

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

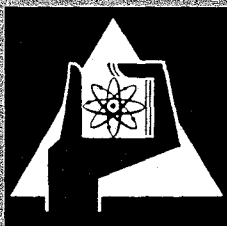
April 1970

KFK 1246

Abteilung Strahlenschutz und Sicherheit

Anwendung der Interferenzkontrast-Mikroskopie
zur Kernspurregistrierung in Festkörpern

E. Piesch



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE



Anwendung der Interferenzkontrast-Mikroskopie zur Kernspurregistrierung in Festkörpern

Ernst Piesch

Kernforschungszentrum Karlsruhe
Abteilung Strahlenschutz
und Sicherheit

1. Einleitung

Die vor allem durch Arbeiten von R. L. Fleischer, P. B. Price, R. M. Walker [1, 2] in den Jahren 1962/63 bekanntgewordene und in der Zwischenzeit weiterentwickelte Methode der nichtphotographischen Kernspurregistrierung geht auf den Effekt zurück, daß energiereiche Teilchen längs ihres Weges im Festkörper bleibende Schädigungen hervorrufen. Durch ein chemisches Anätzen des Festkörpers wird das strahlengeschädigte Material stärker angegriffen als die nichtstrahlengeschädigte Umgebung, so daß auf der Festkörperoberfläche Ätzgruben mikroskopisch sichtbar werden.

Der Nachweis schwerer geladener Teilchen in Festkörperspurrendektoren — insbesondere in Glimmer, anorganischen Kristallen, Gläsern und Plastikfolien — hat in den letzten Jahren zu sehr interessanten Anwendungen in der Kernphysik geführt [3]. Neben eigentlichen kernphysikalischen Untersuchungen handelt es sich hier vor allem um Verfahren zum Nachweis von Neutronen über Spaltfragmente, Rückstoßkerne und α -Teilchen, um Methoden der prähistorischen Altersbestimmung von Gesteinen, Gläsern und extraterrestrischen Proben, um Verfahren zum Nachweis energiereicher Teilchen an Hochenergiebeschleunigern sowie in neuester Zeit um extraterrestrische Messungen der kosmischen Strahlungskomponenten und des Sonnenwindes im Weltraum.

Im Gegensatz zur photographischen Kernspurregistrierung steht man hier vor der Aufgabe, auf einer ebenen Festkörperoberfläche Ätzgruben von 0,5 μm bis 5 μm Tiefe mikroskopisch nachzuweisen. Eine Betrachtung der Ätzgruben im üblichen Hellfeld, Dunkelfeld oder Phasenkontrast bringt keine wesentliche Kontraststeigerung des schon vom Kernspurfilm her bekannten mikroskopischen Bildes. Versuche mit einem von der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, entwickelten Interferenzkontrast-Verfahren nach Nomarski [4–6] zeigten jedoch unerwartet günstige Ergebnisse. Besondere Vorteile gegenüber den bisherigen Methoden ergeben sich vor allem aus der pla-

stischen, reliefartigen Wiedergabe der Ätzgruben sowie aus der Möglichkeit, mittels Interferenzfarben zwischen Ätzgruben und Bilduntergrund zusätzliche Farbkontraste zu erzeugen.

2. Nachweismethode

Als Beispiel für die Anwendung des Interferenzkontrast-Verfahrens zur Kernspurregistrierung in Festkörpern wird im folgenden der Nachweis von Spaltfragmenten und α -Teilchen beschrieben.

Zu diesem Zweck wurden geeignete Detektorkombinationen, bestehend aus einem Festkörper (Glas, Glimmer, Kunststoff), in Kontakt mit spaltbarem Material (z. B. Uran, Thorium) mit Neutronen einer Americium-Beryllium-Neutronenquelle bestrahlt.

Zum Nachweis der an der Festkörperoberfläche hervorgerufenen Beschädigungen wurden folgende Ätzmethoden zugrunde gelegt:

Phosphatglasdosimeter wurden nach der Bestrahlung in 28prozentiger KOH-Lösung 1 h bei einer Temperatur von 60° C geätzt.

Kunststoffolien (Makrofol E) wurden 1 h bis 3 h in einer 28prozentigen KOH-Lösung bei 60° C geätzt.

