

3. BADANIA MATERIAŁÓW PRZY UŻYCIU MIKROSKOPU ŚWIETLNEGO

Opracował: dr inż. Jerzy Krawiarz

Najprostszym sposobem badania materiałów, opisanym w poprzednim rozdziale, jest obserwacja ich okiem nieuzbrojonym. Ilość dostrzeganych szczegółów struktury materiału, zwanej wtedy makrostrukturą, zwiększa się w miarę przybliżania badanego obiektu do oka dzięki temu, że jest on obserwowany przy coraz większym kącie jego widzenia. Dzieje się tak jednak tylko do momentu, kiedy obiekt znajdzie się w tzw. odległości dobrego widzenia. Dla normalnego (miarowego) oka odległość ta wynosi 250 mm.

Osiągnięcie wyraźnych i ostrych a jednocześnie bogatszych w szczegóły obrazów obiektów oglądanych z odległości znacznie mniejszej niż 250 mm staje się możliwe dopiero wtedy, gdy pomiędzy nimi a okiem umieści się lupę. Zasadę działania lupy, najprostszego przyrządu optycznego do wspomagania oka w badaniach materiałowych makroskopowych (nazywanej niekiedy mikroskopem prostym), zilustrowano na rys. 3.1.

Iloraz tangensów kątów ω' i ω pod jakimi oko widzi badany obiekt, przy wspomaganie przez przyrząd optyczny (rys. 3.1a,b) i bez tego wspomaganie (rys. 3.1c), nosi nazwę powiększenia wizualnego (P_w):

$$P_w = \frac{tg\omega'}{tg\omega} \quad (3.1)$$

Jeżeli tym przyrządem jest lupa ze schematu na rys. 3.1a, to osiągnięte dzięki niej powiększenie, tzw. wizualne, określone jest następującą zależnością:

$$P_w = -\frac{(f'-a')a_s}{(e-a')f'} \quad (3.2)$$

gdzie: f' – ogniskowa obrazowa lupy,

a' – odległość od lupy do utworzonego przez nią powiększonego, prostego, pozornego obrazu A'B' obiektu AB,

e – odległość między lupą a okiem,

a_s – odległość dobrego widzenia oka.

W szczególnie ważnym przypadku, kiedy obiekt AB znajduje się w ognisku przedmiotowym (F) lupy (rys. 3.1b), wzór (3.2) przyjmuje postać:

$$P_w = -\frac{a_s}{f'} \quad (3.3)$$

ponieważ wtedy $a' = \infty$.

Umownie przyjmuje się, że $a_s = -250$ mm, stąd powiększenie lupy (P_L), zwane również jej powiększeniem znamionowym (lub handlowym) określone jest wzorem:

$$P_L = \frac{250}{f'} \quad (3.4)$$

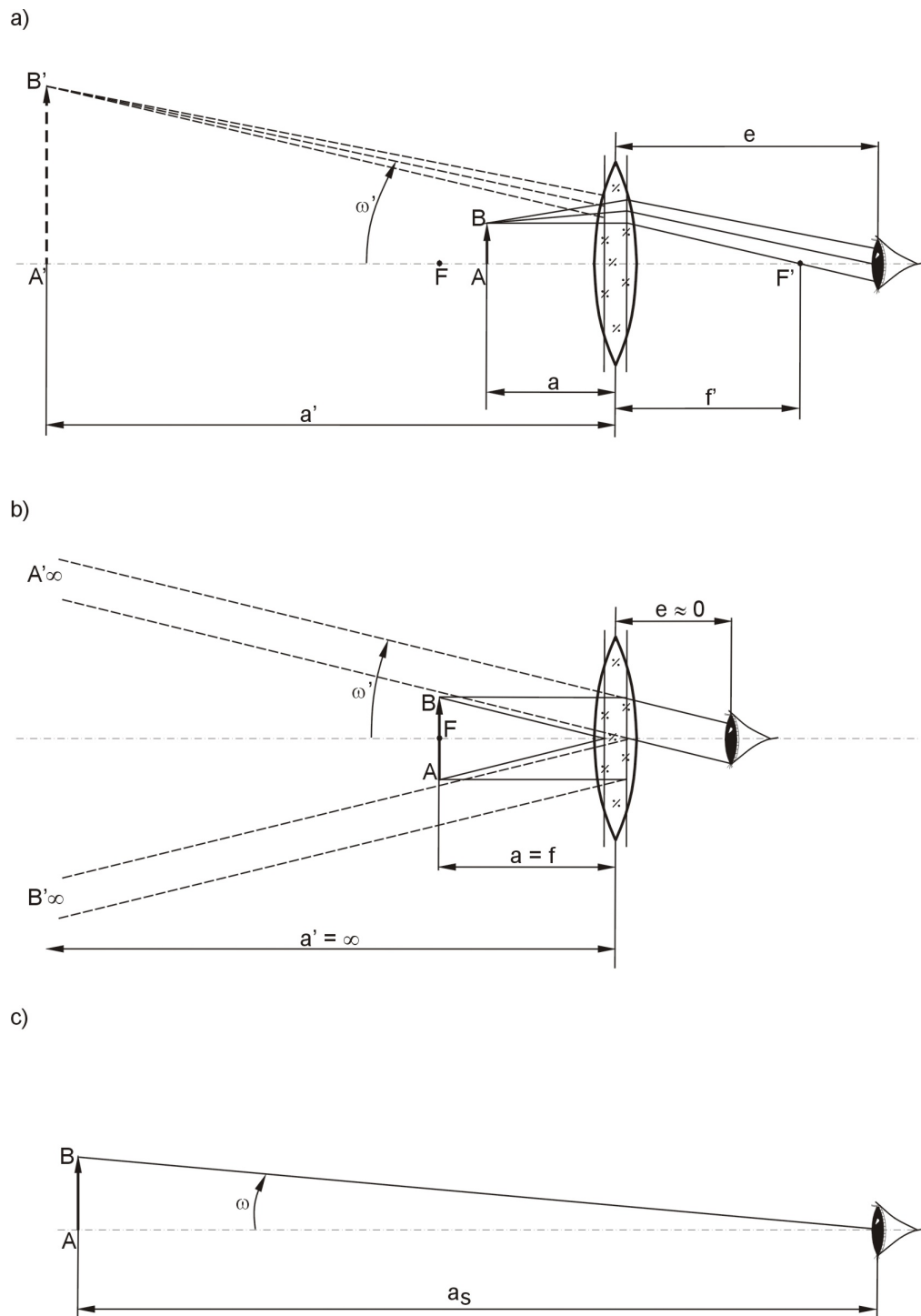
Wielkość tego powiększenia jest zazwyczaj wygrawerowana na oprawie lupy.

Najlepsze lupy, które ze względu na konieczność skorygowania aberracji sferycznej, chromatycznej, komy i astygmatyzmu są układami wielosoczewkowymi, dysponują maksymalnym powiększeniem dochodzącym do 40x.

Instrumentem optycznym bardziej złożonym, który pozwala przejść od badań w skali makro do badań przy maksymalnych powiększeniach użytecznych do około 2000x, jest mikroskop świetlny. Skala powiększeń osiągnięta przy jego użyciu nazywana jest dlatego skalą mikro, a obserwowana przy tej skali powiększenia struktura – mikrostrukturą.

Zasadniczym celem badań materiałów, prowadzonych techniką mikroskopii świetlnej jest jakościowa i ilościowa analiza ich mikrostruktury. Zasadniczym celem badań materiałów

prowadzonych techniką mikroskopii świetlnej jest jakościowa i ilościowa analiza ich mikrostruktury.



Rys. 3.1. Zasada działania lupy, gdy obiekt AB znajduje się pomiędzy ogniskiem przedmiotowym (F) i lupą (a) lub w ognisku przedmiotowym lupy (b) oraz porównanie kątów widzenia pod jakimi widzi go oko wspomaganie lupą (ω') – rys. a, b oraz bez tego wspomaganie (ω) – rys. c.

Pozostałe oznaczenia na rysunku:

f' – ogniskowa obrazowa, f – ogniskowa przedmiotowa, a' – odległość od lupy do tworzonoego przez nią powiększonego, prostego obrazu pozornego $A'B'$ obserwowanego obiektu AB , e – odległość pomiędzy okiem a lupą, a – odległość pomiędzy obiektem AB a lupą, a_s – odległość dobrego widzenia, F' – ognisko obrazowe

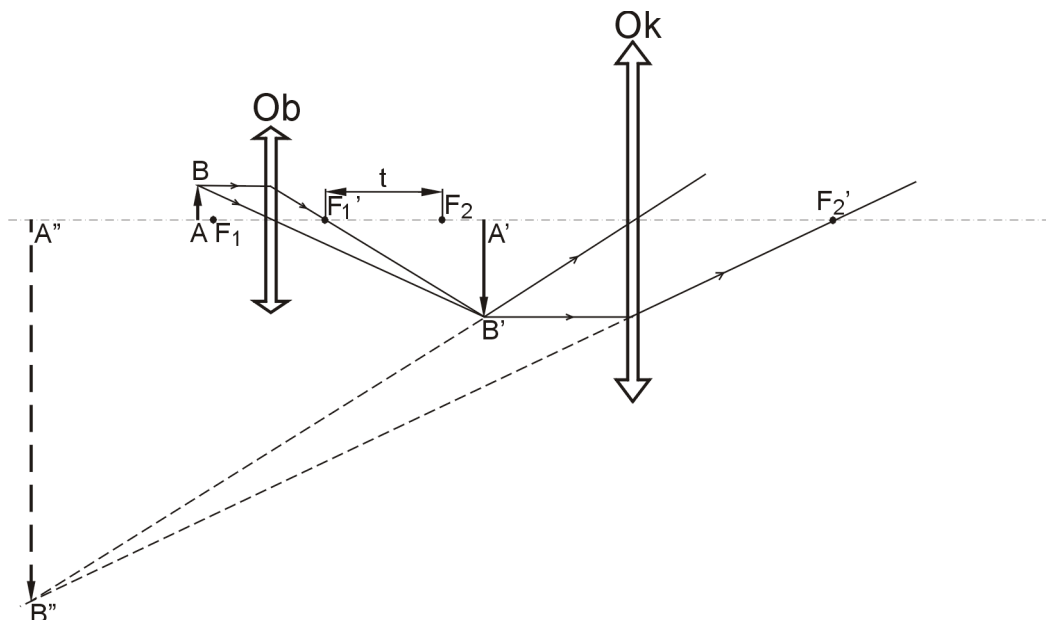
Zmierza ona przede wszystkim do identyfikacji tworzących ją faz oraz ustalenia rodzaju, ilości, wielkości, rozmieszczenia i morfologii powstałych z nich składników strukturalnych. Badania tą techniką umożliwiają między innymi:

- określenie kształtu oraz pomiar wielkości ziarn materiałów polikrystalicznych, zarówno jedno jak i wielofazowych,
- ujawnienie wad mikrostruktury, w postaci mikropęknięć, mikroporowatości, niejednorodności strukturalnych związanych z mikrosegregacją składu chemicznego,
- ujawnienie i pomiar grubości warstw powierzchniowych o zmienionej strukturze, będącej zamierzonym lub ubocznym skutkiem procesów technologicznych itp.

Przeznaczenie skryptu skłania do omówienia w tym rozdziale podstaw teoretycznych mikroskopii świetlnej i zasad praktycznego jej wykorzystania, których znajomość jest niezbędna do prawidłowego posługiwania się tą techniką w badaniach materiałowych.

3.1. Zasada działania mikroskopu świetlnego

Znany z działu fizyki, zwanego optyką geometryczną, schemat biegu promieni w mikroskopie świetlnym, ilustrujący zasadę jego działania, przedstawiono na rys. 3.2.



