutron powder diffraction pattern نمونه های
گوناگون ، تنها یک زمینه مسطح و کم شدت ایجاد می شود و در نتیجه هیچگونه پیک مزاحمی وجود ندارد . این دستگاه برای
مطالعه ساختمان کریستالی و تغییر فاز مواد زیادی که در حالت عادی گاز هستند به کار رفته و در هر مورد کاملاً " موفقیت آمیز
بوده است .

مقدمه

هر روزه دامنه استفاده از پدیده پراش (دیفراکسیون) پرتوهای ایکس و ذرات نوترون به وسیله اجسام جامد در
علوم افزایش می یابد ، تا جایی که هزاران مسأله در زمینه علوم فیزیک ، شیمی ، بیولوژی ، زمین شناسی ، معدن شناسی ،
مواد ، داروسازی و غیره که در گذشته غیر قابل حل می نمود ، اکنون به وسیله این پدیده توجیه شده اند . گرچه بیش از شصت سال

از کشف پدیده پراش پرتوهای ایکس به وسیله کریستالها نمی گذرد، ولی از آن زمان تا به حال کریستالوگرافی پیشرفت فوق العاده‌ای کرده است. اغراق آمیز نیست اگر بگوئیم که بسیاری از پیشرفتهای چشمگیری که تا به حال در راه شناخت مراحل گوناگون بیولوژی به دست آمده است نتیجه استفاده از پدیده پراش در کریستالها می باشد. نمونه بارز کاربرد این روش، موفقیت دانشمندان متعدد در پیدا کردن ساختمان کریستالی و وضعیت فضایی ملکولهای موجود در مواد پیچیده‌ای نظیر پروتئین‌ها، ویتامین‌ها، انسولین و DNA می باشد.

پراش ذرات نوترون و پرتوهای ایکس با استفاده از پودر اجسام بلوری یکی از متداولترین روشها برای شناخت ساختمان کریستالی، مطالعه چگونگی تغییر فاز جامدات، نوسانات اتمها و به دست آوردن اطلاعات مفید دیگری در مورد کریستالها می باشد. از طرفی، برخی از خواص مواد هیدرژندار و یا موادی که خاصیت مغناطیسی دارند را تنها به وسیله نوترون می توان مورد مطالعه دقیق قرار داد. ناگفته نماند که کامپیوترها به میزان زیادی سرعت عمل و دقت به حل اینگونه مسائل داده است، به گونه‌ای که در برخی از موارد بدون استفاده از کامپیوتر، حل پاره‌ای از ساختمان‌های کریستالی تقریباً غیر ممکن است.

در حالی که هزاران آزمایش گوناگون کریستالوگرافی بر روی جامدات در دمای محیط و فشار معمولی انجام شده است، تعداد نسبتاً کمی آزمایشهای پژوهشی در دماهای خیلی پایین و در خلاء انجام می شود. در نتیجه اطلاعات بسیار کمی در مورد جامدات و رفتار آنها در دماهای پایین در دست است.

از جمله پژوهشهای اساسی که با استفاده از پراش یودر کریستالها انجام می شود، مطالعه ساختمان کریستالی و تغییر فاز موادی است که در شرایط متعارفی به صورت گاز هستند. انجام اینگونه پژوهشها مشکلات عدیده‌ای را در بردارد که مهمترین آنها به شرح زیر است:

۱- تهیه پودر با دانه‌های بسیار ریز از اینگونه مواد، اساس و پایه پژوهشهای بعدی است. به دلیل این که نقطه ذوب اینگونه مواد پایین است، نمی توان با وسایل معمولی از آنها پودر تهیه کرد. مشکل تهیه پودر در مورد جامداتی نظیر متان، هیدرژن، ازت، اکسیژن و غیره که نقطه ذوب آنها خیلی پایین است چندین برابر می باشد. به طور مثال می توان برخی از مشکلاتی که در راه تهیه پودر از متان جامد وجود داشته است را ذیلاً ذکر کرد:

Gissler and Stiller (1965) در مورد تهیه پودر چنین می نویسند: "علیرغم انجام تغییرات متعدد در شرایط جامد کردن نمونه، به دست آوردن نمونه‌های پودر بدون بافت (texture) امکان نداشت". در مقاله دیگری، Press (1972) می نویسد: "به دست آوردن نمونه‌های پودر خوب هم مشکل بود، حتی اگر مرحله سرد کردن نمونه با سرعت زیاد هم انجام می گرفت دانه‌های درشت کریستالی با داشتن Preferred orientations تشکیل می شد". Greer and Meyer (1969) مشکلات خود را در راه تهیه پودر چنین بیان می کنند: "حتی سرد کردن سریع نمونه هم دانه‌های نسبتاً درشتی تولید کرد" آنها برای این که دانه‌ها را کوچکتر بکنند، از یک سیستم مکانیکی برای خرد کردن نمونه استفاده کردند که روش عملی و کاملاً درستی به نظر نمی رسد.

Herczeg and Stoner (1971) هم مشکلاتی مشابه افراد نامبرده داشتند. بنا به گفته خودشان موفق

شدند چیزی شبیه پودر تهیه کنند. حتی روشهای نسبتاً قابل قبولی که به وسیله Farrow (1970) و Johnson (1971)

برای تهیه پودر از برخی از هالوزنها گسترش یافت، برای اجسام با نقطه ذوب پایین با شکست روبرو شد.

