



# Основы металлографии

**Автор: к.т.н. Костина Л.Л.**

## Лекция 16

### Тема 10

2

# Микроанализ. Подготовка образцов для исследования в электронном микроскопе.

### План лекции

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



## Лекция 26

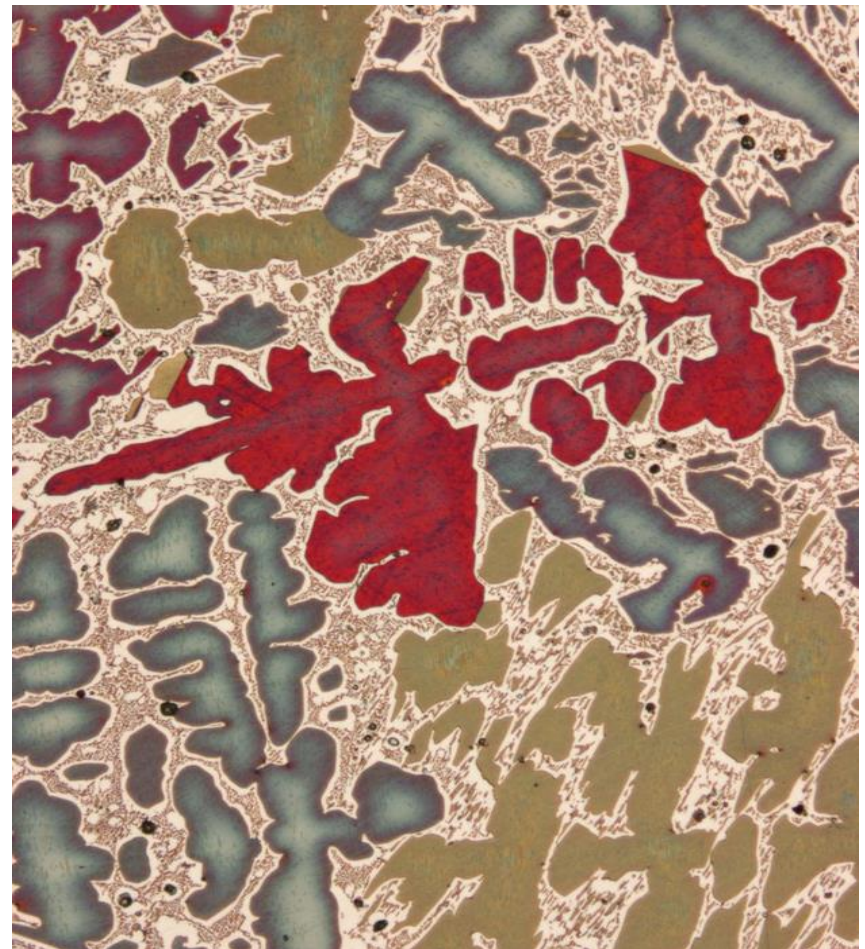
### Тема 17

# Современные методы микроскопии.

2

### План лекции

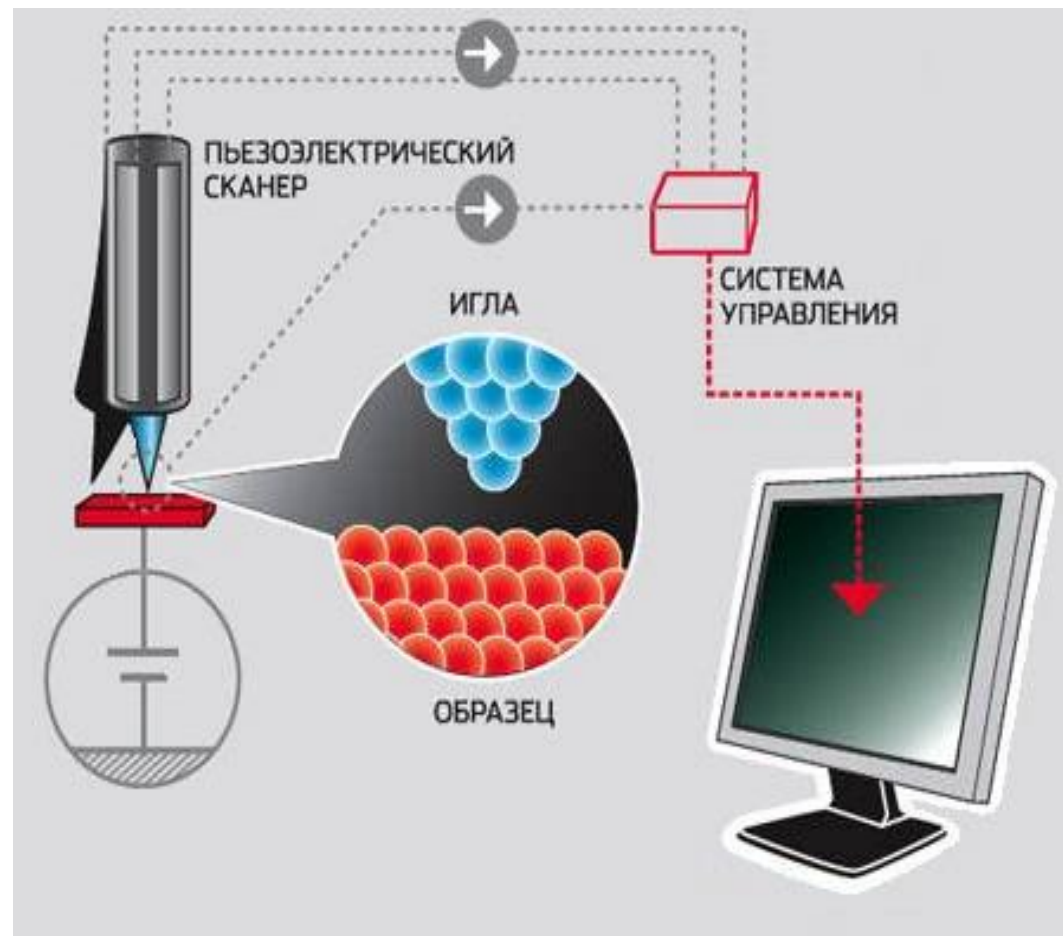
1. Сканирующий туннельный микроскоп
2. Магнитно-резонансный микроскоп