Rys. 3.2 Zasada działania mikroskopu świetlnego: obiektyw (Ob), przed którego ogniskiem przedmiotowym (F_1) umieszczony jest obiekt obserwacji AB, tworzy jego powiększony, odwrócony, rzeczywisty obraz pośredni A'B'; obraz ten jest z kolei powiększany przez okularz (Ok), pełniący w stosunku do niego rolę lupy.

Pozostałe oznaczenia na rysunku:

A''B'' – końcowy obraz mikroskopowy obiektu AB, F_1 – ognisko obrazowe obiektywu, F_2 i F_2' – odpowiednio ognisko przedmiotowe i obrazowe okularu, t – długość optyczna tubusu mikroskopowego

Ze schematu tego wynika co następuje:

- mikroskop świetlny jest instrumentem optycznym złożonym, którego zdolność do tworzenia powiększonego obrazu A''B'' obserwowanego obiektu AB jest efektem składowych działań powiększających dwóch zasadniczych jego części – obiektywu (Ob) i okularu (Ok),
- obraz końcowy A''B'' obiektu obserwacji AB powstaje dwustopniowo w taki sposób, że najpierw obiektyw (Ob) tworzy rzeczywisty, powiększony i odwrócony obraz pośredni A'B', który z kolei jest powiększany przez okularz (Ok),

- okular usytuowany jest względem obrazu pośredniego w taki sposób, aby mógł pełnić w stosunku do niego rolę lupy,
- obraz końcowy A"B" jest zatem pozornym, powiększonym i prostym w stosunku do obrazu pośredniego A'B', ale odwróconym względem obiektu AB,
- w obrazie końcowym A"B" nie mogą pojawić się szczegóły obiektu, których nie było wcześniej w jego obrazie pośrednim A'B' (utworzonym przez obiektyw), dlatego za najważniejszą część składową każdego mikroskopu należy uznać będący na jego wyposażeniu komplet obiektywów,
- ponieważ dodatkowo obiektywy mają z reguły największy udział w koszcie mikroskopu, wymagają one szczególnej ostrożności w posługiwaniu się nimi przy obsłudze mikroskopu, tak aby dbać o stan ich czystości i uniknąć uszkodzeń mechanicznych.

3.2. Układy optyczne i rozwiązania konstrukcyjne mikroskopów

Analiza schematu zasady działania mikroskopu świetlnego, pokazanego na rys. 3.2, pozwala łatwo wykazać, że powiększenie obrazu pośredniego A'B' będzie tym większe im odległość obiektu od ogniska przedmiotowego (F_1) obiektywu (O_b) będzie mniejsza. Z powyższego wynika możliwość przyjęcia następujących wariantów rozwiązań konstrukcyjnych mikroskopów świetlnych:

- płaszczyzna przedmiotowa mikroskopu znajduje się tuż przed ogniskiem przedmiotowym (F_1) obiektywu,
- płaszczyzna przedmiotowa mikroskopu znajduje się dokładnie w tym ognisku.

Przyjęcie pierwszego wariantu założeń skutkuje koniecznością zastosowania rozwiązania konstrukcyjnego układu optycznego mikroskopu z obiektywami korygowanymi na skończoną długość tubusu.

Drugi wariant założeń stanowi punkt wyjścia do konstruowania układów optycznych mikroskopów z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu.

3.2.1. Zasada działania i schemat konstrukcyjny mikroskopu z obiektywami korygowanymi na skończoną długość tubusu

Zasadę działania mikroskopu z takimi obiektywami i schemat konstrukcyjny jego rozwiązania przedstawiono na **rys. 3.3**. Na tym rysunku naniesiono również oznaczenia najważniejszych parametrów konstrukcyjnych tego typu mikroskopów. Najbardziej charakterystyczna dla nich cecha konstrukcyjna, skończona długość optyczna tubusu, mieści się zwykle w zakresie od 150 do 200 mm, w zależności od powiększenia stosowanego obiektywu. Obiektyw i okular mikroskopu zestawione są przy tym z reguły w taki sposób, że położenie tworzonego przez obiektyw obrazu pośredniego A'B' obiektu AB wypada dokładnie w ognisku przedmiotowym okularu (F_{Ok}). Dzięki temu miarowe oko widzi obraz końcowy A"B" w nieskończoności, przy zwolnionej akomodacji. Pozostałymi istotnymi parametrami konstrukcyjnymi mikroskopu z rys. 3.3 są:

- t_m (mechaniczna długość tubusu),
- l_{po} (odległość pomiędzy obrazem pośrednim a obiektem).

Dla danego mikroskopu t_m i l_{po} są wielkościami stałymi, które narzucają z kolei wymagania dotyczące:

- l_{ob} (długość obiektywu, wynikająca z odległości pomiędzy jego płaszczyzną przedmiotową π i płaszczyzną oporową π_{Ob}),
- l_{Ok} (długość okularu, wynikająca z odległości pomiędzy płaszczyzną π okularu π_{Ok} , a jego ogniskiem przedmiotowym F_{Ok}).

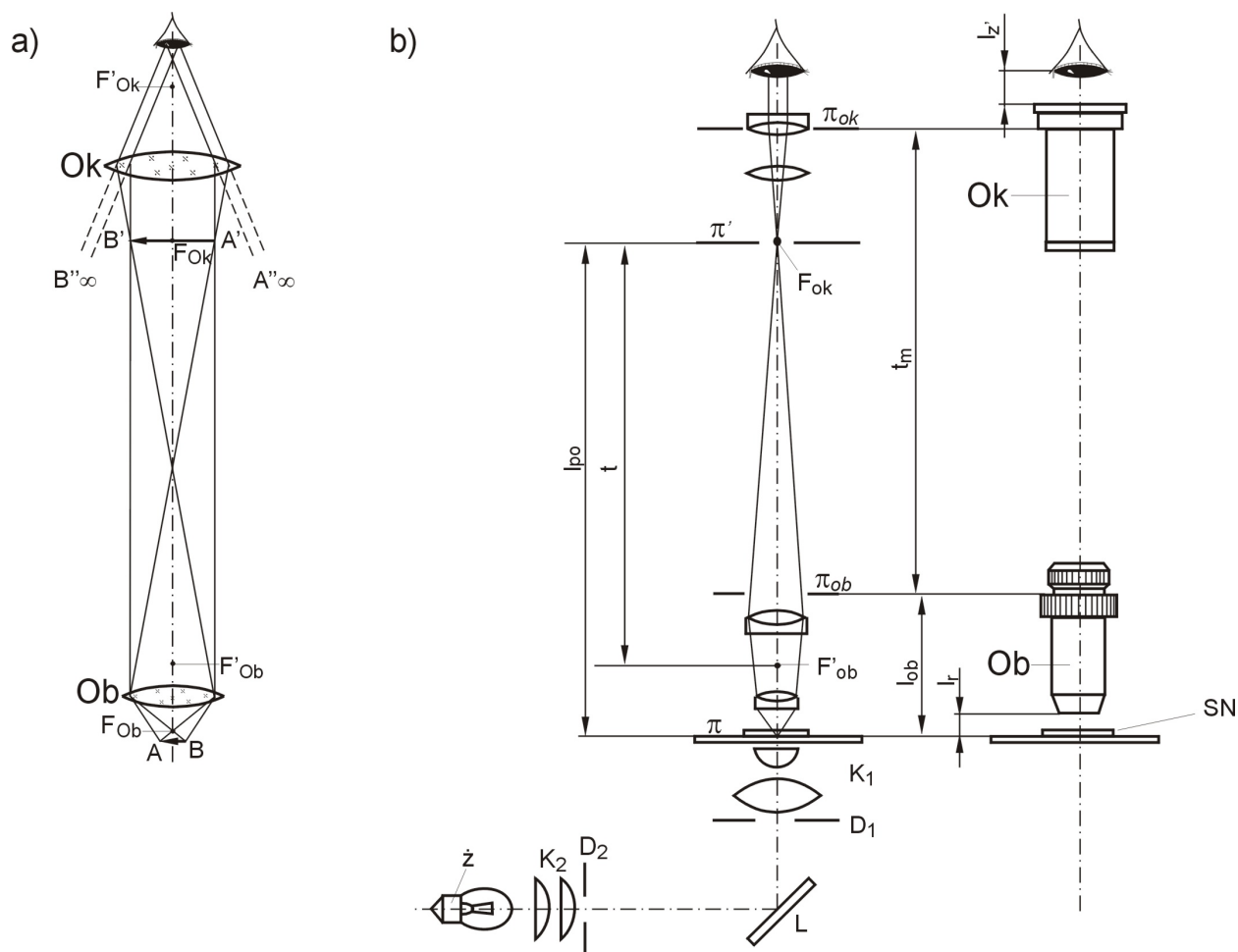
Pomiędzy tymi parametrami istnieje następujący związek:

$$t_m = l_{po} - l_{Ob} + l_{Ok} \quad (3.5)$$

Eksplloatowane jeszcze aktualnie mikroskopy świetlne starszego typu są najczęściej mikroskopami z obiektywami korygowanymi na skończoną długość tubusu. Podstawową wadą takich mikroskopów (wynikającą z określonego limitowania długości ich tubusu) jest konieczność stosowania skomplikowanych rozwiązań konstrukcyjnych układów optycznych ich wyposażenia dodatkowego do badań specjalnych np.:

- w świetle spolaryzowanym,
- z kontrastem fazowym,
- z kontrastem interferencyjnym różniczkowym.

Wady takiej nie mają mikroskopy z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu.

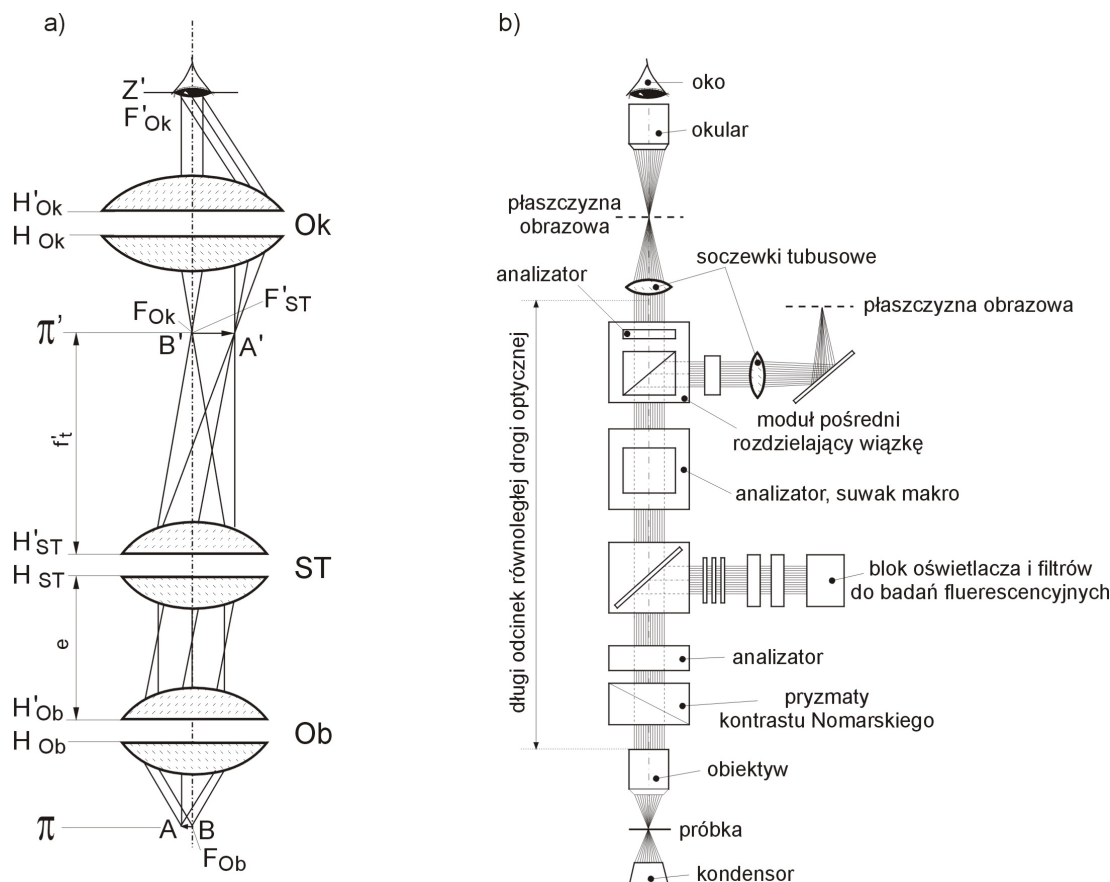


Rys. 3.3. Zasada działania mikroskopu z obiektywami korygowanymi na skończoną długość tubusu (a) oraz schemat jego rozwiązania konstrukcyjnego (b), z naniesionymi oznaczeniami ważniejszych parametrów tego rozwiązania.

