

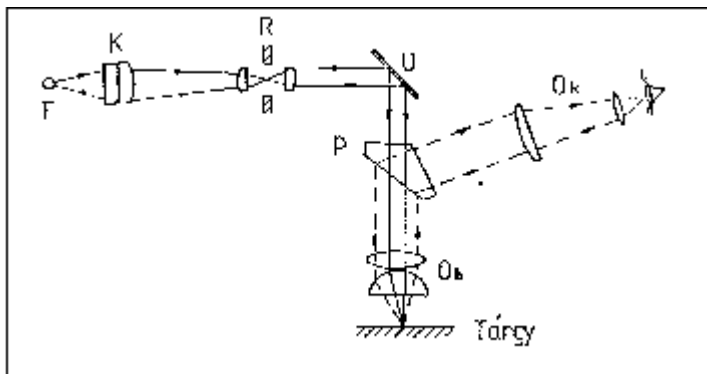
# FÉMEK MIKROSKÓPOS VIZSGÁLATA

Fémek, és más nem átlátszó minták felületének vizsgálata visszavert fényben történik.

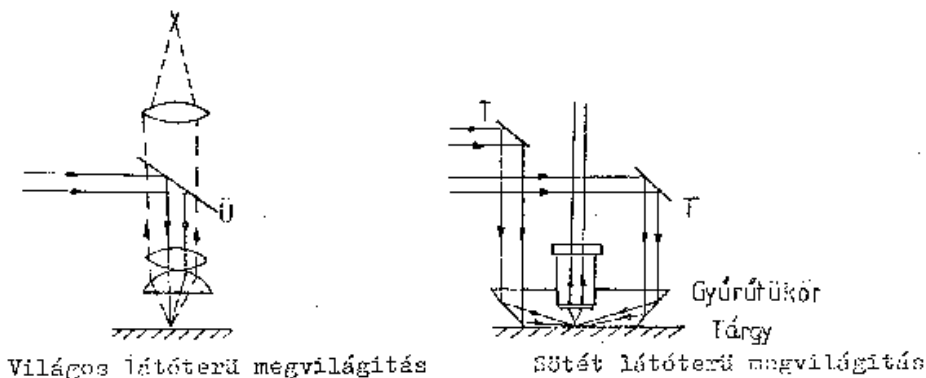
## A mikroszkópok felépítése

A mikroszkóp két lencserendszerből áll: a tárgyhoz közelebb esőt tárgylencsének (objektív), a megfigyelő felé esőt szemlencsének (okulár) nevezzük.

A fémmikroszkóp elvi felépítése a következő:



Az **F** fényforrásból kiinduló fénysugár először egy **K** kondenzor lencsén halad át. Az így közel párhuzamossá vált nyalábot egy tükör (**Ü**) fordítja be a mikroszkóp optikai tengelyébe, a **P** prizma párhuzamos oldalain és az objektívén (**Ob**) keresztül megvilágítja a mintát. A visszavert fény az objektív után a prizmán úgy törik meg, hogy a nyaláb a szemlencsébe (**Ok**) jut és alkot képet.



Az objektívön keresztüli megvilágítás azért szükséges, mert a tárgylencse már kis nagyítások esetén is olyan közel van a tárgyhoz, hogy külső lámpa nem tudná egyenletesen megvilágítani.

A sötét látóterű megvilágítás esetén a fény nem merőlegesen esik a tárgyra, hanem egy gyűrű alakú tükör azt ferdén vetíti a oda. Ezáltal az anyag felületén lévő mélyedések jobban láthatóak. Mivel fémekből átlátszó preparátumokat nem lehet készíteni, mikroszkópi vizsgálatuk áteső fénnel nem végezhető el. A használatos fémmikroszkópok többsége Le Chatelier rendszerű, vagy fordított mikroszkóp. A tárgy a függőleges tengelyű objektív lencserendszer fölött vízszintes síkban fekszik.

### **Alapfogalmak**

**Az össznagyítást** egyszerűen számolhatjuk ki: megszorozzuk az objektív nagyítását (ami lényegében a közbenső kép nagyítása) az okulár szemlencsájének lupenagyításával. Ez vonalas (lineáris) érték, ami azt mutatja, hogy a mikroszkóp egy adott tárgykiterjedést, például 10 mikrométert hányszorosára nagyít meg.

Az okulár által felnagyított közbenső képet az ideghártya csak akkor tudja feloldani, ha legalább 2' látószöggel érkezik, a retinán kirajzolódott kép 0,15 mm-nél (150 mikrométernél) nem kisebb kiterjedésű. Hiba lenne azonban azt gondolni, hogy az objektív nagyítását nagyon erős okulárral tetszés szerint lehet növelni. Az objektív mindent eldöntő feloldóképességét ily módon javítani nem lehet, és hasznos kép helyett csak egy elmosódott foltot látunk, a nagyítás üres lesz. A hasznos nagyítás a szem és az objektív felbontóképességének hányadosa. További nagyítással a tárgyról már újabb információkat nem kapunk. Emiatt az optikai mikroszkópokat legfeljebb 2000-szeres nagyításúra készítik.

