

DK 545.83:669.017

Mikrosonda

POLDE LESKOVAR

Članek, ki obravnava fizikalne osnove in uporabo elektronske mikrosonde, je nastal pod vplivom avtorjevega dela pri znanem znanstvenem inštitutu »Max Planck Institut für Eisenforschung« v Düsseldorfu (Zahodna Nemčija). Avtor izrablja to priložnost, da se vodstvu inštituta zahvali za ljubezniv sprejem in prijazno uslugo, da mu je bilo omogočeno delo v njem. Posebno zahvalo je še posebej dolžan vodji oddelka za elektronsko mikroskopijo doc. dr. rer. nat. Wolfgangu Pitschu kakor tudi vsem njegovim sodelavcem, ki so mu bili vedno na voljo in mu tudi omogočili izvedbo izvirnih posnetkov.

1. Uvod

Uporaba elektronov v znanosti in tehniki je danes že zelo razširjena. Brez njih si le s težavo predstavljamo napredek na znanstveno raziskovalnem področju. Elektronski snop daje širok spekter za uporabo, npr.: pridobivanje rentgenskih žarkov, povečavo v elektronskih mikroskopih, difrakcijo, ki jo izkoriščamo v metalografiji — tehniko Kossel ipd. Nadalje uporabljamo elektronski snop tudi v praksi za varjenje, vrtnanje, taljenje itd.

Ceprav mlada veja v znanosti in tehniki, je učakala v zadnji dobi posebno elektronska mikroskopija — in prav pred kratkim tudi uporaba mikrosonde — resnično nesluten razmah. Ne samo, da jih srečujemo vedno pogosteje v znanstveno raziskovalnih institucijah, tudi po naprednih tehnično razvitih podjetjih niso več nobena redkost. Razen tega zadevamo dan na dan tudi na vedno modernejše izpopolnjene izvedbe, ki omogočajo natančnejše, zanesljivejše delo in prispevajo tudi k večji zmogljivosti. Sodobne konstrukcije združujejo uporabo snopa elektronov tudi za več namenov hkrati. Tako pripravlja po najnovejših vesteh znana tvrdka Siemens iz Zahodne Nemčije novo elektronsko napravo, ki bo združevala elektronski mikroskop in elektronsko mikrosondo z možnostjo uklonske tehnike in difrakcije. Razen tega je napravi priključen še optični mikroskop. Tudi japonske tvrdke se pojavljajo čedalje opazneje na svetovnem trgu. Pred kratkim so pokazali prve posnetke kovinskih struktur in bioloških preparatov z izrazito izpopolnjenimi elektronskimi mikroskopi, ki uporabljajo pospeševalne napetosti do 1000 kV.

Namen članka je, podati nekaj najvažnejših fizikalnih osnov in pojasniti uporabo elektronske mikrosonde. Omejili se bomo pri tem torej le na uporabo elektronskega snopa kot analitičnega reagenta. Uporaba elektronskega snopa kot analitičnega reagenta je zelo draga, vendar daje tolikšno prednost, da si je že zagotovil trdnost mesto v znanosti in tehniki.

Pred približno 17 leti je bila izdelana prva elektronska mikrosonda, potem pa so bile njene oblike do današnjih dni znatno izpopolnjene. Kljub temu pa poznamo tudi zdaj že več različnih izvedb. Kakor smo že slišali, pa že pripravljajo zopet nove oblike in združene izvedbe elektronskih naprav. Seveda je pri vseh mikrosondah ostal osnovni postopek enak, ki mu je osnova točkovna analiza.

Točkovna analiza, ki je znana kot mikroanaliza z elektronskim snopom, je iznajdba Roymonda Castainga pod vodstvom prof. A. Guiniera, ki jo je razvil šele leta 1951. Zelo ozek snop elektronov s premerom v mejah med 0,1 do 2 μm usmerimo na določeno mesto na površino preskušanca, ki mu želimo določiti kemično sestavo. Izredno majhen volumen materiala, ki ga zadene snop elektronov, emitira sestavljeni spekter rentgenskih žarkov. Ta spekter vsebuje karakteristične žarke posameznih elementov, ki sestavljajo preskušancec. S spektrografsko analizo je mogoče določiti relativno koncentracijo elementov v preskušancu.

To osnovno načelo ni bilo seveda v rentgenologiji nobena novost, saj je že Moseley v zgodovinskem delu o karakterističnih frekvencah rentgenskih žarkov uporabljal aparat, ki je bil po funkcijah zelo podoben dandanašnji mikrosondi. Ze kakih 10 let pozneje zasledimo prve uspehe njegovega dela. To se je pokazalo najprej pri analizi prašnatih substanc. Na tem področju je dosegla rentgenska emisija od vsega začetka pomembne uspehe, predvsem pri odkrivanju novih elementov, npr. elementa 72, katerega karakteristični črti La_1 in La_2 sta identificirala najprej Urbain in Dauvillier in katerega celotni spekter je bil potem odkrit po Heveseyu in Costerju.