Glimmerfolien wurden in einem Gemisch aus Flußsäure und Schwefelsäure bei einer Temperatur von 60° C etwa 1 h geätzt. Zur Diskriminierung des Spurenuntergrundes, der innerhalb eines geologischen Zeitraums durch spontane Spaltung von Uran entsteht, wurde Glimmer vor der Neutronenbestrahlung 1 h lang auf 600° C erhitzt und danach 2 h vorgeätzt. Nach Regenerierung und Vorätzung erscheinen Untergrundspuren wesentlich größer als strahleninduzierte Ätzgruben.

Das Interferenzkontrast-Verfahren nach Nomarski ist in anderen Arbeiten bereits ausführlich beschrieben worden [7, 8]. Bei den hier durchgeführten Untersuchungen wurde ein Photomikroskop der Firma Carl Zeiss verwendet, welches mit einer speziellen Interferenzkontrast-Einrichtung ausgerüstet wurde, die aus einem Polarisationsfilter, einem Interferenzkontrast-Kondensator und einem Interferenzkontrast-Schieber besteht. Für die Her-

stellung der mikrophotographischen Aufnahmen wurden als Objektiv das Neofluar 40/0,75 benutzt.

3. Das Interferenzkontrast-Bild von Ätzgruben in Festkörperdetektoren

Bei der hier beschriebenen Anwendung der Interferenzkontrast-Mikroskopie wird nach Einstellung des Bildes auf optimalen Kontrast die Stellung des Interferenzkontrast-Schiebers so verändert, daß in den Ätzgruben und im Bilduntergrund verschiedenartige Interferenzfarben entstehen. Entsprechend den Dickenunterschieden im Objekt (Höhenunterschied der Festkörperoberfläche zur Tiefe der Ätzgrube) erscheinen Ätzgruben im Kontrast zum Untergrund hell, bei tieferen Ätzgruben entstehen innerhalb der Ätzgrube konzentrische Interferenzringe bzw. Interferenzfarben.

Diese Verhältnisse werden in den Bildern 1 bis 6 für den Nachweis von Spaltfragmenten im Phosphatglas wiedergegeben. Die runden, ovalen Ätzgruben erscheinen hier durch die unterschiedliche Färbung von Ätzgruben und Bilduntergrund sehr kontrastreich und profilgetreu. Zur mikroskopischen Auszählung der Ätzgruben kann für den Bilduntergrund eine zweckmäßige Interferenzfarbe ausgewählt werden, beispielsweise Weiß, Grau, Gelb, Braun, Rot oder Blau. Ätzgruben und Bilduntergrund erscheinen hierbei in unterschiedlichen Farben und Helligkeitsabstufungen.

Bild 7 zeigt zwei charakteristisch geformte, rhombische Ätzgruben von Spaltfragmenten in unbestrahltem Glimmer. Dieser natürliche Spurenuntergrund entsteht innerhalb des geologischen Zeitraumes durch spontane Spaltung eines natürlichen Anteiles von Uran im Glimmer. Bei Kenntnis des Urangehaltes kann aus der Zahl der Spaltfragmentspuren das geologische Alter ermittelt werden. Damit lassen sich bei Mineralen und geologischen Formationen Datierungen zwischen 100 Jahren und 10⁶ Jahren durchführen.

Die zahlreichen, weniger tiefen Ätzgruben in Bild 7 sind etwa 0,5 μm tief und stammen von α -Teilchen der natürlichen Uran-Zerfall-

reihe. Bisher konnten α -Teilchen im Glimmer nur mit elektronenmikroskopischen Verfahren nachgewiesen werden. Glimmer ist ein sehr temperaturbeständiger Festkörper, er wird daher bevorzugt als Teilchen-Detektor zur Messung extraterrestrischer Strahlung, insbesondere zum Nachweis der Intensität des Sonnenwindes auf der Mondoberfläche, eingesetzt.

Ein kurzzeitiges Erhitzen von unbestrahltem Glimmer auf 600 °C führt zu einer Regenerierung des natürlichen Spaltfragmentuntergrundes in tieferen Glimmerschichten sowie zu einer vollständigen Regenerierung des α -Teilchenuntergrundes. Bilder 8, 9 zeigen unterschiedlich große Ätzgruben von Spaltfragmenten, die nach einer Regenerierung und Vorätzung der unbestrahlten Glimmerfolie mit nachfolgender Neutronenbestrahlung erhalten werden. Ätzgruben von Spaltfragmenten, die durch spontane Spaltung des natürlichen Urans im Glimmer entstanden sind, erscheinen hier nach einer Ätzdauer von 3 h größer als solche Ätzgruben, die nach einer Neutronenbestrahlung in Kontakt mit spaltbarem Material nach einer Ätzdauer von 1 h sichtbar werden. Je nach Einstellung des Interferenz-Kontrastschiebers und der Tiefe der Ätzgruben beobachtet man an den rhombischen Seitenflächen der Ätzgrube unterschiedliche Interferenzfarben oder zahlreiche parallel zur Kante verlaufende Interferenzstreifen.

