

Sugárzás és anyag
köölcsönhatásán alapuló
módszerek

Elektronmikroszkópok

A leképezendő mintára elektronsugarakat bocsátunk. Mivel az elektronsugár (mint hullám) hullámhossza kb. 5 nagyságrenddel kisebb a fénysugár hullámhosszánál (400-800 nm), a nagyítás lényegesen nagyobb.

$$d = 0,61\lambda / (n \sin\alpha)$$

d: felbontóképesség

λ : hullámhossz

n: törésmutató

α : az objektív félnyílásszöge

100 keV elektronenergiánál az elektron hullámhossza 3,89 pm, elvi felbontóképesség: 2 pm Gyakorlatban 10-20 pm.

- Transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM), ami a tárgy megfigyelését elektronsugárral való átvilágításban végzi (vékony rétegű minta szükséges).
- Pásztázó elektronmikroszkóp (SEM), ami a visszavert elektronok segítségével állít elő képet a tárgy felületéről. Vastag minták felülete vizsgálható.
- Az elektronmikroszkóp hátrányai
 - mivel vákuumban működik, illékony anyagok megfigyelésére nem alkalmas
 - viszonylag sokba kerül nemcsak a készülék, de üzemeltetése is, mert például mágneses tétől mentes és rázkódásmentes környezetet kíván
 - a minta előkészítése komplikált



Transzmissziós elektronmikroszkópia

Vákuumszivattyú

Folyékony nitrogénes hűtőberendezés

Fűtött katódú wolfram elektronforrás

Elektronsugár gerjesztő, fókuszáló és gyorsító berendezés

Elektronoptikai torony (elektrosztatikus és elektromágneses lencsékkel és diafragmával)

