

УДК 621.383

## Просвечивающие электронные микроскопы (полувековая история создания приборов в отделе электронной микроскопии)

П. А. Стоянов

ФГУДП «НИИ ЭИО» ГУП «НПО «ОРИОН»

*Изложена история создания просвечивающих электронных микроскопов в отделе электронной микроскопии в течение 1945—1990 г. За почти полувековой период работы отдела разрешающая способность созданных приборов возросла с 50 Е до значения менее чем 2 Е, а ускоряющее напряжение выросло с 50—100 кВ до 2 МВ в сверхвысоковольтном микроскопе.*

Производство современных 100-киловольтных микроскопов в нашей стране началось всего лишь через год после окончания Великой Отечественной войны. Уже осенью 1945 года Всесоюзным электротехническим институтом (ВЭИ) было создано техническое бюро электронной микроскопии в Берлине и ОКБ (преобразованное в 1946 г. в отдел электронной микроскопии НИИ-801) в Москве. Берлинское бюро привлекло к работе немецких специалистов и организовало с их помощью сборку самых совершенных в то время 100-киловольтных микроскопов фирмы Сименс (по нашей классификации — микроскопов ЭМ-100) из имевшихся на месте узлов. Недостающие детали были изготовлены на нескольких заводах Германии. Материалы, полуфабрикаты, сами приборы, а также техническая документация отправлялись в Москву, где сотрудники отдела электронной микроскопии производили сборку, наладку и запуск приборов, разработали техническую документацию по нашим нормативам, изготовили по ней новые приборы, а затем организовали их серийный выпуск, приобретя ценнейший опыт создания, производства и наладки этой сложной аппаратуры. Кроме 100-киловольтных микроскопов из немецких деталей удалось собрать и запустить 60-киловольтный микроскоп с бронированной пушкой и 220-киловольтный микроскоп с открытым высоковольтным источником. В Москву поступили также элементы питающего устройства для микроскопа на 400 киловольт, эскизные наброски 400-киловольтного прибора, а также документация, относящаяся к другим наработкам и представлявшая интерес для сотрудников отдела.

Таким образом, за короткое время были созданы достаточно благоприятные стартовые условия для работы отдела, способствовавшие успешному развитию электронной микроскопии в нашей стране. Была также создана добротная база для разработки новых приборов и воспитаны квалифицированные кадры, которые постоянно пополнялись свежими силами. На протяжении всего времени существования отдела проводились НИОКР и на их основе создавались просвечивающие электронные микроскопы, которые, как правило, не уступали зарубежным аналогам, а в отдельных случаях превосходили их по параметрам и характеристикам.

Параллельно с освоением прибывшей из Германии техники началась интенсивная разработка методик препарирования объектов. Накопленный

опыт в этой области передавался научно-исследовательским учреждениям, осваивавшим приобретенные ими микроскопы.

Работа отдела по созданию отечественных электронных микроскопов началась в 1946 г. На первых этапах использовались и немецкие наработки, такие как механизм сменных полюсных наконечников в проекционной линзе, бронированная пушка на 60 кВ, механизм юстировки апертурной диафрагмы объектива, многозарядная фотокамера и др. В первые годы работа велась самым широким фронтом. Так, начали разрабатывать магнитные универсальный 100-киловольтный микроскоп УЭМ-100 и 50-киловольтный малогабаритный микроскоп МЭМ-50, 40-киловольтный магнитостатический микроскоп МСЭМ-40 и электростатические микроскопы — прибор на 50 кВ — ЭСМ-50 и малогабаритный МЭСМ-40 на 35—40 кВ.

Разрабатывались приборы непросвечивающего типа (отражательные, эмиссионные, позднее — растровые и др.), описание которых выходит за рамки настоящего обзора.

В немецких приборах источниками высокого напряжения служили открытые схемы, которые для безопасности персонала необходимо было располагать за специальными ограждениями, препятствующими доступу к частям, находящимся под высоким напряжением. Линзы и катод питались от аккумуляторов. Для перечисленных выше новых приборов сразу же начали разрабатывать закрытые высоковольтные источники и стабилизированные схемы питания линз и катода.

В колонне микроскопа МЭМ-50 была реализована схема с «перевернутым» расположением узлов — снизу бронированная пушка, выше камера объектов и блок линз, а сверху — смотровой экран и камера для фотопластинок и фотопленок. Смена объектов и фотоматериалов производилась без шлюзования с напуском воздуха в колонну. В течение нескольких лет было создано несколько вариантов прибора, в которых блок из двух линз сначала был с общей обмоткой возбуждения полей, а затем с отдельными обмотками и независимо регулируемые токами в них. Испытывался и вариант с тремя изображающими линзами, но от него отказались, чтобы не усложнять колонну. От прибора к прибору совершенствовалась бронированная 50-киловольтная пушка, в осветительную систему была введена конденсорная линза, серьезной доработке подверглись многие механизмы прибора. После окончательной отработки микроскопа было выпущено несколько приборов МЭМ-50, поставленных заказчиком.

В электростатических микроскопах ЭСМ-50 и МЭСМ-40 применялись так называемые одиночные электростатические линзы, на средний электрод которых подавались потенциалы от делителя напряжения высоковольтного источника, питающего пушку, или потенциал самого источника. Других питающих устройств для линз данного класса приборов не требовалось и в этом состояло одно из их преимуществ. Другие преимущества этих приборов — относительно невысокие требования к стабильности высоковольтного источника и простота конструкции линз. Однако у микроскопов с электростатической оптикой имелся и ряд серьезных недостатков, в частности, большие aberrации линз по сравнению с магнитными линзами, недостаточно высокое ускоряющее напряжение, при котором устойчиво работают линзы, сложность с фокусировкой изображения и др.

