

EMIL OLEWICZ, BARBARA RAUSZER

ZASTOSOWANIE REFLEKSYJNEGO MIKROSKOPU ELEKTRONOWEGO DO BADAŃ STRUKTUR METALI

Streszczenie. W referacie podano zasadę dyfuzyjnego odbicia wiązki elektronicznej od powierzchni metalu oraz możliwość wykorzystania tego zjawiska do odwzorowania powierzchni przedmiotu. Podano zasadę budowy refleksyjnego mikroskopu elektronowego różnych typów oraz oryginalne rozwiązanie w mikroskopie JEM-6A. Określono warunki otrzymywania obrazu, wielkość powiększenia użytecznego i graniczną zdolność rozdzielczą oraz wpływ kąta padania wiązki na jakość obrazu. Przeprowadzono analizę wpływu aberacji sferycznej, chromatycznej i ugięcia oraz wielkości apertury na ostrość odwzorowania i jasność obrazu. Rozpatrzono zalety i wady tej metody w porównaniu do mikroskopu elektronowego z wiązką przechodzącą.

Podano przykłady i interpretację otrzymanych obrazów struktur stali, wyszczególniono możliwości stosowania tej metody do badań metalograficznych stopów metali oraz szczegółów powierzchni trudnych do stwierdzenia innymi metodami badań.

1. Wstęp

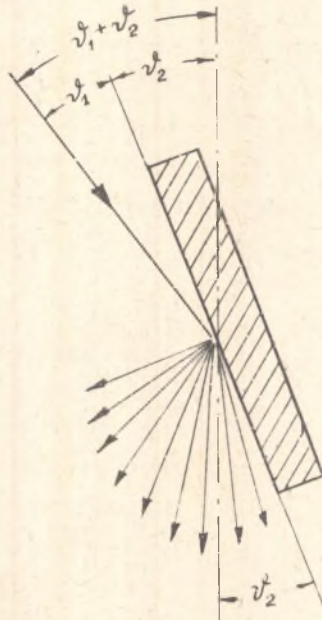
Refleksyjny mikroskop elektronowy, w odróżnieniu od mikroskopu z wiązką przechodzącą, stwarza możliwość bezpośredniej obserwacji powierzchni próbek stopów metali. Badania te nie wymagają skomplikowanych zabiegów odwzorowywania powierzchni za pomocą replik lub matryc jedno- czy wielostopniowych. Pomimo złożoności preparatyki i związanych z nią wad odwzorowywania niektórych szczegółów struktury, mikroskop elektronowy z wiązką przechodzącą jest częściej stosowany, ze względu na znaczną zdolność rozdzielczą i wysokie powiększenia.

Powszechnie uważa się, że refleksyjna metoda mikroskopii elektronowej wykazuje szereg wad, które utrudniają prowadzenie badań. Niewątpliwie w tym twierdzeniu jest ośrodek prawdy. Równocześnie jednak należy stwierdzić, że metoda ta wykazuje szereg zalet, których nie posiada mikroskop prześwietleniowy. Dzięki szczególnej plastyczności obrazu, refleksyjny mikroskop elektronowy ujawnia pewne szczegóły powierzchni niewykrywalne innymi metodami. Odwzorowuje on jednoznacznie wzniesienia i wklęsłości powierzchni oraz pozwala na dokładne wyznaczenie ich wysokości lub głębokości. Ważne to jest zarówno przy badaniach struktur jak i określaniu gładkości powierzchni polerowanych, zmatowionych lub nałożonych elektrolitycznie. Dzięki uzyskiwanej zdolności rozdzielczej ($200\div 500 \text{ \AA}$) mikroskop refleksyjny stanowi jakby pomost między mikroskopią optyczną a elektronową i uzupełnia wyniki badań otrzymywanych tymi metodami. Ze względu na brak odpowiednich mikroskopów badania refleksyjne nie były w Polsce dotąd prowadzone. Dlatego w Zakładzie Mikroskopii Elektronowej Katedry Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej podjęto ten temat, a część wyników zreferowano w tej pracy.

2. Zasada działania mikroskopu refleksyjnego

Zjawisko odbijania wiązki elektronów od powierzchni ciała krystalicznego stwierdzono w r. 1928 przy sprawdzaniu słuszności teorii prawa de Broglie. Wiązka elektronów padająca na powierzchnię doznaje odbicia i dyfrakcji spełniając dla pewnych przypadków prawo Bragga [1]. Doświadczeniami tymi dowiedziono, że wiązce elektronów przyporządkowany jest ruch falowy o długości fali zależnej od prędkości elektronów. Odbicie elektronów nie odbywa się jednak ściśle według praw optyki geometrycznej [2]. Przy zderzeniu z powierzchnią ciała krystalicznego część elektronów po odbiciu wykazuje stratę energii, zaś inne elektrony zostają pochłonięte z równoczesnym wytrąceniem elektronów wtórnych z substancji. Elektrony wtórne mają znacznie mniejszą energię od elektronów padających. Wielkość strat energii wyraża się w elektronowoltach (eV) i waha się w sze-

rokich granicach. Odbite i wyemitowane z powierzchni elektrony rozprzestrzeniają się w różnych kierunkach (rys. 1) i dlatego zjawisko to nazwano dyfuzyjnym odbiciem elektronów [3, 7].



Rys. 1. Dyfuzyjne odbicie wiązki elektronów od powierzchni oraz kąty nachylenia:

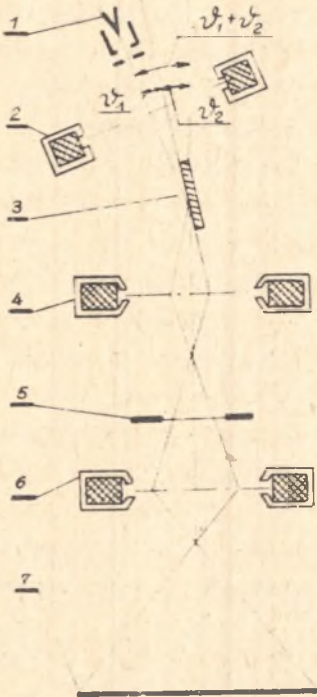
ϑ_1 - wiązki elektronów od powierzchni; ϑ_2 - badanej powierzchni do osi optycznej mikroskopu

Przy małych kątach padania występuje jednak pewien uprzywilejowany kierunek rozprzestrzeniania się elektronów - nachylony do powierzchni pod kątem zbliżonym do kąta padania. Odbita wiązka zawiera elektrony poruszające się z różną prędkością, co oznacza, że sprzężone z ich ruchem fale różnią się długością. W ten sposób padająca monochromatyczna wiązka elektronów po odbiciu zmienia się na wiązkę polichromatyczną [4].

