

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
"ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ"



МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ СТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для студентов, обучающихся по направлению 22.04.01
«Материаловедение и технологии материалов»

Донецк – 2018 р.

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
"ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ"

КАФЕДРА «ФИЗИЧЕСКОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ СТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для студентов направления 22.04.01 «Материаловедение и технологии
материалов»

Рассмотрено:
На заседании кафедры физического
материаловедения
протокол № 1 от 31.08.2018 г.

Зав.кафедрой _____ Н.Т.Егоров

Утверждено:
На заседании учебно-методической комиссии по
направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии
материалов».
Председатель комиссии

_____ В.П. Горбатенко

Донецк – 2018 г.

УДК 608.1
ББК 34.2
М54

Рецензенты:

Штыхно Алла Петровна – кандидат технических наук, доцент кафедры физического материаловедения ГОУВПО «ДОННТУ»;

Кузин Андрей Викторович - кандидат технических наук, доцент кафедры руднотермических процессов и малоотходных технологий ГОУВПО «ДОННТУ».

Составитель:

Крымов Виталий Николаевич - кандидат технических наук, доцент кафедры физического материаловедения ГОУВПО «ДОННТУ»

Ответственный за выпуск:

Егоров Николай Тимофеевич - кандидат технических наук, профессор, заведующий кафедрой физического материаловедения ГОУВПО «ДОННТУ»

Методические указания к практическим работам по курсу “Современные методы структурных исследований” (для студентов направления подготовки 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов») [Электронный ресурс] / Сост.: Крымов В.Н., – Электрон. дан. (1 файл: 0,7 Мб). - Донецк : ДОННТУ, 2018. - Системные требования: Acrobat Reader.

В методических указаниях приведены теоретические сведения, описана методика выполнения лабораторных работ, составлен перечень контрольных вопросов

1. СВЕТОВАЯ МИКРОСКОПИЯ. ПОВЫШЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СВЕТОВОЙ МИКРОСКОПИИ.

Цель работы: углубление навыков работы на металлографическом световом микроскопе

Микроструктурный анализ с помощью светового металлографического микроскопа

Микроструктурное исследование заключается в изучении структуры специально подготовленных образцов (микрошлифов) при увеличениях от 30-50 до 1500-1800 крат.

Микроанализ проводят с целью определения:

1. Количества, размеров и типа структурных составляющих;
2. Фазового состава сталей и сплавов;
3. Связи химического состава, условий производства и обработки сплава с его микроструктурой и свойствами.

Для проведения высококвалифицированного микроанализа необходимы знания не только в области металлографии, но и в методике приготовления микрошлифов, в устройстве микроскопов и методах микроскопического анализа.

Приготовление микрошлифа обычно включает следующие основные операции:

1. Вырезку образцов и подготовку поверхности;
2. Шлифование;
3. Полирование;
4. Травление.

Выбор числа образцов, места вырезки и сечения материала, по которому проходит плоскость микрошлифа, определяется целью металлографического исследования, размерами, формой и особенностями структуры изучаемого объекта.

Наиболее удобны простые формы образцов следующих размеров: цилиндр или параллелепипед с диаметром или стороной основания 10-20 мм и высотой 10-15 мм. Образцы малых размеров (лента, проволока) или сложной конфигурации после вырезки для изготовления шлифов помещают в пластмассы или легкоплавкие сплавы, используя заливку или запрессовку в цилиндрические обоймы. Наиболее часто для холодной заделки шлифов используют эпоксидные смолы. Они обладают достаточной твердостью, малой объемной усадкой при отверждении и хорошо соединяются с большинством металлических образцов.

Впервые микроскоп для исследования строения металлов был применен в 1831 г. русским инженером П.П. Аносовым, изучавшим булатную сталь.

Металлографический микроскоп позволяет рассматривать непрозрачные тела в отраженном свете. В этом его основное отличие от биологического микроскопа.

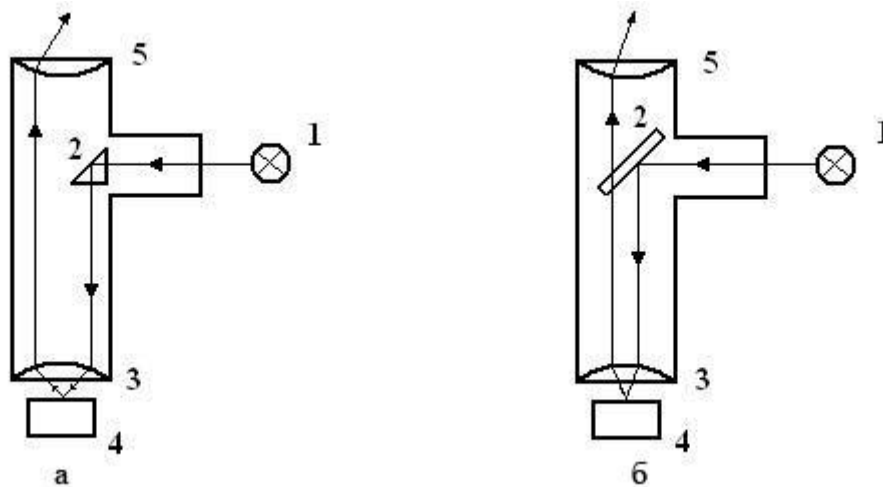
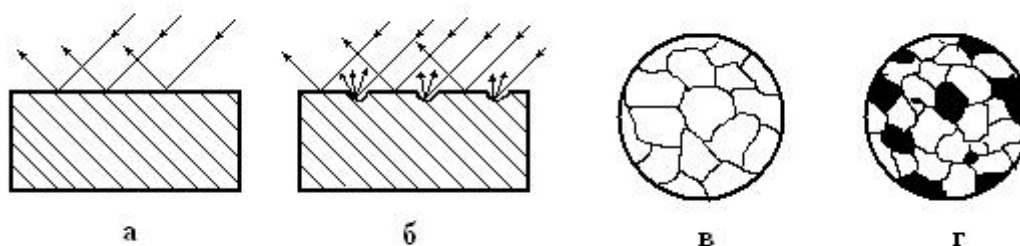


Рисунок 1 - Схема освещения шлифа в металлографических микроскопах

На рис. 1 показаны две принципиальные схемы освещения шлифа. В металлографических микроскопах освещение объекта осуществляется через объектив. Лучи света от источника света 1 попадают на призму полного внутреннего отражения 2 (рис. 1, а) или полупрозрачную плоско-параллельную пластинку 2 (рис. 1, б). Их назначение направить поток света в объектив 3 и через него – на шлиф 4.

Отраженные от шлифа лучи попадают в объектив 3, далее в окуляр 5 и от него в глаз человека.



- а – отражение лучей от полированной поверхности;
- б – отражение лучей от травленной поверхности;
- в – вид в микроскопе травленной поверхности однофазного шлифа;
- г – вид в микроскопе травленной поверхности двухфазного шлифа

Рисунок 2 - Формирование изображения структуры шлифа в металлографическом микроскопе

Если шлиф металла не травлен, то практически весь световой поток отражается от шлифа и попадает в окуляр микроскопа (рис. 2, а). На травленном шлифе образуется микрорельеф из-за различной способности к растворению и окислению границ зерен, основы зерна и различных фаз (рис. 2, б). В результате различные участки шлифа по-разному отражают лучи света, что и позволяет наблюдать в микроскоп структуру металлов и сплавов (рис. 2, в, г).

Основным элементом оптической системы является объектив, дающий действительное увеличенное обратное изображение рассматриваемой структуры. Окуляр лишь увеличивает изображение, получаемое объективом. При этом с помощью окуляра получается мнимое увеличенное прямое изображение структуры, выявленное объективом.

