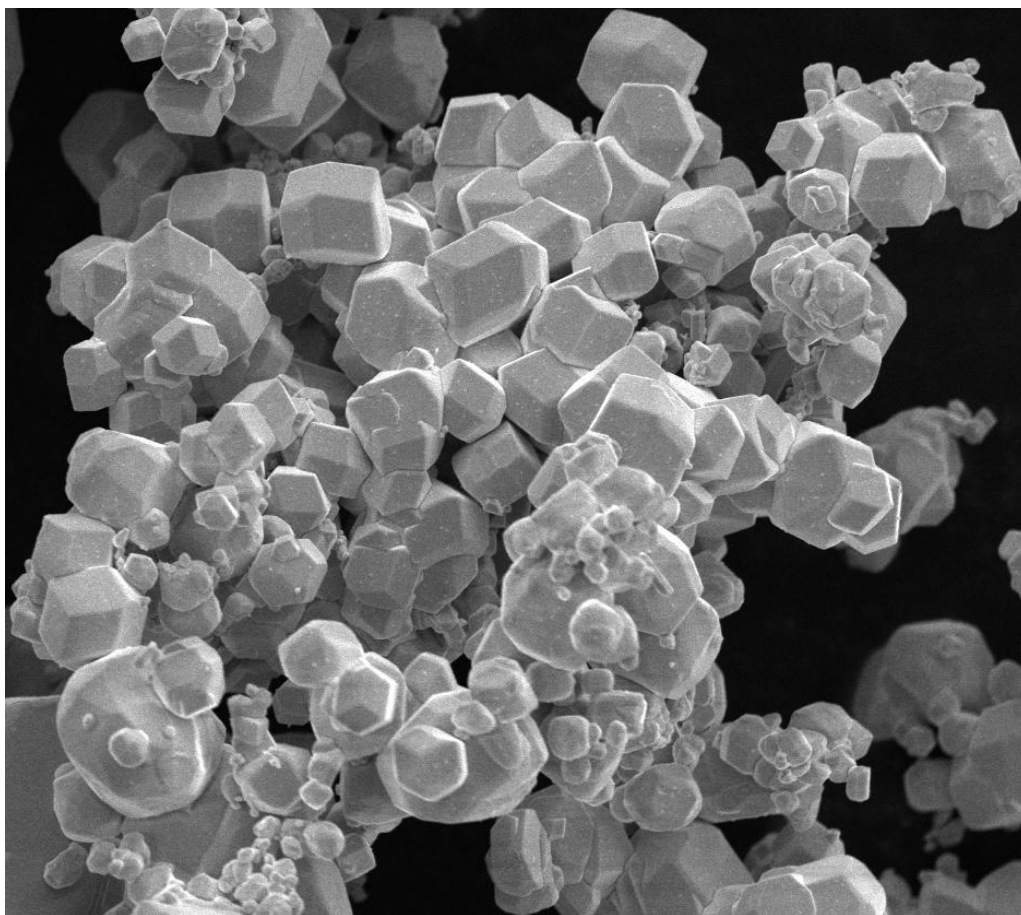


Архіпова Т. Ф., Осадчук А. Ю.

ПРИКЛАДНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО



УДК 669.01+620.186

ББК30.3+22.338

A87

Рекомендовано до друку Вченою радою Вінницького національного технічного університету Міністерства освіти і науки України (протокол № 9 від 26 квітня 2012 р.)

Рецензенти:

В. Ф. Заболотний, доктор педагогічних наук, професор

В. М. Кичак, доктор технічних наук, професор

В. А. Огородніков, доктор технічних наук, професор

І. О. Сивак, доктор технічних наук, професор

Архіпова, Т. Ф.

A87 Прикладне матеріалознавство : навчальний посібник. / Т. Ф. Архіпова, А. Ю. Осадчук. – Вінниця : ВНТУ, 2013. – 60 с.

В навчальному посібнику розглянуті фізичні основи растрової електронної мікроскопії. Описано схеми та принцип роботи сучасних моделей електронних мікроскопів, методи підготовки препаратів та найбільш доступні та популярні методи дослідження структури металів та сплавів. Посібник розроблений відповідно до плану кафедри та програми дисципліни «Прикладне матеріалознавство» і рекомендується для використання магістрами спеціальності 8.050504(03) – «Відновлення та підвищення зносостійкості деталей і конструкцій».

УДК 669.01+620.186

ББК 30.3+22.338

ЗМІСТ

	ВСТУП.....	4
1	ФІЗИЧНІ ОСНОВИ РАСТРОВОЇ ЕЛЕКТРОННОЇ МІКРОСКОПІЇ.....	5
2	СХЕМА РАСТРОВОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПА ПРИЗНАЧЕННЯ ЙОГО ВУЗЛІВ І ЇХНЄ ФУНКЦІОНУВАННЯ.....	10
3	ПІДГОТОВКА ОБ'ЄКТІВ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕНЬ І ОСОБЛИВІ ВИМОГИ ДО НИХ.....	17
4	ТЕХНІЧНІ МОЖЛИВОСТІ РАСТРОВОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПА.....	19
4.1	Технічні можливості растрового електронного мікроскопа.....	19
4.2	Області застосування растрового електронного мікроскопа.....	19
4.3	Практична частина.....	24
5	РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ МІКРОАНАЛІЗ. ФІЗИЧНІ ОСНОВИ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МІКРОАНАЛІЗУ.....	26
5.1	Пристрій і робота рентгеноспектрального мікроаналізатора.....	28
5.2	Підготовка об'єктів для досліджень і особливі вимоги до них.....	29
6	ТЕХНІЧНІ МОЖЛИВОСТІ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МІКРОАНАЛІЗАТОРА.....	31
6.1	Області застосування рентгеноспектрального мікроаналізу.....	33
6.2	Практична частина.....	33
	Контрольні запитання.....	35
	Тестові завдання.....	38
	СЛОВНИК ТЕРМІНІВ.....	43
	ЛІТЕРАТУРА.....	55
	Додаток А. Фундаментальні фізичні константи	56
	Додаток Б. Технічні характеристики електронного мікроскопа РЕМ – 106 И.....	57

ВСТУП

Сучасний стан матеріалознавства і фізики металів значною мірою визначається прогресом в області удосконалення класичних і розробки нових методів дослідження металів і сплавів. Стан матеріалів для цілої низки галузей нової техніки потребує детального дослідження їх структури, яке здійснюється за допомогою різних методів прикладного матеріалознавства: електронна та оптична мікроскопія, рентгено-структурний та рентгеноспектральний аналіз тощо. Використання цих методів дослідження, які взаємно доповнюють один одного, дозволяє отримати детальну інформацію про фазові та структурні зміни в матеріалах.

Основні методи прикладного матеріалознавства це: методи металографічного і рентгеноструктурного аналізу, методи електронної мікроскопії, методи електронно-зондового аналізу, емісійної та абсорбційної спектроскопії. Крім цього особливе значення спеціалісти в області матеріалознавства приділяють питанням вирощування монокристалів та виготовлення сплавів.

Особливе місце займають методи електронної мікроскопії. Растрова та просвітлювальна електронна мікроскопія залишаються основними методами металографічного та фрактографічного аналізу. В навчальному посібнику системно викладено фізичні основи растрової електронної мікроскопії та рентгеноспектрального аналізу, їх технічні можливості та вимоги до підготовки об'єктів для дослідження.

Посібник містить словник термінів, контрольні запитання та тестові завдання. У додатку наведено фундаментальні фізичні константи та технічна характеристика електронного мікроскопа.

1 ФІЗИЧНІ ОСНОВИ РАСТРОВОЇ ЕЛЕКТРОННОЇ МІКРОСКОПІЇ

Принцип дії растрової електронної мікроскопії(РЕМ) оснований на використанні ефектів, що виникають при опроміненні поверхні об'єктів тонко сфокусованим пучком електронів – зондом. Як показано на рис 1.1 у результаті взаємодії електронів 1 із зразком (речовиною) 2 генеруються різні сигнали. Основними з них є потік електронів: відбитих (reflected electrons) 3, вторинних (secondary electrons) 4, Оже-електронів (Ouzhe electrons) 5, поглинених (absorbed electrons) 6, електронів, що пройшли через зразок, 7; а також випромінювань: катодолюмінесцентного (cathode luminescence emission) 8 і рентгенівського (X-ray emission) 9.

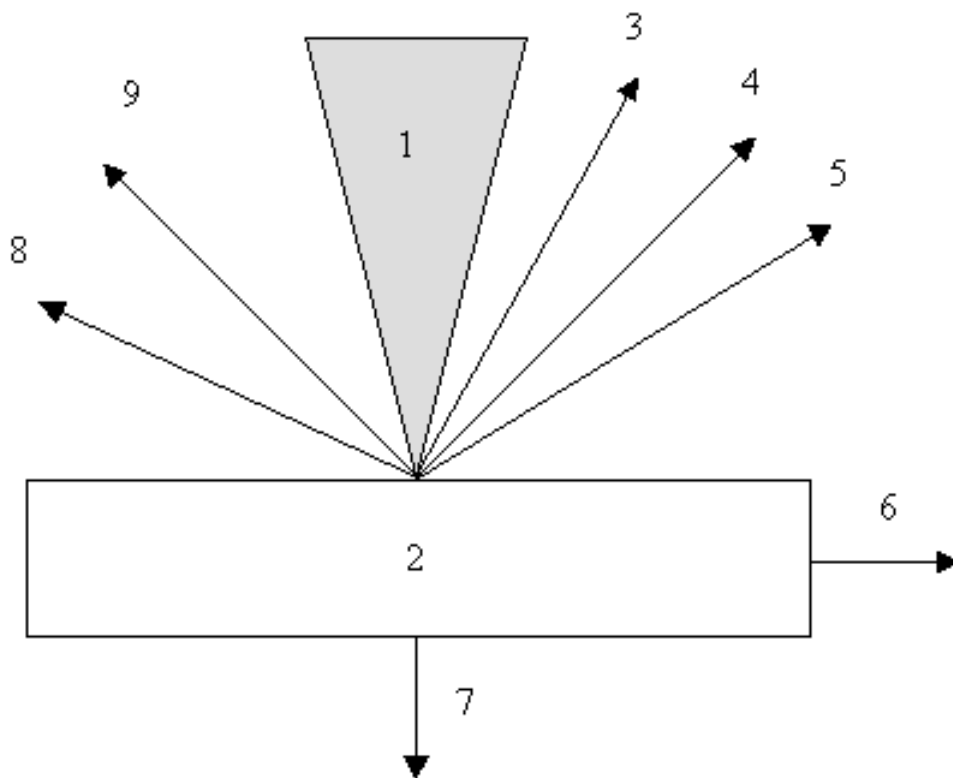


Рисунок 1.1 – Ефекти взаємодії електронного променя з об'єктом:
1 – електронний промінь; 2 – об'єкт; 3 – відбиті електрони; 4 – вторинні електрони; 5 – Оже-електрони; 6 – струм поглинених електронів; 7 – електрони, що пройшли крізь об'єкт; 8 – катодолюмінесцентне випромінювання; 9 – рентгенівське випромінювання

Для отримання зображення поверхні зразка використовуються вторинні, відбиті і поглинені електрони. Інші випромінювання застосовуються в РЕМ як додаткові джерела інформації.

Найважливішою характеристикою будь-якого мікроскопа є його роздільна здатність (resolution). Вона визначається: 1 – площею перерізу чи діаметром зонда, 2 – контрастом, що може створюватися зразком і детекторною системою, 3 – областю генерації сигналу в зразку.

Діаметр зонда в основному залежить від конструктивних особливостей і якості вузлів мікроскопа і насамперед електронної оптики (electron optics). Сучасні PEM мають досить досконалу конструкцію, що дозволило мати діаметр зонда до 5...10 нм.

Вплив контрасту на роздільну здатність проявляється в тому, що формування контрасту в PEM визначається різницею рівнів сигналів, які реєструються від сусідніх ділянок зразка; чим вона більша, тим вище контраст зображення. Контраст залежить від декількох факторів: топографії поверхні, хімічного складу об'єкта, поверхневих локальних магнітних і електричних полів, кристалографічної орієнтації елементів структури. Найважливішими з них є топографічний (topographic contrast), що залежить від нерівностей поверхні зразка, а також композиційний, залежний від хімічного складу. Рівень контрасту визначається також і ефективністю перетворення випромінювання, що потрапляє на детектор (detector) і створює сигнал на його виході. Якщо одержуваний у підсумку контраст недостатній, то його можна підвищити, збільшивши струм зонда. Однак завеликий потік електронів із причин, пов'язаних з особливостями електронної оптики, не може бути добре сфокусованим, тобто діаметр зонда зросте і, відповідно, знизиться роздільна здатність.

Інший фактор, який обмежує роздільну здатність, залежить від розмірів області генерації сигналу в зразку. Схема генерації різних випромінювань при дії електронного пучка на зразок подана на рис. 1.2. При потраплянні первинних електронів у зразок вони розсіюються у всіх напрямках, тому усередині зразка відбувається розширення пучка електронів. Область зразка, у якій первинні електрони гальмуються до енергії $E=0$, має грушоподібну форму. Бічне розширення електронного пучка в зразку в цьому випадку має величину від 1 до 2 мкм, навіть коли зонд має діаметр 10 нм. Це розбігання електронів приводить до того, що площа виходу електронів на поверхню зразка буде більша фокуса електронного пучка. У зв'язку з цим процеси розсіювання електронів усередині зразка дуже впливають на роздільну здатність зображень, отриманих у відбитих, вторинних і поглинених електронах.

Відбиті електрони. Вони утворюються при розсіюванні первинних електронів на великі (до 90°) кути в результаті одноразового пружного чи багаторазового розсіювання на малі кути. В остаточному підсумку первинні електрони, зазнавши ряду взаємодій з атомами зразка і втрачаючи при цьому енергію, змінюють траєкторію свого руху і залишають поверхню зразка. Розміри області генерації відбитих електронів (рис. 1.2) значні і залежать від довжини вільного пробігу електронів у матеріалі зразка. Ця довжина зростає зі збільшенням напруги прискорення, що діє на первинні електрони, та зменшенням середнього атомного номера Z елементів, що входять до складу зразка. Розміри області генерації можуть змінюватися від 0,1 до 1 мкм. Електрони, що втратили в процесі відбивання частину енергії, залишають зразок на відносно великих відстанях від місця, куди потрапляє електронний зонд. Відповідно переріз, з якого одержують сигнал (рис. 1.2), буде істотно більший поперечного перерізу зонда. Тому роздільна здатність РЕМ у режимі реєстрації відбитих електронів невелика і змінюється від десятків нанометрів при роботі з невисокими напругами прискорення та важкими матеріалами до сотень нанометрів при роботі з великими прискорювальними напругами та легкими матеріалами. Важливою особливістю емісії відбитих електронів є її залежність від атомного номера елементів. Якщо атомний номер атомів матеріалу у точці падіння первинного пучка електронів малий (легкі атоми), то кількість відбитих електронів менша, а запас їх енергії невеликий. В областях зразка, що містять високу концентрацію атомів з великим атомним номером (важкі атоми), від цих атомів відбивається більше число електронів на меншій глибині у зразку, тому втрати енергії при їхньому русі до поверхні менші. Ці закономірності використовуються при отриманні зображень у відбитих електронах.

Вторинні електрони. Первинні електрони, що проникають у зразок, взаємодіють з електронами зовнішніх оболонок атомів об'єкта, передаючи їм частину своєї енергії. Відбувається іонізація атомів зразка, а електрони, що вивільняються в цьому випадку, можуть залишити зразок і проявитися як вторинні електрони. Вони характеризуються дуже малою енергією до 50 еВ і тому виходять з ділянок зразка дуже близьких до поверхні (рис. 1.2). Глибина шару, що дає вторинні електрони, складає 1...10 нм. У межах цього шару розсіювання електронів дуже мале, і тому при одержанні зображень у вторинних електронах роздільна здатність

визначається насамперед діаметром первинного зонда. Вторинні електрони забезпечують максимальну в порівнянні з іншими сигналами роздільну здатність, порядку 5...10 нм.

