



Основы металлографии

Автор: к.т.н. Костина Л.Л.

Лекция 25

Тема 17

2

Микроанализ. Подготовка образцов для исследования в электронном микроскопе.

План лекции

1. Особенности образцов для электронной микроскопии
2. Подготовка тонких пленок
3. Подготовка реплик



1. Особенности образцов для электронной микроскопии

Задачи, решаемые с помощью просвечивающей электронной микроскопии

Просвечивающая электронная микроскопия может объяснить, почему происходит разрушение материала, как этому способствует его структурно-фазовое состояние

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет :

- определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;
- определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;
- изучать строение границ зерен;
- определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен;
- определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
- определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
- изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
- изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
- изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки,ковки, шлифовки, сварки и т.д.).



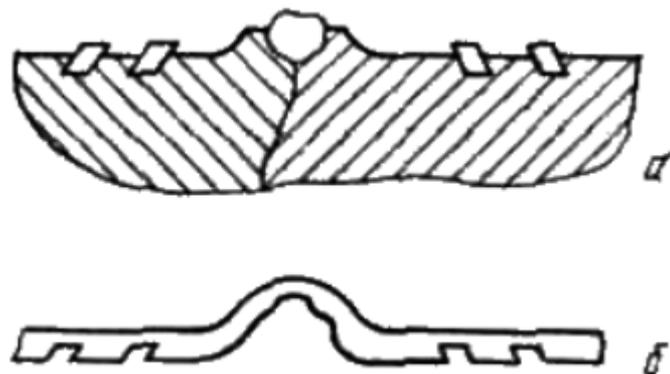


Рис. 2. Схема получения электронномикроскопических препаратов (реplik

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой показана на рис. 2. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступенчатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхностью) и двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносится реплика, копирующая рельеф поверхности первого отпечатка).

