

## ОДЕРЖАННЯ ЗОБРАЖЕНЬ В МІКРОСКОПІ УЕМВ-100К

Сучасний електронний мікроскоп – це прилад, що дає змогу безпосередньо спостерігати і вивчати найдрібніші деталі у будові твердих тіл. Вивчення тонкої будови об'єктів за допомогою електронного мікроскопа відкриває нові можливості для створення різноманітних матеріалів і керування їх структурою. Це зумовлює застосування електронної мікроскопії не тільки у відповідних галузях науки, але і в промисловому виробництві.

*Будова та принцип дії електронного мікроскопа.* Як відомо, електрони – це матеріальні частинки, що одночасно мають хвильові властивості. Довжина хвилі електрона  $\lambda$  та його імпульс  $p$  пов'язані співвідношенням де Бройля

$$\lambda = \frac{h}{p}.$$

Якщо електрон прискорюється в полі з різницею потенціалів  $u$ , то

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meu}}$$

Для напруги 100 кВ довжина хвилі, що відповідає електрону з енергією 100 кеВ, дорівнює  $3.7 \cdot 10^{-3}$  нм, для 50 кеВ –  $5.3 \cdot 10^{-3}$  нм. Отже, електрони, подібно до хвиль, можуть дифрагувати, інтерферувати і цим подібні до звичайного світла. Здебільшого рух електронів зручно зображати як поширення світлових хвиль у вигляді променів або нормалей до фронту хвиль.

Однією з основних властивостей електронних пучків є їхня взаємодія з електричними та магнітними полями. При проходженні пучка електронів через область з електричним або магнітним полем виникають ефекти, аналогічні проходженню світла через області з різними показниками заломлення, хоча при цьому спостерігаються і певні відмінності.

Таким чином, електричні та магнітні поля спеціальної конфігурації можуть відігравати роль “лінзи” для електронної хвилі.

У сучасній електронній мікроскопії найбільше поширення здобули так звані магнітні лінзи. На рис.1 показано будову лінзи.

Як і у випадку оптичної лінзи, точки об'єкта і точки зображення лежать поза магнітним полем лінзи. Застосування полюсних наконечників дає змогу концентрувати магнітне поле в малій області, що значно збільшує заломлюючу силу (а отже, і світлосилу) лінзи. Фокусна відстань такої лінзи  $f$  пропорційна відношенню  $\frac{\vartheta}{H}$ , де  $\vartheta$  - швидкість електронів;  $H$  - напруженість поля. Беручи до уваги специфіку процесу, проходження електронів через магнітне поле, магнітні лінзи завжди є збірними. Розсіюючих магнітних лінз немає.

Магнітним лінзам притаманні ті самі аберації, що і оптичним: сферична аберация і дисторсія, скривлення поля і астигматизм. До дефектів зображення може призводити і хроматична аберация та спотворення під дією просторового заряду.

Важливою частиною електронного мікроскопа є джерело електронів, яке випромінює потужний пучок електронів і одночасно прискорює їх в електростатичному полі. Цей вузол називається електронною гарматою. Він складається з катода, що забезпечує емісію електронів, керуючого (направляючого) електрода та анода. Досить потужні катоди з густиною струму більше  $2 \cdot 10^4$  А/см<sup>2</sup> виготовляють з вольфраму у вигляді  $\psi$ -подібних ниток. Регулюючи струм розжарення нитки та величину потенціалу на керуючому електроді, отримують інтенсивні пучки електронів з досить малою апертурою.

Величина прискорюючої напруги між катодом і анодом у більшості електронних мікроскопів змінюється дискретно і має значення від 50 до 100 кВ. Такі високі напруги зумовлюються значним поглинанням електронів речовиною, наприклад, шар Al товщиною 0.1 мм практично повністю поглинає пучок електронів з енергією 50 кеВ. Тому для досліджень потрібно мати досить тонкі об'єкти (0.1 мк) і високі прискорюючі напруги. Отже, основною частиною електронного мікроскопа є джерело електронів (електронна гармата), що разом з освітлювальною системою спрямовує інтенсивний потік електронів на об'єкт – зразок. При проходженні через зразок частина електронів розсіюється або дифрагує, а потім потрапляє в систему магнітних лінз, які й створюють зображення об'єкта на кінцевому екрані. Шлях променів в електронному мікроскопі у режимі спостереження мікроструктури об'єкта показаний на рис.2.