به خاطر این که کیفیت نمونه‌های پودری رل بسیار مهمی در اینگونه پژوهشها بازی می کند، روشهایی که تا به حال موجود بود نامناسب تشخیص داده شد و به همین دلیل روش جدیدی ابداع گردید که به وسیله آن می توان مستقیماً از گاز مورد نظر پودر با دانه‌های بسیار ریز و بدون بافت به دست آورد.

۲ - نگهداری یک نمونه در دمای ۴/۲ و یا ۷۷/۴ درجه کلویین کار نسبتاً "ساده‌ایست زیرا تنها کافی است که نمونه را در هلیوم مایع و یا ازت مایع قرارداد، ولی نگهداری یک نمونه در دماهای بین این دو درجه و یا بالاتر از ۷۷/۴ درجه کلویین کار را مشکلتر می‌کند، در حالی که کاربرد عملی و علمی فراوان دارد. در برخی از پژوهش‌های این چنین دماها را در داخل لوله‌های مخصوصی که از فلزاتی نظیر آلومینیوم درست شده‌اند، ایجاد می‌کنند. در مطالعات پراش نوترون اینگونه لوله‌ها مشکلات عظیمی را در بر دارند، زیرا فلزات به علت ساختمان بلورینی که دارند، پیکهایی با شدت بسیار زیاد در diffraction pattern نمونه مورد مطالعه ایجاد می‌کنند و در اکثر مواقع انجام مطالعات بعدی را غیرممکن می‌سازند (به Press, 1972 مراجعه شود). یک لوله آزمایش ایده‌آل برای پراش نوترون باید خالی از هرگونه مزاحمت از این نوع باشد و باید بتوان تا حد ممکن به سادگی پودر در داخل آن تهیه کرد و دما را به میل خود تغییر داد. بعلاوه، این وسیله باید کم حجم بوده، به سادگی بتوان آن را با دیفراکتومترها و کرایوستاتهای موجود و استاندارد به کار برد. به خاطر دلازلی بالا، وسایل استاندارد موجود را به کار نبرده، بلکه یک دستگاه جدید که دمای کار آن قابل تغییر و کنترل می‌باشد به نام Variable Temperature Specimen Tube (VTST) طرح‌ریزی گردید و ساخته شد.

شرح دستگاه VTST

مشخصات و برتری‌های این دستگاه به قرار زیر است.

الف - لوله‌های آن از سیلیکای بدون بُرن که دیواره آن بسیار نازک می‌باشد ساخته شده است (Thin walled boron-free fused silica) به علت بی‌شکل بودن سیلیکا، هیچگونه پیک مزاحمی در diffraction pattern آن دیده نمی‌شود و زمینه را می‌توان به میزان قابل ملاحظه‌ای با نازک کردن دیواره لوله سیلیکا در مکانی که مورد تابش نوترون قرار می‌گیرد (حجم مؤثر = effective volume)، پائین آورد. نازک کردن لوله‌ها به وسیله ماشین کردن آنها و یا به وسیله HF انجام گرفت.

ب - مقطع مؤثر جذب نوترون حرارتی برای سیلیکا کم است و از طرفی ضریب انبساط حرارتی آن هم خیلی ناچیز می‌باشد.

پ - به خاطر این که سیلیکا شفاف است، مرحله تهیه پودر از جامدات را می‌توان با چشم مشاهده و تعقیب کرد. ت - همان طور که بعداً خواهیم دید، برای تهیه پودر خوب از گازها باید یک گرادیان بسیار زیاد دما بین حجم مؤثر و یکی دو سانتیمتر بالای آن وجود داشته باشد. می‌دانیم که هیچ فلزی نمی‌تواند این نیاز را برآورد، در حالی که سیلیکا به علت این که رسانای بسیار بدی است، برای این کار مناسب می‌باشد.

ث - VTST طوری طرح‌ریزی شده است که می‌تواند همراه با هر کرایوستاتی که قطر دهانه آن ۲ اینچ باشد به کار رود. البته باید یک flange مناسب برای اتصال VTST به کرایوستات مورد نظر ساخت.

