

А. Т. Титов

Дифракция электронов и работа с электронным микроскопом

Цель работы: знакомство с принципами работы электронного микроскопа, изучение волновых и корпускулярных свойств электронов.

Устройство и принципы работы электронного микроскопа.

Дифракция электронов и история работ с электронным микроскопом Целесообразность создания электронного микроскопа стала очевидной после выдвижения в 1924 г. гипотезы де Бройля¹ о том, что с движением материальных частиц должен быть связан определенный волновой процесс. Технические предпосылки создания электронного микроскопа возникли в конце 20-х гг. XX в. после открытия Бушем² возможности и средств фокусировки заряженных частиц. Им была разработана электронно-магнитная линза (1926), а первое изображение объекта, сформированное пучком электронов, получили Кнолл³ и Руска⁴ в 1931 г. Эта работа Э. Руски в 1986 году была отмечена Нобелевской премией по физике. Первый промышленный ПЭМ (или transmission electron microscope = TEM) разработан и выпущен фирмой «Сименс» в 1939г; этот прибор позволил достичь разрешения 100 нм. В конце 1940-х годов такие приборы стали выпускать и другие компании.

Условия для электронной микроскопии. Электронный микроскоп теоретически подобен оптическому микроскопу, но имеются существенные различия между электронами и светом. Свет распространяется в воздухе беспрепятственно, тогда как электроны практически никакой проникающей способностью в воздухе не обладают и могут перемещаться на определенное расстояние только в техническом вакууме (давление порядка 10^{-4} – 10^{-5} торр). Поэтому трубка, в которой перемещаются электроны, должна быть откачана, и следовательно, электронный микроскоп соединен с соответствующей вакуумной системой. Кроме того, объект, через который проходят электроны, должен быть очень тонким, так как в противном случае все электроны будут в нем задерживаться. В обычном электронном микроскопе с ускоряющим напряжением ~100 кВ толщина объекта должна составлять 50 – 100 нм.

Длина волны электронов. По мере улучшения электронных микроскопов все большее значение приобретают волновые свойства электронов. Для получения высокого разрешения, лучшего, чем 1 нм, при интерпретации электронных микрофотографий становится необходимым учитывать вопросы когерентности, aberrаций линз и дифракции. Все эти свойства – волновые, и для описания присутствия их в процессе формирования изображения требуется учесть интерференционные эффекты. Длина волны быстрого электрона определяется из следующих соображений. Из закона сохранения энергии для электрона с зарядом “-e”, проходящего через область, в которой значение потенциала изменяется от 0 до V_0 , следует

$$eV_0 = p^2 / 2m = h^2 / (2m\lambda^2), \quad (1)$$

¹ де Бройль Луи (15.VIII.1892–19.III.1987) – французский физик-теоретик, член (1933) и секретарь (1942–1975) Парижской АН, член АН СССР (1958), в 1928–1962 гг. профессор Парижского университета. В 1923 г. предположил о волновой природе вещества. Нобелевская премия 1929 г. за открытие волновой природы электрона.

² Буш Ханс (1884–1973) – немецкий физик, в 1922–1947 гг. профессор университета Йены. Основоположник электронной оптики. Открыл (1926) фокусирующее действие магнитного поля на заряженные частицы и разработал магнитную электронную линзу.

³ Кнолл Макс (17.VII.1897–6.XI.1969) – немецкий инженер. В 1927–1932 гг. руководитель группы исследования электронов в Институте высоких напряжений Технического университета Берлина. Создал совместно с Руской первый электронный микроскоп в 1931 г.

⁴ Руска Эрнст (25.XII.1906–25.V.1988) – немецкий физик, ученик Кнолла. Создал совместно с Кноллом первый электронный микроскоп в 1931 г. (Нобелевская премия 1986 г.). С 1957 по 1974 г. – директор Института электронной микроскопии в Западном Берлине.

где V_0 – ускоряющее напряжение, если за нулевой уровень принят потенциал земли, p – импульс электрона и h – постоянная Планка⁵; использовалось соотношение де Бройля $p = mv = h/\lambda$. Отсюда

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV_0}}. \quad (2)$$

Если λ измеряется в нанометрах, а V_0 – в вольтах, то

$$\lambda = 1,22639/\sqrt{V_0}. \quad (3)$$

Для ускоряющего напряжения в 100 кВ длина волны электрона $\lambda = 0,037$ Å. При повышенных энергиях надо учитывать релятивистское изменение массы электрона. Погрешность определения λ в случае использования нерелятивистских формул при ускоряющем напряжении 100 кВ уже достигает 5 %. В релятивистском случае масса частицы становится больше массы покоя:

$$m = \gamma m_0 = m_0 / \sqrt{1 - v^2/c^2},$$

где m_0 – масса покоя электрона, c – скорость света. Уравнения (1)–(3) соответствующим образом модифицируются. Используя соотношение де Бройля, можно получить длину волны электрона с релятивистской поправкой в виде

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV_r}},$$

где

$$V_r = V_0 + \frac{e}{2mc^2} V_0^2 -$$

так называемое “релятивистское ускоряющее напряжение”, введенное для удобства. После расчётов величина λ может быть представлена в виде

$$\lambda = 1,22639/\sqrt{V_0 + 0,9785 \cdot 10^{-6} V_0^2}, \quad (4)$$

где V_0 выражается в вольтах, а λ – в нанометрах. Релятивистская поправка существенна для высоковольтной электронной микроскопии. Если V_0 выражается в мегавольтах, хорошим приближением для релятивистского ускоряющего напряжения будет

$$V_r = V_0 + V_0^2,$$

откуда следует, что $V_r = 6$ МВ для микроскопа с энергией электронов 2 МэВ. Самые большие приборы, имеющиеся в настоящее время, работают с ускоряющим напряжением 3 МВ.

Фокусировка электронного луча магнитным полем. Наиболее подходящим средством изменения направления движения электронов является воздействие на него электрическим или магнитным полем. Используемые в электронных микроскопах электромагнитные линзы имеют тороидальную форму с внутренним полым цилиндрическим каналом. Если в этот канал направить электронный пучок, то на входе в него электроны начнут вращаться вокруг оси цилиндра. Это обусловлено тем, что на них действует сила, перпендикулярная направлению их движения и радиальной составляющей магнитного поля. Благодаря воздействию продольной составляющей напряженности магнитного поля электроны, обладающие теперь и азимутальной скоростью, начнут приближаться к оси симметрии таким образом, что при выходе из канала электромагнита они соберутся в одну точку, лежащую на указанной оси. Электрические и магнитные поля изменяют направление движения электронов и, кроме того, при достаточном приближении электронов к оси симметрии обладают свойствами линз, т. е. фокусирующими свойствами. Поэтому для описания свойств электронных линз можно использовать фокусное расстояние и положения фокальной плоскости аналогично оптической микроскопии.

Электронно-оптическая схема микроскопа. Электронный микроскоп состоит из электронной пушки и системы электронных линз (рис. 1). На этой же схеме изображен путь луча в микроскопе, в

⁵ Планк Макс Карл Эрнест Людвиг (23.IV.1858–4.X.1947) – немецкий физик-теоретик, член Берлинской АН (1894), АН СССР (1926), Лондонского королевского общества (1926), профессор ряда немецких университетов. Вывел законы химического равновесия в газах и растворах (1887). Вывел закон чернотельного излучения (1900), ввёл квант действия (постоянную Планка, Нобелевская премия 1918 г.), вывел релятивистские уравнения для энергии и импульса электрона (1906), тогда же придумал термин «теория относительности». Именем Планка названо научное общество в Германии.

