

NASVETI

ORIENTACIJA VZORCEV IN IDENTIFIKACIJA MOTIVOV PRI MIKROSKOPIJI

Miha Čekada

Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

1 UVOD

Pri različnih mikroskopijah se večkrat ustavimo pri enem od naslednjih dveh problemov. Prvič, ko najdemo neki zanimiv motiv na vzorcu z uporabo enega mikroskopa, npr. optičnega, bi radi isti motiv preiskali še z drugim mikroskopom, npr. vrstičnim elektronskim. Drugi problem je soroden prvemu, kadar želimo isti motiv ponovno opazovati kasneje, po obdelavi vzorca.

Pri opazovanju makroskopskih motivov, npr. izrazitih sledov obrabe, z iskanjem po navadi ni večjih težav. Želeni motiv najprej grobo lociramo s prostim očesom in ga nato s postopnim večanjem povečave poiščemo v izbrani velikosti. Pri tem je seveda potrebno, da se znamo na vseh skalah orientirati, torej da je v celotnem obsegu povečav neki značilen prepoznaven objekt.

Vendar pa je takšno enostavno iskanje prej izjema kot pravilo. Največkrat je površina preiskovanih vzorcev enolična, izraziti motivi so redki ter na grobi skali zelo podobni. Tedaj si lahko za silo pomagamo z oznakami, ki jih naredimo bodisi s pisalom ali rezilom. Pisalo je neuporabno pri elektronskem mikroskopu, z rezilom pa poškodujemo površino vzorca, kar nam lahko pri določenih meritvah (npr. korozijskih) pokvari rezultat. Obema metodama, pisalu in rezilu, pa je skupno to, da so sicer na makroskopski skali dobro vidni sledovi, pri dovolj veliki povečavi pa so le-ti preveč grobi in nedefinirani.

Nekoliko bolje se izkaže označevanje s katero od analitskih tehnik; primeren je denimo merilnik trdote, kjer z ostro konico naredimo točkovni odtis. Tam pa trčimo ob težavo identifikacije motiva, saj se je težko na vseh skalah (od prostega očesa do mikrometrške) enolično orientirati zgolj z nekaj točkovnimi odtisi. Pri določenih vrstah analize (spet omenimo korozijske teste) pa tudi takšni majhni odtisi lahko zmotijo dinamiko procesa.

2 RAČUNSKA ORIENTACIJA

Zgoraj navedenim težavam se lahko izognemo tako, da vzorec orientiramo, tj. da mu pripišemo lokalni koordinatni sistem. V ta namen potrebujemo le dve

enolično določeni referenčni točki, ki morata izpolnjevati naslednje tri pogoje, in to pri vseh uporabljenih povečavah:

- da ju enostavno lahko poiščemo,
- da sta jasno določljivi (točka, ne območje),
- da ju med sabo razlikujemo (da ne pride do zamenjave med njima).

Na ti dve referenčni točki »pripnemo« lokalni koordinatni sistem, pri čemer je prva točka v izhodišču, druga pa nam definira eno od koordinatnih osi. Orientacijo lahko izvajamo na katerem koli mikroskopu, seveda pa mora imeti možnost odčitavanja pozicije v obeh oseh v standardnih enotah dolžine (mikrometrih).

Orientacija je dejansko le izračun matrike med dvema koordinatnima sistemoma: lokalni sistem vzorca (definiran z izbranimi točkama) in trenutni koordinatni sistem, ki ga določa lega vzorca med opazovanjem v mikroskopu.

