

Г. Томас

Электронная микроскопия металлов



**TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY
OF METALS**

by

GARETH THOMAS

Assistant Professor of Metallurgy,
University of California,
Berkeley

JOHN WILEY AND SONS, INC., NEW YORK—LONDON

1962

Г. Т О М А С

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ МЕТАЛЛОВ

**ПРЯМОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТАЛЛОВ
В ПРОСВЕЧИВАЮЩЕМ
ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ**

ПЕРЕВОД С АНГЛИЙСКОГО

ПОД РЕДАКЦИЕЙ Л. М. УТЕВСКОГО

ИЗДАТЕЛЬСТВО ИНОСТРАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

МОСКВА 1963

АННОТАЦИЯ

Современный электронный микроскоп предоставляет разнообразные возможности изучения тонкой структуры и ее связи со свойствами самых различных объектов в физике, химии, технике, биологии, медицине. Одно из наиболее плодотворных его применений — исследование кристаллических веществ и среди них в первую очередь — металлов и сплавов.

Настоящая книга представляет собой методическое руководство по применению просвечивающей электронной микроскопии для прямого исследования металлов и сплавов. В соответствии с назначением книги подробно изложены методы подготовки объектов, прозрачных для электронов, теоретические основы и практические приемы интерпретации и анализа микрофотографий и микроэлектроннограмм, правила ухода за электронным микроскопом и т. д., т. е. собран тот минимум сведений, который позволяет в короткий срок овладеть этим сложным, но весьма эффективным методом.

В книге содержится также довольно полный обзор результатов зарубежных исследований дислокационной структуры металлов и свойств отдельных дефектов металлических кристаллов, в том числе — радиационных дефектов, процессов упрочнения и разупрочнения, фазовых превращений и т. д.

Книга предназначена для научных работников и инженеров — металлургов и металлофизиков — и может служить учебным пособием для студентов соответствующих специальностей.

Книга может быть полезна также и специалистам других отраслей знаний, использующим электронный микроскоп.

ПРЕДИСЛОВИЕ РЕДАКТОРА ПЕРЕВОДА

Около десяти лет назад в связи с коренным усовершенствованием конструкций просвечивающих электронных микроскопов открылись не бывалые до того возможности исследования тонкой структуры кристаллических объектов.

Более или менее наглядная (при желании — стереоскопическая) микрокартина объекта при увеличениях в десятки и сотни тысяч раз, электронно-дифракционная картина участков объекта размерами порядка микрона, избранных при наблюдении микрокартины, характер и кинетика изменений микрокартины, кристаллического строения или кристаллографической ориентировки тех же участков объекта под влиянием его нагревания, охлаждения, деформации и т. д. непосредственно во время наблюдения в микроскопе — это далеко не полный перечень сведений, получаемых уже в настоящее время при электронно-микроскопическом исследовании. В ближайшем будущем микроскопы будут, по-видимому, снабжены и рентгеноспектральными приставками для локального анализа химического состава.

Важнейшим является то обстоятельство, что на электронном изображении кристалла возникает более или менее резкий дифракционный контраст везде, где имеются какие-либо искажения кристаллической решетки или нарушения ее правильной периодичности, вызванные присутствием тех или иных дефектов: дислокаций, дефектов упаковки, границ зерен и блоков, включений или зон Гинье — Престона и т. д.

Это позволяет изучать как дислокационную структуру кристаллов (в том числе и металлов), так и влияние на свойства и поведение отдельных дефектов таких факторов, как температура, напряжения, поля от других дефектов, поверхностные эффекты и т. д.

С другой стороны, меньшая, чем у рентгеновских лучей, «чувствительность» электронов к небольшим искажениям в просвечиваемом кристалле обуславливает примерно в 1000 раз меньшую ширину изображения дислокаций, чем на микрорентгенограммах. Это позволяет разрешать отдельные дислокации на электронных изображениях даже сильно наклепанного металла,

т. е. изучать реальную дислокационную структуру практически любых технических металлов и сплавов после почти любой предшествующей обработки.

Естественно, что просвечивающая электронная микроскопия прочно заняла одно из основных мест в арсенале экспериментальных средств современной физики твердого тела вообще и металлофизики в особенности. Это видно хотя бы уже из того, что со времени появления в 1956 г. первых работ Боллмана и Хирша до середины 1962 г. в зарубежной и советской периодической литературе по физике металлов и металловедению опубликовано свыше 200 работ, в которых просвечивающая электронная микроскопия использовалась как основной метод исследования.

По мере оснащения научно-исследовательских и заводских лабораторий современными электронными микроскопами прямое исследование металлов на просвет привлекается к решению все более широкого круга вопросов и быстро множатся ряды научных работников, инженеров и техников, использующих этот метод в своей работе.

Однако до сих пор в мировой литературе не было скольконибудь подходящего научно-методического руководства, которое позволило бы в сравнительно короткий срок овладеть необходимым минимумом знаний как для успешной эксплуатации весьма сложного прибора, каким является электронный микроскоп, так и для правильного изготовления образцов и, что особенно важно, для анализа и интерпретации получаемых электронных микрофотографий и микроэлектронграмм.

Первым в мировой литературе руководством по этому вопросу является предлагаемая читателю в переводе книга Г. Томаса, вышедшая на английском языке в 1962 г. Автор книги известен своими исследованиями стареющих сплавов на основе алюминия, которые он выполнил в лаборатории металлургического отдела Кэмбриджского университета в Англии. В основу книги был положен курс лекций, который автор читал в Калифорнийском университете (Беркли, США).

Книга в основном отвечает поставленным задачам, написана просто и доступно не только для физиков, но и для инженеров и металловедов, не имеющих специальной подготовки.

Наиболее удачно и полно изложены в книге вопросы дифракционного контраста (гл. 2 и 5) и методики подготовки металлических объектов, прозрачных для электронов (гл. 4). В гл. 3 очень полезны практические указания по уходу за электронным микроскопом. В этих главах автор обобщил большой литературный материал и лабораторный опыт, и благодаря этому читатель безусловно сэкономит немало времени.

По поводу обзорной части гл. 5 следует заметить, что накопление экспериментальных данных по поведению дислокаций и о дислокационной структуре металлов происходит сейчас столь быстро, что любой самый полный обзор литературы неизбежно устареет за период от составления до издания. Поэтому книга только выиграла бы, если бы автор вместо кратких упоминаний очень большого числа работ изложил более детально лишь некоторые из них, наиболее показательные в методическом отношении. Это могло бы существенно восполнить недостаток конкретных примеров использования теории дифракционного контраста, которой вообще в книге уделено достойное место.

Большого внимания заслуживала бы и одна из важнейших проблем физики металлов — проблема упрочнения и та полемика, которая ведется вокруг этой проблемы между крупнейшими металлофизическими школами. Дело в том, что именно данные, полученные с помощью просвечивающего электронного микроскопа, поставили под сомнение наиболее детально разработанные представления Зеегера и его школы о природе упрочнения металлов и привели к созданию новых теорий упрочнения Хирша и Мотта и, совсем недавно, Кульман-Вилсдорф.

Наименее удачна как по форме, так и по существу гл. 1. Однако с теорией рассеяния электронов советский читатель может ознакомиться по книгам З. Г. Пинскера (Дифракция электронов, М., 1949) и Б. К. Вайнштейна (Структурная электронография, М., 1956).

В книге встречаются некоторые неточности; одни из них исправлены без специальных оговорок, в других более существенных случаях даны примечания редактора.

Отмеченные выше недостатки книги не могут помешать ей стать действительно настольным руководством для многих наших лабораторий, в которых уже есть или в ближайшее время будет современный электронный микроскоп.

При переводе понятий, связанных с дислокациями и другими дефектами в кристаллах, принята терминология, рекомендованная Ленинградским семинаром по теории дислокаций (Усп. физ. наук, **64**, 789 1958), за двумя исключениями: *jog* переводился как порог, а *pile up* — как плоское скопление.

Перевод книги выполнили В. Г. Курдюмов, Л. Г. Орлов и М. П. Усиков.

Л. М. Утевский

ИЗ ПРЕДИСЛОВИЯ АВТОРА

На протяжении последних двадцати пяти лет электронная микроскопия как метод исследования материалов приобрела широкую известность. Однако лишь недавно созданы микроскопы, способные разрешать детали структуры порядка атомных размеров. Техника приготовления образцов, к счастью, также развивалась и достигла в настоящее время той ступени, когда оказалось возможным просматривать твердые тела на просвет. Благодаря этому получен богатый экспериментальный материал, касающийся внутренней структуры твердых тел. Одним из наиболее поразительных достижений электронной микроскопии является возможность прямо наблюдать дефекты строения кристаллов, до того изучавшиеся лишь косвенными методами. Громадным преимуществом метода просвечивания является, несомненно, наглядность и, следовательно, убедительность получаемых результатов.

Быстрое развитие метода в течение последних нескольких лет позволяет сейчас, пользуясь теорией дифракции электронов, интерпретировать электронные микрофотографии кристаллов. Однако, хотя эта теория и ее приложения к электронной микроскопии излагались во многих журнальных статьях и докладах на конференциях, все еще нет ни одной монографии, в которой этот предмет рассматривался бы начиная с основных принципов и был бы изложен в форме, легко доступной не только физикам. Поэтому я и написал данную книгу как введение в эту область; она основана на курсе лекций, читавшихся на факультете технологии минералов Калифорнийского университета в Беркли.

В этой книге основное внимание сконцентрировано на принципах и приложениях метода просвечивания в электронном микроскопе; поэтому я не обсуждал сколько-нибудь детально теорию прибора или электронной оптики. Вместо этого я попытался дать развернутое изложение принципиальных положений, на которых основано электронно-микроскопическое исследование металлов на просвет. Вследствие быстрого развития электронной микроскопии, начиная с 1956 г., возникла потребность в квалифицированных специалистах по электронной микроскопии для

работы в области металловедения и физики металлов. Не приходится сомневаться, что эта потребность еще более возрастет в ближайшем будущем. К сожалению, в настоящее время нет достаточно опытных преподавателей, которые могли бы передать свои знания студентам и тем, кто уже имеет некоторое знакомство с электронным микроскопом. Можно надеяться, что курс электронной микроскопии и электронной дифракции вскоре обязательно будет читаться в университетах и каждый студент получит представление о возможностях метода. Пока же лишь немногие университеты имеют в своем распоряжении соответствующее оборудование.

Поскольку в настоящее время предмет имеет сугубо специальный характер, слушатели курса в Беркли были либо старшекурсниками, либо уже окончившими университет, т. е. предварительно прослушавшими курсы кристаллографии и рентгенографии, хотя это и не обязательно.

Эта книга написана в предположении, что читатель имеет некоторые знания по кристаллографии, поэтому соответствующий раздел не был в нее включен; вместо этого даны *основы* электронной дифракции. Так, в первых главах книги обсуждаются вопросы рассеяния электронов, теория электронной дифракции и ее связь с формированием изображения и контраста. Затем следует описание электронного микроскопа и техники приготовления образцов (включая и способ реплик) и, наконец, обзор основных применений просвечивающей электронной микроскопии к изучению структуры металлов. В конце каждой главы приведена литература, которая поможет читателю более глубоко изучить предмет.

Существенно, чтобы лекционный курс был дополнен практической работой на микроскопе и по приготовлению образцов, поэтому студенты привлекаются к выполнению небольших исследований в дополнение к обычным лабораторным занятиям, чтобы в кратчайший срок приобрести практический опыт. Последнее можно достигнуть в том случае, если лаборатория имеет помещение для приготовления образцов, темную комнату и соответствующее оборудование. Поскольку многие не знакомы с требованиями к оснащению лаборатории электронной микроскопии, описание ее дано в приложении.

Г. Томас

Беркли, Калифорния
Сентябрь 1961 г.

Рассеяние электронов

§ 1. ВВЕДЕНИЕ

Хотя применение электронной микроскопии расширяется с удивительной быстротой, родственный ей метод — метод дифракции электронов — так же широко не используется. Основной причиной все еще недостаточного распространения этого метода является, по-видимому, то обстоятельство, что для расшифровки дифракционных картин, т. е. для получения всех тех сведений, которые они могут дать, требуются специальные знания, которых не имеют многие специалисты по электронной микроскопии. В электронной микроскопии некристаллических твердых тел это обстоятельство не играет особой роли, но при исследовании кристаллов метод дифракции электронов приобретает такое же значение, как и метод электронной микроскопии. Причина, на основании которой это утверждение сделано, становится совершенно очевидной, если обратить внимание на те процессы взаимодействия, которые имеют место при прохождении пучка электронов сквозь кристалл. Эти взаимодействия не являются простыми процессами, поэтому цель настоящей главы — ввести и развить представления, необходимые для их понимания. Такой подход требуется для толкования электроннодифракционных картин и является основой для обсуждения в гл. 2 и 5 механизма формирования изображения и возникновения контраста. Автор надеется, что рассмотрение этих вопросов поставит дифракцию электронов в глазах микроскописта на подобающее ей место.

Чтобы объяснить явление дифракции электронов на кристаллах, необходимо рассматривать электроны как волны. Таким

образом, прежде всего следует рассмотреть волновую природу электронов и их рассеяние при прохождении через кристалл.

§ 2. ВОЛНОВАЯ ПРИРОДА ЭЛЕКТРОНОВ

Когда кристалл бомбардируется пучком электронов (называемых также β -частицами), мы обнаруживаем, что из облучаемого участка образца выходят один или несколько сильных четко очерченных пучков электронов. Такие пучки аналогичны дифрагированным световым лучам от дифракционной решетки или рентгеновским лучам от кристалла. Попытка объяснить наличие резко выраженных дифрагированных пучков на основании предположения, что электроны по своей природе только частицы, приводит к полной неудаче. В теории де-Бройля материальные частицы рассматриваются как волны (волны де-Бройля) [1], что позволяет удовлетворительно объяснить их движение; предложенная в 1924 г. теория де-Бройля широко подтверждена экспериментально. Так же как и для световых волн, волновой фронт пучка электронов перпендикулярен направлению распространения электронов. Описывая путь электронов в микроскопе, мы обычно рассматриваем пучок электронов как пучок лучей, а не как группу волн. Для частицы, движущейся равномерно, волновой фронт можно считать плоским. Пучок будет однородным (монохроматическим), если все частицы имеют одинаковую скорость. Прежде чем перейти к собственно электронным волнам, рассмотрим общую теорию волн.

Трудно дать общее и в то же время точное описание волнового движения. Даже математическое определение его как *решения* дифференциального уравнения не является однозначным, поскольку существует несколько модификаций обычной формы дифференциального уравнения, которые можно рассматривать как волновые уравнения [2]. Волновой процесс выражается некоторой функцией, имеющей определенные значения для любого заданного места и момента времени, но в общем непрерывно изменяющейся в пространстве и во времени. В частном случае простого гармонического движения изменение во времени одинаково в любой точке (монохроматическая волна). В каждой точке это движение описывается функцией

$$\psi = a \sin(\nu t + c), \quad (1.1a)$$

где a — амплитуда, t — время, $\nu/2\pi$ — частота, $2\pi/\nu$ — период и $(\nu t + c)$ — фаза. Простейшей волной этого типа является плоти-

ская волна постоянной амплитуды, распространяющаяся вдоль оси x :

$$\psi = a \sin \left(vt \pm \frac{2\pi x}{\lambda} \right), \quad (1.16)$$

где λ — длина волны. Волновую функцию ψ можно определить, приняв, что квадрат абсолютного значения ψ представляет собой вероятность нахождения электрона в некоторой точке x . Другой формой волн этого типа является сферическая волна:

$$\psi = \frac{a}{r} \sin \left(vt \pm \frac{2\pi r}{\lambda} \right). \quad (1.2)$$

Функции (1.1 а) и (1.1 б) можно представить в общей форме

$$\psi = a_{xyz} \sin (vt - \varphi_{xyz}), \quad (1.3)$$

где a и φ — функции пространственных координат, но не времени. Фронт волны определяется как поверхность, для которой φ постоянно, т. е. как поверхность постоянной фазы для данного момента времени. Аналогично принципу Гюйгенса в геометрической оптике каждую точку фронта волны можно считать источником вторичных волн, а последующие положения фронта волн можно определить с помощью соответствующих построений Гюйгенса [3, 4]. Однако это верно лишь в том случае, когда скорость все время постоянна. Если скорость меняется, то необходимо применять динамические методы [2].

Для типов волн, описываемых уравнениями (1.1) и (1.2), фазовая скорость v постоянна и имеет значение $v\lambda/2\pi$.

Если мы продифференцируем уравнение (1.1 б), то получим

$$\frac{\partial \psi}{\partial x} = \pm \frac{2\pi}{\lambda} \cos \left(vt \pm \frac{2\pi x}{\lambda} \right), \quad (1.4)$$

а взяв вторую производную, найдем

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} = -\frac{4\pi^2}{\lambda^2} \sin \left(vt \pm \frac{2\pi x}{\lambda} \right). \quad (1.5)$$

Уравнение (1.5) приводит к общей форме уравнения одномерной волны

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} + \frac{4\pi^2}{\lambda^2} \psi = 0. \quad (1.6)$$

Решение этого уравнения имеет вид

$$\psi = \sin 2\pi \left(\frac{x}{\lambda} \right), \quad \text{или} \quad \psi = \exp \left(-\frac{2\pi i x}{\lambda} \right) \quad \text{и т. д.}$$

Для трехмерного случая из уравнения (1.6) имеем

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \psi}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \psi}{\partial z^2} = \frac{1}{V^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2}, \quad (1.7)$$

где скорость волны V равна $v\lambda/2\pi$. Если скорость V постоянна, то все плоские волны постоянной амплитуды распространяются с одинаковой скоростью, следовательно $v = V$. Если волна периодическая, то ее можно представить суммой синусов и косинусов, т. е. рядом Фурье; если волна не периодическая, то она выражается в виде интеграла Фурье, который описывает волну любой формы. Примеры можно найти в книге Бриллюэна [5].

Де-Бройль [1] постулировал, что материальные частицы имеют волновую природу и что соответствующая длина волны определяется выражением

$$\lambda = \frac{h}{mu}, \quad \text{т. е.} \quad \frac{h}{\text{Импульс}}, \quad (1.8)$$

где h — постоянная Планка, m — масса частицы и u — ее скорость. Скорость волны V [уравнение (1.7)] связана со скоростью электронов u соотношением

$$V = \frac{c^2}{u},$$

где c — скорость света. Шредингер развил идеи де-Бройля и использовал их для решения проблемы движения электронов в поле произвольного потенциала. В общих чертах рассуждения Шредингера можно представить следующим образом.

Если электроны, имеющие полную энергию W , движутся в потенциальном поле E , их кинетическая энергия выражается разностью

$$(W - E) = \frac{1}{2} mu^2.$$

Комбинируя это выражение с (1.8), получаем

$$\frac{1}{\lambda^2} = \frac{2m}{h^2} (W - E), \quad (1.9a)$$

что приводит к одномерному волновому уравнению для электронов

$$\frac{d^2\psi}{dx^2} + \frac{8\pi^2m}{h^2} (W - E)\psi = 0. \quad (1.9b)$$

Этому уравнению удовлетворяет волновая функция ψ в точке x .

Для трехмерного случая уравнение (1.9б) принимает вид

$$\frac{\partial^2\psi}{\partial x^2} + \frac{\partial^2\psi}{\partial y^2} + \frac{\partial^2\psi}{\partial z^2} + \frac{8\pi^2m}{h^2} (W - E)\psi = 0, \quad (1.10)$$

или

$$\nabla^2\psi + \frac{8\pi^2m}{h^2} (W - E)\psi = 0.$$

Это — хорошо известное уравнение Шредингера, отнесенное к системе декартовых координат x, y, z . Решение этого уравнения для нулевого потенциала E есть решение де-Бройля для свободного электрона [1].

§ 3. ДЛИНА ВОЛНЫ ЭЛЕКТРОНОВ

Выведем сначала простую формулу для длины волны электронов. Если пучок электронов ускоряется потенциалом E , энергия электронов Ee равна

$$Ee = \frac{1}{2} mu^2, \quad (1.11)$$

где e — заряд и m — масса движущегося электрона. Подставляя это выражение в формулу де-Бройля (1.8), получаем

$$Ee = \frac{1}{\lambda^2 m}, \quad \text{или} \quad \lambda = \frac{h}{\sqrt{2mEe}}. \quad (1.12a)$$

Заменяя h, m и e числовыми значениями, находим

$$\lambda = \sqrt{\frac{150}{E}}; \quad (1.12b)$$

λ выражается в ангстремах, E — в вольтах. Однако масса m меняется с изменением скорости u , и поэтому необходимо ввести релятивистскую поправку, особенно для больших значений E (и u соответственно). Как видно, это следует сделать из-за трудностей в отношении определения длины волны по де-Бройлю [формула (1.8)], так как при $u = 0$ $\lambda = \infty$, и, таким образом, положение электронов покоя оказывается неопределенным. Однако произведение λu всегда остается конечной величиной. Мы должны теперь принять во внимание длину волны, связанную с массой покоя. Эту длину волны можно получить из волновой релятивистской механики, впервые предложенной де-Бройлем [1]. Де-Бройль использовал уравнение относительности Эйнштейна и выразил энергию электронов через массу покоя m_0 следующим образом:

$$Ee = mc^2 - m_0 c^2, \quad (1.13a)$$

где релятивистская масса

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - u^2/c^2}}. \quad (1.13b)$$

Мы видим, что

$$(m + m_0) Ee = m^2 u^2, \quad (1.13в)$$

Подставляя для ti значение из формулы (1.8), приходим к выражению

$$\lambda = \frac{h}{V(m + m_0)Ee}, \quad (1.14a)$$

или

$$\lambda = \frac{h}{V 2m_0 Ee \left(1 + \frac{Ee}{2m_0 c^2}\right)}, \quad (1.14b)$$

где множитель $[1 + (Ee/2m_0 c^2)]^{1/2}$ есть релятивистская поправка, составляющая $\sim 2\%$ для $E = 50$ кэВ и 10% для $E = 200$ кэВ. Таким образом, в случае пучков электронов низких энергий для определения длины волны вполне удовлетворительна формула (1.12), но для энергий от 50 до 100 кэВ, обычно используемых в электронных микроскопах, длину волны необходимо вычислять по формулам (1.14).

Таблица 1

$E, \text{ в}$	$\lambda, \text{ \AA}$	Скорость $v \cdot 10^{-10}, \text{ см/сек}$
1	12,26	0,00593
10	3,88	0,01876
100	1,23	0,05932
1 000	0,388	0,1873
10 000	0,122	0,5846
30 000	0,0698	0,9846
40 000	0,0601	1,1216
50 000	0,0536	1,237
60 000	0,0487	1,338
70 000	0,0449	1,427
80 000	0,0418	1,506
100 000	0,0370	1,644
300 000	0,0197	2,329
1 000 000	0,0087	2,822

Некоторые численные величины приведены в табл. 1. Следует отметить, что длины волн электронов значительно меньше, чем длины волн рентгеновских и световых лучей. Основным следствием этого обстоятельства является большая разрешающая способность электронных лучей по сравнению с другими видами излучения.

Из всего сказанного выше следует, что форма (1.10) уравнения Шредингера неадекватна, так как при описании движения электрона учиты-

вается только его импульс ti и не принимается во внимание его спин. Уравнение Шредингера является, таким образом, инвариантным только в движущейся системе координат. Тот факт, что электроны имеют спин, позволяет предполагать, что существует явление поляризации электронных лучей, поскольку спины могут располагаться в одном общем направлении. Было предпринято немало попыток обнаружить это явление, однако экспериментальных доказательств его существования пока как будто бы нет.

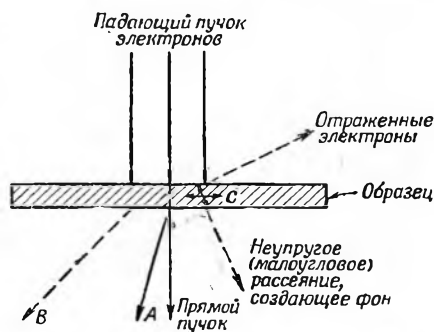
§ 4. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ С ВЕЩЕСТВОМ

1. Явление рассеяния

Благодаря отрицательному электростатическому заряду электронов пучок электронов, проходя через кристаллический образец, претерпевает отклонения. Пучок, выходящий из образца, оказывается измененным. Внутри образца электроны могут потерять часть энергии благодаря поглощению; эта поглощенная энергия может привести к нагреванию образца, возбуждению электронов в атомах, ионизации, вторичной эмиссии

Фиг. 1. Схематическое представление взаимодействия пучка электронов с веществом.

A — когерентное упругое рассеяние (брегговская дифракция) от кристаллических пленок; *B* — некогерентное упругое рассеяние от аморфных пленок; *C* — абсорбционные потери энергии в образце (нагревание, ионизация и т. д.).



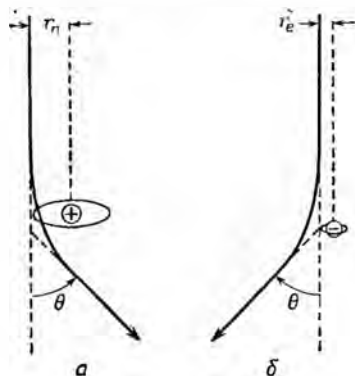
или рентгеновскому излучению. Под влиянием положительно заряженных ядер происходит рассеяние электронов, при этом, однако, их скорость не изменяется, а изменяется только направление. Такое рассеяние электронов называется упругим или когерентным. Некоторые авторы, рассматривая аморфные пленки, относят упругую часть рассеяния к некогерентному (диффузному) рассеянию. На самом деле такое рассеяние все же когерентно, так как обусловлено теми же самыми атомами, которые лишь неправильно расположены по сравнению с атомами в кристаллах. Когда пучок электронов взаимодействует с электронами атомов в образце, происходит изменение скорости электронов в пучке, и в этом случае рассеяние является неупругим. Схематически это показано на фиг. 1.

Из фиг. 1 видно, что пучки, выходящие из образца, дают сведения, которые можно разделить, в общем, на три группы: 1) дифракционные, 2) микроскопические и 3) эмиссионные или спектрографические (используются анализаторы электронов по скоростям). В этой книге мы коснемся вопросов, связанных с двумя первыми группами. Особенно необходимо рассмотреть вопрос о когерентном рассеянии электронов, так как в кристал-

лах оно приводит к образованию дифракционной картины и играет наиболее важную роль в формировании изображения и контраста.

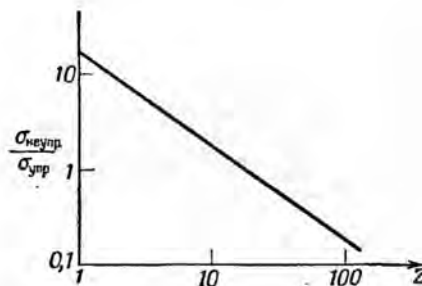
2. Резерфордское рассеяние

Взаимодействие между падающими электронами и атомом [6] иллюстрируется фиг. 2. Этот тип взаимодействия был впервые рассмотрен Резерфордом для объяснения рассеяния α -частиц в его опытах по установлению ядерной структуры атома.



Фиг. 2. Схематическое представление отклонения электронного пучка атомом (по Холлу [6]).

а — упругое рассеяние от положительного ядра; б — неупругое рассеяние от атомного электрона.



Фиг. 3. Зависимость отношения неупругого рассеяния электронов к упругому от атомного номера (по Ленцу [8]).

Поскольку масса электрона мала по сравнению с массой ядра, последнее можно считать неподвижным.

Из фиг. 2 видно, что электронный пучок, проходящий близко от «голового» ядра (лишенного электронных оболочек), будет притягиваться им, а электроны в образце будут оказывать на пучок отталкивающее действие. Величина сил взаимодействия выражается кулоновским законом, а траектории движения представляют собой гиперболы. Угол отклонения пучка θ зависит от расстояния сближения заряженных частиц. Если пучок электронов встречает силовое поле ядра на расстоянии r_n от него, то он упруго рассеивается под углом θ . При попадании электронов внутрь области радиуса r_n рассеяние будет происходить под углом, большим, чем θ . Участок площадью πr_n^2 является областью упругого рассеяния под углами $>\theta$. Соответ-

ствующая область неупругого рассеяния равна πr_e^2 , где r_e — эффективный радиус силового поля электрона. Так как в обоих случаях траектория электронного пучка будет гиперболической, мы видим, что для упругого рассеяния

$$r_n = \frac{Ze}{V\theta},$$

а для неупругого —

$$r_e = \frac{e}{V\theta},$$

где e — заряд электрона, V — потенциал пучка (в ед. CGSE), Z — атомный номер и $\theta \approx \sin \theta$. Из этих условий следует, что отношение неупругого к упругому рассеянию зависит от Z , как показано на фиг. 3. Неупругое рассеяние меньше, чем упругое, в Z раз. Более высокая рассеивающая способность ядер является следствием более высокой концентрации заряда.

Следует заметить, что при малых углах электронный пучок проходит на относительно большем расстоянии от ядра; при этом электроны, окружающие атом, будут оказывать сильное экранирующее влияние. Как будет показано в § 8 настоящей главы, экранирующий эффект необходимо учитывать в тех случаях, когда важным для эксперимента становится малоугловое (по Брэггу) рассеяние электронных пучков, так как простой закон кулоновского отталкивания соблюдается не на всей траектории пучка. Чтобы оценить экранирующий эффект атомных электронов, необходимо рассчитать распределение их потенциалов у ядра, используя квантовомеханические методы (модель Хартри) или статистические (модель Томаса — Ферми). Последняя модель применима только для более тяжелых атомов, содержащих много электронов¹⁾ ($Z > 18$).

Если пренебречь экранирующим влиянием электронов, т. е. принять, что все они свободные, мы можем получить простой Резерфордский закон рассеяния при подсчете части падающих электронов, рассеиваемых под углами $> \theta$ в тонкой пленке толщиной t вещества с атомным номером Z , атомным весом A и плотностью ρ [6]. Количество атомов в 1 см^3 облучаемого вещества равно $\rho N_A / A$, где N_A — число Авогадро. Вероятность рассеяния (отклонения) электрона под углом $> \theta$ равна сумме сечений рассеяния на единицу площади, т. е.

$$\text{Вероятность} = \frac{\rho N_A}{A} (\pi r_n^2 + Z \pi r_e^2) t. \quad (1.15)$$

¹⁾ Обсуждение этого вопроса см. в работе [10].

Если на участок падает N электронов и dN рассеивается под углами, большими θ , то, принимая во внимание, что

$$r_n = \frac{Ze}{V\theta} \quad \text{и} \quad r_e = \frac{e}{V\theta},$$

получаем

$$\frac{dN}{N} = \frac{\rho N_A}{A} \frac{Z^2 e^2}{V^2 \theta^2} \left(1 + \frac{1}{Z}\right) t. \quad (1.16)$$

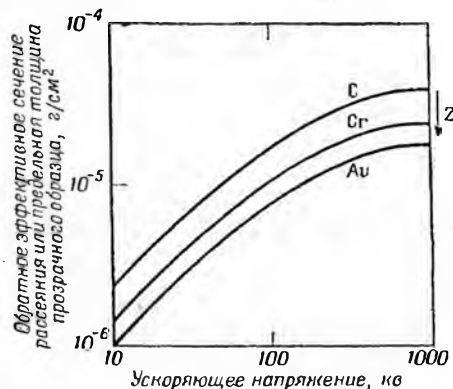
Хотя выражение (1.16) не совсем точно, оно показывает качественную зависимость между числом рассеиваемых электронов, потенциалом пучка, толщиной образца и атомным номером. Из экспериментов хорошо известно, что условия для просвечивания электронами тем лучше, чем легче атомы, тоньше образец и выше потенциал пучка.

3. Понятие о предельной толщине прозрачного образца

Поскольку нас особенно интересует прохождение электронов через материал, важно рассмотреть факторы, влияющие на так называемую предельную толщину прозрачного образца. Это понятие определяется как эффективная толщина объекта, который при просвечивании кажется достаточно прозрачным; при этом эффективная толщина есть физическая толщина, умноженная на плотность [7]. Это понятие важно для некристаллических пленок. В этом случае пучок, проходя через образец, рассеивается в большом угловом интервале; форма пучка меняется в зависимости главным образом от толщины образца. Однако рассеяние может быть неоднородным от однородно тонкого образца, если имеется более одного сорта атомов (как, например, в углеродных экстракционных репликах) (см. гл. 4, § 1, п. 4). Таким образом, контраст изображения аморфных пленок зависит главным образом от недостатка электронов, прошедших сильно рассеивающие участки (т. е. участки с малой прозрачностью). Этот вид контраста может существовать и на изображениях тонких кристаллических пленок, содержащих различные сорта атомов (как, например, на фиг. 132).

На фиг. 4 (по Ленцу [8]) показано влияние ускоряющего напряжения и атомного номера на предельную толщину прозрачного образца, в согласии с уравнением (1.16). Результаты были подсчитаны для полного рассеяния от углерода, хрома и золота. Из полученных результатов мы видим, что образцы толщиной порядка 1000 Å или менее пригодны для просвечивания электронами. Из-за релятивистского эффекта кривые для пучков электронов высоких энергий более пологи, чем

для пучков электронов низких энергий. По-видимому, использование ускоряющих напряжений, намного более высоких, чем несколько сот киловольт, не очень оправдывается с точки зрения увеличения прозрачности образца. Понятие о предельной толщине прозрачного образца для тонких кристаллических пленок сложнее вследствие явления дифракции и возможной интерференции между дифрагированными и неотклоненными пучками. Как будет показано в гл. 2, интерференция может приводить к полному погасанию. На изображении в микроскопе кристалл, правильно ориентированный для дифракции, будет казаться непрозрачным даже тогда, когда по условиям фиг. 4 он должен быть прозрачным. Вследствие этого необходимо также принимать во внимание влияние кристаллической структуры.



Фиг. 4. Зависимость предельной толщины прозрачного образца от энергии электронов (по Ленцу [8]).

§ 5. ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ

1. Закон Брэгга

Еще до того, как возникло предположение о наличии волновых свойств у электронов, было известно, что рентгеновские лучи могут дифрагировать на кристаллах, и Брэгг [9] показал, что положение дифрагированных пучков можно определить с помощью простой модели, показанной на фиг. 5. Эту же модель мы можем использовать для электронов.

Представив кристалл как дифракционную решетку, рассмотрим, что произойдет, если на ряд плоскостей в решетке кристалла будет падать плоская волна электронов (фиг. 5). Нам необходимо найти условия, при которых все волны, рассеиваемые узлами решетки, будут усиливаться, если каждый узел вносит свой вклад во вторичную волну и если можно пренебречь всеми другими факторами. На фиг. 5 линии *a* и *b* представляют собой нормали к фронту волны, падающей под углом θ к плоскостям *PQ* и *RS*, отстоящим друг от друга на расстоя-

нии $d(=AC)$. Эта волна будет дифрагирована и усилится в направлении a' и b' в том случае, если разность путей двух лучей aCa' и bAb' равна целому числу длин волн. Избыточная длина пути лучей aCa' составляет $BC + CD$, т. е. $2d \sin \theta$; значит, условием дифракции является равенство

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (1.17a)$$

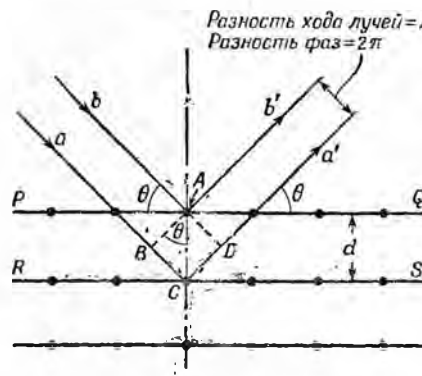
где n — порядок отражения, а λ — длина волны. Это выражение является хорошо известным законом дифракции Брэгга.

Если отражающие плоскости имеют индексы Миллера hkl , то

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda, \quad (1.17б)$$

или

$$2d_{nh+nk+nl} \sin \theta = \lambda. \quad (1.17в)$$



Фиг. 5. Иллюстрация брэгговского закона дифракции.

Так как разность фаз составляет $2\pi/\lambda$ разности пути между волнами, рассеянными в двух точках решетки, условие для брэгговского отражения можно сформулировать еще и так: брэгговское отражение происходит, если разность фаз между последовательно рассеиваемыми волнами увеличивается на 2π . Поскольку длина волны электронов значительно меньше, чем длина волны рентгеновских лучей, брэгговские углы для первых соответственно гораздо меньше. Поэтому для низших порядков отражения $\sin \theta$ приблизительно равен θ (например, для металлов с кубической решеткой в случае, когда $2d = 4 \text{ \AA}$ и $\lambda = 0,04 \text{ \AA}$, для первого порядка отражения угол θ составляет только 10^{-2} рад).

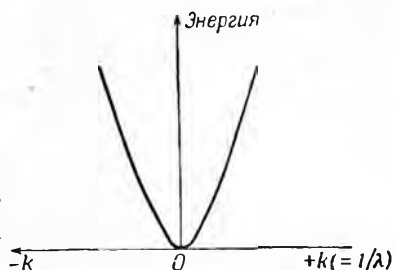
2. Потенциальная энергия электронов

Кинетическая энергия свободных электронов (т. е. не связанных с ядрами) составляет $\frac{1}{2} mu^2$, где u — скорость электронов; согласно квантовой теории, длина волны электронов $\lambda = h/mu$ [формула (1.8)], а значит

$$\frac{1}{2} mu^2 = \frac{h^2}{2m\lambda^2},$$

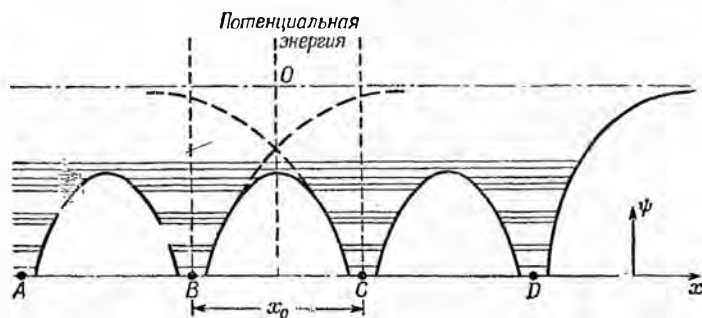
т. е. энергия движения электрона обратно пропорциональна квадрату его длины волны. Более удобно выразить это соотно-

шение через волновое число k , величина которого задается обратным значением длины волны. Волновой вектор $\mathbf{k}$ есть вектор распространения волны в обратном пространстве (см. § 11 и 12 настоящей главы). Соотношение между волновым числом и энергией электрона показано на фиг. 6.



Фиг. 6. Одномерное схематическое представление зависимости энергии электронов, движущихся в однородном силовом поле кристалла, от волнового числа.

Так как потенциальная энергия свободного электрона на расстоянии r от ядра выражается кулоновским законом Ze^2/r , где Z — атомный номер, а e — заряд электрона, потенциальная энергия электрона вдоль ряда атомов в одномерном кристалле должна меняться так, как показано на фиг. 7. Из этой схемы можно видеть, что потенциал у конца ряда возрастает таким же образом, как вблизи изолированного атома, так что электрон здесь испытывает действие значительной силы притяжения от



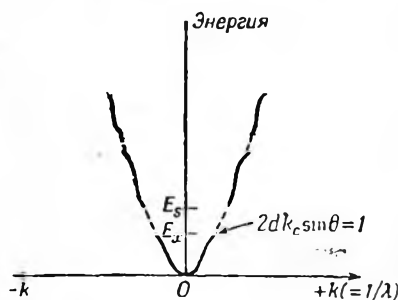
Фиг. 7. Схематическое представление потенциальной энергии электрона в решетке, состоящей из одного ряда атомов.

A, B, C, D — положения атомов; горизонтальные линии — уровни энергии.

решетки в целом. Поэтому можно считать, что поверхность находится на расстоянии $x_0/2$ от конечного атома ряда.

Однако в реальном кристалле, когда электроны падают на некоторое семейство отражающих атомных плоскостей так, что удовлетворяется закон Брэгга, они дифрагируют и не могут распространяться через кристалл, не отклоняясь. Это справед-

ливо как для электронов, уже имеющих в кристалле, так и для электронов, используемых для его бомбардировки. Поэтому для просвечивания электроны должны двигаться в направлениях, отличных от тех, которые удовлетворяют условию Брэгга. Поскольку первичный пучок может содержать электроны, падающие на образец под различными углами θ , существует некоторая угловая область вблизи θ , в которой имеет место как просвечивание, так и отражение. Этот эффект аналогичен разрешающей способности простой дифракционной решетки (см.



Фиг. 8. Одномерное (схематическое) представление зависимости энергии электрона, движущегося в периодическом поле кристалла, от волнового числа.

§ 13 настоящей главы). Под влиянием такого поведения электронов простая кривая (см. фиг. 6) превращается в показанную на фиг. 8, и соответственно изменяется форма потенциального поля, как это схематически показано на фиг. 7. Для первого порядка отражения $2dk_c \sin \theta = 1$, так что первый разрыв на кривой фиг. 8 соответствует критическому значению волнового числа, равному k_c . Если мы теперь построим зависимости энергий от k для трехмерного кристалла, принимая во внимание все возможные отражения, то обнаружим, что вокруг нулевого узла в k -пространстве (т. е. в обратном пространстве) существует серия зон, на границах которых электроны сильно дифрагируют. Форма этих зон определяется данной кристаллической структурой. Эти зоны известны как зоны Бриллюэна¹⁾.

Из фиг. 8 видно, что у первой зоны Бриллюэна (как и у всех других таких зон) существует интервал энергий $E_s - E_x$, запрещенный для электронов. Чтобы прорваться через зону или уйти с поверхности, электроны должны приобрести энергию $> E_s$. Если принять, что потенциальный барьер у поверхности равен E_s , то энергия, необходимая для освобождения электронов, должна быть больше $(E_s - E_x)$. Тогда для освобождения электрона придется приложить такое напряжение V_0 , чтобы $V_0 e$ было больше $E_s - E_x$ (e — заряд электрона). Напряжение V_0 называют работой выхода при 0°K ; это — величина порядка нескольких электронвольт. Чтобы получить эмиссию электронов,

¹⁾ Более детальное рассмотрение зонной теории твердых тел см. в книге Киттеля [24].

мы можем снижать $V_0 e$, уменьшая потенциальный барьер E_s , например, путем поглощения лучистой энергии или быстрых частиц или путем термического возбуждения. Однако о получении электронных пучков речь будет идти в гл. 3.

§ 6. РЕШЕНИЯ ВОЛНОВОГО УРАВНЕНИЯ

Чтобы полностью учесть взаимодействие электронного пучка с кристаллом, уравнение Шредингера (1.10) должно быть решено строго с учетом ряда граничных условий как у поверхностей, так и внутри кристалла (у зон Бриллюэна). Математические способы решения этого уравнения, которые учитывали бы влияние потенциала решетки на волновые функции, являются сложными; фактически полное решение неизвестно. Однако возможен упрощенный анализ, если мы примем, что в уравнении (1.10) $W > E$ и E постоянно; другими словами, кристалл рассматривается как ящик, резко ограниченный со всех сторон и с одинаковым потенциалом повсюду внутри ящика. Тогда решения уравнения Шредингера будут лежать на кривой фиг. 6. Это основное предположение, используемое в кинематической теории дифракции. Амплитуда в этом случае выражается в виде сложной экспоненциальной функции

$$\text{Амплитуда} \sim \cos \varphi + i \sin \varphi \sim e^{i\varphi}, \quad (1.18)$$

где φ представляет собой фазу волны и зависит от ее положения в кристалле. Решения волнового уравнения, учитывающие периодические изменения E , должны, однако, лежать на кривой, показанной на фиг. 8, и, таким образом, иметь разрывы, соответствующие критическим значениям k_c , т. е. для электронов, попадающих точно в брэгговские условия отражения. Однако для условий, близких к брэгговским, т. е. для значений k , близких к k_c , можно использовать уравнение (1.18). Следовательно, путь волны сквозь кристалл можно представить амплитудно-фазовой диаграммой — приемом, который мы используем ниже при рассмотрении эффектов контраста на электронных изображениях.

Те участки кристалла, на которых условия соответствуют разрывам на кривой фиг. 8, т. е. поверхности зон Бриллюэна, называют динамическими областями, и решения уравнения Шредингера для них получают на основании динамической теории [2]. В этих решениях потенциал решетки E обычно выра-

жается в виде трехмерных рядов Фурье,

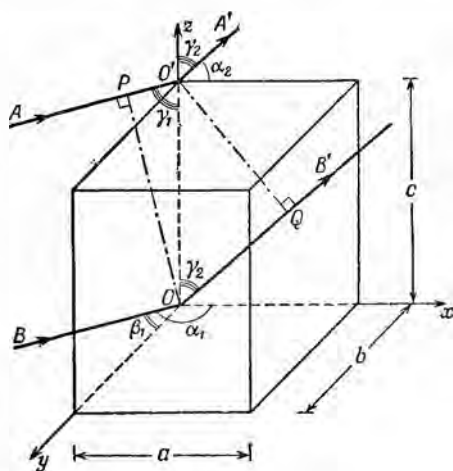
$$\left(\frac{8\pi^2 me}{h^2}\right) E = \sum_h \sum_k \sum_l V_{hkl} e^{i\varphi}, \quad (1.19)$$

где V_{hkl} — коэффициенты Фурье потенциала решетки.

Это уравнение решают обычно для того, чтобы получить амплитуду одной сильно дифрагированной волны. Даже в этом случае процедура крайне сложна. Однако большинство интересующих нас эффектов можно, по крайней мере качественно, объяснить с точки зрения кинематической теории.

Обсудив общие представления о рассеянии электронов, в оставшейся части этой главы рассмотрим когерентное рассеяние электронов кристаллами, т. е. дифракцию электронов.

Прежде всего, выбрав статическую модель структуры кристалла, мы должны найти геометрические условия формирования дифрагированного пучка.



Фиг. 9. Рассеяние электронной волны атомом в узле O' , софазное с рассеянием в узле O (к выводу уравнений Лауэ).

§ 7. УРАВНЕНИЯ ЛАУЭ

При брэгговском анализе условий дифракции, рассмотренном в § 5, мы представили кристалл как семейство плоскостей, содержащих ряд рассеивающих центров. Для вывода уравнений Лауэ рассмотрим теперь дифракцию электронов на идентичных рассеивающих центрах, локализованных в узлах пространственной решетки.

В качестве модели возьмем элементарную ячейку, показанную на фиг. 9, где узлами решетки являются вершины, и предположим, что на одну ячейку приходится только один узел. Допустим, что на ячейку падает плоская волна электронов, как показано на схеме. Нормали фронтов падающих волн AO' и BO и т. д. составляют углы $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$ с осями a, b, c ; отраженные волны выходят под углами $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$ к этим осям.

Разность хода между лучами, рассеянными в нулевом узле O и узле O' , составляет $O'P - OQ$, т. е. $c(\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2)$ отно-

сительно оси c . Аналогично разность хода по отношению к рассеивающим узлам в направлениях осей b и a составляет $b(\cos \beta_1 - \cos \beta_2)$ и $a(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2)$ соответственно. В каждом случае условием усиления (отсутствия погасания) является кратность разности хода целому числу длин волн, т. е.

$$a(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2) = h\lambda, \quad (1.20)$$

$$b(\cos \beta_1 - \cos \beta_2) = k\lambda, \quad (1.21)$$

$$c(\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2) = l\lambda, \quad (1.22)$$

где h, k, l — целые числа. Эти уравнения ясно выражают геометрические условия формирования дифрагированного пучка.

Если оси ортогональны,

$$\cos^2 \alpha_1 + \cos^2 \beta_1 + \cos^2 \gamma_1 = 1$$

и для кубического кристалла $a = b = c$. Тогда, возводя в квадрат и складывая уравнения (1.20) — (1.22), получаем

$$\begin{aligned} a^2 \{(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2)^2 + (\cos \beta_1 - \cos \beta_2)^2 + (\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2)^2\} = \\ = \lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2). \end{aligned} \quad (1.23)$$

Раскрывая это соотношение, имеем

$$\begin{aligned} 2a^2 \{1 - (\cos \alpha_1 \cos \alpha_2 + \cos \beta_1 \cos \beta_2 + \cos \gamma_1 \cos \gamma_2)\} = \\ = \lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2). \end{aligned} \quad (1.24)$$

Если обозначить угол между падающей и дифрагированной волнами через 2θ , то выражение (1.24) упрощается еще больше:

$$2a^2(1 - \cos 2\theta) = \lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2), \quad (1.25)$$

или

$$\frac{4a^2 \sin^2 \theta}{h^2 + k^2 + l^2} = \lambda^2. \quad (1.26)$$

Расстояние d между плоскостями в кубической решетке равно

$$d^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (1.27)$$

Таким образом, формулу (1.26) можно записать в виде

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda,$$

и это — закон Брэгга. Подобное преобразование можно провести и для более общего случая. Использовать уравнения Лауэ необходимо тогда, когда мы имеем дело с кристаллами с разными периодами идентичности по основным осям решетки. Эти уравнения используют также для определения условий дифрак-

ции в кристаллах, имеющих непрерывное распределение центров рассеяния. Однако при этом будет получено лишь условие усиления волн от соответствующих точек в каждой ячейке.

§ 8. АТОМНОЕ РАССЕЯНИЕ

Интенсивность данной дифрагированной волны зависит от двух факторов: от выполнения условий Лауэ и Брэгга и от фактора атомного рассеяния. Последний описывает результат интерференционных эффектов, имеющих место внутри атома, и характеризует его рассеивающую способность. При рассеянии рентгеновских лучей фактор атомного рассеяния f_x определяется как отношение амплитуды рассеяния зарядом, распределенным в атоме, к амплитуде рассеяния точечным электроном. Так как интенсивность волны определяется квадратом ее амплитуды, f_x^2 есть отношение интенсивности рассеяния атомом к интенсивности рассеяния электроном. Для рентгеновских лучей, рассеяние которых происходит в результате взаимодействия с электронами, f_x зависит только от числа электронов Z в рассеивающем атоме. Но при облучении электронами главный вклад в рассеяние вносят взаимодействия с потенциальным полем ядер, так что фактор атомного рассеяния для электронов зависит от $(Z - f_x)$. В обоих случаях фактор атомного рассеяния изменяется с изменением угла и наиболее высок при очень малых углах. Принятое нами в § 7 предположение о том, что амплитуда рассеяния не зависит от угла рассеяния, является только приближением. Найдем теперь с учетом атомного рассеяния величину амплитуды рассеяния.

Амплитуду когерентно рассеиваемой электронной волны можно выразить через величину простого кулоновского поля, т. е. предположив, что поле около ядер имеет однородный потенциал (см. фиг. 6). Такой анализ приведет к резерфордскому закону рассеяния, рассмотренному в § 4 настоящей главы. Однако при этом мы пренебрегаем экранирующим эффектом атомных электронов. Чтобы учесть влияние электронного облака, уравнение Шредингера необходимо решить для падающего пучка электронов, распространяющегося в решетке, где потенциал непрерывно изменяется. В этом случае должна быть применена динамическая теория рассеяния и выбрана подходящая динамическая модель структуры атома. Получить такое решение чрезвычайно трудно. Однако приближение Борна дает уравнение для когерентно рассеянных быстрых электронов в предположении сферической формы облака атомных электронов [2, 10]. Для единичной амплитуды падающей волны

борновское приближение обычно выражается в форме

$$f(\theta) = \frac{K(Z - f_x)}{\sin^2 \theta / \lambda^2}, \quad (1.28)$$

где

$$K = \frac{me^2}{2h^2},$$

$f(\theta)$ — фактор атомного рассеяния для электронов, а f_x — фактор атомного рассеяния для рентгеновских лучей¹⁾. Фактор атомного рассеяния для электронов $f(\theta)$, как видно, зависит от отношения $\sin \theta / \lambda$, где θ — брэгговский угол; когда $f_x \rightarrow 0$ и рассеяние осуществляется только ядрами, уравнение превращается в резерфордовское уравнение для рассеяния α -частиц высоких скоростей и под большими углами [10].

После подстановки значения K формулу (1.28) можно записать в виде

$$f(\theta) = (Z - f_x) \left(\frac{\lambda \cdot 10^8}{\sin \theta} \right)^2 \cdot 2,38 \cdot 10^{-10}, \quad (1.29)$$

где λ — длина волны падающего пучка (выражена в сантиметрах). В отличие от абсолютной величины амплитуды атомного рассеяния для рентгеновских лучей, которая для единичной амплитуды падающего пучка определяется [11] как

$$\frac{e^2}{mc^2} f_x, \quad \text{т. е. } 2,82 \cdot 10^{-13} f_x, \quad (1.30)$$

амплитуда атомного рассеяния для электронов имеет размерность. В формуле (1.29) $f(\theta)$ выражается в сантиметрах; $\{f(\theta)\}^2$ есть поперечное сечение рассеяния, т. е. интенсивность электронов, рассеиваемых атомом. Фактически, при рассеянии под малыми углами значение фактора атомного рассеяния для электронов $f(\theta)$ приблизительно в 10^4 раз больше фактора атомного рассеяния для рентгеновских лучей (для тех же самых отражений). Этот результат согласуется с тем хорошо известным фактом, что очень тонкие слои материала сильно рассеивают электроны, но на рентгеновские лучи оказывают очень слабое влияние.

Следует отметить, что точность выражения (1.29) уменьшается с ростом Z . Кроме того, оно справедливо только для быстрых электронов, которые рассеиваются когерентно, так что, когда расчетные значения интенсивностей рассеяния сопоставляют с экспериментальными результатами, фон интенсивности, возникающий от неупругого рассеяния, должен быть исключен.

¹⁾ Таблицы для f_x можно найти в большинстве книг по дифракции рентгеновских лучей и в Международных таблицах для определения кристаллических структур. (См. также таблицы $f(\theta)$ в [25, 26]. — Прим. ред.)

Для ускоряющих напряжений > 50 кВ значение K в выражении (1.29) должно быть скорректировано с учетом релятивистских эффектов (см. § 3 настоящей главы). Точно подсчитанные значения $f(\theta)$ были получены Айберсом [12] для элементов с атомным номером от 1 до 80 и приведены в приложении Д.

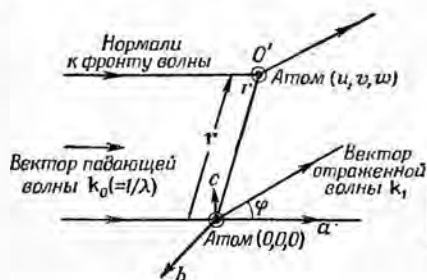
Из вышеизложенного ясно, что определение кристаллической структуры с помощью электронной дифракции значительно менее надежно¹⁾, чем с помощью рентгеновских лучей, вследствие более сложного процесса рассеяния. Так как электроны рассеиваются даже очень тонкими пленками, существует опасность появления дополнительных рефлексов от каких-либо загрязнений на образце, например масляных или углеродных осадков из вакуумной системы, которые будут осложнять интерпретацию дифракционной картины. Ансмальная интенсивность дифракционных картин получается от очень малых кристалликов и если наблюдается двойная дифракция (см. также § 14 настоящей главы). Поэтому интерпретация дифракционных эффектов, возникающих при рассеянии электронов, часто весьма сложна, особенно тогда, когда приходится применять динамическую теорию, чтобы объяснить экспериментально наблюдаемые интенсивности. К счастью, структурным анализом в электронной микроскопии обычно не занимаются, а вполне удовлетворительное качественное объяснение дифракционных эффектов при просвечивании можно получить с помощью кинематической теории дифракции.

§ 9. СТРУКТУРНЫЙ ФАКТОР

До сих пор мы рассматривали рассеяние от ячейки, содержащей только один рассеивающий центр. Если в ячейке имеется много центров рассеяния, уравнения Лауэ дают условие усиления волн, рассеиваемых только соответствующими узлами каждой ячейки. Между волнами, рассеянными различными узлами одной и той же ячейки, может происходить интерференция, в результате которой в некоторых случаях полностью подавляются отражения того или иного порядка, разрешаемые уравнениями Брэгга и Лауэ. Причина, вызывающая исчезновение или усиление дифракционных максимумов, связана с так называемым структурным фактором (или структурной амплитудой), обычно обозначаемым буквой F . Структурный фактор F

¹⁾ С этим мнением автора нельзя согласиться. Электронографическое определение структуры в ряде случаев более надежно, чем рентгенографическое. — *Прим. ред.*

является суммой всех амплитуд рассеяния всеми атомами элементарной ячейки. Эти амплитуды можно получить, используя кинематическое выражение (1.18), рассмотренное в § 6 настоящей главы, где было показано, что амплитуда пропорциональна $e^{i\varphi}$, если φ — разность фаз волн от последовательного ряда рассеивающих точек. Полная амплитуда рассеяния атома выражается через $f e^{i\varphi}$, где



Ф и г. 10. Рассеяние падающей электронной волны атомом в точке u, v, w . Разность хода равна $(\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{r}$.

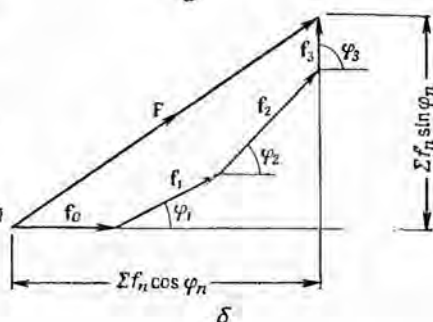
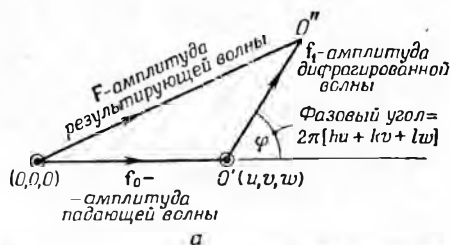
f — фактор атомного рассеяния для электронов и в то же время фактор пропорциональности в выражении (1.18). Разность фаз волн, рассеянных различными узлами решетки, можно получить из лауэвских уравнений (1.20) — (1.22):

$$a (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2) = h\lambda,$$

$$b (\cos \beta_1 - \cos \beta_2) = k\lambda,$$

$$c (\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2) = l\lambda$$

(см. фиг. 9). Сумма этих уравнений дает полную разность фаз для атома в точке (a, b, c) относительно нулевого узла, а именно $2\pi(h + k + l)$ (разность фаз в $2\pi/\lambda$ раз больше разности хода). Для атома с координатами $(u, 0, 0)$ разность фаз составляет $2\pi hu$ относительно атома в нулевом узле, а для атома



Ф и г. 11. a — амплитудно-фазовая диаграмма для рассеяния от элементарной ячейки, содержащей один рассеивающий центр O' ; b — амплитудно-фазовая диаграмма для рассеяния от N атомов в элементарной ячейке.

Векторное суммирование амплитуд дифрагированных пучков дает результирующую амплитуду F , т. е. структурную амплитуду.

в точке (u, v, w) (фиг. 10) разность фаз ϕ равна $2\pi(hu + kv + lw)$, или $2\pi/\lambda g \cdot (k_1 - k_0)$. Результирующую амплитуду рассеяния волн от атома в точке u, v, w можно получить построением амплитудно-фазовой диаграммы для фазового угла $\phi = 2\pi(hu + kv + lw)$, как показано на фиг. 11, а. Результирующая амплитуда является, таким образом, структурным фактором F и определяется длиной вектора, проведенного из нулевого узла до пересечения с вектором амплитуды дифрагированной волны в точке O'' на расстоянии $|f_1|$ от рассеивающего центра (u, v, w) . Для элементарной ячейки, содержащей только один узел (фиг. 11, а),

$$F_{hkl} = f_1 + f_0.$$

При рассеянии от ячейки, содержащей N узлов, для получения F необходимо составить сумму всех амплитуд рассеяния, как показано на фиг. 11, б. Если разложить f_1 на его составляющие $f_1 \cos \varphi_1$ и $f_1 \sin \varphi_1$, то можно получить $|F_{hkl}|^2$ для N различных рассеивающих центров:

$$|F_{hkl}|^2 = (f_1 \cos \varphi_1 + f_2 \cos \varphi_2 + \dots + f_n \cos \varphi_n)^2 + (f_1 \sin \varphi_1 + f_2 \sin \varphi_2 + \dots + f_n \sin \varphi_n)^2, \quad (1.31a)$$

где $f_1, f_2, \dots, f_n$ — факторы рассеяния разными атомами элементарной ячейки.

Более удобно записать (1.31a) в такой же форме, как (1.18), а именно

$$|F_{hkl}| = \sum_{n=1}^N f_n \exp[2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)]. \quad (1.31б)$$

Если все атомы и, следовательно, f_n одинаковы, то

$$|F_{hkl}| = f_n \sum_{n=1}^N \exp[2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)]. \quad (1.31в)$$

Результирующая интенсивность от всех центров рассеяния в элементарной ячейке определяется $|F_{hkl}|^2$. Для каждого отдельного центра рассеяния интенсивность зависит от угла рассеяния и индексов h, k, l . Экспериментально возможно измерить интенсивность и, таким образом, определить F , но это еще не позволяет выделить сумму косинусов и синусов. Однако, если решетка имеет центр симметрии, сумма членов с синусами равняется нулю. Нулевые значения F^2 соответствуют погасанию, и поэтому можно определить, какие значения h, k, l приводят к отражению. Рассмотрим объемноцентрированную кубическую решетку (фиг. 12) с координатами атомов 0, 0, 0 в вершине и $1/2$,

$\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ в центре каждой единичной ячейки. Вследствие симметрии решетки мы можем исключить члены с синусами в уравнении структурной амплитуды, а поскольку все атомы одинаковы, $f_1 = f_2$ и т. д., то выражение (1.31в) упрощается:

$$|F_{hkl}| = fe^{i\varphi_1} + fe^{i\varphi_2}. \quad (1.32)$$

Так как φ_1 для атома в начале координат равно нулю, а φ_2 для атома в центре куба равно $2\pi[h/2 + k/2 + l/2]$, то получаем

$$|F_{hkl}| = fe^{2\pi i(0)} + f \exp\left\{2\pi i\left[\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2}\right]\right\} = f[1 + e^{\pi i(h+k+l)}]. \quad (1.33)$$

Отсюда мы видим, что

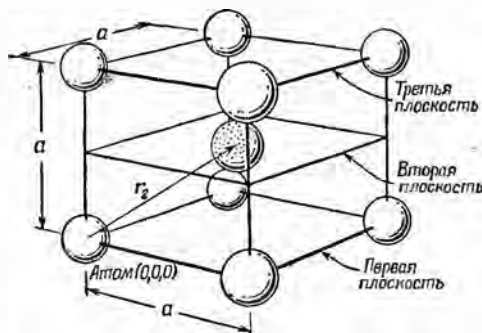
$$|F_{hkl}|^2 = 4f^2, \text{ если сумма } h+k+l \text{ четная}$$

и

$$|F_{hkl}|^2 = 0, \text{ если сумма } h+k+l \text{ нечетная.}$$

Поэтому в объемноцентрированной кубической решетке отражения получаются только от плоскостей, для которых сумма индексов $h+k+l$ четная. Следовательно, рефлекс (100) для объемноцентрированной решетки исчезает. Рефлекс (100) должен был бы проявиться, когда отражения от первой и третьей плоскостей (фиг. 12) различаются по фазе на 2π . Однако первой и третьей плоскостям эквивалентна вторая, и, поскольку она расположена на половине расстояния между ними, она дает отражения при разности фаз π , благодаря чему погашает отражения от других плоскостей. Но это справедливо только в том случае, когда плоскости одинаковы по составу, а в CsCl, например, рефлексы $\{100\}$ получаются, так как атомы Cl и Cs расположены в чередующихся плоскостях $\{100\}$.

Для гранецентрированных кубических решеток [рассеивающие центры $(0, 0, 0)$, $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$, $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$, $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$] отражения возникают только тогда, когда h, k, l все четные или все нечетные (т. е. когда $|F_{hkl}|^2 = 16f^2$). Для гексагональных плотно упакованных кристаллов отражения не разрешены для $H \neq$



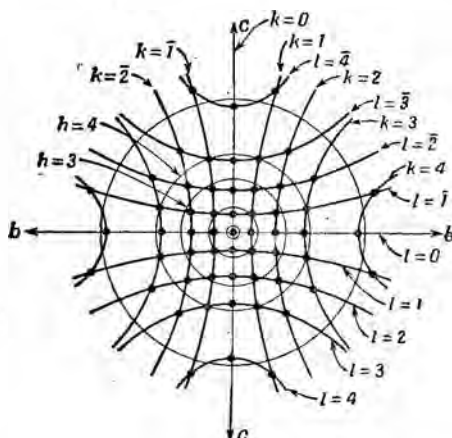
Фиг. 12. Объемноцентрированная кубическая решетка.

Координаты атома в центре ячейки $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$.

$+2K=3$, L — нечетно. Поэтому рефлекса (00.1) на дифракционных картинах нет (см. фиг. 16). Подобный анализ определяет условия отражения для всех кристаллических структур.

§ 10. ПОНЯТИЕ О ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИНАХ

В предыдущих параграфах мы установили, что полная дифракция происходит тогда, когда удовлетворяются все три условия Лауэ. Таким образом, для реальных трехмерных решеток можно графически представить интерференцию при такой дифракции, если наложить три спектра, каждый из которых соответствует своему условию Лауэ. Каждому условию Лауэ



Фиг. 13. Суперпозиция дифракционных спектров от простой кубической решетки (схема).

Гиперболы отвечают ребрам куба, нормальным направлению пучка, а окружности — ребрам куба, параллельным пучку. Дифракционная картина в трехмерном случае состоит из пятен и окружностей, а в двумерном — только из пятен (как, например, от тонких фольг). Числа h , k , l (числа Лауэ) соответствуют максимумам.