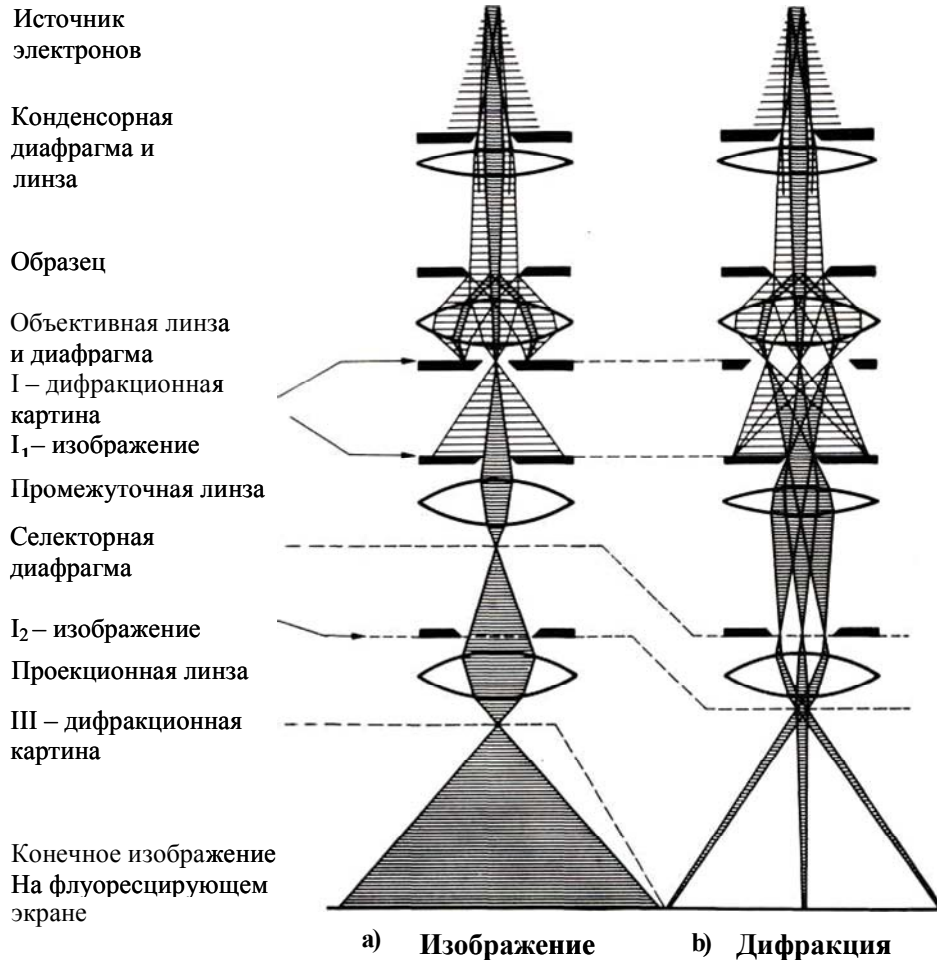


Рис. 1. Путь лучей в электронном микроскопе. Показаны два режима работы микроскопа

конструкции которого имеется три ступени увеличения (объектив, промежуточная линза и проектор) и одна конденсорная линза в осветительной системе.

Все электроны, рассеянные препаратом в одном и том же направлении сводятся объективной линзой в одну точку, лежащую в ее фокальной плоскости. Если объект обладает кристаллической решеткой, то он образует дискретный набор направлений рассеяния электронов, каждому из которых соответствует точка в фокальной плоскости. Таким образом, в этой плоскости располагается дифракционная картина объекта. При продолжении траекторий электронов они пересекают плоскость, сопряженную объекту так, что все электроны, прошедшие через определенную точку объекта, попадают в одну и ту же точку сопряженной плоскости. Вследствие этого центральный неотклоненный пучок образует в сопряженной плоскости светопольное изображение, а каждый из дифракционных пучков – темнопольное. Каждое из этих изображений может быть выделено с помощью апертурной диафрагмы в фокальной плоскости объектива.

Расположенная за сопряженной плоскостью длиннофокусная промежуточная линза при изменении ее фокусного расстояния может переносить на плоскость, в которой расположена диафрагма проектора, как изображение объекта, так и дифракционную картину, формирующуюся в фокальной плоскости объектива. Таким образом, промежуточная линза позволяет совмещать в электронном микроскопе наблюдение увеличенного изображения объекта и его дифракционной картины. Соответственно проекционная линза переносит на конечный экран либо трехкратно увеличенное изображение объекта, либо его двукратно увеличенную дифракционную картину.

Увеличенное изображение I₁, сформированное объективом, называется первым промежуточным изображением. Оно служит в качестве объекта для промежуточной линзы, которая формирует второе промежуточное изображение I₂. Далее изображение I₂ увеличивается проекционной линзой для получения конечного изображения объекта на флуоресцирующем экране.

Таким образом, для получения на конечном экране увеличения, например в 20000 крат, типичные (приблизительные) увеличения различных ступеней для электронного микроскопа следующие: объективная линза $\times 25$, промежуточная линза $\times 8$, проекционная линза $\times 100$. При этом конечное увеличение можно изменять, регулируя ток в промежуточной или проекционной линзе.

Дифракция от малого участка препарата (микродифракция) осуществляется с помощью селекторной диафрагмы сопряженной плоскости объектива, через которую пропускаются далее лишь электроны, которые взаимодействовали с выделенным участком препарата и участвовали в формировании его изображения. Аналогичным образом в дифракционной картине с помощью апертурной диафрагмы (в фокальной плоскости объективной линзы) можно выделить дифракционный луч и вслед за этим получить темнопольную картину, соответствующую этому дифракционному лучу.

Разрешение микроскопа и aberrации линз. Основным преимуществом использования электронных микроскопов является их исключительно высокая разрешающая способность, которая становится возможной из-за чрезвычайно малой длины волны электронов по сравнению с длинами волн других форм излучения, для которых можно создать оптическую систему. Величина этого разрешения определяется формулой Рэля⁶, полученной с учетом максимального угла рассеяния электронов α , при котором они еще могут пройти через объективную линзу. Эта формула имеет следующий вид:

$$R = 0,61\lambda / \alpha, \quad (5)$$

где R – размер разрешаемого объекта, λ – длина волны, α – эффективная угловая апертура объективной линзы.

Эффективная угловая апертура в электронном микроскопе ограничивается главным образом сферической aberrацией. Ошибка, возникающая из-за сферической aberrации, выражается следующей формулой:

$$\Delta S = C_s \alpha^3, \quad (6)$$

где C_s – коэффициент сферической aberrации (приблизительно равен фокусному расстоянию, например 3 мм).

Таким образом, с уменьшением α величина R возрастает, а ΔS уменьшается. В связи с этим в электронной оптике существуют понятия оптимальной апертуры и минимального разрешения, выражаемые формулами

$$\alpha_{opt} = A \cdot \lambda^{1/4} \cdot C_s^{-1/4}, \quad (7)$$

$$\Delta R_{min} = B \cdot \lambda^{3/4} \cdot C_s^{1/4}, \quad (8)$$

где A и B – константы порядка единицы.

Кроме того, на разрешение влияют такие факторы, как астигматизм, хроматическая aberrация электронной оптики микроскопа, а также хроматическая aberrация, возникающая из-за потерь энергии в объекте. Из-за этих погрешностей разрешение в случае неаксиального освещения ухудшается:

$$\Delta C = C_c \cdot \alpha \cdot \Delta E / E, \quad (9)$$

где C_c – коэффициент хроматической aberrации линзы.

Разброс значений ΔE возникает из-за флуктуаций энергии электронов в падающем пучке, флуктуаций тока в линзах, а также процессов поглощения в образце. В то время как α_{opt} и ΔR_{min} медленно изменяются с изменением E (через зависимость от λ), ΔC с ростом E быстро уменьшается. Это – одно из главных преимуществ работы при высоких ускоряющих напряжениях. Разрешающая способность электронного микроскопа зависит от ряда физических явлений, важнейшие из которых – сферическая и хроматическая aberrации электронных линз, главным образом объектива. Кроме того, сильный

⁶ Рэлей (Стретт) Джон Уильям (12.XI.1842–30.VI.1919) – английский физик, член Лондонского королевского общества (1873), его президент в 1905–1908 гг. Работал в Кембриджском университете, затем в собственной лаборатории, профессор и директор Кавендишской лаборатории, профессор Королевского института в Лондоне, с 1908 г. – президент Кембриджского университета. Титул лорда Рэлей получил в 1873 г. после смерти отца. Основоположник теории колебаний, ввёл понятия фазовой и групповой скорости (формула Рэлей) и понятие автоколебаний. В 1885 г. открыл новый тип поверхностных волн (волны Рэлей). В 1900 г. вывел один из законов излучения абсолютно чёрного тела (закон Рэлей–Джинса). Независимо от О.Хевисайда создал теорию скин-эффекта. Заложил основы теории молекулярного рассеяния света (закон Рэлей), чем объяснил голубой цвет неба. В 1879 г. создал теорию разрешающей способности оптических приборов (критерий Рэлей). В 1894 г. совместно с У. Рамзаем открыл аргон (Нобелевская премия 1904 г.). Обнаружил явление магнитной вязкости, закон намагничивания Рэлей, создал рефрактометр Рэлей, дифференциальный манометр Рэлей, прибор для измерения силы звука (диск Рэлей). Медали Румфорда, Копли, Фарадея.

