



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-75-80>
УДК 669.017:620.1; 669.017:620.1.05

Поступила 01.04.2020
Received 01.04.2020

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

А. Г. АНИСОВИЧ, М. И. МАРКЕВИЧ, А. Н. МАЛЫШКО, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси», г. Минск, Беларусь, ул. Купревича, 10. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru.

В статье рассматривается сравнительное применение оптической и растровой микроскопии для неметаллических объектов и непроводящих поверхностей. Отмечается, что этот вопрос мало освещается в специальной литературе. Практически отсутствуют публикации, в которых было бы проведено сравнение и описание фотографий структуры материалов, полученных с помощью принципиально различных микроскопов, в частности, металлографических и растровых. Рассматриваются причины искажения изображения в растровом электронном микроскопе при исследовании диэлектриков. Приводятся сравнительные изображения оксидированной поверхности, тканей и натуральной кожи, полученные с использованием растровой и оптической микроскопии. Показаны преимущества оптической микроскопии при исследовании непроводящих поверхностей.

Ключевые слова. Микроскопия оптическая, микроскопия растровая, неметаллические объекты, темнопольная микроскопия, диэлектрические материалы.

Для цитирования. Анисович, А. Г. Некоторые особенности микроскопического исследования неметаллических объектов / А. Г. Анисович, М. И. Маркевич, А. Н. Малышко // *Литье и металлургия*. 2020. № 2. С. 75–80. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-75-80>.

SOME PARTICULARITIES OF MICROSCOPIC INVESTIGATION OF NON-METALLIC OBJECTS

A. G. ANISOVICH, M. I. MARKEVICH, I. N. MALYSHKO, State Scientific Institution «Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus», 10, Kuprevich Str., Minsk, Belarus. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru.

The article deals with the comparative application of optical and raster microscopy for non-metallic objects and non-conducting surfaces. It is noted that this issue is not covered much in the special literature. There are practically no publications that compare and describe photos of the structure of materials obtained using fundamentally different microscopes, in particular, metallographic and raster. The causes of image distortion in a raster electron microscope in the study of dielectrics are considered. Comparative images of the oxidized surface, fabrics and natural leather obtained using raster and optical microscopy are presented. The advantages of optical microscopy in the study of non-conducting surfaces are shown.

Keywords. Optical microscopy, raster microscopy, non-metallic objects, dark-field microscopy, dielectric materials.

For citation. Anisovich A. G., Markevich M. I., Malyshko A. N. Some particularities of microscopic investigation of non-metallic objects. *Foundry production and metallurgy*, 2020, no. 2, pp. 75–80. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-75-80>.

Для получения адекватной информации об объекте исследования важен правильный выбор исследовательского оборудования. Этот вопрос мало освещается в специальной литературе. Как было отмечено в [1], практически отсутствуют публикации, в которых было бы проведено сравнение и описание фотографий структуры материалов, полученных с помощью принципиально различных микроскопов, в частности, металлографических и растровых.

Растровый электронный микроскоп привлекателен для большинства исследователей и технологов в силу большого увеличения; возможности локального определения химического состава; большой глубины резкости; упрощенного процесса пробоподготовки. Тем не менее, растровая микроскопия не может быть использована для определенных материалов.

Процесс формирования изображения в растровом электронном микроскопе отличается от процесса формирования изображения в оптическом микроскопе. В растровом микроскопе не существует

изображения, понимаемого в обычном смысле, и нет никаких лучей, идущих от объекта к изображению. Изображение является абстрактным построением, которое представляет собой подобие объекта. В современных растровых микроскопах сигналы развертки генерируются в цифровом виде с помощью схемы, управляемой компьютером, а также применяются плоские цифровые мониторы, у которых электронный луч отсутствует [2,3].

В растровой электронной микроскопии для формирования изображения используются вторичные и обратно-рассеянные электроны. Большая часть вторичных электронов выходит с глубины до 10 нм, следовательно, область генерации сигнала минимальна. Снимки, которые получены в режиме вторичных электронов, схожи с изображением в оптической микроскопии и упрощают интерпретацию полученных изображений. С поверхности образца вылетают те электроны, которые генерируются в приповерхностном слое. Поэтому эмиссия вторичных электронов очень чувствительна к морфологии поверхности. Кроме того, эмиссия вторичных электронов выше, когда электроны падают на образец под углом.