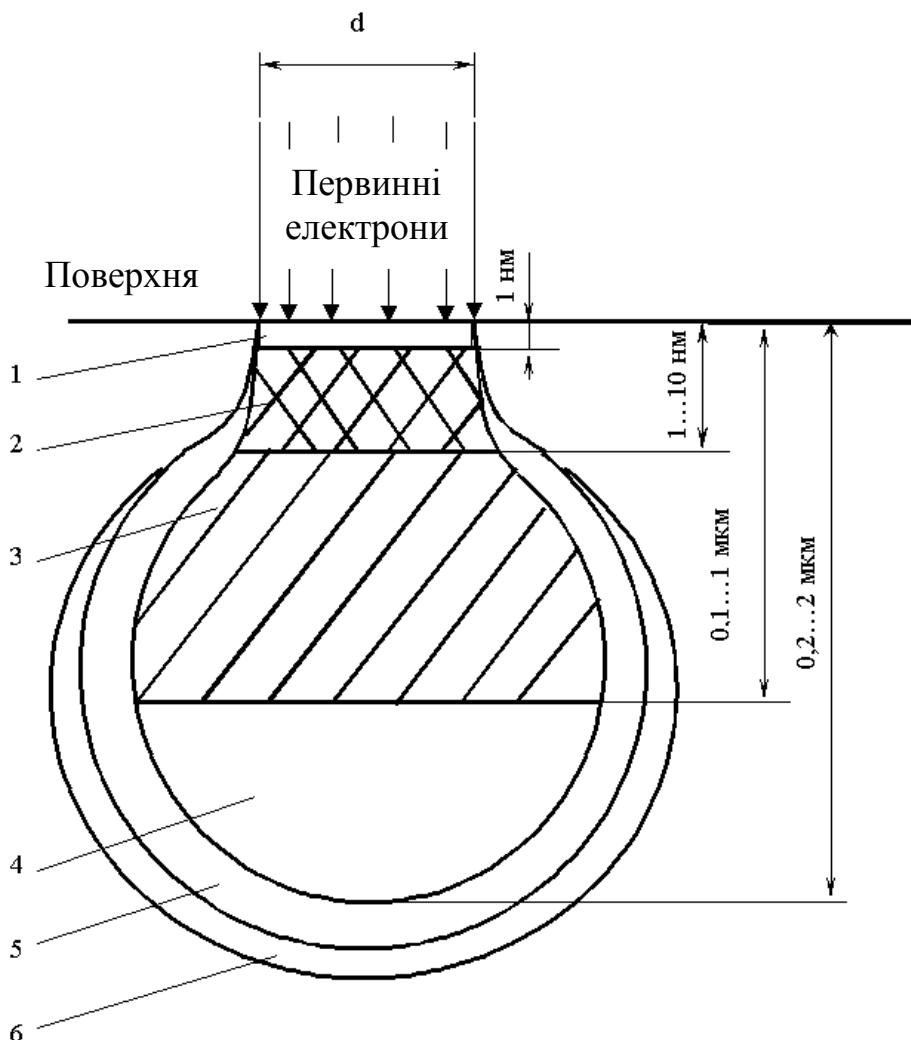


Рисунок 1.2 – Области сигналів і просторова роздільна здатність під час опромінення поверхні об'єкта потоком електронів (зонд). Области генерації: 1 – Оже-електронів, 2 – вторинних електронів, 3 – відбитих електронів, 4 – характерного рентгенівського випромінювання, 5 – гальмівного рентгенівського випромінювання, 6 – флуоресценції

Тому вони є в РЕМ головним джерелом інформації для отримання зображення поверхні об'єкта, і саме для цього випадку приводяться паспортні характеристики приладу. Кількість вторинних електронів, що утворюються, слабо залежить від атомного номера елемента. Основним параметром, що визначає вихід вторинних електронів, є кут падіння пучка

первинних електронів на поверхню об'єкта. Таким чином, варіації нахилу мікроділянок поверхні відносно осі електронного зонда викликають різко виражені зміни у виході вторинних електронів. Цей ефект використовується для одержання інформації про топографію поверхні. З метою збільшення емісії вторинних електронів часто зразок установлюється під кутом до осі зонда. При цьому буде погіршуватися різкість зображення – воно буде розмите по краях. Для виправлення цього положення в РЕМ передбачена система компенсації кута нахилу. Метод нахилу зразка застосовують при дослідженні плоских об'єктів (металографічних шліфів і ін.). Для зразків із сильно розвинутим рельєфом повністю провести корекцію кута нахилу не вдається.

Поглинені електрони. При дії зонда частина генерованих електронів залишається в межах зразка (див. рис. 1.2). Так, при енергіях первинного пучка 10...20 кеВ приблизно 50% від загального числа утворених вторинних і відбитих електронів досягають поверхні зразка і залишають її. Електрони, що залишилися, утворять струм поглинених електронів (див. рис. 1.1). Його величина дорівнює різниці між струмом зонда і струмами відбитих і вторинних електронів. Ця різниця є сигналом для одержання зображення, на яке впливають як топографічний, так і композиційний ефекти.

Поглинені електрони генеруються у великому обсязі (див. рис. 1.2). Роздільна здатність при одержанні зображень у цьому випадку має такий же порядок, як і для відбитих електронів. Даний метод одержання зображень використовується рідко через малу роздільну здатність.

2 СХЕМА РАСТРОВОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПА ПРИЗНАЧЕННЯ ЙОГО ВУЗЛІВ І ЇХНЄ ФУНКЦІОНУВАННЯ

Схема растрового електронного мікроскопа (scanning electron microscope) наведена на рис. 2.1. Він складається з таких основних вузлів: електронної гармати (electron gun) 1...3, що емітує електрони; електронно-оптичної системи (electron-optical system) 4...10, що формує електронний зонд і забезпечує його сканування на поверхні зразка 12; системи, що формує зображення, 11...17. РЕМ має вакуумну камеру, що служить для створення необхідного розрідження ($\sim 10^{-3}$ Па) у робочому об'ємі електронної гармати і електронно-оптичної системи. Складовими частинами мікроскопа є механічні вузли (шлюзи, гоніометричний стіл і т. д.), що забезпечують установку та переміщення зразка.

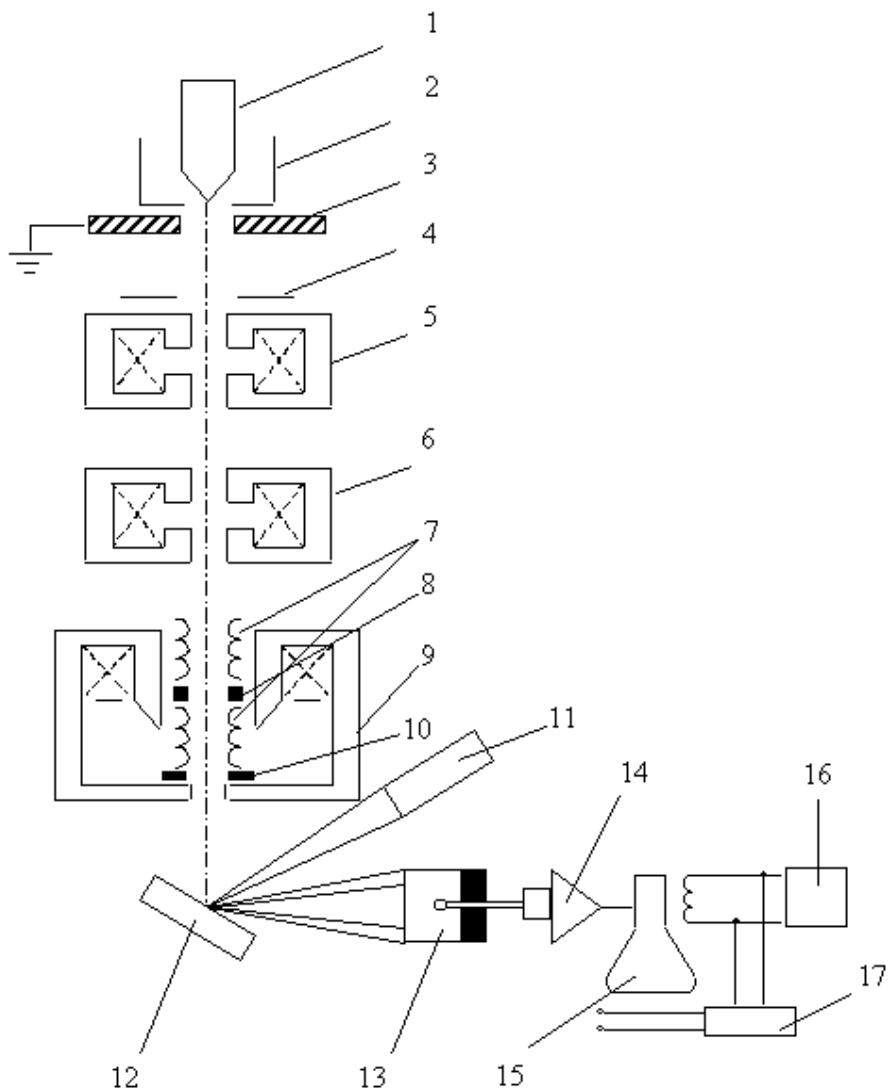


Рисунок 2.1 – Принципова схема растрового електронного мікроскопа

Електронна гармата складається з катода 1, циліндра Венельта 2 і анода 3. Звичайно як катод використовується вольфрамовий V-подібний дріт, зігнутий під кутом, як це показано на рис. 2.1. При нагріванні катода прямим пропусканням струму відбувається термоелектронна емісія (thermo-electron emission). Електрони прискорюються напругою, прикладеною між катодом і анодом, яку можна змінювати від 1 до 50 кВ. Циліндр Венельта має високий негативний потенціал і служить для регулювання потоку електронів. Пучок електронів від гармати проходить через три електромагнітні лінзи 5, 6, 9. Фокусування потоку електронів здійснюється магнітним полем з осьовою симетрією. Воно створюється електромагнітною лінзою, що являє собою соленоїд. Магнітне поле виникає при пропусканні електричного струму через обмотку соленоїда, концентрується за допомогою так званого полюсного наконечника і діє на потік електронів, що проходить через нього. Фокусну відстань лінзи можна плавно регулювати, змінюючи силу струму в обмотці соленоїда. У системі наявні дві діафрагми 4, 10, що обмежують розходження пучка електронів.

Притаманні електронній оптиці дефекти, як вже вказувалося раніше, впливають на роздільну здатність мікроскопа. До цих дефектів відносяться хроматична і сферична аберації (electron-optical aberration) та астигматизм (astigmatism).

Хроматична аберація (chromatic aberrations) виникає через різну швидкість (тобто довжини хвилі) електронів і зміни її в часі, що призводить до зміни фокусних відстаней лінз. Хроматичну аберацію зменшують шляхом стабілізації напруги, що прискорює електрони, і електричного струму в лінзах.

Сферична аберація (geometric aberrations) виникає внаслідок того, що електрони проходять на різних кутових відстанях від оптичної осі лінзи і тому по-різному фокусуються. Сферичну аберацію зменшують накладенням строгих обмежень на геометрію полюсних наконечників лінз, збільшенням прискорювальної напруги і зменшенням діафрагми. У цьому випадку потік формується електронами, меншою мірою відхиленими від оптичної осі лінзи.

Виникнення астигматизму пов'язане з порушенням магнітної чи геометричної симетрії лінзи. Усунення асиметрії досягається забезпеченням високої геометричної точності виготовлення полюсного наконечника лінзи і введенням спеціальної системи, названої

стигматором 8, що коректує магнітне поле лінзи, відновлюючи його симетрію.

Стигматор розташований в об'єктивній лінзі 9. Усередині неї також знаходяться дві пари електромагнітних відхильних котушок 7, кожна з яких служить для відхилення зонда відповідно в x і y напрямках у площині, перпендикулярній до осі потоку електронів. Котушки з'єднані з генератором 16, що забезпечує синхронність пересування електронного зонда за зразком і електронним променем на екрані електронно-променевої трубки (electron beam tube) 15.

Зразок 12 кріпиться на предметному столику, що може переміщатися в трьох взаємно перпендикулярних напрямках, допускає нахил зразка до 90° до електронно-оптичної осі й обертання навколо осі від 0 до 360° . Електронний пучок (electron beam), сфокусований на поверхні зразка, викликає появу відбитих, вторинних і поглинених електронів, що використовуються для отримання зображення поверхні зразка. Ці сигнали уловлюються спеціальними детекторами. На схемі РЕМ (рис. 2.1) представлений тільки один з можливого набору тип детектора, використовуваний для реєстрації вторинних електронів 13. У детекторі потік електронів перетвориться в електричний сигнал (струм). Після проходження струму через підсилювач 14 модулюється яскравість екрана.

Як детектор вторинних електронів використовується детектор Еверхарта-Торнлі. Схема детектора подана на рис. 2.2. Колектор 1 має позитивний потенціал, приблизно $+250$ В, завдяки чому траєкторії вторинних електронів викривляються і вони попадають у колектор. На високо-енергетичні первинні і відбиті електрони цей потенціал істотного впливу не має.

Усередині колектора електрони прискорюються. Для цього на сцинтилятор 3 подається висока напруга порядку 12 кВ. Його вплив на електронний зонд екранується корпусом колектора. Унаслідок прискорення вторинні електрони одержують достатню енергію, щоб викликати світлове випромінювання матеріалу сцинтилятора, що по світловоду 2 попадає на фотопомножувач 4, де перетвориться в електричний сигнал. Потужність цього сигналу і, отже, яскравість відповідної точки на екрані при використанні вторинних електронів визначається топографічним контрастом. Характерна риса топографічного контрасту в РЕМ – підвищена яскравість зображення гострих вершин і

виступів рельєфу поверхні зразка, викликається збільшенням виходу електронів з цих ділянок.

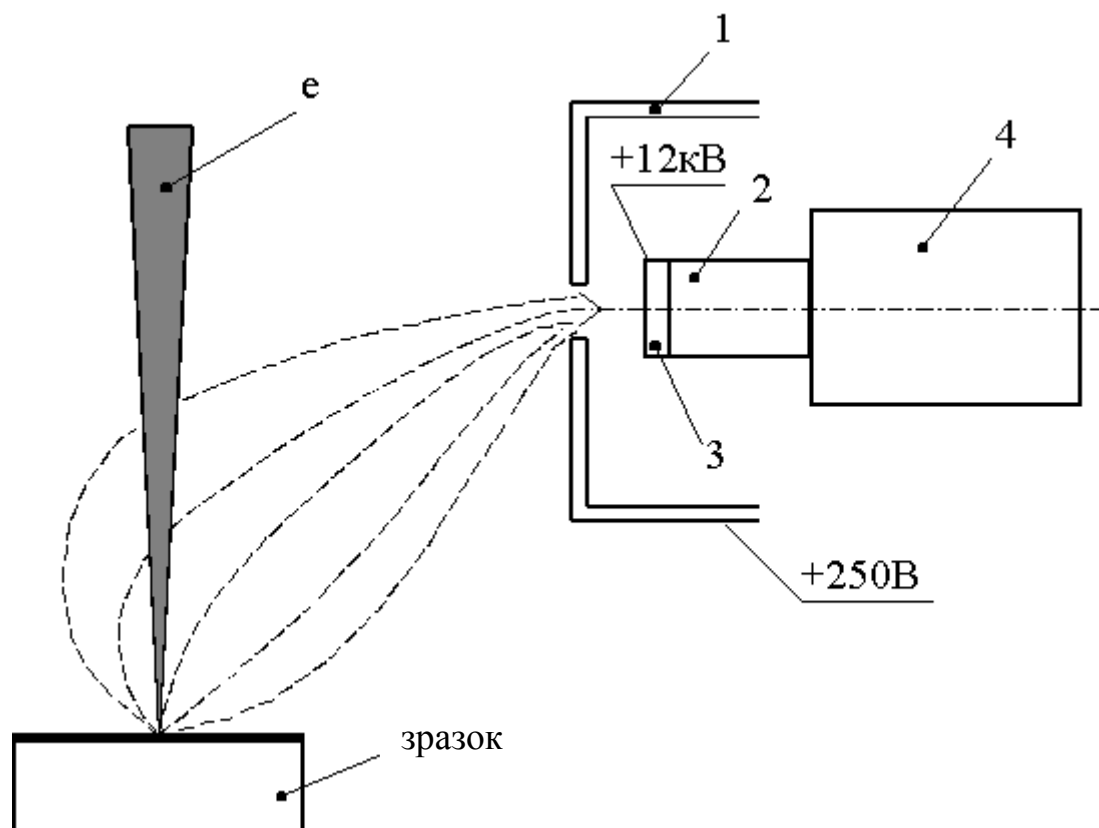


Рисунок 2.2 – Схема детектора емітованих електронів Еверхарта-Торнлі:
1 – колектор, 2 – світловод, 3 – сцинтилятор, 4 – фотопомножувач

Велика роздільна здатність РЕМ при роботі в режимі реєстрації вторинних електронів служить причиною того, що саме він використовується при вивченні топографії поверхні (поверхня злому, протравленого шліфа й ін.). При формуванні зображення в режимі детектування вторинних електронів можлива поява композиційного контрасту. Однак він відносно невеликий.