Jeżeli odbitą dyfuzyjnie wiązkę skieruje się do układu optycznego mikroskopu elektronowego uzyskuje się odwzorowanie powierzchni od której elektrony zostały odbite.

3. Budowa mikroskopu refleksyjnego

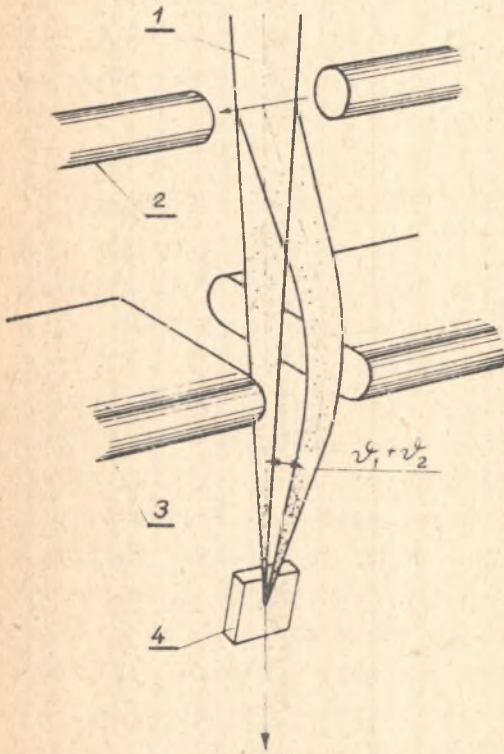
Najprostszy mikroskop refleksyjny otrzymano przez odpowiednią modyfikację mikroskopu elektronowego pracującego w zasadzie za pomocą wiązki przechodzącej. Podstawowa zmiana polega na ukośnym ustawieniu działła elektronowego względem jego osi optycznej [1, 5]. Pochylenie działła uzyskuje się przez wstawienie pierścienia klinowego, który przechyliło działło o niewielki kąt, około $1 \pm 10^\circ$ (rys. 2). Zależnie od złożoności konstrukcji kąt nachylenia może być stały lub zmienny. Próbkę z przygotowaną do obserwacji powierzchnią umieszcza się w specjalnym uchwycie na stoliku mikroskopowym, który umożliwia nachylanie badanej powierzchni względem osi optycznej o kąt ϑ_2 . Wiązka elektronów pada na badaną powierzchnię pod kątem ϑ_1 i po dyfuzyjnym odbiciu część jej wchodzi do obiektywu, tworząc powiększony obraz pośredni przedmiotu [6]. Obraz ten po powiększeniu przez projektyw zostaje skierowany na ekran końcowy. Zmienny przechył działła elektronowego umożliwia wybór kąta padania ϑ_1 , zaś zmiana kąta ϑ_2 pozwala na wybór kąta obserwacji zależnie od charakteru powierzchni i pożądaných efektów.



Rys. 2. Schemat refleksyjnego mikroskopu elektronowego z przechylanym działłem elektronowym;

- 1 - działło elektronowe;
- 2 - kondensator; 3 - preparat;
- 4 - obiektyw;
- 5 - przysłona pola widzenia;
- 6 - projektyw;
- 7 - ekran

Przedstawione rozwiązanie ma tę niedogodność, że wielkość zmian kąta nachylenia wiązki nie jest zbyt duża. Dlatego zbudowano szereg specjalnych mikroskopów refleksyjnych, gdzie kąt



Rys. 3. Schemat biegu promieni w przystawce refleksyjnej mikroskopu JEM-6A:

1 - wiązka elektronów; 2 - nabeiguniki odchylające; 3 - nabeiguniki kierujące; 4 - próbka; $\vartheta_1 + \vartheta_2$ - kąt nachylenia wiązki względem osi optycznej mikroskopu

nachylenia wiązki można zmieniać od $0+90^\circ$ względem osi optycznej mikroskopu [8]. Mikroskopy te mają konstrukcję specjalną i w zasadzie nie przewiduje się ich przebudowy na mikroskopy z wiązką przechodzącą.

Innego rodzaju rozwiązanie zastosowano w mikroskopie japońskim JEM-6A [9]. Mianowicie, mikroskop ten zasadniczo zbudowany jest dla wiązki przechodzącej, a możliwość ukośnego skierowania elektronów na badaną powierzchnię uzyskuje się przez zmianę stolika mikroskopu oraz zastosowanie specjalnej przystawki. Główne części składowe przystawki stanowią dwie pary nabeiguników, okrągłych i spłaszczonych, połączonych z elektromagnesami. Działo elektronowe nie zmienia swojego normalnego położenia lecz nabeiguniki górne - okrągłe wychylają wiązkę z osi optycznej, aby potem skierować ją pod żądanym

kątem na badaną powierzchnię za pomocą nabeiguników dolnych - spłaszczonych (rys. 3). Nabeiguniki i elektromagnesy umocowane są na zewnętrznej obudowie tubusu mikroskopu i znajdują

się poza przestrzenią próżniową. Zasilanie elektromagnesów odbywa się z dodatkowego stolika rozdzielczego prądem stałym, stabilizowanym elektronowo. Zmiana natężenia prądu w elektromagnesach powoduje zmianę kąta nachylenia wiązki od $0+30^{\circ}$ względem osi optycznej mikroskopu. Badaną powierzchnię próbki umieszcza się pionowo w uchwycie specjalnego stolika krzyżowego, który dodatkowo umożliwia obrót próbki oraz przechylenie jej o kąt $\vartheta_2 = 0+30^{\circ}$. Na opisanym mikroskopie przeprowadzono badania zreferowane w dalszym oiągu tej pracy.