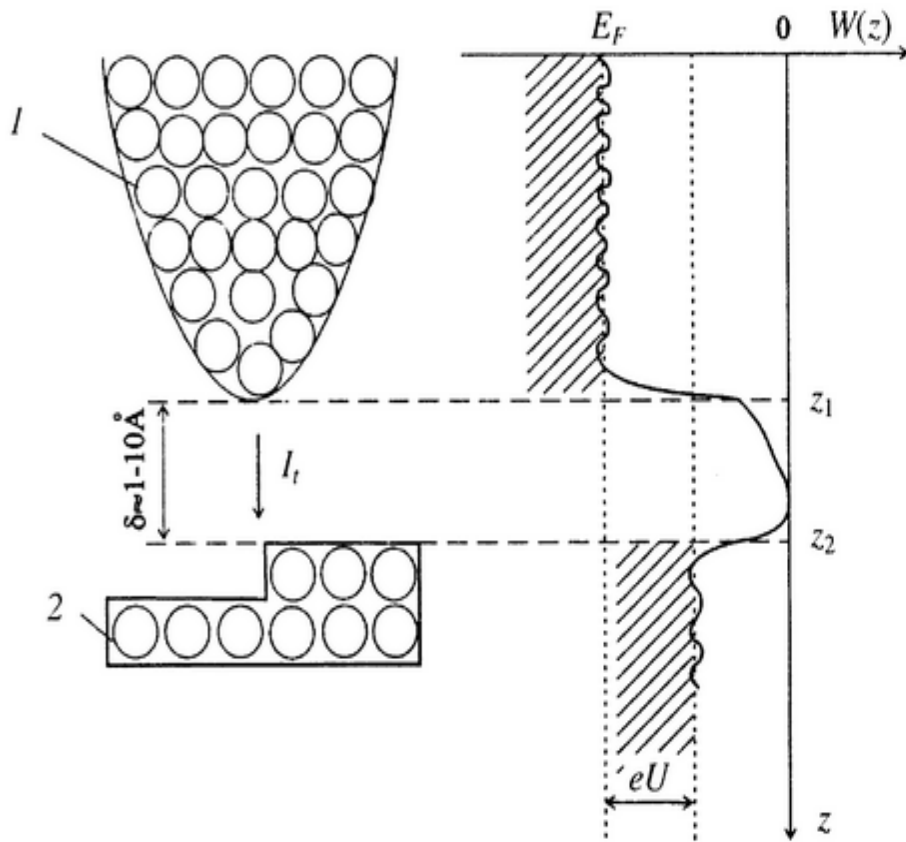


## Сканирующий туннельный микроскоп

Рассматривать отдельные атомы позволяет устройство, использующее квантовый эффект

туннелирования — сканирующий туннельный микроскоп (СТМ). Впрочем, если быть точным, сканирующий туннельный микроскоп не рассматривает, а, скорее, «ощупывает» исследуемую поверхность. Не в буквальном смысле, конечно: очень тонкая игла-зонд с острием толщиной в один атом перемещается над поверхностью объекта на расстоянии порядка одного нанометра. При этом, согласно законам квантовой механики, электроны преодолевают вакуумный барьер между объектом и иглой — туннелируют, и между зондом и образцом начинает течь ток. Величина этого тока очень сильно зависит от расстояния между концом иглы и поверхностью образца — при изменении зазора на десятые доли нанометра ток может возрасти или уменьшиться на порядок. Так что, перемещая зонд вдоль поверхности с помощью пьезоэлементов и отслеживая изменение тока, можно исследовать ее рельеф практически «на ощупь».