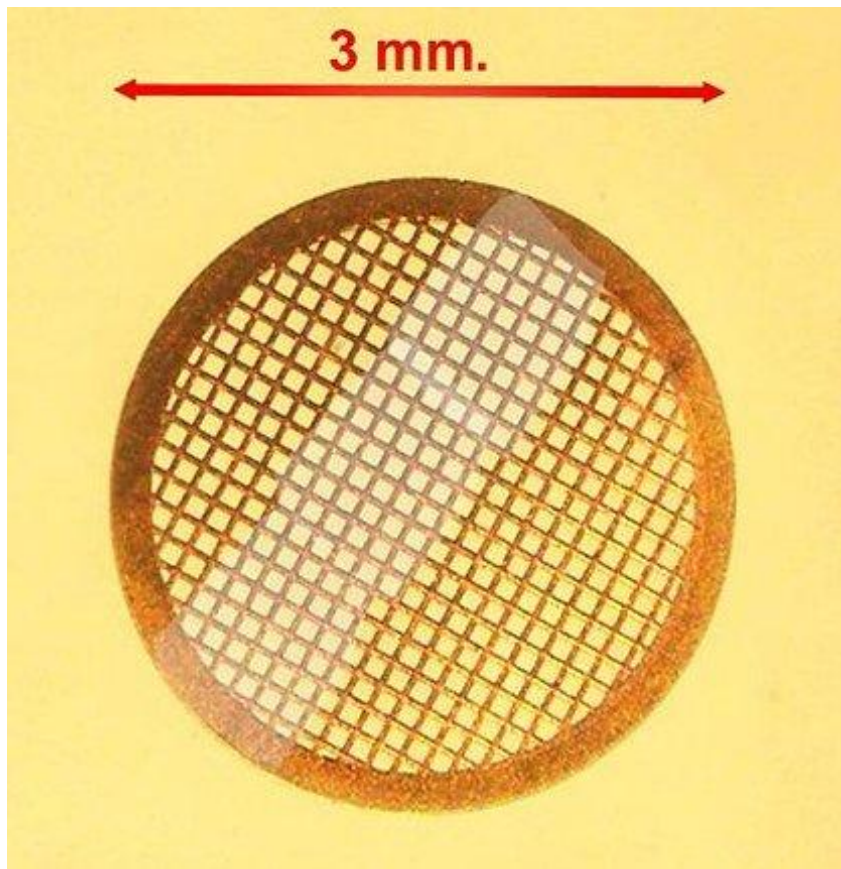
Mintaajtó

Elektrondetektor

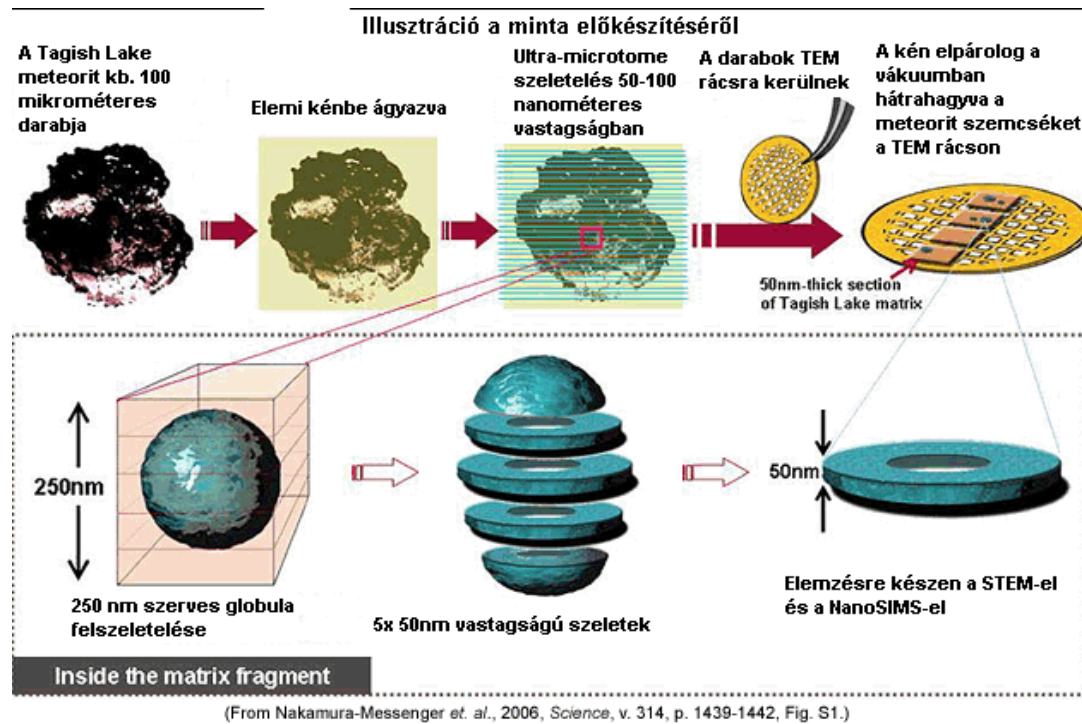
Egyéb alkalmazást segítő alkatrészek

Transzmissziós elektronmikroszkópia

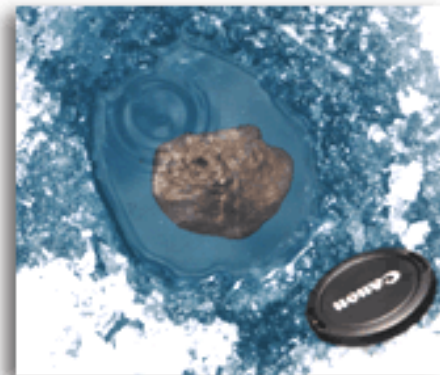
- Rugalmasan szórt elektron: képalkotás
- Rugalmatlan elektronszóródás
 - A rugalmatlanul szórt elektronok megváltozott hullámhosszuk (és így különböző fókusztávolságuk) miatt zavarhatják a képalkotást (kromatikus hiba),
 - Az ütközés miatt veszített energia elektront üt ki az atomok belső elektronhéjáról-karakterisztikus röntgensugárzás (elektronmikroszkópos mikroanalízis, vagy elektronmikroszkopos mikroanalízis, vagy elektronmikroszkopos mikroanalízis, vagy elektronmikroszkopos mikroanalízis).
- Kis rendszámú elemek az elektronokat kevésbé szórják, ezért például a szerves molekulákat kontrasztanyaggal teszik láthatóvá, pl. fémet (ozmium, ólom, urán, wolfrám, arany, ezüst, stb.) párolnak a mintára, vagy nehézfém sókat adszorbeálódtatnak.



Mintatartó
rács



Tagish Lake meteorite



University of Western Ontario,
University of Calgary

Szerves cseppek a Tagish tavi (Kanada) meteorit üregeiben, melyek valószínűleg a Nap fejlődésének korai szakaszából származnak, mikor még a naprendszer sem alakult ki, a Napunktól távoli, lehetséges, hogy a csillagközi térből.