Обратно-рассеянные электроны несут информацию об относительно глубоких зонах образца, так как обладают более высокой энергией, чем вторичные электроны. Обратно-рассеянные электроны чувствительны к элементному составу образца.

Выход обратно-рассеянных электронов тем выше, чем больше атомный номер атомов, составляющих образец. На изображении в обратно-рассеянных электронах участок, состоящий из тяжелых элементов, выглядит ярче. Если на поверхности образца имеются тонкие чешуйки, выступы, то их края выглядят как яркие области с большей шириной, чем они имеют в действительности. Это явление называют краевым эффектом.

При изменении ускоряющего напряжения изменяется глубина проникновения первичных электронов. Чем выше ускоряющее напряжение, чем глубже проникновение. Если образец внутри структурирован, то изображение становится нечетким. Чем выше ускоряющее напряжение, тем больше проявляется краевой эффект.

Действительное разрешение растрового электронного микроскопа зависит от ускоряющего напряжения. Чем больше ускоряющее напряжение, тем выше разрешение; при ускоряющем напряжении в несколько киловольт разрешение ухудшается.

Особую сложность при исследовании в растровый микроскоп представляют диэлектрические материалы. При попадании электронного зонда на диэлектрик на его поверхности из-за отсутствия стекания заряда накапливаются поглощенные электроны. Накопление электронов приводит к появлению на поверхности образца заряженных областей, которые при последующем сканировании могут нерегулярным образом отклонять первичный пучок, приводя к серьезным искажениям изображения. Кроме того, наличие поверхностного заряда сильно изменяет вторичную электронную эмиссию. Эффект заряда зависит и от времени, так как поверхностный заряд часто накапливается до такой величины, при которой происходит разряд обычно вдоль некоторого проводящего пути по поверхности, после чего опять идет накопление заряда.

Поэтому для исследования морфологии поверхности диэлектриков применяют методику нанесения проводящего покрытия, когда термическим испарением в вакууме или катодным распылением на поверхность образца наносится тонкая проводящая пленка углерода или металла. В частности, используются пленки благородных металлов Au, Pt, Au-Pd, Pt-Pd толщиной до 10 нм. При сложной морфологии образца очень тонкое покрытие может приводить к зарядке из-за потери непрерывности покрывающего слоя. Другим эффективным методом, предотвращающим зарядку, является снижение ускоряющего напряжения. При низких напряжениях повреждение образца электронами пучка минимально, что важно для деликатных образцов.

Современные металлографические микроскопы, использующие различные методы оптического контрастирования [4], позволяют исследование структуры как металлических, так и неметаллических материалов, а также выявление различных артефактов на поверхности образцов [5].

В данной статье рассматривается сравнительное применение металлографического и растрового электронного микроскопов для исследования неметаллических объектов. Анализ проводили с использованием металлографического инвертированного микроскопа МИ-1 (производство «Оптоэлектронные системы», г. Минск), оснащенного средствами контрастирования изображения – темным полем и поляризационным контрастом; растрового электронного микроскопа MIRA 3 (Чехия) с системой микроанализаторов фирмы Oxford Instruments (Великобритания). Прибор позволяет одновременно исследовать морфологию поверхности материала, определить распределение химических элементов исследуемого образца, а также получить изображение объекта в широком диапазоне увеличений.