Объектив состоит из фронтальной плосковыпуклой линзы, дающей увеличение, и ряда коррекционных линз, предназначенных для уменьшения хроматической и сферической аберраций, возникающих при прохождении лучей через фронтальную линзу.

Хроматическая аберрация вызывается неодинаковым преломлением линзой лучей различного цвета, в результате чего луч белого света разлагается линзой на монохроматические лучи, которые не фокусируются в одной точке. В объективе для уменьшения хроматической аберрации белого света устанавливаются коррекционные линзы из специальных материалов, например, плавикового шпата (флюорита). Хроматическую аберрацию можно полностью устранить только применением монохроматического света.

Причина сферической аберрации заключается в том, что лучи, преломляемые краем линзы и ее центральной частью, не сходятся в одной точке, и изображение получается нерезким. Для уменьшения сферической аберрации объектив собирается из выпуклой и вогнутой линз, имеющих одинаковую, но различно направленную аберрацию.

В объективах, дающих большое увеличение, фронтальная линза имеет полушаровую форму, и сферическую аберрацию удается избежать путем помещения шлифа в апланатический фокус, т.е. в особую точку на оптической оси объектива. Такие объективы называются апланатами.

Все объективы в отношении оптических свойств делятся на ахроматы и апохроматы. Апохроматы более сложны, чем ахроматы, но зато дефекты изображения от аберраций у них сведены до минимума. Апохроматы одновременно являются апланатами. Из-за своей конструкции они дают не плоское, а несколько искривленное изображение, вследствие чего не представляется возможным получить одинаковую резкость в центре и по краям изображения. Поэтому при работе с апохроматами применяют компенсационные окуляры, исправляющие этот недостаток объектива.

В то же время объективы бывают сухие и иммерсионные. Объектив считается иммерсионным, когда между ним и микрошлифом находится слой жидкости, увеличивающий коэффициент преломления лучей (при использовании кедрового масла коэффициент равен 1,51).

Окуляры, прилагаемые к микроскопу, делятся на простые (Гюйгенса), компенсационные и проекционные. Простые окуляры применяются в сочетании с ахроматическими объективами, компенсационные с апохроматическими, а проекционные - при фотографировании.

Объективы обычно имеют увеличение от 9 до 95 раз, простые окуляры - от 3 до 15, а компенсационные - до 20 раз.

При работе на микроскопе микрошлиф помещают на предметный столик перед объективом, затем макро- и микрометрическими винтами перемещают в вертикальном направлении так, чтобы он находился немного дальше фокуса объектива. При этом последний дает увеличенное действительное изображение структуры, которое с помощью специальной линзы переносится в плоскость, близкую к фокусу окуляра. Он, действуя на луч, дает окончательное (увеличенное и мнимое) изображение структуры.

Разрешающая способность микроскопа и его полезное увеличение имеют важное значение в микроструктурном анализе металлов.

Разрешающая способность характеризуется минимальным расстоянием d между двумя соседними частицами, при котором они еще видны раздельно. Например, разрешающая способность невооруженного глаза составляет около 0,2 мм. Разрешающая способность оптического микроскопа определяется дифракционными явлениями и при прямом освещении в отраженном свете соответствует условию

$$d = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha} = \frac{\lambda}{2A},$$

где λ - длина волны белого света, равная 0,55 мкм;

n - показатель преломления между объективом и микрошлифом (для воздуха $n=1$, для кедрового масла $n=1,51$);

α - угловая апертура объектива, равная половине угла, под которым виден зрачок объектива из точки микрошлифа, лежащей на оптической оси ($\alpha_{\max}=72^\circ$, $\sin \alpha_{\max}=0,95$);

A - числовая апертура, равная $n \times \sin \alpha$.



Рисунок 3 - Влияние коэффициента преломления среды на ход световых лучей в сухом и иммерсионном объективе

При использовании иммерсионного объектива (рис. 3) световые лучи, отразившись от поверхности микрошлифа под углом α , преломляются в кедровом масле и входят в объектив под значительно меньшим углом β . Поэтому чем больше n и α , тем выше разрешающая способность микроскопа. Максимальная разрешающая способность микроскопа (при использовании иммерсионного объектива) может составить $d=0,55/2 \times 1,51 \times 0,95 \approx 0,2$ мкм.

Поскольку разрешающая способность человеческого глаза d_1 составляет 0,2 мм, т.е. две точки видны для глаза отдельно, если расстояние между ними 0,2 мм = 200 мкм, тогда максимальное полезное увеличение, при котором полностью реализуется его разрешающая способность, равно $M=d_1/d=200/0,2=1000$. В соответствии с этим металлографические микроскопы имеют максимальное увеличение при визуальном наблюдении не более 1500 раз.

При исследовании структуры металла объектив выбирают, исходя из необходимого полезного увеличения микроскопа, определяемого из выражения $M=300/d\phi$, где $d\phi$ - минимальный размер интересующих деталей структуры в мкм.

В практике металлографических исследований иногда приходится в ущерб разрешающей способности повышать контрастность изображения и увеличивать глубину резкости, характеризуемую величиной вертикального смещения деталей микроструктуры, что не приводит к потери фокусировки; при более рельефной поверхности микрошлифа целесообразно использовать объективы с малой апертурой. Контрастность изображения растет до тех пор, пока общее увеличение микроскопа не превысит полезного увеличения. Поэтому увеличение окуляра не должно быть очень высоким, так как это вызовет различное изображение деталей структуры.

Общее увеличение микроскопа равно произведению увеличения объектива на увеличение окуляра, так как изображение предмета увеличивается в объективе и окуляре. Увеличение современных металлографических микроскопов может быть от 60 крат до 1500 при визуальном наблюдении и до 2000 крат при фотографировании. Увеличение микроскопа при фотографировании легко определить с помощью объект-микрометра – металлической пластинки с полупрозрачным стеклом в центре. На стекло нанесена шкала длиной 1 мм, разделенная на 100 частей, т.е. цена деления 0,01 мм. Установив объект-микрометр на столик микроскопа и добившись четкого изображения делений на матовом стекле фотографического устройства, определяют увеличение, соотнося расстояние на стекле с истинным расстоянием по объект-микрометру.

Большинство металлографических исследований проводят с применением светлполюсного (вертикального) освещения. Для дополнительного повышения контрастности применяют другие методы и виды освещения, например, косое освещение, поляризованное освещение, метод фазового контраста, метод интерференционного контраста. Следует, однако, отметить, что в большинстве металлографических микроскопов используется лишь 2-3 дополнительных вида освещения.

На рис. 4 приведена оптическая схема микроскопа МИМ-7.