Oznaczenia: Ob, Ok – odpowiednio obiektyw i okular, AB – obiekt, A'B' – obraz pośredni obiektu AB, F_{ob}, F'_{ob} – ogniska przedmiotowe i obrazowe obiektywu, F_{ok}, F'_{ok} – ogniska przedmiotowe i obrazowe okularu, π_{ob}, π_{ok} – płaszczyzny oporowe obiektywu i okularu, π, π' – płaszczyzny przedmiotowa i obrazowa obiektywu, t – długość optyczna tubusu, t_m – mechaniczna długość tubusu, l_{po} – odległość przedmiot – obraz pośredni, l_{ob} – długość obiektywu, l_{ok} – długość okularu, l_r – odległość robocza obiektywu, l_z – odległość między źrenicą wyjściową mikroskopu, a czołem oprawy okularu, ż – źródło światła, K₁ – kondensator, K₂ – kolektor, D₁, D₂ – przysłony aperturowa i polowa, L – zwierciadło płaskie, SN – szkiełko nakrywkowe

3.2.2. Zasada działania i schemat układu optycznego mikroskopu z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu

Zasadę działania takiego mikroskopu i schemat rozwiązania konstrukcyjnego jego układu optycznego zilustrowano na rys. 3.4.



Rys. 3.4. Zasada działania mikroskopu z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu (a), wg M. Pluty oraz schemat przykładowego rozwiązania konstrukcyjnego jego układu optycznego (b), wg firmy Nikon.

Oznaczenia: π , π' – płaszczyzna przedmiotowa i obrazowa, AB , $A'B'$ – obiekt i jego obraz pośredni, Ob , Ok , ST – obiektyw, okular i soczewka tubusowa; F_{Ob} , F'_{Ob} , F_{Ok} , F'_{Ok} , F'_{ST} – ogniska przedmiotowe i obrazowe: obiektywu, okularu i soczewki tubusowej; e – odległość między obiektywem (Ob) i soczewką tubusową (ST); H_{Ob} , H'_{Ob} , H_{Ok} , H'_{Ok} , H_{ST} , H'_{ST} – płaszczyzny główne przedmiotowe i obrazowe: obiektywu, okularu i soczewki tubusowej, f'_t – ogniskowa obrazowa soczewki tubusowej

W przeciwieństwie do obiektywu z rys. 3.3, obiektyw korygowany na nieskończoną długość tubusu na rys. 3.4 tworzy obraz pośredni obiektu w nieskończoności, ponieważ jego płaszczyzna przedmiotowa (π) pokrywa się dokładnie z ogniskiem przedmiotowym (F_{Ob}). Promienie światła wychodzące z dowolnego punktu obiektu AB , umieszczonego w ognisku F_{Ob} obiektywu, biegną po przejściu przez obiektyw (Ob) równolegle i tworzą obraz w nieskończoności. W związku z tym, warunkiem powstania obrazu końcowego w okularze jest skupienie tych promieni przez soczewkę pomocniczą, tubusową (ST), w taki sposób aby obraz pośredni $A'B'$ (rzutowany przez obiektyw w nieskończoność) został sprowadzony do ogniska przedmiotowego (F'_{Ok}) okularu (Ok). Odległość (e) pomiędzy obiektywem (Ob) i soczewką tubusową (ST) może być przy tym dostosowana odpowiednio do wymagań konstrukcyjnych, bez obawy pogorszenia korekcji aberracji całego układu optycznego mikroskopu. Dzięki temu pomiędzy obiektyw i soczewką tubusową mogą być wprowadzone płytki płaskorównoległe, częściowo przezroczyste

zwierciadła, kostki światłodzielnące i inne niesoczewkowe elementy optyczne, bez konieczności przekorygowywania oraz przeogniskowywania obiektywu, tak jak na rys. 3.4b.

Dla wynikającej z przyjętego rozwiązania konstrukcyjnego mikroskopu odległości okularu (Ok) od obiektywu (Ob), soczewka tubusowa (ST) musi mieć tak dobraną ogniskową obrazową f'_t , aby jej ognisko obrazowe F'_{ST} pokrywało się z ogniskiem przedmiotowym F_{Ok} okularu. Zespół złożony na rys. 3.4a z soczewki (ST) i okularu (Ok) działa wtedy jak luneta, a układ złożony z obiektywu (Ob) i soczewki (ST) tak jak zwykły obiektyw mikroskopowy, tworzący obraz pośredni A'B' obiektu AB w określonej, skończonej odległości.

3.3. Podstawowe parametry techniczne mikroskopu świetlnego

Z punktu widzenia użytkownika najważniejszymi parametrami technicznymi mikroskopu świetlnego są:

- nominalne powiększenie całkowite (P_n),
- powiększenie wizualne (P_w),
- zdolność rozdzielcza (d) i głębia ostrości (g),
- powiększenie użyteczne (P_u),
- powiększenie rzeczywiste (P_{rz}).

3.3.1. Powiększenie nominalne (P_n)

Prostą konsekwencją dwustopniowego powstawania obrazu końcowego w mikroskopie świetlnym (wg schematu na rys. 3.2) jest to, że jego nominalne powiększenie całkowite jest iloczynem powiększeń nominalnych obiektywu (P_{nOb}) i okularu (P_{nOk}):

$$P_n = P_{nOb} \cdot P_{nOk} \quad (3.6)$$

Wartości liczbowe powiększeń nominalnych obiektywów i okularów, stanowiących wyposażenie danego mikroskopu, są wygrawerowane obok pozostałych danych znamionowych na ich obudowach.

3.3.2. Powiększenie wizualne (P_w)

Powiększenie mikroskopu jako układu optycznego wspomagającego bezpośrednio oko obserwatora, zwane jest jego powiększeniem wizualnym (P_w). Wypadkowe, wizualne powiększenie mikroskopu jest iloczynem powiększenia poprzecznego obiektywu (P_{pOb}) i powiększenia wizualnego okularu (P_{wOk}).

$$P_w = P_{pOb} \cdot P_{wOk} \quad (3.7)$$

Dla mikroskopu z obiektywami korygowanymi na skończoną długość tubusu, jak na rys. 3.3, można wykazać, że:

$$P_{pOb} = -\frac{t}{f'_{Ob}} \quad (3.8)$$

$$P_{wOk} = \frac{250}{f'_{Ok}} \quad (3.9)$$

gdzie: f'_{Ob} – ogniskowa obrazowa obiektywu, w mm;

f'_{Ok} – ogniskowa obrazowa okularu, w mm;

t – długość optyczna tubusu, w mm.

Uwzględniając zależności (3.8) i (3.9), wzór na powiększenie wizualne takiego mikroskopu (P'_w) można sprowadzić do następującej postaci:

$$P'_w = \frac{t \cdot 250}{f'_{Ob} \cdot f'_{Ok}} \quad (3.10)$$

W przypadku mikroskopów z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu, jak na rys. 3.4, jego powiększenie wizualne (P''_w) określone jest zależnością:

$$P''_w = - \frac{f'_t \cdot 250}{f'_{ob} \cdot f'_{ok}} \quad (3.11)$$

gdzie: f'_t – ogniskowa obrazowa soczewki tubusowej, w mm; pozostałe oznaczenia jak we wzorach (3.8) i (3.9).

Porównanie wzorów (3.10) i (3.11) pokazuje, że w mikroskopie z obiektywami korygowanymi na nieskończoną długość tubusu rolę optyczną długości tubusu t pełni ogniskowa obrazowa f'_t soczewki tubusowej.

Obiektyw korygowany na nieskończoną długość tubusu nie może być jednak charakteryzowany powiększeniem poprzecznym tylko wizualnym:

$$P_{wOb} = \frac{250}{f'_{ob}} \quad (3.12)$$

Dlatego zależność (3.11), po dodatkowym wprowadzeniu tzw. współczynnika tubusowego:

$$q = \frac{f'_t}{250} \quad (3.13)$$

można przekształcić do następującej postaci:

$$P''_w = P_{wOb} \cdot q \cdot P_{wOk} \quad (3.14)$$

3.3.3. Zdolność rozdzielcza i głębia ostrości

Zdolność rozdzielcza mikroskopu związana jest z możliwością odróżniania od siebie w obrazie mikroskopowym szczegółów preparatu. Jest ona tym większa im mniejsza jest odległość (d) pomiędzy dwoma sąsiadującymi ze sobą szczegółami (punktowymi, liniowymi) preparatu, które w obrazie mikroskopowym nie zlewają się ze sobą i mogą być jeszcze widziane jako oddzielne.

Graniczna zdolność rozdzielcza mikroskopu, określona minimalną odległością (d_{\min}) dwóch niesamoświecących punktów obiektu, które w obrazie mikroskopowym widoczne są jeszcze jako oddzielne wynosi:

$$d_{\min} = \frac{\lambda}{A_{ob} + A_k} \quad (3.15)$$

gdzie: λ - długość fali światła w μm ,

A_{ob} – apertura numeryczna obiektywu,

A_k – apertura numeryczna kondensora.

Jeżeli $A_k = A_{ob}$, co w przybliżeniu jest spełnione dla większości mikroskopów, w których stosuje się oświetlenie typu Köhlera, zależność (3.15) przyjmuje postać:

$$d_{\min} \approx \frac{\lambda}{2A_{ob}}, \quad (3.16)$$

ponieważ:

$$A_{ob} = n \sin \alpha, \quad (3.17)$$

gdzie: n – współczynnik załamania światła ośrodka znajdującego się pomiędzy obiektywem a powierzchnią próbki (dla powietrza $n = 1$, dla olejku immersyjnego $n = 1,515$),

α – kąt aperturowy obiektywu; kąt pomiędzy główną osią optyczną obiektywu, a najbardziej skrajnym promieniem wpadającym do obiektywu, po ugięciu na powierzchni próbki i biorącym jeszcze udział w tworzeniu obrazu;

to ostatecznie:

$$d_{\min} \approx \frac{\lambda}{2n \sin \alpha} \quad (3.18)$$

Z zależności (3.18) wynika, że zmniejszenie d_{\min} i tym samym zwiększenie zdolności rozdzielczej mikroskopu świetlnego można osiągnąć dwoma sposobami:

- zmniejszając długość fali światła stosowanego do oświetlenia badanego materiału,
- zwiększając aperturę numeryczną obiektywu.

W pierwszym przypadku obserwację mikroskopową prowadzi się w świetle zbliżonym do fioletu lub w nadfiolecie (soczewki obiektywu i okularu muszą być jednak wtedy wykonane z kwarcu).