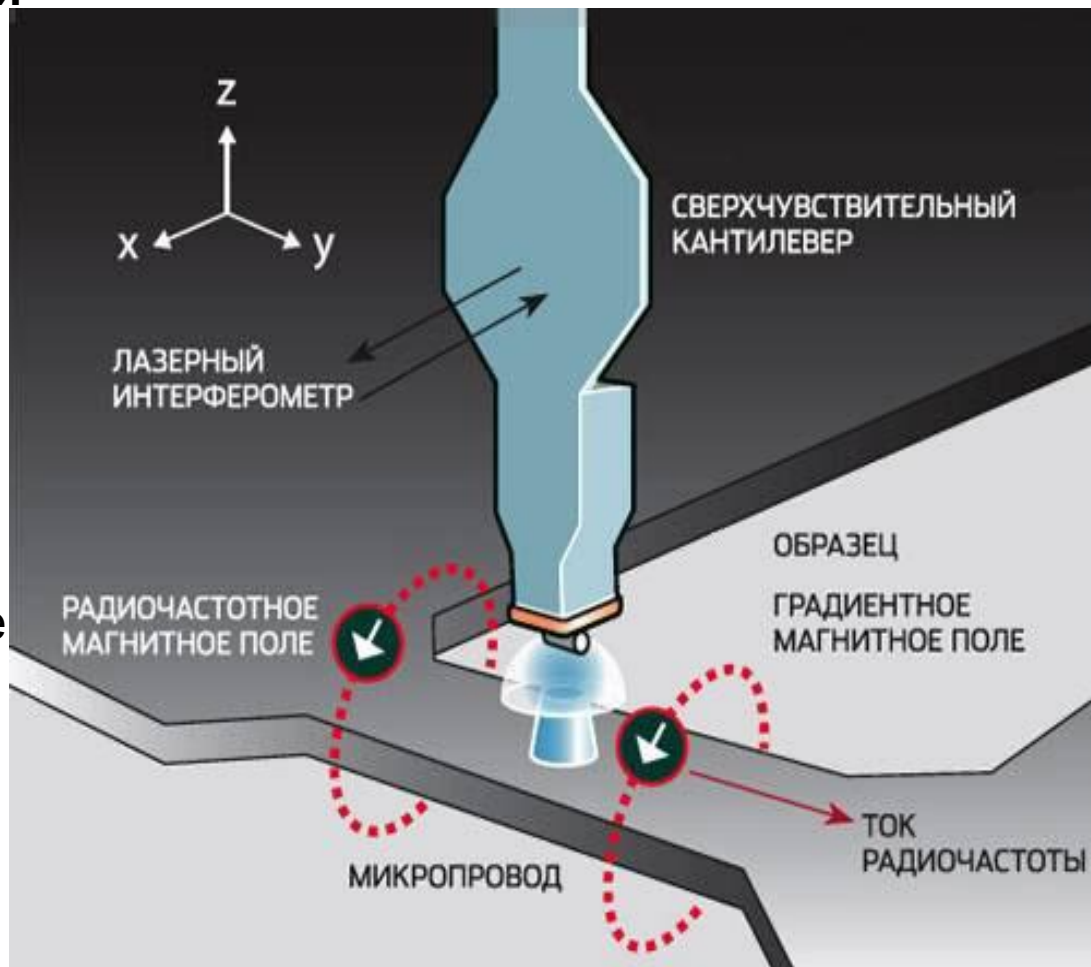


Создание СТМ стало значительным шагом в освоении наномира. В 1986 году сотрудникам Исследовательского центра компании IBM в Цюрихе Герду Биннигу и Генриху Рореру за это достижение была присуждена Нобелевская премия. СТМ позволяет увидеть детали поверхности с разрешением в сотые и даже тысячные доли нанометра (соответствует увеличению порядка 100 миллионов раз). На самом деле, как уже было сказано, это не фотография. Это всего лишь графическое изображение того, как меняется зазор между зондом и поверхностью для поддержания постоянного значения тока. Взаимодействие зонда СТМ с электронными оболочками атомов дает возможность изучить самые мельчайшие подробности, доступные на сегодняшний день.

Рис. 7.5. Принципиальная схема действия сканирующего туннельного микроскопа: 1- зонд, 2- исследуемый образец,  $I_t$  - туннельный ток в зазоре величиной  $\delta$ ,  $E_F$  - уровень Ферми,  $U$  - напряжение, приложенное между зондом и образцом,  $W$  - энергия,  $e$  - заряд электрона,  $Z$  - ось координат по высоте [4].

## Магнитно-резонансная силовая томография

Магнитно-резонансная (МР) томография буквально произвела революцию в современной медицине. Впервые стало возможным наблюдать за биологическими процессами в реальном времени, не нарушая их естественного протекания. Однако наибольшее разрешение современных томографов измеряется долями миллиметра, при переходе к меньшему масштабу начинают возникать проблемы. Специальные МР-микроскопы имеют разрешение порядка микрометров — это всё, что удастся получить с помощью традиционных магнитно-резонансных методов. Добиться большей точности мешает шум в принимаемом катушками сигнале.



Образец располагается на наконечнике кантилевера, под которым расположен постоянный магнит, создающий градиентное магнитное поле. Вокруг провода создается радиочастотное магнитное поле, взаимодействие спинов с полем определяется по амплитуде отклонения кантилевера. Изображение: «Попул. механика»

Но ученые придумали способ обойти это ограничение: в недавно появившихся магнитно-резонансных силовых микроскопах используется прямое измерение силы взаимодействия градиентного магнитного поля со спинами ядер водорода в образце, расположенном на наконечнике кантилевера. Отклонение кантилевера измеряется с помощью лазерного интерферометра. Используя эту технику, в 2007 году в Альмаденском исследовательском центре IBM в Сан-Хосе было достигнуто разрешение порядка 0,1 мкм (на срезе неорганического образца). А совсем недавно там же исследователи построили и продемонстрировали возможности трехмерного МР-сканирования на образце вируса табачной мозаики (диаметром 18 нм и длиной до 300 нм). Совместив МР силовую микроскопию с трехмерным механическим сканированием и используя специальный алгоритм обработки полученных данных, ученые смогли достичь пространственного разрешения порядка 4 нм при сканировании биологического образца

## Атомно-силовой микроскоп

У СТМ есть одно важное ограничение: объектом исследования могут быть только металлы или полупроводники (напомним, что эффект основан на туннельном токе). Диэлектрики в СТМ «рассмотреть» не получится. Для их исследования разработчиками СТМ был предложен другой метод, названный сканирующей атомно-силовой микроскопией. Принцип его работы заключается в том, что на малых расстояниях между зондом и образцом действует сила, величина и направление которой зависят от зазора. Эту силу измеряют, закрепляя иглу зонда на упругом консольном подвесе (кантилевере) и определяя ее отклонение. С помощью атомно-силовой микроскопии можно изучать любые поверхности – независимо от того, являются ли они проводниками или диэлектриками.

