

Przygotowanie cienkich folii z drutu wolframowego do obserwacji w mikroskopie elektronowym

1. WSTĘP

W przemyśle elektronicznym i lampowym stosowane są przeważnie druty wolframowe o bardzo małych średnicach. Stosuje się druty o średnicach poniżej 1 mm, a dla niektórych zastosowań używane są druty o średnicach poniżej 0,02 mm. Bardzo złożone procesy, zachodzące w czasie wyżarzania drutów z tzw. wolframu "preparowanego", nie pozwalają na wyjaśnienie ich mechanizmu drogą konwencjonalnej mikroskopii optycznej, brak jest natomiast stosunkowo łatwej metody przygotowania próbek z cienkich drutów dla obserwacji w mikroskopie elektronowym metodą transmisyjną. Tym też m.in. należy tłumaczyć kontrowersyjność poglądów reprezentowanych w literaturze na temat wyjaśnienia mechanizmu przebiegu zjawisk aktywnych cieplnie w wolframie "preparowanym".

2. PRZEGLĄD LITERATURY

W literaturze podawanych jest kilka metod przygotowania próbek z cienkich drutów wolframowych dla obserwacji w mikroskopie elektronowym metodą transmisyjną. Poniżej przedstawiono najciekawsze z tych metod.

Koch i Walter [1] podali metodę przygotowania cienkich folii z drutu wolframowego o średnicach 0,025 - 0,25 mm. W metodzie tej drut nawijany jest ściśle na płytkę wolframową o grubości 1,5 mm i szerokości ok. 25 mm. Tak nawinięty drut poddawany jest przewidzianym programem badań zabiegom obróbki cieplnej. Następnie drut zabezpieczano przed odwinieciem przez zanurzenie brzegów płyty z nawojem w kąpeli miedzianej, po czym płytę wolframową wycinano ze środka.

Tak otrzymaną blachę z drutów wolframowych inkludowano w żywicy i polerowano mechanicznie do grubości ok. połowy średnicy drutu. Dalsze pocienianie "płyty" uzyskiwano przez elektropolowanie z obu stron w 10% roztworze NaOH. Operację tą kontynuowano do momentu pojawienia się na "blasze" wyraźnych wgłębień. Ostateczne pocienienie uzyskiwano przez zanurzenie w elektrolicie, aż do momentu pojawienia się małego otworu. Dla drutów cieńszych /o średnicy poniżej 0,025 mm/ inkludowanie w żywicy nie zapewniało już pozytywnych wyników. Zastosowano tu pokrywanie "blachy" drogą osadzania z par WF_6 .

Tufts [2] opracował metodę opartą na założeniu, że przy elektropolowaniu pięciu ściśle przylegających do siebie prostych drutów tylko druty brzegowe ulegną całkowitemu rozpuszczeniu w elektrolicie, natomiast druty środkowe ulegną ścienieniu do cienkiej folii. Dla zapewnienia odpowiedniego ułożenia drutów autor stosował specjalny uchwyt teflonowy. Jako elektrolit Tufts stosował 2% roztwór NaOH, a po pojawieniu się w "folii" pierwszego otworu stosował dodatkowo trawienie chemiczne w 3% roztworze H_2O_2 .

Inne metody oparte są na zastosowaniu elektropolowania przy pomocy mikrostrumienia elektrolitu podawanego na drut poprzez specjalną dyszę [3-8]. Niewielkie wymiary dyszy pozwalają na trawienie małych obszarów drutu, a zastosowanie dodatkowego mikroskopu ułatwia obserwację procesu pocieniania i regulowania grubości tworzącej się folii. Stosowane w tych metodach urządzenia do pocieniania odznaczają się dość skomplikowaną konstrukcją i wymagają wysokiej precyzji wykonania. Jako elektrolit stosowany jest najczęściej roztwór NaOH w wodzie o stężeniu 1-10%, natomiast stosowane napięcie waha się w szerokich granicach /5-120 V/.

3. PRACE WŁASNE

Celem badań było opracowanie metody przygotowania próbek z drutu wolframowego dla obserwacji w mikroskopie elektronowym metodą transmisyjną. Metodę należało opracować dla drutu o średnicy 0,5 mm, poddanego uprzednio badaniom w podwyższonych temperaturach /od 900 do 2000°C/, a więc częściowo lub całkowicie zrekrystalizowanego. Jak wiadomo, drut taki jest kruchy, co wykluczało jakąkolwiek możliwość jego zaginania. Tak więc nie można było sprawdzić przydatności metody opracowanej przez Kocha i Waltera [1] wg jej oryginalnej procedury. Dlatego też "blachę" z drutów wykonano przez ściśle ułożenie drutów obok siebie i zamocowanie ich końców w uchwytach mechanicznych. Następnie druty między uchwytami zalano żywicą, a ich końce wraz z uchwytami odcięto. Tak otrzymaną próbkę polerowano mechanicznie. Okazało się jednak, że żywica ma stosunkowo małą przyczepność do drutu wolframowego i z chwilą rozpoczęcia polerowania

już samego drutu żywica zawarta między drutami uległa wykruszeniu. W następnej kolejności sprawdzono metodę podaną przez Tufts'a /2/. W tym celu wykonano odpowiedni uchwyt teflonowy i druty poddano elektropolerowaniu zgodnie z opisaną procedurą. Stwierdzono, że w czasie polerowania rozpuszczeniu ulegają nie tylko druty zewnętrzne, ale w równym stopniu wszystkie druty. Tak więc maskujące działanie drutów sąsiednich okazało się niewystarczające.

