

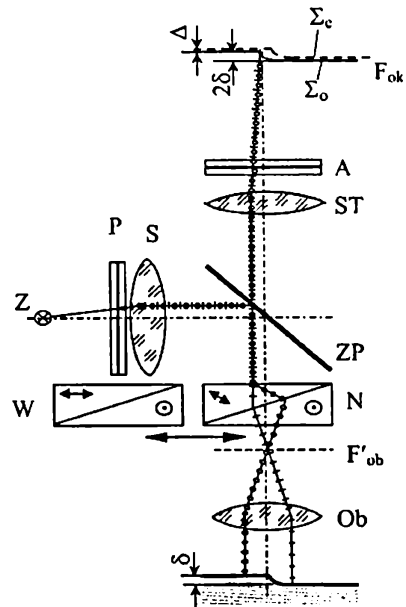
Krzysztof Mrocza

Zastosowanie kontrastu interferencyjno-różniczkowego Nomarskiego w badaniach mikrostruktury materiałów

Postęp technologiczny oraz znajomość zjawisk fizycznych umożliwiły budowę wielu zaawansowanych urządzeń badawczych pozwalających na analizę mikrostruktury materiału. Pomimo że mikroskopia świetlna znana jest od końca XVI w., to rozwój tej metody badawczej nie ustaje. Podstawą mikroskopii świetlnej jest wykorzystanie fal elektromagnetycznych z zakresu widma światła widzialnego. Dualny, korpuskularno-falowy charakter światła oraz szereg zjawisk fizycznych (np. dyfrakcja, interferencja) umożliwiły budowę wielu urządzeń peryferyjnych zwiększających możliwości badawcze tradycyjnego mikroskopu świetlnego.

Kontrast interferencyjno-różniczkowy jest jedną z odmian interferencji dwupromieniowej. Głównymi elementami układu są: pryzmat Wollastona i elementy polaryzacyjne. Pryzmat składa się z dwóch części o kształcie klina połączonych (sklejonych) powierzchniami przeciwprostokątnymi. Kliny wykonane są z jednego kryształu optycznie anizotropowego, przy czym jeden z klinów wycięty jest prostopadłe, a drugi równoległe do osi optycznej kryształu. W ten sposób zbudowany pryzmat powoduje rozdzielenie wiązki (równoległej, spolaryzowanej liniowo, z płaską powierzchnią falową) na dwie wiązki spolaryzowane względem siebie w płaszczyznach prostopadłych, które również posiadają płaskie płaszczyzny falowe. Wiązki zorientowane są względem siebie pod określonym kątem ϵ . Takie działanie pryzmatu wynika ze zmiennej grubości klinów wzdłuż pryzmatu (różna droga optyczna) oraz różnic we współczynnikach załamania światła, dla promieni zwyczajnych i nadzwyczajnych. Ponieważ wiązki powstały z jednej wiązki spolaryzowanej liniowo (przez polaryzator), są więc spójne i mogą ze sobą interferować po przejściu przez analizator. Wykorzystanie pryzmatu Wollastona do uzyskania kontrastu interferencyjnego różniczkowego (DIC) w mikroskopach sprowadza się do wywołania nieznacznego poprzecznego rozdzielenia fali świetlnej przechodzącej lub odbitej od badanego obiektu. Fala, której czoło (początkowo płaskie) ukształtowane jest w wyniku oddziaływania z obiektem

