

A pásztázó proton mikroszonda telepítése és tudományos alkalmazásai

Doktori (PhD) értekezés

Benyújtotta: Rajta István

a Kossuth Lajos Tudományegyetem
Természettudományi Karának Doktori Tanácsához

Témavezető: Kiss Árpád Zoltán
a fiz. tud. doktora



MTA, Atommagkutató Intézet
Debrecen, 1996.

1. Bevezetés

Napjainkban a miniatűrizáció el_retörése szemmel látható méreteket öltött. A mikroelektronikai ipar fejl_dése elképzelhetetlen lett volna a szilícium alapú kis áramkörök nélkül. Rengeteg más területen is alkalmaznak kis méret_berendezéseket. Mindezek alapján joggal várhatjuk, hogy a mikroszkópok különböz_alkalmazásai egyre szélesebb teret nyernek a tudományos kutatásban.

A mikroszkóp felhasználók érdekl_dése a csupán morfológiai megfigyelés lehet_sége mellett egyre inkább kiterjed az analitikai információk felé is. A mikroszkopikus analitikával szemben támasztott követelmény, hogy a kapott információ a minta egy adott koordinátájú, kis méret_, jól meghatározott helyéhez legyen rendelhet_. Az ilyen helyzetérzékeny analitikai tudás birtokában a tudomány különböz_területein (ásványtan, geológia, metallurgia, biológia, orvostudomány, stb.) az alap kutatás továbbviteléhez kaphatunk újabb eszközt.

Ez az érdekl_dés teremtette meg az alapját a különböz_típusú mikroszondák kifejlesztésének. Mikroszondának nevezzük az olyan berendezést, amely egy adott mintáról kémiai információt szolgáltat bizonyos laterális felbontással [Che-81]. Mikroszkópnak pedig az olyan eszközt tekintjük, amely szerkezeti vagy morfológiai információt szolgáltat a mintáról.

A hagyományos fénymikroszkópok megmutatják az emberi szemnek, hogyan néz ki az adott vizsgálandó tárgy. A fény helyett gyakran elektronokat használnak a leképezés megvalósításához. Az elektronmikroszkópokkal egyrészt a nagyítás fokozható, másrészt ezek elemi koncentráció meghatározására is alkalmasak.

A különböz_típusú mikroszondák m_ködése azon alapul, hogy a vizsgálandó egy kicsiny felületdarabját besugározzák egy vékony részecskenyalábbal, a keletkez_jeleket pedig a minta analitikai jellemzésére használják fel. Ekkor az információ, ami a mintáról nyerhet_, a vizsgált kis területet jellemzi. Természetesen ennek nincsenek el_nyei olyan esetekben, amikor a vizsgálandó minta homogén, azonban igen nagy el_nyt jelent szerkezettel rendelkező minták esetében.

További elnyös tulajdonságokat nyerhetünk a pásztázás megvalósításával. A gyors számítógépek és a nagy kapacitású háttértárolók segítségével lehetővé válik a minta elemeinek laterális térképezése. Ez természetesen elnyös jellemző, mert az elemek eloszlását a mikroszerkezetek látható, azonosítható részeihez kapcsolhatjuk; továbbá az analizálandó terület kijelölésében, a lehetséges zavaró szennyezők elkerülésében nyújt segítséget.

Az elektronmikroszkópok, illetve pásztázó elektron mikroszondák már 1965-ben megjelentek a kereskedelmi forgalomban, igen nagy népszerűséget elsősorban nagy mélységélességüknek és nagyításuknak köszönheték.

Az elektronokat ionokkal (általában protonokkal) helyettesítve az ion (proton) mikroszondát valósítjuk meg. Az első pásztázó proton mikroszonda Harwellben épült [Coo-72], napjainkban pedig közel 50 működik világszerte, ezek nagy része Nyugat-Európában, Japánban, az Egyesült Államokban és Ausztráliában található. Kelet-Európában csak Debrecenben és Zágrábban van lehetőség pásztázó proton mikroszondás mérésekre.

A pásztázó proton mikroszondákat a tudományos kutatás rengeteg különböző területén alkalmazzák pl. biológiában, orvostudományban, geológiában, anyagtudományban, környezettudományban, régészetben, iparban.

A pásztázó proton mikroszondákon leginkább alkalmazott analitikai módszer a PIXE (Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry, részecskékkel indukált röntgen emissziós spektrometria). Ezen kívül más hagyományos ionnyalábos technikák is alkalmazhatók: RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry, Rutherford visszaszórásos spektrometria), NRA (Nuclear Reaction Analysis, magreakciós analízis).

Jelen disszertáció alapjául az MTA Atommagkutató Intézetében az OTKA M-szerközpont pályázata (A080) segítségével megvalósított pásztázó proton mikroszonda felépítése során szerzett, illetve az elkészült berendezésen végzett kutatási eredményeim szolgálnak. A kutatási periódus kezdetén a Soros Alapítvány támogatásával Oxfordban töltöttem három hónapot, amely idő alatt elsajátítottam a

rendszer üzembe helyezéséhez szükséges ismereteket, valamint bekapcsolódtam az ottani kutatómunkába.

Hazatérésem után az Intézet 5 MV-os Van de Graaff típusú gyorsítóján nyalábvezetési kísérleteket végeztünk annak vizsgálatára, hogy milyen feltételekkel képes a gyorsító kielégíteni a mikronyaláb el_állításának követelményeit. A mérések alapján a "0 fokos" nyalábcsatornát jelöltük ki, és megkezdtuk arra felépíteni a mikroszonda egységeit.

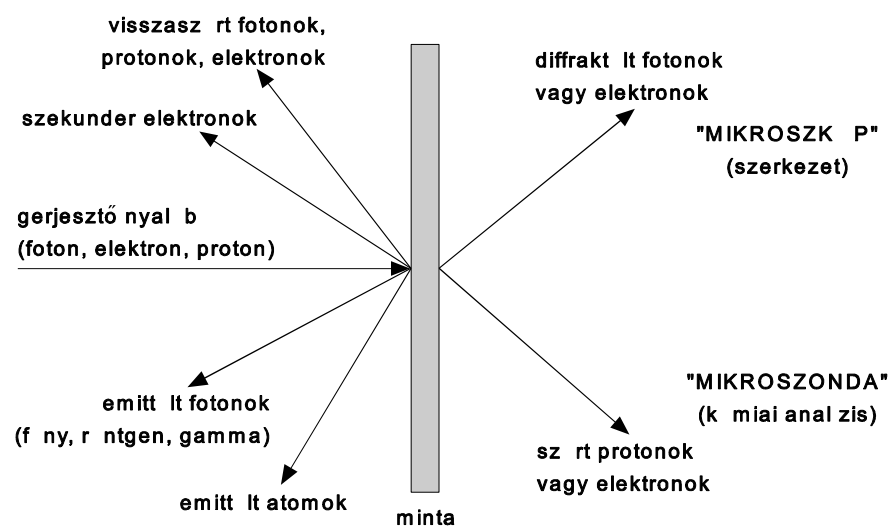
Az építés mechanikai munkálatai ~1 hónapot, a bemérési pedig mintegy fél évet vett igénybe, amely id_szak végére a mikroszondában az els_ nyalábot produkáltuk. Egyben megkezdtuk a m_szer megismertetését a potenciális felhasználókkal népszerű_sít_el_adások formájában.

Az irodalmi áttekintés után a disszertációban az ATOMKI-ben telepített pásztázó proton mikroszondával foglalkozom: a telepítés során felmerült problémákkal, azok megoldásával, a berendezés bemérésével és alkalmazásaival. Részletesen elemzem a mikroszonda különböz_egységeinek paramétereit, és foglalkozom a már meglév_ 5 MV-os Van de Graaff gyorsítóhoz való kapcsolódás problémáival is. Az elmúlt években az új berendezésen a következ_tudományos alkalmazott kutatásokkal foglalkoztam: geológiai minták elemi analízise és morfológiai megfigyelése (szferulák), környezeti minták vizsgálata (aeroszolok). Ezekr_l a megfelel_fejezetekben számolok be, a hangsúlyt a szferulák analitikájában elért eredményekre helyezve.

2. Irodalmi áttekintés

2.1. A különböző típusú mikroszondák történeti és tematikus áttekintése

A 2.1. ábrán látható, hogy a mintát gerjesztő besugárzás hatására milyen típusú sugárzások lépnek ki a mintából. A különböző típusú gerjesztő sugárzásokkal megvalósított mikroszondák különböznek az általuk nyújtott kémiai információ jellegében (elemi összetétel, kémiai kötésállapotok, érzékenység, pontosság), a laterális felbontóképességükben, az elérhető detektálási küszöbökben, valamint abban, hogy képesek-e az analízist roncsolásmentesen elvégezni.



A mikroszondák első típusa az elektron-mikroszkóp (EPMA, Electron Probe Microanalysis, elektron-szondás mikroanalízis), amely erősen fókuszált elektronnyalábot használ fel a gerjesztéshez. A belső elektronhéjak ionizálása során megüresedő helyet betöltő elektronok a külső héjak valamelyikéről származnak és az átmenet közben az atomra jellemző karakterisztikus

röntgensugárzást bocsátanak ki. A gerjesztéshez általában 5 - 50 keV energiájú, fókuszált elektronok használatosak. Bár az elektronok igen könnyen fókuszálhatók akár nm-es nyalábméretre is, a röntgen analízishez használatos vastag minták esetén az elektronok a mintában erős szóródást szenvednek, ezért a kapott analitikai információ valójában ~1 µm-es átmérőjű területre jellemző [Láb-96]. Ez az analitikai módszer roncsolásmentes, és a minta in-situ vizsgálatára képes. Igazi elnyerő a Si(Li) detektorok kifejlesztésekor mutatkozott meg, amikor lehetővé vált az addigi hullámhossz-diszperzív technika helyett az energia-diszperzív röntgenspektrometriát megvalósítani. Korábban ugyanis a Bragg-reflexión alapuló röntgen kristályspektrométerekkel csupán egy szűk energiaintervallum volt rögzíthető a spektrumból, így nagyon hosszú időre volt szükség a teljes energiaspektrum felvételéhez. Energia-diszperzív spektrometria esetén a teljes spektrumot egyszerre rögzíthetjük, azonban itt rosszabb a detektor energiefeloldása. A Si(Li) detektorok energiefeloldása elegendően jó ahhoz, hogy a legtöbb elem fő karakterisztikus röntgenvonalait feloldja, így analitikai célokra alkalmazható. A módszer legfőbb hátránya, hogy az általa kimutatható legkisebb koncentráció csupán 0,1 - 0,01 %. A módszer érzékenysége a csúcs/háttér viszony növelésével lenne javítható. Az EPMA esetében a magas háttér a gerjesztő elektronok fékezési sugárzása okozza, tehát a gerjesztést kell elektronok helyett más típusú sugárzással helyettesíteni.

Léteznek mikroszondák, amelyek a tömegspektrometria módszerét használják az elemek azonosítására (LIMS, Laser Ionisation Mass Spectrometry, lézer-ionizációs tömegspektrometria; SIMS Secondary Ion Mass Spectrometry, szekunderion tömegspektrometria). Lézerrel vagy néhány keV energiájú fókuszált nyalábot elállító ionágyúval a minta kis mennyiségét elporlasztják, majd a porlasztott anyagot ionizálják és tömegspektrométerrel detektálják. Ezen berendezések érzékenysége általában $\sim 10^{-4}$ %, továbbá izotópok megkülönböztetésére is alkalmasak. Azonban ezek a módszerek roncsolják a mintát, ami bizonyos esetekben nem megengedhető. Sajnos a porlasztás határfoka általában szelektív a különböző elemekre vonatkozóan, így minden esetben a vizsgálandó anyaggal azonos típusú standard beszerzése szükséges.

A röntgenfluoreszcenciás analitikai módszer (XRF, X-Ray Fluorescence)

esetén a minta atomjainak gerjesztésére fotonokat alkalmaznak és szintén a keltett karakterisztikus röntgensugárzást használják az elemek azonosítására. A röntgensugárzás 10 - 20 μm -nél kisebb foltra való fókuszálása napjainkban még nem megoldott, így csupán a gerjesztett sugárzás kollimálása képzelhető el mikronos vagy szubmikronos laterális felbontású analitikai célokra. A röntgennyaláb kollimálása jelentős mértékben csökkenti a sugárzás intenzitását, ezért nagy fényességű röntgenforrás használata célszerű, ami szinkrotronok mellett hozzáférhető. Továbbá, a röntgensugárzás nem okoz olyan jelentős sugárkárosodást a minta számára, mint az elektronbesugárzás, még akkor sem, amikor már elegendő ideig tart a röntgensugárzás a kimutatható legkisebb koncentráció ($\sim 10^{-4}$ %) eléréséhez. Ez a tény fontos lehet érzékeny minták, például biológiai alkalmazások számára.

A proton (ion) mikroszondákban a gerjesztett sugárzás néhány MeV energiájú ion - általában proton - nyaláb. A pásztázó proton mikroszondát elsőként Cookson és munkatársai [Coo-72] valósították meg Harwellben (Anglia). Részletesen megvizsgálták a mikronyaláb elállításának mind a fókuszálással, mind a kollimálással történő lehetőségét. A kollimációval elérhető legkisebb, még analitikai célokra használható nyalábméret $\sim 20 \mu\text{m}$, míg a cikk írásakor - 1972-ben - az elérhető nyalábfolt mérete fókuszált nyaláb esetén $\sim 4 \mu\text{m}$. Ennek köszönhetően ma már világszerte csak a fókuszált mikronyaláb technika terjedt el.

Már Cookson munkája el is széles körben elfogadott volt a nagy energiájú ionnyalábok analitikai célú felhasználása. Ionnyalábokra alapozott módszerekkel az ionok és a vizsgálandó anyag különböző kölcsönhatásainak kihasználásával gyakorlatilag a periódusos rendszer minden eleme ppm érzékenységgel detektálható.

A PIXE módszer szintén a karakterisztikus röntgensugárzást használja fel az elemek meghatározásához. A proton mikroszondákon ez a leggyakrabban alkalmazott analitikai módszer, ezért már szinte a kezdetektől gyakran a "mikro-PIXE" elnevezést használják.

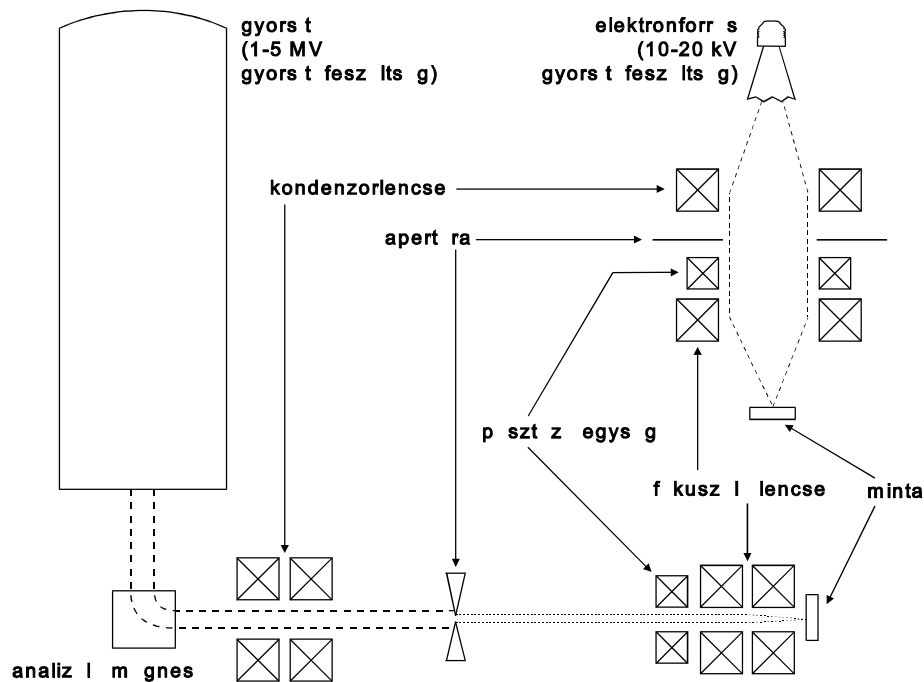
Ezenkívül használatosak még az RBS, NRA módszerek. Ezen utóbbinak speciális esete a PIGE (Proton-Induced Gamma-Ray Emission Spectrometry, protonokkal indukált gamma emissziós spektrometria) és a DIGE (Deuteron-

Induced Gamma-Ray Emission Spectrometry, deuteronokkal indukált gamma emissziós spektrometria).

Az ionmikroszondák technológiájának és különböző tudományos alkalmazásainak jelentőségét mutatja az is, hogy a témából kétévenként rendeznek nemzetközi konferenciát. A konferenciák közleményei rendre megjelennek a Nuclear Instruments and Methods című referált folyóiratban. Az "International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications" című konferencia sorozatban az első konferenciát Oxfordban rendezték 1987-ben [Gri-88a], majd Melbourne 1990 [Leg-91], Uppsala 1992 [Lin-93], Shanghai 1994 [Yan-95] következett. Az ötödik konferencia Santa Fe-ben (New Mexico, USA) kerül megrendezésre 1996. novemberében. Ezenkívül a PIXE konferenciákon, valamint az Ion Beam Analysis konferencia sorozatban is megtalálhatók a mikroszonda szekciók.

A disszertáció témájából adódóan a továbbiakban a *mikroszonda* kifejezést a *pásztázó proton mikroszonda* értelemben fogom használni, ha ezzel ellentétes értelmű külön utalást nem használok.

A mikroszonda felépítése a pásztázó elektronmikroszkóppal összehasonlítva a 2.2. ábrán látható. A gyorsító által előállított néhány MeV energiájú ionnyalábot egy kondenzorlencsével egy apertúrára fókuszáljuk. A mintára ennek az apertúrának a fókuszáló lencse által előállított kicsinyített képe kerül. A nyalábot a minta felületén pásztázzuk. Az egyes szerkezeti elemeket a továbbiakban részletesen tárgyalom.



2.2. A pásztázó proton mikroszkop szerkezeti egységei

2.2.1. Gyorsítók

A pásztázó proton mikroszkopokhoz általában Van de Graaff vagy Pelletron típusú gyorsítók használatosak, mind egyvégű, mind tandem változatban. A tandem gyorsítók esetében kisebb terminál feszültség szükséges, ami kisebb méretet eredményez. Általában adott gyorsító mellé építenek mikroszkopát, csak kivételes esetekben kap egy mikroszkop saját, új gyorsítót. Így például Oxfordban National Electrostatics 5SDH-2 típusú 1,5 MV maximális terminál feszültségű tandem gyorsítót használnak kizárólag mikroszkopos célokra [Jam-89]. Lundban egyvégű National Electrostatics gyártmányú gyorsítót használnak szintén egyedül a mikroszkop alkalmazásainak céljából [Mal-93]. Itt

egy korábbi elektronszinkrotron targettermét használják, így egy 8 m átmérőjű masszív beton alap állt rendelkezésre, ahol a mikroszonda a tárgyrést a kamráig elfér. Amszterdamban nemrégiben szereztek be egy - az oxfordival azonos típusú - új gyorsítót. Ezen új gyorsító két nyalábcsatornáján makro- és mikro-PIXE analízis valósítható meg, valamint rendelkeznek egy High Voltage gyártmányú 400 kV-os Van de Graaff gyorsítóval is, ami kiszolgálhatja ugyanezen nyalábcsatornákat is [Vis-93]. A schonlandi (Dél Afrikai Köztársaság) mikroszonda szintén két gyorsítóból is kaphat nyalábot: egy 6 MV-os High Voltage EN tandem többfelhasználós gyorsítóból, illetve egy 2,5 MV-os Van de Graaff egyetlen csatornájából [Wat-93].

Kevés helyen alkalmaznak ciklotront a 2-3 MeV energiájú protonok elállítására [Pri-81], [Oud-81]. Érdekesség a manitobai mikroszonda esete, ahol 40 MeV energiájú protonokat fókuszálnak, amelyeket egy spirális szektorú ciklotronból nyernek [Yeo-90]. Ezzel a nagy energiájú nyalábbal a legkisebb elállítható nyalábméret 10 μm . A mikroszondát azzal a céllal fejlesztették ilyen nagy energia felhasználására, hogy a néhány MeV energia mellett felhasználható technikákon kívül más módszereket is alkalmazzanak. Ilyen alkalmazás például a vékony minták transzmissziós analízise. Ugyanis a 40 MeV energiájú protonok behatolási képessége sokkal nagyobb, mint kisebb energiákon, valamint az energiavesztés is kevesebb. A K karakterisztikus röntgenvonalak gerjesztése a ritkaföld elemekre, középest a nehéz rendszámú elemekig ilyen energiák mellett legnagyobb hatáskeresztmetszet. (Ezen elemeket a kisebb energiájú mikroszondákban az L-vonalak alapján határozzuk meg.) Így a legkisebb detektálható koncentráció arzéntól az uránig - tehát a $33 \leq Z \leq 92$ rendszám tartományban - 1 ppm szinten mozog. Mindent egybevetve ezen rendszer rutinszerű analitikai célokra való felhasználása nem elnyös; fként a ciklotron igény, valamint az ilyen nagy energián jelenlév nagy gamma sugárzás miatt.

Érdekesség az a megoldás, amit Japánban alkalmaznak [Ino-91]. A mikroszonda, gyorsító, adatgyűjtés és minden egyéb szükséges eszköz (a tartalék szigetelgáz tartályt is beleértve) egy 4,5 m \times 2,5 m \times 1,8 m méretű "dobozban" van elhelyezve. Itt egy "disktron" típusú (japán fejlesztésű) gyorsítót alkalmaznak,

amely szintén elektrosztatikus elven működik. A terminált szigetel_korongokra er_sített fémtabletták töltik fel. Az energiaszabályozást itt is koronatriódával oldják meg a Van de Graaff gyorsítókhoz hasonlóan, azonban analízáló mágnes helyett helytakarékosági okokból - egy $E \times B$ sz_r_t alkalmaznak. Ebben az energiasz_r_ben az elektromos és a mágneses tér egymásra mer_leges, és értékük úgy van megválasztva, hogy csak a kívánt energiájú és tömeg_részecskék haladjanak át rajta egyenesen.

A mikroszondák tulajdonságait befolyásoló nyalábparaméterek az energiaszórás és a fényesség. Az energiaszórás a kromatikus aberrációban jelenik meg, azzal egyenesen arányos (ld. 2.2.3. fejezet), és általában a legnagyobb hatású lencsehibaként jelentkezik. Ionnyalábok fényességét a következő összefüggés szerint definiáljuk:

Hiba!

ahol B a fényesség, I az áramer_sség, A_0 a tárgyres terület, Ω a nyaláb divergencia térszöge, E az ion energiája. A fényesség szerepe azért jelent_s, mert fényesebb nyaláb esetében kisebb divergencia mellett is még viszonylag nagy áramer_sséget juttathatunk át a réseken. A divergencia szögek minden aberrációban jelen vannak, így a divergencia csökkentése minden lencsehiba hatását csökkenti.

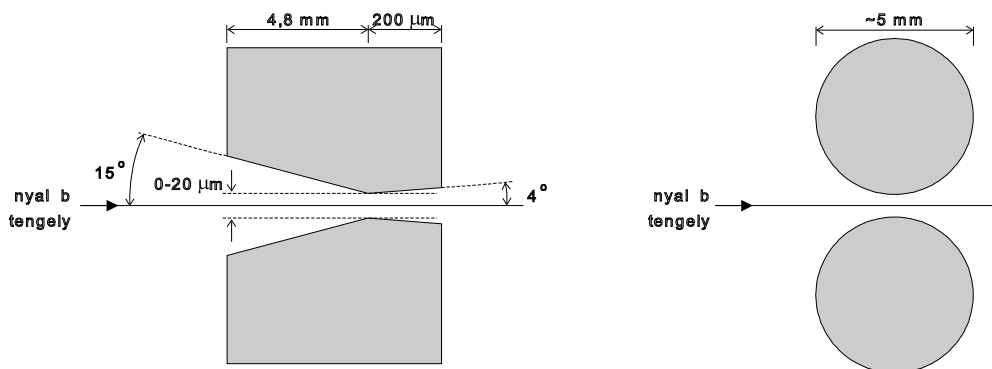
Ciklotronok esetében az energiaszabályozás jóval gyengébb az elektrosztatikus gyorsítókkal elérhet_s stabilitásnál. Elektrosztatikus gyorsítóknál az energiaszórás els_sorban a gyorsító terminálfeszültségének energiaszabályozása határozza meg. Ez sokban függ a tölt_rendszer típusától, de általában 0,1 % alatt van. Ennél lényegesen nagyobb stabilitást Amsel ért el [Ams-83]. A MV gyorsítófeszültség_elektrosztatikus gyorsítók energiafluktuációjának f_oka a nagyfeszültség_terminál feszültségváltozása. Ezenkívül tandem gyorsítók esetében a lefosztó fóliában vagy gázban az áttölt_d_részecskék energiaszórás (stragglings) szenvednek.

A nyaláb fényességét els_sorban az ionforrás fényessége határozza meg. A fényességet növelni nem lehet, az ionforrás már meghatározza a továbbiakban rendelkezésre álló fényességet. Bár a fényesség csökkentése természetesen különböző_apertúrákkal lehetséges, ez nem érdekünk. Tehát különböző_típusú

ionforrások fejlesztése indult meg, illetve a már létező típusok tökéletesítése. Az egyik ilyen forrás a térionizációs ionforrás, amely pozitív ionokat állít el egy mikroszkopikus méretű wolfram tű hegyénél elálló nagy térfelhasználásával [Böh-88]. Folyékony fémeket alkalmazó ionforrások is fejlesztés alatt állnak [Cla-78] [Rea-88], de csak alacsony olvadáspontú fémek esetében használhatók, például Li, Ga, In vagy Cs, így az analitikai felhasználhatóságuk meglehetősen korlátozott. Mindkét esetben az ionforrás emittáló területe nagyon kicsi ($<1 \mu\text{m}$), így elképzelhető a nyalábméret egyszerű megtartásával kis méretű nyaláb elállítása az ionforrás kis kicsinyítés közvetlen leképezésével. Ezek a pontforrások csak pozitív ionokat képesek elállítani, tehát csupán egyvéggyorsítókban alkalmazhatók. Tandem gyorsítók esetében negatív ionforrás szükséges, amit jelenleg gázkisülésen alapuló ionforrások biztosítanak (pl. duoplazmatron). A hagyományos RF ionforrások általában elegendő fényességűek, főleg egyvégű Van de Graaff gyorsítókban alkalmazzák őket egyszerűségük miatt.

2.2.2. Rések

Nobiling és munkatársai [Nob-75] nagyon szűk réseket alkalmaztak negatív nyalábok kollimálására. A $10 - 20 \mu\text{m}$ méretű réseken nagymértékben szóródik a nyaláb, egyúttal a szórt negatív ionok nagy valószínűséggel áttöltődnek, így a rés után a résfőkéken szóródott részecskék a nyaláb érintetlen részétől mágneses tér alkalmazásával elválaszthatók. Rozsdamentes acélból készült résfőkéket használtak, amelyek helyzetét piezoelektromos kristályokkal szabályozták. Az alkalmazott rések $\leq 0,1 \mu\text{m}$ finomságúra polírozottak. A résfőké alakja úgy van kiképezve, hogy szórt nyaláb a számítások szerint csak a $\approx 0,1 \mu\text{m}$ széles tartományában keletkezhet, ami egyenlő a polírozás finomságával. A résfőkét a hagyományos hengeres résfőkével együtt a 2.3. ábra mutatja.

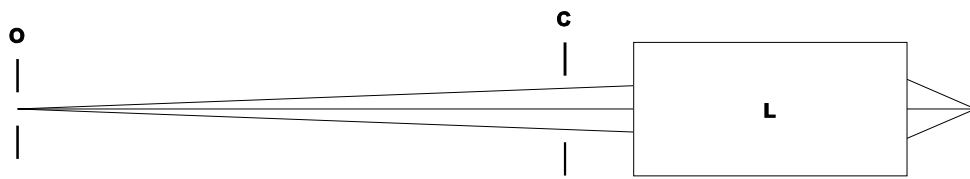


Maggiore [Mag-80] hasonló geometriájú réseket alkalmazott, azonban a réspofák anyaga arannyal bevont réz volt, így a résnyílás a réspofák h -mérsékletével volt szabályozható, kihasználva a réz nagy h -tágulási tényezését.

Az oxfordi rendszerben [Jam-89] a hengeres réseket alkalmazzák, amelyek elnye az egyszer-elállításon túl a kényelmes kezelhetőség, és javíthatóság. A réspofák megmunkálása a hengeres alak miatt nagyobb pontossággal kivitelezhető, mint Nobiling réseinek esetében. Továbbá szennyeződése esetén a hengeres réspofa elfordításával "újra varázsolható" a rés, illetve azonos méret és anyagú standard csapágyhengerrel cserélhető.

2.2.3. Nyalábformáló rendszerek

Az 2.4. ábrán egy nyalábformáló elrendezés sémája látható. A nagy energiájú ionok a gyorsítóból a tárgyresen (O) keresztül lépnek be a rendszerbe, és divergenciájuknak megfelelően széttartó jelleggel haladnak a fókuszáló elem (L) felé, ezután a nyaláb kis területre koncentrálódik a mintán a képsíkban (I). Feltéve, hogy L rövid fókusztávolságú fókuszáló lencse, hosszú tárgytávolsággal és rövid képtávolsággal biztosítható, hogy I az O tárgyres kicsinyített képe lesz a mintán. A gyakorlatban általában a kicsinyítés mértékének jellemző értéke 5 - 50, így mikronos nyalábméret elállításához 10 - 50 μm -es nagyságrendű tárgyres méretek szükségesek.



Az optikai lencsékhez hasonlóan, ionnyalábok fókuszálásánál is találkozunk lencsehibákkal. Ezen hibák kiszélesítik a képet, tehát lerontják a nyaláb feloldását. A lencsehibák leginkább a nagy nyalábdivergenciák esetében jelentkeznek, ezért a divergencia csökkentése érdekében egy második apertúrát alkalmaznak a lencse előtt, amit kollimátor résznek nevezünk (C). A tárgyrés pontos leképezése azonban nem szükséges a kívánt nyalábfolt elállításához, elegendő annak teljesülése, hogy a nyalábot alkotó részecskék a mintát a kívánt foltméreten belül érik el. Így akár lencsehibákkal lerontott kép is alkalmazható a mikronyaláb elállítására [Gri-88b].

Részecskenyalábok fókuszálásához minden részecskére olyan erőt kell gyakorolni, ami a nyaláb tengelye felé mutat. Töltött részecskék esetében ez az erő származhat elektrosztatikus és/vagy mágneses terektől. Néhány ilyen elrendezést ki is fejlesztettek az elmúlt években.

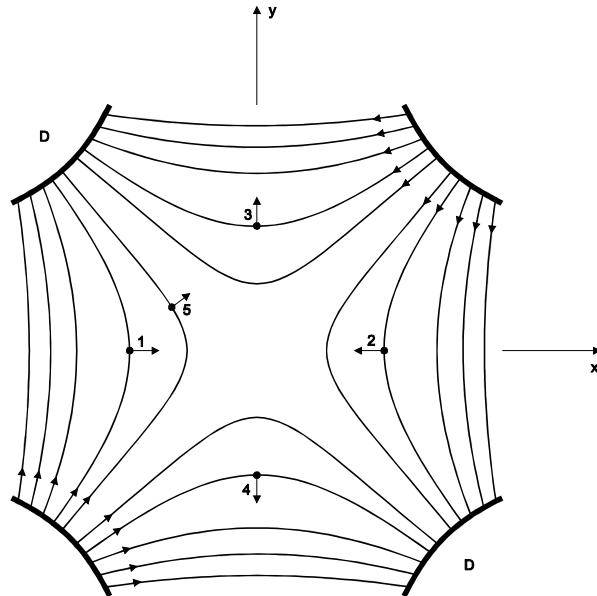
Az elektronmikroszkópok esetében régóta bevált és jól ismert fókuszáló lencse a mágneses szolenoid lencse. Ebben a tengellyel párhuzamos homogén mágneses tér jelenléte okoz fókuszáló hatást. A tengellyel párhuzamosan haladó elektronokra a mágneses tér nem fejt ki erőt. A tengelytől távolodó elektronokra forgató, és a tengely felé mutató erővel hat, míg a tengelyhez közeledő elektronokra ellentétesen. Így minden elektronra a tengellyel párhuzamos haladást kényszerít a lencse. Ezt az egyszerű és bevált módszert protonokra is lehet alkalmazni, de azok nagyobb tömege miatt a rövid fókusztávolság biztosításához sokkal nagyobb mágneses térre van szükség, mint az elektronok esetében. Erre kínálkozó megoldás a szupravezető tekercseket alkalmazó mágneses szolenoid lencse.

Szupravezet_ szolenoid mágneses lencsét Maggiore és munkatársai (Los Alamos) [Mag-80], Koyama-Ito és munkatársai (Massachusetts Institute of Technology, MIT) [Koy-80], valamint Stephan és munkatársai (Bochum) [Ste-95] készítették. Los Alamosban a mágneses térer_ sség maximum 8 T, a tárgy_ távolság 114 cm, a képt_ távolság 11 cm, az elért nyaláb_ fóltméret 1 μm . Az MIT-n a legnagyobb elérhet_ mágneses térer_ sség a szolenoidban 6 - 10 T. Ennek felhasználásával 405 cm tárgy_ és 16 cm képt_ távolsággal 1 μm nyaláb_ méretet értek el 100 pA intenzitás mellett. Bochumban a fókuszáló szolenoid lencsét egyúttal a visszaszórt részecskék fókuszálására is használják, így a részecskedetektor effektív térszögét jelent_ sen megnövelve alkalmazzák az RBS technikát.

Másik lehet_ ség a plazma lencse alkalmazása [Lef-83], amit Eugene-ban valósítottak meg (Oregon, USA). A plazma lencse fókuszáló hatása hengeres oszlopban csapdázott elektronok saját elektromágneses teréb_ l ered. Ezen lencsében a nyaláb_ csatorna belsejében gy_ r_ alakú elektródákat néhány kV pozitív feszültségre kapcsolnak, ami az elektronok számára hengerszimmetrikus potenciál csapdát hoz létre. Továbbá egy küls_ szolenoiddal tengelyirányú mágneses teret hoznak létre, ami az elektronokat spirálpályára kényszeríti. A lencse fókusz_ távolsága független az ion tömegét_ l vagy töltését_ l, csak a gyorsítófeszültségt_ l függ. Ezzel a rendszerrel $\sim 5 \mu\text{m}$ nyaláb_ méretet értek el.