4. Powiększenie, zdolność rozdzielcza i wady odwzorowania

Cechą charakterystyczną obrazu w mikroskopie refleksyjnym są różne powiększenia w dwu do siebie prostopadłych kierunkach. Jeden z kierunków odpowiada płaszczyźnie równoległej do płaszczyzny wyznaczonej przez oś wiązki elektronowej i oś optyczną mikroskopu, zaś drugi płaszczyźnie do niej prostopadłej, przechodzącej przez punkt padania wiązki na próbkę. Dla uproszczenia wielkości związane z płaszczyzną równoległą oznacza się znakiem równoległości (\parallel) a związane z płaszczyzną prostopadłą - znakiem prostopadłości (\perp). Na obrazie widoczne jest, że powiększenia w płaszczyźnie równoległej P_{\parallel} są mniejsze niż powiększenia w płaszczyźnie prostopadłej P_{\perp} , czyli $P_{\parallel} \ll P_{\perp}$. Efekt ten związany jest z rzutem odcinków leżących w tych płaszczyznach na ekran. Rzut odcinka w płaszczyźnie równoległej jest zależny od wartości $\sin \vartheta_2$, kąta nachylenia powierzchni próbki do osi optycznej [6]. W związku z tym między powiększeniem zachodzi następująca zależność:

$$P_{\parallel} = P_{\perp} \sin \vartheta_2$$

Ze wzoru wynika, że ze wzrostem kąta nachylenia różnica powiększeń maleje.

Podobnie jak powiększenia, różne są także zdolności rozdzielcze w wymienionych płaszczyznach. Zdolność rozdzielcza warunkowana jest nie tylko długością fali i kątem otwarcia obiektywu, lecz także wielkością aberacji układu optycznego.

Wielkość aberacji określa się średnicą krążka rozproszenia promieni przy odwzorowaniu punktu leżącego na osi układu optycznego [10]. Krążek rozproszenia powstaje w wyniku istnienia nie punktowego lecz odcinkowego ogniska na skutek różnego załamania się promieni środkowych i skrajnych (aberracja sferyczna) lub różnych ogniskowych wynikających z różnego współczynnika załamania fal o różnej długości (aberracja chromatyczna). W wyniku tego zjawiska odwzorowanie punktu leżącego na osi optycznej jest otoczone rozmytym krążkiem nieostrości. Przemieszczając ekran wzdłuż odcinka ogniskowego w określonym miejscu otrzymuje się krążek najmniejszy i jego średnicę przyjmuje się za charakterystyczną wielkość optyczną, zwaną średnicą krążka rozproszenia.

Błędy aberracji sferycznej i chromatycznej są trudne do kompensacji w soczewkach mikroskopu elektronowego, a w mikroskopie refleksyjnym występują dodatkowe trudności. Ze względu na większe rozmiary próbek i możliwość dokonywania obrotu, przesuwu i przechylenia ich, ogniskowa obiektywu musi być większa. Wzrost ogniskowej powoduje wzrost średnicy krążka rozproszenia przez wzrost błędów aberracji sferycznej i chromatycznej, a co za tym idzie, pogorszenie zdolności rozdzielczej. Pewną możliwość poprawy błędów aberracji sferycznej daje stosowanie małych apertur. To prowadzi jednak do znacznego obniżenia jasności obrazu, która i tak w mikroskopie refleksyjnym jest mała. Zdolność rozdzielczą pogarsza także zjawisko ugięcia dyfrakcyjnego na krawędziach drobnych szeregów (prążek Fresnela), lecz wielkość ta w porównaniu do poprzednich błędów jest niewielka.

O zdolności rozdzielczej decyduje suma błędów aberracji [2]. Rozpatrując zdolność rozdzielczą w płaszczyźnie prostopadłej δ_{\perp} , można posłużyć się wzorem dla mikroskopu z wiązką przechodzącą. Jest ona wynikiem sumy błędów układu optycznego, a więc:

$$\delta = \delta_{\text{sfer}} + \delta_{\text{dyf}} + \delta_{\text{ohr}} = C_0 \alpha^3 + 0,61 \frac{\lambda}{\alpha} + k_0 \alpha \frac{4U}{U}$$

gdzie:

- δ_{sfer} - średnica krążka rozproszenia w wyniku aberacji sferycznej,
- δ_{dyf} - średnica krążka rozproszenia w wyniku dyfrakcji,
- δ_{ohr} - średnica krążka rozproszenia w wyniku aberacji chromatycznej,
- C_0 - współczynnik aberacji sferycznej,
- k_0 - współczynnik aberacji chromatycznej,
- α - kąt otwarcia obiektywu,
- U - napięcie przyspieszające,
- ΔU - spadek napięcia przyspieszającego.

Rozpatrując poszczególne składniki tej sumy należy pamiętać o różnicach odwzorowania w mikroskopie z wiązką przechodzącą i mikroskopie refleksyjnym. I tak, wielkość δ_{ohr} w mikroskopie z wiązką przechodzącą, w przypadku dobrej stabilizacji napięcia, można pominąć ponieważ wiązka elektronów jest praktycznie monochromatyczna. Natomiast w mikroskopie refleksyjnym na skutek dyfuzyjnego odbicia wiązka wchodząca do obiektywu jest polichromatyczna, w wyniku czego, aberacja chromatyczna przybiera szczególnie dużą wartość. Zmieniają się także współczynniki aberacji sferycznej i chromatycznej (C_0 , k_0) na skutek wzrostu ogniskowej obiektywu [2]. Np. dla napięcia przyspieszającego $U=80$ kV i kąta otwarcia obiektywu $\alpha=5 \cdot 10^{-3}$ rd., średnica krążka rozproszenia spowodowanego dyfrakcją wynosi 7Å. Wartości współczynników C_0 i k_0 przy ogniskowej $f=6 \div 7$ mm, przyjmują wartości:

$$42 \text{ mm} < C_0 < 75 \text{ mm}$$

$$5,3 \text{ mm} < k_0 < 10 \text{ mm}$$

Zakładając $C_0=60$ mm, średnica krążka rozproszenia dla aberacji sferycznej wynosi:

$$\delta_{\text{sfer}} = C_0 \alpha^3 = 60 (5 \cdot 10^{-3})^3 \cdot 10^7 = 75 \text{ Å}$$

