

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

С. Л. ПУПКО и А. И. ФРИМЕР

**ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ДЛЯ  
ИССЛЕДОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ**

(Представлено академиком А. А. Лебедевым 17 III 1947)

Успешное развитие электронной микроскопии настойчиво требует как разработки новых методов исследования, так и освоения и усовершенствования ранее применявшихся (1).

Одним из интересных и точных методов исследования металлов является метод оксидных алюминиевых реплик, предложенный впервые для электронно-микроскопических целей Малем (1) и развитый впоследствии другими исследователями (2). Немногочисленные работы, проведенные в области алюминия и его сплавов, показали, что оксидные реплики позволяют получить воспроизведение поверхности без малейших ее нарушений и с большим разрешением. В связи с этим нами был освоен метод получения оксидных алюминиевых реплик.

Литературные данные по этому методу приведены в самых общих чертах. Поэтому подбор всех условий, связанных с определенной обработкой металлической поверхности, с выбором режима окислительного процесса, обеспечивающих получение хорошего качества реплик, потребовал длительной экспериментальной работы.

Травленный алюминиевый образец анодно оксидировался в растворе борнокислого аммония при температуре около 20° и напряжении не выше 30 V, в течение 25—30 сек. Затем невидимая на образце пленка толщиной порядка 100—200 Å насакалась в нескольких местах и снималась в насыщенном растворе сулемы по методу Эванса (3). Через 5—10 мин. отслаивались прозрачные, сероватые, едва видимые пленки. После промывки в 10% соляной кислоте, а затем в воде пленки вылавливались на диафрагмы с отверстиями в 0,05—0,1 мм и после просушки исследовались в электронном микроскопе.

Все наблюдения были проведены на 100-kV электронном микроскопе, построенном на опытном заводе ВЭИ, позволяющем получать электронно-оптические увеличения до 40 000 при разрешении 30 Å.

Наши исследования были проведены с двумя образцами алюминия: чистейшим (99,99%) и технически чистым (99,5%), а также со стандартным отечественным сплавом D-16 и дюралюминием другой марки.

Фото рис. 1 показывает структуру второго образца.

Насколько контрастно и рельефно выявляются кубические фигуры травления и их ориентировка в плоскости изображения, ясно показы-



Рис. 1. Реплика технически чистого (99,5%) Al. Общее увеличение 30 000х.

вает электронная микрофотография. Последняя также наглядно выявляет преимущество электронного изображения, обусловленное большой глубиной резкости, дающей представление о третьем измерении и позволяющей по стереоснимкам определять глубину объекта.



Рис. 2. *a* — реплика D-16, эл. увелич. 14 000×, *b* — реплика дюралюминия, эл. увелич. 16 000 ×, *c* — реплика D-16, закалка и отпуск при 200° С, эл. увелич. 12 000 ×.

Рис. 2*a* и *b* показывают оксидную реплику со сплава D-16 и дюралюминия другой марки. Эти сплавы не подвергались никакой обработке, и реплики были получены после обычного травления стандартного образца. Как можно видеть, кубические фигуры травления, характерные для чистого алюминия, здесь не обнаруживаются.



Рис. 3. Бактерия *Proteus* на оксидной пленке, эл. увелич. 12 000 ×

На рис. 2*c* дано изображение термически обработанного сплава D-16. Для этой цели образец, закаленный при 500° около 1,5 часа подвергался отжигу при 200° С в течение 2 час.

Оксидные алюминиевые пленки могут быть также успешно использованы в качестве носителя объекта, так как они обладают большей прочностью и температурной устойчивостью, чем коллоидные пленки<sup>(3)</sup>.

Нами была получена бесструктурная алюминиевая пленка в качестве носителя объекта точно таким же методом, как и оксидная реплика. Для этой цели алюминиевый образец должен быть достаточно гладким, т. е. поверхность металла не должна обладать никакими рельефами или даже штрихами. Это достигалось тщательнейшей шлифовкой и полировкой металлической поверхности. Рис. 3 показывает бактерию *Proteus*, нанесенную на алюминиевую аморфную пленку.

Считаем своим приятным долгом принести благодарность акад. А. А. Лебедеву и Ю. М. Кушнiru за ценные указания.

Поступило 17 III 1947

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> H. Mahl, Z. techn. Physik, 22, No. 2, 33 (1941); V. Zworykinaud E. Ramberg, J. Appl. Physics, 12, 692 (1941); V. Schaefer and D. Harker, ibid., 13, 427 (1942); H. Heidenreich, ibid., 15, 423 (1943); J. Watson, ibid., 17, No. 2, 121 (1946); R. Williams and R. Wykoff, ibid., 17, No. 1, 23 (1946).  
<sup>2</sup> E. Semmler, Z. Metallkunde, 34, No. 10, 229 (1942); E. Semmler, Z. Aluminium, September (1942); H. Keller and A. Geisler, Metal Technology, 11, No. 3 (1944); H. Keller and A. Geisler, ibid., 13, No. 10 (1946).  
<sup>3</sup> U. Evans, Korros., Passiv. u. Oberfläch. v. Metall, 1939. <sup>4</sup> V. Hasus .H. Keller, Koll. Z., 97, No. 1 (1941).