

Требования к подготовке образцов для исследования на электронных сканирующих микроскопах в ЦКП МИИ СО РАН на базе ИГМ СО РАН

Используемое оборудование:

1. Электронный сканирующий микроскоп MIRA 3 LMU (Tescan Orsay Holding) с системами микроанализа INCA Energy 450+ XMax 80 и INCA Wave 500 (Oxford Instruments Nanoanalysis Ltd) – количественный и качественный анализ, электронные изображения SE, BSE.
2. Электронный сканирующий микроскоп LEO-1430VP (Leo Electron Microscopy Ltd) с системой микроанализа INCA Energy 350 (Oxford Instruments Nanoanalysis Ltd) – количественный и качественный анализ, электронные изображения SE, BSE, катодолюминесценция (серая).
3. Электронный сканирующий микроскоп JSM-6510LV (JEOL Ltd) с системой катодолюминесценции GATAN Chroma CL2-UV (Gatan Ltd) – электронные изображения SE, BSE, цветная катодолюминесценция.
4. Вакуумный пост Q150T ES (Quorum Ltd) – напыление препаратов.

А. Количественный анализ и катодолюминесценция

Образцы для микроанализа и электронной микроскопии могут быть представлены в виде шлифов, шлифов и искусственных шлифов (эпоксидных «шашек») с размерами:

длина - ≤ 50 мм,

ширина - 23-25 мм,

высота - ≤ 8 мм.

Образцы могут иметь также цилиндрическую форму с диаметром 23-25 мм и высотой не более 8 мм. Для всех препаратов анализируемые точки должны располагаться в пределах ± 10 мм от осевой линии по ширине. Шлифы должны изготавливаться с применением высокотемпературного клея, например эпоксидного (применение канадского бальзама недопустимо). Поверхность препаратов должна быть чистой и иметь безрельефную полировку, все углубления (трещины, «дырки») должны быть очищены от остатков полировального материала. Для обеспечения стекания заряда электронного пучка поверхность токонепроводящие препараты напыляются тонким слоем углерода. Не допускается наличие «рвов» вокруг зерен минералов, так как в этом случае невозможно обеспечить проводимость между поверхностью такого зерна и всем препаратом. На шлифах и аншлифах около интересующих точек можно нанести тушью или маркером метки в виде точек, штрихов, дужек (замкнутые контуры меток недопустимы). Не следует располагать объекты исследования вблизи края препарата, так как эти места могут быть или перекрыты держателем образца, или оказаться в «мёртвой» зоне спектрометра, кроме того края препаратов обычно скошены (заполированы), что может существенно сказаться на результатах количественного анализа. Пористые и «газящие» образцы рекомендуется изготавливать в виде тонких шлифов, приклеенных эпоксидным клеем на стеклянную подложку. Все препараты должны быть подписаны и снабжены качественными зарисовками или фотографиями с указанием интересующих точек.

Б. Образцы для исследования топографии поверхности

Образцы для исследования топографии поверхности минералов могут быть произвольной формы. Отдельные зерна минералов могут помещаться на двустороннюю липкую ленту (скотч). Лента должна удовлетворять вакуумным требованиям, т.е. не «газить» в условиях вакуума камеры образцов микроскопа. Препарат перед исследованием в микроскопе покрывается (напыляется) проводящим слоем (обычно это или углерод, или хром) на специальной установке – вакуумном poste. Для обеспечения электрического контакта напылённой плёнки с подложкой желательно избегать отрицательных углов между поверхностью зерен и подложкой. Для обеспечения лучшей проводимости между

исследуемыми зёрнами и держателем образцов двусторонний скотч может быть токопроводящим.

Образцы (кусочки породы или отдельные зерна минералов) могут быть приклеены на подложку (держатель образцов) клеем. Перед напылением образца и проведением исследования на микроскопе клей должен хорошо высохнуть/заполимеризоваться, чтобы были исключены выбросы жидкого клея в условиях вакуума в камере образцов микроскопа. Используемый клей должен удовлетворять вакуумным требованиям, а именно – не «газить» в камере образцов даже будучи сухим. Исследование на микроскопе «газящих», т.е. выделяющих газы и жидкости с поверхности и из пор, образцов следует проводить только после предварительной тренировки образца в какой-либо вакуумной камере. В таком случае можно существенно снизить время, необходимое для достижения рабочего вакуума в камере образцов микроскопа. Исследование таких образцов опасно для прибора, так как выброс газа/флюида из образца может привести к загрязнению различных деталей камеры образцов, в том числе объектива, и выходу из строя детекторов электронов (BSE и SE). Кроме этого, при этом может выйти из строя электронная пушка на приборе с катодом Шоттки (TESCAN MIRA). По этой причине исследование «газящих» образцов рекомендуется проводить в режиме низкого вакуума (регулируемого вакуума) на микроскопе LEO-1430VP, при соблюдении условий для исключения выбросов «грязи» из образцов. Образцы для исследования на электронном микроскопе в режиме VP могут быть смонтированы на двухстороннем скотче на стеклянной или иной немагнитной подложке. Одной из мер по снижению времени откачки камеры образцов из-за газо/флюидонасыщенности образца является уменьшение его размера. При подготовке партии однотипных образцов для их исследования в микроскопе в один приём, следует стараться подбирать их по размеру (высоте), чтобы не создавать проблем при перемещении с образца на образец.

Ответственность за правильность подготовки образцов к исследованию несёт заказчик, исполнитель вправе отказаться от исследования образцов, представляющих опасность для оборудования.

Руководитель ЦКП МИИ СО РАН



В.Н.Реутский