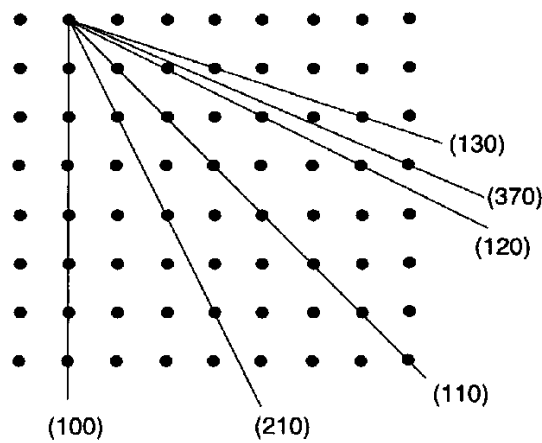


Рис. 2. Некоторые отражающие плоскости в образце, обладающем кубической кристаллической решёткой, с указанием их индексов Миллера (показаны плоскости, перпендикулярные рисунку)

астигматизм возникает из-за асимметрии магнитного поля. Асимметрию поля в любом направлении можно исправить, вводя компенсирующую слабую цилиндрическую линзу правильно подобранной силы и ориентации. На современном приборе, снабженном стигматором для исправления астигматизма, можно уменьшить эту aberrацию до такой степени, что она уже не будет ограничивать разрешение.

В электронных микроскопах последнего поколения, где на современном техническом уровне учтены все мешающие факторы, достигнуто разрешение близкое к 1 \AA . Применение высокого разрешения на электронных микроскопах привело к возможности наблюдений рядов атомов и даже отдельных атомов вещества для изучения структуры объектов в физике твердого тела, кристаллографии, материаловедении, химии и минералогии.

Система обозначения кристаллографических плоскостей

Кристаллические структуры вещества, в которых плотность материи распределена периодически с межплоскостными расстояниями порядка единиц и десятков ангстрем, являются естественными дифракционными решётками для электронов, так же как и для рентгеновских лучей и нейтронов. Однако природа взаимодействия электронов, нейтронов и рентгеновских лучей с веществом при дифракции различна, и это определяет для каждого метода различия в рассеивающей способности атомов и интенсивности дифракционных лучей.

В кристаллическом веществе как отдельные материальные частицы, так и их группы периодически чередуются в трёх измерениях так, что относительное их расположение одинаково во всем объёме. Любая из совокупности идентичных точек, обладая одним и тем же взаимным пространственным расположением, является характерным для данной структуры и под названием решётки служит средством описания структуры, а сами точки считаются узлами этой решётки. Эта решётка в общем случае является периодической в трёх измерениях.

Для описания решётки достаточно задать такой параллелепипед, приняв его рёбра за координатные оси, а для описания структуры следует указать координаты атомов внутри параллелепипеда. В качестве элементарной ячейки решётки выбирается параллелепипед, обладающий наивысшей симметрией и наименьшим объёмом. Ячейки, а вместе с ними и решётки характеризуются длинами рёбер (периодами решётки – a, b, c) и углами между ними – α, β, γ .

Кристаллическую решётку можно рассматривать и как совокупность параллельных друг другу узловых прямых или узловых плоскостей. Можно выделить бесчисленное количество различных систем параллельных друг другу прямых или плоскостей. Каждая система отличается ориентировкой относительно координатных осей решётки. Эти ориентировки характеризуются числовыми индексами (hkl). Для примера рассмотрим наиболее простой случай кубической решётки, когда $a = b = c$, а углы $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. На рис. 2 показано распределение атомов кубической решётки – двумерный случай. Можно условно принять, что атомы расположены в узлах элементарной ячейки. Выберем прямоугольную систему координат $\mathbf{h}, \mathbf{k}, \mathbf{l}$, связанную с решёткой. Тогда каждую из выделенных плоскостей можно определить теми отрезками, которые отсекаются на соответствующих

осях, т.е. a_h, a_k, a_l . Величины $h = a/a_h, k = a/a_k, l = a/a_l$ носят название индексов Миллера⁷ (a – постоянная решётки).

На рис. 3 показаны три плоскости кубической решетки с указанием их индексов Миллера. Рассмотрим для примера рис. 3, б. Здесь отрезки по осям h, k, l равны a , поэтому плоскость имеет индексы Миллера (111). Плоскость на рис. 3, в отсекает по осям h, k, l отрезки – $a/2, a$, и 0. Соответственно, получаем миллеровы индексы плоскости: (210). Плоскости, характеризуемые цифрами, полученными умножением на общий множитель, например (111) и (222), параллельны. Обычно применяются только те индексы, которые не имеют общих делителей. Чем больше индексы, тем меньше

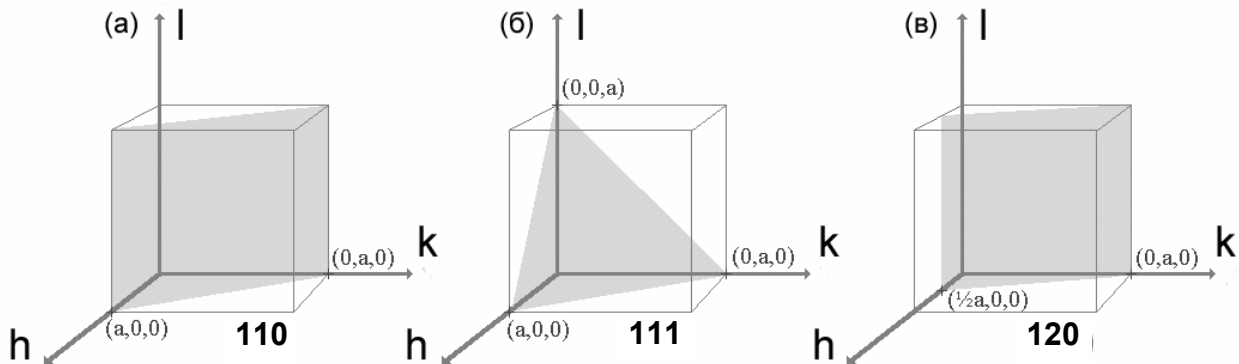


Рис. 3. Различные плоскости отражения для кубического кристалла с указанием их индексов Миллера

межплоскостные расстояния и тем меньше плотность атомов в данной плоскости. Если один из индексов Миллера принимает отрицательное значение, то в этом случае над соответствующим числом ставится черта, например $(1\bar{1}1)$.

Межплоскостные расстояния для кубической решетки определяются выражением

$$d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (10)$$

Для некубической решетки выражение для d_{hkl} значительно усложняется.

Следует заметить, что принятая в этом пособии система обозначения кристаллических плоскостей не является единственной. Так, например, иногда кристаллические плоскости в ромбоэдрических или гексагональных решётках обозначаются по системе Брэвиса–Миллера⁸, которая требует четырёх индексов ($h k i l$). Здесь $i \equiv -h - k$, а значение и смысл остальных индексов совпадает с обозначениями Миллера. Четвёртый индекс является в некотором смысле избыточным, а «четырёхиндексные» обозначения сводятся к обычным миллеровским: $(110) \equiv (11\bar{2}0)$. Тем не менее, такая система имеет определённые преимущества, потому что позволяет по обозначениям легко отличать плоскости, получающиеся из-за перестановочной симметрии решётки.

Существует несколько визуально близких систем кристаллографических обозначений, которые не следует путать. Отличие заключается в типе используемых скобок. Круглые скобки в записи (210) обозначают индексы Миллера. Если используются квадратные скобки [210], то это – указание направления кристаллографической оси $\vec{e} = h \cdot \vec{a}_h + k \cdot \vec{a}_k + l \cdot \vec{a}_l$. Запись с фигурными скобками вида {210} обозначает все плоскости, эквивалентные (210) в симметричном кристалле. Соответственно, запись <210> обозначает все направления в кристалле, эквивалентные в силу симметрии направлению [210].

Дифракция электронов на кристаллической решётке

Если в первом приближении представить дифракцию электронов как результат отражения электронного пучка от атомных плоскостей кристаллической решётки, то направление дифрагированных лучей определяется ориентацией в пространстве этих плоскостей и при этом условия дифракции

⁷ Миллер Уильям (6.IV.1801–20.V.1880) – британский минералог и кристаллограф. Профессор минералогии в Кембридже с 1832 до 1870 г. Ввёл метод классификации кристаллографических плоскостей (индексы Миллера) в 1839 г. В его честь назван минерал миллерит.

⁸ Бравэ Огюст (23.VIII.1811–30.V.1863) – французский физик. Служил во флоте (гидрография), затем стал профессором университета Лиона и Эколь Политехник. Работал по кристаллографии (14 типов решёток Бравэ, закон Бравэ). Сооснователь Метеорологического общества Франции, член Французской АН (1854).

