

В. М. ГОЛЯНОВ, В. Б. ГРИГОРЬЕВ

**АЛМАЗНЫЕ ПОДЛОЖКИ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННО-
МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ**

(Представлено академиком А. П. Александровым 24 IX 1973)

Угольные подложки, изготовленные при термическом распылении графита на установках, даже в условиях безмасляного вакуума, не являются оптимальными по неоднородности структуры и механической прочности. В Институте атомной энергии им. И. В. Курчатова разработан способ получения пленок искусственного алмаза при низком давлении и низкой температуре, которые показывают предел прочности на растяжение 700—800 кг/мм² (1).

На рис. 1 представлено устройство, с помощью которого были изготовлены алмазные подложки толщиной 3, 5, 7, 10 Å. В этом устройстве между двумя катодами из чистого графита возникает газовый разряд при низком давлении криптона в продольном магнитном поле, в результате чего происходит катодное распыление графита и образуются два атомарных пучка углерода. Алмазная пленка образуется на поверхности скола кристалла NaCl в результате одновременного осаждения ускоренных нейтральных атомов углерода из двух сходящихся пучков. Основные параметры процесса: давление криптона $5 \cdot 10^{-6}$ тор; парциальное давление водорода $< 10^{-9}$ тор, азота $< 10^{-10}$ тор, кислорода $< 10^{-10}$ тор, воды $< 10^{-10}$ тор, двуокиси углерода $< 10^{-10}$ тор, примеси с массой > 44 меньше 10^{-10} тор; ускоряющее напряжение 4 кв.; ток разряда 1 ма, напряженность магнитного поля 0,7 кэ. Скорость наращивания алмазной пленки при этих условиях постоянна и равна 2 Å/мин.

Для получения чистых вакуумных условий устройство на рис. 1 снабжено безмасляной системой откачки (магнитно-разрядный насос и сорбционный насос) и перед проведением опыта подвергается очистке путем термического нагрева при температуре 250—300° в течение нескольких часов. Алмазные пленки толщиной 3, 5, 7 и 10 Å снимали с кристаллов NaCl на дистиллированную воду и исследовали с помощью электронного микроскопа JEM-100B при ускоряющем напряжении 80 кв. Результаты экспериментов показали, что пленки толщиной 10 Å, смонтированные на гальванических сетках с размером просвета 50×50 мкм и нанесенным на них материалом (микофаг из *Penicillium brevi compactum*), контрастированным 2% фосфорновольфрамовой кислотой pH 6,6, обладают высокой стабильностью под пучком электронов. Пленки же толщиной 3, 5 и 7 Å приходилось

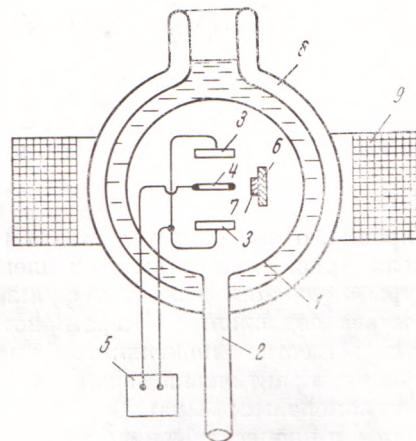


Рис. 1. Разрядная камера установки ионного распыления. 1 — колба, 2 — патрубок, 3 — катод, 4 — анод, 5 — источник постоянного напряжения, 6 — держатель, 7 — кристалл, 8 — сосуд Дьюара с жидким азотом, 9 — соленоид

монтировать на дополнительную поддерживающую дырчатую формвар- угольную пленку.

Малая толщина и однородность структуры алмазных пленок позволяет значительно понизить фон на микрофотографиях (рис. 2), что является очень важным фактором при исследовании ультраструктуры вирусов и вирусных компонентов. Благодаря применению этих подложек нам удалось разрешить структурные элементы капсида микофага из *Penicillium brevi compactum*. Размер этих элементов порядка 20 Å (рис. 4). При сравнении микрофотографий подложек без объектов (рис. 2) и подложек с нанесенным материалом (рис. 4) видно, что контрастирующее вещество (в данном случае фосфорновольфрамовая кислота) повышает рассеивающую способность подложки и выявляет неоднородность ее структуры.

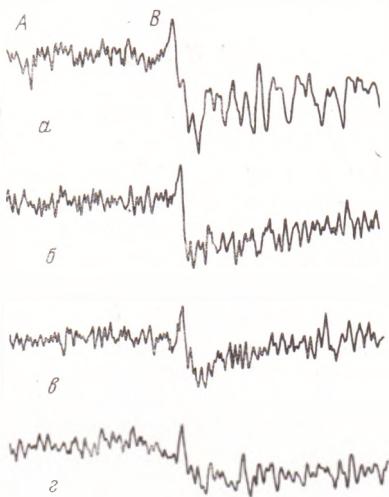


Рис. 3. Денситограмма микрофотографий различных подложек, снятых на фотопластиниках с эмульсией. *a* – *г* – то же, что на рис. 2. *A*, *B* – см. в тексте

Для сравнения различных подложек микрофотографии алмазных пленок без объектов толщиной 3, 5, 7 Å и формвар- угольной пленки были исследованы на полуавтоматическом денситометре «Joyce – Lebel». С негативов были сняты денситограммы, ширина и высота пиков которых хорошо показывают степень однородности структуры каждой из пленок и уровень фона фотоэмulsionии (рис. 3). Участок *AB* на рис. 3 характеризует уровень фона, обусловленного эмульсией пластиинки, пик *B* соответствует кольцу Френеля на краю пленки. Как видно из рис. 3, неоднородность у пленки толщиной 3 Å наименьшая и приближается к уровню фона фотоэмulsionии. Микрофотографии всех пленок сделаны при инструментальном увеличении $1 \cdot 10^5$ раз и при одинаковой степени недофокусировки.