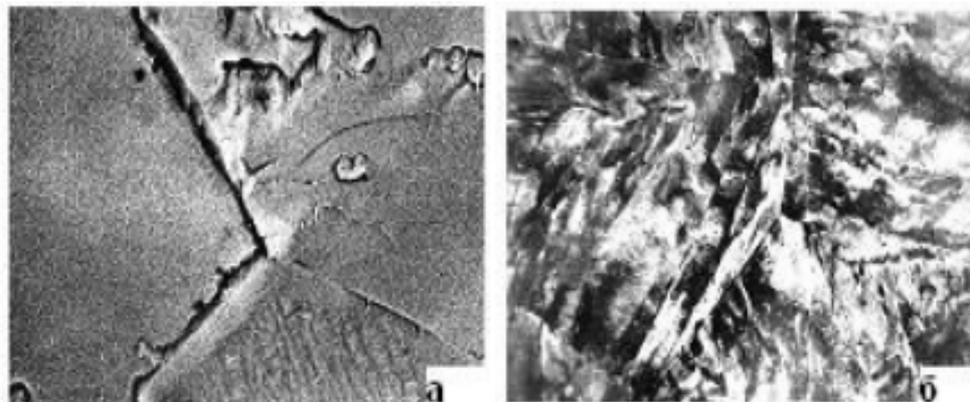
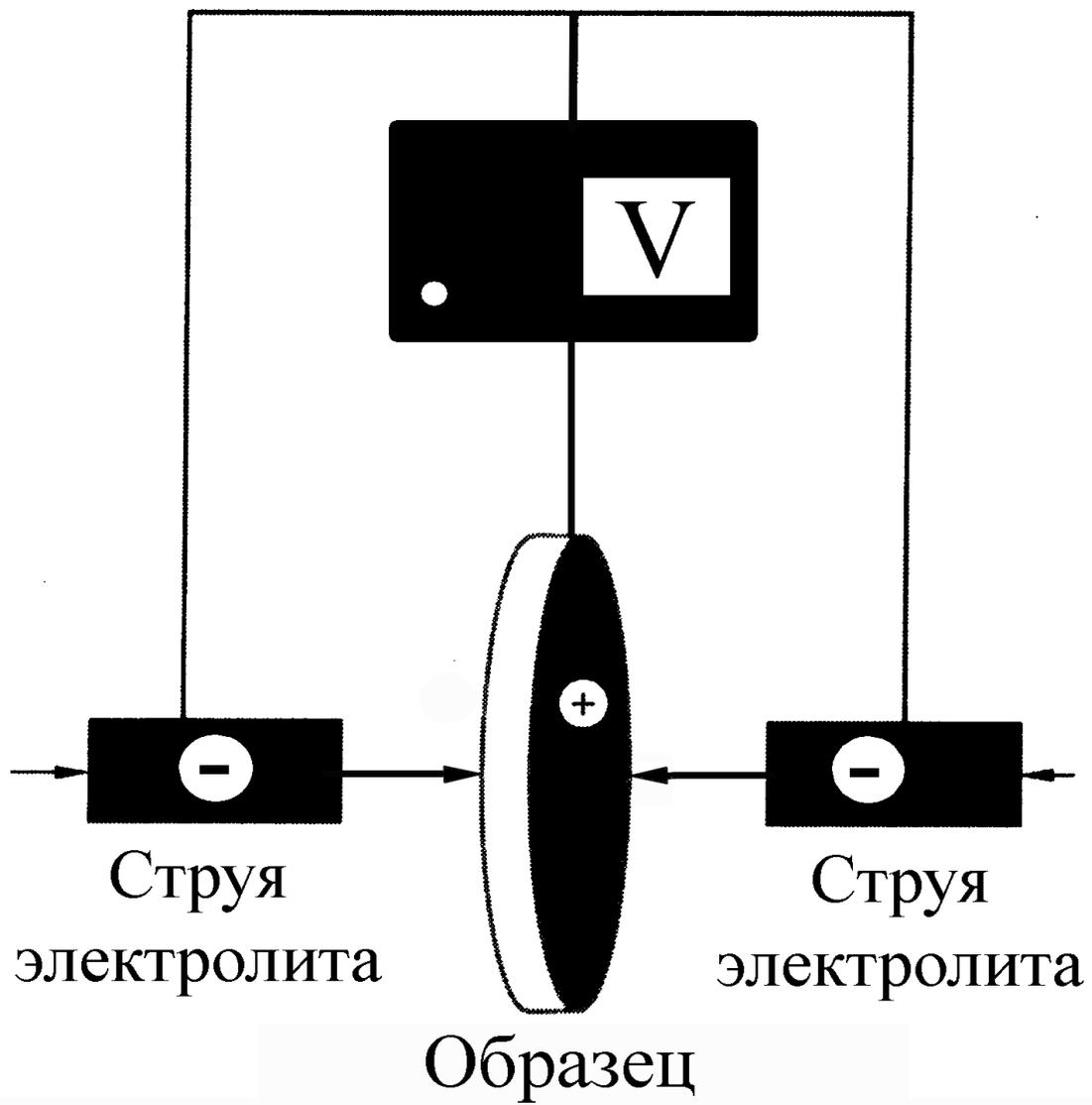