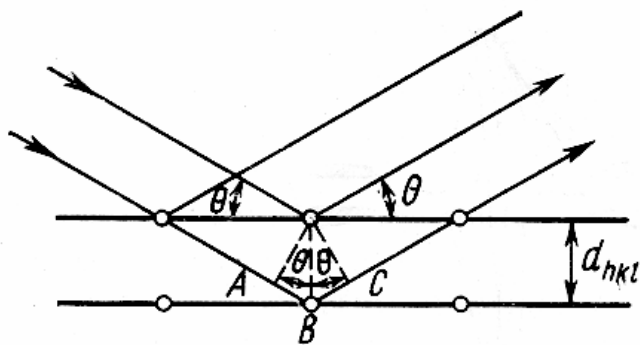


Рис. 4. Схема дифракции электронов в кристалле. Иллюстрация процесса рассеяния падающей волны на системе параллельных плоскостей (к выводу соотношения Брэгга–Вульфа)

подчиняются известному закону Брэгга–Вульфа⁹. Рассмотрим геометрию дифракции сначала на примере простой модели, представленной на рис.4.

Пусть параллельный электронный пучок падает на кристалл под углом θ к системе кристаллических плоскостей с межплоскостным расстоянием d_{hkl} . Каждый изображённый кружком атом является рассеивающим центром, на котором происходит дифракция электрона. Для простоты примем, что кристаллические плоскости перпендикулярны плоскости рис. 4.

Рассмотрение дифракции электронов в такой системе можно проводить аналогично тому, как в курсе волновой оптики проводилось рассмотрение интерференции света, отразившегося от каждого штриха дифракционной решётки. Есть, однако, и весьма существенные отличия между разложением света в спектр дифракционной решёткой и процессами дифракции электронов либо рентгеновских лучей в кристаллах. По физике это отличие связано с тем, что дифракционная решётка обычно является одномерным объектом (т. е. штрихи нарезаны параллельно друг другу на поверхности решётки). Поэтому для падающего света с произвольной длиной волны всегда найдётся¹⁰ такой угол отражения, для которого будет выполнено условие сложения амплитуд, т. е. разность хода лучей света, отражённых от каждого штриха дифракционной решётки, будет кратна целому числу длин волн. Для каждой длины волны это условие будет своим, и поэтому дифракционная решётка раскладывает белый свет в спектр.

В отличие от дифракции света, дифракция как электронов, так и рентгеновских лучей в кристалле носит существенно трёхмерный характер. Во-первых, рассеивающие атомы локализованы в пространстве и не являются сплошными одномерными полосками, подобными штрихам дифракционной решётки. Во-вторых, длина пробега излучения (быстрых электронов или рентгеновских лучей) много больше межплоскостного расстояния в кристаллической решётке. Это значит, что вероятность рассеяния на каждом отдельном атоме невелика, а в образовании дифракционной картины принимает участие не единственный поверхностный слой атомов, а большое количество расположенных по глубине образца атомных плоскостей. Оба обстоятельства приносят в рассмотрение дифракции дополнительные требования. Теперь необходимо обеспечить отражение в фазе не только от всех атомов одной-единственной поверхностной плоскости, но и от атомов всех плоскостей, на которых происходит рассеяние электронов в глубине кристалла.

Трёхмерный характер дифракции излучения в кристаллах приводит к одному важному следствию, математическое выражение которого будет приведено несколько позже. Условию сложения амплитуд

⁹ Брэгг Лоуренс (31.III.1890–1.VII.1971) – английский физик, член Лондонского королевского общества (1921). Сын Г. Брэгга, вместе с которым работал долгое время. Профессор нескольких английских университетов, с 1954 г. – директор Королевского института в Лондоне. Работы по теории дифракции рентгеновских лучей и рентгеноструктурному анализу (Нобелевская премия 1915 г. совместно с отцом). В 1912 независимо открыл формулу Брэгга–Вульфа.

Вульф Георгий (Юрий) Викторович (22.VI.1863–25.XII.1925) – советский кристаллограф, чл.-корр. АН СССР (1921), профессор МГУ с 1909 г. Работы по кристаллофизике и рентгеноструктурному анализу. Открыл влияние силы тяжести на рост кристаллов (1895). Разработал графический метод для представления кристаллографических данных – стереографическую сетку Вульфа, а также вращающийся кристаллизатор для получения кристаллов правильной формы. Открыл закон пропорциональности скорости роста удельным поверхностным энергиям (закон Вульфа). В 1913 г. независимо открыл формулу Брэгга–Вульфа.

¹⁰ Естественно, что это утверждение справедливо лишь при известных ограничениях на отношение длины волны света к шагу штрихов решётки.

рассеянных на атомах волн при заданной решётке, но произвольном угле падения и произвольной длине волны можно удовлетворить только в особых случаях. Из простой модели, представленной на рис. 4, видно, что если дифрагированный луч уходит от отражающей плоскости под углом отражения θ , равным углу падения, то разность хода лучей (расстояние ABC) будет равна $2d \cdot \sin \theta$. Отсюда, поскольку эта разность хода должна быть кратной длине волны, получаем условие Брэгга-Вульфа:

$$n\lambda = 2d \cdot \sin \theta. \quad (11)$$

Крайне важным в этой формуле является следующее. Условие (11) получено для случая, когда угол падения равен углу отражения. При заданном расстоянии между кристаллическими плоскостями и заданном угле θ оно выполняется только для некоторых длин волн (будь то длина волны рентгеновского фотона или дебройлевская длина волны электрона). Таким образом, кристалл выполняет роль своеобразного селективного зеркала, которое из всего спектра падающего излучения будет зеркально отражать только те длины волн, которые удовлетворяют условию (11). Очевидно, что при выполнении условия Брэгга-Вульфа угол отклонения отражённых частиц относительно первоначального направления движения составляет 2θ .

С практической точки зрения существует две разные постановки задачи, в которых это свойство кристаллов может применяться. Одна из них – это применение кристаллов для анализа излучения с неизвестным спектром (при этом вырезанный вдоль одной из главных плоскостей кристалл с известными свойствами поворачивается под разные углы по отношению к падающему излучению, и тем самым производится сканирование по длинам волн). В этой работе применяется другая постановка задачи: пучок электронов с известной энергией (т. е. с известной длиной волны) падает на образец с неизвестными свойствами и с неизвестной ориентацией кристаллографических плоскостей. При этом ведётся регистрация того, на какие углы и в каком направлении происходит дифракция электронов, и по этим данным затем производится восстановление параметров решётки. Соответственно, на экране будет наблюдаться сигнал (далее будем использовать стандартный термин *рефлекс*) только в тех местах, для которых случайным образом оказалось выполненным условие (11). С учётом того, что

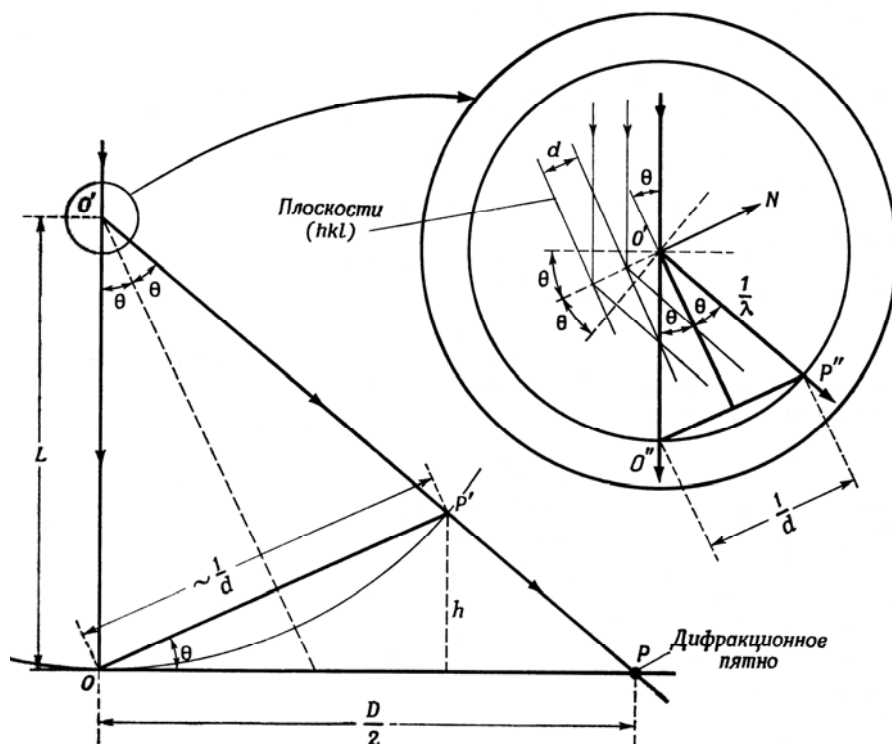


Рис. 5. Реальная геометрия дифракции электронов. Исследуемый образец занимает область пространства вокруг точки O' (врезка справа). Пучок электронов распространяется сверху вниз. В случае дифракции электронов угол θ мал ($< 3^\circ$) и точка P очень близка к точке P'

кристаллических плоскостей с различными индексами Миллера много, на экране будет наблюдаться картина, состоящая из некоторого количества рефлексов от разных плоскостей.