(np. odbicia się od niego) następnie ulega rozdzieleniu w pryzmacie Wollastona. Ostatecznie po złożeniu obu fal uzyskuje się jeden obraz interferencyjny o specyficznych właściwościach. Zastosowanie pryzmatu Wollastona stwarza jednak znaczne ograniczenie w praktycznym wykorzystaniu metody DIC, gdyż uzyskanie efektu kontrastu możliwe jest jedynie dla obiektywów o powiększeniach mniejszych od $10\times$. Wynika to z konieczności pokrycia się płaszczyzny lokalizacji prążków interferencyjnych – dla pryzmatu Wollastona zlokalizowana jest ona w jego wnętrzu (w pobliżu płaszczyzny sklejenia klinów) – z ogniskiem obrazowym obiektywu. Ten problem został rozwiązany przez G. Nomarskiego, który zmodyfikował pryzmat Wollastona przez zmianę kierunku osi optycznej jednego z klinów na prostopadły do płaszczyzny łamiącej pryzmatu i tym samym nachylony pod pewnym kątem β do powierzchni zewnętrznej (w pryzmacie Wollastona jest on równoległy). Spowodowało to usytuowanie płaszczyzny lokalizacji prążków interferencyjnych poza pryzmatem w odległości zależnej od parametrów pryzmatu (kąta β , kąta łamiącego α oraz grubości). Modyfikacja pozwala na stosowanie obiektywów o dowolnych powiększeniach, których ogniskowa obrazowa we współczesnych mikroskopach zlokalizowana jest w jednym miejscu tubusu. Możliwe jest zatem umieszczenie pryzmatu za obiektywem, we właściwym konstrukcyjnie miejscu tubusu mikroskopowego. Schemat układu DIC Nomarskiego dla mikroskopu odbiciowego przedstawiono na rysunku 1, gdzie: W – pryzmat Wollastona, N – pryzmat Nomarskiego, ST – soczewka tubusowa, P – polaryzator, A – analizator, ZP – zwierciadło półprzepuszczalne, F'_{ob} – ogniskowa obrazowa [1].



Rys. 1. Schemat podstawowej części układu optycznego z układem DIC wg Nomarskiego [1]

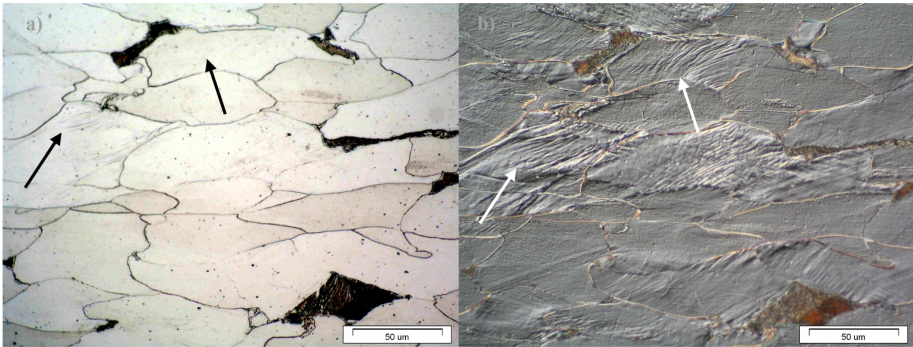
Metoda kontrastu inreferencyjno-różniczkowego DIC Nomarskiego została opatentowana we Francji w 1952 r. [2]. Możliwości badawcze mikroskopów z modułem DIC umożliwiają analizę topografii powierzchni charakteryzujących się nierównościami rzędu nm, co jest wykorzystywane na przykład do analizy jakości powierzchni szkieł podczas ich wytwarzania, w trakcie którego usuwane są zarysowania mniejsze od 0,5 nm [3]. Innym przykładem zdolności badawczych omawianej metody jest analiza subtelnych zmian w obszarze pola odkształceń materiału w okolicy czoła pęknięcia [4]. Kontrast DIC Nomarskiego stosowany może być nie tylko jako narzędzie badawcze, ale również jako metoda pomocnicza przy wykonywaniu cienkich folii (preparatów) przeznaczonych do obserwacji TEM. W tym przypadku określono zależność między grubością preparatu a barwami interferencyjnymi. Pozwala to na precyzyjniejszy dobór parametrów ścieniania oraz przewidywanie miejsca perforacji preparatu [5]. Inna koncepcja zastosowania metody kontrastu DIC Nomarskiego, wspomagająca proces badawczy, doprowadziła do budowy hybrydy mikroskopu sił atomowych (AFM) i układu Nomarskiego. Obraz uzyskiwany w tym urządzeniu jest faktycznie obrazem zmian położenia ramienia czujnika mikroskopu AFM obserwowanego przez układ kontrastu Nomarskiego [6]. Również sama metoda realizacji kontrastu inreferencyjno-różniczkowego według Nomarskiego doczekała się propozycji zmian. W artykule [2] zaprezentowano koncepcję umieszczenia pryzmatu nie w świetle spolaryzowanym liniowo, lecz kołowo. Zaletą tego rozwiązania jest uzyskanie lepszej zdolności rozdzielczej i kontrastu obrazu obserwowanego materiału.

