

УДК 537.533.35

Применение сканирующей электронной микроскопии в решении актуальных проблем материаловедения

Г.М. Зеер*, О.Ю. Фоменко, О.Н. Ледяева
Сибирский федеральный университет,
Россия 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79¹

Received 16.11.2009, received in revised form 7.12.2009, accepted 15.12.2009

Рассмотрены вопросы практического применения сканирующей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа для исследования материалов. Показаны возможности сканирующего электронного микроскопа JSM 7001F фирмы JEOL (Япония) с системой микроанализаторов фирмы Oxford Instruments (Великобритания) на примере диффузионных соединений разнородных материалов, серебряных электроконтактов и сплава на основе алюминия.

Ключевые слова: сканирующая электронная микроскопия, микроструктура, микрорентгеноспектральный анализ.

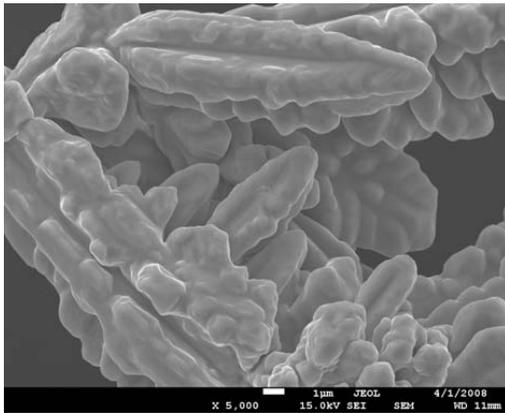
Методы сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) для анализа материалов нашли широкое применение в решении конкретных научных и технологических задач вследствие их высокой информативности и достоверности получаемых результатов исследования [1-2]. Известно, что физико-механические свойства материалов определяются их микроструктурой, которая зависит от электронного строения, химического состава и технологии их получения. У исследователей при изучении структурного состояния часто возникают методические трудности при выборе методов и методик исследований, типа прибора и т.д. [3-5]. СЭМ позволяет одновременно исследовать размеры и форму зерен, распределение зерен и фаз по размерам, определить состав фазы и распределение химических элементов по ее площади и по

площади исследуемого образца, химическую неоднородность по площади шлифа, а также получить изображение объекта в широком диапазоне увеличений во вторичных и отраженных электронах. Объектом исследования в СЭМ являются такие образцы, как шлиф, излом, порошки различной дисперсности, пленки, покрытия и т.п. (рис. 1, 2).

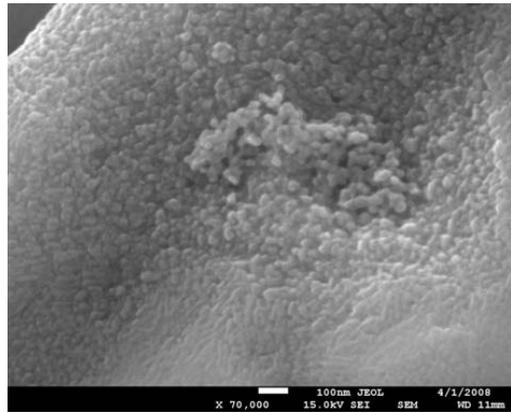
В данной работе исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе JSM 7001F фирмы JEOL (Япония) с системой микроанализаторов фирмы Oxford Instruments (Великобритания). Разрешение микроскопа до 1,2 нм при ускоряющем 30 кВ (изображение во вторичных электронах), ускоряющее напряжение – от 0,5 до 30 кВ, увеличение – от $\times 10$ до $\times 1\,000\,000$, ток пучка до 200 нА, элементный анализ – от В до U. Пробоподготовка исследуемых образцов про-

* Corresponding author E-mail address: g-zeer@mail.ru

¹ © Siberian Federal University. All rights reserved



а – x5 000



б – x70 000

Рис. 1. Форма и размеры порошка меди, x5000 (а); структура поверхности порошинки (б)