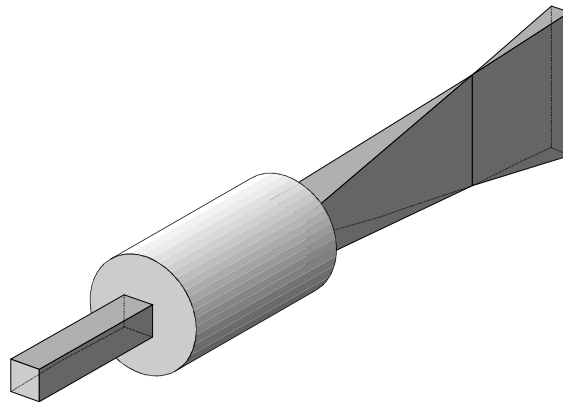
Kvadrupól mágneses lencsét alkalmaznak ezeken kívül minden más mikroszonda esetében. Ennek oka, hogy itt a mágneses tér a nyaláb_ optikai tengelyére mer_ leges, így a kis divergenciájú nyalábra nagy fókuszáló hatást fejt ki a Lorentz-er_. Tehát ebben az esetben nagyobb hatásfokkal használjuk ki a mágneses tér fókuszáló hatását, ezért nem lesz szükség szupravezet_ tekercsre. A kvadrupól mágnes esetében a mágneses tér er_ ssége a jól ismert $H=r^2 \cos 2\theta$ formulával írható le [Wat-95]. A mágnes négy pólusa a nyaláb_ tengelye körül szimmetrikusan helyezkedik el, amelyen váltakozó polaritású gerjesztést alkalmaznak. Az 2.5. ábrán látható a kvadrupól mágneses tere, valamint a lap síkjára mer_ leges irányban befelé mozgó pozitív töltésre ható er_. A mágneses er_ vonalak hiperbola alakúak, és mindenhol a nyaláb_ tengelyére

mer legesek, biztosítva ezzel azt, hogy a teljes térerősség fókuszáló hatást fejtson ki. A térerősség nagysága minden pontban a tengelytől mért távolsággal arányos,



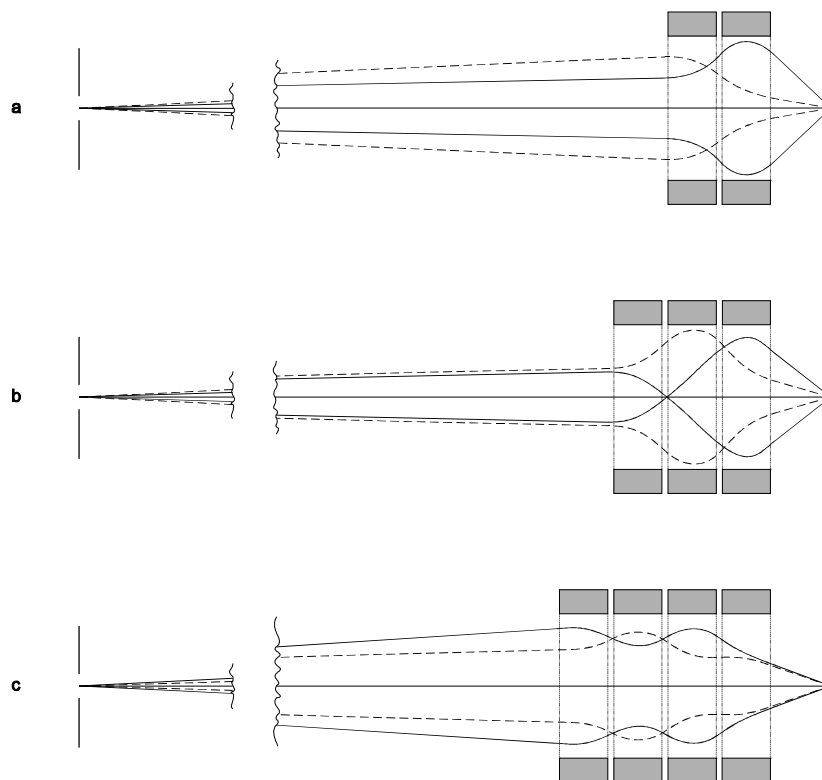
tehát a fókuszálás feltétele elsőrendben teljesül.

A kvadrupól mágneses lencse terében haladó töltött részecskékre az áthaladás helyétől függően különböző irányú erők hatnak. Az 1,2 pontokban a töltésekre a tengely felé mutató irányú erők hatnak, míg a 3,4 pontokon áthaladó töltésekre kifelé mutató erők. Ennek eredményeképpen a lencse a nyálábot vonal mentén fókuszálja (2.6. ábra). Tehát legalább két kvadrupól mágneses lencsét kell alkalmazni váltakozó polaritással ahhoz, hogy pontfókuszot állítsunk elő.



Mivel a kvadrupól lencse nyalábformáló hatása aszimmetrikus, ezért az ionoptikai számításokat és azok eredményeinek leírását két egymásra merleges síkban kell elvégezni. Ezt általában az 2.5. ábrán látható x és y síkban végezzük. A gyakorlatban két, három vagy négy kvadrupól lencsét alkalmaznak a különböző mikroszondáknál. Az 2.7. ábra három különböző alkalmazott megoldást mutat. Az ábrán folytonos vonallal a vízszintes síkban, a szaggatott vonal pedig a függleges síkban látható a nyaláb menete.

Cookson 1972-ben a mikroszondán [Coo-72] az "Orosz kvadruplett" elrendezést alkalmazta [Dym-65]. Ennek jellemzője, hogy a két külső és a két belső lencsét azonos áramerősséggel gerjesztik váltakozó polaritással. Az Orosz kvadruplett hatása az x és y irányokban azonos mértékű kicsinyítés, tehát négyzet alakú tárgyról négyzet alakú kép keletkezik a mintán.



Az "Oxford triplett" elrendezésben az első két lencse gerjesztése azonos. Ezzel a rendszerrel az x és y irányú kicsinyítések különbözőek lesznek, de a

fókuszálási eljárás egyszer_ és kényelmes. A különböz_ kicsinyítési faktorok miatt a négyzet alakú nyalábfolt elérése érdekében téglalap alakú tárgyrés alkalmazása szükséges.

A dublett konfiguráció nyilvánvaló el_nye az olcsósága. Ebben az esetben is elérhet_ az "Oxford triplett" esetében biztosított nyalábméret, azonban kissé csökkentett áramer_sséggel, ugyanis a kicsinyítési tényez_k itt még inkább különböz_ek lesznek egymástól, ezért a tárgyrés téglalapja elnyúltabb lesz, továbbá a tárgyrés nyílásának területe kisebb lesz.

A kvadrupól mágnesek hatásának részletesebb leírásai alapján [Wat-95] megfontolásokat tehetünk a mágnesek kialakításának, elrendezésének, gerjesztéseinek célszer_ségére vonatkozólag. A fókuszáló rendszer leírása numerikus módszerekkel lehetséges [Gri-88b]. Ehhez derékszög_ koordináta rendszert célszer_ választani, amelynek z tengelye a nyalábtengelyre esik, x és y tengelye pedig az 2.5. ábrának megfelel_en van megválasztva. Ezen koordináták felhasználásával a részecske helyzete a képsíkban (x_i), függ a részecske tengelyt_l való távolságától a tárgyres síkjában (x,y), a lencsébe belép_ részecske divergenciájától (θ,φ), az ion energiájának a névlegest_l való eltérését_l (δ), és a lencse konfigurációjának adataitól. Ez kifejezhet_ a következ_ polinom alakjában:

$$x_i = \sum C_{jklmn} x^j y^k \theta^l \varphi^m \delta^n$$

A C_{jklmn} együtthatókat nevezzük aberrációs koeficienseknek. Ezek függenek a rendszer geometriájától és a lencsék által létrehozott mágneses terek nagyságától. Mivel a kvadrupól lencsék aszimmetrikusak, az y síkban hasonló kifejezés érvényes a fentiek_l eltér_ együtthatókkal. A kvadrupól lencsék aberrációi lehetnek geometriaiak vagy parazitikusak. A parazitikus aberrációk származhatnak a beállítás és gyártás mechanikai pontatlanságából vagy a vasmag anyagának inhomogenitásából. Ezen pontatlanságok a tiszta kvadrupól mágneses térre szuperponálódó magasabb rend_ multipól terekként jelennek meg [Jam-87]. A geometriai aberrációk azonban tökéletes geometriájú lencséknél is jelentkeznek. A mikroszondák esetében általában teljesül_ feltételek mellett (kis méret_ tárgyres, kis nyalábdivergencia) az aberrációk közül sok elhanyagolható,

így a fenti kifejezés a következő egyenletekké egyszerűsödik az x és y síkban:

Hiba!

Hiba!

ahol D a kicsinyítési együtthatókat, C a kromatikus aberrációs együtthatókat, S a szférikus aberrációs együtthatókat jelenti. A P , Q és R együtthatók a parazitikus aberrációkra vonatkoznak, amelyek a rendszer konstrukciójából és beállításából eredő hibák. Ezek közül legjelentősebbek a rotációs pontatlanság, azaz a lencsék nyálábtengely körüli elfordulásából eredő hiba: ρ ; a mágnes gerjesztés áramerősség ingadozása a tápegység tökéletlenségéből adódóan: ε (mindkettő a nyáláb divergenciával egyenesen arányos); valamint a szextupól mágneses tér jelenléte, σ , a kvadrupól négyfogású szimmetriától való eltéréséből eredően (a divergencia négyzetével arányos).

Látható, hogy az aberrációk jelentősen függenek a nyáláb divergenciájától, tehát a leképezés tulajdonságait két összetevő szabja meg: a tárgyrés geometriai kicsinyített képe (amit a kicsinyítés határoz meg az adott síkban) és egy diffúz nyálábudvar vagy halo (ami a kollimátor réssel szabályozható). Adott nyálábméret eléréséhez a tárgyrés és a kollimátor rés méreteinek különböző kombinációi lehetségesek: geometriailag pontos kép létrehozása (nagy tárgyrés, kis divergencia); geometriailag aberrált, de kis kép (kis tárgyrés, nagy divergencia). Nem feltétlenül szükséges azonban a pontos kép létrehozása, mikroszondás analitikai módszerek megvalósításához csak arra van szükség, hogy az adott foltmérethez tartozó nyálábintenzitás minél nagyobb legyen.

Jamieson és munkatársai a geometriai és parazitikus aberrációk hatásait megmérték Melbourne-ben az új n. "grid shadow" módszerrel [Jam-87]. Ez azt jelenti, hogy a lencse fókuszában egy mikrorácsot helyeztek el, majd a rács árnyékát figyelték meg egy szcintillációs ernyő segítségével. A rács árnyékának különböző típusú torzulásai a lencserendszer adott hibáinak megfelelően jelentek meg.

Általánosan is igaz, hogy mikroszondás alkalmazásokhoz célszerű a lehető

legnagyobb intenzitást alkalmazni a lehető legkisebb nyalábméret mellett. Ha ezt egy adott mikroszondán meg tudjuk valósítani, akkor az áramot mindig tudjuk csökkenteni, ha az adott esetben ez szükséges. A nyalábméret csökkentése megoldható a tárgyrés méretének csökkentésével, azonban ez jelentősen csökkenti a rendelkezésre álló intenzitást. Tehát adott tárgyrés méret mellett kell csökkenteni a nyaláb méretét, ami a kicsinyítés mértékével vagy a lencsehibák hatásának csökkentésével valósítható meg. A kicsinyítést a tárgy-távolság és a képtávolság aránya szabja meg. A képtávolság a különböző mikroszondák megvalósításában különböző, de nem túl tág határok között mozoghat. A tárgy-távolságot nagyra szokás választani, általában néhány méter nagyságrendben. Ennek növelésével problémák adódnak a laborban rendelkezésre álló hely miatt, illetve nehezebbé válik a tárgy és a kollimátor rész által meghatározott kis divergenciájú nyaláb bevezetése a kamrába. Ezért szükséges megvizsgálni a lencsehibák csökkentésének lehetőségeit.

A kromatikus aberráció korrekciója. Az elektrosztatikus kvadrupól lencse erőssége a fókuszállandó ion energiájától függ, míg a mágneses kvadrupól lencse erőssége az ion impulzusától. Ennek eredményeképpen a mágneses lencse kromatikus aberrációja fele az elektrosztatikus lencse hibájának. Továbbá az is megoldható, hogy egymással ellentétes polaritással gerjesztett elektrosztatikus és mágneses lencsét alkalmazva akromatikus lencsét valósítsunk meg. Ennek elvi lehetőségére a szentpétervári csoport hívta fel a figyelmet [Yav-64]. Elméleti számításaikban megmutatták az akromatikus lencse elvi lehetőségét és elektronok fókuszlására használható kísérleti modellt is készítettek. A kvadrupól mágnes belsejében egy rézcső foglal helyet, amelyen belül helyezkedik el az elektrosztatikus lencse. Minden lencsepófa profilja hengeres, ami természetesen hibát okoz, valamint nagy energiájú ionokhoz túlságosan kicsi a mágnes erőssége. A mágneset nem tudták erősebb hatásúra kialakítani, mert a mágnespófaikat nagy belső átmérővel kellett kialakítani az elektrosztatikus lencsének biztosítandó helyigény miatt. Ezért a mágnesek belső átmérőjét 100 mm-nek választották. Azonban az elektronok fókuszlásával szerzett tapasztalatok alapján látható volt az akromatikus lencse számítások helyessége.

Ezen ötlet alapján ionok fókuszlására is felhasználták az akromatikus

lencsét

Lundban [Tap-90]. A fókuszáló rendszerben hat kvadrupól lencsét alkalmaznak, három elektrosztatikus és három mágneses lencsét, amelyek együttesen akromatikus kvadrupól tripletet alkotnak. A triplett közeps_ tagjának hossza kétszerese a széls_ lencséknek, így szimmetrikus fókuszáló rendszer adódik, tehát a kicsinyítés az x és y síkban azonos lesz. A mágneses kvadrupólok bels_ átmér_je 20 mm, ami biztosítja a helyet az elektrosztatikus kvadrupóloknak. Még így is túl kevés hely marad azonban, így az elektrosztatikus kvadrupólok ideális hiperbolikus profilját három - megfelel_ helyen a nyalábtengellyel párhuzamosan rögzített - vezetékkel helyettesítik. Így tehát egy elektrosztatikus kvadrupólt összesen 12 megfelel_ helyen és potenciállal alkalmazott vezetékkel valósítottak meg. A vezetékek elkészítésének pontossága és elhelyezésük mechanikai pontossága nagymértékben befolyásolja az el_állított kvadrupól elektrosztatikus tér min_ségét, azaz meghatározza, hogy milyen mértékben lesznek jelen az elektrosztatikus tér további felharmonikusai a térben. A lencsék maximum 10 kV feszültséggel használhatók. A leírtakból látható, hogy ezzel a lencserendszerrel meglehet_sen sok probléma adódik, ezért másutt nem is alkalmazták ezt a megoldást.

A kromatikus aberráció természetesen csökkenthet_ a nyaláb energiájának stabilizálásával (ld. 2.2.1. Gyorsítók). Ez a legf_bb oka annak, hogy a legtöbb mikroszonda Pelletron vagy Van de Graaff gyorsítón m_ködik világszerte.

A szférikus aberráció korrekciója. Elméletileg szintén az orosz csoport mutatta meg, hogy ez a hatás korrigálható három megfelel_ en gerjesztett oktupól mágneses lencserendszerrel [Fis-67]. Jamieson megmutatta, hogy ezzel a módszerrel az aberrációk hatása mérhet_ és csökkenthet_ [Jam-88].

A parazitikus aberráció korrekciója. A gyártási és beállítási tökéletlenségekb_l ered_ hibák a kvadrupól mágneses térre magasabb rend_ multipólusokként szuperponálódnak. A $2n$ -pólusú tér er_ssége a tengelyt_l mért távolsággal az $(r/r_0)^{n-1}$ összefüggés szerint változik, ahol r_0 a lencse bels_ átmér_je [Gri-88b]. Ez a függés azt jelenti, hogy a legjelent_sebb hatások az alacsony rend_ tereknél a pólusok közelében jelentkeznek. A felharmonikusok egyrészt a

mágnespofa ideális hiperbolikus tól való eltéréséből származnak, másrészt a pofák helyzetének pontatlan beállításából.

Jamieson és Martin megmutatták, hogy a gyártási tökéletlenségek, beállítási pontatlanságokból adódó lencsehibák a különböző lencsékben jelen vannak, gyakran dominánsan befolyásolják a nyáláb méretét [Jam-88], [Mar-88]. Ezen kívánt változtatni az Oxford Microbeams Ltd. egy új típusú lencse kifejlesztésével [Oxf]. Az új lencse egyik jellemzője, hogy egy darabból kivágott kiváló minőségű feszültségmentesített mágnesvasból készült vasmagja mikrométeres pontossággal az ideális hiperbola profillal rendelkezik. A lencse kivágása szikraforgácsolós technológiával készült. A gerjesztést hagyományos vezeték tekercselés helyett rézlemezekből álló vezeték biztosítja, amelyen nagy áram vihet keresztül, egyúttal pedig hűtőbordaként is szerepel. A lencse egyetlen darabból történő kivágása biztosítja a mágneses tér erővonalainak tökéletes záródását. A lencse geometriai paramétereit tartalmazza a 2. táblázat.

2. táblázat Az Oxford Microbeams kvadrupól lencséjének geometriai adatai

Furat átmérő	15 mm
Külső átmérő	20 cm
Pólushossz	10 cm
Pólusonkénti menetszám	12
Szomszédos lencsék középpontjainak távolsága	16 cm

Az Oxford Microbeams által a kereskedelemben forgalmazott lencsét az Oxfordi Egyetemen fejlesztették ki, és eladás előtt minden egyes lencsét megvizsgálják a Jamieson-féle "grid shadow" módszerrel. Korábbi tapasztalat volt Oxfordban, hogy az eredeti mikroszkop lencsét megvizsgálva kiderült, hogy a használt triplétt egyik lencséje erős szextupól mágneses teret hozott létre, míg a többi lencse és a tartalék negyedik lencse hibátlan volt. Ez a lencsék nem egy darabból álló vasmagjának volt köszönhető, míg az új lencsék esetében egyetlen

esetben sem volt kimutatható szint_ a parazitikus aberráció. Az oxfordi lencse az irodalomban elismerten a legjobb tulajdonságokkal rendelkezik.

2.2.4. Pásztázás

Pásztázás alatt általános esetben azt értjük, hogy a kis területr_ l származó információ forrásának változtatásával a minta adott felületét letapogatjuk, azaz a felületr_ l az alkalmazott analitikai módszernek megfelel_ információ-térképet készítünk. Tehát például készíthetünk PIXE módszerrel elemtérképeket, vagy STIM módszerrel s_r_ség-eloszlási térképeket.

A pásztázás megvalósításának elve abban rejlik, hogy a nyaláb és a minta helyzetét egymáshoz képest megváltoztatjuk. Ennek két lehet_sége van: vagy a nyaláb rögzített és a mintát mozgatom, vagy az álló mintán mozgatom a nyalábot.

A minta mozgatásához általában precíziós léptet_ motorokat alkalmaznak. Ezek pontossága mikronos nagyságrend_. A léptet_ motorok nem elég gyorsak, így a nyaláb a mintát egy pontban éri, amelynek h_- és sugárterhelése jelent_s. Ezenkívül mindig ugyanabból az irányból kell ráállnunk a mérend_ helyre a visszaállítás hibája miatt. Maggiore [Mag-80] a mintát piezoelektromos tartóra szerelte, így a legjobb léptet_ motoroknál is jobb helyzetérzékenységet ért el, azonban a léptetés sebessége még lassabb lett. Ebb_ l következik, hogy a fix nyalábot alkalmazó technika csak pontbeli analízisekhez alkalmazható. Térképezési feladatokhoz szükséges, hogy a nyalábot mozgassuk álló céltárgyon.

A nyaláb mozgatására elektrosztatikus vagy mágneses teret használhatunk, továbbá ezt alkalmazhatjuk a fókuszáló rendszer el_tt vagy után (azaz a lencse és a céltárgy között).

Az elektromos eltérít_ rendszer megfelel_ nagyságú elektrosztatikus egyenfeszültség egy-egy eltérít_ lemezpárra kapcsolva. A nagy mérték_ eltérítésekhez er_s elektromos térer_sség szükséges, ennek el_állítása nehézségeket okoz a gyors nagyfeszültség_ tápegységek tervezésében. A legnagyobb pásztázható terület ~0,5 mm.

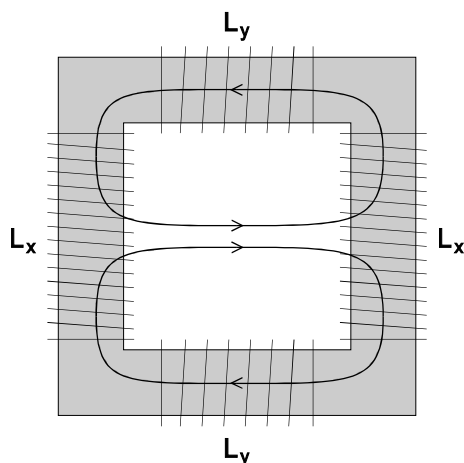
Ha a lencserendszer elé helyezzük a pásztázó egységet, akkor nagy

pásztázási méret esetén a nyaláb nem az optimális tengelyben halad a lencsékben, így a lencsehibák hatása jelentősebb lesz. Ha azonban a lencsék után helyezük el a pásztázó rendszert, akkor a képtávolság lesz túl nagy, ami a kicsinyítési tényező csökkenését okozza, tehát a nyaláb mérete lesz nagyobb. Heck a fókuszáló mágnesek elé helyezte a lemezpárokat (ld. [Coo-81]), amelyek méretét és távolságát gondosan meghatározta, így lehetővé vált, hogy azonos eltérítéshez azonos feszültséget alkalmazzon. Harwellben az elektrosztatikus eltérítő két lemezpár benyúlik az utolsó kvadrupólmágnes belsejébe helytakarékossági okokból [Coo-79].

A mágneses eltérítő rendszerek alapelve az, hogy a nyaláb tengelyére merőleges homogén mágneses tér a nyalábot eltéríti. Itt a tekercsek határfoka megfelelő minőségű vasmag használatával növelhető, és a vasmag alakjának kiképzésével csökkenthető a széleffektusok.

Melbourne-ben Legge és munkatársai légmagos szolenoid tekercsekkel mágneses eltérítést valósítottak meg a lencserendszer előtt (ld. [Coo-81]). Az alkalmazott háromszögjelekkel 1 mm-es eltérítést valósítottak meg, ami a szélső nyalábhelyzetben sem rontott jelentősen a 10 µm-es nyalábméreten.

Az Oxfordban alkalmazott lencsék előtti mágneses pásztázó rendszer legnagyobb lefedett területe $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$, 3 MeV energiájú protonokra triplétt konfigurációt alkalmazva [Wat-95]. Számítások szerint a legnagyobb pásztázás esetén sem haladja meg a nyaláb mérete a 10 µm-t, ami megengedhető hiszen ez még mindig kisebb, mint a digitális térképek szokásos pixelmérete, így nincs effektív feloldásromlás. A pásztázó tekercsek ferrit vasmagra vannak feltekerve. A vasmag szimmetrikus alakja biztosítja azt, hogy a mágneses tér erővonalak a vasmag belsejében a nyaláb áthaladásának helyén záródjanak, és homogén mágneses teret alakítsanak ki (2.8. ábra).



Az ábrán L_x és L_y az x , illetve y irányban pásztázó tekercseket jelöli. Mindkét irányhoz két-két sorba kötött tekercs tartozik, amelyek gerjesztése olyan irányú, hogy az ábrán nyilakkal jelölt irányú mágneses teret hozzák létre, ezzel hatásuk a vasmag közepén összegződik. Az ábrán jelölt esetben a lap síkjára merőlegesen befelé haladó pozitív töltött részecskére lefelé mutató irányú e_r hat. Az L_y tekercsek menetszáma kevesebb az L_x tekercseken alkalmazott menetszámnál. Ennek egyik oka, hogy a kvadrupól fókuszáló rendszer kicsinyítése különböző az x és y irányokban, ezért különböző érzékenységeltérítések szükségesek. Az ábrán bemutatott esetben az L_y tekercsnek kell a kisebb kicsinyítési irányban eltérítenie a nyalábot. Mivel az L_y tekercs kisebb induktivitású az L_x -nél, ezért gyorsabban képes a gerjesztésű áram változásait követni. Tehát ezt a tekercset kell a pásztázást vezérlő egység gyors kimenetére csatlakoztatni. A pásztázás vezérlése történhet egy lépcsűfüggvényt előállító jelgenerátorral, vagy számítógép segítségével.

2.2.5. Vákuumrendszerek

A mikroszondák egyik lényeges része a mérőkamra, illetve az itt alkalmazott vákuum nagysága. A legtöbb helyen hagyományosan nagyvákuumot használnak ($\sim 10^{-4}$ Pa, azaz $\sim 10^{-6}$ mBar), ami megfelel a gyorsítóknál használt

követelményeknek. Karlsruhe-ben egy nagyságrenddel jobb vákuum elérése érdekében mindenütt fémtömítéseket és turbomolekuláris szivattyúkat használnak (ld. [Coo-81]). Melbourne-ben (ld. [Coo-81]) az egész mikroszonda rendszer - a gyorsítót is beleértve - ultravákuumban működik ($\sim 10^{-7}$ Pa, azaz $\sim 10^{-9}$ mBar), ez természetesen nagy mértékben megnöveli a költségeket, különösen pedig a mintacserék idejét. Los Alamosban [Mag-80] szintén ultravákuumot alkalmaznak, de itt csak a kamrában a minta közelében, amit differenciális szívással oldanak meg. Azonban a mintacserét ez is jelentősen lelassítja, pedig analitikai laboratóriumokban a gyors mintacsere lehetősége igen gyakori követelmény.

2.2.6. Rezgésmentes környezet

Nyilvánvaló tény, hogy a mikronos nagyságrendű nyaláb használata értelmetlen lenne, ha a minta és a nyaláb egymáshoz viszonyítva ilyen amplitúdóval rezegne. Ezért nagyon fontos követelmény a mikroszonda számára a rezgésmentes (rezgésszegény) környezet biztosítása (a nyaláb ideális esetben nem mozog, mechanikai vibráció bevitelére csak a gyorsító és a nyalábtranszport mágnesek mozgása adna lehetőséget). Tehát szükséges a mikronyaláb fókuszáló és pásztázó rendszerét a mintakamrával közös rezgésmentes alapra helyezni. Ezt Ouden és munkatársai Amsterdamban betontömbökre helyezett nyalábtranszporttal oldják meg, azaz nemcsak a kvadrupól mágneseket és a kamrát rezgésmentesítették, hanem az egész nyalábcsatornát [Oud-81]. Körülbelül 20 tonna a felhasznált beton tömege, és érdekes, hogy a nyalábcsatorna 3,5 m magasan a talajszint fölött van. Mérésekkel ellenőrizték, hogy a rezgések amplitúdója $0,1 \mu\text{m}$ alatt marad a 2 - 2000 Hz tartományban.

Bollini és munkatársai [Bol-93] Legnaróban betontömbökön kívül homokkal megtöltött alumínium dobozokat is használnak. Az alumínium dobozok közé polisztirén és ólom lapokat helyeznek.

A tárgyérésnek is rezgésmentesnek kell lennie, de itt a követelmény nem annyira szigorú a kicsinyítés jelenléte miatt. Ha a tárgyérés mérete $10\text{-}50 \mu\text{m}$ és a rezgés amplitúdója $\leq 1 \mu\text{m}$, akkor a mintán megjelenő képen az $1 \mu\text{m}$ -es nyaláb csak $\leq 0,1 \mu\text{m}$ rezgést fog mutatni.

2.2.7. A nyaláb méretének meghatározása

A mikronyalábok elállításának fontos követelménye, hogy mindig ellenrizhet legyen a nyaláb mérete. Szükséges tudnunk azt, hogy mekkora nyalábbal kívánatos dolgoznunk az adott alkalmazásban, továbbá azt is, hogy ezzel mekkora intenzitást szeretnénk elérni. Az ideális megoldás az adott mikroszondán nem mindig lehetséges, ilyenkor kompromisszumra van szükség. Vagy a laterális felbontás igényéből kell engedni, vagy hosszabb ideig kell végezni a mérést, ugyanis a kisebb méret miatti kisebb intenzitás használatával több idő szükséges a kívánt érzékenység eléréséhez.

A nyaláb méretét meghatározhatjuk, ha egy jól ismert élre merlegesen pásztázzuk, és felvesszük az élre jellemző elem röntgenvonalának intenzitását a nyaláb eltérítésének függvényében. Nobiling mangan anyag szcintillátor anyagra felvitt éles szélrész fólia élére merlegesen pásztázta a nyalábot, és a nyalábhelyzet függvényében ábrázolta a réz K_{α} -csúcsának területét [Nob-77]. Watt és Grime az oxfordi mikroszonda 0,44 μm -es nyalábméretét határozta meg Si egykristályon [Wat-95].

2.2.8. Adatgyűjtés

Az első komplex adatgyűjtő rendszert Melbourne-ben fejlesztették ki Legge és munkatársai (ld. [Coo-81]). Ez a rendszer minden eseményt (röntgenjelet) a hozzá tartozó (x,y) koordinátával együtt tárolja. Ezt később "lista módú" tárolásnak is nevezik. Maggiore [Mag-80] rámutatott, hogy a lista módú adattárolás nagyon nagy tárolókapacitást igényel. Egy-egy ilyen adattömeg tipikusan legalább 5 MB helyigény. Ez napi 100 MB adat eltárolását is szükségessé teheti! Ennek csökkentése lehetséges, ha nem kívánunk minden koordináthoz minden eseményt rögzíteni, hanem megelégszünk azzal, hogy előre definiált elemekről térképet készítsünk a PIXE spektrum alapján, és csak a térképeket, valamint a teljes pásztázott területre vonatkozó röntgen spektrumot tároljuk el későbbi

kiértékelés céljából. Ekkor az elem térképek természetesen nem abszolút koncentráció-térképek, hanem csak röntgen intenzitás térképek.

2.3. Alkalmazott analitikai módszerek

2.3.1. PIXE

A PIXE (Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry, részecskékkel indukált röntgenemissziós spektrometria) multielemes analitikai módszer [Joh-95]. Általában proton nyalábot, vagy ritkábban nehéz ionokból álló nyalábot gyorsítanak néhány MeV energiára, amivel az adott minta atomjainak karakterisztikus röntgensugárzását gerjesztik. A röntgenspektrumot energiadiszperzív félvezető detektorral rögzítik. A PIXE technika mintegy negyedszázados története során ppm nagyságrendű detektálási küszöbvel jellemezhető kvantitatív analitikai módszerré fejlődött.

A módszert mai formájában először Johansson és munkatársai fejlesztették ki 1970-ben Lundban [Joh-70]. Ebben a munkában 2 MeV-es energiájú protonokat és Si(Li) detektort használva megmutatták a módszer hatékonyságát a multielemes nyomelem analízis terén. Az első alkalmazásban egy vékony szénfóliát vizsgáltak, amelyet először a levegőben jelenlévő por ülepítése céljából a szabadban hagytak egy napig. Természetesen az így összegyűjtött anyagmennyiség igen kis tömegű, mégis egymástól elkülönülő szignifikáns csúcsok jelentek meg a spektrumban. Továbbá a módszer gyors adatgyűjtéssel volt jellemezhető, ami előnyös nagy mennyiségű minta rutinszerű analízise céljából.

A módszer gyorsan elterjedt a világ különböző magfizikai laboratóriumaiban. Ennek több oka is volt. Először is, a környezetvédelmi problémák a nyomelemanalízis hatékony módszerét kívánták meg. A levegőszennyezettségének vizsgálatára, valamint a környezetben és az emberi szervezetben jelenlévő toxikus elemek meghatározására igen alkalmas a módszer. A PIXE ideális módszer olyan mintában nehéz nyomelemeket vizsgálni,

ahol az anyag f₀ komponensei könny₀ elemekből állnak.

Másodszor, sok magfizikai laboratóriumban a kisenergiájú részecskegyorsítók felszabadultak, amelyek a magfizikai alap kutatások korai szakaszában voltak általánosan elterjedt berendezések. Ezeket a gyorsítókat be lehetett volna zárni vagy leállítani, de sokkal érdekesebb volt a már meglévő gyorsítókat, és a szintén rendelkezésre álló egyéb kiegészítő berendezéseket (elektronikát, detektorokat, számítógépeket stb.) más célokra felhasználni. Az egyik ilyen alternatív felhasználási lehetőség az analitika volt.

A harmadik érv a PIXE analitikai módszer mellett a mikronyalábok fejlesztésének beindulása. 1972-ben Cookson kvadrupól mágnesekkel fókuszált 4 µm-es nyalábméretet ért el. Az ilyen méretű nyalábok alkalmazhatósági területe rendkívül széles és a leginkább alkalmazható mikronyalábos analitikai módszer a PIXE, ugyanis érzékenysége elegendően nagy ahhoz, hogy még igen kis áramerősségek mellett is nyomelem analitikát lehessen megvalósítani vele.

Tehát a PIXE és mikro-PIXE módszerek a fentiekben adódóan természetesen a magfizikai laboratóriumokban terjedtek el, ahol megtalálhatók a szükséges eszközök és - nem utolsósorban - az azokat kezelő, használó gyakorlott magfizikus személyzet is. Az utóbbi években egy újabb tendencia is megfigyelhető: különböző laboratóriumokban kizárólag PIXE és mikro-PIXE analitikai csoportok jönnek létre, akik erre a célra beszereznek egy saját új gyorsítót. Ezek a laboratóriumok általában speciális alkalmazási területeken végzik munkájukat. Párizsban a Louvre Múzeum régészeti kutatásokra specializált berendezést alapított, az Ausztrál CSIRO laboratórium pedig geológiai kutatásokat végez. Ennek alapján megállapítható, hogy a PIXE és mikro-PIXE technikák nemzetközi elismertsége olyan szintű, hogy igen jelentős beruházások történnek a különböző új laboratóriumok létrehozására, illetve a meglévők fejlesztésére.