Pásztázó elektronmikroszkópia

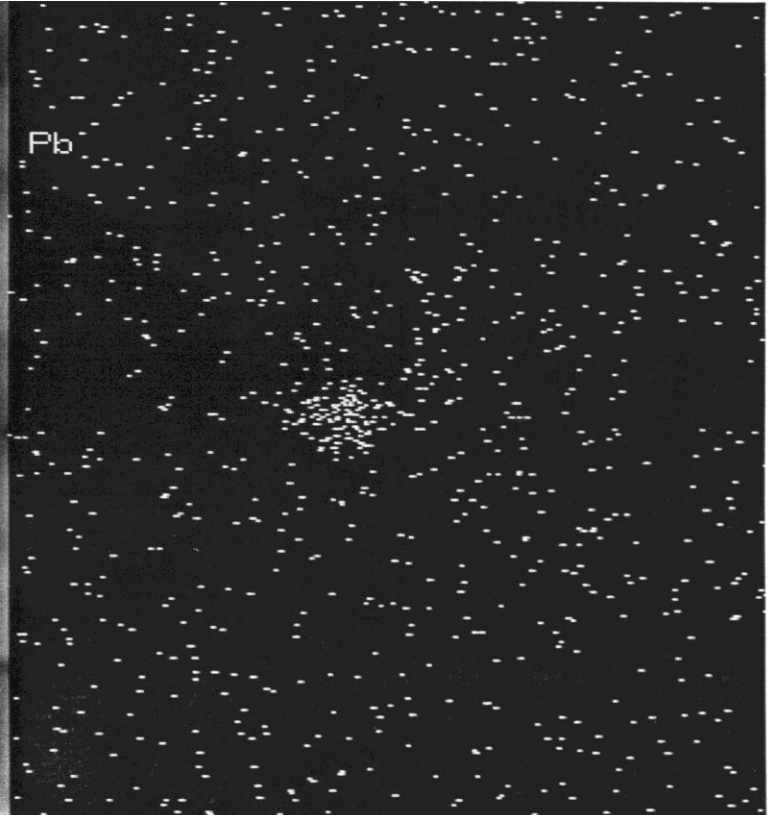
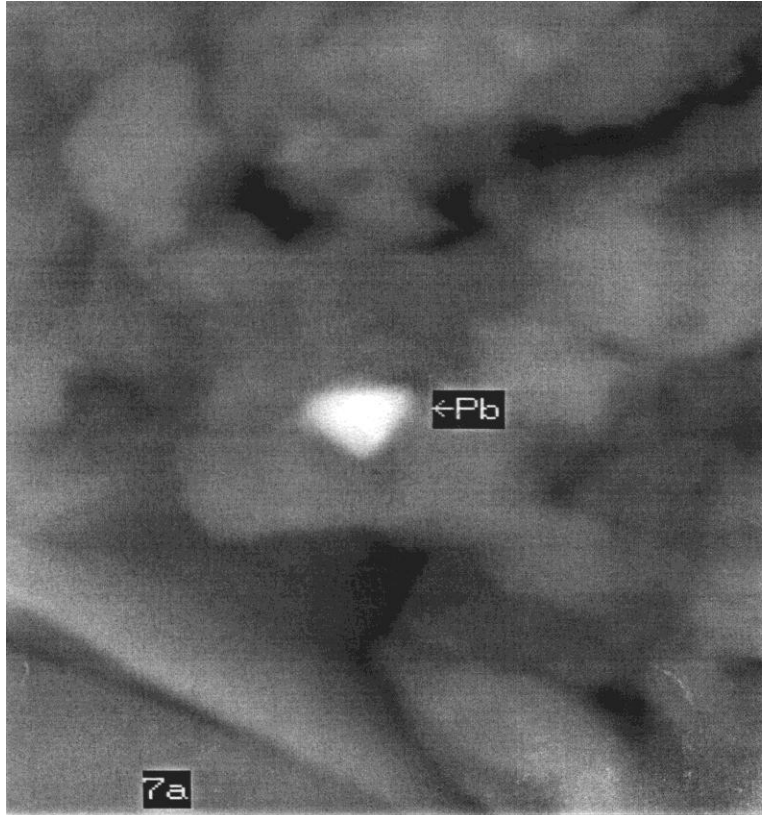
- Pásztázás (a televíziós elv) egy egy adott tárgyat vékony pásztázó sugárral (itt elektronnal) soronként képpontokra bontunk, ezzel egyidejűleg időben változó elektromos jellánccá alakítunk át, majd egy leképező monitorban szinkron működő pásztázással újra összefüggő képpé állítunk össze. Az elektronsugár átmérője ($< 1 \mu\text{m}$) szabja meg a horizontális felbontást.
- Alkotórészek: ~transzmissziós elektronmikroszkóp, de nem szükséges vékony minta, a felületről visszavert elektronokat detektáljuk.