## Атомно-силовой микроскоп

Атомно-силовой микроскоп буквально ощупывает образец, регистрируя силу взаимодействия между зондом и поверхностью. Изображение: «Популярная механика»

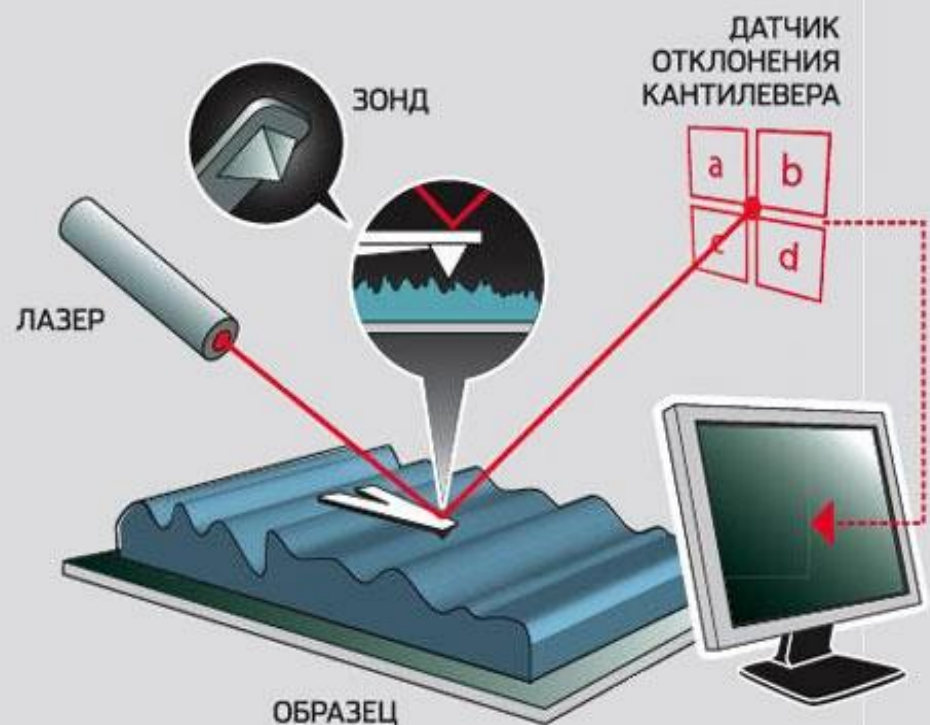




Таблица 5.1. Соотношения значений паспортных разрешений приборов в сравнении с их практически достигаемым разрешением при анализе реальных объектов.

Тип источника электронов	Паспортное разрешение (золото на углероде)		Разрешение на реальных объектах	
	высокий вакуум	низкий вакуум	высокий вакуум	низкий вакуум
термоэмиссионный катод	5 нм	10 – 15 нм	5-15 нм	15-20 нм
катод с термополевой эмиссией	1 нм	1 нм	2-7 нм	2-10 нм
катод Шоттки	лучше 1 нм	-	1-4 нм	-

Таким образом, с объектов размером более 20-50 нм, еще возможно получение информативных растровых микрофотографий, детали меньше 20-30 нм можно визуализировать с использованием просвечивающих электронных микроскопов.<sup>1</sup>

