

ATOMENERGIKOMMISSIONENS

Forsøgsanlæg Risø

Metallurgiafdelingen

IONMIKROSONDEN OG FELTIONMIKROSKOPET

E. Tolksdorf

Ionmikrosonden og feltionmikroskopet

Indledning

Udviklingen af elektronmikrosonden har givet anledning til konstruktion og videreudvikling af en række avancerede nye instrumenter, som for eksempel ionmikrosonden, proton- og lasermikrosonden.

Der eksisterer to ionmikrosonder i verden, som er værd at diskutere.

Efter ionmikrosonden vil princippet og anvendelse af feltionmikroskopet blive drøftet.

Ionmikrosonden

Der er to parallelle udviklinger baseret på samme princip, men forskellige i opbygning og anvendelse.

ARL (USA)

Firmaet har udviklet ionmikrosonden efter samme princip som elektronmikrosonden. Princippet er allerede blevet beskrevet af Norbach Nielsen og en beskrivelse af ionmikrosonden kan derfor ske ved direkte sammenligning af instrumenterne.

Ionmikrosonden har følgende hjælpemidler, velkendte fra elektronmikrosonden: sweep af ionstråle med strålediameter på ca. 1 μm , fluorescensskærm for billedoptagelse, tælleenheder o.s.v.

Ionmikrosonden er baseret på følgende princip: en primær ionstråle med en diameter på ca. 1 μm rammer overfladen af emnet, de øverste få atomlag af materialet bliver "sputtered" og brøkkele af disse atomer ioniseret. Ionerne analyseres så i et massespektrometer.

For at få dannet et billede af det undersøgte område "sweeper" man strålen, og den udvalgte type af ioner går til en image converter, hvor der bliver dannet et elektronbillede, som kan registreres på fluorescensskærmen. Det vil sige, at ARL's ionmikrosonde virker som et rastermikroskop.

H i Zr-leg. 20 min. exp. på Cameca som tagede *multiplis*
 udskillelse på foto. 1. gang at brint er fotografert.
 Kvantitative undersøgelser er endnu ikke mulige, måske om 5 år.

Det vigtigste problem ved undersøgelsen er at få dannet et stort antal sekundære ioner som kan registreres. Iondannelsen er en meget kompliceret proces; den afhænger af de kemiske bindinger i prøven, da disse bindinger skal brydes. Erfaringer har vist, at man ved brug af ilt til dannelse af primære ioner får et stort antal af sekundære ioner i sammenligning med det, man ville få ved at bruge brint. Forklaringen ligger i den væsentligt større reaktivitet af ilt. De metalliske bindinger spiller den væsentligste rolle ved anvendelse af ionmikrosonden; de umuliggør anvendelsen af standarder ved kvantitativ analyse, fordi bindingerne i standarden og emnet kan være forskellige.

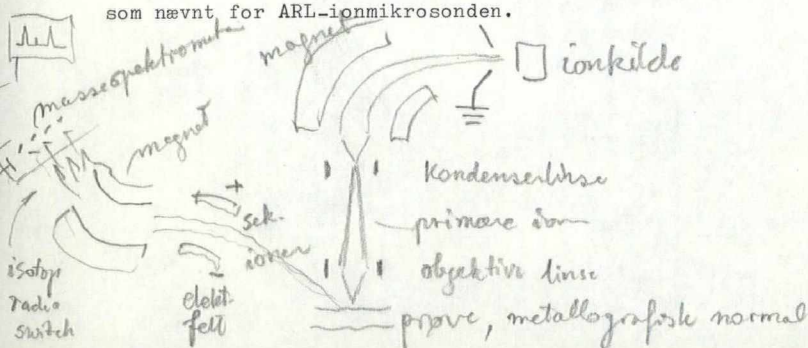
Ionmikrosonden anvendes til at undersøge oxydationsprocesser, diffusionsprocesser og absorptionsprocesser på overfladen. Ionmikrosonden har den store fordel fremfor elektronmikrosonden, at den kan detektere selv de allerletteste grundstoffer med meget stor følsomhed. Den kan endvidere analysere isotoper.

Cameca (Frankrig) 1,1 mill.k

Cameca's ionmikrosonde er blevet udviklet af Prof. Hennequin og Prof. Castaing i Paris. Den virker ikke helt på samme måde som en ARL's. Ionstrålen er 300 μm i diameter i forhold til 1 μm for ARL. På grund af det store undersøgte område har Cameca's sonde ingen elektroniske sweep; alle sekundære ioner fra det bestrålede område går til en image converter med optik. Det medfører at hele pletten bliver afbildet. En undersøgelse af en mindre plet kræver indførelse af en mekanisk blende; på denne måde kan man undersøge områder på ca. 1 μm .

Cameca's instrument virker som et emissionsmikroskop og har fremragende egenskaber som ionmikroskop til kvalitative analyser.

Vedrørende kvantitative analyser og anvendelse gælder det samme som nævnt for ARL-ionmikrosonden.



Feltionmikroskopet

0,1 mill. kv.

Mikroskopet giver mulighed for at iagttage enkelte atomer på en metallisk overflade, men den giver ingen oplysninger om, hvilke atomer det drejer sig om. Instrumentet er baseret på følgende princip: en "spids" prøve (krumningsradius 500Å) monteres på en kold finger overfor en fluorescensskærm. I apparatet er der en tynd atmosfære af en inaktiv luftart som f.eks. Argon. Der pålægges et elektrisk potential så stort at Argonatomerne ioniseres i det kraftige felt ved prøvespidsen, men ikke stort nok til at prøvens atomer ioniseres. Argonionerne trækkes ned på skærmen og danner et billede. Afbildningen af de enkelte atomer sker derved, at ioniseringen fortrinsvis sker, hvor der er fremspring på overfladen, og fremspring i denne forbindelse er atomer.

Ved højere potentialer kan prøvens atomer ioniseres og fordampe. På den måde kan man blotlægge nye overflader til betragtning. Apparatets virkning forudsætter at ionisering og fordampning af prøvens atomer kræver et højere potential end ioniseringen af Argonatomerne. Man kan derfor i praksis bedst anvende prøver af refraktive metaller (W, Mo, Pd, Pt), og det går slet ikke med f.eks. Cu og Al.

Au i argon, W i helium

Man har med held studeret punktdefekter, dislokationer, fasegrænser og korngrænser.