Pásztázó elektronmikroszkópia

- Mintaelőkészítés: az elektromosan szigetelő minták felületét gyakran fémréteggel, például arannyal kell bevonni.
Mikroanalitikai vizsgálatokhoz vékony szénbevonat lehet szükséges.

Hangya pásztázó elektronmikroszkópos képe





4,780x

10μm

20.0 kV

4,780x

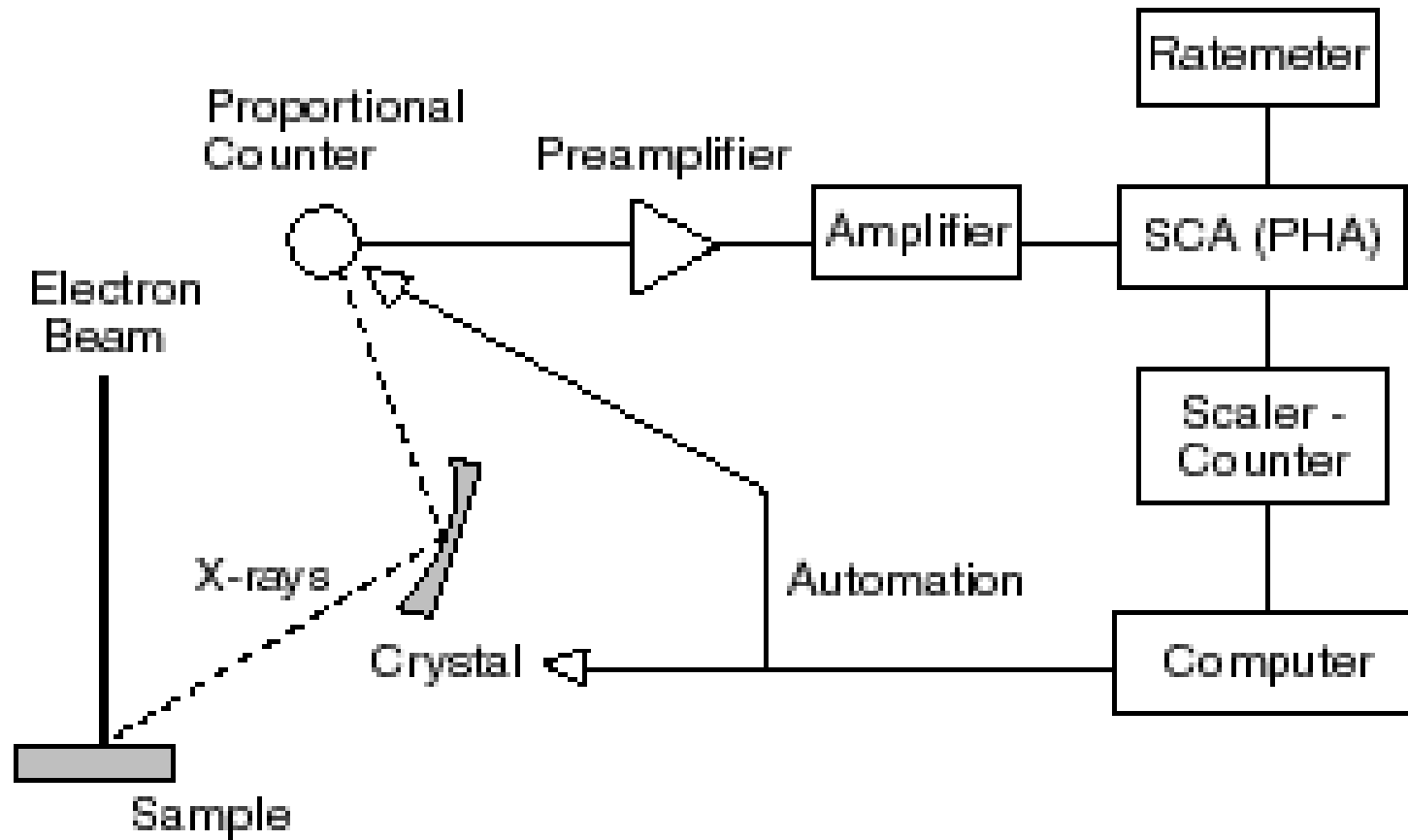
10μm

#0006*

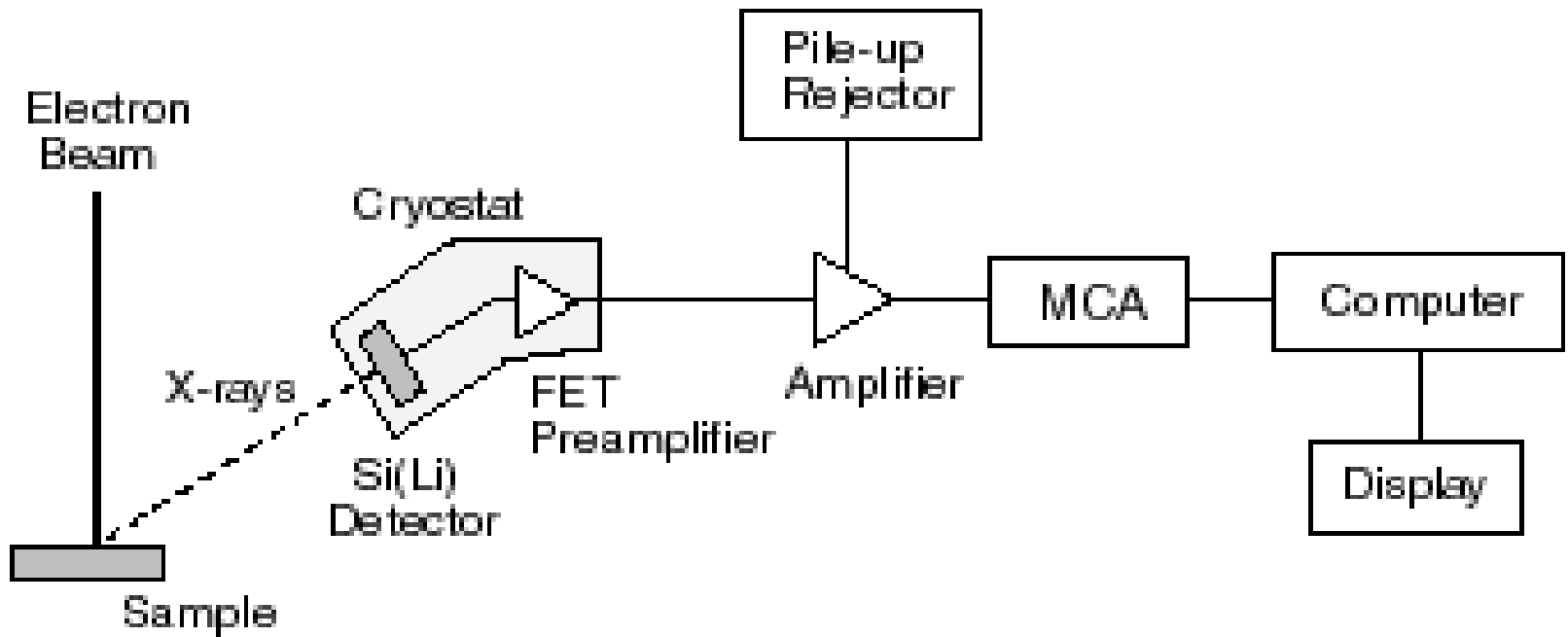
Elektronsugaras mikroanalízis: elektron mikroszondák

- Rugalmatlan elektronszóródás: az elektronsugár elektront üt ki az atomok belső elektronszférajáról-karakterisztikus röntgensugárzás.
- Detektálási határ:
 - Relatív: 0,01 %
 - Abszolút: 10^{-14} g
- Relatív pontosság: 3 %
- A keletkező röntgensugarakat szétválaszthatjuk
 - energia szerint: energia-diszperzív (felbontás 135 eV)
 - hullámhossz szerint: hullámhossz-diszperzív (10 eV)