Bilder 10 bis 14 zeigen Ätzgruben von Spaltfragmenten in Makrofol E (Polycarbonatfolien). Nach einer kürzeren Ätzdauer von 1 h erhält man lange, nadelförmige Spuren von ca. 10 μm Länge, nach 3 h Ätzen ovale Ätzgruben von etwa 15 μm Länge und 5 μm Breite. Ein längeres Ätzen verschlechtert den Bilduntergrund, wobei jetzt α -Teilchen als kleine runde Ätzgruben nachweisbar sind.

Für den Nachweis von α -Teilchen verwendet man bevorzugt Cellulose-Acetat-Folien. Hier erhält man nach mehrstündiger Ätzdauer runde Ätzgruben (siehe Bild 15). Die Wahl der Ätzdauer bestimmt die Größe der Ätzgruben (Durchmesser etwa 0,5 μm bis 10 μm). Entsprechend der Aufgabenstellung wird man hierbei große oder aber auch kleine Ätzgruben anstreben, je nach dem, ob eine Auszählung von α -Spuren über eine große Detektorfläche oder eine autoradiographische Auswertung mit guter örtlicher Auflösung gewünscht wird.

4. Zusammenfassung

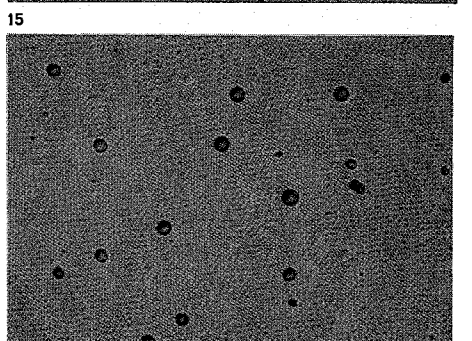
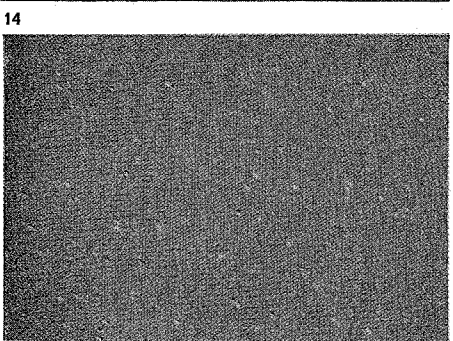
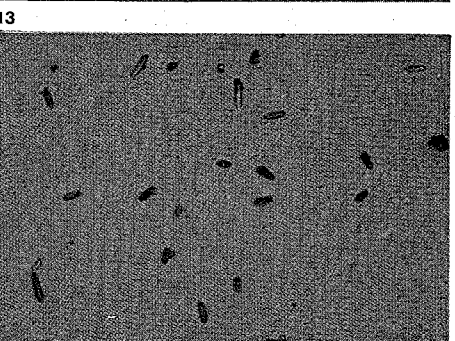
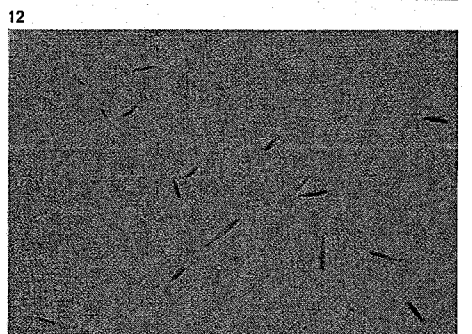