Для реєстрації відбитих електронів можуть використовуватися різні типи детекторів, у тому числі і детектор Еверхарта-Торнлі, але з деякою зміною. Це викликано тим, що відбиті електрони мають високу енергію, рухаються прямолінійно, не відхиляючись електричним полем на відміну від вторинних електронів. Тому немає необхідності використовувати в детекторі високі напруги і, отже, колектор. Ефективність збору відбитих

електронів залежить від кута нахилу детектора до поверхні генерації електронів і відстані між ними.

Одержання зображення у відбитих електронах викликане тим, що емісія цих електронів залежить від порядкового номера хімічного елемента. Тому, наприклад, на плоскій поверхні зразка ділянка матеріалу з більш високим середнім порядковим номером атомів відбиває більшу кількість електронів. Вона виглядає на екрані більш світлою щодо інших ділянок зразка. Отриманий контраст називають композиційним.

Зображення у відбитих електронах дозволяє визначити кількість фаз у матеріалі, спостерігати мікроструктуру матеріалу без попереднього травлення шліфа й ін. Виявлення структури матеріалу стає можливим, оскільки хімічний склад зерен у багатокомпонентних системах відрізняється від хімічного складу їхніх границь.

У тому випадку, коли поверхня зразка має яскраво виражені нерівності, то додатково до композиційного виникає топографічний контраст. Для поділу композиційного і топографічного контрастів застосовують два детектори відбитих електронів Еверхарта-Торнлі.

На рис. 2.3 наведений приклад поділу контрастів. У випадку додавання сигналів детекторів Д1 і Д2 підсилюється композиційний і усувається топографічний контраст. При вирахуванні сигналів анулюється композиційний і підсилюється топографічний контраст.

При одержанні зображення в поглинених електронах сигналом служить струм поглинених електронів, що дорівнює струму первинних електронів за винятком струму відбитих і вторинних електронів. У підсумку він залежить від кількості емітованих відбитих і вторинних електронів. Відповідно в сигналі присутні як композиційна, так і топографічна складова, причому вони не розділяються.

При скануванні зонда по поверхні зразка, що має хімічну неоднорідність і сильно виражений рельєф, інтенсивність сигналу буде мінятися. Для уловлювання сигналу не потрібний спеціальний детектор. Його роль виконує зразок, у якому утворюються поглинені електрони. Потік поглинених електронів тільки підсилюється, а потім передається в блок зображення. Метод широко використовувався в ранніх конструкціях скануючих мікроскопів.

Сигнали, перетворені детектором в електричний струм, після посилення служать для модулювання яскравості точок на екрані. Формування зображення поверхні об'єкта на екрані буде відбуватися в

такий спосіб. За допомогою відхильних котушок, 7 (див. рис. 2.1) здійснюється сканування тонко сфальцьованого зонда по поверхні зразка. Воно проходить по лінії.

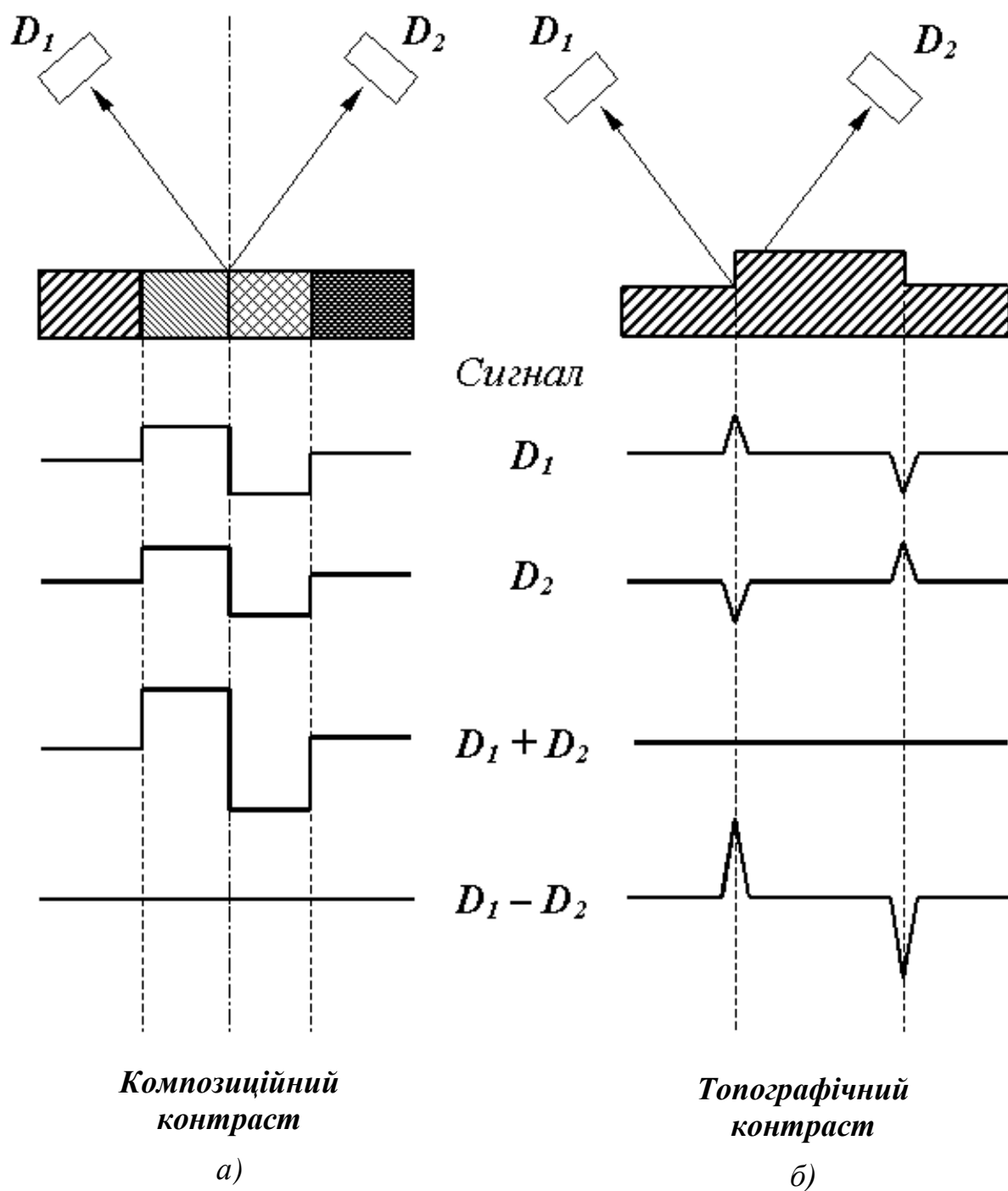


Рисунок 2.3 – Використання парного детектора (D_1 , D_2) для поділу композиційного (а) і топографічного (б) контрастів

Сукупність рівнобіжних ліній (растр) дає уявлення про площу об'єкта. Генератор розгорнення 16, з'єднаний з відхильними котушками і монітором, забезпечує синхронність пересування електронного зонда за зразком і електронним променем по екрану. Завдяки цьому, кожна точка на зразку відповідає певній точці на екрані. У свою чергу, яскравість точки на екрані визначається інтенсивністю сигналу, що надходить від відповідної точки зразка.

Сукупність сигналів різної інтенсивності створює контраст яскравості (зображення) на екрані трубки. Збільшення РЕМ визначається співвідношенням амплітуд розгорнення променів по екрану (L) і зонда по поверхні зразка (l) і дорівнює L/l . Оскільки максимальна довжина розгорнення L на екрані фіксована, то підвищення збільшення мікроскопа досягається шляхом зменшення l . Зміна амплітуди коливання зонда задається за допомогою блока керування, збільшенням 17, шляхом зміни струму в відхильних котушках. Звичайно робочий діапазон зміни збільшень, що забезпечує високу чіткість зображення поверхні, складає 10...50000. Збільшення, що перевищує максимальне корисне збільшення мікроскопа, звичайно використовується тільки для його фокусування.

3 ПІДГОТОВКА ОБ'ЄКТІВ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕНЬ І ОСОБЛИВІ ВИМОГИ ДО НИХ

Суттєвою перевагою растрової електронної мікроскопії є те, що більшість зразків можуть досліджуватися фактично без попередньої підготовки. Товщина зразків, на відміну від просвітлювального електронного мікроскопа (transmission electron microscope), не має значення. Тому на РЕМ можна досліджувати масивні зразки, розміри яких обмежені тільки тим, щоб вони розмістилися на предметному столику. Розміри зразків для РЕМ зазвичай визначаються габаритами камери мікроскопа. Для отримання картини топографічного контрасту на металевих та керамічних зразках обов'язкова необхідна підготовка полягає в ретельному знежирюванні його для попередження забруднення вуглеводами. Деякі спеціальні методики очищення поверхонь описано в [3].

На РЕМ можуть досліджуватися як шліфи (micro section metallographic specimen), так і поверхні об'єктів без попередньої підготовки. Виготовлення шліфів до дослідження в РЕМ у загальному здійснюється так само як і для дослідження за допомогою оптичного мікроскопа (optical microscope). Однак є і деякі особливості. Велика глибина різкості зображення в РЕМ дозволяє одержувати додаткову інформацію, проводячи глибоке травлення шліфів. У той же час при одержанні зображень у відбитих електронах шліфи травленню не піддаються. Зразки повинні бути електропровідними. Для забезпечення їх гарного електричного контакту з предметним столиком і для фіксації зразків при нахилі столу використовують спеціальні струмопровідні клеї. При дослідженні матеріалів, які не проводять струм – діелектриків – на їхню поверхню наноситься напилюванням тонка електропровідна плівка – золото, графіт і т. д. При роботі з органічними матеріалами потрібно враховувати, що при тривалому контакті зонда зі зразком можливе його термічне руйнування.

Перед іспитом зразки повинні бути ретельно очищені, щоб не утворювалися газоподібні продукти, що ускладнюють отримання необхідного вакууму (vacuum) при відкачуванні мікроскопа і забруднюють його колону. Рекомендується проводити очищення зразків у різних розчинниках з використанням ультразвуку. При проведенні топографічних досліджень не можна допускати окислювання поверхонь злому (fatigue).

В деяких випадках, проте, підготовка зразків для дослідження стає предметом особливої уваги. Недостатній контраст, наприклад, внаслідок каналювання електронів (electron channeling), часто неможливо виявити при дії сильного, наприклад топографічного контрасту. Таким чином, якщо бажано спостерігати картину каналювання електронів та інших механізмів слабкого контрасту, необхідно усунути топографію на поверхні. На металевих зразках-шліфах можна отримати дзеркальну поверхню шляхом хімічного або електрохімічного полірування. Для металів та сплавів опубліковано велику кількість робіт з описом методів полірування [8]. Металографічне механічне полірування також сприяє видаленню нерівностей поверхні і забезпечує високоякісну дзеркальну поверхню, проте в результаті механічного полірування на поверхні більшості металевих та керамічних зразків утворюється спотворений шар товщиною близько 100 нм, що містить велику кількість дефектів. Наявність такого спотвореного шару призводить до втрати контрасту за рахунок каналювання електронів, а в магнітних матеріалах залишкові напруження в шарі призводять до утворення поверхневих магнітних доменів (magnetic domain), які є характерними для такого напруженого стану. Якщо домени є цікавими для дослідження, поява яких є характерною для такого шару залишкових напружень, то слід уникати появи такого напруженого шару. Зазвичай оптимальний результат отримують сполучанням механічного полірування для отримання плоскої поверхні з наступним електрохімічним або хімічним поліруванням для видалення спотвореного шару. Застосування лише електрополірування може іноді давати поліровану, проте хвилясту поверхню. Взагалі проблема підготовки об'єктів для дослідження залишається мистецтвом, де кожний матеріал являє собою для досліджувача кожен раз нову задачу.

Якщо електронним променем бомбардувати струмонепровідні матеріали, наприклад, силікати, оксиди або неметалеві включення в металевому об'єкті, поглинені електрони збираються на поверхні внаслідок відсутності стоку заряду в землю. Накопичення електронів призводить до створення області просторового заряду. Проблема просторового заряду та методи його усунення детально розглянуті в [3].

4 ТЕХНІЧНІ МОЖЛИВОСТІ ТА ОБЛАСТІ ЗАСТОСУВАННЯ РАСТРОВОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПА

4.1 Технічні можливості електронного мікроскопа

Електронний мікроскоп дозволяє:

- 1) безпосередньо досліджувати великі площі поверхонь на масивних зразках і навіть деталях у широкому діапазоні збільшень від 10 до 50000 і вище з досить високою роздільною здатністю. При цьому не потрібно як для просвітлювального електронного мікроскопа (ПЕМ) виконання складних і тривалих операцій по виготовленню спеціальних об'єктів – реплік, прозорих для електронного променя. Виключається можливість похибок внаслідок деформації реплік при знятті їх з об'єкта і під дією електронного променя;
- 2) на РЕМ можна досліджувати загальний характер структури всієї поверхні об'єкта при малих збільшеннях і детально вивчити будь-яку ділянку при великих збільшеннях, що може зацікавити дослідника. При цьому відпадає необхідність у розробці спеціальних цільових методів. Перехід від малих збільшень до великих на РЕМ здійснюється швидко і просто. Можливість швидкої зміни збільшення в процесі роботи мікроскопа від 10 до 50000 дозволяє легко встановлювати корисне збільшення. Воно визначається як

$$M_{\text{пол}} = 200 \text{ мкм/d,}$$

де d – діаметр відповідного елемента зображення в мкм.

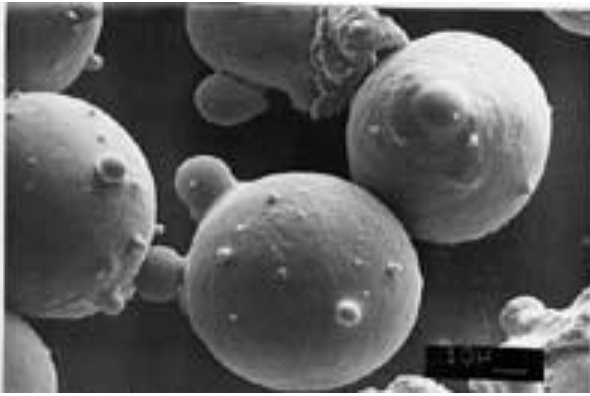
Потрібно також мати на увазі, що зображення буде точно сфокусовано, коли область зондування пучком на зразку менша, ніж розмір елемента зображення;

- 3) РЕМ має велику глибину фокуса, що дозволяє спостерігати об'ємне зображення структури з можливістю її кількісного оцінювання. Створюються умови прямого вивчення структури поверхонь із сильно розвинутим рельєфом, наприклад, зломів;
- 4) РЕМ звичайно комплектується мікроаналізаторами хімічного складу, що дозволяє одержувати більш повну інформацію про поверхню виробу.