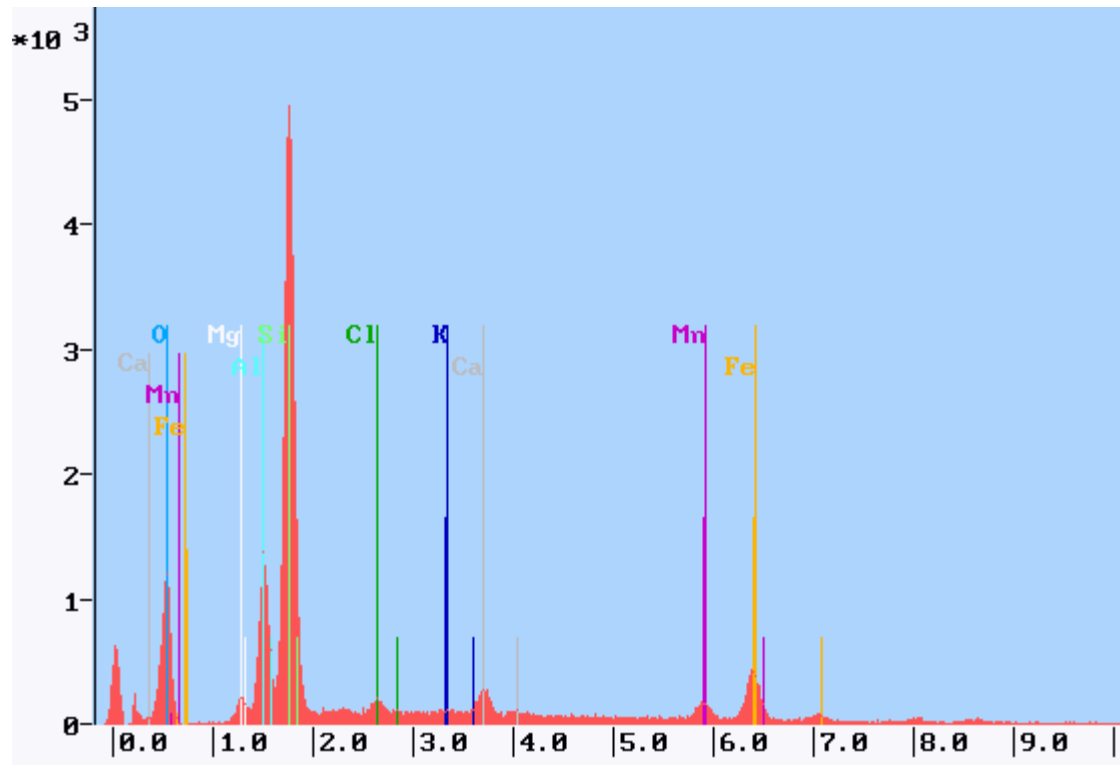
Hullámhossz-diszperzív



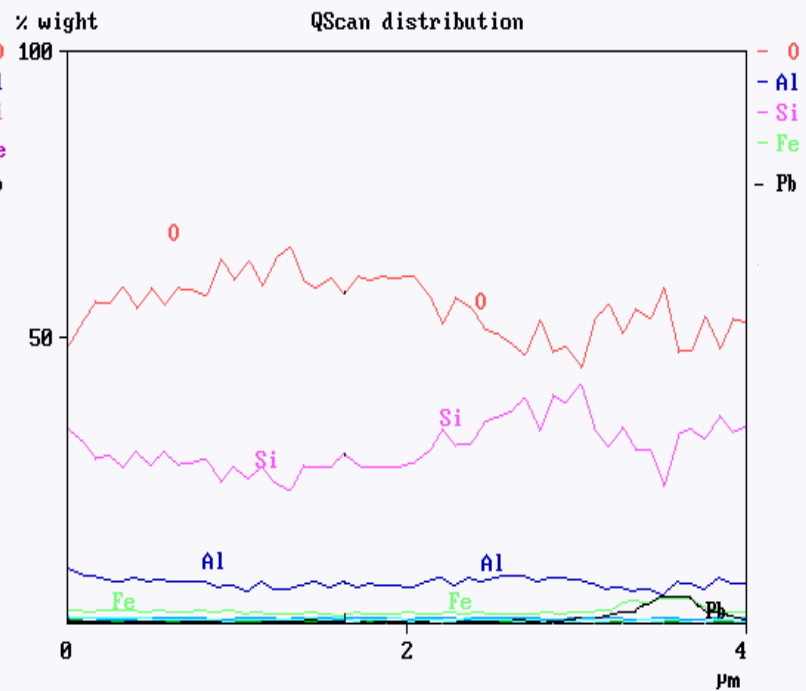
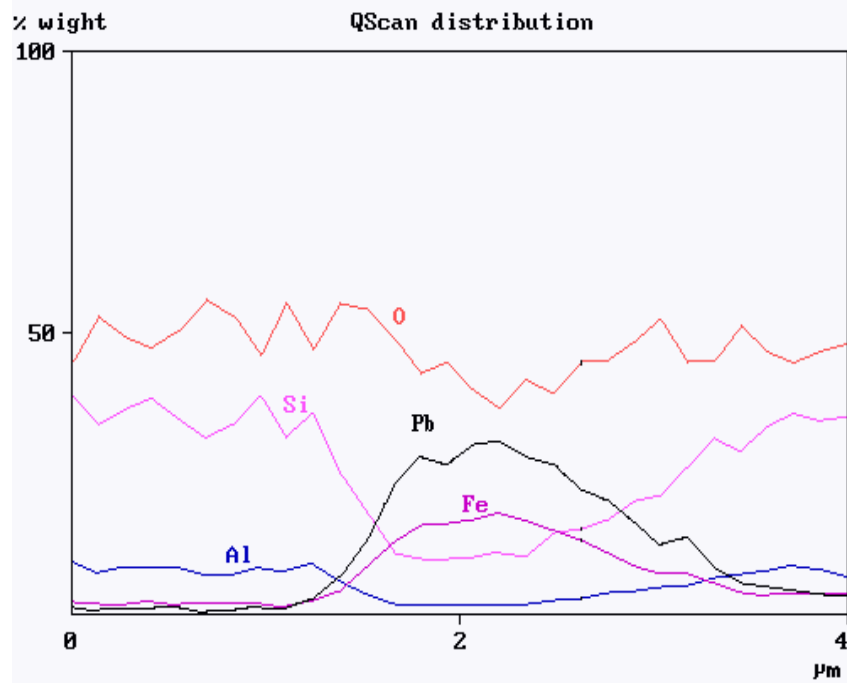
Energia-diszperzív



