

А. И. ФРИМЕР

ИССЛЕДОВАНИЕ СУРЬМЯНО-ЦЕЗИЕВЫХ СЛОЕВ В ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

(Представлено академиком А. А. Лебедевым 16 IX 1948)

Применение электронного микроскопа с высокой разрешающей силой (20—30 Å) позволяет непосредственное наблюдение и изучение микроструктуры тонких слоев.

Электронно-микроскопическому исследованию тонких металлических слоев посвящено несколько работ и только в одной из них ⁽¹⁾ удалось обнаружить некоторые новые экспериментальные факты, помогающие

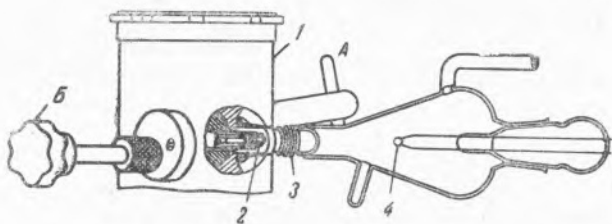


Рис. 1. Схема соединения вакуумной трубки с камерой объекта электронного микроскопа. 1 — камера объекта, 2 — патрон объектодержателя, 3 — сильфон, 4 — сурьмяный шарик

выяснению механизма конденсации паров металлов на различных подкладках.

Однако в этой работе исследуемые металлы испарялись в отдельной вакуумной трубке. При переносе исследуемого слоя из вакуумной трубки в электронный микроскоп могло иметь место окисление слоя и не исключалась возможность его загрязнения. Естественно, что такой метод совершенно неприменим для исследования например, поверхностей типа сложных фотокатодов, при изготовлении которых применяется быстроокисляющийся щелочной металл.

Очевидно, для такого исследования необходимо устройство, позволяющее получать тонкие слои и исследовать их в электронном микроскопе без вынесения на воздух.

Такое устройство нами было осуществлено на 100-киловольтном электронном микроскопе (рис. 1).

Вакуумная трубка, в которой изготовлялся сурьмяно-цезиевый слой, присоединялась посредством сильфона и резинового уплотнения к окну объектной камеры. Высокий вакуум в трубке обеспечивался отдельной

вакуумной установкой. Диафрагма с коллодиевой пленкой-подкладкой, помещенная в патрон объектодержателя, поворотом ручек *A* и *B* вводилась из камеры объекта в вакуумную трубку. Целость пленки-подкладки и отсутствие загрязнений на ней предварительно контролировались в электронном микроскопе.

На коллодиевую пленку испарялся из сурьмяного шарика слой сурьмы толщиной порядка $100\text{--}150 \text{ \AA}$, патрон объектодержателя снова вводился в микроскоп, полученный слой исследовался и фотографировался.

Затем на этот слой сурьмы, выведенный в вакуумную трубку, напылялся цезий из никелевой ампулки, помещенной в отростке вакуумной трубки и наполненной смесью хлористого цезия с металлическим кальцием. Полученный сложный слой снова вводился в микроскоп и вновь исследовался.

Таким образом, при исследовании сложной поверхности возможно было наблюдать все стадии ее образования.

Параллельно с электронно-микроскопическими исследованиями сурьмяно-цезиевых слоев проводились на том же микроскопе и электронографические исследования.

На рис. 2 показана электронная микрофотография слоя сурьмы, конденсированного на коллодиевой подкладке. Как видно, слой сурьмы состоит из малых зерен размером $50\text{--}100 \text{ \AA}$, причем расстояние между зернами также не превышает этой величины. При увеличении толщины слоя сурьмы расстояние между частицами уменьшается за счет появления новых кристалли-

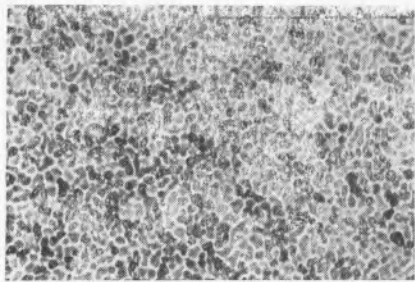


Рис. 2. Слой медленно испаренной сурьмы

ков, а не вследствие их роста. При толщинах порядка 300 \AA слои становятся почти сплошными.

Слой сурьмы изучались также при различных скоростях испарения. При этом оказалось, что с увеличением скорости испарения (в $8\text{--}10$ раз) сильно изменяется структура слоя.

В этом случае слои сурьмы образовывали плотные продолговатые комплексы, расположенные на фоне мелких зерен (рис. 3, *a*) *.

Следует указать, что положение полос менялось при вращении испарителя в том случае, когда ось последнего была наклонена к плоскости пленки-подкладки (рис. 3, *b*).

Электронографическими исследованиями установлено, что электронограмма мелкозернистой сурьмы соответствует обычной поликристаллической структуре, а для быстро испаренного слоя, показанного на рис. 3, *a*, она соответствует текстуре (рис. 3, *b*).

На медленно и быстро испаренные слои сурьмы наносился слой цезия. Первый конденсированный тонкий слой цезия уже резко изменяет структуру слоя сурьмы. Ранее зернистый, однородный и сплошной слой сурьмы (рис. 2) оказывается разделенным на разнородные участки (рис. 4, *a*).

* Аналогичные опыты проводились с серебром. Оказалось, что в то время как структура слоя серебра, полученного при медленном испарении, подобна слою медленно испаренной сурьмы, с увеличением скорости испарения образуется слой серебра, состоящий из крупных агрегатов ($1000\text{--}3000 \text{ \AA}$), разделенных промежутками в среднем 1500 \AA .

Термическая обработка, обусловленная действием электронного пучка*, приводит к образованию однородной тонкой структуры, состоящей из малых зерен величиной 30—40 Å (рис. 4, б).

Аналогичное явление имеет место при конденсации цезия на быстро испаренной сурьме. На рис. 4, в показана электронограмма сурьмяно-цезиевого слоя.

Естественно, что полученные результаты для сурьмяно-цезиевого слоя нельзя перенести на фотокатоды, так как он не подвергался нормальной термической обработке для получения максимума фототока.

Результаты данного исследования показывают, что электронный микроскоп может быть успешно применен для непосредственного наблюдения структур не только простых, но и сложных, быстро окисляющихся слоев.

Примененный выше метод позволяет испарять эти слои в вакуумной системе, связанной с микроскопом, и предотвращает возможность влияния окисления и других посторонних факторов.

В заключение считаю своим приятным долгом выразить благодарность акад. А. А. Лебедеву и Ю. М. Кушнису за большое внимание к данной работе. Г. А. Бордовского и А. Ф. Федотова автор благодарит за повседневную техническую помощь при выполнении работы.

Поступило
16 IX 1948

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ R. G. Picard and O. S. Duffendack, J. Appl. Phys., 14, 291 (1943).

* Следует отметить, что структура слоя сурьмы под действием электронного пучка не испытывала заметных изменений.