

Komunikat

Mikroskop elektronowy w Katedrze Metaloznawstwa Politechniki Śląskiej

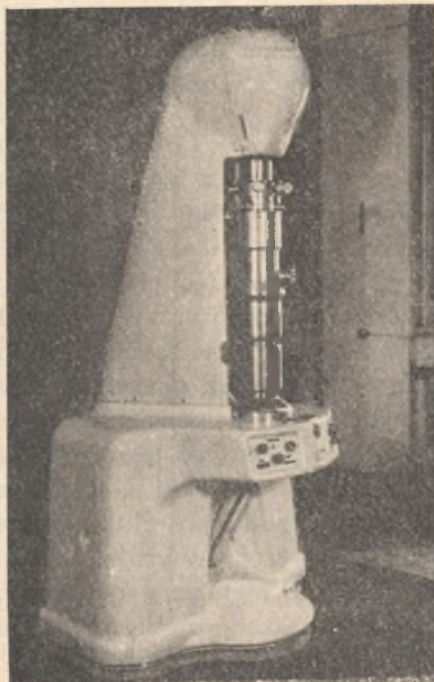
Zaopatrzenie wyższych uczelni w importowaną aparaturę naukowo-laboratoryjną odzwierciedlało w ubiegłym dziesięcioleciu zasadnicze niedociągnięcia obciążające całą zresztą naszą politykę handlu zagranicznego. Niezależnie od tego, że zaopatrzenie to było ogólnie biorąc bardzo niedostateczne, starano się forsować zakup przyrządów w krajach socjalistycznych, nie zważając w wielu razach na to, że przy mniejszym wprawdzie wydatku dewiz otrzymuje się jednak aparaturę o wadliwej konstrukcji lub o niestarannym wykonaniu. Nie jest zamiarem autorów rozwijanie tych rozważań tutaj. Celem głównym tego komunikatu jest przedstawienie losów laboratorium metalografii elektronowej na Politechnice Śląskiej jako typowego przypadku charakteryzującego rozwój i możliwości prowadzenia prac badawczych w kraju.

W lipcu 1950 r., Katedra Metaloznawstwa kierowana przez prof. F. Stauba, uznając rosnące znaczenie mikroskopii elektronowej w zastosowaniu do badań metalograficznych, wystąpiła o zakup mikroskopu demonstrowanego w tym czasie na Targach Poznańskich przez szwajcarską firmę Trüb, Täuber & Co. z Zurychu.

Mikroskop ten, opracowany przez G. Induniego w latach 1941—1945, był wówczas jedną z najbardziej nowoczesnych konstrukcji i mimo swoich niewielu zresztą wad przedstawiał przyrząd stosunkowo łatwy do opanowania przez nie wyszkoloną obsługę i mało czuły na ewentualnie popełniane błędy. Te cechy pozwalały sądzić, że przyrząd ten będzie się szczególnie nadawał dla laboratorium nefizycznego, gdzie obok prac badawczych przewidywano również prowadzenie prac studenckich.

Pomimo jednak poparcia Ministerstwa Oświaty prośba o przydział mikroskopu spotkała się z odmową PKPG. Otrzymano natomiast ofertę berlińskiej firmy HF — Werk für Fernmeldewesen, która zaproponowała dostawę produkowanego przez siebie mikroskopu elektronowego typu OSW 2748.

Ze względu na brak innych możliwości zamówienie zostało podtrzymane w tej wersji i po wielu odroczeniach terminu dostawy dopiero w maju 1952 r. mikroskop został zmontowany na miejscu w Gliwicach (rys. 1). Mikroskop ten był przyrządem o soczewkach elektromagnetycznych, przy czym istotą swojej konstrukcji niewiele odbiegał od pierwszego seryjnie budowanego mikroskopu wypuszczonego na rynek przez firmę Siemens jeszcze w r. 1939. Zastosowano tu ten sam trójsocewkowy

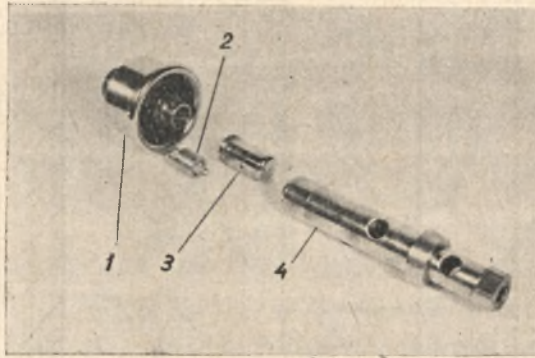


Rys. 1. Widok mikroskopu HF, typ OSW 2748 Nr fabr. 003.

