

NANO LÉPTÉKBEN AZ ARCHEOMETRIÁBAN: ÚJ LEHETŐSÉG MAGYARORSZÁGON A KULTURÁLIS ÖRÖKSÉG TÁRGYAINAK VIZSGÁLATÁBAN: FIB/SEM (FÓKUSZÁLT IONSUGARAS MIKROSKÓP/SZKENNING ELEKTRONMIKROSKÓP) KÉTSUGARAS KÉSZÜLÉK AZ ELTE-N

ARCHAEOLOGY ON THE NANOSCALE: NEW POSSIBILITY IN HUNGARY IN
THE RESEARCH OF CULTURAL HERITAGE MATERIALS: FIB/SEM (FOCUSED
ION BEAM MICROSCOPE/SCANNING ELECTRON MICROSCOPE) DUAL BEAM
INSTRUMENT AT EÖTVÖS LORÁND UNIVERSITY

GHERDÁN KATALIN

ELTE TTK Közöttani és Geokémiai Tanszék

E-mail: gherdankata@hotmail.com

Abstract

In the framework of TAMOP 4.2.1. grant programme Eötvös Loránd University, Budapest has come into possession of a FEI Quanta 3D FIB/SEM microscope. The instrument provides outstanding opportunity for high resolution, nanoscale material research. During the current project phase (2010–2012) analysis of cultural heritage materials will also be possible.

Kivonat

TAMOP 4.2.1. pályázat keretében az ELTE 2010 nyarán hozzájutott egy FEI Quanta 3D típusú FIB/SEM készülékhez. A műszer Magyarországon egyedülálló lehetőséget teremt nagy felbontású, nanoléptékű anyagvizsgálatokra. A pályázat keretében a 2010–2012 időszakban lehetőség nyílik régészeti eszközök és műtárgyak szöveti és nagyfelbontású analitikai vizsgálatára is.

