

С.А. Фирстов, Н.И. Даниленко

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев

МЕХАНИЧЕСКАЯ ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ



Рассмотрены различные типы тонких фольг, получаемых при электрохимической полировке. Показано, что для исследования структуры и химического состава материалов методами аналитической электронной микроскопии необходимо использовать ионное утонение. В рамках программы по научному приборостроению при Президиуме НАН Украины разработаны и изготовлены приборы для механической подготовки заготовок перед финишным ионным утонением.

Ключевые слова: аналитическая трансмиссионная электронная микроскопия, механическая подготовка образцов, димплер, ионное утонение.

Современные электронные микроскопы расширяют возможности для материаловедов в создании и изучении новых материалов. Аналитическая электронная микроскопия, которая объединяет структурные и дифракционные методы исследования плюс локальный рентгеновский микроанализ, — это мощный инструмент, позволяющий выявить структурную и химическую микронеоднородность на атомном уровне. Результаты таких исследований играют главную и связующую роль в цепочке *обработка—структура—свойства* материалов.

Качество изображений, получаемых в трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ) определяется характеристиками объекта и способом его подготовки. Повышение контраста биологических объектов достигается их обработкой солями тяжелых металлов (Os, U, Pb и др.), которые избирательно взаимодействуют с компонентами микроструктуры (химическое контрастирование). Ультратонкие срезы полимерных материалов (10–100 нм) получают с помощью ультрамикротомов, а пористые и во-

локнистые материалы предварительно пропитывают и заливают в эпоксидные токопроводящие компаунды. При изучении микропорошков или наноразмерных объектов их наносят на специальные кружевные пленки-подложки из полимеров или углеродные пленки, «прозрачные» для электронного луча.

Из компактных металлических или керамических материалов изготавливают ультратонкие фольги. Традиционным методом финишной подготовки тонких фольг (толщиной $<2000 \text{ \AA}$) из металла и сплавов является электрохимическое полирование в специальных электролитах. Такие образцы пригодны для изучения материала на микроуровне. Очень часто химический состав зерен или ячеек отличается от химического состава их границ раздела. Поэтому при электрохимической полировке происходит более интенсивное утонение либо по границам (рис. 1, *а*), либо по телу зерен (рис. 1, *б*). В случае двухфазных материалов фольга также имеет разную толщину (рис. 2). Кроме того, могут утоняться и приграничные области (см. рис. 2, *а*).

Поскольку толщина фольги в области границы отличается от толщины образца в теле

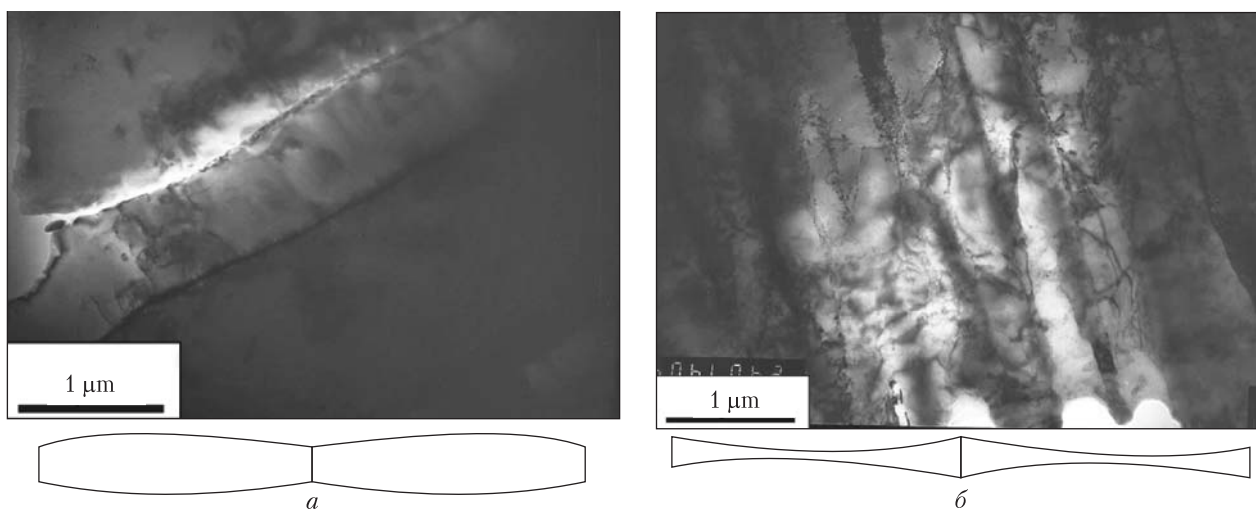


Рис. 1. Влияние химического состава границ ячеек на качество фольги прокатанных: а – молибдена; б – железа