Исследования и опытное конструирование электростатических микроскопов проводились в отделе более 10 лет. За это время был построен ряд

образцов микроскопа ЭСМ-50 и малогабаритного МЭСМ-40. Решалась главная задача — сведение к минимуму указанных выше недостатков при сохранении преимуществ и, прежде всего простоты и относительной дешевизны создаваемой аппаратуры. Для повышения разрешающей способности создавались объективы с возможно малыми сферической и хроматической аберрациями, от образца к образцу устранялись помехи, нарушавшие стабильную работу линз. В частности, устранялись утечки тока по изоляторам линз, автоэлектронная эмиссия с электродов, темновые токи и разряды. Проводился поиск металлов с оптимальными свойствами для электродов линз и материалов для изоляторов, подбирались оптимальная форма электродов и изоляторов с целью повышения электрической прочности линз, совершенствовался высоковольтный источник питания. В результате была достигнута сравнительно устойчивая работа приборов при ускоряющих напряжениях до 50—60 кВ.

В созданных образцах микроскопов последовательно испытывались различные варианты фокусировки изображения: механическим перемещением объекта вдоль оптической оси, перемещением объектива относительно объекта, регулировкой потенциала среднего электрода объектива. Однако достаточно тонкую подстройку фокуса, от которой зависит разрешающая способность микроскопа, ни один из этих способов обеспечить не мог.

От года к году совершенствовалась оптическая система приборов. От двухлинзовой изображающей системы перешли к трехлинзовой. Ввели юстировочные механизмы для центрировки ряда оптических элементов. В последних образцах в объективе установили стигматор. Разрешающая способность приборов составляла, как правило, 70—80 Е. Ее предельная величина достигала 50 Е.

Довольно внушительный объем проведенных исследований, конструкторских разработок и изготовления все более совершенных образцов электростатических микроскопов, их доводки и испытаний позволил реализовать практически все, что могут дать приборы данного класса. Однако выводы из проделанной работы оказались неутешительными. Было установлено, что даже самые совершенные, ставшие довольно сложными по конструкции, электростатические приборы не имеют параметров, как разрешающая способность, ускоряющее напряжение, надежность и др. По этой причине дальнейшие работы по созданию просвечивающих электростатических микроскопов были прекращены. Позднее к такому же заключению пришли и зарубежные производители электростатических микроскопов, прекратившие их выпуск.

Разработке магнитостатического микроскопа МСЭМ-40 предшествовали исследования линз. Было установлено, что в одиночной магнитостатической линзе, поле которой возбуждается постоянными магнитами, возникают сильные поля рассеяния. Чтобы избавиться от них, создали блок из двух линз, поля которых возбуждаются общей группой магнитов. Провели исследования фокусирующих полей линз при осевом (параллельном оптической оси) и радиальном (перпендикулярном оси) расположении магнитов в блоке. Оказалось, что радиальное расположение повышает индукцию фокусирующих полей. Самые высокие значения индукции в линзах были достигнуты при намагничивании радиально расположенных магнитов в сборе с блоком линз.

Поскольку изображение в магнитостатическом микроскопе можно сфокусировать плавными изменениями поля объектива, провели эксперименты по регулированию полей линз при помощи магнитных шунтов. Работа завершилась созданием двухлинзового макета микроскопа МСЭМ-40 с ускоряющим напряжением 40 кВ, увеличением 8—10 тыс. крат и разрешающей способностью до 100 Е.

Первая модель 100-киловольтного микроскопа УЭМ-100 была изготовлена в 1948 г. При ее создании не удалось избежать ошибок. Так, без серьезной проработки попытались осуществить бронированный ввод кабеля в 100-киловольтную пушку. В результате электрическая прочность этого узла упала со 100 кВ до 50—60 кВ и работа при больших напряжениях оказалась невозможной из-за пробоев, имевших разрушительные последствия. Линзы микроскопа не имели рубашек для водяного охлаждения. Они перегревались, плавилась и вытекала вакуумная смазка, нарушался вакуум в колонне. Прибор оказался практически неработоспособным. Вместе с тем уже в этой модели УЭМ-100 был реализован ряд новых ценных конструкторских решений. В проекционную линзу встроили барабан со сменными полюсными наконечниками и с их помощью регулировали увеличение микроскопа. В одном из наконечников канал имел большой диаметр. Когда этот наконечник устанавливали в рабочее положение и выключали линзы изображающей системы, пучки электронов, дифрагированные объектом и не задержанные апертурной диафрагмой объектива, проходили к смотровому экрану и формировали дифракционную картину от исследуемого объекта. Чтобы апертурная диафрагма не препятствовала прохождению дифрагированных пучков, ее передвигали по оси до соприкосновения с объектом с помощью механизма, который предназначался также и для перемещения диафрагмы в плоскости, перпендикулярной оси, с целью центрировки или получения темнопольных изображений. В микроскопе установили многозарядную фотокамеру с магазином, содержащим комплект кассет с фотопластинками и шлюзовым устройством для замены отснятых магазинов новыми без нарушения вакуума в колонне.