Obserwacje

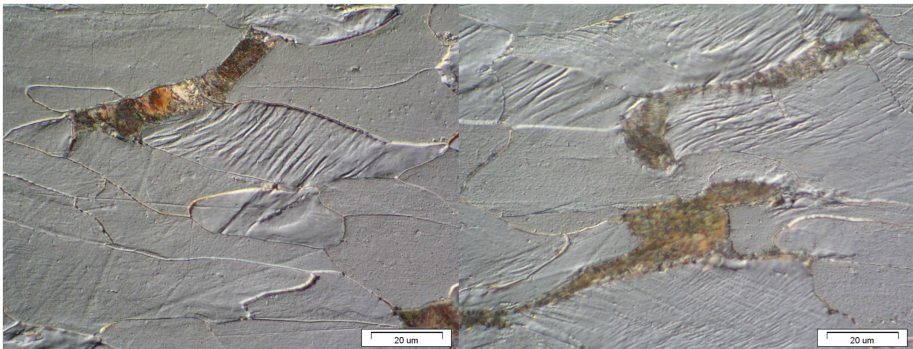
Przedstawione poniżej przykłady zastosowania kontrastu DIC Nomarskiego dotyczą badań mikrostruktury i powierzchni różnych materiałów inżynierskich: stopów metali, tworzywa sztuczne oraz ceramiki. Do badań zastosowano mikroskop świetlny OLYMPUS G51X wyposażony w kontrast DIC Nomarskiego.

Badania mikrostruktury stali niskowęglowej odkształczonej plastycznie na zimno

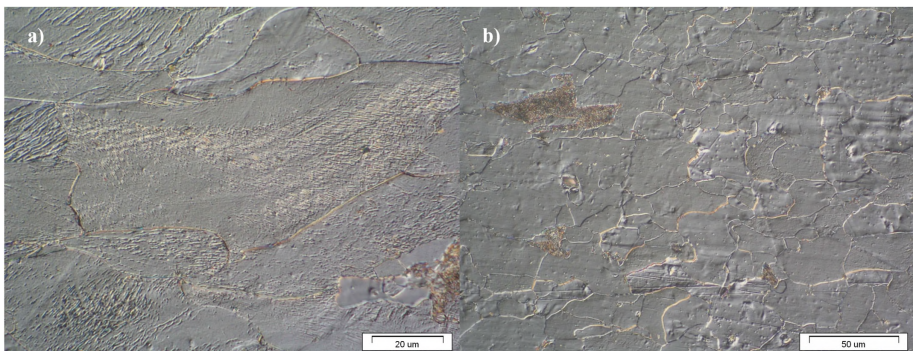
Materiałem badanym była stal niskowęglowa (0,07% C, 0,3–0,4% Mn, < 0,02% Si, P i S). Materiał poddano walcowaniu na zimno z odkształceniem 40%, a następnie wyżarzano rekrytalizująco przy siedmiu temperaturach od 550°C do 920°C przez 1 godzinę. Technikę obserwacji z zastosowaniem mikroskopii świetlnej i kontrastu DIC Nomarskiego wykorzystano do analizy zmian mikrostruktury zachodzących pod wpływem wyżarzania. Przygotowanie próbek do badania polegało na wykonaniu zglądu metalograficznego trawionego 4% nitaliem. Na rysunkach 2 i 3 przedstawiono mikrostrukturę materiału nie poddanego obróbce cieplnej. Obserwacje wykonane w tzw. jasnym polu ujawniają wydłużony kształt ziaren oraz niezidentyfikowane różnice w wyglądzie wnętrza niektórych z nich (rys. 1a). Natomiast zastosowanie kontrastu DIC Nomarskiego ujawnia w tych ziarnach pasma poślizgu (rys. 2b i 3), które zlokalizowane są na ich powierzchniach.