układ kondensor-objektyw-projektyw, przy czym kondensor wykonano jako długoogniskową soczewkę bez nabiegunków, soczewkę zaś projektywu wyposażono w szereg wymiennych nabiegunków dla różnych zakresów powiększeń. Zachowano zastosowany w mikroskopie Siemens trójelektrodowy układ źródeł elektronów (rys. 2). Włókno katody umieszczone w szybko wymiennej oprawce może być w tej oprawce centrowane względem cylindra Wehnelta, ten ostatni jednak jest już nieruchomy względem anody.

Źródło elektronów wraz z kondensorem zmontowano jako jedną całość, przy czym cały ten układ mógł być przesuwany i pochylany względem osi mikroskopu dla właściwego wycentrowania wiązki elektronów. Prze-

krój części tubusu zawierającej soczewkę obiektywu i służę preparatową pokazano na rys. 3. Tulejkę, na której końcu umocowany jest nośnik preparatu można za pomocą koła zębatego i zębátky wciągać do wewnątrz-stożkowego, szlifowanego kurka i po obróceniu o kąt $\sim 90^\circ$ wysuwać przez otwór na zewnątrz tubusu. Przesuw preparatu wykonano jako hydrauliczny, za pośrednictwem uruchamianych ręcznie tłoczków, przewodów napełnionych wodą i pokazanych na rysunku membran z popychaczami. Przesuw ten wynosił około 0,5 mm w dwu prostopadłych



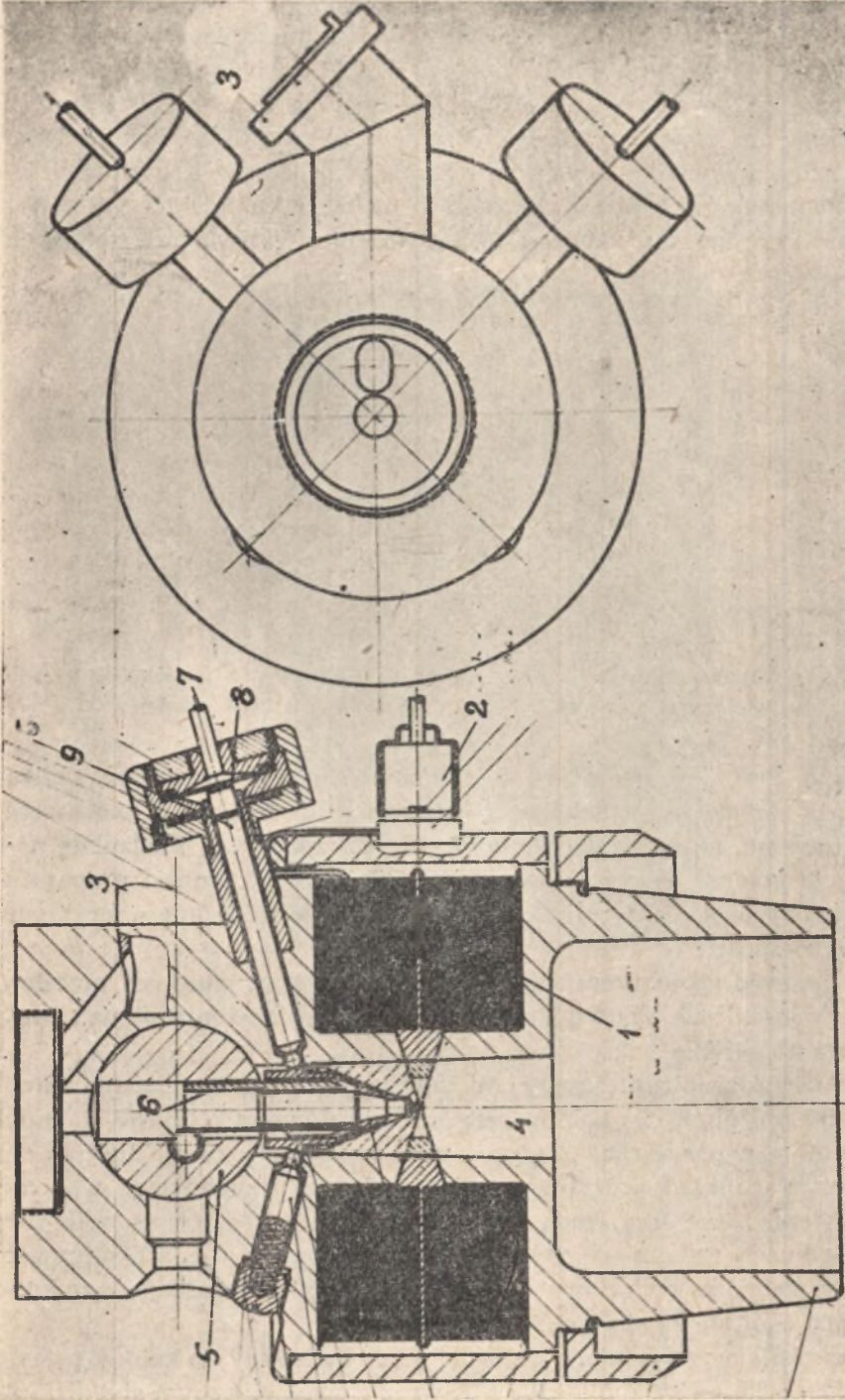
Rys. 2. Części składowe wyrzutni elektronów: 1 — głowica, 2 — włókno katody w wymiennej oprawce, 3 — cylinder Wehnelta, 4 — anoda.