о чём свидетельствует практически равная ширина кольца Френеля (рис. 3) на краю всех пленок. Известно, что неоднородность структуры подложки является функцией нескольких факторов: химического состава подложки, размера кристаллитов, геометрии поверхности, плотности вещества подложки. Алмазные пленки были получены в условиях, практически исключающих их загрязнение другими химическими элементами; выращивание производилось на атомарно гладкой поверхности, и процесс обеспечивал получение максимальной плотности вещества из углерода с минимальным размером кристаллитов. В отличие от алмазных, формваровые пленки имеют неоднородный химический состав, получаются на поверхности стекла, имеют грубый рельеф поверхности, и при укреплении их углем путем термического распыления неоднородность структуры возрастает.

Институт атомной энергии
им. И. В. Курчатова

Поступило
23 VIII 1973

Институт вирусологии
им. Д. И. Ивановского
Академии медицинских наук СССР
Москва

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ В. М. Голянов, А. П. Демидов, Авт. свид. № 411037 (1974).

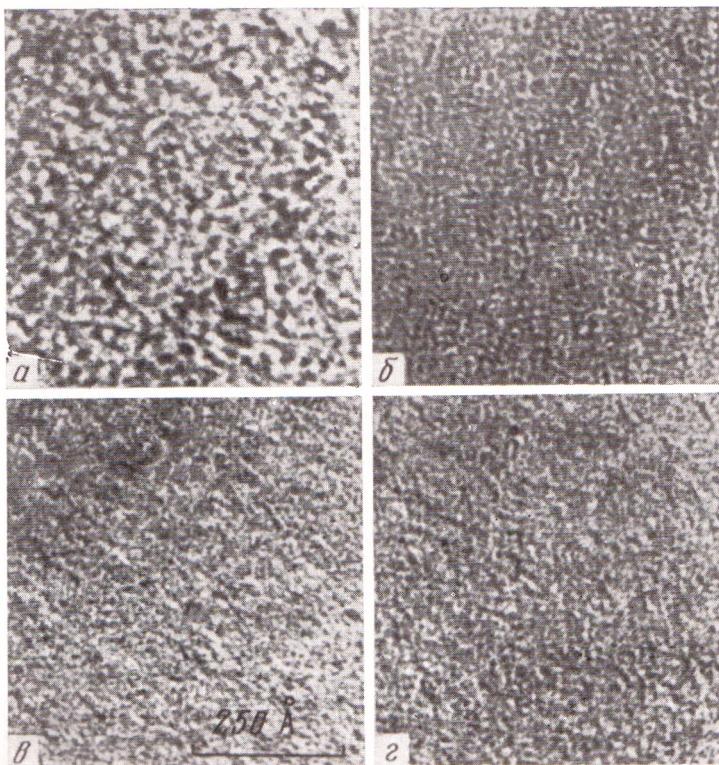


Рис. 2. Микрофотографии подложек без объекта, 800 000×. *а* — формвар-угольная подложка, *б* — алмазная подложка толщиной 7 Å, *в* — 5 Å, *г* — 3 Å

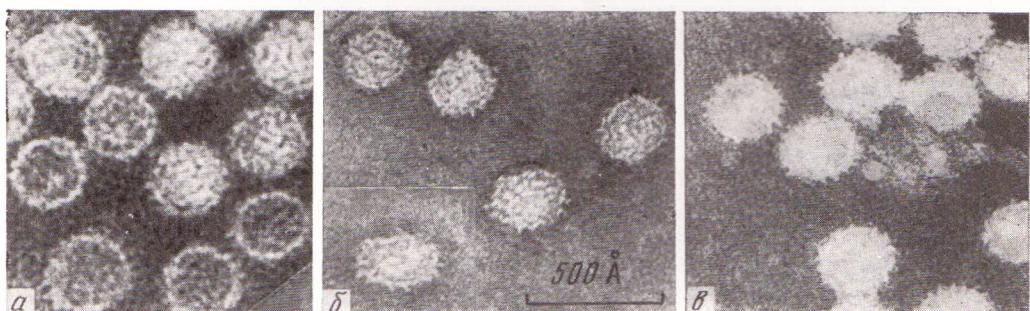


Рис. 4. Микрофотографии *Penicillium brevi compactum* на различных подложках, 400 000×. *а* — на формвар-угольной подложке, *б* — на алмазной подложке толщиной 5 Å, *в* — 3 Å