Rys. 2. Mikrostruktura próbki odkształconej 40%, nie obrabianej cieplnie a) obserwacja w jasnym polu, b) obserwacja z zastosowanie DIC Nomarskiego



Rys. 3. Mikrostruktura próbki odkształconej 40%, nie obrabianej cieplnie – obserwacja z zastosowaniem DIC Nomarskiego

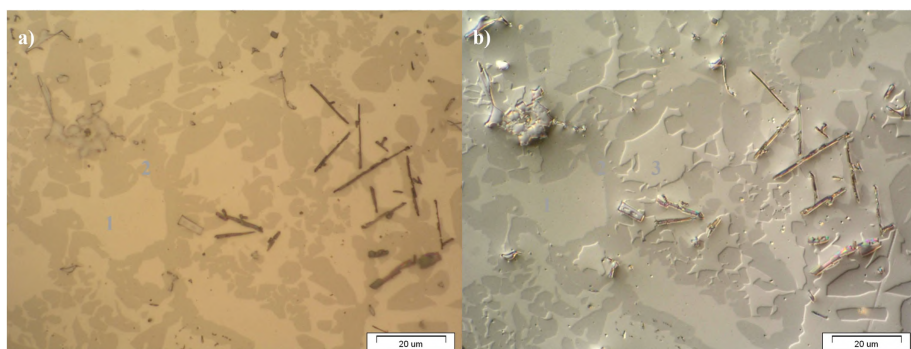


Rys. 4. Mikrostruktura próbki odkształconej 40%, a) wyżarzana 600°C/1 godz., b) wyżarzana 650°C/1 godz.; obserwacja z zastosowaniem DIC Nomarskiego

Wyżarzanie próbek przy temperaturze 600°C powoduje fragmentacje pasm poślizgu – rysunek 4a, natomiast podniesienie temperatury wyżarzania do 650°C wywołuje całkowity ich zanik – rysunek 4b.

Badania mikrostruktury stopu wielofazowego

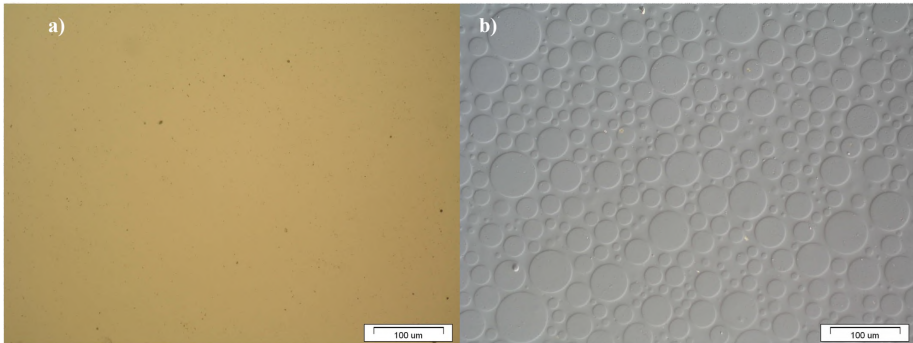
Materiałem badanym była bryłka stopu wydobytego podczas prac ziemnych. Materiał wykazuje właściwości magnetyczne, odporność na korozję oraz bardzo dużą twardość. Przygotowanie materiału do obserwacji polegało na wykonaniu zglądu metalograficznego (nie trawionego). Na rysunku 5 przedstawiono mikrostrukturę materiału obserwowaną w jasnym polu (rys. 5a) i z zastosowaniem kontrastu DIC Nomarskiego (rys. 5b). W pierwszym przypadku analiza mikrostruktury wykazuje obecność dwóch faz stanowiących osnowę materiału (nr 1 i 2 – rys. 5a) oraz szereg wydzieli. Wykorzystanie kontrastu DIC Nomarskiego umożliwiło zaobserwowanie trzech składów fazowych tworzących osnowę. Oprócz różnic w stopniu szarości między fazami 1, 3 i 2, faza 3 (rys. 5b) trudniej się poleruje (jest ponad powierzchnią pozostałych faz). Takie zróżnicowanie właściwości faz może świadczyć o różnicach w ich składzie chemicznym.