В следующей модели УЭМ-100 отказались от бронированного ввода в пушку, предусмотрели вокруг нее защитную ванну, снабдили линзы устройствами для охлаждения водой. В ванне установили накальный трансформатор, заменивший аккумулятор для питания катода. Для питания линз разработали компактный стабилизированный источник постоянного тока, заменивший батарею аккумуляторов, и установили его в стенде микроскопа. Высоковольтный источник целиком заключили в заземленный бак с масляной изоляцией. Высокое напряжение подавалось на пушку бронированным кабелем. Таким образом, был исключен доступ обслуживающего персонала к элементам, находящимся под высоким напряжением.

В 1950 г. в результате художественно-конструкторской проработки прибор приобрел новый достаточно привлекательный облик. В последующие годы совершенствовались узлы колонны — блок объектива, осветительная система, проекционная линза и фотокамера.

Универсальность УЭМ-100 заключалась в том, что в приборе можно было фотографировать светлопольные и темнопольные изображения, дифракционную картину, получать стереоснимки, работать в эмиссионном и отражательном режимах. Для эмиссионного режима потребовался меха-

низм перемещения катода в плоскости, перпендикулярной оптической оси и вдоль этой оси. Катодом являлся сам исследуемый объект, эмитирующий электроны. Однако создать надежно работающий механизм не удалось. Только отказавшись от реализации эмиссионного режима, пришли к оптимальному решению проблемы. Оставили надежно работающий механизм юстировки фокусирующего электрода, катод в котором центрировался до его установки в микроскоп. Это решение оказалось настолько удачным, что юстировка фокусирующего электрода применялась во всех созданных позднее электронных микроскопах.

Для удобства обслуживания микроскопа в тубусе объектива сделали окна для извлечения и профилактической чистки полюсного наконечника и апертурной диафрагмы (без разборки колонны). Однако окна нарушили осевую симметрию и вызвали асимметрию магнитных полей рассеяния. В результате упала разрешающая способность микроскопа. Проблему асимметрии полей удалось решить заменой ферромагнитного материала тубуса на немагнитный. Электронный пучок в тубусе защитили от внешних магнитных полей осесимметричными многослойными экранами из пермаллоя.

Разрешающая способность серийных УЭМ-100 составляла 50 Е. После разработки новой технологии изготовления полюсных наконечников из гомогенизированного пермендюра, осевая симметрия которых выдерживалась с высокой точностью, разрешающая способность возросла до 35—40Е.

Оптическая схема УЭМ-100 не претерпела изменений и осталась такой же, как в немецких микроскопах ЭМ-100. Однако комплекс конструкторских разработок, описанных выше, существенно улучшил прибор. У потребителей микроскопы УЭМ-100 пользовались репутацией добротных приборов. С их помощью можно было проводить исследования на достаточно высоком для своего времени уровне. Однако к середине 50-х г. прибор устарел. К этому времени назрела проблема создания следующего поколения 100-киловольтных микроскопов. В течение 1954—1957 г. был наработан соответствующий научный задел, а в 1956 г. создана первая модель универсального электронного микроскопа нового поколения УЭМБ-100 с бронированной пушкой и многолинзовой изображающей системой.

Бронированная пушка, радикально изменившая внешний вид осветительной системы и всего прибора, юстируется при помощи устройства для перемещения высоковольтного изолятора совместно с фокусирующим электродом и катодом относительно анода. Апертура осветителя регулируется механизмом перемещения и смены диафрагм, которые в прежних конструкциях микроскопов отсутствовали.

Разработана новая конструкция объектива, в котором обмотка возбуждения разделена на две секции и между ними установлен латунный диск с радиальным каналом для ввода апертурных диафрагм в межполюсный промежуток полюсного наконечника. Смена, юстировка, а в дифракционном режиме и удаление диафрагм с пути дифрагированных пучков производится при помощи соответствующего механизма.

В тубусе объектива размещен механизм сменных селекторных диафрагм. Любую диафрагму можно передвигать в плоскости, перпендикулярной оптической оси, для выбора на объекте участка при микродифракции. Таким образом, юстировка, смена и удаление осветительных, апертурных и селек-

торных диафрагм в новом микроскопе производится непосредственно под электронным пучком.

Стигматор объектива установлен в нижнем канале полюсного наконечника вблизи фокусирующего поля линзы. Оригинальная технологичная конструкция электромагнитного стигматора, который может быть изготовлен с исключительно высокой точностью, обеспечила надежную работу этого оптического элемента, предназначенного для коррекции приосевого астигматизма объектива.

В изображающую систему микроскопа введена третья (промежуточная) линза, которая расширила диапазон электронно-оптических увеличений, обеспечила их плавную регулировку и с помощью селекторных диафрагм позволила реализовать режим микродифракции. Для перехода к дифракционному режиму (когда прибор работает как электронограф) в проекционной линзе предусмотрено устройство для удаления с пути дифрагированных пучков и возвращения на место ее полюсного наконечника. Промежуточная и проекционная линзы объединены в общий блок, относительно которого юстируется объектив при помощи юстировочного механизма. Для электронного микроскопа УЭМБ-100 были разработаны высоковольтный источник и блоки питания линз с электронными схемами стабилизации, обеспечившими высокую стабильность ускоряющего напряжения и токов линз.

Разрешающая способность УЭМБ-100 достигла 20 Е. С целью дальнейшего улучшения этой характеристики в 1957 г. была создана модернизированная модель УЭМБ-100 с двухлинзовым конденсором, состоящим из короткофокусной и длиннофокусной линз, объединенных в общий блок с юстировочными устройствами для взаимной центрировки конденсоров. При помощи системы из двух линз была уменьшена зона облучения и нагрузка на объект. В результате прекратилось нагревание объекта, уменьшился его тепловой дрейф и, как следствие, исчезла одна из причин снижения разрешения прибора.