A módszer elfogadottságának további jelzése, hogy immár rendszeresen megrendezik a Nemzetközi PIXE Konferenciákat (International Conference on PIXE and its Analytical Applications) [Joh-77], [Joh-81], [Mar-84], [Rin-87], [Vis-90], [Uda-93], [Mos-96].

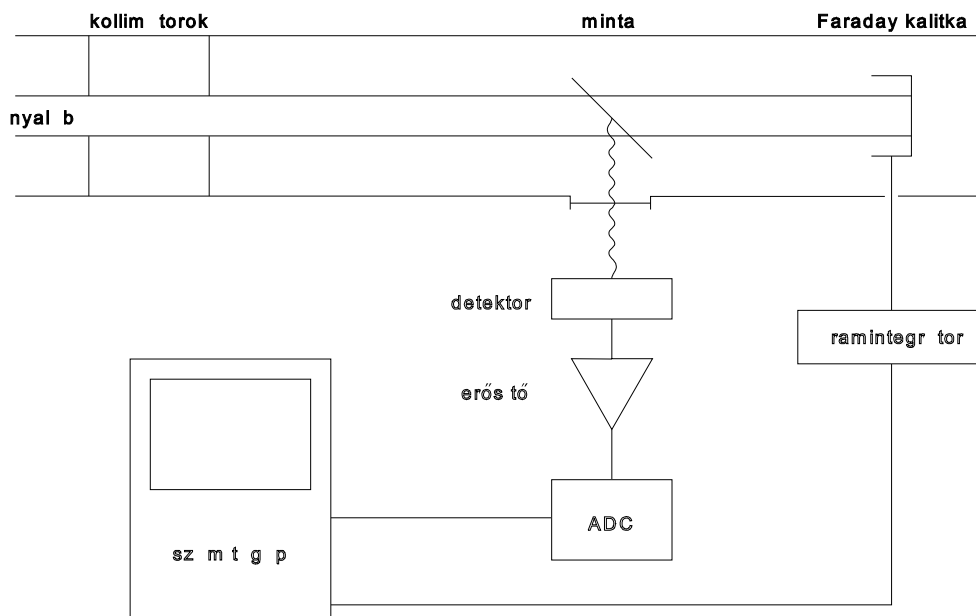
2.3.1.1. A PIXE módszer elvi alapjai

Néhány MeV energiájú töltött részecskék - általában protonok - az analizálandó mintába ütköznek. Az ion-atom ütközések során fellépő atomfizikai folyamatok közül a továbbiakban a karakterisztikus röntgensugárzást használom analitikai célokra, a többi folyamattal (pl. Auger-elektron emisszió) nem foglalkozom. A protonok a minta atomjait ionizálják, a belső elektronhéjakon megjelenő vakancia egy külső héj elektronjával betöltődik, miközben karakterisztikus röntgensugárzás bocsátódik ki. A mintából kilépő röntgensugárzás spektrumát felvéve látható, hogy a spektrum egy folytonos háttérsugárzásból és a karakterisztikus vonalokból áll. A spektrum felvétele Si(Li) detektorral történik, majd erősítés után a jelek digitalizálva a sokcsatornás analizátorba kerülnek. A sokcsatornás analizátort napjainkban egy számítógépben szokás elhelyezni, amivel az adatok gyűjtésének vezérlése és a spektrum tárolása is megoldható. A PIXE spektrum összetett - sok csúcs van jelen a spektrumban, amelyek egymással át is fedhetnek - ezért a mérés eredményének kiértékelésére szintén számítógép használatos. Ha a mintát gerjesztő nyaláb által szállított töltést megmértem, akkor a többi jellemző paraméter ismeretében - röntgen gerjesztési hatáskeresztmetszet, detektor térszög, detektor hatásfok, stb. - meghatározható a mintában jelenlévő anyag mennyisége. Tehát a PIXE az abszolút koncentráció meghatározásának lehetőségét nyújtja.

A módszer egyik nagy előnye, hogy különböző típusú minták analízisére képes. Gyakran vékony minta analízise szükséges, ekkor a nyaláb a mintán való áthaladása során energiájának csak egy kicsiny részét veszíti el. Ebből adódóan a gerjesztési energia jól definiált érték, továbbá az emittált röntgensugárzásnak csak igen kis része abszorbeálódik a mintában, így a röntgenhozam számítása egyszerűbbé válik. Ilyen vékony mintákra tipikus példa a vékony fóliákra összegyűjtött légköri aeroszolok. A mérési elrendezés sematikus rajza az 2.9. ábrán látható.

Gyakran azonban lehetetlen vékony minta formájában előkészíteni a mintát az analízis céljából. Ilyen alkalmazások például a geológiai minták, vagy értékes régészeti leletek, ahol a roncsolásmentesség igénye természetes. Ezen

esetekben a gerjeszt_ nyaláb a mintában teljesen lefékez_dik, ezáltal a gerjesztési energia folyamatosan csökken a nyaláb behatolása mentén, továbbá a kibocsátott röntgensugárzás abszorpciót szenved a mintában. Így a röntgenhozam kiszámítása lényegesen nehezebb feladattá válik, azonban megoldható különböz_ számítógép programok segítségével. A nyaláb áramának mérése ekkor nem lehetséges a minta mögött elhelyezett Faraday kalitka segítségével. Ekkor a beérkezett töltést mér_ áramintegrátort a kamrától szigetelten elhelyezett mintával kapcsoljuk össze, vagy a nyaláb áramát még a kamrába belépés el_tt mérjük meg. Az ebb_l adódó problémákat és különböz_ megoldási lehet_ségeket a

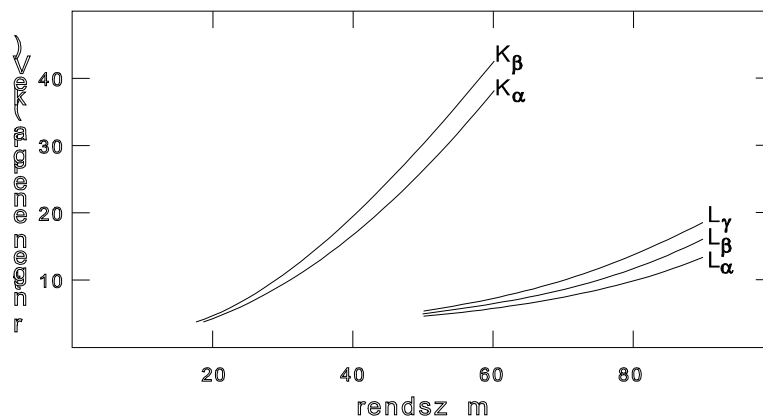


kés_bbiekben tárgyalom.

A röntgenspektrumot az atomok elektronszerkezete határozza meg. A bels_ héjak (K, L, M) ionizációja után a visszamaradó üres helyekre a magasabb elektronszerkezetről a megfelel_ kiválasztási szabályok szerint betölt_dnek az elektronok. A K-héjra történ_ átmenetek a K karakterisztikus röntgensugarakat hozzák létre. Ha az elektron az L-héjról indult, akkor a K_{α} -vonal jön létre, az M-héjról származó elektronátmenet pedig a K_{β} -vonalat okozza. A K_{α} - és K_{β} -vonalak

is finomsztruktúrával rendelkeznek. Az L-héjra történő átmeneteken jönnek létre az L-vonalak, amelyek több komponensből állnak, különösen a nehéz elemek esetében ($Z > 50$). Nyilvánvaló, hogy a teljes röntgenspektrum meglehetősen összetett is lehet. Néhány vonal energiakülönbsége azonban nem nagy, például a $K_{\alpha 1}$ - és $K_{\alpha 2}$ -vonalaké, így ezek a spektrumban egyetlen csúcsként jelennek meg. Végeredményben a PIXE spektrumban a közepes tömegszámú elemek ($19 < Z < 50$) két csúcsa jelenik meg: a K_{α} és K_{β} . (A $13 < Z < 17$ rendszám tartományban a K_{α} és K_{β} vonalak nem válnak szét.) A nehéz elemek ($Z > 50$) L röntgenspektruma pedig tipikusan négy erősebb vonalból (L_{γ} , L_{α} , L_{β} , L_{γ}) és további gyengébb vonalokból áll.

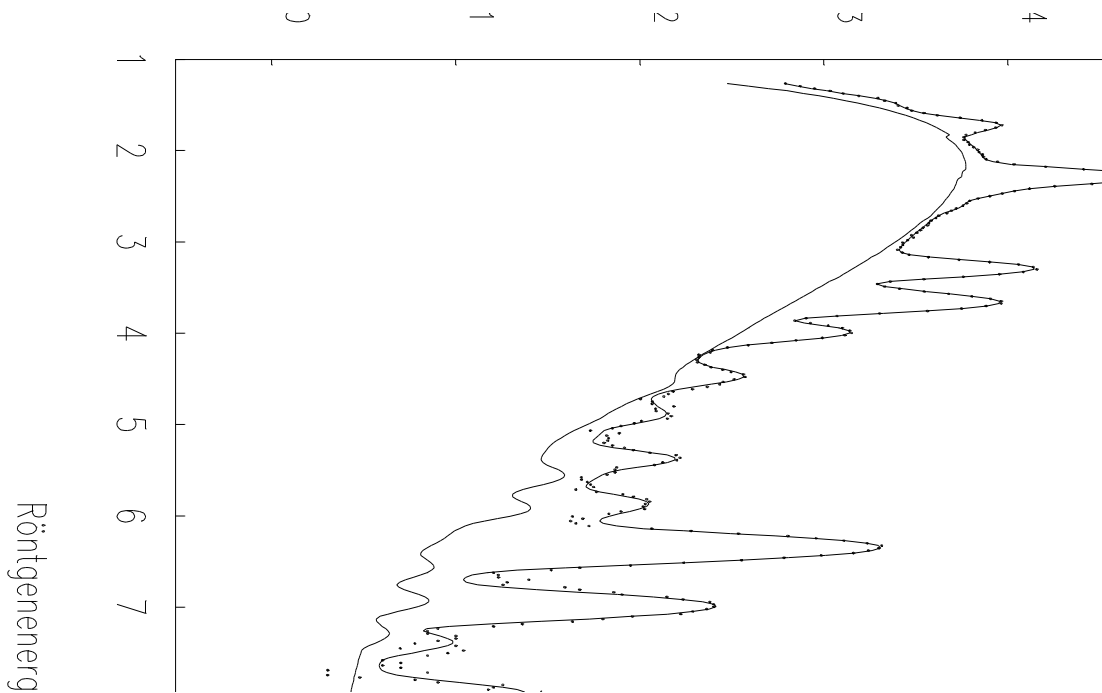
A röntgensugárzás detektálására használatos Si(Li) energiadiszperzív detektorok hatáskörük az 5 - 25 keV energiatarományban jó közelítéssel állandó, de kisebb és nagyobb energiákon élesen lecsökken. A detektor ezen a tulajdonsága meghatározza az analízis céljára alkalmazható röntgensorozatokat. Az 2.10. ábra az elemek karakterisztikus röntgensugárzásának energiáját mutatja az adott elem rendszámának függvényében. Nyilvánvaló, hogy a K-sorozat a közepes rendszámok ($Z < 50$), az L-sorozat pedig a nagyobb rendszámok ($Z > 50$) esetén használható.



Egy tipikus aeroszol PIXE spektrum az 2.11. ábrán látható. A 10 keV alatti

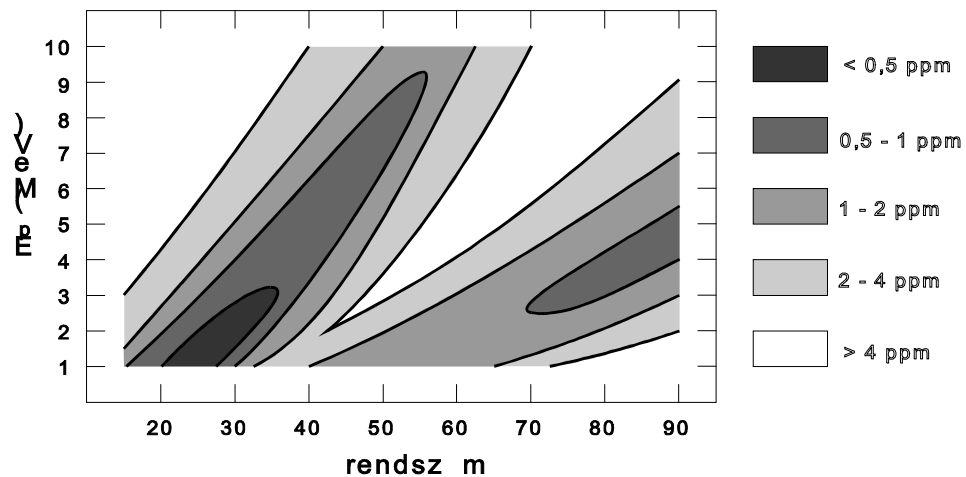
folytonos háttér a szekunder elektronok fékezési sugárzása. A nagyobb energiás háttér oka a protonok fékezési sugárzása, illetve az esetlegesen megjelenő magreakciókból származó γ -sugárzásnak a Si(Li) detektorban történő Compton-szórása.

A spektrum kiértékeléséhez, azaz az egyes elemekhez tartozó csúcsok alatti területnek megfelelő koncentráció kiszámításához számítógépet kell használni. Erre a feladatra a világ több PIXE laboratóriumában készítettek programot, amelyek egy része folyamatos fejlesztés, b_vítés alatt áll napjainkban is. Ilyen kiértékelő programok például a GUPIX [Max-89], GEO-PIXE [Rya-90], PIXAN [Cla-87], WITS-HEX [Lip-90], valamint az ATOMKI-ben fejlesztett PIXYKLM [Sza-93].



A különböző analitikai módszerek képességeinek összehasonlításakor talán legfontosabb kérdés a detektálhatósági határra vonatkozik. Az 2.12. ábrán egy a PIXE detektálhatósági határra vonatkozó grafikon látható az illető elem rendszáma, és a gerjesztő protonok energiájának függvényében. A megadott

értékek a PIXE analízisben leggyakrabban alkalmazott esetben érvényesek: könny_ elemek mátrixában jelen lév_ nyomelemek meghatározására [Joh-76]. A további kísérleti paraméterek - nyalábintenzitás, mérési id_, detektor hatásfok, stb. - természetesen mind befolyásolják a detektálhatósági határokat, azonban az összehasonlíthatóság miatt ezen az ábrán a különböz_ paraméterek szokásos



értékeit tételezzük fel.

Amint az a 2.12. ábrán látható, hogy egy adott minta esetén a minimális detektálható koncentrációk széles rendszámtartományban egy nagyságrenden belül maradnak. A PIXE technika érdekes tulajdonsága, hogy viszonylag alacsony (2 - 3 MeV) energiájú protonokkal érhető el a legnagyobb érzékenység. Különböz_ típusú minták esetében az érzékenység a teljes rendszámtartományban 0,1 - 100 ppm között van. Ez azt jelenti, hogy a relatíve olcsóbb kisenergiájú gyorsítók használhatók az igen széles rendszámtartomány analízisére. Másik érdekes tulajdonság, hogy a $20 \leq Z \leq 40$, valamint a $Z > 70$ rendszámtartományokban érhető el a legnagyobb érzékenység, ami a legtöbb analitikai alkalmazás érdekl_ désének középpontjában áll. A PIXE technika érzékenységének jelent_ sége még inkább szembe_n_, ha a detektálható határokat abszolút egységekben adjuk meg. Vékony, könny_ mátrixú minta esetén, néhány mm átmér_j_ nyalábbal 10^{-12} g mennyiségben jelen lév_ nyomelemek detektálhatók.

Általában a módszer roncsolásmentes, de például bizonyos biológiai mintáknál a h_ hatás következtében ez nem mondható el.

2.3.1.2. Röntgen abszorbensek használata

A szórt protonok elegendően nagy energiával rendelkeznek ahhoz, hogy a detektorban maradandó károsodást okozzanak. Ennek megakadályozása céljából a detektor és a minta közé abszorbens fóliák elhelyezése szükséges. Az abszorbens alkalmazásával a detektálandó röntgensugárzást is megváltoztatjuk, azonban igen vékony (10 - 20 μm) Mylar-fólia elhelyezésével a röntgensugárzás abszorpciója nem lesz jelentős a legtöbb elem karakterisztikus röntgenenergiájára nézve.

Ezenkívül az abszorbens használatos a könnyű elemek tartományában a nagy hatáskeresztmetszet miatti igen magas röntgenhozamok csökkentésére. Erre azért van szükség, mert a Si(Li) detektor korlátozott számú impulzust képes feldolgozni, amit nem célszerű a magas röntgenhozamok miatt nagy beütésszámra "pazarolni". Például bizonyos geológiai minták esetében a domináns elemek: Na, Mg, Al, Si. Ilyenkor egy 100 μm vastagságú alumínium abszorbens ezen elemek nagy intenzitású vonalait elnyomja, míg a nyomokban jelen lévő nagyobb rendszámú elemek röntgenvonalainak nagy részét átengedi.

Lehetséges olyan eset is, amikor a legnagyobb koncentrációban jelen lévő elem nehezebb, mint valamely kérdéses nyomelem. Ilyenkor szükséges egy szelektív szűrő alkalmazása, amelynek hatása a f_komponensből származó erős hozam csökkentése, míg a kisebb energia tartományban megjelenő nyomelemek hozama nem csökken ilyen erőteljesen. Ezt olyan anyagból készült filterrel lehet megvalósítani, amelynek abszorpciós éle éppen a kiszűrendő elem legerősebb karakterisztikus röntgen vonalának energiája alatt van. Tipikus példa az ilyen esetre egy olyan minta, amelyben réz f_komponens mellett szükséges kalcium meghatározása. Ebben az esetben a szelektív filter anyaga kobalt.

2.3.1.3. Kalibráció és kiértékelés

A PIXE módszer fő célja a vizsgált minta elemi összetevői relatív vagy abszolút koncentrációinak a meghatározása. Ehhez először kalibrálni kell a

mér_rendszert. A PIXE mér_rendszer kalibrációján azon érzékenységi faktorok meghatározását értjük, amelyek segítségével a rendszám függvényében abszolút koncentrációadatok rendelhet_k a röntgensúcsokban lév_impulzusszámokhoz. A világon számos helyen alkalmazott PIXE mér_rendszerekben használt módszerek két csoportra oszthatók [Bor-92].

Az els_esetben tiszta elemekb_l vagy vegyületekb_l készült standard mintákon végzett mérésekb_l kísérleti úton határozzák meg az érzékenységi faktorokat. Ekkor ezek a faktorok az adott analitikai elrendezésre, az adott detektálási körülmények között érvényesek. Ez azt is jelenti, hogy minden esetben be kell szerezni a mintával azonos típusú (mátrixú) standardot, ami ismeretlen mátrix esetén lehetetlen.

A második esetben az érzékenységi faktorokat elméleti vagy félempirikus formulák alapján számolt hatáskeresztmetszet adatokból, az abszorpciónak, a bombázó ionok fékez_désének és más (másodlagos) hatásoknak a figyelembe vételével számolják. Ebben az esetben az energiafügg_detektálási hatásfokot, valamint a detektor térszögét független mérésekb_l kell meghatározni.

Véges vastagságú minta esetén a minta mélységi koordinátája mentén a bombázó ionok folyamatosan lassulnak. Így különböz_mélységekben a röntgensugarak az éppen aktuális ionenergiának megfelelő_más-más hatáskeresztmetszettel fognak keletkezni. Ezenkívül az emittált röntgensugárzás a mintában önabszorpciót szenved, amelynek mértéke függ a mélységt_l. A keletkezett röntgensugárzás (másodlagosan) gerjeszti a mintában lév_azon elemek karakterisztikus röntgenvonalait, amelyek abszorpciós éle kisebb, mint a primer röntgensugárzás energiája. Ezen folyamat eredményeképpen a könny_elemek röntgenhozamában többletintenzitás (enhancement) keletkezik, ha van a mintában nehéz f_elem. Az említett hatások mátrixfügg_k, azaz a kvantitatív kiértékeléshez a minta mátrixában jelen lév_f_elemek koncentrációit ismerni kell.

A fent említettek alapján tehát egy mintát akkor tekinthetünk vékonynak a PIXE analízis szempontjából, ha a bombázó ion energiavesztesége a mintában és a kibocsátott röntgensugárzás abszorpciója elhanyagolható. Ebben az esetben az E_{lm} energiájú röntgenvonalhoz tartozó csúcs alatti terület [Sza-93]

$$Y_{lm} = N_b C_l (N_{Av}/M_l) Fdx (\Omega/4\pi) \varepsilon(E_{lm}) T(E_{lm}) \sigma_{lm}(E_b)/\cos \alpha$$

ahol N_b a bombázó ionok száma, C_l a mintában jelen lévő l elem koncentrációja g/g egységekben, N_{Av} az Avogadro szám, M_l az atom tömege amu egységben, Fdx a minta vastagsága g/cm² egységben, $\Omega/4\pi$ a detektor térszöge, $\varepsilon(E_{lm})$ a detektor hatásfoka, $T(E_{lm})$ a minta és a detektor közé helyezett abszorbens transzmissziója, $\sigma_{lm}(E_b)$ az l elem m röntgen vonalának keletkezési hatáskeresztmetszete (ez utóbbi mennyiség az ionizációs hatáskeresztmetszeten számítható), E_b a bombázó ionok energiája, α a besugárzó nyaláb szöge a minta normálisához viszonyítva.

Célszerű bevezetni az effektív hatáskeresztmetszet fogalmát a következő jelentéssel:

$$W_{lm} = \varepsilon(E_{lm}) T(E_{lm}) \sigma_{lm}(E_b)/\cos \alpha$$

Vegyük észre, hogy a W_{lm} effektív hatáskeresztmetszet a fizikai folyamatot leíró mennyiségeket és a detektálás alapvető paramétereit tartalmazza a detektor térszögének kivételével, ami csak a minta és a detektor közötti távolságtól függ. A csúcs alatti terület fenti összefüggésében az effektív hatáskeresztmetszetet behelyettesítve, az adott elem koncentrációjára a következő kifejezés nyerhető:

Hiba!

A PIXYKLM programcsomag [Sza-93] két fő részből áll: az első a KLM program, amely kiszámítja az effektív hatáskeresztmetszetet, a PFIT program a röntgenspektrumot fitteli, majd az így nyert Y_{lm} csúcsterületekből a W_{lm} effektív hatáskeresztmetszet segítségével meghatározza a mintát alkotó elemek koncentrációit.

A mintát végtelen vastagnak tekintjük, ha a bombázó ion behatolási mélysége kisebb, mint a minta vastagsága. Véges vastagságúnak pedig akkor tekintjük, ha a bombázó ion energiavesztesége jelentős és a kibocsátott röntgensugárzás abszorpciója nem elhanyagolható, de az ion áthatol a mintán. Ez utóbbi esetben szükséges tudnunk az ion kimeneti energiáját, amely a programcsomaghoz tartozó STOP programmal számítható. A koncentráció kiszámítására a vékony mintáknál bevezetett összefüggés alkalmazható,

természetesen azonban itt az effektív hatáskeresztmetszet különböző lesz az el_z_esett_l. Ebben az esetben az effektív hatáskeresztmetszetnek tartalmaznia kell a mátrix effektusokat, ami azt jelenti, hogy a minta f_elemeire vonatkozólag el_zetes ismerettel kell rendelkezünk. Ezen elemekt_l függ ugyanis a behatolási mélység, a röntgenabszorpció és a másodlagos gerjesztés mértéke.

A detektor hatásfokát mindkét esetben használnunk kell a számításokhoz. Ezt Si(Li) detektor használata esetén a detektor kristályra vonatkozó adatokból számíthatjuk:

$$\varepsilon(E) = B \exp \{-[\mu_{Be} A(1) + \mu_{Si} A(2) + \mu_{Au} A(3)]\} \{1 - \exp[-\mu_{Si} A(4)]\}$$

ahol μ_{Be} , μ_{Si} és μ_{Au} a detektor Be ablakának, Si holtrétegének és Au kontaktusrétegének tömegabszorpciós koefficiense, $A(1)$ a Be ablak vastagsága, $A(2)$ a Si holtréteg vastagsága, $A(3)$ az Au kontaktusréteg vastagsága g/cm^2 egységekben, $A(4)$ a Si kristály érzékeny térfogatának vastagsága, B pedig egy konstans szorzó [Mae-84].

2.3.1.4. Árammérési problémák

Mivel az adott mintából kilép_röntgensugárzás intenzitása a gerjeszt_protonok számával arányos, így az elemi koncentrációk meghatározásához szükséges a gerjeszt_áramer_sség, illetve a mintára érkező összes töltés minél pontosabb mérése. A PIXE technika esetén a gerjeszt_áramer_ssége tipikusan 1 - 50 nA, mikro-PIXE esetében ennél 1 - 2 nagyságrenddel kisebb. Az áramintegrátorok pontossága általában 1 %, de ennek a pontosságnak a biztosításához további követelmény, hogy a keletkezett szekunder elektronok hatását figyelembe vegyük.

Vékony minták esetében (azaz amikor a mintában a nyaláb fékez_dése olyan kis mérték_, hogy gyakorlatilag minden részecske áthalad a mintán) ez úgy oldható meg, hogy a minta mögé egy alkalmas Faraday kalitkát helyezünk. A Faraday bemenete elé egy negatív feszültség_gy_r_alakú elektródát helyezünk el a Faradayben keletkez_szekunder elektronok kiszabadulásának megakadályozására. (A szekunder elektronok elszökése az össztöltés

túlbecsüléséhez vezet.)

Vastag minták esetében a minta mögött elhelyezett Faraday-kalitka nem használható, mivel a protonok nem hatolnak át a mintán. Ilyenkor az áram mérésének megoldására több mód is kínálkozik, mindegyiknek el_ nyei és hátrányai is vannak.

Vezet_ minta esetében viszonylag egyszer_ a megoldás. Ekkor a kamrától elszigetelten elhelyezett mintán mérhet_ lesz a gerjeszt_ nyaláb által szállított töltés. Csak a szekunder elektronok mintára való visszavezetése szükséges, amit megoldhatunk egy - a mintát körülvev_ negatív feszültségre töltött - elektródával.

Szigetel_ minta esetében azonban ez nem elegend_ , mert ekkor a gerjeszt_ nyaláb által szállított töltés felhalmozódik a mintán és nem képes az árammér_ n keresztül a föld felé elfolyani, így az árammérés lehetetlenné válik. Ezenkívül a feltölt_ dést követ_ kisülésben keletkezett elektron-fékezésisugárzás következtében megnövekv_ háttér a nyomelemek kimutatását lehetetlenné teszi. Szigetel_ minta esetében az áram mérésének problémájára többféle megoldás is lehetséges.

Egy ismert megoldási elv a mér_ kamra szigetelt kialakítása. Ekkor a teljes mér_ kamra egy Faraday-kalitkaként szerepel. Itt az áramintegrátor bemenete a kamrához van csatlakoztatva, ezzel a kamrába belép_ minden töltött részecske hatását figyelembe vesszük. Ügyelni kell arra, hogy a kamra kapacitása ne változzon a mérés folyamán, tehát ne legyen semmiféle mozgó alkatrész a közelben. A céltárgy a kamrában úgy van elhelyezve, hogy a beérkez_ nyaláb teljes keresztmetszete a mintára essen. Továbbá a szekunder elektronok csupán egyetlen irányban tudnának megszökni a kamrából: visszafelé a nyaláb belépési helyén. Ezt azonban megfelelő_ potenciálú blendék megakadályozzák [Bor-85]. A szigetelt kamrában vékony vagy vastag, illetve vezet_ vagy szigetel_ minták esetében is azonos módon történik az árammérés. A szigetel_ minták feltölt_ désének megakadályozása egy elektronforrás alkalmazásával történik. Az elektronforrás földt_ l szigetelt tápegységének áramköre a kamra belsejében záródik, így nem befolyásolja a kamrától a föld felé folyó áramot.

Oxfordban a probléma megoldására az ú. n. "Q faktor" módszert használják

[Gri-96]. Ennek lényege, hogy a mért összöltés (Q) és a valódi töltés közötti hányados (f_q) segítségével határozzák meg a valódi összöltést. Az RBS spektrumot is rögzítik minden PIXE mérés alkalmával, és mivel az RBS spektrum teljes területe arányos az összöltéssel, a mért töltés és a valódi töltés közötti hányados meghatározható a mért spektrum szimulációjával. Ez az analizálandó minta RBS spektrumának kiértékelését jelenti, ami bizonyos esetekben igen nehéz feladat lehet. Szigetel_ minták vizsgálata esetén grafit párologtatással teszik vezet_vé a minta felületét. Ez a módszer szokásos az EPMA esetében: a mintát grafittal, vagy vékony aranyréteggel bepárologtatják, így annak felülete vezet_vé válik [Rad-91]. PIXE mérések esetében a bevonásra használt vezet_rétegnek elegend_en vékonynak kell lennie, hogy ne okozzon energiavesztést a gerjeszt_ protonok számára, és abszorpciót a mintából kilép_ röntgensugárzás számára. Továbbá elegend_en tisztának is kell lennie ahhoz, hogy ne szennyezze el a mintát. A megfelel_ bevonó anyag kiválasztása igen nehéz feladat. Általános probléma, hogy a bevonó anyag nem elegend_en tiszta a PIXE módszer érzékenységéhez képest, így a mérési eredmény nem csupán a mintára lesz jellemz_, hanem a vezet_réteg anyagára is.

Campbell és munkatársai egy nyalábszaggató forgó lapátot helyeznek a nyaláb útjába, amelyr_l csomagokban visszaszóródó protonok hozamát mérik felületi záróréteges Si detektorral [Max-89]. A visszaszórt protonok hozama egyenesen arányos lesz a gerjeszt_ nyaláb által szállított töltéssel. Gyakorlatilag itt is RBS spektrum felvétele történik, azonban minden esetben azonos mintán: a forgó lapát anyagáról visszaszórt protonok RBS spektruma független az analizálandó mintától, nem szükséges a spektrum kiértékelése, csupán az összterület meghatározása. Egy kalibráció segítségével meghatározható a visszaszórási hozam és az áramer_esség közötti arányossági tényez_, így a továbbiakban az áram számolható. A nyaláb pulzált lesz, ez azonban elvileg nem zavarja a PIXE módszert. Természetesen ügyelni kell arra, hogy a nyalábintenzitás állandó legyen: fluktuáló áramer_esség esetén a módszer hibás eredményre vezet. Ha a nyalábáram fluktuációjának frekvenciájánál sokkal nagyobb a lapát forgásának frekvenciájánál, akkor a hiba elhanyagolhatóvá válik. A forgó alkatrész annak a veszélyét hordozza magában, hogy nemkívánatos

rezgéseket viszünk be a rendszerbe.

2.3.1.3. Mátrix számítások

Vastag minták PIXE spektrumának kiértékeléséhez szükséges a minta $f_{\text{össz}} - m_{\text{mátrix}}$ ismerete. Ha a minta csak olyan elemeket tartalmaz, amelyek a PIXE módszerrel mérhetők, akkor lehetséges a kiértékelés. Ekkor ugyanis iteratív módon lehetőség van a mátrix összetételének meghatározására.

Lehetséges olyan eset is, amikor a mintáról tudjuk, hogy az $1 \leq Z \leq 12$ rendszám tartományból csupán az oxigén van jelen a mintában. Ekkor a mért elemi koncentrációk és az illető elemek szokásos oxid képleteinek felhasználásával továbbra is elvégezhető a kiértékelés iteratív módon.

Ha a mintában más könnyű elemek is előfordulnak, akkor szükséges ezek előzetes ismerete, illetve valamilyen módon történő mérése.

Campbell és munkatársai a könnyű elemekből álló mátrixot egy kis területű kollimált ultravékony ablakú detektorral mérik [Max-89]. Ezzel lehetőség nyílik a mátrix elemeinek meghatározására a bórnál nehezebb elemek esetében. A nehezebb elemeket egy nagy területű (így nagy térszög elérésére képes), megfelelő abszorbens fóliával ellátott detektorral határozzák meg. A két mérést szimultán végzik, így biztosítható, hogy a két detektor által felvett spektrum azonos besugárzott területről származik. A két detektor által szolgáltatott spektrum együttes kiértékelése adja végül a vizsgált minta $f_{\text{össz}}$ - és nyomelem koncentrációját. A módszer előnye, hogy nem szükséges további méréseket végezni az adott mintán, és a legkönnyebb elemek ($1 \leq Z \leq 4$) kivételével megadható az alkotó elemek koncentrációja. A módszer hátránya azonban, hogy két Si(Li) detektor szükséges hozzá.

Grime a mátrix elemeit a PIXE mérésekkel szimultán végzett RBS módszerrel méri [Gri-96]. Az RBS spektrum kiértékelésével a minta könnyű elemekből álló mátrixa meghatározható azon esetekben, amikor nehéz elemek csak nyomokban vannak jelen. Mivel a PIXE módszernek egyébként is ezek a típusú minták a legelőnyösebb alkalmazásai (könnyű mátrix, nehéz nyomelemek),

ez nem jelent túlságosan erős megszorítást. A PIXE és RBS mérések szimultán végzése szükséges, ezzel biztosítható, hogy a két spektrumhoz azonos besugárzott terület és ösztöltés tartozik. A két detektor térszögét - területét és távolságát - úgy kell megválasztani, hogy közelítőleg azonos legyen a két detektorban az események gyakorisága, ugyanis ekkor lesz a szimultán mérések eredménye ténylegesen felhasználható.

2.3.1.4. Holtid_korrekción

Minden jelfeldolgozó rendszer rendelkezik bizonyos holtid_vel, ami a detektor, illetve a jelfeldolgozó rendszer foglaltsága miatt elkerülhetetlen. A holtid_ alatt a mintára érkező gerjesztő nyaláb által kiváltott karakterisztikus röntgensugárzás nem kerül feldolgozásra, így a meghatározott koncentráció kisebbnek adódik. A különböző jelfeldolgozó rendszerekben a holtid_korrekciónba vehető, illetve megszüntethető.

Az ATOMKI-ben alkalmazott analóg jelfeldolgozó rendszerekben (NZ-870, NZ-871) egy beépített impulzusgenerátor által szolgáltatott csúcs használható a holtid_korrekciónba vételére. Ez az impulzusgenerátor egy "nullcsúcsot" generál, azaz a nulla energiához tartozó csatornában megjelenít egy csúcsot. A nullcsúcson ugyanaz a jelfeldolgozási folyamat megy végbe, mint a valódi csúcsokon, ezért a csúcs területe segítségével a holtid_korrekción elvégezhető.

