



L7

IONTOVÁ AUTOEMISNÍ MIKROSKOPIE A TOMOGRAFICKÁ ATOMOVÁ SONDA (FIM – TAP)

M. Karlík

Katedra materiálů ČVUT – FJFI, Trojanova 13, 120 00 Praha 2

Koncept atomu existuje už od 5. století před Kristem, ale až v 19. století byl zpracován do vědecké teorie. Dokonce ani potom nebylo považováno za možné atomy zobrazit - aby byly vidět, bylo by třeba je zvětšit milionkrát. V roce 1951 však Erwin W. Müller, profesor na Pennsylvania State University v USA, dosáhl tohoto zvětšení konstrukcí mikroskopu zcela nového typu – iontového autoemisního mikroskopu (Field Ion Microscope - FIM). Tento přístroj mu umožňoval pozorovat atomy rutinním způsobem.

V roce 1967 Müller ve spolupráci se svými kolegy mikroskop dále zdokonalil připojením hmotnostního spektrometru. Nový přístroj, který nazval iontový autoemisní mikroskop s atomovou sondou (Atom Probe Field Ion Microscope AP- FIM), zkráceně atomová sonda, umožňuje atomy nejen zobrazovat, ale též individuálně identifikovat.

V roce 1992 Didier Blavette a jeho kolegové v laboratoři Fyziky materiálů Université de Rouen ve Francii iontový autoemisní mikroskop s atomovou sondou významně zdokonalili. Vyvinuli x-y detektor, který spolu s výkonnou výpočetní technikou umožňuje trojrozměrnou rekonstrukci umístění jednotlivých atomů ve studovaném vzorku. Autoemisní iontový mikroskop s x-y detektorem se nazývá tomografická atomová sonda (Tomographic Atom Probe Field Ion Microscope – TAP-FIM). X-y detektor má 96 anod, a proto je tomografická atomová

sonda ekvivalentem 96 konvenčních atomových sond pracujících paralelně. Při frekvenci 100 napě ových pulsů za sekundu je schopna analyzovat objem přibližně $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm} \times 50 \text{ až } 100 \text{ nm}$, což odpovídá asi 1 000 000 atomů. Současně je možné detekovat 8 různých druhů iontů. V ose analýzy je možné dosáhnout rozlišení atomových rovin. V laterálních směrech (x-y) není atomové rozlišení v důsledku aberací trajektorií iontů možné.

Podrobně jsou možnosti a nedokonalosti TAP-FIM ilustrovány na příkladu analýzy destičkovitých částic – Guinier-Prestonových zón v monokrystalu slitiny Al-1,54 at% Cu stárnuté 30h při 100°C. Výsledky získané na této slitině pomocí transmisní elektronové mikroskopie s atomovým rozlišením (HREM) ukazují, že většina GP1 zón jsou shluky atomů mědi o velikosti 1-9 nm a tloušťce jediné atomové roviny. Byly však pozorovány i struktury GP2 skládající se ze dvou jednoatomových vrstev bohatých na měď separovaných třemi atomovými rovinami matrice Al, i částice v intermediálním stadiu růstu mezi GP1 a GP2. Z výsledků analýzy pomocí TAP-FIM vyplývá, že koncentrace mědi v těchto částicích se pohybuje v rozmezí 40 až 100%. Reziduální tuhý roztok je velmi heterogenní. V blízkosti GP zón klesá koncentrace mědi v matici až na nulu, zatímco v ostatních oblastech se pohybuje v rozmezí 0,7 až 1 at% Cu.

L8

APLIKACE DIFRAKCE ELEKTRONŮ V ŘÁDKOVACÍ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPII (EBSD)

P. Haušild

Katedra materiálů ČVUT – FJFI, Trojanova 13, 120 00 Praha 2

Znalost lokální krystalografické orientace uvnitř jednotlivých zrn, popř. orientační relace mezi sousedními zrny umožňuje hlubší poznání, jaký mají vliv vlastnosti jednotlivých krystalů na vlastnosti materiálů na makroskopické úrovni.

Klasické metody založené na rtg. difrakci zkoumají průměrnou krystalografickou orientaci (texturu) v těsné blízkosti povrchu vzorku (zkoumaná plocha s laterálním rozlišením ~ mm a hloubkou penetrace ~ μm) a neumožňují tedy lokální analýzu na úrovni jednotlivých zrn. Lokální krystalografická orientace může být určena technikami využívající elektronový svazek (řádovací nebo transmisní elektronový mikroskop). K tomuto účelu je řádovací elektronový mikroskop používán častěji než transmisní nebo umožňuje zkoumání masivních vzorků (na rozdíl od tenkých fólií v transmisním elektronovém mikroskopu). V řádovacím elektronovém mikroskopu

jsou používány tyto techniky: kanálování elektronů při oscilujícím elektronovém svazku – ECP (Electron Channeling Pattern), rtg. Kosselovy čáry a difrakce zpětně odražených elektronů – EBSD (Electron Back Scattering Diffraction).

Nejčastěji používanou technikou zkoumání lokální krystalografické orientace v řádovacím elektronovém mikroskopu je v současnosti EBSD. Tato metoda byla vyvinuta již v sedmdesátých letech, ale rozšířila se až v devadesátých letech s rozvojem počítačové techniky umožňujícím automatické indexování. EBSD má prosatorové rozlišení ~ 50 nm a úhlové ~ 1°. Difrakční obrazec je vytvářen interakcí primárního elektronového svazku s nakloněným vzorkem (~ 70°). Elektrony svazku jsou elastickými srážkami odklány do všech směrů tak, že plní funkci bodového zdroje těsně pod povrchem vzorku.

Po následné difrakci s krystalovými rovinami vzorku po splnění Braggovy podmínky vytvářejí zpětně odražené elektrony tzv. Kikuchiho kužely. Průnik těchto kuželů s fosforovým stínítkem vytváří difrakční obrazec Kikuchiho čar, který je snímán kamerou. Indexování difrakčních obrazců se provádí automaticky s využitím Houghovy transformace k určení geometrické polohy Kikuchiho čar v difrakčním obrazci. Rychlost zpracování

je vysoká – řádově desítky difrakčních obrazců za sekundu. Získaná data jsou pak počítačově zpracována k získání mapy krystalografických orientací zkoumané plochy.

Možnosti a limity této metody jsou ilustrovány na příkladech vlivu lokální krystalografické orientace na šíření štěpné trhliny v bainitické reaktorové oceli A508, analýze zotavené struktury intermetalika Fe_3Al aj.