V nasprotju s svetlobnim spektrom so rentgenski žarki znatno preprostejši in neodvisni od kemične veze. Valovna dolžina posameznega karakterističnega sevanja omogoča določanje narave elementov v preskušancu. Od intenzivnosti posameznih žarkov je mogoče določiti relativne razmere vsebovanih elementov. Pri tem se pojavljajo seveda najrazličnejše težave, o katerih pa tukaj ne bomo govorili.

2. Kratek opis mikrosonde

Elektronska mikrosonda sestoji v glavnem iz štirih glavnih delov:

a) elektronsko-optičnega sistema, ki sestoji iz elektronske cevi — elektronske puške, iz katere prihajajo elektroni, in zbiralnih elektronskih leč, katerih naloga je, usmerjati na določeno mesto preskušanca elektronski snop s premerom od 0,1 do 2 μm ;

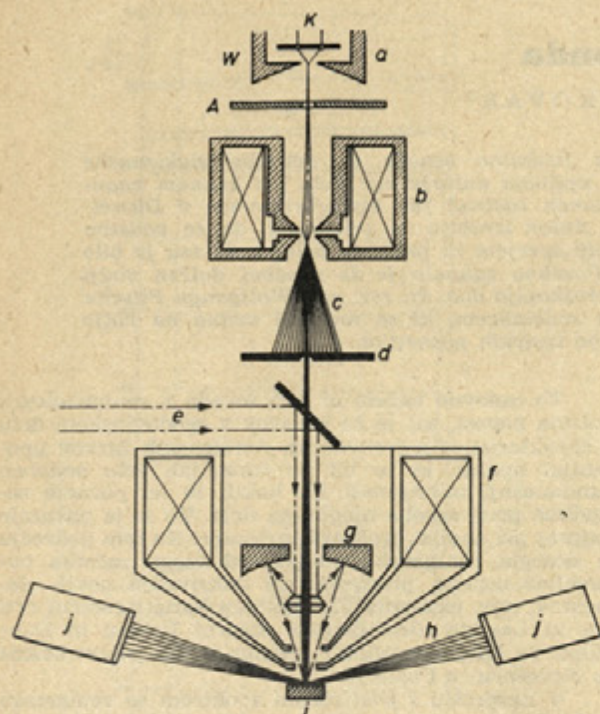
b) mehanske naprave, ki rabi za vodenje preskušanca, katerega hočemo analizirati pod snopom elektronov (manipulatorja);

c) opazovalne naprave, ki navadno sestoji iz optičnega metalografskega mikroskopa, ta pa omogoča natančno nastavitve mesta na preskušancu, ki ga hočemo analizirati;

d) spektrometra, s pomočjo katerega je mogoče analizirati emitirajoče rentgenske žarke.

Elektronsko optični sistem sestoji iz elektronske puške, ki daje in pospešuje elektrone podobno kakor pri elektronskem mikroskopu, in dveh magnetičnih zbiralnih leč (sl. 1). Prva zbiralna leča ima goriščno razdaljo med 2 mm in neskončno. Rabi kot kondenzor, ki ga je mogoče uravnavati tako, da je mogoče spreminjati premer elektronskega snopa v območju 0,1 do 3 μm . Druga zbiralna leča ima nalogo, koncentrirati elektronski snop natanko na površino preskušanca. Goriščna razdalja te leče je 9 mm. V spodnjem delu mikrosonde je svetlobni zaslon, s pomočjo katerega lahko opazujemo elektronski snop, kar je zelo koristno za natančno nastavljanje. Posebna fotografska kamera pa omogoča uklonske posnetke, ki dajejo možnost za natančno merjenje pospeševalne napetosti elektronskega snopa.

Premer elektronskega snopa je izredno velikega pomena pri mikrosondi. Zaradi tega moramo tudi vedeti, kakšne velikosti je. Za določanje premera elektronskega snopa uporabljamo posebne postopke.



Sl. 1. Shematični prikaz delovanja mikroskopske

a — elektronska puška, b — I. elektromagnetna leča-kondenzor, c — elektroni, d — zaslonka, e — metalografski svetlobni mikroskop, f — II. elektromagnetna leča objektiva, g — reflektivni svetlobni objektiva, h — rentgenski žarki, i — preskušane, j — spektrograf

Gostota elektronskega snopa mikroskopske ima prav tako vidno vlogo in je zelo pomembna za njeno ločilno sposobnost. Večja gostota elektronskega snopa je še posebno važna za analiziranje lahkih elementov kakor npr. ogljika. Prav tako je važna gostota elektronskega snopa tudi za analizo filmov. Tudi za zvišanje gostote so znani različni postopki npr. uporaba katode na električno poljsko jakost in korektura sferičnega odstopanja (odstopanje zaradi sferične aberacije).