Рассмотрим более детально геометрию реального эксперимента. На рис. 5 приведена схема рассеяния электронного пучка, распространяющегося сверху, на образце, расположенном в точке O' .

Более подробно район расположения образца показан на врезке справа. Когда соответствующим образом сфокусированный пучок электронов проходит через кристалл, дифракция происходит в том случае, если одновременно удовлетворяются три условия Лауэ¹¹. Эти условия таковы:

$$\begin{aligned} a(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2) &= n_1 \lambda, \\ b(\cos \beta_1 - \cos \beta_2) &= n_2 \lambda, \\ c(\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2) &= n_3 \lambda, \end{aligned} \quad (12)$$

здесь a , b и c — параметры кристаллической решетки, а n_1 , n_2 и n_3 — порядки дифракции Лауэ. Косинусы углов определяют направления падающего и дифрагированных пучков по отношению к каждой из трёх связанных с решёткой осей координат. Решение этой системы уравнений приводит к тому же выражению Брэгга-Вульфа (11), которое было приведено ранее.

На практике в обычных задачах рентгеновской и электронной дифракции не делают различия между n -м порядком отражения от системы плоскостей с расстоянием d и первым порядком отражения от параллельных им плоскостей с расстоянием d/n . Для всех регистрируемых межплоскостных расстояний d считается, что $n = 1$, однако индексы Миллера тогда могут иметь общий множитель. Другая используемая на практике форма соотношения (11) при $n = 1$ имеет вид

$$1/d = 2 \cdot 1/\lambda \cdot \sin \theta. \quad (13)$$

Соотношение (13) в той форме, в которой оно здесь приведено, является удобным для анализа электронограмм от монокристаллов. Картина регистрируется на плоском экране, который обычно располагается по нормали к направлению падающего пучка $O'O$ (см. рис. 5). Дифрагированный пучок идет вдоль направления $O'P'$ и создает дифракционное пятно на экране в точке P .

На боковой врезке рис. 5 построена сфера с центром в точке O' , имеющая радиус¹² $1/\lambda$. Она пересекает прямой пучок в точке O'' , а дифрагированный — в точке P'' . Расстояние $O''P''$ составляет $2 \sin \theta / \lambda$, и в силу условия (13), оно равно $1/d$. Направление $O''P''$ параллельно направлению $O'N$, которое перпендикулярно плоскостям $(h k l)$. «Сфера отражения», или «сфера Эвальда»¹³ (изображенная на рис. 5) представляет собой хорошо известное построение, которое позволяет интерпретировать электронограммы.

Полученные на электронном микроскопе дифракционные картины (микродифракция) зависят от структуры объекта. Точечные электронограммы с рефлексами в виде отдельных пятен получают от монокристаллов. При этом каждый рефлекс соответствует электронам, отраженным от плоскостей кристалла, имеющих определенное значение индексов $(h k l)$. Электронограммы от поликристаллических агрегатов, представленные серией концентрических колец, образуются при наличии многих беспорядочно ориентированных микроскопических кристалликов. В этом случае первичный электронный пучок встретит большое число кристаллических плоскостей, где будет выполняться условие Брэгга-Вульфа, и дифрагированные лучи образуют серию конусов вокруг первичного пучка, при пересечении которых с экраном получают концентрические кольца. Таким образом, лучи, рассеянные от различных межатомных плоскостей, на экране дают от каждой системы плоскостей $(h k l)$ окружности диаметром D_{hkl} . Из геометрии дифракции следует:

$$D_{hkl} / 2L = \tan(2\theta), \quad (14)$$

где D_{hkl} — диаметр кольца, $D_{hkl} / 2$ — расстояние от рефлекса $(h k l)$ до центра электронограммы и L — эффективная длина от образца до экрана.

Полагая, что угол θ мал, т. е. $\tan 2\theta \approx 2 \sin \theta \approx 2\theta$ и используя соотношение (11), получим:

$$D_{hkl} \cdot d / 2 = L\lambda = \text{Постоянная прибора}. \quad (15)$$

¹¹ Лауэ Макс Феликс Теодор фон (9.X.1879–24.IV.1960) — немецкий физик-теоретик, член Берлинской АН (1921) и АН СССР (1930), профессор нескольких немецких университетов. В 1912 г. разработал теорию интерференции рентгеновских лучей в кристаллах (доказательство как электромагнитной природы рентгеновских лучей, так и периодической структуры кристаллических решёток), отмеченную Нобелевской премией 1914 г.

¹² В данном случае, естественно, в качестве радиуса сферы берётся численное значение дроби $1/\lambda$, выраженное в условных единицах длины. Это же замечание относится и к используемой позднее величине $1/d$.

¹³ Эвальд Пауль Питер (23.I.1888–22.VIII.1985) — немецкий физик, ректор Штутгартского университета (1932–1933), после отставки и бегства от нацистов — профессор английских и американских университетов. Труды по кристаллофизике, физике рентгеновского излучения, рентгеноструктурному анализу. Предложил теории поляризации диэлектрических кристаллов (1912) и динамической интерференции рентгеновского излучения (1916). Президент Международного союза кристаллографов (1960–1963). Медаль Планка.

Постоянная прибора может быть найдена путем калибровки при использовании образца с известными параметрами кристаллической решётки.

Контраст на электронно-микроскопическом изображении

Взаимодействие электронов с объектом играет решающую роль при формировании изображения в электронном микроскопе. Контраст на хорошо сфокусированном изображении показывает различия в интенсивностях пучков электронов, выходящих из соответствующих точек нижней поверхности просвечиваемого образца и попадающих в отверстие апертурной диафрагмы (внутри телесного угла порядка $5'-30'$). Контраст на электронно-микроскопическом изображении тонких кристаллов с дефектами определяется как упругим, так и неупругим рассеянием электронов, проходящих сквозь образец. Упругое рассеяние вызывает дифракцию и вносит в большинстве случаев основной вклад в контраст на изображении кристаллов с дефектами. Контраст возникает из-за локального изменения дифракционных условий, вызываемого внутри кристалла полем искажений вокруг дефектов и другими причинами. Присутствие дислокаций или других очагов деформации кристаллической решётки вызывает наклон атомных плоскостей, т. е. изменение локальных дифракционных условий, что приводит к изменению контраста на изображении.

Если объект представлен аморфным веществом, пучок электронов претерпевает как упругое рассеяние на атомных ядрах, так и неупругое рассеяние и поэтому отклоняется от исходного направления. Как и при дифракции на кристаллическом объекте, часть излучения задерживается апертурной диафрагмой, что и служит причиной появления контраста на изображении.

Неупругое рассеяние электронов связано с потерями их энергии на возбуждение: тепловых колебаний решётки, внутренних электронов в атомах, возбуждение коллективных колебаний электронов проводимости и др. Потеря прошедшими электронами части своей энергии в образце приводит к изменению их длины волны. При фокусировке неупруго рассеянные электроны создают фон вокруг рефлексов на дифракционной картине, тогда точечные и кольцевые электронограммы становятся диффузными. Влияние этого размытого фона приводит, таким образом, к снижению контраста изображения, создаваемого упруго рассеянными электронами.

Именно благодаря дифракционной природе контраста становятся видимыми почти все дефекты кристаллического строения, которые вызывают те или иные искажения и, следовательно, локальные изменения дифракционных условий. Легкость перехода от изображения к микродифракционной картине одних и тех же малых участков образца, возможность прямого и быстрого сопоставления дифракционной картины со светлопольным (в прямо прошедших электронах) и темнопольными (в дифрагированных электронах) изображениями обеспечивают: прямую идентификацию фаз, в том числе отдельных микровключений; определение ориентационных соотношений кристаллов одной или разных фаз; анализ направлений и величин смещений в решётке, вызываемых структурными или внешними факторами.

