

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

Е. М. БРУМБЕРГ, Г. А. ЗАЙЦЕВ и Т. Г. ПОРОХОВА
**ТРАВЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ И МИНЕРАЛОВ ДЛЯ
УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

(Представлено академиком С. И. Вавиловым 1 III 1950)

Спектральные кривые отражения большинства металлов и непрозрачных рудных минералов, обладающих металлическим блеском, претерпевают значительно большие изменения с изменением длины волны в ультрафиолетовой области спектра, чем в пределах видимой области. На этом основаны преимущества ультрафиолетовой микроскопии при изучении таких минералов и металлов в металлографических шлифах в отраженном свете с применением метода цветовой трансформации⁽¹⁻³⁾.

С целью выяснения возможностей этого метода Т. Г. Пороховой были изучены с помощью спектрофотометра Бекмана, снабженного специальной насадкой для измерения коэффициентов зеркального отражения, спектральные кривые отражения ряда чистых металлов; образцы металлов, используемые для этих измерений, были приготовлены полировкой кусочков массивного металла так же, какготавливаются металлографические шлифы.

Результаты этих измерений приводятся на рис. 1 а. Кроме того производились исследования спектральных кривых отражения рудных минералов, результатов которых мы здесь не даем. Из приведенных кривых непосредственно следует, что некоторые металлы и минералы должны в ультрафиолетовом цветовом микроскопе значительно более отличаться друг от друга, чем при обычном рассматривании их в видимом свете. Образец цветной микрофотографии, полученной в ультрафиолетовых лучах указанным способом приведен на рис. 2 а*.

Однако из тех же кривых рис. 1 а и результатов, полученных при исследовании минералов, видно, что, по крайней мере в области длин волн от 400 до 230 мμ, многие металлы и минералы сходны по цвету — так же как в видимой области. Это заставило нас заняться разработкой «активных» методов ультрафиолетовой микроскопии, основанных на применении химической обработки изучаемой поверхности шлифов, на возможность и целесообразность которой указывалось еще в некоторых ранних наших статьях^(2, 4). Цветовой эффект, наблюдаемый в ультрафиолетовых лучах при очень слабом травлении шлифа, определяется сильным и избирательным поглощением ультрафиолетовых лучей тонкими пленками солей или окислов металлов, образующимися на поверхности шлифов, обычно прозрачными и незаметными в видимом свете.

На рис. 1 б приведены спектральные кривые пропускания некоторых таких пленок. Пленки эти были получены испарением соответствующих

* В подписях к цветным микрофотографиям (рис. 2 и 4) слова: «съемка 365, 313, 260 мμ; проекция красный, зеленый, синий» означают, что фотографирование шлифа производилось через светофильтры с максимумами пропускания при соответствующих длинах волн, а проекция полученных микрофотографий на экран хромоскопа произведена соответственно через красный, зеленый и синий светофильтр. Слова «зеленый», «красный» или «синий» после слова «съемка» обозначают, что фотографирование соответствующего снимка произведено в видимых лучах через указанный цветной светофильтр⁽²⁾. Цветные иллюстрации к статье получены зарисовкой с экрана хромоскопа.

веществ в вакууме на кварцевые пластинки, на которых и измерялось их спектральное пропускание в ультрафиолетовой области спектра. Толщина этих пленок была не более 0,2—0,8 мμ, о чем можно было судить по обусловленным ими интерференционным цветам. Характер этих кривых объясняет эффект, наблюдаемый с помощью ультрафиолетового