KEYWORDS: FIB/SEM, NANOSCALE MATERIAL RESEARCH, CULTURAL HERITAGE

KULCSSZAVAK: FIB/SEM, NANOLÉPTÉKŰ ANYAGVIZSGÁLAT, KULTURÁLIS ÖRÖKSÉG

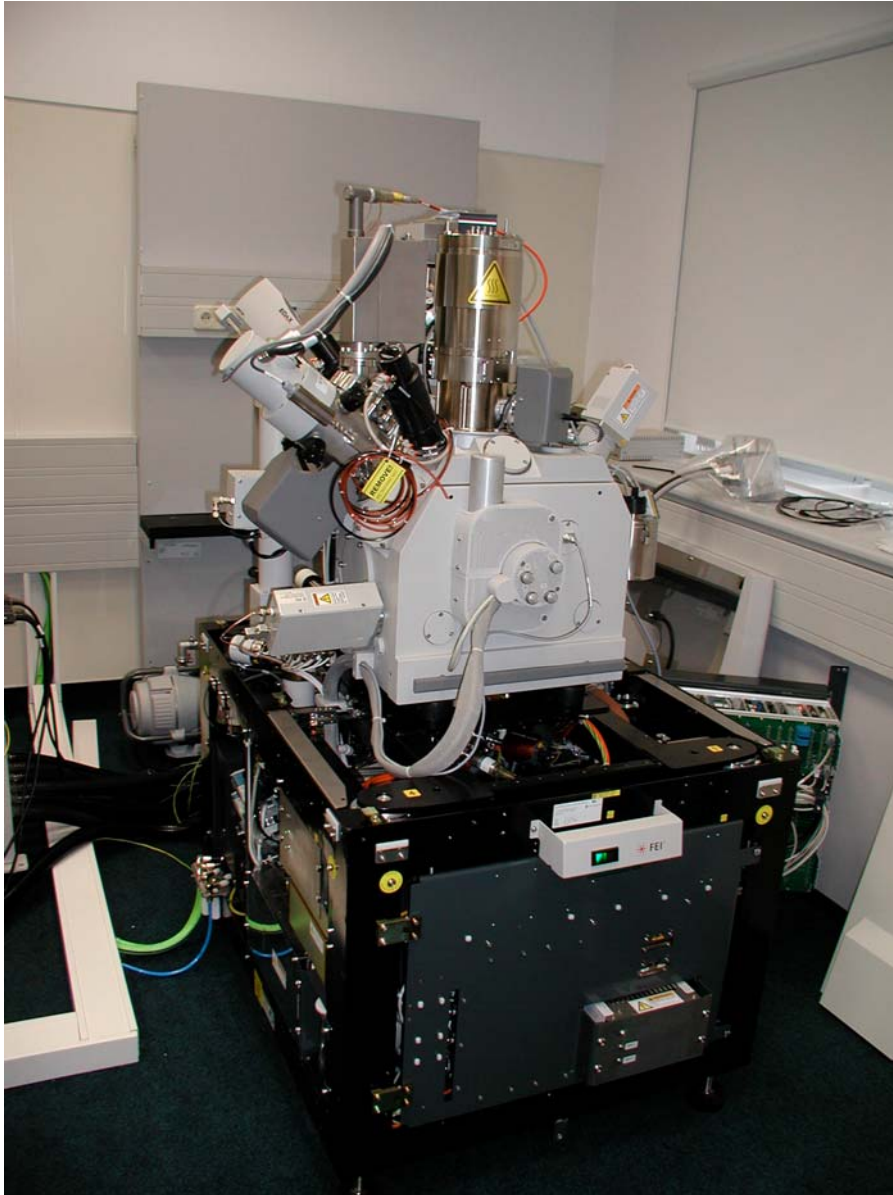
Röviden az eszközről

A fókuszált ionsugarú (focused ion beam; FIB) mikroszkóp egyszerre ad lehetőséget nagyfelbontású képek készítésére, valamint nano méretben (vagyis a milliméter milliomod részében) történő anyagmegmunkálásra. Maga a berendezés a pásztázó (szkenning) elektronmikroszkópra (SEM) hasonlít, de a mintát pásztázó részecskesugarat nem gyorsított elektronok, hanem gyorsított ionok alkotják. Az ionsugár és a minta kölcsönhatása során a mintából kilépő elektromágneses sugarak és részecskék detektálásával nagyfelbontású mikroszkópi képet állíthatunk elő, emellett az ionsugár lehetővé teszi a minta felületének finom, nanoléptékű megmunkálását is (Volkert et al, 2007), ezáltal a régészeti mintáknál kiemelten fontos, szinte tökéletesen roncsolásmentes vizsgálatokat is.

A legtöbb modern készülékben a FIB ionoszlopát elektronoszloppal (SEM) kombinálják, így ún. kétsugaras készüléket hoznak létre. Az ionsugár és elektronsugár egy készülékben való használata a FIB és a SEM nyújtotta lehetőségeket együtt,

kombinálva alkalmazza. Az így kialakított, ún. kétsugaras eszköz az egysugaras FIB-hez hasonlóan alkalmas anyagmegmunkálásra, az ionnyaláb segítségével előállíthatunk ultravékony mintákat további (pl transzmissziós elektronmikroszkópos) vizsgálatokra (Langford et al, 2007), valamint, az elektronsugár kihasználásával lehetőség van arra, hogy a mintát az ionsugárral nano mérettartományban rétegenként vékonyítva, a SEM EDAX detektorát használva, elemeloszlás-térképeket készítsünk, amelyeket az összes kívánt réteg lehántása után, beépített szoftver segítségével, 3D térfogati képpé állíthatunk össze.

Az EBSD detektor lehetővé teszi a szövet, szemcseméret, szemcseorientáció vizsgálatát. Ebben az esetben is van mód 3D megjelenítésre (Wirth, 2009). A műszer képes olyan kis vákuumos környezetben is dolgozni, amiben szigetelő minták is vizsgálhatók anélkül, hogy a minta felületét vezető réteggel kellene bevonni, illetve lehetőség van vákuumérzékeny, nedves, sőt biológiai minták közvetlen vizsgálatára is.

**1. ábra:**

FEI Quanta 3D típusú
FIB/SEM készülék

Fig. 1.:

FEI Quanta 3D type
FIB/SEM equipment

A TAMOP 4.2.1. pályázat keretében az ELTE 2010 nyarán beszerzett FEI Quanta 3D típusú FIB/SEM készüléke a fent jellemezethez hasonló kétsugaras berendezés: ion- és elektronforrással is rendelkezik (1. ábra).

A mintakamrába viszonylag nagy, 200 mm átmérőjű, 50 mm vastagságú minták is behelyezhetők. A mintatartó mozgatható: x,y irányokban 50 mm-t, z irányban 25 mm-t, dönthető a -10° -- $+60^\circ$ tartományban, illetve 360° -os elfordítására is lehetőség van.

A műszerhez kapcsolódó Szubmikroszkópos anyag- és élettudományi kutatások címet viselő munkaprogram keretén belül 2010 késő ősztől lehetőség nyílik régészeti eszközök és műtárgyak szöveti és nagyfelbontású analitikai vizsgálatára is.

Lehetőségek a kulturális örökség tárgyainak nano léptékű vizsgálatában

A modern anyagvizsgáló technikák napjainkban egyre nagyobb teret hódítanak a műtárgyak anyagvizsgálatának területén. Kiterjedt irodalma van a szkennig elektronmikroszkópos, elektronmikroszondás és röntgen diffrakciós elemzéseknek, míg a nano mérettartományban végzett vizsgálatok új, az irodalomban még csak ritkán megjelenő megközelítést jelentenek a kulturális örökség tárgyainak tanulmányozásában (Groot et al, 2006; Sciau et al, 2009; Walton et al, 2009).