Enačba za pretvorbo iz enega koordinatnega sistema v drugega je:

$$\mathbf{r}' = \mathbf{M} \mathbf{r} + \mathbf{r}_0 \quad (1)$$

kjer je \mathbf{r} vektor točke v prvem koordinatnem sistemu, \mathbf{r}' v drugem, \mathbf{r}_0 pa zamik referenčne točke. Matrika rotacije je \mathbf{M} , raztega pa ni (saj uporabljamo iste enote – mikrometre), zato je determinanta matrike enaka ena. Po komponentah se enačba zapiše:

$$\begin{pmatrix} x' \\ y' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \varphi & -\sin \varphi \\ \sin \varphi & \cos \varphi \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} x_0 \\ y_0 \end{pmatrix} \quad (2)$$

in po posameznih enačbah:

$$\begin{aligned} x' &= \frac{y_2' - y_1'}{d} x + \frac{x_2' - x_1'}{d} y + x_1' \\ y' &= \frac{x_1' - x_2'}{d} x + \frac{y_2' - y_1'}{d} y + y_1' \end{aligned} \quad (3)$$

kjer so (x_1', y_1') in (x_2', y_2') koordinate referenčnih točk v drugem koordinatnem sistemu, $(0, 0)$ in $(0, d)$ pa v prvem. Obenem velja:

$$d = \sqrt{(x_1' - x_2')^2 + (y_1' - y_2')^2} \quad (4)$$

to je razdalja med obema referenčnima točkama. Kot zasuka je φ .

Za pretvorbo v nasprotno smer velja enačba:

$$\mathbf{r}' = \mathbf{M}^{-1} (\mathbf{r} + \mathbf{r}_0) \quad (5)$$

oz. po komponentah:

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi \\ -\sin \varphi & \cos \varphi \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x' - x_0 \\ y' - y_0 \end{pmatrix} \quad (6)$$

in po posameznih enačbah:

$$\begin{aligned} x &= \frac{y'_2 - y'_1}{d} (x' - x'_1) + \frac{x'_1 - x'_2}{d} (y' - y'_1) \\ y &= \frac{x'_2 - x'_1}{d} (x' - x'_1) + \frac{y'_2 - y'_1}{d} (y' - y'_1) \end{aligned} \quad (7)$$

3 IZVEDBA ORIENTACIJE

Postopek poteka v naslednjih korakih:

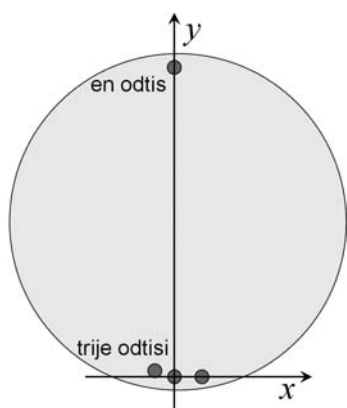
1) Označevanje vzorca

Način označevanja prilagodimo vrsti vzorca in napravam, ki jih imamo na voljo. V našem primeru, kjer največ uporabljamo kovinske vzorce v obliki diska, se je najbolj izkazal način označevanja z vtiskovanjem. Uporabimo Rockwellov merilnik ter izberemo skalo HRA (obremenitev 60 N). Odtis ima premer nekaj desetnik milimetra z izrazitim obročem, torej je dobro viden s prostim očesom, a še vedno dovolj majhen, da zasede zanemarljiv del površine vzorca. Da ne bi motil drugih meritev, ga naredimo čim bolj ob robu vzorca. Ker je odtis okrogel, lahko sredino jasno odčitamo tudi pri večjih povečavah.

Ker dveh odtisov ne moremo kar tako razlikovati, je smiselno, da na eni strani vzorca naredimo en odtis, na drugi pa tri. Zgolj dva odtisa sta problematična, ker pod mikroskopom večkrat težko ločimo, kateri od obeh je pravi. Pri treh odtisih v liniji blizu skupaj izberemo srednjega, in tu dileme ne more biti.

2) Primarna orientacija vzorca

Vzorec postavimo pod prvi mikroskop in najprej odčitamo koordinati obeh točk v trenutnem koordi-



Slika 1: Orientacija koordinatnega sistema na pripravljene odtise

natnem sistemu, tj. (x'_1, y'_1) in (x'_2, y'_2) . Posebej je treba poudariti, da je trenutni koordinatni sistem veljaven, dokler ročno ne premaknemo vzorca – dovoljeni premiki so le z mikrometrskim vijakom! Iz enačbe (4) izračunamo razdaljo med njima in s tem je primarna orientacija končana (**slika 1**).