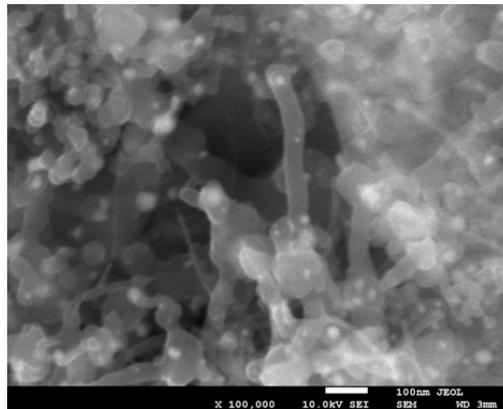


Рис. 2. Углеродные нанотрубки, увеличение – x100 000, (образец для исследований предоставлен Г.Н. Чуриловым)

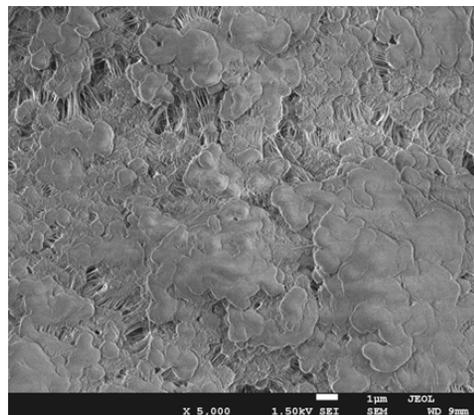


Рис. 3. Микроструктура полиэтилена, ускоряющее 1,5 кВ, увеличение – x5 000

водилась на комплексе оборудования фирм Jeol (Japan) и Gatan (USA). Результаты получают при использовании ряда специальных программ, таких как, например: качественного и количественного элементного анализа – INCA Point & ID, картирования – Mapping и QuantMap, количественного распределения фаз и включений – Feature.

Возможность работать на низких ускоряющих напряжениях (от 500 В) позволяет в некоторых случаях исследовать микроструктуру непроводящих образцов без нанесения токопроводящего покрытия (рис. 3).

На рис. 4, а приведена фрактограмма серебряного электроконтакта, в состав которого в качестве дугогасящей добавки входит нанодисперсный порошок ZnO в количестве 2,5 масс. %. После ионного травления (рис. 4, б) видно, что контакт имеет мелкозернистую структуру, размер пор не превышает 100 нм, отдельные равномерно распределенные в Ag-матрице белые частицы – зерна ZnO, что позволяет предположить наличие высоких эксплуатационных свойств электрических контактов данного состава.

Наличие детекторов вторичных и обратно рассеянных электронов позволяет получать следующие типы изображения: во вторичных, обратно рассеянных электронах, с использованием композиционного (зависит от номера химического элемента) и топографического (контраст от рельефа поверхности) контрастов. Например, микроструктура твердого сплава марки ВК8 (92 масс. % WC–8 масс. % Co), полученная с помощью композиционного контраста (рис. 5, а), позволяет определить наличие двух фаз – карбида вольфрама (очень светлые зерна) и прослойку более темного цвета, состоящую из кобальта. Топографический контраст подчеркивает рельеф поверхности образца: карбидные

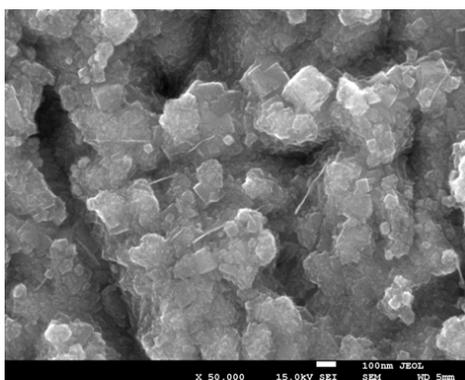
зерна, имеющие огранку, и кобальтовую прослойку (рис. 5, б).