Natomiast wielkość aberracji chromatycznej, dla przyjętego $k_0 = 7 \text{ mm}$ i $U = 100 \text{ kV}$, wynosi:

$$\delta_{\text{ohr}} = k_0 \frac{4U}{U} = 7 (5 \cdot 10^{-3}) \frac{100}{80000} \cdot 10^7 = 437 \text{ \AA}$$

Całkowita zdolność rozdzielcza w płaszczyźnie prostopadłej:

$$\delta_{\perp} = 7 \text{ \AA} + 75 \text{ \AA} + 437 \text{ \AA} \approx 500 \text{ \AA}$$

Natomiast zdolność rozdzielcza w płaszczyźnie równoległej δ_{\parallel} , wynosi:

$$\delta_{\parallel} = \frac{\delta_{\perp}}{\sin \psi_2}$$

Przy założeniu, że kąt nachylenia próbki do osi optycznej $\psi_2 = 10^\circ$, otrzymuje się:

$$\delta_{\parallel} = \frac{500}{\sin 10^\circ} = \frac{500}{0,1736} \approx 2900 \text{ \AA}$$

Z doświadczeń wynika, że zdolność rozdzielcza w płaszczyźnie prostopadłej wynosi 300÷400 Å, zaś w płaszczyźnie równoległej wzrasta ze wzrostem kąta nachylenia próbki. Choć poprawić zdolność rozdzielczą n razy należy zmniejszyć kąt otwarcia obiektywu n razy i nie mniej zwiększyć powiększenie. Jednak wtedy maleje wydatnie jasność obrazu, a czas ekspozycji wzrasta n^4 razy.

Uzyskiwane zdolności rozdzielcze ograniczają wielkość powiększenia użytecznego w mikroskopii refleksyjnej. Powiększenie użyteczne P_u można wyznaczyć ze stosunku wielkości obrazu do przedmiotu.

$$P_{u_{\perp}} = \frac{1}{\delta_{\perp}}$$

Zakładając, że oko nieuzbrojone dostrzega dokładnie szeregów o wielkości 0,2 mm, otrzymano:

$$P_{u_{\perp}} = \frac{0,2 \text{ mm}}{500 \text{ \AA}} = 4000 \times$$

i że:

$$P_{u_{\parallel}} = P_{u_{\perp}} \cdot \sin^2 \theta_2$$

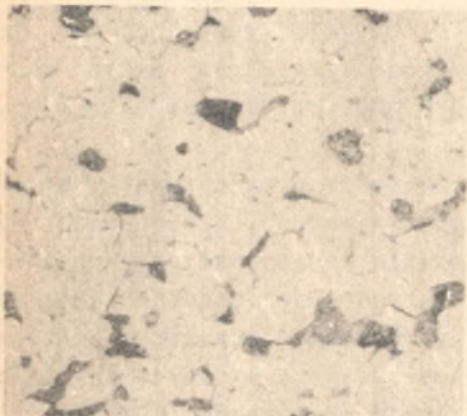
$$P_{u_{\parallel}} = 5000 \sin^2 10^\circ \approx 900 \times$$

5. Przykłady badań

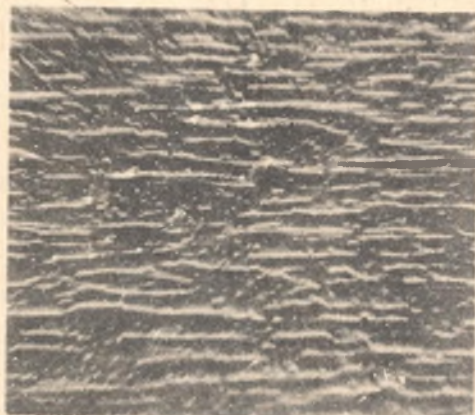
Obserwacje struktur różnych gatunków stali węglowych przeprowadzono na mikroskopie elektronowym JEM-6A, produkcji japońskiej przy zastosowaniu przystawki refleksyjnej. Badania miały doprowadzić do określenia wpływu wstępnego przygotowania powierzchni i trawienia oraz porównanie podobieństwa obrazu refleksyjnego z obrazem w mikroskopie optycznym. Doświadczenia miały także na celu porównanie wyników jakości obrazu w mikroskopach refleksyjnych z przechylaną głowicą z obrazem uzyskiwanym w mikroskopie z przystawką. Otrzymywanie obrazów refleksyjnych za pomocą odchylenia wiązki elektronowej jest oryginalnym rozwiązaniem japońskim i na ten temat w literaturze nie znaleziono żadnych publikacji.

Montaż przystawki refleksyjnej do mikroskopu JEM-6A nie jest kłopotliwy, wymaga tylko ścisłego przestrzegania wskazówek podanych w instrukcji obsługi urządzenia. Pewną trudność sprawiało początkowo znalezienie odbitej wiązki elektronów na ekranie po włączeniu przystawki zasilającej elektromagnesy. Okazało się jednak, że do uzyskania odbicia i obrazu powierzchni próbki potrzebna jest bardzo subtelna manipulacja pokrętkami regulującymi prąd elektromagnesów górnych i dolnych nabiegunników.

W badaniach wstępnych na mikroskopie optycznym stwierdzono, że pewien gatunek stali węglowej o zawartości 0,2% C po obróbie cieplnej wykazuje charakterystyczną strukturę stali miękkiej



Rys. 4. Stal 0,2% C; ferryt z perlitem na graniach ziarn oraz słabo widoczne wydzielienia cementytu (500x)



Rys. 5. Struktura jak rys. 4 w refleksyjnym mikroskopie elektronowym; $\vartheta_2=10^\circ$ (2200x)