Zwiększenie apertury numerycznej obiektywu, w drugim przypadku, można uzyskać wprowadzając pomiędzy preparat a obiektyw ciecz o dużym współczynniku załamania światła (np. olejki immersyjne cedrowy, którego współczynnik $n = 1,515$).

Biorąc pod uwagę, że najmniejsza długość fali światła widzialnego wynosi $0,4 \mu\text{m}$, co odpowiada światłu fioletowemu oraz, że apertura numeryczna najlepszych obiektywów z immersją olejową osiąga wartość $A = 1,4$ to maksymalna zdolność rozdzielcza mikroskopu świetlnego osiągnięta w takich warunkach wynosi:

$$d_{\min} = \frac{0,4 \mu\text{m}}{2 \cdot 1,4} = 0,14 \mu\text{m}$$

Znacznie mniej precyzyjnie określonym parametrem technicznym mikroskopu jest głębina ostrości (g). Pod tym pojęciem rozumie się najczęściej maksymalną różnicę w odległości szczegółów preparatu (g) od płaszczyzny przedmiotowej obiektywu (π), mierzoną wzdłuż jego osi optycznej, przy której są one jeszcze jednakowo ostro odwzorowane w płaszczyźnie obrazowej (π').

Zgodnie z zależnością g od A i P_n (wg H. Schumann'a)

$$g = \frac{71,5}{A \cdot P_n} \left(1 + \frac{1}{P_n}\right), \mu\text{m} \quad (3.19)$$

gdzie: A – apertura numeryczna obiektywu,

P_n – powiększenie nominalne mikroskopu,

głębina ostrości mikroskopu optycznego maleje gwałtownie ze wzrostem apertury numerycznej obiektywu i powiększenia nominalnego mikroskopu. Przykładowo, jeżeli w dolnym zakresie powiększeń mikroskopowych (50x), osiągniętych przy użyciu obiektywu o powiększeniu 4x i aperturze numerycznej $A = 0,1$ wynosi ona około $15 \mu\text{m}$, to dla górnego zakresu powiększeń mikroskopowych (2000x), osiągniętych przy użyciu obiektywu immersyjnego o powiększeniu 100x i aperturze numerycznej $A = 1,4$ wynosi ona już tylko $0,025 \mu\text{m}$ (25 nm).

Taki charakter zależności głębi ostrości od apertury obiektywu i powiększenia mikroskopu powoduje konieczność bardzo dokładnego i stabilnego ogniskowania mikroskopu przy dużych powiększeniach i tym samym wyposażenia go w bardzo precyzyjny i niezawodny mechanizm ruchu ogniskującego drobnego, tzw. śruby „mikro”. Prawidłowe działanie tego mechanizmu jest szczególnie ważne przy wykonywaniu dokumentacji mikrofotograficznej.

Bardzo małą głębię ostrości, będącą wadą klasycznych mikroskopów świetlnych, wykorzystano jako podstawę rozwiązania konstrukcyjnego mikroskopu świetlnego konfokalnego, łączącego w sobie zalety mikroskopu świetlnego i skaningowego.

3.3.4. Powiększenie użyteczne mikroskopu (P_u)

Pod tym pojęciem rozumie się powiększenie konieczne i wystarczające do dobrego widzenia w obrazie końcowym wszystkich szczegółów powierzchni próbki ujawnionych (rozdzielonych) przez obiektyw w obrazie pośrednim. Wielkość tego powiększenia określona jest więc relacją pomiędzy zdolnością rozdzielczą oka ludzkiego (l_o) a zdolnością rozdzielczą mikroskopu (d), opisaną zależnością:

$$P_u = \frac{l_o}{d} \quad (3.20)$$

Jeżeli chodzi o zdolność rozdzielczą oka ludzkiego (l_0) to wiadomo, że z odległości dobrego widzenia (250 mm) nie jest ono w stanie odróżnić linii odległych od siebie o mniej niż $0,15 \div 0,30$ mm, jako oddzielnych (co odpowiada granicznemu kątowi widzenia $2' \div 4'$).

Podstawiając za l_0 we wzorze (3.20) podane wyżej wartości graniczne oraz korzystając z zależności (2.16), przy założeniu, że obserwacje mikroskopowe prowadzone są zwykle w świetle białym, którego średnia długość fali $\lambda = 0,55 \cdot 10^{-3}$ mm, można ten wzór przekształcić łatwo do postaci, w której stosowany jest w praktyce:

$$P_u \approx (500 \div 1000)A \quad (3.21)$$

Powiększenia użyteczne z zakresu określonego zależnością (2.22) wyznaczają jednocześnie odpowiedni zakres powiększeń nominalnych mikroskopu (P_w), którego przekroczenie uzyskane tylko poprzez zwiększenie powiększenia okularu (bez zmiany apertury obiektywu) nie może już doprowadzić do wzbogacenia obrazu końcowego w dodatkowe szczegóły. Wejście w taki zakres powiększeń, zwanych pustymi, ma miejsce wtedy, gdy z obiektywem o danej aperturze numerycznej zostanie skojarzony okular o zbyt dużym powiększeniu. Taki okular będzie jedynie powiększał odległości pomiędzy szczegółami, bez możliwości zwiększenia ich ilości. Działanie powiększające tak dobranego okularu będzie więc wtedy częściowo działaniem powiększającym typu fotograficznego.

Praktyczne znaczenie relacji (3.21) sprowadza się do możliwości łatwego ustalenia tych skojarzeń obiektyw – okular, przy których powiększenie nominalne mikroskopu mieści się w zakresie powiększeń użytecznych. Przykładowo, jeżeli do obserwacji użyty zostanie obiektyw o powiększeniu nominalnym $63\times$ i aperturze numerycznej 0,80 (napis na obiektywie 63/0,80), to powiększenie użyteczne mikroskopu zgodnie z (3.21) wyniesie:

$$P_u \approx 400 \div 800 \times.$$

Powiększenia okularów, które należy dobrać do tego obiektywu tak, aby mieć pewność, że uzyskane przy tym powiększenia nominalne mikroskopu będą mieściły się w takim zakresie powiększenia użytecznego, można ustalić w następujący sposób:

ponieważ $P_n = P_{nOb} \cdot P_{nOk}$, stąd dla $P_n = P_u$,

$$P_{nOk} = \frac{P_n}{P_{nOb}} \approx \frac{400}{63} \div \frac{800}{63} \approx 6,3 \div 12,7$$

Jeżeli w wyposażeniu mikroskopu znajduje się komplet okularów o powiększeniach: $5\times$, $8\times$, $10\times$, $12,5\times$, $15\times$, $20\times$, to wynik powyższych obliczeń pozwala stwierdzić co następuje:

- obiektyw o powiększeniu nominalnym $63\times$ i aperturze numerycznej 0,80 należy w zakresie powiększeń użytecznych mikroskopu, gwarantujących pełne wykorzystanie jego zdolności rozdzielczej, kojarzyć z okularami o powiększeniach $8\times$, $10\times$ lub $12,5\times$;
- z punktu widzenia możliwości wykorzystania pełnej zdolności rozdzielczej mikroskopu okulary $15\times$ i $20\times$ dają już tak zwane powiększenie puste;
- przy skojarzeniu obiektywu 63/0,80 z okularem o powiększeniu $5\times$ nie wszystkie szczegóły obrazu pośredniego (obiektywowego) zostaną dostatecznie powiększone (przez okular) i rozróżnione przez oko w końcowym obrazie mikroskopowym.

3.3.5. Powiększenie rzeczywiste

Przy korzystaniu z mikroskopu jako urządzenia pomiarowego oraz w przypadku wykonywania dokumentacji mikrograficznej konieczne jest określenie jego powiększenia rzeczywistego, niezależnego od obserwatora, zwanego również skalą powiększenia mikroskopu. W tym celu należy posłużyć się jako wzorcowym obiektem obserwacji tzw. mikrometrem przedmiotowym, o działce elementarnej 0,01 mm. Powiększenie rzeczywiste (P_{rz}) określone jest wtedy ilorazem wymiaru liniowego obrazu podziałki mikrometru przedmiotowego, całości lub jego części (W_{l0}), do jej odpowiedniego liniowego wymiaru rzeczywistego (W_{lp}).

$$P_{rz} = \frac{W_{lo}}{W_{lp}} \quad (3.22)$$

3.4. Przygotowanie próbek do badań

Właściwy wybór procedury i techniki przygotowania próbek do badań mikroskopowych powinien umożliwić ujawnienie ich rzeczywistej struktury w sposób powtarzalny, przy jak najmniejszych nakładach czasu i środków. Próbka powinna być przy tym reprezentatywna dla danego materiału i wyprodukowanego z niego wyrobu pod względem składu chemicznego, struktury i własności. Z tego powodu, zarówno wybór miejsca pobrania próbki jak i sama operacja jej pobrania powinny być dokonane w sposób przemyślany i z zachowaniem odpowiedniej ostrożności.

Procedura przygotowania próbek tworzyw metalicznych do badań mikroskopowych składa się zwykle z następujących operacji:

- pobrania próbki z określonego miejsca półfabrykatu lub wyrobu gotowego,
- inkludowania lub zamocowania próbki w uchwycie (o ile taka potrzeba zachodzi),
- szlifowania wstępnego i wykańczającego powierzchni zglądu,
- polerowania mechanicznego lub elektrolitycznego,
- trawienia powierzchni zglądu (chemicznego, elektrolitycznego, cieplnego, próżniowego itp.) lub zastosowania innego sposobu ujawnienia prowadzącego do szczegółów mikrostruktury materiału badanej próbki.

3.4.1. Pobieranie próbek do badań

W każdym konkretnym przypadku sposób pobierania próbek, ich liczba i miejsce pobrania określone są z jednej strony celem, a z drugiej wymiarami, kształtem i własnościami materiału wyjściowego do badań.

W zależności od celu i charakteru prowadzonych badań założenia metodyczne operacji pobierania próbek mogą się znacznie różnić. I tak:

- w przypadku badań rutynowych, związanych z przemysłową kontrolą jakości produkcji, próbki pobiera się z takich miejsc, które mogą dostarczyć maksimum informacji o niejednorodności składu chemicznego i struktury półfabrykatów lub wyrobów gotowych. Np. przy ocenie jakości stalowych wyrobów przemysłowych próbki pobiera się zarówno z miejsc, w których należy oczekiwać znacznych efektów segregacji składu chemicznego jak i z miejsc, w których prawdopodobieństwo ich wystąpienia jest bardzo małe;
- w przypadku ekspertyz, dotyczących przyczyn pęknięcia i występowania różnego rodzaju wad materiałowych jest sprawą oczywistą, że próbki powinny być pobierane w taki sposób aby obejmowały ogniska przełomów, ścieżki pęknięć oraz okolice wad materiałowych. Dla celów porównawczych pobiera się także wtedy próbki materiału z niezdefektowanej części wyrobu;
- w pracach o charakterze badawczym metodyka pobierania próbek podporządkowana jest ściśle celowi badań oraz wymaganej do osiągnięcia tego celu ilości próbek.

Wielkość pola powierzchni zglądów próbek do badań mikroskopowych nie powinna być większa niż 3÷6 cm². Pobieranie tak małych próbek, zwłaszcza z półfabrykatów lub wyrobów gotowych o znacznie większym przekroju związane jest więc nieuchronnie z koniecznością ich wycinania. Operację tę należy wykonać w taki sposób, aby nie doprowadzić do zbyt rozległych zmian w strukturze warstwy materiału przylegającej do płaszczyzny cięcia (spowodowanych zgniotem lub nagraniem do wysokiej temperatury). Nie należy więc wycinać próbek do badań mikroskopowych palnikiem, piłką, piłą lub tarczą ścierną na sucho, ponieważ zdefektowanie mikrostruktury przecinanego materiału jest wtedy bardzo rozległe i nie można go w pełni usunąć w następnych operacjach wykonywania zglądu (szlifowania i polerowania).