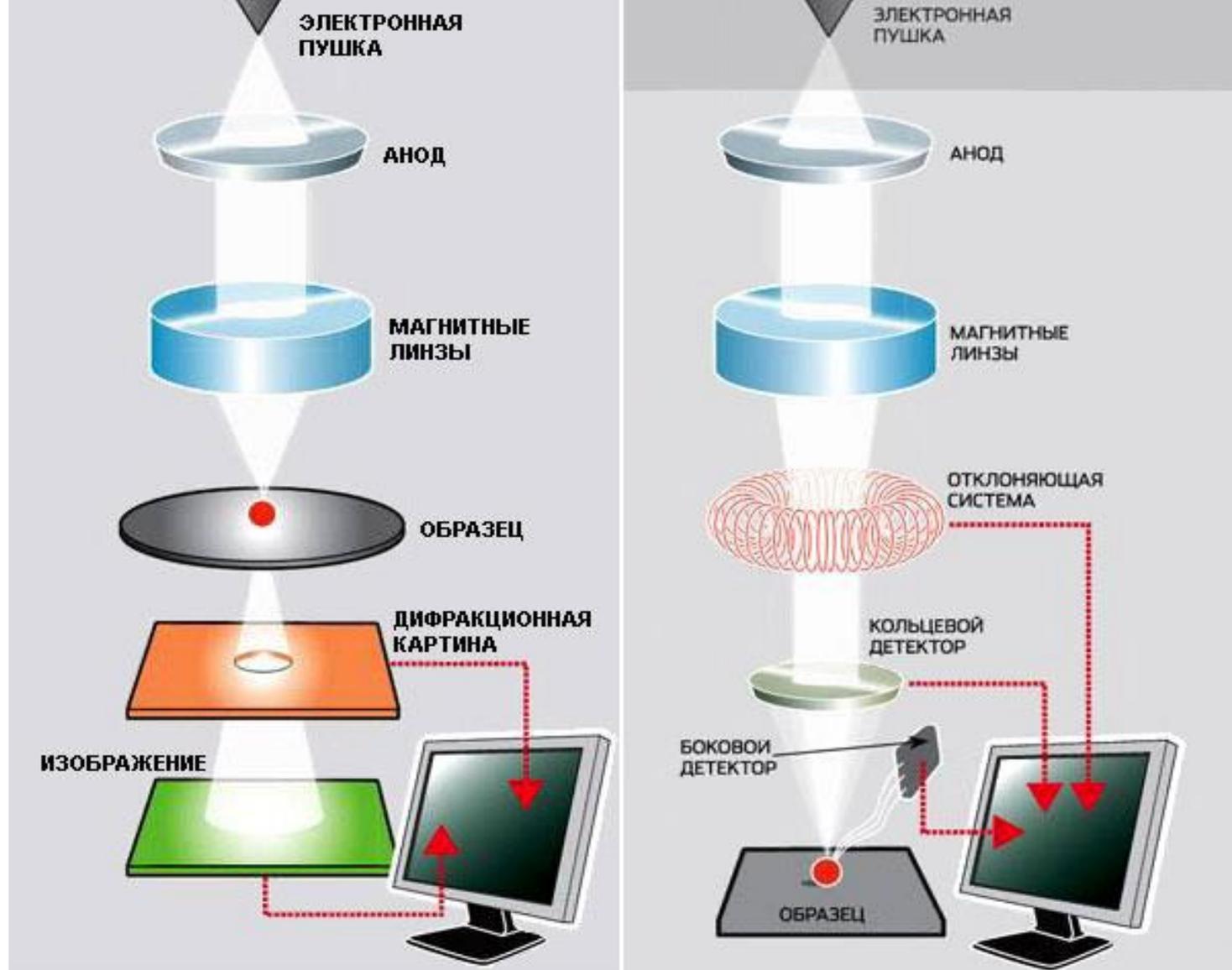