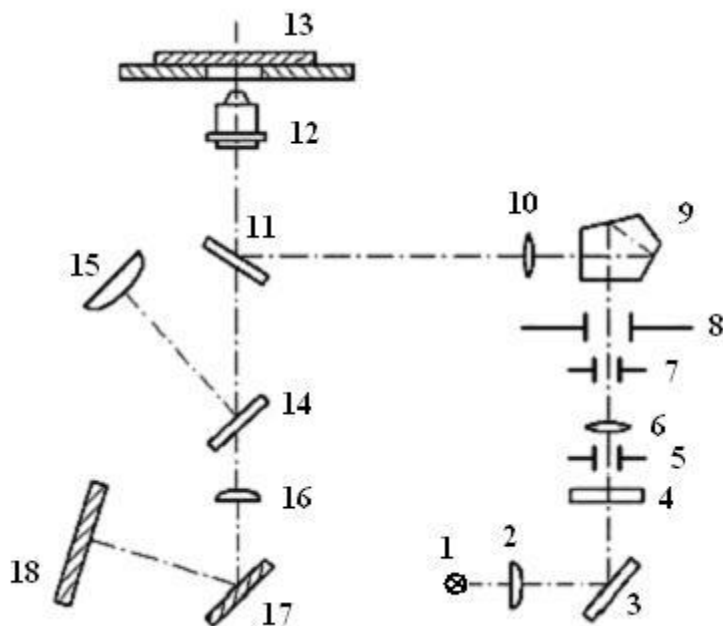


Рисунок 4 - Оптическая схема микроскопа МИМ-7

Световые лучи от источника света 1 проходят через собирательную линзу (коллектор) 2, отражаются от зеркала 3, проходят через светофильтр 4, апертурную диафрагму 5, линзу 6, фотозатвор 7, полевую диафрагму 8 и, претерпев полное внутреннее преломление в поворотной призме 9, попадают на полупрозрачную плоско-параллельную пластинку 11. Часть светового потока проходит через нее и рассеивается в микроскопе, а часть лучей отражается вверх от пластинки, проходит через объектив 12 и через отверстие в предметном столике попадает на шлиф 13. Отраженные от шлифа лучи проходят через объектив 12, через прозрачную плоско-параллельную пластинку 11 и, отразившись от зеркала 14, через окуляр 15 попадают в глаз человека. В случае фотографирования зеркало 14 выдвигается в сторону вместе с окулярным тубусом, и лучи света проходят через фотоокуляр 16, отражаются от зеркала 17 и попадают на матовое стекло фотокамеры или на фотопластинку в кассете, вставленной вместо матового стекла.

Приемы повышения возможностей световой микроскопии. Способы усиления фазового контраста.

В металлографических исследованиях применяются различные приемы повышения качества изображения, видимого в микроскопе. Перечислим некоторые из них.

Тёмное поле – это метод контрастирования, при котором образец освещается полым конусом света, который рассеивается от образца и формирует изображение. Метод был разработан Р. Зигмонди и Р. Зидентопфом в 1903 году и подходит только для объектов минимально отражающими и

поглощающими свет, то есть, предназначен для микроскопирования прозрачных объектов (рис. 5).

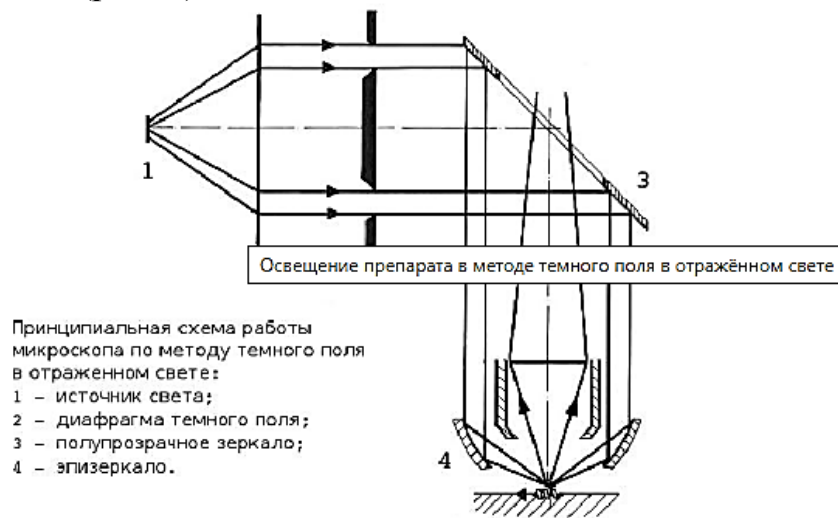


Рисунок 5 - Освещение препарата в методе темного поля в отражённом свете

Темнопольные объективы для исследований в отражённом свете кардинально отличаются от светлопольных: от осветителя свет проходит через диафрагму (это исключает засветку по центру) по каналам в стенке объектива и падают на образец по касательной под таким углом, чтобы рассеиваться от неровностей и не попадать в оптический канал объектива. То есть ровную поверхность мы не видим так как она не рассеивает свет (рис. 6) – это тёмная область в поле зрения, а все неровности – светлые. Для этого метода исследования используются темнопольные микроскопы



Рисунок 6 – Шлиф с микротрещиной и неметаллическими включениями. Темнопольное изображение

Фазовый контраст – это метод преобразования сдвига фаз в изменения амплитуды световой волны, то есть, яркости. Фазовые изменения, которые зависят от толщины, состава, геометрии и т.д. возникают из-за различных показателей преломления в прозрачных объектах, а, следовательно, разности ходов лучей.

Метод фазового контраста был разработан в 1934 году Ф. Цернике, который через 19 лет получил мировое признание и стал лауреатом Нобелевской премии в области физики. С помощью этого метода впервые стало возможно наблюдать структуру неокрашенных клеток. Диаметр клетки без ядра может быть меньше 1 мкм и не обладать свойствами поглощения видимой области светового спектра, что затрудняет её наблюдения по методам светлого и тёмного поля.

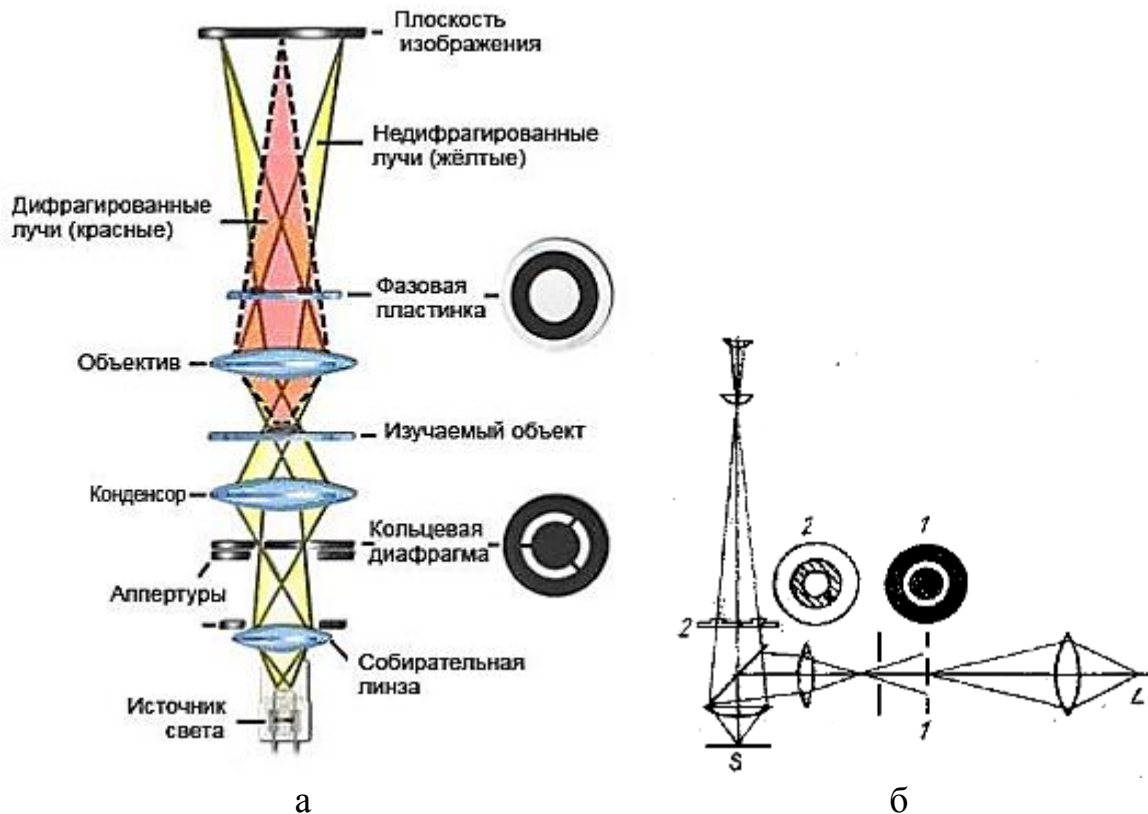


Рисунок 7 – Схема получения фазового контраста при наблюдении в проходящем (а) и отраженном (б) свете. L – источник света, S – объект исследования

Фазовый контраст основан на том, что сдвиг фазы лучей, проходящих через прозрачные объекты, примерно равен (90°). На рис. 7 показаны две схемы хода лучей для лучшего понимания.

