

С. Л. ПУПКО

ОКСИДНЫЕ ПЛЕНКИ АЛЮМИНИЯ В КАЧЕСТВЕ НОСИТЕЛЕЙ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

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

Как было показано нами (1), оксидная пленка алюминия, весьма пригодная в качестве носителя объекта для электронно-микроскопических исследований, получается в том случае, если поверхность алюминия подвергать тщательной шлифовке и полировке и тотчас же после многократной промывки анодно оксидировать.

В дальнейшем нами была сделана попытка разработать методику приготовления тонких оксидных пленок, не требующую высококачественной механической полировки алюминия, сопряженной с известными затруднениями (трудоемкость подготовки шлифа, загрязнение его абразивными материалами и появление на его поверхности пленки деформированного металла во время полировки).

В связи с изложенным оказалось целесообразным перейти к методу электролитической полировки, имеющему в данном случае много преимуществ по сравнению с механическим как по качеству получаемой поверхности, так и по скорости процесса полировки*.

Нами была применена следующая методика электрополировки алюминия. Диск из листового технически чистого алюминия общей площадью в 2 см² обезжиривался 2 мин. в щелочи, не подвергаясь предварительно никакой механической обработке.

После тщательной промывки от щелочи диск погружался в качестве анода в стеклянную ванну с электролитом, состоящим из смеси азотной кислоты (уд. вес 1,35—1,40) и метилового спирта в отношении 1:2. Электролитический процесс проводился в течение 10—15 мин. при плотности тока 0,3—0,35 А/см², разности потенциалов между электродами 4—4,5 В и начальной температуре + 20° С.

В качестве катода служил уголь. Диск погружался в электролитическую ванну и удалялся из нее при замкнутой электрической цепи.

Следует отметить, что наибольшей эффективности электролит достиг после некоторого времени работы.

Извлечение из электролита производилось быстро, диск промывался проточной водой и тут же погружался на 1 мин. в нагретый до 75° раствор, состоящий из смеси 4% фосфорной кислоты (75%) и 2% хромового ангидрида для растворения образующейся пленки окиси (2).

* Хотя электролитически полированная поверхность бывает волнистой и неудовлетворительной для свето-микроскопических исследований, для электронно-микроскопических такая поверхность вполне приемлема, благодаря большой фокальной глубине электронного микроскопа и малому, по сравнению с размерами волнистости, полю зрения.

После тщательной многократной промывки и последующей сушки диск тотчас же анодно оксидировался в течение 15—20 сек. (1).

Для снятия оксидной пленки диск с насечками опускался на несколько секунд в насыщенный раствор сулемы, а затем в воду, где и происходило более медленное отслаивание пленок. Толщина этих пленок достигала 100—300 Å.

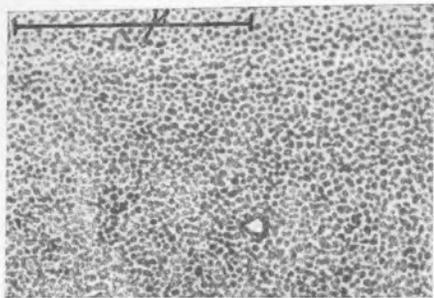


Рис. 3. Слой серебра, напыленный на оксидную пленку

Рис. 1 показывает электронограмму такой оксидной пленки. Как можно видеть, ее структура аморфна.

Рис. 2 представляет электронную микрофотографию оксидной пленки с кристаллом алюминия, а рис. 3 — оксидную пленку с напыленным на нее в вакууме тонким металлическим слоем серебра.

В заключение автор считает своим приятным долгом принести благодарность акад. А. А. Лебедеву и

Ю. М. Кушнису за внимание к работе.

Поступило
16 IX 1948

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ С. Л. Пупко и А. И. Фример, ДАН, 57, № 7 (1947). ² В. Лайцнер, Электролитическая полировка и травление металлов, 1947, стр. 168.