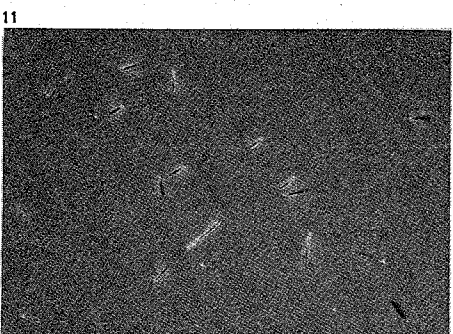
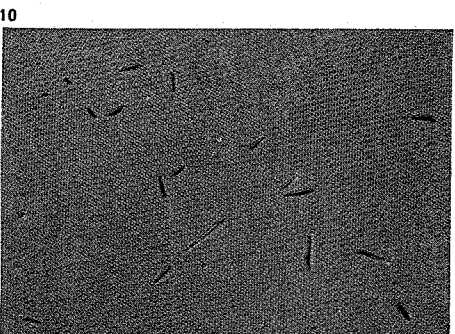
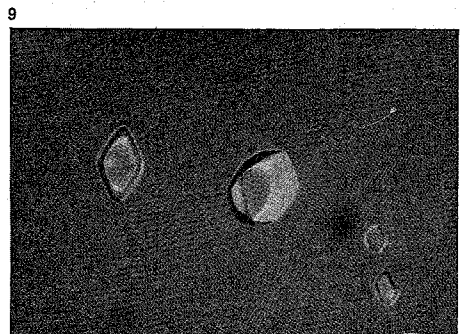
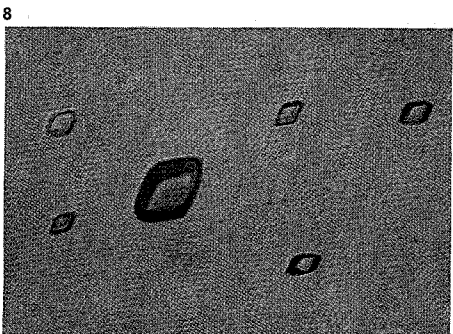
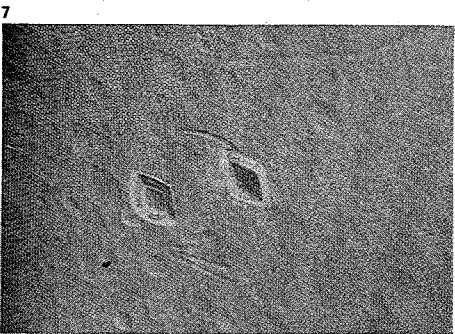
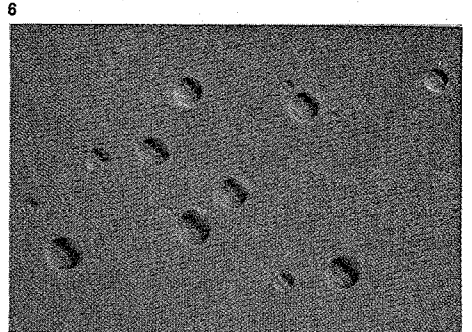
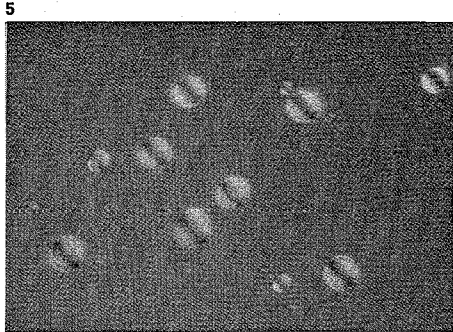
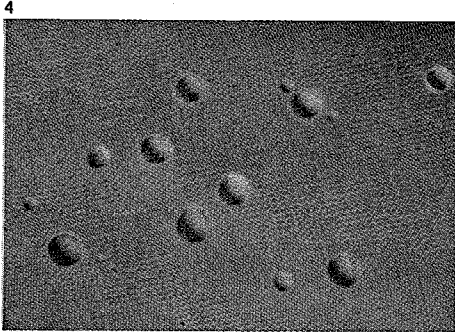
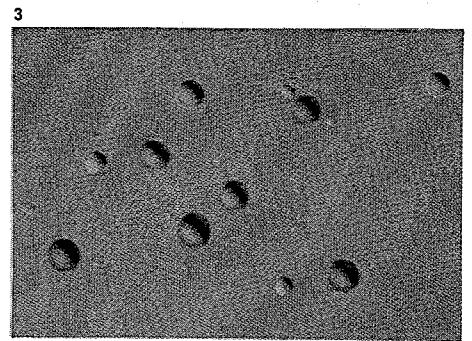
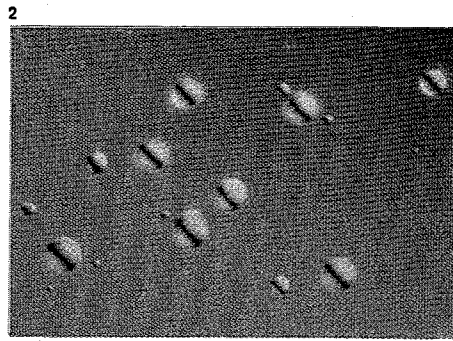
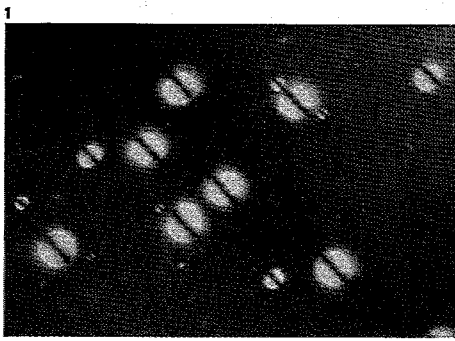
Eine homogene Kontrastierung im Schwarzweiß- oder Farbkontrast kann beim Nomarski-Verfahren durch Einengen der Beleuchtungsapertur erzielt werden. Eine Kontrastverringerng des mikroskopischen Bildes oder aber auch das Angleichen der Interferenzfarbe kann Unebenheiten des Untergrundes und kleinere, störende Untergrundspuren unterdrücken. Dieser Vorteil kommt insbesondere bei einer automatischen Auszählung der Ätzgruben zum Tragen. Bei einer automatischen Kernspurzählung wird man aber auch die unterschiedliche Färbung der Ätzgruben und des Bilduntergrundes direkt zur Diskriminierung des Untergrundes heranziehen.