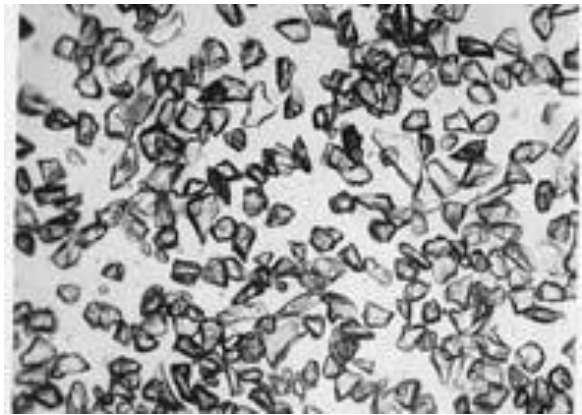
4.2 Області застосування растрового електронного мікроскопа

РЕМ забезпечує широкі можливості для вивчення структури матеріалів:

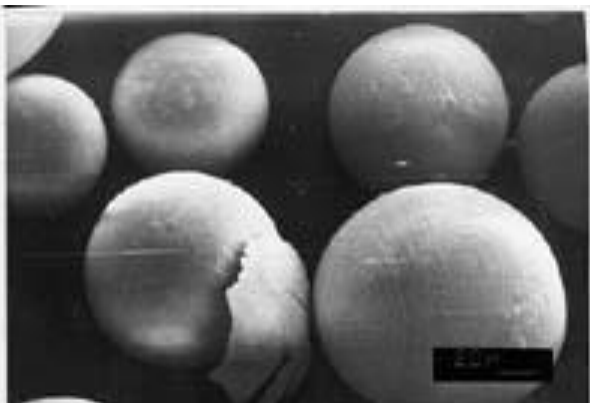
- 1) висока роздільна здатність РЕМ робить доцільним його використання для металографічного дослідження дисперсних елементів структури: частинок другої фази, ямок травлення, пор, а також початкових осередків руйнування металу при корозії, ерозії, зносі й інших видах зовнішнього впливу. Сучасні РЕМ комплектуються програмним забезпеченням, що дозволяє проводити автоматизовану обробку зображень, що включає оцінку дисперсності середнього розміру, довжини границь, форми й інших параметрів структури матеріалів. Варіювання збільшень у широкому діапазоні і великій глибині різкості, що досягається в мікроскопі, значно спрощують дослідження поверхонь тонких об'єктів – торців поверхні тонкого листа, мікронного дроту та ін.;
- 2) на РЕМ успішно вивчають порошки, у яких важливо оцінити морфологію частинок, їхню дисперсію й інші параметри, що потребують одержання об'ємної інформації. Велика глибина фокуса РЕМ дозволяє чітко й одночасно спостерігати частинки порошку, що сильно відрізняються за розмірами, наприклад, з радіусом частинок 0.05 мкм і 1 мм. Значна кількість півтонів на зображеннях, одержуваних у РЕМ, створює враження об'ємності і часто дозволяє правильно уявити собі просторову конфігурацію елементів структури досліджуваного об'єкта. Для більш складних випадків можна використовувати метод стереопар, що забезпечує об'ємне зображення. Як приклад наведені фотографії порошків, що відрізняються хімічним складом і технологією одержання (рис. 4.1). На відміну від інших видів мікроскопів РЕМ дозволяє спостерігати високопористу структуру порошкових матеріалів на різних технологічних стадіях отримання (рис. 4.2);
- 3) ефект композиційного контрасту дозволяє на РЕМ спостерігати і упорядковувати за середнім атомним номером наявні в зразку фази. Метод не потребує попереднього травлення шліфа, що дозволяє одночасно здійснювати локальний мікрорентгеноспектральний аналіз хімічного складу зразка. В наш час практично всі РЕМ мають приставки-мікроаналізатори. Використовуючи композиційний контраст виявляють фази, границі зерен і, досліджуючи їх за допомогою мікроаналізатора, установлюють характер розподілу елементів по перерізу зерна, хімічний склад різних включень. Комп'ютерна система РЕМ з використанням банка даних дозволяє за хімічним складом ідентифікувати фази.



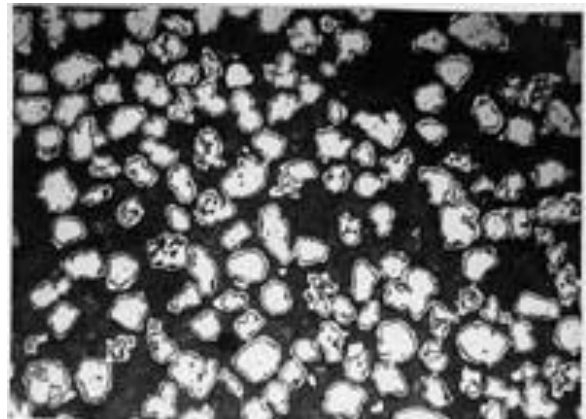
Сплав $Ni-Co-Cr-Al-Y$ – розпилення в інертному середовищі, $\times 1000$



Al_2O_3 – механічне подрібнення, $\times 150$



Al_2O_3 – спалювання розчину, $\times 500$



WC плакований нікелем, $\times 200$



$Cr-Ni$ гідридний метод, $\times 1000$



Дендрит Zn , отриманий електрохімічним осадженням, $\times 500$

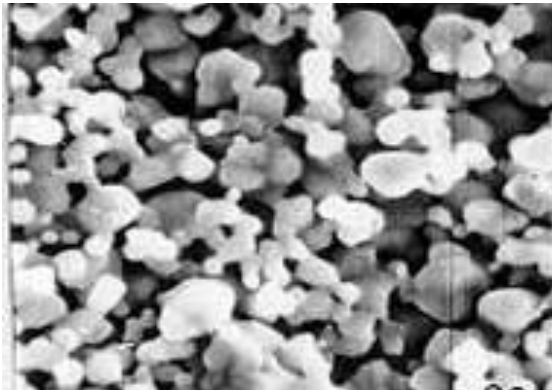
Рисунок 4.1 – Мікрофотографії порошків

- 4) для проведення фрактографічних досліджень найбільш доцільно у порівнянні з іншими мікроскопами використовувати РЕМ. Фрактографічні дослідження будови злому дають інформацію, яка використовується для вивчення механізму руйнування матеріалів і виявлення причин руйнування деталей і конструкцій в процесі експлуатації, а також для визначення порогу холодноламкості

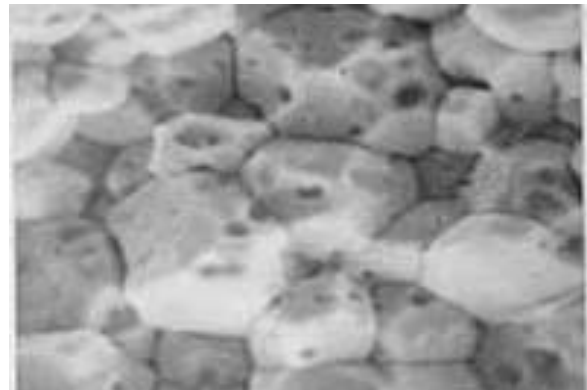
матеріалів, пов'язаного з переходом від в'язкого до крихкого руйнування й ін. РЕМ має автоматичний аналізатор зображень. ЕОМ у системі РЕМ дозволяє кількісно аналізувати зображення зломів методами математичної статистики, кореляційного аналізу й ін. Як приклад наведені різні зломи (рис. 4.3);

- 5) на РЕМ можливе одержання картин каналювання електронів, що дають унікальну інформацію про структуру матеріалів. В основі цього методу лежить ефект каналювання, котрий полягає в тому, що, коли первинні електрони у досліджуваному об'єкті рухаються „у каналі” між рядами атомів, то імовірність їхньої взаємодії з атомами мала і вони проникають на велику глибину. У цьому випадку вихід вторинних електронів знижується і на екрані виникає темна лінія. Змінюючи кут нахилу зонду до поверхні зразка, отримують картину каналювання електронів, що виглядає як сітка темних ліній, які перетинають світле поле в різних напрямках. Порівнюючи отриману картину з атласом карт, розрахованих на ЕОМ, визначають кристалографічну орієнтацію зерен і параметри кристалічних ґрат. За картинами каналювання виявляють також дислокації, блокову структуру і ступінь її розорієнтації. Оскільки кожне зерно має певну картину каналювання, виникає контраст зображень окремих зерен, що використовується для виявлення різних дисперсних фаз;
- б) у РЕМ передбачається установа різних приставок для одержання додаткової інформації про матеріали. Функціонування деяких з них ґрунтується на використанні ефектів, поданих на рис. 1.2. Характеристичне рентгенівське випромінювання служить для оцінювання хімічного складу матеріалу, у тому числі його локальних областей. Катодолюмінесценція дозволяє визначати включення і фазовий склад неметалічних і напівпровідникових матеріалів. Аналіз потоку електронів, що пройшли через зразок, дає уявлення про структуру фольги. Подібно до ПЕМ, РЕМ дозволяє реєструвати магнітні полюси і виявляти доменну структуру. Великі камери для зразків у РЕМ дають можливість монтувати в них пристосування для проведення різних випробовувань. Велика глибина фокуса РЕМ дозволяє досліджувати кінетику процесів у зразку під дією механічних навантажень, магнітного й електричного полів, хімічних реактивів,

нагрівання й охолодження. В наш час для РЕМ може бути використано до 60 приставок різного функціонального призначення.



Початкова стадія спікання, $\times 5000$

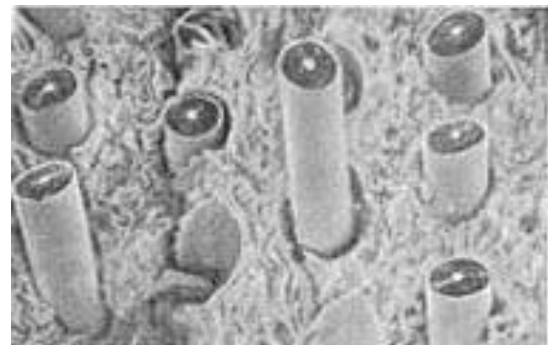


Кінцева стадія спікання, $\times 5000$

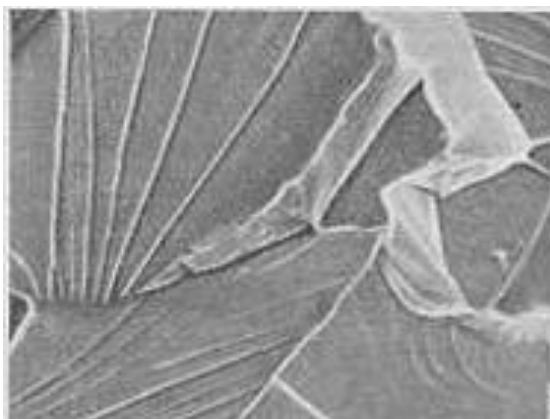
Рисунок 4.2 – Порошкові заготовки Mn-Zn фериту на різних стадіях спікання



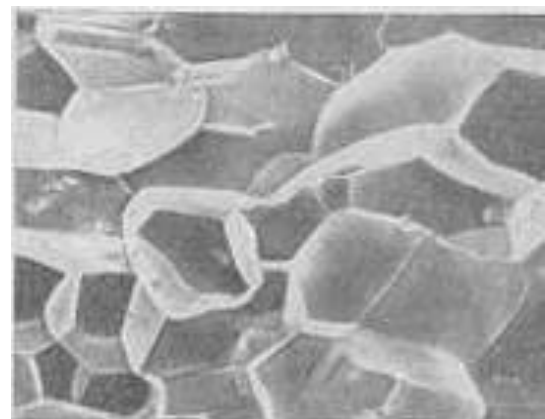
В'язкий втомний злом, $\times 1000$



Злом композитного матеріалу, $\times 1500$



Крихкий внутрішньозерновий злом, $\times 500$



Крихкий міжзерновий злом, $\times 1000$

Рисунок 4.3 – Зображення різних типів зломів металу

4.3 Практична частина

З метою освоєння і закріплення матеріалу за темою 1 «Основи растрової електронної мікроскопії» навчальний посібник передбачає проведення лабораторного заняття. Воно включає такі завдання.

1. Творчо опрацювати матеріал розділів 1-4 навчального посібника і скласти короткий конспект, що відображає такі питання: назву роботи; принцип функціонування РЕМ; його улаштування і призначення вузлів; технічні можливості апаратури; області застосування; підготовку об'єктів для дослідження й особливі вимоги до них. Ознайомитись з конструкцією вакуумної камери, що забезпечує два робочих режими в камері об'єктів: високовакуумний та низьковакуумний регульований – для дослідження діелектричних об'єктів.
2. Визначити корисне збільшення при аналізі багатозонної структури. Експериментально перевірити правильність розрахунку збільшення. Пояснити, яким чином змінюється збільшення в растровому електронному мікроскопі.
3. Вибрати оптимальний нахил зразка при спостереженні у відбитих і вторинних електронах. Пояснити, якими критеріями визначається вибір кута нахилу поверхні об'єкта (нахил) стосовно пучка електронів.
4. Оцінити роздільну здатність РЕМ у залежності від напруги прискорення, атомного номера речовини об'єкта і діаметра зонда. Пояснити дію факторів, що визначають залежність роздільної здатності від цих параметрів. Ознайомитись з керуванням вакуумною та електронно-оптичною системами.
5. Визначити розподіл хімічних елементів у зразку (багатокомпонентна система). Експеримент проводиться на зразку з полірованою поверхнею. Порівняти роздільну здатність двох зображень у відбитих електронах і в потоці поглинених електронів. Протравити поверхню зразка і вивчити його структуру у вторинних електронах. Порівняти контрастність і роздільну здатність у відбитих і вторинних електронах.
6. Дослідити дисперсні фази. Використати для виявлення фаз топографічний, композиційний контрасти і методи каналювання. Вибрати найбільш раціональний спосіб отримання зображення.

Провести автоматизовану обробку зображень і установити розподіл за розмірами дисперсних включень і особливості морфології частинок.

7. Провести дослідження зломів зразків, використовуючи стереоскопічні спостереження при збільшеннях не більш 1000. Провести кількісну обробку об'ємного зображення рельєфу і побудувати топографічну карту поверхні об'єкта.
8. Скласти технічне завдання на проведення досліджень на РЕМ самостійно вибраного чи наданого викладачем об'єкта. Завдання повинне включати розділи:
 - опис об'єкта дослідження (матеріал, технологію обробки, вид і режими термічної обробки й ін.);
 - очікуваний режим роботи РЕМ (збільшення, роздільна здатність, тип контрасту й ін.);
 - обґрунтування вибору дослідження;
 - вимоги до поверхні об'єкта в залежності від завдань дослідження (фрактографія, магнітна структура, розподіл хімічних елементів і структури та ін),
 - візуалізація інформації про стан приладу на дисплеї комп'ютера,
 - збереження зображень тестових зразків на ПЕОМ,
 - документування зображень на принтері.

При неможливості виконання практичної частини лабораторної роботи з використанням РЕМ передбачається самоперевірка засвоєння матеріалу і контроль знань з використанням спеціально доданих тестів.

5 РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ МІКРОАНАЛІЗ ФІЗИЧНІ ОСНОВИ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МІКРОАНАЛІЗУ

Під рентгеноспектральним мікроаналізом (X-ray microanalysis) розуміють визначення елементного складу мікрооб'єктів за збуджуванням у них характеристичним рентгенівським випромінюванням. Рентгеноспектральний мікроаналіз оснований на тих же принципах, що і «звичайний» емісійний рентгеноспектральний аналіз. Для аналізу характеристичного спектра (characteristic specter) в рентгеноспектральному мікроаналізаторі (РСМА) також використовують два типи спектрометрів (безкристальний або з кристалом-аналізатором). Відмінність РСМА в тому, що збудження первинного випромінювання здійснюється в порівняно малих областях зразка дуже вузьким електронним зондом, подібним до того, що використовується у РЕМ. Тому базою для рентгенівського мікроаналізу служить електронно-оптична система растрового електронного мікроскопа.

При взаємодії електронного зонда зі зразком (рис. 5.1) одним з можливих збуджуваних сигналів є рентгенівське випромінювання, яке можна розділити на гальмівне і характеристичне.

Гальмівне рентгенівське випромінювання (braking X-ray radiation) виникає внаслідок гальмування первинних електронів в електричному (кулонівському) полі атомів аналізованого матеріалу. Кінетична енергія первинних електронів у цьому випадку частково або цілком перетворюється в енергію рентгенівського випромінювання. Відповідно випромінювання має суцільний спектр з енергією від нуля до енергії падаючого електрона і тому його ще називають суцільним або безперервним рентгенівським випромінюванням. При рентгеноспектральному мікроаналізі гальмівне випромінювання небажане, тому що вносить основний вклад у збільшення рівня фону і не може бути видалене. Це викликає необхідність оптимізації умов збудження випромінювання для одержання найбільш високого співвідношення сигнал/фон і отже, збільшення чутливості приладу.

При проникненні первинних електронів у зразок вони гальмуються не тільки електричним полем атомів, але і безпосереднім зіткненням з електронами атомів матеріалу. У результаті цього первинні електрони можуть вибивати електрони з внутрішніх К-, L- чи M-оболонки, залишаючи атом зразка в енергетично збудженому стані. Вакансії, що утворюються, заповнюються переходами електронів з більш високих

енергетичних рівнів. Атом переходить в основний стан, надлишкова енергія виділяється у вигляді кванта рентгенівського випромінювання.