Posługując się przy pobieraniu próbek specjalnie zaprojektowanymi i przeznaczonymi do tego celu nowoczesnymi przecinarkami, można uzyskać na tyle cienką zdeformowaną warstwę wierzchnią materiału przylegającą do płaszczyzny cięcia, że operacja wstępnego szlifowania zglądu staje się zbędna.

3.4.2. Inkludowanie lub mocowanie próbek w uchwytach

Potrzeba inkludowania lub mocowania próbek w uchwytach ma miejsce w przypadku skomplikowanego kształtu lub bardzo małych rozmiarów próbek uniemożliwiających prawidłowe wykonanie operacji ich szlifowania i polerowania oraz wtedy, gdy cel badań wymaga wykonania ich na zglądzie o niezaokrąglonych krawędziach.

Rodzaj mas do inkludowania i warunki powodzenia tego zabiegu dobiera się do rodzaju materiału próbki i celu badania. Inkludowania na zimno prowadzi się z zastosowaniem żywic epoksydowych (inkludowanie i impregnacja materiałów porowatych), poliestrowych, akrylowych i akrylowo poliestrowych z wypełniaczem mineralnym. Do inkludowania na gorąco, w przeznaczonych do tego specjalnych praskach (z programowanym nagrzewaniem i chłodzeniem) stosuje się masy termoplastyczne akrylowe (z proszkiem żelaza lub innym wypełniaczem) i termoutwardzalne-ftalowe z wypełniaczem mineralnym, fenolowe z wypełniaczem węglowym, dialyftalowe z włóknem szklanym, epoksydowe z wypełniaczem mineralnym. Spośród mas do inkludowania na gorąco najbardziej efektywna jest termoutwardzalna żywica epoksydowa z twardym wypełniaczem ceramicznym. Próbki inkludowane w takiej żywicy, po procesie ich polimeryzacji, powinny być jednak odpowiednio wolno chłodzone, aby zapobiec powstawaniu szczelin pomiędzy próbką a żywicą wskutek różnic współczynników rozszerzalności cieplnej. Najlepiej do tego celu nadają się praski ze sterowaniem automatycznym, które umożliwiają wykonanie tego zabiegu przy równoczesnym zachowaniu określonego ciśnienia.

Doskonałym sposobem zabezpieczenia krawędzi zglądu przed zaokrągleniem może być także osadzanie elektrolityczne na powierzchniach prostopadłych do płaszczyzny zglądu, wystarczająco grubych warstw metalicznych.

Ze względów oszczędnościowych inkludowanie próbek warto niekiedy zastąpić ich mocowaniem w zaprojektowanych specjalnie do tego celu uchwytach. Może to mieć miejsce np. w badaniach rutynowych, związanych z kontrolą mikroskopową jakości produkcji, prowadzoną na próbkach o takich samych wymiarach i jednakowym kształcie.

3.4.3. Szlifowanie i polerowanie mechaniczne

Szlifowanie i prowadzone z reguły w dwóch etapach polerowanie mechaniczne zglądów (jako polerowanie wstępne i końcowe) polegają w istocie rzeczy na obróbce ubytkowej ich warstwy wierzchniej, wskutek jej mikroskrawania cząstkami ścierniwa. Nie ma przy tym ostrej granicy podziału zarówno pomiędzy szlifowaniem a polerowaniem wstępnym jak i pomiędzy polerowaniem wstępnym a końcowym. W oparciu o wielkość cząstek ścierniwa stosuje się następującą klasyfikację tych operacji:

- szlifowanie ($100 \div 10 \mu\text{m}$),
- polerowanie wstępne ($10 \div 1 \mu\text{m}$),
- polerowanie końcowe ($<1 \mu\text{m}$).

W odpowiedniej relacji do wielkości cząstek ścierniwa pozostają wymiary rys (głębokość, szerokość) tworzących się na powierzchni zglądu wskutek jej mikroskrawania. Dlatego na etapie szlifowania powierzchnia zglądu pozostaje matowa, podczas gdy polerowanie wstępne daje już powierzchnię mniej lub bardziej błyszczącą. Lustrzaną powierzchnię zglądu uzyskuje się natomiast tylko w wyniku polerowania końcowego, po którym ryski na powierzchni zglądu są zbyt małe aby były widoczne nawet pod mikroskopem (przy wykorzystaniu pełnej jego zdolności rozdzielczej).

Ostatecznym celem szlifowania i polerowania mechanicznego próbek do badań mikroskopowych tworzyw metalicznych jest uzyskanie zglądów o lustrzanej powierzchni płaskiej, bez śladów rys, reliefu, wykruszeń, zgniecionej lub zdefektowanej w inny sposób ich warstwy wierzchniej.

Dane dotyczące tradycyjnej technologii szlifowania i polerowania mechanicznego zglądów, stosowanej dla większości tworzyw metalicznych, zestawiono w **tabeli 3.1**. Technologia ta sprowadza się do wykonania: określonej sekwencji przeszlifowań powierzchni zglądu na papierach ściernych o coraz mniejszej wielkości ziarna ścierniwa; polerowania wstępnego na pastach diamentowych oraz polerowania końcowego wodną zawiesiną Al_2O_3 . Procedura opisana w tabeli 3.1 może być stosowana zarówno przy wykonywaniu zglądów ręcznie jak i mechanicznie, przy użyciu szlifierkopolek. Należy ją przy tym traktować elastycznie, ponieważ dopuszczalne jest także stosowanie innych ścierniw, pominięcie niektórych etapów polerowania oraz dostosowanie czasów poszczególnych zabiegów i nacisku na próbkę do własności materiału próbki.

Tabela 3.1. Warunki szlifowania i polerowania zglądów tworzyw metalicznych wg technologii tradycyjnej

| Etap szlifowania lub polerowania | Materiał ścierny | | Siła nacisku na próbkę [N] | Prędkość obrotowa tarczy [obr/min] | Czas [min] |
|----------------------------------|--|--|----------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| | rodzaj | wielkość ziarna (nr papieru) [μm] | | | |
| szlifowanie 1 | papier ścierny wodoodporny, SiC | 100 (120) | 27 | 240÷300 | do uzyskania powierzchni płaskiej |
| szlifowanie 2 | j. w. | 50 (240) | 27 | 240÷300 | 1÷2 |
| szlifowanie 3 | j. w. | 35 (320) | 27 | 240÷300 | 1÷2 |
| szlifowanie 4 | j. w. | 26 (400) | 27 | 240÷300 | 1÷2 |
| szlifowanie 5 | j. w. | 17 (600) | 27 | 240÷300 | 1÷2 |
| polerowanie wstępne 1 | pasta diamentowa na płótnie polerskim | 6 | 27 | 120÷150 | 2 |
| polerowanie wstępne 2 | j. w. | 1 | 27 | 120÷150 | 2 |
| polerowanie końcowe 1 | zawiesina wodna $\alpha-Al_2O_3$ na suknie polerskim | 0,3 | 27 | 120÷150 | 2 |
| polerowanie końcowe 2 | zawiesina wodna $\gamma-Al_2O_3$ na suknie polerskim | 0,5 | 27 | 120÷150 | 2 |

W ostatnim okresie czasu wprowadzono szereg nowych materiałów do szlifowania i polerowania zglądów, takich jak: ściernice na bazie Al_2O_3 o osnowie bakelitowej, papiery ściernie korundowe, nowe kompozytowe tarcze szlifierskie i sukna polerskie, pasty i zawiesiny wodne Al_2O_3 , SiC, zawiesiny olejowe diamentu oraz płyny chłodząco-smarujące. Wdrożono również nowe rozwiązania konstrukcyjne i funkcjonalne urządzeń do szlifowania i polerowania.

Operację polerowania mechanicznego w bardzo wielu przypadkach daje się zastąpić polerowaniem elektrolitycznym. Polega ono na anodowym rozpuszczaniu metalu w elektrolicie. Przy właściwie dobranym składzie chemicznym tego elektrolitu, jego temperaturze, różnicy potencjałów pomiędzy elektrodami, gęstości prądu i czasie polerowania można bowiem uzyskać taki przebieg tego procesu, że materiał próbki na „wierzchołkach” rys pozostałych po szlifowaniu końcowym zglądu będzie rozpuszczał się szybciej niż w ich „dolinach”. Zaletą tej metody polerowania jest przede wszystkim możliwość uniknięcia tworzenia się tzw. warstewki

Beilby'ego o silnie zdefektowanej strukturze, której powstawaniu nie można zapobiec w czasie polerowania mechanicznego. Zasadniczą wadą polerowania elektrolitycznego są natomiast trudności przy polerowaniu stopów wielofazowych, związane z doбором właściwych warunków prądowych polerowania.

3.4.4. Trawienie

Badanie mikroskopowe zglądu bezpośrednio po jego wypolerowaniu pozwala ujawnić te szczegóły jego mikrostruktury, które różnią się zdecydowanie zdolnością do odbijania światła w stosunku do tła na którym się one znajdują (np. wtrącenia i fazy o charakterze niemetalicznym na tle osnowy metalicznej, mikronieciągłości i inne mikrodefekty materiałowe). Do takich szczegółów mikrostruktury zaliczyć można: wtrącenia niemetaliczne w stalach, grafit w żeliwach szarych, włókna i cząstki niemetaliczne w kompozytach na osnowie metalicznej, mikropory i mikropęknięcia.

Uzyskanie wyraźnego kontrastu w natężeniu światła lub barwie pomiędzy fazami lub składnikami strukturalnymi wymaga przekształcenia płaskiej powierzchni zglądu w powierzchnię z mikroreliefem (odpowiednio skorelowanym ze składem fazowym i strukturalnym) lub zróżnicowanego zabarwienia faz i składników strukturalnych przy zachowaniu płaskiej powierzchni zglądu. Tego rodzaju kontrasty w obrazie mikroskopowym osiąga się najczęściej metodą bardzo subtelnego wytrawiania zglądu.

W przypadku trawienia chemicznego wykorzystuje się do tego celu zdolność selektywnego reagowania odczynnika z poszczególnymi fazami na powierzchni zglądu, a nawet z tą samą fazą, w zależności od składu chemicznego lub stopnia zdefektowania jej struktury. Dotyczy to również granic ziarn polikrystalicznego materiału jednofazowego, które są atakowane tym silniej im większa jest ich energia.

Stosowane są także inne sposoby trawienia i ujawniania szczegółów mikrostruktury osnowy metalicznej na powierzchni zglądów, takie jak:

- trawienie elektrolityczne (zwykłe i potencjostatyczne),
- trawienie cieplne (w atmosferze utleniającej lub w próżni),
- trawienie jonowe (polegające na bombardowaniu powierzchni zglądu jonami gazów obojętnych, rozpędzanymi w polu elektrycznym),
- trawienie barwne zwane również kolorowym (polegające na tworzeniu się na powierzchni zglądu produktów reakcji chemicznych w postaci niezwykle cienkich warstewek interferencyjnych),
- nanoszenie na powierzchnię zglądu warstewek interferencyjnych (metodą naporowywania lub napyłania).

3.5. Sposoby badań mikroskopowych

O możliwości ujawnienia w obrazie mikroskopowym szczegółów mikrostruktury tworzyw, w postaci ich płaskich przekroi płaszczyzną zglądu, oprócz potencjalnych możliwości samego mikroskopu związanych z jego zdolnością rozdzielczą, decyduje rodzaj i wielkość kontrastu pomiędzy tymi szczegółami, a tłem w obrazie na którym one występują.