Рис. 3. Изображения стыка трех зерен, полученные с помощью ПЭМ на двухступенчатой реплике (а) и на фольге (б).

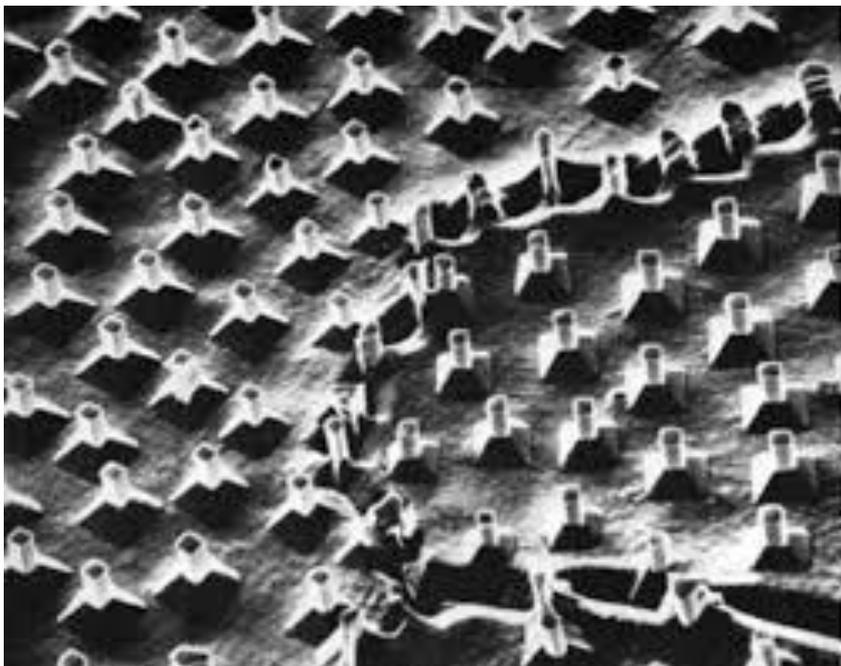
При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 3,а) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например, углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.





Электронный микроскоп

До 1980-х годов электронный микроскоп, разработанный в 1930-х, оставался единственным способом заглянуть в наномир. **Сканирующий ЭМ** (справа) позволяет получать данные не только о поверхности образца, но и о его химическом составе. Изображение: «Популярная механика»



Сканирующий электронный микроскоп

Если не просвечивать образец, а сканировать его поверхность сфокусированным в очень маленькое пятно (несколько нанометров) пучком электронов, последние не только рассеиваются на атомах образца, но и порождают вторичные электроны, рентгеновское и видимое излучение. На регистрации этих данных основана работа сканирующего электронного микроскопа. В отличие от просвечивающего ЭМ, с его помощью можно исследовать «толстые» образцы. Регистрируя углы рассеяния, интенсивность излучения и энергии вторичных электронов, можно изучать не только рельеф поверхности, но и химический состав образца, а также структуру образца в приповерхностном слое (десятки и сотни нанометров). Разрешение сканирующего электронного микроскопа обычно несколько меньше, чем у просвечивающего, и составляет от единиц до десятков нанометров.

Принципиальная схема «исторического» сканирующего микроскопа.



Рисунок 1 – Принципиальная схема РЭМ

Принципиальная схема РЭМ: тонкий электронный зонд (электронный пучок) направляется на анализируемый образец. В результате взаимодействия между электронным зондом и образцом возникают низкоэнергетичные вторичные электроны, которые отбираются детектором вторичных электронов. Каждый акт столкновения сопровождается появлением электрического сигнала на выходе детектора. Интенсивность электрического сигнала зависит как от природы образца (в меньшей степени),



Рис. 5.2. Устройство для резки диском.



Рис. 5.3. Устройство для резки полотном.



Рис. 5.4. Прибор для искровой резки.



Рис. 5.5. Устройство для резки ультразвуком



Рис. 5.6. Устройство для резки химическим травлением.

После резки следует шлифование образцов. Шлифовальное оборудование производится, обычно, теми же организациями, что и отрезные станки, а для

пробоподготовки образцов к анализу на растровом микроскопе к станкам применяются минимальные требования (Рис. 5.7). Основная задача состоит в правильном подборе абразивных материалов и фетров. Наиболее актуальна при шлифовке аккуратность при смывании частиц предыдущего (более крупного) абразива, это очевидное обстоятельство позволяет сократить время данной стадии подготовки до 10-15 минут на образец. Частота и количество смен абразивного материала подбирается для каждого объекта индивидуально. После шлифования образца его поверхность необходимо очистить от частиц абразива, например в ультразвуковой ванне.