Оскільки енергія кванта, що виникає, залежить тільки від енергії електронних рівнів, які беруть участь у процесі, а вони є характерними для кожного елемента, виникає характеристичне рентгенівське випромінювання. Оскільки кожен атом має цілком визначене кінцеве число рівнів, між якими можливі переходи тільки певного типу, характеристичне рентгенівське випромінювання дає дискретний лінійчастий спектр. Як приклад, фрагмент подібного спектра наведений на рис. 5.1. Рентгенівські лінії, що виникають при переходах електронів на однойменну оболонку, складають одну спектральну серію (K-, L-, M-серії).

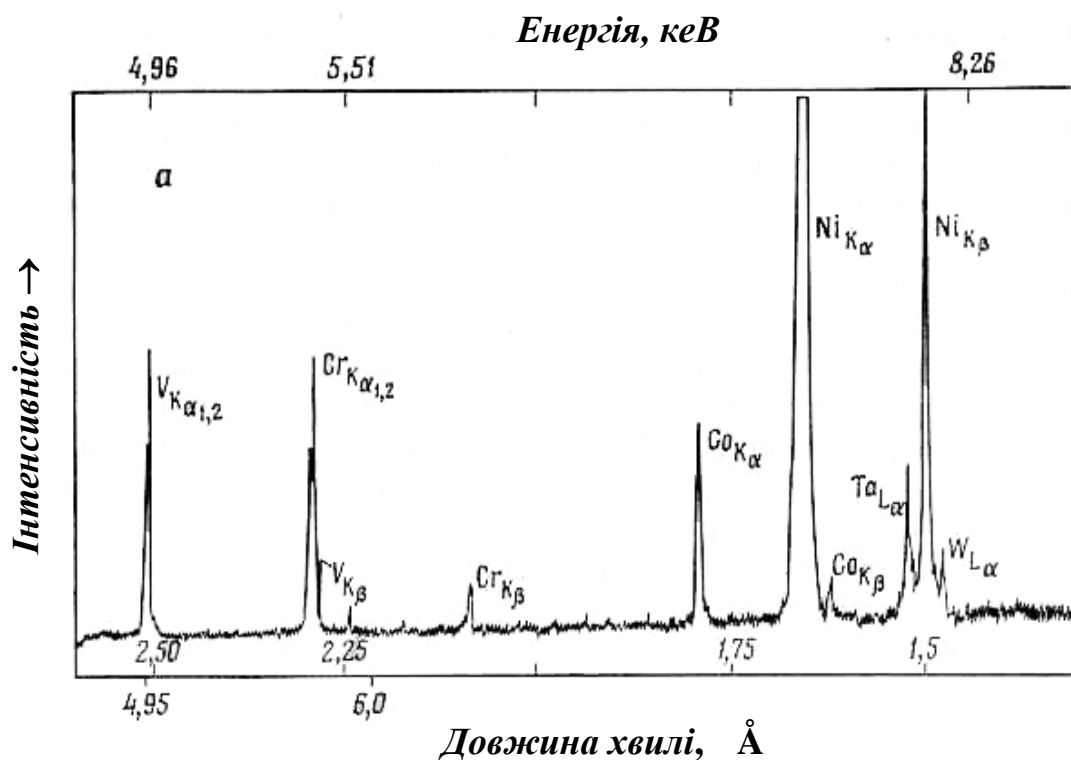


Рисунок 5.1 – Фрагмент спектра при рентгеноспектральному мікроаналізі

За законом Мозлі, для рентгенівських ліній усередині однієї серії існує пряма залежність енергії випромінювання й атомного номера хімічного елемента:

$$E = p (Z - q)^2,$$

де E – енергія,

Z – атомний номер атома, що емітує, (p та q – константи).

Якщо можна визначити енергії чи довжини хвиль емітованого спектра, то можна зробити висновки про елементи, що містяться в зразку. Це основа рентгеноспектрального аналізу. Якщо за характеристичним спектром можна визначити інтенсивність ліній елементів (як правило α -ліній) і виміряти їхню інтенсивність, то на цій основі можна виконати кількісний аналіз елементів.

Кількісний рентгеноспектральний аналіз звичайно проводиться методом трьох поправок (ZAF), запропонований Кастеном. В основі методу лежить вимірювання в однакових умовах інтенсивності рентгенівського випромінювання i -того елемента зразка (J_i) і еталона відомого складу, що містить даний елемент ($J_{(i)}$) за винятком величини інтенсивності гальмівного рентгенівського випромінювання – фону. Вагова концентрація C_i елемента i визначається як:

$$C_i = (ZAF)_i J_i / J_{(i)} C_{(i)},$$

де $C_{(i)}$ – вагова частка елемента в еталоні;

Z_i – поправка на різницю в середньому атомному номері між зразком і еталоном, обумовлена відображенням і гальмуванням електронів;

A_i – поправка на поглинання рентгенівського випромінювання в зразку, визначається енергією зонда, кутом виходу рентгенівського випромінювання і масовим коефіцієнтом поглинання для елемента в зразку;

F_i – поправка на флуоресценцію (fluorescence) за рахунок вторинного порушення рентгенівського випромінювання елемента i випромінюванням інших елементів і гальмівним випромінюванням.

Для визначення величин поправок використовуються різні методи розрахунку, що відрізняються різним ступенем точності, границями застосовності і тривалістю операцій. Сучасна апаратура звичайно має кілька варіантів програм розрахунку поправок.

5.1 Пристрій і робота рентгеноспектрального мікроаналізатора

При проведенні спектрального мікроаналізу в систему РЕМ (див. рис. 2.1) вводиться рентгенівський спектрометр 11. Спектрометри можуть бути різного типу. Якщо спектрометр визначає інтенсивність випромінювання J як функцію довжини хвилі λ , то він відноситься до типу

спектрометрів хвильової дисперсії, а коли представляє J як функцію енергії E , то є енергетичним дисперсійним спектрометром.

У спектрометрах хвильової дисперсії (СХД) збуджене в зразку рентгенівське випромінювання попадає на кристал-аналізатор і «відбивається» від нього під різними кутами (у залежності від довжини хвилі (відповідно до закону Вульфа-Брегга). Відбите випромінювання реєструється пропорційним лічильником. За допомогою спектрометра можна визначити елементи з порядковими номерами від $Z = 4$ (Be) до $Z = 92$ (U). Це потребує реєстрації випромінювань з великим інтервалом довжин хвиль і, відповідно, застосування легкозамінного набору кристалів.

Основою енергетичного дисперсійного спектрометра (ЕДС) служить напівпровідниковий детектор. Сигнал з детектора подається в багатоканальний аналізатор, що дозволяє реєструвати і переглядати на екрані монітора спектр, який включає піки від всіх елементів, що входять у зразок.

Великою перевагою енергетичних дисперсійних спектрометрів є те, що енергія всіх падаючих квантів може бути оброблена одночасно. У результаті цього для зняття рентгенівського спектра потрібно усього лише кілька хвилин, у той час як при роботі зі спектрометрами хвильової дисперсії необхідно затратити на ту ж операцію одну чи кілька годин. Недоліком ЕДС є приблизно на порядок менша енергетична роздільна здатність у порівнянні зі СХД і можливість ідентифікувати елементи, починаючи тільки з порядкового номера $Z = 11$ (Na).

5.2 Підготовка об'єктів для досліджень і особливі вимоги до них

У загальному випадку підготовка для аналізу металевих зразків не викликає особливих труднощів. Вони підготовляються як звичайні металографічні шліфи з використанням шліфування і наступного полірування. Однак поверхня зразків повинна бути зовсім плоскою і не мати рисок і рельєфу. Наявність цих дефектів приводить до зниження точності визначення концентрації елементів. З цієї причини полірування повинне виконуватися винятково механічно з використанням алмазних паст. При підготовці шліфів не можна використовувати абразивні матеріали, що містять елементи, які входять до складу досліджуваних матеріалів. Абразивні частки можуть впроваджуватися в поверхню зразка. Наприклад, не можна використовувати традиційні абразиви – оксиди

хрому, алюмінію чи карбід кремнію, якщо до складу матеріалу входять *Cr*, *Al* чи *Si*.

Необхідно мати на увазі, що при заливанні шліфів у сплав Вуда чи інші м'які композиції можливе їх "намазування" на поверхню зразка.

Варто уникати електрополірування та хімічного травлення, тому що вони можуть призвести до утворення рельєфу і викликати небезпеку збагачення чи збіднення компонентів поверхні внаслідок селективного травлення. Для того, щоб відшукати необхідне місце зразка в рентгеноспектральному мікроаналізаторі, можна після полірування слабо протравити зразок і відзначити потрібні місця відбитками мікротвердості. Потім зразок потрібно знову відполірувати так, щоб травлення зникло, а сліди від мікротвердоміра – залишилися.

У тому випадку, коли при заливанні шліфів використовувалася пластмаса, вона повинна бути вилучена з поверхні зразка, оскільки внаслідок нагріву електронним променем вона випаровується і забруднює апаратуру.

При аналізі неелектропровідних об'єктів на поверхню шліфа напиляють електропровідні матеріали: вуглець, алюміній, золото. Іноді з цією метою використовують срібло. Найчастіше застосовують вуглець, тому що він дешевий та не утворює оксидних плівок.

У будь-якому випадку досліджуваний зразок повинен бути ідеально чистим. Ця вимога відноситься як до растрової електронної мікроскопії, так і до рентгеноспектрального мікроаналізу. Насамперед, не можна допускати контакту шліфованої ділянки зразка з пальцями. Якщо виявиться необхідність у додатковому очищенні поверхні зразка, то для цього використовують спеціальні промивні засоби, у тому числі очищення із застосуванням ультразвуку.

6 ТЕХНІЧНІ МОЖЛИВОСТІ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МІКРОАНАЛІЗАТОРА (РСМА)

Рентгеноспектральним мікроаналізом не вдається виявити у складі сплаву легкі елементи з порядковим номером менше 4. Виникають такі труднощі і з виявленням елементів, коли на лінії К-серії одного елемента накладаються лінії L- чи М-серії іншого елемента.

Наприклад, на лінію K_L азоту практично накладається лінія L_j титану. У цьому випадку прилад зареєструє сумарну інтенсивність випромінювання, що призведе до помилки у визначенні концентрації азоту в сплаві.

Важливою характеристикою рентгеноспектрального мікроаналізу є його локальність, тобто той мікрооб'єм речовини, у якому збуджується характеристичне рентгенівське випромінювання. Він визначається в першу чергу діаметром електронного зонда на зразку і залежить від напруги прискорення і хімічного складу матеріалу. Діаметр зонда звичайно складає від 0,1 до 0,5 мкм. Для одержання надійних результатів кількісного аналізу рекомендується, щоб досліджуваний об'єкт (фаза проникнення) мав розміри не менше 5 мкм.

Чутливість методу (межа виявлення) оцінюється як концентрація елемента в масових відсотках, що ще може бути виявлена в даній матриці. Вона залежить від відношення інтенсивності сигналу до рівня фону, тобто від вибраної для аналізу серії рентгенівських ліній, тривалості вимірювань, величини напруги прискорення, і, істотною мірою, від хімічного складу матриці. Найкращий варіант аналізу, коли визначається вміст елемента з великим порядковим номером Z у матриці з малим Z . У цілому можна вважати, що для елементів з $Z > 10$ досягається межа виявлення на рівні 0,01% (за масою) і нижче. Для елементів з меншим значенням Z вона складає лише 0,1% (за масою). Точність кількісного аналізу визначається інструментальними похибками, а також точністю внесення поправок.

Помилка, внесена розрахунком з метою уточнення поправок, являє собою систематичну похибку, що залишається сталою. Інструментальні похибки, які виникають безпосередньо в процесі вимірювань, будуть визначати рівень повторюваності аналізу. Зокрема на похибки впливають такі фактори: точність установлення кута спектрометра, що відповідає максимуму інтенсивності рентгенівського випромінювання; стабільність

роботи електроніки; статистика імпульсів; якість підготовки шліфа; процеси дифузії і випаровування при електронному бомбардуванні зразка; накладення ліній спектра; правильність вибору рівня фону.

У залежності від задач дослідження можна здійснювати аналіз матеріалу в точці скануванням уздовж вибраної лінії чи по площі ділянки мікрошліфа. Аналіз розподілу елементів може бути виконаний у якісному, напівкількісному і кількісному вигляді.

Кількісний аналіз здійснюється в точці. Для його проведення підбираються певні умови, що забезпечують високу чутливість і точність аналізу.

У процесі якісного аналізу визначається тип елементів, що входять до складу досліджуваної ділянки зразка. Якщо зразок має кілька фаз (ділянок), хімічний склад яких невідомий, то виконується якісний аналіз кожної фази.

Якісний аналіз звичайно використовується для визначення характеру розподілу елементів по площі шліфа. Це реалізується шляхом одержання рентгенівського растрового зображення, аналогічно формуванню зображень у вторинних електронах РЕМ. У той момент, коли сигнал, що свідчить про наявність того чи іншого елемента, надходить на кінескоп приладу, на екрані з'являється світлі точки. Щільність цих точок свідчить про рівень концентрації досліджуваного елемента. За цими даними можна приблизно судити про склад різних ділянок шліфа, зокрема, про розподіл елементів вздовж границь зерен, склад інших фаз і т. д. Варто мати на увазі, що незначну кількість елементів цим методом виявити не можна, тому що при скануванні тривалість реєстрації в кожній точці невелика, що призводить до похибки підрахунку. Після якісного аналізу часто проводять кількісний аналіз в окремо вибраних точках. За отриманими даними програмне забезпечення дозволяє визначати тип фази, виходячи з її хімічного складу.

Напівкількісний аналіз реалізується, якщо потрібно визначити розподіл елементів уздовж ліній (лінійний аналіз). Він здійснюється скануванням поверхні зразка електронним променем у заданому напрямку з одночасним одержанням на екрані діаграми зміни інтенсивності рентгенівського випромінювання і, отже, концентрації аналізованого елемента. При використанні відповідних еталонів можна задати масштаб концентрації, що дозволяє напівкількісно оцінити зміну концентрації. У

сучасних мікрозондах лінійний аналіз виконується майже винятково методом крокового сканування, тобто шляхом послідовного проведення аналізу в окремих точках. У такий спосіб здійснюється кількісне визначення концентрації елементів із заданою точністю.

6.1 Области застосування рентгеноспектрального мікроаналізу

Рентгеноспектральний мікроаналіз (РСМА) використовується для дослідження розподілу компонентів і домішок у сталях і сплавах. Відмінною рисою рентгеноспектрального мікроаналізу у порівнянні з іншими методами хімічного аналізу, наприклад, такими як спектральний емісійний аналіз, лазерний спектральний аналіз, є його висока локальність. У цьому зв'язку застосування РСМА виявилось дуже ефективним, а іноді і єдиним способом при вирішенні таких задач:

- якісного та кількісного аналізу хімічного складу для ідентифікації різних фаз і включень;
- аналізу розподілу елементів з метою вивчення дендритної ліквідації, мікросегрегацій тощо;
- визначення товщини різних покриттів на виробках, а також дослідження дифузійних процесів, наприклад, при хіміко-термічній обробці, спіканні порошкових матеріалів і т. д.

У загальному випадку РСМА може бути використаний для аналізу металів, скла, кераміки, різних композиційних матеріалів, а також широкого класу органічних і біологічних зразків.

6.2 Практична частина

З метою освоєння і закріплення матеріалу за темою 2 «Рентгеновський спектральний мікроаналіз» навчальний посібник передбачає проведення лабораторного заняття. Воно включає такі завдання.

1. Демонстраційний показ роботи хвильових дифракційного й енергетичного детекторів при визначенні хімічного складу фаз з використанням кількісного, напівкількісного та якісного методів.

2. Демонстраційний показ можливостей апаратури при дослідженні дифузійних покриттів.
3. Скласти короткий конспект, що відображає: принцип функціонування РСМА; типи детекторів і їхні технічні можливості; області використання мікрорентгеноспектрального аналізу; підготовку об'єктів для дослідження й особливі вимоги до них.
4. Скласти технічне завдання на проведення мікрорентгеноспектрального аналізу самостійно вибраного чи поданого викладачем об'єкта. Виконавець у завданні повинен вказати:
 - у якому вигляді будуть подані зразки для досліджень;
 - з урахуванням можливостей детекторів і даних попереднього дослідження мікроструктури зразка на оптичному мікроскопі вказати, які елементи структури повинні бути вивчені;
 - хімічний склад матеріалу, якщо він відомий;
 - елементи, які варто визначити і з якою точністю;
 - чи можна обмежитися якісним аналізом чи необхідний кількісний аналіз;
 - деякі властивості матеріалу, що потребують спеціальної методики дослідження, такі як електропровідність, стан намагніченості, термостійкість;
 - чи потрібно проводити маркування досліджуваної ділянки зразка за допомогою мікротвердоміра.