В первом приближении для описания механизма формирования изображения в электронном микроскопе используется кинематическая теория дифракции, которая является полезным качественным руководством для интерпретации электронно-микроскопических изображений кристаллов. Однако она фактически применима только в случаях, когда амплитуда дифрагированной волны мала по сравнению с амплитудой падающей волны.

Решение задачи рассеяния электронов в кристалле с учётом многократных отражений и, неупругого рассеяния – предмет динамической теории, в которой используются квантово-механические представления для того, чтобы связать энергию и длину волны электрона.

Описание установки

Работа выполняется на электронном микроскопе TESLA – BS500, внешний вид которого приведён на рис. 6. Электронный микроскоп BS500 – это вакуумный прибор с электромагнитной оптикой, позволяющей проводить дифракционные исследования. Подробно с устройством, порядком включения и работой на электронном микроскопе можно ознакомиться по заводской инструкции применения микроскопа.

Электронно-оптическая система микроскопа смонтирована внутри колонны и состоит из источника электронов – электронной пушки, блока электромагнитных линз (две конденсорные, объективная, промежуточная и проекционная), камеры объектов и флуоресцирующего экрана. В осветительное устройство микроскопа входят электронная пушка и две конденсорные линзы. Основные элементы пушки – катод, фокусирующий электрод и анод. Катодом служит нить накала, изготовленная из вольфрамовой проволоки. Катод находится внутри фокусирующего электрода, а в выходной части

помещена диафрагма с отверстием 0,5 мм. Анод состоит из цилиндра с отверстием. Электроны, испускаемые раскалённой нитью, выходят узким расходящимся пучком из электронной пушки и проходят через отверстие в аноде. Затем проходят через две конденсорные линзы, с помощью которых осуществляется регулировка и контроль размера и угла расходимости пучка.

Далее электроны попадают на объект. Объективная линза, расположенная непосредственно за объектом, снабжена сменной апертурной диафрагмой, представляющей собой металлическую пластинку с отверстиями в 30–50 мкм. Электроны, которые отклоняются объектом на достаточно большие углы, задерживаются диафрагмой, вследствие чего в точках конечного изображения окажется меньше электронов, чем в других точках этого изображения. Соответственно, появятся более светлые и тёмные участки. Из-за наличия апертурной диафрагмы достигается эффект, эквивалентный амплитудному контрасту. После объектива электроны проходят через две увеличивающие линзы – промежуточную и проекционную. На корпусе трёх электромагнитных линз колонны микроскопа имеется механизм установки и смены подвижных диафрагм: конденсорной, объективной (апертурной) и проекционной (селекторной).



Рис. 6. Внешний вид электронного микроскопа в Атомном практикуме

Камера объектов представляет собой полый цилиндр с окном, обращённым к оператору. Установка и смена образцов осуществляется ручкой манипулятора посредством шлюзовой камеры под наблюдением оператора. В нижней части колонны находится окно для наблюдения изображения на флуоресцирующем экране (рис. 7). Здесь же с двух сторон расположены ручки механизма перемещения объекта наблюдения. Для фиксации полученных изображений в нижней части колонны установлена ПЗС-камера, которой можно воспользоваться, откинув правой ручкой тубуса флуоресцирующий экран. В этом случае изображение объекта можно наблюдать на мониторе компьютера.

Справа и слева от колонны расположены панели управления блоками высокого напряжения, токами линз, стигматоров и вакуумной системы электронного микроскопа. Простым переключением ручкой



Рис. 7. Камера с люминесцентным экраном. Виден бинокуляр, используемый для наблюдения

коммутации режимов на блоке проекционных линз микроскоп можно перевести по желанию в режимы обзора, просмотра или микродифракции.

Юстировка электронного микроскопа

Внимание! Эта работа проводится только при необходимости под руководством специально обученного инженерного персонала лаборатории!

При работе на электронном микроскопе необходимо, прежде всего, провести его юстировку. Сначала производят юстировку положения катода относительно анода соответствующим горизонтальным смещением пушки до получения симметричного ореола на экране при небольшом недокале нити.

Затем горизонтальным смещением юстируют осветительную систему (катод и конденсорные линзы) как целое относительно системы линз, формирующих изображение, после чего стигмируют пучок с помощью стигматора второй конденсорной линзы.

Минимальный диаметр пучка на образце регулируется в первой конденсорной линзе и обычно составляет 2–10 мкм. Уменьшение угла сходимости для получения высококонтрастных микрофотографий и высокой чёткости дифракционных картин достигается уменьшением тока во второй конденсорной линзе, т. е. расфокусировкой пучка. Далее устанавливается и центрируется подвижная конденсорная диафрагма.

Следующим шагом является выведение в центр флюоресцирующего экрана центра напряжений (точку минимальной хроматической аберрации). При юстировке по центру напряжений на высокое напряжение накладывается переменная составляющая частотой 2–3 Гц. Это вызывает периодическое смещение изображения тест-объекта везде, кроме центра напряжений. Последний нужно отыскать на изображении (часто сначала он находится вне экрана) и вывести в центр экрана с помощью двух винтов,двигающих верхний башмак полюсного наконечника объективной линзы. Эту операцию следует повторять до тех пор, пока точка на изображении в центре экрана при дефокусировке не перестанет смещаться при увеличениях $6 \cdot 10^4 \div 10^5$.

Затем устраняется астигматизм объективной линзы с помощью стигматора и тест-объекта. На изображении последнего нужно найти круглое отверстие, края которого можно наблюдать на экране при увеличении около 10^5 . Стигмирование обычно производят по кольцам Френеля – линиям, возникающим на изображении краев отверстий при недофокусировке или перефокусировке и повторяющим контуры отверстия. Коррекция астигматизма объективной линзы является заключительной операцией юстировки электронного микроскопа. По кольцам Френеля можно оценить разрешение электронного микроскопа. Для микроскопа BS500 это разрешение (паспортные данные) должно составлять не более 7 Å.

Порядок выполнения работы

Прежде чем приступить к работе с микроскопом, необходимо ознакомиться с описанием прибора и инструкцией по его эксплуатации. Следует помнить, что в микроскопе применяется высокое напряжение – до 90 кВ, поэтому на него распространяются правила по технике безопасности при работе с высоковольтными установками.

Включение электронного микроскопа, его юстировка, выключение и обслуживание производятся только квалифицированным инженерно-техническим персоналом лаборатории.

Когда прибор выведен на рабочий режим, т. е. колонна микроскопа откачана до высокого вакуума, можно приступать к выполнению лабораторной работы.

Упражнение 1. Получение дифракционной картины от монокристалла

Образцом для получения дифракционной картины от монокристалла служит слюда¹⁴ или каолинит¹⁵, представленные частицами пластинчатой формы, которые приготовлены методом осаждения из водной суспензии на пленки-подложки. При этом тонкая пленка-подложка (100–200 Å) наносится

¹⁴ Слюды – группа минералов слоистой структуры с общей формулой $R_1R_{2-3}[AlSi_3O_{10}](OH,F)_2$, где $R_1 = K, Na$; $R_{2-3} = Al, Mg, Fe, Li$. Слюды кристаллизуются в моноклинной (псевдотригональной) системе.

¹⁵ Каолинит – минерал из группы водных силикатов алюминия. Химический состав $Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8$. Кристаллизуется в моноклинной сингонии. В основе кристаллической структуры каолинита лежат бесконечные листы из тетраэдров SiO_4 , имеющих три общих кислорода и связанных попарно через свободные вершины алюминием и гидроксидом. Эти листы соединены между собой слабыми связями.

на медные сеточки диаметром 3 мм. Слюда предварительно механическим путем измельчена в агатовой ступке, затем дополнительно диспергирована на ультразвуковом диспергаторе УЗДН-2. В качестве пленки-подложки используется формвар или коллодий, которые удовлетворяют следующим условиям: быть «прозрачными» для электронов, т. е. обладать малой рассеивающей способностью, не проявлять при наблюдении в электронном микроскопе собственной структуры. Медные сеточки закрепляются колпачком в нижней части объектодержателя, имеющего форму конуса, который затем манипулятором через шлюзовую камеру устанавливается в колонне микроскопа.

В режиме просмотра на увеличении 10000–20000 крат необходимо отыскать прозрачную для электронов (желательно при 90 кВ) пластинку слюды (или каолинита), ввести селекторную диафрагму и переключить микроскоп в режим дифракции, уменьшить ток второго конденсора. На флуоресцирующем экране будет видна гексагональная сетка тонких рефлексов (рис. 8).