для атомного ряда с данным периодом идентичности соответствует в пространстве семейство конусов с углами при вершине, равными, согласно фиг. 9, углам $2\alpha_2$, $2\beta_2$, $2\gamma_2$. Возможные значения этих углов определяются тремя целыми числами h , k и l в выражении для разности хода лучей. Если мы расположим идеальный кристалл с простой кубической решеткой (как на фиг. 12, но без центрирующего атома) в пучке электронов, параллельном ребру куба, и поместим фотографическую пластинку перпендикулярно падающему пучку, то получим дифракционную картину от рядов, нормальных друг к другу и направленных вдоль координатных осей: два

ряда, параллельных плоскости фотографической пластинки, дают два семейства взаимно ортогональных гиперболов, а третий ряд, нормальный к пластинке, т. е. параллельный пучку, даст семейство окружностей [2]. Фиг. 13 схематически показывает суперпозицию трех рассматриваемых спектров. Поскольку длина волны электронов мала, гиперболы весьма близки к прямым линиям. Следует напомнить, что интенсивности дифра-

гированных пучков имеют максимум только тогда, когда удовлетворяются все три условия Лауэ, так что максимумы, изображенные на фиг. 13, возникают на пересечениях двух гипербол и окружностей. В каждом конкретном случае вероятность такого пересечения не очень велика, так как в большинстве случаев электронной дифракции атомные ряды, параллельные пучку, не разрешаются. Объяснение этому будет дано в § 13 настоящей главы. В общем электронограммы, получаемые от монокристаллов, образованы двумерной системой пятен в результате пересечения гипербол, показанных на фиг. 13. Эти точечные картины наиболее удобно представлять, оперируя понятиями обратной решетки и сферы отражения.

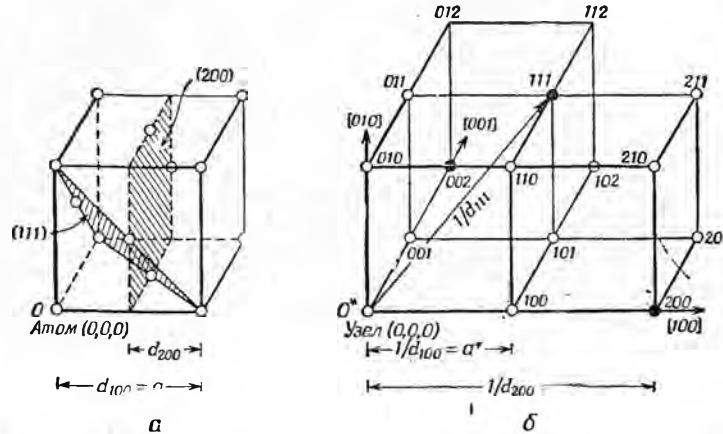
§ 11. ОБРАТНАЯ РЕШЕТКА

Толкование и индцирование точечных дифракционных картин от монокристаллов почти всегда проводятся с помощью представлений об обратной решетке, впервые использованных Эвальдом и Лауэ. Обратная решетка представляет собой совокупность точек (узлов), каждая из которых отвечает отражающей плоскости в кристалле и имеет те же индексы. Обратную решетку строят из прямой (атомной) путем проведения из нулевого узла нормалей к соответствующим отражающим плоскостям кристалла; длина этих нормалей равна величине, обратной межплоскостному расстоянию. Так, если d_{hkl} есть расстояние плоскости (hkl) до нулевого узла в прямой решетке, соответствующее расстояние в обратном пространстве равно $1/d_{hkl}$. Этим путем обратную решетку можно представить как систему узлов, которые всегда будут образовывать пространственную решетку; так, например, для прямой гранецентрированной кубической решетки соответствующая обратная решетка будет объемноцентрированной кубической, как показано на фиг. 14. Если a^* , b^* , c^* — длины ребер ячейки обратной решетки и a , b , c — соответствующие им длины ребер элементарной ячейки прямой решетки, образующие между собой углы α , β , γ , то

$$a^* = \frac{bc \sin \alpha}{V}, \quad b^* = \frac{ac \sin \beta}{V}, \quad c^* = \frac{ab \sin \gamma}{V}, \quad (1.34)$$

где V — объем элементарной ячейки (т. е. площадь основания $\times$ высоту). В векторном представлении эти соотношения можно записать в виде

$$a^* = \frac{\mathbf{b} \times \mathbf{c}}{\mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{c})} \quad \text{и т. д.,}$$



Фиг. 14. Гранецентрированная кубическая решетка.

a — прямая решетка с двумя возможными отражающими плоскостями (111) и (200); **b** — часть соответствующей ей обратной решетки.

Из всех обозначенных узлов только {111} и {200} дадут свои пятна на дифракционной картине.

где объем

$$V = \mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{c}). \quad (1.35)$$

Векторное произведение $(\mathbf{b} \times \mathbf{c})$ есть вектор, нормальный к $\mathbf{c}$ и $\mathbf{b}$ и по величине равный $bc \sin \alpha$. Это означает, что $\mathbf{a}^*$ перпендикулярен как $\mathbf{b}$, так и $\mathbf{c}$ и равен по величине

$$|\mathbf{a}^*| = \frac{1}{\text{Расстояние между плоскостями в прямой решетке, содержащими } \mathbf{b} \text{ и } \mathbf{c}}$$

и, по определению, скалярные произведения

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{c} = 1.$$

В прямом пространстве узлы решетки, расположенные на расстоянии r_n от нулевого узла, определяются следующим выражением:

$$\mathbf{r}_n = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c}, \quad (1.36a)$$

где $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$, $\mathbf{c}$ — единичные векторы трансляции. Аналогично в обратной решетке узел в $\mathbf{r}^*$ имеет координаты, соответствующие отражающим плоскостям hkl , так что мы можем определить узел обратной решетки как

$$\mathbf{r}_{hkl}^* = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*, \quad (1.36b)$$

причем вектор $\mathbf{r}_{hkl}^*$ перпендикулярен плоскостям hkl в прямой решетке и имеет длину, равную обратному расстоянию между плоскостями hkl . Обычно вектор обратной решетки обозначается буквой $\mathbf{g}$.

§ 12. СФЕРА ОТРАЖЕНИЯ

Из простых геометрических построений в обратной решетке можно получить условия, соответствующие отражению. Если сфера радиуса, равного обратной длине волны падающего пучка, касается нулевого узла обратной решетки и пересекает



Фиг. 15. Сфера отражения.

a — пересекает узел обратной решетки; b — пересекает много узлов, так как для электронов длина волны λ очень мала.

какой-либо ее узел, то в зависимости от структурного фактора соответствующая плоскость реальной решетки будет отражающей. Это можно видеть из фиг. 15, a , на которой отражающей плоскости AB отвечает в обратной решетке узел в r^* . Точка r^* лежит на сфере радиуса $1/\lambda$, если

$$\sin \theta = \frac{g}{2/\lambda} = \frac{\lambda}{2d_{hkl}},$$

т. е. брэгговский закон $2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$ при этом соблюдается. В векторном представлении это можно записать как

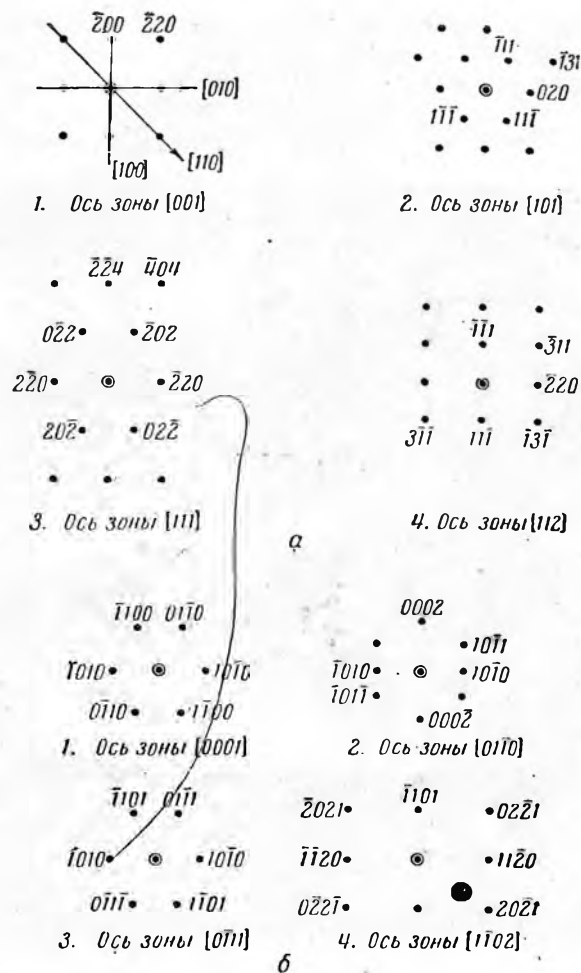
$$\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g}.$$

где $\mathbf{k}_0$ — вектор падающей волны, $\mathbf{k}_1$ — вектор дифрагированной волны и $\mathbf{g}$ — вектор обратной решетки (фиг. 15, а). Если $\mathbf{g}$ — вектор прямой решетки (см. фиг. 10), а $\mathbf{g}$ — соответствующий вектор обратной решетки, волны, рассеянные узлом $\mathbf{g}$ в кристалле, находятся в одной фазе, когда $\mathbf{g} \cdot \mathbf{r}$ или $(\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{r}$ содержат 2π целое число раз. Это число и дает порядок отражения. Это еще один способ выражения условий Лауэ. Все плоскости, которые могут создавать отражения, будут иметь в обратной решетке узлы в пределах расстояния $2/\lambda$ от нулевого узла, т. е. внутри ограничивающей сферы, показанной на фиг. 15. Следует заметить, что для электронов λ может быть меньше $0,04 \text{ \AA}$, так что диаметр сферы отражения может быть $50 \text{ \AA}^{-1}$ и, следовательно, сфера близка к плоскости. Поэтому фиг. 13 является утрированной схемой. Сфера пересекает многие узлы обратной решетки, как показано на фиг. 15, б, и от очень тонких образцов, когда узлы обратной решетки растянуты (см. § 13), получатся отражения многих порядков.

Поскольку каждому узлу обратной решетки hkl противостоит соответствующий узел $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$, а плоскость образца нормальна пучку¹⁾, электронограмма представляет собой систему пятен, симметричных относительно горизонтальной и вертикальной линий, проходящих через центр²⁾. Это можно пояснить следующим образом: если ось зоны кристалла (т. е. ось, общая для ряда плоскостей) составляет малый угол с пучком и если рассматривать зону в направлении оси, то будут видны края плоскостей, которые будут казаться линиями. На фиг. 16, а представлена гранецентрированная кубическая структура (1), рассматриваемая вдоль оси зоны $[001]$, т. е. вдоль ребра куба. Некоторые из направлений основных плоскостей отмечены на фигуре и показывают, что линии образуют решетчатый узор. Если пучок составляет подходящий угол с какой-либо из этих плоскостей, на дифракционной картине возникает соответствующее дифракционное пятно. На фиг. 16, а показаны примеры и других ориентировок гранецентрированных кубических металлов, а на фиг. 16, б — гексагональных плотноупакованных металлов. Эти схемы иллюстрируют изменение вида дифракционной картины с изменением ориентировки кристалла. В каждом случае отмечена ось зоны, совпадающая с направлением прохождения пучка электронов

¹⁾ Имеется в виду обычная форма образца для исследования в электронографе или в электронном микроскопе — плоская тонкая пленка или фольга. — Прим. ред.

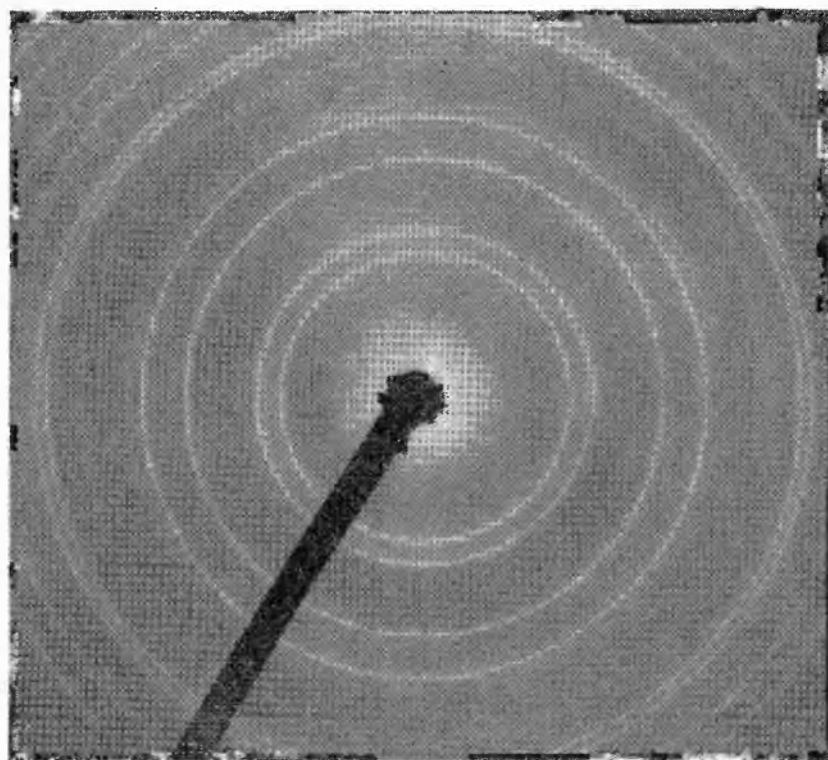
²⁾ Это утверждение автора неточно. Симметрия электронограммы зависит от симметрии соответствующей плоскости обратной решетки и, следовательно, от симметрии реальной решетки кристалла. Подробнее см. в книге Б. К. Вайнштейна [25]. — Прим. ред.



Фиг. 16. Типичные точечные электронограммы от различно ориентированных гранцентрированных кубических монокристаллов (а) и гексагональных плотноупакованных кристаллов (б).

Гексагональные индексы записываются как $HKiL$, где $i = -(H+K)$. Заметьте, что в случае 2 отражение (0001) не разрешено структурным фактором.

через кристалл. Эти картины типичны для точечных электронограмм от монокристаллов, обычно получаемых в просвечивающем электронном микроскопе. Можно видеть, что дифракционная картина является сечением обратной решетки плоскостью, перпендикулярной падающему электронному пучку.

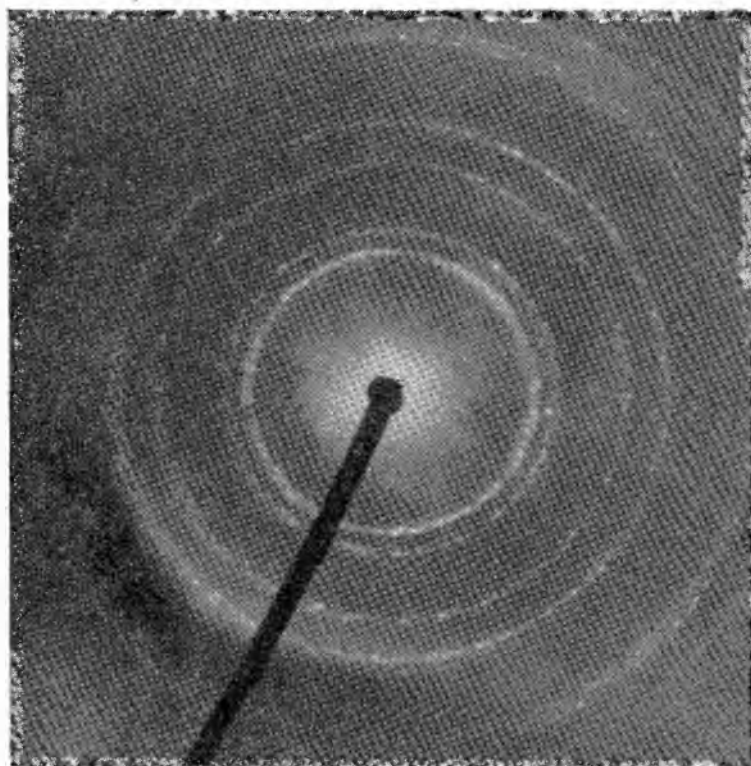


Ф и г. 17а. Кольцевая электронограмма от тонкой поликристаллической пленки золота, полученной напылением.

Сгущения на кольцах указывают на существование преимущественной ориентации. Заметьте, что для гранецентрированных кубических кристаллов дозволены отражения с индексами одинаковой четности; при этом $(h^2 + k^2 + l^2) = 3, 4, 8, 11, 12, 16$ и т. д. Темная полоска — тень от шторки, прикрывающей прямой пучок.

Если пучок электронов достаточно широк или размеры кристаллов достаточно малы, благодаря чему в пучок попадает много случайно ориентированных кристаллов поликристаллического образца, дифракционная картина представляет собой систему пятен, соответствующих ориентации каждого отдельного

кристалла. Если имеется достаточно много кристаллов, эти пятна сливаются в серию сплошных колец, диаметры которых соответствуют межплоскостным расстояниям для отражающих плоскостей, разрешенных структурным фактором. Фиг. 17а является примером кольцевой электронограммы от напыленной



Фиг. 176. То же, что на фиг. 17а, но площадь, с которой снята электронограмма, уменьшена.

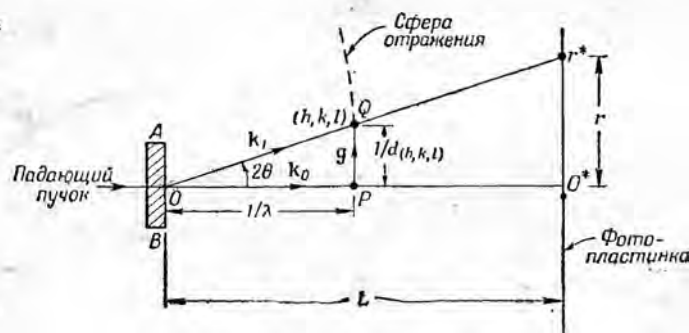
Видно, что кольца состоят из множества пятен.

золотой пленки, состоящей из множества мелких кристаллов¹⁾. С уменьшением участка, создающего электронограмму, путем использования подходящих диафрагм, на электронограмме становится все меньше и меньше пятен, как это, например, показано

¹⁾ Все электронограммы, приведенные в этой книге, получены в электронном микроскопе.

на фиг. 17б, и если можно подсчитать число отдельно разрешаемых пятен, то можно определить число кристаллов, создающих дифракционную картину. Когда в электронном микроскопе исследуют тонкие фольги, то используют освещающий пучок диаметром до 10—20 мк, при этом исследовать можно участки еще меньшей площади — до 0,2 мк² (о методе микродифракции см. гл. 2, § 1), так что мы имеем дело главным образом с точечными электронограммами от монокристаллов.

Электронограммы довольно просто индцировать, если применить закон зон и использовать методы стереографической или



Фиг. 18. Соотношение между расстоянием r пятна от центра электронограммы и межплоскостным расстоянием d в кристалле.

$$dr = \lambda L - \text{постоянная прибора.}$$

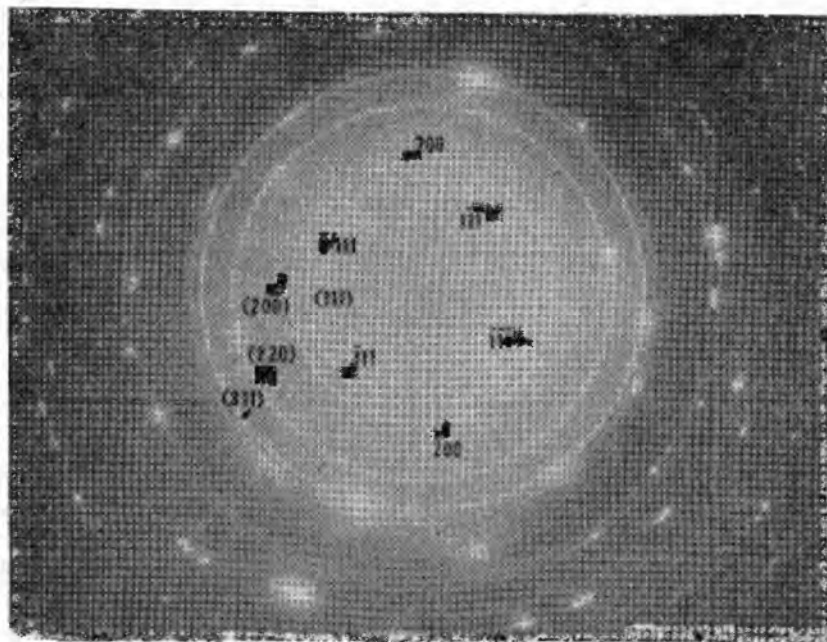
другой стандартной кристаллографической проекции (см. приложение А). Но иногда полезно предварительно определить постоянную дифракционного прибора, представление о которой дает фиг. 18. Если образец AB находится на расстоянии L от фотопластины O^* , а r^* — пятно на фотопластинке от пучка Or^* , отраженного под брэгговским углом, ясно, что дифракционная картина в плоскости O^*r^* представляет собой увеличенное изображение плоскости PQ обратной решетки. Так как отрезок PQ есть расстояние точки Q от нулевого узла обратной решетки, его длина равна d^{-1} , где d — расстояние между плоскостями hkl , дающими отражение r^* на пластинке. Вследствие подобия треугольников OQP и Or^*O^* и учитывая, что брэгговские углы очень малы, имеем

$$2\theta = \frac{1/d}{1/\lambda} = \frac{r}{L} \quad (1.37)$$

и значит

$$dr = \lambda L; \quad (1.38)$$

λL называется постоянной прибора. В электронном микроскопе L может изменяться с помощью соответствующих линз (см. гл. 3).



Фиг. 19. Кольцевая электронограмма от поликристаллического алюминия, наложенная на точечную электронограмму от монокристалла алюминия.

Величину r легко измерить прямо на фотопластинке и, проиндицировав r^* , установить λL . Сделать это нелегко, если кристаллическая структура неизвестна. Однако если на дифракционную картину от неизвестного кристалла наложить картину от известного, например напыляя небольшое количество вещества на поверхность кристалла, то λL определяется из эталонной электронограммы, и неизвестные рефлексy можно индицировать после того, как установлено, к какому кристаллическому классу принадлежит образец (т. е. к кубическому, гексагональному и т. д.). При работе с тонкими фольгами в большинстве случаев кристаллическая структура уже известна, так что в указанной процедуре нет необходимости. Тем не менее индицирование

электронограмм облегчается при напылении слоя того же самого металла на фольгу. Пример показан на фиг. 19. Электронограмма получена от алюминиевой фольги (точечные рефлексы), на которую нанесен тонкий слой алюминия (кольца). Поскольку значения d для (hkl) отражений алюминия могут быть получены из стандартных таблиц¹⁾, можно подсчитать λL , а затем индцировать рефлексы, как это показано на фиг. 19. Но поскольку положение фотографической пластинки и образца может изменяться для каждой съемки, λL также может изменяться. Постоянная прибора меняется также при изменении тока в линзах, так что λL необходимо определять для каждой электронограммы. Типичный пример индцирования электронограммы дан в приложении А. Как было показано в § 8, дифракция электронов сопровождается многими эффектами, так что необходима большая осторожность при анализе электронограмм. Один из наиболее важных эффектов наблюдается при дифракции на очень тонких кристаллах (атомных размеров), когда может происходить расширение пятен и могут появляться экстра-пятна.

§ 13. ОБРАТНОЕ ПРОСТРАНСТВО ДЛЯ МАЛЫХ КРИСТАЛЛОВ

1. Введение

Электронограмма состоит из системы пятен, соответствующих тем узлам обратной решетки, которые пересекает сфера отражения. Эти пятна имеют индексы, соответствующие дозволеним (структурным факторам) отражающим плоскостям в кристалле. Однако, когда рассматривается интенсивность отражений, оказывается, что узел обратной решетки вовсе не является точкой, а имеет размер и форму, зависящие, главным образом, от геометрии (внешней формы) кристалла [13]. Чтобы определить форму узла обратной решетки, необходимо подсчитать интенсивность дифрагированных электронов. Используем для этого кинематическую теорию дифракции, в которой рассматривается только один дифрагированный пучок. Для удобства возьмем сначала одномерную модель кристалла, т. е. решетку, состоящую из одного ряда элементарных ячеек, так что соблюдаться будет лишь одно из условий Лауэ. Главное предположение кинематической теории состоит в том, что плоская монохроматическая волна отражается кристаллом в направлении, которое несколько отличается от определяемого условием Брэгга (см. § 6 настоящей

¹⁾ См., например, таблицы в книге «Рентгенография в физическом металловедении», М., 1961. — Прим. ред.

главы). Необходимо далее предположить, что толщина кристалла достаточно мала и, следовательно, можно пренебречь вторичным отражением или поглощением.

2. Интенсивность дифрагированных пучков

Если волна интенсивностью I_0 направлена параллельно ряду элементарных ячеек, то каждая ячейка ряда будет рассеивать часть I_0 , так что получится некоторое угловое распределение интенсивности I рассеянных волн относительно направления падающей волны. В кинематическом приближении интенсивность рассеянных волн мала по сравнению с I_0 , так как направление рассеяния отличается от направления, определяемого точным брэгговским условием. Это означает, что ряд элементарных ячеек рассеивает не в фазе. В любом заданном направлении амплитуда дифрагированной волны представляет собой результат наложения всех волн, рассеянных каждой элементарной ячейкой, в данной точке, т. е. в точке обратной решетки, соответствующей действующему отражению. Величина общей амплитуды зависит от соотношения фаз индивидуальных волн.

Используя представление об обратной решетке и строя сферу отражения, получаем условия дифракции, как показано на фиг. 20, где PP' — тонкий столбик кристалла длиной l , толщиной в элементарную ячейку, содержащий n элементарных ячеек в направлении падающего луча; 2θ — точный брэгговский угол, соответствующий узлу обратной решетки r^* , и $d\theta$ — отклонение от этого угла. Предполагается, что каждая элементарная ячейка содержит только одну рассеивающую точку, как на фиг. 9. Ясно, что для получения дифракционной картины узел r^* должен быть размыт в направлении, параллельном столбику, на некоторую величину s , достаточную для пересечения (в точке R) со сферой отражения. Это и показано в сильно утрированном виде на фиг. 20.

Амплитуду колебаний, рассеянных столбиком и не совпадающих по фазе, можно подсчитать с помощью выражения (1.18). Тогда фаза φ , в соответствии с фиг. 20, становится равной $2\pi(g + s) \cdot r_n$; следовательно, для единичной амплитуды падающей волны и для элементарных ячеек, расположенных с единичным интервалом вдоль столбика, амплитуда волны, дифрагированной столбиком, равна

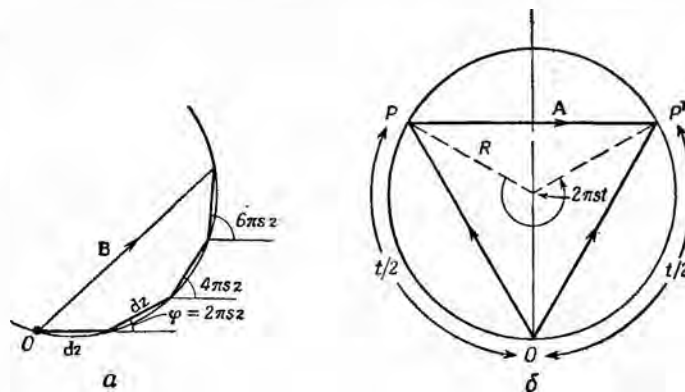
$$A = \sum_n f_n \exp[2\pi i (g + s) \cdot r_n], \quad (1.39)$$

где f_n — фактор рассеяния электронных волн содержимым элементарной ячейки, расположенной в точке r_n столбика [выраже-

по всем направлениям. Однако вследствие интерференции пучков, рассеянных соседними столбиками в кристалле, пучки на нижней его поверхности будут сконцентрированы в малом угловом диапазоне вокруг направления, соответствующего узлу обратной решетки для данного дифрагированного пучка. Полную интенсивность рассеяния столбиком в этом малом угловом диапазоне можно получить путем подсчета средней интенсивности на единицу площади поперечного сечения столбика конечной толщины и интегрирования интенсивности рассеяния по сфере отражения. Интенсивность, подсчитанная таким путем, выражается [14] в виде

$$I = \frac{f^2}{k_0^2 V^2 \cos^2 \theta} \frac{\sin^2(\pi t s)}{(\pi s)^2}, \quad (1.44)$$

где $k_0 = \lambda^{-1}$ — волновое число падающей электронной волны (фиг. 20), V — объем элементарной ячейки и θ — угол отражения. Так как θ составляет $1-2^\circ$, столбик на фиг. 20 можно считать параллельным первичному пучку, и в последующем обсуждении, в связи с идентичностью выражений (1.43) и (1.44), в выражении (1.44) мы опустим коэффициент пропорциональности.

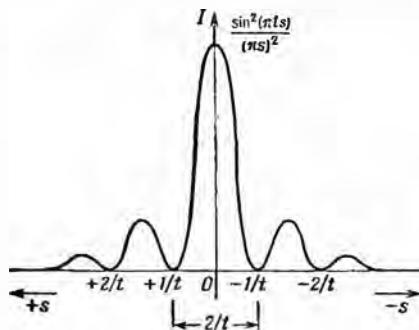


Фиг. 21. Суммирование амплитуд волн, рассеянных рядом элементарных ячеек столбика (см. фиг. 20) (по Хиршу и др. [14]).

a — амплитудно-фазовая диаграмма для первых трех амплитуд рассеяния; b — амплитудно-фазовая диаграмма для совершенного кристалла толщиной t .

Расчет интенсивности рассеяния можно также представить в форме амплитудно-фазовых диаграмм (см. § 9 настоящей главы). Если элементарные ячейки расположены в столбике с интервалом, равным единице, и если они рассеивают в фазе (условие отражения строго соблюдается), то амплитудно-фазовая диаграмма будет прямой линией, так как фазовый угол между

последовательно отраженными волнами равен 2π . Однако при небольшом отклонении направления рассеяния от направления, соответствующего точному условию Брэгга (как в случае, показанном на фиг. 20), ячейки столбика уже не будут рассеивать в фазе, и для элемента столбика, лежащего на глубине между z и $z + dz$ в направлении t , амплитуда будет пропорциональна dz , а фазовый угол равен $2\pi sz$. Амплитудно-фазовая диаграмма будет теперь построена с помощью набора векторов, представляющих амплитуды волн, рассеянных каждым элементом, но каждый вектор будет повернут по отношению к предшествующему вектору на фазовый угол $2\pi sz$. Результирующая амплитуда B для первых трех элементов столбика приведена на фиг. 21, а. Полная амплитудно-фазовая диаграмма для столбика (считая началом его центр) представляет собой, таким образом, круг радиуса $R = (2\pi s)^{-1}$. Результирующая амплитуда $A = PP'$ приведена на фиг. 21, б: OP и OP' представляют собой амплитуды рассеяния верхней и нижней половинами столбика, показанного



Фиг. 22. Распределение интенсивности вблизи узла обратной решетки, согласно кинематической теории (по Хиршу и др. [14]).

на фиг. 20. Соответствующий центральный угол, опирающийся на дугу окружности, равен тогда $2\pi ts$. Длина хорды PP' , т. е. результирующая амплитуда A , равна удвоенному радиусу, умноженному на синус половины центрального угла. Следовательно,

$$A = \frac{2}{2\pi s} \sin\left(\frac{2\pi ts}{2}\right). \quad (1.45)$$

Отсюда интенсивность равна

$$I = \frac{\sin^2(\pi ts)}{(\pi s)^2},$$

что совпадает с выражением (1.43). Выражение (1.43) показывает, что интенсивность

дифрагированной волны меняется с глубиной в кристалле синусоидально — обстоятельство, давно известное для динамического случая [14].

На фиг. 22 изображена зависимость интенсивности I от s , т. е. кинематическое распределение интенсивности в окрестностях узла обратной решетки. На языке амплитудно-фазовой диаграммы главный максимум соответствует n векторам dz , лежащим вдоль прямой линии, т. е. $s = 0$. Первый минимум соответствует полному обороту на фиг. 21, б, отвечающему $s = \pm 1/t = \pm (t_0)^{-1}$. Длина волны колебаний интенсивности рав-

на, таким образом, $t'_0 = s^{-1}$, так что с каждым последующим изменением глубины в кристалле на t'_0 интенсивность рассеяния становится равной нулю, т. е. происходит погасание. Этот результат будет представлять для нас особый интерес, когда мы подойдем к рассмотрению происхождения контрастов на изображениях, полученных с помощью электронного микроскопа (см. гл. 2).

Первый дополнительный («побочный») максимум на фиг. 22 отвечает повороту амплитудно-фазовой диаграммы на фиг. 21 б на полтора оборота. С увеличением разности фаз между векторами, изображающими амплитуды волн, рассеянных рядом ячеек, т. е. по мере увеличения s , радиус амплитудно-фазовой диаграммы уменьшается и при $s = 1/t$ достигается наименьшая величина главного максимума; с этого момента векторы амплитудно-фазовой диаграммы будут вновь разворачиваться (растет побочный максимум), пока разность в фазе между следующими друг за другом атомами не станет опять равной нулю. Это соответствует разности хода лучей, равной двум длинам волн. В этом положении возникнет другой основной максимум. Ширина главного максимума равна, таким образом, $2/t$ и соответствует полосе в обратном пространстве, вытянутой вдоль направления t (см. фиг. 20).

Величина s уменьшается для более толстых кристаллов, т. е. для больших t , и тогда становятся важными динамические эффекты (см. гл. 2, § 3, п. 3). Следовательно, кинематическая теория применима только для очень тонких кристаллов. Толщины кристаллов, соответствующие кинематическим условиям, ограничиваются всего лишь несколькими сотнями ангстрем (см. гл. 2, § 3, п. 3), однако в электронной микроскопии использование кинематической теории в большинстве случаев кажется оправданным [14].

Результатирующему распределению интенсивности волн, рассеянных отдельными элементами кристалла, отвечает расходимость дифрагированного пучка, имеющего угловую ширину $d\theta$, соответствующую величине $s = 1/t$ (дифракционная ошибка). Этот эффект совершенно аналогичен тому, который имеет место, когда волны проходят через щель шириной t . Ширина $d\theta$, таким образом, определяет разрешающую способность кристалла и, следовательно, размер пятен (т. е. «узлов» обратной решетки) в дифракционной картине. Величину $d\theta$ можно получить из фиг. 20; если r^* — узел обратной решетки — соответствует положению отражающих плоскостей с межплоскостным расстоянием d , то тогда из треугольника O^*r^*R $d\theta = (1/t)/g$, где g — длина вектора обратной решетки O^*r^* , равная по величине $1/d$; следовательно $d\theta = d/t$.

Таким образом, угловая ширина, т. е. размер дифракционного пятна, меньше для меньших d , т. е. для больших углов отражения. Это показывает, что более высокие порядки отражений и более толстые кристаллы дают более резкие дифракционные пятна. Для аксиального освещения величина $d\theta$ зависит только от этих факторов. Однако в электронном микроскопе (или в электронографе) вследствие фокусирующего действия конденсорной линзы освещающий пучок сходится на образце. В результате имеется некоторый угловой разброс падающих электронов, дающий возможность некоторого выбора углов отражения. Но этот разброс (угол сходимости пучка) мал по сравнению с углом $2-3^\circ$, необходимым для появления многих порядков отражения на электронограмме. Результирующая расходимость изменяется тогда от $s_{\min}$ до $s_{\max}$ для каждого составного пучка, отраженного данной плоскостью.

Поясним это следующим образом. Для каждого данного угла падения α_1 величина s является минимальной только тогда, когда выполняется условие Лауэ, т. е. когда $a(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2)$ равно целому числу длин волн. Если α_1 отличается от точного брэгговского угла, то изменяется и оптимальная разность хода, а значит, изменяется и величина α_2 , отклоняясь от максимума. Если продифференцировать уравнение Лауэ по α_1 и λ , то станет ясно, что изменение α_1 на $d\alpha_1$ будет обратно пропорционально $\sin \alpha_1$. Максимальное разрешение атомного ряда, таким образом, получается при углах падения $\alpha_1 = \pi/2$, а минимальное — при $\alpha_1 = 0$, т. е. для атомных рядов, параллельных пучку. Таким образом, вообще говоря, малой области углов $d\alpha_1$ в сходящемся пучке будет соответствовать область величин s , равная $ds = (d/t)d\theta$. В электронных микроскопах, имеющих двойной конденсор (см. гл. 3, § 5, п. 3), угловую ширину пучка можно уменьшить с помощью расфокусировки второго конденсора. Минимальная величина расходимости пучка получается тогда $\sim 10^{-3}$ рад, т. е. на порядок величины меньше, чем брэгговские углы отражения электронов металлами. Подобный эффект получается при прохождении единственной падающей волны через толстый кристалл, так как локальная разориентировка изменяет величину s для последовательно отраженных волн вдоль длины колонки. К этому вопросу мы вернемся в гл. 2 в связи с рассмотрением эффектов контраста на изображениях.

Определим теперь угловую ширину 2α прошедшего пучка, для которого угол отражения α_2 равен нулю. Этот пучок соответствует рассеянию от элементарных ячеек, лежащих параллельно пучку. Так как угол α_1 также равен нулю, сдвиг фаз δ между волнами, рассеянными последовательно расположенными ячейками, разделенными единичными интервалами, полу-

чается подстановкой $\alpha_1 = 0$ в уравнение Лауэ (1.20), т. е.

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} (1 - \cos \alpha). \quad (1.46)$$

Заменяя $\cos \alpha$ на $2 \sin^2 \alpha/2$, мы можем переписать (1.46):

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} 2 \sin^2 \frac{\alpha}{2}, \quad (1.47a)$$

$$\delta \approx \frac{\pi \alpha^2}{\lambda}. \quad (1.47b)$$

Так как в формуле (1.43) интенсивность выражена полуразностями фаз, подставляя $2\pi s = \pi \alpha^2/\lambda$, получаем¹⁾:

$$I = \frac{\sin^2 (\pi t \alpha^2 / 2\lambda)}{(\pi \alpha^2 / 2\lambda)^2}. \quad (1.48)$$

Условием для первого минимума, очевидно, является $t \alpha^2 / 2\lambda = 1$, т. е.

$$\alpha = \sqrt{\frac{2\lambda}{t}}. \quad (1.49)$$

Таким образом, общая угловая ширина 2α равна $\sqrt{8\lambda/t}$. Это говорит о том, что дифракционные максимумы для атомных рядов, параллельных пучку, размазаны; с увеличением угла отражения другие максимумы постепенно становятся резче. Таким образом, на всех электронограммах, снятых в электронном микроскопе на просвет, центральное пятно — самое широкое. Отсюда понятно, почему при съемке тонких кристаллов дифракционные максимумы от рядов, параллельных пучку, т. е. круги на фиг. 13, не разрешаются.

3. Влияние геометрии кристалла

В предыдущем пункте мы рассмотрели только поведение отдельного столбика рассеивающих центров. Для исследования поведения всего кристалла необходимо принять во внимание влияние его формы. В принципе можно оценить рассеяние от кристалла любой формы, используя описанный ранее метод [13]. Рассмотрим кристалл — параллелепипед, состоящий из многих ячеек единичного объема вдоль осей x, y, z . Если воспользоваться выводом формулы (1.43), то получим общую интенсивность рассеяния вдоль трех осей

$$I \approx \frac{\sin^2 (\pi t_1 s_1)}{(\pi s_1)^2} \frac{\sin^2 (\pi t_2 s_2)}{(\pi s_2)^2} \frac{\sin^2 (\pi t_3 s_3)}{(\pi s_3)^2}, \quad (1.50)$$

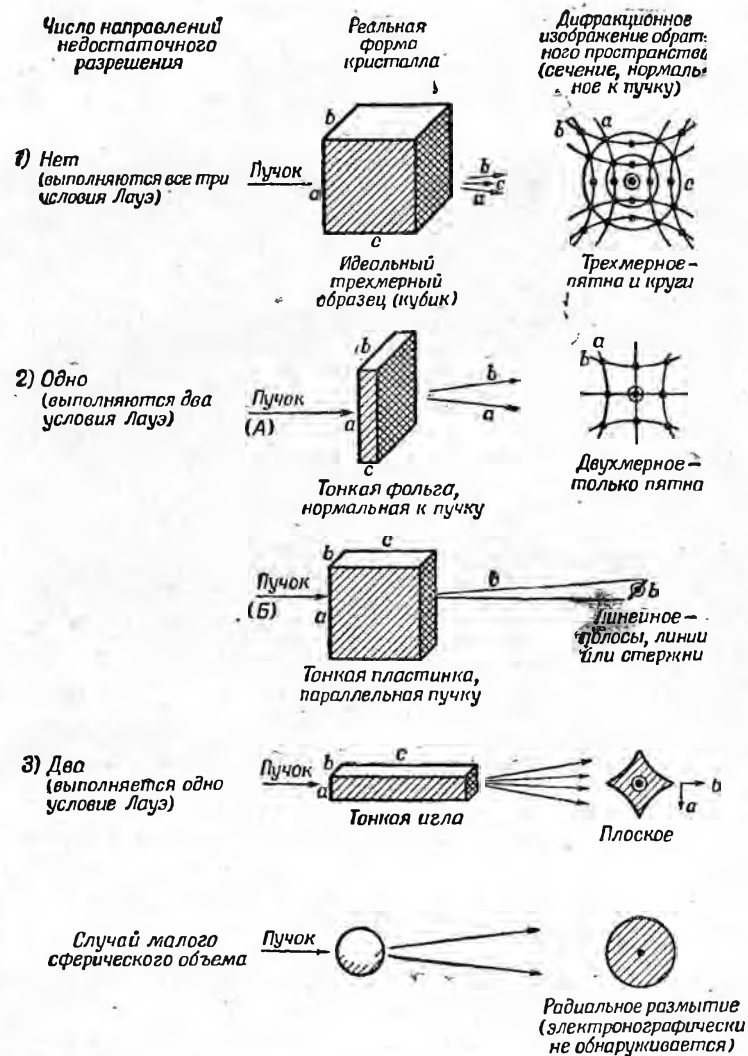
¹⁾ Мы выбрали единичное расстояние между ячейками так, чтобы разность фаз была равной $2\pi s$ рад; для ячеек, находящихся на расстоянии a , разность фаз равна $2\pi s a$ рад.

где s_1, s_2, s_3 — отклонения от точки обратной решетки вдоль направлений a^*, b^*, c^* в обратном пространстве, а t_1, t_2, t_3 — протяженность кристалла в направлениях трех осей. Максимальная величина интенсивности рассеяния, определяемой равенством (1.50), получается для $s_1 = s_2 = s_3 = 0$, т. е. $(t_1 t_2 t_3)^2$.

Так как $(t_1 t_2 t_3)$ представляет собой объем кристалла, построенного из элементарных ячеек единичного объема, максимальная величина интенсивности есть квадрат общего числа ячеек в кристалле. Для заданных расстояний s_1, s_2, s_3 от узла обратной решетки наибольшая интенсивность получается вдоль обратных осей, т. е. интенсивность падает наименее быстро в направлениях, нормальных к граням кристалла. Поэтому каждая плоская грань кристалла представляется в обратном пространстве стержнем или полосой. Направление стержня перпендикулярно грани. Чем меньше величины t_1, t_2, t_3 , тем ниже интенсивность и больше длина s полосы, так как s обратно пропорционально t . Таким образом, для очень малых кристаллов узлы обратной решетки всегда вытянуты в направлении малого размера кристалла. Чтобы узлы обратной решетки последовательных порядков образовывали полосу, очевидно, s должно равняться межплоскостному расстоянию, т. е. кристалл должен иметь размеры одной элементарной ячейки.

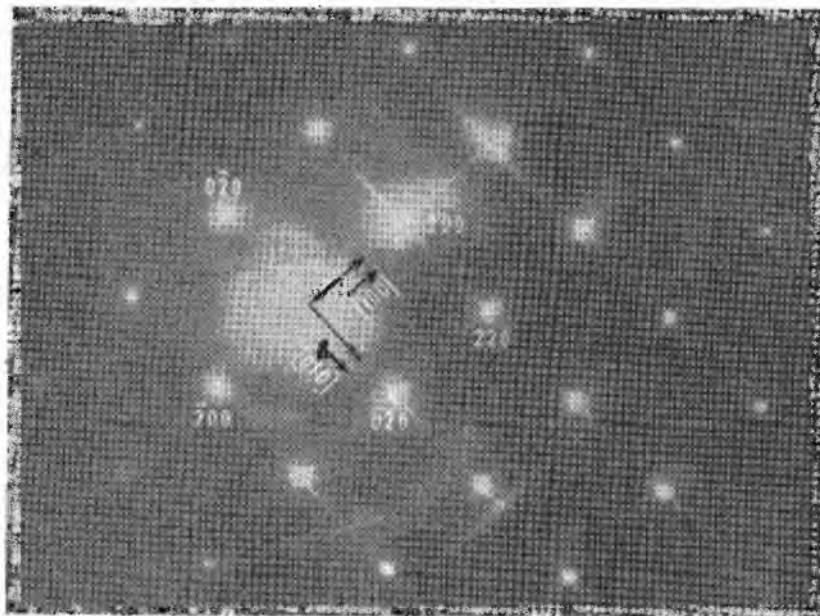
Если кристалл имеет форму пластинки с t_2 и $t_3 > t_1$ (например, обычная тонкая фольга) и t_1 лежит вдоль оси z , параллельной электронному пучку, то наибольшая интенсивность будет в обратном пространстве в направлении оси c^* , т. е. вдоль линии, параллельной электронному пучку; иными словами, размытие узла будет перпендикулярно фотопластинке, расположенной нормально к пучку. Таковы условия, изображенные на фиг. 20. Такие полосы иногда называют «обратными стержнями» (rel-rods). Если толщина кристалла с гранецентрированной кубической решеткой равна лишь одной ячейке (в направлении пучка), например вдоль оси куба $[001]$, то узел (111) обратной решетки на фиг. 14, б удлиннен настолько, что пересекает сферу отражения в точке (110) . В этом случае на электронограмме появляется рефлекс с индексами (110) , запрещенный структурным фактором.

Из сказанного выше понятно, что характерные эффекты двумерной дифракции на электронограммах кристаллов (например, на фиг. 16) являются следствием значительного растяжения узлов обратной решетки в направлении толщины образца, т. е. параллельно падающему пучку. Это означает, что соответствующее условие Лауэ ослаблено. Если толщина кристалла мала (порядка периода решетки кристалла) в направлении, перпендикулярном пучку, то на электронограмме будут наблюдаться



Ф и г. 23. Сводка основных дифракционных эффектов, связанных с размерами и формой кристаллов (по Гейслеру и Хиллу [15]).

полосы, параллельные этому направлению. Аналогично, если кристалл игольчатой формы лежит параллельно пучку, узел обратной решетки растянется в плоскости сферы отражения в полосы, вытянутые в направлениях t_2 и t_3 параллельно a^*



Фиг. 24. Полосы на электронограмме сплава Al—4% Si, связанные с присутствием зон Гинье—Престона I—пластинок толщиной в 1—2 атома.

Зоны образуются по плоскостям {100}. Ориентировка фольги [001], полосы параллельны [100] и [010]. Дифракционные эффекты соответствуют условию 2Б на фиг. 23. (Микроэлектронограмма получена в электронном микроскопе с участка, подобного показанному на фиг. 133, гл. 5.)

и b^* . При этом на месте узла обратной решетки может возникнуть плоскость интенсивности, которая иногда называется «обратной плоскостью». Рассуждая точно так же, можно показать, что для сферических кристаллов интенсивность пропорциональна диаметру кристалла [13]. Следовательно, в случае малых сферических образцов узлы обратной решетки размываются в радиальных направлениях. Все эти эффекты схематически показаны на фиг. 23.

Одномерная дифракция не наблюдалась в чистых металлах. Она может иногда наблюдаться, если деформация кристалла привела к образованию множества дефектов упаковки или

тонких двойников. Чаше эти эффекты находят в некоторых сплавах, в которых возникают малые области сегрегации или ближнего порядка [15]. Хорошо известным примером является образование зон Гинье — Престона в сплаве $\text{Al} - 4\% \text{ Cu}$ (см. также гл. 5, фиг. 133). Эти зоны (пластинки меди толщиной в один-два атомных слоя) лежат в плоскостях $\{100\}$. Если кристалл ориентирован так, что пучок параллелен оси куба, то наблюдаются непрерывные полосы, проходящие через узлы $\{200\}$ обратной решетки в направлении $\langle 200 \rangle$. Таким образом, при ориентировке фольги $[001]$ полосы в обратном пространстве проходят параллельно $[010]$ и $[100]$, как показано на фиг. 24. Многочисленные примеры подобных дифракционных эффектов для рентгеновских лучей приведены Гинье [16].

Нами рассмотрены некоторые особенности соотношения дифракционной картины и объекта и показано, что электронограмма может дать много сведений о размерах, форме и ориентировке кристалла. Но для завершения картины следует рассмотреть и другие дифракционные эффекты, которые могут встретиться при исследовании металлов. Этим эффектам посвящены следующие параграфы настоящей главы.

§ 14. ОСОБЫЕ СЛУЧАИ ЭЛЕКТРОННОЙ ДИФРАКЦИИ

1. Дефекты упаковки

Принимая во внимание предыдущее обсуждение, следует ожидать, что искажения в кристалле изменят электронно-дифракционную картину. Если нарушается только прямой пучок, то это означает, что искажение распространяется на весь кристалл; если нарушаются только определенные дифрагированные пучки, например в результате смещений в решетке, то можно выяснить, в каких именно плоскостях имеется искажение. В данном параграфе мы рассмотрим кристалл, искажения в котором вызваны ошибками в порядке упаковки определенных плоскостей.

В гранецентрированных кубических кристаллах дефект упаковки встречается, когда нарушается последовательность упаковки $ABCABC$ и т. д. плоскостей (111) (см. также гл. 5, § 2, п. 1 и 14). Нарушение можно получить путем удаления или добавления целой плоскости (111) или части ее, либо путем сдвига кристалла в направлении $\langle 112 \rangle$. В результате образуется тонкий слой с гексагональной плотноупакованной структурой, в котором ось c лежит в направлении $[111]$. Последовательность

упаковки у дефекта будет тогда типа $ABCABABC$ и т. д. [17]. Используя анализ, подобный описанному в § 9 настоящей главы, Патерсон [18], Уоррен и Вейрекойс [19] показали, что для дефектов упаковки в плоскостях (111) изменению подвергаются рефлексы с $(h+k+l) = 3N \pm 1$, где N — целое число; следовательно, рефлексы (111) , $(2\bar{2}0)$, $(31\bar{1})$ и т. д., так же как и (000) , не изменяются. Велан и Хирш [20] также детально изучили эту проблему для электронно-дифракционной картины и соответствующего ей изображения. Если дефект упаковки получается путем сдвига на $\frac{1}{6} [1\bar{2}1]$ в плоскости (111) , то те узлы обратной решетки, для которых $(h+k+l) = 3N \pm 1$, расширятся и сместятся. Это смещение обусловлено сдвигом фазы φ , равным $\pi/3(h-2k+l)$; он вводится в выражение для рассеянной волны. Возможные значения φ равны 0 или $\pm 2\pi/3$ в зависимости от действующего отражения (т. е. ориентировки кристалла). Ясно, что при $\varphi = 0$ никаких изменений рефлексов (h, k, l) не происходит¹⁾. На электронограмме будут наблюдаться полосы, проходящие через все узлы обратной решетки, для которых $\pi/3(h-2k+l)$ не равно нулю, т. е. через рефлексы с фазовым углом $\pm 2\pi/3$. Эти полосы будут лежать в направлении, перпендикулярном плоскости дефекта, т. е. в $\langle 111 \rangle$. Таким образом, в зависимости от ориентировки кристалла относительно пучка на дифракционной картине будут видны полосы или экстра-пятна²⁾.

Для гексагональных плотно упакованных кристаллов, в которых дефекты упаковки могут встретиться в плоскостях базиса, отражения (00.2) не изменяются, так как расстояние между этими плоскостями не меняется при нарушении порядка упаковки. Поскольку гексагональные индексы HKL и кубические индексы h, k, l связаны соотношениями (см. фиг. 16):

$$H = -\frac{1}{2}(h-k), \quad K = -\frac{1}{2}(k-l), \quad L = (h+k+l), \dots, \quad (1.51)$$

ясно

$$(h-2k+l) = -2(H-K),$$

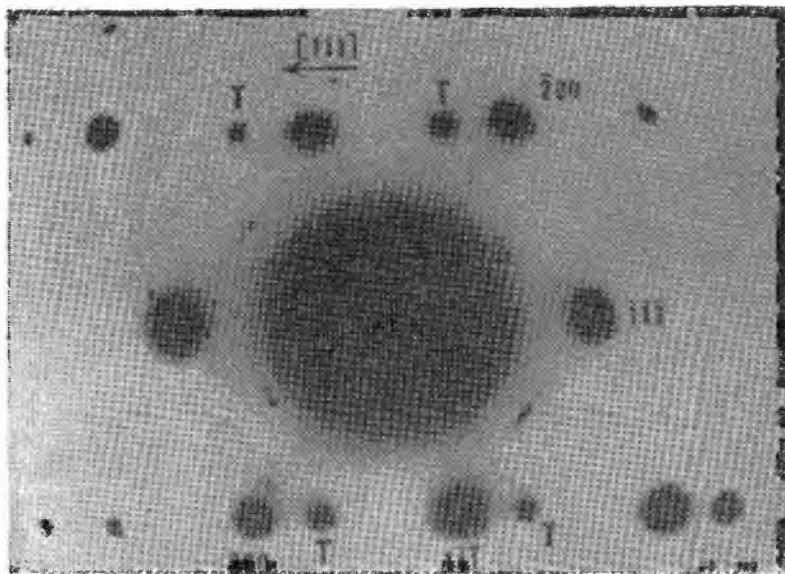
¹⁾ Если атомы в кристалле смещены на вектор $\mathbf{R}$, то φ можно подсчитать для всех типов искажений. В каждом случае для $\varphi = 0$ никаких изменений рефлексов не происходит (см. гл. 5, § 2, п. 14).

²⁾ Аномальные полосы могут появиться на дифракционной картине от сплава, если растворенные атомы собираются на дефекте. В этом случае периодичность может быть нарушена для всех рефлексов вследствие изменения состава. Следовательно, полосы могут проходить через все узлы обратной решетки.

следовательно, разность фаз равна $-2\pi/3(H-K)^{1)}$. Другими словами, отражения от гексагональных решеток не изменяются, если $(H-K) = 3N$, и не зависят от L . Подобный метод будет использован в гл. 5 для объяснения определенных эффектов контраста на изображении, связанных с дефектами упаковки.

2. Двойникование

Дополнительные отражения имеют место также на дифракционных картинах от двойниковых кристаллов. Совершенный



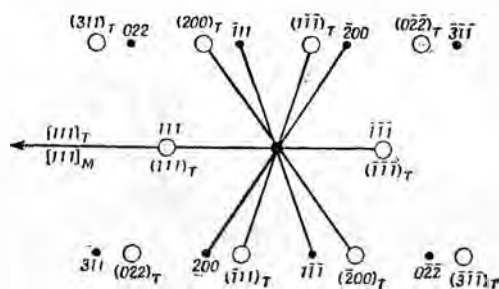
Фиг. 25а. Микроэлектронограмма от сдвойникового гранецентрированного кубического кристалла (сплав Cu—Be).

Отражения от двойника обозначены через T . Полосы связаны с присутствием дисперсных выделений (см. фиг. 143а).

двойник в гранецентрированной кубической решетке соответствует непрерывному ряду дефектов упаковки на каждой плоскости (111) , вследствие чего структура не изменяется, в то

¹⁾ Дефект в базисной плоскости гексагональной плотно упакованной решетки получается путем сдвига на $\frac{1}{3}[\bar{1}1.0]$, что эквивалентно сдвигу на $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{2}1]$ в гранецентрированной кубической решетке.

время как при нарушении упаковки каждой второй плоскости (111) образуется совершенная гексагональная плотно упакованная структура. В кубических решетках двойниковая ориентация решетки получается путем вращения на 180° вокруг любой двойниковой оси $\langle 111 \rangle$. На электронограмме пятна, отвечающие двойнику, будут наблюдаться приблизительно на одной трети расстояния между первичными пятнами несдвоенной решетки, причем картина оказывается повернутой на 180° . На фиг. 25а показан пример микродифракционной картины, полученной от образца сплава $\text{Cu} - 2\% \text{Be}$. Эта картина



Ф и г. 256. Схема микроэлектронограммы, представленной на фиг. 25а.

Светлые кружки — отражения от двойника (T на фиг. 25а). При повороте на 180° вокруг $[111]$ точки и кружки совпадают.

соответствует площади на образце, равной примерно 1 мк^2 , так что первичным пучком освещены только один двойник и прилегающая матрица. Путем индирования методом, описанным в приложении А, можно проанализировать электронограмму, как показано на фиг. 256. Из последней ясно, что имеют место следующие ориентационные соотношения:

плоскость (111) двойника параллельна плоскости (111) матрицы,

направление $[011]$ двойника параллельно направлению $[011]$ матрицы

и что вращение на 180° вокруг направления $[111]$ приведет к совпадению рефлексов от двойника и матрицы.

3. Двойная дифракция

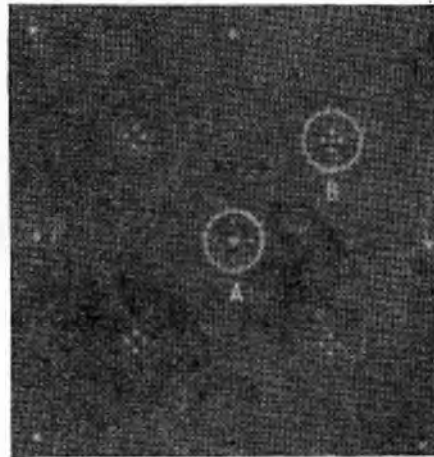
При динамическом рассеянии дифрагированный пучок, проходя через образец, может снова претерпевать дифракцию, в результате чего возникают отражения, запрещенные структурным фактором. В этих условиях дифракция характеризуется значительной интенсивностью основных рефлексов. Например,

если пучок, отраженный от плоскости $(h_1 k_1 l_1)$, вновь отражается от плоскости $(h_2 k_2 l_2)$, на дифракционной картине появляются дополнительные рефлексы, имеющие индексы $(h_1 \pm h_2, k_1 \pm k_2, l_1 \pm l_2)$.

Сверхструктуры, или упорядоченные структуры в сплавах, также дают дополнительные рефлексы на дифракционной картине. Если атомы одного сорта в сверхструктуре преимущественно располагаются в определенных плоскостях, то атомы другого сорта будут располагаться в соседних плоскостях. Таким образом, появятся отражения, которые для неупорядоченного сплава запрещены структурным фактором. Например, если

Ф и г. 26. Сверхструктурные отражения от CuAu II (по Глоссопу и Пэшли [21]).

Заметьте расщепление рефлексов $\{200\}$ и появление спутников (см. также Фиг. 148, гл. 5). Светлопольное изображение образуется первичным пучком (A), темнопольное — рефлексами (B).



в гранецентрированной кубической решетке упорядочение атомов с различными факторами рассеяния происходит по чередующимся плоскостям $\{100\}$, то при благоприятной ориентировке кристалла на дифракционной картине можно наблюдать сверхструктурные отражения $\{100\}$, $\{300\}$, $\{500\}$ и т. д. На фиг. 26 представлена дифракционная картина от упорядоченной структуры CuAu II (см. также фиг. 148, гл. 5). Группы из четырех пятен являются сверхструктурными рефлексами; расщепление каждого пятна на четыре спутника является прямым следствием периодичности в расположении доменных границ упорядочения с интервалом $20 \text{ \AA}$ [21].

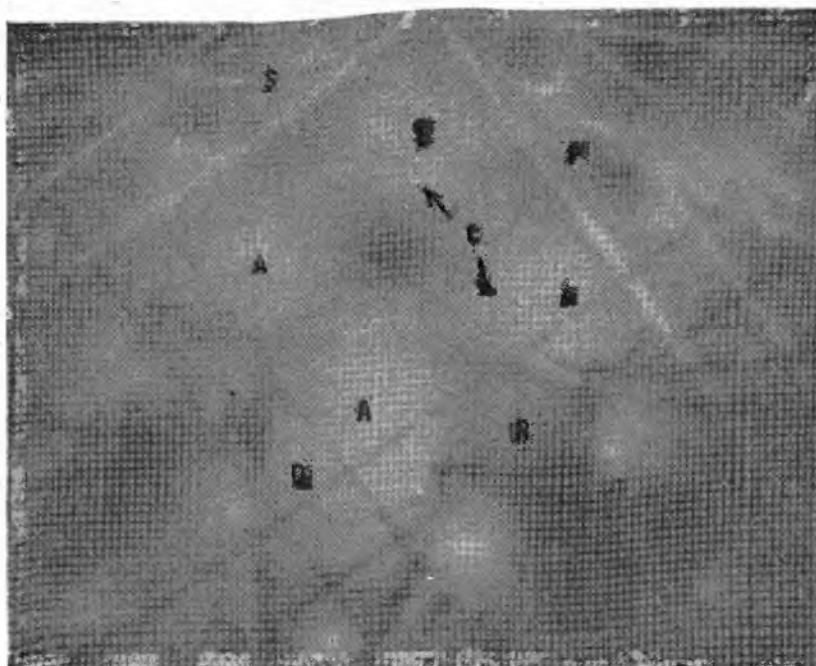
Если два кристалла с параллельными решетками, имеющими близкие периоды, наложены друг на друга, то пучок, дифрагированный на первом кристалле, затем дифрагирует на втором, в результате чего около основных рефлексов возникают двой-

ные дифракционные пятна. Такие дифракционные эффекты подобны показанным на фиг. 26, кроме того они представлены на фиг. 124 в гл. 5. Если эти дважды дифрагированные пучки вновь соединить так, чтобы можно было получить изображение образца, то получится муаровый узор, на котором можно разрешить увеличенное изображение плоскостей решетки [22]. Это явление обсуждается далее в гл. 2 на примерах, приведенных в гл. 5 (см. также книгу Гилда).

4. Линии Кикучи

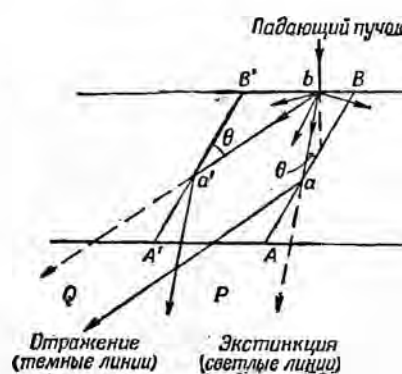
С увеличением толщины образца дифракционная картина изменяется: система отдельных пятен (двумерная дифракция) переходит в семейство пятен, расположенных по окружностям (трехмерная дифракция); в последнем случае выполняются все три условия Лауэ (см. фиг. 13). Очень часто в более толстых пленках могут наблюдаться пары темных и светлых линий, как, например, показанные на фиг. 27а. Эти линии, называемые линиями Кикучи, образуются в результате неупругого рассеяния электронов. Рентгеновские лучи дают аналогичные линии, известные как линии Косселя [13].

В качестве наиболее удобного способа описания линий Кикучи, несмотря на то, что эти линии появляются в результате динамического рассеяния [2], используют геометрические построения, впервые предложенные Кикучи [23]. Предположим, что электроны, входя в кристалл, не претерпевают немедленного когерентного рассеяния, а рассеиваются только неупруго. Однако некоторые из этих электронов встречаются с плоскостями внутри кристалла под брэгговским углом и, следовательно, отражаются. Будем считать, что плоскости AB и $A'B'$ на фиг. 27б являются отражающими плоскостями; некоторые из неупруго рассеянных электронов, которые должны были бы выйти из кристалла в направлении P , отражаются в направлении Q , если они встречаются с плоскостью AB под брэгговским углом θ . С другой стороны, часть электронов, которая должна была бы выйти в направлении Q , подобным образом отражается от плоскости $A'B'$ в направлении P . Поскольку электроны, отраженные от AB , претерпевают меньшее отклонение ab при первом рассеянии, число их больше, чем число электронов, отклоненных в направлении вдоль $a'b$. Следовательно, имеется избыток электронов в направлении Q и недостаток — в направлении P . Направления отражений образуют конусы с осью, перпендикулярной плоскости AB , и углами при вершине, равными $(\pi - 2\theta)$. Эти конусы пересекают экран (или фотопластинку) по гиперболам, которые, как мы видели в случае электронов,



Ф и г. 27а. Линии Кикучи на электронограмме толстой фольги MgO.

Обратите внимание на пары темных (Q или R) и светлых (P или S) линий (см. фиг. 27б) и на большую интенсивность дифрагированных пучков A и прямого пучка B по сравнению с отражениями более высоких порядков. Пятна C — результат двойной дифракции.



Ф и г. 27б. Схема, поясняющая происхождение линий Кикучи [23].