Az ATOMKI hagyományos PIXE elrendezése egy digitális jelfeldolgozó rendszert használ (NZ-881), ahol a detektor jele még a lineáris főrészt bekerülés előtt digitalizálásra kerül. Ennek a rendszernek pontosan a nulladik csatornája tartalmazza a nulla energiát és olyan jó a linearitása, hogy a kalibrációt egyetlen röntgenvonallal elvégezni [Lak-90]. A rendszerben szintén generálódik egy "nullcsúcs", de ez a digitális jelfeldolgozás miatt egyetlen csatornában jelenik meg a spektrumban.

Campbell és munkatársai egy elektrosztatikus nyalábeltérítő rendszert alkalmaznak a nyalábnak a detektor foglaltságának idejére történő lezárására. Ez a rendszer a holtid_t megszünteti, ebből következően nem kell a holtid_

korrekcióval foglalkozni. Továbbá a minta terhelése csökken, ami f_{leg} érzékeny biológiai minták esetében hasznos.

2.3.2. RBS

Az RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry, Rutherford visszaszórásos spektrometria) az anyagtudományban régóta alkalmazott, jól ismert technika [Chu-78], amely az anyagba ütköző nagy energiájú ionoknak a minta atomjain történő rugalmas visszaszórásán alapul. Ha a beérkező részecske nem rendelkezik elegendő energiával a minta atommagját körülvevő Coulomb-gáton való áthatoláshoz, akkor a szórás folyamat egyszerű klasszikus törvények szerint játszódik le. A θ szögben visszaszórt részecske energiája (E) és az egység térszögre eső visszaszórás valószínűsége ($d\sigma/d\theta$) jól definiált értékek, amelyek a Rutherford-szórás formula egyenleteivel írhatók le:

Hiba!

Hiba!

ahol m_1 a bombázó ion, m_2 a céltárgy atommag tömege, E_0 a bombázó ion kezdeti energiája, z a bombázó ion, Z a céltárgy atommag töltése.

A módszer az adott szögben visszaszórt ionok energiájának mérésén alapul, amelynek segítségével a szóró atommag tömege meghatározható. Mivel a reakció hatáskeresztmetszete jól definiált érték, a minta elemi összetétele nagy pontossággal meghatározható. Az RBS technika mindezekon kívül képes a mélységi analízisre, és ennek köszönheti sikerét és széles körű elterjedését. Amikor egy ion belép egy adott céltárgyba, jól meghatározható mennyiségű energiát veszít a mintába való behatolás mélységének függvényében. A mélységi eloszlás meghatározásához figyelembe kell venni, hogy a szórt ion befelé és szóródás után kifelé haladva is veszít energiájából.

Az RBS spektrum kiértékelése általános esetben nehezebb, mint a PIXE spektrumoké. A visszaszórt ion energiája a szóró atommag tömegével nem lineáris összefüggésben van, adott energiafeloldású detektor esetén csak bizonyos tömegszámoknál könnyebb elemek különíthetők el egymástól. A tömegfeloldás javítása érdekében az RBS részecskedetektort általában a nyáláb

irányához viszonyítva 180° -hoz olyan közel teszik, amennyire lehetséges, bár ebben az irányban viszont a hatáskeresztmetszet minimális. Az RBS spektrum feldolgozása azért nehéz feladat, mert egy adott visszaszórási energia származhat a felületen lévő könnyű elemektől, vagy egy mélyebben elhelyezkedő nehezebb elemektől. Ezért tehát elnyös, ha a mintára vonatkozó elzetes információval rendelkezünk az RBS spektrum kiértékelésekor, különösen akkor, ha sok elem van jelen a mintában. A felsorolt problémák ellenére az RBS technika jól kifejlett módszer, és a spektrumok kiértékelésére bevált és elterjedt számítógép programok hozzáférhetők [Doo-85], [Saa-92].

Besugárzó ionként általában α részecskéket, vagy protonokat használnak 2 - 3 MeV energiákon. Az α részecskék, vagy He^+ ionok használata az RBS szempontjából elnyös, mert ebben az esetben jobb a módszer tömegfeloldása, azonban a sokelemes minták kiértékelése még így is nehézkes. A PIXE módszerrel való kombináció pedig azért ütközik nehézségekbe, mert a röntgensugárzás keltésének hatáskeresztmetszete itt nem olyan jól ismert, mint protonok esetében.

Kedvezőbbek a lehetőségek a protonok használatakor. Ebben az esetben az RBS és a PIXE módszerek kombinációja lehetséges szimultán mérések végzésével. Az RBS a könnyű elemektől álló mátrix meghatározására szolgál, míg a PIXE a nehezebb nyomelemek analízisére. Itt az RBS olyan elemeket határozhat meg, amelyek a PIXE számára nem elérhetők. A mátrix ismerete azonban a PIXE számára szükséges a mintában történő önabszorpció számításához. Továbbá az RBS lehetőséget nyújt a mért töltésmennyiség pontosításához, ami különösen vastag minták esetében jelentős elny, ahol a mintára eső töltés mérése problémát jelent.

Vékony mintáknál is hasznos az RBS és PIXE módszerek szimultán alkalmazása, ugyanis ekkor az RBS spektrumban könnyen azonosítható csúcsok jelennek meg, amelyek a könnyű elemekre jellemzők (pl. szén, nitrogén, oxigén), míg a többi elem a PIXE segítségével meghatározható.

2.3.3. NRA

Az NRA (Nuclear Reaction Analysis, Magreakció analízis) technika a kis Coulomb-gáttal rendelkező relatíve nagy hatáskeresztmetszetű magreakciókon alapuló módszer. Ha a besugárzó ion energiája elegendően nagy a Coulomb-gát átlépéséhez, bekövetkezhetnek bizonyos magreakciók, amelyek következtében különböző reakciótermékek - protonok, α -részecskék, neutronok, γ -sugárzás - lépnek ki a mintából. Természetesen a Coulomb-gát annál alacsonyabb, minél kisebb a céltárgymag, illetve a bombázó ion töltése. Ebből következik, hogy a módszer a könnyű elemek meghatározására alkalmazható.

Abban az esetben amikor csak a γ -sugárzás mérésére hagyatkozunk, a PIGE (Proton-Induced Gamma-Ray Emission Spectrometry, protonokkal indukált gamma emissziós spektroszkópia), illetve DIGE (Deuteron-Induced Gamma-Ray Emission Spectrometry, deuteronokkal indukált gamma emissziós spektrometria) módszerről beszélünk. Mivel a mikroszondákon alkalmazott áramerősségek nagyon kicsik, a DIGE módszer jóval nagyobb hatáskeresztmetszete miatt alkalmasabb mikroszondákon könnyű elemek analízisére, mint a PIGE [Kis-94].

A céltárgymag azonosítása céljából a reakciótermékek energiájának mérése szükséges. A módszer nem kifejezetten multieleemes technika. Általános eljárás egy adott elem meghatározása céljából egy nagy hatáskeresztmetszetű magreakció kiválasztása, és az ismert reakciótermék azonosítása. A különböző mikroszondás laboratóriumokban azonban nem túlságosan terjedt el a magreakciós módszer főleg abból az okból kifolyólag, hogy nem multieleemes, és az igen kis hatáskeresztmetszetek miatt hosszú ideig kell a méréseket végezni. Az irodalomban ebben a témában elért eredményeket Demortier foglalta össze 1992-ben [Dem-92].

3. A mikroszonda telepítése az ATOMKI-ben — felmerült problémák, és azok megoldásai

Az OTKA iroda és az ATOMKI, mint a Debreceni Regionális Műszerközpont gesztora között 1992. november 27-én az A080 számú szerződés jött létre a mikroszonda szállítására 9,2 millió Ft értékben. Ezen szerződés alapján a szállítás az Akadimpex megbízásával történt. Sajnos időközben a forint leértékelések miatt nem tudtunk minden részegységet beszerezni, így később azokat saját fejlesztésként kellett kivitelezni.

Az Oxford Microbeams Ltd-től a következő egységeket vásároltuk meg: tárgy- és kollimátor rések, mágneses kvadrupól dublett lencsék, pásztázó tekercsek, tápegységek, nagyérzékenységű árammérő, valamint az adatgyűjtő szoftver. Kerethiány miatt tehát nem volt lehetőségünk, hogy a targetkamrát, zoom mikroszkópot ablakkal és felfogással, valamint az XYZ mintatartó és mozgató manipulátort megvásároljuk. A targetkamrát oxfordi rajzok felhasználásával, saját ötletekkel kibővítve az ATOMKI Műszaki Osztályán készítettük el. A zoom mikroszkópot később mégis sikerült beszereznünk Oxfordból, a Nemzetközi Atomenergia Ügynökség által koordinált globális aeroszol kutatási program terhére (IAEA CRP 7257/RB). Az XYZ mintamanipulátort pedig méltányos áron - használt állapotban - vásároltuk meg (OTKA-345).

A következőkben a mikroszonda telepítésekor felmerült problémákkal és azok megoldásaival foglalkozom az egyes részegységek, illetve részfeladatok bemutatásával [Raj-96a].

3.1. Gyorsító

Esetünkben a gyorsító az ATOMKI 5 MV-os Van de Graaff típusú gyorsítója, amely házi gyártmányú függőleges elhelyezkedésű "egyvégű" berendezés [Kis-78].

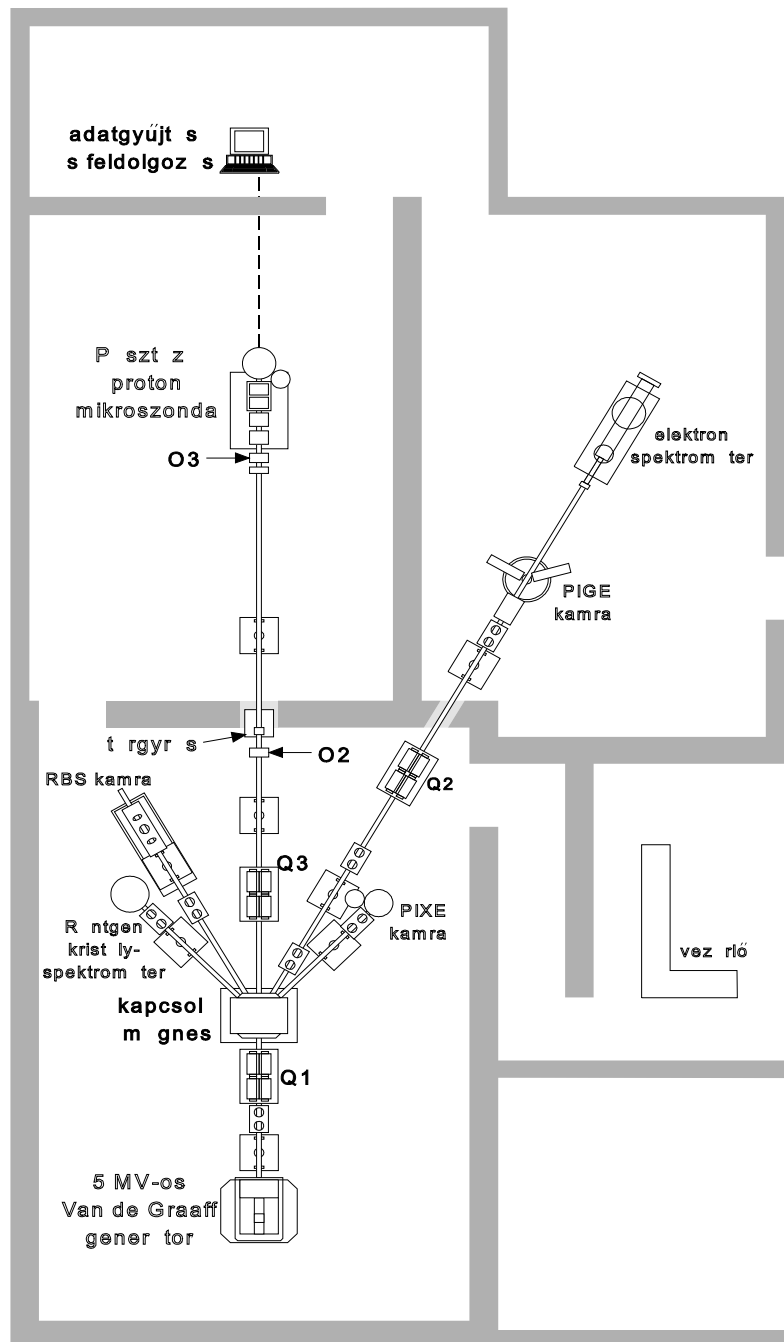
Az RF típusú ionforrás képes egyszeres töltés p , d , ${}^4\text{He}$ és nehezebb ionok elállítására. Az analizátor mágnes a függleges irányú direkt nyalábot 90 fokkal elforgatja a vízszintes síkba, ezenkívül energiastabilizálásra is használatos. A gyorsító energiastabilitása 992 keV proton energiánál 400 eV.

Eredetileg a gyorsító a különböző nyalábcsatornában könnyű ionokból nagy áramokat szolgáltatott, ezért mindenhol nagy méretű kollimátorok vannak elhelyezve. Mikroszondás alkalmazásokhoz inkább kisebb kollimátorok, de nagyobb áramok kivánatosak, ennek ellenére meg kellett próbálnunk használni a meglévő nyalábtranszport rendszereket. Az RF ionforrás kisebb fényesség, mint a hasonló mikroszondáknál sok esetben használatos direkt kivonású duoplazmatron típusú ionforrás, ennek megfelelően várhatóan kisebb lesz a mintára jutó áram. A duoplazmatron ionforrásokat viszont általában a tandem típusú gyorsítóknál használják, mert ezeknél az ionforrás földpotenciálon van, így kezelése egyszerűbb és biztonságosabb. A nyalábtranszport rendszerben felhasználtuk a meglévő aszimmetrikusan táplált mágneses kvadrupól dublett fókuszáló és eltérítő lencsákat [Kol-65].

Az ATOMKI 5 MV-os Van de Graaff gyorsítóján nyalábmenet vizsgálatokat végeztünk annak érdekében, hogy kitűzzük a mikroszonda számára az ideális nyalábtengelyt. A nyalábcsatorna kijelöléséhez figyelembe kellett vennünk, hogy a mikroszonda ionoptikai szempontból legalább 6 m hosszú tárgy távolságot igényel. Ezenkívül a tárgyrest és a kamra környéki egyéb egységeket rezgésmentes környezetben kellett elhelyezni. Ezen feltételek kielégítésére leginkább a "0°-os" nyalábcsatorna volt alkalmas (3.1. ábra).

A két "45°-os" és a "bal 30°-os" csatorna esetében nem lett volna elég helyünk a megfelelő tárgy távolság biztosításához. A "jobb 30°-os" csatorna használata az ESA-21 elektronspektrométer elköltöztetését igényelte volna, több szempontból is elnyelően látszott: *a*, egy már működő jól jusztirozott berendezést kellett volna egy új helyre költöztetni, ami szétszereléssel és újra jusztirozással oldható meg, ráadásul ez egy másik kutatócsoporthoz tartozó berendezés; *b*, a mikroszonda

jusztírozása sokkal nehezebben oldható meg, ha a nyalábmenet nem egyenes, hanem egy kapcsoló mágnes is található benne; c, a tárgyérés elhelyezése és rezgésmentességének biztosítása is nehezebben megoldható feladat lett volna.



A gyorsító által biztosított nyaláb fényességének vizsgálatára méréseket végeztem, amely mérések eredményét Jamieson a különböző mikroszondák fényességeivel foglalkozó összefoglaló cikkében felhasználta. Ezzel kapcsolatos eredményeimet a 3.1. táblázatban foglalom össze.

3.1. táblázat A mikroszonda fényesség mérések eredménye
(A közölt értékek az áramerősségek pA egységeiben.)

kollimátor rés (mm)	tárgyrés (μm)				
	50	100	150	200	250
0,8	15	100	200	400	700
0,6	9	60	70	200	400
0,4	3	25	30	100	200
0,2	0,6	6	10	30	40
0,1	<0,1	1	1	6	10
0,05	<0,1	<0,1	<0,1	0,9	1,5

A táblázatból látható, hogy természetesen mindkét rés zárása csökkenti a céltárgyra jutó áramerősséget, ami a mérési idő megnövekedésével jár együtt. A fényesség (11. oldalon megadott definíciója szerinti) kiszámításához szükség van a rések nyílásainak méretén és az áramerősségeken kívül a tárgyrés és a kollimátor rés egymástól való távolságára is. A különböző mikroszondák összehasonlíthatóságának biztosítása miatt figyelembe kell venni az ionok energiáját is a fényesség számításánál. Mivel a tárgyrés pontszerűnek tekinthető a kollimátor réshez viszonyítva, ezért a térszöget a kollimátor rés területének és a két rés távolságának hányadosa adja.

A nyaláb fényessége ezek alapján: $\sim 0,3 \text{ pA}/(\mu\text{m}^2 \text{ mrad}^2 \text{ MeV})$. Jamieson összehasonlításából látható, hogy a négylencsés melbourne-i mikronyaláb fényessége: $\sim 0,1 - 1,4 \text{ pA}/(\mu\text{m}^2 \text{ mrad}^2 \text{ MeV})$ [Jam-96]. Megjegyzend_o, hogy a kapott érték a gyorsítót, a nyalábtranszport rendszert és a felépített mikronyaláb mér_o helyet együttesen min_osíti, így az összehasonlítás igen el_onyös képet jelent az adott együttesr_ol.

3.2. A nyalábcsatorna építése

A "0°-os" csatornáról a korábban itt lév_o PIGE kamrát el kellett költöztetnünk a "jobb 30°-ra", ami a csatorna kett_os kihasználhatóságát eredményezte. Ekkor a kapcsoló mágnes_ol kezdve a "0°-os" irányban teljesen üres teremben lehetett elkezdeni az építkezést.

El_oször az analizátor rések és egy fonálkereszt, valamint egy optikai teleszkóp segítségével kit_oztük az ideális nyalábtengelyt. Ezután pedig fokozatosan felszerelve a nyalábcsatorna NA80-as csöveit id_or_ol id_ore ellen_oriztük - tesztmérésekkel - az "elengedett" nyaláb optikai tengely_ol való eltérését, ami nem volt szignifikáns. Az analizáló mágnes kilép_o részét használtuk fel, és a nyalábvizsgálatok azt mutatták, hogy az ideális tengelyt követi a nyaláb küls_o beavatkozások nélkül (tehát nem kapcsoltuk be a nyaláb fókuszálására és eltolására szolgáló már meglév_o kvadrupól mágneseket). Az egyes részegységek elhelyezkedése a 3.1. ábrán látható. A tárgyrésnek könnyen hozzáférhet_onek, rezgésmentesnek kell lennie, valamint elhelyezésével biztosítani kell 6 m tárgy távolságot a kvadrupól mágnesekt_ol. Ezért a tárgyres helyét a két target termet elválasztó 1,1 m vastag betonfal ablakába jelöltük ki.

Feladataim közé tartozott a vákuumrendszer (olajdiffúziós szivattyúk, hagyományos nagyvákuum) és az elektronikai egységek összeállítása is. Az elektronika különböz_o részegységeinek m_oködését ellen_oriztem. A tipikusan 100 pA áramer_osség mérésének ellen_orzéséhez készíteni kellett egy biztosan ilyen nagyságrend_o áramer_osséget generáló áramforrást. Ezt egy 1,5 V-os telep és egy 5

GΩ-os ellenállás, valamint egy 1000 Ω-os potenciométer felhasználásával készítettem el.

A teljes csatorna összekötése tombakkal történt, amelyek még megengedtek bizonyos fokú jusztirozást, ami természetesen az eredeti helyzetéből el nem mozdított optikai teleszkóppal történt meg. Mindenezek után következett az első nyalábpróba a targetkamrában. A nyaláb bevitele sikerült, a mikroszkonda kvadrupól mágnesével fókuszálást végeztem, pásztáztam a nyalábot, továbbá a töltés integrátort is használtam a nyaláb áramának mérésére. A felépítés mechanikai munkálatai tehát csupán ~1 hónapot vettek igénybe.

Az alkalmazott nyaláb paraméterei a 3.2. táblázatban találhatóak. A legfontosabb tapasztalat az volt, hogy a kapcsoló mágnes 0°-hoz tartozó lemagnesezési áramkörét mindig használni kell, a nagy hiszterézise miatt nem elegendő az, ha egyszer ki van kapcsolva a tápegysége (különösen akkor, ha a megelőző napon a "45°-os" nyalábcsatorna volt használatban).

3.2. táblázat A mikroszondában első alkalommal használt nyaláb paraméterei

ion	proton
energia (E)	2 MeV
analizáló mágneses tér (B)	0,2479 T
direkt áram (I_D)	22 μ A
analizált áram (I_A)	1 μ A
koronatrióda árama (I_{kor})	25 μ A
	10 kV

el_fókuszt feszültség (U_{ef})	
gázadagoló	11
targetáram (I_T)	3 nA

3.3. Rezgésmentes környezet

A kamra és környezete rezgésmentességét négy darab betontömb felhasználásával oldottuk meg, amelyek közé és alá 1 cm vastag parafa lapot tettünk. A 400 kg tömegű betontömb méretei 40 cm × 40 cm × 80 cm. A bázislapot tartó U és I gerendákat nem lehetett közvetlenül a betontömbökhöz rögzíteni. Itt egy rozsdamentes acélból készült 80 cm × 80 cm × 1 cm-es méretű lemezt használtunk fel. A lemezt er_s csavarokkal a betontömbökhöz rögzítettük, majd a lemezre hegesztett három s_r menetű t csavart alkalmaztuk kúpos alátétekkel az U és I gerendák és a bázislap tartására a jusztirozhatóság biztosításával.

A rendszer rezgéseit kétféle módon vizsgáltam meg. Az els módszer egy petricsészében lévő víz tükröző felületének felhasználásával történt. A nagy területű, sekély vízfelület az edény egészen kis rezgéseinek esetén sem lesz sima, így megszűnik a víztükör optikai képalkotása. Ezzel a módszerrel sikerült felfedezni, hogy a vákuumrendszer egyik rotációs szivattyúja rezgéseket visz be a rendszerbe. A rotációs szivattyú kikapcsolásával valóban megszűnt a rezgés. Tehát a szivattyút a nyalábcsatornától távolabbra helyeztem és a csatlakoztatását rugalmas csúvel oldottam meg.

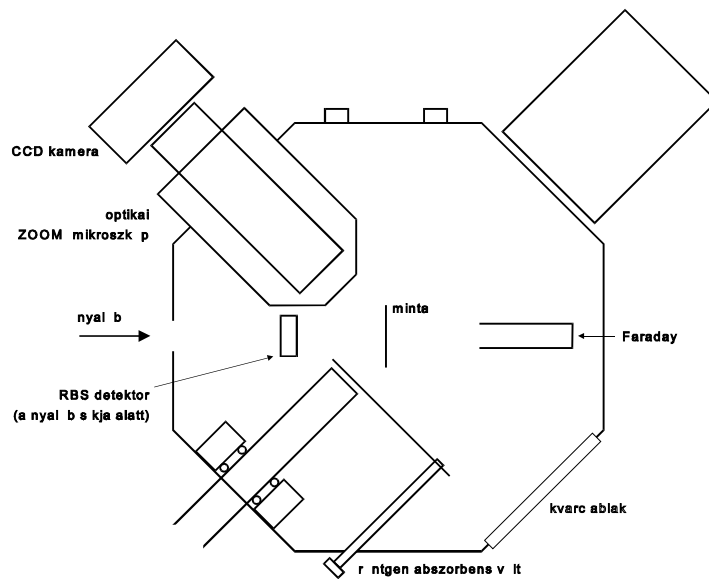
A rezgések vizsgálatának másik módja egy lemezjátszó hangszedőjének felhasználásával történt. Ekkor a rezgések elektronikus jelekké alakíthatók. A jeleket oszcilloszkópon megfigyeltem, illetve hallható hanggá alakítottam egy $er_sít$ segítségével.

A rotációs szivattyú által okozott rezgések megszüntetése után a nyalábsatorna mentén egyik módszerrel sem tapasztaltam további rezgéseket, különös tekintettel a kamra és a kvadrupól dublett környékére.

3.4. Nyalábformáló rendszerek, nyalábvezetési technikák

A 2. fejezetben áttekintettem a mikroszondák különböző megvalósítási lehetőségeit, különös tekintettel a nyaláboptikai rendszerekre. Az irodalomban nemzetközileg elismerést váltott ki az oxfordi tervezés és kivitelezés mikroszonda, így a pénzügyi lehetőségekhez mérten ezt a rendszert választottuk az ATOMKI-ben a mikroszonda alapjául. A rendelkezésre álló forrásokból nem volt lehetséges a teljes rendszer megvásárlása, de a kritikus komponenseket sikerült beszerezni: rések, fókuszáló kvadrupól mágneses dublett, pásztázó tekercsek.

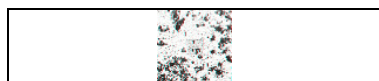
A nyaláb bevitele a következő lépésekben történik. Mindenekelőtt a tárgyrést a lehető legnagyobb méretre kinyitom. Az ionforrás előfokuszának beállításával - kikapcsolt $Q1$ és $Q3$ kvadrupóloknál - a tárgyrés előtti ($O2$) kvarcra vezethető a nyaláb (ld. 3.1. és 3.2. ábra). Ekkor az átmérete még olyan nagy, hogy teljesen lefedi a kvarc felületét (kb. $\varnothing 5$ cm). Az első kvadrupól mágnes ($Q1$) bekapcsolásával fókuszálom a nyalábot a kvarcon. Az előállítható foltméret átmérete ~ 1 cm. Ezek után kapcsolom csak be a második kvadrupól mágnes ($Q3$). Ezzel a mágnessel csak kevésbé fókuszálok. A két mágnes együttes használatával van lehetőségem arra, hogy a nyalábot át tudjam vezetni a tárgyrésen, ugyanakkor a kollimátor rés előtti elhelyezett kézi kvarc ($O3$) közepére vigyem azt. Ugyanis a nyaláb csak ebben az esetben fog áthaladni a kollimátor résen is. Ezek után a kézi kvarcot kihúzva a nyaláb megjelenik a kamrában, ahol az áramerősség ellenőrzése mellett még további finomszabályozás lehetséges a $Q1$ és $Q3$ mágnesekkel.



A minta behelyezéséhez egy VG gyártmányú precíziós, három tengely_ transzlációs manipulátort használunk. Itt vezetjük ki a targetáramot, amelyet összegzünk - vékony minták esetében - a minta mögötti Faraday-kalitrában megjelenő árammal. A Si(Li) detektort a jobb 135°-os irányú ablakon át vezetjük be a kamra vákuumába dupla Wilson-típusú tömítésen keresztül. Ez biztosítja a detektor mozgathatóságát a vákuum megszüntetése nélkül. A detektor elmozdítására azért lehet szükség, mert így könnyen és ellenőrizhetően változtathatom a detektor és a minta közötti távolságot, ami meghatározza a detektálás térszögét. A detektor és a minta közé PIXE mérések alkalmával gyakran különböző anyagú és vastagságú abszorbeneket kell elhelyeznünk. Ezt a problémát a különböző abszorbenek tartására szolgáló mechanikus szerkezet megtervezésével, és a kamrába való beépítésével oldottam meg, így a csere megoldható a kamra vákuumának

megbontása nélkül. Ezzel biztosítható, hogy a különböző_ filterekkel felvett PIXE spektrumok a minta azonos helyét jellemzik.

Az RBS detektort a nyaláb függleges síkjában a nyaláb egyenesé alatt helyeztük el. A bal oldali 135°-os ablakon optikai zoom mikroszkóppal vizsgálhatjuk a mintát - akár besugárzás közben is. Ekkor fényforrásként egy halogén izzót kapcsolunk be, és egy SONY SSCD38P típusú színes CCD kamera érzékeny síkjára juttatjuk a mikroszkóp által elállított valódi képet. A kamerához kapcsolt monitoron megjelenő kép kényelmesen használható a minta felületén való tájékozódásra. A mikroszkóp-kamera-monitor rendszer együttes nagyítása 50x és 500x között változtatható. Ezenkívül az optikai kép a mérést végző számítógépben is megjeleníthető egy video ADC kártya segítségével. Ennek nagy előnye, hogy mérés közben megkönnyíti a vizsgálandó minta azonosítását, valamint utólag együttesen bemutatható a vizsgált területre készült röntgen és optikai kép (3.4. és 3.5. ábra). Így például a 3.4. ábrán középen megjelenő terület sárga színét az okozza, hogy itt hosszú ideig történt besugárzás, erről a területre származik a 3.5. ábrán bemutatott mikro-PIXE szilícium elem térkép (itt a nagyobb koncentrációt a melegebb színek jelentik).



3.4. ábra Aeroszol mintáról készült optikai kép, a kép közepén látható a besugárzott terület



3.5. ábra Ugyanazon aeroszol mintán mikro-PIXE módszerrel készült Si elem térkép

3.6. Adatgyűjtés

Az adatgyűjtő szoftver (OM-DAQ) Windows95 operációs rendszer alatt fut egy

486DX2/66MHz-es IBM-PC kompatibilis számítógépen [Gri-94]. Ez a szoftver képes egyszerre legfeljebb 8 darab ADC jeleit fogadni és feldolgozni, illetve tárolni. Készíthetők elemtérképek a különböző detektorok jeleinek részleges - durva - kiértékelésével, valamint az analizált területre származó spektrumok elmenthetők. Szintén lehetőség van az adatokat lista üzemmódban elmenteni, ami minden eseményt a rá jellemző (x,y) koordinátáival együtt rögzít, így utólag az egész mérési folyamat visszajátszható, tetszőleges - előre nem kiválasztott elemre is készíthető elemtérkép. A számítógép egy DAC kártya segítségével vezérli a nyáláb pásztázását, lehetőség nyílik arra, hogy tetszőleges alakú területre gyűjtsük az adatokat. Az OM-DAQ nevű mérési program újabb verzióit mindig megkapjuk, ez az eredeti árban rögzített feltétel volt. A korábbi verziók Windows 3.1 operációs rendszer alatt futottak, a mérési program 4.0 verziója megkövetelte a Windows95-re való áttérést. Az átállást zökkenőmentesen megoldottam, az adatok gyűjtése folytatódik, és természetesen minden régebbi adat továbbra is hozzáférhető maradt.

3.6.1. PIXE

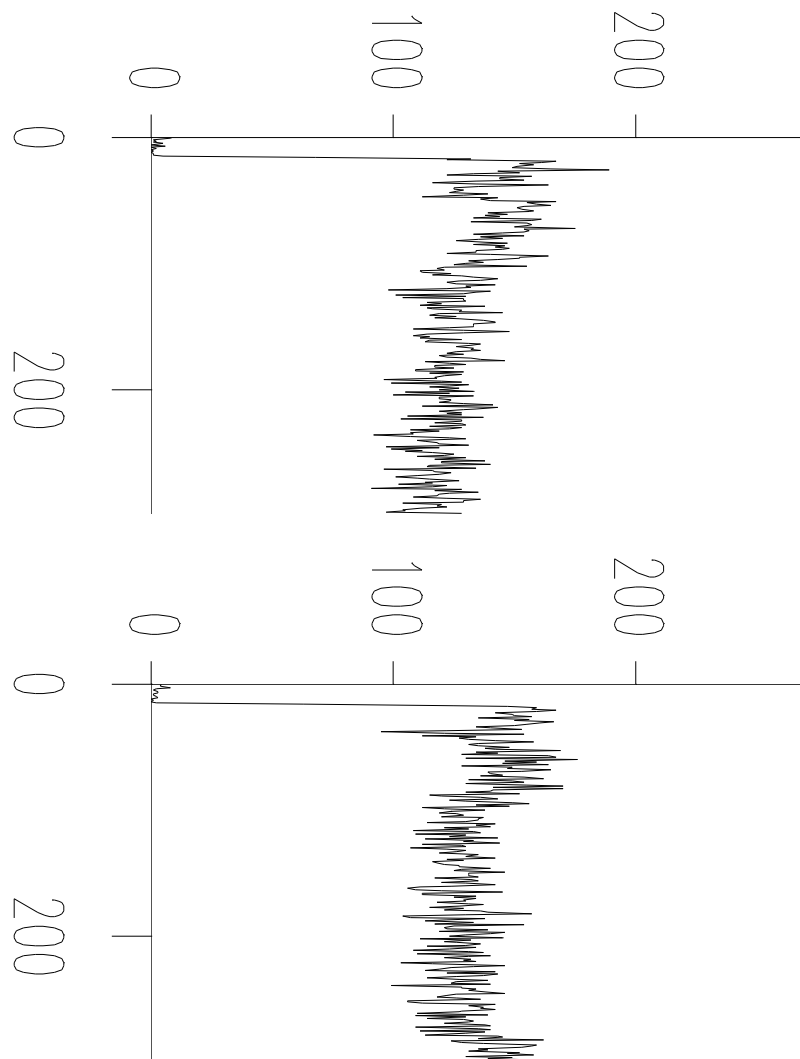
A berendezést először a meglévő Canberra Si(Li) detektorral használtuk PIXE mérésekhez, amelynek jellemzői: 12,5 mm² aktív terület, 160 eV energia feloldás 5,895 KeV (Mn K_α) energiánál, 25 µm vastag Be ablak. Később beszereztünk egy újabb Si(Li) detektort - szintén Canberra - a következő paraméterekkel: 80 mm² aktív terület, 170 eV energia feloldás 5,895 KeV energiánál, 25 µm vastag Be ablak. Ez a nagyobb felületű detektor - az elérhető nagyobb detektálási térszög miatt - alkalmasabb a hagyományos PIXE méréseknél megszokottnál jóval kisebb intenzitású röntgensugárzás detektálására. Mindkét esetben a kamra jobb oldali 135°-os ablakát használtuk a detektor elhelyezésére. A két detektor külső méretei azonosak, így továbbra is lehetőségünk van bármelyik detektor használatára mind a mikroszonda, mind a hagyományos PIXE módszer esetében. A detektált röntgen sugárzás által kiváltott jelek az előeresztőn keresztül a házi gyártmányú (NZ-870

típusú) analóg jelfeldolgozó rendszerbe jutnak, ahonnan erősítés után az oxfordi gyártmányú ADC-be kerülnek.