У випадку відсутності можливості безпосереднього використання детекторів РСМА, практична частина роботи обмежується виконанням пунктів 3, 4, а також проведенням самоконтролю засвоєння матеріалу за контрольними запитаннями та контролю знань за допомогою тестових завдань.

Контрольні запитання

1. Які процеси визначають методичні особливості використання растрової електронної мікроскопії?
2. В чому полягає універсальність застосування растрової електронної мікроскопії для вивчення мікроструктури і топографії поверхні?
3. Який процес є основою для отримання інформації при растровій електронній мікроскопії?
4. Визначити особливості фізичних явищ, що відбуваються в процесі бомбардування зразка потоком електронів?
5. Визначити, які саме види випромінювань є основою для отримання зображення об'єкта при його дослідженні за допомогою растрового електронного мікроскопа (РЕМ)? Обґрунтувати відповідь.
6. Що визначає роздільну здатність РЕМ?
7. Дати оцінку параметрів, від яких залежить діаметр зонда (пучка електронів)?
8. Як пов'язані діаметр зонда і роздільна здатність РЕМ?
9. Проаналізувати вплив контрасту на роздільну здатність РЕМ.
10. Які фактори визначають контраст при отриманні зображення об'єкта на РЕМ?
11. Визначити області генерації сигналів в зразку під час опромінення останнього електронним променем.
12. Визначити форму області досліджуваного зразка, що є відповідальною за сигнали, і дати приблизну оцінку просторового розподілу окремих сигналів під час опромінення поверхні зразка потоком електронів.
13. Які саме сигнали можуть бути додатково проаналізовані з метою отримання якісної і кількісної інформації при опроміненні поверхні об'єкта потоком електронів?
14. Дати оцінку факторів, що визначають довжину вільного пробігу електронів у матеріалі зразка.
15. Проаналізувати вплив напруги прискорення і атомного номера елемента на роздільну здатність РЕМ.
16. Проаналізувати відмінність термінів “відбиті електрони” і “вторинні електрони”. Дати оцінку з точки зору їх енергії, процесів іонізації і глибини поверхневих шарів.
17. Обґрунтувати можливість використання РЕМ для визначення порогу холодноламкості матеріалів при фрактографічних дослідженнях. Визначити вимоги та обмеження щодо досліджуваних зразків.

18. Обґрунтувати варіанти застосування прикладних методів математичної статистики, кореляційного аналізу у системі РЕМ. Обчислювальна техніка на службі РЕМ.
19. Довести можливість використання РЕМ для фазового аналізу матеріалів, визначення хімічного складу і дослідження кінетичних процесів у зразках під дією механічних навантажень, нагрівання і охолодження.
20. Визначити параметр, що визначає вихід вторинних електронів при бомбардуванні об'єкта пучком первинних електронів.
21. Проаналізувати доцільність використання “методу нахилу зразка” при дослідженні плоских об'єктів. Визначити можливість дослідження зломів цим методом.
22. Визначити функції основних вузлів растрового електронного мікроскопа: електронна гармата, робоча камера мікроскопа, пульт керування мікроскопом, монітор, вакуумна камера та ін.
23. Проаналізувати складові частини РЕМ – 106 И і скласти принципову схему.
24. Якого значення повинен досягати тиск залишкових газів в електронно-оптичній системі РЕМ для забезпечення достатньої величини вільного пробігу електронів для РЕМ – 106 И?
25. Що являє собою електромагнітна лінза?
26. Дати оцінку дефектів, що характерні для електронної оптики РЕМ.
27. Визначити способи усунення або зменшення хроматичної і сферичної аберації.
28. Проаналізувати причини виникнення астигматизму і запропонувати способи його зменшення. Призначення стигматора.
29. Проаналізувати роботу детекторів емітованих електронів на прикладі детектора Еверхарта-Торнлі.
30. Визначити, в яких випадках крім *композиційного* контрасту додатково виникає *топографічний* контраст.
31. Дати оцінку об'єктів та їх поверхонь, що піддаються дослідженню в РЕМ. Вплив глибини різкості РЕМ на характер досліджуваних поверхонь. Деякі вимоги щодо досліджуваних зразків (габаритні, якісні, кількісні, часові обмеження).
32. Дати оцінку технічних можливостей РЕМ.
33. В чому полягає відмінність термінів “глибина фокуса” і “глибина різкості”?

34. Визначити області застосування РЕМ.
35. Проаналізувати склад потоків електронів, що утворилися під дією первісного пучка електронів, з метою використання їх для рішення практичних задач металознавства і контролю якості поверхонь.
36. Фізичні основи рентгеноспектрального мікроаналізу.
37. Дати оцінку умовам виникнення гальмівного і характеристичного рентгенівського випромінювання.
38. Проаналізувати умови виникнення і можливість застосування інформації про рентгенівське випромінювання в РСМА.
39. Проаналізувати процеси, які лежать в основі рентгеноспектрального аналізу.
40. Проаналізувати вимоги до підготовки досліджуваних зразків.
41. Проаналізувати технічні можливості рентгеноспектрального мікроаналізатора.
42. Визначити концентрації елементів в масових відсотках для сполук Fe_3C , TiN , WC , FeO .
43. Визначити області застосування рентгеноспектрального мікроаналізу.
44. Проаналізувати типи детекторів для РСМА і їхні технічні можливості.
45. Назвіть групу приладів для дослідження поверхні, які мають спільні з РЕМ особливості.
46. Які ви знаєте методи контролю та дослідження поверхні, що використовують електронний зонд?
47. Як відрізняється глибина фокуса при дослідженні на РЕМ – 106 И при збільшенні $\times 500$ і $\times 10\,000$?
48. Яких значень досягає збільшення при вирішенні металознавчих задач на РЕМ – 106 И?
49. Порівняйте глибину різкості при роботі на РЕМ і на оптичному мікроскопі.
50. Які існують способи усунення астигматизму при роботі на РЕМ?
51. Співвідношенням яких величин визначається збільшення зображення об'єкту при роботі на РЕМ?
52. Яких значень набуває енергія електронів в зонді при використанні РЕМ – 106 И?
53. Наведіть приклади використання РЕМ в металографії.
54. Наведіть приклади використання РЕМ в фрактографії.
55. Оцініть перспективи розвитку растрової електронної мікроскопії.

Тестові завдання

Тестові завдання передбачають відповіді на 12 запитань, до кожного з яких пропонується по чотири варіанти альтернативних відповідей. З переліку варіантів відповідей на кожне із запитань слід вибрати єдину, на Ваш погляд, правильну відповідь.

Варіант 1

1. Універсальним інструментом, що використовується в електронній-мікроскопії, є:
 - а) електронна лінза;
 - б) електронна гармата;
 - в) електронний промінь;
 - г) фотоелектронний помножувач.
2. Яка частка загальної потужності електронного променя іде на нагрівання виробу в добре налагоджених електронно-променевих приладах?
 - а) (50 – 75) %;
 - б) (76 – 80) %;
 - в) (81 – 85) %;
 - г) (86 – 90) %.
3. За яким законом змінюється енергія електрона, що рухається всередині речовини?
 - а) за законом Відінгтона;
 - б) за рівнянням Бете;
 - в) за формулою Річардсона-Дешмана;
 - г) за законом Ламберта-Бугера.
4. Термін “поглинання” має синонім:
 - а) конденсація;
 - б) сублімація;
 - в) абсорбція;
 - г) десорбція.

5. Енергія вторинних електронів:
- а) менша енергії відбитих електронів;
 - б) більша енергії відбитих електронів;
 - в) має такий же порядок величин;
 - г) набагато менша від енергії відбитих електронів.
6. Твердий розчин відрізняється від механічної суміші тим, що є:
- а) хімічною сполукою;
 - б) однофазним розчином;
 - в) двофазною структурою;
 - г) регулярним розчином.
7. Термоелектронна емісія – це електронна емісія, яка обумовлена:
- а) наявністю біля поверхні тіла сильного електричного поля;
 - б) тепловим станом (температурою) твердого або рідкого тіла, що випускає (емітує) електрони;
 - в) ударами електронів об поверхню тіла;
 - г) наявністю у поверхні тіла сильного електромагнітного поля.
8. Глибина, на яку проникає електрон в оброблюваний матеріал, залежить від:
- а) напруги прискорення $U_{пр}$, В;
 - б) тиску залишкових газів p , МПа;
 - в) питомого заряду електрона q_e/m_e , Кл/кг;
 - г) матеріалу мішені.
9. Зображення в РЕМ формується за допомогою реєстрації:
- а) характеристичного випромінювання з поверхні непрозорого зразка;
 - б) відбитих електронів, що попадають в сцинтилятор;
 - в) вторинних електронів, що емітовані поверхнею непрозорого зразка;
 - г) іонів.
10. В'язке руйнування – це руйнування, що...
- а) не супроводжується макроскопічно вираженою залишковою деформацією і відбувається за механізмом відриву;
 - б) змінюється в залежності від виду та величини виникаючих напружень;

- в) супроводжується пластичним деформуванням;*
- г) пов'язане зі структурними змінами в речовині.*

11. Якщо x – ціле число, то чому не може бути рівним x^3 :

- а) -8 ;*
- б) 16 ;*
- в) 27 ;*
- г) 125 .*

12. Основним параметром, що визначає вихід вторинних електронів, є:

- а) кут падіння пучка первинних електронів на поверхню об'єкта;*
- б) кількість розплавленого металу;*
- в) початкова енергія електрона до зіткнення з матеріалом;*
- г) напруженість поперечного магнітного поля.*

Варіант 2

1. Як отримують вільні електрони в електронно-променевих гарматах?

- а) за рахунок хімічних реакцій на поверхні твердих термоелектронних катодів;*
- б) за рахунок емісії з поверхні термоелектронних катодів;*
- в) за рахунок генерації вільних електронів з поверхні термоелектронних катодів під впливом електромагнітного випромінювання;*
- г) за рахунок енергії поглиненого фотону відповідної частоти.*

2. До основних технологічних параметрів електронно-променевого зварювання відносять:

- а) силу струму електронного променя, тиск залишкових газів, швидкість зварювання;*
- б) швидкість зварювання, глибину і ширину шва;*
- в) прискорювальну напругу, швидкість зварювання, силу струму електронного променя;*
- г) кут падіння електронного променя на мішень, силу струму електронного променя, тиск залишкових газів.*

3. За яким законом змінюється густина струму емісії електронного променя?

- а) за законом Відінгтона;*

- б)** за рівнянням Бете;
 - в)** за формулою Річардсона-Дешмана;
 - г)** за рівнянням Ейнштейна для фотоефекта.
4. Який параметр визначає кінетичну енергію електронів в пучку?
- а)** маса електрона m_e ;
 - б)** заряд електрона q_e ;
 - в)** напруга прискорення U , V ;
 - г)** густина струму електронного променя.
5. Електронно-оптична система РЕМ включає:
- а)** електронну гармату, систему електромагнітних лінз, стигматор;
 - б)** електронну гармату, вакуумну систему, сцинтилятор;
 - в)** електронну гармату, систему електромагнітних лінз, колектор;
 - г)** електронну гармату, вакуумну систему, коліматор.
6. Твердий розчин відрізняється від хімічної сполуки тим, що є:
- а)** механічною сумішшю;
 - б)** однофазним розчином;
 - в)** двофазною структурою;
 - г)** все таки хімічною сполукою.
7. Автоелектронна емісія – це електронна емісія, яка обумовлена:
- а)** наявністю біля поверхні тіла сильного електричного поля;
 - б)** тепловим станом (температурою) твердого або рідкого тіла, що випускає (емітує) електрони;
 - в)** ударами електронів об поверхню тіла;
 - г)** потраплянням на поверхню тіла електромагнітних хвиль.
8. Під час роботи растрового електронного мікроскопа для візуалізації досліджуваного зразка використовуються:
- а)** Оже-електрони;
 - б)** вторинні електрони;
 - в)** характеристичне рентгенівське випромінювання;
 - г)** гальмівне рентгенівське випромінювання.

9. Наука, що займається дослідженням будови зломів методами візуального розглядання, оптичної і електронної мікроскопії називається:
- а) *металографією;*
 - б) *стенографією;*
 - в) *фрактографією;*
 - г) *кристалографією.*
10. Абсорбція – це поглинання:
- а) *речовини з газів або рідини, що відбувається на поверхні твердих тіл;*
 - б) *твердим тілом газоподібної або рідкої речовини;*
 - в) *газоподібних чи розчинних речовин рідким або твердим тілом, що відбувається в цілому його об'ємі;*
 - г) *іонів металів твердим тілом.*
11. Хімічно однорідна частина сплаву, відокремлена від інших його частин поверхнею поділу (границею), називається:
- а) *фазою;*
 - б) *компонентою;*
 - в) *системою;*
 - г) *твердим розчином.*
12. Сферична аберація виникає:
- а) *через різну швидкість (тобто довжину хвилі) електронів і зміну її в часі, що призводить до зміни фокусних відстаней лінз;*
 - б) *в зв'язку з порушенням магнітної чи геометричної симетрії лінзи;*
 - в) *в зв'язку з пристосуванням ока до чіткого бачення предметів, що знаходяться на різних від нього відстанях;*
 - г) *внаслідок того, що електрони проходять на різних кутових відстанях від оптичної осі лінзи і тому по-різному фокусуються.*

СЛОВНИК ТЕРМІНІВ

АБЕРАЦІЯ ОПТИЧНИХ СИСТЕМ (aberration) – спотворення зображень, що отримуються в оптичних системах (лінзах, фотоапаратах, мікроскопах тощо). Розрізняють геометричну і хроматичну А.о.с. Геометрична А.о.с. – спотворення зображень, що виникають унаслідок використання широких пучків світла (астигматизм, сферична аберація, кома, дисторсія). Сферична аберація – різна заломлювальна здатність краєвих і центральних ділянок лінзи – приводить до того, що при попаданні на лінзу широкого пучка світла на екрані виникає неточне зображення (пляма). Усувається ця погрішність використанням системи із збиральною і розсіювальною лінзами з протилежною аберацією; лінзи підбирають з таким розрахунком, щоб їх сумарна оптична сила не дорівнювала нулю. Хроматична А.о.с. – спотворення зображення, обумовлене явищем дисперсії світла в лінзах оптичної системи при використанні білого світла: через дисперсію фокус червоних променів розташований від лінзи далі, ніж фокус фіолетових, тому зображення білої точки виходить або червоним з синьо-фіолетовим ореолом, або фіолетовим з жовто-червоним ореолом залежно від місцезнаходження екрана. Цей недолік усувається підбором системи, що складається з увігнутої і опуклої лінз, хроматична аберація у яких має протилежний характер. При підборі лінз зі скла з певними показниками заломлення і радіусами кривизни поверхонь можна значною мірою усунути хроматичну аберацію.

АБСОРБЦІЯ (absorption) – явище поглинання речовин з газів або рідини, що відбувається в усьому об'ємі рідкого або твердого тіла. На відміну від адсорбції А. відбувається в усьому об'ємі поглинача (абсорбенту).

АВТОЕЛЕКТРОННА ЕМІСІЯ (field-emission emission) – це випускання електронів провідними твердими та рідкими тілами під дією зовнішнього електричного поля без попереднього збудження цих електронів, що властиво іншим видам електронної емісії. Суть явища полягає в тунелюванні електронів крізь потенціальний бар'єр на поверхні тіла. Таке тунелювання стає можливим за рахунок викривлення потенціального бар'єра під час прикладення зовнішнього поля. При цьому з'являється область простору назовні тіла, в якій електрон може існувати з тією ж енергією, яку він має, коли знаходиться в тілі. Таким чином, автоелектронна емісія зумовлена хвильовими властивостями електронів.

АГРЕГАТНІ СТАНИ (aggregate states) – стани однієї і тієї ж речовини, що відрізняються один від одного характером теплового руху молекул, силами міжмолекулярної взаємодії, структурою тіла. Основними агрегатними станами є: твердий (кристалічний), рідкий, газоподібний і плазма.