Когда световые волны проходят через среду, отличную от вакуума, взаимодействие со средой приводит к изменению амплитуды и фазы волны в зависимости от свойств среды. Изменения амплитуды (яркости) возникают из-за рассеяния и поглощения света, который часто зависит от длины волны и может приводить к появлению цветов.

Проходя через кольцевую диафрагму, свет падает полым конусом на объект, проходит через него, разделяется на два луча: один луч (полая воронка света, фоновый свет) попадает в объектив, не преломляясь от объекта и проходит через фазовую пластинку (рис. 8), на которой, в канавке между центром и краем, нанесен специальный материал, задерживающий свет на -90° (тогда это отрицательный фазовый контраст) либо наоборот сдвигающий на

+90° (положительный фазовый контраст); второй луч преломляется, рассеивается (становится дифрагированным) в фазовом объекте и тоже приобретает сдвиг по фазе.

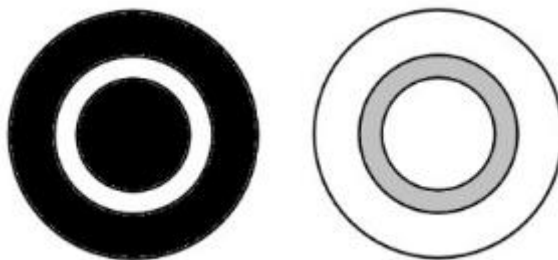


Рисунок 8 - Фазовые пластинки

Фоновый свет, пройдя через канавку в фазовом кольце, распределится более-менее равномерно во всё поле зрения и произойдёт интерференция когерентного света (ведь свет, замедленный при прохождении через клетку, находится в той же фазе). Таким образом, происходит увеличение амплитуды там, где фоновый свет, накладывается на дифрагированный.

Такой метод подойдёт только для тонких объектов, потому что длина волны видимого света мала. Чтобы хорошо видеть сдвиг, необходимо, чтобы объект смещал его примерно на 90°. Через напыление в канавке фазового кольца проходят не только фоновые волны, но и дифрагированные волны. Они смещаются по фазе, однако не интерферируют и не искажают картину.

Метод косо́го освещения. При этом методе в создании изображения участвуют преимущественно косые лучи, не параллельные оптической оси системы. Повышение контраста при косом освещении связано, во-первых, с увеличением роли дифрагированных на разных элементах структуры объекта лучей в формировании изображения и, во-вторых, с образованием теней от рельефа поверхности объекта. Поэтому косое освещение целесообразно применять при достаточно резком рельефе поверхности шлифа, так как только при этом условии выступающие участки будут отбрасывать тень на остальную поверхность, которая даёт меньшее отражение лучей. Косое освещение достигается обычно включением между объективом и полупрозрачной пластинкой призмы косо́го освещения или смещением, по отношению к оптической оси системы апертурной диафрагмы, вращением которой изменяется плоскость падения света на объект.

Исследование в поляризованном свете. Поскольку большинство металлов, а также металлических и неметаллических фаз являются оптически анизотропными, в металлографических исследованиях часто целесообразно использовать поляризованный свет. С этой целью перед коллекторной линзой помещают поляризатор (призму Николя или поляроид). Создающийся в поляризаторе плоскополяризованный свет после отражения от объекта проходит через

анализатор, расположенный между объективом и окуляром или над окуляром. Если объект оптически изотропен, то при соответствующем взаимном положении поляризатора и анализатора («положение скрещения») можно добиться полного поглощения света. Однако если кристаллиты одной или разных фаз оптически анизотропны, то при скрещенных полярофильтрах полного поглощения не происходит и отдельные кристаллы оказываются светлыми, т. е. получается видимое контрастное изображение. Эта преимущественная освещенность отдельных кристаллов объясняется эффектами эллиптической поляризации и вращением плоскости поляризации.

Структурные составляющие, которые имеют кубическую решетку, изотропны, поэтому их легко отличить от других составляющих. С помощью поляризованного света на нетравленых образцах анизотропных материалов можно изучать их микроструктуру и определять размер зерна. Этот метод позволяет также наблюдать интерметаллические фазы в легированных сталях. Но наиболее часто металлографическое исследование в поляризованном свете применяют для идентификации неметаллических включений в сталях, так как эти включения имеют характерные цвета или изменяют цвет при вращении предметного столика микроскопа. Для облегчения идентификации имеются специальные таблицы.

Конструкция металлографического микроскопа, приспособленного для исследования в поляризованном свете, предусматривает включение и выключение полярофильтров и вращение анализатора в пределах $0-90^\circ$.

Для изучения структуры металлов и природы неметаллических включений в поляризованном свете требуется высокое качество поверхности шлифа, отсутствие заметного рельефа и следов механической обработки.

Поляризационный контраст – это оптический метод обнаружения, определения свойств и строения анизотропных объектов по характеру их двулучепреломления и цвету.

Явление поляризации света при отражении открыл Этьен Луи Малюс в 1808 году, а двумя годами позже предложил метод определения оптической оси кристалла. Не менее важный вклад внёс Дэвид Брюстер, открыв 1815

двулучепреломление в средах с искусственной анизотропией и круговую поляризацию.

Открытие поляризации дало возможность исследователям наблюдать поведение света при прохождении через кристаллы. Например, если просматривать текст через исландский шпат CaCO_3 , то вы увидите, как текст удвоится (см. рисунок 9).



Рисунок 9 - . Двойное лучепреломление.

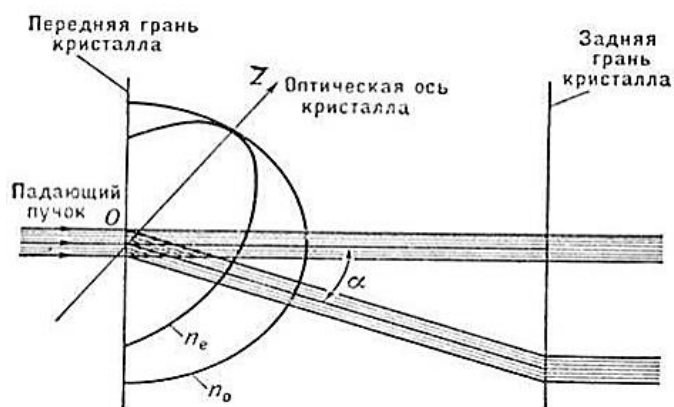


Рисунок 10 - Оптическая ось кристалла

Так как, разные кристаллы «раздваивают» свет по-разному, их можно классифицировать по светопреломлению. Падающий пучок (рис. 10) разделяется на обыкновенный и необыкновенный лучи. Буквенные обозначения n_e и n_o – это показатели преломления необыкновенного луча и обыкновенного – соответственно (см. табл. 1).

Чтобы отсесть фоновый свет, который состоит из множества электромагнитных волн, колеблющихся в разных плоскостях и направлениях, необходимо использовать поляризаторы, поляроиды или поляризационные решётки. Щели в поляризационных решётках настолько малы, что через них проходят электромагнитные волны, лежащие в одной плоскости, как показано на рисунке 11. Такой поляризованный свет, пройдя через лучепреломляющий материал, разложится на два луча.