В бронированной пушке микроскопа был установлен новый высоковольтный изолятор, имеющий форму перевернутого вверх дном стакана. Внутри стакана расположены фокусирующий электрод с катодом. Замена изолятора повысила надежность пушки.

Как и во всех описанных выше 100-киловольтных микроскопах, осветительную систему УЭМБ-100 с двойным конденсором можно перемещать и наклонять относительно оптической оси объектива при помощи юстировочных устройств.

Разрешающая способность нового прибора составила 15 Е. По этому и другим параметрам прибор соответствовал уровню лучших зарубежных моделей 100-киловольтных микроскопов конца 50-х г. В 1958 г. микроскоп УЭМБ-100 демонстрировался на Всемирной выставке в Брюсселе и был удостоен высшей награды — диплома Гран При. Серийный выпуск прибора состоялся на Выборгском приборостроительном заводе.

Согласно теоретическим расчетам предельная разрешающая способность 100-киловольтных микроскопов с осесимметричными магнитными линзами из материалов с достаточно высокими магнитными параметрами составляет примерно 2 Е. Однако ряд причин технического характера снижает разрешающую способность и приводит к значительной разнице между

теоретическим пределом этого параметра и реально реализуемым разрешением.

В связи с вышеизложенным усилия разработчиков новых приборов (начиная с УЭМБ-100) были сосредоточены преимущественно на решении двух главных задач: на устранении факторов, ухудшающих качество изображений, с целью повышения разрешающей способности микроскопов, и на расширении круга исследований, которые можно на них проводить.

В 1959 г. был создан универсальный электронный микроскоп высокого разрешения УЭМБ-100 с разрешающей способностью 10 Е. Оптическая схема этого прибора осталась такой же, как в микроскопе УЭМБ-100. Существенной доработке подверглась бронированная пушка. В частности, в ней был установлен высоковольтный изолятор из керамики, форма которого не изменилась, а поверхность была покрыта полупроводящей глазурью. На поверхности прежних изоляторов из керамики с обычной глазурью, или без глазури скапливались заряды, инициировавшие электрические пробои. Полупроводниковая глазурь на новых изоляторах создала условия для спокойного стекания зарядов, предотвратила пробои и обеспечила устойчивую работу пушки. Благодаря высокой стабильности новая бронированная пушка нашла применение не только в микроскопах следующих поколений, но и во всех других отечественных 100-киловольтных приборах (электронографах, электронно-лучевых установках и т. д.).

Микроскоп УЭМБ-100 оснастили светооптическим светосильным бинокулярным микроскопом, предназначенным для наблюдения на смотровом экране светооптически увеличенного изображения. Работа с бинокляром повысила точность фокусировки изображения, полноту коррекции астигматизма и филигранность юстировки осветителя — факторов, от которых зависит фактически реализуемое разрешение на электронном микроскопе. Серийный выпуск УЭМБ-100 был организован на Сумском заводе электронных микроскопов (СЗЭМ).

К микроскопу УЭМБ-100 был разработан ряд сервисных устройств, в частности, патрон для получения стереоснимков, кристаллодержатель для дифракционных исследований на отражение, устройство для деформирования и нагревания объектов во время их наблюдения в микроскопе, набор устройств для защиты объектов от загрязнения углеводородными осадками, фотоэкспонометр и др. Прибор с комплектом сервисных устройств выпускали на СЗЭМ под маркой УЭМБ-100А.

На базе УЭМБ-100 впервые в практике мирового электронно-микроскопического приборостроения был создан универсальный биологический электронный микроскоп УЭМБ-100Б с газовой микрокамерой, предназначенной для исследования в приборе живых биологических объектов, находящихся во влажном состоянии при давлении, которое можно повышать вплоть до атмосферного. Прибор предназначался также для наблюдения с помощью микрокамеры динамики химических реакций между веществами, находящимися в твердом, жидком или газообразном состояниях при температурах в пределах от  $-100^{\circ}\text{C}$  до  $+200^{\circ}\text{C}$ .

Созданию УЭМБ-100Б предшествовала большая научно-исследовательская работа, в результате которой был разработан метод газовой микрокамеры и созданы технические предпосылки для его реализации. В конечном итоге построили прибор со специализированным объективом.

В объективе камера с исследуемым объектом отделялась от остального вакуумного объема отверстиями, затянутыми тонкими достаточно прочными пленками, между которыми объем в виде тонкого слоя заполнялся газами или влагой с целью создания для объекта требуемой среды. Ввод камеры с объектом в объектив производился с помощью шлюзового устройства. При этом сохранялась постоянная связь объема камеры с газораспределительным устройством. Ухудшение разрешающей способности прибора, вызванное энергетическими потерями части электронов, прошедших камеру, и соответствующим ростом хроматических aberrаций, оказалось не слишком большим. На приборе с камерой, заполненной газом, было реализовано разрешение, равное 35 Е.

Метод газовой микрокамеры привлек внимание ученых многих стран и в том числе Англии, США, Италии, Франции и др. С нашей стороны была оказана консультативная помощь при ознакомлении с новым методом в Англии и Италии.