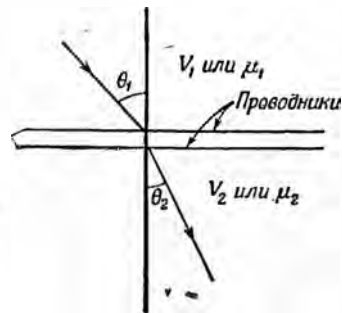
где длина волны λ очень мала, очень близки к прямым линиям. Угол между P и Q равен 2θ , поэтому расстояние S между темными и светлыми линиями на пластинке равно

$$S = 2\theta L = \frac{n\lambda L}{d},$$

где λL — постоянная прибора, n — порядок отражения и d — межплоскостное расстояние. Следовательно, оказывается возможным определить ориентировку кристалла. Для $n > 1$, очевидно, будет наблюдаться несколько пар темных и светлых линий (фиг. 27а). Ясно, что, если отражающие плоскости параллельны электронному пучку, никакого эффекта не должно быть, так как отражение в обе стороны должно быть одинаковым. Однако в этом случае появляется полоса усиления, края которой находятся приблизительно там, где были бы линии, если слегка наклонить первичный пучок. Чтобы объяснить этот факт, а также распределение интенсивности на дифракционной картине (например, обратите внимание на интенсивные дифракционные пятна A на фиг. 27а), необходимо использовать динамическую теорию электронной дифракции, подробное рассмотрение которой дано Пинскером [2].

§ 15. ПРЕЛОМЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОНОВ

Изгиб электронных пучков может произойти при прохождении ими среды с переменным показателем преломления, например вследствие изменения потенциала поля [2] (аналогично



Ф и г. 28. Преломление электронов при переходе из области с потенциалом V_1 в область с потенциалом V_2 (по Холлу [6]).

Потенциал изменяется резко благодаря наличию двух проводников.

явлению преломления света). Например, показатель преломления μ при изменении потенциала поля от V_1 до V_2 (фиг. 28) равен

$$\mu = \frac{\mu_1}{\mu_2} = \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2} = \frac{V_1}{V_2} = \frac{\lambda_1}{\lambda_2}. \quad (1.52)$$

В результате изменения длины волны угол отражения от системы плоскостей в кристалле изменится и закон Брэгга приобретет вид

$$n\lambda_2 = 2d \sin \theta_2, \quad (1.53a)$$

или

$$n\lambda_1 = 2d \sqrt{\mu^2 - \cos^2 \theta_1}. \quad (1.53b)$$

Отсюда следует, что

$$\sin^2 \theta_1 = \frac{n^2 \lambda_1^2}{4d^2} - (\mu^2 - 1). \quad (1.54)$$

Пучок, отраженный внутри кристалла, сможет выйти из него только в том случае, если $\sin^2 \theta_1 > 0$; иными словами, если

$$\frac{n^2 \lambda_1^2}{4d^2} < (\mu^2 - 1), \quad (1.55)$$

отражения не будет. Такие условия могут возникнуть в кристаллах, ограниченных фасетками сколов с низкими индексами и очень гладкими, но этот эффект несуществен в просвечивающей электронной микроскопии. Резкое изменение потенциала, показанное на фиг. 28, практически никогда не реализуется, и, поскольку изменение потенциала в пространстве происходит непрерывно, в данном случае закон преломления не столь применим, как его аналог в классической оптике (закон Снелла) [3, 4].

§ 16. ВЫВОДЫ

До сих пор мы касались взаимодействий, имеющих место при прохождении пучка электронов сквозь кристалл, и рассматривали те важные факторы, которые влияют на формирование и интенсивность дифрагированных пучков. Электронное изображение, полученное с помощью микроскопа, представляет собой увеличенную электронно-дифракционную картину, и, следовательно, все, что мы говорили относительно разрешения дифракционной картины, равным образом применимо и к разрешению структуры, вызывающей появление этой картины. Здесь особо важную роль играет ориентировка кристалла относительно первичного пучка. Поэтому нашим следующим шагом является рассмотрение соотношения между дифракционной картиной и изображением, что и является предметом следующей главы.

ЛИТЕРАТУРА¹⁾

1. Broglie L. de, Phil. Mag., **47**, 446 (1924).
2. Пинскер З. Г., Дифракция электронов, М.—Л., 1949.
3. Born M., Wolf E., Principles of Optics, London, 1959.
4. Jenkins F. A., White H. E., Fundamentals of Optics, New York, 1950.
5. Brillouin L., Wave Propagation in Periodic Structures, New York, 1946. (Имеется перевод 2-го издания: Бриллюэн А. и Пароди М., Распространение волн в периодических структурах, ИЛ, 1959).
6. Hall C. E., Introduction to Electron Microscopy, New York, 1953.
7. Von Borries B., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy 1954 (Roy. Mic. Soc., London, 1956, p. 9).
8. Lenz F., Zs. Naturforsch., **9a**, 185 (1954).
9. Bragg W. L., Proc. Camb. Phil. Soc., **17**, 43 (1913).
10. Mott N. F., Massey H. S. W., Theory of Atomic Collisions, Oxford, 2nd Ed., 1949.
11. Bragg W. L., The Crystalline State, **1**, p. 254, London, 1933.
12. Ibers J. A., Acta Cryst., **11**, 178 (1958).
13. Wilson A. J. C., X-Ray Optics, London, 1949, p. 25.
14. Hirsch P. B., Howie A., Whelan M. J., Phil. Trans. Roy. Soc., **A252**, 499 (1960).
15. Geisler A. H., Hill J. K., Acta Cryst., **1**, 238 (1948).
16. Guinier A., Solid State Physics, vol. 9, New York, 1959, p. 293.
17. Frank F. C., Phil. Mag., **42**, 809 (1951).
18. Paterson M. S., Journ. Appl. Phys., **23**, 805 (1952).
19. Warren B. E., Warekois E. P., Acta Met., **3**, 473 (1955).
20. Whelan M. J., Hirsch P. B., Phil. Mag., **2**, 1121, 1303 (1957).
21. Glossop A. B., Pashley D. W., Proc. Roy. Soc., **A250**, 132 (1959).
22. Menter J. W., Proc. Roy. Soc., **236**, 119 (1956).
23. Kikuchi S., Japan. Journ. of Phys., **5**, 83 (1926).
24. Kittel C., Introduction to Solid State Physics, New York, 2nd Ed., 1957. (Имеется перевод: Киттель Ч., Введение в физику твердого тела, М., 1962.)
- 25* Вайнштейн Б. К., Структурная электронография, М., 1956.
- 26*. Вайнштейн Б. К., Айберс Дж. А., Кристаллография, **3**, 416 (1958); **4**, вып. 5 (1959).

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА ПО ОБЩИМ ВОПРОСАМ

- Raether H., Elektroneninterferenzen, статья из Handbuch der Physik, **32**, 443 (1957),
- Thompson G. P., Cochran W., Theory and Practice of Electron Diffraction, London, 1939.

¹⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — Прим. ред.

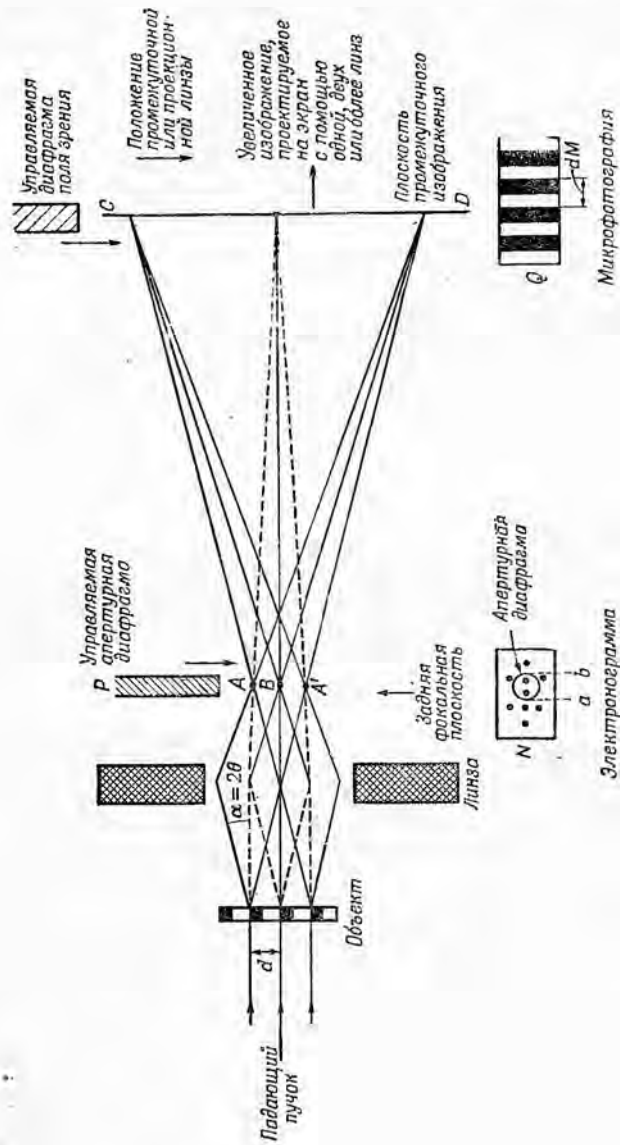
- Mott N. F., Massey H. S. W., Theory of Atomic Collisions, Oxford, 2nd Ed., 1949.
- Born M., Wolf E., Principles of Optics, London, 1959.
- Wilson A. J. C., X-Ray Optics, London, 1949.
- James R. W., Optical Principles of the Diffraction of X-rays, London, 1948.
(Имеется перевод: Джеймс Р., Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, М., 1950.)
- Barrett C. S., Structure of Metals, New York, 1953.
- Henry H. F. M., Lipson H., Wooster W. A., Interpretation of X-ray Diffraction Photographs, London, 1951.
- Guild J., The Interference Systems of Crossed Diffraction Gratings (Theory of Moiré Fringes), Oxford, 1956.

Формирование изображения кристаллов и возникновение на нем контрастов

§ 1. ВВЕДЕНИЕ

Благодаря наличию в электронном микроскопе приспособлений для микродифракции (см. также § 7, гл. 3) переход от микрокартины объекта к его дифракционной картине и наоборот является самой простой операцией. Дифрагированные пучки, появляющиеся при прохождении электронов сквозь кристаллические образцы, играют очень важную роль в формировании изображений, поэтому возможность быстрого перехода от микроизображения к дифракционной картине чрезвычайно существенна. Принцип этой операции иллюстрирует фиг. 29, на которой схематически показан ход лучей через линзу, дающую изображение периодической структуры. Дифрагированные пучки собираются в точку на задней фокальной плоскости линзы AA' . В электронном микроскопе имеется возможность ввести в плоскость промежуточного изображения CD органичивающую диафрагму¹⁾, которая уменьшает изображаемую площадь объекта до $0,2 \text{ мк}^2$. Затем, уменьшая оптическую силу промежуточной (или первой проекционной) линзы, можно получить на конечном экране увеличенное изображение задней фокальной плоскости объективной линзы. При этом получают дифракционную картину от очень малого участка образца. Если оптическую силу промежуточной линзы снова увеличить, то получится изображение того участка объекта, который давал дифракционную картину. Таким путем можно получить все сведения, обычно

¹⁾ Эту диафрагму называют также микродифракционной, или селекторной. — *Прим. ред.*



Ф и г. 29. Схема, поясняющая условия получения изображения периодических структур.

Если период d достаточно велик, а угол α достаточно мал, то дифрагированный пучок A или A' воссоединяется с прямым пучком B , давая увеличенное изображение. Дифракционная картина возникает в задней фокальной плоскости объектива A_1' . N представляет собой дифракционную картину, а ζ — увеличенное изображение части этой картины — пучков A и B .

извлекаемые из дифракционных данных, и легче интерпретировать многие эффекты контраста, наблюдаемые на изображениях кристаллов.

§ 2. ИЗОБРАЖЕНИЕ ПЕРИОДИЧЕСКИХ СТРУКТУР

Механизм формирования изображения зависит в основном от межплоскостных расстояний в решетке кристалла и, значит, от брэгговских дифракционных углов. Прямое изображение плоскостей решетки возможно только тогда, когда межплоскостные расстояния в кристалле достаточно велики, чтобы дифрагированные пучки выходили из кристалла под углом, меньшим апертурного угла¹⁾ изображающей объективной линзы, и следовательно, проходили через апертурную диафрагму. Величина этой диафрагмы определяется разрешающей силой прибора (см. гл. 3). Таким образом, возникает двойная проблема. Мы должны рассмотреть разрешающую силу кристалла (см. гл. 1, § 13) в связи с разрешающей силой прибора. Разрешающей силой кристалла является его способность давать резкую дифракционную картину, которая зависит от таких факторов, как ориентировка и геометрия кристалла. Из-за расходимости дифрагированный пучок выходит из кристалла с некоторым угловым разбросом $d\theta$ (см. фиг. 20) около дифракционного угла 2θ . Этот угловой разброс известен как дифракционная ошибка. В гл. 1 мы видели, что угловой разброс минимален для бесконечно длинных атомных рядов, перпендикулярных первичному пучку, и при аксиальном освещении. Однако поскольку величина $d\theta$ мала по сравнению с 2θ , можно считать, что для первого порядка отражения (как показано на фиг. 29) пучок выходит из кристалла под углом $2\theta \approx \lambda/d$ (как для решетки, см. фиг. 20).

Чтобы дифрагированный пучок мог пройти через диафрагму объективной линзы, угол 2θ должен быть меньше апертурного угла α . Значение α определяется искажениями в линзе, в особенности сферической аберрацией (см. § 3, гл. 3). Когда последняя становится равной дифракционной ошибке, получается оптимальное значение $\alpha = 10^{-2}$ рад. Это значение в свою очередь устанавливает нижний предел для d , равный примерно 4Å . Однако некоторые другие инструментальные ошибки, такие, как астигматизм, могут увеличить этот предел до 5Å . Для кристаллов с межплоскостными расстояниями свыше 5Å при такой же

¹⁾ Апертурный угол 2α — угол при вершине конуса, основание которого — отверстие диафрагмы, а вершина — точка объекта у оптической оси. — Прим. ред.

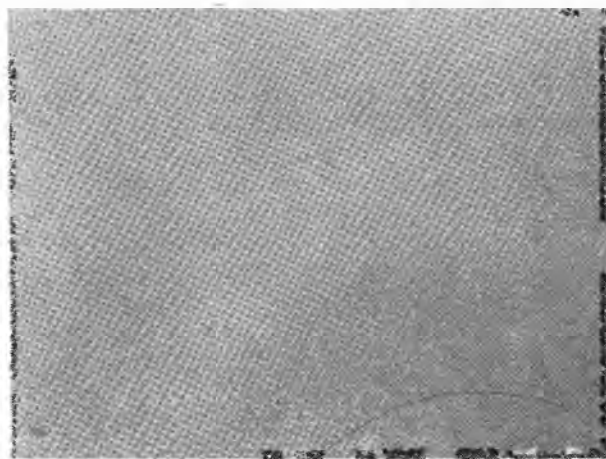
ориентировке, как на фиг. 29, дифрагированный пучок первого порядка может опять соединиться с первичным пучком в предметной плоскости изображения линзы. Тогда, согласно теории Аббе, так же как в физической оптике [1], в плоскости изображения объективной линзы возникает увеличенное изображение с периодом dM (M — увеличение). Это изображение является просто интерференционной картиной, получаемой при воссоединении дифрагированных пучков разных порядков. Для металлических кристаллов наименьшие брэгговские углы соответствуют $d < 4\text{\AA}$, и прямое изображение плоскостей решетки пока невозможно; поэтому механизм формирования изображения в этом случае совсем иной. Однако, как будет показано в § 3 настоящей главы, дифрагированные пучки используются здесь для получения контраста.

Схема, поясняющая экспериментальные условия разрешения плоскостей кристаллической решетки, показана на фиг. 29. Помещая в заднюю фокальную плоскость объективной линзы (см. N на фиг. 29) такую диафрагму, через которую может пройти вместе с прямым лишь один дифрагированный пучок, получаем одномерное изображение плоскостей (см. Q на фиг. 29). Двумерное изображение, т. е. решетчатый узор пересекающихся плоскостей, получается при такой ориентировке кристалла, когда две различные системы отражающих плоскостей параллельны пучку. В этом случае с прямым пучком должны соединиться вновь два соответствующих дифрагированных пучка — отражений первого порядка. Как было показано в гл. 1, трехмерную картину получить нельзя вследствие недостаточного разрешения отражающих плоскостей, перпендикулярных пучку.

Контраст на изображении целиком зависит от относительных интенсивностей прямого и дифрагированного пучков [выражение (1.50)]. Сильный контраст достигается только тогда, когда фактор атомного рассеяния достаточно велик, брэгговские дифракционные условия точно соблюдаются и расходимость пучка минимальна, поскольку она определяет ширину максимума.

Хотя в металлических кристаллах плоскости решетки разрешить пока не удалось, значительные успехи в этом отношении достигнуты на неметаллических кристаллах, в особенности на фталоцианинах и окислах металлов [2]. Пример разрешения плоскостей $(20\bar{1})$ с межплоскостными расстояниями $12\text{\AA}$ в кристалле фталоцианина платины показан на фиг. 30. Эти плоскости густо усажены атомами платины, являющимися сильно рассеивающими центрами. Помещая диафрагму в заднюю фокальную плоскость объективной линзы, как схематически показано на фиг. 29, получаем изображение в результате воссоединения

прямого пучка с отраженным от плоскости $(20\bar{1})$. Недавно в триоксида молибдена были разрешены плоскости (020) с межплоскостным расстоянием лишь $6,9 \text{ \AA}$ [3]; если подобрать подходящие кристаллы, то можно добиться еще лучшего разрешения. Все эти материалы являются, таким образом, прекрасными



Фиг. 30. Плоскости $(20\bar{1})$ фталоцианина платины (межплоскостное расстояние $11,9 \text{ \AA}$), разрешенные с помощью метода, поясняемого на фиг. 29.

$\times 340\,000$.

образцами для контроля предельного разрешения электронного микроскопа (см. гл. 3, § 3).

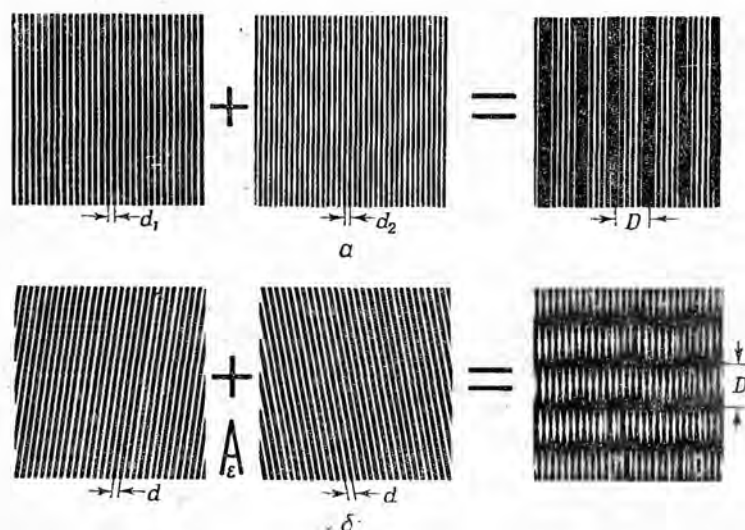
Одно из преимуществ метода прямого разрешения заключается, бесспорно, в том, что любое несовершенство кристаллической решетки (например, дислокации) также будет разрешено, как на большом числе прекрасных примеров показал Менгер [2]. Однако прямое изображение плоскостей решетки можно получить только тогда, когда микроскоп имеет очень высокое разрешение и, кроме того, выполняются следующие условия:

1. Кристаллы, приготовленные обычным способом, должны иметь подходящую огранку, которая обеспечивала бы достаточную вероятность того, что разрешаемые плоскости расположены параллельно пучку. Тогда они будут благоприятно ориентированы для получения дифракционного спектра, необходимого для формирования изображения.

2. Структурный фактор для отражений от разрешаемых плоскостей решетки должен быть достаточно велик, чтобы можно было получить достаточный контраст на изображении.

3. Кристаллы должны быть устойчивы под воздействием электронной бомбардировки.

4. Кристаллы должны быть достаточно тонкими в направлении электронного пучка, чтобы свести к минимуму эффекты неупругого рассеяния, способствующие появлению хроматической



Фиг. 31. Схема, поясняющая образование двух основных типов муарового узора (по Бассетту и др. [4]).

a — от параллельных решеток: $D = d_1 \cdot d_2 / (d_1 - d_2)$; b — от повернутых друг относительно друга решеток: $D = d/\varepsilon$.

абберации на конечном изображении и, таким образом, ухудшающие разрешение (см. гл. 1, § 4).

Из перечисленного видно, что разрешение периодических структур является непростым экспериментом, поскольку требования как к прибору, так и к приготовлению образцов весьма строги. К счастью, возможно косвенное разрешение атомных плоскостей в металлических кристаллах путем использования при формировании изображения кристаллических решеток электронами известного оптического принципа образования муарового узора [4]. Два основных типа муарового узора, которые могут возникнуть, показаны на фиг. 31. Параллельный муаровый узор образуется при параллельном наложении двух неодинако-

вых решеток с периодами d_1 и d_2 , что приводит к появлению линий муарового узора, параллельных линиям элементарных решеток; расстояние между линиями муарового узора $D = d_1 d_2 / (d_1 - d_2)$. Муаровый узор вращения образуется при наложении двух одинаковых решеток с периодом d , повернутых друг относительно друга на небольшой угол ϵ вокруг нормали к плоскости решеток. Это приводит к возникновению муарового узора, направление которого совпадает с направлением биссектрисы тупого угла между линиями элементарных решеток, а расстояние между линиями муарового узора определяется выражением $D = d/\epsilon$. Муаровый узор в электронном микроскопе получается благодаря двойной дифракции, т. е. пучок, дифрагированный на верхнем кристалле, действует как первичный пучок и вновь дифрагирует на втором кристалле¹⁾. Таким образом, дифракционная картина от двух наложенных друг на друга кристаллов состоит из двух первичных картин и рефлексов от дважды отраженных лучей, причем эти рефлексy расположены вокруг первичных отражений от первого кристалла [4]. Пример дан на фиг. 124, гл. 5. Помещая апертурную диафрагму в заднюю фокальную плоскость объективной линзы так, чтобы проходили только прямой пучок и его сателлиты, получаем простой светлопольный муаровый узор (см. фиг. 123, гл. 5). С широкой диафрагмой (при отсутствии aberrации линзы) можно было бы получить изображение, на котором разрешались бы все тонкие детали обеих решеток. Однако наличие несовершенств у объективных линз позволяет использовать для формирования изображения лишь один пучок и его вторичные отражения. Полученную таким образом картину, кроме того, достаточно легко интерпретировать. Можно показать, что сказанное относится и к повернутым решеткам. Как будет видно в гл. 5, муаровый узор от эпитаксиально осажденных металлических пленок дает ценные сведения о несовершенствах в металлах, поскольку плоскости решетки можно разрешить на увеличенном муаровом узоре. Пока наименьшее разрешенное этим методом межплоскостное расстояние равно $5,8 \text{ \AA}$ и получено для случая наложенных параллельно друг на друга монокристаллов никеля и золота [4]. Другие примеры описаны Ментером [5]. Технику муарового узора можно также использовать для изучения поверхностей раздела между полностью или частично когерентными дисперсными фазами и матрицей в металлах (см. гл. 5, § 3, п. 2).

¹⁾ Теория муарового изображения детально обсуждается Довеллом и др. (см. работу [81] из гл. 5). См. также книгу Гилда (гл. 1).

Из изложенных здесь принципов вытекает, что аналогичный метод можно использовать и для прямого разрешения доменов в упорядоченных сплавах, если расстояние между ними более $5 \text{ \AA}$. Так, если первичный пучок вновь соединяется со своими сателлитами, то, согласно фиг. 26, светлопольное изображение получается с апертурной диафрагмой в *A* (см. фиг. 148), а темнопольное — в *B*. Однако лучшее разрешение получается на темнопольном изображении, если электронный пучок наклонить так, чтобы рефлексы, находящиеся в положении *B*, заняли положение *A*, а апертурная диафрагма оставалась точно центрированной относительно оптической оси.

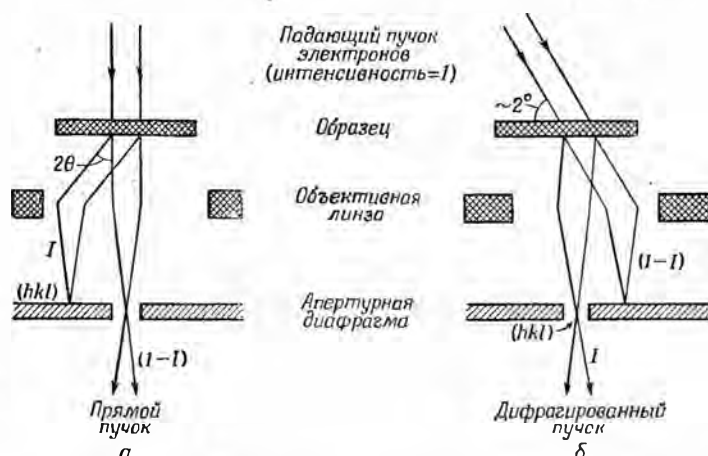
§ 3. ИЗОБРАЖЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛОВ

1. Введение

В предыдущем параграфе было показано, что из-за малых межплоскостных расстояний в металлических кристаллах и ограничений, накладываемых предельным разрешением микроскопа, невозможно получить изображение их атомных плоскостей. Однако если дифрагированные пучки не проходят через апертурную диафрагму и если они не участвуют в формировании конечного изображения, потемнение возникнет на изображении всех тех участков тонкого образца, где имеет место сильная дифракция. Это достигается помещением апертурной диафрагмы подходящих размеров в задней фокальной плоскости объективной линзы¹⁾. Контраст можно изменить на обратный при переходе от светлопольного к темнопольному освещению. Схема получения дифракционного контраста при светлопольном освещении представлена на фиг. 32, *a*, при темнопольном освещении — на фиг. 32, *б*. Этот метод создания контраста имеет то преимущество перед методом прямого разрешения решетки, что, поскольку атомные ряды не разрешаются, разрешение не является лимитирующим фактором и требования к образцам менее строги. Контраст на изображении зависит от интенсивности электронного пучка, выходящего из образца, и потому изображение представляет собой просто картину распределения интенсивности электронного пучка на нижней поверхности кри-

¹⁾ Например, для алюминия первый разрешенный рефлекс (111); отсюда 2θ равно $1,8 \cdot 10^{-2} \text{ рад}$ (для ускоряющего напряжения 80 кВ). Если использовать апертурную диафрагму диаметром 30 мк (что эквивалентно половине апертурного угла, равной $5,0 \cdot 10^{-3} \text{ рад}$ для фокусного расстояния объектива 3 мм), то ясно, что рефлекс (111) и все рефлексы более высоких порядков через апертурную диафрагму не пройдут.

сталла. Из фиг. 32 можно видеть, что контраст на светлопольном изображении возникает благодаря уменьшению интенсивности первичного пучка на величину интенсивности брэгговских отражений $\{hkl\}$. На получающуюся картину накладывается интенсивность фона от неупруго рассеянных электронов. Однако этим фоном обычно можно пренебречь. Таким образом, чтобы



Фиг. 32. Схема, поясняющая возникновение дифракционного контраста при светлопольном освещении (а) и темнопольном освещении (б) за счет наклона электронной пушки.

Контраст на светлопольном изображении возникает благодаря локальным изменениям интенсивности дифрагированных пучков; дифрагированные пуч. и задерживаются апертурной диафрагмой.

понять эффекты контраста на изображениях кристаллов, необходимо подробно рассмотреть интенсивности электронов, рассеиваемых кристаллом.

Контрасты на изображениях сплавов возникают так же, как и на изображениях чистых металлов, хотя и имеются различия в брэгговских углах и, конечно, в интенсивности рассеяния (из-за структурного фактора). Следовательно, все эффекты контраста, предсказанные для чистого металла, можно также использовать для объяснения эффектов контраста, наблюдаемых в сплавах¹⁾. Поэтому в данной главе ограничимся рассмотре-

¹⁾ Дополнительный контраст будет возникать вследствие различной рассеивающей способности областей с разной эффективной толщиной (гл. 1, § 4, п. 3). Таким образом, можно ожидать появления темного контраста на изображении тех участков, где скапливаются атомы с более высоким атомным номером (см. фиг. 132).

нием только однофазных кристаллов. Поскольку дифракционный контраст чувствителен к положению атомов в кристалле, любые смещения их из нормальных положений приведут к появлению разности фаз волн, дифрагированных последовательным рядом рассеивающих центров. Следовательно, области в кристалле, подвергнутые деформации, будут вызывать эффекты контраста при условии, что смещения атомов перпендикулярны направлению падающей волны. В результате можно наблюдать такие дефекты, как дислокации [6], границы зерен [7], дефекты упаковки [8] и деформации, обусловленные выделениями [9] и т. д.

Деформированные кристаллы будут рассмотрены в гл. 5 при описании некоторых из многочисленных применений электронного микроскопа к решению физических проблем.

2. Кинематическая теория дифракционного контраста

Кинематическая теория дифракции, описанная в гл. 1, дает весьма простой метод подсчета интенсивностей электронов, претерпевших брэгговские отражения. Этот метод является графическим — прохождение электронной волны через кристалл изображается при помощи амплитудно-фазовой диаграммы. Как было показано, амплитудно-фазовая диаграмма для совершенного кристалла представляет собой окружность радиуса $2\pi s^{-1}$, где s — величина отклонения в обратном пространстве от точного выполнения брэгговского условия (см. фиг. 20, гл. 1, § 13). Кинематическая теория исходит из следующих предположений:

1. Направление падающего пучка таково, что брэгговское условие отражения не выполняется точно, и потому интенсивность дифрагированных пучков мала по сравнению с интенсивностью первичного. Интенсивность первичного пучка принимается за единицу, так что, если I — интенсивность дифрагированных пучков, интенсивность прямого пучка становится равной $1 - I$ (фиг. 32, а).

2. Используется двухлучевое приближение, т. е. предполагается, что только один дифрагированный пучок (наряду с первичным пучком) возникает в кристалле.

3. Толщина кристалла в направлении падающего пучка мала, поэтому многократным отражением и абсорбцией можно пренебречь.

Таким образом, в этой теории следует считать переменными три величины:

1) ориентировку образца относительно падающего пучка, 2) толщину образца t , 3) отклонение s от брэгговского условия.

Поскольку длина волны падающих электронов очень мала и брэгговские углы отражения также очень малы (~ 2 или 3°), очень велика вероятность, что при любой ориентировке кристалла падающий пучок будет отражаться от какого-либо семейства плоскостей под углом, близким к брэгговскому углу отражения. Поэтому, вообще говоря, в некоторых местах электроны дифрагируют слабо, в то время как в других, где точно выполняется условие Брэгга, дифрагируют сильно. Следовательно, в кристалле можно легко различать зерна, субзерна, выделения и т. д. благодаря различию их ориентировки по отношению к пучку. Ясно, что контраст может меняться при изменении ориентировки, т. е. при наклоне освещающего пучка или образца (см. п. 6 настоящего параграфа).

На фиг. 33 в качестве примера представлена тонкая фольга отожженного молибдена, состоящая из большого числа зерен (светлопольное изображение). Здесь интересным является изменение контраста при переходе от светлых участков *A* к темным участкам *B*. Подобное изменение контраста связано только с изменением ориентировки при переходе от зерна к зерну; толщина образца на всей видимой площади одинакова. Поскольку дифрагированные пучки задерживаются апертурной диафрагмой, темные участки соответствуют тем зернам, которые находятся в положении сильного отражения.

На участках *C* можно наблюдать полосы, идущие параллельно линиям пересечения границы зерен с верхней и нижней поверхностями фольги. Возникновение таких полос можно объяснить с помощью фиг. 34. На фиг. 34, *a* показано поперечное сечение фольги, имеющей зерна с наклонной границей, отверстие и клиновидный край. В кинематических условиях интенсивность дифрагированной волны, как показано в гл. 1, § 13, и на фиг. 34, *a*, должна синусоидально меняться в зависимости от глубины *t* в кристалле. Дифрагированная волна сдвинута по фазе на $\pi/2$ относительно первичной волны. Периодически, на глубинах, кратных t'_0 , имеет место гашение дифрагированной волны, что соответствует полному обороту амплитудно-фазовой диаграммы (см. фиг. 21, *b*, где $t'_0 \approx s^{-1}$). Необходимо отметить, что по мере уменьшения *s* (увеличения толщины кристалла) длина волны колебания t'_0 может увеличиваться бесконечно; однако в этом случае важную роль начинают играть динамические эффекты и t'_0 ограничивается величиной t_0 , так называемым экстинкционным расстоянием для рассматриваемого брэгговского отражения (см. п. 3 настоящего параграфа).

Благодаря колебаниям интенсивности двух волн, проходящих сквозь кристалл, любой плоский дефект, наклонный

к поверхности кристалла, вызовет появление экстинкционных полос на изображении [6, 7], так что границам зерен, дефектам упаковки, отверстиям и клиновидным краям будут соответство-



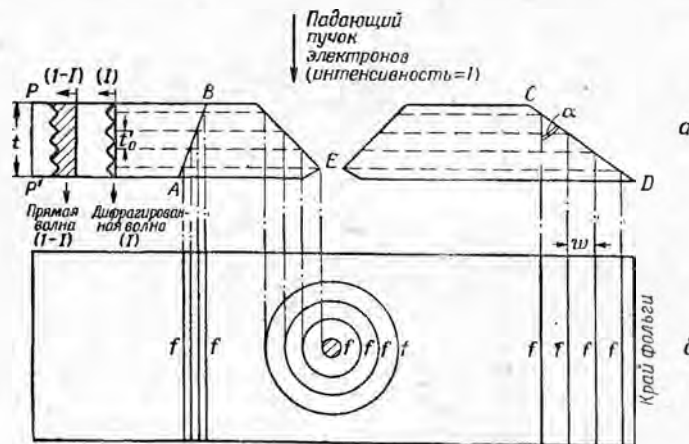
Фиг. 33. Тонкая фольга молибдена.

Видны светлые зерна *A*, темные зерна *B*, серни полос вдоль границ зерен *C*, субзерна *D*. Светлопольное изображение: темные участки на изображении отвечают местам, где происходит сильная дифракция; темные линии являются изображениями дислокаций. $\times 25\ 000$.

вать полосы f , показанные на фиг. 34, б. На амплитудно-фазовой диаграмме (см. фиг. 21, б) это отвечает колебанию амплитуды PP' при изменении t . Этим объясняется наличие полос на

участках C на фиг. 33. Поскольку расстояние между полосами пропорционально s^{-1} , оно уменьшается с увеличением отклонения от брэгговского угла.

При внимательном рассмотрении фиг. 34, a можно заметить, что сразу после вхождения первичного пучка в кристалл практически вся его исходная интенсивность участвует в формировании изображения. Однако после прохождения расстояния, равного половине величины, интенсивность дифрагированного пучка



Фиг. 34. Схема, поясняющая происхождение серий полос на изображениях кристаллов.

a — колебания интенсивностей прямой и дифрагированной волн по мере прохождения ими сечения кристалла (по кинематической теории). Периодичность по глубине $t'_0 = s^{-1}$. AB — граница зерен или дефект упаковки, CD — клин, E — отверстие; b — тот же участок объекта на светлоскопическом изображении, темные полосы f — толщинные экстинкционные контуры.

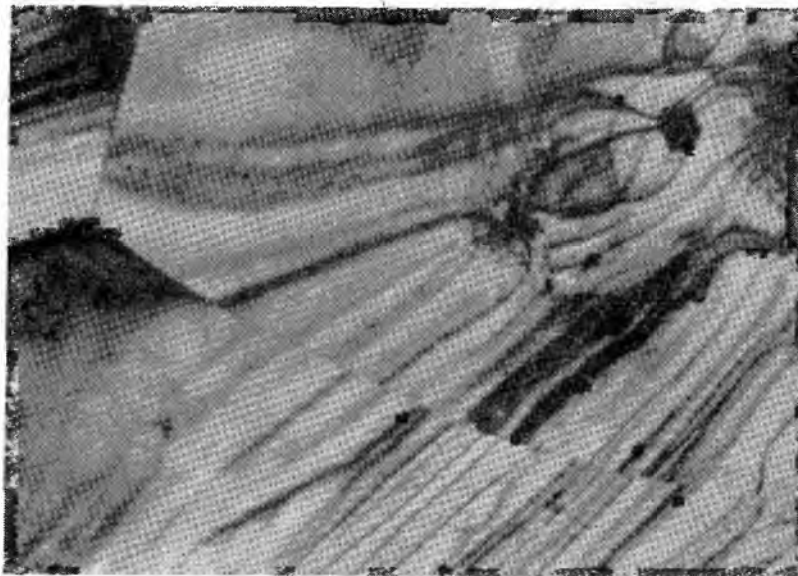
возрастает до максимума; поэтому остающаяся часть интенсивности, достигающая плоскости изображения, минимальна. Это соответствует появлению темной полосы f , как показано на фиг. 34, b . Однако в этой точке кристалла прошедшая интенсивность $(1 - I)$ никогда не равна нулю. Таким образом, чередующиеся темные и светлые полосы появляются в результате изменения интенсивности от максимума через минимум к максимуму в каждом интервале t'_0 . Для случая, представленного на фиг. 34, a , изображение, соответствующее верхней и нижней поверхностям фольги, всегда выглядит светлым (светлопольное изображение). Число наблюдаемых полос зависит только от величины s и от отношения t'_0/t ; интервал между полосами соответствует изменению толщины на t'_0 . Каждая полоса соответствует

линии равной толщины фольги и называется толщинным контуром экстинкции.

Если n — число полос, то толщина фольги на n -ной полосе равна nt'_0 . Далее,

$$t'_0 = \frac{w}{M \operatorname{tg} \alpha},$$

где w — расстояние между полосами, измеренное на микрофотографии, M — увеличение и α — угол между плоскостью дефекта



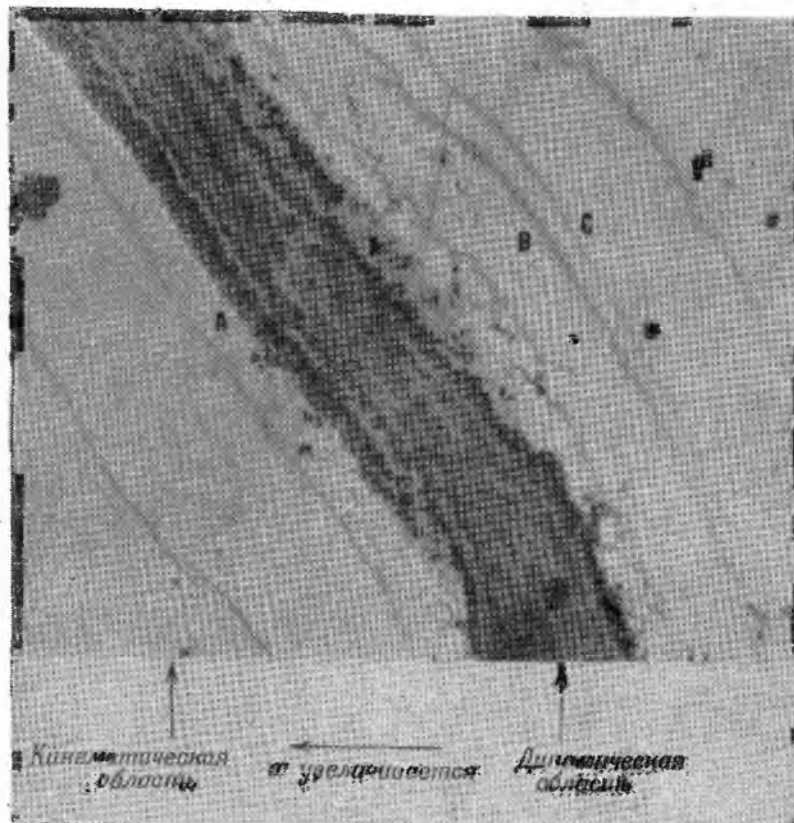
Фиг. 35а. Толщинные и изгибные экстинкционные контуры на изображении тонкой фольги молибдена.

Границы зерен перпендикулярны плоскости фольги (полосы отсутствуют). $\times 15\,000$.

и нормалью к поверхности фольги (фиг. 34). Полосы на изображении обычно наблюдаются вблизи отверстий и краев образцов, приготовленных путем электрополировки (см. гл. 4) (эта методика часто приводит к получению фольги клиновидной формы, а отверстия возникают благодаря преимущественному растворению, например, на примесях или выделениях). Полосы, конечно, не наблюдаются, если плоскости дефектов строго перпендикулярны или параллельны поверхности кристалла.

Если кристалл однороден по толщине, но погнут в отдельных местах (например, вследствие неосторожного обращения

с образцом), то наблюдаются контуры, связанные с изгибом. Пример таких контуров на изображении тонкой молибденовой фольги приведен на фиг. 35а. Можно видеть, что положение



Фиг. 35б. Изгибные контуры на изображении фольги алюминия.

Обратите внимание на дополнительные контуры между крайними полосами А, соответствующими двум сильным отражениям низкого порядка hkl и $h\bar{k}l$. Отдельные контуры В, С, D отвечают более высоким порядкам отражения hkl и их можно проиндексировать должным образом. Разрывы вдоль контуров вызваны, вероятно, присутствием дислокаций. $\times 23\ 000$.

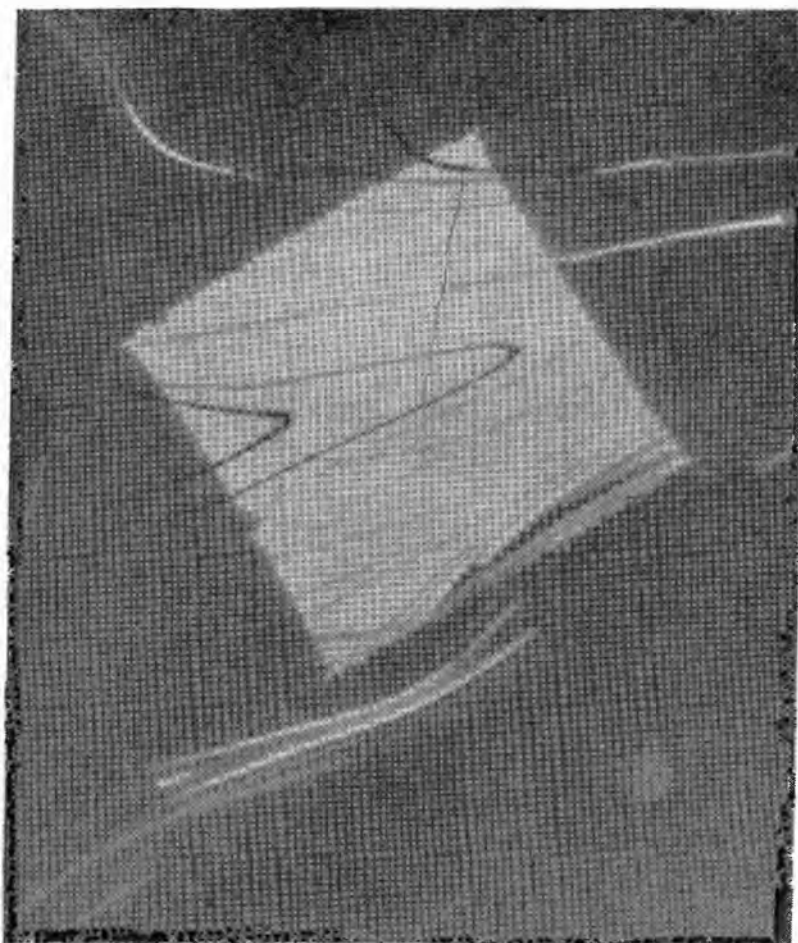
контура зависит от ориентировки фольги, поскольку контуры не переходят через границу зерен. Эти контуры соответствуют участкам фольги с постоянным наклоном к электронному пучку. Таким образом, дифрагированный пучок следует контуру изгиба; соответствующий узел обратной решетки показан на

фиг. 20 растянутым и пересекающим сферу отражения. Следовательно, на светлопольном изображении каждая дифрагированная волна вызывает появление темных полос, называемых изгибными экстинкционными контурами. При наклоне фольги эти контуры будут пробегать через поле зрения.

На изображениях более толстых участков фольги изгибные контуры часто наблюдаются в виде широких полос, состоящих в свою очередь из более узких. Пример таких контуров на изображении алюминиевой фольги показан на фиг. 35 б. Появление дополнительных полос частично можно объяснить, рассматривая распределение интенсивности около узла обратной решетки (согласно кинематической теории), показанное на фиг. 22. Если сфера отражения на фиг. 20 пересекает узел с таким распределением интенсивности, то, поскольку s меняется из-за локальной дезориентации от изгиба, появится ряд полос, соответствующих различным максимумам интенсивности, показанным на фиг. 22.

Если контраст на изображении обусловлен брэгговской дифракцией, то каждый темный участок на светлопольном изображении соответствует определенному узлу обратной решетки (hkl), т. е. определенному пятну на дифракционной картине. Чтобы проверить, связан ли контраст с дифракционным механизмом, необходимо перейти от светлопольного к темнопольному изображению (см. фиг. 32). Если этот переход приводит к обратному контрасту, то становится очевидным, какое именно брэгговское отражение ответственно за контраст. Подобным образом для анализа контраста, наблюдаемого на изображении, можно использовать всю дифракционную картину.

Фиг. 36 иллюстрирует обратимость контраста на светлопольном и темнопольном изображениях. Прямоугольник в центре микрофотографии представляет собой изображение микродифракционной диафрагмы, а линии являются изгибными экстинкционными контурами. Внутри прямоугольника, т. е. на светлопольном изображении, все эти контуры выглядят темными, поскольку ни один дифракционный пучок сюда не попадает. Вне светлого прямоугольника те контуры, которые соответствуют действующим на его площади отражениям (дифракционным пятнам), видны светлыми. При уменьшении оптической силы промежуточной линзы до фокусировки задней фокальной плоскости объектива эти линии становятся дифракционными пятнами с различными индексами. Таким образом, каждому экстинкционному контуру можно приписать соответствующие ему индексы (hkl). Следовательно, изображение соответствует увеличенной дифракционной картине.



Ф и г. 36. Тонкая алюминиевая фольга.

Контраст на изгибных экстинкционных контурах меняется на обратный при переходе от светлопольного изображения к темнопольному. Прямоугольник является изображением микродифракционной диафрагмы. Площадь внутри нее является светлопольным изображением, а вне — темнопольным. При уменьшении оптической силы промежуточной линзы линии превращаются в дифракционные пятна в задней фокальной плоскости объектива). $\times 2700$.

Если тщательно проанализировать дифракционную картину, соответствующую фиг. 35б, то можно найти, что две наиболее темные полосы отвечают увеличенным изображениям двух сильных отражений низкого порядка. Другими словами, этот контраст возникает благодаря динамическому рассеянию, так что наше объяснение происхождения полос внутри изгибных контуров с помощью кинематической теории не совсем точно. Всякий раз, когда дифракционная картина содержит интенсивный дифракционный максимум, мы знаем, что происходит динамическое рассеяние (см. фиг. 27а). С точки зрения кинематической теории это означает, что s очень мало, т. е. ориентировка кристалла очень близка к строгому выполнению брэгговского условия отражения. Рассмотрим теперь эффекты, которые можно получить при динамическом рассеянии, поскольку это позволит нам дать лучшее объяснение контраста на изображениях относительно толстых фольг.

3. Применение динамической теории

Ограничения кинематической теории необходимо теперь ясно представлять себе, хотя кинематическое приближение дает практически удобный путь к пониманию многих эффектов контраста, наблюдаемых на изображении кристаллов в просвечивающем электронном микроскопе. Мы не будем приводить здесь сложные математические выкладки, свойственные динамической теории, а ограничимся рассмотрением ее принципов и допущений. Теория должна объяснить не только взаимодействие, которое имеет место между падающим электронным пучком и атомами решетки, но и возможность взаимодействия дифрагированных пучков друг с другом и с первичным пучком. Близкая аналогия динамической теории рассеяния рентгеновских лучей [10—15] с динамической теорией рассеяния электронов сыграла важную роль в развитии последней. Однако динамическая теория рассеяния электронов более существенна из-за взаимодействия электронов с положительным ядром. Это взаимодействие наглядно подтверждается экспериментом; дифрагированные электронные пучки часто имеют такую же интенсивность, что и первичный пучок (например, на картине линий Кикучи, фиг. 27а).

Для теоретического расчета интенсивности рассеянных электронных пучков необходимо определить некоторые граничные условия, исходя из распределения потенциала внутри решетки и у поверхностей кристалла. Впервые эта задача была решена Бете [12] и позднее Мак-Гиллаври [13]. Недавно эта тео-

рия была использована Хайденрайхом [7] и Веланом и Хиршем [8] для объяснения возникновения полосчатого узора, наблюдаемого в просвечивающем электронном микроскопе, однако при этом не учитывались эффекты абсорбции.

Отправным пунктом динамических теорий является решение не зависящего от времени нерелятивистского уравнения Шредингера (см. гл. 1, § 6), в котором потенциал решетки E представлен трехмерными рядами Фурье. Предположение, что в кристалле существуют лишь два сильных пучка (один прямой и один дифрагированный) — обычное приближение теории. Основы теории описаны в гл. 8 монографии З. Г. Пинскера [16]; ряд деталей можно найти в работах [7—22]. Численные решения динамических уравнений для нескольких одновременных отражений были получены Хови и Веланом [17], использовавшими метод систематических отражений Херни [18]. При этом для оценки членов, полученных из уравнения Шредингера, необходима быстродействующая счетная машина. Эти члены определяются системой линейных уравнений. В таком расчете учитываются также эффекты абсорбции электронов в образце, рассматриваемые в п. 5 данного параграфа.

Велан и Хирш [8] показали, что интенсивность дифрагированного пучка, проходящего через совершенный кристалл, в динамическом случае (без учета абсорбции) определяется следующей формулой:

$$I = \frac{\sin^2 [\pi (t/t_0) (1 + x^2)^{1/2}]}{1 + x^2}, \quad (2.1)$$

где x — параметр, характеризующий малое отклонение от брэгговского угла и t_0 — экстинкционное расстояние для рассматриваемого отражения. Связывая параметр x с аналогичным параметром s в кинематической теории, получаем

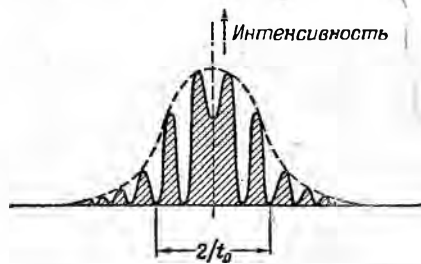
$$x = t_0 s;$$

таким образом, в условиях кинематического рассеяния $x > 1$. Значение $x = 1$ для отражения (111) в нержавеющей стали отвечает отклонению от брэгговского угла [8], равному $30'$.

Амплитудно-фазовая диаграмма, описывающая динамическое рассеяние на совершенном кристалле, также представляет собой окружность, подобную показанной на фиг. 21, б. Однако в этом случае, соответствующем малым значениям s , радиус окружности равен $t_0/2\pi$. Распределение интенсивности дифрагированной волны вблизи узла обратной решетки, вычисленное по формуле (2.1), показано на фиг. 37 (ср. с фиг. 22). Таким образом, при динамическом рассеянии не происходит изменения интенсивности от максимума сразу до нуля, а наблюдается серия вторичных максимумов. Наличие этих вторичных максимумов

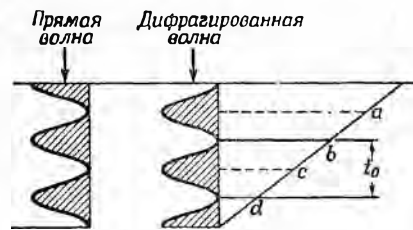
мов позволяет лучше объяснить дополнительные экстинкционные контуры, показанные на фиг. 35б, хотя их полное толкование следует еще обсудить (см. п. 5 настоящего параграфа).

Изменение интенсивности первичного и дифрагированного пучков в отражающем положении схематически показано на фиг. 38. Ясно, что в этом случае интенсивность прошедшего прямого пучка равна нулю при толщинах кристаллов $(m + \frac{1}{2})t_0$, но максимальна — при толщинах кристаллов mt_0 (m — целое число), если электронный пучок падает под брэгговским углом.



Фиг. 37. Распределение интенсивности дифракционного пятна, согласно динамической теории (схема) (по Веллану и Хиршу [8]).

Вторичные максимумы приводят к появлению на изображении дополнительных полос (см. участок между AA на фиг. 35б).



Фиг. 38. Изменения интенсивностей прямой и дифрагированной волн, согласно динамической теории, без учета абсорбции (схема) (по Веллану и Хиршу [8]).

t_0 — экстинкционное расстояние.

Таким образом, для клиновидных кристаллов, отверстий, границ зерен (см. фиг. 33) или наклонных плоских дефектов (см. фиг. 102) на светопольном изображении будут наблюдаться линии равной толщины; вдоль плоскости дефекта ad (фиг. 38) на глубине a , c и т. д. возникают темные полосы (экстинкционные контуры), а в точках b , d и т. д. — светлые. В отличие от кинематического случая, показанного на фиг. 34, интенсивность на изображении, соответствующем каждому экстинкционному контуру, равна нулю, поскольку первичная и дифрагированная волны эквивалентны в том смысле, что, когда интенсивность одной из них равна нулю, интенсивность другой равна единице. Однако, хотя детали динамической и кинематической теорий различны, их основные качественные особенности одинаковы. Фиг. 34 и 38 предсказывают колебания интенсивности из-за изменений толщины, и, как уже указывалось в п. 2 настоящего параграфа, их можно использовать для объяснения возникновения полос на изображении. Следовало бы, однако, отметить, что в динамическом случае, проиллюстрированном на фиг. 38,

интенсивность первичного и дифрагированного пучков равна нулю соответственно в точках a , c и b , d . Отсюда интервал между полосами на изображении данного дефекта вдоль ad (дефект упаковки, граница зерен и т. д.) равен половине интервала между полосами от клиновидного края того же кристалла, если удалить половину кристалла, срезанную по дефекту.

В своей динамической теории контраста на изображении дефектов упаковки Велан и Хирш [8] (см. также гл. 5, § 2, п. 14) показали, что при постепенном изменении ориентировки фольги, если x уменьшается, расстояние между полосами $t_0 = t_0/(1 + x^2)^{1/2}$ (где $t_0 < t_0$) возрастает, в особенности при $x > 1$, т. е. при переходе от кинематической к динамической области рассеяния. Кроме того, дополнительные максимумы постепенно становятся более выраженными, что приводит к расщеплению минимумов на дублеты (в соответствии с фиг. 37). Это типично для динамической области. При $x = 0$ (строго отражающее положение) все максимумы имеют одинаковую интенсивность, и расстояния между соседними максимумами и минимумами равны между собой. Таким образом, в динамическом эквиваленте фиг. 34, б расстояние между темными и светлыми полосами равно $\frac{1}{2} t_0 \operatorname{tg} \alpha$, где α — угол между плоскостью дефекта и нормалью к поверхности фольги (фиг. 34, а). Число полос зависит только от x и t (толщины фольги) и не зависит от угла α . Примеры полос на изображении дефектов упаковки можно видеть на фиг. 102, гл. 5.

Общая интенсивность полос и других эффектов контраста так же, как и контраст относительно интенсивности фона, существенно меняются в зависимости от x . Теоретические расчеты [8] показали, что в динамической области ($x < 1$) различие между максимальной и минимальной интенсивностями полос может быть порядка единицы, т. е. равно интенсивности первичного пучка. Отсюда следует, что *на участке фольги, находящемся близко к отражающему положению (т. е. у экстинкционного контура) возникает очень сильный контраст*. Эффекты контраста, обусловленные дислокациями и дисперсными выделениями (см. фиг. 35б, 109 и 134), наиболее сильно проявляются у экстинкционных контуров; на этих фигурах видно также уменьшение контраста с увеличением расстояния от контура, т. е. с увеличением x (см. фиг. 35б). Поскольку интенсивность и контраст пропорциональны x^{-2} , контраст в конце концов может стать ненаблюдаемым для больших значений x . В этом случае, чтобы получить хороший контраст, необходимо наклонить образец по направлению к положению сильного отражения (см. п. 6 настоящего параграфа).

Чтобы решить, при какой толщине кристалла возникают динамические эффекты, экстинкционное расстояние t_0 , соответствующее различным брэгговским отражениям, можно вычислить из факторов атомного рассеяния для рентгеновских лучей, используя приближение Борна для расчета фактора атомного рассеяния электронов [формула (1.29)]. Значения t_0 получаются тогда из следующего выражения, выведенного Хиршем и др. [6]:

$$t_0 = \frac{\pi k_0 V \cos \theta}{f} = \frac{\pi V \cos \theta}{\lambda f}, \quad (2.2a)$$

где $\lambda = 1/k_0$ — длина волны падающего пучка, V — объем элементарной ячейки, f — фактор рассеяния электронных волн содержащим элементарной ячейки. Кроме того, для экстинкционного расстояния справедлива формула [7, 8]

$$t_0 = \frac{\lambda E}{V_g}, \quad (2.2b)$$

где E — энергия электронов (в вольтах), V_g — коэффициент Фурье (порядка g) комплексного потенциала решетки (измеряется в вольтах) и g — вектор обратной решетки, соответствующий брэгговскому отражению. Выражения (2.2a) и (2.2b) являются фактически эквивалентными.

Поскольку с увеличением угла рассеяния f быстро уменьшается (см. гл. 1, § 8), экстинкционное расстояние увеличивается для отражений более высоких порядков.

Для элементарной ячейки, содержащей только один атом, f в выражении (2.2a) является фактором атомного рассеяния для электронов. Для элементарных ячеек, содержащих более одного атома, f следует заменить на F , т. е. на структурный фактор. Для гранецентрированных и объемноцентрированных кубических кристаллов F_{hkl} равно соответственно $4f$ и $2f$ для разрешенных отражений $\{hkl\}$. Однако в случае гексагональных кристаллов не все отражения имеют одинаковый структурный фактор F . Если рассмотреть все возможные значения $HK.L$ для разрешенных рефлексов, то значения F_{HKL} можно представить в виде следующей таблицы:

$H+2K$	L	F	Пример ($HK.L$)
$3n$	нечетное	0	не разрешен
$3n$	четное	$2f$	(00.2)
$3n \pm 1$	нечетное	$\sqrt{3}f$	(01.1)
$3n \pm 1$	четное	f	(01.0)

Объем элементарной ячейки V всегда принимается за n -кратный объем атома, где n — число атомов в элементарной ячейке. Следовательно,

$$V = n \times \frac{\text{Атомный вес}}{\text{Число Авогадро} \times \text{Плотность}} \text{ см}^3.$$

Для гранецентрированных кубических, объемноцентрированных кубических и гексагональных плотно упакованных кристаллов $n = 4, 2$ и 2 соответственно.

При подсчете F для элементарных ячеек, содержащих разнородные атомы, например, в упорядоченных сплавах, интерметаллических соединениях, ионных кристаллах и т. д. необходимо учитывать значения f для атомов каждого сорта.

Чтобы помочь читателю вычислить t_0 , приведем два конкретных примера расчета — для алюминия [гранецентрированная кубическая решетка; отражение (111)] и для магния [гексагональная плотно упакованная структура; отражение (00.2)].

Для вычисления $f(\theta)$ необходимы следующие величины:

Металлы	$a_0, \text{Å}$	Z	$\frac{\sin \theta}{\lambda} \cdot 10^{-8}$	$\left(\frac{\lambda}{\sin \theta} \cdot 10^8\right)^2$	f_x (интерполяция)
Al	4,049	13	0,214	21,84	8,80
Mg	3,209	12	0,192	27,165	8,752

Из выражения (1.296) получаем

$$1) \text{ Al: для электронов } f(\theta) = (13 - 8,8) \cdot 21,84 \cdot 2,38 \cdot 10^{-10} = 2,18 \cdot 10^{-8} \text{ см (на атом);}$$

отсюда

$$F = 4(2,18 \cdot 10^{-8}) \text{ см.}$$

$$2) \text{ Mg: для электронов } f(\theta) = (12 - 8,752) \cdot 27,165 \cdot 2,38 \times 10^{-10} = 2,0999 \cdot 10^{-8} \text{ см (на атом);}$$

отсюда

$$F = 2(2,0999 \cdot 10^{-8}) \text{ см.}$$

Значения f_x — фактор атомного рассеяния для рентгеновских лучей (см. гл. 1, § 8) — находятся из таблиц. Объем элементарной ячейки в гранецентрированной кубической решетке равен учетверенному атомному объему, а в гексагональной плотно упакованной решетке — удвоенному. Для Al объем элементарной ячейки равен

$$V = 4 \frac{26,97}{6,02 \cdot 10^{23} \cdot 2,699} \text{ см}^3,$$

а для Mg

$$V = 2 \frac{24,32}{6,02 \cdot 10^{23} \cdot 1,74} \text{ см}^3.$$

Таким образом, из формулы (2.2а) для электронов с энергией 100 кэ ($\lambda = 3,7 \cdot 10^{-10}$ см), полагая $\cos \theta = 1$, получаем значение t_0 :

1) Al (111)

$$t_0 = \frac{3,142 \cdot 4 (26,97) \cdot 1}{6,02 \cdot 10^{23} \cdot 2,699 \cdot 3,7 \cdot 10^{-10} \cdot 4 (2,18 \cdot 10^{-8})} \text{ см} = 646 \text{ Å}.$$

2) Mg (00.2)

$$t_0 = \frac{3,142 \cdot 2 (24,32)}{6,02 \cdot 10^{23} \cdot 1,74 \cdot 3,7 \cdot 10^{-10} \cdot 2 (2,099 \cdot 10^{-8})} \text{ см} = 938 \text{ Å}.$$

Особенно важно оценить t_0 для различных рефлексов от каждого исследуемого в электронном микроскопе материала, чтобы установить нижний предел толщины, при которой можно использовать кинематическую теорию и, таким образом, обеспечить правильную интерпретацию наблюдаемых эффектов контраста. Например, если t_0 больше толщины фольги, то полосы на изображении клиновидных краев, границ зерен, дефектов упаковки и т. д. наблюдаться не будут. Однако значения t_0 , превышающие обычную толщину образцов, встречаются лишь для легких металлов и больших углов отражения (табл. 2). Используя описанный выше метод, можно вычислить t_0 для любой структуры кристаллов; некоторые значения приведены в табл. 2 для $\lambda = 0,037$ Å (электроны с энергией 100 кэ). Данные для гранецентрированных кубических решеток металлов взяты из работы Хирша и др. [6].

Из табл. 2 можно видеть, что динамические эффекты встречаются даже в очень тонких кристаллах, что объясняет наблюдаемую часто аномальную интенсивность электроннодифракционных картин.

Значения t_0 , приведенные в табл. 2, являются лишь приближенными по следующим причинам:

1. Выражения для t_0 выведены с использованием двухлучевого приближения (т. е. в предположении, что в кристалле имеются один дифрагированный и один неотклоненный пучки) [6—8]; найдено, что учет многократных отражений приводит к значению t_0 , примерно на 10% меньшему, чем указано в табл. 2 [17].

2. Выражения для t_0 получены при использовании классической формулы для потенциальной энергии электронов; релятивистские эффекты не учитывались. Это также приводит

Таблица 2

	Металлы	Атомный номер	Экстинкционное расстояние t_0 для рефлексов (hkl), Å		
			(111)	(200)	(220)
Гранецентрированная кубическая решетка ¹⁾	Al	13	646	774	1240
	Ni	28	258	302	468
	Cu	29	268	308	472
	Ag	47	250	285	403
	Pt	78	165	188	262
	Au	79	181	204	281
Объемноцентрированная кубическая решетка			(110)	(200)	(211)
	α -Fe	26	296	444	582
	Mo	42	267	373	467
Гексагональная плотно упакованная решетка			(00.2)	(01.1)	(01.0)
	Mg	12	938	1155	1774

¹⁾ Данные Хирша, Хови, Велана.

к ошибке, равной $\sim 10\%$ при энергии электронов 100 кэ (см. гл. 1, § 3).

3. Использование приближения Борна для металлов с большим атомным номером не является строгим. Однако Айберс [19], применяя потенциалы Томаса — Ферми — Дирака, произвел недавно точные расчеты $f(\theta)$ для элементов с атомными номерами вплоть до 80; в этих расчетах $f(\theta)$ выражается как функция от $\sin \theta/\lambda$ ($\text{\AA}^{-1}$), см. приложение Д. Значения $f(\theta)$ для данного рефлекса можно получить путем интерполяции данных Айберса и непосредственно использовать в уравнении (2.26) для вычисления t_0 . Это также упрощает расчет, поскольку отпадает необходимость использовать приближение Борна. Если мы имеем дело с кристаллами, содержащими более одного атома на элементарную ячейку, то должны принять во внимание и структурный фактор.

Следует напомнить, что для экспериментального нахождения значений экстинкционного расстояния необходимо знать величину отклонения x от брэгговского условия, поскольку (как мы видели в настоящем пункте) расстояние между полосами увеличивается при уменьшении x . Таким образом, при сравнении

измеренных и расчетных значений t_0 низкие измеренные значения t'_0 будут указывать на отклонение от строго отражающего положения [8]; т. е. на то, что $x \neq 0$. Значение x можно получить из выражения $t'_0 = t_0/(1 + x^2)^{1/2}$ при условии, что t_0 вычислено [8].

Для большинства практических целей оценка экстинкционного расстояния описанными выше методами вполне удовлетворительна.