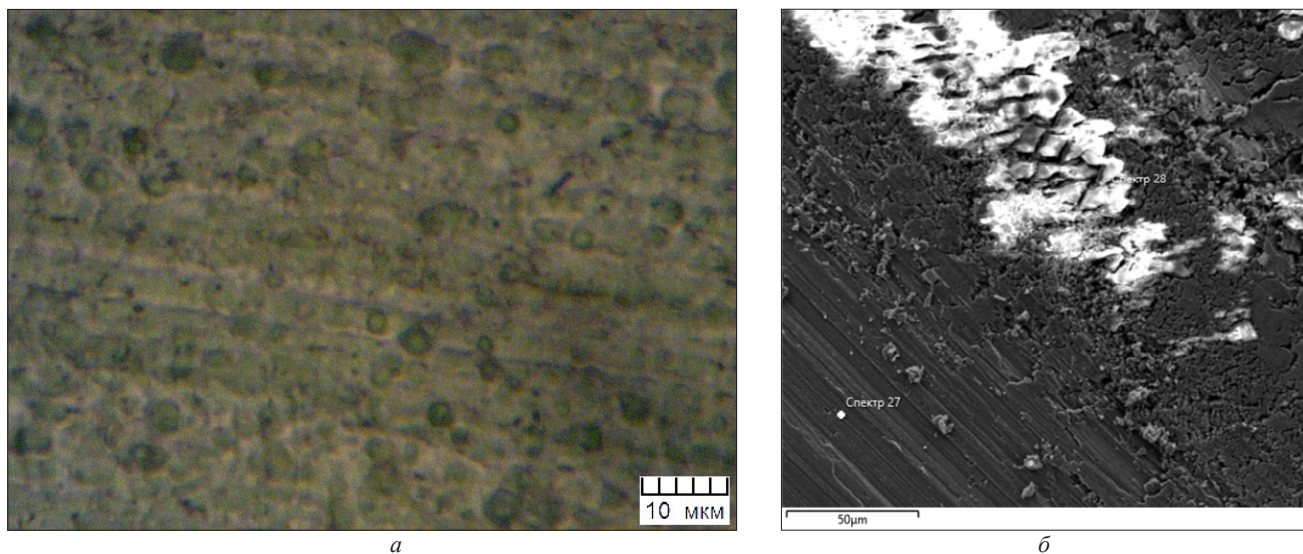


Рис. 1. Изображение поверхности оксидированного образца алюминия: *a* – оптическая микроскопия; *б* – растровая микроскопия (светлый участок – оксидированная поверхность, темный участок – поверхностный слой удален)

В качестве примера искажения изображения в растровом электронном микроскопе можно привести изображения поверхности оксидированного образца алюминия (рис. 1). При исследовании в оптическом микроскопе хорошо видна структура оксидирования (рис. 1, *a*) – характерные фигуры роста покрытия. При исследовании в растровом микроскопе свободная оксидированная поверхность представлена массивом белого цвета без структурных особенностей (рис. 1, *б*). На оксидированной поверхности помимо алюминия присутствуют кислород и сера (см. таблицу). При удалении оксидированного слоя на изображении хорошо проявляется морфология поверхности, в том числе со следами шлифовки; состав материала на этом участке – чистый алюминий (см. таблицу).

Химический состав оксидированного образца алюминия

Область анализа	Содержание элементов, %		
	O	Al	S
Поверхность	46,83	47,57	5,60
В объеме	0	100,0	0

Преимуществом использования оптической микроскопии является формирование цветного изображения, что бывает важно для анализа реализующихся процессов. На рис. 2 представлены изображения кевларовой ткани в зоне воздействия луча лазера. Растровая микроскопия (рис. 2, *a*) хорошо дает изображения волокон. В оптический микроскоп видна обугленная зона (рис. 2, *б*).