V osnovi dobimo rezultate s pomočjo mikroskopske tako, da primerjamo rezultate z naknadnim merjenjem preskušance in primerjalnega oziroma umerjenega primerka. Seveda je treba pri tem strogo paziti, da ostanejo vsi pogoji natančno enaki. Tako lahko analiziramo več točk na preskušanci in ugotavljamo njihovo sestavo. To je posebno ugodno za ugotavljanje npr. difuzijske krivulje. Jakost emitirajočih žarkov, ki prihaja iz različnih merjenih točk na preskušanci, primerjamo z emisijo čistih kovin (čisto kovino merimo samo enkrat!). Pri tem pa je zelo pomembno, da ostanejo med celotnim merjenjem jakost in napetost električnega toka kakor tudi nastavitve spektrometra popolnoma konstantne. Da lahko to kolikor mogoče tudi držimo, je mikroskopska opremljena s posebno avtomatično napravo, ki je ločena od totalne emisije elektronov.

Gostota elektronskega snopa je pri mikroskopski precej večja kakor pri rentgenski cevi. Zaradi tega bi bilo pričakovati, da se bo v območju preskušanja preskušane tudi mnogo bolj grel kakor pa antikoda (anoda) pri rentgenski cevi. To bi lahko povzročilo, da bi bila npr. pola na mestu preskušanja pregreta. To pa pri majhnih točkah, ki jih analiziramo, ne prihaja v poštev, saj imajo v preskušanci samem dovolj intenziven odvod toplote. Preskusi so pokazali, da se temperatura preskušance ne dvigne nad dopustne meje. Zaradi tega lahko pri kovinskih preskušancih to toploto zanemarimo. Tako dosežemo npr. pri elektronskem snopu premera $1\ \mu\text{m}$ in maksimalni jakosti elek-

tričnega toka $0,47\ \mu\text{A}$ pri napetosti $30\ \text{kV}$ temperaturo v preskušanci iz bakra manj kakor 18°C .

Drugače se seveda obnašajo preskušanci, ki slabo ali sploh ne prevajajo toplote — toplotni izolatorji. Take preskušance je treba pravilno pripravljati. Prevlečemo jih s posebno zelo tanko plastjo, ki prevaja električno in toplotno energijo. Za to uporabljamo lahko kovinske ali pa oglene prevleke. Taka prevleka rabi potem v dvojni namen: prvič odvaja odvečno toploto, drugič pa drži elektrostatično napetost na konstantnem nivoju.

3. Rentgenska slika

Pod vplivom bombardiranja z elektronskim snopom emitira preskušane razen karakterističnih žarkov, ki so odvisni od elementov, kakršni ga sestavljajo, še kontinuirni spekter, ki se razširja, če je večje srednje atomsko število bombardiranega dela preskušance. Zaradi tega mora naprava za analiziranje tega sevanja vsebovati dvojce:

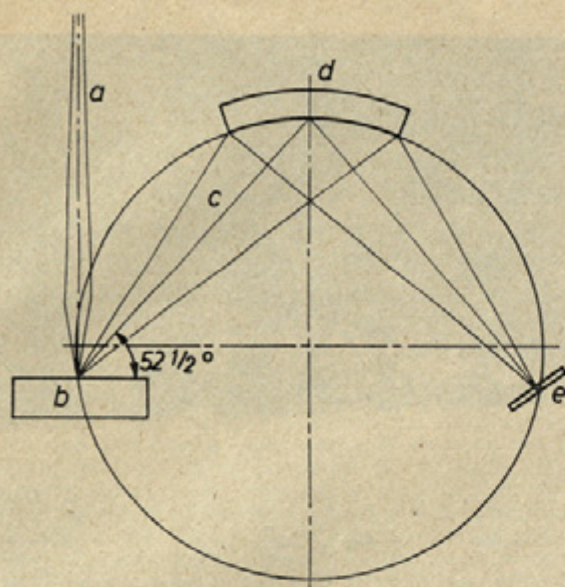
1. Zelo velika občutljivost je neogibna, saj je intenzivnost ob preskušanci emitiranih rentgenskih žarkov zelo majhna. Jakost električnega toka elektronskega snopa je velikostnega reda okrog $0,1\ \mu\text{A}$. Zaradi tega je tudi emisija rentgenskih žarkov okrog 100 000-krat manjša od emisije normalne rentgenske cevi. Merilna naprava sestoji iz števca, ki ima predvključen poseben monokromator z upogojnim kristalom. Tako je celotna naprava rentgenski spektrometer. Npr. mikroskopska s premerom elektronskega snopa $0,33\ \mu\text{m}$, jakosti električnega toka $0,025\ \mu\text{A}$ in pospeševalno napetostjo $30\ \text{kV}$ vzbuja na preskušanci iz čistega bakra emisijo rentgenskega žarka $\text{Cu K}\alpha_1$. Z merjenjem s pomočjo spektrometra in števca dobimo 1500 impulzov na sekundo.

