

# POPIS VYNÁLEZU 259032

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 25 09 84  
(21) PV 7209-84  
(89) 1131255, SU

(11) B<sub>1</sub>

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

G 25 F 7/00,  
G 01 N 1/32

(40) Zveřejněno 13 08 87  
(45) Vydáno 16. 01. 89

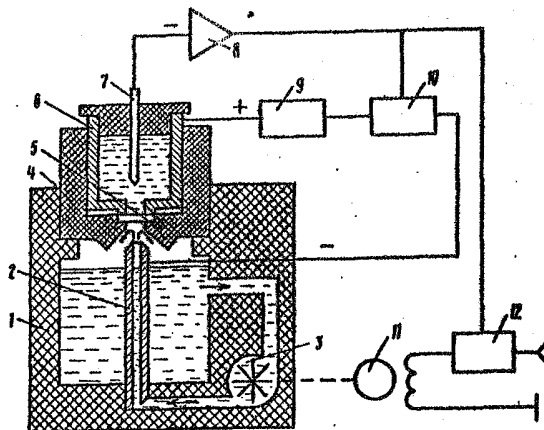
(75)  
Autor vynálezu

ČEMERIS IVAN IVANOVÍČ,  
RYŽKOV VASILIJ JAKOVLEVIČ,  
KOROTKORUČKO NIKOLAJ IVANOVÍČ,  
KAPLIČNYJ VILEN NIKOLAJEVIČ,  
SKOROBOGATKO VALERIJ VASILJEVIČ,  
TYŠČUK MICHAIL JEVGEŇJEVIČ, SUMY (SU)

(54)

Zařízení pro elektrolytické zpracování kovových  
vzorků pro elektronové mikroskopy

Řešení se týká elektrochemického zpracování kovů, elektrochemického upřesnění vzorků, zkoumaných v prosvětlovaných elektronových mikroskopech. Zařízení obsahuje těleso s lůžkem pro držák objektivu a tryskou, spojenou s čerpadlem pro čerpání elektrolytu, držák objektivu se vzorkem, kladnou elektrodu ve tvaru sklenice, naplněné nevodící kapalinou, jejímž dnem je vzorek, elektrodu, zesilovač, napájecí zdroj, klíčové prvky.



## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Заявлено: 10.01.83

Заявка № 3577963/22-02

МКИ<sup>3</sup> С 25 F 7/00Авторы: И.И.Чемерис, В.Я.Рыжков, Н.И.Короткоручко, В.Н.Капличный,  
В.В.Скоробогатько и М.Е.Тышук

Заявитель: Сумский завод электронных микроскопов им. 50-летия ВЛКСМ

Название изобретения: УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ МЕТАЛЛИ-  
ЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ

Изобретение относится к электрохимической обработке металлов, а именно к электрохимическому утончению образцов, исследуемых в просвечивающих электронных микроскопах.

Одним из наиболее распространенных методов получения таких образцов является электролитическая полировка, при которой в определенных режимах происходит непрерывное образование и растворение пассивирующего слоя. Прозрачная для электронного луча толщина образца обычно получается на краях образующегося при электролитической полировке отверстия, а отсутствие или сведение к минимуму наличия пассивирующей пленки может быть достигнуто выбором режима полирования и одновременным прекращением химического травления и электрохимического растворения пассивирующего слоя. Однако при образовании отверстия нарушается однородность электрического поля, максимум напряженности электрического поля имеет место на краях отверстия. А наибольшая скорость травления как раз и соответствует участкам с максимальной напряженностью электрического поля. Поэтому тонкие края образовавшегося отверстия, являющиеся наиболее пригодными для электронномикроскопических исследований, стравливаются. Этим явлением и обуславливается необходимость прекращения процесса электрополировки в момент образования отверстия. Причем, чем раньше будет зафиксирован момент образования его, тем выше качество приготовленного образца.

Известно устройство для электрополировки тонкой металлической фольги в протоке электролита, содержащее систему подачи электролита, источник питания и систему для наблюдения за процессом [1]. Однако устройство пригодно только при использовании прозрачного электролита, а в практике для электролитической полировки многих металлов используются непрозрачные электролиты, содержащие хромовую кислоту. Кроме того, после прекращения подачи электролита и отключения электропитания (в момент начала образования отверстия), продолжается образование пассивирующего слоя на поверхности образца за счет оставшихся на поверхности капелек электролита, в момент образования отверстия за счет нарушения однородности электрического поля действует краевой эффект, растворяющий наиболее тонкую часть образца.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности является устройство для электролитической обработки металлических образцов для электронных микроскопов, содержащее корпус с гнездом для объектодержателя, систему циркуляции электролита, источник полировки, усилитель тока индикации, начала образования отверстия, объектодержатель и систему электродов [2].

В цепи электрода включен усилитель, действующий на реле, отключающее цепи полировки и насоса. При появлении отверстия просочившийся электролит заполняет пространство между объектом и электродом и создает проводимость в цепи усилителя отключения реле.

Данное устройство позволяет работать с непрозрачным электролитом, однако, обладает низкой чувствительностью (сигнал, отключающий реле, поступает только после заполнения электролитом объема между образцом и электродом. Объект не защищен от действия электролита, что делает устройство непригодным при работе с электролитом, химически реагирующим с образцом, и не исключает влияния краевого эффекта).