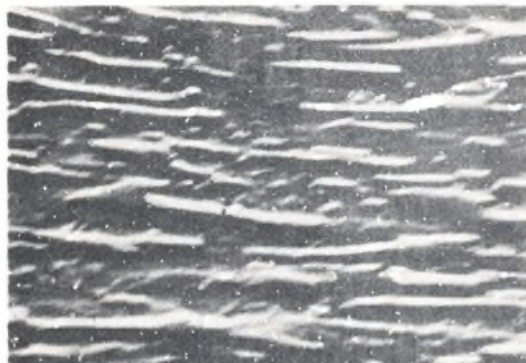
ozonej z bardzo drobnymi wydzieleniami kulkowymi cementytu w ziarnach ferrytu (rys. 4). Wydawało się, że tego rodzaju struktura szczególnie dogodna jest do badań na mikroskopie refleksyjnym. Po wykonaniu próbek z tej stali o średnicy 6 mm i grubości 3 mm, wypolerowaniu mechanicznym zawieszoną Al_2O_3 oraz wytrawieniu nitalen, poddano je obserwacji refleksyjnej pod różnymi kątami ϑ_1 i ϑ_2 . Pierwsze obrazy otrzymano przy małych nachyleniach, w których suma kątów $\vartheta_1 + \vartheta_2$ wynosiła $3 \pm 6^\circ$. W tych warunkach, obraz na ekranie stanowił jasną smugę odwzorowania struktury, przy czym tylko w środkowym paśmie o szerokości około 4 mm ujawniały się ostre zarysy granic ziarn. Zwiększenie kąta nachylenia ϑ_2 do około 8° wpłynęło korzystnie na obraz struktury, bo pasmo ostrości uległo rozszerzeniu do 25 ± 30 mm (rys. 5). Jakkolwiek w obrazie występuje jeszcze znaczna dystorsja powiększenia w prostopadłych kierunkach, to jednak wyraźnie odróżniają się granice oraz wydzielenia w obrębie ziarn. Zwiększenie kąta ϑ_2 do 15° wywołało dalszą poprawę obrazu, tym niemniej wydłużenie ziarn na skutek różnicy powiększeń jest w dalszym ciągu znaczne (rys. 6).

Rys. 7 przedstawia strukturę martenzytyczną trawionej termicznie stali 40HNM, której powierzchnia nieznacznie została zaatakowana przez korozję. Mikrofotografia została wykonana przy kącie $\vartheta_1=1^\circ$ i $\vartheta_2=11^\circ$. Na tle iglastej struktury martenzytu widoczne są drobne cząstki korozji, rzucające na powierzchnię wydłużone oienie. Wielkość oienia przy małym kącie ϑ_1 umożliwia wyznaczenie wysokości cząstki. Sposób obliczeń podano w rozdziale 6.

W dalszym ciągu badań określono wpływ przygotowania zglądu na jakość refleksyjnego obrazu elektronowego, a otrzymane wyniki przedstawiają rys. 8+11. Badania przeprowadzono na tej samej próbce wykonanej ze stali narzędziowej o zawartości 1,2% w stanie normalizowanym. Rys. 8 przedstawia strukturę tej stali po polerowaniu na pastach diamentowych i wytrawieniu nitallem. Zdjęcie wykonane przy nachyleniu powierzchni próbki pod kątem $\vartheta_2=8^\circ$. Środkowe jasne i ostre pasmo uwidacznia dystorsyjnie wydłużone ziarna perlitu z widocznymi pasenkami cementytu i ferrytu. Obraz tego samego miejsca przy kącie $\vartheta_2=15^\circ$ przedstawia rys. 9, gdzie struktura perlitu swoim wyglądem nie różni się już tak znacznie od obrazu w mikroskopie optycznym. Szczegóły struktury są woale wyraźne, a oienie łagodne. Powtórzenie badań na tej samej próbce po polerowaniu mechanicznym zawiesziną Al_2O_3 przedstawiają rys. 10 i 11, przy kątach nachylenia $\vartheta_2=7$ i 18° . Obraz strukturalny wykazuje mniejszą dokładność zarysów, a głębokie oienie zacierają nawet niektóre szczegóły. Porównanie tych obrazów z poprzednimi uwidacznia dosadnie wpływ wstępnego przygotowania badanej powierzchni.

W celu dokładniejszego określenia wpływu głębokiego reliefu powierzchni na jakość obrazu, do następnych prób wybrano żelazo Armo trawione termicznie przy powolnym chłodzeniu z temperatury $950^\circ C$. Obserwacje przeprowadzono przy nachyleniu powierzchni próbki pod kątem $\vartheta_2=8^\circ$ i $\vartheta_1=3^\circ$. Mimo stosunkowo dużego kąta na obrazie otrzymano gęste oienie w wyniku znacznej głębokości granie ziarn ferrytu oraz bruzd pozostałych po granicach ziarn austenitu. W dodatku w ziarnach ferrytu ujawnia się także struktura bloków o różnych wysokościach zwiększając relief powierzchni. Przy obranym kącie nachylenia ϑ_2