В 1958 г. вышло постановление правительства о создании электронного микроскопа с разрешающей способностью 5 Е. На всю работу отводилось около двух с половиной лет. Фактически поставленную задачу удалось решить к концу 1962 г., то есть за 4 года. При разработке нового прибора ЭВМ-150 упор был сделан на создании помехоустойчивой и, прежде всего, виброустойчивой колонны. Для решения этой задачи провели исследования и разработали электромагнитные и магнитостатические призмы с управляемой преломляющей силой и малыми aberrациями. Призмы предназначались для наклона электронного пучка осветителя относительно оптической оси и его перемещения по плоскости объекта и для юстировки объектива относительно блока проекционных линз. Все механические юстировочные устройства, от которых зависит жесткость конструкции, заменили созданными призмами и получили жесткую, а, следовательно, и виброустойчивую колонну. На основе результатов теоретических исследований разработали виброустойчивый механизм перемещения объекта.

Отечественное армо-железо не удовлетворяло высоким требованиям, которые предъявляются к материалу магнитопроводов линз. В результате исследований и расчетов магнитопроводов удалось создать впервые в мировой практике объектив из пермаллоя (сплава 79НМ), в котором полностью отсутствовали поля рассеяния.

Была сделана попытка довести ускоряющее напряжение микроскопа до 150 кВ. Для этого разработали высокостабилизированный источник питания с требуемым напряжением. 100-киловольтную пушку микроскопа УЭМВ-100, имевшую запас электрической прочности, использовали в новом приборе в условиях более высокого вакуума. В результате удалось поднять рабочее напряжение до 130—140 кВ. До 150 кВ не дотянули.

Для защиты объекта от загрязнения создали эффективно работающее устройство, вымораживающее углеводородные пары вблизи объекта. В изображающую систему микроскопа включили четыре линзы — объектив, две промежуточные линзы, и проекционную линзу. Наличие двух промежуточных линз позволило реализовать в ЭВМ-150 режим малоугловой дифракции.

На созданном образце ЭВМ-150 успешно реализовали разрешающую способность 4—5 Е. Прибор в 100-киловольтном варианте был освоен на СЗЭМ и на заводских образцах гарантированная разрешающая способ-

ность также составляла 4—5 Е. Отметим, что к этому времени была введена методика измерения разрешения по двум дублирующим друг друга последовательно сделанным снимкам наночастиц, существенно повысившая достоверность приведенных выше цифр.

На завершающем этапе создания микроскопа ЭВМ-150 началась совместная с конструкторским бюро СЗЭМ разработка другого прибора — микроскопа УЭМВ-100В с разрешающей способностью 8 Е. Главная особенность этого прибора — его объектив, в котором совмещена возможность проведения обычных исследований с исследованием объектов в газовой микрокамере. Необходимость в специальном объективе, который устанавливался взамен обычного — в биологическом микроскопе УЭМВ-100Б — теперь отпала. Газовая микрокамера, выполненная в виде приставки к микроскопу, устанавливается в основной и единственный объектив нового прибора.

Оптическая схема УЭМВ-100В та же, что и во всех микроскопах УЭМВ-100 прежних разработок. Для юстировки осветительной системы и линз изображающей системы используются призмы. Разработаны новые сервисные устройства к микроскопу — гониометрический столик и усилитель яркости изображения. На новом приборе проведены исследования трех, пяти и семилучевой интерференции электронов, полученной расщеплением волнового фронта при помощи разработанных электростатических призм. Используя интерференционный метод, показана возможность измерений внутреннего потенциала ряда металлов и органических веществ. В середине 60-х г. продолжалась работа по углубленному изучению многочисленных причин, снижающих разрешающую способность микроскопов, и разработке способов их полного устранения.

Конечная цель научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ состояла теперь в том, чтобы завершить решение главной проблемы, стоявшей перед разработчиками микроскопов высокого разрешения в течение нескольких десятилетий — создать 100-киловольтный микроскоп с разрешающей способностью, равной теоретически рассчитанной предельной величине этого параметра. К концу 1968 г. поставленная задача была решена — создан электронный микроскоп ЭМВ-100Л, в котором теоретический предел разрешающей способности был реализован на практике, причем сделано это достаточно уверенно и многократно.

ЭМВ-100Л создавался, как обычная серийная модель микроскопа и при его разработке отрабатывались все аспекты конструирования промышленного образца. Внешний вид прибора был разработан совместно с художественно-конструкторским бюро, с которым решались вопросы технической эстетики, максимальных удобств для оператора и др. Вопрос технологичности также считался одним из главных. Новый микроскоп состоит из независимо собираемых друг от друга крупных блоков и в том числе из блока колонны с основанием и опорной плитой, шкафа с вакуумной системой, стэнда с пультами управления и блоков питающих устройств.

Достижение предельного разрешения в ЭМВ-100Л стало возможным в результате решения многих проблем. Рассмотрим главные:

Создана колонна, обладающая достаточной жесткостью конструкции. Решению этой задачи способствовала разработка юстировочных электромагнитных призм с минимальными аберрациями, заменивших механические

юстировочные устройства. В результате возросла виброустойчивость микроскопа.

Реализована эффективная виброизоляция колонны при помощи литого массивного основания, на котором она установлена, и опорной плиты, изолированной от пола виброизолирующими подушками. Весь блок колонны механически развязан со стендом, пультами и другими узлами микроскопа.