4. Влияние расходимости пучка

Следующим эффектом, который необходимо рассмотреть, является расходимость пучка. Во всех наших расчетах предполагалось, что падающая волна электронов плоская. Однако, как отмечалось раньше в гл. 1, § 13, благодаря фокусирующему действию конденсорных линз в электронном микроскопе освещающий пучок сходится на образце в пределах некоторого телесного угла, называемого апертурным углом осветителя; величина этого угла зависит от оптической силы линз и размеров используемых диафрагм (см. гл. 3, § 5, п. 3). Поэтому расходимость пучка может быть заметной. В лучших современных приборах расходимость падающего пучка равна $\sim 10^{-3}$ рад. Таким образом, пучок состоит из узкого конуса лучей, падающих под слегка различными углами. Каждая компонента пучка создает дифракционную картину, соответствующую своему отклонению от брэгговского условия, т. е. своему s (кинематический случай) [6] или x (динамический случай) [8]. Поэтому полная дифракционная картина состоит из наложенных друг на друга картин, отвечающих слегка различным s или x . В результате некоторые тонкие детали на этой картине, предсказываемые расчетом для параллельного пучка, могут отсутствовать (например, колебания интенсивности; см. фиг. 22 и 37). В гл. 1 мы видели, что расходимость уменьшается с увеличением угла отражения; в то же время (в динамическом случае) увеличивается экстинкционное расстояние t_0 . Поэтому интервал dx значений x , соответствующий расходимости падающего пучка, увеличивается с ростом порядка отражения, поскольку по аналогии с фиг. 20 $dx = (t_0/d)d\theta$, где d — межплоскостное расстояние для отражающих плоскостей. Так, для отражения (111) от серебра $t_0 = 250$ Å, $d = 2,86$ Å; полагая $d\theta \sim 10^{-3}$ рад, находим

$$dx = 0,87,$$

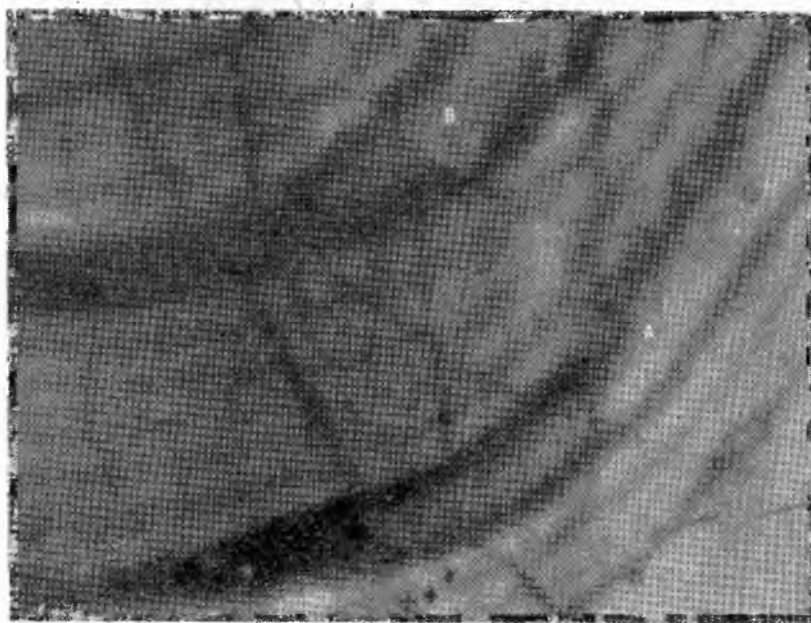
что является весьма заметной величиной. Тем самым объясняется тот факт, что с повышением порядка отражения допол-

нительные экстинкционные контуры становятся ненаблюдаемы (например, в точках B , C , D на фиг. 35б), а контраст полос на изображении наклонных границ, дефектов и т. п. снижается. Отсюда также следует, что в кинематической области ($x > 1$) дополнительные контуры не будут наблюдаться, тогда как в интенсивной центральной (динамической) области рефлекса ($x \approx 0$) они будут наблюдаться. Велан и Хирш [8] детально рассмотрели этот эффект в разработанной ими динамической теории контраста от дефектов упаковки. Однако, как мы увидим в следующем пункте, более полный расчет полосчатых узоров на изображениях плоских дефектов получается лишь при учете эффектов абсорбции электронов кристаллом.

5. Абсорбция

В предыдущем обсуждении не принимались во внимание эффекты, возникающие благодаря абсорбции электронов образцом. Поскольку известно, что эти эффекты дают контраст, особенно на изображении толстых участков фольг, следует теперь попытаться создать удовлетворительную теорию того вклада в контраст, который вносит абсорбция электронов, возникающая из-за неупругого рассеяния электронов в кристалле. В частности, Хашимото и др. [20] недавно показали, что изгибный контур, подобный приведенному на фиг. 35б и 39а, формируется двумя отражениями самого низкого порядка (hkl) и $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$. Крайние полосы A и B на фиг. 39а появляются благодаря сильным рефлексам (111) и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Фиг. 39б представляет собой соответствующее темнопольное изображение рефлекса (111) . Асимметрия прошедшей интенсивности по обе стороны от брэгговского отражения (соответствующего крайним полосам A , B на фиг. 39а) растет с увеличением толщины фольги, в то время как контрастность дополнительных максимумов ухудшается. В более толстых участках фольги изгибный экстинкционный контур выглядит как широкая темная полоса без дополнительных максимумов. Это наблюдение можно объяснить, если принять во внимание абсорбционный параметр τ_0 , который получается из динамической теории при введении в комплексный потенциал решетки члена, учитывающего неупругое рассеяние [17, 20]. При решении динамических уравнений τ_0 вычисляется по формуле (2.2б), но вместо V_g (коэффициента Фурье порядка g) подставляется мнимая часть комплексного потенциала решетки. Тогда расстояние между дополнительными максимумами на полосах определяется отношением t/t_0 (где t — толщина фольги, а t_0 — экстинкционное расстояние), в то время как степень

асимметрии на светлопольном изображении зависит от t/τ_0 . С увеличением t/τ_0 асимметрия светлопольного изображения увеличивается, тогда как амплитуда дополнительных максимумов уменьшается. Хашимото и др. [20] показали, что

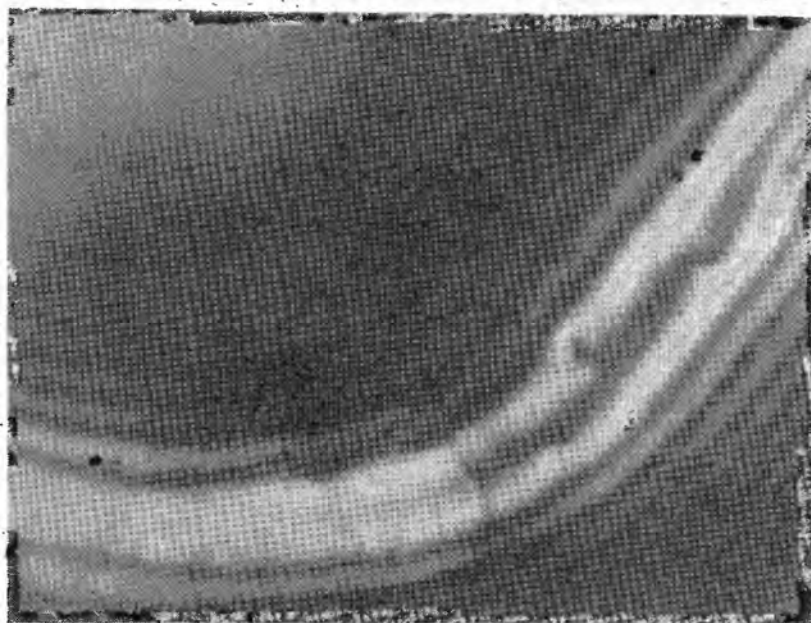


Фиг. 39а. Светлопольное изображение алюминиевой фольги с изгибным экстинкционным контуром.

Полосы А, В соответствуют отражениям (111) и $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$. $\times 67\,500$.

с помощью этой теории можно объяснить «обратимость» экстинкционной линии при переходе от светлопольного к темнопольному изображению и симметричность темнопольного изображения (фиг. 39б), а также другие эффекты контраста, наблюдаемые на изображениях дефектов упаковки и дислокаций. Авторы подчеркивают, что для объяснения *тонких деталей* на электронных микрофотографиях на просвет толстых металлических фольг необходимо рассматривать эффекты абсорбции. Однако в настоящее время теоретических исследований неупругого рассеяния в металлах, которые позволили бы надежно оценить абсорбционный параметр, не имеется. Наблюдения Хашимото и др. на алюминии и нержавеющей стали можно объ-

яснить, если предположить, что τ_0 больше t_0 примерно в 10—15 раз. Подробный механизм процесса абсорбции также неизвестен. Несомненно, однако, что в ближайшее время в нашем



Фиг. 39б. Темнопольное изображение того же места фольги, что и на фиг. 39а, полученное в отражении (111).

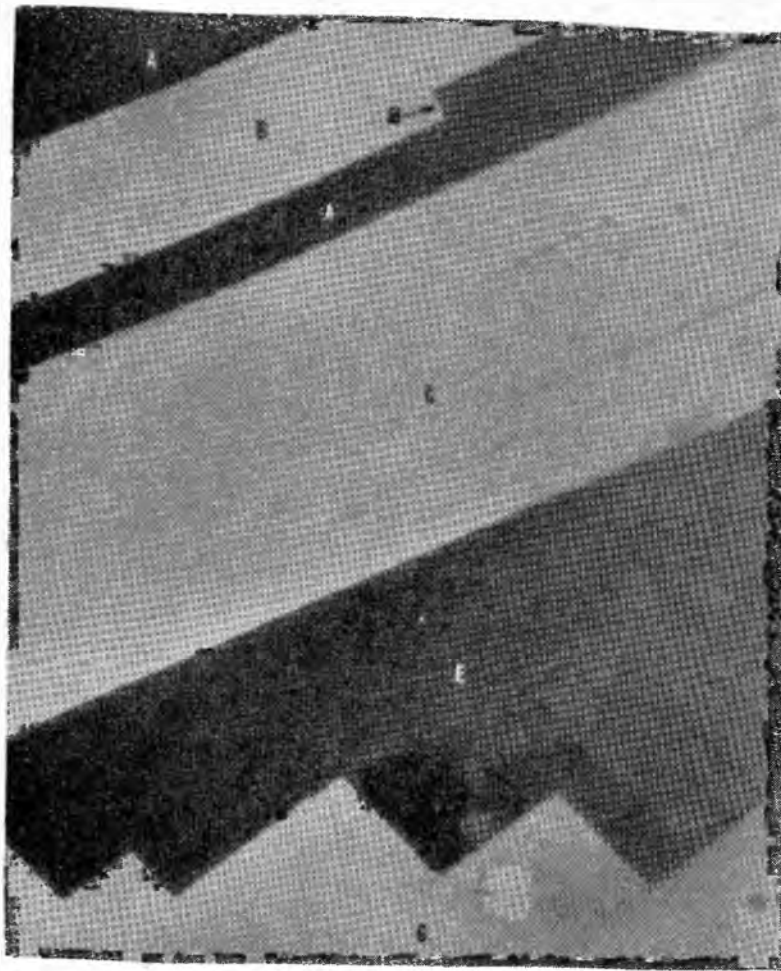
× 67 500.

распоряжении будет полная динамическая теория, объясняющая явление абсорбции.

6. Эффекты, связанные с наклоном образца

Следует четко уяснить себе, что основной вклад в контраст на электронных изображениях кристаллических образцов вносится дифракцией. Это означает, что контраст исключительно чувствителен к ориентировке образца по отношению к направлению падающего пучка. Поэтому, наклоняя образец, можно получить контраст при одной ориентировке и не получить при другой. Для иллюстрации этого положения рассмотрим микрофотографии на фиг. 40а и 40б. Это — снимки фольги сплава

Си—8% Аl, приготовленной путем электрополировки (см. гл. 4).
На фиг. 40а (до наклона) двойники А, А, Е выглядят темными,



Фиг. 40а. Светлопольное изображение тонкой фольги сплава
Си—8% Аl (по Свану).
Видны двойники. $\times 36\ 000$.

а несдвойникованные участки В и С — светлыми (светлопольное изображение). После наклона образца на $\sim 2^\circ$ двойники А становятся светлыми (фиг. 40б), а контраст у G — полностью



Ф и г. 40б. Тот же участок, что и на фиг. 40а, после наклона образца на 2° (по Свану):

Контраст у *A*, *E* и *O* стал обратным, появилась серия полос у *D* и дислокации у *C*. *F* — широкий толщинный экстинкционный контур. $\times 36\,000$.

обратным. После наклона обнаруживаются многие новые детали, например, полосы у *D*, экстинкционная полоса *F* и дислокации на участках *C* и *E*. В каждом случае потемнение возникает всякий раз, когда интенсивные дифрагированные пучки падают за пределами диафрагмы объектива.

Резкий контраст всегда получается там, где имеется сильная брэгговская дифракция, например, вблизи экстинкционных контуров. Эти участки необходимо тщательно просматривать, если микроскопист надеется найти интересные особенности. Таким образом, во время наклона, когда экстинкционные контуры перемещаются по полю зрения, могут появиться эффекты контраста в тех участках, где они раньше были невидимы¹⁾. Наклоняя образец, можно установить его в положение сильного отражения; при этом участки, непрозрачные в исходном положении, могут стать прозрачными при наклоне на несколько градусов.

Не нужно лишний раз подчеркивать, насколько существенно пользоваться устройствами для наклона образца в любой работе с кристаллами — не только для получения хорошего контраста, но и для исключения ошибок в интерпретации результатов (см. гл. 3, § 9).

После рассмотрения многих факторов, связанных со взаимодействием пучка электронов с образцом, обратимся теперь к самому электронному микроскопу.

ЛИТЕРАТУРА

1. Abbé E., Arch. Mikr. Anat, 9, 413 (1837).
2. Menter J. W., Proc. Roy. Soc., A236, 119 (1956).
3. Pashley D. W., Menter J. W., Bassett G. A., Nature, 179, 752 (1957).
4. Bassett G. A., Menter J. W., Pashley D. W., Proc. Roy. Soc., A246, 345 (1958).
5. Menter J. W., Adv. in Phys., 7, 299 (1958).
6. Hirsch P. B., Howie A., Whelan M. J., Phil. Trans. Roy. Soc., A252, 499 (1960).
7. Heidenreich R. D., Journ. Appl. Phys., 20, 993 (1949).
8. Whelan M. J., Hirsch P. B., Phil. Mag., 2, 1121, 1303 (1957).
9. Nicholson R. B., Nutting J., Phil. Mag., 3, 531 (1958).
10. Darwin C. G., Phil. Mag., 17, 315, 675 (1914).
11. Ewald P. P., Ann. Phys. Lpz., 1, 117 (1916).
12. Bethe H. A., Ann. d. Phys., 87, 55 (1928).
13. Mac Gillavry C. H., Physica, 7, 329 (1940).

¹⁾ Контуров никогда не следует путать с изображениями дислокаций. Первые имеют большую ширину и простираются через все зерно; Длинные дислокационные линии наблюдаются только тогда, когда они лежат параллельно поверхности. При наклоне контуры не изменяют контраст, но могут перемещаться в поле зрения, в то время как изображение дислокации заметно не смещается; скорее оно станет более или менее контрастным.

14. Zachariasen W. H., Theory of X-ray Diffraction in Crystals, New York, 1945.
15. James R. W., Optical Principles of the Diffraction of X-rays, London, 1948. (Имеется перевод: Джеймс Р., Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей, М., 1950.)
16. Пинскер З. Г., Дифракция электронов, М.—Л., 1949.
17. Howie A., Whelan M. J., European Regional Congress Electron Microscopy, Delft, Holland 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie, Delft, 1961), **1**, 181.
18. Hoerni J., Phys. Rev., **102**, 1534 (1956).
19. Ibers J. A., Acta Cryst., **11**, 178 (1958).
20. Hashimoto H., Howie A., Whelan M. J., Phil. Mag., **5**, 967 (1960).
21. Hashimoto H., Ueda R., Acta Cryst., **10**, 143 (1947).
22. Kato N., Journ. Phys. Soc. (Japan), **7**, 397, 406 (1952); **8**, 350 (1953).

Электронный микроскоп

§ 1. ЭЛЕКТРОННАЯ ОПТИКА И ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП

В наши намерения не входит подробное изложение основ электронной оптики, так как этот вопрос достаточно хорошо освещен в литературе ¹⁾. Тем не менее, мы рассмотрим движение электронов в электростатических и магнитных полях, чтобы понять фокусирующее действие линз и особенности изображения, создаваемого системами линз, обычно встречающимися в современных микроскопах.

Для большинства целей удобно изображать движение электронов аналогично распространению световых волн, а именно, в виде лучей, или нормалей к фронтам волн. Скорость электронов пропорциональна квадратному корню из приложенного потенциала и является подобно показателю преломления для светового луча функцией только положения. Это указывает на точное соответствие геометрической оптики ньютоновской механике частиц. Главным отличием электронных пучков от световых лучей является то, что лишь первые взаимодействуют с электрическими и магнитными полями. Важную роль играет также еще одна особенность. Поскольку электроны сильно рассеиваются при прохождении через вещество (например, при ускоряющем напряжении 50 кВ лист алюминия толщиной 0,1 мм или слой воздуха толщиной 20 см полностью поглощает элек-

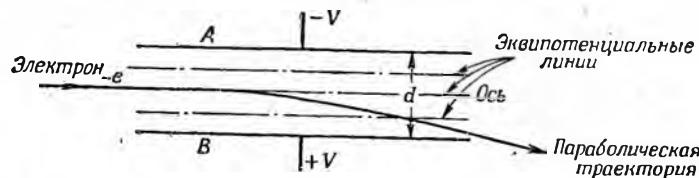
¹⁾ Как практическая, так и теоретическая электронная оптика изложена в книге Косслета [1], включая теорию линз и их аберрации. Можно использовать, кроме того, работы [3—5, 11—13] для получения сведений по электронной микроскопии. (См. также работы, указанные редактором в приложении В. — Прим. ред.)

тронный пучок), в электронно-оптических системах необходимо поддерживать высокий вакуум.

При преломлении электронных пучков в потенциальном поле (см. фиг. 28) отклонение пучков происходит не сразу (как у световых лучей при изменении показателя преломления на границе двух сред), а постепенно, по мере изменения потенциала, вызывающего преломление.

1. Отклонение электронов в электростатическом поле

В однородном электростатическом поле пучок электронов движется по параболе, так что его движение полностью аналогично движению материальной частицы в однородном гравитационном поле. Это показано на фиг. 41, где однородный потенциал V приложен к двум пластинам A и B . Если пластины находятся на расстоянии d , то напряженность электрического поля E



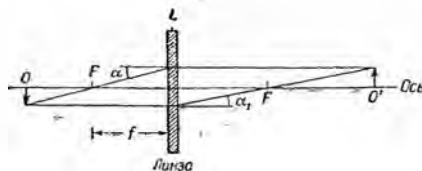
Фиг. 41. Движение электрона в поперечном электростатическом поле (по Косслетту [1]).

в промежутке между ними равна $E = V/d$. Сила, действующая на движущийся электрон перпендикулярно к исходному направлению его движения, равна Ee , а постоянное ускорение a оказывается равным Ee/m , где e — заряд, а m — масса электрона. Поперечное смещение электрона к положительной пластине B за время t равно $\frac{1}{2} at^2$, поскольку при этом скорость в продольном направлении не меняется, траектория электрона представляет собой параболу. Обычно электрические поля между параллельными пластинами не являются однородными главным образом вследствие их искажений у краев.

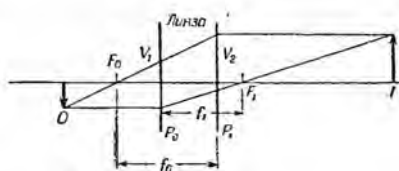
Электрические линзы могут быть образованы любым набором электродов, располагаемых симметрично относительно общей оси. Полное отклонение лучей, исходящих из общего центра (например, из точки объекта на оси), в точке, расположенной на некоторой высоте в линзе, пропорционально этой высоте (вследствие поперечной компоненты поля). Таким образом, лучи сходятся в новой точке на оси ¹⁾ — точке изображения — или же

¹⁾ Только для объектов в пространстве, где нет поля.

они расходятся, так что кажутся исходящими из точки, лежащей в линзе. В идеальном случае такое фокусирующее действие соответствует фокусирующему действию тонкой стеклянной линзы в световой оптике, как показано на фиг. 42. Здесь линза L фокусирует лучи, исходящие от объекта O , формируя изображение O' .



Фиг. 42. Фокусирующее действие тонкой линзы.



Фиг. 43. Фокусирующее действие толстой линзы.

Как и в световой оптике, линейное увеличение равно LO'/OL , а фокусное расстояние линзы можно получить из соотношения

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{OL} + \frac{1}{LO'}. \quad (3.1)$$

Угловое увеличение равно $\tan \alpha / \tan \alpha_1$. Однако в общем случае условия в электронных линзах более близки к условиям в геометрической световой оптике толстых линз, где необходимо знать основные плоскости линзы P_0 и P_1 со стороны объекта и изображения соответственно (фиг. 43). При этом увеличение составляет $P_0I/OP_1 \sqrt{V_1/V_2}$, где V_1 и V_2 — потенциалы в пространстве объекта и в пространстве изображения соответственно. Так как в современных электронных микроскопах используются почти исключительно магнитные линзы, нет необходимости останавливаться более на электростатических полях. Однако фокусирующее действие тонких и толстых магнитных линз можно представить так же, как показано на фиг. 42 и 43 для случая электростатических линз.

2. Отклонение электронов в магнитных полях

Магнитные поля с аксиальной симметрией можно использовать как электронные линзы, однако в этом случае нет близкой аналогии между движением электронов в магнитных полях и распространением световых лучей в любой известной среде. Тонкая магнитная линза представляет собой по существу соленоид, по которому идет ток.

Рассмотрим сначала влияние однородного поперечного магнитного поля на движущийся электрон. На электрон, движущийся в однородном поле H со скоростью u [пропорциональной

$\sqrt{V}$, где V — ускоряющее напряжение (см. табл. 1)], действует сила Heu , нормальная как к полю, так и к начальному направлению движения электрона. Электрон отклоняется в плоскости, нормальной к полю, пересекая силовые линии под прямым углом. Таким образом, сила, действующая на электрон, всегда перпендикулярна направлению его движения в любой точке поля. Поэтому электрон будет двигаться по окружности радиуса r , определяемого равенством центростремительной и отклоняющей сил:

$$Heu = \frac{mu^2}{r}. \quad (3.2)$$

При ускоряющем напряжении 1 в электрон опишет окружность радиусом 3,37 см в поле 1 эрстед, так что, заменив u на $\sqrt{V}$, получим

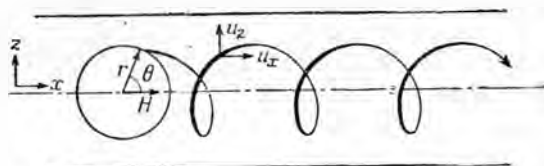
$$r(\text{см}) = \frac{3,37 \cdot \sqrt{V(\text{в})}}{H(\text{эрстед})}. \quad (3.3)$$

Частота вращения зависит только от поля и для поля напряженностью 1 эрстед равна 2,8 Мгц. Следует отметить, что магнитное поле, параллельное направлению движения электрона, не создает силы, отклоняющей электрон.

Если точечный источник электронов находится в однородном продольном магнитном поле, так что начальное направление движения электронов составляет угол θ с полем, то составляющая скорости вдоль поля u_x не меняется, тогда как составляющая скорости, перпендикулярная полю, u_z , зависит от силы Heu_z . В результате траектория электрона оказывается геликоидальной, как показано на фиг. 44. При $u_x = 0$ (т. е. $\theta = 90^\circ$) она вырождается в окружность радиуса r (однородное поперечное поле). Однородное продольное поле имеет место в соленоидах. На фиг. 45, а показано сечение, параллельное направлению поля, на фиг. 45, б — сечение, перпендикулярное полю. Тангенциальные составляющие скорости отдельных электронов вызывают геликоидальный изгиб траектории, причем шаг витка геликоида определяется величинами этих составляющих, например, u_1 , u_2 , u_3 на фиг. 45.

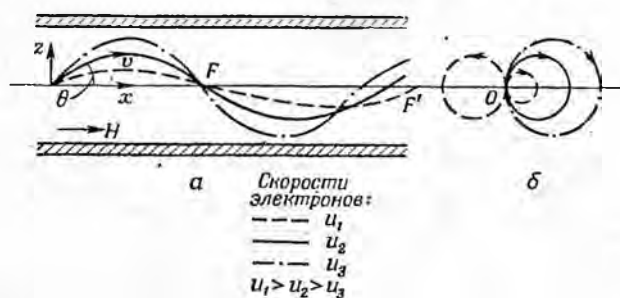
Если аксиальные скорости электронов одинаковы, как, например, в монохроматическом пучке, то геликоиды, по которым они движутся, имеют один и тот же шаг, и все электроны, проходящие через данную точку, после одного полного оборота сойдутся во второй точке, отстоящей от первой на шаг геликоида вдоль магнитного поля. Таким образом, получается фокусировка, например, в точках F , F' и т. д. (фиг. 45, а), и можно получить видимое изображение, если поместить подходящий флуоресцирующий экран в одной из этих точек. Фокусное расстояние таких

линз прямо пропорционально ускоряющему напряжению. Электроны с различными скоростями будут фокусироваться в разных точках, таким образом вызывая появление хроматической aberrации [1—4].



Фиг. 44. Геликоидальный (по цилиндрической спирали) путь электрона в магнитном поле, например в длинном соленоиде (по Косслетту [1]).

Из фиг. 45 можно видеть, что движение электронов в магнитном поле приводит к повороту изображения по отношению к объекту, причем всегда по часовой стрелке, если наблюдать вдоль

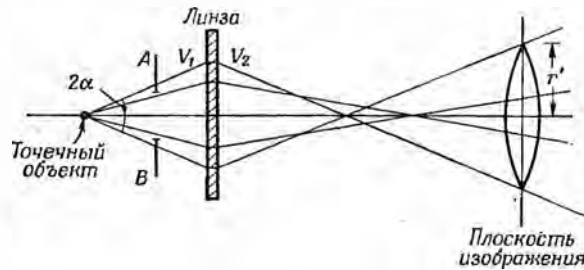


Фиг. 45. Пути электронов в магнитном поле линзы-соленоиды (по Косслетту [1]).

а — продольное сечение поля; б — поперечное сечение поля.

поля в положительном направлении z (правило левой руки). Это вращение отсутствует только в тонких или составных линзах, где магнитные поля действуют в противоположных направлениях (например, при намотке катушек в двух половинах линзы в противоположных направлениях). Так как угол поворота пропорционален силе тока в линзах, для согласования электронно-микроскопической и микродифракционной картин необходимо произвести его калибровку (см. § 3, п. 6, настоящей главы).

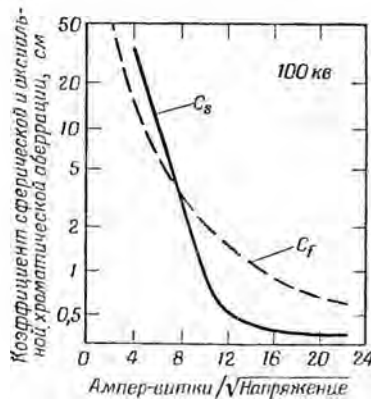
вызывающей нерезкость изображения у оптической оси. Эта aberrация соответствует «плохой форме» поверхности линзы,



Фиг. 47. Схема, иллюстрирующая сферическую aberrацию в линзах.

AB — апертурная диафрагма, отсекающая внешние пучки, преломленные под большим углом, чем близкие к оси; r' — радиус кружка рассеяния вокруг точки изображения.

приводящей к появлению кружка рассеяния вокруг каждой точки изображения, как показано на фиг. 47. Радиус r' этого кружка пропорционален $C_s \alpha^3$, где C_s — коэффициент сферической aberrации и α — половина телесного угла при вершине конуса лучей, выходящих из объекта. Обычно более удаленные от оси лучи преломляются сильнее, чем близкие к ней, но этот эффект можно уменьшить путем использования очень узкой диафрагмы перед объективной линзой (AB на фиг. 47)¹⁾.



Фиг. 48. Зависимость сферической и хроматической aberrации от тока возбуждения линзы.

точной линзы совместно с проекционной (см. ниже § 5, п. 5, настоящей главы).

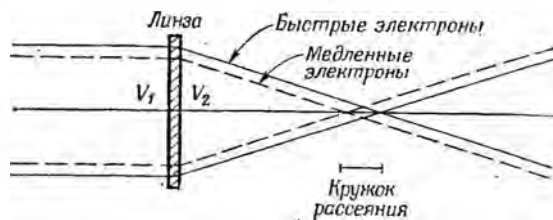
Чем выше возбуждаемый ток в линзе, тем ниже сферическая aberrация (фиг. 48). Минимальная величина C_s , достижимая

¹⁾ На самом деле апертурная диафрагма располагается не перед, а внутри или даже позади объективной линзы. — Прим. ред.

в настоящее время в электронном микроскопе, составляет 0,03 см. Чтобы уменьшить случайные колебания напряженности поля линз, необходимо использовать стабилизаторы тока. Предел разрешения, обусловленный сферической aberrацией, составляет $\sim 2,8 \text{ \AA}$ [5] (см. § 3, п. 3, настоящей главы).

2. Хроматическая aberrация

Электроны различных длин волн преломляются под разными углами, и так как $\lambda = \sqrt{150/V}$ (если пренебречь релятивистскими эффектами), то ясно, что любые колебания ускоряющего напряжения V ведут к хроматической aberrации. Поскольку большинство микроскопов работает с ускоряющим напряжением до



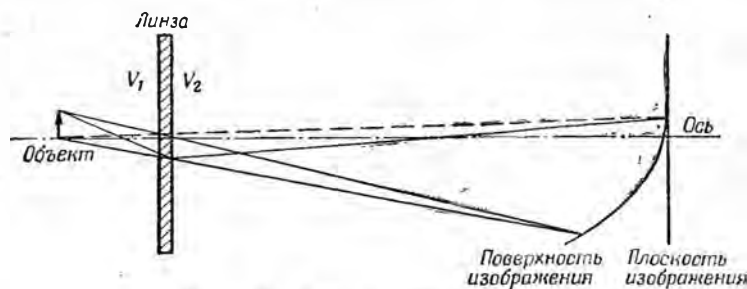
Фиг. 49. Хроматическая aberrация при фокусировке электронов различных скоростей (длин волн).

Тот же эффект дают флуктуации тока, питающего линзу.

100 кВ, высоковольтное питающее устройство должно ограничивать нестабильность этого напряжения в пределах $\pm 1 \text{ в}$. Хроматическая aberrация иллюстрируется на фиг. 49. Радиус кружка рассеяния пропорционален $C_f \Delta E/E$, где C_f — коэффициент приосевой хроматической aberrации, $\Delta E/E$ — разброс энергии электронов, формирующих изображение (вследствие пульсации или дрейфа напряжения, потерь энергии при неупругом рассеянии электронов объектом или колебаний тока в линзах), а α — апертурный угол, ограничивающий пучок электронов, рассеиваемых объектом [4]. Изменение C_f в зависимости от тока в линзе приведено на фиг. 48. Следует отметить, что, когда исследуются образцы легких элементов, отношение неупругого рассеяния к упругому велико (см. фиг. 3): большинство неупруго рассеянных электронов остается в пределах апертурной диафрагмы, и результирующая хроматическая aberrация может существенно ограничить разрешение (см. § 3 настоящей главы).

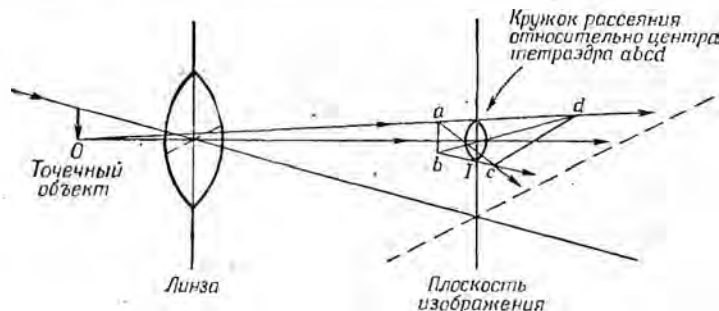
3. Кривизна поля (астигматизм)

Кривизна поля проявляется в том, что лучи, исходящие из нескольких внеосевых точек объекта и примыкающие к осевым, сходятся перед или за плоскостью изображения, как показано на фиг. 50. Вообще говоря, внеосевые лучи сходятся не в точку,



Фиг. 50. Схема искривления поля.

а в два взаимно перпендикулярных линейных отрезка, вызывая астигматизм (фиг. 51). Этот дефект наиболее трудно контролировать, так как он возникает вследствие асимметрии полюсных



Фиг. 51. Происхождение и влияние астигматизма (по Холлу [4]).

наконечников. Даже при очень тщательной механической обработке минимальное астигматическое рассеяние в линзах ненамного меньше $0,2 \text{ мк}$, что ограничивает разрешение $\sim 4 \text{ Å}$ [5]. Ясно, что любые загрязнения полюсных наконечников (например, продукты разложения углеводородов в «грязном» вакууме, остатки после чистки, оброненные из объектодержателя образцы и т. д.) могут служить причиной астигматизма, так что очень важно содержать в безупречной чистоте все части микроскопа, находящиеся в контакте с электронным пучком. Большинство приборов высокого разрешения снабжается стигма-

торами. Их роль состоит в том, чтобы наложением (в зазоре полюсных наконечников) слабого эллиптического поля, напряженность и направление которого регулируются, скомпенсировать астигматизм. Это особенно ценно при загрязнении апертурной диафрагмы объективной линзы. Один из видов стигматора представляет собой полый цилиндр из никелированной латуни, который можно повернуть, поднять или опустить в канале полюсных наконечников. Удобным тест-объектом для стигмации являются кольца Френеля на краях отверстий, появляющиеся на изображении при дефокусировке.

В физической оптике [6] известны дифракционные эффекты, называемые дифракцией Френеля, когда либо осветитель, либо экран, либо тот и другой расположены на конечном расстоянии от отверстия или препятствия, на котором происходит дифракция, так что освещающие лучи нельзя считать параллельными. Образование дифракционных колец Френеля на дефокусированном электронном изображении [4, 7] поясняется схемой на фиг. 52. Если когерентный пучок электронов проходит вблизи края образца, лежащего в плоскости, нормальной к оптической оси, то за образцом электронный пучок можно рассматривать как состоящий из двух волн. Одна — плоская волна (свободный пучок), другая — цилиндрическая волна, источником которой является край образца. Если в линзе нет аберраций, исходная плоская волна сойдется в нижней фокальной плоскости объектива и будет расходиться как сферическая волна за этой плоскостью. Аналогично объектив превратит цилиндрическую волну в цилиндрическую, сходящуюся на линии в плоскости, сопряженной с плоскостью края образца, на расстоянии b от главной плоскости объектива со стороны изображения. Если объектив сфокусирован не на край образца, а на плоскость, расположенную на a см ниже, то две электронные волны интерферируют в плоскости экрана на расстоянии L от главной плоскости объектива (фиг. 52) со стороны изображения. В результате этой интерференции на экране возникает ряд минимумов и максимумов интенсивности, амплитуда которых уменьшается с удалением от оптической оси. Максимум наблюдается на расстоянии, равном ширине кольца, которая приблизительно находится из условия [8]:

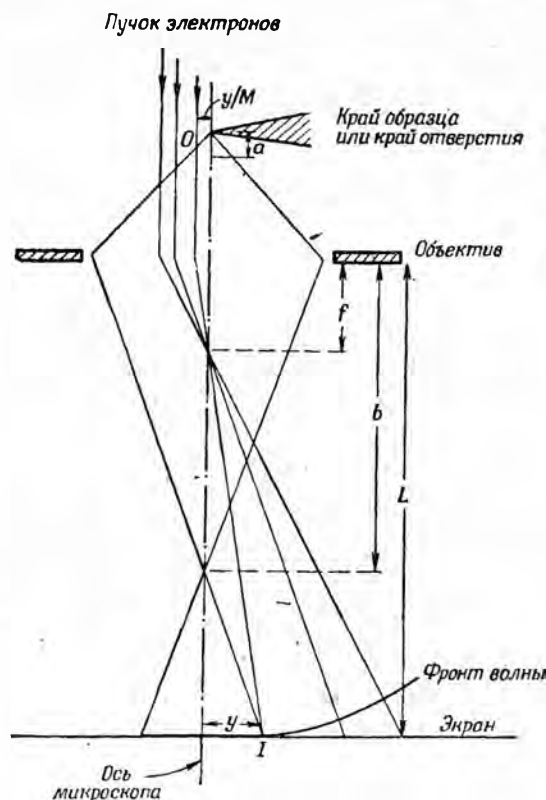
$$y = \sqrt{a\lambda n}. \quad (3.4)$$

где $n = 1, 2, 3$ — порядок кольца.

В связи с тем, что источник имеет конечный размер (равный y/M , где M — увеличение), каждая точка источника дает свою дифракционную картину (по Френелю). Если линза не имеет аберраций и точно сфокусирована, так что ее предметная плос-

кость совпадает с краем, то $a = 0$ и колец не наблюдается. Если же их устранить не удастся, то причиной тому служат аберрации.

Кольца могут наблюдаться в микроскопе, если дистанция дефокусировки a так отрегулирована путем изменения тока



Фиг. 52. Образование колец Френеля на дефокусированном изображении образца (случай перефокусировки).

в линзе, что ширина колец на флуоресцирующем экране составляет примерно 50 мк. Для кольца первого порядка и при увеличении $\times 50\,000$ действительная ширина кольца равна, таким образом, 10 Å. Поэтому, чтобы видеть его отчетливо, рекомендуется пользоваться увеличением по меньшей мере в 80 000 раз. Неправильности в структуре колец Френеля могут возникать по следующим причинам:

1. Асимметричное размытие — обычно из-за вибрации образца или колонны микроскопа.

2. Радиальное или симметричное размытие — обычно из-за флуктуации высокого напряжения или тока в линзах.

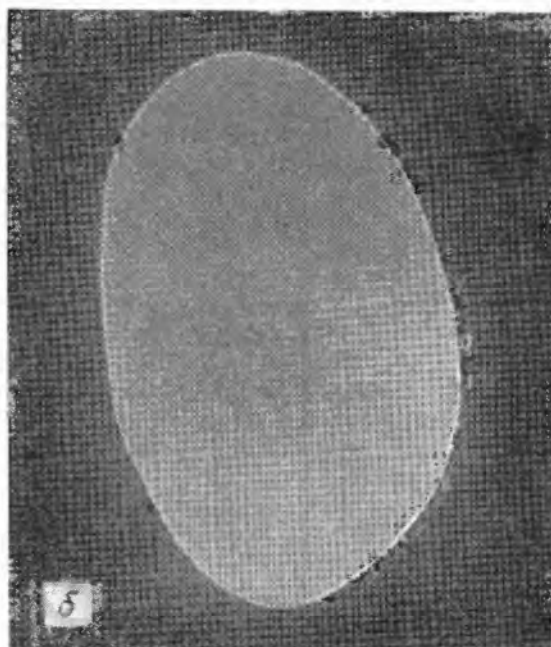
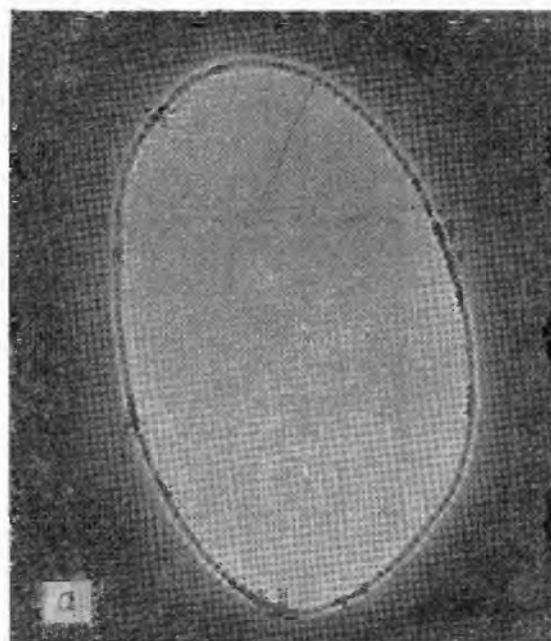
3. Асимметрия ширины кольца — обычно из-за астигматизма объектива.

Следовательно, кольцо Френеля можно использовать как удобный тест-объект для выявления дефектов изображения; оно имеет высокий контраст и, будучи вытянутым в одном направлении, значительно лучше видимо в условиях слабой освещенности (при больших увеличениях) электронно-микроскопического изображения, чем точечный объект. Удобным объектом является пленка, имеющая мелкие отверстия, например, показанная на фиг. 53, *а—в* коллодиевая пленка. Отметим, что кольцо более контрастно при перефокусировке (ток в объективной линзе выше тока установки на резкость) и что в случае, показанном на фиг. 53, *в*, кольцо полностью не исчезает даже при точной фокусировке. Это следствие остаточного астигматизма в объективе. Астигматизм исправляется путем изменения направления и силы приложенного поля стигматора до получения минимального остаточного астигматизма [8]. В случае, показанном на фиг. 53, *в*, остаточный (минимальный) астигматизм составляет приблизительно 10 Å (ширина кольца при дефокусировке).

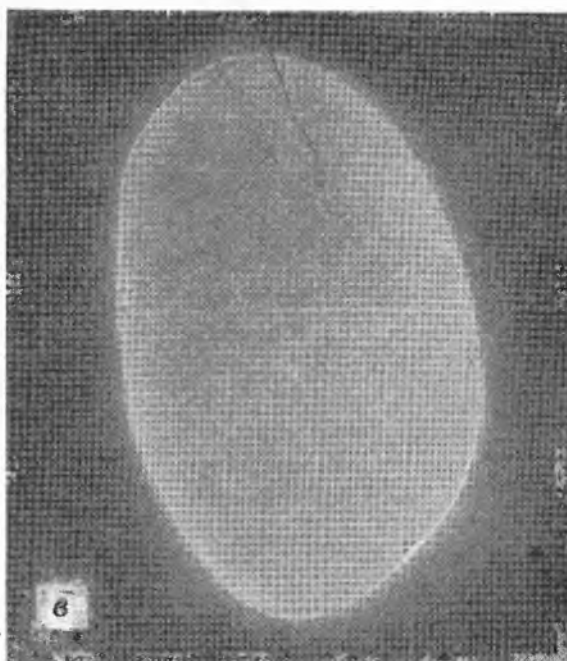
Астигматизм конденсорной линзы можно наблюдать по виду каустики пучка, дефокусированного вторым конденсором. Его можно исправить путем изменения напряженности поля стигматора конденсорной линзы до получения симметричной каустики; например, на фиг. 54, *а* показана каустика нестигмированной, а на фиг. 54, *б* — стигмированной конденсорной линзы. Не все электронные микроскопы снабжены стигматорами конденсорных линз, но так как эти линзы являются более длиннофокусными, чем объективные, этот недостаток не представляется серьезным. Тем не менее, абсолютная чистота конденсорной системы весьма существенна для того, чтобы свести к минимуму этот эффект, особенно если необходимо достигнуть высокого разрешения.

4. Влияние пространственного заряда

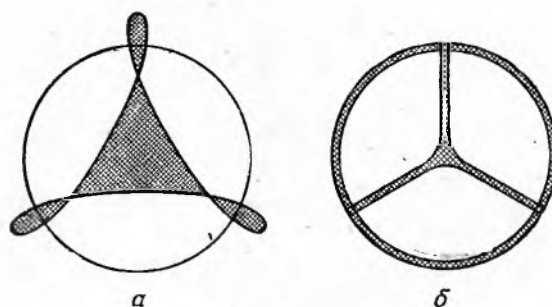
С этим эффектом, специфическим для электронной оптики, приходится встречаться при работе с медленными электронами, когда концентрация электронов в той или иной точке может стать настолько высокой, что возникает взаимное отталкивание электронов. Концентрация обратно пропорциональна скорости



Фиг. 53. Кольца Френеля по краю отверстия в коллодиевой пленке.
a — перефокусировка; *б* — недифокусировка;



Ф и г. 53. (продолжение)
 б — точная фокусировка. $\times 570\ 000$.



Ф и г. 54. Формы каустики на изображении дефокусированного электронного пучка (схема).
 а — астигматическая; б — исправленная.

электронов, и, таким образом, в интенсивных пучках медленных электронов этот эффект становится важным. Влияние пространственного заряда приводит к расширению пучка, что аналогично действию рассеивающей (вогнутой) линзы. При средних интенсивностях пучка, обычно используемых в электронных микроскопах серийного типа, влияние пространственного заряда не существенно.

§ 3. РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ

Волновая природа электронов, а также конечные размеры отверстия линзы приводят к тому, что изображение точечного объекта, даже если бы все ошибки, описанные выше, были сведены к нулю, имеет конечные размеры.

Это является результатом расходимости пучка, прошедшего объект, и дает дифракционную ошибку, о которой шла речь в гл. 2.

Изображение точки представляет собой диск, в пределах которого интенсивность падает от максимума до нуля на расстоянии r' от центра (см. фиг. 22). Предположим, что этот радиус опирается на угол γ , как показано на фиг. 55. В световой оптике, если R — радиус совершенной линзы, аналогично случаю с решеткой (см. гл. 1, § 13),

$$\gamma = \frac{1,22\lambda}{2R}. \quad (3.5)$$

Из схемы на фиг. 55 следует, что

$$r' = L\gamma, \quad (3.6a)$$

$$\beta = \frac{R}{L}, \quad (3.6b)$$

тогда

$$r' = \frac{0,61\lambda}{\beta}. \quad (3.7)$$

Из той же схемы видно, что $\beta = \alpha/M$, где M — увеличение, α — апертурный угол линзы. Таким образом,

$$r' = \frac{0,61\lambda M}{\alpha}. \quad (3.8)$$

В этих выкладках мы считали синус и тангенс угла равными углу, что вполне допустимо в электронной оптике вследствие малости углов (см., однако, § 2 настоящей главы). Для световой

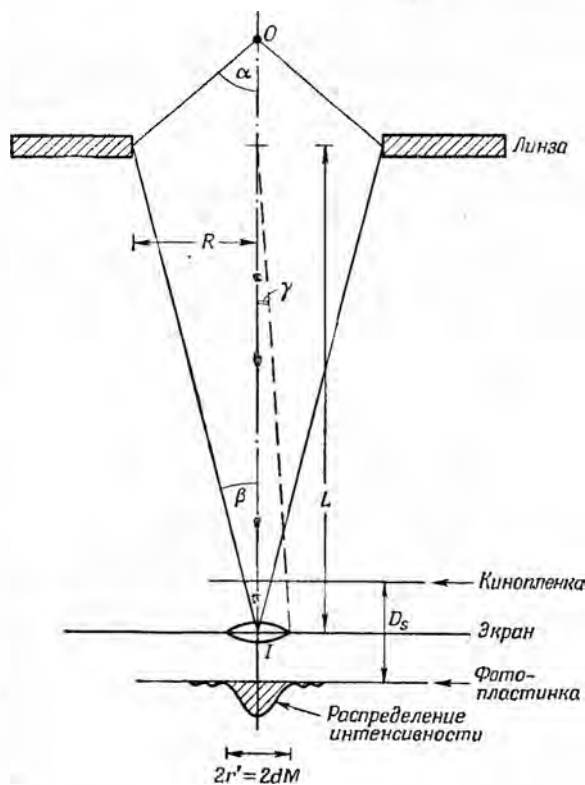
оптики более точно написать

$$r' = \frac{0,61\lambda M}{\mu \sin \alpha},$$

т. е. в масштабе объекта

$$d = \frac{0,61\lambda}{\mu \sin \alpha}, \quad (3.9)$$

где $d = r'/M$ — кажущийся радиус изображаемой точки вследствие дифракции (если пренебречь интенсивностью вне радиуса d), μ — коэффициент преломления. Величина $\mu \sin \alpha (= N)$ называется численной апертурой.



Ф и г. 55. Определение разрешения d и глубины фокуса D_s .

Если две точки отстоят друг от друга менее, чем на d , то, очевидно, изображение появится в виде единого пятна, и, следовательно, d является пределом разрешения. Ясно, что чем

меньше величина d , тем выше разрешающая способность. В световой оптике d можно уменьшить путем уменьшения λ (ультрафиолетовые лучи) и увеличения N (например, объектив с масляной иммерсией имеет $N = 1,4$). Таким образом, для белого света $\lambda = 4200 \text{ \AA}$ и при $N = 1,4$ $d = 1800 \text{ \AA}$. Если использовать ультрафиолетовые лучи, т. е. $\lambda = 2537 \text{ \AA}$, то при $N = 1,4$ $d = 1100 \text{ \AA}$.

Отсюда видно, что наилучшее разрешение в световой микроскопии составляет примерно $1000 \text{ \AA}$. Но для электронных лучей длину волны λ можно снизить, например, до $0,037 \text{ \AA}$ (см. табл. 1), так что разрешение может более чем в 10^5 раз превысить разрешение, достигаемое в световой оптике, и, следовательно, могут быть разрешены детали, размеры которых меньше атомных. Однако это теоретическое разрешение в электронной микроскопии достичь не удастся, потому что пока еще не изготовлены электронные линзы с большой угловой апертурой, регулируемые так, как стеклянные объективы световых микроскопов. Поэтому используются очень малые угловые апертуры (порядка $10^{-2} \div 10^{-3} \text{ рад}$), и электронно-оптическая система строится так, чтобы свести к минимуму совместное влияние четырех наиболее важных источников ошибок электронного изображения: дифракционной ошибки, сферической аберрации, астигматизма и хроматической аберрации, которые были описаны в предыдущих пунктах.

Для разрешения периодической структуры с периодом d , как мы уже видели в гл. 2, угол отражения первого порядка, равный λ/d (см. фиг. 29), должен быть достаточно малым — меньше апертурного угла объективной линзы. Но для последнего воссоединения пучков апертурный угол α должен быть достаточно малым, чтобы свести к минимуму эффект сферической аберрации. Вследствие сферической аберрации кажущийся радиус точки d пропорционален $C_s \alpha^3$. Оптимальная величина α соответствует примерно равенству сферической аберрации и дифракционной ошибки, т. е. $C_s \alpha^3 = 0,61 \lambda / \alpha$ [формула (3.9)], откуда

$$\alpha_{\text{оптим}} = \left(0,61 \frac{\lambda}{C_s} \right)^{1/4}.$$

Однако, чтобы дифрагированный пучок первого порядка мог пройти в отверстие апертурной диафрагмы, угол $\alpha_{\text{оптим}}$ должен быть больше $(d/C_s)^{1/3}$. Следовательно, заменяя α на λ/d , мы получаем разрешение, т. е. минимальную величину периода $d = C_s^{1/4} \lambda^{3/4}$. Те же соображения применимы и в случае изображения двух точек, разделенных расстоянием d , так что максимум

первого порядка появляется при угле λ/d . Ширина максимума определяется расходимостью пучка (см. гл. 1, § 13).

Хейне [11] дал более точные выражения для $\alpha_{\text{оптим}}$ и $d_{\text{мин}}$

$$\alpha_{\text{оптим}} = 1,4 \left(\frac{\lambda}{C_s} \right)^{1/4}, \quad (3.10)$$

$$d_{\text{мин}} = 0,43 C_s^{1/4} \lambda^{3/4}. \quad (3.11)$$

Для электронов с энергией 80 кВ ($\lambda = 0,04 \text{ \AA}$) и для $C_s \sim 0,05 \text{ см}$ $d_{\text{мин}}$, т. е. теоретическое инструментальное разрешение составляет примерно 3 Å, а $\alpha_{\text{оптим}} \approx 10^{-2} \text{ рад}$.

Как уже говорилось в гл. 2, для металлов углы Брэгга больше $\alpha_{\text{оптим}}$; следовательно, атомные плоскости кристаллической решетки металла нельзя разрешить прямо. Однако если подобрать подходящие кристаллы с большими межплоскостными расстояниями (меньшими углами Брэгга), то окажется возможным использовать их в качестве образцов для точного определения разрешающей способности электронного микроскопа. Подходящими кристаллами являются фталоцианины металлов; например, у фталоцианина платины плоскости типа {201} имеют межплоскостное расстояние 11,94 Å [16]. Если тонкий монокристалл этого материала ориентирован так, что (20 $\bar{1}$) лежит параллельно пучку, и если микроскоп имеет разрешение лучше 12 Å, то можно получить изображение этих плоскостей, как описано в гл. 2, § 2. На фиг. 30 приведен соответствующий пример.

Фталоцианин платины можно приготовить при нагревании фталонита с хлоридом платины. Монокристаллы получают при возгонке в потоке CO_2 [31], после чего их перемалывают стеклянной палочкой на дне пробирки и суспендируют в этиловом спирте. Для исследования в электронном микроскопе удобно дать капле этой суспензии испариться на объектной сеточке, покрытой тонкой углеродной пленкой-подложкой (см. гл. 4, § 1, п. 2). Изображение кристаллов получается лучше, если на него не накладывается структура подложки, так что необходимо наблюдать за участками, где кристалл попал на отверстие в пленке. Далее следует применить метод, описанный в гл. 2, § 2, для получения изображения плоскостей решетки, причем лучше использовать фотопластинки возможно более контрастные¹⁾.

Если надо убедиться, что разрешение лучше 10 Å, удобно использовать монокристаллы трехокиси молибдена, в которых

¹⁾ Например, фотопластинки Ильфорд или Кодак — особо контрастные, диапозитивные (мелкозернистые). (Соответствующие по качеству советские фотопластинки изготавливает фабрика № 2. — Прим. ред.)

плоскость (020) имеет межплоскостное расстояние 6,93 Å (см. работу [3] в гл. 2). Их можно приготовить путем разложения молибдата аммония с последующей перегонкой. Образцы затем можно нанести на пленку, как описано выше.

Практически в большинстве случаев нет необходимости достигать разрешений порядка 10 Å или около этого. Тем не менее, если прибор всегда поддерживается в состоянии своего предельного разрешения (скажем 10 Å), то можно получить наилучшие возможные результаты и в тех случаях, когда изображаемые детали объекта по размерам значительно превышают разрешение.

Практически достигнутое разрешение несколько хуже теоретического инструментального разрешения вследствие хроматической аберрации и астигматизма. Недавно Менер [5] рассмотрел эту проблему, придя к следующим результатам. Если астигматическая разность фокусных расстояний есть Δf , то диаметр изображения (см. фиг. 51) точечного объекта, отнесенный к плоскости объекта, равен $\delta_A = \alpha \Delta f$. Чтобы этой величиной можно было бы пренебречь по сравнению с инструментальной разрешающей способностью, диаметр δ_A должен быть равным $0,2d_{\text{мин}}$, т. е. $\Delta f \sim 6 \cdot 10^{-7}$ см. Относительная астигматическая разность токов $\Delta I/I$ обмоток линзы должна удовлетворять условию

$$\Delta f = \frac{\Delta I}{I} \leq 1,1 \cdot 10^{-6}. \quad (3.12)$$

Даже со стигматорами (см. § 5, п. 3 настоящей главы) наилучшая настройка, которая легко достигается на практике, соответствует $\Delta I/I \sim 2 \cdot 10^{-5}$, так что астигматизм вызывает весьма ощутимую потерю разрешения.

Если ускоряющее напряжение V изменяется на ΔV , а ток I в обмотке объективной линзы на ΔI , то фокусное расстояние линзы изменяется и возникает хроматический кружок рассеяния (см. фиг. 49) диаметром

$$\delta_F = 2C_f \alpha \left\{ \left(\frac{\Delta V}{V} \right)^2 + \left(\frac{2\Delta I}{I} \right)^2 \right\}^{1/2}, \quad (3.13)$$

где C_f — константа хроматической аберрации. Если принять $C_f = 2,2$ мм, то ΔV и ΔI не будут заметно влиять на разрешение при $\Delta V/V \leq 1,5 \cdot 10^{-6}$ и $\Delta I/I \leq 0,75 \cdot 10^{-6}$. Нелегко достигнуть такой стабилизации на время, необходимое для фокусировки и съемки. А так как хроматические ошибки возникают также и вследствие потерь энергии электронов при неупругом рассеянии, то создается впечатление, что нет никакой практической пользы от применения тщательно разработанных стабилизаторов.

Хроматическую абберацию, возникающую в результате неупругого рассеяния электронов, можно свести к минимуму, используя очень тонкие образцы, но нельзя совершенно уничтожить, не используя электростатическое фильтрующее устройство. Даже тогда могут возникнуть сильные трудности из-за снижения яркости изображения. Таким образом, вследствие совместного действия четырех аббераций объективной линзы разумная величина практического инструментального разрешения получается $5 \div 6 \text{ \AA}$. Как мы увидим в гл. 5, одноатомные плоские скопления атомов меди толщиной всего лишь $\sim 4 \text{ \AA}$ (зоны Гинье—Престона) уже обнаружены в сплавах алюминий—медь благодаря определенным дифракционным условиям [10]. Следовательно, мы должны стремиться к еще большему усовершенствованию конструкции линз и методов препарирования образцов с тем, чтобы в конечном счете можно было бы разрешать даже отдельные атомы [11—13].

Из рассмотренного выше следует, что использование подходящих диафрагм, стабильность высокого напряжения и тока в линзах, чистота частей микроскопа являются существенными требованиями для получения высокого разрешения. Некоторые сведения по чистке частей микроскопа изложены в § 10 настоящей главы. Поскольку блуждающие поля от расположенных по соседству высоковольтных установок могут воздействовать как на ток пучка, так и на ток в линзах, колонна микроскопа должна быть экранирована, и прибор должен быть помещен достаточно далеко от других установок. Механическая стабильность является также существенной, так что источники ударов и вибраций должны быть устранены. При установке микроскопа в лаборатории необходимо уделить должное внимание всем этим обстоятельствам (см. приложение Г). Еще один эффект возникает из-за образцов с плохой электропроводностью, которые заряжаются под пучком. Это вызывает подергивание изображения. Борются с зарядом с помощью «нейтрализатора заряда» в камере объекта¹⁾. Кроме того, важно иметь возможно более высокий вакуум в системе, снижая до минимума химические реакции в остаточных парах, вызывающие осаждение полупроводящих веществ на всех деталях по пути пучка.

При объяснении действия электронного пучка на образец следует рассмотреть два момента: изменение самого образца и

¹⁾ «Нейтрализатор заряда» представляет собой ионную пушку: возникший на образце заряд можно нейтрализовать с помощью пучка ионов низкой энергии (5 кэ), падающих на поверхность образца. Пушка обычно располагается напротив объектодержателя.

осаждение веществ из нечистого вакуума. В результате нагревания, возбуждения или ионизационных процессов внутри образца могут проходить химические изменения или рекристаллизация. У неорганических материалов может, например, произойти обезвоживание или восстановление окислов. Органические вещества и галоидные соли щелочных металлов практически всегда разрушаются под пучком. В металлических образцах, однако, вследствие хорошей теплопроводности, нагревание пучком не очень значительно, хотя длительные экспозиции могут приводить к повреждениям под действием ионной бомбардировки. Второе резко выраженное воздействие на образец связано с наличием молекул углеводородов в неидеальном вакууме в колонне микроскопа; эти молекулы адсорбируются на деталях микроскопа и на образце.

На образце они разрушаются электронным пучком, причем летучие составляющие испаряются, а углерод остается в виде осадка. Поэтому в процессе облучения на поверхности образца образуется и медленно утолщается слой аморфного углерода, приводящий к потере контраста и разрешения. Загрязнение образца можно уменьшить путем вымораживания паров в камере объекта или нагреванием образца извне (если это не приводит к нежелательным изменениям структуры).

§ 4. ГЛУБИНА ПОЛЯ И ГЛУБИНА ФОКУСА

Электронный микроскоп обладает по сравнению со световым еще и тем преимуществом, что глубина полей его линз гораздо больше. Это можно понять, обратившись к фиг. 56. Лучи из точки A , освещающие на объекте площадку диаметром $2r$, создают на конечном экране изображение ее центра C в виде диска с центром C' . Однако точка A изображается на экране как несфокусированный диск, так как ее изображение находится в A' . Этот диск диаметром $2r'$ представляет собой изображение поперечного сечения в C лучей, исходящих из A , и можно считать фокусировку удовлетворительной, если

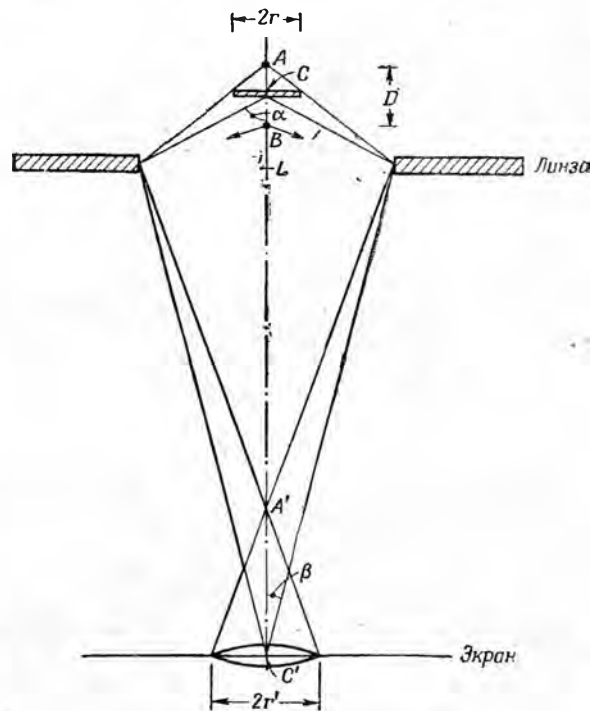
$$2r' \leq 2dM, \text{ или } r \leq d, \quad (3.14)$$

где M — увеличение и d — радиус кружка рассеяния в масштабе объекта (соответствующий предельному разрешению). Аналогично точка B , расположенная по другую сторону от C , будет также удовлетворительно фокусироваться на экране. Расстояние $AB = D$ является глубиной поля около точки объекта C . Поскольку D мало по сравнению с удалением объекта от линзы

CL , лучи из точек A, B, C образуют одинаковые углы α , так что

$$r = \frac{D\alpha}{2} \quad \text{или} \quad D = \frac{2d}{\alpha}. \quad (3.15)$$

Если принять $d = 10 \text{ \AA}$ и $\alpha = 10^{-3} \text{ рад}$, то D оказывается равной 2 мк . Следует сравнить эту величину с аналогичной для светового микроскопа, где угол α может доходить до 70° , так что D может достигать предельного разрешаемого расстояния.



Фиг. 56. Глубина поля D .

Для оценки глубины фокуса обратимся опять к фиг. 55. Если изображение точки O геометрически сфокусировано на экране, то точка изображается диффузным диском диаметром $2dM$. Это означает, что экран можно передвигать в пределах, скажем, D_s вдоль оси, без заметного ухудшения резкости. Это расстояние D_s называется глубиной фокуса. Из геометрических соображений (см. фиг. 55) мы получаем $D_s = 2 dM/\beta$, но $\beta = \alpha/M$ и,

следовательно,

$$D_s = \frac{2dM^2}{\alpha}. \quad (3.16)$$

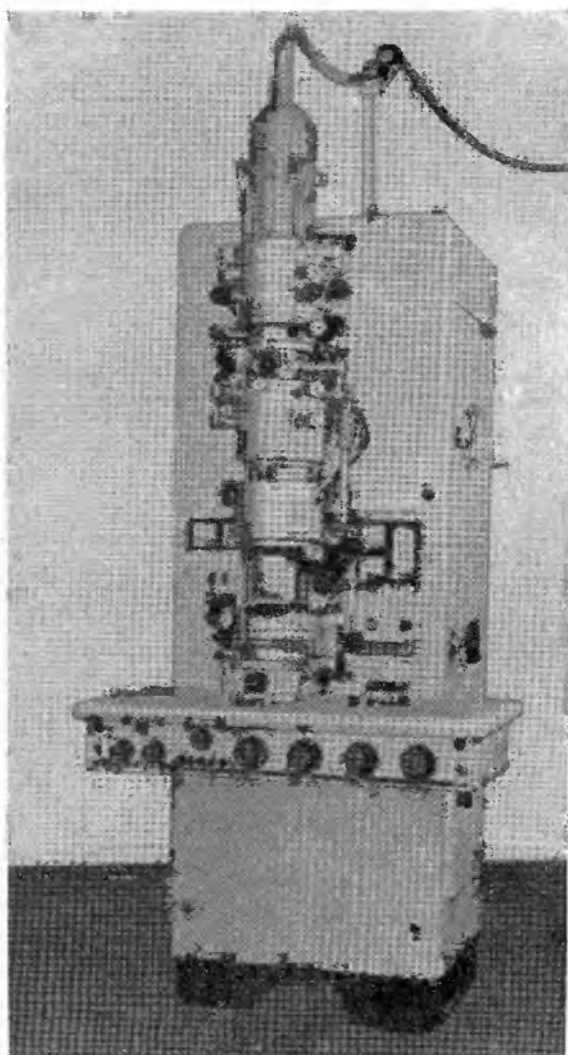
Необходимо отметить, что D_s и D (глубина поля) связаны просто множителем M^2 — линейным увеличением. Из-за этого множителя глубина фокуса может быть очень большой, например, при использовании только одной проекционной линзы с увеличением M_2 глубина фокуса конечного изображения равна $2dM^2 (M_2^2/\alpha)$. При $M = M_2 = 100$ и для $d = 10 \text{ \AA}$ и $\alpha = 10^{-3} \text{ рад}$ глубина фокуса равна $2 \cdot 10^3 \text{ см}$. Поскольку эта оценка верна лишь в том случае, если D_s мало по сравнению с L , ее не следует понимать буквально. Тем не менее, с практической точки зрения, глубина фокуса бесконечна. Вот почему для того, чтобы запечатлеть изображение на фотопластинке или пленке, нет необходимости приспособлять фокусировку, несмотря на то, что она может быть на несколько сантиметров ниже (или выше) экрана (см. фиг. 55). Большая глубина фокуса позволяет оборудовать микроскоп удобной пленочной фотокамерой, расположенной над флуоресцирующим экраном (см. фиг. 55) и, если надо, сделать много снимков, при сохранении обычного расположения фотопластинок под экраном.