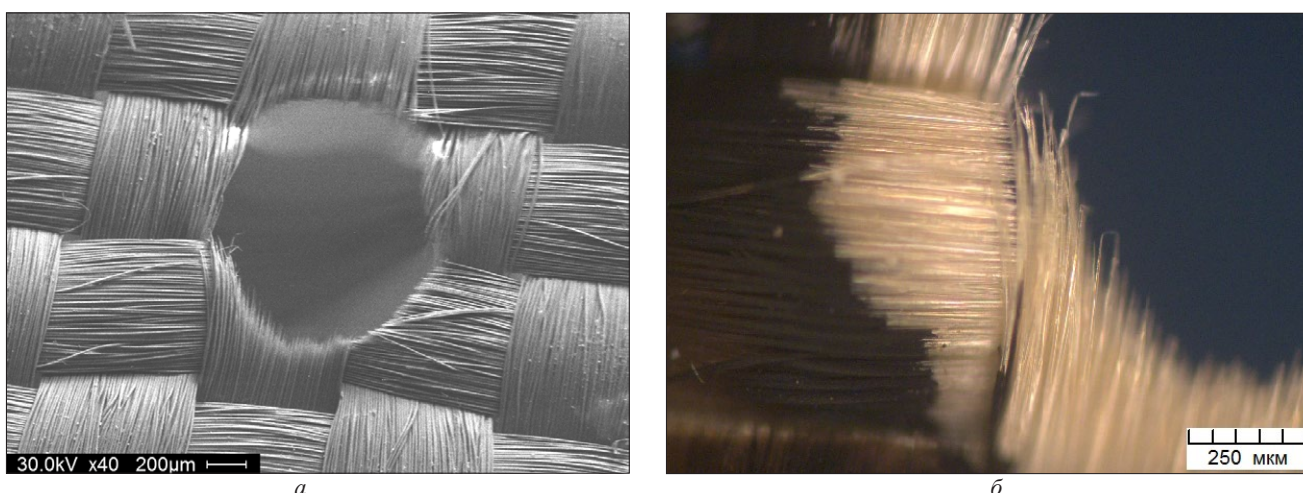


Рис. 2. Морфология поверхности кевларовой ткани в зоне воздействия луча лазера; *a* – растровая микроскопия; *б* – оптическая микроскопия; увеличения уравнены

Недостаток оптического микроскопа – малая глубина резкости. Изображение поверхности на рис. 1, *a* было получено в условиях светлопольного освещения поверхности образца (в методе светлопольного освещения луч света дважды проходит через оптическую систему объектива микроскопа, и поверхность образца освещается полным конусом света (рис. 3)). В данном случае в силу неразвитого рельефа поверхности в светлом поле было получено изображение удовлетворительного качества.

Повышение глубины резкости в оптической микроскопии достигается использованием метода темного поля [6]. Принцип освещения по методу темного поля состоит в том, что поверхность образца освещается наклонными лучами света. При этом свет направляется в пространство между корпусом объектива и собственно оптической системой (рис. 3), отражается от параболического зеркала и попадает на образец. Свет, отраженный поверхностью образца, проходит через оптическую систему объектива и далее в окуляр или видеокамеру. При этом освещены только неплоскостные участки образца. В частности, темнопольное изображение может быть успешно использовано для исследования поверхности дерева [7] (рис. 4). В темном поле сохраняется цвет окрашенных объектов [6].

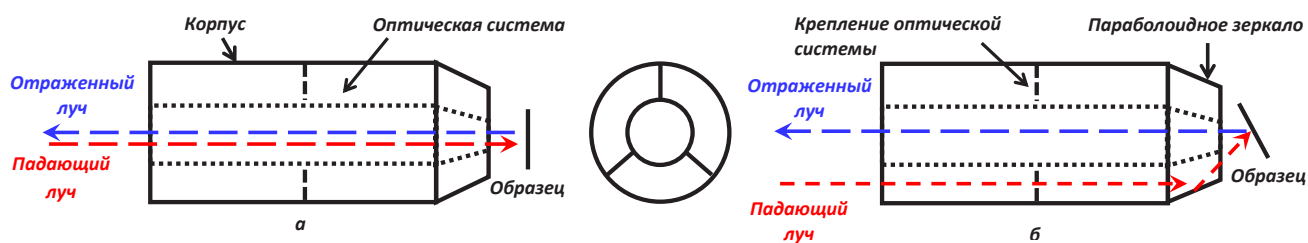


Рис. 3. Схема прохождения лучей света через объектив в режиме светлого (*a*) темного (*б*) поля

