

ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПОТЕНЦИОСТАТА
В ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ УТОНЕНИИ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ
ДЛЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Л.Д.Покровский

При изучении структурных характеристик вакуумных конденсаторов, непрозрачных для просмотра в электронном микроскопе, возникает необходимость в их утонении до толщины $\sim 0,1$ мкм.

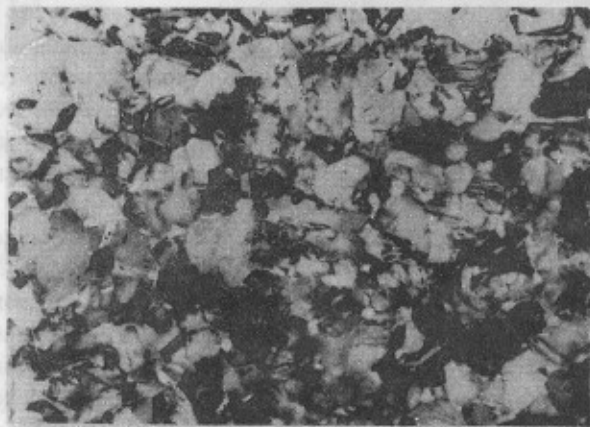
Повышенная мелкозернистость плёнок затрудняет применение к ним известных из литературы [1] способов препарирования массивных образцов. Это в случае электролитической полировки приводит к возрастанию роли межкристаллитной коррозии.

Трудности, связанные с коррозией в массивных образцах сложного химического состава были успешно разрешены в [2] с помощью потенциостата - устройства, поддерживающего постоянным потенциал образца в электролите относительно стандартного электрода. Показано [3], что при определенной величине этого потенциала коррозия минимальна. Исходя из этого, кажется возможным и в случае плёнок свести к минимуму межкристаллитную коррозию и избежать вытравливания границ.

Кроме этого, необходимо добиться равномерной и наиболее интенсивной полировки в центральной части диска плёнки $\varnothing 3$ мм с отклонением от центра не более 0,5 мм. Второе затруднение было разрешено специальной формой и расположением дополнительного р-электрода потенциостатной ячейки. Два острия р-электрода, выполненного из нержавеющей стали [4], направленные нормально к поверхности образца с обеих сторон, могут перемещаться в осевом направлении, так что электрод выполняет не только электрохимическую функцию, но и обеспечивает преимущественную равномерную полировку в центральной части плёнки. Изменением расстояния до образца подбираются условия, близкие к полировке в

"однородном поле" [1]. Для достижения ещё лучшей равномерности полировки была применена импульсная модуляция тока анода [1] с длительностью импульсов $\sim 1/3$ сек при интервалах между ними $2/3$ сек. Это позволило в случае быстро работающих электролитов, когда плёнки утоняются за несколько секунд до появления сквозного отверстия, использовать импульсы тока для отсчета времени полировки.

В работе применялся электронный потенциостат, изготовленный в соответствии со схемой [4], которая была подвергнута некоторым изменениям. В частности, для согласования генераторной части с усилительной и возможности выбора оптимального смещения диодов емкостного делителя, введен эмиттерный повторитель с грубой и плавной регулировкой нагрузки. Кроме того, оказалось возможным не применять связь выхода дифференциального усилителя с катодом потенциостата через емкость в 100 мкф. При этом схема не самовозбуждалась, а постоянная времени её значительно уменьшилась, что дало возможность использовать схему для импульсной работы.



Микрофотография утоненной плёнки медь-бериллий.
Увеличение $\times 47500$.

В качестве примера рассматривается полировка плёнок медь-бериллий толщиной от 1 до 3 мкм, которая осуществлялась в элект-

ролите из азотной кислоты и метилового спирта. Для удлинения продолжительности полировки [5] рабочая температура была снижена до $-30^{\circ}\text{C} + -35^{\circ}\text{C}$. Время утонения составляло около 10 сек. Потенциал р-электрода относительно анода был выбран 3,2-3,5 в. Типичная микрофотография приведена на рисунке.

Утоненные области были довольно широкими и однородными по толщине. Даже в случае передержки во времени полировки не наблюдалось резкого вытравливания тонких участков по краю отверстия.

Таким образом, объединение потенциостатного метода с методом "однородного поля" позволило решить задачу электролитического утонения плёнок не однофазного состава.

Л и т е р а т у р а

1. ХИРШ П. и др. "Электронная микроскопия тонких кристаллов", 1968.
2. B. J. Ginn, Brit. Weld. Journal, 42 (1965), p. 90
3. C. Edelman, M. A., J. Iron St. Inst., 185 (1957), p. 482-488
4. ВЕТЧИКИН А. Н. и др. ПТЭ, № 5, 1968, 139-140.
5. R. R. et al, J. Sci. Instr., 43 (1966), 6, p. 367-370.