Исследование микроструктуры образцов часто сопровождается микрорентгеноспектральным анализом, характерной особенностью которого является локальность – максимальная область возбуждения составляет 1 мкм. Рентгеноспектральный микроанализ в аналитическом комплексе JEOL JSM 7001F представлен рентгеновским спектрометром с дисперсией по энергии рентгеновских квантов (модель INCA Energy-350) и рентгеновским спектрометром с дисперсией по длине волны рентгеновского излучения (модель INCA Wave-500). Данные микрорентгеноспектрального анализа можно оформить в виде стандартных протоколов, состоящих из снимка микроструктуры исследуемой области образца, таблицы данных в весовом или атомарном соотношении, спектров и гистограмм.

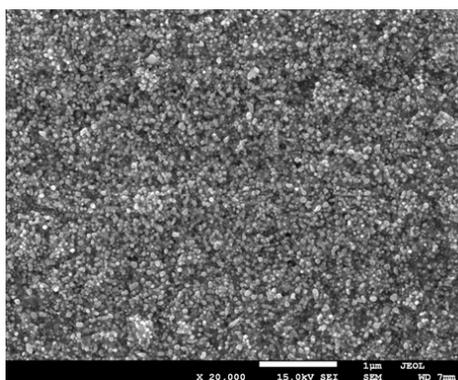
Энергодисперсионный спектрометр позволяет выполнять количественный рентгеновский микроанализ с выбором анализируемой области: в точке (рис. 6, а), по площади, по линии (с заданным шагом получения спектров), получать карты распределения элементов по площади и профили вдоль заданной линии (рис. 6, б).

На образцах алюминия, легированного лантаном и церием, полученных в различных условиях кристаллизации, была исследована микроструктура и элементный состав фаз. Количественный элементный состав двух точечных спектров позволил установить, что светлая фаза состоит из алюминия (44,89 масс. %), лантана (20,43 масс. %) и церия (34,69 масс. %), темная – из алюминия (100 масс. %). Спектр, полученный в точке 2, приведен на рис. 7.

Для подтверждения элементного состава фаз было проведено картирование (рис. 8). Если наложить карты распределения химиче-

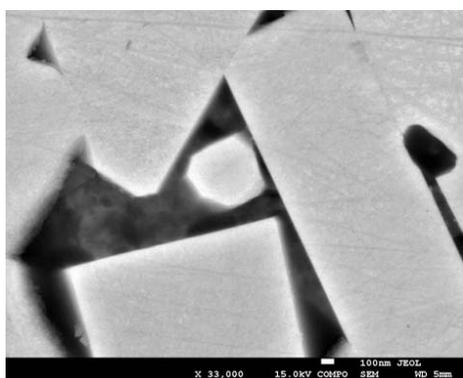


а

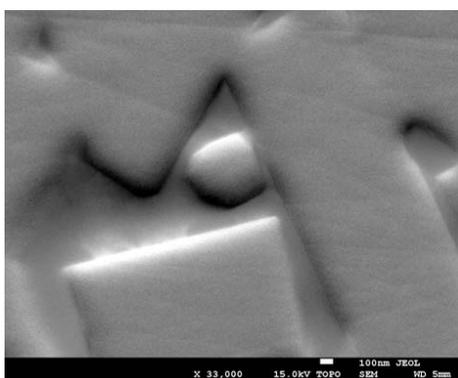


б

Рис. 4. Электроконтакт состава Ag-ZnO: а – фрактограмма, увеличение – $\times 50\,000$; б – микроструктура после ионного травления, увеличение – $\times 20\,000$