АДСОРБЦІЯ (adsorption) – явище покриття поверхні твердого тіла, що знаходиться в газі або рідині, шаром молекул газу (рідини), що утримуються на ньому молекулярними силами; залежить від величини поверхні, від природи газу і від властивостей твердого тіла.

АКОМОДАЦІЯ ока – пристосування ока до чіткого бачення предметів, що знаходяться на різних від нього відстанях.

АЛЬФА-ЧАСТИНКА – позитивно заряджена компонента випромінювання, така, що випускається при радіоактивних розпадах ядер; слабо відхиляється магнітним і електричним полями. Заряд альфа-частинки дорівнює подвоєному елементарному заряду, маса в чотири рази перевищує масу атома водню, тобто дорівнює масі атома гелію. Природу альфа-частинок з'ясував Резерфорд, вимірявши відношення заряду частинки до її маси за відхиленням в електричному і магнітному полях.

АМПЕР – сила струму, що не змінюється, який при проходженні по двох паралельних прямолінійних провідниках нескінченної довжини і дуже малої площі кругового перерізу, розташованих у вакуумі на відстані 1 м один від одного, викликав би між цими провідниками на ділянці довжиною 1 м силу, рівну $2 \cdot 10^{-7}$ Н.

АМПЕРМЕТР – прилад для вимірювання сили постійного і змінного струму в амперах. Розрізняють демонстраційні, лабораторні і щитові амперметри.

АМПЛІТУДА КОЛИВАНЬ – максимальний зсув від положення рівноваги величини, що коливається.

АНАЛІЗ рентгеноструктурний (X-ray analysis) – метод вивчення структури кристала по дифракційній картині за допомогою рентгенівських променів відомої довжини хвиль.

АНІЗОТРОПІЯ (anisotropy) – залежність фізичних властивостей від напрямлення всередині кристалічного тіла.

АНІОНИ (anion) – негативно заряджені іони. В електричному полі рухаються до позитивного електрода (анода).

АНІГІЛЯЦІЯ (annihilation) – явище, що полягає в тому, що при зіткненні частинки з її античастинкою можливе їх перетворення на кванти поля, відповідні виду взаємодії цих частинок: при анігіляції електрона з позитроном виникають кванти електромагнітного поля – фотони великої енергії.

АНОД (anode) – електрод, що приєднується до позитивного полюса джерела струму.

АСТИГМАТИЗМ (astigmatism) – спотворення зображень, що виникає при використанні світлових пучків, які складають значний кут з головною оптичною віссю (косі пучки). Астигматизм залишається навіть при використанні вузьких світлових пучків і зберігається в системах, звільнених від сферичної аберації. При астигматизмі навіть якнайкраще зображення точки, що не лежить на головній оптичній осі лінзи, є не точкою, а двома взаємно перпендикулярними лініями, що знаходяться в різних місцях. Ця погрішність усувається використанням декількох лінз з різною кривизною і показниками заломлення.

АТОМ (atom) – найменша частинка хімічного елемента, яка ще є носієм його хімічних властивостей. Атом складається з ядра і електронів, що обертаються навколо нього по орбіталях електронів. Сумарний електричний заряд ядра і електронів дорівнює нулю.

АТОМНЕ ЯДРО – центральна частина атома, в якій зосереджена майже вся його маса. Ядро складається з протонів з позитивним зарядом і нейтронів, що не мають заряду.

БЕТАТРОН – циклічний індукційний прискорювач електронів. При швидкій зміні магнітного поля сильного електромагніта з'являються потужні вихри електричного поля, які прискорюють електрони до швидкостей, близьких до швидкості світла c (див додаток А).

ВАКУУМ (vacuum) – такий ступінь розрідження газу, при якому молекулярні зіткнення в посудині даного об'єму або зовсім відсутні, або ж є багатозначними в порівнянні з числом зіткнень молекул зі стінками посудини.

ВИПРОМІНЮВАННЯ індуковане (emission) – випромінювання збуджених атомів під дією падаючого на них випромінювання. Особливістю цього виду випромінювання є те, що хвиля, яка виникає при індукованому

випромінюванні, не відрізняється від хвилі, падаючої на атоми, ні частотою, ні фазою, ні поляризацією. В.і. спонтанне (мимовільне) – процес спонтанного випускання фотонів збудженими атомами. В.і. теплове – найбільш простий і поширений вид випромінювання, коли втрати енергії на випромінювання компенсуються за рахунок припливу тепла до випромінювального тіла.

ВОЛЬТАМПЕРНА ХАРАКТЕРИСТИКА – найчастіше однозначна залежність електричної напруги від сили струму в електричному колі або в його окремому елементі (реостаті, конденсаторах і т. д.).

ВОЛЬТМЕТР – прилад для вимірювань електричної напруги в колах постійного і змінного струму. Включається в коло паралельно навантаженню або джерела електричної енергії.

ВТОРИННА ЕЛЕКТРОННА ЕМІСІЯ (second electronic emission) – це випускання електронів поверхнею металів, напівпровідників чи діелектриків при бомбардуванні їх пучком електронів. Вторинний електронний потік складається з електронів, відбитих поверхнею (пружно чи непружно відбитих електронів), та «істинно» вторинних електронів – електронів, які відбиті з металу, напівпровідника чи діелектрика первинними електронами. Відношення числа вторинних електронів n_2 до числа первинних n_1 , які викликали емісію, називається коефіцієнтом вторинної електронної емісії: $\delta = n_2 / n_1$.

ГАЗ ІДЕАЛЬНИЙ (ideal gas) — достатньо розріджений газ, відстані між молекулами якого в багато раз перевищують їх розміри. Взаємодіють молекули тільки при зіткненнях.

ГАЛЬМІВНЕ ВИПРОМІНЮВАННЯ (braking radiation) – електромагнітне випромінювання заряджених частинок при зіткненні з іншими частинками.

ГОЛОГРАФІЯ — метод отримання об'ємних зображень предметів, оснований на явищі інтерференції світла. Джерелом когерентного світла є лазер.

ДІЛЕННЯ АТОМНИХ ЯДЕР – вид ядерної реакції, при якій ядро радіоактивного елемента ділиться на 2 або рідше на 3...4 частини з одночасним вивільненням 2...3 нейтронів, γ -променів і значним виділенням енергії.

ДИСЛОКАЦІЇ (dislocations) – дефекти кристалічних ґраток у вигляді ліній з порушенням правильного чергування атомних площин.

ДИФРАКЦІЯ світла (light diffraction) – явища, спостережувані при розповсюдженні світла в середовищі з різкими оптичними неоднорідностями (вузькі отвори, краї непрозорих тіл). У вужчому сенсі під дифракцією світла розуміють обгинання світлом малих перешкод, тобто відхилення від законів геометричної оптики. Дифракція спостерігається не тільки в діапазоні видимого світла, але і інших електромагнітних коливань, зокрема рентгенівських променів. Якщо направити вузький пучок рентгенівських променів на кристал, що відіграє роль дифракційної ґратки, відбудеться дифракція.

ДИФУЗІЯ (diffusion) – явище проникнення молекул однієї речовини в інші.

ДИЕЛЕКТРИКИ (isolator) – речовини які, практично не проводять електричний струм, оскільки в них дуже мало вільних заряджених частинок, які можуть переміщуватись по речовині. Д. неполярні – такі речовини, у яких центри позитивних зарядів окремих атомів або молекул збігаються. Д. полярні – речовини, у яких центри позитивних і негативних зарядів окремих атомів і молекул не збігаються.

ДОВЖИНА хвилі (wave length) – відстань, на яку розповсюджуються коливання за один період, або відстань між навколишніми точками, що коливаються з однаковими фазами.

ДОВЖИНА шляху (trajectory) – довжина тієї лінії, уздовж якої відбувається рух.

ДОВЖИНА вільного пробігу (the mean free path) – середня довжина шляху, який проходить молекула між двома послідовними зіткненнями з сусідніми молекулами.

ДОЗА ОПРОМІНЕННЯ (dose irradiation) – величина радіоактивного випромінювання, вимірювана за ступенем іонізації атомів і молекул повітря.

ДОМЕНИ (domain) – області спонтанного намагнічення у ферромагнетика, які існують в результаті специфічної взаємодії електронів в атомах ферромагнетика.

ДОНОРИ (donors) – структурні дефекти в кристалічній ґратці напівпровідників, що обумовлюють домішкову електронну провідність

ДУГА ЕЛЕКТРИЧНА (electric arc.) – стовп газу, що світиться, який виникає між електродами при їх розсуві. Завдяки виділенню великої кількості тепла з поверхні електродів відбувається термоелектронна емісія. Дуговий розряд – потужне джерело світла. Застосовується в прожекторах, проєкційних і кіноапаратах; отримав широке застосування при зварюванні металів.

ДІРКА (holes) – атом в кристалі напівпровідника з недістаючим електроном. Заряд дірки позитивний.

ЕКЗОЕЛЕКТРОННА ЕМІСІЯ (ЕЕЕ) – випускання електронів холодною металевую поверхнею під час механічного впливу на неї та розтріскування. Одне з пояснень Е.е. полягає в тому, що енергія, необхідна для вильоту екзоелектрона з металу, звільнюється при переході атома зі слабо зв'язаного стану в більш сильно зв'язаний стан на поверхні. Е.е. використовується як показник радіаційних пошкоджень чи опроміненнь, а також при вивченні розвитку тріщин в твердих тілах, особливо в міру того, як з'являється втома, а також для вивчення адсорбції і хімічних реакцій на поверхнях твердих тіл.

ЗАКОН ВІДІНГТОНА – описує витрати первинних електронів, які проникають в метал, на гальмування внаслідок кулонівських взаємодій з електронами провідності, під час істинної вторинної електронної емісії.

$$\varepsilon_x = (\varepsilon_0^2 - \alpha x)^{1/2},$$

де ε_x – енергія первинних електронів, які пройшли шлях в матеріалі мішені,

ε_0 – енергія первинних електронів,

α – стала Відінгтона.

ЗАКОН ДЖОУЛЯ-ЛЕНЦА – кількість теплоти, що виділяється в провіднику при проходженні по ньому електричного струму, дорівнює добутку квадрата сили струму, опору провідника і часу.

ЗАКОН КУЛОНА – сила взаємодії двох точкових нерухомих заряджених тіл у вакуумі прямо пропорційна квадрату відстані між ними.

ЗАКОН РІЧАРДСОНА-ДЕШМОНА – дає змогу визначити струм насичення під час термоелектронної емісії.

$$J_{\text{нас}} = AT^2 \exp(-e\phi/kT),$$

де $J_{\text{нас}}$ – струм насичення,

A – константа,
 T – температура, К,
 $e\varphi$ – робота виходу.

ЗАКОН збереження енергії – повна механічна енергія замкнутої системи тіл залишається незмінною при будь-яких рухах тіл цієї системи. Закон збереження енергії означає, що зберігається сума всіх видів енергії системи.

ІЗОБАРИ – лінії графічної залежності об'єму даної маси газу від температури при постійному тиску.

ІЗОЛЯТОР – речовина з дуже великим питомими електричним опором (діелектрик).

ІЗОТЕРМА (isotherm) – лінія графічної залежності тиску даної маси газу від об'єму при постійній температурі.

ІЗОТОПИ (isotope) – різновиди хімічного елемента, в атомних ядрах якого міститься однакове число протонів, але різне число нейтронів.

ІЗОХОРИ (isochors) – лінії графічної залежності тиску даної маси газу від температури при постійному об'ємі.

КОЛИВАННЯ (oscillation) – рух, що повторюється, кожен цикл якого відтворює точно будь-який інший цикл. Розрізняють К.: акустичні – механічні коливання в межах від 17 Гц до 20 кГц, які приймаються людським вухом; вимушені – коливання, що здійснюються під дією зовнішньої періодичної сили; гармонічні – періодичні зміни кінематичних параметрів (зміщення швидкості, прискорення) такі, що відбуваються за законом синуса або косинуса.

КОЛЕКТОР (collector) – автоматичний перемикач в генераторі постійного струму. Два півкільця, закріплені на осі генератора за допомогою ізолюючого циліндра. До півкілець притискаються пружинні пластини – струмознімальні щітки.

КОЛІМАТОР (collimator) – оптичний пристрій для отримання паралельного пучка променів. Є трубою, на одному кінці якої є ширма з вузькою щілиною, а на іншому – збиральна лінза. Застосовується в спектральних і вимірювальних оптичних приладах тощо.

КІЛЬЦЯ НЬЮТОНА (Newton's Rings) – окремий випадок інтерференції світла в тонких плівках. Темна пляма з сукупністю маленьких веселкових

кільце навколо неї, одержуваних при накладенні лінзи з великою фокусною відстанню на плоску скляну пластинку. Відстань між кільцями зменшується у міру збільшення їх радіуса.

КОНВЕКЦІЯ (convection) – процес механічного переміщення нагрітих частин рідини або газу. Відбувається унаслідок зменшення щільності рідини або газу при підвищенні їх температури.

КОНДЕНСАТОР ЕЛЕКТРИЧНИЙ (electrical capacitor) – пристрій з двох провідників (обкладок), розділених шаром діелектрика, товщина якого менша розмірів провідника.

МАКРОСКОПІЧНИЙ АНАЛІЗ (macroscopic examination) – це аналіз матеріалів, який полягає в дослідженні їх будови неозброєним оком або за допомогою невеликих збільшень (до 30 разів).

МАСА молярна – маса речовини, узятої в кількості одного моля.

МАСС-СПЕКТРОГРАФ – вимірювальний прилад, що дозволяє розділити заряджені частинки за їх питомими зарядами, тобто за відношенням заряду частинки до її маси.

МЕЖА ФОТОЕФЕКТУ (червона) – максимальна довжина хвилі, при якій припиняється вихід електронів з поверхні металу: вихід електронів з цинку, наприклад, припиняється, якщо на шляху світлового пучка поставити скляну пластинку. Скло не пропускає ультрафіолетову частину спектра, а червона границя фотоелектру для цинку лежить в ультрафіолетовій області.

МЕТОД КАНАЛЮВАННЯ ЕЛЕКТРОНІВ (electron channeling) – метод дослідження об'єкта за допомогою ефекту каналювання електронних пучків в об'єкті.

МЕТОД МІКРОДИФРАКЦІЇ (diffraction method) – метод одержання дифракційної картини ділянок об'єкта (діаметром 1...2 мкм) для ідентифікації кристалічних фаз, визначення їх тонких структурних особливостей.

МЕТОД ТОВСТОСТІННОЇ ЕМУЛЬСІЇ – спосіб реєстрації елементарних частинок камерою Вільсона, лічильником Гейгера-Мюллера і бульбашковою камерою. Швидка заряджена частинка, пронизуючи кристал бромистого срібла AgBr у фотоемulsionі, розщеплює окремі його молекули. Ланцюжок таких кристалів утворює приховане зображення. При

цьому в цих кристалах відновлюється металеве срібло, ланцюжок зерен якого утворює трек частинки. За довжиною і товщиною трека можна оцінити енергію і масу частинки.

МЕТОД Штерна – метод визначення швидкостей руху молекул газу.

МІКРОДИФРАКЦІЯ (microdiffraction) – дифракційне зображення малої ділянки об'єкта, сформоване у задній фокальній площині об'єктивної лінзи, збільшене електронними лінзами.

МІКРОСКОП ЕЛЕКТРОННИЙ (electron microscope) – мікроскоп, який формує зображення об'єкта електронними пучками і засобами електронної оптики.

МІКРОСКОП ПРОСВІТЛЮВАЛЬНИЙ ЕЛЕКТРОННИЙ (transmission electron microscope) – електронний мікроскоп, який формує зображення об'єкта пучками, що проходять через цей об'єкт.

МІКРОСКОП ЕМІСІЙНИЙ ЕЛЕКТРОННИЙ (emission microscope) – електронний мікроскоп, який формує зображення об'єкта за допомогою вторинного випромінювання, що утворилося при взаємодії пучка електронів і об'єкта.

МІКРОСКОП АВТОЕЛЕКТРОННИЙ (field-emission microscope) – електронний мікроскоп, який формує зображення електронним пучком, що випромінює об'єкт, під впливом потенціалу електричного поля.

МІКРОСКОП ЕЛЕКТРОННИЙ НАДВИСОКОЇ НАПРУГИ (ultrahigh voltage electron microscope) – просвітлювальний електронний мікроскоп з прискорювальною напругою понад 25 кВ.