kierunkach. Przesłonę aparatury o średnicy 50 μ umieszczono w pobliżu płaszczyzny środkowej obiektywu. W zasadzie przewidziano możliwość jej centrowania, mocując przesłonę w przesuwnej płytce miedzianej poruszanej za pomocą specjalnej końcówki umieszczanej zamiast preparatu w jego uchwycie. Centrowanie to jednak sprawiało następnie w praktyce ogromne trudności.

Nabiegunniki projektywu zaopatrzone w szereg wymiennych przesłon o różnych średnicach ułatwiających ustalanie powiększenia obrazu uzyskiwanego na ekranie końcowym.

Dla utrzymywania niezbędnej w tubusie próżni przewidziano układ dwu pomp próżniowych: pompy wstępnej obrotowej i rtęciowej pompy dyfuzyjnej z wymrażarką. Zastosowanie pompy rtęciowej ma pewne zalety, czyniąc układ próżniowy mniej czuły na przypadkowe wdarcie się powietrza, zasadniczą wadą jednak jest konieczność wymrażania par rtęci za pomocą zestalonego CO_2 czy ciekłego powietrza i ta okoliczność powoduje, że pompy rtęciowe we współczesnych konstrukcjach mikroskopów na ogół nie są stosowane.

Układ zasilający wysokiego napięcia, doprowadzający do katody potencjał — 45, — 65, — 85, lub — 100 kV, wraz z magnetycznym stabilizato-



Rys. 3. Część tubusu mikroskopu w przekroju: 1 — uzwojenie soczewki obiektywu, 2 — doprowadzenie prądu (wtyczka), 3 — przewód próżniowy, 4 — nabiegownik soczewki, 5 — obrótowy stożek śluzki preparatowej, 6 — kółko zębate i pociągana nim tuleja z uchwytem preparatu, 7 — rurka wypełniona wodą, 8 — membrana, 9 — popychacz przesuwający preparat.

rem napięcia sieci i układem żarzenia katody umieszczono w osobnej kadzi z blachy stalowej, wypełnionej olejem i połączonej z mikroskopem za pośrednictwem kabla.

Soczewki zasilane były z sieci przez układ prostowników i osobnych dla każdej soczewki dwustopniowych stabilizatorów lampowych. W tych warunkach mikroskop miał według opisu dawać powiększenia od 600 do $95\ 000\times$ i zdolność rozdzielczą $20\ \text{\AA}$, przy czym uwzględniono także możliwość uzyskiwania obrazów dyfrakcyjnych bez zmiany położenia preparatu.