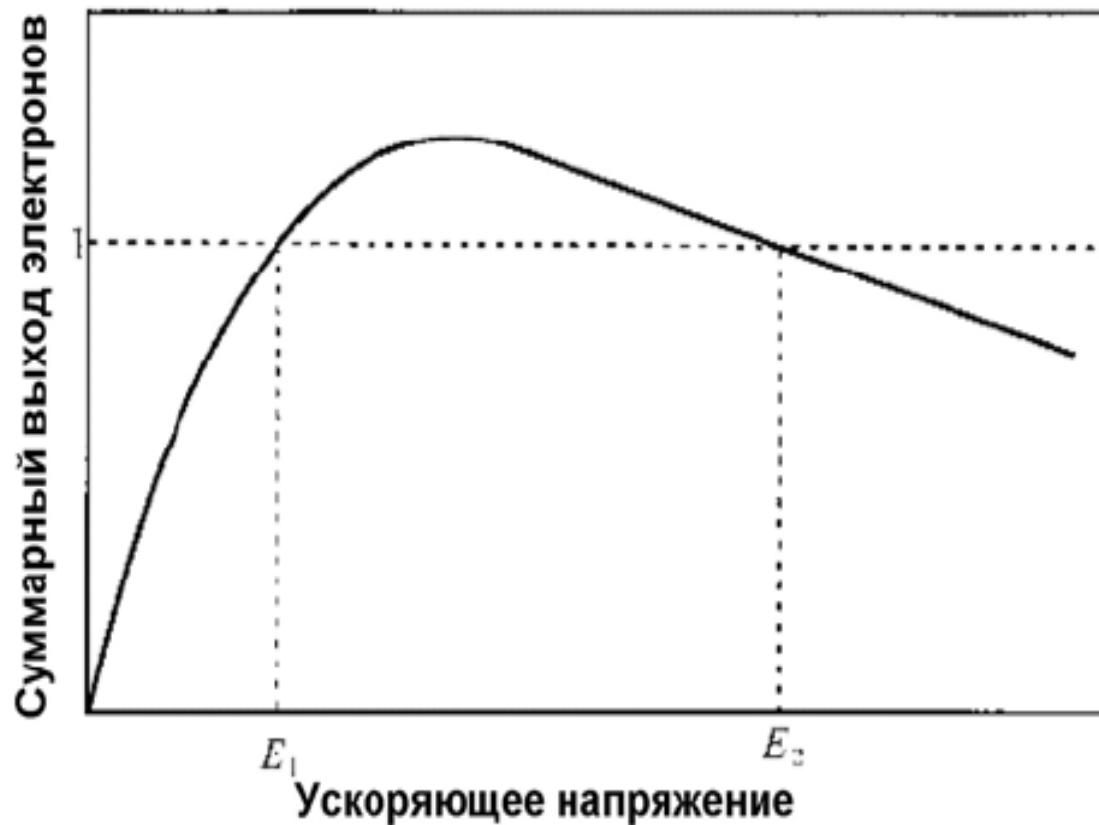


Рис. 5.1. Зависимость суммарного выхода электронов из образца от ускоряющего напряжения

И наконец, для количественного элементного анализа важно *качество поверхности* образца. Поверхность должна быть более или менее гладкой – на площади  $2 \times 2$  мм шероховатость не должна превышать 0,5 мкм.

Рис. 5.1. Зависимость суммарного выхода электронов из образца от ускоряющего напряжения

Для некоторых видов керамических и металлических материалов возможна визуализация границ зерен без применения сложного оборудования для финишной полировки – это химическое травление поверхности и термотравление. Оба метода основаны на том, что материал на границе зерна более дефектен и реакционноспособен. Подбор реагентов для химического травления осуществляется в соответствии со свойствами материала, а термотравление обычно реализуется посредством кратковременной выдержки материала при температуре  $0,7 - 0,8$  от его температуры плавления (Рис. 5.9).

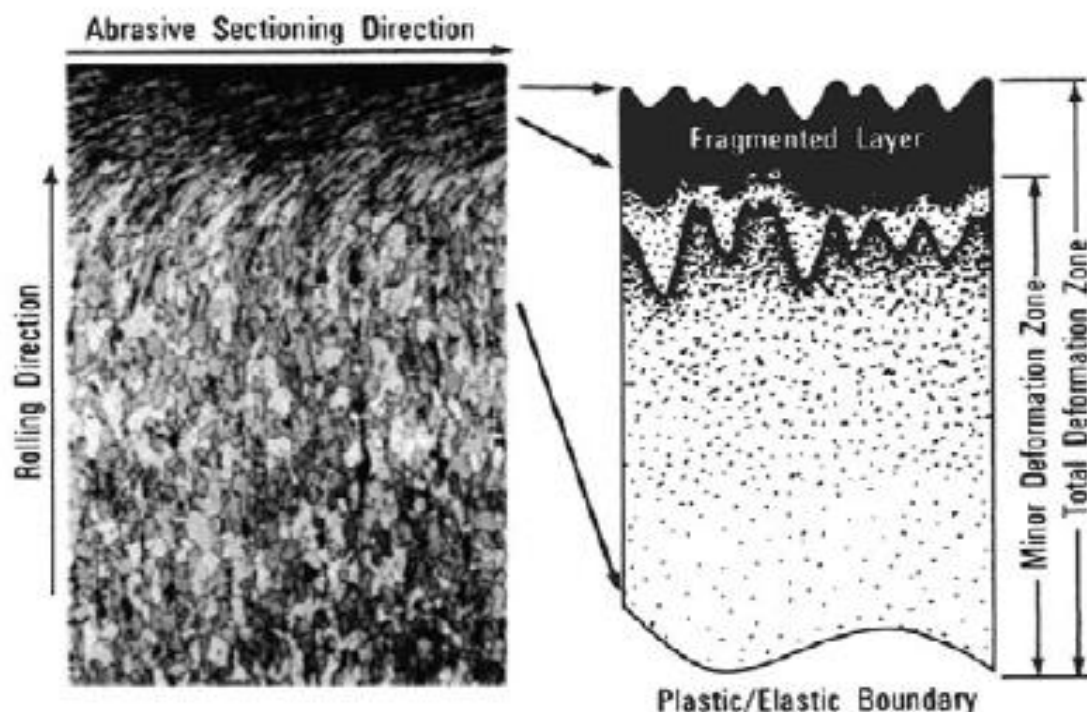


Рис. 5.8. Образование разупорядоченного приповерхностного слоя в процессе шлифования образца.