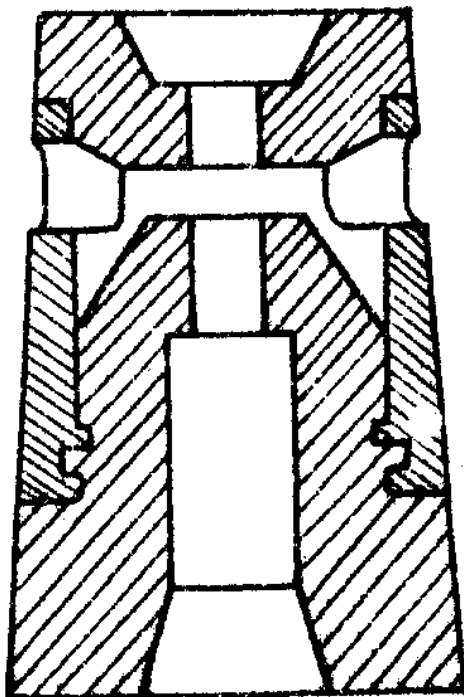


Рис.1

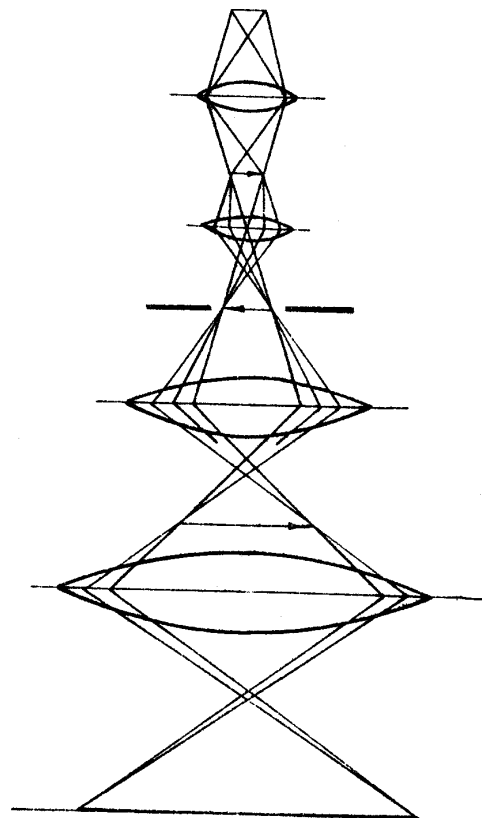


Рис.2

## *Будова приладу УЕМВ-100К*

Мікроскоп УЕМВ-100К призначений для різноманітних структурних і дифракційних досліджень. УЕМВ-100К – п'ятилінзовий мікроскоп високої роздільної здатності (8 А). За своїми параметрами він відповідає кращим закордонним моделям.

На рис.3 показано розріз колони мікроскопа. Джерелом електронів служить катод з вольфрамової проволочки. Електрони прискорюються до 50 (75, 100) кВ на проміжку між катодом і анодом. Дві конденсорні лінзи фокусують пучок до потрібного діаметра на освітлюваному об'єкті. Положення зразка можна змінювати переміщенням столика об'єкта за допомогою двох штанг, розміщених біля колони. Зразок у спеціальному патрончику встановлюється в столик об'єктивної лінзи через шлюзову камеру. Об'єктивна лінза дає фокусоване збільшення зображення, яке потім збільшується ще раз за допомогою проміжної, а потім проєкційної лінзи. Кінцеве зображення проєктується на флуоресцентний екран. Під екраном знаходиться камера фотокасети з 24 фотопластинками розміром 6×9. Колона мікроскопа з'єднана з вакуумною системою, що підтримує вакуум  $1.3 \cdot 10^{-2}$  Па. Окремо від пульта і колони мікроскопа змонтовані шафа стабілізаторів і блок високої напруги.