Po przybyciu przyrządu i monterów mających się zająć jego ustawieniem okazało się, że firma HF nie posiada jeszcze prawie żadnego doświadczenia w budowie mikroskopów elektronowych i że nadesłane urządzenie jest jednym z prototypów, którego działania wytwórnia bynajmniej nie jest pewna. Monterzy zmuszeni byli wiele części dopasowywać na miejscu i mimo że wreszcie prace montażowe zdołano doprowadzić do końca, protokół odbiorczy z dnia 30. 5. 1952 wymieniał szereg zauważonych usterek, jak również wyrażał wątpliwości w odniesieniu do zachowania się przyrządu po dłuższym okresie pracy.

Podkreślono tam wady układu wysokiego napięcia, wadliwe działanie urządzenia do przesuwu preparatu jak również niską jakość uzyskiwanych obrazów. Pomimo to urządzenie zostało przyjęte, gdyż chodziło o jak najszybsze rozpoczęcie prac.

Okres następny jest przykładem, jak ogromny wydatek związany ze sprowadzeniem tak kosztownego urządzenia można zmarnować na skutek z jednej strony niezrozumienia przez władze wyższe potrzeb związanych z organizacją laboratorium, a z drugiej — przez nieudolność naszych central handlowych, w tym przypadku „Elektrimu”, nie będących w stanie czy nie chcących załatwić sprawy reklamacji. Sprowadzony mikroskop miał być w Polsce pierwszym przyrządem użytkowanym do badań metali. Żadna z placówek naukowych w kraju nie miała pod tym względem odpowiedniego doświadczenia. Pomimo to Ministerstwo Szkolnictwa Wyższego nie odpowiedziało na wielokrotnie wnoszone propozycje wysłania pracowników Katedry do NRD celem ich odpowiedniego przeszkolenia. Nie udało się też sprowadzić urządzeń pomocniczych niezbędnych dla potrzeb preparatyki metalograficznej jak np. urządzenia do cieniowania preparatów.

Mikroskop elektronowy znajdujący się w posiadaniu Katedry Metaloznawstwa miał być użytkowany także przez inne instytucje jak Instytut Metalurgii, Instytut Przeciwrakowy, Akademia Medyczna i in. Tymczasem samo tylko utrzymanie przyrządu w ruchu wymagało całego wysiłku, jaki Katedra Metaloznawstwa mogła włożyć w jego obsługę. Wkrótce po

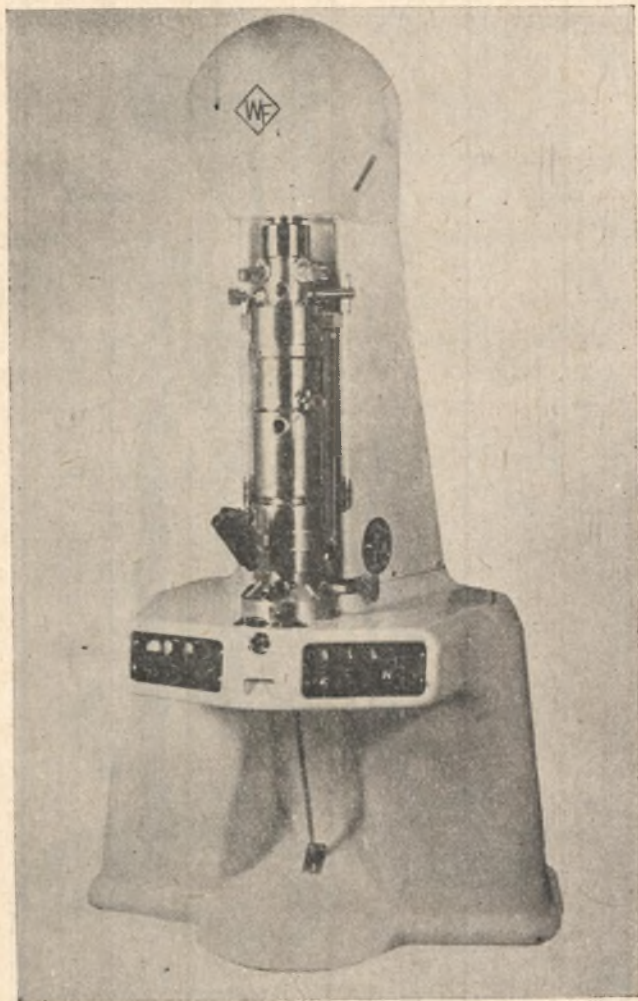
odbiorze mikroskopu stwierdzono zasadnicze uszkodzenia w obwodach wysokiego napięcia, niewłaściwą pracę, a potem całkowite zaprzestanie działania magnetycznego stabilizatora prądu sieci, wady w obwodzie żarzenia katody skracające jej czas życia do 2 — 2,5 godz. oraz niemożliwość stosowania powiększeń powyżej $20\,000\times$ ze względu na zbyt ciemne obrazy i powiększeń w zakresie $2000 \div 18000\times$ z powodu braku odpowiedniego nabiegownika projektywu. Do mikroskopu nie dostarczono nawet tak prostych części jak bezpieczniki, lampy elektronowe, a tym bardziej złożonych części zamiennych, zresztą ze względu na dorabianie niektórych z nich na miejscu podczas montażu niewiele by to pomogło. Reklamacje systematycznie co parę miesięcy przesyłane do Elektrimu nie dały żadnego rezultatu.