A begyűjtött PIXE spektrumokat az Intézetben készült PIXYKLM program segítségével lehet kiértékelni [Sza-93]. A programot a mikroszonda adatgyűjtő programjának kimenő fájl formátumára fel kellett készíteni, ami bizonyos változtatásokat követelt meg [Sza-95]. G.W. Grime a mérések eredményeit olyan formátumban tárolja, amelyet Zolnai László és Szilágyi Sándor ajánlottak egy korábbi cikkükben [Zol-86].

3.6.2. RBS

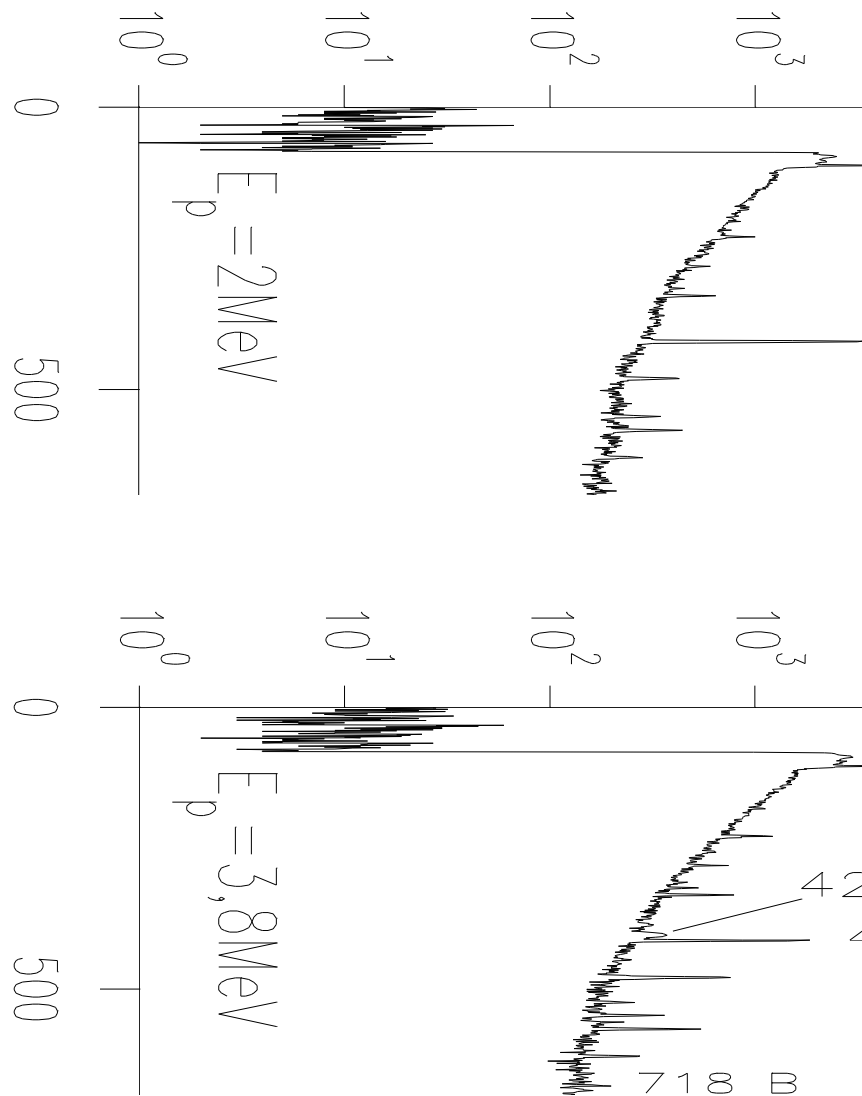
Az elre- és visszaszórt bombázó részecskék (protonok, és He^+) detektálásához a kamrában Si felületi záróréteges detektorokat (ORTEC) helyeztünk el. Az alkalmazott detektor felülete 50 mm^2 , energiafeloldása 17 keV. A felületi záróréteges detektorral RBS mérési geometriában ($\theta=160^\circ$) oxigén jelenlétét detektáltuk a $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$ rugalmas visszaszórási reakció segítségével He^+ ionokkal a 3,045 MeV-es rezonancián (3.6. és 3.7. ábra). A 3.7. ábrán bemutatott rezonanciacsúcs egyben az NRA lehetőségét is demonstrálja, amelyre a későbbiekben könnyű elemek meghatározásához sor kerülhet.



3.6.3. PIGE

A "mikro-PIGE" módszert egy Harshaw gyártmányú 105 cm³ érzékeny térfogatú Ge(Li) detektorral valósítottuk meg, amelynek hatásfoka 25%, energia feloldása 2 keV 1,33 MeV gamma energián. A detektort a kamrához a lehetséges legközelebbre helyeztem el, így a minta és a detektor közötti távolság 12,5 cm volt. A használt nyalábáram ~1 nA volt, amely mellett a mikroszondában ~10 μm nyalábméret érhető el. A PIGE spektrum begyűjtésének ideje ~30 perc volt, ezen idő

alatt egy jól kiértékelhető statisztikájú spektrum gyűjtésébe. A 3.8. ábra egy 2 MeV-es protonokkal besugárzott római kori üveg mintáról felvett PIGE spektrum, amely jól mutatja a f_ komponensekként jelenlévő nátrium és alumínium jellemző gamma vonalait. A nem feliratozott csúcsok a labor-háttérből származnak, ami csökkenthető a detektor köré elhelyezhető ólom árnyékolással. A méréseket 3,8 MeV-nél is elvégeztük, egy másik mintán felvett PIGE spektrumot a 3.9. ábrán ábrázoltam. Ezen a spektrumon jól látható, hogy lehetőség van a bór meghatározására is.



A PIGE mérések folyamán általában mintegy 2 μC töltésmennyiség begyűjtése mellett jó statisztikájú csúcsokat kaptam bizonyos könnyű elemekre (pl. B, Na, Al, Si). A módszer - bár hosszabb idejű besugárzást igényel - alkalmazható könnyű elemek roncsolásmentes analitikájában, ha azok közepes vagy f_komponensként vannak jelen. További fejlesztésekkel megvalósítható lesz a könnyű elemek nyomnyi mennyiségének meghatározása is. Ilyen további lehetőség például egy nagyobb hatásfokú gamma detektor használata, vagy a kamra megfelelő átalakításával a rövidebb detektor-céltárgy távolság biztosítása.

3.7. A nyalábméret meghatározása

A nyaláb méretét a legtöbb mikroszondás alkalmazáshoz szükséges tudni. Továbbá az is lényeges kérdés, hogy az adott nyalábméret esetén mekkora áramerősséget lehet elérni. Ezzel kapcsolatos méréseket a berendezés bemérése során végeztem, és a kidolgozott technikát azóta rutinszerűen alkalmazom.

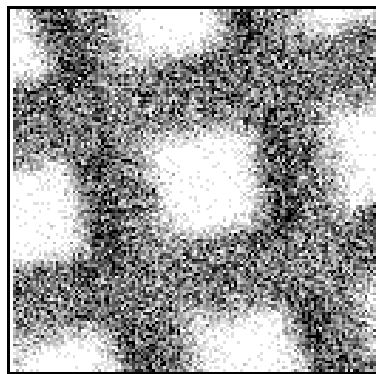
A nyaláb méretét először Si egykristály élére merleges pásztázással mértem meg. Ehhez szükséges volt először a pásztázás méretének kalibrációja. Ezt két ismert vastagságú drót (100 μm és 500 μm) keresztmetszetének megméréssel végeztem első közelítésben. Természetesen ez a kalibráció még nem volt elegendően pontos, de a továbblépéshez elegendő volt.

Ezek után a Si egykristály élére merlegesen pásztáztam a nyalábot, amivel mintegy 10 - 20 μm nyalábméretet sikerült elérnem. Ekkor egy 50 μm rácsállandójú rézrácsra pásztázva a nyalábot megkaptam a rézrács torzítatlan képét, ami bizonyította, hogy a nyaláb mind az x, mind az y irányban közelítőleg azonos méretű.

A továbbiakban ezt a méretet még csökkenteni kellett a mikroszonda specifikált nyalábméretének eléréséhez. Ez azonban addig nem volt lehetséges, amíg meg nem szüntettük az időközben felfedezett rezgés forrását (ld. 3.3. fejezet).

A rezgések megszüntetése után a nyalábot a Si egykristály élének felhasználásával sikerült ~5 μm méretre fókuszálni, ami azért volt nagy lépés, mert így lehetővé vált egy rendelkezésre álló precíziós arany mikrorács használata. A

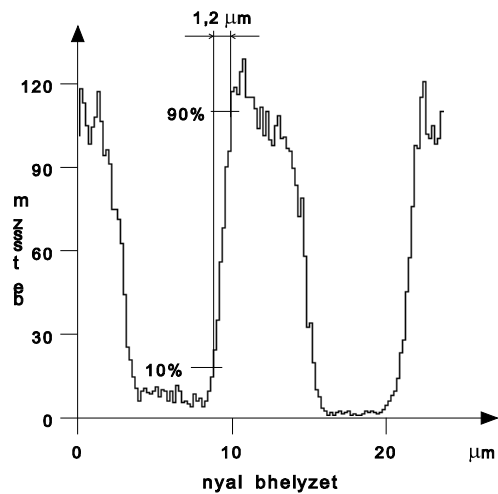
mikrorács 2000 vonal/inch vonals_r_ség_, azaz 12,7 μm rácsállandójú volt. Ennek el_nye, hogy nem szükséges az x , illetve y irányokban a nyaláb méretét külön mérésekkel meghatározni. Ez megtehet_ egyetlen lépésben a rácson való négyzetes terület pásztázásával (3.10. ábra). A rácsállandó ismeretében a pásztázás méretét újra kalibráltam. Ezzel a 3.10. ábrán látható terület $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ pásztázást jelent, míg a pásztázható maximális mintaterület $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$.



3.10. ábra Az aranyrács mikro-PIXE képe

Az ábrán látható, hogy a nyaláb a rács élein éles levágással cseng le. Ha a nyaláb mérete nagyobb lenne, mint a rács közti lyukméret, akkor természetesen nem láthatnánk a rács formát. Ezen ötlet felhasználásával tehát gyors, egyszer_, rutinszer_ nyalábellen_rzés végezhet_.

Természetesen, ha a nyaláb méretét pontosan akarom meghatározni, akkor szükséges az élre mer_leges pásztázás, amely esetben az irodalomban szokásos 10 - 90 % érték_ helyek közötti távolság; vagy a fel-, illetve lefutó él félértékszélessége lesz a nyaláb definiált mérete. A 3.11. ábrán bemutatom az utóbbi módszer szerinti pontos nyalábméret meghatározást, amely esetben a nyaláb mérete 1,2 μm -nek adódott.



A legkisebb el_állítható nyalábfolt mérete $1 \times 1 \mu\text{m}^2$. Ilyen foltméret mellett az elérhet_ nyalábáram 30-50 pA. Nagyobb áramer_ sségek a tárgyres nyitásával - ezzel a foltméret növelésével - érhet_k el.

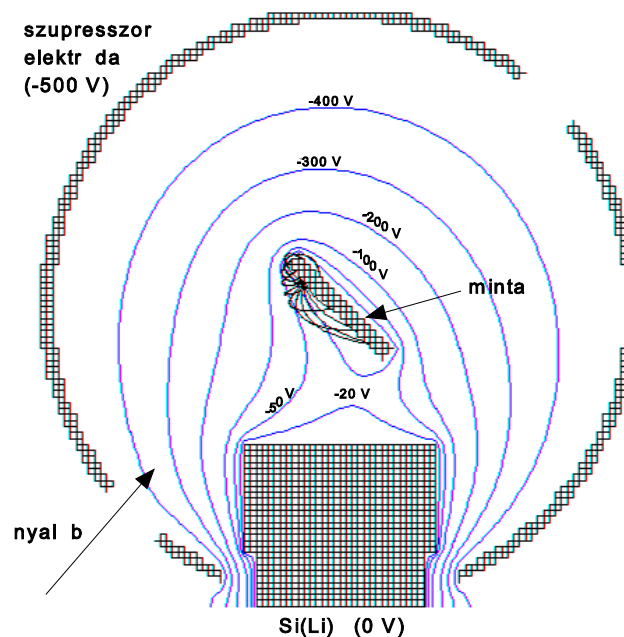
3.8. Elektrosztatikus szekunder elektron szupresszor tervezése és kivitelezése

A protonbesugárzás hatására keletkez_ szekunder elektronok mintáról való elszökése megghamisítja a mért áramer_ sséget. Ennek megakadályozása lehetséges oly módon, hogy a keletkez_ elektronokat megfelel_ elektrosztatikus tér alkalmazásával arra kényszerítjük, hogy visszatérjenek a mintára. Ilyen elektrosztatikus szupresszort terveztem a SIMION elektronoptikai programcsomag segítségével, amelyet már korábbi munkám során is használtam [Var-95].

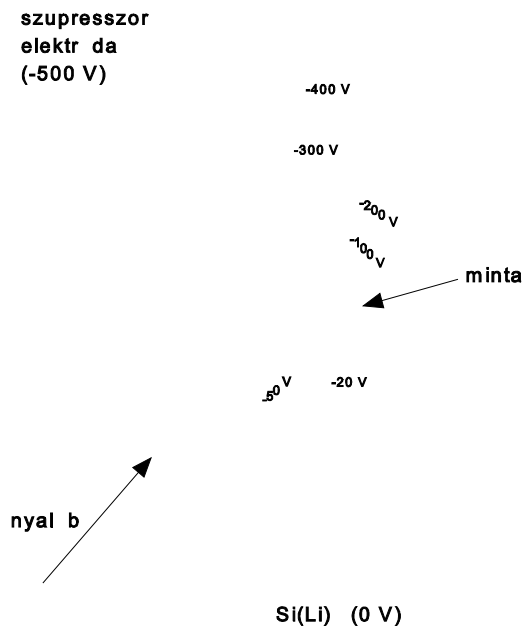
A szekunder elektronok energiája tipikusan nem több néhány száz eV-nél, ezért a szupresszoron alkalmazandó negatív feszültségnek néhány száz voltoknak kell lennie. Az általam tervezett szupresszor a mintatartót körülveve olyan elektrosztatikus teret hoz létre, amely a kilép_ elektronokat visszatérésre kényszeríti. A szupresszort a

3.11. és a 3.12. ábrákon mutatom be, ahol az elektrosztatikus ekvipotenciális görbék, illetve az elektronok pályagörbéi vannak ábrázolva. A 3.11. ábrán láthatók az egy pontból különböző irányok felé induló elektronpályák, amelyek rövid távolság megtétele után visszatérnek a mintára. Pásztázás esetében a minta különböző pontjaiból kiinduló elektronpályákkal kell számolni, az elektronok ekkor is hasonlóképpen rövid távolság után visszatérnek a mintára (3.12. ábra).

A megtervezett elektron szupresszor egy henger alakú fémlemezbe alakítottam ki megfelelő helyeken lyukakat hagyva a paláston a nyaláb, a Si(Li) detektor, valamint a minta mögött elhelyezett Faraday-kalitka számára. A szupresszor működését egy negatív feszültséget szolgáltató tápegység segítségével a 0 - 300 V feszültség tartományban teszteltem. Egy-egy szupresszor feszültségérték mellett megmértem néhány standard mintán az illető elemek f_K karakterisztikus csúcsainak



területét, azonos töltésmennyiségig végezve a gyűjtést.



A mérések eredményeit a 3.3. táblázatban foglaltam össze, ahol különböző szupresszor feszültségek, és standardok esetén megadom a mért csúcsterületeket. A szupresszor 0 V feszültség esetén nem taszítja vissza az elektronokat a mintára, ezért a több töltést mérek a valódinál, így hamarabb elérem az el_{re} meghatározott össztöltést ($q=0,005 \mu\text{C}$). Ez azt jelenti, hogy ekkor a csúcsok alatti terület kisebb lesz, mint negatív potenciálra kapcsolt szupresszor esetén.

3.3. táblázat Csúcsterületek az alkalmazott szupresszor feszültségek függvényében különböző standardok esetében

feszültség (V)	standard					
	Si	Ti	Cu	W	Au	Mo
0	61898	78423	53480	11517	6260	1267
-20	81217	118666	74485	17264	10139	1882

-40	83211	121387	73838	17606	10539	1776
-60	83227	120957	75402	17749	10166	1832
-100	83659	120818	75105	17890	10645	1798
-200	85057	120268	75373	17739	10404	1865
-300	83953	121232	75122	17951	10460	1852

A táblázat adataiból látszik, hogy már gyakorlatilag a legkisebb negatív feszültség alkalmazása is megfelelően visszavezeti a szekunder elektronokat a mintára, mert ennél nagyobb feszültségek esetén már a csúcsterület független a feszültségtől. Tehát a szupresszor tervezése és gyakorlati megvalósítása a célnak megfelelő.

3.9. A szigetelőanyagú minták mérésének megvalósítása

Elektromosan szigetelő minták esetében a minta a protonbesugárzás miatt feltöltődik, ennek kiküszöbölése céljából a rendelkezésre álló lehetőségek közül (ld. 2.3.1.4. fejezet) a hagyományos PIXE módszernél alkalmazott jól bevált módszert vezettük be [Bor-85]. Egy elektronforrást építettünk a kamrába, az izzószálból kilépő kis energiájú elektronok a minta felületére kerülnek éppen a minta pozitív töltése miatt, ahol semlegesítik azt. Így a PIXE spektrumban a szigetelőmintákéhoz hasonlóan alacsony lesz a háttér.

A grafittal való bepárologtatással a minta vezetővé tehető volna, azonban már korábban megvizsgáltuk a grafit anyagát, és az a PIXE érzékenységének szempontjából nem bizonyult elegendően tisztának. A grafitban jelenlévő szennyezőelemek lehetetlenné tennék a nyomelemek kimutatását egy ismeretlen mintában, mert nem lehetne megmondani, hogy az illető elem a mintából, vagy a grafitból származik.

A 2.3.1.4. fejezetben leírtak szerint a vastag szigetel_ minták esetében jelenti a legnagyobb gondot az áram, illetve az ösztöltés mérése. Az elektronforrást alkalmazó módszer esetén újabb problémát vet fel az RBS detektorok földelése a szigetelt kamrán belül. A probléma gondos tanulmányozása során az látszik megvalósíthatónak, hogy a kamrát a hagyományos PIXE módszerhez hasonlóan szigetelni kell, ekkor azonban csak PIXE mérés lesz lehetséges. A mintában lévő_ elemek koncentrációi a könny_ elemek kivételével meghatározhatók. Jelent_s mennyiség_ könny_ elem jelenléte esetén használni kell az RBS módszert, ekkor a kamrát kívülr_ l le kell földelni, az áram mérését pedig a "Q faktor" módszer szerint korrigálni kell [Gri-96].

3.10. Röntgen abszorbensek használata

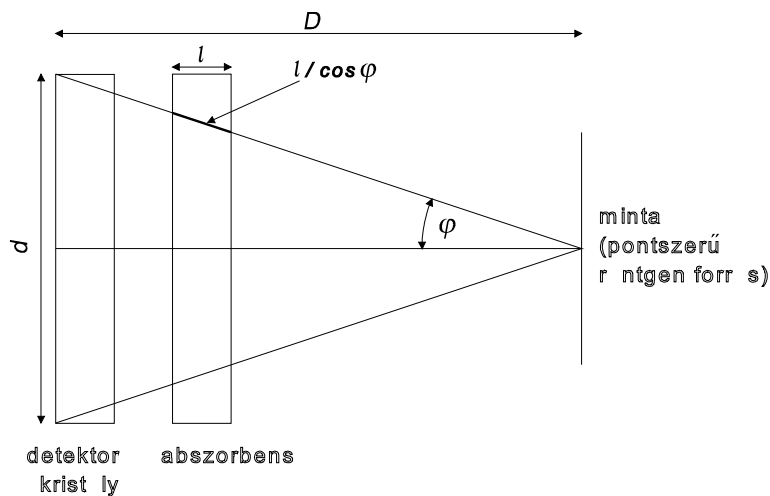
A röntgenspektroszkópiában abszorbensek használatával lehetséges a különböz_ elemekre való érzékenységet fokozni az adott elemre való alkalmas filter anyagának és vastagságának célszer_ megválasztásával. Erre akkor lehet szükség, ha ismert f_ komponens_ anyag nyomelem koncentrációját akarjuk meghatározni, de a f_ komponensek által okozott beütésszám olyan nagy, hogy a kis hozamú elemek "nem jutnak szóhoz". Ilyenkor gyakran a nagy mennyiségben jelen lévő_ könny_ elemek összeg csúcsai jelennek meg a spektrumban, esetleg elfedve azon energiatartományokat, ahol a nyomelemek megjelenése várható.

Az abszorbensek használata azon alapul, hogy a különböz_ energiájú röntgensugárzások abszorpciója különböz_, a nagyobb energiájú röntgen fotonok kevésbé abszorbeálódnak. Az abszorbens hatásának figyelembe vételét a kiértékel_ programok tartalmazzák, de természetesen a filter anyagát és vastagságát tudnunk kell. Általában alumínium abszorbens használata szokásos, ha a szilícium és kalcium a kisz_rend_ f_ komponens, és vasnál nehezebb elemek közül várhatók a nyomelemek. A filterek vastagságát meg lehet határozni direkt vastagságméréssel, illetve a tömeg pontos mérésével, a terület ismeretében. Az általam használt filterek

esetében ezeket a módszereket követtem.

A direkt vastagságmérések során több, mint 100 helyen megmértem a vastagságot, ezzel a filter vastagságának homogenitását ellenőriztem. A homogenitás elfogadható volt, a használt alumínium vastagsága 1 %-nál kisebb ingadozást mutatott. A tömeg és terület mérésekből adódó vastagság adat egyezett a direkt mérésekből származó értékkel. Így a felhasznált filter vastagsága a névleges 100 μm helyett 98,8 μm -nek adódott.

Lehetséges a vastagság mérésének ellenőrzése ismert standardon való PIXE méréssel is. Itt a filter effektív vastagsága nagyobb lehet, mint a fent említett vastagságmérésekből adódó érték a 3.14. ábrán látható geometria miatt. A röntgen fotonok a filtert a tengelytől való távolság függvényében különböző hosszúságú



pályák mentén metszik.

Az ábrán látható, hogy egy d átmérőjű Si(Li) detektor a mintától mért D távolság függvényében különböző effektív filtervastagságokat "lát". Ha a filter geometriai vastagsága l , akkor az effektív vastagsága l és l / \cos között változik. Tehát kis értékek esetén - távoli detektor - nem lesz nagy a vastagság szórása, míg

nagy_ mellett - közeli detektor - az átlagos effektív vastagság nagyobb lesz, tehát nagyobb lesz az abszorpció. Ezen hatás kimérése céljából Oxfordban végeztem méréseket. A detektort a mintától különböz_ távolságokra helyeztem el, és így vettem fel egy standard minta (Corning B glass) különböz_ röntgen vonalainak hozamát. Az effektus mért hatása azonban a PIXE mérés pontosságánál gyengébbnek adódott, ugyanis nem volt kimutatható függés a detektor távolsága és a hozamok között. Ebb_ l következik, hogy a filter vastagságát az el_z_ bekezdésben leírt két módszer szerint elegend_ meghatározni, a standard segítségével csak ellen_rzést célszer_ végezni.

4. Alkalmazások

4.1. Szferula kutatás

Szferulák alatt mikroszkopikus nagyságrend_ (általában 1 - 1000 μm átmér_j_), gömbszer_ testeket értünk. Tágabb értelemben a szferula egy összefoglaló elnevezés, amely különböz_ összetétel_, szerkezet_ és eredet_ - leginkább gömb alakú - mikroszkopikus nagyságrend_ testeket takar.

Különböz_ geológiai lel_helyekr_l származó mikroszkopikus méret_ gömb alakú vagy gömbszer_ objektumokat mintegy száz éve figyeltek meg el_ször a kutatók optikai mikroszkópok segítségével. A kis szemcséket különböz_ elnevezésekkel illették: szferulák, mikroszferulák, szferulitok, szferolitok, mikrometeoritok stb. A meteorit eredetre azonban csak feltételezéseik lehettek, ugyanis a szferulák vizsgálata a kis méret miatt meglehet_sen nehéznek bizonyult. Napjaink technológiája lehet_vé teszi a mikroszkopikus tárgyak analitikai vizsgálatát is, így megindulhatott a szferulák kutatása.

A tudományos kutatás szempontjából az extraterresztrikus szferuláknak igen nagy a jelent_ségük. A szferulák korának, eredetének, felhalmozódási szintjeinek meghatározása lehet_vé teszi a földi környezet változásainak nyomon követését. A mágnesezhet_ szferulák információt szolgáltatnak a földi mágneses pólusok átfordulásának bekövetkezéseir_l. A kutatás alapvet_en interdiszciplináris jelleg_, az együttm_ködés más tudományágakkal nélkülözhetetlen.

Bár a pásztázó proton mikroszondát egyre nagyobb mértékben alkalmazzák a geológiai kutatásokban az ásványok, k_zetek roncsolásmentes, multieleemes mikroanalízisére; az extraterresztrikus anyagok - mint a meteoritok [Baj-91] és a holdk_zetek - elemi összetételének vizsgálata az egész világon meglehet_sen új kutatási terület [Róz-95]. Ami pedig a szferulák vizsgálatát illeti, a pásztázó proton mikroszonda általunk történt alkalmazása úttör_ jelleg_, a mi korábbi

közleményeinken [Bor-95], [Raj-96b] kívül nem tudunk más munkáról. A szferulák témakörében eddig Miono végzett makro-PIXE vizsgálatokat [Mio-93], ebben az esetben nincs laterális felbontás, az egész szferulát vizsgálják.

4.1.1. A szferulák eredet szerinti csoportosítása

Az eddigi vizsgálatok a szferulák alábbi genetikai elkülönítését tették lehet_vé:

I. Impakt szferulák; nagy, kráterképz_ meteoritok becsapódásakor létrejött olvadékcseppek, amelyek akár az egész légkörben is szétszóródhatnak. Ezek az úgynevezett "mikrotektitek", amelyek 0,1 - 0,3 mm átmér_j_ gömb, vagy kissé torzult gömb alakúak.

II. A magaslégkörben felrobbanó meteoritok olvadt cseppjei ("Meteorid-szferulák"). Ezek állandóan érik, és a földtörténeti múltban is érték a Föld felszínét. Méretük 50 - 500 μm , nagy többségükben szabályos gömbök. A meteorid-szferulákon belül három altípust különböztetünk meg, amelyek megfelelnek a meteoritok három altípusának: *a*, mágneses vas-szferulák; *b*, mágneses vas-k_ szferulák; *c*, k_-szferulák.

III. Intersztelláris szferulák. Igen apró, 1 - 30 μm átmér_j_, szabályos gömb alakú, többnyire mágneses gömböcskék. Az intersztelláris ködök részecskéi, amelyek elégsz nélkül képesek "beszítani" a Föld légkörébe. Ezen típus felfedezése geológiai képz_dményekben 1994/95-ben magyar (MÁFI) és japán (Osaka City University) kutatóknak köszönhet_. Kozmológiai jelent_ségük rendkívül nagy, mivel információt szolgáltathatnak a földtörténeti múltban a Naprendszernek a galaxisunkon belüli mozgásáról, helyzetér_l, a Földet ért csillagközi hatásokról, például a galaxisunkon belül történt szupernova robbanásokról, stb.

IV. Földi eredet_ szferulák, amelyek a vizsgálatok során "háttérzajként" szerepelnek. Ezen belül is altípusokat lehet megkülönböztetni: *a*, vulkanikus eredet_; *b*, diagenetikus eredet_; *c*, biogén eredet_; *d*, ipari eredet_ szferulák. A legnagyobb részük nagy valószínű_séggel ipari eredet_, bizonyos elemek - réz, cink, vanádium, wolfram, titán - nagyarányú tartalma miatt. Feltételezhet_, hogy ezek között a

légkörben elégett _reszközök olvadékcseppjei is megtalálhatók.

A meteorid-szferulák összetételük szerint három f_ típusba sorolhatók, amelyek jellemz_i a 4.1. táblázatban láthatók.

4.1. táblázat A különböz_ típusú szferulák általános jellemz_i

szferula típus	vas	szilikát	vas-szilikát
méret	100-200 μm	500-1000 μm	1-1000 μm
alak	csepp, gömb, iker-gömb	gömb, vese, csepp, súlyzó, korong	gömb, csepp
szín	fekete, barna	színtelen, fekete borostyán, piros, zöld, barna,	fekete, barna
elemi összetétel	Fe 70-99% Ni 0-5% Co 0-0,3% Cr 0-0,2% Mn 0,5-1%	Si 20-60% Ca 2-80% Al 1-30% Mg 0-3%	kéreg: Fe 40-50% Ni 0-0,3% Cr 0-0,2% mag: Al 10-20% Si 15-25% Ca 10-20% Mg 1-2%
mágnesezhet_ sé g	nagyfokú	csak a magnetit szemcsét tartalmazók	kismérték_

A szferula kutatás menete a mintavétellel kezd_dik. Ezt geológus kutatók végzik terepi mintagy_ítés formájában. Itt lényeges szempont a mintavételi hely minél pontosabb meghatározása, az adott réteg keletkezésének földtörténeti korát is

beleértve.

Laza, üledékes k_zet esetén a szferulák egyszer_ iszapolással nyerhet_k ki a begy_jtött anyagból. Az Antarktisz jegébe beágyazódott szferulák kiolvasztással minden további preparálás nélkül azonnal vizsgálható formában kaphatók meg.

Összeálló vagy kompakt k_zetek esetén a begy_jtött k_zetanyagot apró darabokra törik, majd kémiai feltárással (sósavoldatban) maratják. A keletkezett masszát különböz_ átmér_j_ sz_r_kön átválogatják. A száradás után az egyedi szemcsék válogatása optikai mikroszkóp alatt történik.

Az optikai mikroszkópos vizsgálat során szerezhethet_ információ a szferulák morfológiájára vonatkozóan, amely segítségével a szferulák csoportosíthatók színük, méretük és alakjuk szerint.

4.1.2. A szferulák analitikai vizsgálata

A szferulák analitikájában különböz_ módszerek alkalmazhatók (ld. 4.2. táblázat). Az optikai mikroszkópos megfigyelés után a jobb felbontás érdekében szokásos a pásztázó elektronmikroszkóp használata. Itt a szekunder elektronok (SE), vagy a visszaszórt elektronok (BSE) igen nagy felbontású (1 - 10 nm) képek készítésére használhatók fel. Így a szferulák morfológiája jól tanulmányozható, azonban ekkor még nem kapunk információt a minta elemi összetételéről. A röntgendetektorral felszerelt elektronmikroszkóppal az EPMA módszer alkalmazható, amely által szolgáltatott röntgen információ elemi koncentrációkat ad meg a mintára vonatkozólag, bár ennek laterális felbontása már a mikrométer nagyságrendjébe esik. Ugyanis - ahogyan arról már a 2.1. fejezetben írtam - a gerjeszt_ elektron nyaláb a mintában nagyon er_s szóródást szenved, így a röntgensugárzás a mintában nagyobb térfogatban keletkezik. A módszer érzékenysége néhány tized tömegszázalék.

Másik alkalmazható analitikai módszer a lézer ionizációs tömegspektrometria (Laser Ionization Mass Spectrometry, LIMS). Ezen módszer lényege, hogy kis

átmér_j_ impulzusüzem_ lézer nyalábbal a minta felületét bombázzák az így elporlasztott anyagot tömegspektrométerbe vezetik, amely a mintából származó atomokat tömegük szerint szétválogatja. A módszer természetéb_l adódóan roncsolásos technika, de nagy érzékenységgel rendelkezik. Továbbá az izotópok elkülönítésére is alkalmas.

Harmadik módszerként a neutronaktivációs analízis (Neutron Activation Analysis, NAA) játszik szerepet. Ennek igen nagy az érzékenysége, roncsolásmentes és izotóp elkülönítésre is felhasználható. Azonban nem rendelkezik laterális felbontással, alapvet_en térfogati analitikai módszer, amellyel a szferulák esetében az a nehézség merül fel, hogy hogyan lehet a szferulát a nyaláb útjába helyezni úgy, hogy ne gerjeszt_djön a mintatartó.

A szferula kutatásban használt analitikai módszerek közül els_ként az EPMA alkalmazása szokásos, mert ezzel a minta f_összetev_i meghatározhatók, és az elektronmikroszkópban a minta morfológiája nagy felbontás segítségével megfigyelhet_. A mikro-PIXE vizsgálatok az EPMA után következnek, mert ekkor már csak azon mintákat kell megvizsgálni, amelyekr_l az EPMA nem szolgáltatott elegend_ információt a szferula eredetének meghatározásához.

A mikro-PIXE vizsgálatok célja a fenti módszerekkel elvégzett megfigyelések eredményeinek kib_vítése a mikro-PIXE által biztosított lehet_ségek kihasználásával. Ezen vizsgálatokra azon esetekben van tehát szükség, amikor a korábbi vizsgálatok segítségével nem dönthet_el egyértelm_en az adott szferula eredete, a mikro-PIXE módszerrel meghatározott nyomelem összetétel ilyenkor erre lehet_séget biztosít.

4.2. Táblázat A szferulák kutatásában alkalmazott különböz_ analitikai módszerek.

	EPMA	NAA	LIMS	mikro-PIXE
roncsolásmentes	+	+	-	+
izotóppérezékeny	-	+	+	-

laterális felbontás	~1 μm	–	~40 μm	~1 μm
elemi érzékenység	~0.1 %	~1 ppm	~1 ppm	~1 ppm

4.1.3. Szferulák vizsgálata a pásztázó proton mikroszondával

Az általunk üzembe helyezett pásztázó proton mikroszonda első alkalmazását Dr. Ször Gyula (KLTE, Ásvány és Földtani Tsz.; OTKA T1742 számú) és Dr. Detre Csaba (Magyar Állami Földtani Intézet; OTKA T014958 számú, International Geological Correlation Programme, Nemzetközi Geológiai Korrelációs Program, IGCP 384. számú és Magyar kutatói Iroda MÜI/TP/15/1995. számú pályázatok keretében) felkérésére végeztük a szferula kutatási témában.