Таблица 1 – Коэффициенты преломления разных кристаллов

Кристалл	n_0	$n_e^{\text{макс}}$	$D = n_e^{\text{макс}} - n_0$
Исландский шпат	1,65836	1,48639	-0,17197
Кварц	1,5442	1,5533	+0,0091
Каломель	1,9733	2,6559	+0,6826
Натриевая селитра	1,587	1,336	-0,251

Непреломлённый луч, двигающийся в той же плоскости будет отсечён другой решёткой, повернутой на 90° , по отношению к первой решётке. В итоге, если исследуемый образец находится между двумя скрещенными поляризационными решётками, поляризаторами или поляроидами, то на выходе будет виден только преломлённый свет.

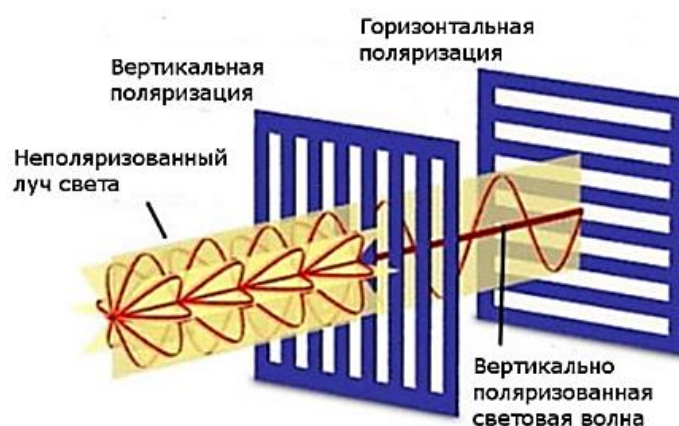


Рисунок 11 – Схема формирования поляризованной волны при прохождении через поляризационную решётку

В поляризационном микроскопе можно увидеть не только двулучепреломление, но и дихроизм (свойства некоторых кристаллов поглощать больше одни волны одной длины, чем другой), фотоупругость (изменение цвета анизотропных участков в изотропных средах, под действием механических напряжений), отследить вращение плоскости поляризации, а также интерференцию поляризационных лучей. В некоторых кристаллах (кварц, киноварь), чистых растворах (скипидар) и газах, наблюдается вращение плоскости поляризации. При этом происходит изменение интенсивности света, это связано с поворотом электрического вектора световой волны. В чистых веществах, по изменению интенсивности света при вращении плоскости поляризации, судят о толщине слоя вещества, концентрации оптически активных частиц и других характеристиках.

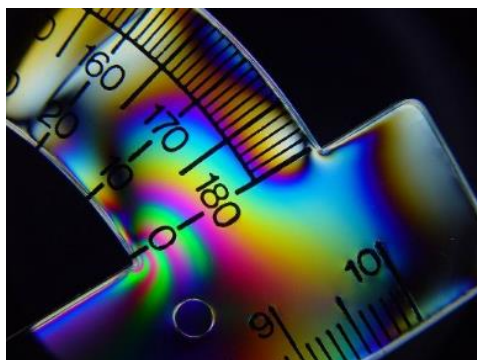


Рисунок 12 - Фотоупругость.

Интерференцию поляризованных лучей в кристалле используют в кристаллооптике для определения структуры и ориентации осей кристалла, а в минералогии для определения минералов и горных пород, для обнаружения напряжений и деформаций в твёрдых телах. В металлографии поляризованный свет используют для исследования неметаллических включений.

Стоит заметить, что поляризационные фильтры используют и для снижения бликов и засветов, потому что из всех электромагнитных волн, колеблющихся в разных плоскостях, остаются только те, которые колеблются в плоскости поляризатора и не интерферируют между собой.

Дифференциально-интерференционный контраст – это метод изучения преломляющей способности анизотропных сред по интерференции поляризованных лучей, проходящих через них (рис. 13).

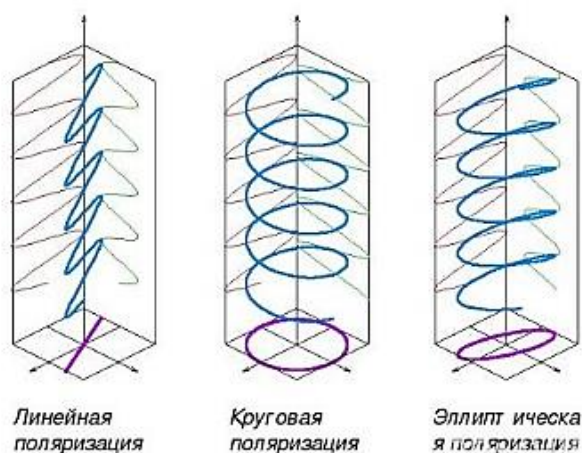


Рисунок 13 - Виды поляризации. Поляризация описывается фигурами Лиссажу и соответствует сложению поперечных колебаний равной частоты

В отличие от ранее рассмотренного поляризационного контраста, при ДИК микроскопии, между поляризатором и анализатором устанавливается призма Номарского, которая разделяет свет на два отдельных световых луча с ортогональной плоскостью поляризации. Эти два световых луча проходят вблизи друг друга через образец. Поскольку они испытывают различное преломление или рассеяние в образце, происходят разные фазовые сдвиги.

Пройдя через образец лучи соединяются и преобразуются в эллиптически поляризованные лучи. На рис. 13 красным и зелёным цветом показаны магнитное и электрическое поля. Если их фазы совпадают, то свет линейно-поляризован, но если они движутся в разных фазах, то колебания света (голубая линия) приобретают эллиптический вид.

Преобразуется эллиптически поляризованный свет в амплитудный сдвиг волны, с помощью анализатора. Таким образом, можно сделать видимыми фазовые сдвиги разностей длин волн до $1/200$ длины волны (или даже $1/1000$ длины волны с использованием камеры) и всей длины волны.

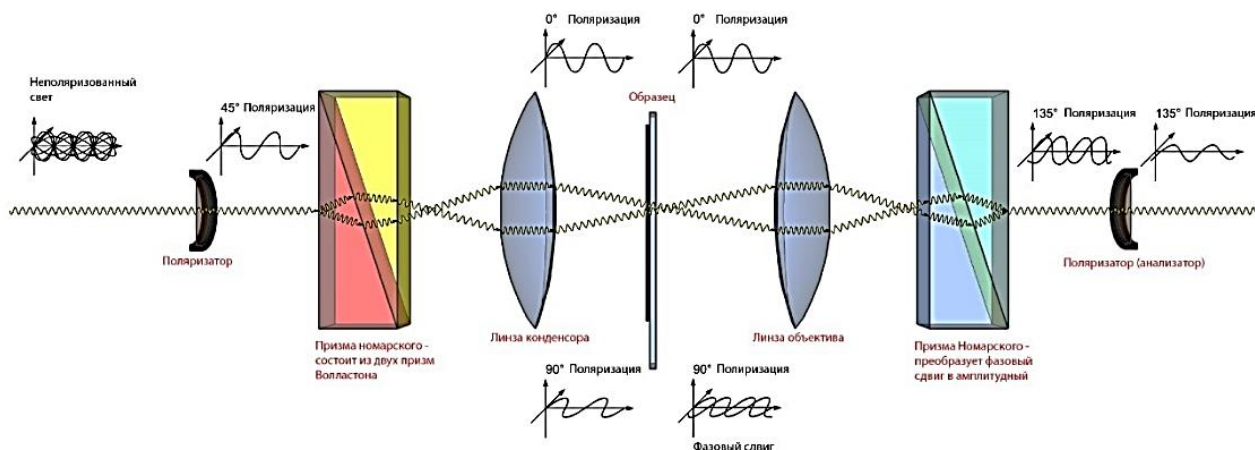


Рисунок 14 - Схема ДИК микроскопии в проходящем свете

Схема получения ДИК (рис. 14):