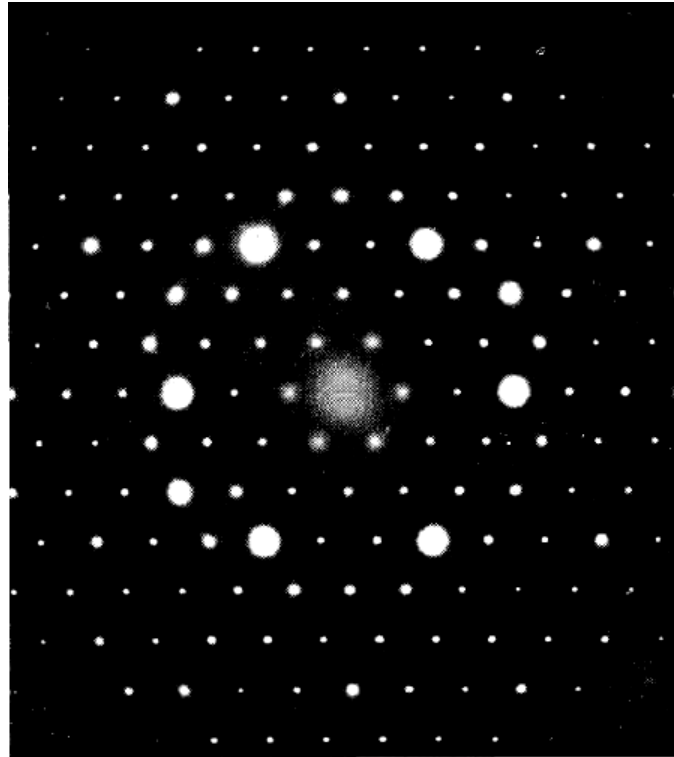


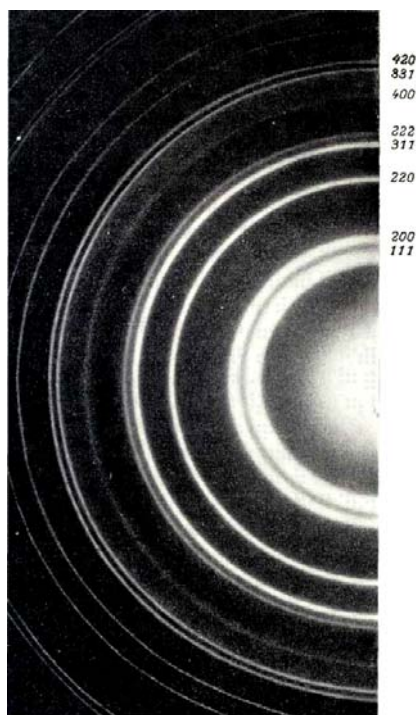
Рис. 8. Вид электронной дифракционной картины для монокристаллического образца (каолинита)

Упражнение 2. Получение дифракционной картины от поликристаллического образца

Поликристаллические образцы металлов или других веществ приготовлены путем термического напыления в вакууме на медные сеточки, предварительно покрытые тонкими пленками-подложками.

Образцы эталонного золота и определяемого вещества устанавливаются и просматриваются последовательно в электронном микроскопе. На электронном микроскопе BS-500 можно проводить наблюдения при 60 или 90 кВ. Для работы с неорганическими объектами обычно используется более высокое ускоряющее напряжение 90 кВ, что позволяет получать четкие дифракционные картины от более толстых образцов.

Образцы, полученные напылением металла или другого вещества на пленку-подложку, как правило, являются поликристаллическим агрегатом, поэтому дифракционная картина от них представлена кольцевой электронограммой (рис. 9).



$(h\ k\ l)$	$d, \text{\AA}$
111	2,355
200	2,039
220	1,442
311	1,230
222	1,1774
400	1,0196
331	0,9358
420	0,912

Рис. 9. Электронограмма для поликристаллического образца из золота, часто применяемого в качестве эталона (показана половина изображения). Справа приведены индексы Миллера и межплоскостные расстояния для отмеченных колец

Упражнение 3. Определение неизвестного вещества методом дифракции электронов

Необходимо определить по отснятым электронограммам, используя золото в качестве эталона, неизвестное вещество с указанием $(h\ k\ l)$ индексов колец. В качестве неизвестного вещества могут быть предложены образцы NaCl, MgO, Al, Cu или другое вещество.

Для расчётов представлены табличные значения межплоскостных расстояний, интенсивностей и $(h\ k\ l)$ эталонного золота и возможных определяемых веществ.

Сначала необходимо определить постоянную прибора. Для вычислений используется формула (15). Измерения диаметра колец электронной дифракции проводятся с использованием стандартных программ на компьютере. Для этого необходимо подключить ПЗС-камеру к компьютеру.

Постоянная прибора определяется по наиболее интенсивному и чёткому кольцу на электронограмме эталонного вещества. Измерение диаметра одного кольца проводится независимо пять раз, среднее значение этих измерений используется как постоянная прибора. Для того чтобы исключить влияние астигматизма, необходимо проводить все измерения диаметра колец в одном направлении. Затем определяются межплоскостные расстояния неизвестного вещества по формуле (15). По расчётным межплоскостным расстояниям необходимо определить неизвестное вещество и индексы Миллера для плоскостей. Табличные величины межплоскостных расстояний приведены в прил.

Контрольные вопросы

При сдаче работы нужно предъявить преподавателю распечатанные дифрактограммы с результатами их расшифровки. Рекомендуется распечатывать негативное изображение (тёмные рефлексы на светлом поле). Ответы на вопросы, требующие получения численных результатов, представлять в письменном виде. Отчёт о выполненной работе должен быть аккуратно оформлен в соответствии с требованиями Атомного практикума.

1. Волновые свойства электрона. Длина волны де Бройля для электрона, сравнение с длиной волны света в видимом диапазоне и с длиной волны рентгеновских лучей. Теоретическая разрешающая способность электронного микроскопа.
2. Схема электронного микроскопа, использовавшегося в эксперименте (нарисовать).
3. Для чего колонну микроскопа откачивают на высокий вакуум (10^{-5} торр) ?

4. Принцип магнитной фокусировки электронного пучка. Объясните, почему аксиально-симметричное магнитное поле всегда является собирающим (фокусирующим).
5. Основные виды аберраций магнитных линз. Практическая разрешающая способность электронного микроскопа.
6. Два режима работы электронного микроскопа, их предназначение и различие в схеме.
7. Применение электронного микроскопа для исследования дифракции электронов. Условие дифракции (формула Брэгга–Вульфа).
8. Рассеяние волны на монокристалле и поликристаллической плёнке. Почему дифрактограммы отличаются?
9. Что будет регистрироваться с аморфным образцом? Если поликристаллический образец состоит из относительно крупных кристаллов? Как проявляются дефекты монокристаллов?
10. Почему разные кольца и рефлексy имеют разную интенсивность?
11. Каким образом по дифрактограмме определяется величина межплоскостного расстояния? Как определяется значение постоянной микроскопа, использованного в эксперименте?
12. Индексы Миллера, физическая интерпретация.
13. Оценить угол дифракции для электронов с энергией 50 кВ, рассеянных на плёнке золота с $a = 4 \text{ \AA}$.
14. Межплоскостное расстояние для алюминиевого образца (общий вопрос).

Приложение

Справочные данные об используемых образцах

Межплоскостные расстояния для некоторых веществ, которые могут использоваться при выполнении работы. Приведены: значения межплоскостных расстояний в ангстремах, интенсивность рефлекса I по отношению к самому яркому рефлексу I_{max} в процентах, индексы Миллера.