В колонне ликвидированы вредные магнитные поля рассеяния и сведено к минимуму влияние зейделевых aberrаций (кроме сферической, которая совместно с дифракционными явлениями ставит предел разрешающей способности). Устранение вредных полей достигнуто в результате изготовления всех линз микроскопа из пермаллоя марки 50Н и 79НМ.

Созданы оптимальная оптика и конструкция прибора, теоретический предел разрешающей способности которого выбран с учетом всех факторов, влияющих на этот параметр (магнитных характеристик материалов, теплового режима колонны, условий надежной работы элементов конструкции).

Разработана оптимальная система юстировки прибора при минимуме числа юстировочных устройств.

На основе результатов экспериментальных исследований созданы компактные, эффективно охлаждаемые обмотки возбуждения линз с большой МДС в объективе, разработана конструкция термоизоляции обмоток с устройствами для их охлаждения от корпусов линз. Введена термостабилизация колонны и обеспечено ламинарное течение охлаждающей воды, не вызывающее высокочастотных вибраций колонны. В результате ликвидированы термодрейфы освещающего электронного пучка, исключена одна из причин термодрейфа столика объектов, ликвидирован источник высокочастотных колебаний колонны.

Разработана термокомпенсация линейных тепловых расширений элементов механизма столика объектов, который заключен в изотермическую полость в объективе и перемещается с трением скольжения, причем отрицательное влияние трения на работу механизма снижено до минимума. В результате ликвидирована другая причина теплового дрейфа этого механизма.

Создана оригинальная конструкция приводов и толкателей столика объектов, снизившая до минимума его дрейф, обусловленный трением (явлением криппа).

Разработана эффективная защита объекта от образования на его поверхности загрязняющих углеводородных слоев и создано высокостабильное питающее устройство. В результате снижены хроматические aberrации объектива до уровня, при котором их влияние на разрешающую способность становится достаточно малым.

Устранение всех без исключения факторов, ухудшающих разрешающую способность электронного микроскопа, и привело к созданию прибора – ЭМВ-100Л – с разрешением 2,1—2,5 Е, практически совпадающим с теоретически рассчитанной разрешающей способностью этого прибора. Выход снимков с разрешением лучше 3 Е достиг 50—70%. Создав ЭМВ-100Л, мы на какое-то время по разрешающей способности опередили зарубежные фирмы, выпускающие электронные микроскопы. ЭМВ-100Л был освоен на СЗЭМ и выпускался в течение нескольких лет.

Теоретический предел разрешающей способности зависит от длины волны электронов и коэффициента сферической аберрации объектива. Последний достигает минимума при установке объекта в центре магнитного поля объектива. При этом резко возрастает необходимая для фокусировки МДС объектива, а само фокусирующее поле приобретает функцию однополюсного конденсор-объектива (одна половина поля работает как конденсор, а другая — как объектив). Новая линза-конденсор-объектив — была создана и установлена в ЭМВ-100Л взамен обычного объектива и с ее помощью реализовано разрешение лучше 2 Е.

Совместно с СЗЭМ была разработана двухкаскадная (с двумя промежуточными ускорениями) бронированная пушка. На опытном образце ЭМВ-100Л с новой пушкой ускоряющее напряжение было повышено до 150 кВ. Впоследствии конструкторами СЗЭМ совместно с разработчиками отдела электронной микроскопии создавались приборы с ускоряющим напряжением, превышавшим 100 кВ. В частности, на СЗЭМ велась работа по созданию нового микроскопа ПЭМ-125 с ускоряющим напряжением 125 кВ. В отделе в ходе совместной работы над ПЭМ-125 был собран макет микроскопа, на котором исследовалась многокаскадная пушка на напряжение свыше 100 кВ, совершенствовались отдельные элементы конструкции, питающее устройство и др. Разрешающая способность макета прибора определялась по линиям. Этот способ отличается от метода определения разрешения по точкам тем, что тест-объект содержит одну пространственную частоту, а не спектр частот, как в случае измерения разрешения по точкам.

При наличии в тест-объекте единственной пространственной частоты разрешение перестает зависеть от сферической аберрации объектива, ставящей (совместно с дифракцией) предел разрешающей способности по точкам. Разрешаемое расстояние может быть существенно меньшим, чем 2 Е. В данном случае удалось реализовать разрешение по линиям, равное 1,2 Е.

В отделе разрабатывались также растровая приставка к просвечивающему микроскопу, магнитный анализатор энергетических потерь электронов в объекте и др., развивался метод светооптического анализа отснятых электронно-микроскопических изображений при помощи голографических и амплитудных фильтров. Проводились работы и по созданию многолинзовых систем, расчеты панкратического режима работы этих систем, коррекции с их помощью дисторсии и др.

После решения проблемы создания и выпуска 100-киловольтных микроскопов с предельной разрешающей способностью начались работы над микроскопом с ускоряющим напряжением 300—500 кВ. Отметим, что разработкой высоковольтной аппаратуры до 400 кВ в отделе занимались еще в середине 50-х годов. Был построен микроскоп с открытой высоковольтной схемой питания, в которой использовались привезенные в 1945 г. из Германии комплектующие изделия. Для размещения 400-киловольтного прибора потребовалось специальное помещение — зал с углубленным в землю полом, чтобы избежать близости элементов высоковольтной схемы к потолку.