**Felbontóképesség (d)** alatt azt a legkisebb tárgytávolságot értjük, aminek végpontjait már külön pontként képezi le az optikai rendszer.

$$d = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \alpha} = \frac{\lambda}{2A}$$

ahol  $\lambda$  a megvilágító fény hullámhossza,  $n$  a tárgy és az objektív közötti ún. immerziós közeg törésmutatója,  $\alpha$  az objektívbe még bejutó, legszélső fénysugarak alkotta kúp félszöge. Az  $n \cdot \sin \alpha$  szorzatot **numerikus apertúrának (A vagy NA)** is nevezik. Az **immerziós közeg** leggyakrabban cédrusolaj ( törésmutatója 1,52, nagyon közel áll az üvegéhez). Ebből egy cseppet a mintára helyezünk, majd az objektívet addig közelítjük, míg a folyadék felhúzódik a lencsére, így a fény levegő-üveg átmenet nélkül jut az objektívbe, nem szenved nagy törésmutató-ugrást és nő a felbontóképesség. A mikroszkóp felbontóképessége tehát csak az objektívtől függ, nagyítása az objektív és az okulár rendszer nagyításainak szorzata. Hasonló a helyzet, ha a mikroszkópi képet fényképezési vagy számítástechnikai úton nagyítjuk tovább; a felbontás nem javul, de a kép archiválása, feldolgozása sok új információval szolgálhat.

**A mélységélesség** az a távolság-különbség, amelyen belül a kép élessége érdemben még nem romlik. Az optikai mikroszkópoknál a nagyítás növelésével 1  $\mu\text{m}$

nagyságrendig csökken ( ez az alapvető oka annak, hogy csak sík minták vizsgálhatók, és hogy nagyobb nagyításokhoz gyengébben maratott mintafelületek szükségesek). A nagyítás növelésével a kapott kép kontrasztossága is csökken.

*Azt, hogy adott objektív mellett milyen erős okulárral érdemes dolgozni, a már ismert feloldásképlet segítségével ki lehet számítani. A hasznos nagyítás egyenlő a minimális ideghártyakép-kiterjedés (150 mikrométer) és adott objektívapertúrával elérhető optimális feloldásérték (d) hányadosával.*

*Ha a szemünk által legjobban érzékelhető 550 nanométer (0,55 mikrométer) hullámhosszúságú fényvel számolunk, akkor a hasznos nagyítás:*

$$N = \frac{150}{0,55/2A} = 2A \cdot 150/0,55 = 545A$$

*tehát a használt objektív apertúrájának mintegy 500-szorosa. Ezek szerint egy 20:1/0,65-ös apokromáttal olyan okulárt érdemes használni, amelyikkel 500 0,65 = 325-szörös nagyítást érhetünk el. Ez 325:20 = 16,25, tehát egy 16 x-os okulár. Ezzel az ún. legkisebb hasznos nagyítás határán dolgozhatunk. Mivel vannak, akik csak nagyobb látószög, 3-4' érték mellett tudnak feloldani, esetleg növelni lehet az okulár értékét. Erre azonban inkább csak erősebb objektívek esetében lehet szükség. Az előbbi határ kétszerese (azaz 1000 A) a legnagyobb hasznos nagyítás, e fölött már az említett üres nagyítás következik. Ezen a területen csak akkor érdemes dolgozni, ha részecskét kell számolni. Ilyenkor nem számít, hogy a kép kontrasztossága rossz, előnyösebb, ha a részecskék között minél nagyobb a távolság.*

*A tárgylencsék mélységélessége nagyjából fordítva arányos a numerikus apertúra négyzetével. A gyakorlat számára nagyon hasznosak az alábbi táblázatban összefoglalt mélységélességi adatok, különösen mikroszkópos fényképezéskor, vastagabb tárgyak esetében.*

Objektív nagyítás/apertúra	Mélységélesség , $\mu$ m
8/0,20	23,9 - 15,4
10/0,30	10,6-6,9
20/0,40	6,0-3,9
40/0,65	2,3-1,5
90/1,25	0,9-0,6

### **Képképző elemek**

A mikroszkópi kép előállításának két fő eszköze a tárgylencse és a szemlencse. Mindkettő több elemi lencséből összeállított (ragasztott) lencserendszer. A képminőség javítására, a látás kényelmesebbé tételére még néhány egyéb optikai elemet (prizmát, planparallel lemezt, blendét) is tartalmazhat egy átlagos mikroszkóp, de bővebben csak a két lencserendszerrel foglalkozunk.

**Tárgylencse (objektív):** Az összetett mikroszkóp első, a reális közbenső képet létrehozó eleme az objektív. Feladata, hogy a viszonylag kicsi tárgyról nagy nyílású sugarakkal alkotson képet. Ez mindig leképezési hibákkal jár. A két alapvető hibatípus a kromatikus és a szférikus aberráció. Előbbi oka az, hogy a vastag lencsék nem egy síkban képezik le a tengely közelében és az attól távolabb haladó fénysugarakat. Kromatikus hiba a fehér fényel történő megvilágítás esetén következik be. Az üveg törésmutatója függ a fény hullámhosszától, így a különböző színű fényösszetevőket a lencse különböző helyekre képezi le. Mindkét hiba részben vagy egészben korrigálható lencserendszerek alkalmazásával.