§ 5. МАГНИТНЫЕ ЭЛЕКТРОННЫЕ МИКРОСКОПЫ

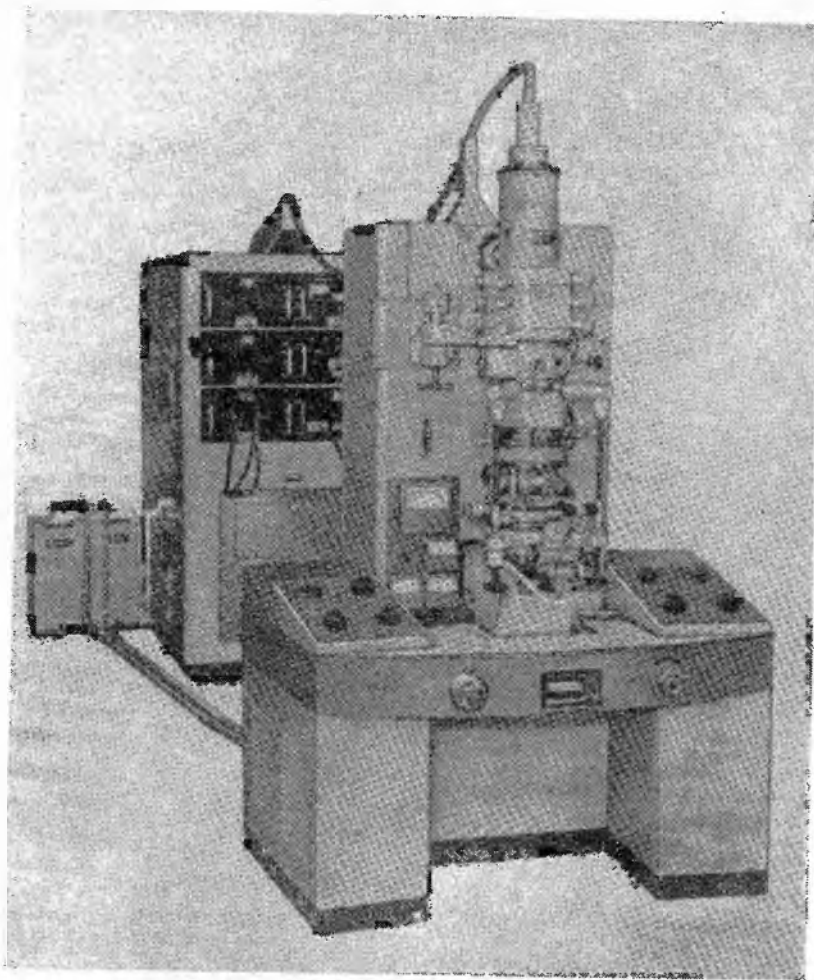
Промышленные электронные микроскопы выпускаются фирмами Сименс и Хальске, Радио Корпорейшн оф Америка, Метрополитен Виккерс, Филлипс, Хитахи, Джапан Электрон Оптикс, Трюб-Тойбер, Цейсс-Иена и т. д. На всемирной выставке в Брюсселе в 1958 г. демонстрировался русский микроскоп высокого разрешения УЭМБ-100¹⁾. Таким образом, микроскопы высокого разрешения используются во всем мире²⁾. Так как каждая компания может выпускать не один тип приборов, описание всех конструкций заняло бы слишком много места. Однако их основные характеристики весьма сходны. На фиг. 57 и 58 приведены два примера пятилинзовых (двойной конденсор) микроскопов высокого разрешения, а на фиг. 59 показан поперечный разрез

¹⁾ Отечественный электронный микроскоп УЭМБ-100 конструкции П. А. Стоянова, выпускаемый Сумским заводом электронных микроскопов и электроавтоматики, по своим основным характеристикам также не уступает лучшим зарубежным образцам. — *Прим. ред.*

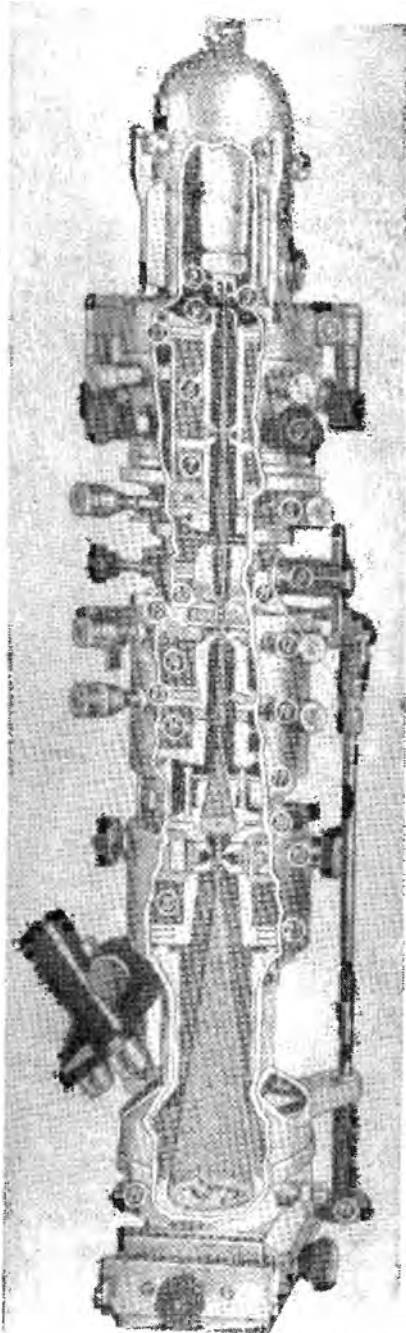
²⁾ Для детального ознакомления со схемой и конструкцией см. работы [11—13].



Ф и г. 57. Электронный микроскоп — Эльмископ 1
фирмы Сименс.



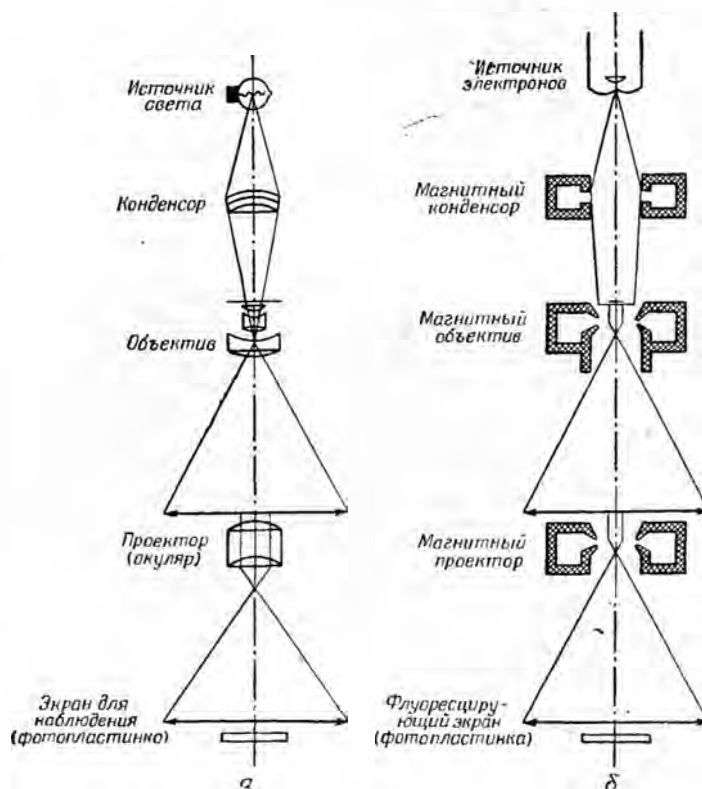
Ф и г. 58. Электронный микроскоп Н. У. 11 фирмы Хитачи и шкаф с питающим устройством.



Ф и г. 59. Разрез колонны электронного микроскопа Эльмископ I фирмы Сименс.

- 1 — механизм юстировки пучка;
- 2 — катод;
- 3 — направляющий электрод;
- 4 — анод;
- 5 — ручки управления электронной пушкой (наклоняющее устройство);
- 6 — обмотка первого конденсора;
- 7 — обмотка второго конденсора;
- 8 — механизм управления сменными конденсорными диафрагмами;
- 9 — рукоятка вакуумного шлюза для образца;
- 10 — патрон объектодержателя;
- 11 — столик объекта и ручки перемещения образца;
- 12 — механизм управления апертурной диафрагмой;
- 13 — место расположения стигматора;
- 14 — обмотка объективной линзы;
- 15 — обмотка промежуточной линзы;
- 16 — ручки управления микродифракционной диафрагмой (или селекторной, или промежуточной);
- 17 — зеркало для наблюдения промежуточного изображения;
- 18 — экран промежуточного изображения;
- 19 — барабан полюсных наконечников проекционной линзы и ручки управления ими;
- 20 — обмотка проекционной линзы;
- 21 — конечный флуоресцирующий экран;
- 22 — камера для фотопластинок;
- 23 — водяное охлаждение.

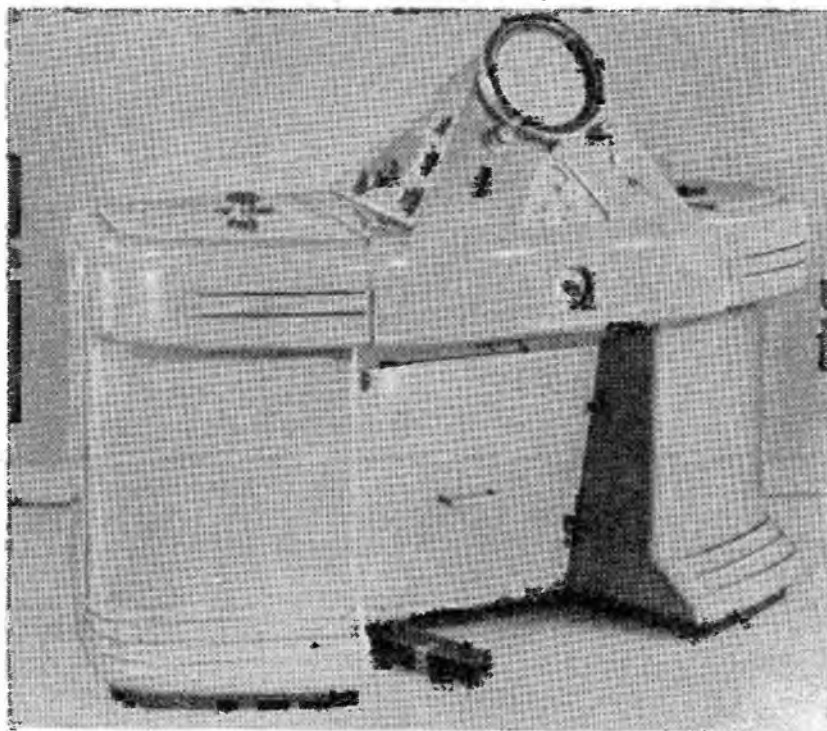
Эльмископа 1 фирмы Сименс, который мы используем для описания. Ход лучей в электронном микроскопе такой же, как и в световом микроскопе, как показано на фиг. 60. В пятилинзовом микроскопе промежуточная линза расположена между



Ф и г. 60. Сопоставление устройств светового микроскопа (а) и магнитного электронного микроскопа (б) и хода лучей в них.

объективной и проекционной, и увеличение становится трехступенчатым. При этом обычно фиксируется ток в проекционной линзе, а изменение увеличения производится регулировкой тока только в промежуточной линзе. Меньшие микроскопы (для работы, не требующей разрешения лучшего $20 \text{ \AA}$) обычно делаются без конденсорной или промежуточной линз или с про-

межуточной и только с одной конденсорной линзой. Примером последнего типа является модель Филлипс Е.М.100В с колонной, расположенной в горизонтальном направлении (фиг. 61).



Фиг. 61. Электронный микроскоп Е. М. 100В фирмы Филлипс.

1. Общее описание

На фиг. 59 приведен поперечный разрез типичного микроскопа высокого разрешения. Источником электронов обычно служит катод из вольфрамовой проволоки, которая при нагревании испускает электроны. Последние затем ускоряются до 100 кВ и проходят через анод. Конденсорные линзы фокусируют электронный пучок до заданного диаметра (который в двухлинзовых конденсорных системах может изменяться) на освещаемом объекте. Положение образца можно менять путем перемещения столика объекта с помощью рукояток, расположенных вне

колонны. Образцы можно быстро менять без нарушения вакуума, если прибор снабжен вакуумным шлюзом (как обычно и делается). Объективная линза дает сфокусированное увеличенное изображение, которое далее увеличивается с помощью промежуточной и проекционной линз для получения конечного изображения на флуоресцирующем экране.

Под экраном оборудуется камера, позволяющая фотографировать изображение на пластинки или на киноленту. Колонна связывается с вакуумной системой диффузионного и форвакуумного насосов, чтобы во время работы непрерывно поддерживать вакуум не хуже, чем 10^{-5} мм рт. ст. На фиг. 59 показано положение рукояток, позволяющих центрировать катод и юстировать каждую линзу до совпадения пучка с осью микроскопа. Во многих конструкциях всю конденсорную систему можно наклонить для работы в режиме отражательного микроскопа или для получения темнопольного изображения. В конденсорную и объективную линзу можно ввести диафрагмы различных диаметров. Кроме того, для выделения на образце нужного участка для микродифракции вводится диафрагма между объективной и промежуточной линзами. Использование больших токов в обмотках линз делает необходимым охлаждение линз водой; подводящая вода должна быть отфильтрована и смягчена для предохранения от коррозии и засорения охлаждающей системы (см. приложение Г). Расположение описанных узлов и деталей показано на фиг. 59. Специфические приемы настройки [4], смены образцов, диафрагм, катодов, фотопластинок и т. д. для каждого типа приборов обычно приводятся в инструкциях, так что нет необходимости здесь входить в эти детали.

2. Электронная пушка

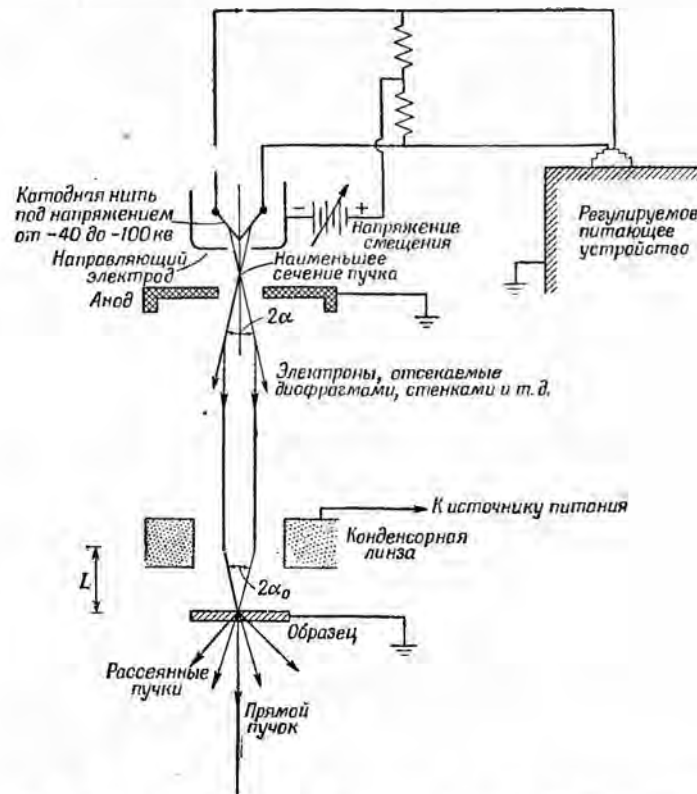
Мощные источники электронов яркостью выше $2 \cdot 10^4$ а/см² на единицу телесного угла [11—13] изготавливают из заостренных вольфрамовых нитей¹⁾. Холодные катоды обычно не применяют (за исключением прибора фирмы Трюб-Тойбер) вследствие колебаний напряжения в зависимости от давления газа в трубке. Температурная зависимость эмиссии электронов I_s (в амперах на 1 см²), испущенных термоионным эмиттером, определяется следующим выражением:

$$I_s = AT^2 e^{-b/T}, \quad (3.17)$$

где A и b — эмпирические константы, причем b пропорционально

¹⁾ Существуют некоторые сомнения в том, что эти так называемые точечные катоды будут в ближайшее время использоваться (см. [14]).

работе выхода электронов [4] (см. гл. 1, § 5), и T — абсолютная температура. Константа A по сравнению с экспонентой является несущественной. Отсюда видно, что эмиссия контролируется главным образом температурой нити. Для вольфрамовой нити

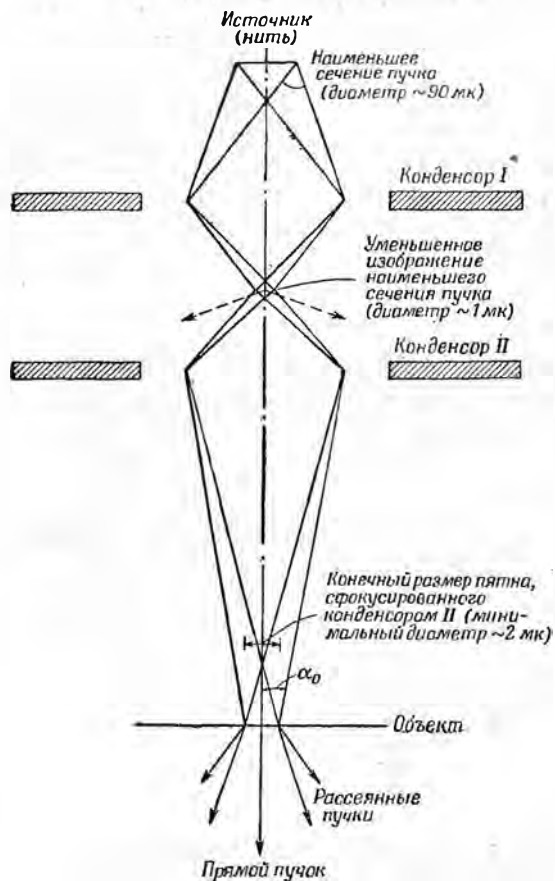


Фиг. 62. Схема действия электронной пушки и осветительной системы с одной конденсорной линзой.

Пушку можно наклонить для работы в режиме отражения или для получения темнопольного изображения.

(точка плавления 3370°C) обычная рабочая температура $\sim 2200^{\circ}\text{C}$. По мере использования нить утоньшается вследствие испарения и окисления и в конце концов разрывается вблизи вершины. Остроконечная форма нити обеспечивает высокую удельную эмиссию, хотя это может привести к снижению срока службы (100—1000 час); использованный катод легко заменяют новым. Испускаемые катодом электроны ускоряются напряже-

нием до 100 кВ и проходят через анод, который находится под потенциалом земли, как показано на фиг. 62. Высокое напряжение получают путем ступенчатого повышения напряжения,



Фиг. 63. Ход лучей в двухлинзовом конденсоре.

его выпрямления и стабилизации (допустимые колебания менее 1 в). Блок высоковольтного питания, силовой трансформатор и блок питания линз помещаются обычно за пределами комнаты, где расположен микроскоп (см. приложение Г).

Пучок сужается лишь первой конденсорной линзой (фиг. 62 и 63), так что анод часто повреждается крайними электронами; поэтому поверхность анода должна быть всегда зеркально

отполирована. Направляющий электрод, окружающий нить, находится под отрицательным потенциалом, несколько более высоким, чем потенциал катода. Чтобы снизить ток пучка, отрицательный потенциал смещения увеличивают. Смещение играет роль ограничителя отверстия для электронов: электроны могут пройти только через центральную часть диафрагмы (см. фиг. 62), так как они не могут войти в области отрицательного потенциала. Изменение напряжения на направляющем электроде, т. е. смещение, дает тот же эффект, что и изменение размера



Фиг. 64. Схематическое представление изменения изображения катода (для пушки с автоматическим смещением) по мере увеличения тока накала до насыщения (по Холлу [4]).

а — в — недовольно сфокусированный катод; г — насыщение.

отверстия в этом электроде. Запирающему действию направляющего электрода сильно способствует пространственный заряд самого пучка, а отрицательный заряд медленных электронов перед катодом образует потенциальный барьер, заставляющий медленные электроны возвращаться на катод.

В большинстве современных микроскопов электронная пушка имеет автоматическое смещение, и отрицательный потенциал направляющего электрода по отношению к катоду создается в результате прохождения тока пучка через сопротивление, а не с помощью батареи, как на схеме фиг. 62. Потенциал смещения составляет несколько сот вольт. Например, при токе пучка 100 мка и сопротивлении смещения $1 \cdot 10^6$ ом потенциал смещения составляет ~ 100 в. Положение вершины катода над отверстием в чашечке направляющего электрода можно отрегулировать так, чтобы получить небольшую интенсивность; конечно, это возможно, если зазор не фиксирован. Вообще, вершину катода располагают на расстоянии 1—2 мм от отверстия направляющего электрода.

Нить катода нагревается пропусканием по ней тока; с увеличением тока накала I_f (после достижения определенной температуры нити) наблюдается быстрый рост тока пучка I_b до появления пологого максимума, за которым I_b практически не зависит от I_f . С увеличением I_f , вообще говоря, ток пучка также имеет тенденцию к росту, но при этом увеличивается отрицательное смещение. Когда достигается это положение, говорят, что катод насыщен. Практически насыщение получают путем постепенного увеличения тока накала нити до тех пор, пока прибор, измеряющий ток пучка, не покажет, что рост I_b прекратился. При этом изображение источника (неувеличенное) на флуоресцирующем экране будет претерпевать изменения, схематически показанные на фиг. 64.

Положение анода определяется рабочим напряжением, и из-за отрицательного потенциала смещения поле вокруг круглого отверстия в направляющем электроде действует как электростатическая линза, вызывая пересечение электронов на участке наименьшего сечения пучка между катодом и анодом, как показано на фиг. 62. Следовательно, мы видим изображение минимального сечения пучка, а не нити катода. Диаметр d этого сечения определяется ускоряющим напряжением, и обычно не превышает 0,1 мм.

3. Конденсорные линзы

На фиг. 62 изображена схема осветительной системы микроскопа с одной конденсорной линзой. Сила линзы определяет положение изображения минимального сечения пучка и, таким образом, регулирует диаметр и апертурный угол освещающего пучка α_0 . Таким образом, если радиус наименьшего сечения (т. е. «источника»), фокусируемого конденсором, равен x , а f — фокусное расстояние линзы (которая предполагается тонкой), то можно показать [3, 4], что апертурный угол

$$\alpha_0 = \frac{x}{L(L/f - 2)}, \quad (3.18)$$

где L — расстояние от линзы до объекта (см. фиг. 62). Используя обычную однолинзовую конденсорную систему, получают диаметр пятна, сфокусированного на образце, приблизительно $5 \cdot 10^{-3}$ см. Так как он слишком велик при больших увеличениях, вводится вторая конденсорная линза для уменьшения диаметра сфокусированного пятна до нескольких микрон (см. фиг. 59 и 63).

Для тонких магнитных линз f обратно пропорционально I_c^2 поэтому апертурный угол и диаметр освещающего пучка находятся в простой зависимости от тока в конденсорной линзе I_c .

Первая конденсорная линза в системе с двумя конденсорами применяется, таким образом, для уменьшения источника электронов (сужения пучка). Максимальное сужение соответствует диаметру изображения наименьшего сечения пучка приблизительно в 1 мк в плоскости, близкой к задней фокальной плоскости первой линзы, как показано на фиг. 63. Это соответствует минимальному размеру пятна. Второй конденсор проектирует это пятно-«источник» на объект с увеличением приблизительно в два раза. Таким образом, конечное изображение пятна на образце имеет диаметр лишь примерно 2 мк. По сравнению с однолинзовой конденсорной системой это — значительное усовершенствование, позволяющее получить меньшее пятно большей интенсивности. Более того, дефокусировка второго конденсора расширяет пучок, уменьшая апертурный угол освещения α_0 , так что можно приблизиться к аксиальному освещению, что приводит к меньшей расходимости пучка и, следовательно, более резким электронограммам и изображениям (см. гл. 1, § 13).

Тот же эффект достигается введением диафрагм под второй конденсорной линзой (см. фиг. 59), так как чем меньше отверстие в конденсоре, тем меньше апертурный угол α_0 . При этом, правда, интенсивность I пучка снижается. Для микроскопа Эльмископ I фирмы Сименс, например, при исходном диаметре пучка в плоскости объекта около 10 мк¹⁾ мы получаем следующие значения α_0 и I для различных размеров конденсорных диафрагм [15]:

Диаметр диафрагмы, мк	$\alpha_0 \cdot 10^3$, рад	I_b , а/см ²
Без диафрагмы	9,0	20
600	4,8	5,7
400	3,2	2,5
200	1,6	0,6

Отсюда видно, что минимальная величина расходимости пучка $\sim 10^{-3}$ рад.

Итак, преимущества двухлинзового конденсора сводятся к следующему:

1. Использование двойного конденсора позволяет избежать термической перегрузки образца.

¹⁾ На практике удобно выбирать диаметр пучка таким, чтобы на конечном экране при сфокусированном втором конденсоре освещенная площадь объекта как раз заполняла бы экран. Таким образом, ток первого конденсора можно подобрать в соответствии с общим увеличением.

2. Создается пучок высокой удельной интенсивности, что облегчает исследование металлических фольг на просвет.

3. Освещается только просматриваемая площадь образца, так что близлежащие площади не захватываются пучком и не загрязняются продуктами разложения органических веществ, резко снижающих разрешение.

4. Многие металлические фольги заряжаются от пучка при облучении больших площадей, в результате чего фокусировка становится невозможной. Уменьшение диаметра пучка снижает этот эффект.

5. Хорошо сфокусированный тонкий пучок может привести к концентрации высоких термических напряжений в облучаемом участке. В результате может начаться движение дислокаций в тонких металлических фольгах (см. гл. 5).

6. Как мы видели в гл. 1, § 13, размер дифракционного пятна почти полностью определяется расходимостью пучка, так что при дефокусировке второго конденсора можно добиться лучшей фокусировки дифракционных пятен. Следовательно, при использовании двухлинзового конденсора и при эквивалентной дефокусировке можно получить более четкие дифракционные пятна, чем в случае однолинзового конденсора, так как с уменьшенным изображением источника связана и меньшая расходимость пучка. Это приводит также и к улучшению разрешения.

4. Объективная линза

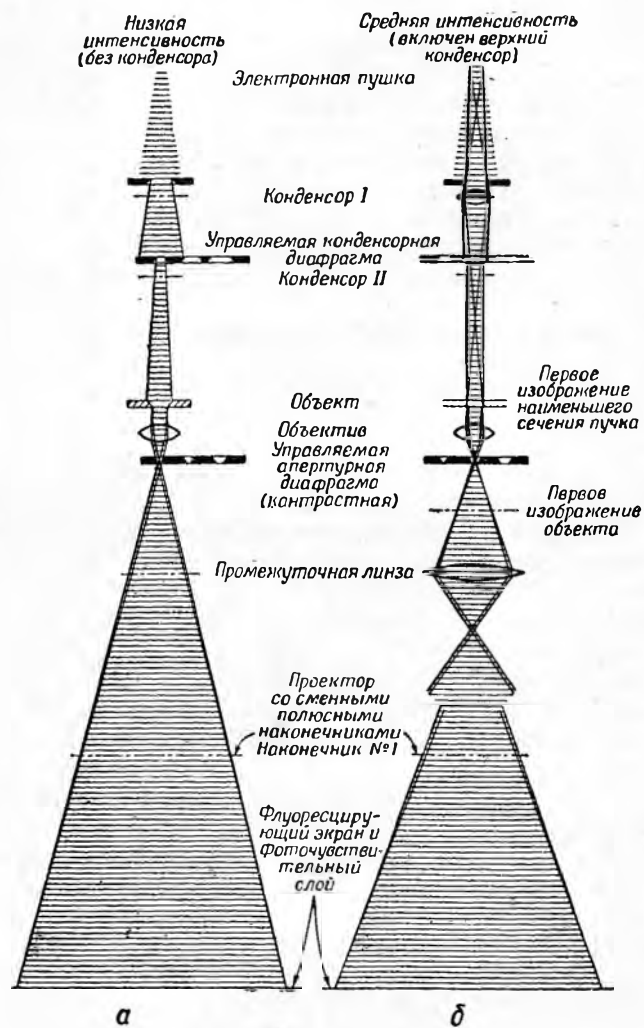
Эта наиболее важная часть микроскопа представляет собой обмотку, заключенную в железный панцирь с немагнитным зазором. Линза снабжается полюсными наконечниками из материала с высокой магнитной проницаемостью для ограничения эффективного зазора до очень малой приосевой области и уменьшения фокусного расстояния вплоть до 1 мм. Чтобы свести к минимуму астигматизм, полюсные наконечники обрабатываются с высокой точностью (отклонения по диаметру не должны превышать 0,2 мк), а ток в линзе стабилизируется для снижения хроматической аберрации. Фокусное расстояние меняют, изменяя ток в линзе, тем самым регулируя увеличение объектива. Поворот изображения пропорционален напряженности поля, деленной на аксиальную скорость электронов, а именно H/u или I/u , тогда как фокусное расстояние [1] пропорционально u/H^2 или u/I^2 , где I — сила тока через обмотку линзы. Обычно при работе с высоким разрешением фокусное расстояние объективной линзы составляет около 2 мм, но иногда требуются значительно большие фокусные расстояния, например, при съемке на отражение, при нагревании и охлаждении образца в колонне и т. д.,

так как в этих случаях приходится располагать образец слишком высоко над объективом, чтобы добиться фокусировки, используя обычные полюсные наконечники. Большее фокусное расстояние можно получить, заменив эти наконечники другими, с большими отверстиями. Для получения высокого контраста в заднюю фокальную плоскость вводят управляемую апертурную диафрагму (см. фиг. 59), которая всегда должна быть совершенно чистой и круглой.

5. Промежуточная и проекционная линзы

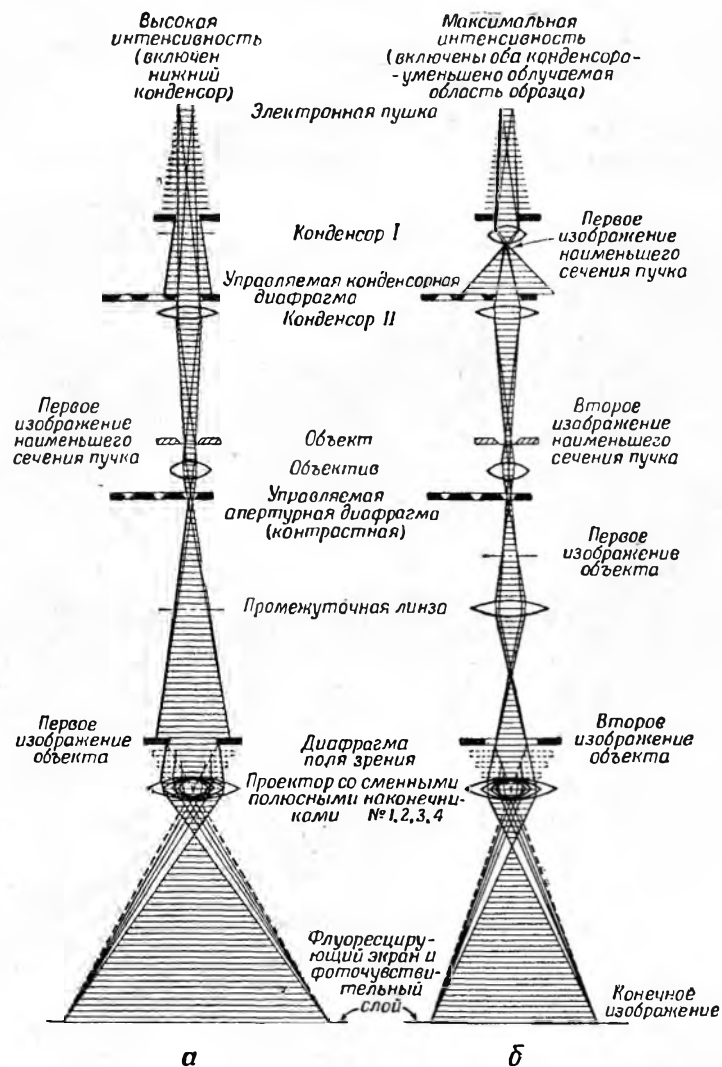
Эти линзы похожи на объективные, но имеют большее фокусное расстояние и используются отдельно или вместе для получения двойного или тройного увеличения изображения, формируемого объективом. Однако в отличие от объективной линзы проекционная линза требуется для получения изображения относительно больших площадей с помощью лучей, относительно мало расходящихся. Более наглядно это видно из фиг. 65, *а*—66, *а*. На фиг. 65, *а* одноступенчатое увеличение получается с помощью только одной объективной линзы. На фиг. 65, *б* и 66, *а* представлено двухступенчатое увеличение, а на фиг. 66, *б* — трехступенчатое с использованием всех линз. Так как проекционная линза обычно снабжается четырьмя различными полюсными наконечниками, можно легко получить увеличения от $\times 200$ до $\times 150\,000$.

При определенных условиях из-за проекционной линзы может возникнуть искажение изображения. Обычно изображение получается совершенно четким, но квадратная сетка искажается, принимая бочкообразную или подушкообразную форму [3, 4]. За такое искажение ответственна главным образом сферическая aberrация (§ 2, п. 1, настоящей главы); оно возникает потому, что апертурный угол пучков, достигающих промежуточной или проекционной линзы (при выключенной промежуточной), настолько мал, что каждый пучок можно рассматривать как один луч. Поэтому сферическая aberrация не влияет заметно на резкость изображения, но приводит к тому, что увеличение разных точек на плоскости изображения получается различным. Обычно этот дефект особенно заметен при небольших токах в линзе. Однако при совместном использовании промежуточной и проекционной линз, когда их сферические aberrации компенсируются, этот дефект полностью устраняется. Для максимальной компенсации проекционная линза должна находиться точно в фокусе промежуточной линзы.



Ф и г. 65. *a*—одноступенчатое увеличение до $\sim \times 200$ при помощи одной только объективной линзы.
Низкая интенсивность (без конденсора).

б—двухступенчатое увеличение до $\sim \times 2000$ при помощи объективной и промежуточной линз.
Средняя интенсивность (однолинзовый конденсор).

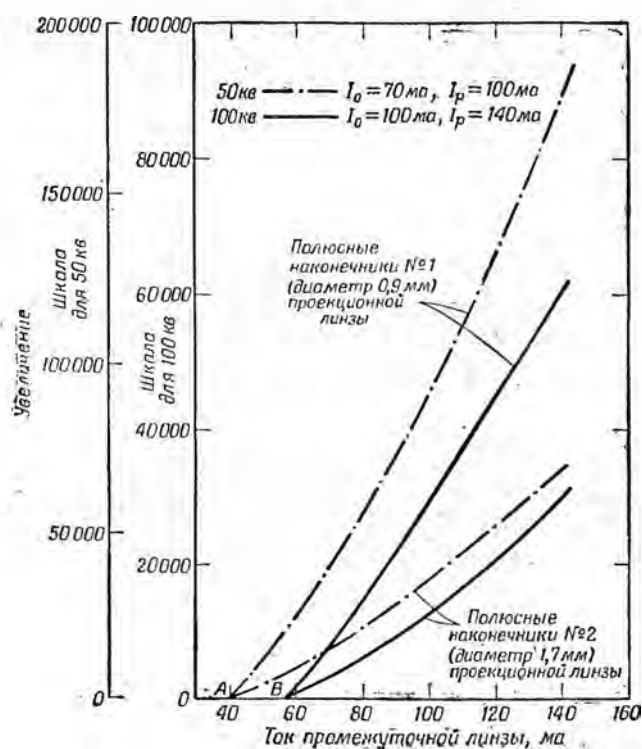


Фиг. 66. *а* — двухступенчатое увеличение до $\sim \times 20\,000$ при помощи объективной и проекционной линз. Высокая интенсивность (двойной конденсор).

б — трехступенчатое увеличение до $\sim \times 160\,000$ при помощи объективной, промежуточной и проекционной линз. Максимальная интенсивность (двойной конденсор; см. также фиг. 63).

§ 6. КАЛИБРОВКА МИКРОСКОПА

Чтобы получить непрерывную область увеличений без смены полюсных наконечников, например, от 100 до 1000, от 1000 до

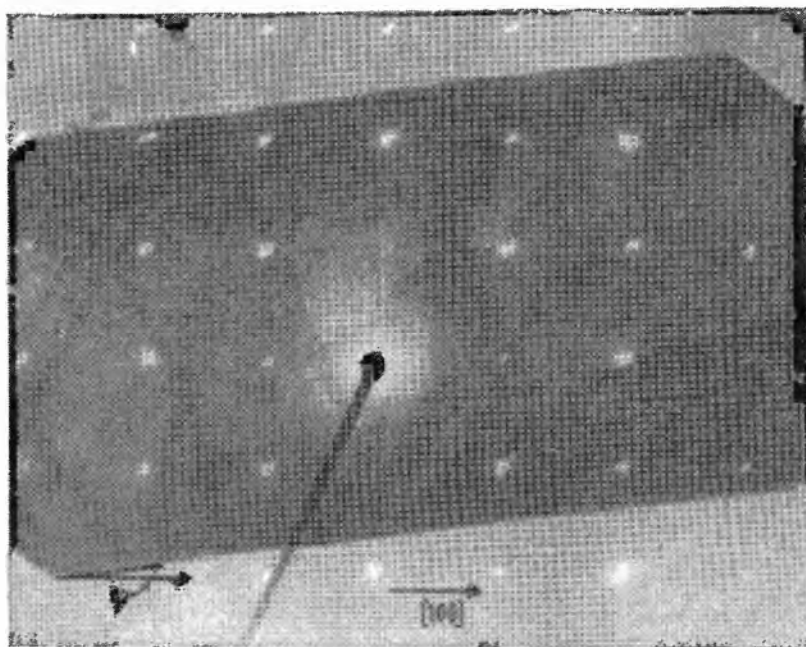


Ф и г. 67. Калибровочные кривые увеличения для электронного микроскопа H.U.10 фирмы Хитачи.

Трехступенчатая система при работе с ускоряющим напряжением 100 и 50 кВ. А, В — токи промежуточной линзы при фокусировке микрофракционной картины (пересечение с осью абсцисс). I_0 и I_p — соответствующие постоянные токи в объективной и проекционной линзах.

10 000, от 10 000 до 100 000, обычно работают с фиксированным током в проекторе и меняют увеличение путем изменения тока только в промежуточной линзе. Тогда увеличение можно

откалибровать¹⁾, используя стандартные решетки точно известного периода и делая фотоснимки при всех возможных комбинациях положений переключателей промежуточной и проекционной линз и при разных ускоряющих напряжениях. Для относительно низких увеличений удобно использовать серебряную



Ф и г. 68. Изображение монокристалла MoO_3 и наложенная на него микро-дифракционная картина.

Ускоряющее напряжение 100 кВ. Поворот φ ($=7^\circ$) равен углу между краем кристалла и рядами рефлексов [100]. $\times 45\,000$.

сетку на 1000 меш; это дает возможность измерить искажения поля. Для более высоких увеличений можно использовать углеродные реплики дифракционной решетки, с помощью которых можно получить точность 1—2%. В продаже имеются ди-

¹⁾ Вполне удовлетворительного метода точного определения увеличения нет из-за особенностей электронных линз. Например, фокусное расстояние изменяется с изменением ускоряющего напряжения, токов в катушках, под влиянием гистерезисных эффектов и т. д. Поэтому, чтобы поддерживать удовлетворительную точность калибровки, ее необходимо время от времени проверять.

фракционные решетки, содержащие до 50 000 линий на дюйм. Реплики оттеняют тяжелым металлом для получения высокого контраста¹⁾).

Этот тип тест-объектов для калибровки следует предпочесть калиброванным стеклянным шарикам, поскольку реплика устойчива и не подвержена изменению расстояний между линиями, а шарики меняют свой размер и форму вследствие загрязнения углеродом.



Фиг. 69. Калибровочные кривые увеличения и вращения изображения для электронного микроскопа Эльмископ I фирмы Сименс.

Вероятно, лучше всего произвести калибровку микроскопа с возможно большей точностью для одного наиболее часто используемого соотношения токов в линзах, например для общего увеличения $\times 20\,000$. Все другие измерения можно тогда сопоставлять с этими. Фиг. 67 является примером калибровки электронного микроскопа фирмы Хитачи H.U.10 с помощью реплик дифракционной решетки. Калибровка получена для двух различных полюсных наконечников проекционной линзы при 50 и 100 кВ, причем ток был неизменным в проекционной линзе и изменялся только в промежуточной линзе. Фотоснимки делались через каждые 10 мА ступенчатого увеличения тока в про-

¹⁾ В США эти материалы поставляются фирмой Фуллам, Скенектеди, Нью-Йорк.

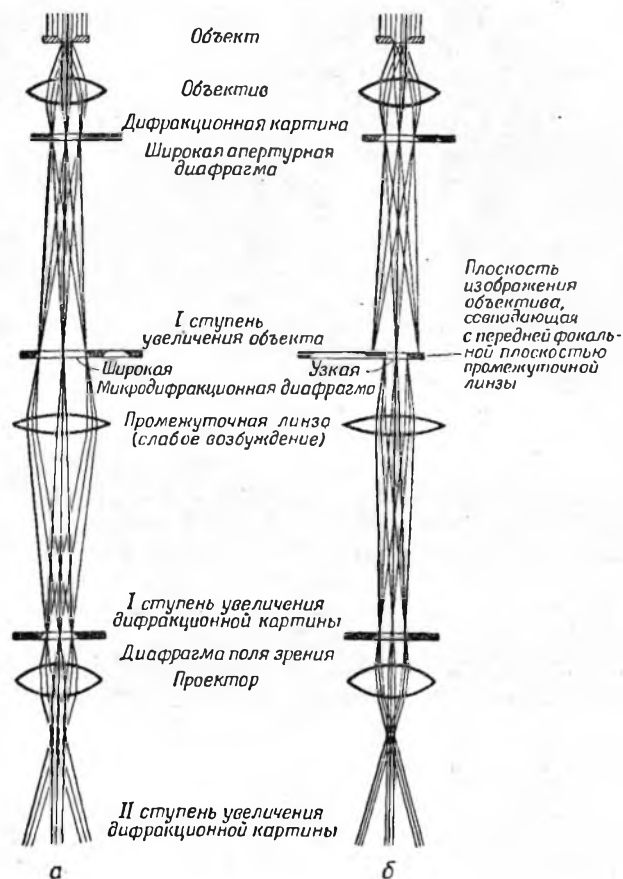
межуточной линзе. Таким образом, можно получить полный набор калибровочных кривых для всех имеющихся в распоряжении ускоряющих напряжений и для каждого полюсного наколенника проекционной линзы. Тем же путем можно измерить и вращение изображения при изменении тока линзы.

Если промежуточная линза не скорректирована на вращение, оказывается более удобным использовать образец триоксида молибдена на углеродной подложке. MoO_3 напыляют на крышку тигля, смывают кристаллики водой и вылавливают их на объектную сеточку с пленкой-подложкой. Кристаллы MoO_3 растут в виде тонких длинных плоских игл (псевдоорторомбической структуры) с прямыми краями, параллельными $\langle 100 \rangle$. Угол поворота можно легко определить путем фотографирования монокристалла при различных величинах тока в промежуточной линзе (ток в проекционной линзе фиксирован) и последующего наложения на каждый снимок микродифракционной картины. Пример такого наложения показан на фиг. 68. На фиг. 69 приведена типичная калибровка для Эльмископа I фирмы Сименс, полученная этим методом. Следует отметить, что такая калибровка временами дает ошибку из-за небольших различий в токе объективной линзы, связанных с некоторыми колебаниями в положении образца, в частности, если он, например, не лежит совершенно плоско на сетке. Однако, если построить зависимость увеличения и угла поворота от малых изменений тока в объективной линзе, можно учесть и эту ошибку.

§ 7. МИКРОДИФРАКЦИЯ

Если в плоскость промежуточного изображения ввести диафрагму (фиг. 70), то можно выделить любую необходимую часть изображения. Положение плоскости промежуточного изображения зависит от величины тока в промежуточной линзе. Этот ток должен быть определенным, чтобы при сфокусированном конечном изображении промежуточное изображение и плоскость микродифракционной диафрагмы совпали, — иными словами, чтобы и изображение и край диафрагмы были хорошо сфокусированы.

Как мы видели ранее в гл. 2, § 2 (см. фиг. 29), при уменьшении возбуждения промежуточной линзы задняя фокальная плоскость объектива фокусируется на конечном экране, когда изображение апертурной диафрагмы будет резким. В этой плоскости возникает дифракционная картина просвечиваемого объекта, которая становится полной, если удалить апертурную диафрагму. Это иллюстрируется ходом лучей на фиг. 70. Можно



Ф и г. 70. Микродифракция.

а — без дополнительной диафрагмы в плоскости промежуточного изображения; б — с дополнительной диафрагмой в плоскости промежуточного изображения.

повысить резкость дифракционных пятен дефокусировкой второго конденсора ¹⁾.

Если изображение и дифракционная картина повернуты друг относительно друга (вследствие изменения тока в промежуточной

¹⁾ Центральный пучок (см. фиг. 14 и 68) полезно прикрывать специальной шторкой, так как из-за его высокой яркости бывает трудно заметить слабые рефлексы. При фотографировании шторку можно опять удалить, если необходимо получить точное положение центра электрограммы.

линзе), угол поворота можно оценить с помощью описанной выше калибровки с использованием MoO_3 (см. фиг. 68 и 69). Как видно из фиг. 68, угол поворота можно получить прямо из фотографии, так как видно, что край кристалла (параллельный $[100]$) отклонен именно на этот угол от направления $[100]$ на дифракционной картине.

В гл. I мы видели, что дифракция от кристаллов дает четкую сетку рефлексов (см., например, фиг. 16 или фиг. 68), соответствующую плоскости обратной решетки изучаемой структуры. Можно различить несколько четких зон отражений и, учитывая, что кристаллы или фольги перпендикулярны к пучку электронов, определить нормаль к фольге по ориентировке (найденной путем индицирования пятен). Это дает направление пучка, падающего на кристалл. Удобнее всего представить эти данные графически с помощью стереограмм¹⁾, как показано на примере, приведенном в приложении А.

Интерпретация дифракционной картины облегчается также построением моделей обратных решеток изучаемых материалов (см., например, на фиг. 14, б обратную решетку гранцентрированного кубического кристалла). Ориентируя модель по оси зоны образца, легко видеть, какие отражающие плоскости при этом возможны и каковы направления этих плоскостей в структуре. При наличии некоторого опыта большинство электронограмм можно идентифицировать и проиндицировать только в результате простого просмотра, если кристаллическая структура образца известна.

Легкость перехода к микродифракции позволяет, таким образом, дополнять микроскопическую картину ценной добавочной информацией. Для каждой микрофотографии следует снимать соответствующую микроэлектронограмму. При этом рекомендуется следующий порядок съемки. Сначала при введенной в заднюю фокальную плоскость объектива апертурной диафрагме (диаметром 25 $\mu\text{к}$) снимается изображение всей площади образца путем поднятия экрана и выдержки 2—5 сек. Затем экран опускается и введением микродифракционной диафрагмы подходящих размеров ограничивается нужный участок (при этом надо убедиться, что диафрагма достаточно отцентрирована). Этот участок вторично экспонируется на ту же пластинку. Микроэлектронограмма снимается на следующую фотопластинку после удаления апертурной диафрагмы. После проявления пластинок изображение микродифракционной диафрагмы будет хорошо видно на первой пластинке, так что дифракцион-

¹⁾ Полное описание стереографического метода дано в гл. 2 книги Баррета [32].

ную картину можно точно отнести к участку внутри изображения диафрагмы. Этот порядок съемки, в частности, полезен при анализе образцов, содержащих две и более фаз, так как таким образом можно выявить отдельно и идентифицировать каждый тип включений.

Вследствие сферической аберрации объективной линзы могут иметь место два дефекта микроэлектроннограмм. Во-первых, участки образца у краев микродифракционной диафрагмы не дадут однородного вклада в дифракционную картину, что вызовет ее асимметрию. Во-вторых, участки образца, находящиеся вне площади, выделяемой диафрагмой, дадут свои рефлексы, и потому могут появиться лишние рефлексы¹⁾. Эти дефекты играют тем большую роль, чем меньше изучаемая площадь, так что к анализу микроэлектроннограмм надо подходить очень осторожно.

§ 8. КОНТРАСТ

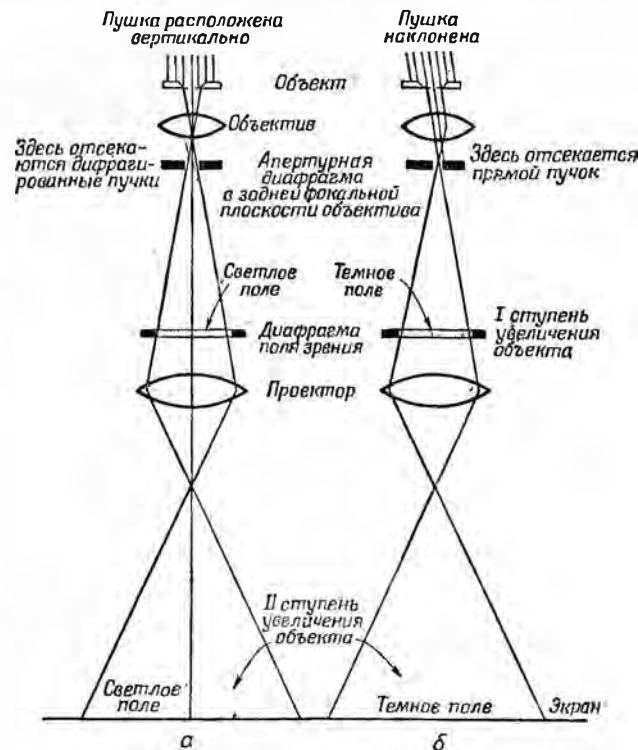
Хотя мы уже довольно детально рассмотрели механизм возникновения контраста на изображениях кристаллических материалов (см. гл. 2), однако до сих пор мы не выяснили влияния на контраст скорости электронов. На время пренебрегая дифракционными эффектами и вновь обращаясь к фиг. 4 (см. гл. 1), мы видим, что вследствие релятивистских эффектов кривые рассеяния становятся значительно более пологими с повышением скорости электронов. Хотя это означает, что использование очень высоких ускоряющих напряжений (~ 1000 кВ) как будто не дает существенного преимущества в отношении предельной толщины, прозрачной для электронов, японские исследователи сообщили [35] о значительном повышении прозрачности объектов при использовании электронов с энергией 300 кВ²⁾. Одной из трудностей при работе с очень высоким напряжением является его стабилизация; тем не менее этот путь кажется обещающим с точки зрения возможностей изучения толстых образцов, несмотря на вероятную сложность эффектов контраста.

Из фиг. 4 видно, что предельная толщина образца, прозрачного для электронов, меняется пропорционально приложенному напряжению, а это означает, что для повышения контраста можно использовать меньшие ускоряющие напряжения, поскольку контраст возникает из-за локального уменьшения исходной интенсивности изображающих пучков. Но в то же время

¹⁾ Этот эффект недавно обсуждался в работах [33, 34].

²⁾ Об этом говорит также опыт эксплуатации электронного микроскопа (ускоряющее напряжение 400 кВ) конструкции Н. М. Попова [40]. — *Прим. ред.*

вследствие увеличения длины волны электронов ухудшается разрешение. Контрасты на изображениях некристаллических образцов, например реплик, появляются благодаря вариациям



Фиг. 71. Ход лучей при получении светлопольного (а) и темнопольного (б) изображений.

Переход от одного к другому осуществляется за счет наклона осветителя (справа).

просвечиваемой толщины образца (см. гл. 4, § 1, п. 4), а так как при работе с такими пленками можно ожидать разрешение не лучше $\sim 20 \text{ \AA}$, использование пониженного напряжения может иметь свои преимущества [4].

Однако для просвечивания металлических образцов, обладающих большой рассеивающей способностью, необходимы высокие напряжения. В этом случае сильный контраст можно получить за счет применения малых апертурных диафрагм, например в случае тонких металлических фольг 30-микронная диафрагма будет отсекаать все брэгговские отражения. Таким

образом, маловероятно, что при работе с тонкими фольгами низковольтная микроскопия будет полезна.

Дифракционный контраст позволяет получать изображения с высоким разрешением как в светлопольном, так и в темнопольном освещении. Наилучшее темнопольное изображение получается путем наклона электронной пушки на $2-3^\circ$ (в соответствии с брэгговскими углами), в результате прямой пучок убирается, а дифрагированный пропускается через отцентрированную 30-микронную апертурную диафрагму. Проекционная линза затем увеличивает изображение, как показано на фиг. 71. Этим путем можно выяснить, имеет ли контраст дифракционное происхождение и с каким именно действующим отражением он связан.

Интенсивность фона от неупруго рассеянных электронов накладывается на все изображение. Хотя эти электроны и не участвуют в формировании изображения, они могут все же вызывать появление хроматической аберрации, в особенности в металлах с низким атомным номером, где отношение неупругого рассеяния к упругому велико (см. фиг. 3). Этот дефект становится важным, когда требуется получить самое высокое разрешение.

§ 9. ДЕРЖАТЕЛЬ ОБРАЗЦА

Так как контрасты на изображениях кристаллических веществ имеют главным образом дифракционную природу, необходимо иметь возможность наклонять образец для того, чтобы ставить его в положение сильного отражения, особенно это необходимо для выявления дефектов в кристаллах. Поэтому так важно иметь устройство для наклона при любой работе с тонкими фольгами и для правильной интерпретации эффектов контраста (см. также гл. 5, § 2, п. 14). Как мы видели в гл. 2, § 3, п. 6, наклоняя образец, можно выявить детали объекта, невидимые при первом осмотре (см. фиг. 40). Следует надеяться, что в будущем микроскопы будут снабжаться гониометрическими головками для того, чтобы можно было поворачивать образец вокруг любой заданной оси. В настоящее время имеется возможность слегка наклонять образец лишь относительно горизонтальной оси с помощью механизма стереонаклона, которым обычно снабжается микроскоп¹⁾.

Конечно, нормальное использование механизма стереонаклона заключается в получении стереоскопической пары снимков

¹⁾ Приспособление для наклона, применявшееся в микроскопе Е. М. 3. фирмы Метрополитен Виккерс, было описано в работах [36, 37], а в микроскопе Н. У. 10 фирмы Хитачи — в работе [38].

образца ¹⁾). Благодаря большой глубине поля хорошая фокусировка оказывается возможной даже тогда, когда объект имеет значительную глубину. Стереоскопическая съемка заключается в том, что производится фотографирование одного и того же участка образца в двух положениях, соответствующих одинаковому по величине, но противоположному по направлению наклону образца к оси микроскопа; предварительно образец помещается в стереопатрон. Вполне достаточен наклон образца не более, чем на 10° . При рассмотрении снимков с помощью стереоскопа можно, поворачивая их, найти оптимальное положение, и тогда стереопара даст визуальный эффект глубины объекта. В некоторых отношениях стереоскопические изображения могут оказаться очень полезными для интерпретации рельефа на поверхности образцов, например для различения «холмов» и «долин» при работе с репликами или с биологическими объектами. В настоящее время наличие устройства для наклона образца в промышленных электронных микроскопах связано больше с требованиями стереосъемки, чем с потребностями управления контрастом. Не удивительно, что стереоскопический метод широко использовался в медицине и биологии задолго до развития просвечивающей микроскопии металлов.

§ 10. ЧИСТКА МИКРОСКОПА

Здесь будет полезно указать на некоторые наиболее удобные способы чистки частей микроскопа, контактирующих с пучком, поскольку уход за прибором является, хотя и скучной, но существенной частью всей работы с электронным микроскопом. Чистка необходима для устранения эффектов накопления заряда, а также для сведения к минимуму сферической аберрации и астигматизма. Способы чистки описаны ниже.

1. Пушка

Керамический изолятор вокруг места ввода высокого напряжения к катоду покрывается после продолжительной работы коричневым налетом вследствие разложения органических веществ в «нечистом» вакууме. Если этот налет не слишком запущен, то его можно удалить с помощью замши, смоченной в бен-

¹⁾ Механизм стереонаклона обычно состоит из толкателя, который вводится в микроскоп недалеко от верхнего края полюсного наконечника объектива и упирается в связанный с пружиной держатель образца. Таким образом, нажимая на толкатель винтом, поворачивают образец вокруг горизонтальной оси. При разгрузке пружина возвращает образец в нормальное положение.

зине. Если налет не удален, то возникают разряды в катодном промежутке («вспышки»), приводящие к медленному перемещению и подергиванию пучка. Более стойкие налеты можно удалить (при соблюдении большой осторожности, чтобы не повредить поверхности изолятора) путем протирки (без сильного нажима) тонкой тканью, пропитанной полировальной пастой; последняя должна быть растворимой в таких органических растворителях, как бензин или спирт, чтобы потом можно было полностью удалить ее остаток. Затем изолятор следует слегка отполировать, используя для этого сухую замшу.

Направляющий электрод, снятый с катода, чистят путем погружения в 5-процентный раствор NH_4OH (который удаляет налет окиси вольфрама), промывают в воде и в слабом мыльном растворе, высушивают спиртом и полируют чистой сухой замшей. Таким же образом чистят анод.

Все другие металлические части в катодном и анодном пространствах можно обтереть замшей, смоченной в бензине, а затем отполировать сухой замшей.

2. Полюсные наконечники линз

Полюсные наконечники конденсорных и объективной линз обычно не загрязняются, поскольку они защищены диафрагмами. Пыль с наконечников можно удалить, осторожно протирая их внутреннюю поверхность обернутым на тонкую палочку кусочком ткани, смоченной в спирте. Неподвижные диафрагмы можно извлечь из полюсных наконечников и почистить их отверстия и окружающие части, протирая ватой, пропитанной полирующим составом и намотанной на остро отточенную палочку. Остатки полирующего состава можно затем смыть в соответствующем органическом растворителе. Диафрагму направляющего электрода, полюсные наконечники промежуточной и проекционной линз и весь объектодержатель можно очистить тем же путем. Однако следует соблюдать большую осторожность, чтобы не испортить во время чистки полюсные наконечники.

3. Управляемые диафрагмы

Если эти диафрагмы изготовлены из молибдена, то их можно очистить прокаливанием до белого каления в вакууме (например, в установке для напыления). Для этого диафрагмы помещают в молибденовую лодочку. Платиновые диафрагмы, помещенные в платиновую корзиночку, можно очистить прокали-

ванием добела в пламени бунзеновской горелки. Если при этом не удастся полностью удалить загрязнения, необходимо использовать более сильные средства. Например, хорошие результаты обычно получаются при проведении ряда операций в следующем порядке: 1) нагревание диафрагмы с твердым бисульфитом натрия до появления белого дыма SO_2 ; 2) растворение остатка бисульфита в H_2SO_4 и повторное нагревание; 3) промывка в кипящей воде; 4) кипячение в HNO_3 ; 5) промывка в кипящей воде; 6) окончательное ополаскивание в спирте и высушивание в пламени. Чтобы быть уверенным в полной чистоте диафрагм, их следует осмотреть под оптическим настольным микроскопом¹⁾ до установки в электронный микроскоп.

Источниками неприятностей, связанных с загрязнением, могут быть и каналы в полюсных наконечниках, через которые вводятся диафрагмы. Их необходимо тщательно очищать мягкой тканью, намотанной на стержень; перед установкой полюсных наконечников на место следует убедиться, что после чистки не осталось никаких частичек ткани, пыли, ворсинок и т. д.

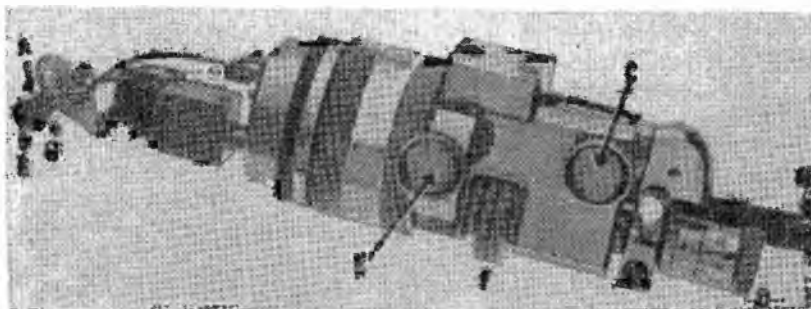
Для получения высокого разрешения перед началом работы части микроскопа должны быть разобраны и очищены, как это было описано. При этом пушку следует чистить ежедневно, а диафрагмы — еженедельно. Затрата времени и хлопоты, связанные со скучной чисткой, окупаются с лихвой — обеспечивают устойчивое достижение высокого разрешения. После чистки и разборки колонны ее полезно откачать в течение нескольких часов только форвакуумным насосом для полного обезгаживания от любых остатков летучих веществ.

§ 11. СПЕЦИАЛЬНЫЕ ПРИСТАВКИ К МИКРОСКОПУ

В современных научных исследованиях большое значение придается возможности производить с образцами динамические эксперименты, такие, как пластическая деформация, нагревание и охлаждение. Многие из новейших микроскопов оборудованы приспособлениями для нагревания и охлаждения, причем и здесь чрезвычайно полезной оказывается возможность наклонять образец, чтобы сохранять контраст в процессе растяжения и сжатия. Пример приставки для нагревания, позволяющей также произвести наклон, показан на фиг. 72; такую приставку можно использовать в электронных микроскопах фирмы Хитахи H.U.10

¹⁾ Удобны для этой цели любые биологические микроскопы и бинокулярные лупы, выпускаемые советской промышленностью. — *Прим. ред.*

и 11. 6-вольтовая батарея или магистраль постоянного тока питает электронагреватель печи *A*, в которую заранее помещается образец. Наклон вокруг двух горизонтальных осей можно произвести с помощью головок *C* и *D*; кроме того, образец можно перемещать с помощью головок *E* и *F*. Калиброванная термопара *G* позволяет непосредственно измерять температуру. Приставка для охлаждения работает по тому же принципу (см., например, Ватанабе [17]). Велан [18, 19] и Пэшли [20] изготовили приставки для нагревания и использовали их в микроскопе Эльмископ 1 фирмы Сименс, но они не могли наклонять образцы во время просмотра. Некоторые работы с применением высокотемпературного нагревания описаны в гл. 5.

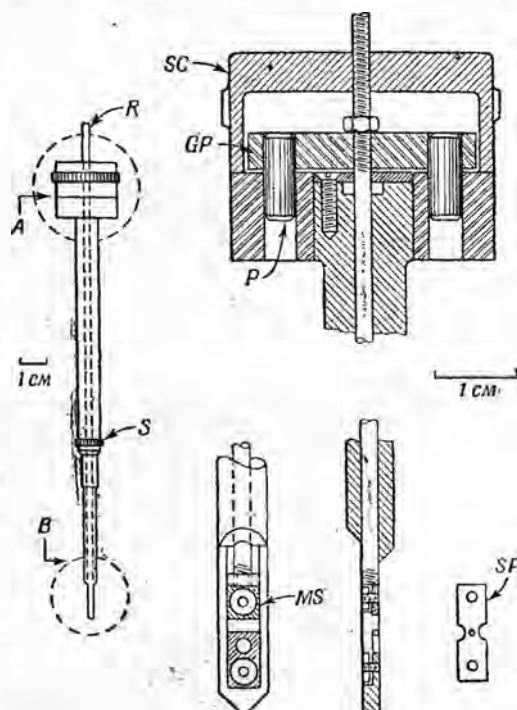


Фиг. 72. Приспособление для высокотемпературного нагревания в электронных микроскопах Н. У. 10 и Н. У. 11 фирмы Хитачи.

A — печь; *B* — объектодержатель; *G* — термопара; *E* — винт для горизонтального перемещения; *F* — винт для перемещения печи по направлению, нормальному к оси винта *E*; *C* — винт для управления наклоном; *D* — головка вертикального перемещения печи; *H* — подводка тока к нагревателю.

Наиболее удачная приставка для деформации из имевшихся до настоящего времени описана Вильсдорфом [21, 22] для настольного микроскопа фирмы Филлипс (Е.М.100В). Стандартный объектодержатель приспособлен в качестве деформирующего устройства (фиг. 73). Конец стержня *R*, введенного в объектодержатель, соединен с подвижным башмаком *MS*, так что образец, закрепленный на башмаке, можно подвергнуть растяжению, вывинчивая стержень. Деформирующие устройства, основанные на раздвигании ряда пластинок в стереопатроне, использовали Вайхан [23], Пэшли [24] и Фишер [25] в микроскопах фирмы Сименса, а простое приспособление для деформации в микроскопе Е.М.3А фирмы Метрополитен Викарс описали Форсайт и Вилсон [26]. Фирмы, выпускающие электронные

микроскопы, снабжают их сейчас деформирующими приставками в качестве стандартной принадлежности, но обычно от исследователя все же требуется известная изобретательность, чтобы сконструировать собственное деформирующее устройство, размеры которого подгоняются к размерам камеры объекта,



Фиг. 73. Схема приспособления для деформации в электронном микроскопе E. M. 100B фирмы Филипс (по Вильсдорфу [19, 20]).