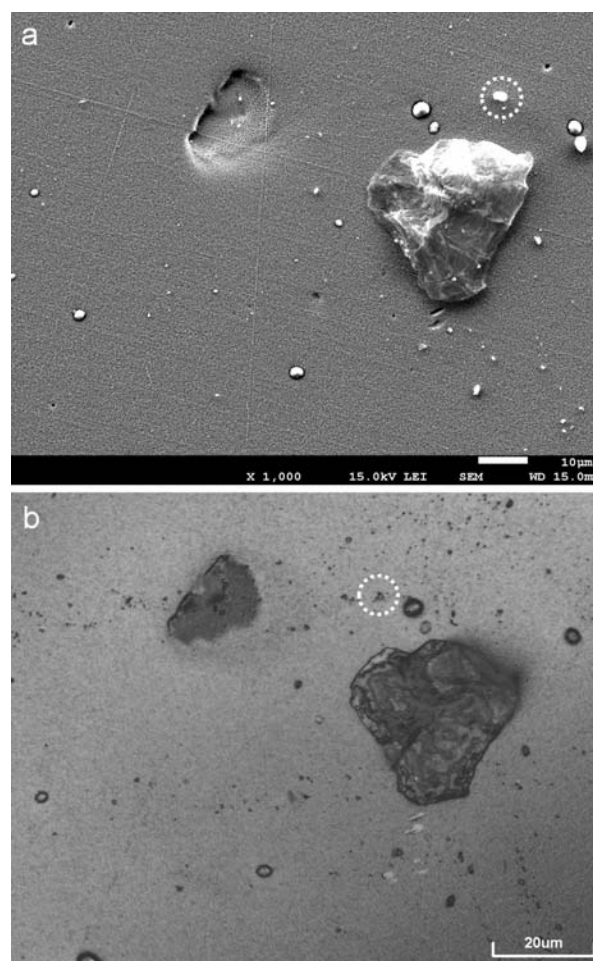
3) Določanje motivov

Vzorec pustimo v mikroskopu in izvajamo ustaljeno analizo z edino razliko, da koordinate vsakega zanimivega motiva zabeležimo, tj. (x, y) . Sproti ju pretvorimo v lokalni koordinatni sistem, ki ga določata obe referenčni točki, kar izvedemo z enačbama (3). Koordinate v lokalnem koordinatnem sistemu (x', y') so enolično določene, torej lahko po končanem delu vzorec odstranimo iz mikroskopa.

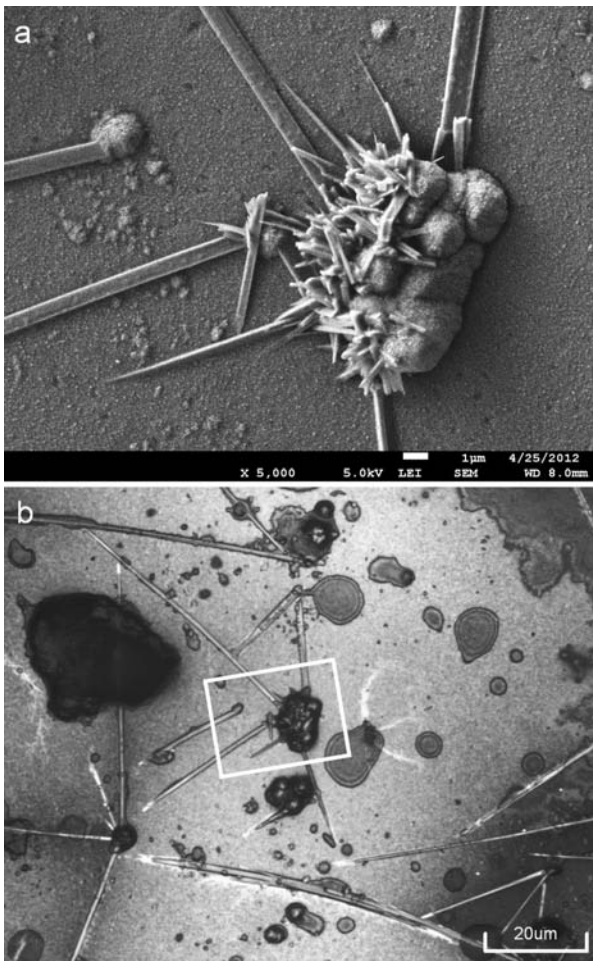
Vzorec sedaj lahko površinsko obdelamo, nato pa ga postavimo nazaj pod mikroskop. Lahko gre za isti mikroskop ali kak drugi.