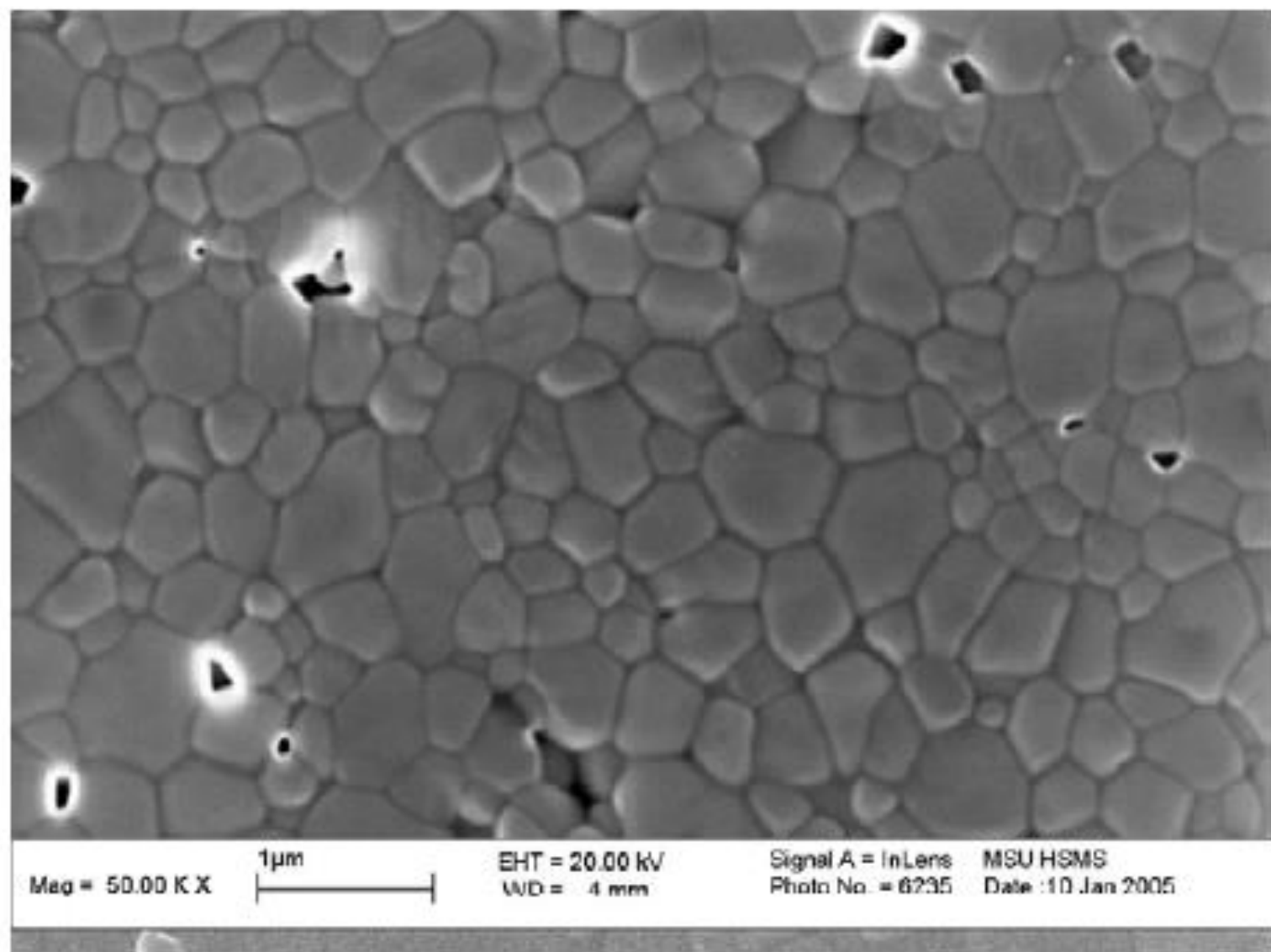


Рис. 5.9. Микрофотография полученная во вторичных электронах с образца фосфатной керамики, подвергнутой термотравлению (проведено напыление проводящей пленки).

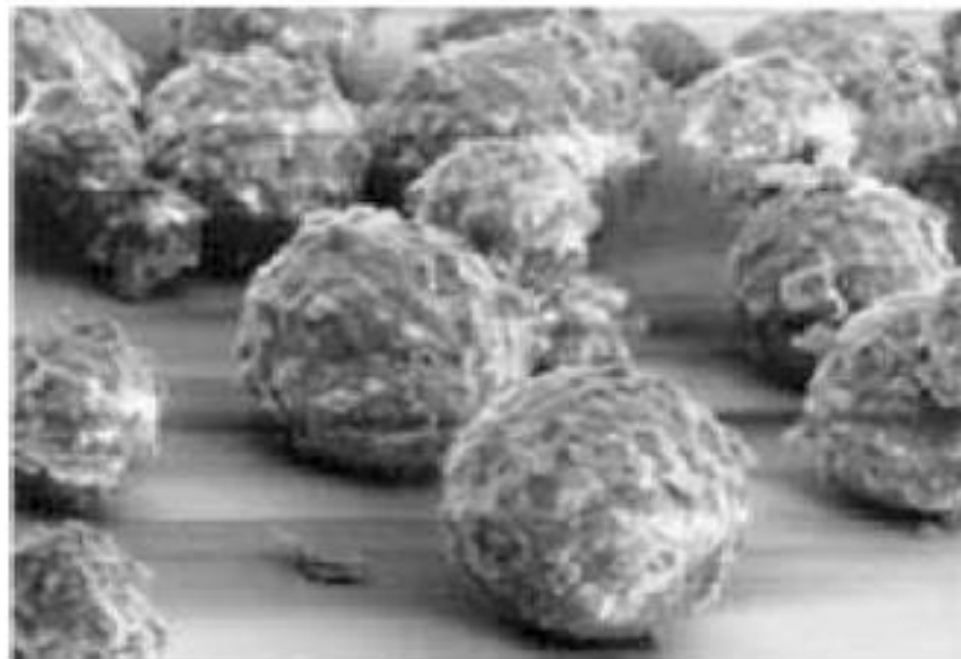


Рис. 5.10. Продольные линии на изображении, которые вызваны зарядкой образца.