Rys. 5. Mikrostruktura stopu wielofazowego a) obserwacja w jasnym polu, b) obserwacja w kontraście DIC Nomarskiego

Badania powierzchni tworzywa polimerowego

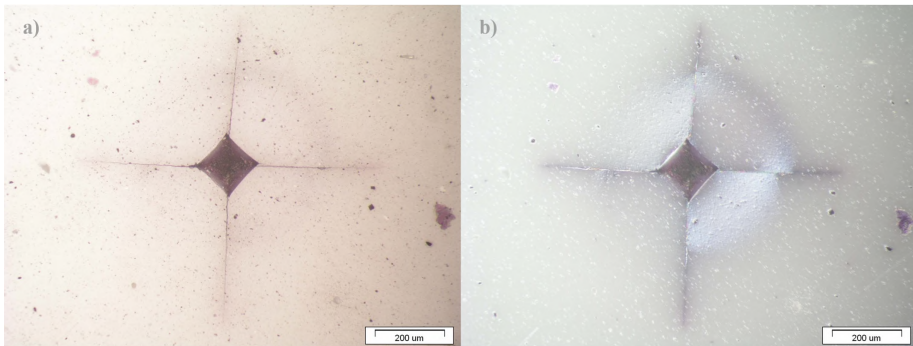
Materiałem badanym był polimer chemoutwardzalny. Obserwacjom poddano powierzchnie materiału, który wcześniej polerowano. Na rysunku 6 przedstawiono wygląd powierzchni obserwowanej w jasnym polu (rys. 6a) oraz z zastosowaniem kontrastu DIC Nomarskiego. Użycie kontrastu pozwoliło stwierdzić, że na powierzchni materiału występują okrągłe mikronierówności, powstające podczas procesu tworzenia się materiału lub w wyniku zastosowanych dodatków.



Rys. 6. Powierzchnia polimeru chemoutwardzalnego a) obserwacja w jasnym polu, b) obserwacja w kontraście DIC Nomarskiego

Badania powierzchni materiału ceramicznego

Materiałem badanym była ceramika – spiek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Obserwacje powierzchni materiału były jednym z etapów pomiaru odporności na pęknięcie wykonanego metodą wciskania wgłębnika Vickersa [6]. Działanie wgłębnika powoduje powstanie strefy odkształcenia w pobliżu odcisku, spękań radialnych widocznych na powierzchni materiału oraz szeregu pęknięć pod strefą odkształcenia. Pomiar prowadzony jest w odniesieniu do wielkości przekątnych odcisku oraz długości pęknięć radialnych, rozchodzących się od naroży odcisku.



Rys. 7. Powierzchnia ceramiki w obszarze odcisku Vickersa a) obserwacja w jasnym polu, b) obserwacja w kontraście DIC Nomarskiego

W większości przypadków odcisk jest dobrze widoczny podczas obserwacji mikroskopowych. Natomiast pewną trudność sprawia dokładny pomiar długości pęknięć, które ujawnia się stosując penetranty. Wykorzystanie kontrastu DIC Nomarskiego podczas tych obserwacji polepsza jakość uzyskiwanych obrazów oraz pozwala w niektórych przypadkach ujawnić również przynajmniej część strefy odkształcenia

w pobliżu węgelnika. Na rys. 7 przedstawiono badania strefy działania węgelnika, rys. 7a obserwacje – w jasnym polu; rys. 7b obserwacja w kontraście DIC Nomarskiego (strzałką zaznaczono strefę odkształcania).