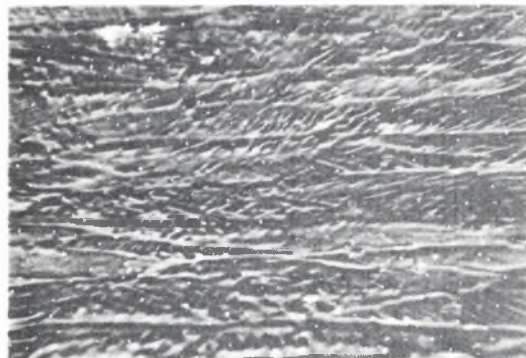
Opis rysunków



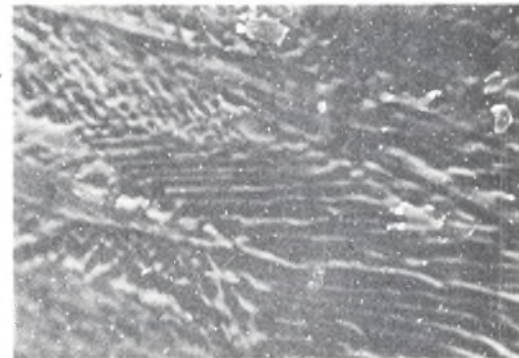
Rys. 6



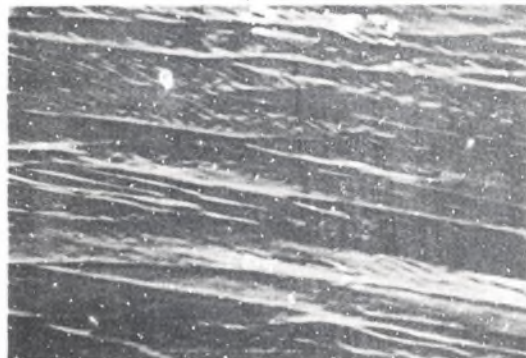
Rys. 7



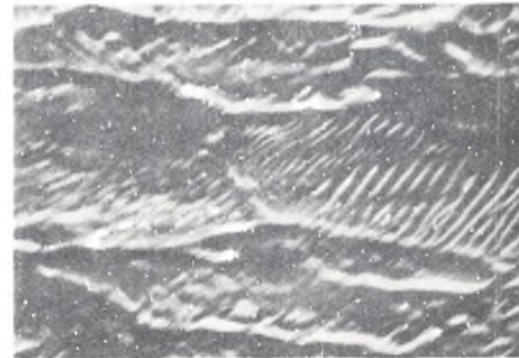
Rys. 8



Rys. 9



Rys. 10



Rys. 11



Rys. 12



Rys. 13

Nr rys.	Materiał i przygotowanie próbek	S t r u k t u r a	Powiększenie x	
			Pol.	Pełk.
6	Jak rys. 4	Jak rys.6; widoczne wydzielienia oraz pofałdowania w osnowie $\psi_2 = 15^\circ$	1400	3500
7	Stal 40HNM Trawienie termiczne	Drobnoigłasty martenzyt ze śladami korozji atmosferycznej oraz z wydłużonymi cieniami od wystających cząstek $\psi_1 = 1^\circ$; $\psi_2 = 6^\circ$	700	1500
8	Stal węglowa 1,2% C Polerowanie na pastach diamentowych; trawienie nitałem	Perlit płytkowy oraz cementyt wtórny na granicach ziarn $\psi_2 = 8^\circ$	1500	2500
9	Jak rys. 8	Jak rys. 8, $\psi_2 = 15^\circ$	1500	3500
10	Stal węglowa 1,2% C Polerowanie Al_2O_3 ; trawienie nitałem	Perlit płytkowy oraz cementyt wtórny na granicach ziarn; widoczne głębokie cienie z niezbyt wyraźnym zarysem płytek perlitu $\psi_2 = 7^\circ$	1500	2500
11	Jak rys. 10	Jak rys. 10; $\psi_2 = 18^\circ$	1500	3500
12	Żelazo Armc0 trawienie termiczne	Struktura zniekształcona przez dystorsję oraz głęboki relief powierzchni $\psi_1 = 3^\circ$, $\psi_2 = 6^\circ$	1100	2500
13	Jak rys. 12	Widoczne bruzdy granic ziarn, figury trawienia (wgłębienia) oraz fragmenty ziarn o różnych wysokościach $\psi_2 = 23^\circ$	1100	2500

w wyniku dystorsji struktura przybrała postać quasi pasmową, która prawie uniemożliwia właściwą interpretację budowy (rys. 12). Dopiero po zwiększeniu kąta ϑ_2 do 23° uzyskano stosunek powiększeń P_\perp do P_\parallel około 2,5, co spowodowało zmniejszenie dystorsji i upodobnienie obrazu refleksyjnego do obrazu w mikroskopie optycznym (rys. 13). Mimo tych warunków na obrazie widoczne są znaczne kontrasty poszczególnych fragmentów ziarn, a głębokie cienie w wielu miejscach zaciemniają szczegóły struktury. Z podanych przykładów wynika, że głęboki relief powierzchni przy badaniach refleksyjnych jest niekorzystny.

6. Cechy charakterystyczne obrazu w mikroskopie refleksyjnym

Przeprowadzone obserwacje wykazują szereg osobliwych cech odzworowania powierzchni przedmiotu, z których na pierwszym miejscu należy wymienić jasność i ostrość. Największą jasność obrazu otrzymuje się przy małych kątach ϑ_2 - nachylenia powierzchni próbki względem osi optycznej mikroskopu. Zmiana kąta ϑ_1 nachylenia wiązki elektronów do powierzchni próbki wpływa także na jasność obrazu oraz zdolność rozdzielczą. Zdolność rozdzielcza jest tym lepsza im mniejszy kąt ϑ_1 , lecz równocześnie z tym pojawiają się cienie wystających szczegółów, co powoduje ściemnienie obrazu. Kiedy wystających szczegółów jest mało, cienie nie szkodzą, a nawet mogą służyć do wyznaczania rzeczywistych wysokości wzniesień. Zależność tę przedstawia rys. 14, na którym "w" oznacza rzeczywistą wysokość szczytów, zaś "a" długość cienia na powierzchni próbki. Z obrazu natomiast wynika, że:

$$a = \frac{m}{P_\parallel} = \frac{m}{P_\perp \sin \vartheta_2}$$

gdzie:

m - długość cienia na obrazie,

P_\parallel i P_\perp - powiększenie równoległe i prostopadłe.

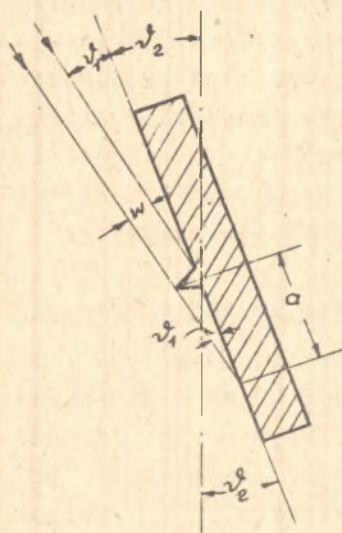
Z rys. 14 widać, że:

$$w = a \cdot \operatorname{tg} \vartheta_1$$

stąd:

$$w = \frac{m}{P_\perp \sin^2 \vartheta_2} \operatorname{tg} \vartheta_1$$

W przypadku wzniesień wysokich i wydłużonych obraz jest mniej czytelny ponieważ obszary pozostające w oieniu nie ujawniają żadnych szczegółów i całość obrazu ulega zaoiemnieniu. Wzrost kąta ν_1 wpływa na rozjaśnienie obrazu, lecz równocześnie pogarsza się zdolność rozdzielcza na skutek wzrostu polichromatyzacji wiązki. Doświadczenia wykazują, że optymalne wartości kąta ν_1 wynoszą przeciętnie $1+3^\circ$, niezależnie od wielkości kąta ν_2 .