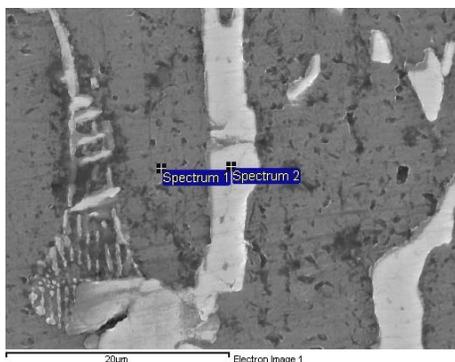


а

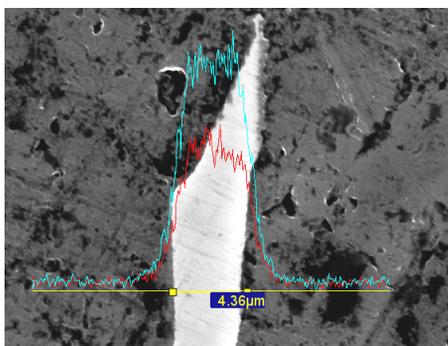


б

Рис. 5. Микроструктура сплава BK8, увеличение – $\times 33\,000$, с различными типами контраста: а – композиционный; б – топографический



а



б

Рис. 6. Энергодисперсионный микрорентгеноспектральный анализ образцов состава Al-La-Ce, увеличение – $\times 3\,000$: а – количественный микроанализ в точке; б – профиль распределения La и Ce по линии

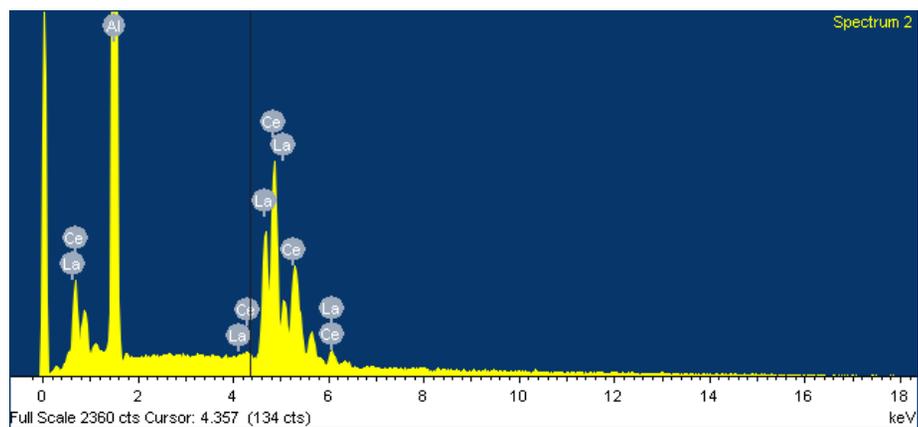


Рис. 7. Общий вид линий рентгеновского спектра, показывающих наличие элементов в точке 2