2. Velika ločilna sposobnost in preprost videz spektra dasta slutiti, da za njegovo analizo niso potrebni niti preveč natančni instrumenti. To velja še posebno za spekter K, kjer zadostuje že grobo ločenje karakterističnih črt za analizo določenih elementov. Ne velja pa seveda pri spektru L, ki je pomemben posebno pri analizi težkih elementov. Spekter L vsebuje več črt in jih lahko popolnoma ločimo samo s spektrometri.

V francoskem modelu mikroskopske se opravi analiza rentgenskih žarkov v dveh podobnih spektrometrih, pri katerih rotirata kristala in števca okrog skupnega gorišča $R = 25\ \text{cm}$ — Rowlandov krog (sl. 2).

V nekaterih drugih primerih lahko uporabljamo tudi druge tipe spektrometrov npr. ukrivljeni kristal, ki pa je uporabljen le za relativno trde črte spektra. Nekateri znanstveniki pa uporabljajo (npr. Birks in Brodes) več kristalov in detektorjev za hkratno analizo več elementov naenkrat.

Analiza lahkih elementov je znatno težja. Karakteristične črte lahkih elementov so namreč veliko mehkejšje in se lahko absorbirajo. Za take elemente je pripravljen že opisani francoski sistem, ki omogoča analizo na delih preskušancev v velikosti od 4 do $12\ \text{Å}$. Razširitev analize na zelo lahke elemente povzroča zmerom večje težave; npr. za analizo ogljika potrebujemo zelo mehke žarke — saj imajo karakteristične črte zelo dolge valovne dolžine $\lambda = 44\ \text{Å}$. Ker so taki žarki izpostavljeni močni absorpciji, je izkoristek žarkov, ki prihajajo v poštev za analizo, zelo majhen. Dandanes se peča več znanstvenikov s problemom, kako bi izboljšali analizo lahkih elementov. Znane so že prve skušnje, vendar so končni rezultati odvisni od posameznih preskušancev in postopkov, kako bi se dal preskušane pravilno pripraviti. Pri tem ne smemo pozabiti, da je treba doseči dober izkoristek sevanja pri čim manjši napetosti in jakosti električnega toka. To je potrebno še zlasti zaradi tega, da se ne ogreva preskušane. To je velikega pomena še posebno takrat, kadar delamo tipalne posnetke. V ta namen pogosto uporabljamo proporcionalne števce.



Sl. 2. Analizator rentgenskih žarkov z Rowlandovim krogom — shematično

a — elektronski snop, b — preskušanelec, c — rentgenski žarki, d — kristal, e — detektor

4. Določanje lege točke na preskušancu

Natančno določanje lege točke na preskušancu, ki ga preiskujemo, je izredno velikega pomena. Natančnost določanja določene točke na preskušancu mora biti vsaj tolikanj natančna, kolikršna je ločilna sposobnost mikroskopa, tj. manjša od $1\ \mu\text{m}$. Za doseg te naloge je znanih več načinov.

a) Optično opazovanje

To je postopek, ki je tudi največkrat v rabi. Sestoji iz opazovalne naprave, ki jo sestavljajo posebna objektna leča navadnega mikroskopa, ta pa ima med objektivom in formirno (zbiravno) lečo posebno zrcalo. Zrcalo ima izvirno s premerom $0,2\ \text{mm}$, skozi katero teče elektronski snop. Zrcalo je nameščeno tako, da je opazovalčeva optična os, ki pada navpično na preskušanelec, nasproti osi elektronskega snopa pod kotom 10° . Taka namestitvev omogoča opazovanje preskušanca in je v taki ali malo spremenjeni obliki v uporabi pri večjih instrumentih. Slaba stran naprave je v glavnem ta, da omogoča ločilno sposobnost optičnega mikroskopa samo do $1,5\ \mu\text{m}$. Vendar zadostuje v večini primerov povečava, da lahko zanesljivo opazujemo posamezna kristalna zrnca, ki jih analiziramo.

Povsem zadovoljive rezultate dobivamo pri direktnem opazovanju površine preskušanca s posebnim objektivom v centru elektronskega snopa. V francoskem modelu mikroskopa uporabljajo reflektivni objektiv (glej sl. 1). Ta način ima nekaj velikih prednosti; reflektivni objektiv je v precejšnji oddaljenosti $17\ \text{cm}$ in doseže ločilno sposobnost $0,7\ \mu\text{m}$. Objektiv je v zvezi z okularjem, ki je opremljen z merilno napravo, s katero je mogoče nastaviti začetno lego. Natančno lego točke vpadnega elektronskega snopa lahko stalno opazujemo. Mesto, kamor pada elektronski snop, postane vidno in tako ga lahko identificiramo oziroma opazujemo. Tako je mogoče zaznati tudi prav majhne premike elektronskega snopa, ki nastajajo posebno pri zelo magnetičnih preskušancih. S posebno elektrostatično napravo lahko omenjene premike kompenziramo. Zlasti pomembno je, da je elektronski snop vedno v pravilni legi posebno glede na spektrometer. To velja še zlasti za elektronske mikroskopa, ki imajo vključen

poseben kristal proti razprševanju žarkov, ta pa omogoča veliko ločilno sposobnost.