A látható tartomány két hullámhosszára korrigált lencserendszerek az ún. **akromát** objektívek, ha három pontra történik a korrigálás, **apokromát** lencsét kapunk. Ha a képmező-elhajlást úgy sikerül kompenzálni, hogy a kép egy síkban fekszik, **plánakromát** vagy **plánapokromát** objektívről beszélünk. Jelölésük pl.: 40/0,65, ahol az első szám a nagyítás a második az apertúra.

**Szemlencse (okulár)** A mikroszkóp használatától függően kétféle feladata lehet. Vizuális megfigyelés esetén az objektív által előállított valódi képről alkot egy tovább nagyított virtuális képet. Ha felvételt készítünk, más okulárral valódi képet kell kapjunk a film síkjában. Az okulár konstrukciójába az is belefér, hogy korrigálja az objektív megmaradt leképezési hibáit. Javítható a színnagyítási hiba és különösen fényképezésnél fontos az objektív okozta képmező-elhajlás ellensúlyozása.

### ***A mikroszkópi minták előkészítése***

A vizsgálathoz a próbadarabon nagyon sima, síkfelületet kell kialakítanunk, mivel a nagy nagyítás igen kicsi mélységélességgel párosul. Ehhez először öt-hat féle, egyre finomabb csiszolópapíron simítjuk a felületet. A csiszoló anyag általában korund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), vagy szilíciumkarbid ( $\text{SiC}$ ). Ügyelni kell arra, hogy mielőtt a finomabb szemcsenagyságú papíron folytatnánk a csiszolást, a próbatestet alaposan meg kell tisztítani, nehogy durvább csiszoló szemcse kerüljön tovább vele. Minden papírfokozaton addig kell csiszolni, amíg az előző durvább szemcséjű papírral létesített karcok, és ezzel a durvább képlékeny deformáció rétege teljesen el nem tűnik. A legfinomabb papíron is készre csiszolt mintafelületet az eltorzult felületi réteg eltávolítása céljából fényesítjük (polírozzuk). Ezt általában finom posztóval bevont forgó korongon végezzük, amelyre vízben szuszpendált finom szemcséjű timföldet ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) öntünk. A jó fényesítés után a minta felületén, mikroszkópon keresztül sem látható karcolás, vagy felületi elkenődés.

A fényesítés elektrolitosan is végezhető. A próbatestet anódként kapcsolva, megfelelő elektrolit, áramsűrűség, hőmérséklet, idő betartásával főleg homogén szilárd oldatos anyagokat lehet jól előkészíteni. A készre fényesített minta tisztítását alkoholos mosással fejezzük be.

Az így előkészített minta mikroszkópon vizsgálva általában síktükörként viselkedik. Ilyen állapotban vizsgálhatók a repedések, üregek, nemfémes zárványok (pl. oxidok, szulfidok), és az egymástól eltérő színű fázisok.

A legtöbb anyagnál a fázishatárok és a krisztallithatárok láthatóvá tétele maratással történik. Ezt a minta anyagát oldó, vagy az egyes fázisokat színező oldatokban végezzük. Heterogén, azaz többfázisú ötvözetekben általában az egyik fázis erősebben oldódik, sötétebbnek látszik. Homogén ötvözetekben a marószert vagy a krisztallitok határvonalát támadja meg, és ott „árkot” old, vagy úgy kezdi oldani a krisztallitok anyagát, hogy sok, de apró méretű „lépcsőt” hoz létre a felületeken. Ezek egymással párhuzamos, alacsony Miller- indexű síkok, a rájuk eső fényt is ennek megfelelően adott irányban tükrözik (ferde, változó irányú megvilágítás alkalmazása!). Ezért az így maródott homogén minta krisztallitjai különböző árnyalatúaknak látszanak (a jelenség neve diszlokált reflexió). Ezzel az eljárással mikroszkópon látható nagyságú gödröket, ún. maratási idomokat is létre lehet hozni. Geometriájukból a krisztallit orientációja is meghatározható.

Kisebb minta méretnél – elektronikai eszközöknél ez a gyakori eset - a kezelhetőség érdekében a mintát gyorsan szilárduló műgyantába szokás ágyazni.

### ***Mikroszkópos vizsgálatokból nyerhető információk.***

Fényesített mintán vizsgálhatók a repedések, üregek, zárványok, önálló színű fázisok alak, méret és eloszlási viszonyai, valamint mennyiségük a teljes térfogathoz képest. Maratáskor domborzat (árok, lépcső képződés), vagy szín szerint elkülönülnek egymástól az egyes fázisok, szövetelemek. A szilárdsági, villamos és mágneses jellemzők függenek ezek mennyiségétől, alakjától, elhelyezkedésétől. Minősítésük kvalitatív és kvantitatív mikroszkópos feladat. A dokumentálás igénye miatt általában mikrofelvetelek készítése is szükséges.