Поперечный разрез нагружающего устройства A и наконечника B с зажимами. S — вакуумное уплотнение; SC — наклонная гайка; GP — направляющая пластинка; P — направляющий штифт; SP — образец; MS — подвижный башмак.

данного микроскопа. Следовало бы также обеспечить возможность деформирования образцов при высоких температурах.

Многие электронные микроскопы и в электронографы высокого разрешения. Хотя отражательная микроскопия достигла предельного



Ф и г. 74. Электронная микрофотография, снятая на отражение.

Выступы (экструзии) в полосах скольжения на поверхности алюминия после усталостных испытаний; линейное увеличение $\times 3500$.

разрешения лишь примерно $200 \text{ \AA}^1$), она позволяет изучать поверхность массивных образцов, слишком толстых для исследования на просвет, а сильное рассеяние от выступов на поверхности образца обуславливает исключительно высокий контраст изображения. Фиг. 74 может служить тому примером — тени здесь отбрасываются теми участками на поверхности алюминия, где при испытании на усталость произошла экструзия [27]. Отражательная микроскопия, таким образом, представляет собой удобный метод изучения эффектов, проявляющихся в поверхностном рельефе металлов, без какой бы то ни было дополнительной подготовки образцов²⁾.

Вышесказанное показывает, какими исключительно разнообразными могут быть электронные микроскопы: они позволяют получить высокое разрешение, а при наличии соответствующих приспособлений — непосредственно наблюдать динамику поведения кристаллов под действием напряжения и температуры.

§ 12. ТЕХНИКА КИНОСЪЕМКИ

Киносъемка служит превосходным средством регистрации динамических процессов, которые могут иметь место в образце в процессе наблюдения [28]. Она уже применялась в исследованиях пластической деформации [29] и отпуска [19, 30]. Двухлинзовый конденсор для тонкой фокусировки освещающего пучка позволяет получить достаточную яркость на конечном флуоресцирующем экране и тем самым делает возможной киносъемку при инструментальном увеличении вплоть до $\times 80\,000$. Для удобства, однако, обычно работают при инструментальном увеличении $\times 20\,000$, когда яркость вполне достаточна для визуального наблюдения изображения во время съемки.

Чтобы возможно больше приблизить кинокамеру к смотровому окну микроскопа, целесообразно использовать короткофокусный объектив. Камеру можно установить на треножнике или на специальной подставке на столе микроскопа. Следует использовать самую чувствительную негативную киноплёнку, а съемку вести со скоростью 16 кадров в 1 сек. Флуоресцирующий экран должен быть чистым и возможно более интенсивным. Для калибровки увеличения при просмотре фильма на киноэкране полезно располагать в центре экрана миллиметровую отметку. При съемке необходимо наклонить экран так, чтобы он стал перпен-

¹⁾ Путем согласования углов освещения и наблюдения таким образом, чтобы дифрагированные электроны участвовали в изображении, Халидей и Ньюмен добились улучшения разрешения в отражательной микроскопии до $\sim 80 \text{ \AA}$.

²⁾ См. также работы [144—150] из гл. 5.

дикулярно оси кинокамеры. Это делается с помощью рукоятки, обычно служащей для поднятия экрана при экспонировании пластинок.

§ 13. НЕКОТОРЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ СОВЕТЫ

Итак, основные детали электронного микроскопа описаны. Чтобы он хорошо работал и позволял получать электронные микрофотографии наилучшего качества, прежде всего должны выполняться некоторые требования. Необходимы точная юстировка различных частей по отношению к пучку, поддержание механической, электрической и температурной стабильности, высокий вакуум, регулярная чистка и ремонт [2, 4]. Хотя эти требования обычно удовлетворительно изложены в прилагающихся к прибору руководствах, могут пригодиться следующие советы ¹⁾.

До включения прибора рекомендуется убедиться в том, что все подвижные диафрагмы, а также образец удалены с пути пучка и что установлен полюсный наконечник проекционной линзы с наибольшим отверстием. Тогда легко осуществить юстировку пушки таким образом, чтобы при выключенных линзах пучок точно совпадал с осью прибора. При увеличении тока накала катода интенсивность должна достигать насыщения без ухода пучка в сторону. Затем ток накала можно уменьшить, чтобы избежать порчи экрана интенсивным пучком и получить пучок умеренной яркости. Теперь можно включить первую конденсорную линзу и установить ток, дающий требуемый размер пятна, после чего можно включить второй конденсор. Далее с помощью механических или магнитных устройств конденсорная система центрируется так, чтобы при фокусировке и дефокусировке второго конденсора пучок расширялся (или сужался) концентрически, не уходя в сторону. Затем вводится подвижная конденсорная диафрагма, и, если она установлена правильно, ее изображение также должно изменяться концентрически при изменении тока во втором конденсоре. Эту диафрагму центрируют, перемещая ее в направлении отклонения от концентричности. Теперь осветительная система готова к юстировке с объективной, промежуточной и проекционной линзами, которые последовательно включаются и центрируются. После этой процедуры ток накала нити может быть опять увеличен до насыщения, и микроскоп можно считать готовым к работе.

¹⁾ Расположение основных деталей микроскопа, упоминаемых в этом параграфе, см. на фиг. 59.

Во время работы, если прибор хорошо отъюстирован, для удержания пучка в центре необходимо пользоваться только ручьятками, перемещающими конденсор. Яркость изображения регулируется изменением тока во второй конденсорной линзе. Для центрировки апертурной диафрагмы рекомендуется при установленном образце переключить прибор на режим микродифракции. Наблюдая дифракционную картину на флуоресцирующем экране, можно быстро установить диафрагму вокруг первичного пучка (светлопольное изображение) или вокруг пучка отражения первого порядка (темнопольное изображение)¹⁾. Экраны (обычно изготавливаемые из флуоресцирующего материала, такого, как сульфид цинка, наносимого на поверхность пластинки и покрываемого фиксатором) могут со временем портиться под действием пучка. Восстановить поврежденный экран довольно просто, надо лишь вновь покрыть его, например, суспензией мелких частиц сульфида цинка или кадмия в 0,1-процентном растворе коллодия в ацетоне; так что замена экрана не является серьезной проблемой. Для непосредственной регистрации изображения с помощью кинокамеры должны применяться экраны максимальной яркости свечения. Фотопластинки должны быть также высокочувствительными, мелкозернистыми и давать хороший контраст без потери деталей с тем, чтобы по возможности сократить время экспозиции.

Подвижные конденсорная и апертурная диафрагмы во время употребления загрязняются; поэтому для сведения астигматизма и сферической аберрации к минимуму необходимо постоянно следить за их чистотой и сохранением правильной круглой формы отверстий. Перед фотографированием изображения рекомендуется вводить наименьшие объективную и конденсорную диафрагмы для увеличения как разрешения, так и контраста, пусть даже в ущерб яркости. Их можно затем быстро заменить большими для общего осмотра образца. Поэтому рекомендуется иметь набор конденсорных диафрагм с отверстиями диаметром 600, 400 и 200 мк и набор апертурных диафрагм с отверстиями диаметром 100, 50 и 25 мк. Аналогично микродифракционные диафрагмы (ограничивающие участок, от которого снимается электронограмма) должны также иметь некоторый набор размеров, позволяющий выбрать как большие, так и малые участки. Для достижения наиболее высоких разрешений приходится работать при высоких увеличениях и

¹⁾ При работе с высоким разрешением лучше наклонять осветительную систему, приводя дифракционное пятно в центр экрана, чем перемещать апертурную диафрагму, так как внецентренное положение последней вносит сферическую аберрацию.

слабой освещенности, и тогда визуальная фокусировка изображения становится затруднительной, а для деталей размерами меньше 10 Å фактически даже невозможной. В этом случае необходимо сделать серию снимков с последовательным изменением тонкой фокусировки — от недофокусировки до перефокусировки, а затем отобрать из них лучший после проявления пластинок. Эту операцию надо производить возможно быстрее, так как загрязнение образца и диафрагм за время экспозиции будет неблагоприятно влиять на разрешение¹⁾.

Но еще до выполнения всех этих наблюдений и утонченных экспериментов необходимо научиться готовить тонкие образцы для исследования на просвет; именно в этом и состоит искусство микроскописта. Он должен не пожалеть ни времени, ни труда на совершенствование методов приготовления объектов, чтобы добиться получения чистых поверхностей и достаточно тонких образцов, структура которых действительно представляет структуру исходного массивного материала. Одной из основных трудностей является удаление продуктов окисления и продуктов других реакций с поверхностями образцов. Много внимания в последнее время уделялось методам утоньшения металлов. Мы рассмотрим их в следующей главе и укажем на преимущества и недостатки каждого метода.

ЛИТЕРАТУРА²⁾

1. Cosslett V. E., *Electron Optics*, Oxford, 1950.
2. Cosslett V. E., *Practical Electron Microscopy*, London, 1951.
3. Zworykin V. K., Morton G. A., Ramberg E. G., Hillier J., Vance A. W., *Electron Optics and the Electron Microscopy*, New York, 1945.
4. Hall C. E., *Introduction to Electron Microscopy*, New York, 1953.
5. Menter J. W., *Adv. in Phys.*, **7**, 299, 1958.
6. Born M., Wolf E., *Principles of Optics*, London, 1959.
7. Boersh H., *Zs. Phys.*, **44**, 202 (1943).
8. Haine M. E., Mulvey T., *Journ. Sci. Instr.*, **31**, 326; **34**, 9 (1957).

¹⁾ Для работы с высоким разрешением существенно вывести вольтов центр в центр экрана. Для этого можно наложить некоторый переменный потенциал на ускоряющее напряжение с тем, чтобы конечное изображение концентрически сжималось и расширялось с периодичностью колебаний наложенного потенциала. Центр концентрических кругов надо переместить в центр экрана с помощью механизма горизонтального смещения осветительной системы. Во время просмотра образцов переменное напряжение выключается. (По этому и другим вопросам юстировки электронных микроскопов высокого разрешения см. статью П. А. Стоянова и Н. М. Мосеева [41]. — *Прим. ред.*)

²⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — *Прим. ред.*

9. Rebsch R., Ann. Phys., **31**, 551 (1938).
10. Nicholson R. B., Nutting J., Phil. Mag., **3**, 531 (1958).
11. Borries B. V., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy 1954. (Roy. Mic. Soc., London, 1956), p. 4.
12. Leisegang S., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy 1954 (Roy. Mic. Soc., London, 1956), p. 184.
13. Haine M. E., Adv. Electr., **6**, 295 (1954).
14. Dreschler M., Cosslett V. E., Nixon W. C., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Springer—Verlag, Berlin, 1960), p. 13.
15. Whelan M. J., Ph. D. Thesis, Cambridge University, 1956.
16. Menter J. W., Proc. Roy. Soc., **A236**, 119 (1956).
17. Watanabe M., Okazaki I., Honjo G., Mihama K., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Springer—Verlag, Berlin, 1960), p. 90.
18. Whelan M. J., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Springer—Verlag, Berlin, 1960), p. 96.
19. Whelan M. G., Silcox J., Phil. Mag., **5**, 1 (1960).
20. Pashley D. W., Presland A. E. B., Journ. Inst. Metals, **87**, 419 (1959).
21. Wilsdorf H. G. F., Rev. Sci. Instr., **4**, 323 (1958).
22. Wilsdorf H. G. F., Cinquina L., Varker C. J., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Springer—Verlag, Berlin, 1960), p. 559.
23. Weichan C., Zs. Wiss. Mikroskop, **62**, 147 (1955).
24. Pashley D. W., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958. (Springer—Verlag, Berlin, 1960), p. 563; Proc. Roy. Soc. **A255**, 218 (1960).
25. Fisher R. M., Rev. Sci. Instr., **30**, 925 (1959).
26. Forsythe P. J. E., Wilson R. N., Journ. Sci. Instr., **37**, 37 (1960).
27. Thomas G., Sandler N., Cornet I., Journ. Inst. Met., **89**, 253 (1961).
28. Horne R. W., Sond. Aus. Res., **3**, 150 (1959)*.
29. Hirsh P. B., Whelan M. J. and Horne R. W., Phil. Mag., **1**, 677, (1956).
30. Thomas G., Whelan M. J., Phil. Mag., **6**, 1103 (1961).
31. Barrett P. A., Dent C. E., Linstead R. P., Journ. Chem. Soc., 1719 (1936).
32. Barrett C. S., Structure of Metals, New York—London, 1953. (Имеется перевод 1-го изд.: Барретт, Ч., Структура металлов, М., 1948.)
33. Agar A. W., Brit. Journ. Appl. Phys., **11**, 185 (1960).
34. Phillips R., Brit. Journ. Appl. Phys., **11**, 504 (1960).
35. Proc. International Conference Electron Microscopy, Berlin, 1960.
36. Booker G. R., Norbury J., Journ. Sci. Instr., **36**, 368 (1959).
37. Burge R. E., Munden H. R., Journ. Sci. Instr., **37**, 199 (1960).
38. Huffstutler M. C., Thomas G., Rev. Sci. Instr., **32**, 86 (1961).
39. Halliday, Newman, Brit. Journ. Appl. Phys., **11**, 158 (1960).
- 40*. Попов Н. М., Изв. АН СССР, сер. физич., вып. 4 (1959).
- 41*. Стоянов П. А., Моисеев Н. М., Зав. лабор., № 2, 1535 (1961).

Подготовка образцов для прямого электронно-микроскопического исследования

§ 1. МЕТОДЫ КОПИРОВАНИЯ РЕЛЬЕФА РЕПЛИКАМИ

Главная цель этой книги состоит в том, чтобы ознакомить читателя с современными методами исследования металлов путем прямого просвечивания, однако стоит отметить некоторые из методов копирования рельефа репликами, которые оказались столь полезными в течение последних 15 лет. Развитие методов утоньшения вовсе не означает полного забвения реплик, но преимущества прямого наблюдения внутренней структуры металлов и сплавов естественно приводят к тому, что большая часть исследователей пользуется и захочет использовать вместо реплик тонкие фольги. Однако не все лаборатории могут быть оснащены электронными микроскопами высокого разрешения с двухлинзовым конденсором, наиболее подходящими для исследования металлических фольг на просвет. В этих условиях копии поверхностного рельефа все еще могут быть единственным имеющимся в распоряжении лаборатории средством исследования материалов; получаемое при этом разрешение лучше, чем может быть достигнуто со световым микроскопом. Не следует, однако, забывать, что в электронном микроскопе лучшие реплики позволяют получить разрешение только примерно 20 Å и передают лишь строение рельефа поверхности (и, возможно, не вполне правильно).

Фольги, полученные утоньшением массивных образцов, не имеют таких ограничений. Фольги обладают также и теми дополнительными преимуществами, что позволяют выявить природу и распределение дефектов и использовать возможности дифракции электронов. Тем не менее из имеющихся в настоя-

щее время методов копирования структуры репликами (по крайней мере, при изучении сплавов черных металлов) еще следует считаться с методом углеродной реплики с извлеченными включениями, поскольку, как это мы увидим, можно получить много дополнительных сведений о химическом составе структурных составляющих, если использовать флуоресцентный анализ вслед за электронно-микроскопическим и дифракционным исследованием.

Теперь, прежде чем сосредоточить внимание на деталях методик подготовки тонких фольг металлов и сплавов, мы очень кратко рассмотрим некоторые из наиболее широко используемых методов приготовления реплик [1].

1. Пластические реплики [2—7]

Для обычной металлографической работы, для которой достаточно разрешение не лучше 200 Å, метод сухого отделения реплики достаточно прост, дает быстрые и воспроизводимые результаты без повреждения образца. Метод заключается в тщательной металлографической полировке и травлении, очистке поверхности и нанесении на нее капли раствора пластика (например, формвара, коллодия, парлодиона¹⁾ или полистирола и кварца). Реплику, представляющую собой «негативный» оттиск поверхности образца (см. фиг. 82, а), можно затем отделить всухую с помощью целлюлозной ленты²⁾. Предельное разрешение этих реплик определяется размерами их молекулярной структуры; под интенсивным электронным пучком они разлагаются из-за полимеризации. Они с трудом отделяются от глубоко протравленных поверхностей и довольно легко рвутся.

Вообще контрастность изображения пластической реплики недостаточна, но ее можно усилить оттенением тяжелыми металлами — такими, как золото, платина и хром. Оттенение производят напылением металла на реплику под заданным углом (см. фиг. 75).

Если предположить, что металл испаряется равномерно по всем направлениям, и если M — общий вес испаряемого металла,

¹⁾ Приведены торговые наименования: *формвар* — поливинилформаль, или поливиниловая ацетальдегидная смола (1—2-процентный раствор в диоксане); *коллодий* — пироксилин, нитроцеллюлоза (4-процентный раствор в 3 частях этилового эфира и 1 части этилового спирта); *парлодион* — пироксилин, нитроцеллюлоза (2-процентный раствор в амилацетате).

²⁾ Имеется в виду лента, одна сторона которой покрыта клееким составом. — *Прим. ред.*

2. Углеродные реплики

Углеродные реплики можно применять для изучения любых металлов, сплавов и действительно любого рода поверхностей твердых тел; эти реплики широко используются сейчас и для изучения керамики. Двухступенчатая методика с предварительным отщеплением, впервые примененная Бредли [9] и Смитом и Наттингом [10], была вскоре заменена прямым напылением углерода на поверхность металлического образца [11]. Метод заключается в следующем.

Образец после полировки и травления помещается в установку для напыления, в которой давление можно снизить до 10^{-4} мм рт. ст.; внутри установки имеются два угольных электрода (один с тупым, другой с заостренным концом), соприкасающиеся друг с другом и расположенные над образцом на расстоянии 10 см (см. фиг. 75). При низких давлениях уголь, нагретый током в точке соприкосновения электродов, испаряется и за несколько секунд образует реплику толщиной несколько сотен ангстрем с разрешением примерно 20 Å. Если регулятор тока через угольные стержни предварительно настроен на подачу 50 а, включение на 3—4 сек дает пленку толщиной ~ 200 Å. Чтобы судить о толщине пленки, полезно поместить на кусочек белой бумаги рядом с образцом чистое предметное стеклышко с каплей масла на нем. Поскольку углеродная пленка не образуется на поверхности масла, сквозь капельку можно видеть первоначальную белизну бумаги в течение всего времени испарения, тогда как остальная площадь постепенно темнеет; когда она станет светло-серой, напыление можно прекратить. Можно приспособить аналогичную методику для получения углеродных пленок, используемых в качестве подложки. В этом случае «образцом» служит чистое предметное стеклышко. После напыления стекло извлекают из-под колпака установки и насекают углеродную пленку на квадратики примерно такого же размера, как объектная сетка микроскопа. При погружении стекла в воду квадратики пленки отделяются и всплывают на поверхность. Поскольку углеродная пленка весьма гидрофобна, добавление к воде нескольких капель спирта или смачивающего вещества предотвращает свертывание пленки. После этого кусочки пленки можно вылавливать на предметные сеточки и использовать их в качестве подложки для препаратов трехокси молибдена, окиси магния, окиси цинка или других кристаллов, применяемых в качестве тест-объектов (например, для калибровки увеличения, определения дифракционной постоянной прибора, определения разрешения микроскопа и т. п.).

Отделение углеродной пленки от металлического образца производят следующим образом: пленку на образце насекают на квадратики, а затем отделяют электрополировкой в электролите, обычно используемом именно для этой цели. Для сталей, например, можно использовать электролит, содержащий 10 частей ледяной уксусной кислоты на 1 часть 60-процентной хлорной кислоты¹⁾. Пленки можно выловить из электролита с помощью предметных сеток и промыть в 50-процентной азотной кислоте с последующей промывкой в дистиллированной воде в течение 10 мин. Выловленные на предметную сетку пленки готовы к просмотру в микроскопе.

Контрастность изображения углеродных реплик (обычно речь идет об углеродной реплике постоянной толщины, которая напылена прямо на образец и повторяет очертания его протравленной поверхности) определяется локальными вариациями числа электронов, прошедших сквозь пленку (см. § 1, п. 4 настоящей главы). Контрастность изображения можно усилить путем самооттенения, т. е. напылением углерода под острым углом к поверхности образца или оттенением тяжелыми металлами. Недавно Бредли [12] описал новый метод повышения контраста путем одновременного напыления углерода и платины из одного комбинированного источника (угольные электроды, содержащие 80 вес. % платины). Напыление выполняется так же, как и в случае простой углеродной пленки.

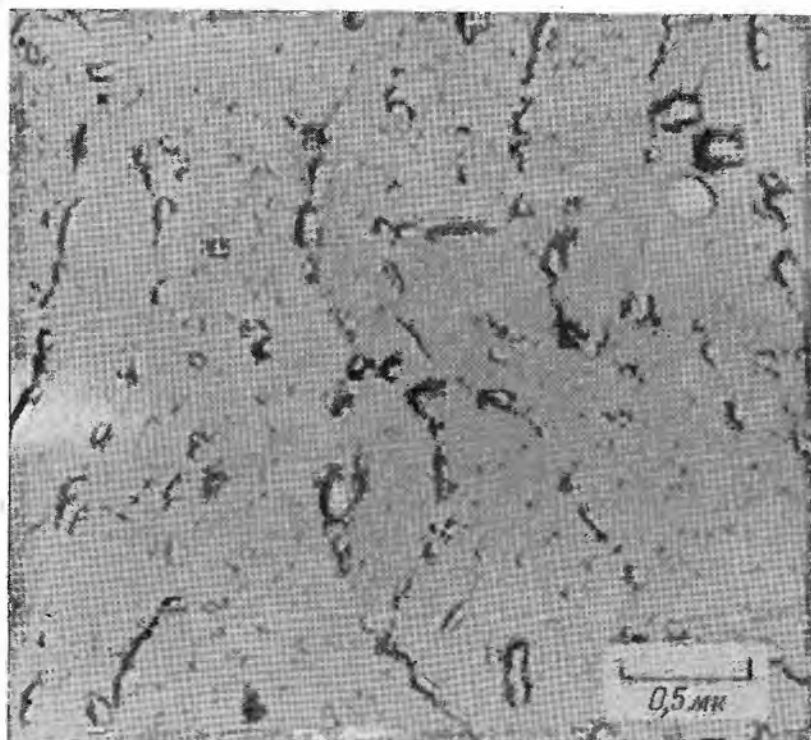
На фиг. 76 показан пример углеродной реплики отпущенной углеродистой стали. Эффект самооттенения проявляется в потемнении вокруг цементитных частиц, поскольку они были рельефными выступами после электрополировки. На остальной площади толщина углеродной пленки совершенно однородна.

Большая часть работ, в которых были использованы углеродные реплики, была посвящена изучению черных металлов, и в литературе появилось громадное число статей — слишком большое, чтобы их можно было обсудить здесь. Некоторые примеры можно найти в работах [3—7, 10—14].

При работе с радиоактивными металлами главной проблемой является обращение с ними, и копирование с помощью реплик — по-видимому, наилучший путь для металлографического исследования их, поскольку прямое изучение радиоактивных металлов (в частности, если они имеют α -, β - или γ -активность) в электронном микроскопе невозможно. Койли и др. [15] разработали удобный двухступенчатый (формвар-углеродный) метод изготовления реплики. Капля формвара наносится

¹⁾ Составы полирующих электролитов для отделения реплик от образцов других металлов приведены в табл. 3 этой главы.

на образец радиоактивного металла, поставленный наклонно, чтобы дать возможность формвару стечь. Образец при этом находится внутри защитного свинцового контейнера. Эта часть



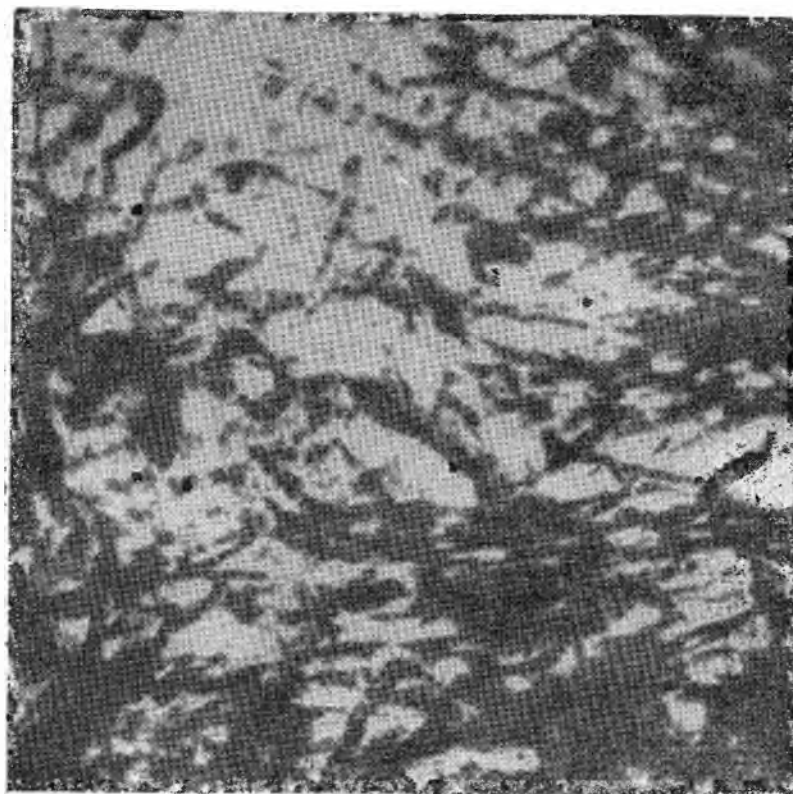
Ф и г. 76. Углеродная реплика стали (с 1,2% С) после закалки и отпуска (по Смит и Наттинг [10]).

Видны положения частиц цементита, Fe₃C. $\times 30\ 000$.

работы, так же как и отделение пленки клейкой лентой, производится с помощью манипулятора и клещей. Затем ленту отделяют, проверяют ее радиоактивность, после чего на формваровую реплику напыляют углеродную пленку и отделяют обычными приемами.

С тонкими фольгами радиоактивных материалов можно работать лишь в тех случаях, когда их радиоактивность быстро падает до безопасного уровня (например, у урана); однако имеются указания на то, что метод прямого копирования

углеродной пленкой при работе с помощью манипулятора можно использовать по крайней мере для β - и γ -активных металлов [15].



Фиг. 77. Углеродная реплика с частицами цементита, извлеченными из перлита малоуглеродистой стали (0,6% С).

Ясно видно некоторое искажение частиц. $\times 25\ 000$.

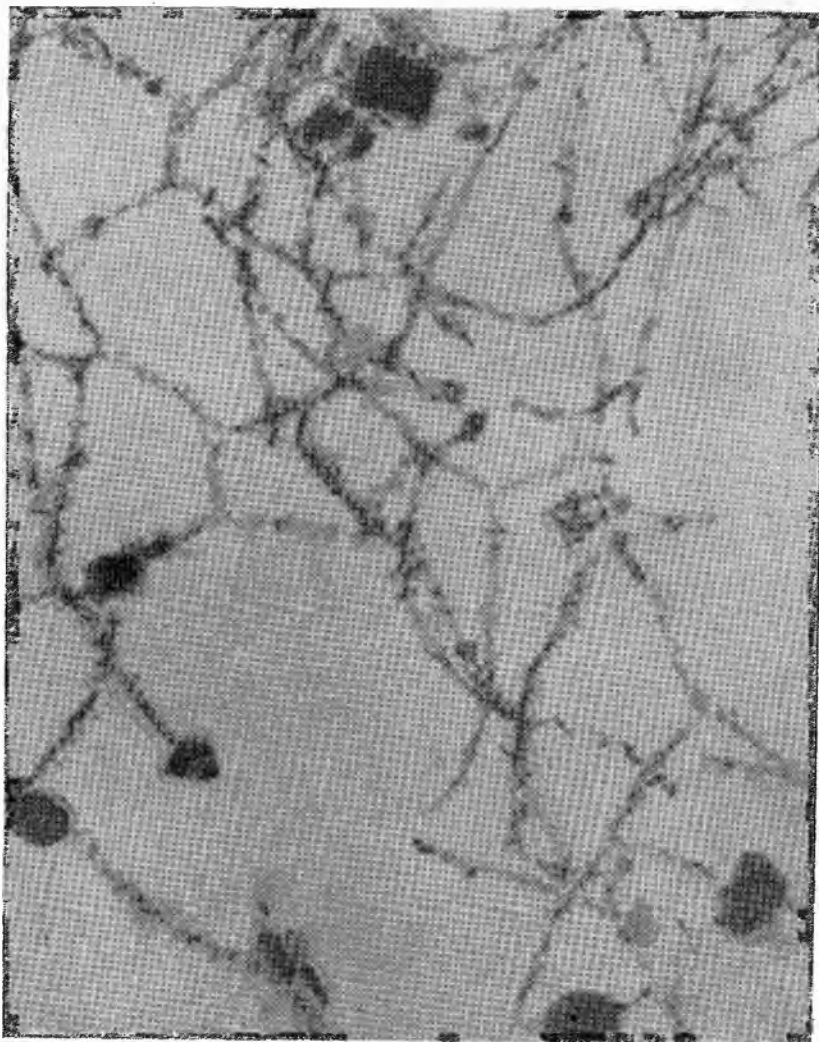
Большим достижением метода копирования с помощью углеродных реплик явился метод реплик с извлеченными включениями, впервые изобретенный Фишером [16]¹⁾. Этот метод

¹⁾ Эта фраза содержит две неточности. Во-первых, реплики с включениями, извлеченными из образца, появились раньше, чем углеродные реплики (первым материалом таких реплик был кварц). Во-вторых, изобретены они в СССР ранее, чем в США (ср. даты публикации работ [16] и [99]). См. также [100]. — Прим. ред.

можно использовать для исследования многофазных систем, матрица которых является анодом относительно расположенных в ней выделений. Метод широко применялся при металлографических исследованиях сталей. Таким образом, травление образца сквозь покрывающую его углеродную реплику приводит к растворению матрицы, оставляя включения прилипшими к пленке (см. фиг. 82, в). Извлеченные таким образом частицы можно идентифицировать с помощью микродифракции и анализировать их химический состав рентгеноспектральным методом. На фиг. 77 показана микроструктура нормализованной углеродистой стали, содержащей 0,6% углерода, с частицами Fe_3C , извлеченными репликой.

При работе этим методом иногда бывает полезно слегка долировать образец электролитически сразу после напыления углерода, поскольку это облегчает отделение пленки. Затем производят отделение пленки с частицами, извлеченными из образца при его травлении (например, для сталей в 5-процентном спиртовом растворе азотной кислоты), а затем погружают в дистиллированную воду, где силы поверхностного натяжения воды окончательно отделяют реплику. Извлечение частиц репликой по этому методу можно произвести также и в растворах брома или йода, принимая обычные меры предосторожности при работе с этими элементами. После промывки в дистиллированной воде реплики можно выловить на предметные сеточки для просмотра. Контрастность изображения этой реплики, как и других реплик, можно усилить оттенением металла. Фишер [16] показал, что большинство извлеченных частиц сохраняет в реплике те же расположения и взаимную ориентацию, что и в металле.

На фиг. 78 в качестве примера показана реплика теплоустойчивой стали с извлеченными частицами. Дисперсные выделения NbC (диаметром $\sim 150 \text{ \AA}$) и частицы сложных карбидов M_{23}C_6 ($\sim 500 \text{ \AA}$), где M означает любой металл (например, Cr , Mo , W , Fe и т. п.), идентифицированные с помощью микродифракции, расположены вдоль линий, образующих сетку, которая должна соответствовать дислокационной сетке в стали. Эта микрофотография показывает также, насколько карбиды в реплике усиливают контраст. Последнее связано с тем, что электроны претерпевают на карбидах сильное упругое рассеяние. Рассеянные пучки оказываются вне отверстия апертурной диафрагмы, так что изображение частиц получается темным, тогда как электроны, проходящие сквозь углеродную пленку, рассеиваются только некогерентно — основная их часть проходит через диафрагму, давая светлое изображение (см. § 1, п. 4 настоящей главы). Кроме создания дополнительного



Фиг. 78. Углеродная реплика теплоустойчивой легированной стали с извлеченными мелкими частицами карбида ниобия (по Эроусмиту и Наттингу).

Частицы идентифицированы с помощью микродифракции. $\times 90\,000$.

контраста за счет брэгговского рассеяния, присутствие в реплике включений позволяет определить их кристаллическую структуру по микродифракционной картине. Применение этого метода существенно способствовало лучшему пониманию поведения сложных легированных сталей, подвергаемых действию высоких термических и механических напряжений; например, показано, что сопротивление ползучести определяется природой и распределением выделившихся карбидов [17].

Недавно было произведено дополнительное усовершенствование, позволяющее произвести химический анализ выделений с помощью флуоресцентного рентгеноспектрального анализа [18]; таким образом, этот метод дает завершенную картину морфологии (из микрокартины), кристаллической структуры (из микроэлектронограмм) и химического состава (из данных флуоресцентного анализа). Метод углеродных реплик все еще остается мощным средством металлографического исследования и широко используется для изучения черных металлов [13—18].

3. Оксидные реплики

Реплики из окиси алюминия. Для алюминия и его сплавов в качестве реплик можно использовать их собственные оксидные пленки, прочно связанные с металлом. После предварительной электрополировки оксидный слой можно образовать в контролируемых условиях путем анодирования [19, 20] в соответствующем растворе (например, 12-процентный водный раствор Na_2HPO_4 , содержащий 0,5% H_2SO_4). Отделить реплики можно опять-таки с помощью электрополировки, которую (для алюминия и его сплавов) удобно производить в электролите, состоящем из 1 части 60-процентной хлорной кислоты и 4 частей этилового спирта (см. также табл. 3), при температуре не выше 30°C (иначе раствор становится легко воспламеняющимся). Анодом служит образец, причем действию электролита подвергается только та площадь образца, которую нужно отполировать, а остальную поверхность предварительно покрывают подходящим лаком (см. ниже). Полировку ведут при токе 0,5 а и напряжении 20—30 в (в зависимости от сплава), а катодом служит полый алюминиевый цилиндр.

Для анодирования погружают образец в анодирующий раствор, постепенно повышая напряжение от 0 до 30 в (при этом используют свинцовый катод). Поскольку толщина образующейся окисной пленки составляет примерно 14 Å на 1 в приложенного напряжения, можно точно контролировать толщину. Продолжительность процесса анодирования нет необходимости

контролировать: когда анодирование заканчивается, ток прекращается из-за поляризации элемента. Если произойдет травление образца, его необходимо промыть в 10% HCl и подвергнуть повторному анодированию. После насечки поверхности



Фиг. 79. Алюминиево-оксидная реплика сплава Al—4% Cu, остаренного до образования θ' -фазы (CuAl_2).

Граница зерна пересекает микрофотографию по диагонали. На снимке частицы этой фазы видны в виде белых областей. $\times 18\,000$.

образца на квадратики пленку отделяют повторной электролитической полировкой. Реплики следует перенести в темный сосуд, где они лучше видны, чем в сосуде из светлого стекла.

Для выявления второй фазы в сплавах нет необходимости травить шлиф, так как включения и матрица окисляются с разной скоростью, что приводит к соответствующим изменениям толщины пленки и хорошему контрасту изображения (см. фиг. 82, б). В качестве примера на фиг. 79 показана видманштеттовская структура с ориентировкой частиц θ' -фазы по $\{100\}$ в остаренном сплаве Al—4% Cu. Структура очень мелких выделений (меньше 100 Å) этим методом воспроизводится неточно [24], но смещения на поверхности на 20—50 Å (например, после пластической деформации) хорошо разрешаются

[20]. На фиг. 80 приведен пример линий скольжения, двойного скольжения и распределения частиц CuAl_2 в образце сплава

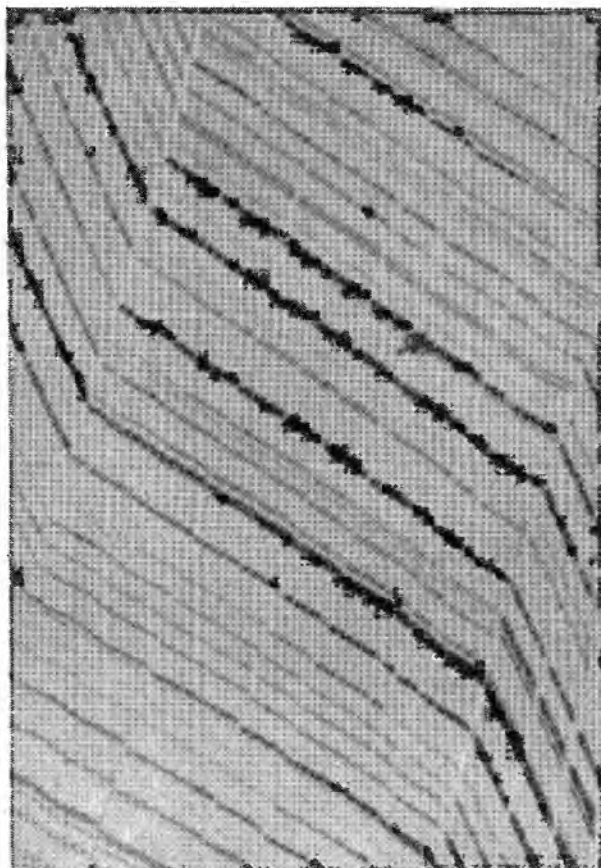


Фиг. 80. Аллюминиево-оксидная реплика сплава $\text{Al}-4\% \text{Cu}$, подвергнутого растяжению на 10% после старения в течение 20 час при 320°C .

Видны полосы скольжения, двойное скольжение и частицы θ' -фазы (CuAl_2) (светлые участки). $\times 15400$.

$\text{Al}-4\% \text{Cu}$ после испытания до разрушения. Реплики из окиси алюминия широко использовались в исследованиях дисперсионного твердения стареющих сплавов [19—23] и пластической деформации легких сплавов [20—24], но в настоящее время

этот метод, если не считать изучения поверхностных эффектов пластической деформации, полностью заменен методом тонких металлических фольг.



Ф и г. 81. Реплика монооксида кремния деформированной α -латуни (по Свану).

Заметно изменение в направлении плоск скольжения при пересечении двойника. $\times 15\,400$.

Моноокись кремния. Кварцевые реплики из монооксида кремния дают лучшее разрешение, чем из окиси алюминия, исключительно прочны и стойки по отношению к бомбардировке электронами. Их использовали Вильсдорф и Кульман — Вильсдорф [25] для исследования линий скольжения в деформиро-

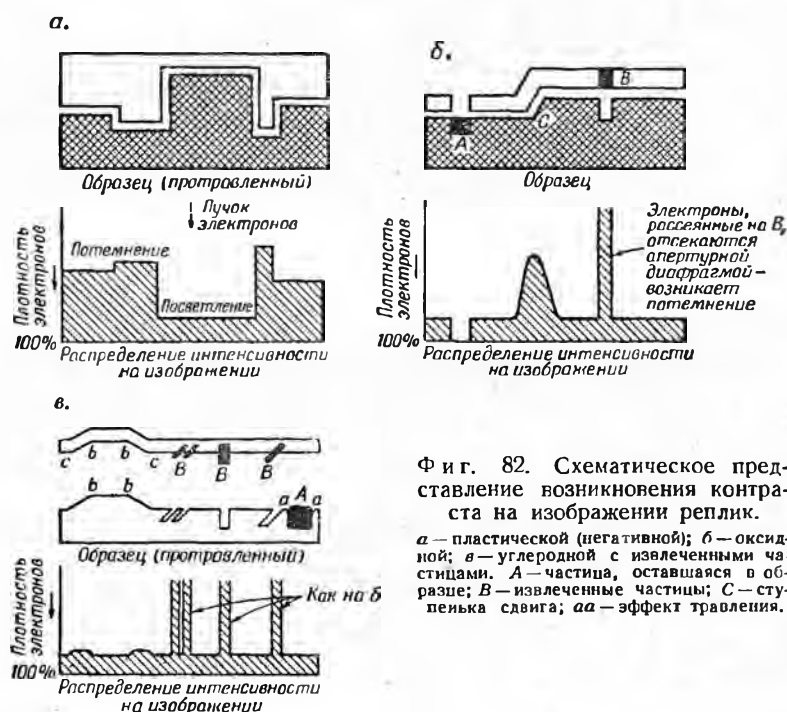
ванных металлах [26, 27]. Метод состоит в напылении монооксида кремния (помещенной в вольфрамовую корзиночку, фиг. 75) в вакууме на поверхность подготовленного образца. После извлечения образца из напылительной установки пленку можно отделить химически или электролитически, как было описано выше. На фиг. 81 приведен пример такой реплики с поверхности деформированной α -латуни. Использование этого метода позволяет разрешить тонкие детали вплоть до 20 Å. Во всех способах отделения углеродных и оксидных реплик используются химическое травление или электрополировка (т. е. «мокрые» операции), так что поверхность образцов в процессе отделения портится. При этом могут возникнуть также и некоторые искажения реплики.

4. Контрастность изображения реплики

В случае некристаллических пленок контрасты на электронно-микроскопическом изображении возникают главным образом вследствие изменений рассеивающей способности. Темные места на изображении получаются из-за недостатка электронов от участков с высокой рассеивающей способностью, т. е. участков малопрозрачных — толстых или содержащих атомы с большим атомным номером¹⁾. В пленках, не содержащих извлеченные кристаллические частицы, рассеяние является почти исключительно некогерентным (см. гл. 1, § 4). Однако если в пленке имеются извлеченные кристаллические частицы (например, в углеродных репликах или в некоторых оксидных репликах), то электроны рассеиваются когерентно (т. е. под брэгговскими углами), так что рассеянные пучки оказываются вне апертурной диафрагмы и получается потемнение на соответствующем месте изображения. Контрасты на изображении реплик удобно представить так, как показано на фиг. 82, а—в. Углеродные реплики, полученные прямым напылением на образец, поскольку их толщина однородна, дают одинаковую интенсивность электронного изображения для всех горизонтальных поверхностей. Поэтому на изображении участка *bb* (фиг. 82, в), где электронный пучок проходит через ту же толщину реплики, что и на участке *сс*, рельеф у *b* ничем себя не обнаруживает. Толщина пластических реплик (фиг. 82, а) отражает рельеф поверхности образца, вследствие чего интерпретация поверхностного рельефа гораздо проще, чем в случае обычных

¹⁾ Это лежит в основе повышения контраста изображения биологических объектов путем «окрашивания».

углеродных реплик. Однако из-за непрочности пластических реплик, а также в связи с тем, что они, будучи изоляторами, быстро разрушаются под электронным пучком, гораздо более эффективными оказываются углеродные реплики, оттененные



Фиг. 82. Схематическое представление возникновения контраста на изображении реплик.

а — пластической (негативной); б — оксидной; в — углеродной с извлеченными частицами. А — частица, оставшаяся в образце; В — извлеченные частицы; С — ступенька сдвига; аа — эффект травления.

металлом или тем же углеродом, как, например, показано на фиг. 76. Усиление контраста на изображении реплик с извлеченными частицами очевидно из рассмотрения фиг. 82, в.

В заключение можно сказать, что реплики пока еще очень полезны при изучении поверхностей и при разрешении $\sim 20 \text{ \AA}$. Реплики могут не всегда правильно копировать рельеф поверхности, от которой они отделены. Например, углеродные реплики часто растягиваются в процессе «мокрого» отделения, так что при отделении их от деформированных образцов не всегда можно увидеть тонкое скольжение [28]. При извлечении частиц из образца в реплику возможна некоторая механическая деформация этих частиц, так что морфология выделения в исходном образце может воспроизводиться не вполне точно; последняя опасность обычно возникает в случае крупных частиц, на-

пример карбидов в перлитной структуре стали (фиг. 77). Тем не менее метод углеродных реплик с извлеченными частицами остается пока лучшим методом металлографического анализа черных металлов.

5. Фрактография

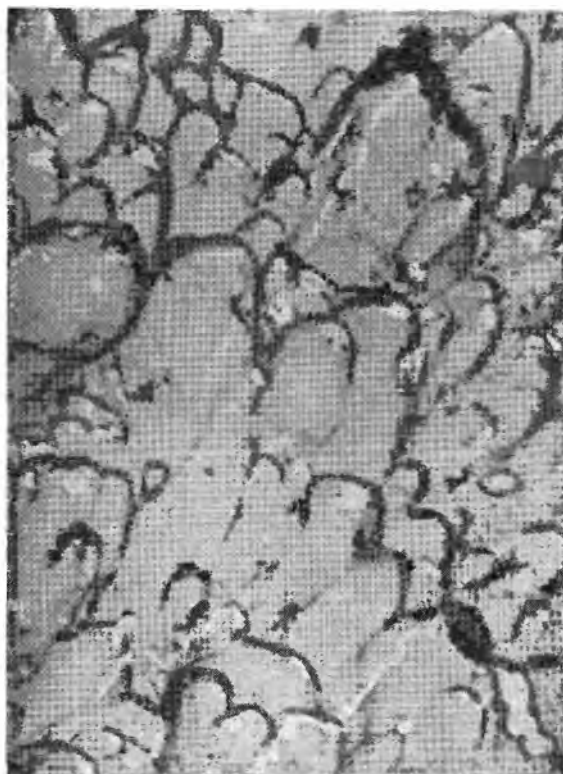
Изучение поверхностей изломов металлов и сплавов с помощью микроскопа позволяет получить полезные сведения о механизме разрушения и представляет собой ценный метод для стандартных исследований эксплуатационных разрушений. Электронный микроскоп особенно пригоден для изучения изломов, так как обладает высоким разрешением и большой глубиной фокуса. Недавно Лоу [29] дал обзор микроструктурных данных о поверхности сколов по плоскостям спайности и рассмотрел результаты электронно-микроскопических исследований черных металлов с помощью реплик.

Если поверхность излома не слишком груба, удобно копировать ее с помощью описанной выше методики прямых углеродных реплик. В других случаях, однако, может оказаться необходимым использовать двухступенчатый процесс получения реплик¹⁾, предложенный Скоттом и Туркало [30]. Процесс состоит в том, что вначале готовят негативный оттиск, прижимая к поверхности излома полосу целлулоида ($\sim 0,13$ мм толщиной), смоченного ацетоном. После высушивания оттиск отделяют от образца и оттеняют под 45° парами хрома. Затем обычным способом напыляют углерод. Целлулоид можно растворить в ацетоне, предварительно разрезав оттиск и поместив его кусочки на предметных сеточках. Ту же методику применили Гуард и Туркало [31, 32] для изучения изломов интерметаллических соединений $NiAl$ и Ni_3Al , а также Девис и Мартин [33] для изучения изломов урана. Прямые (одноступенчатые) углеродные реплики были использованы Круссаром и др. [34, 35] для изучения изломов в сталях²⁾; для легких сплавов применима методика оксидных алюминиевых реплик. На микрофотографиях материалов, содержащих дисперсные фазы, видны характерные узоры петель, замкнутых вокруг частиц, и искривленные линии, указывающие на зарождение излома вблизи частиц. В некоторых случаях наблюдался излом частиц [20]. Типичная микрофотография (оксидная реплика) поверхности излома двухфазного сплава приведена на фиг. 83.

¹⁾ Применение двухступенчатых процессов оправдано только тогда, когда не удается отделить прямые реплики травлением образца [101]. — Прим. ред.

²⁾ См. также [101, 103—106]. — Прим. ред.

Было проведено и непосредственное изучение разрушения металлов, взятых в виде тонких фольг, при деформировании внутри электронного микроскопа. Однако, строго говоря, этот



Ф и г. 83. Аллюминиево-оксидная реплика поверхности ударного разрушения сплава Al — 7% Mg.

Образец предварительно остарен в течение 50 суток при 150 °С. Светлые участки отвечают частицам Mg_2Al_3 ; серповидные выступы (темные на изображении) образовались в процессе разрушения. $\times 11\ 600$.

метод нельзя отнести под рубрику «фрактография». Тем не менее в настоящее время вполне возможно осуществить прямое наблюдение зарождения и распространения трещин [36—39].

В связи с тем, что механические свойства тонких фольг и нитевидных кристаллов существенно отличаются от свойств

массивных образцов, эти эксперименты имеют непосредственное отношение только к поведению тонких фольг. Мы вернемся к этому вопросу в гл. 5.

§ 2. ТОНКИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ФОЛЬГИ

Мы уже видели в предшествующих главах, что металлические образцы становятся прозрачными для электронов при толщине порядка нескольких тысяч ангстрем. Для установления связи между свойствами массивных образцов и их структурой, которую можно наблюдать в тонких металлических фольгах, необходимо уметь утоньшать образцы из относительно толстого материала без какого-либо изменения или нарушения исходной структуры [40]. В этом отношении имеются две возможности:

- 1) производить эксперименты с массивными образцами, а затем утоньшать их без механического вмешательства или
- 2) уменьшить толщину исходных образцов до, например, 100 мк и использовать такие образцы в экспериментах в качестве «массивных», утоньшая их затем до $\sim 1000 \text{ \AA}$ также без механической деформации.

Во многих исследованиях использованы тонкие металлические образцы, полученные напылением и другими методами; однако, поскольку толщина этих образцов — всего лишь несколько сотен ангстрем, они не отражают структуры материала в больших толщинах. Тем не менее с помощью этой методики было получено много полезных сведений о структуре. Таким образом, по методам приготовления тонкие фольги можно разделить на две большие группы: 1) приготовленные из массивных образцов и 2) непосредственно образованные в виде тонких пленок.

§ 3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ФОЛЬГ ИЗ МАССИВНЫХ ОБРАЗЦОВ, ТОЛЩИНОЙ $\sim 100 \text{ мк}$

Трудно точно определить термин «массивный образец», относящийся к исходному образцу при приготовлении тонких фольг; однако для большинства случаев подходит определение массивного поликристаллического образца, как образца, имеющего по крайней мере три зерна в наиболее тонком своем сечении, которое должно быть толще, чем 2 мк. Последнее ограничение связано с двумя причинами. Во-первых, в диффузионных процессах поверхность играет весьма активную роль, и,

поскольку дистанции, на которые обычно происходит диффузия, порядка ~ 1 мк, при толщине образца 1 мк поверхности его настолько сближаются, что практически все диффузионные процессы протекают у поверхностей. Следовательно, изучение закалки, старения и т. д. должно производиться на образцах толщиной более 2 мк. Во-вторых, толщина образца оказывает сдерживающее воздействие на протекание бездиффузионных превращений (например, сдвиговых процессов). Однако в тонких фольгах это воздействие практически отсутствует (при толщине примерно 1000 Å), и механизм превращения в них может отличаться от механизма превращения в массивных образцах. Таким же образом поверхностные ограничения или релаксационные процессы могут воздействовать на структуру, например на расположение дислокаций, которое, следовательно, может изменяться в процессе утоньшения массивного образца. (Это обстоятельство полнее будет обсуждаться ниже.) Таким образом, чтобы по возможности приблизиться к действительно массивному материалу, удобно начинать с использования образцов толщиной примерно 100 мк, считая их массивными. Вначале подготовка состоит в изготовлении из исследуемого материала листа толщиной ~ 100 мк. Для большинства металлов это удобно сделать с помощью механической обработки, например холодной прокатки иликовки, которые могут сочетаться с промежуточными отжигами. Образцам, полученным таким путем, можно затем дать достаточно полный отжиг, чтобы устранить эффекты холодной деформации; в результате в образцах, как правило, возникнет преимущественная ориентация, характер которой зависит от проведенной обработки (например, после прокатки в большинстве гранецентрированных кристаллов металлов образуется $\langle 110 \rangle$ текстура). На этих образцах можно затем провести любые опыты — такие, как деформация, старение и т. д. — и лишь после этого приготовить из них пригодные для просвечивания фольги любым из описанных ниже способов.

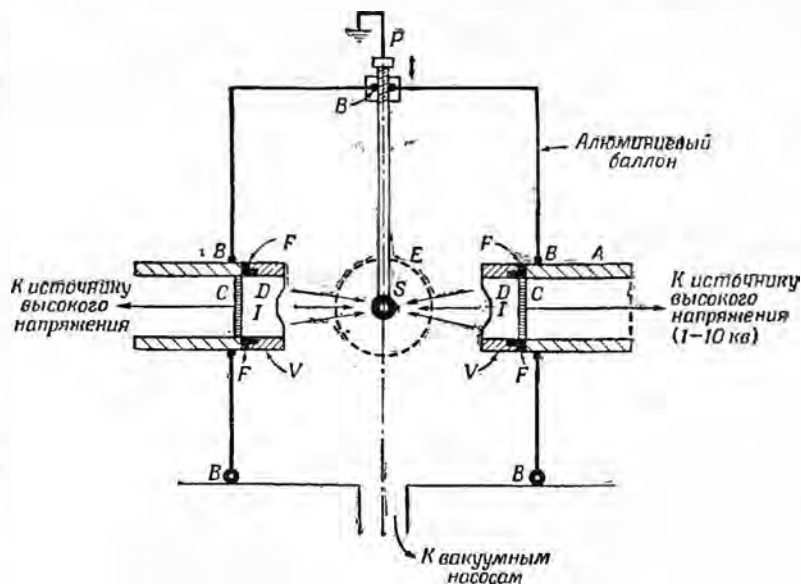
1. Химическое травление

Хирш и др. [41] утоньшали прокованные образцы из золота путем травления в разбавленном растворе цианистого калия, и, хотя полученные фольги были неоднородными по толщине, в них была сохранена структура сильной холодной деформации. Исследование дислокационной структуры алюминия успешно провели Хирш, Хорн и Вилан [42], причем большие и однородные по толщине участки фольги они получали травлением образцов толщиной 0,25 мк в 5-процентной плавиковой кислоте. Примене-

ние метода травления ограничено однофазными металлами и сплавами, поскольку трудно предотвратить преимущественное растворение той или иной из фаз многофазного сплава. Если травитель и условия травления не подобраны должным образом, может образоваться субструктура травления [43], которая мешает изучению действительной структуры образца.

2. Ионная бомбардировка

Кастейн [44, 45] успешно получал тонкие фольги алюминия и медно-алюминиевых сплавов с помощью бомбардировки тонкого диска (толщиной 1—2 мк) пучком ионов с обеих сторон.



Фиг. 84. Схема установки для ионной бомбардировки (по Кастейну [45]).

А — изолированная рукоятка для регулировки натекания воздуха (или газа); В, F — вакуумные уплотнения; С — анод; D — фокусирующие диски; I — ионизационная камера; E — окно для наблюдения; P — регулируемый держатель образца; S — образец; V — головка натекателя.

Схема его прибора показана на фиг. 84. Регулирующая рукоятка А прижимает вакуумное уплотнение F на головке воздушного натекателя V. На эту головку нанесена небольшая царапина, чтобы получить очень слабое натекание воздуха и обеспечить ионизацию при приложении высокого напряжения (до 10 кВ) к анодам С. Образовавшиеся ионы фокусируются у D магнетиными дисками (в диске 7 отверстий диаметром 1 мм,

расположенных вокруг его центра) так, чтобы полностью покрыть участок диаметром 2 мм по обеим сторонам образца *S*, который висит вертикально в центре камеры и на осевой линии анодов. Низкое давление можно получить, соединив систему с диффузионным масляным и ротационным насосами. Во время бомбардировки можно наблюдать за образцом через окна *E*, ось которых перпендикулярна осям анодов. Если бомбардировка используется для утоньшения металлического образца, энергия ионов должна быть подобрана так, чтобы обеспечить равномерное удаление атомов металла. Если энергия ионов слишком высока, то происходит нагревание и возможны нарушения структуры, а если она слишком мала, наблюдается травление. Таким образом, существенным условием является подбор критического (оптимального) ускоряющего потенциала; для алюминия годится напряжение 3 кв. Попытки использовать этот метод для тонких образцов нержавеющей стали [46] и α -латуни [45] пока были безуспешными.

Поскольку скорость снятия металла с бомбардируемой поверхности составляет 10 мк за 24 час, заключительную стадию процесса трудно проконтролировать. Хотя и можно получить чистые и однородные по толщине фольги, но метод является сложным и утомительным. Имеющийся опыт показывает, что наиболее удобным и с успехом используемым способом окончательного утоньшения образцов является электрополировка.

3. Электрополировка

Первый реальный успех в осуществлении прямого просвечивания тонких образцов был достигнут еще в 1949 г. Хайденрайхом [47]. Его методика состояла в электрополировке образцов алюминия и сплава алюминий — медь диаметром 3 мм и толщиной 125 мк в растворе, содержащем 1 часть метилового спирта, 1 часть концентрированной HNO_3 и 1 см³ HCl на 50 см³ смеси. При электрополировке в образце образовались отверстия, у краев которых были участки, прозрачные для электронного пучка.

Главной трудностью при получении тонких фольг является достижение однородного растворения металла по всей поверхности образца. Для этого плотность тока во всех точках образца должна быть одинаковой. При низкой плотности тока полируются преимущественно края образца, в то время как при высокой плотности тока преимущественное растворение идет у центра. Эти эффекты являются, по-видимому, следствием различий в неоднородности анодного слоя. Момент, когда следует прекратить электрополировку, определяется обычно опытным

путем, так как трудно измерять толщину фольги от 200 до 2000 Å. Обычно используемым критерием является одновременное появление нескольких мелких отверстий — участки фольги вблизи них должны быть достаточно тонки для просвечивания. Если после образования отверстий продолжать электрополировку, то вследствие нарушения распределения плотности тока отверстия округляются и тонкие участки исчезают. Таким образом, электрополировка до образования отверстий приводит к получению фольги клиновидной формы. Интересно рассмотреть несколько подробнее условия, возникающие при электрополировке.

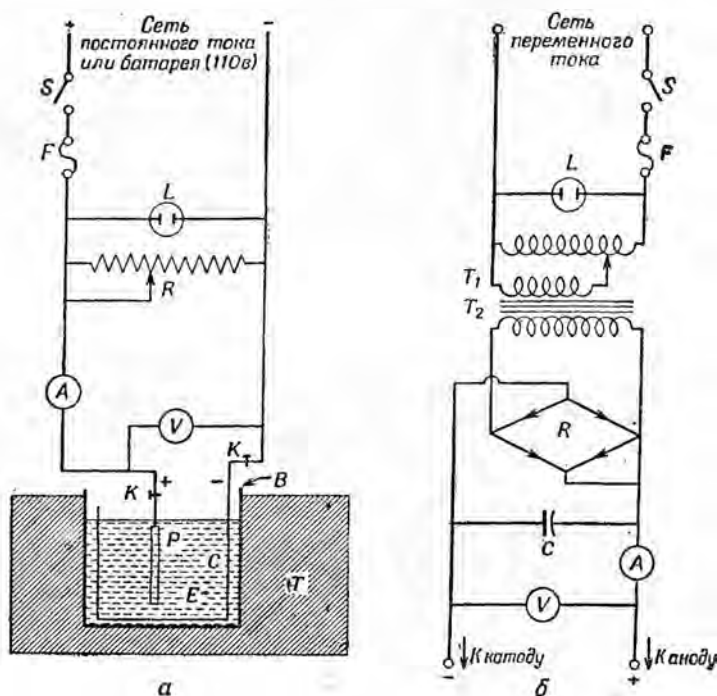
Найдено, что при вертикальном расположении образца в качестве анода и таком же расположении плоского катода в полирующем электролите плотность тока максимальна у краев образца и по линии соприкосновения металла с поверхностью жидкости. Полирующие электролиты, состоящие из окислителя и растворителя сложных анодных продуктов, образующихся в процессе электрополировки, можно разделить на две группы: 1) растворы, образующие вязкий слой, стекающий с анода под действием силы тяжести, и 2) растворы, дающие на аноде газовые пузыри.

Растворы первого типа быстрее растворяют верхнюю часть образца, так как вязкий слой стекает с нее, утолщаясь у нижней части образца. Растворы второго типа образуют завесу из газовых пузырей, более тонкую внизу и утолщающуюся у верхней части образца; следовательно, металл быстрее растворяется в нижней части образца. Горизонтальное расположение анода устраняет эффект силы тяжести для вязкого слоя и слоя газовых пузырей, создавая, однако, разные условия для верхней и нижней поверхностей образца. В этом случае трудно добиться хорошей полировки обеих сторон анода, особенно если данный электролит имеет небольшой диапазон плотностей тока для полировки. При использовании вертикального анода выгоднее окружать его цилиндрическим катодом с закрытым дном.

Установку для электрополировки очень просто собрать по потенциометрической схеме, как показано на фиг. 85, а. Когда нет подходящего источника постоянного тока, можно выпрямить сетевой переменный ток, уменьшив (с помощью фильтра из сопротивления и емкости) переменную составляющую до значений менее 10% и регулируя напряжение на электродах делителем напряжения, как показано на фиг. 85, б.

Для нахождения правильных условий электрополировки нужно получить зависимость между током и напряжением для данного электролита и материала образца. Для этого испытуемый образец в качестве анода, как показано на фиг. 85, а,

погружают в электролит с таким расчетом, чтобы площадь полировки была той же, что и в последующей работе, и строят график зависимости тока от напряжения, повышая напряжение



Фиг. 85. а — схема для электрополировки (используется сеть постоянного тока или аккумуляторная батарея).

А — амперметр; В — сосуд с электролитом Е; С — катод; F — предохранитель; К — клеммы; L — лампа; P — образец; R — переменное сопротивление; S — выключатель; T — баня-термостат; V — вольтметр.

б — схема с выпрямителем.

С — емкость; R — выпрямитель; T₁ — регулируемый трансформатор (делитель напряжения); T₂ — трансформатор.

ступенями по 5 в (с интервалом в несколько минут между изменениями для установления тока). Плато на кривой дает интервал напряжений, в котором сила тока не меняется и происходит электрополировка. Это плато схематически показано на фиг. 86. В течение первых нескольких минут электрополировки обычно наблюдаются большие скачки тока, которые затем уменьшаются во времени по мере образования анодного слоя. Для обеспечения однородного растворения металла применяют

перемешивание раствора, способствующее механическому удалению пленки. Если в процессе электрополировки образуется вязкий анодный слой, для ускорения процесса рекомендуется использовать возможно более высокое напряжение (фиг. 86).

Преимущественное полирование краев образца можно предотвратить, покрыв их непроводящим лаком¹⁾. В этом случае преимущественное утоньшение происходит у края лакового покрытия и середина образца остается толще, чем края. Чтобы преодолеть эту трудность, Боллман [46, 48] использовал «точечные» катоды, покрытые лаком по всей поверхности, кроме острия, и установленные у центра образца, как показано на



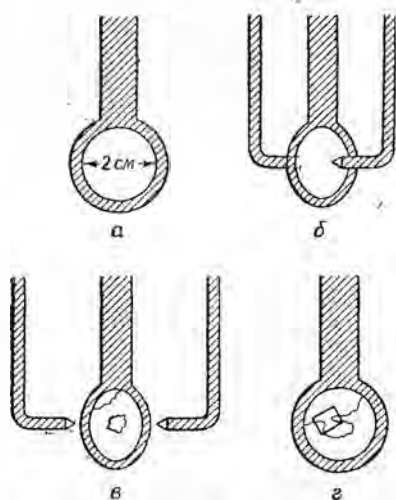
Фиг. 86. Зависимость силы тока от напряжения для электрополирующих растворов (схематически).

фиг. 87. Электрополировку производят до тех пор, пока не образуется отверстие в центре (фиг. 87, б). После этого электроды раздвигают как можно дальше в стороны и продолжают электрополировку до стадии, указанной на фиг. 87, в. Образцы можно затем вырезать из тонких краев.

Для вырезки образцов можно использовать острый стальной скальпель; им нажимают на образец, помещенный на гладкой пластине из пластика (например, люцита), но не проводят вдоль образца, как это обычно делается при резке. Это предотвращает разрывы и повреждения фольги, а также уменьшает количество экстинкционных контуров, наблюдающихся при исследовании погнутого образца. Всегда целесообразно вновь покрывать лаком края образца перед окончательной полировкой (до появления отверстий), так как это предотвращает их преимущественное утоньшение и отделение полированных участков от основной части образца.

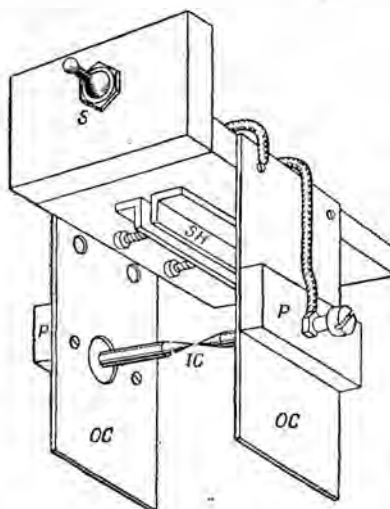
¹⁾ Обычно употребляются лаки: в США — микромаск или микростоп, производимый Мичиганской хромовой и химической компанией, Детройт, Мичиган. В Англии — лакомит, изготавливаемый фирмой Каннинг, Бирмингем. Все эти лаки растворимы в ацетоне.

Келли [40] устранил необходимость удаления образца для регулировки положения катодов между стадиями, показанными на фиг. 87, б и в, применив две пары катодов, укрепленные на держателе образца (фиг. 88). Таким образом, сначала, для получения центрального отверстия, к минусу источника тока можно



Фиг. 87. Метод Боллмана приготовления тонких фольг.

а — исходный образец; б — для получения от отверстия в центре точечные катоды располагаются близко к образцу; в — после получения отверстия в центре катоды раздвигаются; г — место вырезки фольги.



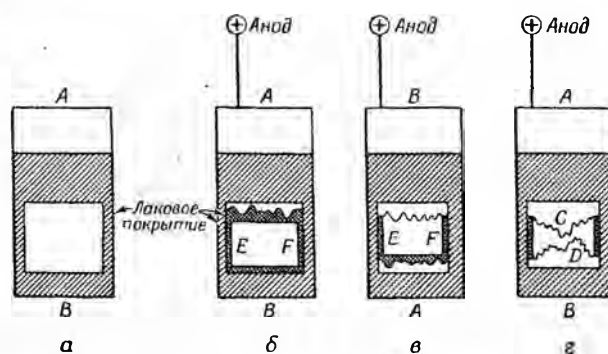
Фиг. 88. Усовершенствованное приспособление Келли и Наттинга для электрополировки по методу Боллмана.