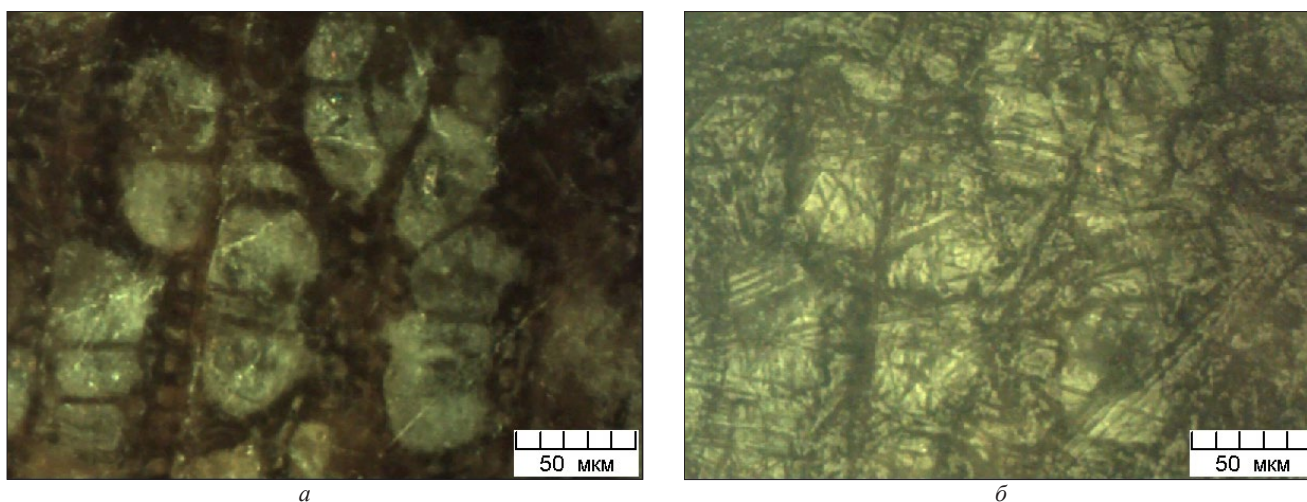
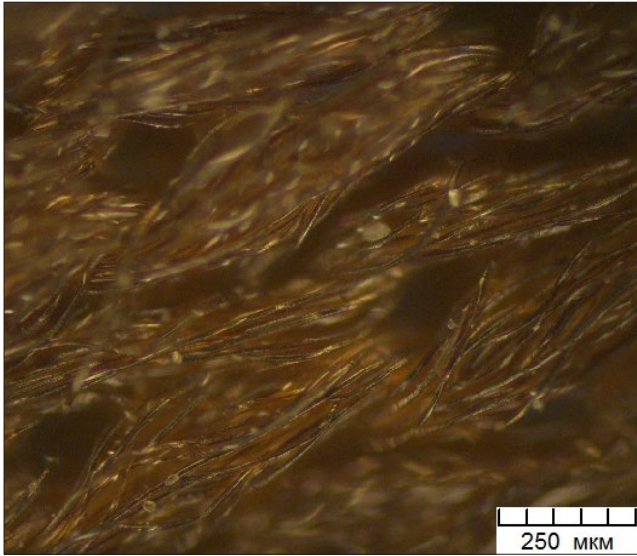


Рис. 4. Структура поверхности дерева (береза) в темном (*a*) и светлом (*б*) поле

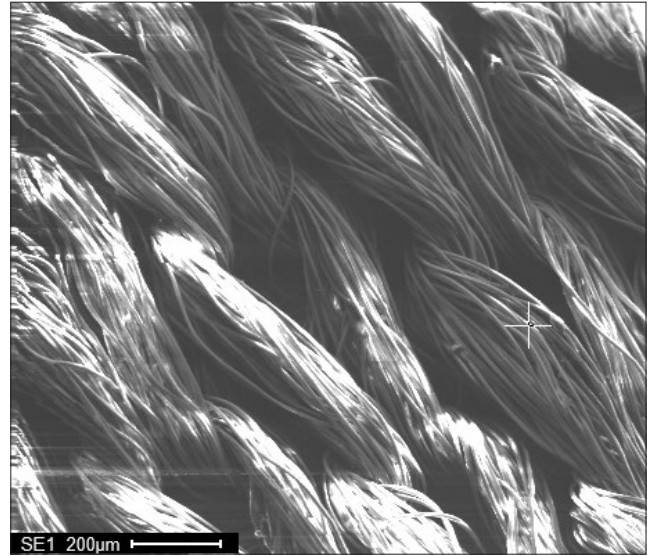
В частности, волокна ткани, покрытой углеродом, в темном поле видны в натуральном цвете (рис. 5, *a*). Растровый микроскоп дает более четкое изображение волокон, но изображение визуально не дает информации о наличии покрытия (рис. 5, *б*). Без покрытия изображение ткани в растровом микроскопе не может быть получено.