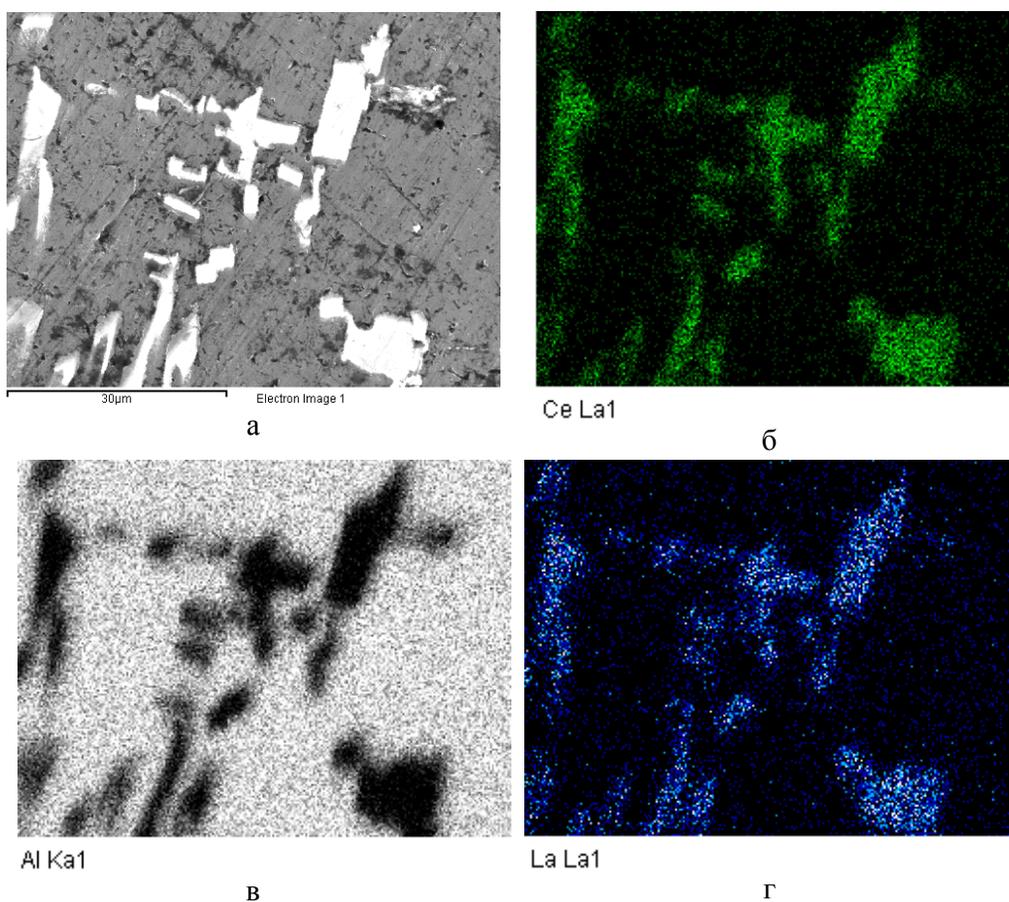


Рис. 8. Изображение во вторичных электронах (а); картирование на этом участке по La (б), Al (в), Ce (г)

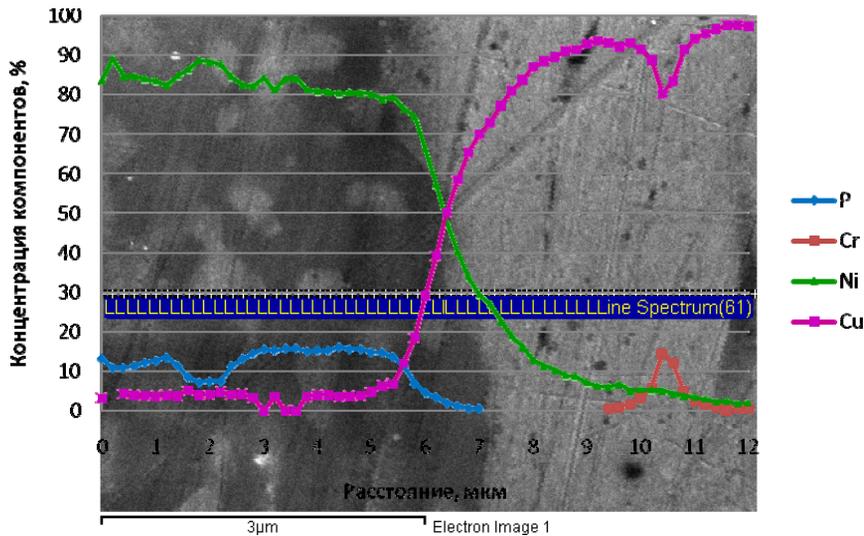


Рис. 9. Распределение элементов в диффузионной зоне, совмещенное с микроструктурой образца, полученного диффузионной сваркой меди М1 и бронзы БрХ08 через прослойку Ni-P (увеличение – $\times 20\,000$)

ских элементов (рис. 8, б–г) на микроструктуру (рис. 8, а), то получим, что светлые зерна состоят из трех элементов Al, La, Ce, темные – только из Al.