Energia-diszperzív: Mn-bentonit

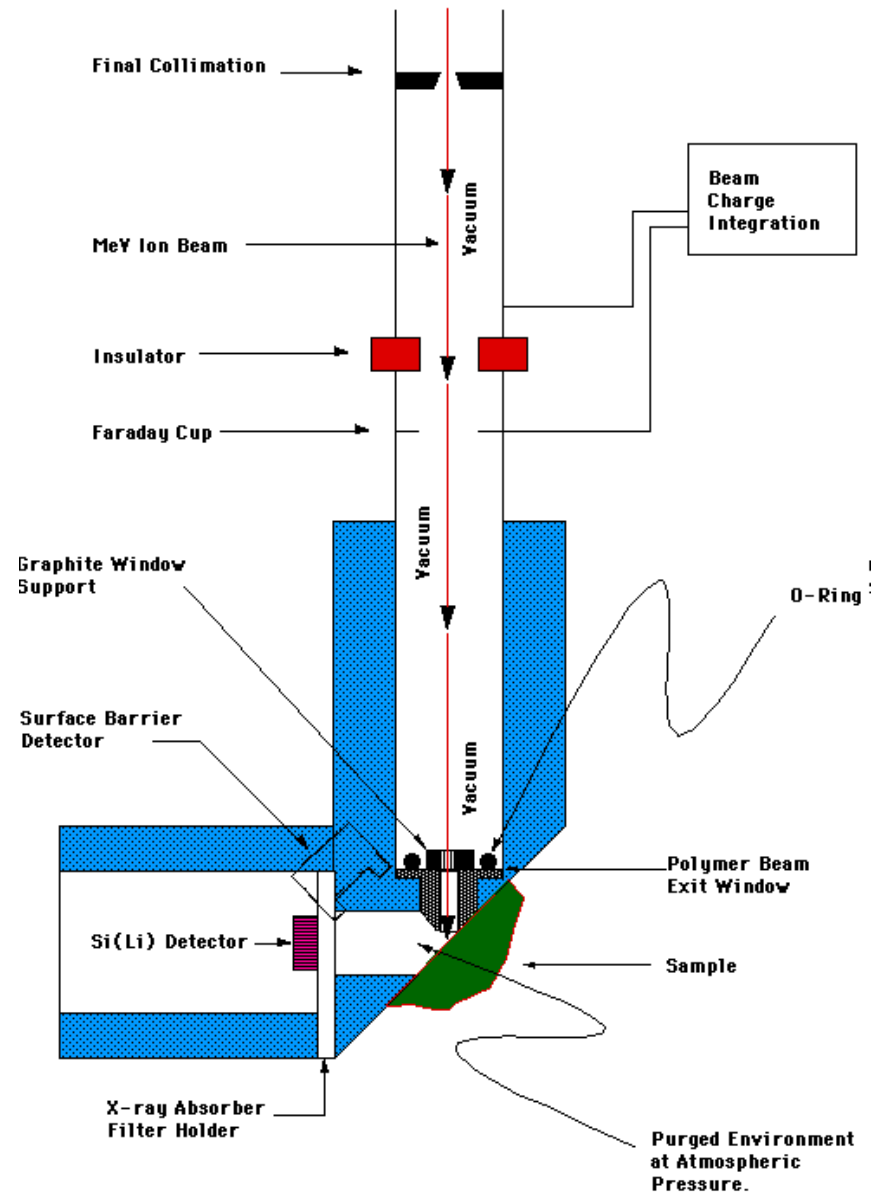


Vonalmenti analízis: hullámhossz-diszperzív



PIXE (**P**article **I**nduced **X**-ray **E**mission, részecske indukált röntgen-emisszió)