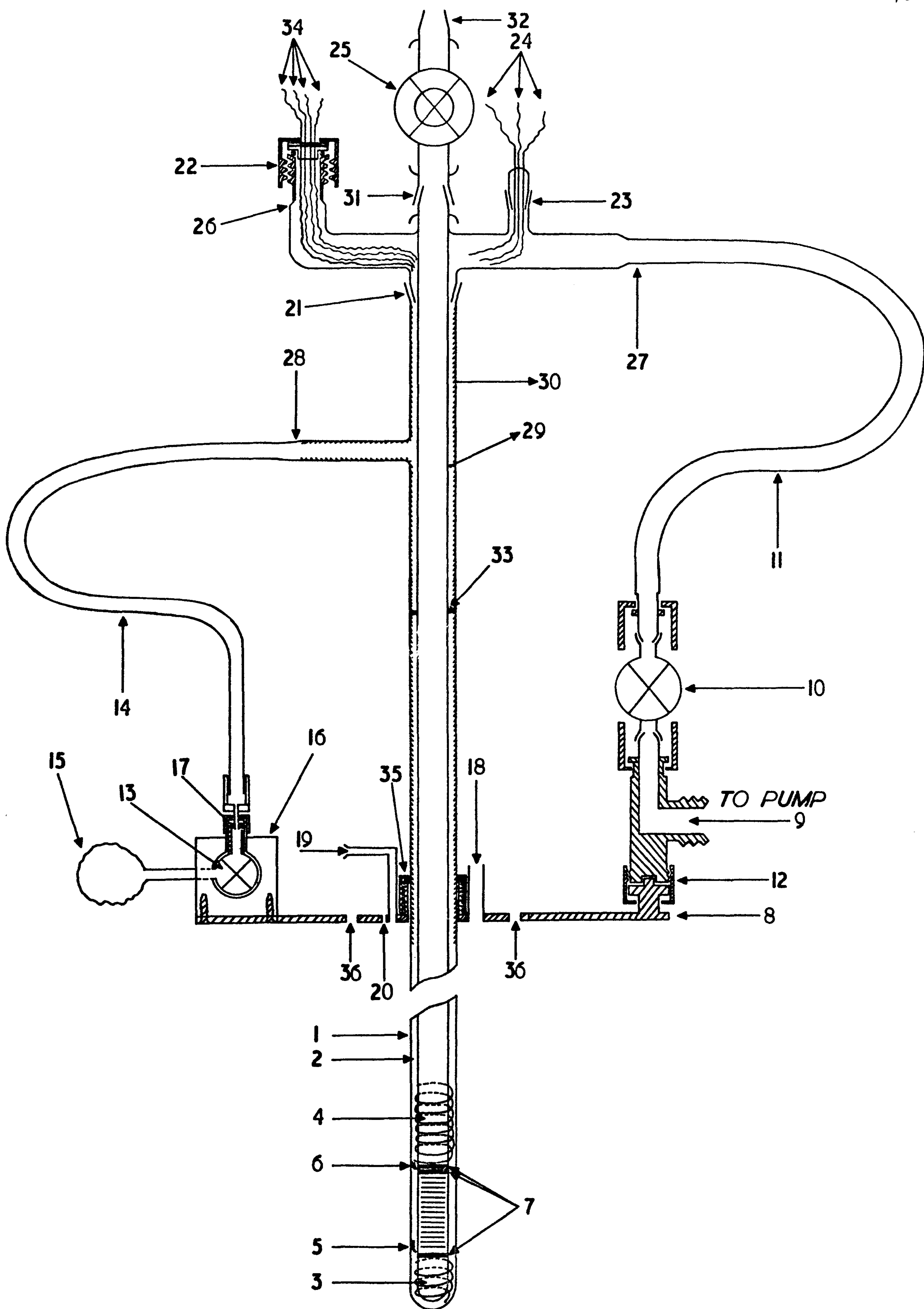
شکل ۱ شمای VTST را نشان می‌دهد. اجزایی که شماره گذاری شده اند عبارتند از:

۱ - لوله خارجی که از سیلیکای بدون بُرن ساخته شده و قسمت پائین آن نازک شده است. طول آن در حدود ۱۲ سانتیمتر و قطر خارجی آن در حدود ۲/۳ سانتیمتر می‌باشد.

۲ - لوله داخلی با همان مشخصه‌های لوله خارجی منتها با قطر خارجی ۱/۲۷ سانتیمتر.

۳ و ۴ - حرارت دهنده (گرم کننده) پائینی و بالائی.

۵ و ۶ - ترموکوپل پائینی و بالائی که از طلا + آهن و کرومیل درست شده است.



