

ДОДАТОК 5.1.А (обов'язковий) Визначення умов експлуатації плазмового озолувача.

А.1 Загальні

Під час підготовки зразків для ТЕМ з МЕС або нітратного целюлозного фільтра, губчаста структура фільтра руйнується під дією розчинника і перетворюється на тоншу плівку полімеру. Деякі частинки на поверхні оригінального фільтра повністю занурюються в полімер, і процедура підготовки зразка включає етап плазмового травлення для окислення поверхневого шару полімеру. Частинки, занурені в результаті руйнування фільтра, потім оголюються, щоб вони могли згодом прикріпитися до випареної вуглецевої плівки, не змінюючи свого положення на оригінальному фільтрі. Кількість протравлення має вирішальне значення, а окремі озолувальні пристрої мають різну продуктивність. Тому калібрують плазмовий озолувач (див. [10.3.3](#)) для отримання відомої кількості травлення поверхні зруйнованого фільтра. Це здійснюється регулюванням вихідної потужності радіочастоти та витрати кисню, а також вимірюванням часу, необхідного для повного окислення не зруйнованого фільтра з ефіру целюлози діаметром 25 мм, такого самого типу та розміру пор, як і аналітичні фільтри.

А.2 Процедура

Поміщають невикористаний фільтр з ефіру целюлози діаметром 25 мм, такого самого типу, як і той, що використовують, в центр предметного скельця. Розміщають предметне скельце приблизно в центрі камери озолувача. Закривають камеру і виведять тиск до приблизно 40 Па, одночасно подаючи кисень в камеру зі швидкістю від 8 мл/хв до 20 мл/хв. Відрегульовують налаштування системи так, щоб інтенсивність плазми була максимальною. Вимірюють час, необхідний для повного окислення фільтра. Визначають робочі параметри, які забезпечують повне окислення фільтра протягом приблизно 15 хвилин. Для протравлення зруйнованих фільтрів ці робочі параметри потрібно використовувати протягом 8 хвилин.