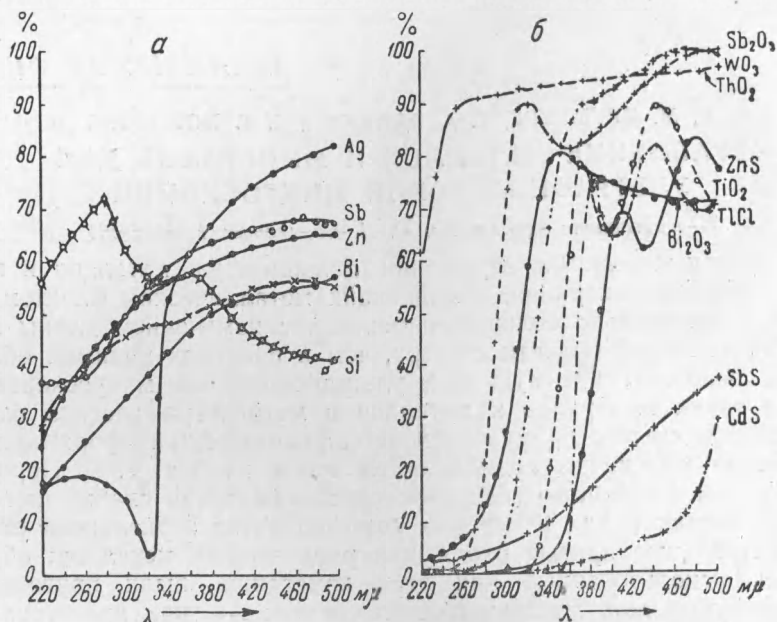


Рис. 1.

микроскопа на травленных шлифах. Если применяемый для травления реактив, например кислота, взят такой, что анион его сам прозрачен в используемой для наблюдений ультрафиолетовой области спектра, то поглощение пленки определяется обычно поглощением катиона, извлеченного реактивом из данного места шлифа, и следовательно характеризует последнее. Данные, получаемые при изучении поглощения тонких пленок чистых веществ, дают материал для сознательного выбора поверхностных микрохимических реакций для указанной цели. Так например, пленка Sb_2O_3 обладает поглощением с весьма резкой границей при 330 мμ (рис. 1 б), в то время как сернистое соединение того же элемента имеет нехарактерную спектральную кривую поглощения, вяло поднимающуюся с уменьшением длины волны ультрафиолетовых лучей. Следовательно, для наших целей более подходит реакция, приводящая к образованию пленки Sb_2O_3 .

Для получения на поверхности шлифа тончайших налетов требуется очень слабое химическое воздействие; поэтому мы применяли для данной цели главным образом травление газообразными веществами, не разрушающими, в отличие от сильных кислот, тонкие структуры шлифа.

Пример цветной микрофотографии, полученной в ультрафиолетовых лучах после обработки шлифов указанным образом, приведен на рис. 2 б*.

Цветовые наблюдения на шлифах в ультрафиолетовых лучах, непосредственно после полировки или после травления шлифа, могут производиться как фотографическим, так и визуальным способом (2).

* Поправка. Подпись к рис. 2 на вклейке следует читать: а — заэвтектический сплав серебро — кремний; съемка: синий: 313, 365 мμ; проекция: красный, зеленый, синий. б — оловянистый баббит после слабого травления сероводородом; съемка (двухцветка): зеленый, 365 мμ; проекция: зеленый, красный.

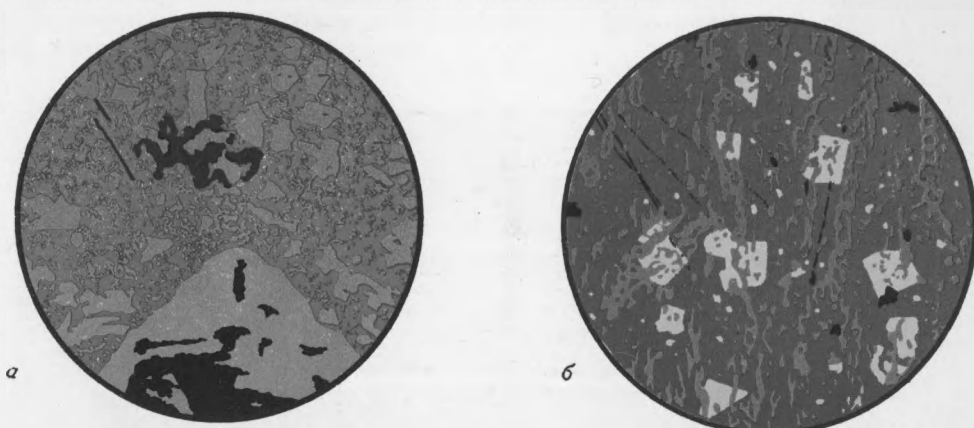


Рис. 2. а — заэвтектический сплав. Съемка: синий, 313, 365; проекция: красный, зеленый, синий
б — оловянистый бабит после травления сероводородом. Съемка (двухцветка): зеленый 365 мк, синий 313 мк; проекция: зеленый, красный