VTST شکل ۱ - شمای

- ۷- نوارهای کادمیمی (نوار بالایی دارای دو لایه می باشد) .
- ۸- flange برای اتصال VTST به کرایوستات .
- ۹- دهانه برای اتصال لوله‌های فولادی قابل انعطاف که قسمت فضای تبادل حرارت را به پمپ خلا وصل می کند .
- ۱۰- شیر سوزنی فوق‌العاده دقیق و ظریف در قسمت خروجی فضای تبادل حرارت .
- ۱۱- لوله فولادی قابل انعطاف به قطر یک چهارم اینچ .
- ۱۲- وسیله ای برای اتصال شیر سوزنی به فلانج .
- ۱۳- شیر سوزنی در ورودی گاز هلیوم .
- ۱۴- لوله فولادی قابل انعطاف به قطر سه چهارم اینچ .
- ۱۵- یک سیلندر یا بالن پر از گاز هلیوم حاصر .
- ۱۶- تشک از جنس تفلن برای قطع ارتباط رسانائی حرارتی بین شیر سوزنی و فلانج فلزی .
- ۱۷- حلقه او شکل (O-ring)
- ۱۸- ورودی لوله انتقال هلیوم مایع به کرایوستات .
- ۱۹- خروجی گاز سرد هلیوم از کرایوستات .
- ۲۰- محل عبور اتصالاتی رفراکس ترموکوپل ها .
- ۲۱- اتصال cone و socket شیشمای .
- ۲۲- محل قرارگرفتن Batchelder Seal (Batchelder & Sidey, 1969)
- ۲۳- cone و socket برای سیمهای حرارت دهنده . همچنین به جای دریچه اطمینان کار می کند .
- ۲۴- سیمهای حرارت دهنده .
- ۲۵- شیر اسپرینگ هام که در آن هیچگونه گریسی به کار نمی رود .
- ۲۶ و ۲۷ و ۲۸- محل اتصال شیشه به فلز .
- ۲۹- فضای تبادل حرارت .
- ۳۰- آینه (نقره اندود) .
- ۳۱- اتصال cone و socket به عنوان دریچه اطمینان .
- ۳۲- cone از نوع B14 که VTST را به خط انتقال تهیه پودر متصل می کند .
- ۳۳- جداساز تفلن که از تماس لوله داخلی و خارجی جلوگیری می نماید .
- ۳۴- سیمهای ترموکوپل ها
- ۳۵- پیچ و مهره با گام بسیار ظریف و حلقه لاستیکی O شکل که برای ثابت کردن محل فلانج در طول لوله خارجی VTST به کار می رود .
- ۳۶- یک دسته ۶ تایی سوراخ که از طریق آنها VTST به کرایوستات پیچ و مهره می شود .
- حجم مؤثر بین نوارهای کادمیم قرار دارد . این قسمت بیش از ۴ سانتیمتر ارتفاع ندارد یعنی ارتفاع آن اندکی کمتر از ارتفاع عمودی دسته نوترونهای تکفام موازی می باشد . دیواره سیلیکای لوله داخلی و خارجی دارای ضخامت ماکزیمی برابر ۰/۷ میلیمتر می باشد .
- چنانچه برحسب تصادف نمونه ذوب شود و یا بهر دلیل دیگر فشار داخل و یا خارج لوله مرکزی بیش از یک اتمسفر شود ، در این صورت یکی از اتصالاتی ۳۱ و ۲۳ به آرامی جدا شده و اجازه می دهد گاز موجود از لوله خارج شود . بدین طریق از انفجار و ترکیدن دستگاه و کرایوستات و صدمه زدن به دیفرانکتومتر مورد استفاده جلوگیری می شود . قطعات مختلف چنان

به هم اتصال داده شده‌اند که بهیچ وجه هوا به داخل دستگاه نشد نمی‌کند و می‌توان فشارهایی در حدود 10^{-6} میلی‌متر جیوه را در آن ایجاد و به مدت بسیار طولانی نگهداری کرد (بعدها توضیح داده خواهد شد که در برخی از موارد لازم است که فضای تبادل حرارت در حین انجام آزمایش تخلیه گردد).

اتصال لوله‌های فولادی قابل انعطاف به شیشه به دقت و حوصله بسیار زیادی نیاز دارد. شیرهای سوزنی بسیار دقیق بوده و برای کنترل ورود و خروج مقدار گاز هلیوم به فضای تبادل حرارت به کار می‌روند. ساختمان و همچنین طریقه قرار گرفتن آنها در VTST به گونه‌ای است که حتی در دماهای پائین‌تر گاز به داخل لوله‌ها وجود ندارد. شمای مدار ترموکوپل‌ها و حرارت دهنده‌ها در شکل ۲ نشان داده شده است. $D3, D2, D1$ به ترتیب نشانگر فضای تبادل حرارت، ظرف هلیوم و ظرف ازت مایع می‌باشند. ترموکوپل‌ها و حرارت دهنده‌ها به دستگاه کنترل‌کننده حرارت (temperature controller = TC) و ولت‌متر رقمی (digital voltmeter = DVM) وصل شده و این‌ها به نوبه خود به دستگاه ثبت (chart recorder = CR) و یادستگاه خروجی (printout circuit = PC) وصل می‌شوند. یک رشته از سیم‌های ترموکوپل‌ها از نوع آلیاژی از طلای خالص است که به اندازه 0.03 درصد اتم‌های آن آهن می‌باشد. سیم دیگر از جنس کرومیل می‌باشد. قطر سیمها 0.08 میلی‌متر بوده و عایق پیچی شده‌اند. این نوع ترموکوپل دارای نیروی محرکه (emf) نسبتاً زیاد در دماهای پائین بوده و در نتیجه اجازه اندازه‌گیری دما را با دقت بیشتری به ما می‌دهد. دو ترموکوپل $T1$ و $T2$ به ترتیب برای اندازه‌گیری دمای پائین و بالایی حجم مؤثر به کار می‌روند و بدین ترتیب سعی می‌شود که گرادیان دما در طول حجم مؤثر به وسیله مقاومت متغیر RV از بین برود. سومین ترموکوپل $T3$ که از نوع معمولی مس + کنستانتان می‌باشد، برای ردیابی میزان هلیوم در داخل کرایوستات می‌باشد و چنانچه سطح هلیوم از حد معلومی پائین تر آید، به‌طور اتوماتیک اتصال حرارت دهنده‌ها به دستگاه کنترل دما قطع شده و بدین وسیله از ذوب شدن نمونه جلوگیری می‌شود. در ضمن می‌توان زنگ خطری را نیز از طریق این مدار به صدا درآورد تا بتوان به موقع کرایوستات را دوباره پر از هلیوم مایع کرد.