S — выключатель; SH — держатель образца; P — изолятор из люцита; IC — внутренние точечные катоды; OC — внешние плоские катоды.

подключить точечные катоды, расположенные близко к образцу, а затем для заключительной перфорации, произвести переключение на внешние плоские катоды. Применение методики Боллмана ограничено электролитами малой проводимости и приводит обычно к получению клиновидной фольги. Однако этот простой метод широко используется для приготовления тонкой фольги.

Преимущественную полировку верхней части вертикального образца из-за образования тяжелого вязкого слоя использовали Никольсон, Томас и Наттинг [49] в работе с легкими сплавами и Томлинсон [50] для приготовления тонких фольг из Ni, Al, Co, Fe, Cu и Mg. Эта методика, известная под названием метода «окна», иллюстрируется на фиг. 89. Образец в виде листа пло-

шадью $50 \times 13 \text{ мм}^2$, толщиной 100 мк (фиг. 89, а) полируют до образования отверстий в верхней его части (89, б). Затем образец переворачивают верхним концом вниз, вновь покрывают лаком перфорированный край и боковые стороны и вторично полируют до образования отверстий в верхней его части (фиг. 89, в). Затем образец снова переворачивают и продолжают полировку до тех пор, пока не останется лишь небольшая перемычка (фиг. 89, г). Фольгу можно тогда вырезать из тонких краев *С* и *Д*.

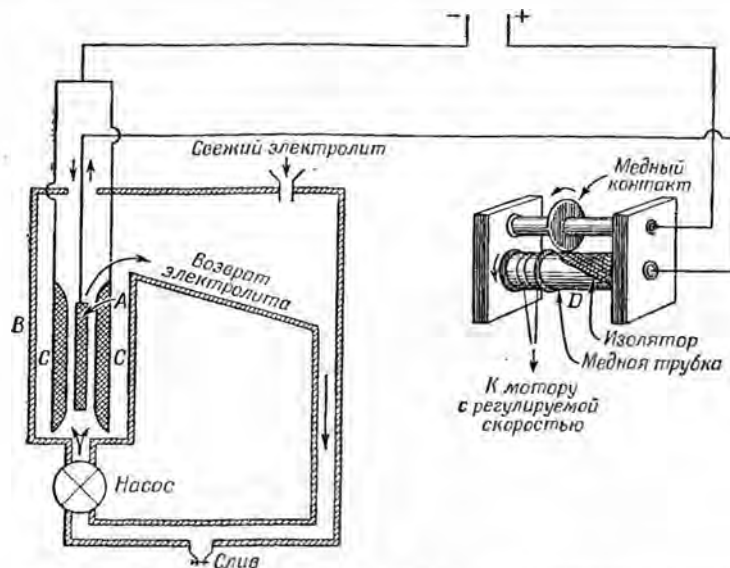


Фиг. 89. Метод «окна» для приготовления тонких фольг (схема).

а — обе стороны исходного образца покрываются лаком, как показано; *б* — после образования первого отверстия на одной стороне «окна»; *в* — образец переворнут и полируется до образования отверстия на другой стороне «окна»; *г* — образец вновь переворнут. Кусочки фольги для просмотра вырезаются из краев *С* и *Д*.

Для предотвращения прорыва на сторонах *Е* и *Ф* рекомендуется покрывать их лаком при каждом перевортывании образца. Следует отметить, что фольга получается более однородной по толщине на большой площади, если быстро включать и выключать ток в конце полировки [50]. Полного объяснения этому явлению еще не дано, но очевидно по крайней мере то обстоятельство, благоприятствующее полировке, что в промежутки времени, когда ток выключен, анодный слой может растворяться электролитом. Также полезно устроить непрерывную циркуляцию электролита мимо образца, придав катоду подходящую форму во избежание завихрений. Приспособление для этого показано на фиг. 90, где катоды выполнены в виде плоских пластинок из нержавеющей стали, закругленных сверху и снизу. Циркуляция электролита поддерживается центробежным насосом. Чтобы избежать включения и выключения тока вручную,

перед окончанием операции утоньшения образец подключается к барабанному прерывателю (фиг. 90). Последний состоит из двух секций — проводящей (например, из меди) и непроводящей (из пластмассы, например, люцита). Частоту включения и выключения можно регулировать скоростью вращения барабана. Таким образом, вся операция производится автоматически.



Фиг. 90. Схема приспособления для электрополировки вязким электролитом (по Свану).

А — образец; В — прозрачный сосуд; С — катоды, форма которых сводит к минимуму завихрения; D — барабанный прерыватель тока.

Продолжительность включения составляет $\frac{1}{3}$ сек, а выключения — $\frac{2}{3}$ сек. Это приспособление признано удобным, в частности, для полировки образцов серебра в растворе, содержащем 6 г KCN на 100 см³ воды, при напряжении 20 в¹⁾.

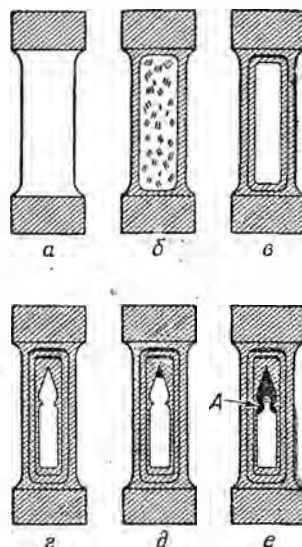
Полировку всегда следует вести возможно медленнее, чему может способствовать понижение температуры, например погружение электролитической ванны в подходящую охлаждающую среду (фиг. 85, а). Это особенно полезно при работе с быстро окисляющимися металлами и сплавами (например, медью и ее сплавами), а также в тех случаях, когда анодный слой химически активен и наблюдается травление, если ток выключен, а образец еще не удален из электролита. Чтобы избе-

¹⁾ Swann P. R., частное сообщение.

жать травления, образец нужно извлечь из ванны без выключения тока и немедленно промыть струей холодного спирта. Эту методику разработали Сван и Наттинг [51] для изготовления тонкой фольги меди и ее сплавов (Cu—Zn, Cu—Sn, Cu—Ge, Cu—Al и Cu—Si). Контейнер с электролитом подвешивают над жидким азотом, чтобы удерживать температуру ванны ниже -20°C . Электрополировку выполняют методом «окна» по Боллману, заключительную полировку ведут также этим методом. Перед извлечением готового образца поверх электролита наливают немного жидкого воздуха для образования холодного слоя, через который можно удалить образец (при еще включенном токе). Образец немедленно промывается путем погружения в метиловый спирт, покрытый слоем жидкого азота.

Другой прием, в котором используется вязкий полирующий слой, разработали Брэндон и Наттинг [28] для приготовления железных образцов. Этот прием, известный под названием метода «восьмерки», подобен методу «окна», но на стадии, соответствующей фиг. 89, б, участок поверхности, имеющий очертание цифры 8 (фиг. 91, г), лаком не покрывают. Заключительная полировка выполняется так, как указано на фиг. 91.

Для предотвращения преимущественного скругления краев отверстий сразу после их образования Миран и Сольные [52] помещали за образцом (и вплотную к нему) лист из того же материала; таким образом, при образовании отверстия воздействие электролита переносится на подложку (фиг. 92). Полировка продолжается до обрыва самых тонких кусочков образца, которые затем можно собрать из электролита для исследования. Эта методика хороша для титановых сплавов [52, 53], но распространить ее на другие сплавы мешает то, что трудно найти электролиты, которые не воздействовали бы на кусочки фольги, лежащие в ванне. Электролит может проникать также между образцом

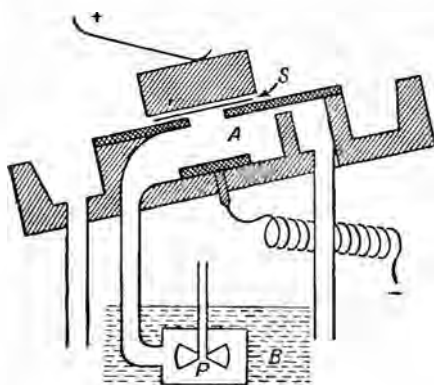


Фиг. 91. Последовательность полировки методом «восьмерки» (по Брэндону и Наттингу [28]).

а — исходный образец; б — образец, покрытый лаком перед началом полировки; в — образец, покрытый лаком после появления первого отверстия; г — лаком очерчена площадка, имеющая форму «восьмерки»; д — начало образования отверстия при окончательной полировке; е — участок А, из которого вырезают фольги.

и подложкой, растравливая, таким образом, обратную сторону образца.

Получение точной геометрической формы и сохранение определенных профилей обсуждены в работе Мичела [54], который указал, какие методы следует выбирать для обеспечения однородного утоньшения. Фишер [55] показал, что для получения



Фиг. 92. Приспособление для собирания кусочков фольги, отрывающихся от образца с подложкой (по Мирону и Сольнье [52]).

Циркуляция электролита через камеру А осуществляется с помощью гребного винта Р; обрывки собираются в В; S — образец.

однородного распределения плотности тока по поверхности анода последнему необходимо придать грушевидную форму, например расположив по обе стороны плоского листа подходящей формы (метод однородного поля). Тогда образование отверстий должно начаться одновременно во многих точках, после чего ток необходимо немедленно выключить для предотвращения скругления краев отверстий.

Рассмотрев различные способы электрополировки, мы можем теперь применить их к некоторым частным случаям. Это иллюстрируется данными табл. 3, в которой приведены методы, давшие устойчивые

результаты для широкого круга металлов и сплавов¹⁾. Если необходимо исследовать новый материал, то единственный подход — это найти электролит, который полировал бы медленно и по возможности одинаково матрицу и вторую фазу, границы зерен и т. д. По вопросу электролитической полировки опубликовано множество статей; особенно полезными при выборе подходящих электролитов являются работы [56, 57]. Керамические материалы также можно утоньшать электрополировкой.

Наконец, может быть, полезно будет изложить здесь последовательность изготовления фольги с использованием прокатки для получения полосы толщиной 100 мк, которая затем утоньшается методом «окна».

1. Прокатка в прокатных станах с максимальным обжатием. Если появляются какие-либо трещины по краям полосы, то

¹⁾ Многие примеры результатов, полученных этими методами, приведены в иллюстрациях к гл. 5. (О методике см. [107]. — Прим. ред.)

перед дальнейшей прокаткой материал должен быть отожжен. Окончательную прокатку лучше произвести на ручном стане с валками диаметром от 25 до 75 мм. При этом должна получиться полоса толщиной примерно 100 мк.

2. Длительный отжиг для устранения дефектов прокатки.

3. Термообработка или постановка намеченных экспериментов.

4. Зачистка поверхности тонкой наждачной бумагой (№ 000) для удаления слоя окислов и т. п.¹⁾ Резка полосы на образцы размером примерно 50 мм × 13 мм.

5. Промывка образцов ацетоном или спиртом.

6. Покрытие образцов лаком (например, микростоп, лакомит и т. д.) с оставлением «окна».

7. Очистка «окна» спиртом после высыхания лака (5—10 мин).

8. Нахождение плато на кривой зависимости тока от напряжения для выбранного электролита с использованием в качестве анода куска того же материала, что и образец. Это дает область напряжений, в которой соблюдаются хорошие условия полировки.

9. Электрополировка образца (с которого предварительно удален слой окислов) вплоть до появления первого отверстия. Извлечение образца из электролита, промывка, сушка и повторное покрытие лаком.

10. Установка образца в ванне верхним концом вниз и снова полировка до появления отверстий на другом конце образца.

11. Извлечение образца, промывка, сушка и опять покрытие лаком.

12. Вторичное перевертывание образца и полировка до растворения приблизительно половины площади фольги. На этой стадии напряжение следует понизить, чтобы обеспечить медленную, равномерную электрополировку.

13. Прекращение полировки в тот момент, когда образуются зазубренные края и фольга становится «слабой» на вид; тщательная промывка фольги в спирте или дистиллированной воде и вырезание подходящих кусочков скальпелем из образца, погруженного в спирт.

14. Помещение образцов на медную сетку (100 меш) так, чтобы зазубренный край фольги лежал у центра сетки. Иногда фольгу необходимо плотно прикрепить к сетке. Это можно сделать, если сначала погрузить сетку в 2-процентный раствор полибутена в ксилоле, а затем, дав ксилолу испариться, плотно

¹⁾ Лишь в тех случаях, когда не удастся очистить поверхность химически или электролитически. — Прим. ред.

Методика электрополировки для

Металл или сплав ²⁾	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Ag	Любая тер- мическая обработка	Прокатан- ный лист толщиной 25—200 <i>мк</i>	Метод «окна»	На 1 л 67,5 г KCN 15 г сегнетовой соли, 14,5 <i>см</i> ³ ортофосфор- ной кислоты, 15 г желтой кровяной со- ли, 2,5 <i>см</i> ³ NH ₄ OH
Ag—Al ³⁾	То же	То же	То же	20% хлорной кислоты, 80% чистого спирта — ректификата
Ag—Al	» »	» »	» »	70% чистого спирта, 20% хлорной кисло- ты, 10% глицерина
Ag—Zn	» »	» »	» »	6 г KCN, 100 <i>см</i> ³ воды
Al Al—Cu Al—Ag Al—Ag Al—Zn Al—Mg	— Старение » Перестарен- ное состоя- ние Закалка или старение Любые состояния	» »	» »	20% хлорной кислоты (60%), 80% чистого спирта
Al Al—Cu Al—Ag Al—Zn—Mg Al—Zn—Mg—Cu Al—Zn	— Старение » » » »	Прокатанный лист толщи- ной 25—100 <i>мк</i>	Метод Болл- мана или метод «окна»	817 <i>см</i> ³ ортофосфорной кислоты (<i>d</i> = 1,57), 134 <i>см</i> ³ серной кис- лоты, 156 г хромово- го ангидрида, 40 <i>см</i> ³ воды

Таблица 3

получения металлических фольг ¹⁾

Режим полировки				Примечание	Литература
катод	напряже- ние	плотность тока, а/см ²	темпера- тура, °С		
Ag или нержавею- щая сталь	4—5	0,5	< 30	Промывка в воде, хранение в этиловом спирте	[68]
То же	10—15	0,2	< 30	То же	
» »	15—50	—	< 30	» »	[46] из гл. 5
» »	6—8	—	комнат- ная	» »	[46] из гл. 5
Пластины или цилиндр из Al	15—20 заканчи- вать при 10—12	0,2	< 30	Промывка сплавов Al—Cu и Al—Ag (в закаленном со- стоянии) в 50-процентной азотной кислоте, Al—Zn — в этиловом спирте, Al и Al—Ag (в остаренном со- стоянии) — в проточной во- де. Утоньшить образцы от 1 мм до 50 мк можно струевым методом в азот- нокислом электролите	[49, 50, 66]
Точечные катоды или цилиндр из Al	10—12	0,05	70	Промывка сплавов Al—Cu и Al—Ag в холодном раство- ре фосфорной и хромовой кислот. Утоньшить образцы от 1 мм до 50 мк можно струевым методом в азот- нокислотном электролите.	[49, 66]

Металл или сплав	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Al—Cu	Любые обработки	Прокатан- ный лист толщиной 25—80 мк	Электрополи- ровка образ- ца с подлож- кой из того же материа- ла. Соби- раются об- рывки фоль- ги	Любой электролит, даю- щий хорошую поли- ровку и не вызываю- щий травления при выключенном токе
Al Al—Cu	Закалка или старение	Диски диа- метром 3 мм, толщиной 1—2 мк	Ионная бом- бардировка	—
Al	Любые обработки	Кованая фольга толщиной 0,5 мк	Травление	Разбавленная плавико- вая кислота
Al Al—Cu	То же	Прокатан- ный лист толщиной 125 мк	Электрополи- ровка малых дисков	1 часть метилового спирта, 1 часть азот- ной кислоты, 1 см ³ хлорной кислоты на 50 см ³ смеси
Au Au—2% Cu Au—2% Ag	» »	Кованая фольга тол- щиной 0,1 мк	Травление	Разбавленный раствор цианистого калия
Au	» »	Лист тол- щиной 75 мк	Метод «окна»	17 г цианистого калия, 3,75 г желтой кровя- ной соли, 3,75 г вин- нокислого калий — натрия, 3,5 см ³ фос- форной кислоты, 1 см ³ нашатырного спирта, 250 см ³ воды

Продолжение табл. 3

	Режим полировки				Примечание	Литература
	катод	напряжение	плотность тока, а/см ²	температура, °С		
	—	—	—	—	Утоньшить образцы от 1 мм до 50 мк можно струевым методом в азотнокислом электролите	[52, 53]
	—	—	—	—	Образцы получают путем электрополировки прокатанного листа до 1—2 мк	[44, 45]
	—	—	—	—	—	[42]
	Пластины из Al	—	—	—	Промывка образцов в воде, затем в метиловом спирте. Окончательная промывка в смеси (1 : 1) метилового спирта и ацетона	[47]
	Нержавеющая сталь	—	—	—	—	[41]
	То же	—	—	—	Промывка в дистиллированной воде	[67]

Металл или сплав	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Аи	Любые обработки	Лист толщиной 50—200 <i>мк</i>	Метод «одно- родного по- ля»	Тот же, что и для Аи толщиной 75 <i>мк</i> (см. стр. 191)
Со	То же	Лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	Метод «окна»	77% ледяной уксусной кислоты, 23% хлор- ной кислоты
Си Си—Zn	» »	Прокатан- ный лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	То же	33% азотной кислоты, 67% метилового спир- та
Си Си—Zn ³⁾ Си—Al Си—Ge ⁴⁾ Си—Sn ⁵⁾ Си—Si	Любая термическая обработка	Прокатан- ный лист толщиной 25—200 <i>мк</i>	Метод Боллма- на, допол- ненный ме- тодом «окна»	Тот же
Fe Малоугле- родистые стали	То же Закалка или низкий отпуск	Прокатан- ный лист толщиной ~ 50 <i>мк</i> Лист толщи- ной ~ 50 <i>мк</i> , полученный струевым методом	Метод «вось- мерки»	10 частей ледяной ук- сусной кислоты, 1 часть хлорной кис- лоты (60%)
Fe	Любые обработки	Прокатан- ный лист толщиной 25—200 <i>мк</i>	Метод «окна»	20 частей ледяной ук- сусной кислоты, 1 часть хлорной кис- лоты

Продолжение табл. 3

Режим полировки				Примечание	Литература
катод	напряжение	плотность тока, а/см ²	температура, °С		
Нержавеющая сталь	—	—	—	—	[55]
То же	22	0,75	< 30	Промывка в метиловом спирте	[50]
Пластины из Си	4—8	0,5—0,6	< 30	То же	[50]
Пластины и точечные катоды из Си или нержавеющей стали	5 6 9 8 9 6	0,5	< -20	Раствор должен быть охлажден так, чтобы обеспечивалась требуемая плотность тока. Перед удалением образца из ванны в раствор наливается жидкий азот до образования слоя, сквозь который извлекается образец. Промывка в холодном метиловом спирте	[51]
Нержавеющая сталь	12	0,1	< 30	Промывка и вырезка фольг в метиловом спирте. Утоньшить образцы от 1 мм до 50 мк можно струевым методом в солянокислом электролите	[28, 58]
То же	35—45	0,7	< 30	Промывка в метиловом спирте	[50]

Металл или сплав	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Fe	Любые обработки	Лист толщиной 50—200 <i>мк</i>	Метод «одно- родного по- ля»	10 частей ледяной ук- сусной кислоты, 1 часть хлорной кис- лоты
Fe Обычные углероди- стые стали Низколеги- рованные стали Сварочный металл	Закалка, отпуск или нормализа- ция Начальные стадии отпуска	Лист толщи- ной ~ 50 <i>мк</i> , полученный струевым методом	Метод «вось- мерки»	135 <i>см</i> ³ ледяной уксус- ной кислоты, 25 г хромового ангидри- да, 7 <i>см</i> ³ воды ⁶⁾
Fe Обычные углероди- стые стали Урановые стали 20% Ni сталь	— Закалка, отпуск или нормализа- ция Закалка на γ или смесь γ и мартенсит	То же	Метод Болл- мана	То же
Нержавею- щая сталь Si сталь	Любые обработки	Прокатан- ный лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	То же	60% ортофосфорной кислоты, 40% серной кислоты
Нержавею- щая сталь	То же	Лист толщиной 50—200 <i>мк</i>	Метод «одно- родного по- ля»	То же

Продолжение табл. 3

Режим полировки				Примечание	Литература
катод	напряжение	плотность тока, а/см ²	температура, °С		
Нержавеющая сталь	100	—	< 30	—	[55]
То же	25—30	0,1—0,2	< 30	Промывка в воде, затем в метиловом спирте, разрезка образца в метиловом спирте. Утоньшить образцы от ~ 1 мм до 50 мк можно струевым методом в солянокислом электролите	[28, 58]
Точечные катоды из нержавеющей стали	25—30	0,1—0,2	< 30	То же	[58]
То же	9 20 понижение до 9	1,5 3,5	60	Утоньшить образцы от 1 мм до 50 мк можно струевым методом в солянокислом электролите	[46, 48, 50]
» »	9	1,5	60	—	[55]

Металл или сплав	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Si железо 50% Fe— —50% Co	Любые обработки	Лист толщиной 50—200 <i>мк</i>	Метод «одно- родного по- ля»	135 <i>см</i> ³ ледяной уксус- ной кислоты, 27 г хро- мовой кислоты, 7 <i>см</i> ³ воды
Mg	То же	Лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	Метод «окна»	33% азотной кислоты, 67% метилового спир- та
Mg	» »	Прокатан- ный лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	То же	20% хлорной кислоты, 80% этилового спир- та
Mo	» »	Прокатан- ный лист толщиной 25—200 <i>мк</i>	» »	870 <i>см</i> ³ H ₂ SO ₄ , 30 <i>см</i> ³ H ₂ O ⁷⁾
Nb	» »	То же	» »	40% HF + HNO ₃ , 60% H ₂ O
Ni	» »	Лист толщиной 25—250 <i>мк</i>	» »	23% хлорной кислоты, 77% ледяной уксус- ной кислоты

Продолжение табл. 3

Режим полировки				Примечание	Литература
катод	напряжение	плотность тока, а/см^2	температура, $^{\circ}\text{C}$		
Точечные катоды из нержавеющей стали	25—30	0,1—0,2	< 30		[55]
Нержавеющая сталь	9	0,5	< 30	Промывка в метиловом спирте	[50]
Mg	10	0,2—0,5	0	Промывка в ортофосфорной кислоте. Хранение в спирте	[69]
Цилиндр из Ni или Mo	10—21	0,02—0,06	< 30	Начинать при 21 в, заканчивать при 10 в. Промывка и хранение в дистиллированной воде	[69]
Пластина из Pt или нержавеющей стали	10—15	—	< 30	Промывка в дистиллированной воде	[95, 96]
Нержавеющая сталь	20—30	0,7	< 30	Промывка в метиловом спирте	[50]

Металлы или сплавы	Состояние	Исходная форма образца	Методика	Состав электролита
Ti Ti—Cu Ti—Al, V Ti—Al, Mn	Любые обработки	Прокатан- ный лист толщиной 20—80 мк	Электрополи- ровка образ- ца с подлож- кой из того же материа- ла Собираются обрывки фольги	Любой электролит, ко- торый дает хорошую полировку и не вы- зывает травления при выключенном то- ке
U	Закалка, облучение, отжиг	Прокатан- ный лист	Метод «окна»	33% ортофосфорной кислоты, 33% этило- вого спирта, 33% гли- церина
U	То же	То же	То же	7,5% хлорной кислоты, 92,5% ледяной уксус- ной кислоты
U	» »	» »	» »	20% ортофосфорной кислоты, 40% H ₂ SO ₄ , 40% воды

¹⁾ Необходимо соблюдать определенные предосторожности при использовании некоторых электролитов, перечисленных в табл. 3, в особенности растворов, содержащих хлорную кислоту. Смесь хлорной кислоты и этилового спирта воспламеняется выше 35° С, и эти растворы даже в процессе их приготовления необходимо всегда держать хорошо охлажденными. Это относится и к смесям хлорной и уксусной кислот. Обычную осторожность необходимо соблюдать при обращении с растворами цианида и HF из-за опасности отравления, ожога и возможного омертвления костной ткани.

²⁾ Большая часть табл. 3 заимствована у д-ров П. М. Келли и Дж. Наттинга с разрешения института Металлов.

Продолжение табл. 3

Режим полировки				Примечание	Литература
катод	напряжение	плотность тока, a/cm^2	температура, $^{\circ}C$		
Нержавеющая сталь	—	—	—	—	[52, 53]
Пластина из U	10—20	0,2—0,5	—	Промывка в дистиллированной воде или метиловом спирте.	[70]
Нержавеющая сталь	20—30	—	—	То же	[71]
То же	10—20	—	—	» »	[57]

³) Розовый осадок Си указывает на то, что раствор нужно сменить. С увеличением содержания Zn следует увеличивать содержание HNO_3 до 40% (макс.).

⁴) На образце образуется черная пленка. Она может быть удалена путем покачивания образца. Удаление слоистой пленки производят путем погружения готовой фольги в дистиллированную воду перед промывкой в спирте.

⁵) Этот раствор можно также использовать для приготовления фольг из сплавов Au—Cu и Ni—Mn таких составов, при которых образуются упорядоченные структуры.

⁶) Этот раствор является также пригодным для Nb, Ta и W. Кроме того, используется смесь 5% H_2SO_4 и 1,25% HF в метаноле; плотность тока $4,4 a/cm^2$ при 50—70 в, полировка при $0^{\circ}C$.

⁷) Howe A., неопубликованная работа.

прижать фольгу к сетке. Можно также прочно укрепить фольгу, зажав ее в объектодержателе микроскопа между двумя сетками. Это приводит, однако, к уменьшению просматриваемой площади, если не удастся точно совместить положения сеток.

Если объектодержатель сконструирован так, что объект помещается в чашечку, которая либо надвигается, либо навинчивается на цилиндрический конец держателя, то полезно прорезать тонкую прорезь вдоль боковой стороны чашечки почти до ее основания. Это позволяет просто держать сетку остро заточенным пинцетом и вводить ее в чашечку, удерживая пинцетом через прорезь, пока образец не станет в нужное положение. Таким путем можно предотвратить перевертывание сетки с образцом вверх дном и утерю образца при установке его в объектодержатель. Чтобы получить возможно большую просматриваемую площадь фольги, можно вообще обойтись без сетки. Тогда образец можно приклеить ко дну объектодержателя (также с помощью полибутена). При этом не возникнет проблема с заслонением сеткой тонких участков фольги, но вместе с тем появляется опасность утери фольг внутри микроскопа.

В любом случае рекомендуется просматривать фольги в микроскопе возможно скорее после их изготовления, так как очень часто они портятся вследствие окисления, а в некоторых сплавах появляются выделения на поверхности. Окисления фольг можно избежать, если хранить их в вакуумном эксикаторе или покрыть лаком. Перед просмотром фольги лак можно удалить с помощью растворителя. Можно также хранить фольги в глицерине.

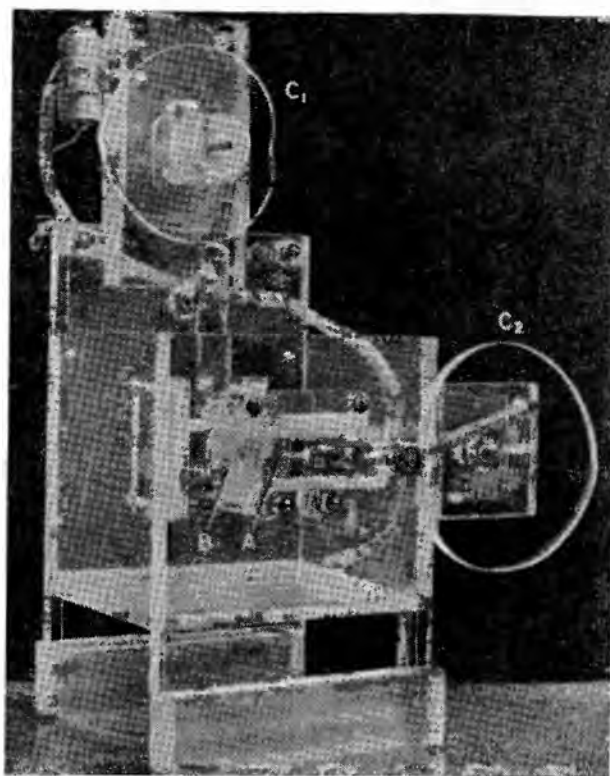
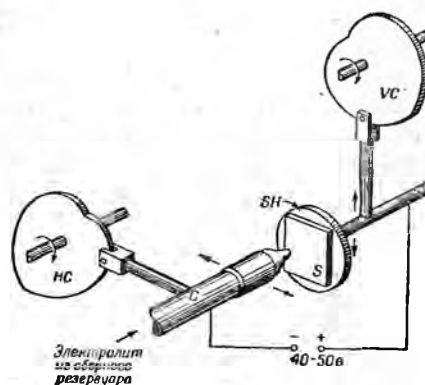
4. Приготовление фольги из массивных образцов

Применение описанных выше способов электрополировки ограничено материалами, которые можно получить в виде образцов толщиной < 200 мк. Для пластичных металлов это возможно, но прокатать твердые материалы (такие, как некоторые легированные стали) до толщины ~ 100 мк иногда практически невозможно. Поэтому Келли и Наттинг [40, 58] разработали метод обработки струей электролита, позволяющий утоньшать до ~ 100 мк образцы любой исходной толщины и при этом получать образец удобной формы для окончательного утоньшения путем электрополировки. Этот метод удобен для любых толстых образцов при условии, что можно подобрать подходящий электролит.

Прибор, используемый в этом методе, показан схематически на фиг. 93а, а его внешний вид — на фиг. 93б. Стеклоанное сопло диаметром ~ 1 мм на трубчатом катоде из нержавеющей стали

Ф и г. 93а. Схема установки для электролитической струевой обработки (по Келли и Наттингу [40]).

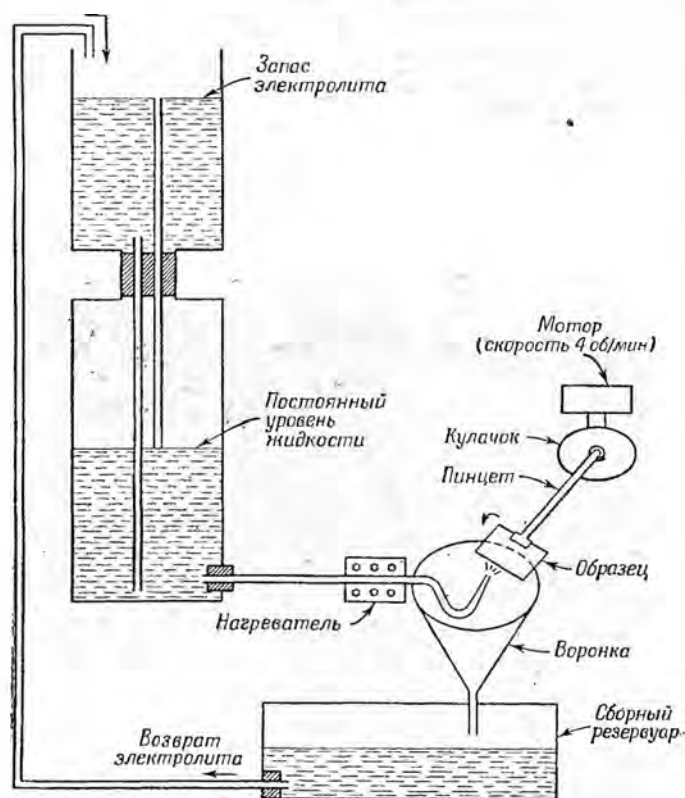
НС—кулачок горизонтального перемещения; *VC*—кулачок вертикального перемещения; *C*—катод; *S*—образец; *SH*—держатель образца.



Ф и г. 93б. Общий вид установки для электролитической струевой обработки.

C₁—кулачок вертикального перемещения; *C₂*—кулачок горизонтального перемещения; *A*—наконечник; *B*—держатель образца.

перемещается возвратно-поступательно в горизонтальном направлении с постоянной скоростью (30 раз в 1 мин), тогда как образец, установленный перпендикулярно катоду на расстоянии 1—2 мм от сопла, движется также с постоянной скоростью



Ф и г. 94. Схема прибора для приготовления тонких фолг MgO (по Вэшберну и др. [59])

вверх и вниз (один ход за каждые 6 мин). Кулачки, обеспечивающие эти перемещения, имеют ход 25,4 мм, так что струя покрывает на образце квадратный участок со стороной 25,4 мм. Точность обработки получается лучше 2% от удаленного металла¹⁾. Этим способом при токе 2а и напряжении 50 в и при использовании в качестве электролита раствора HCl стальные

¹⁾ Имеется в виду максимальное различие в толщинах снятого слоя металла в разных точках обрабатываемой поверхности. — Прим. ред.

образцы растворяются со скоростью $\sim 250 \text{ мк}/(\text{а} \cdot \text{час})$. Поскольку такая обработка позволяет избежать эффекты механической резки и шлифовки и, следовательно, не нарушает и не изменяет внутреннюю структуру металла, тонкие фольги можно приготовить из образцов любых размеров.

Этот метод используется для утоньшения до примерно 100 мк , после чего для получения тонких фольг можно использовать один из описанных выше методов электрополировки. Найдено [58], что для сталей наилучшие результаты дает метод Боллмана.

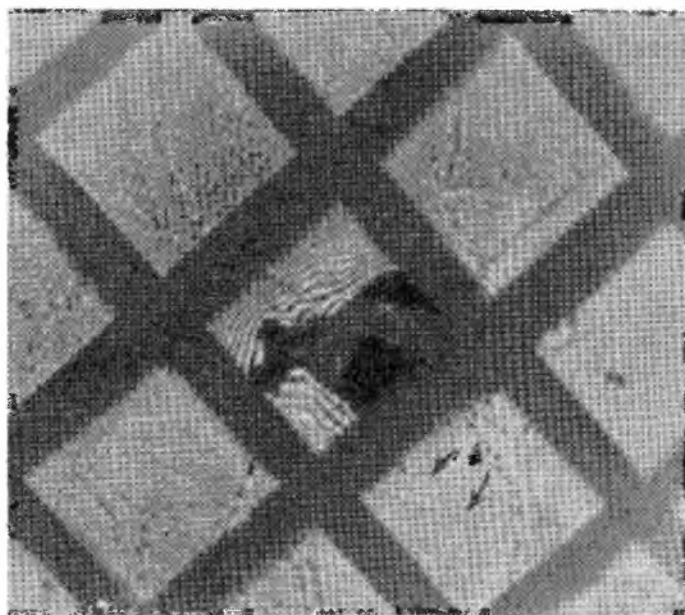
Аналогичный струевой метод использовал Вэшберн [59, 60] для получения пленок толщиной $\sim 1000 \text{ \AA}$ прямо из расколотых по плоскостям спайности кристаллов MgO толщиной $\sim \frac{1}{4} \text{ мм}$. Этот метод иллюстрируется на фиг. 94. В качестве травителя использована концентрированная ортофосфорная кислота, которую нагревали до 100°C и струей подавали на образец, как показано на схеме. Высота образца над соплом такова, что отрыв от него струи жидкости невозможен. Образец вращается относительно вертикальной оси; в результате образуется тонкий круглый участок с несколько утолщенной серединой. В течение нескольких секунд после появления первого отверстия получают достаточно тонкие края. После тщательной промывки и сушки в метиловом спирте, а затем в этиловом эфире можно с помощью иглы выломать тонкие кусочки. Затем путем погружения исходного образца в горячую 85% ортофосфорную кислоту можно получить новые тонкие участки.

Поскольку MgO прозрачен на свету, утоньшенные участки можно просмотреть под световым микроскопом, чтобы выбрать подходящие места. Тонкие места, где будут видны экстинкционные контуры, как показано на фиг. 95, можно отобрать и осторожно поместить на предметную сетку под световым микроскопом перед просмотром в электронном микроскопе. Таким путем можно изучать особые участки кристалла, например полосы скольжения в точке A (см. также гл. 5, § 2, п. 13).

Тонкие пленки галоидных солей щелочных металлов можно приготовить методом «окна» и травлением в водопроводной воде. К сожалению, эти материалы не обладают электропроводностью (например, LiF), что делает их электронно-микроскопическое исследование исключительно трудным, поскольку под действием продолжительной электронной бомбардировки образцы разлагаются.

В некоторых случаях можно утоньшать массивные образцы с помощью обычных методов просветления поверхности или химической полировки [56]. Однако, поскольку обычно травление

протекает неоднородно, удовлетворительные результаты можно получить, если постоянно сообщать находящемуся в растворе образцу возвратнопоступательное или вращательное движение. Например, для алюминия и его сплавов найдены два раствора, дающие хорошие результаты: ¹⁾ 1) 400 см³ HCl и 5 г NiCl на



Ф и г. 95. Оптическая фотография пленки MgO (после утоньшения), помещенной на предметную сетку 75 меш.

Участок, на котором видны полосы, пригоден для изучения в просвечивающем электронном микроскопе. $\times 65$.

1 л при 30° С, 2) 200 г NaOH на 1 л при 70° С. Оба раствора равномерно растворяют металл с поверхности со скоростью 25 мк/мин. Во избежание перегрева образцов в процессе химического растворения следует либо оборудовать эффективную систему охлаждения раствора, либо промывать образцы в холодной воде примерно каждую минуту.

Для химической полировки меди и ее сплавов пригодна смесь кислот, содержащая 50% азотной кислоты, 25% ортофосфорной кислоты и 25% уксусной кислоты. Если образцы,

¹⁾ Keller F., частное сообщение.

защищенные по краям (примерно на 1,5 мм) лаком, погрузить в раствор, то скорость полировки с каждой стороны приблизительно будет равна 6,3 мк/мин. Каждые 10 мин или чаще, в зависимости от исходной толщины, образцы следует переворачивать. Когда центральный участок достигает толщины 50—100 мк, он выпадает из-за ускоренного растворения у защищенных лаком краев. На этой стадии центральная часть должна быть однородна по толщине. Затем этот участок можно утоньшать, используя обычные растворы для электрополировки (см. табл. 3).

Аналогичную процедуру можно применить и для серебра и его сплавов при перемешивании электролита — 50-процентного водного раствора азотной кислоты. Действительно, некоторые сплавы Ag—Al с гексагональной структурой (например, с 33 ат. % Al) поддаются утоньшению непосредственно от толщины 1 мм до достаточно прозрачных для электронов фольг, не требуя окончательного утоньшения электрополировкой. Однако этот метод имеет тот недостаток, что указанный раствор химически полирует только образцы сплавов Ag—Al с поверхностью, параллельной плоскости базиса.

5. Методы скола по плоскостям спайности

Известно, что многие неметаллические материалы при резком ударе клиновидным инструментом легко раскалываются по плоскости спайности. Этот факт недавно был использован для приготовления тонких чешуек слоистых материалов (таких, как графит, молибденит, телуриды висмута и сурьмы, слюда, тальк и хлорит), пригодных для исследования в просвечивающем электронном микроскопе [61—65]. Большинство этих материалов обладает гексагональной структурой и легко раскалывается по плоскостям {0001}. Эти плоскости являются также плоскостями скольжения; поэтому можно легко изучать движение и взаимодействие скользящих дислокаций, в особенности, если учесть, что процесс раскалывания вызывает пластическую деформацию образцов (см. также гл. 5).

Методика заключается в раскалывании природного монокристалла с помощью клиновидного инструмента для получения чистой поверхности и затем — в последовательном отколе чешуек от этой поверхности, прикрытой липкой лентой. В конечном счете получают тонкие чешуйки, прилипшие к ленте. Их можно отделить при погружении ленты в петролейный эфир, который растворяет клейкий состав, оставляя чешуйки плавающими на поверхности. Выловленные на предметные сеточки чешуйки готовы к просмотру.

§ 4. ПРЯМОЕ ОБРАЗОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК

1. Конденсация молекулярных пучков («напыление») в вакууме

Хорошо известно, что тонкие пленки металлов можно приготовить путем испарения металла (в виде тонкой проволоки, накаливаемой током) в вакууме и конденсации пара на какой-либо подложке. Пленки можно удалить с подложки механически или растворением подложки. Если последняя является кристаллическим веществом и нагрета до высокой температуры, то ориентировка пленки следует ориентировке поверхности подложки и наблюдается эпитаксиальный рост [72]. Таким путем можно приготовить монокристалльные тонкие пленки многих металлов. В большинстве случаев удобнее использовать металлическую подложку с заданной ориентировкой (полученную в свою очередь путем напыления на подложку, — такую, как поверхность сколов слюды или каменной соли, пригодных для кубических металлов) и с атомно гладкой поверхностью. Если производить конденсацию на холодной аморфной или поликристаллической подложке, то образуется поликристаллический конденсат.

И металлы, и термически устойчивые соединения начинают быстро испаряться в вакууме при нагревании до достаточно высокой температуры, при которой упругость пара достигает значения выше 10 мк рт. ст. [8]. Некоторые вещества (такие, как Mg, Cd, Zn и ZnS) можно испарять из твердого состояния, но большинство металлов и диэлектриков, осаждаемых в виде тонких пленок, испаряются из жидкой фазы. Нагревание для испарения производят в нагревателях из тугоплавкого металла в стандартной напылительной установке, подобной показанной на фиг. 75. Эти нагреватели можно разделить на две основные группы:

1. Проволочные нагреватели в виде цилиндрических спиралей или конических корзиночек (обычно изготавливаются из вольфрама).

2. Нагреватели из фольги, согнутой в виде лодочки (обычно изготавливаются из молибдена). Этот тип не пригоден для испарения металлов, которые легко смачивают поверхность нагревателя, так как при расплавлении металл растекается по нагревателю, что значительно снижает его сопротивление и может привести к перегоранию.

Холланд [8] составил для ряда металлов таблицу точек плавления и температур, при которых давление пара достигает 10 мк рт. ст. Эти данные воспроизводятся в табл. 4 лишь для ориентировки, потому что с помощью некоторых источников

можно достичь давления пара, значительно превышающего 10 мк рт. ст.

В качестве характерного примера образования ориентированных монокристалльных конденсатов мы опишем методику, использованную Пэшли и др. [36, 37, 73, 80]. Пленки кубических металлов с ориентировкой (111) образуются при конденсации на сколе слюды площадью приблизительно 1 см^2 , имеющей температуру 270°C , в стандартной напылительной установке. Для получения пленок с ориентировкой (100) в качестве подложки используется скол монокристалла каменной соли. Металлическая пленка (например, серебра) служит затем в качестве подложки для дальнейшего напыления, поскольку ее поверхность атомно гладкая. Напылением на серебро (на слюде или каменной соли) можно, например, получить ориентированные пленки Au, Pt, Pd и Rh, а затем отделить пленки растворением серебра в азотной кислоте. Вообще, чем выше температура подложки, тем больше вероятность того, что получится желаемая ориентировка. Следует отметить, что, хотя образованию ориентированных (т. е. эпитаксиальных) пленок благоприятствует малая скорость напыления, для образования непрерывной когерентной пленки необходима большая скорость; поэтому для получения когерентной ориентированной пленки приходится идти на компромисс. Механизм роста таких пленок пока недостаточно изучен, но наблюдения показывают [36, 37], что в конденсатах происходит непрерывный рост малых зародышей, сохраняющих полную когерентность до толщины порядка $800 \text{ \AA}$.

Из-за наличия потерь внутри напылительной установки [см. уравнение (4.1)] трудно оценивать толщину напыленного слоя только по весу испаряющегося металла. Однако толщину можно регулировать временем испарения, напряжением и плотностью тока тлеющего разряда, но для обычных целей наилучшие результаты дают измерения оптических (с помощью многолучевого интерферометра) или электрических (например, сопоставления) свойств конденсата в процессе роста.

Не существует точного соотношения между парциальными давлениями паров компонентов сплава и давлениями пара чистых элементов, и опубликованные данные по упругости пара для систем сплавов ограничены бинарными сплавами, содержащими сильно летучую компоненту, т. е. сплавами, которые можно разделить на компоненты путем дробной дистилляции в вакууме. Сплавы последнего типа можно сконденсировать в виде тонкой пленки с равномерным распределением компонентов только путем использования одного из следующих приемов:

1. Быстрое испарение смеси мелко раздробленных частиц

Испарители. Технические приемы испарения, тугоплавкие материалы

Металл	Точка плавления, °C	Температура, при которой упругость пара $P_{\text{пара}} = 10 \text{ мм рт. ст.}$, °C	Материал для нагревателя сопротивления в порядке ухудшения ²⁾	
			нити	лодочки
Al	660	966 (?) 1148 (?)	Цилиндрическая спираль из W или Ta	—
Ag	961	1047	Цилиндрическая спираль из Ta, Mo, Nb, Fe, Ni, хромеля или коническая корзиночка ³⁾ из W	Mo, Ta
Au	1063	1465	W, Mo	Mo
As	—	—	—	—
Ba	717	629	W, Ta, Mo, Nb, Ni, Fe, хромель	Ta, Mo
Be	1284	1246	Ta, W, Mo	—
Bi	271	698	Хромель, Ta, W, Mo, Nb	Fe, Mo, Ta
B	2000—2080	1355	—	—

Таблица 4

для испарителей, а также некоторые данные по упругости пара ¹⁾

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
—	—	Легко сплавляется с тугоплавкими металлами и взаимодействует с углеродными и окисными тиглями
Электроосаждение Ag на спирали из Mo	Нагреватель сопротивления	Ag не смачивает W. Можно удерживать в корзиночке, перевязанной снаружи тонкой проволокой из Pt
—	—	Смачивает и взаимодействует с Ta, образуя, по всей вероятности, сплав. Частично смачивает W и Mo
Тигель из окиси алюминия	Внешний W-нагреватель	—
—	—	Легко смачивает (без сплавления) металл нагревателя. Взаимодействует с окисью алюминия
Угольный тигель. Тигель из BeO	Электронно-лучевой Индукционный	Смачивает металл нагревателя
Тигель из окиси алюминия	Внешний W-нагреватель	Смачивает хромель
Уголь (графит)	Нагреватель сопротивления	Конденсируется, вероятно, загрязненный углеродом

Металл	Точка плавления, °C	Температура, при которой упругость пара $P_{\text{пара}} =$ $= 10 \text{ мк рт. ст.}, ^\circ\text{C}$	Материал для нагревателя сопротивле- ния в порядке ухудшения ²⁾	
			нити	лодочки
Ca	810	605	W	—
Cs	29	153	—	—
Cd	321	264 (сублимация)	Хромель, Nb, Ta, Mo, W, Ni, Fe	Mo, Ta
C	3700 ± 100	2681	—	—
Ce	785	1305	—	—
Cr	1900	1205	W	—
Co	1478	1649	Nb, W	—
Cu	1083	1273	Цилиндрическая спираль из Pt; Nb, Mo, Ta, W	Mo, Ta
Fe	1535	1447	Цилиндрическая спираль из W	—

Продолжение табл. 4

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
Тигель из окиси алюминия	Внешний W-нагреватель	—
—	—	—
Тигель из окиси алюминия Железный тигель	Внешний W-нагреватель Нихромовый нагреватель	Легко смачивает хромель и Nb
Спрессованные угольные стержни, образующие между собой контакт с высоким сопротивлением ³⁾	Нагреватель сопротивления	—
—	—	—
Электроосаждение Sn на цилиндрической спирали из W	Сублимация	—
Тигель из окиси алюминия или BeO. Спираль из W, полученная гальваническим путем	W-нагреватель, заключенный в обмазку. Нагреватель сопротивления	Сплавляется с W, Ta, Mo, Nb, Pt. Навеска для испарения не должна превышать 35% от веса спирали из W
Тигель из окиси алюминия	W-нагреватель, заключенный в обмазку	Медь сплавляется с Ni, Fe, хромелью. С трудом смачивает Mo, W, Ta
Тигель из окиси алюминия или BeO	То же	Сплавляется с W, Ta, Mo, Nb. Навеска для испарения не должна превышать 35% от веса нити из W

Металл	Точка плавления, °C	Температура, при которой упругость пара $P_{\text{пара}} =$ $= 10 \text{ мк рт. ст.}, ^\circ\text{C}$	Материал для нагревателя сопротивле- ния в порядке ухудшения ²⁾	
			нити	лодочки
Ga	30	1093	—	—
Ge	959	1251	Ta, Mo, W	Mo, Ta
In	157	952	W, Fe	Mo
Ir	2454	2556	—	—
Li	179	514	—	—
Mg	651	443 (сублимация)	W, Ni, Fe, Ta, Mo, Nb, хромель	Mo, Ta
Mn	1244	980	W, Ta, Mo, Nb	—
Mo	2622	2533	—	—
Nb	2500	Упругость па- ра в точке плавления $P_{\text{пара}} = 1 \text{ мк}$ рт. ст.	Цилиндрическая спираль из W	—

Продолжение табл. 4

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
BeO, SiO ₂ , Al ₂ O ₃	—	Сплавляется с металлами. Указанные окислы сопротивляются воздействию до 1000° С
Тигель из окиси алюминия. Угольный тигель	W-нагреватель, заключенный в обмазку. Нагреватель сопротивления	Смачивает Ta и Mo
—	—	—
—	—	—
Железный тигель	Нихромовый нагреватель	—
Железный тигель Уголь	Внешний нихромовый нагреватель. Нагреватель сопротивления	Легко испаряется, не расплавляясь, из открытых спиралей и лодочек
Тигель из окиси алюминия	W-нагреватель, заключенный в обмазку	Легко смачивает указанные металлы нагревателей
—	—	Тугоплавкий металл, используемый для нагревателей в виде нитей и лодочек. Быстро испаряется при окислении с образованием MoO ₃
—	—	Тугоплавкий металл, используемый в качестве материала для нагревателей

Металл	Точка плавления, С°	Температура, при которой упругость пара $P_{\text{пара}} =$ $= 10 \text{ мк рт. ст.}, ^\circ\text{C}$	Материал для нагревателя сопротивле- ния в порядке ухудшения ?)	
			нити	лодочки
Ni	1455	1510	Спираль из тол- стой прово- локи W	—
Pd	1555	1566	Цилиндрическая спираль из W	—
Pt	1774	2090	Многожильная нить из W, скру- ченная вместе с проволокой из Pt	—
Pb	328	718	Fe, Ni, хромель	Mo
Rh	1967	2149	—	—
Se	217	234	Хромель, Fe, Mo, Nb	Mo, Ta
Si	1410	1343	—	—
Sb	630	678	Хромель или Ta	Mo, Ta

Продолжение табл. 4

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
Тигель из окиси алюминия или BeO	W-нагреватель, заключенный в обмазку	Сплавляется с Mo, Ta и W. Навеска для испарения не должна превышать 30% от веса спирали из W
—	—	—
Электроосаждение Pt на спирали из W	Нагреватель сопротивления	Сплавляется с Ta и частично с W. Платину можно использовать в качестве материала для нагревателя окислов металлов, что предотвращает их разложение
Тигель из окиси алюминия или железа. Уголь (графит)	Внешний нихромовый нагреватель. Нагреватель сопротивления	Не смачивает W, Ta, Mo и Nb
Электроосаждение Rh на спирали из W. Нагреваемая током фольга из Rh.	Сублимация То же	Для осаждения пленок средней прозрачности необходимо очень низкое давление
Тигель из окиси алюминия	Нихромовый внешний нагреватель или нагреватель излучения	Очень летуч, что может привести к загрязнению установки. Смачивает все указанные металлы для нагревателей
Тигель из BeO	W-нагреватель, заключенный в обмазку	Трудно приготовить пленки из Si, свободные от загрязнений SiO
Тигель из окиси алюминия	Внешний W-нагреватель	Смачивает хромель

Металл	Точка плавления, °C	Температура, при которой упругость пара $P_{\text{пара}} = 10 \text{ мм рт. ст.}, ^\circ\text{C}$	Материал для нагревателя сопротивления в порядке ухудшения 2)	
			нити	лодочки
Sn	232	1189	Цилиндрическая хромелевая спираль; Mo, Ta	Mo, Ta
Sr	771	549	W, Ta, Mo, Nb	—
Ta	2996	$P_{\text{пара}} = 1 \text{ мм рт. ст.}$ при 2820	—	—
Te	452	$P_{\text{пара}} = 760 \text{ мм рт. ст.}$ при 1390	W, Ta, Mo, Nb, Ni, Fe, хромель	—
Tl	304	606	Ni, Fe, Nb, Ta	—
Th	1827	2196	W	—
Tl	1727	1546	Коническая корзиночка или цилиндрическая спираль из W, Ta	—

Продолжение табл. 4

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
Тигель из окиси алюминия. Уголь (графит)	W-нагреватель, заключенный в обмазку. Нагреватель сопротивления	Смачивает хромель и Мо
Уголь (графит)	Нагреватель сопротивления	Легко смачивает (без сплавления) все указанные металлы для нагревателей
—	—	Тугоплавкий металл, используемый для нагревателей
Тигель из окиси алюминия	Внешний нихромовый нагреватель	Очень летуч, что может привести к загрязнению установки. Смачивает (без сплавления) все указанные металлы для нагревателей
То же	То же	Легко смачивает (без сплавления) указанные металлы для нагревателей. Частично смачивает W, Ta, но не Мо
—	—	Смачивает нагреватель из W
Уголь (графит)	Нагреватель сопротивления	Ti реагирует со спиралью из W, конденсат содержит следы W. Ti не взаимодействует с Ta, но нить может перегореть при предварительном расплавлении Ti

Металл	Точка плавления, °C	Температура, при которой упругость пара $p_{\text{пара}} = 10 \text{ мм рт. ст.}$, °C	Материал для нагревателя сопротивле- ния в порядке ухудшения ²⁾	
			нити	лодочки
U	1132	1898	W	—
V	1697	1888	W, Mo	—
W	3382	3309	—	—
Yt	1477	1649	—	—
Zn	419	343 (сублимация)	W, Ta, Mo, Nb	—
Zr	2127	2001	Коническая кор- зинка или ци- линдрическая спираль из W	—

¹⁾ Таблица заимствована из книги Л. Холланда [8].

²⁾ См. фиг. 75.

Продолжение табл. 4

Другие методы испарения		Примечания
источник	нагреватель или способ нагревания	
—	—	При самых низких давлениях газа образует окисленные конденсаты
—	—	Сплавляется с Ta и частично с W. Смачивает Mo (без сплавления)
—	—	Тугоплавкий металл, используемый для нагревателей. Очень быстро испаряется при окислении с образованием на поверхности летучего WO_3 или WO_2
—	—	—
Тигель из окиси алюминия или железа. Уголь (графит)	Внешний нихромовый нагреватель. Нагреватель сопротивления	Смачивает (без сплавления) упомянутые металлы для нагревателей
—	—	Для предотвращения окисления пленки необходимо низкое давление ($<0,1$ <i>мк рт. ст.</i>). При испарении ведет себя по отношению к W и Ta аналогично Ti

⁸⁾ Во всех случаях, кроме указанных особо, имеется в виду коническая спираль, расположенная вершиной вниз, поэтому слова «коническая корзиночка» мы будем опускать. —Прим. ред.

металлов, входящих в состав сплава, и конденсация их на горячую подложку.

2. Одновременное испарение из двух или более источников, содержащих каждый по одной компоненте сплава (см., например, Такахаши и др. [76—79]).

3. Попеременное напыление пленок чистых металлов с образованием многослойного конденсата, который затем гомогенизируется отжигом при температуре, обеспечивающей быстрое диффузионное перемешивание металлов внутри слоев.

Последним способом приготавливались пленки сплавов медь — золото для исследования процессов упорядочения, наблюдающихся при определенных составах [74]. Методика заключалась в следующем: монокристалльные пленки золота с ориентировкой (001) приготавливали напылением на серебро, нанесенное на каменную соль. После отделения пленки от подложки (каменная соль растворяется в воде, а серебро — в азотной кислоте) на нее напыляли требуемое для образования сплава количество меди. Составную пленку подвергали гомогенизации при 350°С в течение 1 час. Эта обработка приводит к упорядочению сплава. Подобная методика годится для большинства сплавов, и при выборе соответствующим образом ориентированной подложки можно получать монокристалльные пленки любой требуемой ориентировки.

Метод напыления был применен при изучении кристаллических решеток металлов с помощью муарового узора на общем изображении двух наложенных друг на друга кристаллов [80]. Образец приготавливали напылением второго металла на ориентированный первый металл, как описано выше, причем температуру подложки поддерживали в интервале 300—450°С. В этих условиях кристаллы второго металла растут, ориентируясь параллельно кристаллам первого. Этот метод успешно применен при напылении Ni, Cu, Rh, Pd и Pt на пленку золота [80]. Некоторые из полученных результатов описаны более полно в следующей главе.

Поликристаллические фольги сплавов железа были приготовлены Питчем для изучения мартенситного превращения в этих сплавах [81]. Для получения сплавов Fe—C и Fe—N вначале на коллодиевую подложку при комнатной температуре напылялось железо. После растворения коллодия пленку железа помещали на сетку и нагревали в печи (при ~1100°С) в атмосфере смеси водорода с аммиаком (для сплавов Fe—N) или метаном (для сплавов Fe—C) для легирования азотом или углеродом.

Затем прямо в этой же печи проводили термообработку. Фольгу сплава железо — никель приготавливают, используя

в качестве источника испарения подходящий железо-никелевый сплав.

Свойства напыленных тонких фольг сильно отличаются от свойств массивного металла; например, фольги золота деформируются упруго при растяжении на 1—1,5%. Это соответствует пределу текучести, приблизительно равному 93 кг/мм^2 , по сравнению с 23 кг/мм^2 для наклепанной холоднотянутой массивной проволоки [36, 37]. Электрические и магнитные свойства тонких фольг и массивных материалов также различны¹⁾, поэтому, хотя результаты, полученные из экспериментов на тонких пленках, строго говоря, нельзя считать справедливыми для массивных образцов, весьма важным является изучение свойств тонких пленок в зависимости от их микроструктуры, ибо они приобретают не только научное, но и большое промышленное значение.

2. Выращивание из паров (перегонка)

Коулмэн и Сирз [82] описали способ приготовления кристаллов цинка путем возгонки в вакууме ($\sim 10^{-6} \text{ мм рт. ст.}$) примерно при 475°C с последующей конденсацией в сосуде для роста в атмосфере гелия. Этот метод был использован Прайсом [83] для изучения зарождения и роста двойников и петель дислокаций, образующихся в цинке при пирамидальном скольжении. Кристаллы, полученные методом дистилляции, обычно свободны от дислокаций. Их можно вырастить в виде нитевидных кристаллов-пластинок длиной 2—6 мм и шириной от 5 мк до 1 мм с наибольшими гранями в базисной плоскости. Их толщина вообще колеблется от 0,05 до 0,5 мк, и потому они по всей своей длине прозрачны для пучка электронов с энергией 100 кэВ. Аналогичным способом Прайс получал также тонкие кристаллы кадмия, осаждая последний на кварцевую нить в камере, наполненной аргоном. При малых пересыщениях кадмий кристаллизуется в виде тонких нитевидных кристаллов и пластинок.

3. Осаждение из раствора

Саито и Уеда [84] получали большие тонкие монокристаллы чешуйки золота путем восстановления разбавленного раствора хлорида золота. Тонкие кристаллы (от 100 до 200 Å толщиной и несколько микрон в ширину) имели тригональную и гексагональную структуру и росли параллельно плоскости (111).

¹⁾ См., например [97].

Этот метод можно использовать для приготовления ориентированных монокристаллов и других металлов, но и эти тонкие кристаллы имеют ограниченное значение с точки зрения получения сведений о свойствах массивных материалов.

4. Осаждение на электроде

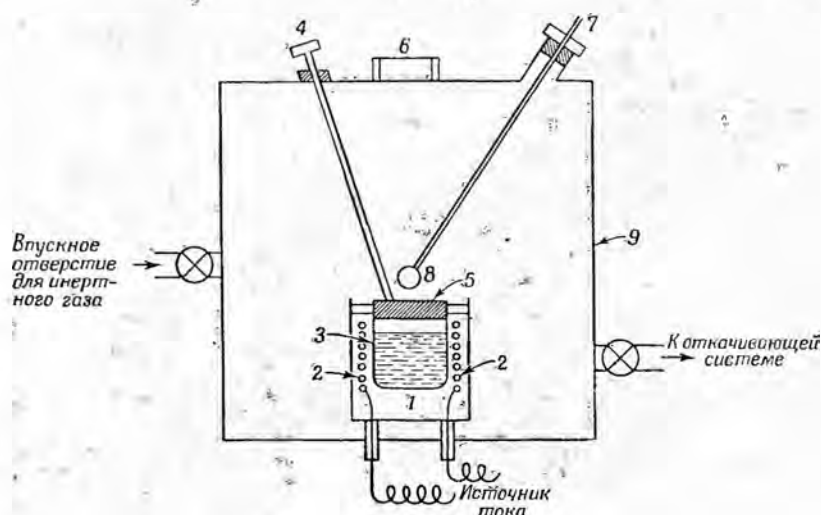
Существует два метода, пригодных для получения тонких электролитических осадков, для исследования в электронном микроскопе. В первом (по Вайсенбергеру [85]) в качестве проводящих электродов используются тонкие угольные поддерживающие пленки, на которые осаждается металл. Второй метод (Вейля и Рида [86]) состоит в гальваническом покрытии никелем меди или цинка и отделении тонкого осадка с катода. В качестве гальванической ванны используется очищенная ванна Ватта при $pH = 4,0$, температуре $60^\circ C$ и плотности тока $0,1 - 1 \text{ а/см}^2$. Отделение проводят в растворе $250-500 \text{ г CrO}_3$ и $25 \text{ г H}_2\text{SO}_4$ на 1 л воды при $60^\circ C$. Эта методика была использована Реймером [87] для изучения эпитаксиального роста электролитических осадков и в основном используется для исследования структуры таких осадков.

5. Приготовление из расплава

Такахаша и др. [77] разработали метод приготовления фольг из расплава. Эллиптическая петля из железной проволоки (большая ось 1 см , малая ось $0,3 \text{ см}$), покрытая порошком угля или окиси алюминия, погружается в расплавленный металл и вытягивается из него со скоростью 2 см/сек . Для металлов, которые на воздухе быстро окисляются, эту операцию следует проводить в инертной атмосфере, как показано на фиг. 96, но в других отношениях метод можно считать универсальным. Результаты, полученные на сплавах Sn-Pb , Al-Ag , Al-Sn и Al-Cu [79, 85, 89], показали, что микроструктура тонких участков фольги отличается от структуры массивных образцов, но в более толстых сечениях (несколько тысяч ангстрем) — не отличается. Однако разные материалы могут иметь различный нижний предел толщины, выше которого они ведут себя как массивный материал, и поэтому рискованно переносить результаты, полученные на таких фольгах, на большие образцы.

Простой метод резкого охлаждения капелек расплавленного металла был кратко описан Дювэ и др. [90]. Небольшая капля ($\sim 25 \text{ мг}$) расплавленного металла в графитовой изложнице выбрасывается взрывной волной на массивный медный шит. Для получения хорошего контакта между металлом и шитом последний выполнен в виде цилиндра и вращается с большой

скоростью. Центробежная сила, действующая на расплавленный металл, обеспечивает хороший термический контакт. Капля размазывается по цилиндру, застывая в виде очень тонкой пленки, настолько тонкой, что некоторые ее участки прозрачны на свету. Пленки сплавов Ag—Cu и Ga—Sb—Ge, полученные



Фиг. 96. Схема установки для приготовления тонких фольг из расплава (по Такахаши и др. [77]).

1—тигель из окиси алюминия; 2—нагреватель—мольбденовая спираль; 3—расплавленный металл; 4—стержень для удаления крышки; 5—окно для наблюдения; 6—окно для манипулирования петлей; 7—стержень; 8—вакуумный колпак.

этим способом, обладают исключительно интересными свойствами; таким образом, дальнейшее исследование в этой новой области весьма целесообразно.

6. Использование ультрамикротомов

Для получения биологических срезов толщиной 50—100 Å¹⁾ Хаанстра [91] сконструировал ультрамикротом, используя термическое расширение для подачи образца и никелевый магнитострикционный стержень для отвода его назад. С помощью этого прибора были получены также срезы фольги мягких металлов, но они были сильно деформированы. Раймеру [87] при использовании в ультрамикротоме алмазного ножа (описан-

¹⁾ Советской промышленностью выпускается ультрамикротом системы Дашевского, работающий по аналогичному принципу. — Прим. ред.

ного Фернандес-Мораном [92] для нарезания биологических срезов) удалось получить тонкие срезы Al, Ni, Cu, Au, Fe, Pd, Pt и Ag, но и эти фольги получились сильно деформированными. На фиг. 97 в качестве примера показан тонкий



Фиг. 97. Микрофотография тонкого среза алюминия, полученного с помощью ультрамикротомы (по Эгеру).
Зерна деформированы в направлении разрезания.

срез поликристаллического алюминия; видны вытянутые зерна, что характерно для сильно деформированного металла. Позднее Филипс [93], используя ультрамикротом Лейтца¹⁾, получил срезы толщиной от 100 до 500 Å образцов сплавов Al—Al₂O₃,

¹⁾ Применяются также и другие приборы.