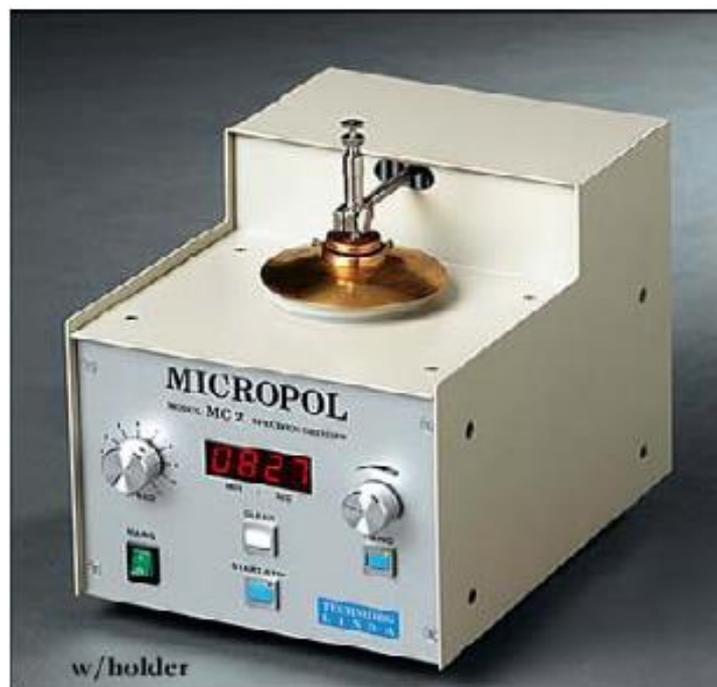


Рис. 5.7. Миниатюрный шлифовальный станок..

Контрольные вопросы

1. Какие характеристики объекта необходимо знать для проведения электронно-микроскопического анализа хорошего качества?
2. Можно ли получить качественное изображение диэлектрического образца без напыления проводящей пленки?
3. Чем обусловлен выбор материала и метода напыления электропроводящей пленки?
4. Как и зачем удаляют разориентированный слой после механического шлифования?

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Можно ли проводить анализ элементного состава биологического объекта?
2. В каком случае напыление вольфрамом будет меньше влиять на результаты рентгеноспектрального микроанализа 1) смеси силиката натрия и оксида магния или 2) смеси силиката кальция и оксида титана (энергии электронных переходов можно узнать на сайте [http://xdb.lbl.gov/Section1/Periodic Table/X-ray_Elements.html](http://xdb.lbl.gov/Section1/Periodic_Table/X-ray_Elements.html))?
3. До какой температуры необходимо охладить влажный образец, чтобы его можно было анализировать при давлении азота в камере микроскопа 70 Па (см. табличные данные)?

Литература:

1. Приборы и методы физического металловедения: /Под редФ. Вейнберга, пер. с англ.-М.: Изд-во “Мир”, 1973.-т.2.- 423 с.

3. <http://www.southbaytech.com/appnotes/91%20Ion%20Beam%20Sputtering%20Practical%20Applications%20to%20Electron%20Microscopy.pdf>
4. <http://www.southbaytech.com/appnotes/92%20Evaluating%20Surface%20Roughness%20of%20Ion%20Beam%20Sputtered%20Iridium%20Using%20a%20Large%20Area%20Stage.pdf>
5. <http://www.southbaytech.com/appnotes/110%20-X%20Prep%20of%20CEO2%20films%20on%20NiW%20.PDF>
6. http://www.leco.com/resources/application_note_subs/metallography_met_tips.htm
7. http://www.fischione.com/product_support/index.asp#literature
8. http://www.jeolusa.com/SERVICESUPPORT/ApplicationsResources/ElectronOptics/DocumentsDownloads/tabid/320/DMXModule/692/Command/Core_Download/Default.aspx?EntryId=257
9. http://www.jeolusa.com/SERVICESUPPORT/ApplicationsResources/ElectronOptics/DocumentsDownloads/tabid/320/DMXModule/692/Command/Core_Download/Default.aspx?EntryId=1



Кафедра технології металів и матеріалознавства

Костина Людмила Леонидовна

E-mail: kost19533591@mail.ru

г. Харків, ул. Петровського, 25, ХНАДУ, КАФЕДРА ТМ и М

Tel.(8-057)707-37-92