На рис. 6 показано сравнение зоны оплавления ткани с углеродным покрытием после лазерного воздействия. При оплавлении покрытие испаряется; зона оплавления в растровом микроскопе видна как бесструктурный участок белого цвета (рис. 6, *a*). При использовании оптической микроскопии в темном поле видна структура зоны оплавления (рис. 6, *б*) [8]. Применение поляризованного света позволяет повысить качество изображения в сравнении с темнопольным освещением (рис. 7).

Одним из распространенных биологических объектов исследования является натуральная кожа. На рис. 8 представлены фотографии кожи хромового дубления (производство Узбекистан) со следующими физико-химическими показателями: влажность – 52,4%; зола общая – 4,8%; жировые вещества – 3,2%;

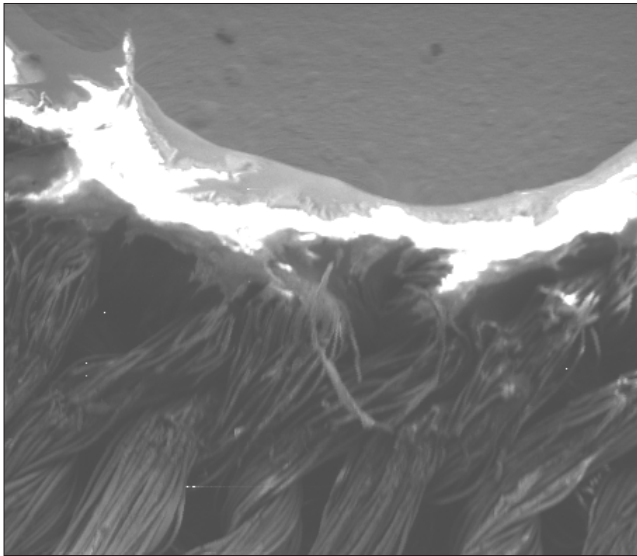


a

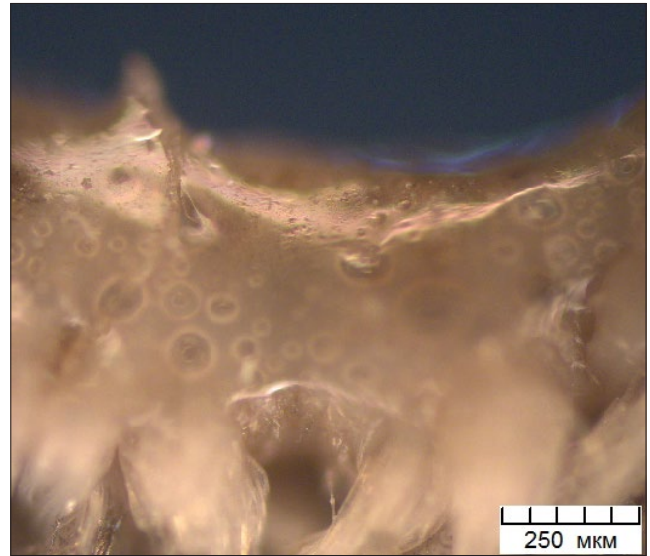


б

Рис. 5. Ткань с покрытием углеродом: *a* – оптическая микроскопия; *б* – растровая микроскопия.