1. Исходно неполяризованный свет поляризуется, проходя через поляризатор. Плоскость поляризации наклонена на 45° к оси изображения.
2. Поляризованный свет проходит через призму Номарского (которая состоит из двух преломляющих призм Волластона) и расщепляется на два пучка волн со взаимно перпендикулярными плоскостями поляризации.
3. Два луча сфокусированы с помощью собирающей линзы конденсора (или объектива, если в отражённом свете) перед прохождением через образец. Лучи сфокусированы так, что они проходят через две соседние точки образца, расстояние между которыми приблизительно $0,2 \text{ мкм}$.
4. Лучи (с поляризацией 0° и 90°) проходят через области с разной оптической плотностью, от чего у них разное время прохождения через образец (различия по фазе).
5. После этого, два пучка попадают в объектив, отражаясь от образца, либо проходя через него.
6. При исследованиях в отражённом свете, лучи проходят ещё раз через призму ДИК, но с поляризацией 135° по отношению к плоскости рисунка, а в проходящем свете, через ещё одну призму Номарского, находящуюся за объективом. Освещение объекта двумя лучами с разной поляризацией, формирует два, немного смещённых, изображения. Пройдя ещё раз через ДИК призму, лучи накладываются, что приводит к их интерференции и мы наблюдаем объёмное изображение. Изменение цвета при ДИК –

интерференционная окраска, возникает из-за интерференции лучей с разными фазами.

Для дифференциально-интерференционного контраста микроскопии требуется просветлённая оптика с максимальной пропускной способностью и без напряжений, то есть Планфлуорит.

Содержание отчета:

1. Наименование и цель работы.
2. Оборудование и материалы, используемые в работе.
3. Методы исследования металлов (кратко).
4. Металлографический анализ (кратко).
5. Дать описание экспериментальной части, привести рисунки.
6. Провести анализ макро- и микроструктуры образцов.

Вопросы для контроля:

1. На чем основаны физические методы исследования металлов?
2. На чем основан рентгеноструктурный анализ?
3. Какова цель исследования металлов?
4. Что такое разрешающая способность микроскопа?
5. Недостаток механической полировки?
6. Что такое микроструктура металлов?
7. Как приготовить образец металла для микроанализа?
8. Достоинство электролитического полирования?
9. Что такое макроструктура металлов?
10. Как подготовить образец для макроанализа?
11. Как выглядит в микроскопе неотравленный шлиф металла?
12. На чем основано электролитическое полирование?

2. ВЛИЯНИЕ МЕТОДИКИ ПОДГОТОВКИ МИКРОШЛИФОВ НА КАЧЕСТВО ИЗОБРАЖЕНИЯ ПРИ СВЕТОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Обработку шлифа на плоскость производят с помощью напильника или наждачного круга. Затем производят шлифовку вручную или на шлифовальных станках. Шлифование осуществляют на 4-5 номерах наждачной бумаги, последовательно уменьшая размер абразива. Направление движения образца по наждачной бумаге при смене номера бумаги следует изменять на 90° , а шлифование на одном номере вести до исчезновения рисок от предыдущей шлифовальной бумаги. При смене номера бумаги следует удалять со шлифа частички абразива. После шлифования на последней бумаге шлиф тщательно промывают в воде, чтобы частички абразива не попали на полировальный круг.

При шлифовании очень мягких металлов в ряде случаев шкурку предварительно смачивают в керосине или натирают парафином (например, при изготовлении микрошлифов из алюминия), чтобы свести к минимуму вдавливание абразивных частиц в поверхность шлифов.

Полирование служит для удаления мелких рисок, оставшихся после шлифования, и получения гладкой зеркальной поверхности шлифа. Применяют механическое или электрохимическое полирование.

Механическое полирование производят на вращающемся круге с натянутым полировальным материалом (фетр, сукно, драп), на который непрерывно или периодически наносят очень мелкий абразив в виде суспензии в воде. В качестве абразивов применяют оксид хрома, оксид алюминия и оксид железа. Все более широкое использование находят полировальные алмазные пасты, которые наносят на специальную ткань или бумагу.

Электрохимическое полирование основано на использовании процесса анодного растворения металла, который при определенных условиях протекает с образованием гладкой блестящей поверхности. Образец после механического шлифования погружают в качестве анода в электролизную ванну и выдерживают при заданном режиме (напряжении, плотности тока и температуре электролита) определенное время. Катодом обычно служит пластинка, изготовленная из нержавеющей стали.

Преимуществом электрополировки является отсутствие на поверхности шлифа деформированного слоя, образующегося при шлифовании или механическом полировании. Этот метод особенно подходит для полирования шлифов из мягких и легко наклепывающихся сплавов. К недостаткам электрополирования относятся: чувствительность к неоднородности химического состава, преимущественное растворение металла вокруг пустот и неметаллических включений, краевые эффекты и др.

Для выявления структуры отполированную поверхность образца подвергают травлению реактивами, различающимися по своему воздействию на поверхность металла. Под воздействием реактива происходит растворение одних фаз, окисление и окрашивание других. В результате созданной различной отражающей способности фаз, самих зерен и их границ можно

увидеть под микроскопом очертания зерен и различных фаз, определить их взаимное расположение; по цвету, форме и размерам определить присутствующие в сплаве фазы, т.е. выявить микроструктуру сплава.

Качество травления проверяют под микроскопом при том же увеличении, при котором предполагается изучение шлифа. Если поверхность шлифа, видимая под микроскопом, очень светлая, нет четкости контура структуры, то шлиф недотравлен; тогда проводят повторное травление. Если поверхность шлифа темная, с широкими темными границами структурных составляющих, то шлиф перетравлен; тогда его необходимо переполлировать с повторным травлением. После окончания травления шлиф промывают проточной водой, спиртом и высушивают прикладыванием фильтровальной бумаги.

3. СКАНИРУЮЩАЯ ТУННЕЛЬНАЯ И АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ.

Цель работы: изучение методов сканирующей туннельной (СТМ) и атомно-силовой (АСМ) микроскопии. Поставленная цель достигается путем выполнения следующих задач:

- изучение физических основ СТМ и АСМ;
- изучение устройства и принципа работы сканирующего туннельного и атомно-силового микроскопов;
- получение трехмерных изображений структуры материалов одним из методов зондовой микроскопии, их анализ и количественная обработка.

Краткие сведения о сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии

Методы СТМ и АСМ относятся к методам сканирующей зондовой микроскопии. Общим у этих методов является наличие в используемых приборах зонда (чаще всего это хорошо заостренная игла с радиусом при вершине, равным примерно 10 нм) и сканирующего механизма (сканера), способного перемещать зонд над поверхностью образца в трех измерениях.

Физический принцип метода СТМ основан на регистрации туннельного тока, возникающего между поверхностью образца и зондом сканирующего туннельного микроскопа. Для возникновения туннельного тока I должны выполняться следующие условия:

- материалы образца и зонда должны иметь свободные электроны, т. е. быть электрическими проводниками;
- между поверхностью образца и зондом требуется приложить разность потенциалов $U = 0,1 \dots 1$ В;
- расстояние между поверхностью образца и зондом L должно быть настолько малым, чтобы волновые функции электронов, лежащих на поверхности образца и кончике зонда, перекрывались $L + 0,5$ нм.

В этом случае появляется возможность перехода электронов от одного атома к другому без механического соприкосновения образца и зонда, и возникает туннельный ток $I_t = 3 \cdot 10^{-5}$ А.

Туннельный ток экспоненциально зависит от расстояния между зондом и образцом. Поэтому при увеличении расстояния L только на 0,1 нм туннельный ток I_t уменьшается почти в 10 раз. Это обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа, поскольку незначительные изменения по высоте рельефа поверхности образца вызывают существенное увеличение или уменьшение туннельного тока.