Rys.14. Bieg wiązki elektronów przy wyznaczaniu wysokości szczegółów powierzchni:

a – długość cienia na badanej powierzchni;
 w – wysokość szczegółu

Oprócz tego jasność obrazu zależy od rodzaju badanego pierwiastka metalicznego. Jasność obrazu wraasta z liczbą atomową badanych pierwiastków, ponieważ wykazują one większą zdolność odbijania oraz łatwiejszą wtórną emisję elektronów. Pierwiastki i związki niemetaliczne nie dają dodatnich wyników w badaniach refleksyjnych, bo na powierzchni gromadzą się elektrony, których ładunek powoduje zamglenie obrazu. W praktyce, w koniecznych przypadkach,

sporządza się metalową matrycę przez napylenie grubej warstwy metalu, którą dodatkowo wzmacnia się przez osadzanie elektrolityczne. Po zdjęciu matrycy z próbki można na niej przeprowadzać badania poprzednio opisaną metodą.

Jakkolwiek przy małych kątach ν_2 jasność obrazu jest duża, to jednak występuje znaczna dystorsja obrazu polegająca na różnicach powiększenia i zdolności rozdzielczej w płaszczyznach do siebie prostopadłych. Przy kątach ν_2 $4+6^\circ$ stosunek powiększeń P_I do P_{II} wynosi $10+15$. Jednak ten niekorzystny stosunek można poprawić przez powiększenie kąta ν_2 , tak że np. przy $\nu_2=23^\circ$ stosunek $\frac{P_I}{P_{II}}$ wynosi już $2,5$. Z poprawą dystorsji ulega jednak pogorszeniu zdolność rozdzielcza, ponieważ w tworzeniu obrazu biorą udział dyfuzyjnie rozproszone elektrony

o dużych różnicach długości przyporządkowanych im fal (wiązka polichromatyczna).

Poprawę zdolności rozdzielczej można uzyskać przez zmniejszenie apertury, lecz to jest równoznaczne ze zmniejszeniem kąta otwarcia obiektywu. Ten sposób też nie rozwiązuje całkowicie zagadnienia, ponieważ przytoczone rozważania odnoszą się do szczegółów położonych w bezpośredniej bliskości płaszczyzny padania elektronów. Szczegóły odległe od tej płaszczyzny, w wyniku nachylenia, mogą znaleźć się w odległościach większych lub mniejszych niż głębia ostrości obiektywu. Np. dla odległości na próbie około 0,3 mm od płaszczyzny padania elektronów nieostrość jest tak duża, że przy kącie nachylenia $\delta_2 = 5^\circ$ powoduje w obrazie rozmycie konturów około 0,4 mm.

Pewną poprawę ostrości obrazu można uzyskać przez zwiększenie prędkości elektronów. W ten sposób zmienia się na korzystniejszy stosunek $\frac{4U}{U}$, ponieważ straty energii elektronów nie zależą od napięcia przyspieszającego. Wzrasta przy tym także jasność obrazu.

Na ostrość obrazu wywiera także znaczny wpływ położenie apertury obiektywu. Jej położenie nie daje się tak jednoznacznie ustalić jak w mikroskopie elektronowym z wiązką przechodzącą. Przy metodzie refleksyjnej nie można otrzymać obrazu przysłony na ekranie, a właściwe położenie znajduje się przez przesuwanie jej w kierunkach krzyżowych obserwując równocześnie zmiany ostrości obrazu.

Jakość obrazu struktury zależy w dużej mierze od sposobu przygotowania zglądu. Zglądy z głębokim reliefem dają na ogół wyniki gorsze niż z płytkim. Poważną rolę odgrywa także wstępne przygotowanie zglądu, a szczególnie polerowanie. Nawet nieznaczące i prawie niewidoczne pod mikroskopem optycznym rysy w obrazie refleksyjnym występują z pełną wyrazistością, utrudniając poważnie jego interpretację. Zglądy trawione termicznie i głęboko w odczynnikach chemicznych dają tak duże cienie, że wiele szczegółów pozostaje nieujawnionych. Dla uniknięcia tej niedogodności należy przeprowadzać obserwacje powierzchni w dwu prostopadłych kierunkach, wybierając je tak, aby raz dłu-

gie wzniesienia były prostopadłe, a drugi raz równoległe do płaszczyzny padania elektronów. Ta uwaga odnosi się szczególnie do zglądów polerowanych mechanicznie, względnie do struktur o wybitnie pasmowej budowie. Podkreślić należy, że polerowanie elektrolityczne nie ujawnia w mikroskopie refleksyjnym wad próbek polerowanych mechanicznie.

Badania wykazują, że metoda refleksyjnej mikroskopii elektronowej daje możliwość ujawniania drobnych wypukłości na powierzchni metali, których nie można dostrzec na mikroskopie optycznym. Istnieje przy tym możliwość dokładnego określenia ich wysokości względnie głębokości. Wskazuje to na przydatność stosowania refleksyjnego mikroskopu elektronowego do badań struktur metali. Metoda ta może być wielce przydatną do określania jakości zabiegów technologicznych mechanicznej obróbki powierzchniowej, jak np. szlifowania, honowania, polerowania oraz wpływu obróbki cieplnej na uzyskiwaną gładkość. Wydaje się, że refleksyjny mikroskop elektronowy może przynieść wiele korzyści przy badaniu niektórych złożonych procesów obróbki cieplnej, jak np. przebiegu odpuszczania, utwardzania dyspersyjnego, procesów wydzielen trzeciorzędowych w ziarnach i na granicach.

Szkodliwość występowania dystorsji powiększeń w płaszczyznach do siebie prostopadłych okazuje się jednak pozorna. Jakkolwiek utrudnia ona ocenę rzeczywistej proporcji składników strukturalnych, to rzecz ta w badaniach refleksyjnych staje się drugorzędna, ponieważ równoległe do elektronowych badań refleksyjnych stosować można mikroskopię optyczną, względnie badania na mikroskopie elektronowym z wiązką przechodzącą. Te ostatnie metody nie uwydatniają jednak różnicy poziomów poszczególnych szczegółów struktury. Zaletą refleksyjnej mikroskopii elektronowej jest to, że ujawnia ona bardzo nieznaczne różnice wysokości. Stwierdzono [11], że przy jej pomocy można ujawnić różnice poziomów wynoszące kilkaset Å.