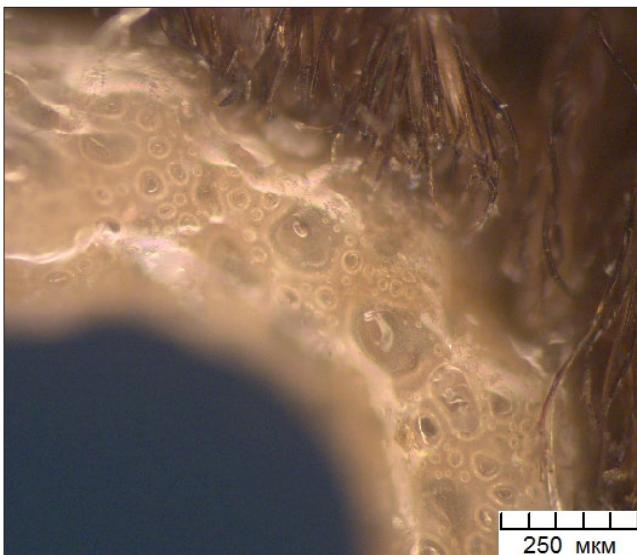


a



б

Рис. 6. Зона оплавления лавсановой ткани после воздействия лазера: *a* – растровая микроскопия; *б* – оптическая микроскопия



a



б

Рис. 7. Зона кипения: *a* – темное поле; *б* – поляризованный свет

гольевое вещество – 76,83%; оксид хрома – 5,2%; гидротермическая деструкция – 92,0°C. Растровое изображение не позволяет увидеть поверхность в деталях (рис. 8, а). При использовании оптической микроскопии хорошо просматриваются поры; возможно также определить их размер и расположение на поверхности в силу наличия достаточно большого поля зрения (рис. 8, б).

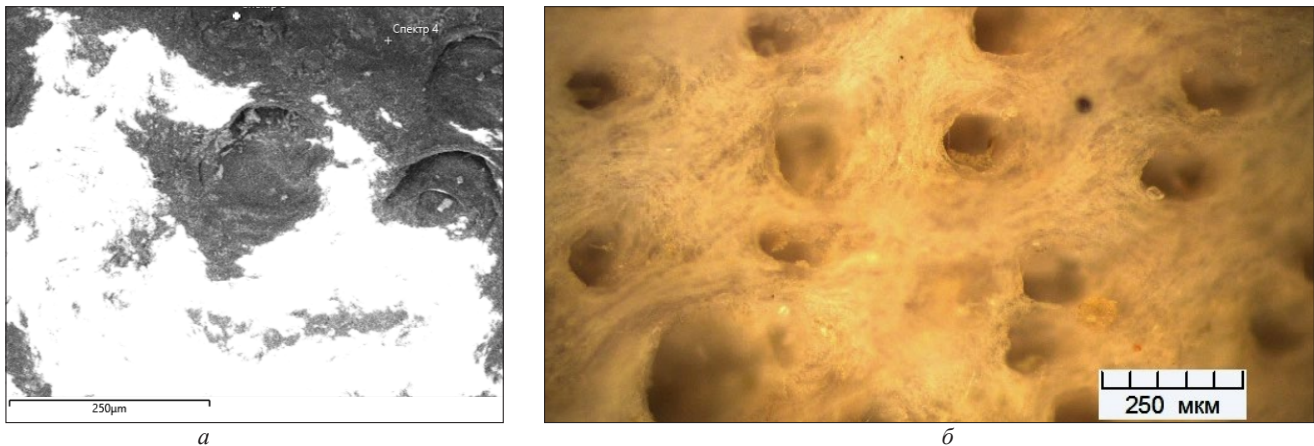


Рис. 8. Поверхность кожи: а – растровое изображение; б – оптическая микроскопия, темнопольное освещение