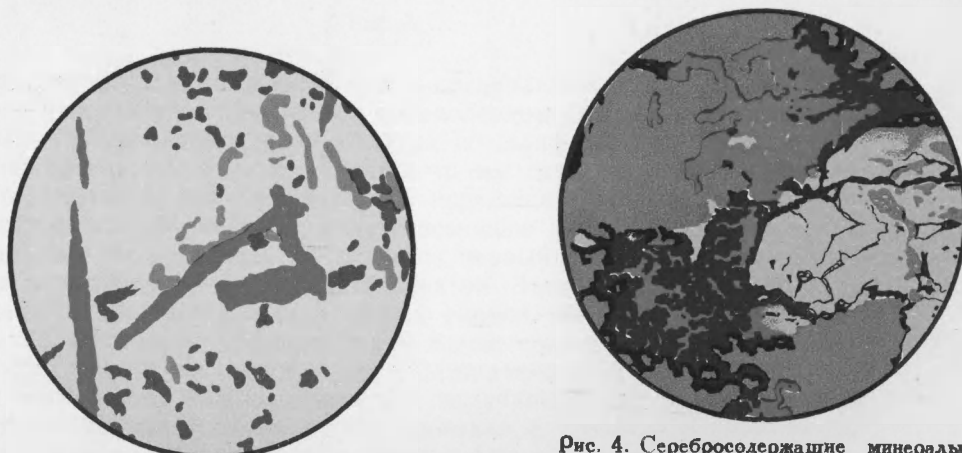


Рис. 3 а.

Рис. 4. Серебросодержащие минералы с выделением самородного серебра. Поочередное травление. Съемка: 313 и 260 мк до травления и 365 мк после травления шлифа парами иода; проекция: зеленый, синий и красный

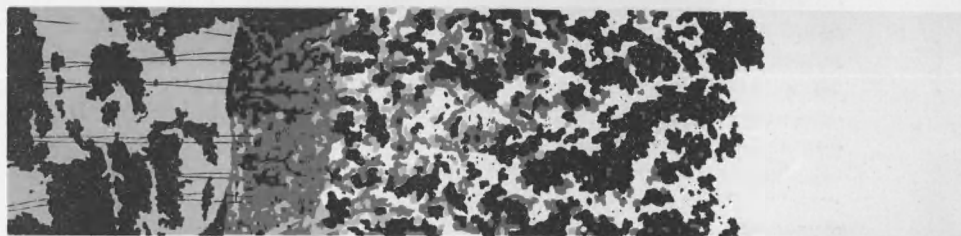


Рис. 3 б.

Здесь мы опишем еще один способ цветной фотографии в условных цветах, описанный одним из нас ранее ⁽⁵⁾ в применении к исследованию прозрачных объектов. Примененный нами для изучения химического состава непрозрачных шлифов в отраженном свете, этот способ получил название метода поочередного травления. Этот чисто фотографический метод состоит в следующем.

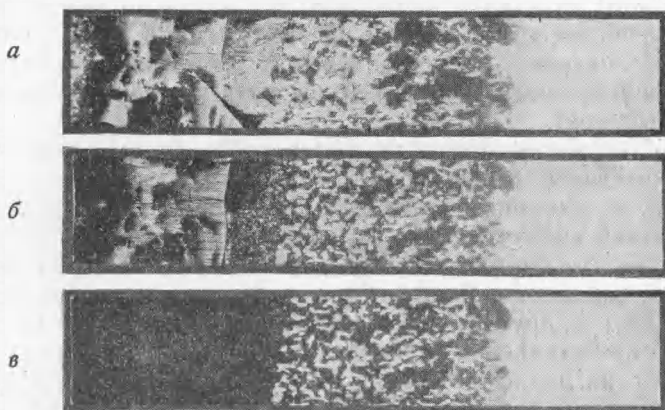


Рис. 3

Исследуемые шлифы зажимаются в специальном хомутике, устанавливаемом на столике микроскопа в определенном положении с помощью фиксатора, позволяющего, сняв хомутик со шлифом со столика микроскопа, поставить его обратно точно в то же самое положение. Шлиф вместе с хомутиком и столиком можно перемещать относительно объектива микроскопа обычным образом с помощью препаратоводителя.

С выбранного места шлифа делается первый снимок в лучах видимой или ультрафиолетовой области спектра. Затем шлиф подвергается травлению, после чего делается второй снимок того же места в лучах того же спектрального состава. Затем шлиф травится другим травителем, действующим на другие его составляющие, и делается третий снимок. На цветной микрофотографии, получаемой при одновременном рассматривании трех таких серых снимков с помощью хромоскопа, останутся бесцветными (белыми, серыми или черными) только те места шлифа, коэффициент отражения которых не изменился за время между отдельными снимками, т. е. те, на которые не подействовал примененный травитель. Остальные места шлифа окажутся цветными, причем окраска их будет определяться степенью действия на них первого или второго травителя.