Przeprowadzone badania wskazują, że najodpowiedniejszą metodą badań powierzchni jest równoczesna obserwacja struktury na mikroskopie optycznym i elektronowym refleksyjnym oraz w razie potrzeby na mikroskopie elektronowym z wiązką przecho-

dzącą. Przydatność mikroskopu refleksyjnego może być szczególnie duża w tych przypadkach kiedy dystorsja powiększenia nie ma większego znaczenia a istota badania polega na ujawnieniu reliefu względnie, najdrobniejszych wypukłości lub wklęsłości. Badania w tym kierunku są kontynuowane w Zakładzie Mikroskopii Elektronowej Katedry Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej.

7. Wnioski

Z przeprowadzonych badań wynikają następujące wnioski:

1. Własności optyczne elektronowego mikroskopu refleksyjnego charakteryzują się różnymi powiększeniami w dwóch prostopadłych do siebie kierunkach obrazu: powiększenie w płaszczyźnie równoległej (P_{\parallel}) do płaszczyzny padania elektronów jest mniejsze od powiększenia w płaszczyźnie do niej prostopadłej (P_{\perp}).

2. Stosunek powiększeń w dwu prostopadłych kierunkach zależy od kąta nachylenia ϑ_2 badanej powierzchni do osi optycznej mikroskopu i wyraża się wzorem: $\frac{P_{\parallel}}{P_{\perp}} = \sin \vartheta_2$.

3. Analogicznie do powiększeń, obraz w refleksyjnym mikroskopie elektronowym charakteryzują dwie zdolności rozdzielcze: w płaszczyźnie równoległej i prostopadłej do płaszczyzny padania wiązki elektronów i wynoszą:

$$\delta_{\parallel} = 1000+5000 \text{ \AA} \quad \text{ i } \quad \delta_{\perp} = 300+500 \text{ \AA}$$

Wartości te są na ogół zgodne z teoretycznymi obliczeniami.

4. Ograniczenie zdolności rozdzielczej w refleksyjnym mikroskopie elektronowym wynika ze znacznej aberacji chromatycznej wiązki oraz rozmieszczenia szczegółów powierzchni w obszarze poza głębią ostrości.

5. Zdolność rozdzielcza w dużej mierze zależy od nachylenia wiązki elektronów do badanej powierzchni o kąt ϑ_1 ; im kąt ϑ_1 mniejszy tym zdolność rozdzielcza większa. W praktyce kąt ϑ_1 wynosi $1+3^{\circ}$. Przy mniejszych kątach ϑ_1 występują w obrazie głębokie cienie.

6. Występujące cienie przy małych kątach ϑ_1 umożliwiają wyznaczenie wysokości szczegółów od których cienie te powstają.

7. Nowe rozwiązanie przystawki refleksyjnej do odchylenia odbitej wiązki za pomocą nabiegowników elektromagnetycznych w mikroskopie japońskim JEM-6A działa najzupełniej poprawnie i umożliwia obserwację przy kącie ϑ_2 nachylenia powierzchni próbki do osi optycznej mikroskopu od 0° do 30° .

8. Ostrość obrazu w refleksyjnym mikroskopie elektronowym można polepszyć przez zmniejszenie kąta otwarcia obiektywu, lecz w tym przypadku obraz znacznie ciemnieje. Jasność i ostrość obrazu można również poprawić przez zwiększenie szybkości elektronów padających na powierzchnię.

9. Mimo dystorsji obrazu i stosunkowo małej zdolności rozdzielczej refleksyjnego mikroskopu elektronowego, metoda ta przynosi wiele korzyści przy badaniu struktur oraz powierzchni polerowanych ujawniając wypukłości i wgłębienia. Refleksyjny mikroskop elektronowy stwarza przejście pomiędzy mikroskopią optyczną a obrazem mikroskopu elektronowego z wiązką przechodzącą.

LITERATURA

- [1] Borries B.: Die Ubermikroskope, Berlin, 1949.
- [2] Glaser W.: Grundlagen der Elektronenoptik, Wien 1952.
- [3] Haine M.; Hirst W.: Brit. Journ. Phys. 4, 239, 1953.
- [4] Reimer L.: Elektronenmikroskopische Untersuchungs und Präparationsmethoden, Berlin, 1959.
- [5] Lebiediew A.: Elektronnaja mikroskopia, Moskwa, 1954.
- [6] Fert C.: Observation directe des surfaces au microscope electronique par reflexion. Revue Universelle des Mines. t. XII, nr 10, 1956.

- [7] Idesegang S.: Elektronnaja mikroskopia, Moskwa, 1960.
- [8] Fert C.: Observation directe des surfaces en microscope electronique par reflexion. Stockholm Conf. Electr.Micr., 1956.
- [9] Instrukcja obsługi mikroskopu elektronowego JEM-6A.
- [10] Staub F., Olewicz E.: Mikroskop metalograficzny, Warszawa, 1956.
- [11] Kulenkampff H., Ruttiger K.: Zs. f. Phys., 137, 426, 1954.

ПРИМЕНЕНИЕ РЕФЛЕКСИОННОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА
К ИССЛЕДОВАНИЯМ СТРУКТУР МЕТАЛЛОВ

Р е з ю м е

В работе приведены основы диффузионного отражения электронных лучей от поверхности металлов, их свойства а также возможность использования явлений отражения электронов для выявления структуры металлографических образцов. Определены условия возникновения электронного изображения структуры, полезное увеличение, разрешающую способность, а также влияние угла наклона электронного пучка на качество изображения. Проведено анализ влияния сферической и хроматической аберрации, наклона электронного пучка и апертуры на контраст и яркость электронного изображения. Представлено примеры и интерпретацию полученных структур стали и перечислено возможности применения метода к металлографическим исследованиям металлов, а тоже поверхностных деталей, которых выявление другими методами невозможно.

APPLICATION OF THE REFLECTION ELECTRON MICROSCOPE TO INVESTIGATION OF STRUCTURE OF METALS

Summary

In the paper principle of the diffusion reflection of an electron beam from metal surface and properties of reflected electron beam are given as well as the possibilities of application this phenomena to representation of object surface. Conditions for obtaining an image, magnification, extreme resolution power (of 200-500 Å) and effect of the angle of incidence of an electron beam on the image are defined. Influence of spherical and chromatic abberation, diffraction and apperture on the image sharpness and brilliance has been analysed. Obtained steel structure images have been interpreted. Described method is useful to metallographic investigation of alloys as well as to observation of surface details difficult to confirm with other methods.