Сканирующий туннельный микроскоп функционирует следующим образом. Зонд подводят по нормали к поверхности образца до появления туннельного тока. Затем перемещают зонд над поверхностью образца (сканирование), поддерживая постоянным туннельный ток посредством перемещения зонда по нормали к поверхности. Поэтому при сканировании зонд остается на одном и том же расстоянии L от поверхности образца.

Перемещение зонда по нормали к поверхности образца отражает рельеф его поверхности.

Физический принцип метода АСМ основан на регистрации силы межатомного взаимодействия между атомами зонда и атомами исследуемой поверхности образца. Зонд закреплен на конце гибкой балки, называемой кантилевером, которая может упруго изгибаться под действием небольших молекулярных (ван-дер-ваальсовых) сил. При подводе зонда к поверхности образца на расстояние $L = 0,2 \dots 1$ нм между атомами зонда и атомами, расположенными на поверхности образца, начинает действовать ван-дер-ваальсова сила притяжения. Под действием этой силы зонд приближается к образцу до тех пор, пока не начнется электростатическое отталкивание одноименно (отрицательно) заряженных электронных оболочек атомов зонда и поверхности.

Режимы получения информации о рельефе поверхности образца методом АСМ классифицируют по двум критериям:

- механическое состояние кантилевера. Если зонд кантилевера колеблется в направлении нормали к поверхности образца с некоторой частотой, то такой режим называют динамическим, в противном случае - статическим;
- направление действия силы межатомного взаимодействия. Если регистрируют отталкивающие силы межатомного взаимодействия ($L \leq 0,2$ нм) - контактный режим, если притягивающие - бесконтактный.

На практике чаще используют статический бесконтактный режим по методу постоянной силы. При этом методе силы притяжения между атомами зонда и поверхности образца вызывают отклонение кантилевера, упруго изгибая его. В процессе сканирования при движении зонда над поверхностью образца измеряют величину изгиба кантилевера. Изгиб кантилевера используют в качестве входного параметра для системы обратной связи, которая поддерживает величину этого изгиба постоянной в процессе сканирования, а следовательно, и постоянной силу взаимодействия зонда с образцом за счет нормальных к поверхности образца перемещений сканера с кантилевером. Таким образом, вертикальные смещения сканера отражают рельеф поверхности образца.

При работе зондовых сканирующих микроскопов расстояние между поверхностью образца и зондом составляет $L \approx 0,1 \dots 1$ нм, поэтому вероятность нахождения между ними молекул воздуха мала. Отсюда следует, что для работы этих микроскопов не требуется высокий вакуум, как для электронных микроскопов других типов.

Методы сканирующей зондовой микроскопии позволяют строить трехмерное изображение поверхности образца на мониторе компьютера при поддержке специализированных программ, которые фильтруют, обрабатывают и корректируют сигнал с зонда согласно поставленным задачам исследования. Поэтому к полученному трехмерному изображению поверхности необходимо относиться как к условному образу, несущему количественную информацию о физических, химических, топологических и других локальных особенностях поверхности.

Сканирующий туннельный микроскоп СММ 2000Т

Микроскоп СММ 2000Т (рис. 1) состоит из корпуса 1 диаметром 150 мм с крышкой 4, внутри которого находится предусилитель (электронный блок). В предусилителе туннельный ток, малое значение которого (наноамперы) сложно измерить, при прохождении через мощное сопротивление преобразуется в «высокое» напряжение U_t (милливольты), регистрируемое электронным блоком. Это напряжение $t U$ при сканировании поддерживается управляющим блоком электроники на постоянном уровне. На корпусе собраны две конструкции: сканер 3 для перемещения зонда 5 и столик 2 для перемещения образца 6. Зондом является платиновая игла. При изготовлении зонда кончик платиновой проволоки диаметром 0,8 мм срезают под углом примерно 45° с приложением небольшой разрывной силы. При разрывании платины образуются несколько микроскопических острий длиной около микрона и радиусом закругления порядка 1 нм. Обычно самое длинное острие выдается на расстояние десятков нанометров за все остальные острия, оно и является зондом при сканировании.

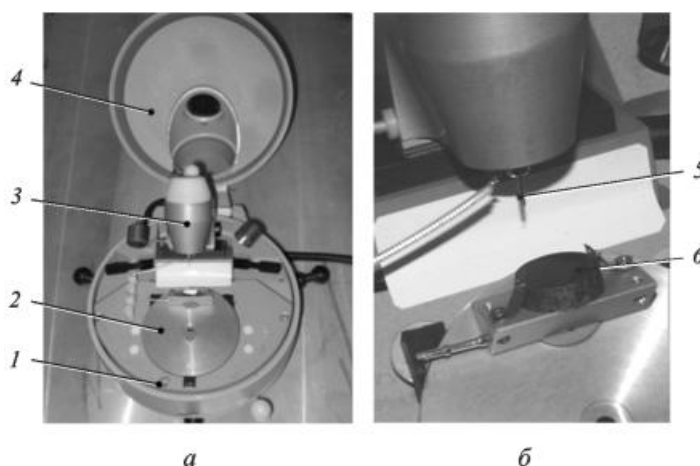


Рисунок 1 - Сканирующий туннельный микроскоп СММ 2000Т:

а - общий вид (1 - корпус с предусилителем; 2 - столик; 3 - сканер; 4 - крышка); б - сканер (5 - зонд; 6 - образец)

Для точного перемещения зонда по нормали к поверхности образца, сканирования поверхности и перемещения столика с образцом служат двигатели из пьезокерамики. Величина одного шага подачи столика с объектом к зонду составляет 0,5 мкм с точностью приблизительно 5 нм. Для быстрого перемещения столик имеет также грубую систему ручного передвижения.

Прибор работает следующим образом. Столик с образцом сначала вручную, затем с помощью пьезодвигателей подводят к зонду до появления туннельного тока. После этого зонд перемещают по поверхности образца (сканирование) и по нормали к ней для поддержания туннельного тока на

постоянном уровне. Перемещение зонда в процессе сканирования отражает рельеф поверхности образца.

Технические характеристики сканирующего туннельного микроскопа СММ 2000Т представлены в табл. 1.

Таблица 1 – Характеристики микроскопа СММ 2000Т

Характеристика	Условия работы микроскопа	
	Виброзащищенное помещение и вольфрамовый зонд	Обычное помещение и платиновый зонд
Разрешение по нормали к поверхности образца, нм	0,01	0,5
Разрешение по поверхности образца, нм	0,03	1
Размер поля сканирования, мкм	До 20 × 20	
Перемещение зонда по нормали к поверхности при сканировании, мкм	До 2	
Позиционирование зонда по поверхности образца, мм	До 5 × 5	
Значение поддерживаемого туннельного тока, нА	0,01...160	
Размеры микроскопа, диаметр и высота, мм	150 × 100	

К образцам для исследования методом СТМ предъявляют два основных требования: низкая шероховатость поверхности (менее 2 мкм) и ее хорошая проводимость (электрическое сопротивление поверхности, измеренное между щупами тестера при расстоянии порядка 1 см, не должно превышать 1 кОм). Образцы для микроскопа СММ 2000Т желательно иметь в виде пластинок площадью примерно 10 x 10 мм и толщиной примерно 3 мм.

Атомно-силовой микроскоп СММ 2000

Сканирующий мультимикроскоп СММ 2000 (рис. 2) может работать как атомно-силовой или как сканирующий туннельный микроскоп. Атомно-силовой микроскоп работает в статическом контактном режиме по методу постоянной силы. Технические характеристики атомно-силового микроскопа СММ 2000 представлены в табл. 2.