Таким образом, при этом способе цветной фотографии окраска деталей изображения шлифа отвечает не на вопрос о том (как это было в ранее описанном случае), как изменяется коэффициент отражения соответствующего места шлифа с изменением длины волны света, а на вопрос — как относится данное место шлифа к примененному химическому агенту. Однако, и этот ответ, и даже быть может в большей степени, позволяет при удачном выборе реактивов судить о распределении в шлифе разных веществ.

С помощью двух серых снимков для хромоскопа и одного травления можно разделить этим способом по цвету не два, а значительно большее число разных веществ или фаз; с помощью трех снимков и двух травлений — еще большее число.

Сказанное иллюстрируется цветными снимками, приведенными на рис. 3 и 4.

На рис. 3а микрофотография шлифа сплава силумина, снятая в видимом свете на обычном металломикроскопе со стеклянной оптикой методом цветного фотографирования при поочередном травлении. Цветное изображение было получено с помощью двух серых снимков: первый был снят до травления шлифа, второй — после травления азотной кислотой. Первый снимок проектировался в хромоскопе через зеленый светофильтр, второй — через красный. Такая «двухцветка» с применением лишь одного травления позволила разделить по цвету все структурные составляющие этого шлифа: чистый кремний получил бордовый цвет, силицит магния (Mg_2Si) зеленый, железная составляющая ($FeAl_3$) кирпично-красный и твердый раствор на алюминиевой основе (фон) — желтый цвет.

На рис. 3б — микрофотография поперечного сечения поверхностной окалины на никелевой стали, обработанной в атмосфере углекислоты. Серые снимки, с помощью которых она получена, приведены на рис. 3в*. Верхний снимок сделан до травления шлифа, второй — после травления хлористым оловом, нижний — после травления смесью кислот HNO_3 и HCl в глицерине. Видно, что эти снимки различны, однако ни сличение их друг с другом, ни рассматривание отдельных снимков, не дает ясного представления о распределении в шлифе разных веществ, которое весьма наглядно видно на цветной микрофотографии, полученной при сличении этих же снимков на хромоскопе. Верхний слой окалины (Fe_3O_4) желтого цвета (рис. 3б) частично проникает в следующий воститный слой (FeO), состоящий из красных зерен; в третьем слое красные зерна FeO и желтые Fe_3O_4 видны по граням зерен металлической фазы ($Fe-Ni$), имеющей такой же розовый цвет как и следующая за последним слоем окалины сплошная масса металла.

Метод поочередного травления может быть использован также и в ультрафиолетовой микроскопии, обладающей по отношению к травлению, как это указывалось выше, большей чувствительностью и избирательностью. Возможно также комбинирование спектральных съемок с поочередным травлением, например: два снимка, сделанные в лучах разных длин волн, могут разделить на цветной фотографии несколько фаз, а перед третьим снимком можно применить травление, отделяющее еще одну фазу, не отличимую спектрально.

На рис. 4 приведен пример такой фотографии: два серебросодержащих минерала (сине-зеленый аргентит) с выделением самородного серебра (красное).

Особенно высокой чувствительностью отличается съемка с поочередным травлением, выполняемая в условиях темного поля.

Размеры этой статьи не позволяют нам рассмотреть различные комбинации, широкая возможность которых представляется методом поочередного травления, свободным от многих ограничений спектральных съемок, даже в условных цветах. Укажем только, что выбор реактивов для обработки шлифов для этого метода совершенно иной, чем при обычном травлении. Более подробно этот метод должен быть разобран в отдельной статье.

Настоящая работа выполнена в лаборатории акад. С. И. Вавилова, которому мы приносим благодарность за ценные советы и помощь в работе.

Поступило
2 I 1950

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ Е. М. Брумберг, ДАН, 25, 473 (1939). ² Е. М. Брумберг, Изв. АН СССР, сер. физ., 6, 32 (1942). ³ Е. М. Брумберг и М. В. Шевченко, ДАН, 32, 486 (1941). ⁴ Е. М. Брумберг, Вестн. АН СССР, 6, 117 (1946). ⁵ Е. М. Брумберг, ДАН, 51, 591 (1946).

* Снимки рис. 3б и в взяты из работы В. В. Ипатьева, Т. Г. Пороховой, В. В. Сибирской и В. И. Тихомирова.