b) Rotirni boben

Naprava Mulveya ne uporablja reflektivnega ogledala (s tem je odstranjena težava pri centriranju k osi formirne leče). Preskušanelec je montiran — pritrjen — na posebnem bobenu in ga lahko za opazovanje zavrtimo iz območja elektronskega snopa s pomočjo normalnega mikroskopa. Težave, ki nastajajo pri napravi, pripisujemo konstrukciji rotirnega bobena. Naprava mora namreč zagotoviti kolikor le mogoče popolno ujemanje med mikroskopom, s katerim opazujemo določeno točko, in elektronskim snopom. Natančnost, ki jo lahko dosegamo po opisani poti, ne presega vrednosti $1\ \mu\text{m}$.

c) Tipalna analiza

Cosslet in Duncumb sta razvila poseben tipalni postopek, ki omogoča hiter študij površine preskušanca. Elektronski snop vodimo prek preskušanca, in sicer sinhrono s točko katodne rentgenske cevi, katere svetlost s signalom zaznamuje spektrometer, ki kaže karakteristično sevanje izbranih elementov. Vrednost tega postopka je v tem, da lahko relativno preprosto, toda vendarle hitro ugotovimo krajevne koncentracije izbranih elementov (izceje, izločanje ipd.), ki sicer pod mikroskopom niso opazne.

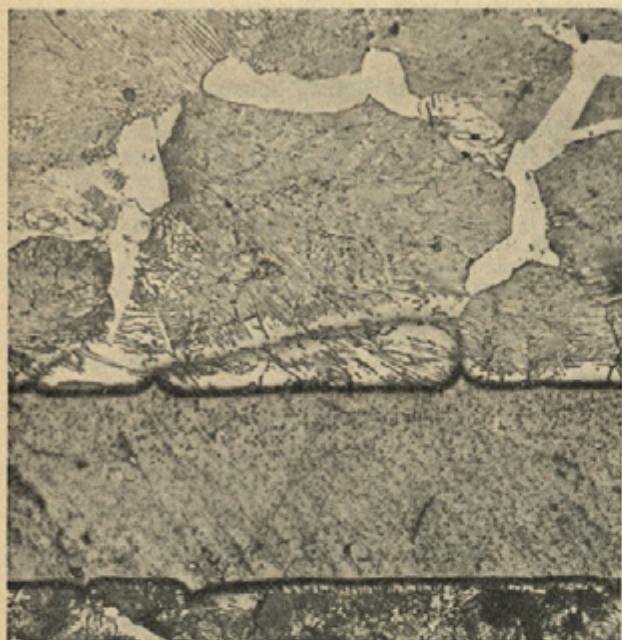
Tudi pri tem načinu opazovanja preskušanca je znanih več načinov. Tako uporabljata Duncumb in Melford v lastni napravi tudi scintilatorski števec, ki zbira razpršene elektrone. Od števca poslani signal uporablja za modulacijo svetlosti na osciloskopu. Pri tem načinu je vidnost slike znatno boljša, ker je število vrnjenih elektronov 10^3 večje kakor α -fotonov, ki jih kaže spektrometer.

5. Kvantitativna analiza s pomočjo emisije rentgenskih žarkov

Kvantitativno analizo, ki smo jo poznali vsa leta nazaj, smo opravljali s pomočjo rentgenskih žarkov, spektrografsko ipd. V znatni meri so bili ti postopki precej empirične narave. Vzemimo primer, da je bilo treba določiti določen element A v neki zmesi (npr. zmesi oksidov v prašni obliki). To zmes smo namestili na antikato do rentgenske cevi, ki je izpostavljena bombardiranju. Pri tem merimo intenzivnost, kakršno emitira zmes, ki jo preskušamo. Intenzivnost merimo tako, da jo posnamemo na fotografsko ploščo ali film, ki pokaže karakteristične črte določenega elementa — v našem primeru elementa A. K tej zmesi dodajamo določene količine določenega elementa B, katerega relativna atomska masa je blizu elementa A. To dodajamo tako dolgo, da je intenzivnost enakih karakterističnih črt enaka tistim, ki smo jih dobili pri elementu A. Po tem lahko sklepamo, da je koncentracija elementa A v izmeri enaka koncentraciji elementa B.

Ta metoda kaže dve slabi strani; najprej je zelo zapletena, hkrati pa tudi precej nenatančna. Postopek sloni na primerjanju dveh sevanj z različnimi valovnimi dolžinami. Jasno je, da bo preskušanelec oboje sevanje različno absorbiral, kristal različne žarke različno reflektiral in seveda spektrometer glede na različno smer žarkov registriral tudi z različno občutljivostjo. Zaradi tega so potrebne različne korekture, ki pa so precej nezanesljive.