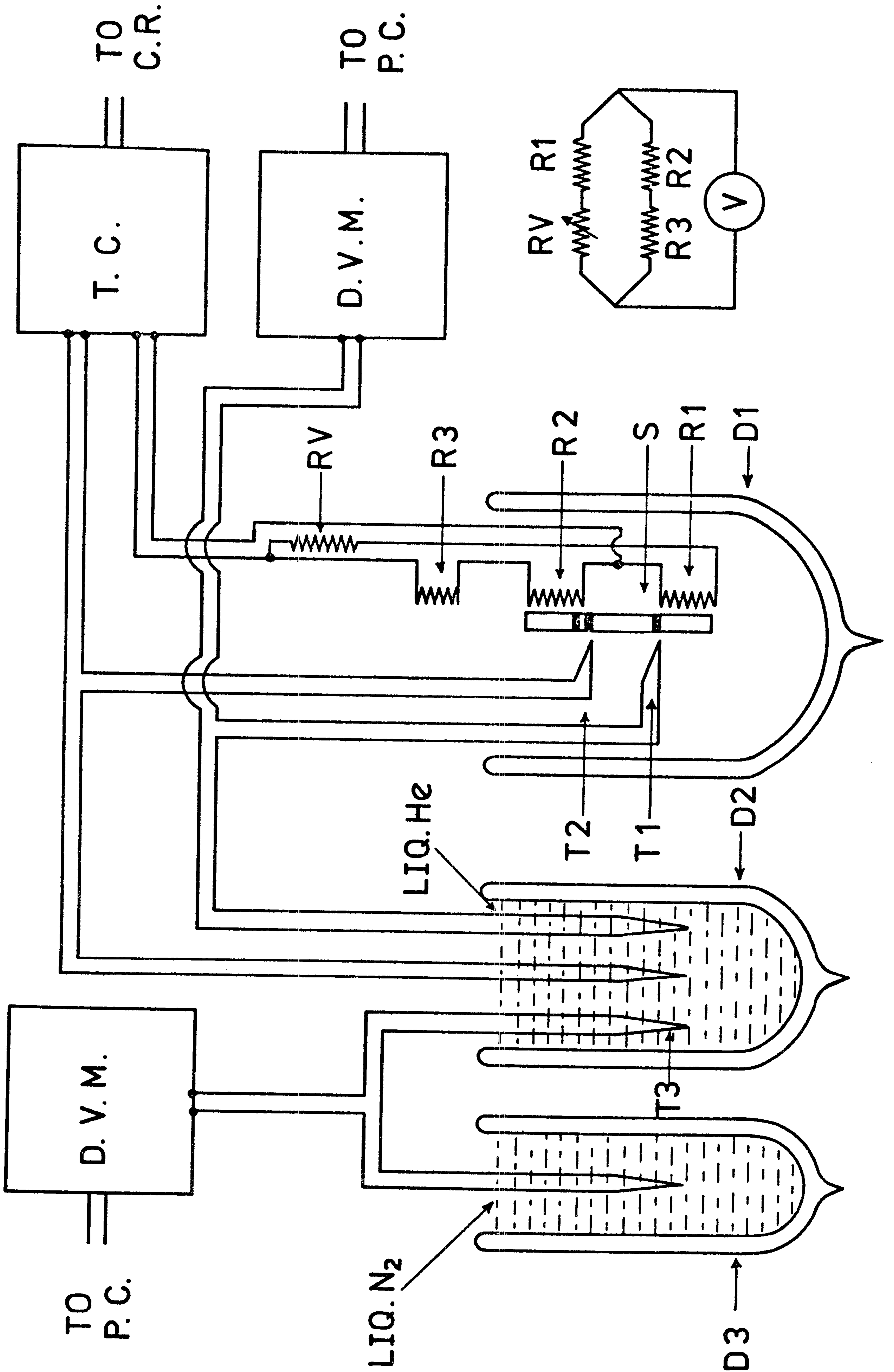
ساختن ترموکوپل‌ها یعنی اتصال طلا به کرومیل نیز خالی از اشکال نیست، بخصوص که باید هر ترموکوپل از محل اتصال تا جایی که به دستگاه اندازه‌گیری متصل می‌شود، پیوسته و بدون اتصال اضافی باشد و نیز باید طوری به جدار لوله داخلی نصب شود که در مواقع سرد کردن دستگاه تا $4/2$ درجه کلوین، در اثر انقباض قطع نشود.