На блоці конденсорних лінз розміщено вісім гвинтів для фокусування електронної гармати та першого конденсора. Дві пари верхніх гвинтів переміщують у взаємно перпендикулярних напрямках електронну гармату відносно другого конденсора, а дві пари нижніх дають змогу таку саму операцію провести з першою конденсорною лінзою. В середині другого конденсора вмонтований електромагнітний стигматор конденсорної лінзи. У блоці конденсорних лінз, крім того, вмонтовано механізм пересування конденсорної діафрагми. Між конденсатором і об'єктивною лінзою знаходиться система юстування котушок, які забезпечують магнітне переміщення електронного пучка відносно об'єктивної лінзи та нахил освітлювальної системи. Регулювання струму в цих котушках проводиться з пульта управління реостатами "перемещение" та "наклон ЭМ".

В об'єктивній лінзі, крім столика зразків, вмонтований стигматор об'єктивної лінзи. Зовні розташовані приводи керування апертурною діафрагмою та камера шлюзу зразка, нижче – блок проміжної та проєкційної лінзи. В середині цього блоку розміщений електромагнітний стигматор проміжної лінзи, механізм керування та введення селекторних діафрагм і рухомий наконечник проєкційної лінзи служить барабан, що розміщений зовні.

Проєкційна та проміжна лінзи кріпляться на тубусі фотокасети. В середині тубуса розміщуються екрани спостереження, приводи для підйому екранів і шлюзування фотокасети.

До колони за допомогою сильфонів підведені магістралі високого вакууму та форвакууму.

*Електрична частина та пульт управління.* Енергетичне живлення мікроскопа здійснюється від трифазної мережі напругою 220/380 В. В електричній схемі мікроскопа можна виділити три типи споживачів і джерел електричного струму: блок і стабілізатор високої напруги та генератор живлення електронної гармати; стабілізатор струму та напруги, що живлять лінзи, стигматори та допоміжні вузли електричної схеми; споживачі звичайного змінного струму.

Блок високої напруги разом з стабілізатором виробляють постійну напругу 50, 75 та 100 кВ стабільністю  $10^{-5}$  за хв, що подається на катод електронної гармати через високовольтний кабель, через який відбувається живлення нитки катода електронної

гармати від генератора. Стабілізатори струмів і напруги високовольтного кола оформлені у вигляді взаємозамінних панелей і поміщені у спеціальну шафу, де знаходяться також панелі з каліброваними опорами, панель електромагнітної блокування та ферорезонансні стабілізатори. Живлення форвакуумного та паромасляного насосів, вакуумметрів, пристроїв для нагрівання зразка, генератора розрядної трубки та інших другорядних електричних споживачів проводиться звичайно від розподільчого щита.

На пульт управління електронного мікроскопа винесені всі пристрої для керування електричною схемою. На лівій стороні пульта розташовані: контрольний прилад з перемикачем ряду вимірювань, тумблер і реостати другого конденсора, реостати переміщення та електромагнітного нахилу пучка, тумблери та реостати проєкційної та проміжної лінзи, стигматор проміжної лінзи та тумблер і реостат мікродифракції. На правій стороні пульта розміщені: тумблери і реостати об'єктивної лінзи та її стигматора, тумблер розжарення катода електронної гармати, реостати переміщення і нахилу пучка, тумблер та перемикач першого конденсора, тумблер високої напруги. Крім того, на пульті знаходяться дві контрольні лампочки "высокое напряжение" та "плохой вакуум." У правій частині корпусу мікроскопа: пакетники живлення, увімкнення високої напруги, тумблери дифузійного та форвакуумного насосів.