Прибор включал в себя колонну, высоковольтное питающее устройство, аккумуляторную батарею для питания линз, вакуумную систему, стенд с пультом управления и другие узлы. Колонна состояла из трехэлектродной пушки, открытого ускорителя с защитной ванной, конденсора, линз изо-

бражающей системы и фотокамеры. На микроскопе можно было работать в режиме дифракции, когда используются все линзы микроскопа. Для дифракционных исследований в режиме электронографа была изготовлена вторая колонна — без линз изображающей системы. Микроскоп был передан Академии наук, где использовался преимущественно как электронограф.

И вот после пятнадцатилетней паузы в 1970 г. приступили к разработке теперь уже серийного 300-киловольтного микроскопа ЭМ-300. Впервые решалась задача создания компактной конструкции высоковольтного микроскопа — габариты прибора должны быть почти такими же, как у 100-киловольтных микроскопов для того, чтобы его можно было разместить в обычном лабораторном помещении. Ее удалось решить в результате разработки высоковольтного источника и ускорителя электронов с применением газовой изоляции. Изолирующим газом, работающим под давлением в несколько атмосфер, служила шестифтористая сера (элегаз). Особое внимание уделялось разработке ускорителя на 300—500 кВ, от габаритов которого в первую очередь зависят габариты всего прибора. Из двенадцати последовательно расположенных электродов ускорения первые три были объединены в одиночную электростатическую линзу для предварительной фокусировки электронного пучка, а остальные девять создавали равномерное ускоряющее поле, при котором снижаются требования к центровке электродов каскадов ускорения.

Высота колонны с ускорителем, находящимся в резервуаре с элегазом, возросла всего на полметра по сравнению с колонной микроскопа ЭМВ-100Л. На столько же увеличилась и высота микроскопа ЭМ-300, стенд которого был унифицирован со стендом ЭМВ-100Л. Впервые была разработана насыпная конструкция колонны — все ее линзы — два конденсора и четыре линзы изображающей системы находились внутри трубы, состоящей из нескольких соединенных друг с другом частей. Труба обеспечила жесткость конструкции. Все линзы можно было юстировать при помощи механизмов для их перемещения.

Резервуар с генератором высокого напряжения, находящимся в атмосфере элегаза под давлением 3 атм, имел относительно небольшие габариты. Он был связан с резервуаром ускорителя патрубком, через который напрямую соединялись генератор и ускоритель.

Техническая документация на ЭМ-300 была передана СЗЭМ. К сожалению, завод не подключился к дальнейшей совместной работе по созданию и выпуску прибора из-за трудностей с его комплектацией, а также из-за неуверенности, что прибор найдет сбыт, учитывая его высокую себестоимость по сравнению со 100-киловольтными микроскопами. 300 и 400-киловольтные микроскопы во многом такие же, как описанный выше ЭМ-300, за рубежом стали выпускать через 5—7 лет(!). Несмотря на их высокую стоимость, они нашли своих потребителей не только у себя, но и в нашей стране.

После изготовления у нас опытного образца ЭМ-300 работа над прибором была прекращена в связи с постановкой новой проблемы — создания сверхвысоковольтного электронного микроскопа СВЭМ-1. Работам по СВЭМ-1 предшествовала дискуссия о том, с каким ускоряющим напряжением его создавать. Вначале планировалось построить 5-мегавольтный комплекс. Речь шла об амбициозном проекте, не подкрепленном убедитель-

ным физико-техническим обоснованием. С ростом энергии электронов увеличивается проникающая способность пучка и благодаря этому в микроскопе можно исследовать более толстые объекты. Однако рост проникающей способности замедляется и при энергиях 2—3 МэВ прекращается вовсе. Исследования радиационных эффектов во время облучения объекта электронами больших энергий представляют интерес. Но для этого не обязательно использовать электронный пучок осветителя микроскопа. Можно к микроскопу пристроить линейный ускоритель и во время наблюдения объекта облучать его электронами (а также и ионами) практически любых энергий. Линейные ускорители нельзя использовать в качестве осветительной системы микроскопа из-за немонохроматичности и ничтожно малой яркости генерируемого ими пучка. Но они вполне пригодны для дополнительного облучения объекта заряженными частицами высоких энергий.

Изложенные выше соображения послужили основанием для принятия решения о сооружении 2-х мегавольтного СВЭМ-1. При разработке СВЭМ-1 решались две главные проблемы: реализация высокой разрешающей способности и создание конструкции, обеспечивающей работу комплекса в различных режимах работы с широким набором сервисных устройств.

Созданный комплекс СВЭМ-1 состоит из генератора высокого напряжения на 2 МВ, пушки с многокаскадным ускорителем прямого действия на 2 МэВ, электронно-оптической колонны, состоящей из трех конденсоров и четырех линз изображающей системы, фотокамеры, системы регистрации изображения, устройства для питания линз, юстировочных призм и стигматоров, трех вакуумных систем для откачки осветителя, колонны и фотокамеры, газовакуумной системы для перекачки электроизоляционного газа ( $SF_6$ ), системы водяного охлаждения и термостабилизации колонны, вспомогательных подъемно-транспортных устройств для демонтажа и транспортировки узлов в случае их ремонта или профилактики и самого специализированного здания, в котором смонтированы перечисленные системы и узлы.

Сверхвысоковольтные микроскопы крайне чувствительны к вибрациям. Поэтому для эффективной виброизоляции было создано уникальное виброизолирующее устройство, представляющее собой прямоугольную платформу, подвешенную к потолку здания на четырех цепях, соединенных с платформой через амортизирующие пружины, расположенные в ее углах. Сверху на платформе установлены два резервуара с элегазом под давлением до 5 атм. Внутри одного из них размещены пушка с ускорителем, а также высоковольтный фильтр с прецизионным делителем высокого напряжения для обратной связи в схеме стабилизации высоковольтного источника. В другом находится генератор высокого напряжения. Оба резервуара соединены патрубком, через который соединяются генератор с фильтром.