Az első, ember készítette nanostruktúrák fémfilmek, kerámiadíszítések, ún. lüsztermázak voltak, amiket, empirikus alapon, a középkortól kezdve használnak.

Használatuk jelentős felfedezés volt a technika történetében: elkészítésükhöz és reprodukálásukhoz magas fokú technikai tudás kellett. A díszítés szerkezetének, textúrájának ismerete kulcsfontosságú annak megértésében, milyen folyamatok játszódtak le az égetés során, ill., hogy milyenek a végtérkép tulajdonságai. A lüszter kerámiák kereskedelmi sikere vizuális megjelenésükön, szépségükön múlik, ami nagyban összefügg a máz nanoszerkezetével. A máz mélységbeli ismerete lehetővé teszi azt is, hogy megfelelő döntések szülessenek a kerámiatárgyak restaurálásával, konzerválásával kapcsolatban (Pérez-Arantegui & Larrea, 2003).

Mindezek alapján érdekes, új tudományos eredmények várhatók a bonyolult rétegszerkezettel jellemezhető műtárgyak, például a festett, mázas kerámiák vagy fémtárgyak textúrájának, nanofázisainak vizsgálatától.

További lehetőségek rejlenek a restaurálás, konzerválás szempontjából érdekes dinamikus folyamatok, különösen a lassú, nanométer/nap vagy kisebb sebességgel zajló korrózió/oxidáció/diffúzió által kontrollált folyamatok nyomon követésében, amelyek vizsgálatához korábban hosszú időre, vagy - például konzerváló anyagok tesztelésekor, a korróziós folyamatok modellezésekor - a folyamatok gyorsítására, pl. gyorsított „öregítésre” volt szükség ahhoz, hogy mérhető változásokat generáljanak reális időintervallumon belül (McPhail, 2006).

A kulturális örökség tárgyainak vizsgálatánál fontos szempont lehet az alkalmazott módszerek roncsolásmentessége. A bemutatott eszköz előnye, hogy kis vákuumban dolgozva nem vezető minták is vizsgálhatók, a vizsgálat nem igényel mintaelőkészítést, nem kell a vizsgált tárgyat vezető réteggel bevonni. Bár maga a vizsgálat ugyan a valóságban nem teljesen roncsolásmentes, ám amiatt, hogy rendkívül kis mérettartományban mozgunk, a vizsgálat során keletkező sérülés szabad szemmel, sőt hagyományos mikroszkóp alatt megfigyelve is észrevehetetlen marad.

Ezzel a műszerrel tehát az archeometriai anyagvizsgálatokra egy teljesen új mérettartomány nyílik meg előttünk, ami reményeink szerint

számos, az eddig használat eszközökkel megválaszolhatatlan régészeti kérdésre tud majd választ adni.

Irodalom

GROOT, N.C.F., DIK, J., VAN DER KOOIJ, G., ALKEMADE, P.F.A., SIVEL, V.G.M. & TICHELAAAR, F.D. (2006): Dark and shiny: The discovery of chromite in Bronze Age faience. *Archaeometry* **48/2**, 229-236.

LANGFORD, R.M., NELLEN, PH.M., GIERAK, J. & FU, Y. (2007): Focused Ion Beam Micro- and Nanoengineering. *MRS Bulletin*, **32**, 417-423.

MCPHAIL, D.S. (2006): Some applications of SIMS in conservation science, archaeometry and cosmochemistry. *Applied Surface Science* **252**, 7107-7112.

PÉREZ-ARANTEGUI & LARREA, Á. (2003): The secret of early nanomaterials is revealed, thanks to transmission electron microscopy. *Trends in Analytical Chemistry* **22/5**, 327-329.

SCIAU, PH., SALLES, PH., ROUCAU, C., MEHTA, A. & BENASSAYAG, G. (2009): Application of focused ion beam for preparation of specimens of ancient ceramic for electron microscopy and synchrotron X-ray studies. *Micron* **40**, 597-604.

VOLKERT, C.A., MINOR, A.M. & guest editors (2007): Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining. *MRS Bulletin*, **32**, 389-399

WALTON, M.S., DOEHNE, E., TRENTELMAN, K. & CHIARI, G. (2009): Characterization of coral red slips on Greek Attic pottery. *Archaeometry* **51/3**, 383-396.

WIRTH, R. (2009): Focused Ion Beam (FIB) combined with SEM and TEM: Advanced analytical tools for studies of chemical composition, microstructure and crystal structure in geomaterials on a nanometric scale. *Chemical Geology* **261**, 217—229.