Glede na to lahko ugotovimo, da je pglavitna slabost starejših postopkov prav v tem, da primerjamo med seboj intenzivnost sevanja dveh različnih intenzivnosti in različnih valovnih dolžin. Da bi se izognil opisanim nenatančnostim in morebitnim pomotam, je Roymond Casting predlagal poseben postopek analize,



Sl. 3. Metallografski posnetek preskušanca s perlitno osnovo, v sredini s ploščico iz bakra. Svetlobno optična povečava je 500:1

ki sloni na primerjavi intenzivnosti enakega sevanja. Zavoljo tega ima tako merjenje tudi absolutno vrednost in ni izpostavljeno vplivom karakterističnih lastnosti uporabljenega aparata — naprave.

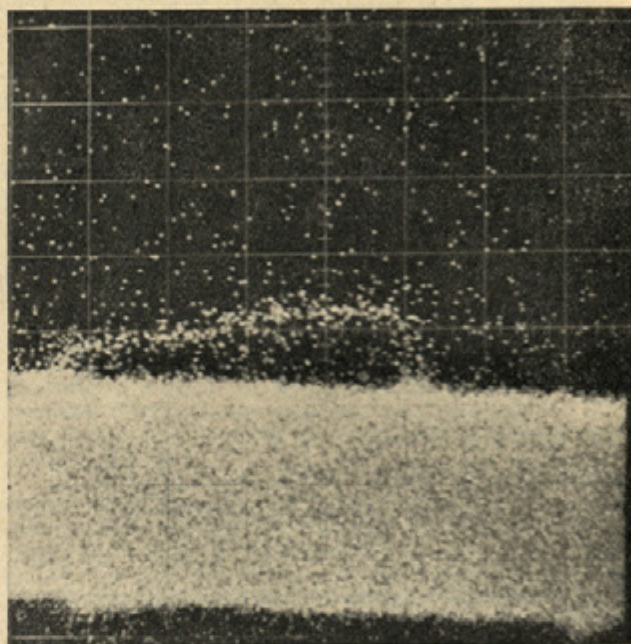
Pri tem postopku ugotavljamo koncentracijo nekega elementa A v določeni zlitini s primerjavo intenzivnosti I(A) iz zlitine in stalne karakteristične črte elementa A, ki jo emitira zlitina z določenimi pogoji. Zaradi bombardiranja z elektroni dobimo določeno intenzivnost elementa v preskušancu I(A) enakega karakterističnega sevanja kakor pri čistem elementu A.

Merjenje opravljamo z dvojnimi odbiranjem iz spektrometra, pri čemer sta drug za drugim — preskušane in primerjalni element v obliki čistega elementa A izpostavljeni bombardiranju z elektroni. Poglavitna prednost opisanega postopka je ta, da so odbirki znatno natančnejši od prej uporabljene metode.

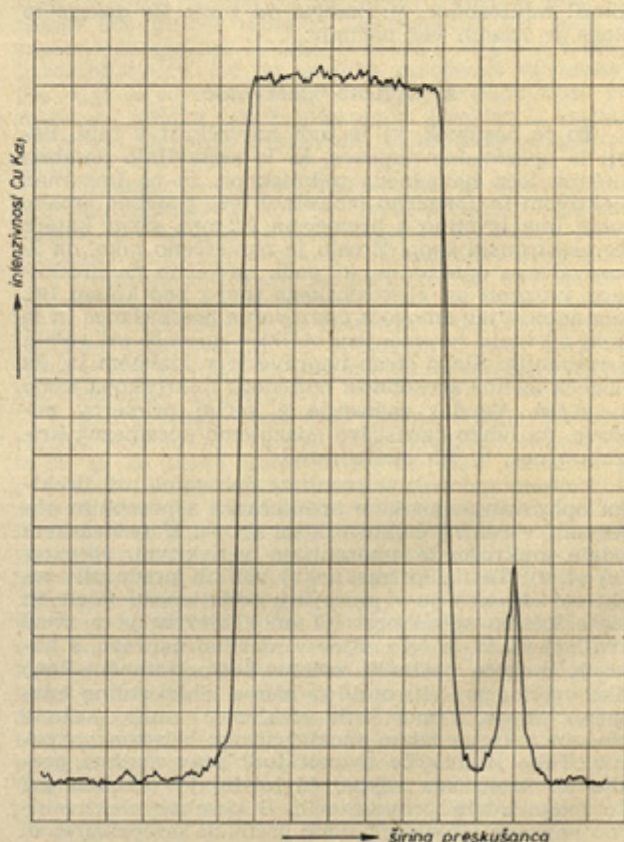
Poglejmo primer! Slika 3 predstavlja preskušane, ki ima perlitno osnovo, v katero je vključena ploščica iz čistega bakra. Povečava preskušanca je 500-kratna. Kakor je razvidno že iz metalografskega posnetka, se pojavlja baker tudi na mejah kristalnih zrn. Zanima nas, kako bomo zaznamovali koncentracijo na zaslonu oziroma na registratorju.