طرز تهیه پودر

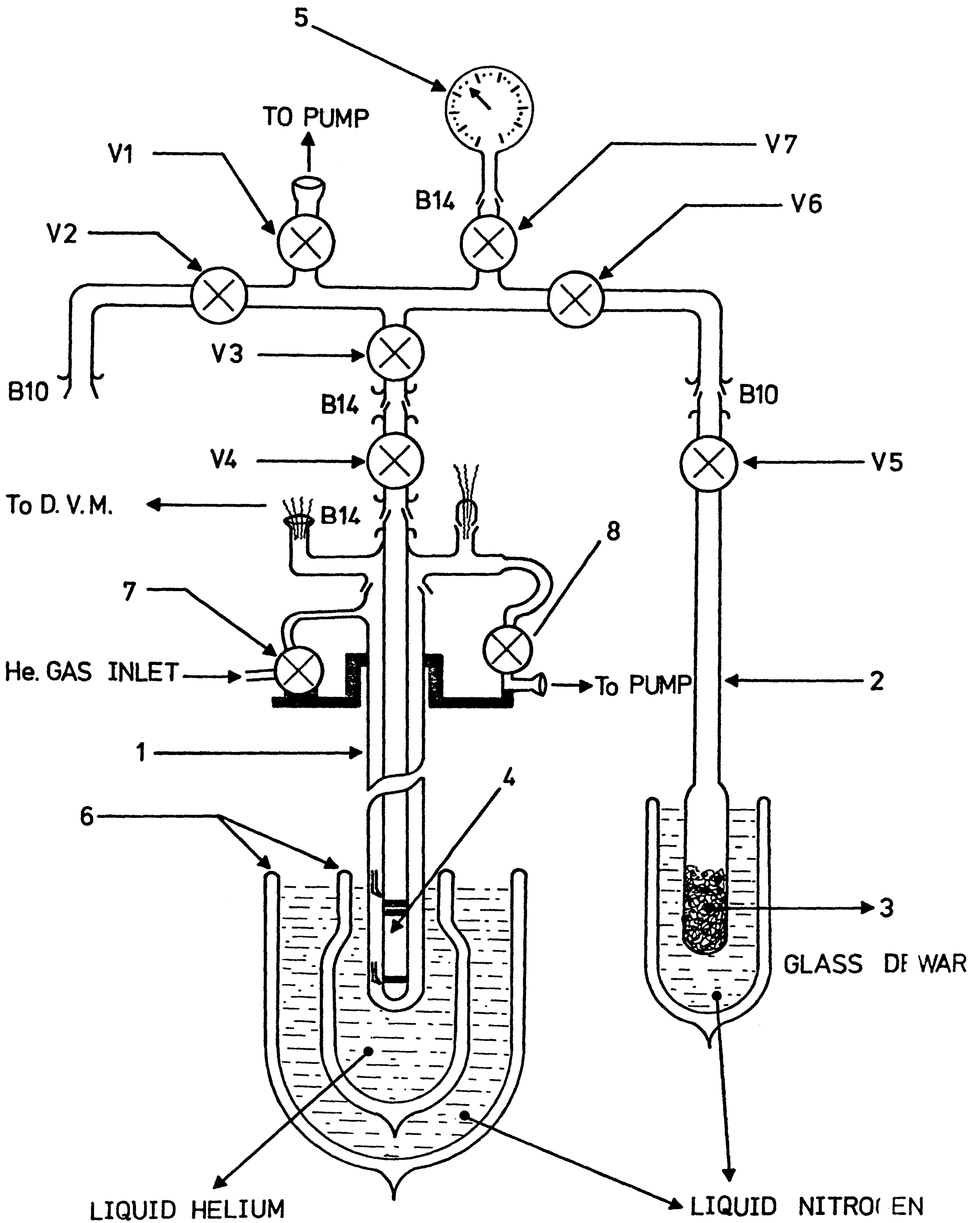
دستگاه VTST را مطابق شکل ۳ به یک خط انتقال وصل می‌کنیم. قسمتی که با عدد ۶ نشان داده شده است، یک کرایوستات شیشه‌ای است که دارای مشخصات ویژه‌ای بوده و برای نگهداری هلیوم مایع و در نتیجه تهیه پودر طرح‌ریزی شده است.

در ابتدای تهیه پودر، VTST (۱) در داخل هلیوم قرار ندارد در حالی که نمونه که به صورت جامد می‌باشد، در قسمت ۳ لوله ۲ قرار دارد و اطراف آن را ازت مایع قرار گرفته است ($77/4$ درجه کلوین، مناسب برای اکثر نمونه‌هایی که نقطه ذوب آنها از نقطه جوش ازت مایع بالاتر است).

فضای داخل خط انتقال و فضای تبادل حرارت را به خوبی و به مدت طولانی تخلیه کرده و فشاری به‌تازگی 10^{-6} میلی‌متر جیوه ایجاد می‌کنیم و سپس اطمینان حاصل می‌کنیم که هیچگونه نشانی در سیستم وجود ندارد. با بستن شیر ۸، فضای تبادل حرارت را از طریق شیر ۷ از گاز هلیوم خالص پر می‌کنیم. شیر ۷5 را باز کرده تا فضای داخل خط انتقال با جسم جامد مورد مطالعه که در لوله ۲ قرار دارد ارتباط حاصل کند، در این صورت، فشار سنج ۵ باید فشاری برابر فشار بخار جامد مورد مطالعه نشان دهد. با بستن شیر ۷5 فضای خط انتقال را دوباره تخلیه می‌کنیم. بدین ترتیب هم از



شکل ۲ - شمای مدار ترموکوپلها و حرارت دهنده های VTST



شکل ۳ - دستگاه تهیه پودر از جامداتی که در حالت عادی گاز هستند.