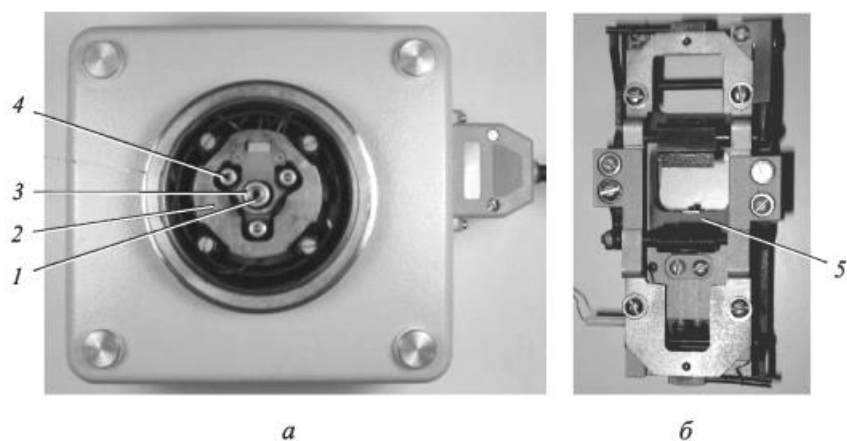


Рисунок 2 - Атомно-силовой микроскоп СММ 2000:
 а — общий вид (1 — сканер; 2 — якорь; 3 — ползун; 4 — стойки); б —
 столик микроскопа для метода АСМ (5 — кантилевер)

Таблица 2 - Характеристики микроскопа СММ 2000

Характеристика	Условие работы микроскопа
	Невиброзащищенное помещение
Разрешение по нормали к поверхности образца, нм	0,03
Разрешение по поверхности образца, нм	1
Размер поля сканирования, мкм	До 15×15
Перемещение зонда по нормали к поверхности при сканировании, мкм	До 2
Позиционирование зонда по поверхности образца, мм	До 6×6
Значение силы межатомного взаимодействия, Н	$10^{-6} \dots 10^{-12}$
Размеры микроскопа, ширина \times длина \times высота, мм	$150 \times 150 \times 60$

Микроскоп СММ 2000 (рис.2) состоит из тяжелого (1,2 кг) латунного якоря 2, к которому прикреплен снизу сканер 1. Сканер, на верхнем фланце которого размещен держатель с образцом, представляет собой систему пьезодвигателей. Сканер осуществляет сканирование поверхности образца зондом за счет перемещения образца по нормали к зонду и перпендикулярно ему. Столик с кантилевером 5 (рис. 4, б), расположенный сверху образца на трех стойках 4, скрепленных с ползуном 3 системой пьезодвигателей, можно подвести по нормали к поверхности образца и перемещать по поверхности образца к исследуемому участку. В микроскопе СММ 2000 используют кантилеверы марки MSCT-AU с консолями треугольного сечения, изготовленными из нитрида кремния (рис. 3). Балка 1 кантилевера служит для его крепления в столике, консоль 2, обладая известной жесткостью, обеспечивает изгиб кантилевера при взаимодействии зонда 3 с поверхностью образца.

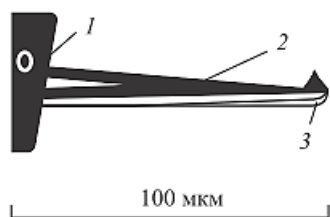


Рисунок 3 - Кантилевер MSCT-AU:
1 - балка; 2 - консоль треугольного сечения; 3 - зонд

Прибор работает следующим образом. Образец фиксируют на фланце сканера двухсторонним скотчем. Столик с кантилевером сначала вручную, затем с помощью пьезодвигателей стоек позиционируют над исследуемым местом поверхности образца, контролируя этот процесс с помощью оптического микроскопа МБС-10. Затем пьезодвигатели ползуна подают столик с кантилевером по нормали (вниз) к поверхности образца до регистрации межатомных сил притяжения между атомами зонда 3 и атомами поверхности образца, при этом консоль 2 кантилевера изгибается. Далее пьезодвигатели сканера осуществляют сканирование зонда по нормали к поверхности и по поверхности образца, поддерживая постоянным изгиб консоли кантилевера. Получение изображения рельефа поверхности образца связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли кантилевера.

В микроскопе СММ 2000 применен оптический метод регистрации изгиба консоли. Оптическую систему юстируют таким образом, чтобы излучение лазера фокусировалось на консоли кантилевера, а отраженный пучок лазера попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно-чувствительного фотоприемника применен четырехсекционный полупроводниковый фотодиод. При изгибе консоли отраженный пучок лазера смещается из центра фотодиода и создает разность токов ΔI различных секций фотодиода, которая пропорциональна изгибу консоли кантилевера. Рассчитав этот изгиб и зная жесткость консоли, можно определить силы межатомного взаимодействия зонда и поверхности образца, а также относительную высоту рельефа поверхности в исследуемой точке.

Для измерения высоты рельефа поверхности образца в других точках зонд сканирует поверхность за счет перемещения образца сканером. При этом блок обратной связи обеспечивает постоянное значение ΔI за счет перемещения образца по нормали к зонду, тем самым поддерживая постоянной величину изгиба консоли.

Программное обеспечение ScanMaster микроскопа СММ 2000 позволяет управлять процессом сканирования поверхности образца, а также проводить различные обработки и анализы двумерных и трехмерных изображений поверхности образца (сканов), полный перечень которых представлен во встроенной контекстно-зависимой функции Help.

Для микроскопа СММ 2000 в качестве образцов рекомендуют пластины размерами от 3×5 мм до 10×10 мм и толщиной до 3 мм. Большое значение для качественной работы АСМ имеет состояние поверхности образца. Качество изображений рельефа поверхности зависит, прежде всего, от качества формы

острия зонда, т. е. определяется возможностью налипания на зонд адсорбата. Налипание адсорбата на зонд происходит, если на поверхности образца имеются плохо закрепленные наночастицы (например, при исследовании порошков) и атомы (например, атомы графита), которые «прыгают» на зонд в результате действия сил поверхностного натяжения на острие зонда. Налипание адсорбата особенно характерно для образцов, промытых в спирте, ацетоне или других растворителях. Поэтому запыленный образец лучше не промывать растворителем, а постараться сдуть пылинки с поверхности резиновой грушей.

Налипание на зонд адсорбированного материала с поверхности образца - основная причина выхода из строя кантилевера, из-за чего радиус острия зонда увеличивается в десятки раз: от 30...60 нм до нескольких микрон. Получаемые при этом изображения рельефа поверхности имеют низкое разрешение. Промывка зонда в спирте или ацетоне ухудшает форму острия.

Содержание работы

1. Изучить методические указания. Составить краткий конспект. Пройти тестовый контроль.
2. Ознакомиться в лаборатории с мультимедийными файлами, иллюстрирующими физические основы методов СТМ и АСМ, принцип работы зондовых приборов.
3. Изучить конструкцию и основные узлы сканирующего мультимикроскопа СММ 2000 и сканирующего туннельного микроскопа СММ 2000Т.

Контрольные вопросы

1. Какие физические принципы использованы в методах СТМ и АСМ?
2. Укажите порядок разрешения, получаемого методом СТМ. Какие меры необходимо предпринять, чтобы получить максимально возможное разрешение сканирующего туннельного микроскопа?
3. Поясните принцип работы пьезодвигателей, используемых для перемещения зонда и образца в сканирующих зондовых микроскопах.
4. Почему проведение исследований методами СТМ и АСМ возможно вне вакуумной камеры, на воздухе?
5. Поясните влияние воздушной среды на разрешение атомносилового микроскопа.
6. Чем принципиально отличается изображение поверхности материала, полученное методами сканирующей зондовой микроскопии, от изображения, полученного методами световой и растровой электронной микроскопии?
7. Укажите требования к образцам для проведения исследований методами СТМ и АСМ.