Preskušane damo v elektronsko mikrosondo in ga na mestu, ki je za nas najzanimivejši, otipljemo s snopom elektronov. Slika 4 prikazuje posnetek zaslona (slika scanning). Posnetek kaže 600-kratno povečavo. Področje, ki je na posnetku belo pikčasto, prikazuje baker v preskušancu po sliki 3. Če analiziramo oba posnetka, je slika popolna, saj je lepo vidna koncentracija bakra na meji kristalnega zrna, ki je neposredno ob ploščici iz bakra. Taka slika nam omogoča hitro orientacijo (kvalitativno presojo), kje in koliko je prisotnega na določenem mestu določenega elementa.

Podobno kakor dobimo sliko na zaslonu, lahko dobimo tudi krivuljo koncentracije ali tudi difuzijsko krivuljo s pomočjo registratorja, ki ga ponazarja slika 5. Tudi na tej sliki so zelo jasne koncentracije bakra v osnovni perlitni strukturi na določenem mestu.



Sl. 4. Fotografski posnetek zaslona pri raziskavi z mikrosondo preskušanca s perlitno osnovo in vključenim bakrom. Bela polja pomenijo baker ($\text{Cu K}\alpha$), temno ozadje pa perlit. Pospeševalna napetost je 30 kV, jakost toka pa $1 \cdot 10^{-8}$ A. Povečava je 600:1



Sl. 5. Krivulja koncentracije bakra — $\text{Cu K}\alpha$. Pospeševalna napetost je 30 kV, jakost toka pa $1 \cdot 10^{-8}$ A

Razen opisanih načinov tako imenovane točkovne analize, pri kateri dobimo rezultate na zaslonu ali z registratorjem, lahko dobimo podatke s pomočjo števca. Števec pove število impulzov na določenem mestu. Ker so ti števci navadno priključeni kar na elektronsko registrirno napravo — teleprinter, niti ni potrebno impulze odbirati na registrirni skali, temveč jih v določenem časovnem razmiku zabeleži naprava sama. Tako lahko z dobljenimi rezultati izračunavamo odstotno prisotnost določenega elementa v preskušanci in tako določamo kvalitativno in kvantitativno kemično analizo.

6. Prispevek mikrosone k znanstvenim raziskavam

Analiza, kakršno dobimo s pomočjo mikrosone, se je pokazala v mnogih primerih pri najrazličnejših problemih kot izredno učinkovita. Nedvomno sta najvažnejši področji, kjer dandanes uporabljamo mikrosondo, metalurgija in tehnologija materiala sploh. Tu naj še posebej poudarimo, da zdaj lahko uporabljamo mikrosondo tudi že pri raziskavah in analizi izolacijskih materialov. Seveda moramo v takem primeru napraviti preskušane električno in toplotno prevoden. To opravimo s tem, da naparimo v vakuumu na take izolacijske materiale tanko plast iz kovine ali ogljika. Ta možnost pa je razširila uporabnost mikrosone tudi na druga področja, npr. na mineralogijo in celo na biologijo.

Poglejmo na kratko, katera področja dandanes že raziskujemo z velikimi uspehi z mikrosondo!

6.1 Metalurgija in tehnologija kovin

Na področju metalurških ved uporabljamo mikrosondo za teoretične in tehnološke študije. Naj omenimo na tem mestu le nekatere:

a) Raziskovanje faz. Pri študiju večfaznih zlitin je zelo pomembno vprašanje oz. spremljanje faznega izločanja. Fazno izločanje opažamo lahko v zelo majhnih merah, navadno med 0,1 do 10 μm . Kot primer lahko navedemo trofazno zlitino Al-Cu 6% — Fe 2%. Še težje so bile preiskave medli, ki so bogate s cinkom, pri katerih so določali delež aluminija v zelo majhnih zvezdnatih oblikah dvofaznih izločanj.

Nekovinskim vključkom, kakršni so silikati, sulfidi, fosfidi ipd., ki jih v splošnem opažamo v jeklu, lahko določimo njihove komponente le s kvantitativno analizo s srednjimi relativnimi atomskimi masami (Si, S, P). Po drugi strani pa s tako analizo lahko določimo tudi kovinske elemente, ki so kemično vezani v enojne ali mešane karbide (M_3C , M_{23}C_6 , M_7C_3 ip.).