Снизу к платформе и резервуару с ускорителем прикреплена колонна. Платформа, два резервуара и колонна образуют единую жесткую конструкцию блока весом свыше 50 т, который, будучи подвешенным на цепях, обладает свойствами физического маятника с периодом собственных горизонтальных колебаний около 7 с. Благодаря столь большому периоду собственных колебаний получилась высокоэффективная виброизоляция микроскопа от горизонтальных вибраций здания. Пружинная подвеска создала виброизоляцию от вертикальных вибраций.

Трехлинзовый конденсор микроскопа позволяет регулировать диаметр зоны освещения объекта от нескольких мкм до сотых долей мкм, а при воздействии предполя объектива — до десятков ангстрем. Объектив имеет боковой ввод объекта в межполюсное пространство полюсного наконечника. Применяются два полюсных наконечника — один для работы с предельным разрешением, равным 1 Е по точкам, другой — для работы с сервисными устройствами с разрешением 2—3 Е. Вслед за объективом расположены дифракционная, промежуточная и проекционная линзы, с помощью которых изменяется увеличение без нарушения точности фокусировки изображения, регулируется длина камеры при микродифракции и др.

Для повышения виброустойчивости микроскопа разработана оригинальная конструкция колонны. Во всех микроскопах (в том числе и мегавольтных) масса всех линз, механически скрепленных с объективом, при вибрациях вызывает периодическую деформацию (изгиб) наружного кожуха объектива с частотой вибраций. В результате происходят возвратно-поступательные смещения полюсов объектива относительно друг друга, а также периодические изменения параметров магнитной цепи объектива. Оба фактора приводят к колебанию изображающих пучков электронов с частотой вибрации и размытию изображения. Чтобы избежать деформаций объектива при вибрациях в колонне СВЭМ-1 сделана механическая развязка, отделяющая объектив от других линз. Верхняя часть колонны заключена в толстостенную трубу, состоящую из нескольких жестко соединенных звеньев, а на нижнем основании трубы установлен объектив. Линзы, расположенные над объективом и под ним закреплены на трубе и механически не связаны с объективом. При вибрациях масса линз периодически деформирует трубу и не воздействует на объектив. Описанная конструкция колонны содана впервые.

Для снижения в колонне полей рассеяния, ухудшающих разрешающую способность микроскопа, все линзы изготовлены из специально созданного для СВЭМ-1 железа исключительно высокой чистоты. На нескольких металлургических заводах страны, каждый из которых выполнял определенные технологические операции, были изготовлены заготовки диаметром до одного метра из железа с рекордно высокой магнитной проницаемостью  $m_{max}=15000$  Гс/эрст и ничтожно малой коэрцитивной силой. Речь идет об уникальных характеристиках превосходящих армко железо (считающееся технически чистым железом) почти в 5 раз.

Двухмегавольтный ускоритель состоит из пяти блоков, в которых герметизация электродов из титана с изоляционными керамическими кольцами осуществлена пайкой твердым припоем. Применение технологии металло-керамической пайки электродов ускорителя осуществлено впервые. Отказ от обычно применяемой в ускорителях склейки металла с керамикой позволил избавиться от гажения органических веществ, входящих в состав клея и снижающих стабильность работы ускорителя.

Для размещения комплекса СВЭМ-1 было спроектировано и построено специальное здание с двухсветным помещением и биологической защитой от жесткого рентгеновского излучения. Нижняя часть помещения высотой 5 м содержит колонну, пульты управления комплексом, устройства для разборки колонны и др. Верхняя часть помещения имеет высоту 15 м. Здесь над полом подвешена платформа с резервуарами, содержащими высоковольт-

ный источник питания и ускоритель с пушкой. Верхняя и нижняя части помещения сообщаются через проем в разделяющем их перекрытии, сквозь который проходит колонна, закрепленная на платформе. В верхней части помещения над резервуарами на достаточной высоте смонтировано подъемно-транспортное оборудование.

Комплекс СВЭМ-1, включая здание и все его системы, был полностью построен и осуществлена его сборка, монтаж и запуск. К сожалению, резкое изменение экономической ситуации в стране пришлось на заключительную стадию доработок, наладки, испытаний и доведения до основных параметров уникального прибора (ускоряющее напряжение 2 МВ, разрешающая способность до 1 Е), что значительно затормозило проведение работ.

Путь, пройденный коллективом разработчиков просвечивающих электронных микроскопов за без малого полувековой период их труда в нескольких словах можно обрисовать так:

1. Создание приборов с разрешением, возросшим в результате деятельности коллектива в 25 раз (50 Е — в начале и 2 Е — в конце пути).

2. Создание приборов с ускоряющим напряжением, возросшим в 20—40 раз (50—100 кВ. — в начале и 2 МВ. — в конце пути).

## **Translucent electron microscopes (a semi-secular history of devices creation in the department of submicroscopy)**

*P. A. Stoyanov*

The ORION R&P Association, Moscow, Russia

*A history of the transmission electron microscopes to be built 1945—1990 at science Center in Moscow. If the first instruments had resolving power 50 Å and high voltage 50—100 kV, then after development of instruments during half century the last electron microscopes had resolution better than 2 Å and high voltage up to 2 MV.*