*Вакуумна частина мікроскопа.* Оскільки електронний пучок сильно поглинається і розсіюється в повітрі, то для роботи мікроскопа необхідно створити розрідження в колоні та електронній гарматі. Конструктивно УЕМВ-100К розрахований на роботу при вакуумі  $1.3 \cdot 10^{-2}$  Па. Цей вакуум створюється системою форвакуумного, бустерного та паромасляного насосів. Ступінь розрідження вимірюється лампами ЛТ-4М та ЛМ-2, приєднаними до приладу ВИТ-2. Комутація вакуумної системи, тобто підключення до системи форвакуумного і паромасляного насосів виконується вакуумними кранами. Схема вакуумної системи (рис.4) та схема комутації показана нижче.

Вакуумна система виконана і зібрана таким чином, що після досягнення високого вакууму в колоні можливе відключення форвакуумного насоса і робота без нього протягом декількох годин.

Режим роботи	NN клапанів									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Відкачка попереднього вакууму	3	3	0	3	0	–	–	–	3	3
Відкачка високого вакууму	3	3	0	3	0	–	–	–	3	3
Відкачка колони на попередній вакуум	0	3	3	3	0	0	3	3	3	3
Відкачка колони на високий вакуум	3	3	0	0	0	0	3	3	3	3
Відкачка шлюза на попередній вакуум	3	3	0	0	3	0	3	3	3	0
Введення об'єктів в колону	3	3	–	0	3	0	3	0	3	3
Зупинка мікроскопа	3	3	3	3	0	0	3	3	3	3

Напуск повітря в колону мікроскопа	в	3	-	-	3	-	0	0	-	-	3
------------------------------------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

Умовні позначення: 0 – клапан відкритий; 3 – клапан закритий;  
 – клапан відкритий або закритий.