ЛИТЕРАТУРА

1. **Анисович, А.Г.** Выбор исследовательского оборудования для анализа структуры промышленных сплавов / А.Г. Анисович // *Литье и металлургия*. 2012. № 2. С. 146–151.
2. **Эгертон, Р.Ф.** Физические принципы электронной микроскопии / Р.Ф. Эгертон. М.: Техносфера, 2010. 304 с.
3. **Голдстейн, Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Ф.** Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2-х кн. / Дж. Голдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин, Д. Джой, Ч. Фиори, Ф. Лифшин / Пер. с англ. М.: Мир, 1984. 303 с.
4. **Анисович, А.Г.** Искусство металлографии: использование методов оптического контрастирования / А.Г. Анисович // *Вестці НАН Беларусі. Сер. фіз.-тэхн.навук*. 2016. № 1. С. 36–42.
5. **Анисович, А.Г.** Оптические эффекты при микроскопии металлов и неметаллических материалов / А.Г. Анисович // *Литье и металлургия*. 2017. № 4(89). С. 119–125.
6. **Анисович, А.Г., Румянцева И.Н.** Искусство металлографии: возможности использования темнопольной микроскопии для анализа структуры окрашенных объектов / А.Г. Анисович, И.Н. Румянцева // *Литье и металлургия*. 2015. № 2(79). С. 111–116.
7. **Анисович А.Г., Румянцева И.Н.** Применение металлографического анализа в исследовании объектов биологического происхождения // *Материалы Международного симпозиума «Перспективные материалы и технологии»*. Витебск, 27–29 мая 2015. С. 114–116.
8. **Анисович, А.Г.** Воздействие лазерного излучения на лавсановую ткань, покрытую углеродом /Анисович А.Г. и [др.] // *Полимерные материалы и технологии*. 2020. № 1(6). С. 72–77.

REFERENCES

1. **Anisovich A. G.** Vybor issledovatel'skogo oborudovaniya dlja analiza struktury promyshlennyh splavov [The choice of research equipment for the analysis of the structure of industrial alloys]. *Lit'e i metallurgija = Foundry production and metallurgy*, 2012, no. 2, pp. 146-151.
2. **Jegerton R. F.** *Fizicheskie principy jelektronnoj mikroskopii* [Physical Principles of Electron Microscopy]. Moscow, Tehnosfera Publ., 2010, 304 p.
3. **Gouldstejn Dzh., N'juberi D., Jechlin P., Dzhoy D., Fiori Ch., Lifshin F.** *Rastrovaja jelektronnaja mikroskopija i rentgenovskij mikroanaliz* [Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis]. Moscow, Mir Publ., 1984, 303 p.
4. **Anisovich A.G.** *Iskusstvo metallografii: ispol'zovanie metodov opticheskogo kontrastirovaniya* [The Art of Metallography: Using Optical Contrast Techniques]. *Vesci NAN Belarusi. Ser. fiz.-tjehn.navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus, Physical-Technical Series*, 2016, no.1, pp.36-42.
5. **Anisovich A. G.** *Opticheskie jeffekty pri mikroskopii metallov i nemetallicheskih materialov* [Optical effects in microscopy of metals and non-metallic materials]. *Lit'e i metallurgija = Foundry production and metallurgy*, 2017, no. 4(89), pp. 119-125.
6. **Anisovich A. G., Rumjanceva I. N.** *Iskusstvo metallografii: vozmozhnosti ispol'zovaniya temnopol'noj mikroskopii dlja analiza struktury okrashennyh ob'ektov* [The art of metallography: the possibilities of using dark-field microscopy to analyze the structure of colored objects]. *Lit'e i metallurgija = Foundry production and metallurgy*, 2015, no. 2(79), pp. 111-116.
7. **Anisovich A.G., Rumjanceva I.N.** *Primenenie metallograficheskogo analiza v issledovanii ob'ektov biologicheskogo proishozhdenija* [The use of metallographic analysis in the study of objects of biological origin.] . *Materialy Mezhdunarodnogo simpoziuma «Perspektivnye materialy i tehnologii»*, Vitebsk, 27-29 maja [Materials of the International Symposium «Advanced Materials and Technologies», Vitebsk, May 27-29]. 2015, pp.114-116.
8. **Anisovich A. G.** *Vozdejstvie lazernogo izlucheniya na lavsanovuju tkan', pokrytuju uglerodom* [The effect of laser radiation on the lavsan fabric coated with carbon]. *Polimernye materialy i tehnologii = Polymer materials and technologies*, 2020, no. 1(6), pp. 72-77.