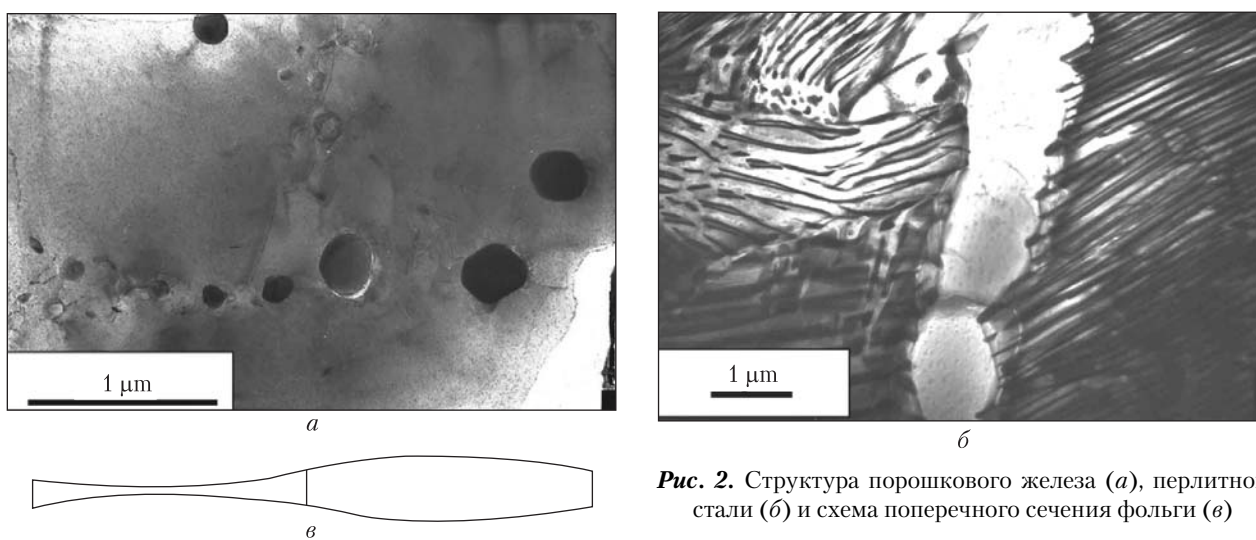


Рис. 2. Структура порошкового железа (а), перлитной стали (б) и схема поперечного сечения фольги (в)

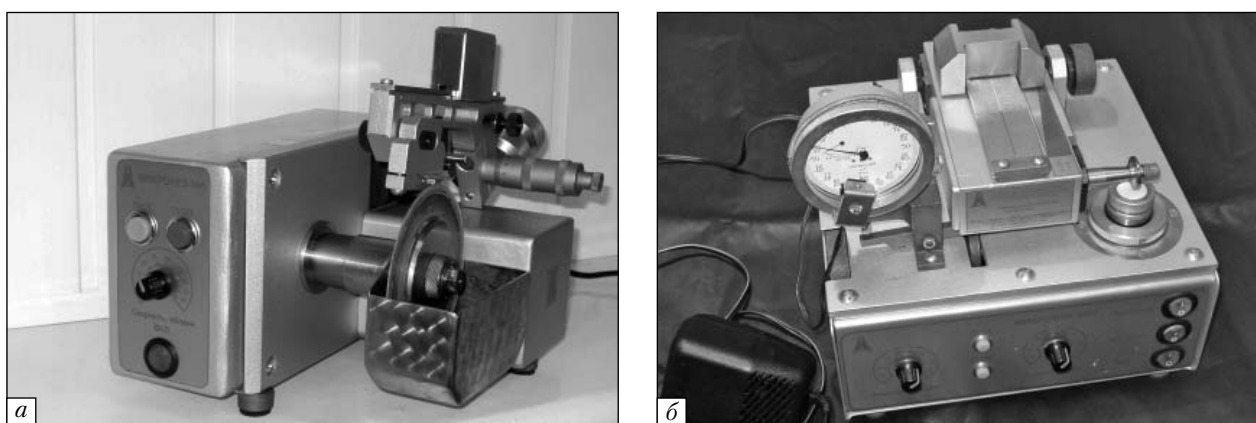


Рис. 3. Приборы для механической подготовки тонких фольг для ТЭМ: а – МІКРОПРІЗ-300; б – МІКРОБУР-3/60

зерна, то в результат кількісного рентгеновського мікроаналіза буде внесена значительная погрешность. После электрохимического полирования на поверхности образца можно обнаружить остатки элементов, входящих в состав электролита. Это также приведет к артефактам качественного и количественного рентгеновского микроанализа.

В последнее время широкое применение получил метод ионного утонения. Несмотря на более длительный процесс подготовки (до 20 ч на один образец), этот метод позволяет получить «чистые» без внесенных примесей тонкие фольги, «прозрачные» для электронов из керамических, многофазных и слоистых материалов.

Для исследования образцов из многослойных пленок, покрытий, градиентных структур термомеханического происхождения применяется метод *cross-section*. В этом случае в процессе утонения столик с образцом имеет модулированный режим вращения или режим «качания». Двустороннее утонение фольг под малыми углами позволяет получить «прозрачные» для электронов области шириной 10÷20 мкм.