Oko ludzkie posiada zdolność dostrzegania szczegółów w obrazie mikroskopowym różniących się natężeniem światła lub jego barwą. Przy tym samym natężeniu i barwie pól świetlnych, określonych odpowiednio przez amplitudę i długość fal świetlnych docierających z ich powierzchni do oka, oko nie „widzi” natomiast różnic w ich fazie, wynikających z różnic w drodze optycznej.

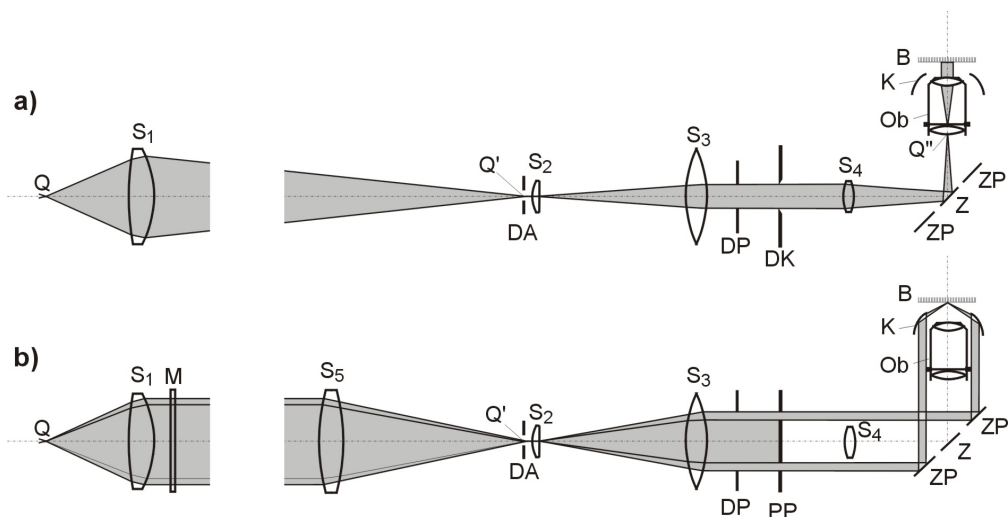
Biorąc pod uwagę różne możliwości powstawania kontrastu od szczegółów mikrostruktury w obrazie mikroskopowym, współczesne mikroskopy świetlne odbiciowe (do badań tworzyw nieprzeźroczystych) dysponują następującymi sposobami prowadzenia obserwacji mikrostruktury:

- w jasnym polu widzenia,
- w ciemnym polu widzenia,
- w świetle spolaryzowanym,
- w kontraście fazowym,
- w kontraście interferencyjnym.

3.5.1. Badanie w jasnym lub ciemnym polu widzenia

Podstawową metodą badań, zarówno w mikroskopii prześwietleniowej jak i odbiciowej, jest obserwacja szczegółów mikrostruktury badanego obiektu lub próbki tworzywa w jasnym polu widzenia.

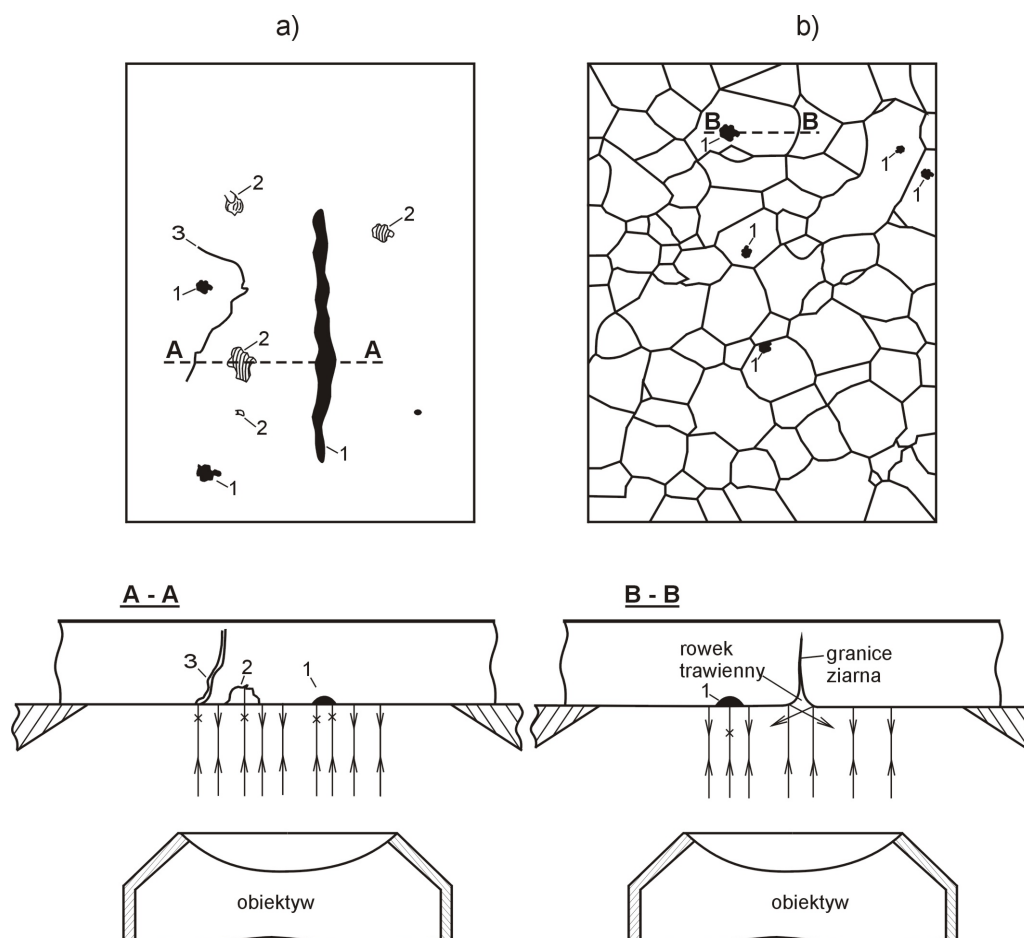
Bieg promieni świetlnych w dużym odbiciowym mikroskopie metalograficznym, z oświetlaczem Köhlera, przy prowadzeniu badań w jasnym polu widzenia, przedstawiono schematycznie na rys. 3.5a i 3.6.



Rys. 3.5. Oświetlacz badawczego mikroskopu metalograficznego „Neophot” do obserwacji w jasnym polu widzenia (a) z możliwością szybkiego przejścia do obserwacji w ciemnym polu widzenia (b) i na odwrót.

Oznaczenia: Q – źródło światła, Q' , Q'' – obrazy źródła światła Q odpowiednio w płaszczyźnie przysłony aperturowej (DA) i w ognisku obrazowym obiektywu (Ob); DP – przysłona polowa, PP – diafragma pierścieniowa, DK – diafragma kolista, Z – zwierciadło półprzezroczyste, ZP – zwierciadło pierścieniowe, K – kondensator zwierciadlany, S_1 – soczewka kolektora, S_2 , S_3 , S_4 , S_5 – soczewki pomocnicze, B – badany obiekt

Jak widać z tych rysunków, ten sposób badań mikroskopowych jest realizowany przy oświetleniu powierzchni zgładu (zgodnie z zasadą działania oświetlacza Köhlera) wiązką światła o jednorodnym rozkładzie jego natężenia, równoległą do osi optycznej obiektywu i tym samym prostopadłą do powierzchni zgładu.



Rys. 3.6. Schemat powstawania w obrazie mikroskopowym kontrastu od: wtrąceń niemetalicznych – 1, mikroporowatości – 2 i mikropęknięć – 3 (a) oraz granic ziarn w jednofazowym, polikrystalicznym tworzywie metalicznym (b), przy obserwacji zgładu nietrawionego (a) i wytrawionego (b) w jasnym polu widzenia

Jeżeli przy tym powierzchnia zgładu jest jednocześnie idealnie wypolerowaną, płaską powierzchnią metaliczną o jednakowej zdolności do odbijania światła w całym polu widzenia mikroskopu to wiązka światła oświetlającej po odbiciu od niej trafi z powrotem w całości do obiektywu, bez zmiany rozkładu w tej wiązce natężenia i barwy światła. Końcowy obraz mikroskopowy pola widzenia będzie więc w takim przypadku pozbawiony jakichkolwiek szczegółów, jasnym i tak samo jednorodnym pod względem rozkładu natężenia i barwy światła jak wiązka oświetlająca. Z tego powodu taki sposób prowadzenia badań mikroskopowych nazywany jest badaniem w jasnym polu widzenia. W opisanym wyżej szczególnym przypadku obrazu powierzchni zgładu, pozbawionego punktów odniesienia, ogniskowanie mikroskopu należy wykonać na obraz brzegów odpowiednio zmniejszonego otworu przysłony połowej. Zgodnie z zasadą działania oświetlacza Köhlera obraz tej przysłony tworzy się bowiem dokładnie w płaszczyźnie przedmiotowej mikroskopu. Zogniskowanie mikroskopu w taki sposób, że w polu widzenia na jasnym tle widoczne są ostro brzegi przymkniętej przysłony połowej oznacza zatem równocześnie równie ostro jego zogniskowanie na powierzchnię zgładu.

Z powyższych rozważań wynika, że w obrazie mikroskopowym w jasnym polu widzenia, na ogólnym jasnym tle mogą ujawnić się tylko takie szczegóły mikrostruktury, obecne na płaskiej

powierzchni zglądu lub elementy topografii jej mikroreliefu, które spowodują znaczące zmniejszenie (w stosunku do tła) lub całkowity zanik światła w ich obrazie.

Schemat na rys. 3.6a pokazuje, że szczegółami takimi na płaskiej, wypolerowanej powierzchni zglądu mogą być przecięte jego płaszczyzną, pozbawione zdolności do odbijania światła, mikroobszary występowania faz i wtrąceń niemetalicznych oraz wszelkie nieciągłości ich osnowy metalicznej, dające efekt rozproszenia światła (np. mikropory, mikropęknięcia).

Po wytrawieniu zglądu, które powoduje powstanie na jego płaskiej powierzchni mikroreliefu, podobne działania będą miały fragmenty powierzchni tego mikroreliefu o orientacji zbliżonej do prostopadłej w stosunku do płaszczyzny zglądu. Przy obserwacji w jasnym polu widzenia, światło odbite od tak zorientowanych powierzchni mikroreliefu, jak np. w miejscu rowków trawiennych na **rys. 3.6b** (powstałych w miejscach przecięcia granic ziarn z płaszczyzną zglądu po jego wytrawieniu) nie trafia do obiektywu. W obrazie końcowym w tych miejscach natężenie światła będzie bardzo małe. W rezultacie końcowym na jasnym tle (będącym wynikiem odbicia promieni oświetlających od fragmentów powierzchni zglądu prostopadłych do osi optycznej w kierunku obiektywu) pojawi się ciemna siatka konturów granic ziarn, odpowiadająca położeniu na powierzchni zglądu rowków trawiennych.

Celem zapewnienia możliwości wykorzystania pełnej zdolności rozdzielczej mikroskopu przy obserwacji tych szczegółów powierzchni zglądu, w obrazie których w polu jasnym brakowało światła i były one słabo widoczne, należy zmodyfikować bieg wiązki w oświetlaczu w taki sposób, jak pokazano to na rys. 3.5b. Modyfikacja ta polega na przejściu od oświetlania pola widzenia wiązką równoległą do osi optycznej (dającą opisany wcześniej efekt jasnego pola widzenia) do oświetlania tego pola wiązką o znacznie większej aperturze, nachyloną do osi optycznej mikroskopu pod dużym kątem, koncentrycznie zbieżną. Taki sposób oświetlenia pola widzenia daje odwrócenie kontrastów w obrazie w stosunku do obrazu tego samego pola widzenia obserwowanego w jasnym polu widzenia. Dzieje się tak dlatego, że promienie odbite od fragmentów powierzchni zglądu prostopadłych do osi optycznej nie trafiają, przy tym sposobie ich oświetlenia, do obiektywu i dają w ten sposób efekt ciemnego tła obrazu końcowego. Na jego tle pojawiają się natomiast jasne obrazy fragmentów powierzchni mikroreliefu, nieprostopadłych do osi optycznej mikroskopu.