4.1.3.1. Mintatartó tervezése

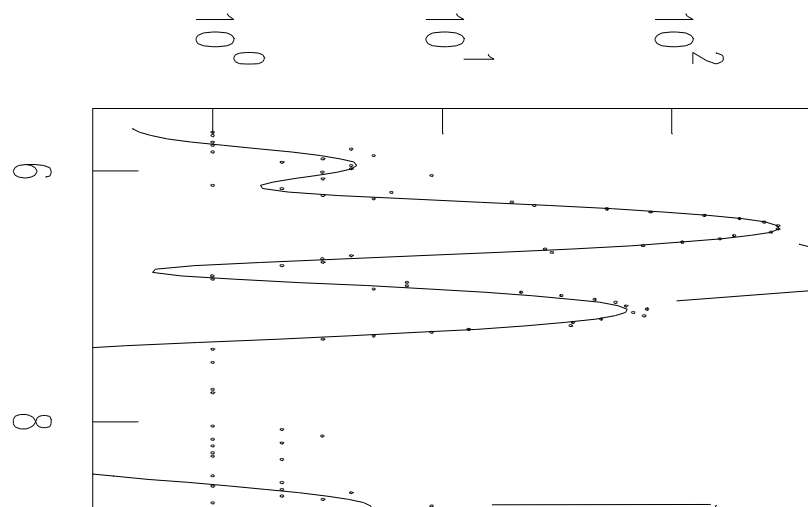
A mintatartónak olyannak kell lennie, hogy az adott szferula biztonságosan rögzíthető legyen, és a nyaláb valamint a Si(Li) detektor irányából ne takarja semmilyen réteg. Erre legalkalmasabb módszer egy öntapadó tulajdonságú hátlap használata. A hátlap mérete elég nagy legyen a könnyű kezelhetőség miatt, de elég kicsi ahhoz, hogy beférjen az XYZ mintamanipulátor tombakján keresztül a kamrába. Továbbá azt is biztosítani kell, hogy a nyaláb fókuszálására használt kvarc, valamint a nyalábméret ellenőrzésére szolgáló arany mikrorács síkjába kerüljön a vizsgálandó szferula a mérés idején. Az általam tervezett és kivitelezett mintatartó mindezen követelményeket teljesíti, a szferulák mikro-PIXE analitikai vizsgálatára alkalmas.

4.1.3.2. Szigetelő anyagú minták mérése

Szigetelő anyagú minta esetében az EPMA analízis csak a minta felületének

valamilyen vezet_ réteggel való bevonása után lehetséges. Ez általában grafit vagy arany párologtatásával történik. Sajnos a grafit nem elegend_ en tiszta a mikro-PIXE módszer szempontjából: a módszer jobb érzékenysége miatt már kimutatja a grafitban jelenlév_ szennyez_ déseket [Bor-85].

Aranyréteg használata esetén olyan vékony rétegben párologtatnak aranyat a minta felületére, hogy az az EPMA módszer érzékenysége alatt maradjon, így az analízist nem zavarja. A mikro-PIXE esetében ugyanezen mintán a felvitt aranyréteg már kimutatható, tehát megjelennek a spektrumban az aranyra jellemz_ karakterisztikus röntgenvonalak. Az Au L vonalai átfedik a $30 \leq Z \leq 37$ rendszám tartományba es_ elemek K vonalait, és a $75 \leq Z \leq 91$ rendszámú elemek L vonalait. Így ezen elemek nyomokban jelenlév_ mennyisége nem mutatható ki. A 4.1. ábrán látható, hogy a minta felületére felvitt aranyréteg L_I és L_α vonalai átfednek a mintában jelenlév_ cink K_α és K_β vonalaival. A spektrum kiértékelésekor ennek



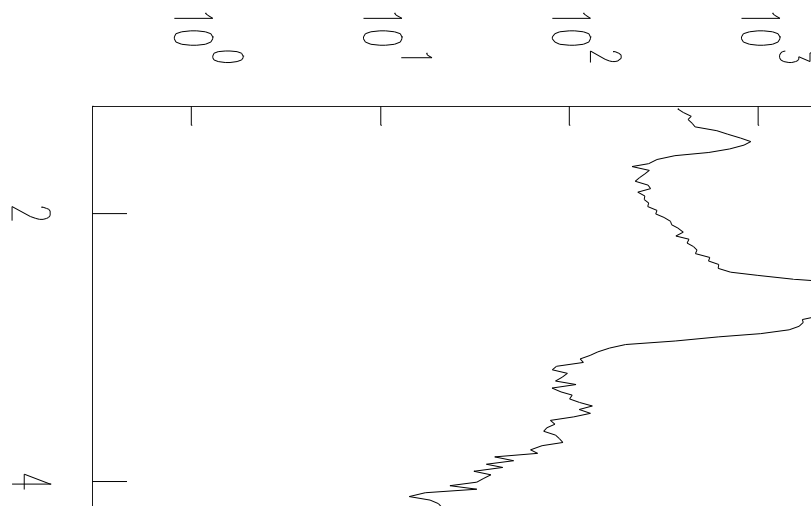
figyelembe vételére lehet_ ség van,

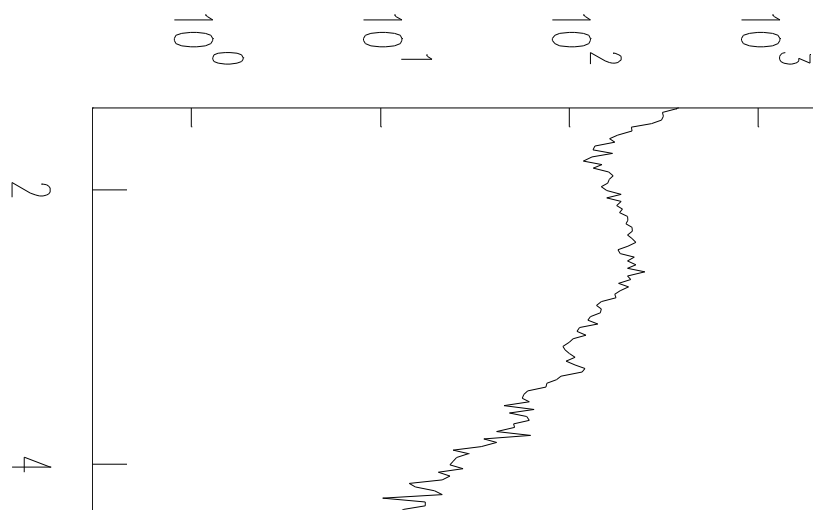
de a cinkre vonatkozó minimális detektálható koncentráció nagyobb lesz, azaz romlik a módszer érzékenysége. Tehát el_ nyösebb, ha a mikro-PIXE vizsgálatokhoz nem

használunk arany párologtatást.

Kétféle eljárással kísérleteztünk annak elkerülésére, hogy a szilikát alapanyagú, tehát elektromosan szigetel_ mintákat ne aranyréteg rápárolgatásával tegyük vezet_vé. A kézenfekv_ eljárás: a minta felületének különleges, csak könny_ elemeket tartalmazó filmmel való befújása. E célból egy TAAB márkanév_ spray-t használtunk. A 4.2. ábrán bemutatunk egy csupán könny_ elemeket tartalmazó szigetel_ anyag - a teflon - elektromosan vezet_ lakkal befújtt felületér_l felvett röntgenspektrumot. Ezen a mintán csúcsoknak nem szabad jelentkezniük, mivel a Na-nál könnyebb elemek karakterisztikus röntgensugarait a detektor ablaka elnyeli. A folytonos sugárzásból adódó háttér nem emelkedett meg, tehát a lakk jó vezet_ tulajdonságú, de jelent_s Al, Cl és Fe szennyez_ések jelentkeznek. Tehát az általam vizsgált lakk mikroanalitikai szempontból nem elég tiszta.

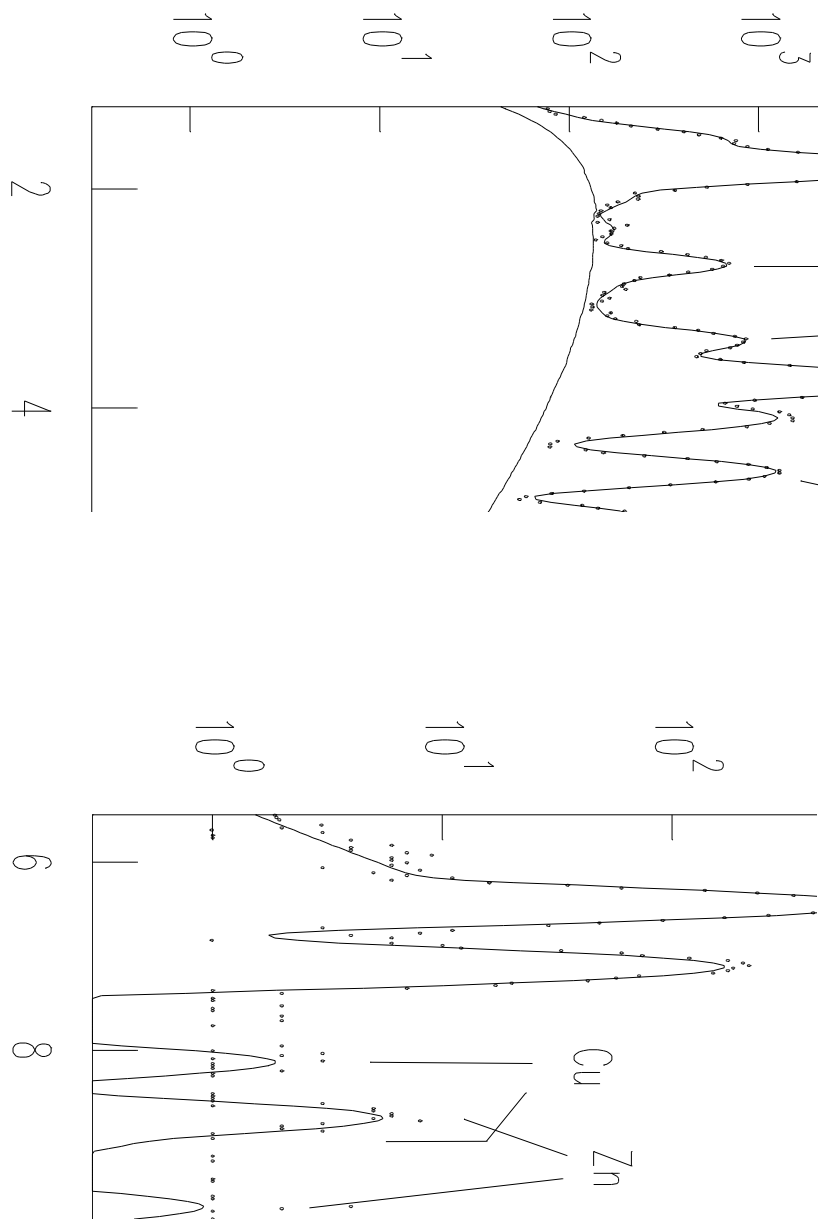
A másik lehet_ség a makro-PIXE módszernél általunk már korábban is alkalmazott [Bor-85] izzószálas töltésemlegesít_ beépítése. Ez utóbbi azonban a mér_kamrában szükségessé tette az izzószál beépítését, amelyet alkalmazva az el_z_höz hasonló (de spray nélküli) teflon mintán felvett röntgenspektrumról látható, hogy a minta nem tölt_dik, és szennyez_ csúcsok sem jelentkeznek (4.3. ábra).





4.1.3.3. Röntgen abszorbensek használata

A röntgensugárzás detektálásakor a 2.9. fejezetben leírtak szerinti technikát alkalmaztam, abszorbenseket helyeztem el a minta és a detektor közé. Ennek eredményeképpen a nehéz nyomelemekre vonatkozólag javult a módszer érzékenysége, ami a 4.4. és a 4.5. ábrák összehasonlításával is látható.



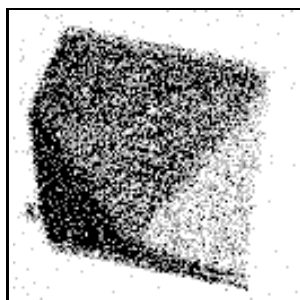
A 4.4. ábrán egy szferula (18K/1. számú minta) spektruma látható Al filter használata nélkül, a 4.5. ábrán pedig ugyanezen szferula spektruma 100 μm vastagságú Al filter használatával. Megfigyelhet_, hogy az Al abszorbens nélküli spektrumban er_s összegcsúcsok jelennek meg ("pile-up"). Ezek elt_nnek a vastag

abszorbens használatával, és a nehezebb elemek kimutathatókká válnak (pl. ezen spektrumok esetében: Cu, Zn, Sr).

Az abszorbensek cseréjét meg kellett oldani a kamra vákuumának megbontása nélkül. Erre több okból kifolyólag is szükség volt. Első sorban biztosítani kellett, hogy a mérés az abszorbens alkalmazásával pontosan ugyanazon a helyen történjen, mint anélkül. Továbbá nagy számú minta analízisére kellett felkészülni. A kamra gyakori fellevegése ezt erősen hátráltatta volna.

4.1.3.4. A vizsgálandó minta kiválasztásával kapcsolatos tapasztalatok

A 4.6. ábra egy "oktaéderes" szferula Si térképe (11K/1 minta). Az ábrán jól látható, hogy a minta különböző irányú sík lapokkal határolt test. Ennek megjelenése a röntgen térképen annak köszönhető, hogy a nyaláb a minta síkjával különböző szögeket zár be az egyes lapok esetében, ezért a behatoló nyaláb energiavesztése és a keletkező röntgensugárzás abszorpciója az egyes lapokon különböző. Ezért tehát gömb alakú minták esetében ügyelni kell arra, hogy a spektrumot mindig a minta közepéről gyűjtsük, így elkerülve a felület szögétől függő különböző abszorpciók hatásait okozott hamis eredményeket.



4.6. ábra A 11K/1 jelzésű minta Si térképe. A pásztázás mérete: 500 μm .

Felvetődhet az a kétség, hogy a mikroszondával milyen biztonsággal tudjuk kiválasztani a vizsgálandó mintát. Ennek demonstrálására mutatom be az alábbi ábrákat.

A 4.7.a. és 4.7.b. ábrákon egy csepp alakú szferula Fe térképe látható. A pásztázás mérete 1000 μm , illetve 250 μm . Az a. ábrán elhelyezkedő szferulák egymáshoz viszonyított relatív helyzetét és a szferulák alakját a területre készült elektronmikroszkópos fényképpel összehasonlítva a vizsgálni kívánt szferula azonosítható.



4.7. ábra Csepp alakú szferula Fe elem térképe különböző nagyítások mellett

A 4.8.a. és 4.8.b. ábrákon egy dupla-csepp alakú szferula látszik. Az ábrákon a mintáról készült Ca térkép látható 2500 μm , illetve 500 μm pásztázási méret esetén. Ilyen módon a minta analizálandó részeit az optikai mikroszkópoknál megszokott zoom technikához hasonlóan választhatom ki. Az a. ábrán megjelöltem a b. ábrán látható kinagyított területet.



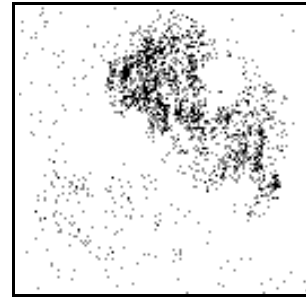
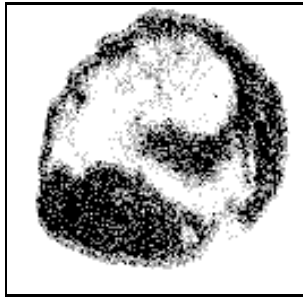
4.8. ábra Dupla-csepp alakú szferula Ca térképe különböző nagyítások mellett

Mindezekből azt a következtetést vonhatjuk le, hogy a pásztázó proton mikroszkóp felhasználásával egyértelmű a minta kiválasztása, a pásztázás méretének folytonos változtatását kihasználva.

4.1.3.5. Inhomogén minták vizsgálata

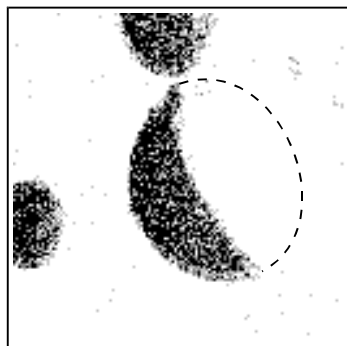
Az alábbi ábrákon bemutatom, hogy inhomogén minták esetén hogyan képes a mikroszkóp egy előre kijelölt analizálandó területre kijelteni a spektrumot. Így például a 4.9.b. ábrán a szilíciumban gazdag területre kijeltem a PIXE spektrumot. A később bemutatandó 4.3. táblázatban ezen minta szilíciumban gazdag belső magjának PIXE eredménye 3K/2i néven, a külső vasköpeny pedig 3K/2o néven szerepel.

A 4.9.a. és 4.9.b. ábrákon a 3K/2 számú szferula Fe, illetve Si térképe látható. A minta optikai mikroszkópos megfigyelése mutatta, hogy a szferula törött, tehát célszerű volt megvizsgálni a külső réteg, és a mag anyagát. Az ábrákról látszik, hogy a törött minta külső burka vastartalmú, míg a belső magjára a szilícium jellemző.

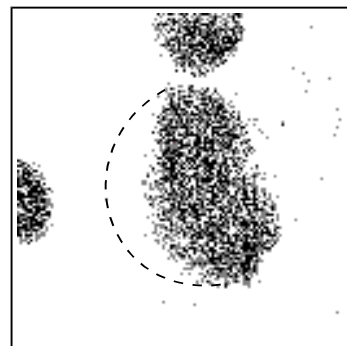


4.9. ábra A 3K/2 számú minta Fe, illetve Si térképe. (Pásztázás: 1250 μm .)

A 4.10.a. ábrán egy szferula csoport Ti térképe figyelhet_ meg (871B). A jelen lév_ kisebb szferulák (871B/2, 871B/3) között egy nagyobb darab törött szferula helyezkedik el (871B/1). Ennek a küls_ felületét "látja" a 135°-ban elhelyezett Si(Li) detektor. Ahhoz, hogy a törött szferula másik oldalát is tanulmányozhassuk, meg kellett fordítani a mintát 180°-kal, így a detektor számára most éppen a törött felületet látszik (4.10.b. ábra). A küls_ felületre vonatkozó elemösszetétel a 4.3. táblázatban 871B/1o, a bels_ mag összetétele pedig ugyanott 871B/1i jelzéssel szerepel.



a.

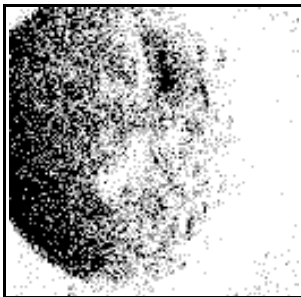


b.

4.10. ábra Szferula csoport Ti térképe. Az a. és b. jel_ ábrák a minta 180°-os elfordításával készültek. A két kisebb szferula gömbszer_, ezért mindkét ábrán

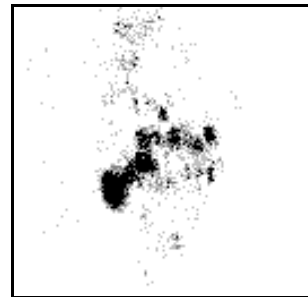
hasonló alakúnak látszik. A nagy szferula törött, így az *a.* ábrán a külső felülete látható, a *b.* ábrán pedig a törött belső felület. A pásztázás mérete 2000 µm.

A 4.11. ábrán egy olyan szferula tanulmányozható (H6 jelzésű minta), amelyen a különböző elemek eloszlása nagymértékben inhomogén. Látható, hogy a réz és a cink együtt szerepelnek, ami a mintán jellemző tájékozódási pontot jelöl ki az analízis számára. A minta vizsgálata során meghatároztam a rézben és cinkben gazdag (H6a), illetve szegény területre (H6b) jellemző elemi koncentrációkat (ld. 4.2. táblázat).

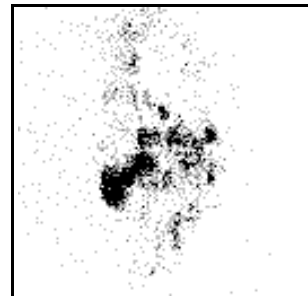


4.11. ábra Egy szferulában lévő különböző elemekről készült elem térképek

4.1.3.6. Az elemi koncentráció meghatározások eredményei



A következő oldalakon található 4.3., 4.4. és 4.5. táblázatok a szferulák méréseinek eredményeit tartalmazzák. A táblázatokban szereplő szám adatok tömegszázalékot jelentenek, az értékek hibája a közölt számjegyek utolsó tizedes jegyének nagyságrendjébe esik. A táblázatok oszlopaiban szerepelnek az egyes minták, a sorokban pedig a különböző elemek.



4.3. Táblázat A szferulák elemösszetétele, mikro-PIXE eredmények (MÁFI mintái)
(A számok tömeg %-ot jelentenek, a hiba az értékek utolsó tizedes jegyében van.)

	1F/1	1F/2	1F/3	1F/4	1F/5	1F/6	3K/1	3K/2o	3K/2i	3K/3
Al	--	--	--	--	0.47	0.20	--	--	--	--
Si	0.10	0.72	0.238	0.17	1.14	0.56	0.30	1.67	25.1	2.35
P	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
S	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Cl	--	--	0.052	--	--	--	0.095	--	--	0.10
K	--	0.170	0.102	0.072	0.233	0.060	0.058	0.23	8.9	0.20
Ca	0.067	0.553	0.064	0.037	0.123	0.053	--	0.68	5.56	0.45
Sc	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ti	--	0.049	--	0.037	--	--	--	--	0.27	0.050
V	0.039	0.044	--	--	--	--	--	0.063	0.28	0.060
Cr	0.37	--	0.256	0.14	0.340	0.190	0.217	0.17	--	0.250
Mn	0.96	0.52	0.65	1.07	0.52	0.73	0.67	--	1.1	0.45
Fe	97.3	96.6	97.5	97.6	96.9	98.0	98.0	93.7	31.0	94.9
Cu	0.17	0.16	--	--	--	0.21	0.091	0.29	--	0.37
Zn	--	--	--	--	--	--	--	--	13.0	--

Br	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Au	1.0	1.16	1.12	0.84	0.32	--	0.52	3.18	11.3	0.8

4.3. táblázat (folytatás)

	3K/4	10K/1	10K/2	10K/3	11K/1	11K/2	11K/3	12K/1	12K/1s	12K/2c
Al	--	3.2	2.5	--	3.2	--	--	0.50	--	--
Si	0.47	24.0	17.8	14.3	37.7	--	0.18	18.5	13.5	9.56
P	--	--	--	--	--	0.15	0.20	0.0029	--	0.22
S	--	--	1.7	--	--	--	--	0.0098	12.0	0.13
Cl	0.086	--	--	--	--	--	--	0.015	2.45	0.24
K	0.058	4.5	3.5	7.0	2.5	--	0.05	3.71	6.35	9.1
Ca	--	16.9	20.24	25.4	1.7	--	0.29	6.01	8.9	11.64
Sc	--	--	--	--	--	--	--	0.15	--	0.22
Ti	--	1.3	1.05	1.8	0.40	--	4.65	1.81	1.32	2.49
V	--	--	0.12	--	--	0.044	--	0.44	--	0.27
Cr	0.252	--	--	0.25	--	0.40	0.21	--	0.55	--
Mn	1.02	0.20	0.28	0.7	--	0.74	0.73	0.76	--	0.90
Fe	97.6	11.6	11.5	20.6	0.33	98.2	93.2	41.3	13.3	39.9
Cu	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zn	--	--	0.12	0.11	--	--	--	0.43	1.9	4.5

Br	--	--	--	--	--	--	--	--	7.4	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	--	0.62	--	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Au	0.53	0.6	0.8	1.27	8.3	0.50	0.44	2.1	--	3.4

4.3. táblázat (folytatás)

	12K/2t	12K/2e t	15K/1	15K/2	18K/1	18K/2	18K/3	18K/41	18K/42	18K/5
Al	--	--	0.287	0.716	1.14	0.308	--	0.344	--	0.289
Si	6.66	4.78	3.39	1.02	16.2	4.32	4.05	8.03	10.3	15.1
P	0.359	0.371	5.91	12.9	0.0027 3	--	--	--	--	--
S	0.182	0.284	0.279	--	0.0052 1	0.096	--	--	--	--
Cl	0.148	0.147	--	--	0.161	1.08	1.52	0.762	0.114	0.0483
K	9.44	9.75	1.66	--	0.546	1.81	1.27	0.99	0.893	1.03
Ca	13.3	17.5	51	49.3	12.3	26.8	26.2	19.5	23	17.3
Sc	0.248	--	--	--	0.141	0.208	--	0.287	0.149	0.214
Ti	2.64	4.2	0.101	--	2.07	4.32	5.03	3.88	2.51	1.92
V	0.289	0.343	--	--	0.29	0.255	0.271	0.363	0.265	0.236
Cr	--	--	--	--	0.161	0.13	--	0.118	0.086	0.094
Mn	0.952	0.656	--	--	0.665	1.02	0.766	0.746	0.609	0.753
Fe	40.2	49.4	2.16	2.18	42	43.9	45.7	47.7	40.6	38.8
Cu	--	--	--	--	0.0611	--	--	0.184	0.252	0.531

Zn	8.16	3.56	--	3.72	0.205	--	--	0.181	--	--
Br	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Sr	--	--	--	--	0.597	--	--	--	--	--
Y	--	--	4.01	2.82	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	--	1.24	--	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	1.71	--	--	--	--	--	--
Au	2.82	--	--	--	--	--	--	--	--	--

4.3. táblázat (folytatás)

	18K/6	576	871B/1 o	871B/1i	871B/2	871B/3	BGR
Al	0.298	0.731	1.19	--	0.868	--	--
Si	14.4	4.24	5.75	1.92	2.87	0.905	0.804
P	--	0.311	0.156	--	--	0.155	--
S	--	0.231	0.0596	--	--	0.0908	--
Cl	0.246	0.221	--	--	--	0.0919	32.7
K	0.988	0.324	0.682	1.62	1.05	0.564	0.211
Ca	16.6	0.192	8.99	8.83	4.03	8.12	0.609
Sc	--	--	--	--	--	--	--
Ti	2.18	0.0499	39.3	39.5	48.4	41.9	0.248
V	0.298	0.0307	0.817	0.885	1.09	0.981	0.0517
Cr	0.204	0.111	--	--	--	--	0.0754
Mn	0.802	0.715	9.59	13.9	8.76	11.5	--
Fe	40.2	87.5	21.2	26.8	27.4	30.7	0.329
Cu	0.547	0.064	--	--	--	--	0.316
Zn	0.104	--	--	--	--	--	61.4

Br	--	--	--	--	--	--	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	0.37	0.453	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--
Au	--	0.469	1.61	0.261	0.595	1.74	3.26

4.4. Táblázat A szferulák elemösszetétele, a mikro-PIXE eredményeket az el_zetes mérések_I származó EPMA adatokkal összehasonlítva adom meg (KLTE, Ásvány- és Földtani Tsz. mintái: Nagylózs-1. fúrás)

	V/b		VII		IX	IX/1	IX/2
	EPMA	μ-PIXE	EPMA	μ-PIXE	EPMA	μ-PIXE	μ-PIXE
Na	0.535		0.503		0.440		
Mg	6.244		7.057		6.491		
Al	7.828		8.357		7.796		
Si	29.13 3	37.376	31.15 3	35.236	29.52 6	43.346	40.192
P		3.374				4.100	3.531
S	0.959	0.679	1.383	2.275	1.262	1.235	1.087
Cl		0.245		0.462		0.412	0.321
K	1.469	1.284	1.232	1.015	1.397	1.458	1.406
Ca	51.16 5	51.165	48.08 5	48.085	50.46 5	50.465	50.465
Sc		0.893				0.766	0.984
Ti	0.385	0.331	0.362	0.386	0.380	0.521	0.429

Cr		0.097				0.147	0.089
Mn	0.933	1.181	0.877	1.116	0.920	1.110	1.154
Fe	0.588	0.819	0.345	0.497	0.471	0.589	0.623
Ni		0.179				0.197	0.165
Nb		3.801		2.106		4.160	3.869
Zr				2.622			
Ba	0.717	0.731	0.702	0.239	0.677	0.743	0.871

4.5. Táblázat Mágneses szferulák összetétele (KLTE Ásvány- és Földtani Tsz.)

	G-1		G-13		G-2	
	EPMA	μ -PIXE	EPMA	μ -PIXE	EPMA	μ -PIXE
Mg			2.76		3.30	
Al	5.49		19.51		31.46	
Si	2.08	1.169	34.86	3.853	31.49	9.670
P				0.504	1.96	1.890
S		0.193	0.65	0.098	1.17	0.180
Cl	0.08	0.345	0.32	0.119	0.62	0.355
K		0.085	0.45	0.205	0.21	0.190
Ca	0.09	0.071	14.97	5.689	6.47	8.967
Sc						0.081
Ti			0.39	0.124	0.83	0.382
Cr	0.12	0.070				
Mn	0.63	0.405	0.04	0.057		
Fe	91.34	91.340	25.72	25.720	22.70	22.700
Ni		0.540				0.129
Cu		0.113		0.038		0.054

Zn					0.05	0.035
As					0.43	0.045
Sr						0.170
Zr		0.529				
Nb		0.110		1.059		3.174
Ag	0.16	0.599	0.24	0.246	0.12	0.403
Ba		0.076				

4.5. táblázat (folytatás)

	G-4		GY-1		GY-2	
	EPMA	μ -PIXE	EPMA	μ -PIXE	EPMA	μ -PIXE
Al	4.49		3.29		3.29	
Si	1.40	1.276	6.15	3.314	6.15	0.545
P		0.328		0.557		0.473
S		0.236		0.148		0.176
Cl	0.11	0.293	0.33	0.348	0.33	0.275
K		0.099		0.034		0.029
Ca	0.41	0.492	0.31	0.116	0.31	0.046
Ti	7.93	6.027				

Cr	0.01	0.064	0.11	0.176		
Mn	1.14	1.245	1.03	1.682		
Fe	84.30	84.300	88.37	88.370	88.37	88.370
Cu				0.117		0.096
Nb		0.427		1.103		0.293
Pd		0.231				
Ag	0.20	0.657	0.40	0.938	0.40	0.670
Cd				0.145		
Ba		2.693				0.064
Hf				1.340		4.221

4.1.4. Következtetések

A szferula kutatási programban 65 darab minta elemösszetételét vizsgáltam meg, mintegy 20 esetben elvégeztem a szferulák különböző részeinek analízisét is. Azon vizsgálatok eredményei (4.3. táblázat 18K jel_ mintatartón elhelyezett minták: 18K/1, 18K/2, stb.), amely minták elzetesen nem voltak alávetve az EPMA módszernek mutatják, hogy az arannyal való bepárolgatás a mikro-PIXE késbbi alkalmazásának lehetőségét er_sen korlátozza, ugyanis csökkenti a módszer érzékenységét.

A Nagylózs-1. számú, Gy_r-Zámoly és Gönyü mélyfúrásokból származó 22 darab szferula mikro-PIXE analízisét végeztem el, amelyek többsége az üvegszer_, kisebb hányaduk pedig a vastartalmú szferulák csoportjába tartozott. Az üvegszer_ szferulák analíziséb_l megállapítható, hogy nem sorolhatók a mikrotektitek közé, azoknál jóval gazdagabbak szilíciumban. Az extraterresztrikus kalciumban gazdag formációk és holdk_zetek elemi összetétele nagymértékben hasonlít az általam meghatározott összetételre. A mágneses szferulák analízise alapján a következ_genetikai típusok jelenléte volt meghatározható: meteoritpor, impaktit, vulkáni eredet.

A fels_petényi mélyfúrásból, a Fekete-Körös vidéki torlatokból, valamint a kabai meteorit becsapódás környékér_l származó szferulák (43 darab) esetében azt a tényt állapítottuk meg, miszerint a különböző_genetikájú és méret_ szferulák szinte kivétel nélkül tartalmaztak rezet vagy cinket, illetve mindkett_t. A szételegyedett anyagú szferulák esetében a cink a vastartalmú köpenyhez köt_dik, míg a réz megmarad a szilikát környezetben (ld. 4.3. táblázat 3K/2o és 3K/2i oszlopában, valamint a 4.9. ábrán). A szferulák vizsgálata során kapott koncentráció adatok további értelmezése geológus kutatók feladata.

A 4.3., 4.4. és a 4.5. táblázatokban összefoglalt adatok további elemzése és a geológiai következtetések levonása túlmutat értekezésem keretein. A szferulák vizsgálata során megmutattuk, hogy ebben a - nemzetközileg is támogatott - jelent_s kutatási témában a pásztázó proton mikroszonda sikeresen alkalmazható. Más

területek mellett a szferulák analitikájában is az EPMA módszer hasznos kiegészít_je lehet, bizonyos esetekben pedig használata nélkülözhetetlen. Az együttm_köd_intézmények geológus kutatóinak közrem_ködésével a közös munka eredményeit számos publikációban tettük közzé [Bor-95], [Raj-96b], [Raj-96c].

4.2. Aeroszol kutatás

A aeroszlok helyi és id_beli eloszlásának, elemi összetételének, méret szerinti eloszlásának és mikroszkopikus képének rendszeres vizsgálata fontos kutatási terület napjainkban. Ennek oka, hogy az atmoszférikus aeroszol részecskék a légkörben lejátszódó fizikai és kémiai folyamatokban jelent_s szerepet játszanak, befolyásolják a környezetünket helyi regionális és globális skálákon egyaránt.

Atmoszférikus aeroszloknak nevezzük a légkörben oldott szilárd vagy folyékony anyagokat. Azért használjuk itt az *oldott* szót, mert a leveg_ s_r_sége mintegy ezredrésze a kérdéses folyadék vagy szilárd szemcsék s_r_ségének [Cah-95]. Ebb_l kifolyólag az aeroszlok nincsenek hosszú ideig jelen a légkörben, ugyanis a gravitáció hatására leülepednek, a nagyobb szemcsék hamarabb kihullanak a légkörb_l. Az aeroszlok forrása primer, ha az anyag részecskék formájában kerül bele a leveg_be, vagy szekuder, ha a légkörben jelen lév_ gázok részecskékké transzformálódnak. Ezen aeroszlok koncentrációja a légkörben tipikusan $\sim 1 - 100 \mu\text{g}/\text{m}^3$, így a teljes légkör igen kis részét képezik.