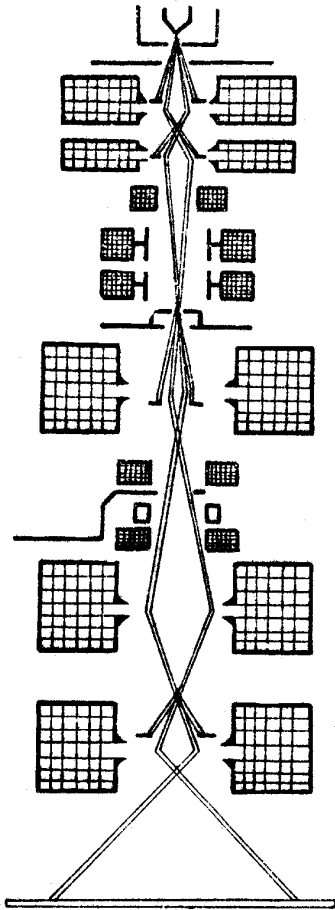


Рис.3

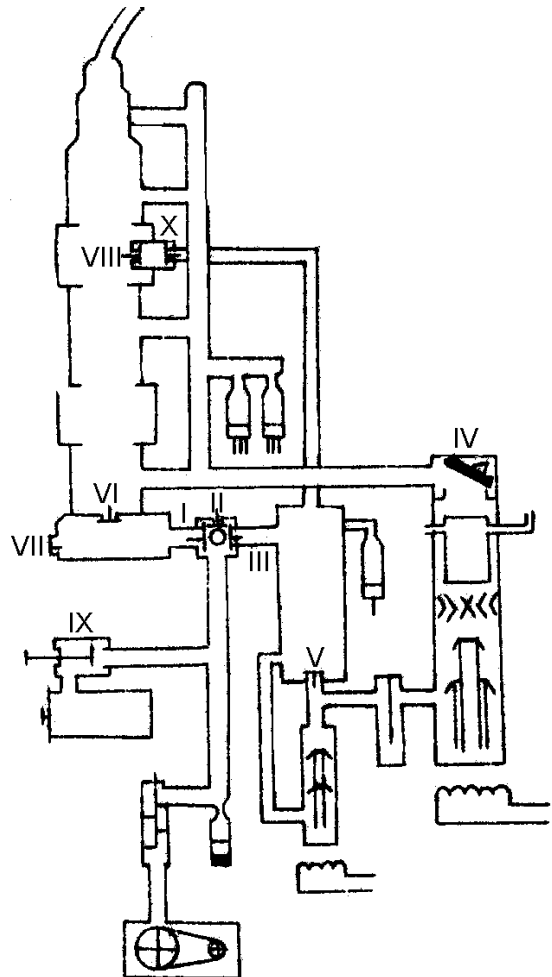


Рис.4

### **Отримання зображень зразка в електронному мікроскопі УЕМВ-100К.**

Для отримання зображень зразка в електронному мікроскопі необхідно провести такі операції:

1. Досягти високий вакуум в колоні мікроскопа.
2. Одержати зображення електронного пучка та від'юстувати всі лінзи.
3. Ввести зразок у камеру і встановити патрон у посадочне гніздо об'єктивної лінзи.  
Сфокусувати отримане зображення і сфотографувати його.

Високий вакуум у колоні отримується поступовим підключенням до колони форвакуумного та паромасляного насосів. Порядок включення та комутації описуються при аналізі ходу роботи.

Після досягнення в колоні високого вакууму приступають до операцій отримання електронного пучка та юстування лінз.

Для цього насамперед необхідно подати живлення на шафу стабілізаторів та високовольтний блок, а потім на гармату високу напругу тумблером “высокое напряжение” та переводом перемикача на правому пульті в положення 50, 75 або 100 кВ. Вмикають живлення катода гармати і реостатом виводять потрібний струм розжарення. Якщо з шляху пучка виведені всі діафрагми і наконечник проекційної лінзи, то на екрані з’являється світла пляма – зображення електронного пучка.

Для отримання зображення з високою роздільною здатністю осі всіх лінз повинні бути на одній прямій. Механічні допуски, необхідні для ідеального суміщення осей електронних лінз, на практиці недосяжні, і тому в мікроскопі передбачені механізми, що дають змогу здійснювати взаємне переміщення. Операції виведення лінз на оптичну вісь мікроскопа називаються юстуванням приладу. Мінімумально необхідні такі юстування:

1. Горизонтальне переміщення гармати відносно системи конденсорних лінз.
2. Горизонтальне переміщення першої конденсорної лінзи.
3. Горизонтальне переміщення освітлювальної системи відносно лінзи об’єктива.
4. Нахил освітлювальної системи відносно осі лінзи об’єктива.

Після юстування лінз проводять корекцію астигматизму конденсорної та проміжної лінз. Виправлення астигматизму об’єктивної лінзи встановлюють патрон зі зразком і вводять апертурну діафрагму, яку слід точно відцентрувати відносно осі лінзи, оскільки вона поглинає розсіяні електрони, поліпшуючи цим контраст зображення.

На екрані спостерігаємо електронно-мікроскопічне зображення об’єкта. При певному положенні реостата проміжної лінзи, що задає збільшення, фокусування зображення проводиться зміною оптичної сили об’єктивної лінзи.

Потрібну ділянку електронно-мікроскопічного зображення мікроструктури фотографують на фотопластинку.

## *Хід роботи*

### *Підготовка вакуумної системи*

1. Подати живлення від розподільчого щита на вхід мікроскопа включенням пакетника “сеть”. Мають загорітися три неонові лампочки, підключені до кожної з трьох фаз.
2. Відкрити кран подачі води до мікроскопа. Відрегулювати тиск води у водяних шлангах.
3. Кран комутації низьковакуумної частини поставити в положення “зачинено” – “з”.
4. Тумблером “фор. насос” запустити форвакуумний насос. Після 1-2 хв роботи в положенні “з” перевести кран в положення “фор. балон” – “Б”. Провести відкачку форбалона протягом 5-10 хв. Контролювати вакуум у форбалоні слід за допомогою газорозрядної трубки, натискаючи на кнопку високовольтного індуктора. При справній роботі насоса та відсутності течі свічення трубки має переходити поступово від густо-синього до яскраво-червоного, потім до світло-оранжевого і врешті до слабо-фіолетового.
5. Відкачати колону до форвакууму. Для цього перевести кран комутації в положення “колона” – “К”. Включити прилад ВИТ-2, виставити струм розжарення термопарної лампи і переключити потім тумблер у положення “измерение”. Після

досягнення в колоні форвакууму порядку 5.2 Па можна приступити до “розгону” паромасляного насосу.