4) Sekundarna orientacija vzorca

Vzorec postavimo pod mikroskop. Primerjava motivov je lažja, če vzorec približno podobno obrnemo, čeprav to za samo orientacijo ni bistveno.



Slika 2: Značilna defekta na površini prevleke TiAlCrN, posneta z: (a) SEM-om in (b) optičnim mikroskopom



Slika 3: Majhen detalj na površini prevleke TiVN po oksidaciji na 750 °C, posnet z: (a) SEM-om in (b) optičnim mikroskopom

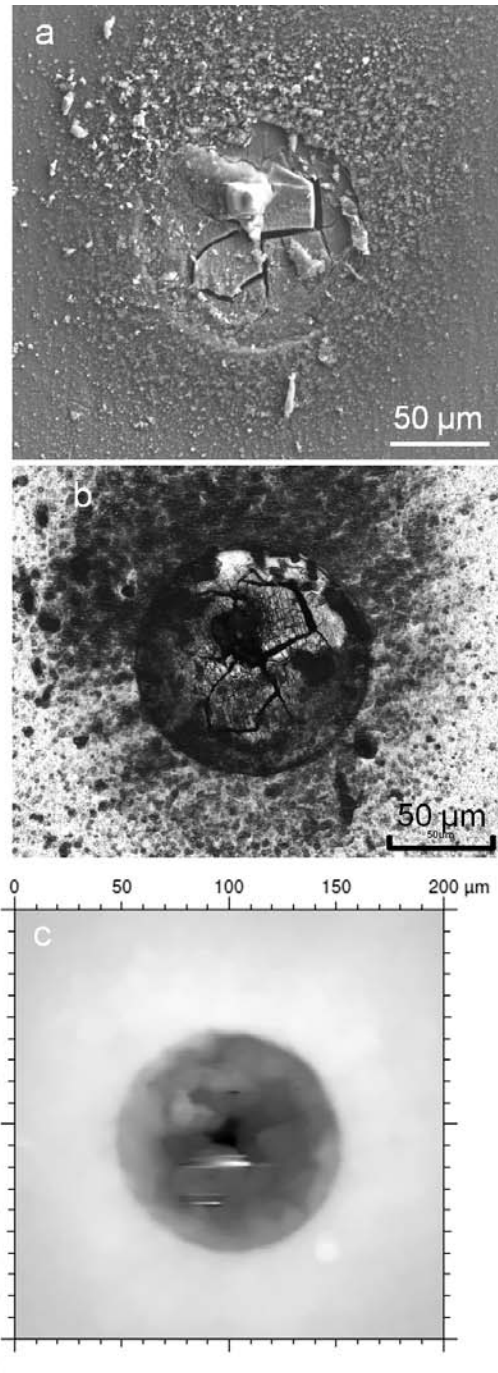
Postopek sekundarne orientacije poteka povsem enako kot postopek primarne orientacije. Smiselno je le preveriti, ali dobimo res enako razdaljo d med referenčnima točkama. Če je razlika znatna, smo v enem od korakov naredili napako, ali pa skala enega od mikroskopov ni mikrometrška.