Данные микрорентгеноспектрального анализа можно экспортировать в специальные программы для обработки, например, Microsoft Office Excel для представления их в графическом виде. Выполнив микрорентгеноспектральный анализ, например, переходной зоны образца, полученного диффузионной сваркой бронзы БрХ08 и меди М1 с электрохимическим покрытием состава Ni-P, можно построить распределение элементов в переходной зоне (рис. 9).

При исследовании микроструктуры диффузионного соединения дефектов в виде пор, трещин выявлено не было, следовательно, с учетом ширины диффузионного соединения (4 мкм) можно сделать вывод о качестве данного соединения. Далее, по методу Матано, используя полученные концентрационные кривые, можно рассчитать коэффициенты взаимной диффузии меди, никеля и фосфора

в медь и бронзу при температуре диффузионной сварки (1000 К – для образцов данного состава).

Волнодисперсионный спектрометр INCA Wave-500 позволяет решать те же задачи, что и энергодисперсионный. Преимуществом волнового спектрометра является более высокое разрешение по линиям рентгеновского спектра. Например, кремний в присутствии большого количества вольфрама энергодисперсионный спектрометр не разрешит, в таком образце следует определять эту пару элементов волнодисперсионным спектрометром. К недостаткам волнодисперсионного спектрометра можно отнести относительно низкую скорость набора спектра, при этом он набирает спектры химических элементов последовательно, тогда как энергодисперсионный одновременно может анализировать до 50 элементов и сразу отражать весь найденный спектр, поэтому он удобен для экспресс-анализа. Программа ENERGY+ позволяет совместно работать энергодисперсионному и волнодисперсионному спектрометрам как

единой системе, что увеличивает точность и производительность анализов.

Таким образом, показаны возможности сканирующей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа, заключающиеся в методах исследования микроструктуры материалов, определении количественного элементного состава и построении карт распределения элементов на примере аналитического комплекса, состоящего из сканирующего электронного ми-

кроскопа JSM 7001F фирмы JEOL (Япония) и спектрометров фирмы Oxford Instruments (Великобритания).

Все электронно-микроскопические исследования, представленные в данной работе, проведены в лаборатории электронной микроскопии Центра коллективного пользования Сибирского федерального университета при частичной финансовой поддержке НИР № 1.3.09, проводимой по заданию Федерального агентства по образованию.

Список литературы

1. Гоулдстейн, Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2 т. / Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин и др. – М.: Мир, 1984.
2. Weilie Zhou. Scanning Microscopy for Nanotechnology (Techniques and Applications). / Weilie Zhou (Ed.) Zhong Lin Wang (Ed.) Springer. 2006. 522 p.
3. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Брандон, У. Каплан. – М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
4. Криштал, М.М. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения / М.М. Криштал, И.С. Ясников, В.И. Полунин и др. – М.: Техносфера, 2009. – 208 с.
5. Быков, Ю. А. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный анализ. Аппаратура, принцип работы, применение / Ю. А. Быков, С. Д. Карпухин, М. К. Бойченко и др. Электр. дан. М.: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2003. Режим доступа: <http://lab.bmstu.ru/rem/index/htm>

Application of Scanning Electron Microscopy in Material Science

**Galina M. Zeer, Oksana Yu. Fomenko
and Olga N. Ledyeva**
*Siberian Federal University,
79 Svobodny, Krasnoyarsk, 660041 Russia*

Some aspects of application of scanning electron microscopy and X-ray microanalysis to study materials were considered. Capabilities of JSM 7001F scanning electron microscope of JEOL Company with a set of Oxford Instruments (UK) microanalyzers were demonstrated using diffusive compositions of heterogeneous compounds, silver electrical contacts as well as an aluminum alloy.

Keywords: scanning electron microscopy, microstructure, X-ray microanalysis.