Die Interferenzkontrast-Mikroskopie bietet die Möglichkeit, die Oberflächenstruktur des Festkörpers durch eine gegenseitige Abstimmung von Helligkeitskontrast, Farbkontrast und Objektkontrast in vielfältiger Weise darzustellen.

Die hier angeführten Beispiele zeigen die besondere Eignung des Interferenzkontrast-Verfahrens nach Nomarski zur Kernspurregistrierung in Festkörpern.

Literaturhinweise:

- [1] P. B. Price und R. M. Walker: J. appl. Phys. **33** (1962) S. 3400
- [2] R. L. Fleischer, P. B. Price und R. M. Walker: Am. Rev. Nucl. Sci. **15** (1965) S. 1
- [3] D. Isabelle und M. Mommin: Proceedings of Int. Conf. on Solid State Track Detectors (May 1969, Clermont-Ferrand)
- [4] G. Nomarski und A. R. Weil: Bull. Soc. Franc. Miner. Crist., **77**, S. 840, 1954
- [5] G. Nomarski: J. Phys. Radium, **16**, S. 9, 1955
- [6] G. Nomarski und A. R. Weil: Rev. de Metallurgie, **52**, S. 121, 1955
- [7] W. Lang: ZEISS Informationen, **16**, S. 114, 1968, Nr. 70
- [8] W. Lang: ZEISS Informationen, **17**, S. 12, 1969, Nr. 71



Bilder 1 bis 6: Ätzgruben von Spaltfragmenten in Phosphatgläsern, aufgenommen mit dem ZEISS PHOTOMIKROSKOP und der Interferenz-Kontrast-Einrichtung nach Nomarski.

Erzeugung von Interferenzfarben durch unterschiedliche Stellung des Interferenzkontrast-Schiebers.

Bild 7: Ätzgruben von Spaltfragmenten und α -Teilchen im natürlichen Glimmer.

Bilder 8 und 9: Ätzgruben von Spaltfragmenten im regenerierten und vorgeätzten Glimmer nach Neutronenbestrahlung.

Bilder 10 bis 12: Ätzgruben von Spaltfragmenten in Makrofol E nach 1 h Ätzen.

Erzeugung von Interferenzfarben durch unterschiedliche Stellung des Interferenzkontrast-Schiebers.

Bild 13: Ätzgruben von Spaltfragmenten in Makrofol E nach 3 h Ätzen.

Bild 14: Ätzgruben von α -Teilchen in Makrofol E nach 5 h Ätzen.

Bild 15: Ätzgruben von α -Teilchen im Celluloseacetat nach 2 h Ätzen.