A kicsiny koncentráció ellenére az atmoszférikus aeroszlok domináns szerepet játszanak a légköri folyamatokban. Valószínűleg az egyik leglényegesebb hatásuk a légkör optikai tulajdonságait befolyásolja. A kis méret_ részecskéken a fény elhajlást szenved, illetve szóródik. Legtöbbször az aeroszlok felel_sek a nagyvárosokban a látótávolság csökkenéséért, és aeroszlok okozzák a szép színes naplementéket is. Továbbá az aeroszlok hordozzák a legtöbb mérgez_ elemet a légkörben, ilyen esetekben közvetlen hatást gyakorolnak az ember egészségére. A savas es_k például a szulfát és nitrát tartalmú aeroszlokból keletkeznek. Az aeroszlok tulajdonságai és hatásai függenek a szemcsék méretét_l. Ezért fontos az aeroszlok méret és összetétel szerinti vizsgálata, valamint a terjedési és ülepedési folyamatok tanulmányozása.

A fenti analitikai követelményeknek a PIXE módszer igen jól megfelel. Hagyományos kémiai módszerekkel ilyen kis mennyiség_ anyag vizsgálata nem,

vagy csak nagyon nehezen megoldható. A világ mintegy száz PIXE laboratóriuma közül sok helyen a fenti okok miatt éppen az aeroszolok kutatása a fő felhasználási terület. Sok országban hoztak létre rendszeres vizsgálat céljából aeroszol kutatási programot. A Nemzetközi Atomenergia Ügynökség is támogatja az aeroszolok kutatását nemzetközi keretek között a globális hatások vizsgálata érdekében.

Az ATOMKI-ben már 1982-ben elkezdődött a levegőminőségének vizsgálata a PIXE technikára alapozva. Majd 1986-tól OTKA pályázatok keretében folyt - és jelenleg is folyik - a kutatómunka: OTKA-1831, 1986-1990; OTKA-345, 1991-1994; OTKA-T17040, 1995-1998.

1993-ban csoportunk részvételi lehetőséget nyert a Nemzetközi Atomenergia Ügynökség által szervezett kutatási programba. Ezen program keretében rendszeres mintavétel folyik városi és háttér (Hortobágy) helyeken (IAEA CRP 7257/RB).

4.2.1. Aeroszolok egyedi szemcse analízise

A különböző eredetű aeroszol részecskék csoportokba rendezésének egyik lehetséges módja az egyedi szemcsék analízise. Ezen a téren elzáró méréseket végezve tanulmányoztam, hogy milyen lehetőségek, korlátok jellemzik a pásztázó proton mikroszkóp segítségével végezhető analitikai módszereket. A mikroszkópban a PIXE módszert alkalmazva az egyedi szemcsék koncentrációik alapján csoportokba rendezhető, a STIM (Scanning Transmission Ion Microscopy, pásztázó transzmissziós ionmikroszkópia) módszer felhasználásával pedig a szemcsék vastagságára, illetve szerkezetére vonatkozó információk nyerhető.

A mintavétel történhet egy, illetve kétfokozatú mintavevővel is. Az egyfokozatú mintavétel esetén a szálló por szemcséinek minden méretkomponensét összegyűjtjük. A kétfokozatú GENT típusú mintavevő használata esetén egy elimpaktor a 10 µm-nél nagyobb átméretű szemcséket kiszűri, az ez alatti mérettartomány pedig durva, illetve finom frakcióra van szétválasztva. A durva frakció tartalmazza a 2 µm-nél nagyobb, a finom frakció pedig az ennél kisebb átméretű

szemcséket.

Mivel a mikroszondával elérhet_ legkisebb nyalábméret jelenleg 1 μm , ezért csak a durva frakcióval, illetve az egyfokozatú mintákkal foglalkoztam.

Magyarországi mintavétel során gy_jtött aeroszolok közül városi és háttér leveg_mintákat vizsgáltam, illetve egy chile-i vulkánkitörés során gy_jtött mintákon is végeztem mikro-PIXE analízist. A vulkánkitörések az aeroszolok keletkezésének természetes formáját képviselik, és mintegy a felét adják a kontinentális kibocsátásnak. Mivel ezek a légköri aeroszolok a globális klímaváltozásokban nagy szerepet játszanak, ezért nagy jelent_sége van a rendszeres analitikai vizsgálatuknak.

1988-90. között Chilében a Lonquimay nev_ vulkán kitörésekor Morales és munkatársai légköri aeroszolokat gy_jtöttek, és azokon PIXE vizsgálatokat végeztek [Mor-93]. A csoporttal való együttm_ködésünk keretében egy sorozat mintát kaptunk makro- és mikro-PIXE vizsgálatra.

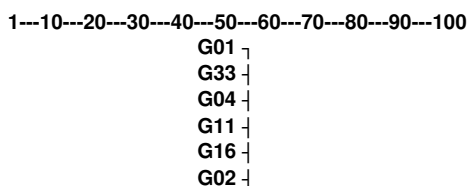
A mikro-PIXE vizsgálatok során kidolgoztam a minta el_készítését, és a mintatartóra való elhelyezését. A kamrához kapcsolódó optikai mikroszkópot egy megfelel_ közdarab elkészítésével alkalmassá tettem a CCD kamera csatlakoztatására, valamint a számítógépre telepítettem egy video ADC kártyát és a megfelel_ szoftvert. Ezen eszközök segítségével a minta mérend_ területe láthatóvá tehet_, a besugárzandó terület el_re kijelölhet_ (ld. 3.4. és 3.5. ábra).

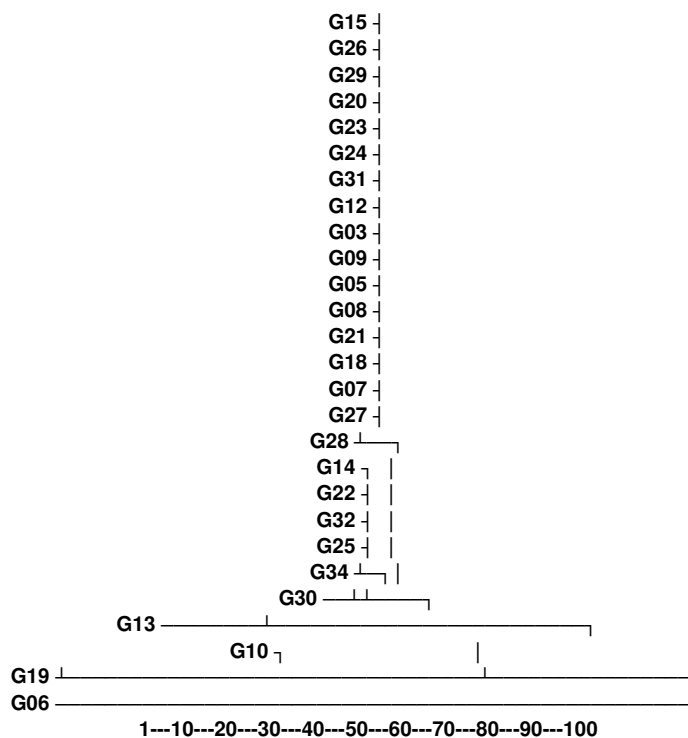
Az egyes szemcséken végzett analízis során 33 darab egyedi szemcsét vizsgáltam meg. Ilyen egyedi szemcse mikro-PIXE szilícium elemtérképét mutatja a 4.12. ábra. Az a. ábrán látható, hogy egy-egy szemcse megtalálása hogyan lehetséges, majd kihasználva az adatgy_jt_ szoftver és a számítógép pásztázást vezérl_ lehet_ségeit csak a vizsgálni kívánt szemcsére vezetem a nyalábot (b. ábra). Ily módon lehetséges a szemcsék egyedi analízise, tehát a pásztázás nemcsak térképezésre használható fel, hanem mikronos pontossággal definiált nyalábvezetésre is.



4.12. ábra Aeroszol csoport Si térképe. Az *a.* ábrán a teljes terület pásztáztam, a *b.* ábrán pedig csak egy szemcsét választottam ki.

A PIXE spektrumok kiértékelése során kapott koncentráció adatokat felhasználva, statisztikai kiértékeléssel a 4.13. ábrán bemutatott csoportosítást készítettem. A csoportosításhoz kiszámítottam a szemcsék koncentráció adatainak n dimenziós terében az egyes szemcsék közötti euklideszi távolságokat, és az egymáshoz közel álló szemcséket helyeztem egy csoportba. Az ábra egy "különböz_ségi dendogram", ez azt jelenti, hogy az n dimenziós térben két legtávolabbi szemcse távolságát 100%-nak veszem, a két legközelebbit pedig 0%-nak. A két érték között lineáris beosztást készítek. A legtöbb szemcse egymáshoz hasonlóknak mutatkozott mind a koncentrációik, mind az alakjuk tekintetében. Nagy számuk miatt ezek szolgáltatják a makro-PIXE által mért koncentrációkat. Néhány kiugró érték is szerepel azonban köztük jelezve, hogy az illet_ szemcse valószínűleg más tulajdonságú, mint a többség. A 4.13. ábrán látható különöz_ségi dendogram mutatja, hogy a G06 jelzés_ szemcse minden más szemcsét_ nagy mértékben különböz_volt.





4.13. ábra Aeroszol egyedi szemcsék különbözőségi dendogramja (magyarázat a szövegben)

A mikro-PIXE módszer alkalmazásával a 30G jelű mintán több szemcse (kb. 20) által alkotott csoport elemi összetételét vizsgáltam meg. Ez azt jelenti, hogy a mikronyaláb pásztázásával lefedett szemcsékre egyetlen röntgenspektrumot vettem fel. Így ez a mérés a hagyományos PIXE módszerhez hasonló eredményt szolgáltatott, ami megfelel az elvárásnak. Továbbá az is teljesül, hogy ez a csoport hasonló 4.12. ábrán látható dendogram szerint egymáshoz hasonló szemcsék által alkotott legnagyobb csoporthoz.

4.2.2. A mérések eredményeiből levonható következtetések

A aeroszlok mikro-PIXE vizsgálata jelenleg kezdeti stádiumban van, de az eddigi tapasztalatok alapján kijelenthető, hogy a módszer alkalmas az egyedi

aeroszol szemcsék vizsgálatára. Egyel_re a nagyobb részecskéket vizsgáltam (~10 μm), de a mikronyaláb méretének csökkentésével elképzelhet_ a finomfrakció vizsgálata is. (Jelenleg Oxfordban a szubmikronos nyalábméret elérésén dolgoznak, amely szintén várhatóan a legtöbb alkalmazását a PIXE analitikai módszer felhasználásával találja majd.)

Bár a korábbi makro-PIXE analízisek eredményeib_l tudjuk, hogy a kén az aeroszolok finom frakciójában fordul el_ nagyobb mennyiségben, a mikro-PIXE mérések megmutatták, hogy a durva frakcióban is jelent_s mennyiség_ kén van. Feltételezhet_, hogy a gázállapotú kén az aeroszolok részecskéire kondenzálódik. Hasonlót állíthatunk a klór tekintetében is.

Aeroszolok egyedi szemcséinek analízise során 33 darab egyedi szemcsét, és több szemcsecsoportot vizsgáltam meg mikro-PIXE módszerrel. A vizsgált aeroszol egyedi szemcséket elemi koncentráció adataik alapján csoportosítottam. Megállapítottam, hogy a legtöbb szemcse egymáshoz hasonló, ezért egy csoportba tartozik, de jelen van néhány kiugróan különböz_ elemarányokkal jellemezhet_ szemcse is. Az egyedi szemcséken végzett mikro-PIXE mérések eredményei meger_sítik mások röntgen diffrakciós vizsgálatokból levont következtetéseit [Mor-93], miszerint a vas nagyobb mennyiségben köt_dik az alumínium augithoz, mint a Na-Ca földpáthoz. A kutatás további kidolgozást igényel, de az eddigi tapasztalatok alapján kijelenthet_, hogy a módszer alkalmas az egyedi aeroszol szemcsék vizsgálatára, és a továbbfejlesztés is lehetséges kisebb nyalábméreték megvalósításával [Kol-93], [Kol-95], [Kol-96].

A nyaláb méretének csökkentése mellett a további fejlesztések iránya a minta stabilabb elhelyezése lehet, ugyanis a jelenleg használt Nuclepore filterek szerkezete a protonbesugárzás hatására megváltozik, amelyet jelez a filter elszínez_dése is. Nem jelenthet_ ki teljes biztonsággal, hogy nem deformálódik a filter olyan mértékben, ami a minta elmozdulását okozza. Stabilabb, er_sebb mintatartó bevezetését kell megfontolni.

5. Összefoglalás

Az értekezésben az MTA Atommagkutató Intézetében megvalósult oxfordi típusú pásztázó proton mikroszkonda felépítése során szerzett tapasztalataim, illetve az elkészült berendezésen végzett kutatási eredményeim szerepelnek. Az építés mechanikai munkálatai ~1 hónapot, a bemérés pedig mintegy fél évet vett igénybe, amely id_szak végére a mikroszondában az els_ nyalábot produkáltuk [Raj-96a].

Dolgozatomban az irodalom áttekintése után a mikroszkonda felépítése során felmerült problémákkal, azok megoldásával, a berendezés bemérésével és alkalmazásaival foglalkoztam. Részletesen elemeztem a mikroszkonda különböz_ egységeinek paramétereit, foglalkoztam az 5 MV-os Van de Graaff gyorsítóhoz való kapcsolódás problémáival is. A kutatási periódus során a következ_ tudományos alkalmazásokkal foglalkoztam: geológiai minták elemi analízise és morfológiai megfigyelése (szferulák), környezeti minták vizsgálata (aeroszolok).

Munkám során f_ként a PIXE módszert alkalmaztam; ez az alumíniumnál nehezebb elemekre multielemes, roncsolásmentes, nyomelem analitikai technika. A mikroszondán megvalósítottam a PIGE és az RBS módszereket is. A PIGE a mikroszondáknál nem szokványos módszer. Segítségével lehet_ség nyílt könny_ elemek nyomnyi mennyiségeinek roncsolásmentes analízisére.

A mintáról elszök_ szekunder elektronok a mért áramer_sséget meghamisítják, de az elektronok visszaszorításával ez megakadályozható; ennek érdekében egy szupresszor elektróda elektronoptikai tervezését és kivitelezését oldottam meg, felhasználva a korábban szerzett elektronoptikai tapasztalataimat [Var-95].

A PIXE mérések során szükséges különböz_ anyagú és vastagságú abszorbensek cseréjéhez egy olyan eszközt terveztem, amely lehet_vé teszi a m_velet vákuum megbontása nélküli elvégzését és ezzel a mérések meggyorsítását. További el_ny, hogy az abszorbensek cseréje során a vizsgált minta nem mozdul el a nyalábhoz képest, az analízis pontosan ugyanazon a helyen végezhet_el.

Si(Li) detektor elhelyezését úgy alakítottam ki, hogy a detektor és a minta

közötti távolság változtatható legyen, szintén a vákuum megbontása nélkül. Ezzel biztosítottam annak a lehet_ségét, hogy szükség esetén változtatni lehessen a detektálási térszöget.

A mér_kamrába beépített optikai mikroszkópra csatlakoztattam egy CCD kamerát és egy video ADC kártyán keresztül megoldottam az optikai képek számítógépbe vitelét, amely el_nyösen hasznosítható a mérések során a minták azonosíthatóságának javítására.

Az alkalmazások területén a Nagylózs-1. számú, Gy_r-Zámoly és Gönyü mélyfúrásokból származó 22 darab szferula mikro-PIXE analízisét végeztem el, amelyek többsége az üvegszer_, kisebb hányaduk pedig a vastartalmú szferulák csoportjába tartozott. Az üvegszer_ szferulák analíziséb_l megállapítható, hogy nem sorolhatók a mikrotektitek közé, azoknál jóval gazdagabbak szilíciumban. Az extraterresztrikus, kalciumban gazdag formációk és holdk_zetek elemi összetétele nagymértékben hasonlít az általam meghatározott összetételre. A mágneses szferulák analízise alapján a következ_ genetikai típusok jelenléte volt meghatározható: meteoritpor, impaktit, vulkáni eredet_ szemcse [Bor-95], [Raj-96b].

A fels_petényi mélyfúrásból, a Fekete-Körös vidéki torlatokból, valamint a kabai meteorit becsapódás környékér_l származó szferulák (43 darab) esetében azt a tényt állapítottuk meg, miszerint a különböz_ genetikájú és méret_ szferulák szinte kivétel nélkül tartalmaztak rezet vagy cinket, illetve mindkett_t. A szételegyedett anyagú szferulák esetében a cink a vastartalmú köpenyhez köt_dik, míg a réz megmarad a szilikát környezetben. A szferulák vizsgálata során kapott koncentráció adatok további értelmezése geológus kutatók feladata [Had-95], [Raj-96c].

Aeroszolk egyedi szemcséinek analízise során 33 darab egyedi szemcsét, és több szemcsecsoportot vizsgáltam meg mikro-PIXE módszerrel. A vizsgált aeroszol egyedi szemcséket elemi koncentráció adataik alapján csoportosítottam. Megállapítottam, hogy a legtöbb szemcse egymáshoz hasonló, ezért egy csoportba tartozik, de jelen van néhány kiugróan különböz_ elemarányokkal jellemezhet_ szemcse is. Az egyedi szemcséken végzett mikro-PIXE mérések eredményei

megerősítik mások röntgen diffrakciós vizsgálatokból levont következtetéseit, miszerint a vas nagyobb mennyiségben kötődik az alumínium aughoz, mint a Na-Ca földpáthoz. A kutatás további kidolgozást igényel, de az eddigi tapasztalatok alapján kijelenthető, hogy a módszer alkalmas az egyedi aeroszol szemcsék vizsgálatára, és a továbbfejlesztés is lehetséges kisebb nyalábméreték megvalósításával [Kol-93], [Kol-95], [Kol-96].

6. Summary

This thesis is based on my contribution to the installation of and to the research carried out on the completed Oxford type scanning proton microprobe of the Institute of Nuclear Research of the Hungarian Academy of Sciences. The mechanical installation procedure required approximately one month, the adjusting of the equipment took half a year, at the end of which we produced the first beam in the microprobe chamber [Raj-96a].

In the thesis, after reviewing the related literature, the problems of the installation and their solutions, the adjusting of the equipment and its scientific applications are presented. The parameters of the various units have been analysed in detail and the coupling of the microprobe to the home-made 5 MV Van de Graaff accelerator of the Institute have been examined. During the research period the following applications proved the strength of the setup: elemental analysis and morphological observation on geological samples (spherules), qualification of environmental samples (aerosols).

It is possible to apply various ion beam analytical methods using the microprobe. In most cases I used the PIXE technique. Further measurements have been performed by the introduction of PIGE and RBS analytical methods in the microprobe. Due to its relatively small cross sections PIGE is not widely used in microprobes. However, the evaluation performed on gamma spectra collected in our micro-PIGE measurements indicates that the possibilities of microprobes can be further extended towards the non-destructive analysis of light trace elements.

The secondary electrons escaping from the sample during irradiation distort to some extent the accuracy in beam current measurement. This effect can be eliminated by suppressing the electrons back to the sample. For this purpose I designed and manufactured an electron suppressing electrode, using my previous experience in the field of electron optics [Var-95].

For the x-ray absorbers of different material and thickness necessary for PIXE

measurements I designed an absorber wheel that is capable to change the absorbers under vacuum. Thus the beam time usage can be reduced and PIXE spectra using different absorbers can be collected exactly at the same position on the sample.

The mounting of the Si(Li) detector gives an opportunity to change the distance between the detector and the sample easily without opening the vacuum chamber. This makes it possible to change the solid angle of the x-ray detection.

I applied a CCD camera at the viewing optical microscope and used a video ADC card to transfer the microscopic images of the samples to the computer. This facility makes a powerful way to find and identify the locations on the sample to be analysed.

As the first application of the microprobe the elemental composition of spherules, microscopic spheroid particles have been investigated. The spherules were collected from borehole Nagylózs-1, Gy_r-Zámoly and Gönyü Hungarian sites. I analysed 22 pieces using the micro-PIXE technique. From the data of the major and trace elemental constituents of the samples the geologists made the conclusion that most of the samples were glassy spherules, while the rest are of magnetic type. From the analysis of the glassy spherules it is argued that microspherules from borehole Nagylózs-1 do not belong to microtektites because they are much more siliceous. Among the extraterrestrial formations some Ca-rich achondrites and lunar glasses have major elemental composition similar to our findings. The elemental composition of the magnetic spherules given by the PIXE microanalysis showed that the following genetic types of the objects are present: meteoritic dust, impactite and those of volcanic origin [Bor-95], [Raj-96b].

The investigated spherules collected from borehole Fels_petény, the Crisu Negru area and at the Kaba meteorite fall area (43 pieces) having different genetics contain either Cu or Zn or both. In the disblended spherules Zn is linked to the iron material, while Cu stays in the silicate environment. The resulted concentration data needs further interpretation from the geologists [Had-95], [Raj-96c].

Individual particles of atmospheric aerosols (33 pieces) have been analyzed by micro-PIXE method. The measured individual aerosol particles have been organised

into groups. I concluded that most of the particles are similar to each other, but some of them are outstandingly different. The results of micro-PIXE investigations on individual particles support the conclusions of others on iron being coupled to Aluminium Augite rather than Sodium-Calcium Feldspar. The research on individual particles is being continued, but one can conclude from the present state of results that our scanning proton microprobe is capable to analyse these kind of samples. Further improvements in this important environmental research field are also possible with the reduction of the beam size [Kol-93], [Kol-95], [Kol-96].

The installation and scientific applications of the scanning proton microprobe

István Rajta

Institute of Nuclear Research of the Hungarian Academy of Sciences

P.O.Box. 51, H-4001 Debrecen, Hungary

Summary

This thesis is based on my contribution to the installation of and to the research carried out on the completed Oxford type scanning proton microprobe of the Institute of Nuclear Research of the Hungarian Academy of Sciences. The mechanical installation procedure required approximately one month, the adjusting of the equipment took half a year, at the end of which we produced the first beam in the microprobe chamber [Raj-96a].

In the thesis, after reviewing the related literature, the problems of the installation and their solutions, the adjusting of the equipment and its scientific applications are presented. The parameters of the various units have been analysed in detail and the coupling of the microprobe to the home-made 5 MV Van de Graaff accelerator of the Institute have been examined. During the research period the following applications proved the strength of the setup: elemental analysis and morphological observation on geological samples (spherules), qualification of environmental samples (aerosols).

It is possible to apply various ion beam analytical methods using the microprobe. In most cases I used the PIXE technique. Further measurements have been performed by the introduction of PIGE and RBS analytical methods in the microprobe. Due to its relatively small cross sections PIGE is not widely used in microprobes. However, the evaluation performed on gamma spectra collected in our micro-PIGE measurements indicates that the possibilities of microprobes can be further extended towards the non-destructive analysis of light trace elements.

The secondary electrons escaping from the sample during irradiation distort to some extent the accuracy in beam current measurement. This effect can be eliminated by suppressing the electrons back to the sample. For this purpose I designed and manufactured an electron suppressing electrode, using my previous experience in the field of electron optics [Var-95].

For the x-ray absorbers of different material and thickness necessary for PIXE measurements I designed an absorber wheel that is capable to change the absorbers under vacuum. Thus the beam time usage can be reduced and PIXE spectra using different absorbers can be collected exactly at the same position on the sample.

The mounting of the Si(Li) detector gives an opportunity to change the distance between the detector and the sample easily without opening the vacuum chamber. This makes it possible to change the solid angle of the x-ray detection.

I applied a CCD camera at the viewing optical microscope and used a video ADC card to transfer the microscopic images of the samples to the computer. This facility makes a powerful way to find and identify the locations on the sample to be analysed.

As the first application of the microprobe the elemental composition of spherules, microscopic spheroid particles have been investigated. The spherules were collected from borehole Nagylózs-1, Gy_r-Zámoly and Gönyü Hungarian sites. I analysed 22 pieces using the micro-PIXE technique. From the data of the major and trace elemental constituents of the samples the geologists made the conclusion that most of the samples were glassy spherules, while the rest are of magnetic type. From the analysis of the glassy spherules it is argued that microspherules from borehole Nagylózs-1 do not belong to microtektites because they are much more siliceous. Among the extraterrestrial formations some Ca-rich achondrites and lunar glasses have major elemental composition similar to our findings. The elemental composition of the magnetic spherules given by the PIXE microanalysis showed that the following genetic types of the objects are present: meteoritic dust, impactite and those of volcanic origin [Bor-95], [Raj-96b].

The investigated spherules collected from borehole Fels_petény, the Crisu Negru area and at the Kaba meteorite fall area (43 pieces) having different genetics contain either Cu or Zn or both. In the disblended spherules Zn is linked to the iron material, while Cu stays in the silicate environment. The resulted concentration data needs further interpretation from the geologists [Had-95], [Raj-96c].

Individual particles of atmospheric aerosols (33 pieces) have been analyzed by micro-PIXE method. The measured individual aerosol particles have been organised into groups. I concluded that most of the particles are similar to each other, but some of them are outstandingly different. The results of micro-PIXE investigations on individual particles support the conclusions

of others on iron being coupled to Aluminium Augite rather than Sodium-Calcium Feldspar. The research on individual particles is being continued, but one can conclude from the present state of results that our scanning proton microprobe is capable to analyse these kind of samples. Further improvements in this important environmental research field are also possible with the reduction of the beam size [Kol-93], [Kol-95], [Kol-96].

7. Köszönetnyilvánítás

Köszönettel tartozom a Magfizikai Osztály minden dolgozójának, hogy munkám során kellemes, baráti légkörben dolgozhattam.

Külön megköszönöm témavezet_m Dr. Kiss Árpád segítségét, tanácsait, támogatását.

Hálás vagyok Borbélyné Dr. Kiss Ildikónak a PIXE módszer megismertetéséért, szakmai tanácsaiért.

Köszönetem fejezem ki Dr. Koltay Edének, amiért tapasztalataival és inspiráló érdekl_ésével segítette munkámat, valamint megtette a kezdeti fontos lépéseket a mikroszonda beszerzésének irányában.

Dr. Szabó Gyulának köszönöm a spektrumok kiértékeléséhez nyújtott nélkülözhetetlen segítségét.

Köszönetet mondok Dr. Bartha Lászlónak és Dr. Móri Gyulának a tervezési, telepítési munkák során kifejtett tevékenységükért.

Köszönöm az ATOMKI igazgatójának, hogy lehetővé tette, hogy munkámat az Intézetben végezzem.

Köszönöm az alkalmazási témák felvetését és a hasznos interdiszciplináris együttm_ködést minden küls_ partnernek, de külön Dr. Szö_r Gyulának (KLTE, Ásvány- és Földtani Tanszék) és Dr. Detre Csabának (Magyar Állami Földtani Intézet).

Munkám eszköz hátterét az OTKA M_szerközpont, az ATOMKI, valamint a Nemzetközi Atomenergia Ügynökség anyagi támogatása biztosította.

Megköszönöm a Soros Alapítványnak, hogy támogatásával három hónapot tölthettem Oxfordban, ami megalapozta kés_bbi munkám szakmai hátterét.

Köszönöm az MHB "A Magyar Tudományért" Alapítvány támogatását.

8. Irodalom

[Ams-83] G. Amsel, B. Maurel: *High Resolution Techniques for Nuclear Reaction Narrow Resonance Width Measurements and for Shallow Depth Profiling*, NIM **218** (1983) 183.

[Baj-91] S. Bajt and K. Traxel: *Micro-PIXE Measurements in Meteorites as a Source of New Information*, NIM **B54** (1991) 317.

[Bol-93] D. Bollini, F. Cervellera, G.P. Egeni, P. Mazzoldi, G. Moschini, P. Rossi, V. Rudello: *The Microbeam Facility of the AN-2000 Accelerator of the Laboratori Nazionali di Legnaro*, NIM **A328** (1993) 173.

[Bor-85] I. Borbély-Kiss, E. Koltay, S. László, Gy. Szabó, L. Zolnai: *Experimental and Theoretical Calibration of a PIXE Setup for K and L X-Rays*, NIM **B12** (1985) 496.

[Bor-92] Borbélyné Kiss Ildikó, Koltay Ede, Szabó Gyula: *Töltött részecskékkel indukált röntgenemisszó (PIXE), Alapelvek, m_szerzettség, alkalmazások*, (lonokkal keltett Auger-elektronok és röntgensugárzás, Szerk.: Koltay Ede, Az atomenergia- és magkutató újabb eredményei 9.) Akadémiai Kiadó (1992)

[Bor-95] I. Borbély-Kiss, I. Rajta, I. Beszedá, Gy. Szö_r: *The Investigation of Spherules by ATOMKI Scanning Proton Microprobe*, Antarctic Meteorites XX, Papers presented to the Twentieth Symposium on Antarctic Meteorites, June 6 - 8, 1995, National Institute of Polar Research, Tokyo, Japan, p.16.

[Böh-88] K. Böhringer, K. Jousten, S. Kalbitzer: *Development of a High Brightness Gas Field-Ionization Source*, NIM **B30** (1988) 289.

[Cah-95] T.A. Cahill: *Compositional Analysis of Atmospheric Aerosols*, S.A.E. Johansson, J.L. Campbell, K.G. Malmqvist (eds.): Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry (PIXE), John Wiley & Sons, (1995)

[Cam-90] J.L. Campbell, J.A. Maxwell, W.J. Teesdale, J.-X. Wang, L.J. Cabri: *Micro-PIXE as a Complement to Electron Probe Microanalysis in Mineralogy*, NIM **B44** (1990) 347.

[Che-81] J.R. Chen, H. Kneis, B. Martin, R. Nobiling, D. Pelte, B. Povh, K. Traxel: *PIXE Microprobe Analysis with the Heidelberg Proton Microprobe*, NIM **181** (1981) 141.

[Chu-78] W.-K. Chu, J.W. Mayer, M.A. Nicolet: *Backscattering Spectrometry*, Academic Press, New York, (1978)

[Cla-78] R. Clampit, D.K. Jeffries: *Miniature Ion Sources for Analytical Instruments*, NIM **149** (1978) 739.

[Cla-87] E. Clayton, P. Duerden, D.D. Cohen: *A Discussion of PIXAN and PIXANPC: the AAEC PIXE Analysis Computer Packages*, NIM **B22** (1987) 64.

[Coo-72] J.A. Cookson, A.T.G. Ferguson, F.D. Pilling: *Proton Microbeams, their Production and Use*, J. of Radioanal. Chem. **12** (1972) 39.

[Coo-79] J.A. Cookson, J.W. McMillan, T.B. Pierce: *The Nuclear Microprobe as an Analytical Tool*, J. of Radioanal. Chem. **48** (1979) 337.

[Coo-81] J.A. Cookson: *The Use of the PIXE Technique with Nuclear Microprobes*,

NIM **181** (1981) 115.

[Dem-92] G. Demortier: *Twenty Years of Analysis of Light Elements at the LARN*, NIM **B66** (1992) 51.

[Doo-85] L.R. Doolittle: *Algorithms for the Rapid Simulation of Rutherford Backscattering Spectra*, NIM **B9** (1985) 344.

[Dym-65] A.D. Dymnikov, T.Ya. Fishkova, S.Ya. Yavor: _____
_____, Zh. Tekh. Fiz. **35** (1965) 431.

[Fis-67] T.Ya. Fishkova, S.Ya. Yavor: _____
_____, Zh. Tekh. Fiz. **38** (1968) 686.

[Gri-88a] G.W. Grime, F. Watt (eds.): *Proceedings of the First International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications*, NIM **B30** (1988)

[Gri-88b] G.W. Grime, F. Watt: *Focusing Protons and Light Ions to Micron and Submicron Dimensions*, NIM **B30** (1988) 227.

[Gri-94] G.W. Grime, M. Dawson: *A PC-based Data Acquisition Package for Nuclear Microbeam Systems*, NIM **B89** (1994) 223.

[Gri-96] G.W. Grime: *The "Q Factor" Method: Quantitative MicroPIXE Analysis Using RBS Normalisation*, NIM **B109/110** (1996) 170.

[Ino-91] K. Inone, K. Ishibashi, Y. Kawata, N. Suzuki, A. Arai, H. Fukuyama, M. Kimura, S. Adachi, K. Tokushige, K. Yamada: *Compact Nuclear Microprobe System for RBS/PIXE*, NIM **B54** (1991) 518.

[Jam-87] D.N. Jamieson, G.J.F. Legge: *Aberrations of Single Magnetic Quadrupole Lenses*, NIM **B29** (1987) 544.

[Jam-88] D.N. Jamieson, G.J.F. Legge: *Multipole Lenses and their Application in Nuclear Microprobe Lens Systems*, NIM **B30** (1988) 235.

[Jam-89] D.N. Jamieson, G.W. Grime, F. Watt: *The New Oxford Scanning Proton Microprobe Analytical Facility*, NIM **B40/41** (1989) 669.

[Jam-96] D.N. Jamieson, magánközlés

[Joh-70] T.B. Johansson, R. Akselsson, S.A.E. Johansson: *X-Ray Analysis: Elemental Trace Analysis at the 10^{-12} g Level*, NIM **84** (1970) 141.

[Joh-76] S.A.E. Johansson, T.B. Johansson: *Analytical Application of Particle Induced X-Ray Emission*, NIM **137** (1976) 473.

[Joh-77] S.A.E. Johansson (ed.): *Proceedings of the International Conference on PIXE and Its Analytical Applications*, NIM **143** (1977)

[Joh-81] S.A.E. Johansson (ed.): *Proceedings of the Second International Conference on PIXE and Its Analytical Applications*, NIM **181** (1981)

[Joh-95] S.A.E. Johansson, J.L. Campbell, K.G. Malmqvist (eds): *Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry (PIXE)*, John Wiley & Sons, (1995)

[Kis-78] Á.Z. Kiss, E. Koltay, Gy. Móri, A. Paál, M. Rubecz, E. Somorjai: *Energy Stabilization System of the 5 MV Van de Graaff Accelerator of ATOMKI*, Atomki Közl. 20 (1978) 89.

[Kis-94] Á.Z. Kiss, I. Biron, T. Calligaro, J. Salomon: *Thick Target Yields of Deuteron Induced Gamma-Ray Emission from Light Elements*, NIM **B85** (1994) 118.

[Kol-65] E. Koltay and Gy. Szabó: *Asymmetrical Quadrupole Lenses in a Beam Transport System*, NIM **35** (1965) 88.

[Kol-93] E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, I. Rajta, E. Somorjai, E. Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary by PIXE Elemental Analysis*, Nahres-19, IAEA, Vienna (1993) 117.