6. Кран комутації поставити в положення “Б”. Обхідний кран відкрити, кран високого вакууму закрити. Увімкнути тумблер “диф. насос”. Якщо напір води недостатній, то спрацює водяне реле увімкне електродзвінок. У такому разі слід підвищити тиск води, відкрутивши водяний кран у бік збільшення подачі води. Розігрівання насосів дифузійного та бустерного триває близько 20 хв.
7. Привести кран комутації в положення “К” і відкачати колону до вакууму 5.2 Па. Швидко повернути кран у положення “Б” і відкрити кран-клапан паромасляного насоса. Слідкувати за показниками термовакuumметра. Після досягнення вакууму  $1.3 \cdot 10^{-1}$  Па перейти до вимірювання вакууму лампою ЛМ-2. Через 20-30 хв після початку відкачки паромасляний насос стабілізує свою роботу і обхідний кран можна закрити. Досягнувши вакуум  $2 \cdot 10^{-2}$  Па, можна приступити до увімкнення електронної схеми мікроскопа.

#### *Одержання електронного пучка.*

1. Увімкнути пакетник “низкое напряжение”. Загоряються неонева лампочка “плохой вакуум” та лампочка на шафі стабілізаторів. Перевірити роботу блоків по контрольному приладу на лівій стороні пульта стабілізаторів напруг 130 та 300 В, установити струм об’єктивної лінзи 240 мА, 300 мА для робочих напруг 50, 75 та 100 кВ, струм розжарення нитки електронної гармати встановити  $140 \div 150$  мА, струм проекційної лінзи 300 мА. Реостатом зміщення вивести мінімум потенціалу на управляючий електрод гармати. Після встановлення режиму роботи стабілізаторів лампочка “плохой вакуум” гасне.
2. Увімкнути тумблер “высокое напряжение”. Через 5- 10 хв перемикачем високої напруги подати напругу на електронну гармату.
3. Увімкнути тумблер “накал” і поступово збільшувати потенціал зміщення. На екрані слабого свічення має з’явитися світла пляма. Перейти до юстувальних операцій.

#### *Юстування лінз.*

1. Увімкнути тумблер другого конденсора і об’єктивної лінзи. Змінюючи струм другого конденсора, сфокусувати пучок електронів – одержати пляму найменшого діаметра. Реостатами “перемещение”, розташованими на правому та лівому пультах, вивести пляму на центр екрана.
2. Збільшити струм розжарення нитки до  $190 \div 200$  мА. Повторити операції першого пункту. При добре від’юстованому другому конденсаторі зміна струму через нього не зміщує центра світлової плями.
3. Зменшуючи струм розжарення нитки та регулюючи світність плями реостатом зміщення, отримати зображення нитки катода, званого “ореол”. Верхніми парами гвинтів переміщення гармати та реостатами “перемещение” досягти правильної (симетричної) форми ореолу. Якщо ореол не симетричний, то гармату переміщують у бік більшої інтенсивності ореолу, реостатами “перемещение” повертають пляму в центр екрана. Після виведення ореолу нитку катода розжарюють до  $190 \div 200$  мА.
4. Увімкнути тумблер першого конденсора. Регулюючи струм другим конденсором, за допомогою двох гвинтів юстують перший конденсор. Правильно сфокусовані обидва конденсори дають світну пляму в центрі екрана, при зміні струму через

другий конденсор (перефокусування – недофокусування) центр світної плями має збігатися з центром екрана.