- Kisenergiájú gyorsító, általában protonok
- Nyalábtechnika: fókuszálás kvadrupól mágnesekkel
- Röntgendetektor: SiLi
- Nyaláb áramának mérése: Faraday-kalitka



HARVARD PIXE SYSTEM

- Rendszámtartomány: $20 < Z < 35$ (K-vonalak) és a $75 < Z < 85$ (L-vonalak) rendszámtartományban a legérzékenyebb, ebbe a tartományokba esik a biológiai és geológiai kutatások szempontjából fontos nyomelemek zöme.
- Érzékenység:
 - relatív: 10^{-6} - 10^{-7} g/g
 - Abszolút: 10^{-9} - 10^{-12} g
- A meghatározás hibája 5-10 %.
- Különösen jó érzékenységet lehet elérni, ha a nyalábméretet mikronos kiterjedésűre csökkentik, ez esetben a mikro-PIXE elnevezést szokás használni. Néhány mikrométeres térbeli feloldás esetén az abszolút detektálási határ eléri a 10^{-15} - 10^{-16} g-ot.

Fő alkalmazás: légköri aeroszolok vizsgálata

- Részecskeméret és az elemi összetétel egyidejű megfigyelése. A standard kémiai módszerek nem tudtak eleget tenni ennek az igénynek, mivel nehéz a kémiai analízishez elegendő mennyiségű aeroszolt gyűjteni az egyes mérettartományokban.
- A hordozó anyag megfelelő megválasztása esetén a mintát nem kell lekaparni a szűrőről.
- A PIXE módszer alkalmazása után a minták más módszerekkel is vizsgálhatóak (gravimetria, atomi és nukleáris analitikai módszerek, egyedi szemcse analízis), így az aeroszol összetételének meghatározása kiterjeszhető a legkönnyebb elemekig, vagy egyes kiválasztott elemek esetében, ha szükséges, nagyobb érzékenység is elérhető.
- Hátránya, hogy a könnyű elemeket nem lehet vele meghatározni, pedig ez is nagyon fontos lenne a légköri aeroszol kutatásánál, mivel a könnyű elemek (H, C, N, O) az aeroszolok fő összetevői, és nagymértékben meghatározzák azok tulajdonságait.

- Környezetellenőrzés
- Légköri aeroszol forrásainak tanulmányozása: ipari levegőszennyezés forrásai, természetes aeroszol források. Pl. a vulkánok vizsgálata: egyes elemek koncentrációja összefügg a vulkáni aktivitással, tehát ha folyamatosan vizsgálják ezeket az elemeket, nyomon lehet követni a vulkáni aktivitás történéseit.
- Légtömegek hosszú távú transzportjának nyomjelzésére is. Ismert, hogy az aeroszolban a nem kéregeredetű komponens nyomelem koncentrációi, elemarányai, dúsulási tényezői egy-egy régió kibocsátó forrásaira, pl. ipari tevékenységére, az energiatermelés típusára, a fűtéshez felhasznált tüzelőanyagra (esetleg vulkáni tevékenységre), jellemzőek, így a regionális jellemzőket az aeroszokok nyomelemanalízisével meg lehet határozni. A légköri áramlatokkal ezek az „ujjlenyomatok” igen nagy távolságokra eljutnak. A kibocsátó források megfelelő jellemzőinek ismerete alapján a receptor-területeken meghatározhatóak a szennyező aeroszol forrásterületei. Ilyen módon az aeroszol útja nagy távolságokban követhetővé válik.
- Munkahelyi aeroszokok vizsgálata egészségügyi szempontból. Nagy érzékenysége miatt a PIXE jó időfeloldást tesz lehetővé a mintavételben, ami különösen fontos a munkahelyi környezetben, ahol az aeroszol koncentráció gyakran és gyorsan változik. További előny, hogy éppen az egészségügyi szempontból fontos elemek (Fe, Cr, Ni, Zn, Hg, Pb, Bi) esetében a legnagyobb az érzékenysége.
- Aeroszokok légutakban történő lerakódása.