[Kol-95] E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, I. Rajta, E. Somorjai, E. Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary by PIXE Elemental Analysis*, Nahres-26, IAEA, Vienna (1995) {9-1}

[Kol-96] E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, I. Rajta, E. Somorjai, E. Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary and Analysis of Individual Volcanic Particulates by PIXE Elemental Analysis*, 3rd Research Co-ordination Meeting, IAEA, Kingston, Jamaica, October 23-27, 1996. To be published in NAHRES, IAEA, Vienna

[Koy-80] H. Koyama-Ito and L. Grodzins: *Computer Calculations of Solenoidal Focussing of MeV Proton Beams to One Micrometer Diameter*, NIM **174** (1980) 331.

[Láb-96] Lábár J.: *Az analitikai elektronmikroszkópia alapjai*, Kossuth Egyetemi Kiadó, Debrecen, (1996)

[Lak-90] T. Lakatos: *Adaptive Digital Signal Processing for X-Ray Spectrometry*, NIM

B47 (1990) 307.

[Lef-83] H.W. Lefevre, R.C. Connolly, G. Sieger, J.C. Overley: *Scanning MeV-ion Microprobe for Light and Heavy Ions*, NIM **218** (1983) 39.

[Leg-91] G.J.F. Legge, D.N. Jamieson (eds.): Proceedings of the Second International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications, NIM **B54** (1991)

[Lin-93] U. Lindh (ed.): Proceedings of the Third International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications, NIM **B77** (1993)

[Lip-90] A.D. Lipworth, H.J. Annegarn, S. Bauman, T. Molokomme, A.J. Walker: *WITS-HEX: a Renovated Code for Analysis of PIXE X-Ray Spectra*, NIM **B49** (1990) 173.

[Mae-84] W. Maenhaut, H. Raemdonck: *Accurate Calibration of a Si(Li) Detector for PIXE Analysis*, NIM **B1** (1984) 123.

[Mag-80] C.J. Maggiore: *The Los Alamos Nuclear Microprobe with a Superconducting Solenoid Final Lens*, NIM **191** (1980) 199.

[Mal-93] K.G. Malmqvist, G. Hyltén, M. Hult, K. Híkansson, J.M. Knox, N.P.-O. Larsson, C. Nilsson, J. Pallon, R. Scofield, E. Swietlicki, U.A.S. Tapper, Y. Changyi: *Dedicated Accelerator and Microprobe Line*, NIM **B77** (1993) 3.

[Mar-84] B. Martin (ed.): Proceedings of the Third International Conference on PIXE and Its Analytical Applications, NIM **B38** (1984)

[Mar-88] F.W. Martin, R. Goloskie: *Simultaneous Compensation of 2nd-order*

Parasitic Aberrations in Both Principal Sections of an Achromatic Quadrupole Lens Doublet, NIM **B30** (1988) 242.

[Max-89] J.A. Maxwell, J.L. Campbell, W.J. Teesdale: *The Guelph PIXE Software Package*, NIM **B43** (1989) 218.

[Mio-93] S. Miono, Y. Nakayama, M. Shoji, H. Tsuji, A. Nakanishi: *Origin of Microspherules in Paleozoic-Mesozoic Bedded Chert Estimated by PIXE Analysis*, NIM **B75** (1993) 435.

[Mor-93] J.R. Morales, M.I. Dinator, F. Llona, C. Romo-Kroeger: *Major Components of Aerosols Emitted by the Lonquimay Volcano, Chile*, J. of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, **172** (1993) 181.

[Mos-96] G. Moschini, V. Valkovic (eds.): *Proceedings of the Seventh International Conference on PIXE and Its Analytical Applications*, NIM **B109/110** (1996)

[Nob-75] R. Nobiling, Y. Civelekoglu, B. Povh, D. Schwalm, K. Traxel: *Collimation of Ion Beams to Micrometer Dimensions*, NIM **130** (1975) 325.

[Nob-77] R. Nobiling, K. Traxel, F. Bosch, Y. Civelekoglu, B. Martin, B. Povh, D. Schwalm: *Focussing of Proton Beams to Micrometer Dimensions*, NIM **142** (1977) 49.

[Oud-81] J.C. den Ouden, A.J.J. Bos, R.D. Vis, H. Verheul: *A Proton Microbeam Under Construction*, NIM **181** (1981) 131.

[Oxf] Oxford Microbeams Ltd. 89 Wroslyn Road, Oxford, UK.

[Pri-81] M. Prins, L.J.B. Hoffman: *The Eindhoven Proton Microbeam*, NIM **181** (1981) 125.

[Rad-91] Radnóczy Gy.: *A transzmissziós elektronmikroszkópia és elektrondiffrakció alapjai*, Kossuth Egyetemi Kiadó, Debrecen, (1991)

[Raj-96a] I. Rajta, I. Borbély-Kiss, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay, Á.Z. Kiss: *The New ATOMKI Scanning Proton Microprobe*, NIM **B109/110** (1996) 148.

[Raj-96b] I. Rajta, I. Borbély-Kiss, Gy. Szö_r, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay, Á.Z. Kiss: *The Debrecen Scanning Proton Microprobe Facility and its Applications to Geological Samples*, a kézirat nyomdában a Nuclear Instruments and Methods B c. folyóiratban;

[Raj-96c] I. Rajta, O. Kákay-Szabó, I. Borbély-Kiss, Á.Z. Kiss, *Analysis of Various Types of Extraterrestrial Spherules by Scanning Proton Microprobe*, Proceedings of the International Meeting Spherules and Global Events, KFKI-1996-05/C REPORT, Budapest, (1996) 99.

[Rea-88] P.M. Read, G.D. Alton, J.T. Maskrey: *High Brightness Sources for MeV Microprobe Applications*, NIM **B30** (1988) 293.

[Rin-87] H. van Rinsveld, S. Baumann, J.W. Nelson, J.W. Winchester (eds.): *Proceedings of the Fourth International Conference on PIXE and Its Analytical Applications*, NIM **B22** (1987)

[Róz-95] P. Rózsa, M. Braun, Gy. Szö_r: *Geochemical and Petrogenetic Evaluation of the Glassy Microspherules from Upper Pannonian Layers of Borehole Nagylózs-1, NW Hungary*, Antarctic Meteorites XX, Papers presented to the Twentieth Symposium on Antarctic Meteorites, June 6 - 8, 1995, National Institute of Polar Research, Tokyo, Japan, p.211.

[Rya-90] C.G. Ryan, D.R. Cousens, S.H. Sie, W.L. Griffin: *Quantitative Analysis of*

PIXE Spectra in Geoscience Applications, NIM **B49** (1990) 271.

[Saa-92] J. Saarilahti, E. Rauhala: *Interactive Personal-Computer Data Analysis of Ion Backscattering Spectra*, NIM **B64** (1992) 734.

[Sie-93] S.H. Sie: *Progress of Quantitative Micro-PIXE Applications in Geology and Mineralogy*, NIM **B75** (1993) 403.

[Ste-95] A. Stephan, J. Meijer, H.H. Bukow, C. Rolfs: *Operation of the New Microprobe at Bochum*, NIM **B104** (1995) 31.

[Sza-93] Gy. Szabó, I. Borbély-Kiss: *PIXYKLM Computer Package for PIXE Analyses*, NIM **B75** (1993) 123.

[Sza-94] Gy. Szabó, I. Borbély-Kiss: *Modification in PIXYKLM Program Package*, Atomki Annual Report (1994) 90.

[Tap-90] U.A.S. Tapper, R. Hellborg, M.B. Hult, N.P.-O. Larsson, N.E.G. Lövestam, K.G. Malmqvist, J. Pallon, K. Themner: *The Lund Nuclear Microprobe: Instrumentation, Data Collection and Data Evaluation*, NIM **B49** (1990) 425.

[Uda-93] M. Uda (ed.): *Proceedings of the Sixth International Conference on PIXE and Its Analytical Applications*, NIM **B75** (1993)

[Var-95] D. Varga, K. T_kési, I. Rajta: *Design of an Electrostatic Electron Spectrometer for Simultaneous Energy and Angular Distribution Measurements*, J. of Electron Spectroscopy and Rel. Phenom. **76** (1995) 433.

[Vis-90] R. Vis (ed.): *Proceedings of the Fifth International Conference on PIXE and*

Its Analytical Applications, NIM **B49** (1990)

[Vis-93] R.D. Vis, J.L.A.M. Kramer, G.H.J. Tros, F. van Langevelde, L. Mars: *The Upgraded Amsterdam Nuclear Microprobe*, NIM **B77** (1993) 41.

[Wat-93] J.I.W. Watterson, R.W. Fearick, S.H. Connell, H.J. Annegorn, W.J. Przybylowitz, A.H. Andeweg, I. McQueen, J.P.F. Sellschop: *Innovative Features of the Schonland Proton Microprobe*, NIM **B77** (1993) 79.

[Wat-95] F. Watt, G.W. Grime: *The High-Energy Ion Microprobe*, S.A.E. Johansson, J.L. Campbell, K.G. Malmqvist (eds): *Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry (PIXE)*, John Wiley & Sons, (1995)

[Yan-95] F. Yang, J. Tang, J. Zhu (eds.): *Proceedings of the Fourth International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications*, NIM **B104** (1995)

[Yav-64] S.Ya. Yavor, A.D. Dymnikov, L.P. Ovsyannikova: *Achromatic Quadrupole Lenses*, NIM **26** (1964) 13.

[Yeo-90] Y.H. Yeo, J.S.C. McKee, G.R. Smith, K. Abdul-Retha, J.J.G. Durocher, D. Gallop, W. Mulholland, C.A. Smith: *Commissioning and Characterization of the Manitoba Automated High Energy Proton Microprobe*, NIM **B49** (1990) 430.

[Zol-86] L. Zolnai, S. Szilágyi: *An Effective Method for Spectra Storage*, NIM **B14** (1986) 360.

9. Az értekezés témájában megjelent saját publikációk

(a) Folyóiratokban és konferencia összefoglalókban megjelent munkák

1. **I. Rajta**, I. Borbély-Kiss, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay, Á.Z. Kiss: *The New ATOMKI Scanning Proton Microprobe*, Nuclear Instruments and Methods **B109/110** (1996) 148-153.
2. **I. Rajta**, I. Borbély-Kiss, Gy. Szö_r, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay, Á.Z. Kiss: *The Debrecen Scanning Proton Microprobe Facility and its Applications to Geological Samples*, a kézirat nyomdában a Nuclear Instruments and Methods B c. folyóiratban;
3. I. Borbély-Kiss, **I. Rajta**, I. Beszed, Gy. Szö_r: *The Investigation of Spherules by ATOMKI Scanning Proton Microprobe*, Antarctic Meteorites XX, Papers presented to the Twentieth Symposium on Antarctic Meteorites, June 6 - 8, 1995, National Institute of Polar Research, Tokyo, Japan, p. 16-21.
4. **I. Rajta**, O. Kákay-Szabó, I. Borbély-Kiss, Á.Z. Kiss: *Analysis of Various Types of Extraterrestrial Spherules by Scanning Proton Microprobe*, Proceedings of the International Meeting Spherules and Global Events, KFKI-1996-05/C REPORT, Budapest, (1996) 99-105.
5. E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, **I. Rajta**, E. Somorjai, E. Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary by PIXE Elemental Analysis*, Nahres-19, IAEA, Vienna (1993) 117- 123.
6. E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, **I. Rajta**, E. Somorjai, E.

Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary by PIXE Elemental Analysis*, Nahres-26, IAEA, Vienna (1995) {9-1}-{9-11}.

(b) *El_adások*

7. **Rajta I.**: *Elemösszetev_k meghatározása tengeri kagylók héjának metszetében pásztázó proton mikroszondával*, XII. Magyar Magfizikus Találkozó, Debrecen, 1994. augusztus 29-31.
8. **Á.Z. Kiss, I. Rajta, I. Borbély-Kiss, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay**: *The New Debrecen Scanning Proton Microprobe Facility*, Accelerator Laboratory, University of Helsinki, Helsinki, Finland, June 20, 1995.
9. **Kiss Á.Z., Rajta I., Borbély-Kiss I., Móri Gy., Bartha L., Koltay E.**: *Pásztázó proton-mikroszonda az Atomki-ban*, A Magyar Tudományos Akadémia Szabolcs-Szatmár-Bereg Megyei Tudományos Testülete 1995. évi (4.) közgy_léssel egybekötött tudományos ülése. Nyíregyháza, 1995. szeptember 29-30. (El_adások összefoglalói: p.43)
10. **I. Rajta, I. Borbély-Kiss, Gy. Móri, L. Bartha, E. Koltay, Á.Z. Kiss, K. Vad**: *Nuclear Microscopy at Debrecen*, Accelerator Based Materials Science, Kocovce, Slovakia, 6-9 Nov, 1995, Abstr. B.1. p.22.
11. **Á. Hadnagy, Gy. Szö_r, I. Rajta, I.** Beszede: *SEM-EDAX and PIXE Analysis on the Spherules of the Crisu Negru (Fekete Körös) Area, Romania*. Abstracts of the International Meeting Spherules and Global Events, Budapest, Hungary, 14-16 Nov, 1995.

12. I. Borbély-Kiss, T. Gesztelyi, Z. Elekes, **I. Rajta**, E. Koltay, Á.Z. Kiss: *Investigation of Classical Ring-Stones and their Imitations*, 5th International Conference on Non-Destructive Testing, Microanalytical Methods and Environmental Evaluation for Study and Conservation of Works of Art, September 24-28, 1996, Budapest, beküldve
13. E. Koltay, I. Borbély-Kiss, Gy. Szabó, Á.Z. Kiss, **I. Rajta**, E. Somorjai, E. Mészáros, Á. Molnár, L. Bozó: *Characterization of Regional Atmospheric Aerosols over Hungary and Analysis of Individual Volcanic Particulates by PIXE Elemental Analysis*, 3rd Research Co-ordination Meeting, IAEA, Kingston, Jamaica, October 23-27, 1996, beküldve

Az értekezés témájához kapcsolódó egyéb közlemények

14. D. Varga, K. T₂kési, **I. Rajta**: *Design of an Electrostatic Electron Spectrometer for Simultaneous Energy and Angular Distribution Measurements*, J. of Electron Spectroscopy and Rel. Phenom. **76** (1995) 433-436.
15. Balogh K., Csige I., Hakl J., Hertelendi E., Hunyadi I., Koltay E., Kovách Á., **Rajta I.**: *Fejezetek a környezetfizikából*, (szerk.: Koltay E.) KLTE Egyetemi jegyzet, Debrecen 1994.

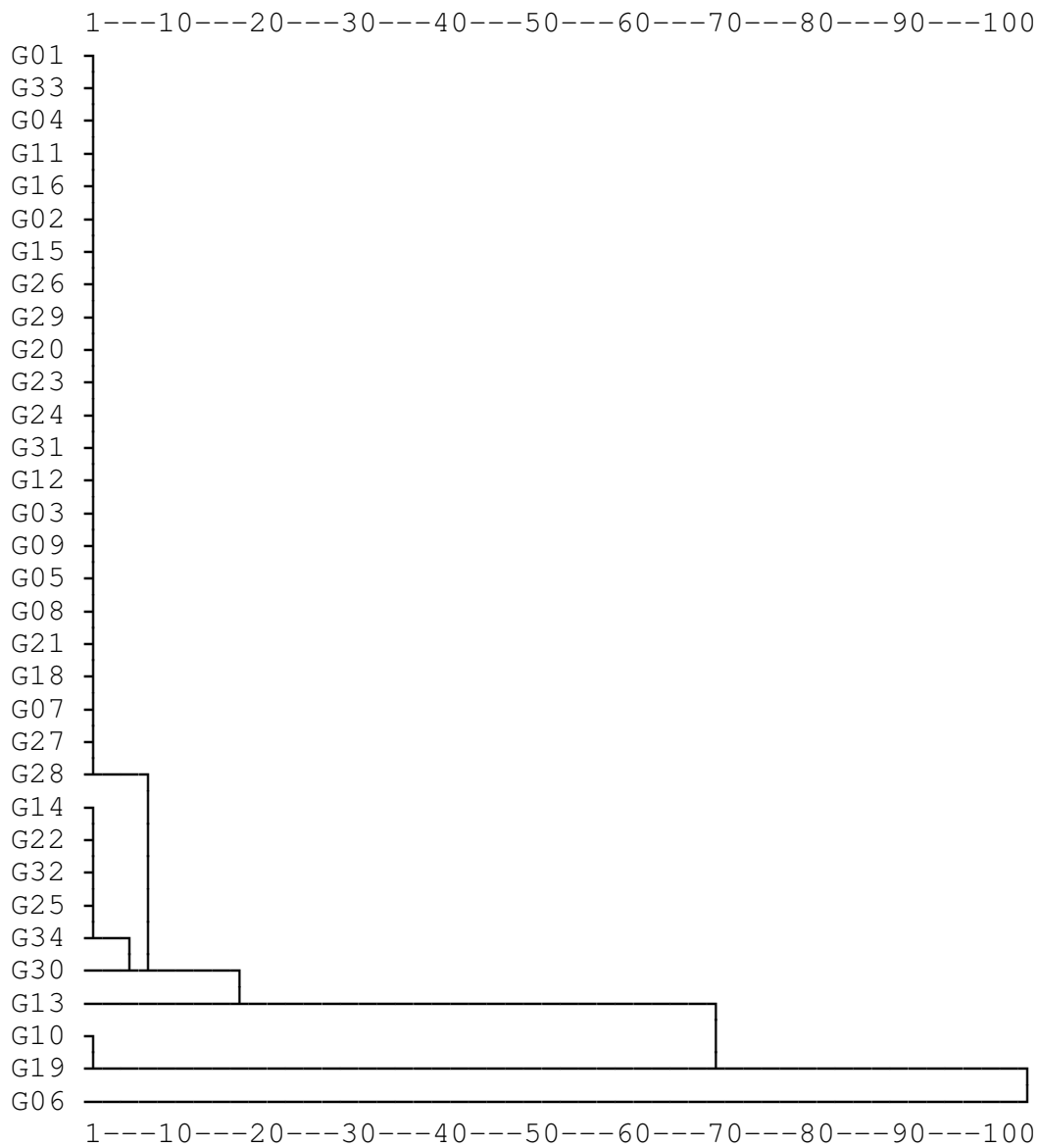


Figure 1. Dissimilarity dendrogram calculated with Statistica programme package using Euclidean distances between different individual aerosol particles from Chile collected during an eruption of the Lonqimay Volcano

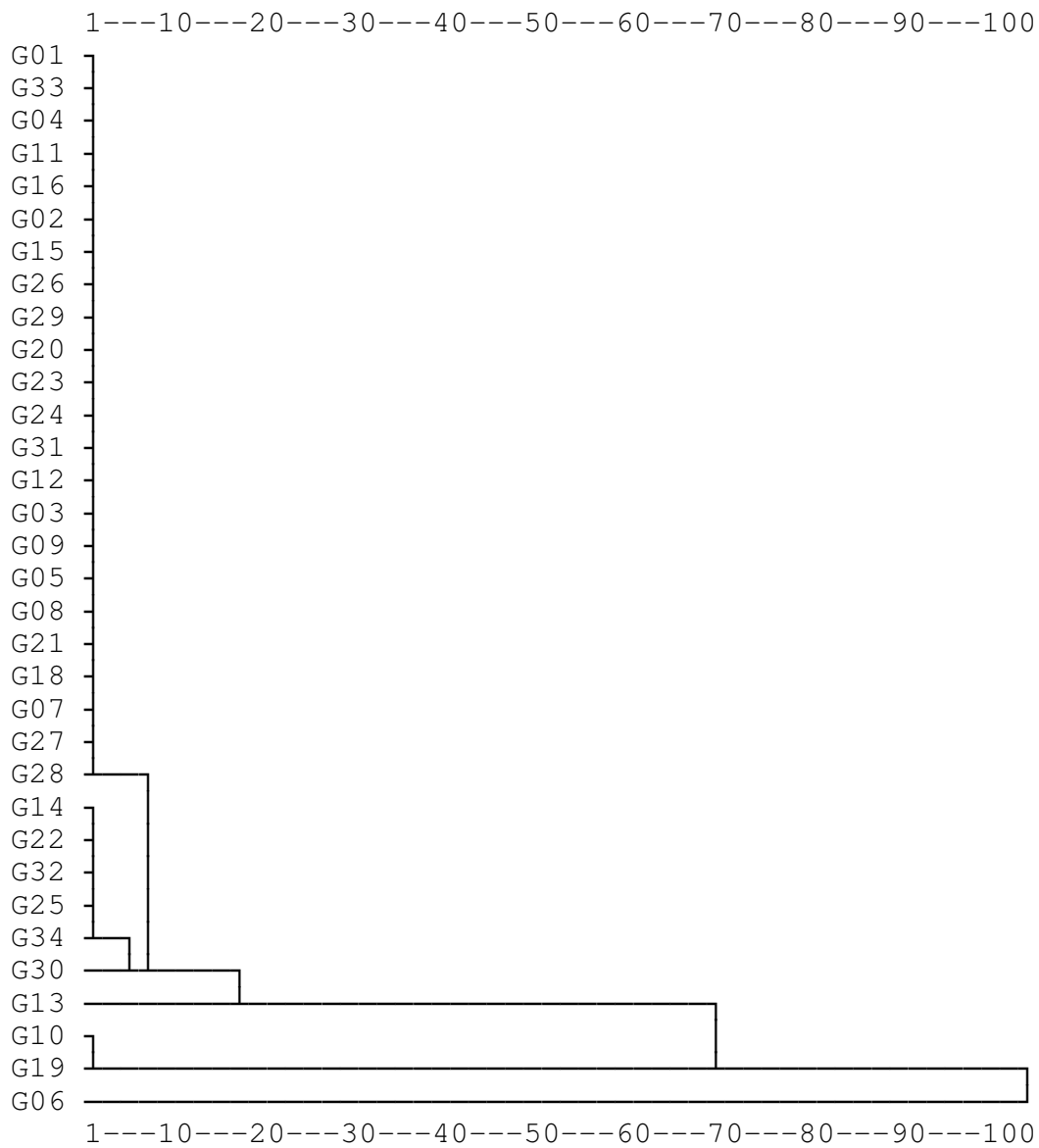


Figure 1. Dissimilarity dendrogram calculated with Statistica programme package using Euclidean distances between different individual aerosol particles from Chile collected during an eruption of the Lonqimay Volcano

$$x_i = \sum_{j=1}^n C_{ijklmn} x_j y_k \theta_l \varphi_m \delta_n$$

$x_i \sim = \sim x \text{ OVER } D_x \sim + \sim C_x \text{ theta } \delta \sim + \sim S_{30} \text{ theta } \text{ SUP}$
 $3 \sim + \sim S_{12} \text{ theta } \phi \text{ SUP } 2 \sim + \sim P_x \text{ phi } \rho \sim + \sim Q_x \text{ theta}$
 $\text{varepsilon} \sim + \sim R_x \text{ theta } \text{ SUP } 2 \text{ sigma } \sim + \sim \dots$

$$\begin{aligned}
y_i \sim &= \sim y \text{ OVER } D_y \sim + \sim C_y \text{ phi } \delta \sim + \sim S_{03} \text{ phi } \text{ SUP } 3 \sim \\
&+ \sim S_{21} \text{ theta } \text{ SUP } 2 \text{ phi } \sim + \sim P_y \text{ theta } \text{ rho } \sim + \sim Q_y \text{ phi } \\
&\text{varepsilon} \sim + \sim R_y \text{ phi } \text{ SUP } 2 \text{ sigma } \sim + \sim \dots
\end{aligned}$$

$$E = E_0 \frac{m_1^2}{(m_1^2 + m_2^2)} \text{SCALESYM 240} \left[\cos^2 \theta + \text{SCALESYM 240} \left(\frac{m_2^2}{m_1^2} - \sin^2 \theta \text{SCALESYM 240} \right)^{\frac{1}{2}} \text{SCALESYM 240} \right]^2$$

$\left\{ \frac{d\sigma}{d\theta} \right\} \approx 1,296 \text{ SCALESYM } 240 \left(\frac{z}{Z} \right) \text{ over } E_0 \text{ SCALESYM } 240 \text{)}^2 \text{ SCALESYM } 240 \left[\sin^{-4} \left(\frac{\theta}{2} \text{ SCALESYM } 240 \right) \right] \text{ SCALESYM } 240 \left(\frac{m_1}{m_2} \text{ SCALESYM } 240 \right) \approx + \dots \text{ SCALESYM } 240 \text{]}$

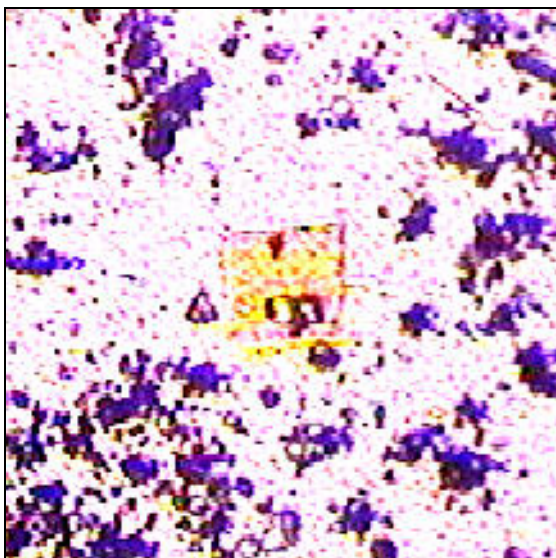
$$Y_{lm} \approx \frac{N_b}{\epsilon_0} C_l \left(\frac{N_{Av}}{M_l} \right) F_{dx} \left(\frac{\Omega}{4\pi} \right) \frac{T(E_{lm}) \sigma_{lm}(E_b)}{\cos \alpha}$$

$$W_{lm} = \frac{\epsilon_0 (E_{lm})^2 T(E_{lm}) \sigma_{lm}(E_b)}{\cos \alpha}$$

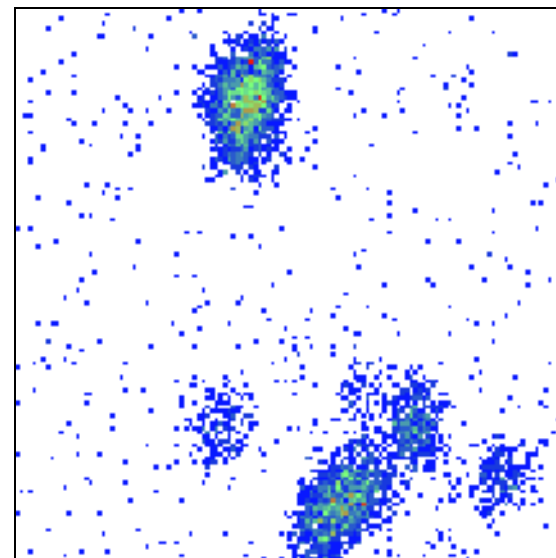
$$C_l \sim \frac{Y_{lm}}{N_b (M_{Av}/M_l) (\Omega / 4\pi) W_{lm}}$$

varepsilon (E)~ =~B~exp~ SCALESYM 100 LBRACE - [mu _Be
~A(1)~+ ~mu _Si ~A(2) ~+~ mu _Au ~A(3)] SCALESYM 100
RBRACE SCALESYM 100 LBRACE 1~-~exp[- mu _Si ~A(4)]
SCALESYM 100 RBRACE

$B \sim \frac{1}{\{A_0 \sim \text{CDOT} \sim \text{OMEGA} \sim \text{CDOT} \sim E\}}$



Optical image of an aerosol sample.
The yellow area
in the centre was irradiated.



Micro-PIXE Si map
of the shown aerosol
sample (scan size: 50 μm).

	1F/1	1F/2	1F/3	1F/4	1F/5	1F/6	3K/1	3K/2O	3K/2I	3K/3
Al	--	--	--	--	0.4739	0.1952	--	--	--	--
Si	0.10	0.7241	0.2384	0.1665	1.138	0.5592	0.2955	1.669	25.08	2.353
P	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
S	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Cl	--	--	0.0521	--	--	--	0.09537	--	--	0.09635
K	--	0.1696	0.1025	0.07193	0.2327	0.05987	0.05751	0.2332	8.947	0.1984
Ca	0.06683	0.5528	0.06377	0.03743	0.1228	0.05316	--	0.6756	5.555	0.4457
Sc	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ti	--	0.04934	--	0.03683	--	--	--	--	0.2699	0.04969
V	0.03894	0.04361	--	--	--	--	--	0.06278	0.2767	0.05951
Cr	0.3718	--	0.2559	0.1375	0.34	0.1895	0.2168	0.1665	--	0.2497
Mn	0.9589	0.5226	0.6507	1.07	0.5151	0.7289	0.6708	--	1.104	0.4493
Fe	97.29	96.61	97.52	97.64	96.86	98.01	98.05	93.72	31.03	94.93
Cu	0.1719	0.1608	--	--	--	0.2056	0.09126	0.2869	--	0.3657
Zn	--	--	--	--	--	--	--	--	12.95	--
Br	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Au	1.005	1.162	1.119	0.843	0.3206	--	0.5238	3.182	11.31	0.8036

	3K/4	10K/1	10K/2	10K/3	11K/1	11K/2	11K/3	12K/1	12K/1S	12K/2C
Al	--	3.22	2.49	--	3.21	--	--	0.497	--	--
Si	0.471	24.1	17.8	14.3	37.7	--	0.175	18.5	13.5	9.56
P	--	--	--	--	--	0.148	0.201	0.00295	--	0.223
S	--	--	1.67	--	--	--	--	0.00984	12	0.13
Cl	0.0863	--	--	--	--	--	--	0.0148	2.45	0.244
K	0.0577	4.58	3.49	6.99	2.53	--	0.0539	3.71	6.35	9.1
Ca	--	16.9	20.2	25.4	1.71	--	0.292	6.01	8.87	11.6
Sc	--	--	--	--	--	--	--	0.152	--	0.223
Ti	--	1.31	1.05	1.84	0.402	--	4.65	1.81	1.32	2.49
V	--	--	0.116	--	--	0.0449	--	0.442	--	0.272
Cr	0.252	--	--	0.254	--	0.401	0.21	--	0.554	--
Mn	1.02	0.205	0.277	0.677	--	0.745	0.729	0.759	--	0.903
Fe	97.6	11.6	11.5	20.6	0.334	98.2	93.2	41.3	13.3	39.9
Cu	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zn	--	--	0.128	0.107	--	--	--	0.433	1.94	4.53
Br	--	--	--	--	--	--	--	--	7.38	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	--	0.62	--	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Au	0.533	0.632	0.783	1.27	8.32	0.503	0.438	2.12	--	3.42

--	18K/6	576	871B/10	871B/11	871B/2	871B/3	BGR
Al	0.298	0.731	1.19	--	0.868	--	--
Si	14.4	4.24	5.75	1.92	2.87	0.905	0.804
P	--	0.311	0.156	--	--	0.155	--
S	--	0.231	0.0596	--	--	0.0908	--
Cl	0.246	0.221	--	--	--	0.0919	32.7
K	0.988	0.324	0.682	1.62	1.05	0.564	0.211
Ca	16.6	0.192	8.99	8.83	4.03	8.12	0.609
Sc	--	--	--	--	--	--	--
Ti	2.18	0.0499	39.3	39.5	48.4	41.9	0.248
V	0.298	0.0307	0.817	0.885	1.09	0.981	0.0517
Cr	0.204	0.111	--	--	--	--	0.0754
Mn	0.802	0.715	9.59	13.9	8.76	11.5	--
Fe	40.2	87.5	21.2	26.8	27.4	30.7	0.329
Cu	0.547	0.064	--	--	--	--	0.316
Zn	0.104	--	--	--	--	--	61.4
Br	--	--	--	--	--	--	--
Sr	--	--	--	--	--	--	--
Y	--	--	--	--	--	--	--
Zr	--	--	0.37	0.453	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--	--	--
Au	--	0.469	1.61	0.261	0.595	1.74	3.26

Tartalomjegyzék	1
1. Bevezetés	3
2. Irodalmi áttekintés	6
2.1. A különböző típusú mikroszondák történeti és tematikus áttekintése	6
2.2. A pásztázó proton mikroszonda szerkezeti egységei	10
2.2.1. Gyorsítók	10
2.2.2. Rések	12
2.2.3. Nyalábformáló rendszerek	13
2.2.4. Pásztázás	22
2.2.5. Vákuumrendszerek	25
2.2.6. Rezgésmentes környezet	25
2.2.7. A nyaláb méretének meghatározása	26
2.2.8. Adatgyűjtés	26
2.3. Alkalmazott analitikai módszerek	27
2.3.1. PIXE	27
2.3.1.1. A PIXE módszer elvi alapjai	29
2.3.1.2. Röntgen abszorbensek használata	33
2.3.1.3. Kalibráció és kiértékelés	34
2.3.1.4. Árammérési problémák	37
2.3.1.5. Mátrix számítások	39
2.3.1.6. Holtidő korrekció	40
2.3.2. RBS	41
2.3.3. NRA	43
3. A mikroszonda telepítése az ATOMKI-ben – felmerült problémák, és azok megoldásai	44
3.1. Gyorsító	44
3.2. A nyalábcsatorna építése	48

3.3. Rezgésmentes környezet	49
3.4. Nyalábformáló rendszerek, nyalábvezetési technikák	50
3.5. Kamra	51
3.6. Adatgyűjtés	54
3.6.1. PIXE	54
3.6.2. RBS	55
3.6.3. PIGE	56
3.7. A nyalábméret meghatározása	58
3.8. Elektrosztatikus szekundér elektron szupresszor tervezése és kivitelezése	60
3.9. Szigetelőanyagú minták mérésének megvalósítása	62
3.10. Röntgen abszorbensek használata	63
4. Alkalmazások	66
4.1. Szferula kutatás	66
4.1.1. A szferulák eredet szerinti csoportosítása	67
4.1.2. A szferulák analitikai vizsgálata	69
4.1.3. Szferulák vizsgálata a pásztázó proton mikroszondával	70
4.1.3.1. Mintatartó tervezése	70
4.1.3.2. Szigetelőanyagú minták mérése	71
4.1.3.3. Röntgen abszorbensek használata	73
4.1.3.4. A vizsgálandó minta kiválasztásával kapcsolatos tapasztalatok	74
4.1.3.5. Inhomogén minták vizsgálata	76
4.1.3.6. Az elemi koncentráció meghatározások eredményei	78
4.1.4. Következtetések	86
4.2. Aeroszol kutatás	87
4.2.1. Aeroszlok egyedi szemcse analízise	88
4.2.2. A mérések eredményeiből levonható következtetések	91
5. Összefoglalás	93
6. Summary	95

7. Köszönetnyilvánítás	98
8. Irodalom	99
9. Az értekezés témakörében megjelent saját publikációk	109