Najnovejše metode pri uporabi mikrosone so omogočile identifikacijo zelo majhnih izločanj (pod 1 μm), ki so jih našli na lomnih ploskvah.

b) Izceje. Točkovna analiza je izredno pomembna pri najrazličnejših vrstah izceja, ki do sedaj s konvencionalnimi metalografskimi metodami preiskav niso mogle biti zajete ali pa so bile preveč nejasne in nenatančne.

c) Površinske plasti določenih preskušancev preiskujemo tako, da preiskujemo polirane prereze, ki so uležajeni v posebna kovinska držala (npr. Cu). Umetnih snovi za uležajenje kovinskih preskušancev po navadi ne uporabljamo, ker niso električno prevodne. V primeru, da to vendarle storimo, jim napravimo tanko plast iz kovine ali ogljika, ki je električno prevodna. Pri preskušanju površinskih plasti je treba paziti na to, da je preskušane kolikor mogoče gladek. Neravnosti na ravninah lahko vodijo do zmotnih sklepov. Do sedaj so znani rezultati mnogih preskusov površinskih slojev kovin skupno s korozijskimi sloji kakor tudi kemične usedline in platiniranja.

d) Difuzija. Risanje difuzijskih krivulj je bilo pred mikrosondo zelo dolgotrajno delo, ki je bilo navadno

združeno z mnogimi preskusi in preskušanci. Analiza z mikrosondo je znatno hitrejša, enostavnejša in potrebujemo zanjo en sam preskušane. Znatna prednost preskušanja z mikrosondo je tudi ta, da dobimo lahko za vsak element v istem preskušanci posebno lastno krivuljo. Zaradi tega je mikrosonda velika pomoč pri študiju difuzijskih problemov, kakršni so določanje difuzijske konstante, difuzijski efekti, izgradnja tekstur v posameznih kristalih in na prehodnih mestih med trdnim in tekočim medijem.

Pred kratkim so bili izvedeni mnogi preskusi na kovinah, ki so odporne proti visokim temperaturam kakor so titan, molibden, cirkon, uran ipd.

Difuzijski problemi so izredno pomembni tudi za gradnjo atomskih reaktorjev. Prav tako se v zadnjem času zatekamo k mikrosondi v tehnologiji odrezavanja. Difuzijski problemi pri odrezavanju (obdelovanec — orodje) so prav tako zelo pomembni. Preiskave so pokazale, da je obraba orodij zlasti pri orodjih iz karbidnih trdnin v znatni meri odvisna od difuzijskih pojavov pri odrezavanju, posebno pri obdelovancih iz trših kovin. Zaradi tega vedno pogosteje zavedamo na uporabo elektronske mikrosone na tem področju.

Tudi v varilni tehniki zadnji čas že s pridom uporabljamo elektronsko mikrosondo. Z njo je možno reševanje zapletenih vprašanj porazdelitve elementov v zvaru, legiranja in dodatnega legiranja v zvaru ipd.

6.2 Mineralogija in geologija

Tudi na področju mineralogije je pomagala analiza z mikrosondo rešiti že vrsto problemov. Tu so pomembna predvsem vprašanja o nastanku in razvoju mineralov. Predvsem lahko analiziramo rude in minerale v prvobitni obliki, ko prihajajo iz zemlje oziroma poskusnih izvrtin. Napravljene so bile uspešne analize večfaznih rud, ki bi bile s konvencionalnimi postopki zelo težavne in zapletene ali celo nemogoče. Prav tako pa lahko s pomočjo mikrosone analiziramo tudi prah različnega izvora npr. vulkanskega, kozmičnega porekla, sedimente in izločke ipd.

6.3 Tehnični študij in elektronika

V zelo veliko pomoč je lahko elektronska mikrosonda tudi v radijski in televizijski proizvodnji. Analiza katod, sevalnih teles sploh in podobno je pri taki proizvodnji zelo velikega pomena. Natančnost in velikost teles oziroma zelo majhna mesta, ki jih lahko preiskujemo, so pglavitni činitelji uspeha tudi pri študiju na najmanjših tehničnih delih.

Prav tako uporabljamo mikrosondo dandanes tudi že v biologiji, kemiji in fiziki kakor še na drugih področjih tehnike. Ne bo morda odveč, če ponovimo h koncu še to, da niso več redke železarne in druga podobna podjetja v tehnično razvitih državah, ki imajo v preskuševalnih in razvojnih ustanovah elektronske mikrosone s posebej zanje šolanimi strokovnjaki.

Literatura:

1. P. Leskovar: Elektronska mikroskopija, Strojniški vestnik, Ljubljana, 1962 — 3.
2. R. Castaing: Die Mikrosone von Raymond Castaing — prevod iz angleščine, Ing. K. H. Pichler.
3. Quantitative Elektron Microprobe Analysis by Roger Theisen, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1965.
4. Microchimica et Ichnoanalytica Acta, Springer Verlag Wien, New York 1965.
5. O. Brümmer, G. Dräger, W. Schülke: Grundlagen und Anwendungsmöglichkeiten des Röntgenweitwinkelverfahrens in Transmission, Experimentelle Technik der Physik, Halle, 1966, Heft 2.

Avtorjev naslov: doc. Polde Leskovar, dipl. ing., Fakulteta za strojništvo univerze v Ljubljani