

ДОДАТОК 5.2.А (обов'язковий). Визначення умов експлуатації плазмового озолувача.

А.1 Загальні положення

Під час підготування зразків для ТЕМ з МЕС або нітратцелюлозного фільтра губчаста структура фільтра ущільнюється у тоншу плівку полімеру під дією розчинника. Деякі частинки на поверхні вихідного фільтра повністю занурюються в полімер, і процедура підготування зразка охоплює етап плазмового травлення для окиснення поверхневого шару полімеру. Частинки, занурені внаслідок етапу ущільнення фільтра, потім оголюються, щоб згодом бути закріпленими на напиленій вуглецевій плівці без зміни свого розташування на вихідному фільтрі. Кількість травлення критична, й продуктивність окремих плазмових озолувачів відрізняється. Тому потрібно калібрувати плазмовий озолувач (див. 10.3.3), щоб отримати задану кількість травлення поверхні ущільненого фільтра. Це виконують регулюванням вихідної потужності радіочастотного генератора й витрати кисню, а також вимірюванням часу, необхідного для повного окиснення неущільненого фільтра з ефірцелюлози діаметром 25 мм того самого типу та з такими самими порами, як і в аналітичних фільтрах.

А.2 Процедура

Розміщують новий фільтр з ефірцелюлози діаметром 25 мм того самого типу, що й використовуваний, у центрі предметного скла з оптичного скла. Розташовують скло приблизно в центрі камери озолувача. Закривають камеру та відкачують її до тиску близько 40 Па, одночасно подаючи кисень у камеру зі швидкістю від 8 мл/хв до 20 мл/хв. Відрегульовують систему так, щоб інтенсивність плазми була максимальною. Вимірюють час, необхідний для повного окиснення фільтра. Визначають параметри роботи, за яких фільтр повністю окиснюється протягом приблизно 15 хв. Для травлення ущільнених фільтрів ці параметри потрібно застосовувати протягом 8 хв.