Wnioski

Kontrast interferencyjno-różniczkowy DIC Nomarskiego jest metodą obserwacji materiału umożliwiającą uzyskanie szczegółowych informacji dotyczących obserwowanych powierzchni różnych materiałów inżynierskich.

Przedstawione przykłady badań stopów metali wykazały możliwość analizy stopnia przemian strukturalnych zachodzących w materiale odkształconym na zimno i wyżarzonym rekrytalizująco.

Z kolei analiza struktury stopu o złożonym składzie chemicznym pozwoliła na ujawnienie dodatkowej fazy w osnowie materiału, co posłużyło do zaprojektowania dalszych badań materiału wyjaśniających skład fazowy mikrostruktury.

Tworzywa polimerowe mają najczęściej jednorodny skład fazowy wynikający z ich budowy strukturalnej – głównym składnikiem są łańcuchy polimerów. Stosowane jednak dodatki, zmieniające właściwości tworzywa sztucznego (wypełniacze, stabilizatory, spieniacze, antypireny itp.) oraz sposób wytwarzania mogą wpływać na ostateczną formę powierzchni materiału. Ujawnienie subtelnych różnic w topografii tych powierzchni możliwe jest jedynie przy zastosowaniu opisywanej metody obserwacji.

Analiza mikropęknięć, która jest podstawą badania odporności materiałów ceramicznych na pękanie w metodzie wciskania węgelnika Vickersa jest łatwiejsza do wykonania przy zastosowaniu kontrastu DIC Nomarskiego. Ponadto można wykonać pomiar wielkości strefy odkształcenia powstałego podczas wciskania węgelnika Vickersa w materiał.

Główną cechą metody kontrastu interferencyjno-różniczkowego DIC Nomarskiego jest możliwość obserwacji nierówności powierzchni o wymiarach nawet nanometrycznych. Jak wykazano powyżej zdolność do analizy tak niewielkich nierówności pozwala na szereg analiz w kontekście badania różnych zagadnień związanych z materiałami inżynierskimi.

Bibliografia

- [1] Wala A., *Mikroskopowe badania metalograficzne*, Wyd. UŚ, Katowice 2004
- [2] Danz R., Gretscher P., *C-DIC: a new microscopy method for rational study of phase structures in incident light arrangement*, *Thin Solid Films* 462463 (2004), 257–262
- [3] Pan J.Z., Zhu D.B., *Mesoscopic details of crack tip deformation field by application of differential interference contrast method*, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 41 (2004), 147–162
- [4] Preble E.A., McLean H.A., Kiesel S.M., Miraglia P., Albrecht M., Davis R.F., *Application of Nomarski interference contrast microscopy as a thickness monitor in the preparation of transparent, SC based, cross-sectional TEM samples*, *Ultramicroscopy* 92 (2002), 265–271
- [5] Lugmaier R.A., Hugel T., Benoit M., Gaub H.E., *Phase contrast and DIC illumination for AFM hybrids*, *Ultramicroscopy* 104 (2005) 255–260
- [6] Szutkowska M., *Odporność na pękanie spieków ceramicznych stosowanych na ostrza narzędzi skrawających*, Wyd. IOS w Krakowie, Kraków 2005

Application of Nomarski DIC in scientific research of material microstructure

Abstract

This work presents applications of Nomarski DIC in studies of microstructure of various materials. The main idea of Nomarski DIC and its other applications are presented in the first part of the article. Low-carbon steel structure after recrystallization annealing, phase composition of a heterogeneous alloy, surface of plastic, as well as cracks and deformation zone in ceramics are discussed in the paper.