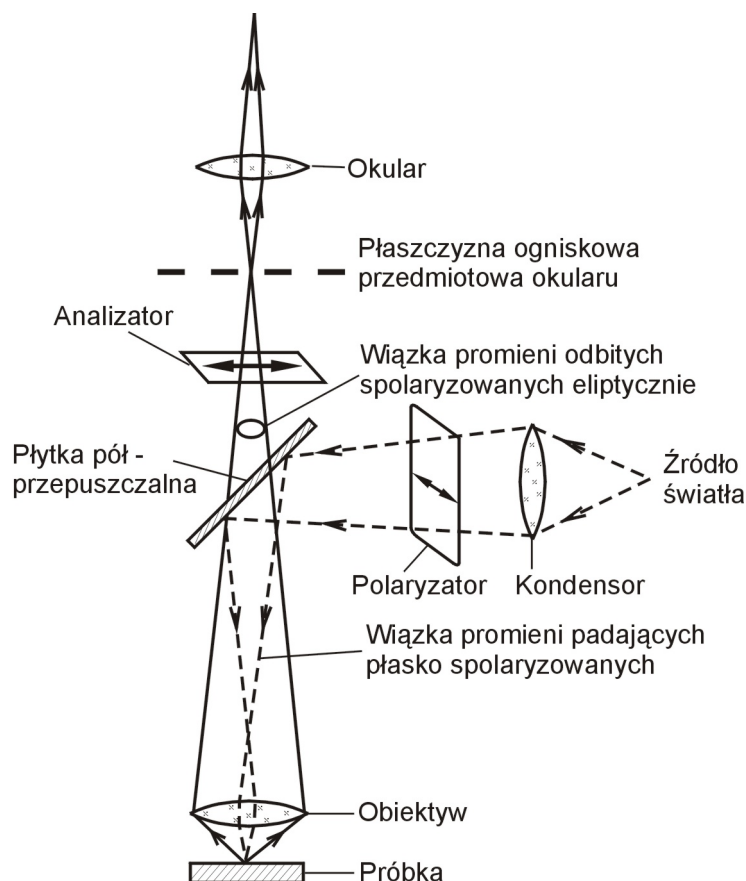
Obserwacje mikroskopowe prowadzone przy takim sposobie oświetlenia badanej powierzchni zglądu noszą więc nazwę badań w ciemnym polu widzenia. Są one szczególnie przydatne do kontrastowego ujawniania granic ziarn metali i ich stopów oraz identyfikacji wtrąceń niemetalicznych. Należy przy tym pamiętać, że ich barwę można oceniać poprawnie tylko przy oświetleniu zglądu światłem białym. Dotyczy to także oceny ich barwy w jasnym polu widzenia.

3.5.2. Badania w świetle spolaryzowanym

Zastosowanie światła spolaryzowanego w badaniach mikroskopowych tworzyw metalicznych pozwala na uzyskanie w obrazie ich mikrostruktury kontrastu od faz i składników strukturalnych optycznie czynnych w stosunku do takiego światła, tzn. zmieniających stan jego polaryzacji.

Mikroskop do badań w świetle spolaryzowanym (**rys. 3.7**) różni się od mikroskopu zwykłego (do badań w jasnym polu widzenia) tylko tym, że wyposażony jest dodatkowo w tzw. polaryzator umieszczony w układzie optycznym oświetlacza za soczewką kondensora oraz w analizator umieszczony przed okulem.

Zadaniem polaryzatora jest zmiana zwykłego światła emitowanego przez źródło (będącego zespołem fal elektromagnetycznych z zakresu widma światła widzialnego, w którym drgania wektora falowego odbywają się w nieskończenie wielu kierunkach, prostopadłych do kierunku ich rozchodzenia się) w światło płasko-spolaryzowane, w którym wektor falowy wykonuje drgania tylko w jednej płaszczyźnie.



Rys. 3.7. Schemat działania mikroskopu metalograficznego do badań w świetle spolaryzowanym

Zadaniem analizatora jest ujawnianie zmian w stanie polaryzacji wiązki odbitej od zglądu, spowodowanych obecnymi w mikrostrukturze badanego tworzywa fazami lub składnikami strukturalnymi optycznie czynnymi w stosunku do światła spolaryzowanego wiązki oświetlającej powierzchnię zglądu.

Wyjściowe ustawienie analizatora względem polaryzatora może być albo „równoległe” albo „skrzyżowane”. W pierwszym przypadku analizator przepuszcza dalej wiązkę światła odbitego przez powierzchnię zglądu i skupionego przez obiektyw, w drugim powoduje jej wygaszenie, o ile stan jej polaryzacji nie został wcześniej zmieniony. Tak więc w sytuacji, gdy na powierzchni zglądu nie ma faz i składników strukturalnych mogących zmienić stan polaryzacji wiązki oświetlającej, która była płasko spolaryzowana, to pozostaje ona taka samą również po odbiciu od powierzchni zglądu i może zostać całkowicie wygaszona przez analizator ustawiony w pozycji „skrzyżowania” z polaryzatorem. Jeżeli jednak na powierzchni świeżo wypolerowanego, niewytrawionego zglądu będą znajdowały się fazy lub składniki strukturalne zmieniające stan polaryzacji wiązki oświetlającej, to w wiązce światła odbitego wystąpi efekt polaryzacji eliptycznej, o składowej wektora falowego prostopadłej do płaszczyzny polaryzacji w wiązce światła odbitego. Dzięki temu, pomimo ustawienia analizatora w pozycji „skrzyżowania” z polaryzatorem, taka wiązka nie ulegnie całkowitemu wygaszeniu. Jest to równoznaczne z pojawieniem się w obrazie mikroskopowym na ciemnym tle obszarów zglądu, od których odbita wiązka została wygaszona, jasnoświecących szczegółów mikrostruktury, które zmieniły stan polaryzacji wiązki oświetlającej.

Okresowo powtarzające się „wygaszanie” i „rozjaśnianie” obrazu takich szczegółów w czasie obracania stolika mikroskopu z badanym zglądem, przy „skrzyżowanym” analizatorze z polaryzatorem oznacza, że posiadana przez dany szczegół zdolność do zmiany stanu polaryzacji wiązki oświetlającej jest własnością optyczną anizotropową. Jeżeli pomimo obrotu stolika obraz szczegółu pozostaje jednakowo jasny, oznacza to, że jego zdolność do oddziaływania z wiązką światła spolaryzowanego jest własnością optyczną izotropową.

Możliwość takiego rozróżnienia tej własności jest ważna przy identyfikacji wtrąceń niemetalicznych, faz występujących w stopach aluminium oraz w cienkich warstwach tlenkowych metali utlenianych anodowo. W przypadku materiałów polikrystalicznych, w świetle spolaryzowanym otrzymuje się kontrastowe obrazy poszczególnych ziarn, związane z ich różną orientacją krystalograficzną, pociągającą za sobą anizotropię ich własności optycznych.

Obserwacje mikroskopowe w świetle spolaryzowanym można prowadzić również przy wyłączonym analizatorze. Otrzymuje się wtedy szereg danych o własnościach optycznych składników strukturalnych badanego materiału wykazujących silną anizotropię (np. zmiana świecenia, charakterystyczne zabarwienie).

Interesujących danych dostarczają również obserwowane w świetle spolaryzowanym obrazy mikrostruktury zglądów trawionych. Powstały podczas trawienia mikrorelief na granicach ziarn i faz daje różne efekty optyczne w zależności od jego usytuowania względem płaszczyzny polaryzacji światła padającego na powierzchnię zglądu. Występują także efekty cieni o zróżnicowanej intensywności, w zależności od orientacji krystalograficznej ziarn.

3.5.3. Badania w kontraście fazowym

Przy obserwacji mikroskopowej w jasnym polu widzenia powierzchni zglądów z mikroreliefem, w jego topografii występują takie mikroobszary nierówności (mniejszych od $\frac{1}{4}$ długości fali świetlnej), które nie zmieniają amplitudy i długości fali światła odbitego od nich inaczej niż ich otoczenie, a powodują jedynie zmianę fazy tego światła. Takie mikroobszary nie mogą wyróżnić się w obrazie mikroskopowym od ich otoczenia natężeniem lub barwą światła, pozostają dla oka niewidoczne.

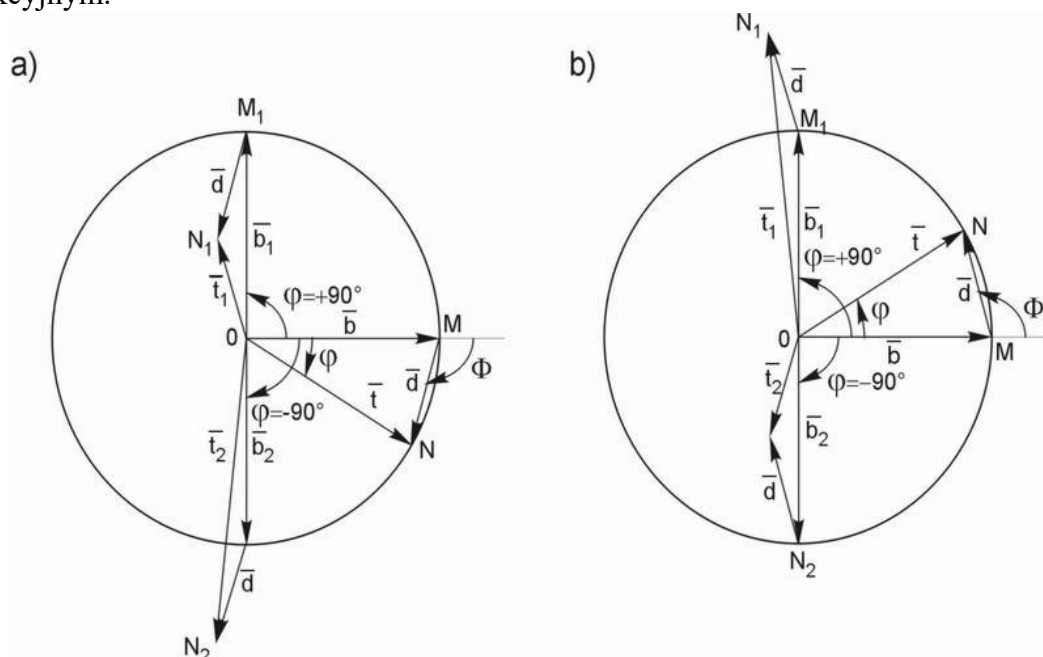
Przekształcenie niewidocznych dla oka różnic w fazie promieni odbitych od mikronierówności powierzchni zglądu i ich otoczenia (tła na którym występują), na widoczne dla oka odpowiednie różnice w natężeniu światła w ich obrazie, umożliwiają mikroskopy z dodatkowym wyposażeniem do badań z kontrastem fazowym.