Целью данного изобретения является повышение качества обработки образца путем снижения краевых эффектов.

Поставленная цель достигается тем, что устройство для электролитической обработки металлических образцов для электронных микроскопов, содержащее корпус с гнездом для объектодержателя, систему циркуляции электролита, источник тока полировки, усилитель тока индикации начала образования отверстия, объектодержатель и систему электродов, согласно изобретению снабжено камерой с нетокопроводящей жидкостью, в которой установлен электрод, закрепленный в объектодержателе и соплом для подачи электролита, расположенным с другой стороны объектодержателя, причем сопло соединено с источником тока.

Изобретение поясняется чертежом, где представлена функциональная схема предлагаемого устройства.

Устройство содержит корпус 1 с гнездом для объектодержателя и соплом 2, соединенным с насосом 3 прокачки электролита, объектодержатель 4 с образцом 5, установленным герметично в объектодержателе, положительный электрод 6, выполненный в виде стакана, заполненного нетокопроводящей жидкостью, дном которого является образец, электрод 7, опущенный в нетокопроводящую жидкость стакана, усилитель постоянного тока 8, источник питания 9, ключевой элемент 10, отключающий источник питания цепи электрополировки и ключевой элемент 12, отключающий источник питания электродвигателя насоса.

Устройство работает следующим образом.

В исходном состоянии стакан положительного электрода 6 заполнен нетокопроводящей жидкостью, в которую погружен электрод 7. В этот момент цепь усилителя постоянного тока (УПТ) 8 обладает низкой проводимостью, включены источник питания 9 и электродвигатель 11 насоса 3 системы циркуляции. Поступающая через сопло струя электролита омывает образец 5 и замыкает электри-

ческую цепь источника питания 9. Под действием электрохимической полировки образец утончается.

В момент образования отверстия молекулы электролита попадают в нетокопроводящую жидкость электрода 6, повышая проводимость цепи УПТ 8 до срабатывания ключевых элементов 10 и 12, отключающих электродвигатель 11 и источник питания 9. При этом подача электролита в сопло прекращается, а через образовавшееся отверстие нетокопроводящая жидкость просачивается на обратную сторону образца и разбавляет оставшийся на его поверхности электролит, чем снижается его химическое действие.

Использование данного устройства позволяет повысить качество образцов и снизить трудоемкость их изготовления при электронномикроскопических исследованиях металлов и полупроводников.

Одной из причин, затрудняющих использование просвечивающих электронных микроскопов в металловедении, является трудность приготовления из массивных материалов тонких образцов, прозрачных электронному лучу. Существующие и описанные в литературе устройства не обеспечивают своевременной остановки процесса электрополировки, а следовательно, и автоматизированное получение качественных образцов. Использование данного изобретения при разработке прибора утончения металлических образцов позволит выполнить его более простым и технологичным в изготовлении и удобным в эксплуатации.

Экономический эффект от внедрения составит 140000 т. рублей на 100 приборов в год.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Устройство для электролитической обработки металлических образцов для электронных микроскопов, содержащее корпус с гнездом для объектодержателя, систему циркуляции электролита, источник тока полировки, усилитель тока индикации начала образования отверстия, объектодержатель и систему электродов, отличающееся тем, что, с целью повышения качества обработки путем снижения краевых эффектов, оно снабжено камерой с нетокопроводящей жидкостью, в которой установлен электрод, закрепленный в объектодержателе, и соплом для подачи электролита, расположенным с другой стороны объектодержателя, причем сопло соединено с источником тока.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. US, A, 630306.
2. J.M.Larson, R. Taggart, D.H.Polonis, - Rev Sei Instrument, 40, p. 1338, 1969.

#### Р Е Ф Е Р А Т

##### УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРО- СКОПОВ

Изобретения относится к электрохимической обработке металлов, к электрохимическому утончению образцов, исследуемых в просвечивающих электронных микроскопах.

Устройство содержит корпус 1 с гнездом для объектодержателя 4 и соплом 2, соединенным с насосом 3 прокачки электролита, объектодержатель 4 с образцом 5, положительный электрод 6 в виде стакана, заполненного нетокопроводя-

щей жидкостью, дном которого является образец 5, электрод 7, усилитель 8, источник 9 питания, ключевые элементы 10 и 12.

Сопровождающий чертеж.

Признано изобретением по результатам экспертизы, осуществленной Государственным Комитетом СССР по делам изобретений и открытий.

1 чертеж

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení pro elektrolytické zpracování kovových vzorků pro elektronové mikroskopy, obsahující těleso s lůžkem pro držák předmětů, soustavu pro cirkulaci elektrolytu, zdroj leštícího proudu, zesilovač proudu indikujícího začátek vytváření otvoru, držák předmětu a soustavu elektrod, vyznačující se tím, že za účelem zvýšení kvality zpracování cestou potlačení okrajových efektů je opatřeno komorou s elektricky nevodivou kapalinou, ve které je umístěna elektroda upevněna v držáku předmětu a tryskou pro přívod elektrolytu, umístěnou na opačné straně držáku předmětu, přičemž tryska je spojena se zdrojem proudu.

259032