Золото

$d, \text{\AA}$	I/I_{max}	$(h k l)$
2,355	100	111
2,039	52	200
1,442	32	220
1,230	36	311
1,177	12	222
1,019	6	400
0,935	23	331

Алюминий

$d, \text{\AA}$	I/I_{max}	$(h k l)$
2,330	100	111
2,020	40	200
1,430	30	220
1,219	30	311
1,168	7	222
1,011	2	400
0,928	4	331

Медь

$d, \text{\AA}$	I/I_{max}	$(h k l)$
2,088	100	111
1,808	46	200
1,278	20	220
1,090	17	311
1,043	5	222
0,903	3	400
0,829	9	331

Каменная соль (NaCl)

$d, \text{\AA}$	I/I_{max}	$(h k l)$
3,249	20	111
2,814	90	200
1,990	100	220
1,697	10	311
1,625	60	222
1,407	40	400
1,291	10	331

MgO

$d, \text{\AA}$	I/I_{max}	$(h k l)$
2,431	10	111
2,106	100	200
1,489	52	220
1,270	4	311
1,216	12	222
1,053	5	400
0,966	2	331

Приложение

Современные просвечивающие электронные микроскопы включает в себя две технологические разновидности – трансмиссионная электронная микроскопия (ТЭМ, TEM) и сканирующая трансмиссионная электронная микроскопия (СТЭМ, STEM). Термин СТЭМ объединяет два вида трансмиссионной электронной микроскопии - ТЭМ и СТЭМ. В технологиях ТЭМ и СТЭМ используются сигналы, генерируемые электронами, проходящими через очень тонкий (как правило, менее 100 нанометров) образец. В ТЭМ прошедшие образец электроны фокусируются в реальное изображение на флуоресцентном экране или ПЗС матрице. В СТЭМ производится сканирование сфокусированного пучка на тонком образце, при этом интенсивность прошедших образец электронов или какой-либо другой сигнал отображаются в виртуальное изображение. Поскольку в технологии СТЭМ образцы имеют очень малую толщину, большинство электронов при проходе через образец рассеиваются не более одного раза. Тем самым удается избежать многократного рассеяния, которое сопровождает прохождение электронов через массивные образцы, и расхождения пучка, которое является главным фактором, лимитирующим разрешение микроскопа в сканирующем режиме.

Разрешение любого микроскопа, в конечном счете, ограничено дифракцией оптической системы, которая, в свою очередь, зависит от длины волны излучения и характеристик оптических элементов. Электроны, которые используются в электронной микроскопии, имеют длины волн в 100,000 раз меньше видимого света, однако, их разрешающая способность была ограничена свойствами магнитных линз и составляла несколько ангстрем, что лишь в

тысячу раз лучше, чем у оптических микроскопов. Одна из основных причин ограничения – существование aberrаций, свойственных магнитным линзам. По законам физики любая круглая линза имеет положительное значение сферической aberrации. Последние достижения в дизайне многополюсных линз дали возможность изготавливать модули, которые имеют эффективную отрицательную aberrацию. Таким образом, удалось свести на нет важный фактор aberrации линз, который до сих пор лимитировал разрешение. Системы СТЭМ с скорректированной оптикой (такие, как Titan STEM фирмы FEI) демонстрируют разрешение изображений на суб-ангстремном уровне.

Повышение разрешающей способности микроскопов достигнуто как совершенствованием электронной оптики, так и применением новых видов электронных пушек. Замена традиционных вольфрамовых термо-катодов на ориентированные катоды из LaB_6 позволила повысить электронную яркость пушек в 5-7 раз, а переход к пушкам на полевой эмиссии (авто-эмиссии) с холодными катодами из монокристаллического W - в 50-100 раз, что дало возможность уменьшить диаметр электронного зонда. Значимое техническое решение в трансмиссионной электронной микроскопии было сделано в 1980-х гг., когда удалось создать ТЭМ с компьютерным анализатором элементного состава на базе спектрометра энергетических потерь. Метод спектрометрии характеристических потерь энергии электронов (СХПЭЭ или EELS - Electron Energy Loss Spectrometry) был известен давно и применялся для микроанализа в трансмиссионно-сканирующем режиме ТЭМ. Однако установка спектрометрической системы из двух магнитных призм и электростатического зеркала между двумя промежуточными линзами (а не под экраном и фотокамерой, как обычно) дала возможность гибко регулировать контраст ТЭМ-изображения, получать безaberrационные изображения, а также проводить анализ в диапазоне элементов от В до U с чувствительностью обнаружения до 10^{-20} г элемента (что соответствует, напр., 150 атомам Ca).

Современная просвечивающая электронная микроскопия - один из наиболее мощных методов исследования микроструктуры различных объектов. Предел разрешения современных приборов менее 0,1 нм, что соответствует увеличениям до $1,5 \times 10^6$ раз, рядовых приборов около 0,2 нм. Приборы снабжены гониометрами с большими углами поворота, позволяющие получать изображения и дифракционные картины в разных проекциях, использовать различные дифракционные условия. Электронные микроскопы высокого разрешения, обладающие очень точной системой фокусировки, позволяют визуализировать картину распределения электронной плотности в образце, то есть практически «увидеть» ряды отдельных атомов (Рис.10.).

В последние годы замечен значительный прогресс в анализе структуры наноматериалов с помощью метода ПЭМ высокого разрешения ПЭМВР. Этот прогресс связан с разработкой не только новых микроскопов таких, например, как микроскопы с автоэлектронной эмиссионной пушкой, но и новых методов приготовления тонких фольг и компьютерного моделирования изображений высокого разрешения. ПЭМ ВР эффективно используется применительно к созданию новых полупроводниковых материалов, наноструктур, углеродных нанотрубок, металлов и сплавов, алмазных пленок, керамик, различных биологических объектов. Понимание их строения на наноуровне, а также анализ различных параметров, включая границы раздела и электронные связи в кристаллических решетках, которые во многом определяют прочностные и электронные свойства получаемых новых материалов, влияют как на выбор технологии получения этих материалов, так и на их применение в различных приборах.

Возможности метода значительно расширяются с использованием «аналитической электронной микроскопии», объединяющей уникальные возможности изображения высокого разрешения и химического анализа (рентгеновской энерго-дисперсионной спектроскопии – ЭДС (EDS-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) и EELS) с локальностью до 1 нм. Как пра-

вило, большинство просвечивающих электронных микроскопов снабжены системами микроанализа: EDS и EELS.

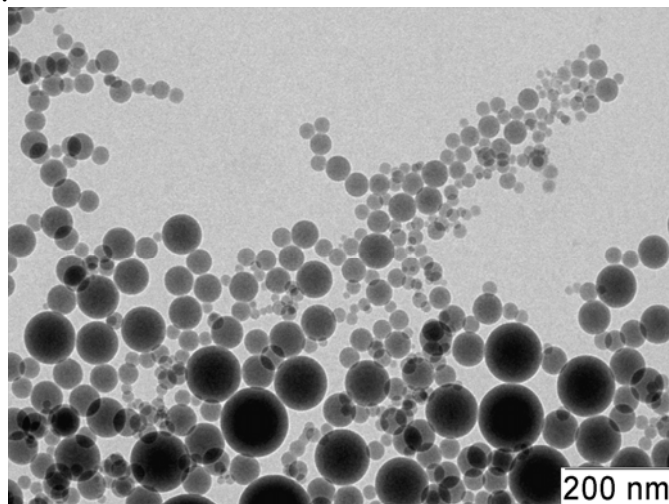


Рис. 10.

Примечательно, что за последние годы парк приборов в Новосибирском Академгородке пополнился двумя современными просвечивающими электронными микроскопами последнего поколения.



Рис. 11. Электронный микроскоп, установленный в НОЦ НГУ

Электронный микроскоп JEM 2200FS (Рис.11.) (производство фирмы JEOL Япония) был установлен (2009г.) в научно-образовательном комплексе НГУ “Наносистемы и современные материалы”, а Titan 80-300G2 (производство фирмы FEI США) в центре коллективного пользования «Технологии наноструктурирования полупроводниковых, металлических, углеродных, биоорганических материалов и аналитические методы их исследования на нано-

уровне» при Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского Отделения Российской Академии Наук (2010г.).

Библиографический список

1. **Утевский Л. М.** Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. 583 с.
2. **Хокс П.** Электронная оптика и электронная микроскопия: Пер. с англ. М.: Мир, 1974. 318 с.
3. **Хирш П., Хови А., Николсон Р. И. и др.** Электронная микроскопия тонких кристаллов: Пер. с англ. М.: Мир, 1968. 574 с.
4. **Спенс Дж.** Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения: Пер. с англ. М.: Наука, 1986. 320 с.
5. **Томас Г., Гориндж М. Дж.** Просвечивающая электронная микроскопия материалов. М.: Наука, 1983. 317 с.
6. **Миркин Л. И.** Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М.: Физматгиз, 1961. 863 с.
7. **Вайнштейн Б. К.** Структурная электронография. М.: Изд. АН СССР, 1956. 314 с.
8. **Современная кристаллография** / Под ред. Б. К. Вайнштейна. М.: Наука, 1979. Т. 1. 383 с.
9. **Шпольский Э. В.** Атомная физика. М.: Наука, 1994. 990 с.
10. **Арцимович Л. А., Лукьянов С. Ю.** Движение заряженных частиц в электрических и магнитных полях. М.: Наука, 1978. 224 с.
11. **Д.Синдо, Т. Оикава** Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. М.: Техносфера, 2006. 249с.