W tych warunkach do końca 1955 r. jedynymi pracami wykonywanymi na mikroskopie były prace remontowe. Wybitny udział w tych wysoce czasochłonnych zajęciach miał z. prof. mgr inż. E. Olewicz, który z dużym oddaniem poświęcał się tej prawie beznadziejnej walce z trudnościami. Dopiero w grudniu tego roku prof. Staub przebywając w NRD odwiedził zakłady HF, przy czym okazało się, że przez cały czas nie dotarły do nich żadne reklamacje (!). Po wyjaśnieniu sprawy strona niemiecka zgodziła się na natychmiastową bezpłatną wymianę przyrządu na nowy typ, poprawiony w wyniku doświadczeń paruletnich, a pracujący już pewien czas w laboratorium fabrycznym. Wymiany tej dokonano już w kwietniu 1956 r., na miejscu starego zmontowano nowy mikroskop o oznaczeniu SEM 2/1, Nr fabr. 011, tj. kolejny 11 mikroskop przez HF wykonany. Widok tego mikroskopu pokazano na rys. 4, a pewne szczegóły wnętrza na rys. 5. Zachował on w porównaniu z poprzednim te same zasady konstrukcyjne i wygląd zewnętrzny, ulepszono jedynie część elektryczną, uproszczono układ stabilizacyjny soczewek stosując jeden stabilizator lampowy dla wszystkich trzech soczewek i zastąpiono hydrauliczny przesuw preparatu dobrze pracującym przesuwem mechanicznym.

Zmianie uległy także zakresy powiększeń. Uzyskano ciągłą zmianę powiększeń od 1000 do $20\,000\times$ i $20\,000 \div 45\,000\times$ po zmianie nabiegownika projektywu, przy zadowalającej jasności obrazu w obu zakresach. Najlepszą zdolność rozdzielczą określono na około 40 Å. Natomiast pogorszeniu uległo centrowanie przysłony apertury, która w nowym mikroskopie w ogóle jest umocowana na stałe.

Trzeba stwierdzić, że tym razem nie stwierdzono żadnych zasadniczych usterek w pracy mikroskopu, chociaż pod względem wielostronności, jakości obrazów i łatwości regulacji przyrząd ten nie może już konkurować z współczesnymi konstrukcjami mikroskopów, choćby z produkowanym

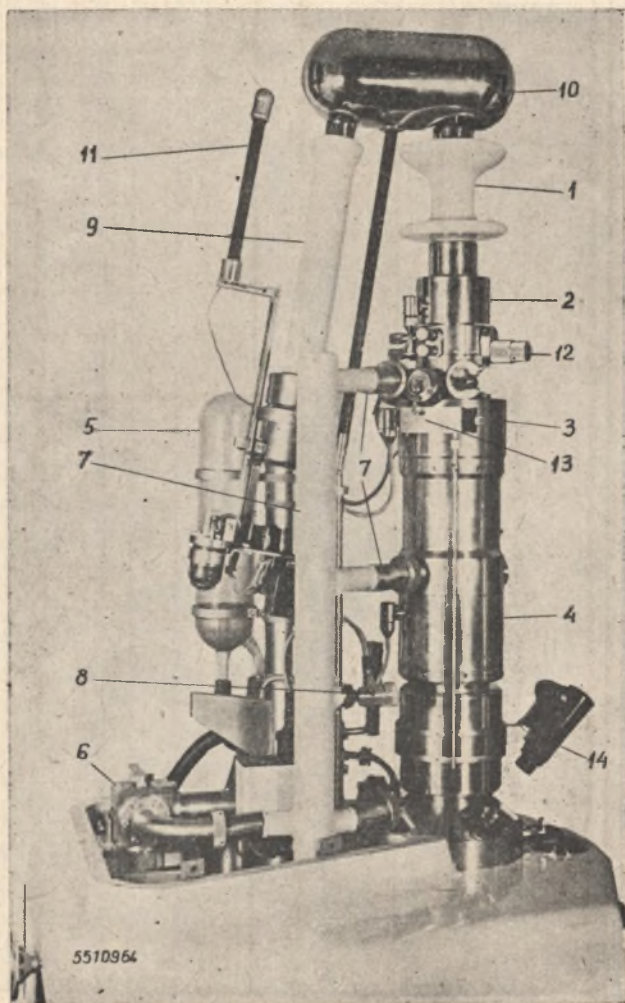
obecnie przez firmę C. Zeiss w Jenie mikroskopem Elmi D czy wytwarzanym przez Zakłady Tesla (ČSR) stołowym mikroskopem typu BS 242. Pomimo to jednak przy właściwej organizacji laboratorium może on jeszcze oddawać znaczne usługi w pracy szkoleniowej, a o to w pierwszym rzędzie chodzi.