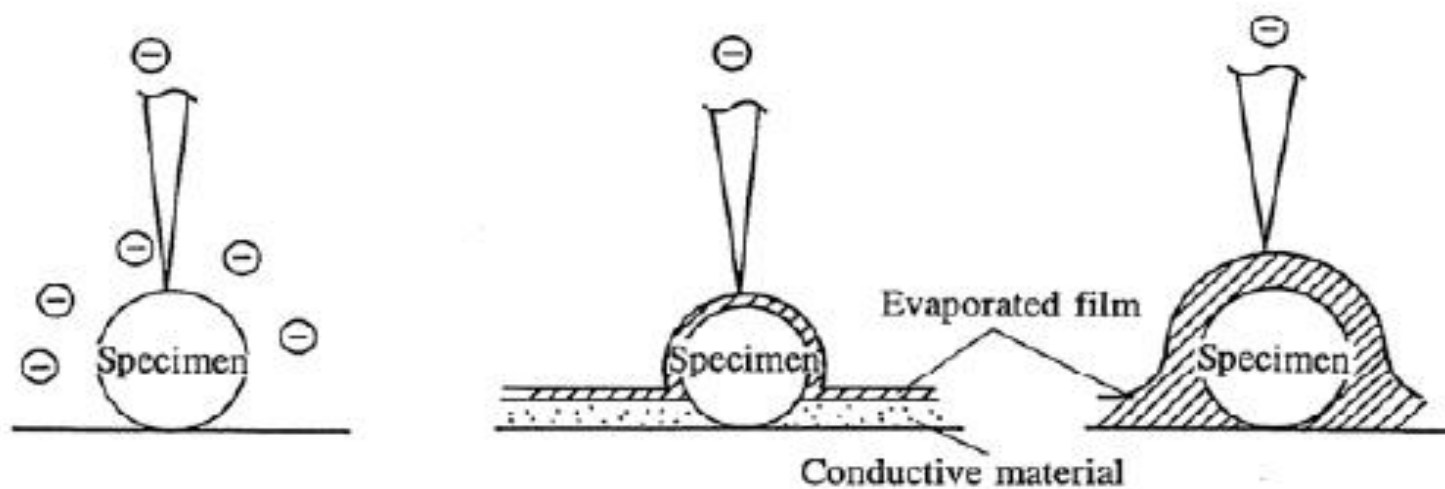


Рис. 5.11. Снятие эффекта зарядки образца напылением проводящей пленки.

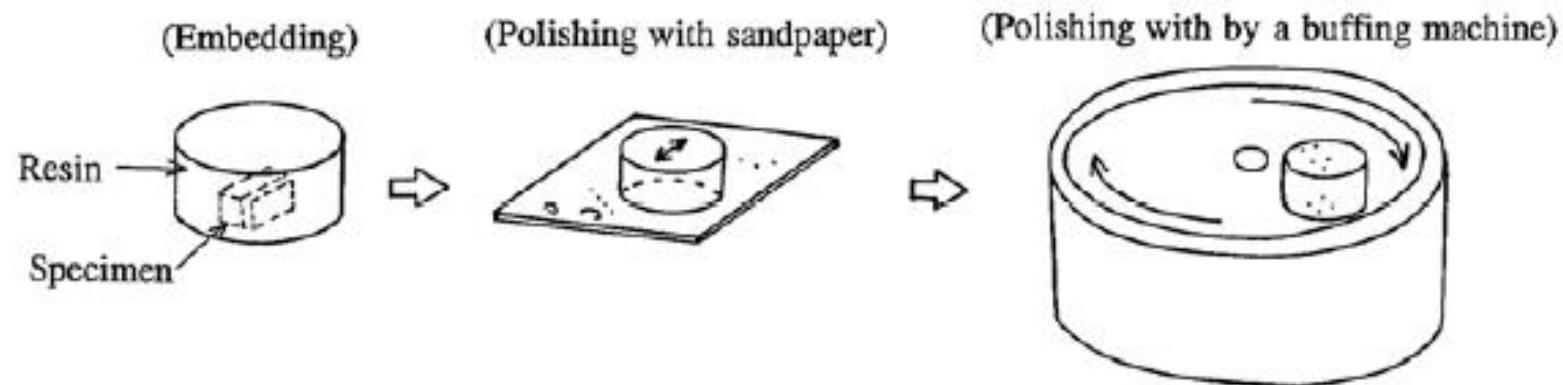


Рис. 5.12. Подготовка шлифов образца небольших размеров.