5) Iskanje motivov

Po končani sekundarni orientaciji za iskanje motivov, določenih v točki 3, uporabimo enačbi (7). Potrebujemo koordinati obeh referenčnih točk v trenutnem koordinatnem sistemu, tj. (x'_1, y'_1) in (x'_2, y'_2) , ki smo ju določili v prejšnji točki. V enačbo vpišemo koordinate v lokalnem koordinatnem sistemu (x', y') in iz nje dobimo koordinate v trenutnem koordinatnem sistemu (x, y) . Če ima mikroskop možnost strojnega pomika na želeno lokacijo, nam bo iskanje motivov vzelo le nekaj sekund.

4 PRIMERI

Na **slikah 2–4** so primeri parov posnetkov istega območja, dobljenih z različnimi metodami slikanja.



Slika 4: Mesto jamičaste korozije na prevleki CrN po testu v slani komori, posnet z: (a) SEM-om, (b) optičnim mikroskopom in (c) kontaktnim profilometrom

Na **sliki 2** je sta prikazana dva značilna defekta na površini trde prevleke. Ker gre za relativno velike objekte na pretežno ravni površini, bi tak motiv s precej potrpljenja lahko poiskali tudi na klasičen način s skrbnim »prečesavanjem«
cele površine vzorca. Neprimerno hitreje pa motiv najdemo z orientacijo. Večino detajlov opazimo na obeh slikah (SEM in optični mikroskop), medtem ko nekaj detajlov opazimo le na enem oz. le na drugem posnetku (obkroženo s prekinjeno črto).

Medtem ko smo pri **sliki 2** še lahko govorili o možnosti ročnega iskanja, pa na primeru **slike 3** to zagotovo ni več mogoče. SEM-posnetek je bil narejen pri povečavi, ki precej presega teoretično mogočo optično povečavo. Dodatna težava je zasuk motiva, kar pri orientaciji sicer nima posebnega pomena, precej pa otežuje vizualno identifikacijo. Zato je iz povsem praktičnega razloga smiselno vzorec vedno enako obrniti.

Na **sliki 4** so prikazane tri tehnike snemanja, poleg SEM-a in optične mikroskopije še kontaktna profilometrija. Ker gre za relativno velik defekt, bi tudi v tem primeru pogojno lahko uporabili klasično iskanje motiva. Vendar bi bilo to še posebej težko pri kontaktni profilometriji, kjer med vizualnim pregledom vzorca s prostim očesom in skenogramom površine nimamo nobenega vmesnega koraka. Z uporabo orientacije je takšno iskanje neprimerno lažje.

DRUŠTVENE NOVICE

PREGLED KONFERENC V LETU 2013

International conference on industrial technology – IEEE ICIT 2013

25.–27. februar 2013, Cape Town, Južna Afrika
 (rok za povzetek: 1. september 2012)
www.icit2013.org

40th International conference on metallurgical coatings & thin films – ICMCTF 2013

29. april–3. maj 2013, San Diego, ZDA
 (rok za povzetek: 1. oktober 2012)
www2.avs.org/conferences/icmctf

Mednarodni znanstveni sestanek Vakuumska znanost in tehnika

Hrvaško-slovensko srečanje vakuumistov
 maj 2013, Slovenija
 rok za povzetek: (še ni določen)
www.dvts.si (domača stran društva)

European materials research society spring meeting – EMRS

27.–31. maj 2013, Strasbourg, Francija
 rok za povzetek: 16. januar 2013
www.emrs-strasbourg.com

9th Coatings science international – COSI 2013

24.–28. junij 2013, Noordwijk, Nizozemska
 rok za povzetek: 15. december 2012
www.coatings-science.com

The European corrosion congress – EUROCORR 2013

1.–5. september 2013, Estoril, Portugalska
 rok za povzetek: 12. januar 2013
eurocorr2013.org