سالم بودن نمونه مورد مطالعه اطمینان حاصل کرده و هم میزان ملکولهای گازهای اضافی و ناخالصیها در خط انتقال را کاهش داده ایم .

دو عدد ترموکوپلی که در بالا و پائین حجم موثر قرار دارد را به دو عدد ولت متر رقمی وصل می کنیم تا بطور دائم بتوان دمای دو قسمت نامبرده را تعقیب و ثبت کرد . اکنون کرایوستات مخصوص تهیه پودر که دو فلاسک آن پرازات مایع و هلیوم مایع می باشد را زیر VTST قرار داده و آن را آنقدر بالا می آوریم تا حجم موثر در داخل هلیوم مایع قرار گیرد . در این مرحله دقت و حوصله فراوان لازم است زیرا در اثر کوچکترین غفلت ممکن است تمام هلیوم مایع بخار شود . از این مرحله به بعد هر بار به مقدار کمی از نمونه مورد مطالعه را ذوب کرده و سپس بطور سریع آنرا به حجم موثر منتقل می نمایم . این سرعت انتقال باید به حدی باشد که گاز را از دمای محیط به طور ناگهانی به $4/2$ درجه کلونین برساند و مهلت گذشتن از فاز مایع را به آن ندهد . البته هر بار که مقداری از نمونه به حجم موثر منتقل می شود ، دمای آن تا حدود چند درجه کلونین بالا می رود ، در این صورت باید صبر کرد تا دوباره دستگاه به وضع تعادل حرارتی خودش برگردد ($4/2$ درجه کلونین) . چگونگی انتقال نمونه به محل حجم موثر در مرحله ابتدائی تهیه پودر با سایر اوقات فرق می کند . برای جلوگیری از طولانی شدن مقاله ، از نوشتن تمام مراحل خودداری می شود ولی بطور کلی باید گفت که این مرحله به مهارت و تمرین زیاد نیاز دارد و بر حسب نمونه مورد مطالعه ، باید تصمیمات آنی اتخاذ کرد . لازمه این امر این است که تمام مراحل دقیقاً " شناخته شده باشند ، چه کل مدت تهیه پودر (از زمان قرار دادن حجم موثر در هلیوم مایع تا مرحله آخر تهیه پودر) نباید بیش از یک ساعت طول بکشد ، در تمام مراحل تهیه پودر ، حجم موثر لوله VTST را می توان با چشم مشاهده کرد و تشکیل پودر که به صورت برف مانند و سفید است را می توان به آسانی دید . این روش مزایای زیادی دارد که مهمترین آنها عبارتند از .

الف - پودر به طور یکنواخت در حجم موثر توزیع می شود و حتی پودر به پائین ترین قسمت آن نیز می رسد .

ب - تغییر ناگهانی از دمای محیط به $4/2$ درجه کلونین (حدود 290 درجه) به نمونه مورد مطالعه اجازه مایع شدن و در نتیجه تشکیل دانه های درشت را نمی دهد .

پ - چون سیلیکا دارای قابلیت هدایت حرارتی بسیار ضعیف است ، در نتیجه یک گرادیان حرارتی بسیار زیاد بین حجم موثر که در داخل هلیوم مایع است و قسمت بلافاصله بالای آن وجود دارد . در نتیجه جامد شدن تدریجی وجود نداشته و بدین ترتیب از تشکیل دانه های درشت جلوگیری می شود .

در حقیقت آزمایشهای پراش نوترون نشان داد که هیچگونه بافت و با *preferred orientation* در نمونه هائی که به وسیله این روش تهیه شده بود وجود ندارد . این روش برای تهیه پودر از اجسامی نظیر متان دتریمی (CD_4) ، اسید فلئوئوریدریک دتریمی (DF) ، اسید سولفیدریک دتریمی (D_2S) ، استیلن دتریمی (C_2D_2) ، اتیلن دتریمی (C_2D_4) و بالاخره از جامد به کار رفته و در هر مورد کاملاً " موفقیت آمیز بوده است .

تولید ، اندازه گیری و کنترل دمای نمونه

پس از تهیه پودر نمونه مورد نظر ، تمام شیرهای نشان داده شده در شکل ۳ راه بسته و VTST به طور خیلی سریع به کرایوستات فلزی منتقل می شود (این کرایوستات بنا بر سفارش قبلی به وسیله یک کارخانه ساخته شده است) . با استفاده از فلانج و پیچهای مخصوصی VTST به دهانه کرایوستات متصل می شود .

کنترل کننده دما از Thor Cryogenics خریداری شده بود . این دستگاه می تواند از طریق گرم کننده ها و با استفاده از ترموکوپلها حرارت ایجاد کرده ، دما را سنجیده و بالاخره آنرا کنترل نماید . کنترل دما بر این اساس استوار است که ولتاژ خروجی ترموکوپلها باید ولتاژ مرجع در داخل دستگاه مقایسه می شود . ولتاژ خروجی ترموکوپل و ولتاژ مرجع

دستگاه به طور سوی و با پلاریته مختلف قرار دارند. اختلاف بین این دو ولتاژ پس از تقویت بر روی صفحه مدرج دستگاه ظاهر می‌گردد. موقعی که ولتاژ مرجع دستگاه را برای دمای مورد نظر تنظیم کرده و کلید حرارت دهنده‌ها را روشن کنیم، دستگاه تلاش می‌کند تا با فراهم آوردن حرارت، اختلاف دو ولتاژ را به‌مینیم برساند. هرچه اختلاف بین دو ولتاژ کمتر شود، مقدار شدت جریان کمتری به حرارت دهنده‌ها اعمال می‌شود. بدین ترتیب تولید دمای مورد نظر منظم و به‌آرامی و هموار صورت می‌گیرد.