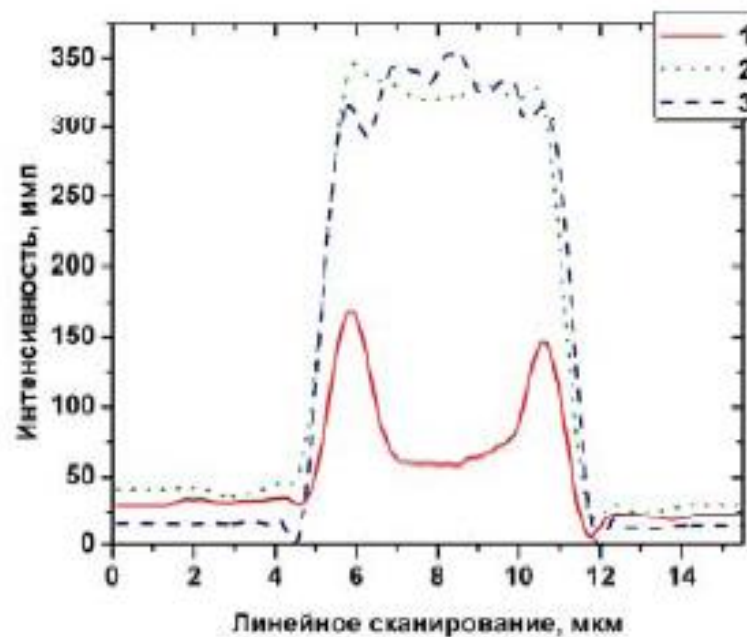
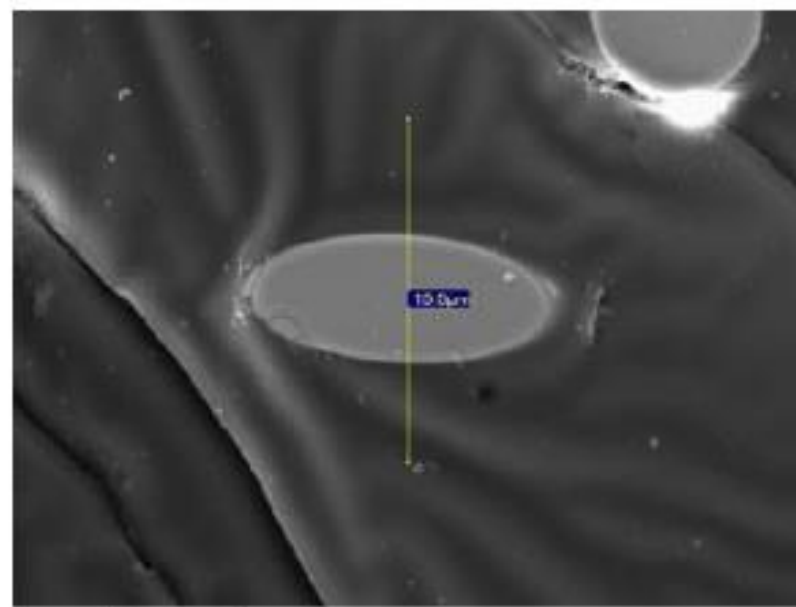


Рис. 5.13. Микрофотография шлифа базальтового волокна во вторичных электронах (слева) и распределение элементов по диаметру волокна (справа): 1 – Na, 2 – Ca, 3 – Mg.

Аналогичного результата можно добиться микромированием образцов залитых в специальные составы. Суть метода заключается в, «нарезке» образца стеклянным или алмазным ножом на микротоме (Рис. 5.14.).

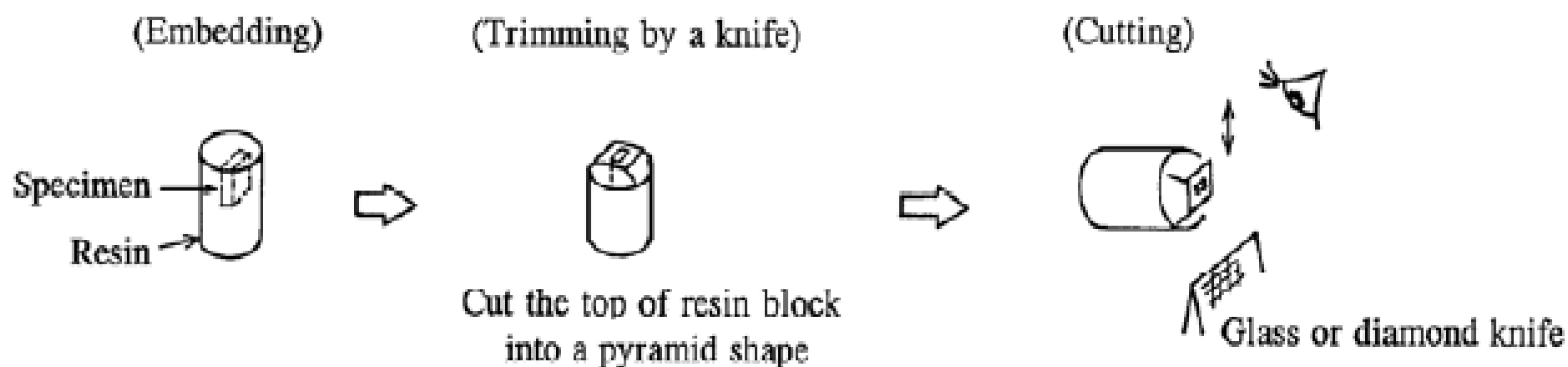


Рис. 5.14. Микромирование образца.

Полученный таким образом объект помещается на двусторонний проводящий скотч, и в случае необходимости, на его поверхность наносят электропроводящую пленку.

## 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%20CEO%20films%20on%20NiW%20.PDF>
6. [http://www.leco.com/resources/application\\_note\\_subs/metallography\\_met\\_tips.htm](http://www.leco.com/resources/application_note_subs/metallography_met_tips.htm)
7. [http://www.fischione.com/product\\_support/index.asp#literature](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](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](http://www.jeolusa.com/SERVICESUPPORT/ApplicationsResources/ElectronOptics/DocumentsDownloads/tabid/320/DMXModule/692/Command/Core_Download/Default.aspx?EntryId=1)



# Кафедра технології металів і матеріалознавства

Костина Людмила Леонидовна

E-mail: [kost19533591@mail.ru](mailto:kost19533591@mail.ru)

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

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