Rys. 4. Widok mikroskopu typu SEM 2/1 Nr fabr. 011.

Do chwili obecnej przeprowadzono w katedrze prace nad opanowaniem szeregu metod preparatyki metalograficznej w oparciu o prowadzony w katedrze w lipcu 1956 r. „Kurs preparatyki mikroskopii elektronowej” pod kierunkiem Dipl.-Phys. D. Schulzego z Institut für

Spezialwerkstoffe w Dreźnie. Zdobyty pod tym względem pewien zasób doświadczenia pozwala już na rozpoczęcie większych prac, przede wszystkim dyplomowych przez studentów. Dalszy rozwój prac będzie zależał niewątpliwie od zapewnienia właściwej obsady dla obsługi mikroskopu. We wszystkich laboratoriach tego rodzaju, z jakimi autorzy mieli okazję



Rys. 5. Widok mikroskopu jak na rys. 4, po zdjęciu osłon: 1 — izolator z wyrzutnią elektronów wewnątrz, 2 — kondensor, 3 — obiektyw, 4 — projektyw, 5 — zbiornik próżni wstępnej, 6 — zawór wymrażarki, 7 — przewody próżniowe, 8 — wskaźnik próżni (jarzeniowy), 9 — izolator przepustowy, 10 — osłona przeciwickrowa, 11 — urządzenie do uziemiania osłony po wyłączeniu wysokiego napięcia, 12 — pokrętła dla centrowania wiązki elektronów, 13 — urządzenie dla przesuwu preparatu, 14 — lupa dla ustawiania ostrości obrazu na ekranie.

zapoznać się na terenie NRD, obok kierującego pracami inżyniera-metaloznawcy zatrudniani są technicy elektrycy dla obsługi — najczęściej powodującej trudności — części elektrycznej mikroskopu i urządzeń pomocniczych, laborantka (i), zajmująca się preparatyką i najczęściej jeszcze specjalny pracownik dla obróbki fotograficznej wykonywanych zdjęć. Dopiero taki personel pozwala na pełne wykorzystanie możliwości przyrządu. W Katedrze Metaloznawstwa całością prac przy mikroskopie elektronowym zajmuje się jeden asystent (współautor komunikatu), a wielokrotnie ponawiane prośby o przyznanie niezbędnych etatów pracowników pomocniczych nie doczekały się do chwili obecnej pozytywnej odpowiedzi.

Trzeba jednak stwierdzić, że postawienie na właściwym poziomie laboratorium mikroskopii elektronowej na Politechnice Śląskiej jest nie tylko sprawą wewnętrzną uczelni. Mikroskop elektronowy jest jeszcze w kraju zbyt wielką rzadkością, aby można było pozwolić na niewykorzystywanie go przez jedną instytucję, gdy cały szereg innych ma pod tym względem równie wielkie potrzeby. Za granicą mikroskop elektronowy wyszedł już z pracowni fizycznych i stał się niezbędnym urządzeniem nawet większych laboratoriów przemysłowych, kto zaś nie idzie naprzód, ten się cofa. I to nam grozi już obecnie!

*Fryderyk Staub,
Jerzy Tymowski*