Zasadę otrzymywania w obrazie mikroskopowym kontrastu fazowego wyjaśniają schematy wektorowe przedstawione na **rys. 3.8**. Długość wektorów na tym rysunku odpowiada amplitudzie odpowiednich fal świetlnych a ich kierunek fazie. Wektor $\overline{OM}(\bar{b})$ reprezentuje światło odbite bezpośrednio od otoczenia (tła) mikrowgłębienia lub mikrowypukłości tworzących mikrorelief płaskiej powierzchni zglądu, wektor $\overline{ON}(\bar{t})$ odpowiada światłu odbitemu od mikrowgłębienia lub mikrowypukłości zglądu, z kolei wektor $\overline{MN}(\bar{d})$ oznacza światło dyfrakcyjne, ugięte i rozproszone na zglądzie.

Jeżeli szczegół mikroreliefu powierzchni zglądu jest mikrowgłębieniem, to powoduje ujemne przesunięcie fazowe (opóźnienie) odbitych od niego fal, w stosunku do fal odbitych od otoczenia tego mikrowgłębienia. Takiemu przesunięciu na rys. 3.8a odpowiada obrót wektora \bar{t} względem wektora \bar{b} o kat φ , zgodnie z ruchem wskazówek zegara (w kierunku ujemnych wartości kątowych). Jeżeli natomiast szczegół mikroreliefu powierzchni zglądu jest mikrowypukłością to powoduje on odpowiednie dodatnie przesunięcie (przyspieszenie) fazowe.

W płaszczyźnie obrazowej obiektu (przy obserwacji w jasnym polu widzenia) długość wektora \bar{b} określa amplitudę tła obrazów pośrednich mikrowgłębienia i mikrowypukłości, a wektor \bar{t} amplitudę pół światła w miejscach tworzenia się obrazów samych mikrowgłębienia i mikrowypukłości. Przy tej samej zdolności do odbijania światła tych szczegółów mikroreliefu zglądu oraz ich otoczenia wektory \bar{b} i \bar{t} mają takie same długości (amplitudę), a zatem odpowiadające im natężenia światła są takie same. Obrazy takich szczegółów mikroreliefu będą więc tak samo jasne jak ich tło, co oznacza że przy takim sposobie obserwacji pozostają one niewidoczne.

Zgodnie z dyfrakcyjną teorią tworzenia obszaru mikroskopowego, wektor \bar{t} może być traktowany jako suma wektorów \bar{b} i \bar{d} . Wektor \bar{d} , który reprezentuje w obrazie pośrednim światło dyfrakcyjne tworzy z wektorem \bar{b} kąt $\phi = 90^\circ + \varphi/2$ (rys. 3.8b). Kąt ϕ oznacza wspomnianą już wcześniej różnicę w fazie pomiędzy światłem tzw. bezpośrednim i dyfrakcyjnym.



Rys. 3.8. Schematy wektorowe wyjaśniające powstawanie w obrazie mikroskopowym kontrastu fazowego od mikronierówności powierzchni zglądu opóźniających (a) lub przyspieszających (b) fazę odbitego od nich światła, w stosunku do ich tła

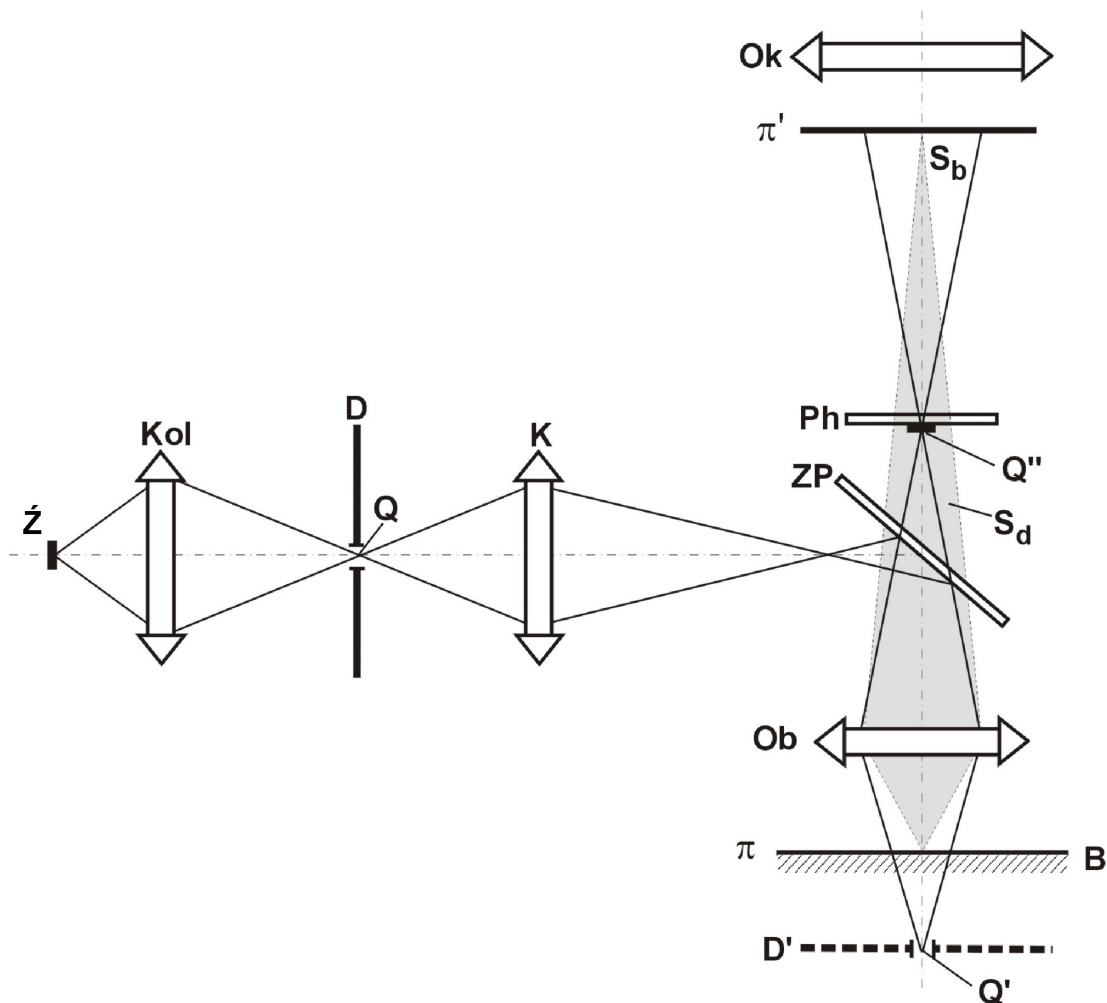
Bardzo płytkie mikrowgłębienia i niskie mikrowypukłości wywołują oczywiście bardzo małe przesunięcia fazowe φ , stąd $\phi = +90^\circ$ (rys. 3.8b) lub $\phi = -90^\circ$ (rys. 3.8a). Jeżeli zatem w pobliżu płaszczyzny ogniskowej obrazowej obiektywu, gdzie światło bezpośrednie (b) jest najlepiej rozdzielone od światła dyfrakcyjnego (d), wprowadzona zostanie płytka fazowa, która zmieni fazę światła bezpośredniego (b) o $+90^\circ$ lub -90° (co odpowiada obrotowi wektora \bar{b} do pozycji \bar{b}_1 lub \bar{b}_2 to w wyniku interferencji światła bezpośredniego o tak zmienionej fazie (\bar{b}_1 lub \bar{b}_2) z światłem dyfrakcyjnym (d), w obrazie pojawi się kontrast od niewidocznego wcześniej mikroreliefu zglądu.

Sytuacja powstała w wyniku obrotu wektora \bar{b} do pozycji \bar{b}_1 na rys. 3.8a, która powoduje, że natężenie światła w obrazie mikrowgłębienia jest mniejsze niż tła nazywane jest kontrastem fazowym dodatnim. Obrót wektora \bar{b} do pozycji \bar{b}_2 na rys. 3.8a daje z kolei kontrast fazowy ujemny ($t_2 > b_2$). Takie mikrowgłębienia na powierzchni zglądu widoczne są w końcowym obrazie mikroskopowym, jako ciemniejsze miejsca na jasnym tle – przy obserwacji w kontraście fazowym dodatnim i jako miejsca jaśniejsze niż tło – przy obserwacji w kontraście fazowym ujemnym. W przypadku mikrowypukłości kontrasty zostaną odpowiednio odwrócone.

Mikroskop metalograficzny do badań z kontrastem fazowym (rys. 3.9) różni się od zwykłego mikroskopu tylko tym, że w płaszczyźnie ogniskowej kolektora oświetlacza wprowadza się przysłonę pierścieniową, natomiast w płaszczyźnie ogniskowej obrazowej obiektywu lub w jej pobliżu – odpowiednią pierścieniową płytkę fazową.

Warunkiem uzyskania dobrej jakości obrazu w kontraście fazowym, oprócz bezbłędnego przygotowania zglądu jest dokładne „nałożenie” obrazu przysłony pierścieniowej na pierścień płytki fazowej. Minimalna wielkość mikronierówności (mierzona prostopadłe do powierzchni zglądu), którą można ujawnić metodą kontrastu fazowego wynosi około 50 Å. Ze wzrostem ich

wielkości kontrast początkowo rośnie, a kiedy wymiar ten staje się większy niż $\frac{1}{4}$ długości fali światła, może się zmniejszyć lub ulec odwróceniu. Nie pozwala to odróżnić w kontraście fazowym jednocześnie mikrowypukłości od mikrogłębieni oraz określić względnych różnic w ich wysokości i głębokości. Takiego ograniczenia pozbawione są badania mikrotopografii powierzchni zglądu w kontraście interferencyjnym.



Rys. 3.9. Schemat ideowy układu optycznego mikroskopu metalograficznego do badań z kontrastem fazowym.

Oznaczenia: \dot{Z} – źródło światła, Kol – kolektor, Q – otwór przysłony pierścieniowej D oświetlacza, K – soczewka pomocnicza, ZP – zwierciadło półprzezroczyste, Ph – płytka z pierścieniem fazowym, Ob – obiektyw, Ok – okular, D' – obraz przysłony aperturowej D, Q' – obraz otworu przysłony pierścieniowej D, π – powierzchnia badanego zglądu (B), S_b – światło bezpośrednio wychodzące z obrazu Q' otworu Q przysłony pierścieniowej D, Q'' – punkt skupienia światła bezpośredniego S_b na pierścieniu fazowym płytki Ph, S_d – światło dyfrakcyjne ugięte na powierzchni próbki, π' – płaszczyzna obrazowa obiektywu

3.5.4. Badania w kontraście interferencyjnym, kontrast Nomarskiego

Mikroskopy do badań w kontraście interferencyjnym, w odróżnieniu od fazowo-kontrastowych umożliwiają dodatkowo precyzyjny pomiar mikronierówności powierzchni, praktycznie niemożliwych do wykonania innymi metodami. Oprócz możliwości ich stosowania jako mikroskopów badawczych, mogą one pełnić także funkcje mikroskopów pomiarowych, zwanych wtedy interferometrami. W takim charakterze są one stosowane w kontroli jakości obróbki powierzchni i pomiaru jej chropowatości, kontroli dokładności wykonania kształtu kulek i pierścieni łożyskowych, złącz światłowodowych, płaskości i mikrochropowatości

polerowanych powierzchni optycznych itp. Tą metodą możliwy jest pomiar nierówności powierzchni w zakresie od 5 Å do 0,1 mm.

Spośród bardzo wielu odmian metod badań w kontraście interferencyjnym powszechnie stosowany obecnie jest kontrast interferencyjny różniczkowy (DIC), systemu Nomarskiego. System ten, zwany krótko „kontrastem Nomarskiego”, oparty jest na kontraście interferencyjnym w świetle spolaryzowanym, z wykorzystaniem interferencji różniczkowej. Daje on możliwość postrzegania i odróżniania szczegółów w obrazie w oparciu o ich zróżnicowanie w kontraście barwnym.