5. Ввести в поле другого конденсора діафрагму та відцентрувати її відносно пучка. Відстигнувати зображення стигматором другого конденсора.
6. Реостати нахилу не рухати на цьому етапі юстування.
7. Ввести полюсний наконечник проекційної лінзи і увімкнути тумблери проекційної та проміжної лінз.
8. Отримати зображення каустики, регулюючи величину струму в проміжній лінзі та розфокусовуючи другий конденсор.
9. Відстигнувати зображення каустики стигматором проміжної лінзи.

#### *Одержання зображення та його фокусування.*

1. Необхідно ввести патрон із зразком у камеру об'єктивної лінзи. Для цього закручуємо держак з патроном у камеру шлюзу. Відкриваємо кран відкачки шлюзу. При цьому обхідний кран мусить бути закритий. Через 1-2 хв. проводимо шлюзування і встановлюємо патрон в гніздо об'єктивної лінзи.
2. Вводимо апертурну діафрагму і centruємо її. Для цього зручно увімкнути тумблер “микродифракция” і реостатом “микродифракция” одержати зображення дифракційної картини. Тепер апертурну діафрагму після введення легко встановити у центрі лінзи – отвір діафрагми має бути концентричним відносно первинного пучка дифракційної картини.
3. Вимикаємо тумблер мікродифракції, встановлюємо потрібне збільшення за величиною струму проміжної лінзи. Фокусуємо зображення реостатами об'єктивної лінзи. Якщо пучок освітлення при цьому відхиляється вбік, то виставляємо максимум освітлення в центрі екрана за допомогою реостатів переміщення.
4. Проводимо фотографування вибраної ділянки зразка. Для експонування потрібно: вимкнути форнасос, перевівши попередньо кран комутації в положення “З”, а потім “В”; закрити люки спостереження, підняти екрани слабого і сильного освітлення. Ручку приводу фотокасети перевести в переднє положення. Після експозиції фотопластинки повернути ручку назад, опустити екрани, зняти кришку люка спостереження.

#### *Порядок вимкнення мікроскопа.*

1. Перемикач високої напруги поставити в нульове положення. Слідкувати за показом приладу на правій стороні пульта. Коли струм високовольтного кола зменшиться до 20-30 мА, вимкнути тумблер розжарення нитки та тумблер “высокое напряжение”.
2. Відкачати об'єм шлюзу зразка. Відкрити шлюз і вийняти патрон разом із зразком з гнізда об'єктивної лінзи та перенести його в шлюзувальну камеру. Закрити шлюз.
3. Реостати розжарення нитки та зміщення поставити в нульове положення. Вимкнути тумблери всіх лінз, а потім пакетником “низкое напряжение” припинити живлення шафи стабілізаторів та високовольтного стабілізатора.
4. Вивести з колони мікроскопа конденсорну, апертурну та селекторні діафрагми. Вивести з проекційної лінзи полюсний наконечник.
5. Виключити у вакуумметрі блок вимірювання лампоюЛМ-2. Закрити клапан паромасляного насоса і тумблером “дифносос” вимкнути живлення насосів. Відкрити обхідний клапан. Після того як паромасляний насос охолоне, кран



комутації перевести в положення “З” і вимкнути форвакуумний насос. Напустити з нього повітря, перевівши кран у положення “В”. Вимкнути пакетник “сеть” і перекрити подачу води.

### ***Список літератури***

1. Хови А., Пешли П., Уэллан М. Электронная микроскопия тонких кристалов. М., “Мир”, 1971.
2. Пилянкевич А.Н., Просвечивающая электронная микроскопия. К., “Наукова думка”, 1975.
3. Пилянкевич А.Н., Климовицкий А.М. Электронная микроскопия. К., ”Техніка”, 1976.

### ***Контрольні запитання***

1. Який принцип дії магнітної лінзи?
2. З яких частин складається освітлювальна система мікроскопа?
3. Назвіть основні вузли електронного мікроскопа.
4. Які функції виконують кожна з електромагнітних лінз колони мікроскопа?
5. З яких блоків складається електрична та вакуумні частини приладу?