اگر فضای تبادل حرارت پر از گاز هلیوم باشد، دمای نمونه مورد مطالعه $4/2$ درجه کلوین خواهد بود (لوله داخلی در اثر هدایت حرارتی و جنبش ملکولهای گاز هلیوم سرد می‌شود). برای ایجاد دماهای بالاتر باید فضای تبادل حرارت را تخلیه نمود. در موقعی که تخلیه گاز هلیوم صورت می‌گیرد، نمونه مورد مطالعه از طریق هدایت سیمهای ترموکوپلها، حرارت دهنده‌ها و دیواره لوله سیلیکا به‌طور خیلی کند و آرام گرم می‌شود. از طرفی بنا بر قانون استفن - بولتزمن، تشعشع حرارتی لوله خارجی که با توان چهارم دما متناسب است، لوله داخلی را سرد می‌کند و در نتیجه موقعی که گاز هلیوم داخل فضای تبادل حرارت بکلی تخلیه شد، دمای تعادل لوله داخلی حدود 17 درجه کلوین می‌باشد.

در تمام طول آزمایش تخلیه فضای تبادل حرارت ادامه دارد در حالی که مقدار بسیار کمی گاز هلیوم از طریق شیر سوزنی به داخل آن وارد می‌شود. در آزمایشهایی که در دماهای بالاتر از 17 درجه کلوین انجام می‌گیرد، شیر سوزنی ورودی تقریباً " بسته است و بدین ترتیب یک کرایوستات فلزی که گنجایش هلیوم مایع آن 3 لیتر است، باید دو روز یکبار پر شود.

برای ایجاد دماهای بین $4/2$ و 17 درجه کلوین، فشار گاز هلیوم داخل فضای تبادل حرارت باید بین 10^{-6} و 10^{-5} سانتیمتر جیوه نگهداشته شود. این عمل با کنترل شیرهای سوزنی ورودی و خروجی صورت می‌گیرد. در این دماها ($4/2 - 17 K$) هلیوم مایع زودتر بخار می‌شود و کرایوستات باید متناسب با دمای مورد نظر زود به‌زود پر از هلیوم مایع گردد. در این جا ترموکوپل کمکی T3 نقش مهمی را ایفا می‌نماید چه، هرگاه سطح هلیوم مایع از اندازه معینی پائین‌تر رود، ارتباط حرارت دهنده‌ها و دستگاه کنترل حرارت را قطع می‌کند.

نتیجه گیری

بدین ترتیب ملاحظه می‌شود که با طرح و ساخت دستگاهی به نام VTST دو مشکل مهم در کریستالوگرافی بانوترون برای حل ساختمان کریستالی و مطالعه تغییر فاز جامداتی که در شرایط متعارفی گاز هستند، حل شده است. یکی تهیه پودر خوب با دانه‌های خیلی ریز و دیگری ایجاد و تغییر دمای نمونه مورد مطالعه با دقت کافی و نگهداری این دما در مدت نسبتاً طولانی. در حال حاضر نمونه‌هایی از این طرح در آزمایشگاههای چند مرکز معتبر پژوهشی نظیر هارول و گرونوبل وجود دارد و اجسام متعددی به وسیله آن‌ها مورد مطالعه قرار می‌گیرد.

منابع مورد استفاده

- Batcheder, D.N. and Sidey, G.R. (1969). A simple seal for leading wires into a vacuum system. *J. Sci. Instrum. (J. Pys. E)* 2 (2), 533.
- Farrow, R.F.G. (Jan. 1970). The phase transformation in solid hydrogen chloride and deuterium chloride. "Thesis, Q.M.C. University of London".
- Gissler, W. und Stiller, H. (1965). Zur kristallstruktur des methans. *Naturwiss.* 52, 512.
- Greer, S.C., Meyer, L. and Barrett, C.S. (May 1969). Argon-methane phase diagram. *J. Chem. Phys.* 50(10), 4299-4304.
- Greer, S.C. and Meyer, L. (1969). The crystal structure and thermal expansion of solid methane. *Z. Angew. Phys.* 27, 198-199.
- Herczeg, J. and Stoner, R.E. (1971). X-ray diffraction determination of the molecular lattice of solid methane at 4.2 K. *J. Chem. Phys.* 54, 2284-2285.
- Johnson, M.W. (1971). Structure and phase transformations in solid hydrogen and deuterium bromide. "Thesis, Q.M.C. University of London."
- Press, W. (15 March 1972). Structure and phase transition of solid heavy methane (CD_4). *J. Chem. Phys.* 56(6), 2597-2609.