В рамках программы по научному приборостроению при Президиуме НАН Украины (проект 8НП-04) в Институте проблем материаловедения НАН Украины и СКТБ Института проблем прочности НАН Украины разработали и изготовили приборы для механической подготовки заготовок перед финишным ионным утонением:

- ✦ устройство для прецизионного плоско-параллельного реза алмазным инструментом МІКРОРІЗ-300 (рис. 3, а);
- ✦ устройство для изготовления микролунок (димплер) МІКРОБУР-3/60 (рис. 3, б).

Основные технические характеристики устройства МІКРОРІЗ-300:

| | |
|--|----------------------------|
| Скорость вращения алмазного диска . . . | 10÷100 об./мин. |
| Диаметр алмазного диска | 80 мм |
| Максимальный размер (диаметр, толщина или ширина) заготовки | не меньше 8 мм |
| Усилие резания | 1÷3 Н |
| Микрометрическая подача заготовки в направлении оси шпинделя | 20 мм шагом подачи 0,01 мм |
| Потребляемая мощность | 300 Вт |

Основные технические характеристики устройства МІКРОБУР-3/60:

| | |
|--|----------------|
| Размеры образца: | |
| диаметр | 3 мм |
| толщина | 150 мкм |
| В устройстве используется специальный алмазный диск: | |
| диаметром (внешним) | 18 мм |
| толщиной | 1,2–1,5 мм |
| Скорость вращения шпинделя с алмазным диском | 10÷60 об./мин. |
| Скорость вращения столика | 10÷30 об./мин. |
| Усилие нагрузки на диск | 1÷3 Н |
| Погрешность измерения подачи диска по высоте | ±5 мкм |
| Потребляемая мощность | не более 20 Вт |
| Габариты | 264×227×270 мм |
| Масса | 10,5 кг |

Использование этих приборов на стадии механической подготовки позволяет производить технологические операции без внесения дополнительных повреждений.

Заказать и изготовить эти приборы можно по адресу: 01014 Киев, ул. Тимирязевская, 2, СКТБ Института проблем прочности НАН Украины; e-mail: sdtb@ips.kiev.ua.

С.О. Фірстов, М.І. Даниленко

МЕХАНІЧНА ПІДГОТОВКА ОБ'ЄКТІВ
ДЛЯ ЕЛЕКТРОННО-МІКРОСКОПІЧНИХ
ДОСЛІДЖЕНЬ

Розглянуті різні типи тонких фольг, отриманих при електрохімічному поліруванні. Показано, що для дослідження структури і хімічного складу матеріалів методами аналітичної електронної мікроскопії необхідно використовувати іонне стоншення. В рамках програми по науковому приладобудуванню при Президії НАН України розроблені і виготовлені прилади для механічної підготовки заготовок перед фінішним іонним стоншенням.

Ключові слова: аналітична трансмісійна електронна мікроскопія, механічна підготовка зразків, димплер, іонне стоншення.

S.O. Firstov, M.I. Danylenko

MECHANICAL PREPARATION OF SAMPLES
FOR ELECTRON MICROSCOPY STUDYING

Different types of thin foils produced by an electrochemical polishing are considered. The necessity of ion milling application in study of material structure and chemical composition by methods of analytical electronic microscopy is shown. Within the framework of the Program on a scientific instrument-making at the Presidium of NAS of Ukraine the devices for mechanical preparation of blanks before ion milling finishing were developed and manufactured.

Key words: analytical transmission electron microscopy, mechanical preparation of samples, dimpler, ion milling.

Стаття надійшла до редакції 04.01.12

**БРИТАНСКАЯ БИБЛИОТЕКА ОТКРЫВАЕТ ДОСТУП
к 40 тыс. книг XVIII—XIX веков**

Крупнейшая в Соединенном Королевстве Британская библиотека открывает доступ к более чем 40 тыс. точнейших электронных копий книг XVIII—XIX веков для пользователей планшетников iPad.

- ✦ Специальное приложение для этого мобильного устройства американской компании Apple дает возможность ознакомиться с оцифрованными книгами из собрания библиотеки с оригинальными отметками и иллюстрациями. В качестве примера изданий, многие из которых «практически невозможно найти в книжных лавках и на других интернет-ресурсах», вещательная корпорация «Би-би-си» приводит «Робинзона Крузо» Даниэля Дефо «с подробными штриховыми рисунками». Все книги в рамках проекта относятся к периоду XVIII-XIX веков и включают романы, сборники поэзии и исторические документальные источники. С помощью нового приложения в будущем можно будет скачать еще 25 тыс. изданий, сканирование и соответствующая подготовка которых сейчас завершается.
- ✦ Выбор в пользу «айПэда», по словам Би-би-си, объясняется «тактильным интерфейсом» устройства, которое позволяет «воссоздать ощущение перелистывания страниц реальных книг». Месячный доступ к книгам стоит чуть менее 2 фунтов /3,3 долл./.