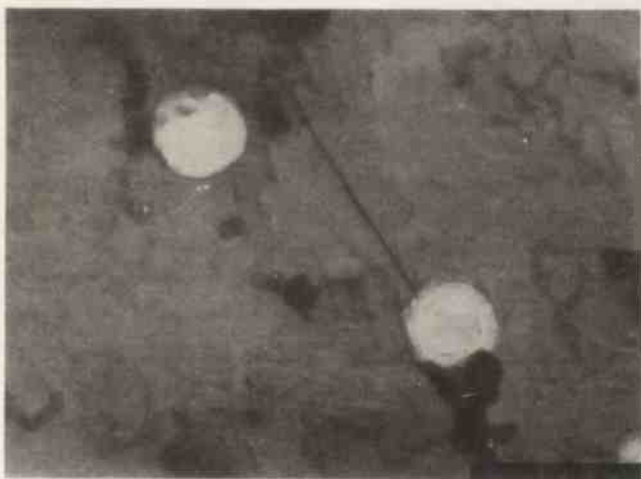
Ze względu na duży stopień skomplikowania innych metod opisywanych w literaturze postanowiono opracować własną, oryginalną metodę. Na podstawie szeregu prób praktycznych wybrano sposób następujący:

Drut o średnicy 0,5 mm polerowany jest mechanicznie z obu stron, aż do momentu utworzenia się "drutu płaskiego" o grubości około 0,06 mm. Drut o przekroju okrągłym przymocowywany jest najpierw do kawałka metalu przy pomocy taśmy dwustronnie klejącej i polerowany z jednej strony. Następnie drut odłączany jest od taśmy i przyklejany drugą, już polerowaną stroną i polerowanie kontynuowane jest aż do osiągnięcia grubości około 0,06 mm. W celu uniknięcia możliwości wprowadzenia do próbki dodatkowych naprężeń odłączanie próbki od taśmy klejącej powinno być wykonywane przez rozpuszczenie kleju w rozpuszczalniku. Tak otrzymane "druty płaskie" elektropolerowane są następnie w 2% roztworze NaOH, przy napięciu około 4 V prądu stałego. Temperatura roztworu w czasie elektropolerowania powinna wynosić około +4°C. Brzegi "drutu płaskiego" przed elektropolerowaniem powinny być zabezpieczone specjalnym lakierem /np. typu "Lacomit"/. Co 15 sek. elektropolerowanie powinno być przerywane i próbki powinny być poddawane obserwacji w mikroskopie optycznym. Ewentualne uszkodzenia zabezpieczenia brzegów, powstałe w czasie elektropolerowania, powinny być naprawiane. Również pierwsze małe otwory, tworzące się w próbce, powinny być natychmiast zabezpieczone lakierem. W niniejszej pracy przygotowanie próbek uznawano za zakończone w momencie utworzenia się dziesięciu małych otworów.

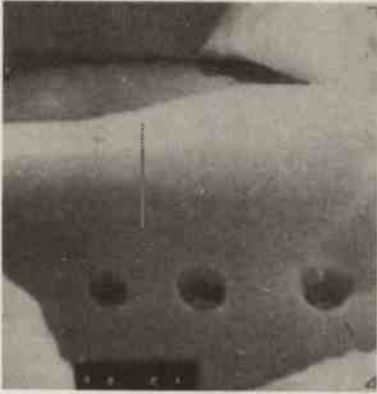
Na rysunkach 1 i 2 pokazano przykłady zdjęć struktur obserwowanych w mikroskopie elektronowym, dla próbek przygotowanych metodą opisaną powyżej. Dla porównania pokazano na rysunku 3 strukturę takiego samego drutu, obserwowanego w mikroskopie skanningowym.



Rys. 1. Przykład struktury spoligonizowanej w drucie wolframowym wyżarzonym w temp. 2340°K, w czasie 5 minut. Zdjęcie wykonane w elektronowym mikroskopie metodą transmisyjną. Powiększenie 48600X



Rys. 2. Przykład struktury drutu wolframowego wyżarzonego w temp.2340°K, w czasie 5 minut, zawierającej pęcherze gazowe. Zdjęcie wykonane w mikroskopie elektronowym metodą transmisyjną. Powiększenie 48600X



Rys. 3. Przykład struktury drutu wolframowego wyżarzonego w temp. 2150°K , w czasie 5 minut, zawierającej pęcherze gazowe. Zdjęcie wykonane w mikroskopie skaningowym. Powiększenie 30000X

4. WNIOSKI

1. Opracowana metoda pozwala na wykonanie próbek z drutów wolframowych, o średnicy 0,5 mm i cieńszych, po obróbce cieplnej /a więc kruchych/, umożliwiając ich obserwację w mikroskopie elektronowym metodą transmisyjną.
2. Opisywane w literaturze metody albo nie znajdują potwierdzenia w praktyce, albo nie mogą być zastosowane do drutów o dużym stopniu kruchości, albo wymagają budowy skomplikowanej aparatury.

LITERATURA

1. Koch E.F., Walter J.L.: Transactions AIME, 242, 1968 str. 157.
2. Tufts C.F.: Proceedings Electron Microscopy Society of America, 27, 1969, str. 142.
3. Dewey M.A.P., Lewis T.G.: Journal of Scientific Instruments, 40, 1963, str. 40.
4. Schoone R.D., Fishione E.A.: Revue of Scientific Instruments, 37, 1966, str. 1351.
5. Meieran E.S., Thomas D.A.: Transactions AIME, 227, 1963, str. 284.
6. Das G., Radcliffe S.V.: Fourth European Regional Conference on Electron Microscopy, Rome 1968, str. 259.
7. Ladd R.L.; Rau R.C.: Revue of Scientific Instruments, 39, 1968, str. 1162.