International conference on diamond and carbon materials 2013

2.–5. september 2013, Riva del Garda, Italija
 rok za povzetek: spomladi 2013
www.diamond-conference.elsevier.com/diamond-2013.html

15nd Annual conference YUCOMAT

2.–6. september 2013, Herceg Novi, Črna gora
 rok za povzetek: 1. maj 2013
www.mrs-serbia.org.rs

European congress and exhibition on advanced materials and processes – EUROMAT 2013

8.–13. september 2013, Sevilla, Španija
 rok za povzetek: 31. januar 2013
euromat2013.fems.eu

64th Annual meeting of the international society of electrochemistry

8.–13. september 2013, Santiago de Queretaro, Mehika
 rok za povzetek: 21. marec 2013
annual64.ise-online.org/general/dates.php

19th International vacuum congress, IVC-19

vkjučuje tudi International conference on nanoscience and technology – ICN+T 2013, 15th International conference on solid surfaces – ICSS-15, Innovations in thin films processing and characterisation – ITFPC 2013, Magnetron, ion processing & arc technologies European conference – MIATEC 2013, 19th International conference on plasma processes – CIP 2013 in Reactive sputter deposition – RSD 2013

9.–13. september 2013, Pariz, Francija

rok za povzetek: 15. januar 2013

www.ivc19.com

European materials research society fall meeting – EMRS

16.–20. september 2013, Varšava, Poljska

(rok za povzetek: spomladi 2013)

www.emrs-strasbourg.com

3rd European symposium on photocatalysis – JEP 2013

25.–27. september 2013, Portorož, Slovenija

rok za povzetek: 14. 6. 2013

www.photocatalysis-federation.eu

49th International conference on microelectronics, devices and materials – MIDEM 2013

jeseni 2013, Slovenija

rok za povzetek: (še ni določen)

www.midem-drustvo.si (domača stran društva)

21. konferenca o materialih in tehnologijah

jeseni 2013, Portorož, Slovenija

rok za povzetek: (še ni določen)

www.imt.si

15th European conference on applications of surface and interface analysis – ECASIA 2013

13.–18. oktober 2013, Cagliari, Italija

rok za povzetek: spomladi 2013

people.unica.it/ecasia13

SPOROČILO ZA JAVNOST**Pfeiffer Vacuum predstavlja razširjen izbor izdelkov na spletu**

Asslar, Nemčija, 12. september 2012. Z današnjim dnem predstavlja Pfeiffer Vacuum razširjen nabor izdelkov na svoji domači strani www.pfeiffer-vacuum.com. Poleg obstoječega obsega lahko odslej na domači strani najdete tudi izdelke iz nabora dosedanjih prevzetih podjetij Adixen in Trinos. S to razširitvijo je družba pokazala svojo kompetentnost, da ponudi vakuumske rešitve na enem mestu.

Na spletni strani je tako celoten nabor izdelkov, ki vključuje turbomolekularne črpalke z magnetnimi in hibridnimi ležaji, suhe in z oljem mazane nizko- ter srednjevakuumske črpalke, detektorje netesnosti, masne spektrometre, vakuumske merilnike, kompo-

nente in vakuumske komore. Z uporabo aplikacije za izbiranje izdelkov lahko potencialni kupec z le nekaj kliki izbere zeleno rešitev med več kot 3600 izdelki.

»Z razširjenim naborom izdelkov lahko svojim strankam na vseh segmentih trga ponudimo pravi izdelek za njihovo aplikacijo – od individualnih komponent do kompleksnih vakuumskih sistemov,« je pojasnil Manfred Bender, generalni direktor Pfeiffer Vacuum. »Naše stranke lahko pri nas naročijo celovite vakuumske rešitve na enem mestu, in te komponente bodo povsem usklajene. Bolj kot so usklajene, manjše so potrebe glede porabe elektrike, vode ali plinov, kar vse podaljša intervale vzdrževanja. Tako lahko stranke znatno zmanjšajo operativne stroške.«

Več informacij na: www.pfeiffer-vacuum.com