МІКРОСКОП РАСТРОВИЙ ЕЛЕКТРОННИЙ (scanning electron microscope) – електронний мікроскоп, який формує зображення об'єкта при скануванні його поверхні електронним зондом.

МІКРОСКОПІЧНИЙ АНАЛІЗ (microscopic testing) – це аналіз малих об'єктів (матеріалів) невидимих неозброєним оком, який полягає в дослідженні будови (мікроструктури) матеріалу за допомогою оптичного (при збільшенні від 50 до 1500 разів) або електронного (при збільшенні до 100000 разів) мікроскопа.

МІКРОСТРУКТУРА (microstructure) – будова металу (сплаву) у вигляді зерен з певною формою або орієнтацією, або у вигляді однієї чи декількох фаз, що виявляється при збільшенні більше ніж у 30 разів.

МІКРОШЛІФ (microsection) – це невеликий зразок металу, що має особливим чином підготовлену поверхню для мікроаналізу.

МОЛЕКУЛА (molecule) – найменша стійка частинка даної речовини, яка має його хімічні властивості і складається з однакових або різних атомів, з'єднаних в одне ціле хімічними зв'язками.

МОНОКРИСТАЛ (monocrystal) – одиничний кристал.

РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ МІКРОАНАЛІЗ (X-ray microanalysis) – метод вивчення структури кристалу за дифракційною картиною за допомогою рентгенівських променів відомої довжини хвилі.

РЕПЛІКА (replica) – копія, зліпок з рельєфу досліджуваного об'єкта.

РЕПЛІКА ОДНОСТУПІНЧАСТА (one stage replica) – репліка, яка знята безпосередньо з поверхні зразка і одержана окисненням поверхні, або нанесенням шару пластика чи напиленням металу на цю поверхню.

РЕПЛІКА ДВОСТУПІНЧАСТА (two-stage replica) – репліка, яка знята з контактного боку проміжного відбитка.

РІДИНА (liquid or fluid (штучна рідка суміш)) – агрегатний стан речовини, що відповідає проміжному між твердим і газоподібним станом. Випаровування Р. – процес подолання молекулами сили тяжіння решти молекул і виліт їх з рідини завдяки великій кінетичній енергії. Кипіння Р. – процес випаровування рідини, що відбувається не тільки з її поверхні, але і за всім об'ємом рідини усередині бульбашок пари, що утворюються при цьому. Кипіння починається при тій температурі, при якій тиск насичувальної пари в бульбашках порівнюється з тиском рідини.

РІДИНА в'язка (viscous fluid) – рідина, у якій враховуються сили тертя, що виникають при її русі.

РІДИНА ідеальна (perfect (ideal) liquid) – рідина абсолютно нестискувана і не в'язка. Поняття про таку рідину вводиться при виведенні основних законів гідродинаміки (закон Паскаля, рівняння Бернуллі).

РІДИНА перегріта – рідина, заздалегідь ретельно очищена і звільнена від газу; існує при температурі вище за температуру кипіння.

РОБОТА ВИХОДУ ЕЛЕКТРОНА ((electronic) work function) – додаткова кількість енергії, яку необхідно надати вільному електрону, що знаходиться в твердому тілі, для того, щоб він зміг вилетіти з цього тіла.

Витрачається на подолання сил тяжіння електрона, що покидає тіло, до іонів в поверхневому шарі тіла та залежить від властивостей даного матеріалу і від структури поверхні.

СИСТЕМА (system) – будь-яка речовина (метал, сплав), яка складається з певної сукупності фаз.

СФЕРИЧНА АБЕРАЦІЯ (spherical aberration) – виникає внаслідок того, що електрони проходять на різних кутових відстанях від оптичної осі лінзи і тому по-різному фокусуються. С.а. зменшують накладенням суворих обмежень на геометрію полюсних наконечників лінз, збільшенням прискорювальної напруги і зменшенням діафрагми. У цьому випадку потік формується електронами, меншою мірою відхиленими від оптичної осі лінзи.

ТЕРМОЕЛЕКТРОННА ЕМІСІЯ (ефект Річардсона, ефект Едісона) (thermoemission) – явище випускання електронів нагрітими тілами. Концентрація вільних електронів в металах достатньо висока, тому навіть при середніх температурах внаслідок розподілу електронів за швидкостями (за енергією) деякі електрони мають енергію, достатню для подолання потенціального бар'єра на границі металу. З підвищенням температури кількість електронів, кінетична енергія теплового руху яких більша за роботу виходу, зростає, і явище термоелектронної емісії стає помітним.

ТИСК (pressure) – сила, що діє на одиницю площі поверхні: $p = F/S$ [Па].

ТИСК НАСИЧУВАЛЬНОЇ ПАРИ – незалежний при постійній температурі від об'єму тиск p_0 , при якому рідина знаходиться в динамічній рівновазі зі своєю парою.

ТИСК ПАРЦІАЛЬНИЙ (partial pressure) – тиск, під яким знаходився б газ, якби з суміші були видалені залишки газів, а об'єм і температура збереглися б попередніми.

УЛЬТРАМІКРОТОМ (ultramikrotome) – прилад для одержання тонких зразків спеціально підготовлених об'єктів (завтовшки до 1000 нм) для електронної мікроскопії.

ФАЗА (faze) – це хімічно однорідна частина сплаву, відокремлена від інших його частин поверхнею поділу (границею).

ФЛУОРЕСЦЕНЦІЯ (fluorescence) – явище люмінесценції, яке дуже швидко затихає після закінчення спонтанного переходу збуджених

молекул (атомів) в нормальний стан. За спектрами флуоресценції та її затухання отримують відомості про властивості молекул, рідин, кристалів. Виникло від назви мінералу “флюорит”.

ФОТОЕЛЕКТРОННА ЕМІСІЯ (зовнішній фотоэффект) – явище випускання електронів твердими тілами чи рідинами під впливом електромагнітного випромінювання у вакуумі чи іншому середовищі. Практичне значення має Ф.е. з твердих тіл у вакуум.

ФРАКТОГРАФІЧНИЙ АНАЛІЗ (fatigue examination) – це аналіз зломів матеріалів. Фрактографія є основним джерелом інформації про причини та характер руйнування деталей.

ХВИЛЯ (wave) – процес розповсюдження коливання в пружному середовищі з часом. Хвилі бувають: рухомі – хвилі, всі точки яких здійснюють коливання з однаковою амплітудою, але з різними фазами; звукові – механічні хвилі з частотою коливань частинок середовища від 20 Гц до 20 кГц; когерентні – хвилі, джерела яких мають однакову частоту, а фази коливань збігаються або відрізняються на деяку постійну незалежну від часу величину; механічні – хвилі, що виникають завдяки силам пружності, які здійснюють зв'язок між окремими частинками тіла; монохроматичні – електромагнітні хвилі, коливання в яких відбуваються із строго постійною частотою; поперечні – коливання кожної точки середовища, що відбуваються перпендикулярно до напрямку розповсюдження хвилі; подовжні – коливання кожної точки середовища відбуваються упродовж напрямку розповсюдження хвилі; стоячі – випадок інтерференції когерентних хвиль, що йдуть назустріч одна одній. Ця їх властивість використовується для отримання ультразвукових хвиль великої інтенсивності; електромагнітні – розповсюджуються в просторі електромагнітного поля. Електромагнітні хвилі є поперечними.

ХРОМАТИЧНА АБЕРАЦІЯ (chromatic (color) aberration) – виникає через різну швидкість (тобто довжини хвилі) електронів і зміни її в часі, що призводить до зміни фокусних відстаней лінз. Хроматичну аберацію зменшують шляхом стабілізації напруги, що прискорює електрони, і електричного струму в лінзах.

ЛІТЕРАТУРА

1. Балтер М. А. Фрактография – средство диагностики разрушенных деталей / М. А. Балтер, А. П. Любченко, С. И. Акимов и др.; под общей ред. М. А. Балтер. – М. : Машиностроение, 1987 с. – 160 с.
2. Большаков В. І. Прикладне матеріалознавство: Підручник для студентів вищих технічних навчальних закладів. 2-е вид., доп. і перероб./ Большаков В. І., Береза О.Ю., Харченко В. І. Під ред. д-ра техн. наук, проф. В. І. Большакова. – Дніпропетровськ: РВА «Дніпро-VAL»: 2000. – 290 с.
3. Гоулдстейн Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: В 2 кн.: Кн. 1. Пер. с англ. / Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П. – М. : Мир, 1984. – 303 с.
4. ДСТУ Б А.1.1-9-94. Метод електронної мікроскопії. Терміни та визначення. – Київ: Держкоммістобудування України, 1994. – 18 с.
5. Количественный электронно-зондовый микроанализ: Пер с англ. / Под ред. В. Скотта, Дж. Лава. – М. : Мир, 1986. – 456 с.
6. Огородников В. А. Прогнозирование технологического наследия в современных технологиях обработки давлением / В. А. Огородников, А. В. Грушко, Н. В. Бабак, Р. И. Сивак // Проблемы создания новых машин и технологий. Научные труды Кременчугского государственного университета. – 2001. – № 1 (10). – С. 370-375.
7. Приборы и методы физического металловедения. Вып. 1. / Под ред. Ф. Вейнберга. Пер. с англ. – М. : Мир, 1973. – 428 с.
8. Энгель Л. Растровая электронная микроскопия. Разрушение: Справочник. Пер. с нем. / Энгель Л. – М. : Metallургия, 1986. – 232 с.

ДОДАТОК А

Таблиця А1 –Фундаментальні фізичні константи

Гравітаційна стала	$G = 6,6720 \cdot 10^{11} \text{ Н} \cdot \text{м}^2/\text{кг}^2$
Прискорення вільного падіння (нормальне)	$g = 9,80665 \text{ м/с}^2$
Швидкість світла у вакуумі	$c = 2,99792458 \cdot 10^8 \text{ м/с}$
Магнітна стала	$\mu = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Гн/м} =$ $= 12,5663706144 \cdot 10^{-7} \text{ Гн/м}$
Електрична стала	$\epsilon_0 = 8,85418782 \cdot 10^{-12} \text{ Ф/м}$
Маса спокою електрона	$m_e = 9,109534 \cdot 10^{-31} \text{ кг}$
Маса спокою протона	$m_p = 1,6726485 \cdot 10^{-27} \text{ кг}$
Елементарний заряд	$e = 1,6021892 \cdot 10^{-19} \text{ Кл}$
Відношення заряду електрона до його маси	$e/m_e = 1,7588047 \cdot 10^{-11} \text{ Кл/кг}$
Стала Планка	$h = 6,626176 \cdot 10^{-34} \text{ Дж/с}$
Стала Авогадро	$N_a = 6,02245 \cdot 10^{23} \text{ моль}^{-1}$
Стала Больцмана	$K = 1,380662 \cdot 10^{-23} \text{ Дж/К}$
Молярна газова стала	$R = 8,31441 \text{ Дж/(моль} \cdot \text{К)}$
Стала Фарадея	$F = 96,48456 \cdot 10^3 \text{ Кл/моль}$
Об'єм моля ідеального газу при нормальних умовах ($P = 101325 \text{ Па}$, $T = 273,15 \text{ К}$)	$V = 22,41383 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/\text{моль}$

ДОДАТОК Б

Технічні характеристики електронного мікроскопа РЕМ 106 И

РЕМ 106 И – растровий вимірювальний електронний мікроскоп з камерою низького вакууму для дослідження в матеріалознавстві, нанотехнологіях, фізиці, хімії, геології, мікроелектроніці, біології, медицині та інших областях з гарантованими метрологічними параметрами вимірювань лінійних розмірів субмікронного діапазону і масової частки елементів в складі досліджуваних об'єктів занесено в держреєстр України та Російської Федерації як засіб вимірювання.

Основні переваги та особливості пристрою:

- швидке з гарантованою точністю лінійне вимірювання об'єктів;
- визначення елементного складу об'єктів методом рентгенівського мікроаналізу з гарантованою точністю;
- висока якість електронно-оптичних зображень струмопровідних поверхонь та діелектричних поверхонь в режимах вторинних електронів та відбитих електронів;
- набір тестових зразків для калібрування і перевірки метрологічних параметрів, калібрування та перевірка системи мікроаналізу, набір еталонів для кількісного мікроаналізу;
- конструкція вакуумної камери, що забезпечує два робочих режими в камері об'єктів: високовакуумний (класичний РЕМ) та низьковакуумний регульований – для дослідження діелектричних об'єктів;
- електронно-оптична система з підвищеним рівнем захисту від зовнішніх електромагнітних полів;
- висока вібростійкість;
- об'єктна лінза з роздільними діафрагмами для диференційованого відкачування камери об'єктів та електронної гармати;
- керування вакуумною, електронно-оптичною, енерго-дисперсійною системами і механізмом переміщення об'єктів, а також візуалізацію та збереження зображень і результатів мікроаналізу на ПЕОМ;
- документування зображень та спектрів на принтері;
- відображення інформації про стан приладу на дисплеї комп'ютера.

Таблиця Б.1 – Технічні характеристики РЕМ – 106 И

Технічні характеристики	
Параметр	Значення
1	2
Роздільна здатність в режимі високого вакууму (ВЕ), нм	4
Роздільна здатність в режимі низького вакууму (ОЕ), нм	6
Максимальний розмір зображення, pixels	1280×960
Діапазон регулювання тиску в камері, Па	1 – 270
Діапазон прискорювальної напруги, кВ	0,5 – 30
Діапазон регульованого збільшення, x	15 – 300 000
Максимальний розмір об'єкта дослідження, мм	50
Діапазон переміщення об'єкта: По координатах x, y, мм По координаті z, мм - нахил, ° - поворот, °	±25 50 -20 ÷ 60 360
Час зміни зразка, хв.	5
Діапазон вимірювання лінійних розмірів, мкм	0,2 – 5000
Границі допустимої основної похибки вимірювань лінійних розмірів не більше: - в діапазоні від 0,2 мкм до 0,8 мкм, нм - в діапазоні від 5000 мкм, %	±40 ±4
Діапазон елементів, що аналізуються: - в режимі високого вакууму - в режимі низького вакууму	${}^5\text{B} - {}^{92}\text{U}$ ${}^{12}\text{Mg} - {}^{92}\text{U}$
Габаритні розміри (колонна зі стендом), мм, не більше: - довжина, мм - ширина, мм - висота, мм	1050 2100 1850
Напруга живлення (1 фаза), В	220
Частота, Гц	50/60

Продовження таблиці Б.1

1	2
Потужність, кВ×А	2,5
Роздільна здатність ЕРС, еВ	139
Маса, кг, не більше	685
<p>Границі допустимої відносної похибки вимірювань масової частки елемента в діапазоні від ${}^6\text{C}$ до ${}^{92}\text{U}$ в складі масивних зразків, не більше:</p> <ul style="list-style-type: none"> - для елементів з діапазоном масової частки більше 10 %, % ±4 - для елементів з діапазоном масової частки більше 1 до 10 %, % ±20 - для елементів з діапазоном масової частки більше 0,1 до 10 %, % ±50 	

Навчальне видання

**Архіпова Тетяна Федорівна
Осадчук Андрій Юрійович**

ПРИКЛАДНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

Навчальний посібник

Редактор В. Дружиніна
Коректор З. Поліщук

Оригінал-макет підготовлено Т. Архіповою

Підписано до друку
Формат 29,7 × 42¼ . Папір офсетний
Гарнітура Times New Roman.
Друк різнографічний. Ум. друк. арк.
Наклад прим. Зам. №

Вінницький національний технічний університет,
навчально-методичний відділ ВНТУ.
21021, м. Вінниця, Хмельницьке шосе, 95,
ВНТУ, ГНК, к. 2201.
Тел.(0432) 59-87-36.
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи
серія ДК № 3516 від 01.07.2009 р.

Віддруковано у Вінницькому національному технічному університеті
в комп'ютерному інформаційно-видавничому центрі.
21021, м. Вінниця, Хмельницьке шосе, 95,
ВНТУ, ГНК, к. 114.
Тел. (0432) 59-87-38.
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи
серія ДК № 3516 від 01.07.2009 р.

Міністерство освіти і науки України
Вінницький національний технічний університет

Т. Ф. Архіпова, А. Ю. Осадчук

ПРИКЛАДНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

Навчальний посібник

Вінниця
ВНТУ
2013