Au—Ni, Pb—Sn и Cu—Be, которые предварительно укреплялись в аралдите. По-видимому, этот метод более подходит для приготовления фольг многофазных сплавов (электрополировка которых не удастся) и твердых материалов, например керамики, сталей и т. д., и является весьма перспективным как быстрый метод получения тонких образцов.

§ 5. ВЫВОДЫ

Из всех рассмотренных методов утоньшения массивных образцов наиболее широко применяется и дает устойчивые и надежные результаты метод электрополировки. В работе со сплавами, содержащими когерентные вторые фазы, могут встретиться трудности, если имеет место преимущественное вытравливание второй фазы. В этом случае лучшим решением кажется использование микротомов.

Чтобы выяснить, вызывает ли операция утоньшения некоторую перестройку структуры вблизи поверхности, Хирши и др. [94] применили утоньшение электрополировкой образца только с одной стороны, тогда как другая сторона была полностью покрыта лаком. Использовался обычный метод «окна» — до образования отверстий. Затем вырезали тонкие участки, а лак растворяли. Таким путем была сохранена дислокационная структура в полосах скольжения, так что можно было сопоставить поверхность с объемом одного и того же образца (см., например, фиг. 115). В этой работе получены некоторые доказательства того, что из-за снижения упругих деформаций в процессе утоньшения структура действительно несколько перестраивается, но при «односторонней» полировке она в большинстве случаев сохраняется. Таким образом, мы теперь совершенно убеждены в том, что исследование с помощью электронного микроскопа фольг, приготовленных из массивных образцов путем электрополировки, позволяет установить прямую и правильную связь между микроструктурой и свойствами массивных образцов¹⁾.

ЛИТЕРАТУРА²⁾

1. Reimer L., Preparation Methods for Electron Microscopy, Berlin, 1959.
2. Shaeffer V. J., Harker D., Journ. Appl. Phys., 13, 427 (1942).
3. «Metallurgical Applications of the Electron Microscope», Inst. of Met. Rep. and Mon., Ser. 8 (1950).

¹⁾ См. [98]. — Прим. ред.

²⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — Прим. ред.

4. Proc. Amer. Soc. Test. Materials, 50, 444, 489 (1950).
5. Proc. Amer. Soc. Test. Materials, 52, 543—591 (1952).
6. Proc. Amer. Soc. Test. Materials, 57, 452—535 (1957).
7. Nutting J., Rev. Univ. des Mines, 12, 1 (1956).
8. Holland L., Vacuum Deposition of Thin Films, New York, London, 1956.
9. Bradley D. E., Journ. Inst. Metals, 83, 35 (1954—55).
10. Smith E., Nutting J., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy, 1954 (Roy. Mic. Soc., London, 1956), p. 206.
11. Smith E., Nutting J., Brit. Journ. Appl. Phys., 7, 214 (1959); Journ. Iron and Steel Inst., 187, 314 (1959).
12. Bradley D. E., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958 (Berlin, 1960), p. 428.
13. «Errors Applications of the Electron Microscope», Proc. 3rd Int. Conf. Electr. Microscopy, 1954 (Roy. Mic. Soc. London, 1956).
14. Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958, Sec. 6 (Berlin, 1960), p. 574—686.
15. Cooley J. A., Clark P. A. E., Sharpe B. F., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958 (Berlin, 1960), p. 440.
16. Fischer R. M., Journ. Appl. Phys., 24, 113 (1953); A. S. T. M. Special Techn. Publ. No. 155, 49 (1954).
17. Booker G. R., Norbury J., Brit. Journ. Appl. Phys., 7, 109, 154 (1957); 8, 361 (1958).
18. Baker R., Nutting J., Journ. Iron and Steel Inst., 192, 257 (1959).
19. Keller F., Inst. of Metals Symp. on Met. Appl. of Electron Microscope, Mon. and Rep., Ser. 8, 85 (1950).
20. Thomas G., Nutting J., Journ. Inst. Met. 85, 1 (1956).
21. Thomas G., Nutting J., Inst. of Met. Symp. on Phase Transformations Rep. and Mon., Ser. 18, 57 (1955).
22. Lacombe P., Berghezan A., Alluminio, 18, 365 (1949).
23. Castaing R., Compt. rend. 228, 1341, 2033 (1949).
24. Thomas G., Nutting J., Journ. Inst. Met., 86, 7 (1957—58).
25. Wilsdorf H., Kuhlmann-Wilsdorf D., Zs. Angew. Phys., 4, 361, 409 (1952).
26. Wilsdorf H., Kuhlmann-Wilsdorf D., Acta Met., 1, 394 (1953).
27. Wilsdorf H., Fourie J. T., Acta Met., 4, 271 (1956).
28. Brandon D. G., Nutting J., Acta Met., 7, 101 (1959).
29. Low J. R., Fracture, ed. Averbach et al., New York, London, 1959, p. 68.
30. Scott R. L., Turkalo A. M., Proc. A. S. T. M., 57, 536 (1957).
31. Guard R. W., Turkalo A. M., Mech. Properties of Intermetallic Compounds, ed. Westbrook, New York, 1960, p. 141.
32. Turkalo A. M., Trans. A. I. M. E., 218, 1960, p. 24.

33. Davies D. M., Martin J. W., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960, (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie, Delft, 1961), p. 482.
34. Crussard C., Borione R., Plateau J., Morillon T., Maratray F., Journ. Iron and Steel Inst. **146**, 183 (1956).
35. Plateau J., Henry G., Crussard C., Rev. Univ. des Mines **12**, 543 (1956).
36. Bassett G. A., Pashley D. W., Journ. Inst. Metals, **87**, 449 (1959).
37. Pashley D. W., Proc. Roy. Soc. **A255**, 218 (1960).
38. Forsythe P. J. E., Wilson R. N., Journ. Sci. Instr., **37**, 37 (1960).
39. Brame D. R., Evans T., Phil. Mag., **3**, 971 (1958).
40. Kelly P. M., Nutting J., Journ. Inst. Met., **87**, 385 (1959).
41. Hirsch P. B., Kelly A., Menter J. W., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy, 1954 (Roy. Mic. Soc., London, 1956), p. 231.
42. Hirsch P. B., Horne R. W., Whelan M. J., Phil. Mag., **1**, 677 (1956).
43. Phillips R., Welsh N. C., Phil. Mag., **3**, 801 (1958).
44. Castaing R., Rev. Met., **52**, 669 (1955).
45. Castaing R., Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy, 1954 (Roy. Mic. Soc., London, 1956), p. 379.
46. Bollmann W., Proc. Stockholm Conf. Electron Microscopy, 1957 (Stockholm, 1957), p. 316.
47. Heidenreich R. D., Journ. Appl. Phys., **20**, 993 (1949).
48. Bollmann W., Phys. Rev., **103**, 1588 (1956).
49. Nicholson R. B., Thomas G., Nutting J., Brit. Journ. Appl. Phys., **9**, 25 (1958).
50. Tomlinson H. M., Phil. Mag., **3**, 867 (1958).
51. Swann P. R., Nutting J., Journ. Inst. Metals, **88**, 478 (1960).
52. Mirand P., Saulnier A., Compt. rend., **246**, 1688 (1958).
53. Saulnier A., Mirand P., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958 (Berlin, 1960), p. 390.
54. Michel P., Sheet Metal Ind., **26**, 2175 (1949).
55. Fischer R. M., A. S. T. M. Special Tech. Publication, No. 262, 1959, p. 104.
56. Jacquet P. A., Inst. of Metals, Metallurgical Reviews, 1956, **1**, pt. II, p. 156.
57. Tegart W. J. McG, Electrolytic and Chemical Polishing of Metals, London, 1956.
58. Kelly P. M., Nutting J., Journ. Iron and Steel Inst., **192**, 246 (1959).
59. Washburn J., Kelly A., Williamson G. K., Phil. Mag., **5**, 192 (1960).
60. Washburn J., Kelly A., Williamson G. K., Groves G. W., Phil. Mag., **5**, 991 (1960).
61. Geach G., Phillips R., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, 1958 (Berlin, 1960), p. 138.

62. Amelinckx S., Delavignette P., *Nature*, **185**, 603 (1960); *Phil. Mag.*, **5**, 533, 729 (1960).
63. Williamson G. K., *Proc. Roy. Soc.*, **A257**, 457 (1960).
64. Boswell F. W. C., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961) p. 409.
65. Pashley D. W., Presland A. E. B., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961), p. 417.
66. Nicholson R. B., Ph. D. Dissertation, Cambridge University, 1960.
67. Silcox J., Hirsch P. B., *Phil. Mag.*, **4**, 72 (1960).
68. Bailey J. E., Ph. D. Dissertation 1960, Cambridge University.
69. Thomas G., Nadeau J., Benson R., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, Holland, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961), p. 447.
70. Silcox J., *Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958* (Berlin, 1960), p. 552.
71. Jaquet P. A., Caillat R., *Compt. rend.*, **228**, 1224 (1949).
72. Pashley D. W., *Adv. in Phys.*, **5**, 173 (1956).
73. Pashley D. W., *Phil. Mag.*, **4**, 324 (1959).
74. Glossop A., Pashley D. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A250**, 132 (1959).
75. Ogawa S., Watanabe D., *Acta Cryst.*, **7**, 377 (1954); **10**, 860 (1957).
76. Trillat J. J., Takahashi N., *Compt. rend.*, **235**, 1306 (1952).
77. Takahashi N., Trillat J. J., *Compt. rend.*, **237**, 1246 (1953).
78. Takahashi N., Mihama K., *Acta Met.*, **5**, 159 (1957).
79. Takahashi N., Ashinuma K., *Journ. Inst. Metals*, **87**, 19 (1958—59).
80. Bassett G. A., Menter J. W., Pashley D. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A246**, 345 (1958).
81. Pitsch W., *Phil. Mag.*, **4**, 577 (1959).
82. Coleman R. V., Sears G. W., *Acta Met.*, **5**, 131 (1957).
83. Price P. B., *Phil. Mag.*, **5**, 473, 873 (1960).
84. Suito E., Uyeda N., *Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy*, 1954 (*Roy. Mic. Soc.*, London, 1956), p. 223.
85. Weisenberger E., *Zs. Wiss. Mikroskop.*, **62**, 163 (1955).
86. Weil R., Read H. J., *Journ. Appl. Phys.*, **21**, 1068 (1950).
87. Reimer L., *Zs. Metallkunde*, **50**, 37 (1959); *Naturwiss.*, **46**, 68 (1959).
88. Takahashi N., Kazato K., *Compt. rend.*, **243**, 1408 (1956).
89. Takahashi N., Ashinuma K., *Compt. rend.*, **246**, 3430 (1958).
90. Duwez P., Willens R. H., Clement W., *Journ. Appl. Phys.*, **31**, 1136, 1137, 1500 (1960).
91. Haanstra H. B., *Phil. Techn. Rev.*, **17**, 178 (1955).
92. Fernandez-Moran H., *Industrial Diamond Rev.*, **16**, 128 (1953).
93. Phillips V. A., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, Holland,

- 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie, 1961),
p. 485.
94. Hirsch P. B., Partridge P. G., Segall R. L., Phil. Mag., **4**, 721,
(1959).
95. Cottin M., Haissinsky M., Journ. Chim. Phys., **47**, 731 (1950).
96. Fourdeux A., Berghezan A., Journ. Inst. Metals, **89**, 31 (1960).
97. Neugebauer et al., Structure and Properties of Thin Films, New
York, 1959.
- 98*. Орлов Л. Г., Усиков М. П., Утевский Л. М., Усп. физ. наук, **76**,
вып. 1, 111 (1962).
- 99*. Утевский Л. М., Зав. лаборатория, № 6, 695 (1952).
- 100*. Утевский Л. М., Проблемы металловедения и физики металлов,
Металлургиздат, т. 6, 1959, стр. 381.
- 101*. Утевский Л. М., Электронная микроскопия и электронография, гл.
в справочнике «Металловедение и термическая обработка», т. I, Ме-
таллургиздат, 1961, стр. 165.
- 102*. Скаков Ю. А., Электронная микроскопия, гл. в учебном пособии
«Лаборатория металлографии», Metallurgizdat, 1957, стр. 260.
- 103*. Орлов Л. Г., Утевский Л. М., Проблемы металловедения и
физики металлов, Metallurgizdat, 1958, стр. 277.
- 104*. Сакварелидзе Л. Г., Утевский Л. М., Кристаллография, **2**, 5
(1958).
- 105*. Утевский Л. М., Отпускная хрупкость стали, Metallurgizdat,
1961.
- 106*. Орлов Л. Г., Утевский Л. М., Зав. лаборатория, **25**, 9, 1084
(1959).
- 107*. Курдюмов В. Г., Орлов Л. Г., Усиков М. П., Зав. лаборатория,
27, 12, 1490 (1961).

Применения методов тонких фольг

§ 1. ВВЕДЕНИЕ

В гл. 1 было показано, что металлы становятся прозрачными для электронов при толщинах меньше нескольких тысяч ангстрем, а определенные дифракционные условия позволяют получать контрастное изображение. Любые смещения в решетке (от несовершенств строения, наличия второй фазы и т. д.) приводят к возникновению фазового контраста и делают тем самым возможным выявление почти всех мыслимых структурных особенностей металлов. Поскольку можно получить разрешение, близкое к 5 Å, электронно-микроскопическому исследованию доступны очень тонкие детали структуры, которые столь важны для управления свойствами материалов. Более того, использование метода микродифракции позволяет определять кристаллографические характеристики структуры, выявляемой на микрофотографиях. Поэтому возможности применения методики тонких фольг для электронно-микроскопического изучения структуры и свойств материалов очень широки. За прошедшие несколько лет опубликовано значительное количество исследований в таких областях, как дефекты кристаллов, пластическая деформация, фазовые превращения и т. д. В последующих параграфах обсуждаются некоторые из этих результатов. Исследования дислокаций рассматриваются более подробно, так как дислокации играют важную роль в понимании природы механических свойств металлов. Основная часть исследований, в которых использовалась методика тонких фольг, относится к изучению именно этих дефектов. Среди них мы обсудим главным образом те результаты, которые получены при исследовании тонких фольг, приготовленных из массивных металлических образцов, поскольку эту методику можно легко

применить для большинства металлов и сплавов. Большинство иллюстраций в последующих параграфах является микрофотографиями тонких фольг, полученных методом электролитической полировки. Хотя эксперименты по прямому разрешению решетки на напыленных пленках дают много сведений об атомных смещениях около дислокаций, достижение необходимого при этом разрешения связано с инструментальными и методическими трудностями (см. гл. 2, § 2) и, кроме того, свойства тонких напыленных пленок могут сильно отличаться от свойств массивных образцов. Для металлов возможно только косвенное разрешение решетки методом муара; и хотя при этом могут наблюдаться дислокации, невозможно определить, в каком из двух кристаллов они находятся. Однако некоторые из результатов, полученных методом муара, описаны в § 2, п. 12, настоящей главы.

Можно сомневаться в том, соответствует ли распределение дислокаций в тонких пленках исходному распределению в массивных образцах, так как имеет место: 1) нагревание электронным пучком и 2) снятие внутренних напряжений в процессе утоньшения. Однако, если используется тонкий электронный пучок (диаметром 10–20 мк), повышение температуры металлических образцов может составить только 20° С¹⁾. Кроме того, дислокации обычно бывают расположены в весьма сложных сетках, а это означает, что во время утоньшения может произойти лишь незначительное перераспределение дислокаций. Поэтому вполне уверенно можно считать картину, наблюдаемую в электронном микроскопе, типичной для массивного металла. До настоящего времени большинство работ выполнено на гранецентрированных кубических металлах, однако заметно растет количество исследований и других материалов.

§ 2. ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В ЧИСТЫХ МЕТАЛЛАХ

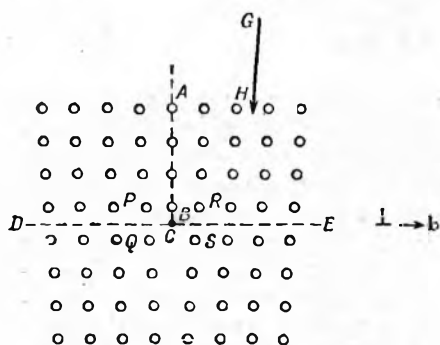
1. Дислокации

Дислокации являются линейными дефектами; около дислокации атомы смещены из своих положений в идеальной решетке. Когда металл подвергается пластической деформации, дисло-

¹⁾ Это, вероятно, минимальная величина. При расширении электронного пучка и увеличении тока пучка возможно повышение температуры до ~1000° С. В плохих проводниках (например, в MgO) при использовании пучка электронов диаметром 10 мк температура может достигнуть нескольких сот градусов. Тем не менее температуру образца можно поддерживать на минимальном уровне при использовании самого тонкого пучка при наименьшем возможном токе накала.

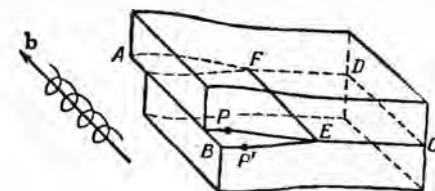
кации движутся под влиянием приложенных напряжений, так что дислокационная линия представляет собой границу между сдвинутой и несдвинутой частями плоскости скольжения. Изучение дислокаций в последние годы проводится особенно интенсивно, так как их свойства определяют характер пластического течения в кристаллах ([1—6]). Экспериментальных наблюдений дислокаций проведено уже много (см. обзоры [7—11])¹⁾.

В электронном микроскопе дислокации могут обнаруживаться в результате определенных дифракционных условий, возникающих вследствие смещения атомов около дислокационной линии из их правильных положений в решетке, как показано на фиг. 98 на примере краевой дислокации. В случае краевой дислокации над ней возникают сжимающие напря-



Фиг. 98. Краевая дислокация в простой кубической решетке (по Коттреллу [1]).

Вектор Бюргерса нормален дислокационной линии, которая нормальна к плоскости чертежа.



Фиг. 99. Винтовая дислокация EF в плоскости скольжения $ABCD$ (по Коттреллу [1]).

Вектор Бюргерса параллелен EF . Описывая окружность относительно E от точки P до P' , получаем один виток геликоида.

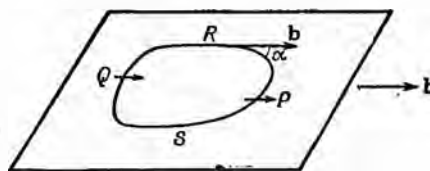
жения (связанные с наличием лишней полуплоскости AB), а под ней — растягивающие. Смещения вокруг винтовой дислокации (фиг. 99) создают геликоидальное поле напряжений. В общем дислокация характеризуется величиной и направлением сдвигового смещения, связанного с ее прохождением, т. е. вектором Бюргерса. Вектор Бюргерса краевой дислокации перпендикулярен дислокационной линии, а винтовой — параллелен. Дислокации обычно бывают не чисто краевыми или чисто винтовыми, а смешанными, т. е. имеющими вектор Бюргерса под некоторым углом к линии, как показано на фиг. 100. Здесь только участки у P и Q имеют чисто краевую, а участки

¹⁾ См. также обзор Л. Г. Орлова, М. П. Усикова и Л. М. Утевского [163]. — Прим. ред.

у R и S — чисто винтовую ориентацию, в то время как вдоль дуг QR , RP , PS , SQ дислокация имеет промежуточную ориентацию.

Поскольку дислокация является линией, ограничивающей поверхность сдвига, она должна быть либо замкнутой петлей, либо должна оканчиваться на поверхности кристалла. Внутри кристалла дислокация может оканчиваться только в точке пересечения с другими дислокациями, т. е. в узлах¹⁾. Две дислокации с векторами Бюргерса b_1 и b_2 , встречающиеся в некоторой точке, образуют результирующую дислокацию с вектором Бюргерса b_3 , причем $b_1 + b_2 = b_3$.

Таким образом, в узле соблюдается условие $b_1 + b_2 + b_3 = 0$. Дислокации могут двигаться под влиянием напряжений (скольжение) или вследствие термической активации (переползание).



Фиг. 100. Дислокационная петля в плоскости скольжения (по Коттреллу [1]).
Сегменты P и Q — краевой, R и S — винтовой, остальные — смешанной ориентации.

2. Свойства дислокаций

В гранецентрированных кубических металлах плоскостями скольжения являются $\{111\}$, а направлениями скольжения — $\langle 110 \rangle$. Плоскости скольжения упакованы в порядке $ABCABCA$ и т. д., как показано на фиг. 101. Если дислокационная линия проходит между плоскостями A и B , то требуется, чтобы атомы из положений B переместились в эквивалентные положения B' на расстояние b_1 (длина вектора Бюргерса). Однако энергетически легче для атома B переместиться в положение C на расстояние b_2 , а затем в положение B' на расстояние b_3 (фиг. 101). Поэтому дислокация b_1 расщепляется (диссоциирует) на две частичные дислокации:

$$b_1 = b_2 + b_3, \text{ например, } \frac{1}{2} a [10\bar{1}] = \frac{1}{6} a [2\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{6} a [11\bar{2}]. \quad (5.1)$$

Энергия дислокации приблизительно пропорциональна квадрату вектора Бюргерса²⁾. Легко видеть, что сумма квадратов

¹⁾ Дислокация может замыкаться также поверхностью инородного включения внутри кристалла. — Прим. ред.

²⁾ Энергией ядра дислокации при этом пренебрегают [1—3].

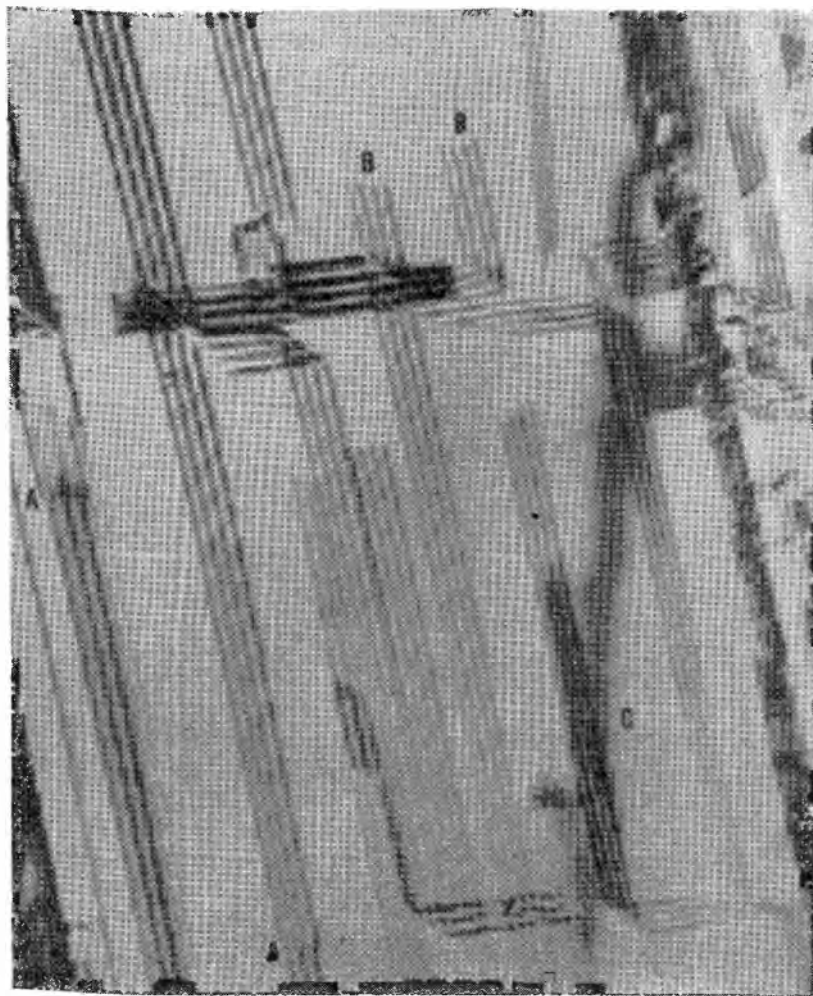
3. Проявление дислокаций на электронных микрофотографиях тонких фольг, приготовленных из массивных образцов

Дефекты упаковки неоднократно наблюдались в нержавеющей стали [12—14], медных сплавах [15] и кобальте [16]¹⁾. На электронных микрофотографиях они проявляются в виде чередующихся светлых и темных полос, идущих параллельно линиям пересечения дефекта с поверхностями фольги (фиг. 102). Концы полос ограничены двумя частичными дислокациями, отталкивающимися друг от друга. В гл. 2, § 3, мы видели, что если правильная периодичность кристалла нарушается по некоторой наклонной плоскости, то на изображении возникнут полосы из-за периодического изменения интенсивности по мере углубления в кристалл вдоль этой плоскости (см., например, фиг. 34). Значит, на изображениях дефектов упаковки должны возникать полосы [13]. Более подробно мы рассмотрим это в п. 14 настоящего параграфа.

Вследствие затрудненности поперечного скольжения дислокации в металлах с низкой энергией нарушения упаковки склонны к образованию плоских скоплений у препятствий на пути их движения, например у границ зерен. Пример скопления показан на фиг. 103. На микрофотографиях изображаются проекции дислокаций на плоскость фольги (фиг. 104); на светлопольном изображении из-за дифракционного контраста они видны как темные линии, а на темнопольном изображении — наоборот, как светлые.

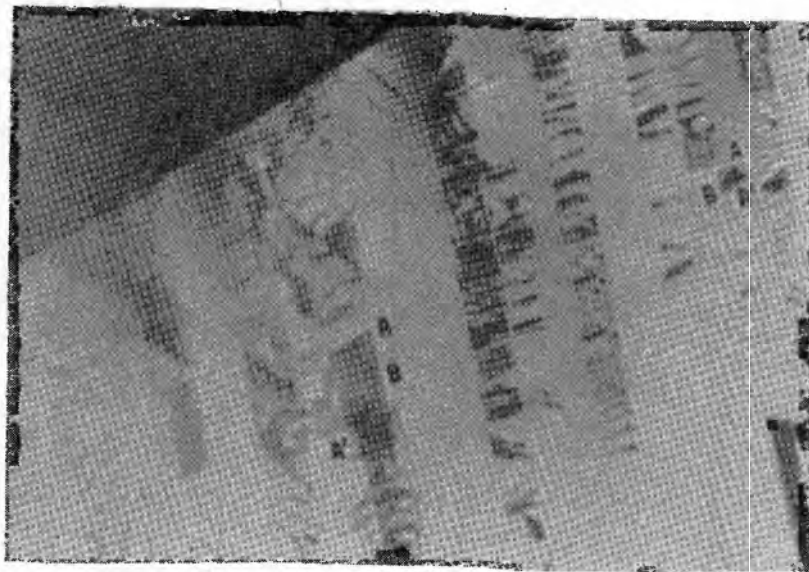
При подходящих напряжениях эти дислокации могут двигаться, оставляя следы скольжения на поверхностях фольги. Первоначально движение дислокаций в тонких пленках объяснялось [13] термическими напряжениями, вызываемыми электронным пучком. Сейчас, однако, представляется, что движение дислокаций может быть обусловлено напряжениями, возникающими вследствие осаждения на образце углеродистого вещества из недостаточно чистого вакуума. В некоторых случаях контраст на следах скольжения является результатом взаимодействия ступеньки на поверхности металла, образующейся при движении дислокации (см. фиг. 104), с поверхностной пленкой (окисной или углеродной). Поэтому можно считать, что сильный контраст у краев следа скольжения связан с дислокационными линиями, лежащими под самой поверхностью фольги. Дислокации, показанные на фиг. 103 и 105, являются проекциями таких дислокаций, наблюдаемых в направлении электронного пучка; на фиг. 105 видны также типичные

¹⁾ Дефекты упаковки наблюдались также и в кремнии.



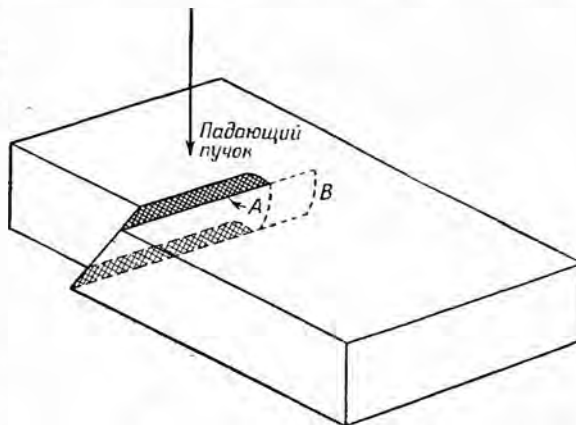
Ф и г. 102. Диссоциированные дислокации в сплаве $\text{Si} - 10\% \text{Ge}$, подвергнутом растяжению на 5% (по Свану и Наттину [15]).

Видны характерные серии полос, идущие параллельно линиям пересечения дефектов упаковки с верхней и нижней поверхностями фольги (см. § 2, п. 14, настоящей главы). Обратите внимание на изменение контраста у *A* на противоположный, на невидимые частичные дислокации у *B* и резкий контраст у экстинкционного контура *C*. $\times 160\,000$.



Фиг. 103. Плоские скопления дислокаций у границы зерна в сплаве Cu—8% Al, подвергнутом растяжению на 3% (по Свану).

Дислокации лежат в наклонных плоскостях. Заметно, что дефекты упаковки *B* расположены между частичными дислокациями *A* и *A'* и что дислокации лежат в одной плоскости скольжения. $\times 15\,000$.



Фиг. 104. Дислокация с винтовой компонентой дает ступеньку *A* на поверхности (по Хиришу [11]).

При движении дислокации от *A* к *B* ступенька продвигается вместе с ней. Однако, если поверхностная пленка (например, оксидная) прочно связана с металлом, ступенька может и не выйти на поверхность; в результате под поверхностью и параллельно ей остаются две дислокационные линии (показаны пунктиром). Это иллюстрирует механизм образования контраста на изображении от следов скольжения дислокаций.



Фиг. 105. Следы скольжения S в нержавеющей стали (по Велану и др. [13]).

Граница зерна GC . Дислокации A и I движутся в противоположных направлениях. Виден дефект упаковки E . $\times 40\ 000$.

следы скольжения, остающиеся позади движущихся дислокаций. В последнее время движение дислокаций в фольге вызывают также с помощью приспособлений для деформации объекта внутри микроскопа. Таким путем можно осуществить контролируемую деформацию [17—19]¹⁾. Однако нагружение образца в микроскопе встречает затруднения технического порядка в связи с ограниченностью пространства в камере объекта.

Во время движения дислокации кажутся изогнутыми, как, например, на фиг. 105 у A и I ; это непосредственно указывает

¹⁾ См. статью [21] из гл. 3.

на то, что дислокации тормозятся у поверхностей какой-то поверхностной пленкой. По радиусу кривизны R дислокации можно подсчитать локальные напряжения сдвига τ по формуле¹⁾

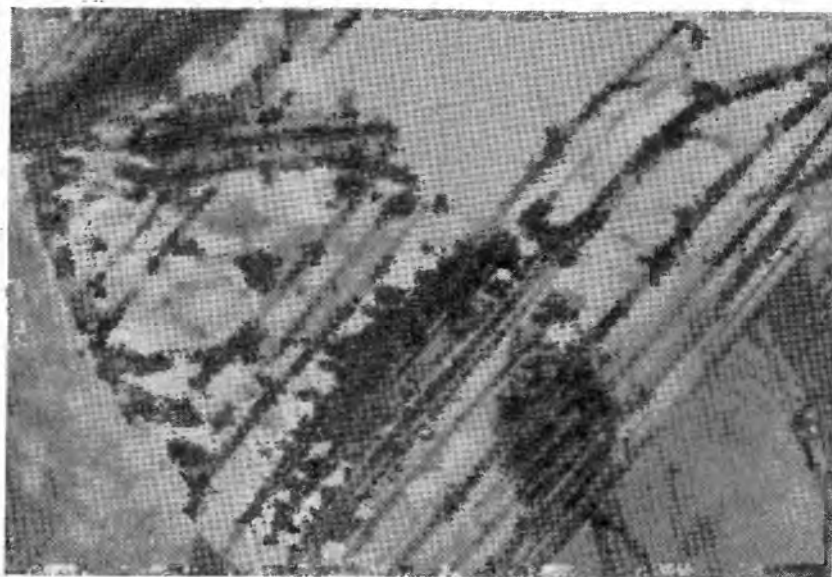
$$\tau \approx \frac{Gb}{2R},$$

где G — модуль сдвига и b — вектор Бюргерса [13]. Локальные напряжения в фольге, определенные таким путем при облучении электронным пучком, оказываются равными $\sim G/1000$, т. е. часто вполне достаточными, чтобы вызвать движение дислокаций. Фактически трудно предотвратить движение дислокаций во время просмотра образца. На фиг. 105 дислокации A и I изогнуты в противоположных направлениях; это указывает на то, что они противоположного знака и потому движутся в противоположных направлениях под действием одних и тех же напряжений сдвига. В процессе деформации частичные дислокации все больше и больше расходятся; при этом наблюдаются длинные полосы дефектов упаковки. Как и следует ожидать, поперечное скольжение не часто встречается в материалах с низкой энергией нарушения упаковки.

В нержавеющей стали и медных сплавах следы скольжения после движения дислокаций остаются долгое время; по-видимому, это означает, что на поверхности металла существует прочная пленка, препятствующая образованию поверхностной ступеньки. Дефекты упаковки всегда наблюдаются в сплавах — твердых растворах меди с цинком, алюминием, германием и кремнием [15]. Они не часто наблюдаются в меди [20]. Непосредственно установлен тот факт, что легирование меди понижает энергию нарушения упаковки. На фиг. 102 показаны растянутые дефекты упаковки в сплаве $\text{Cu}—10\% \text{ Ge}$. В таких сплавах возможно (по крайней мере частично) упрочнение, связанное с сегрегацией растворенных атомов на дефектах упаковки, что приводит к блокировке по Сузуки [5] (можно ожидать, что этот эффект в сплавах с гранецентрированной кубической решеткой должны дать атомы гексагональных металлов). Действительно, Сван и Наттинг [15] путем соответствующего подбора травителя продемонстрировали изменение химического состава у дефектов упаковки в деформированных фольгах медных сплавов. В зависимости от состава сплава преимущественно растворяются или дефекты упаковки, или участки между ними. Пример, приведенный на фиг. 106, относится к сплаву

¹⁾ При определении R необходимо перейти от кривизны проекции, видимой на изображении, к кривизне дислокации, для чего надо знать угол наклона плоскости скольжения к плоскости фольги. — *Прим. ред.*

Cu — 4% Si и показывает, что дефекты упаковки *A* торчат из края фольги, т. е. что они растворяются медленнее, чем участки между ними. Наблюдения подобного рода могут быть полезны при изучении проблемы коррозии сплавов под напряжениями [15].



Фиг. 106. Край тонкой фольги сплава Cu — 4% Si после электролитического травления (по Свану и Наттину [15]).

Заметны выступающие нерастворенные дефекты упаковки в *A*. Это показывает, что дефекты упаковки имеют химический состав, отличающийся от состава бездефектных областей. $\times 49\,000$.

4. Распределение дислокаций и упрочнение

Теории напряжения течения и упрочнения основываются на том или ином предполагаемом распределении дислокаций в наклепанном металле [5, 21—26]. В теории дальнедействующих полей напряжений [5] предполагается наличие плоских скоплений дислокаций и образование неподвижных длинных барьеров Ломера — Котрелла [14], которые и являются препятствиями для скольжения дислокаций. Дислокационные скопления и взаимодействия дислокаций, создающие указанные барьеры, действительно наблюдались в нержавеющей стали и проанализированы Веланом [14], который также показал, что возможны прямые измерения энергии нарушения упаковки по

радиусу кривизны дислокационных узлов (см. п. 6 настоящего параграфа).

Однако в ряде других металлов и сплавов¹⁾ распределение дислокаций совершенно иное, что наводит на мысль, что характер распределения дислокаций определяется энергией нарушения упаковки данного металла или сплава. Таким образом, теория упрочнения от дальнодействующих полей напряжений может применяться только к металлам с низкой энергией нарушения упаковки, в которых определенно образуются плоские скопления дислокаций. Вследствие этого упомянутое выше деление металлов на три группы — с высокой, средней и низкой энергией нарушения упаковки (п. 2 настоящего параграфа) — может быть полезно при рассмотрении явления упрочнения металлов. Методика просвечивающей электронной микроскопии позволяет прямо изучать распределение дислокаций в образце. Это привело к развитию других теорий упрочнения, предполагающих значительную релаксацию внутренних напряжений для объяснения пластической деформации материалов, в которых не видно ни дефектов упаковки, ни плоских скоплений дислокаций [21—25]. Первоначально такие теории основывались на рассмотрении взаимодействия скользящих дислокаций с дислокациями «леса» и известны как теории «леса». В последнее время в результате электронно-микроскопических исследований большее значение стали придавать порогам на дислокациях [24—26]; тогда температурная зависимость напряжения течения определяется скоростью переползания или подвижностью порогов [24]²⁾.

Экспериментальные доказательства в пользу теории «леса» были получены Бейли и Хиршем [27, 28] на холоднодеформированном поликристаллическом серебре. Они показали, что данные о распределении и плотности дислокаций (электронно-микроскопическое исследование тонких фольг), о напряжениях течения и запасенной энергии (микрокалориметрические измерения) находятся в соответствии друг с другом. Электронные микрофотографии показали, что дислокации расположены в виде плотных сеток, которые ограничивают области размером около 1 мк, относительно свободные от дислокаций («ячеистая» структура). При увеличении степени деформации от 10 до 30%

¹⁾ Имеются в виду материалы со сравнительно высокой энергией нарушения упаковки. — *Прим. ред.*

²⁾ Имеются в виду пороги только на винтовых дислокациях, не способные к консервативному движению вместе с дислокацией. Теорию порогов, разработанную Хиршем, см. в работах [168, 169]. — *Прим. ред.*

плотность дислокаций возрастает от $2,2 \cdot 10^{10}$ до $6,8 \cdot 10^{10}$). На основании этих результатов напряжение течения было количественно объяснено с точки зрения представлений о пересечении дислокационного леса по границам ячеек. Значительное уменьшение запасенной энергии, которое наблюдалось во время возврата, не сопровождалось каким-либо перераспределением дислокаций, что указывает на релаксацию большей части действующих напряжений. Распределение дислокаций, подобное найденному в серебре, наблюдалось также в наклепанных меди [20], никеле [29]²⁾ и золоте [29]. Пример для никеля приведен на фиг. 121, а.

Прайс [30] продемонстрировал образование порогов на дислокациях в тонких кристаллах Zn и Cd. Во время деформации кристаллов Zn в микроскопе наблюдалось пирамидальное скольжение по системе $(11\bar{2}2)$ $[\bar{1}123]$. Во время скольжения возникало много дислокационных петель в результате поперечного скольжения винтовых дислокаций у порогов, когда они задерживались на препятствиях. Первоначально это приводит к возникновению удлиненной узкой петли, состоящей из пары краевых дислокаций противоположных знаков; эта петля может затем распадаться на ряд округлых призматических петель. Ясно, что протекание этого процесса сильно зависит от температуры. Подобные же наблюдения были сделаны на MgO [31, 32] (см., например, фиг. 126, а) и молибдене [41].

В алюминии никогда не бывает растянутых дислокаций и поперечное скольжение наблюдается часто [33, 34] (фиг. 107). Алюминий резко выделяется среди прочих металлов своей очень высокой энергией нарушения упаковки. Даже его легирование другими металлами как будто весьма мало сказывается на этой величине³⁾, тогда как легирование меди заметно влияет на энергию нарушения упаковки. Из опубликованных экспериментальных результатов сейчас известно, что распределение дислокаций в трех группах металлов (с низкой, промежуточной и высокой энергией нарушения упаковки) различно и его можно

¹⁾ Эти подсчеты сделаны на основании измерений на микрофотографиях. Если R_p есть длина проекции дислокационной линии, проходящей через фольгу, среднее значение [27, 28] истинной ее длины

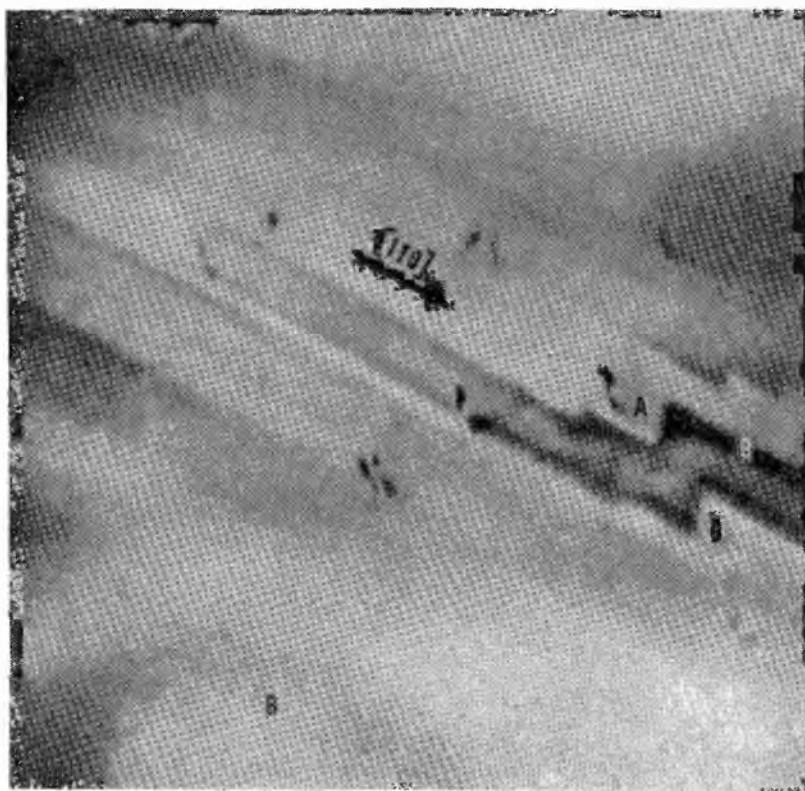
$$R = \frac{4}{\pi} R_p$$

Плотность составляет nR на 1 см^3 , где n — число дислокационных линий в столбике длиной R и объемом 1 см^3 , так что необходимо определить толщину фольги (см. приложение А).

²⁾ См. также работу [164]. — Прим. ред.

³⁾ Исключая сплавы Al — Ag (16 вес. %) после закалки от температуры вблизи точки плавления (см. п. 9 настоящего параграфа).

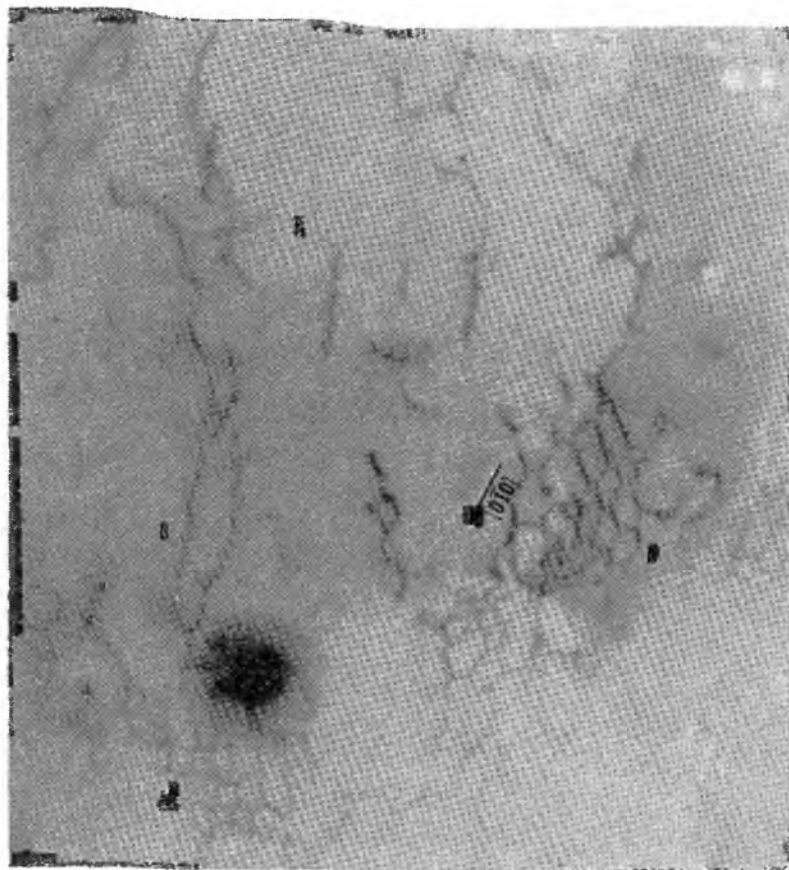
обобщенно описать следующим образом [11]. В металлах первой группы образуются плоские скопления, дефекты упаковки, сложные сетки и деформационные двойники; в металлах второй



Фиг. 107. Тонкая фольга алюминия.

Видны следы скольжения дислокаций, движущихся в направлении $[110]$, и поперечное скольжение у *A*. Заметно усиление контраста у экстинкционного контура *B*. $\times 40\,000$.

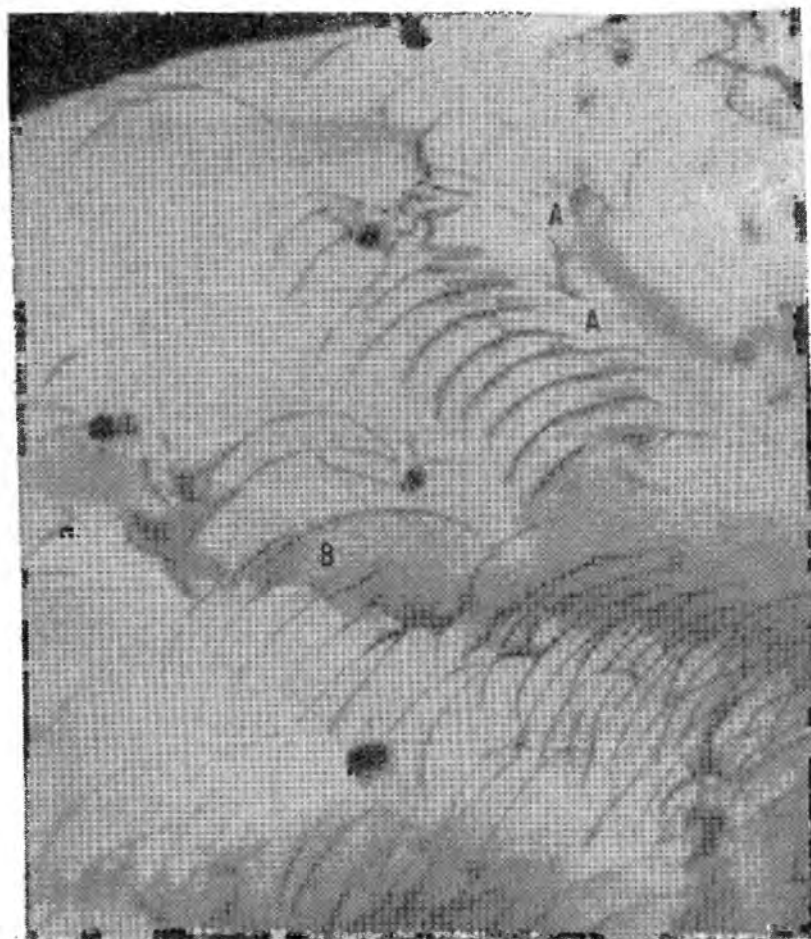
группы дислокации образуют неправильные сетки, которые с увеличением деформации принимают форму ячеистой структуры. Эта ячеистая структура образована дислокационными стенками с высокой плотностью дислокаций, разделяющими участки размером приблизительно в 1 мк , относительно свободные от дислокаций [27, 28] (см., например, фиг. 121, *a*). В металлах третьей группы, например в Al после сильной деформации, дислокации образуют почти совершенные субграницы,



Ф и г. 108. Дислокации в Мо, подвергнутом растяжению на 2%.

Видны гексагональные сетки у А, состоящие из дислокаций $[111]$ и $[100]$, и удлиненная петля В. $\times 23\,500$.

разделяющие субзерна, относительно свободные от дислокаций [33, 36]. Эти различия в распределении дислокаций связаны с разницей в величине энергии нарушения упаковки. Обнаружено, что для металлов второй и третьей групп напряжения течения приблизительно пропорциональны корню квадратному из величины дислокационной плотности [11], что согласуется с теорией «леса» и «пороговой» теорией напряжения течения [21, 22, 24, 27, 28].



Ф и г. 109, Пирамидальное скольжение в магнии.

Дислокации лежат в плоскостях $(10\bar{1}1)$ и скользят в направлении $[11\bar{2}0]$. Видно двойное изображение у А; изображение дислокаций смещается с одной стороны их ядра на другую у В. $\times 30\,000$.

5. Дислокации в металлах с объемноцентрированной кубической и с другими структурами

Кроме гранецентрированных кубических металлов, более подробно, чем другие металлы, изучено, по-видимому, железо [37—40]. В объемноцентрированных кубических металлах во время деформации может действовать много систем скольжения;

используя методику микродифракционной съемки, можно исследовать некоторые детали этого процесса. Вообще говоря, дислокации в объемноцентрированных кубических металлах образуют иногда правильные, иногда неправильные сетки. Например, на фиг. 108 видны дислокационные сетки и «порожистые» дислокации в молибдене, подвергнутом растяжению на 2% [41, 42]. В недавней работе Фурдо и Бергезана [43] установлено существование дефектов упаковки в ниобии. Это первое наблюдение вытянутых дислокаций в объемноцентрированных кубических металлах¹⁾.

Проведены также отдельные наблюдения дислокаций и в других металлах: кобальте [16], магнии [16, 41, 42], уране [44]. Пример дислокаций в магнии после скольжения в плоскостях (10 $\bar{1}$ 1) при слабой деформации показан на фиг. 109. Этот металл оказался похожим по своему поведению на гранецентрированные кубические металлы с промежуточным значением энергии нарушения упаковки. Однако Фурдо и др. [45] показали, что в цинке существуют дефекты упаковки в базисных плоскостях.

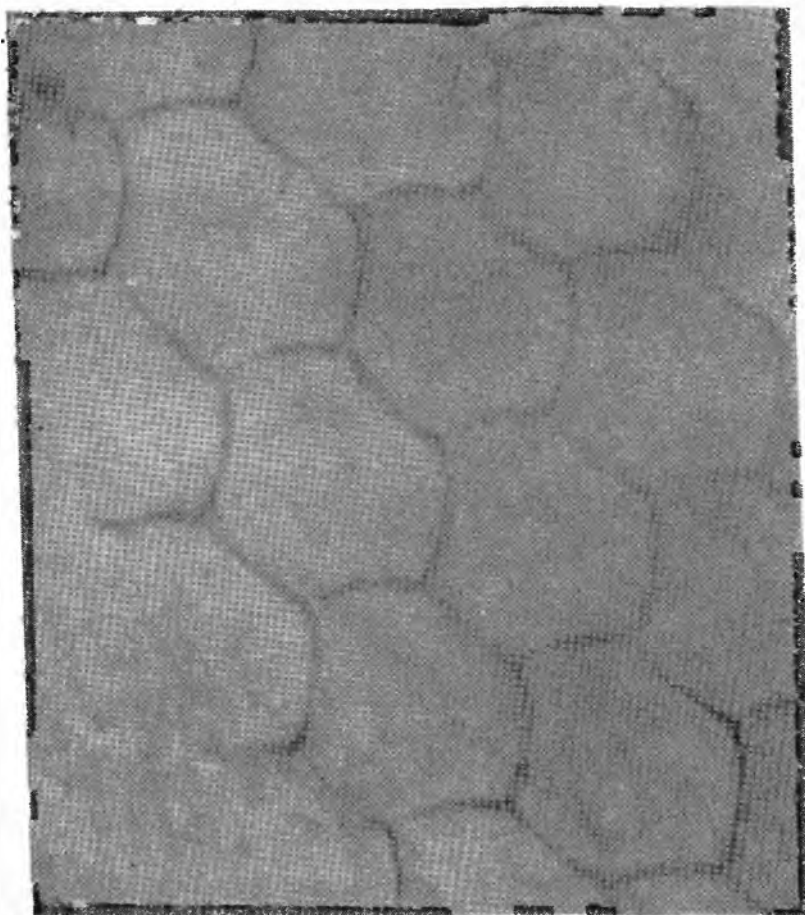
6. Дислокационные сетки

Сетки образуются при взаимодействии дислокаций [5]. Этим же путем могут образовываться субграницы и сидячие дислокации [14]. Простая скрученная граница в гранецентрированных кубических металлах возникает при взаимном пересечении винтовых дислокаций, образующих сетку в плоскостях (100) или (111). Пример сетки в алюминии показан на фиг. 110. Исследование узлов показывает, что дислокации не растянуты. В металлах с низкой энергией нарушения упаковки в дислокационных сетках чередуются растянутые и сжатые узлы [14], как, например, в нержавеющей стали и медных сплавах (фиг. 111). На фиг. 111 (в узлах) отчетливо наблюдаются полосы дефекта упаковки. При условии, что на эти узлы не действуют другие источники напряжений и они находятся в равновесии, величину энергии нарушения упаковки можно найти [14, 46] по формуле

$$\gamma = \frac{Gb^2}{4\pi K} \ln \left(\frac{R}{b} \right),$$

¹⁾ Вопрос о существовании вытянутых дислокаций в объемноцентрированных кубических металлах остается открытым. Эффекты, наблюдавшиеся в работе [43] только после высокотемпературного отжига, явно связаны с поведением примесей. — *Прим. ред.*

где R — радиус кривизны узла, а K — числовая константа [3], равная $\frac{5}{6}$. Для нержавеющей стали [11] $\gamma \sim 13$ эрг/см². В недавней работе Свана и Хови [46] было показано, что для меди,

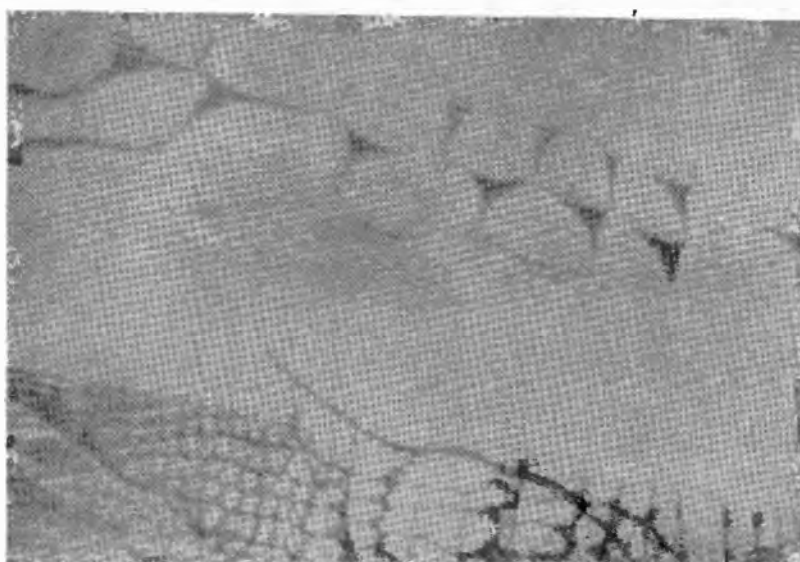


Фиг. 110. Гексагональная сетка винтовых дислокаций, образующая границу кручения вдоль плоскости (111) в алюминии.
×53 000.

серебра и никель-кобальтовых сплавов энергия нарушения упаковки является функцией числа электронов на атом. Результаты этой работы приведены на фиг. 112.

Частичные дислокации, показанные на фиг. 102, из-за приложенных напряжений находятся далеко друг от друга, поэтому энергию нарушения упаковки из таких фотографий оценить нельзя.

Для этой цели необходимо отыскать участки, подобные тому, который показан на фиг. 111, где наблюдаются свободные от

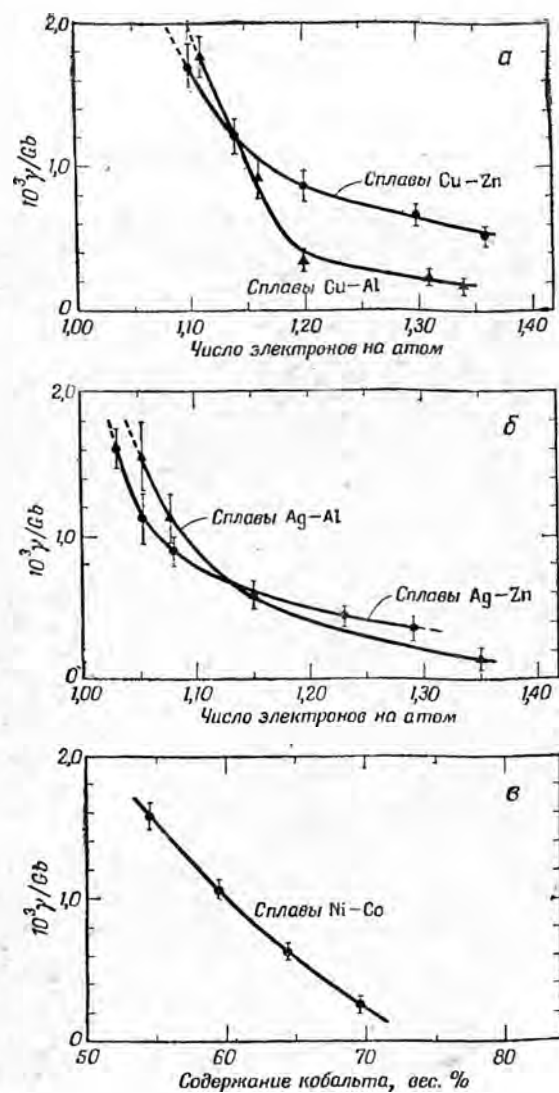


Фиг. 111. Чередующиеся растянутые и сжатые узлы в гексагональных дислокационных сетках в сплаве $\text{Si} - 8\% \text{Al}$ после 8%-ной деформации растяжением (по Свану и Хови [46]).

Видны полосы на изображении дефектов упаковки. По радиусу кривизны отдельных симметричных узлов можно определить энергию нарушения упаковки. $\times 29\,000$.

внешних напряжений узлы. Даже в этом случае возникают ошибки в вычислении γ по радиусу кривизны узла R , поскольку точное положение ядра дислокации может остаться неизвестным (из-за условий контраста, см. п. 14 настоящего параграфа).

Чисто наклонная граница может образоваться при выстраивании в ряд краевых дислокаций, расположенных на параллельных плоскостях скольжения; это показано на фиг. 113 на примере отожженного образца железа [37]. Другие типы сеток в объемноцентрированных кубических металлах образуются из



Ф и г. 112. Зависимость энергии нарушения упаковки от концентрации электронов (числа электронов на атом) для различных сплавов (по Свану и Хови [46]).

а — Cu—Zn и Cu—Al; *б* — Ag—Zn и Ag—Al; *в* — Ni—Co. Значения получены из измерений радиуса кривизны симметричных дислокационных узлов. γ — энергия нарушения упаковки; G — модуль сдвига; b — длина вектора Бюргерса.

дислокаций с векторами Бюргерса $[100]$ и $\frac{1}{2} [111]$ [40—42] (см., например, фиг. 108).

Некоторые виды взаимодействий дают дислокации, не способные к скольжению. Например, в металлах с гранецентриро-



Фиг. 113. Параллельные краевые дислокации, образующие наклонную границу в отожженном железе (по Брэндону [37]).

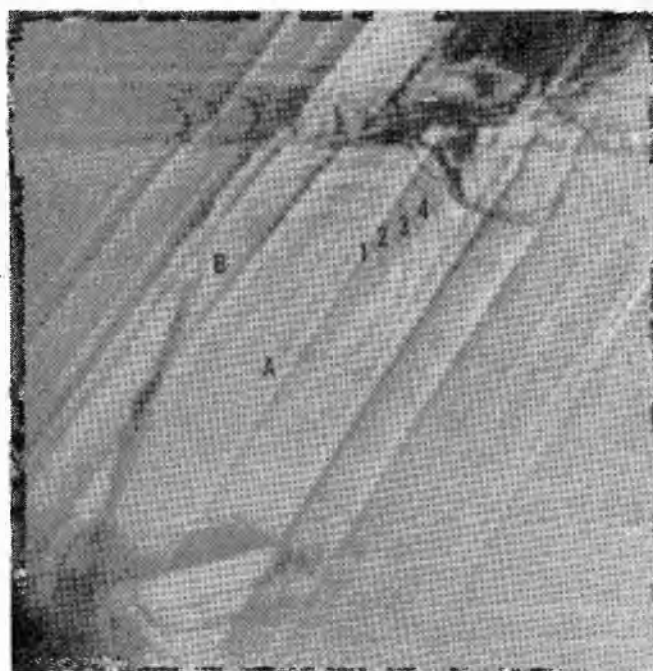
$\times 100\,000$.

ванными кубическими решетками взаимодействие дислокаций может привести к возникновению барьеров Ломера — Котрелла, лежащих вдоль направлений $[110]$, но не в плоскостях скольже-

ния¹⁾. Взаимодействия дислокаций подобного рода детально проанализированы Веланом [14]²⁾.

7. Дислокационные источники

Вильсдорф [48] наблюдал работу классического источника Франка — Рида [47] в тонкой фольге нержавеющей стали.



Фиг. 114а. Дислокационный источник в тонкой фольге нержавеющей стали (по Вильсдорфу [48]).

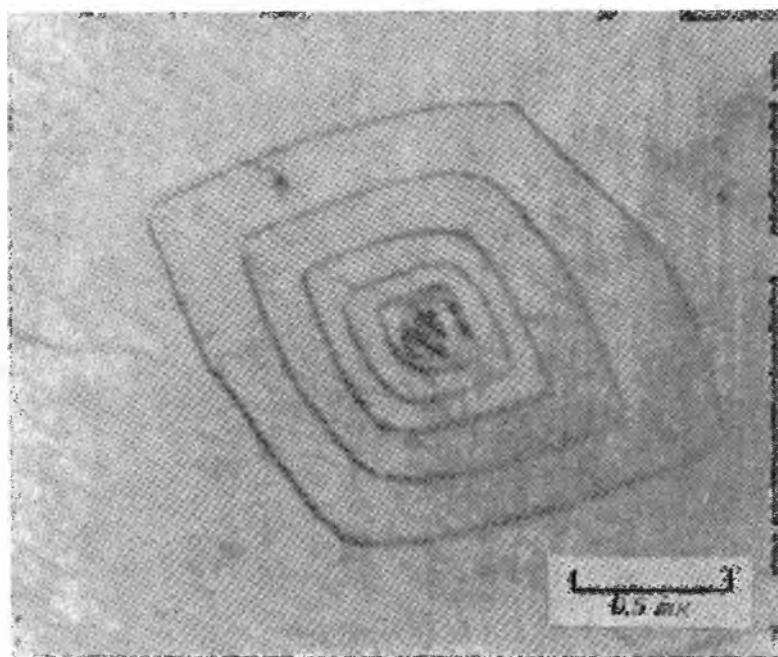
Дислокация, «прибитая» у АВ, действует как источник при повороте вокруг точки закрепления А, испуская следующие друг за другом петли 1, 2, 3 и т. д. Она представляет собой спиральный источник Франка — Рида, поскольку В примыкает к поверхности. $\times 40\,000$.

В фольге был виден участок закрепленной в узле дислокации, выбрасывающей много петель, которые затем скапливались

¹⁾ Направление $[110]$ барьера Ломера — Котрелла и направление $[\bar{1}\bar{1}0]$ его вектора Бюргерса лежат вместе в плоскости (001) , которая обычно не является плоскостью скольжения. — Прим. ред.

²⁾ См. также обстоятельную работу Хирса [165]. — Прим. ред.

в плоскости скольжения. (Были видны только отрезки петель на наклонных плоскостях скольжения, так как толщина фольги гораздо меньше диаметра петель.) В этой работе Вильсдорф описал зарождение дислокаций у границ зерен, двойниковых границ, полигонизационных стенок, включений и в процессе скольжения; пример последнего случая показан на фиг. 114а.



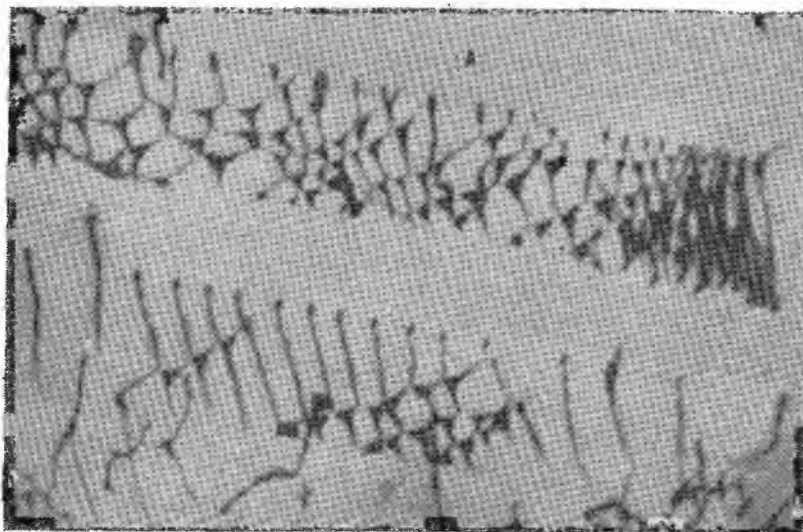
Фиг. 1146. Дислокационный источник в закаленном сплаве $\text{Al} - 3,5\% \text{Mg}$ (по Вестмакотту и др.).
Испущено не менее 6 петель. $\times 40\,000$.

Еще до появления работы Вильсдорфа зарождение дислокаций часто наблюдалось у краев фольги [13, 33], у субграниц [33], а также у границ зерен [50]. Эксперименты, в которых использовалось деформирующее устройство внутри электронного микроскопа, показали зарождение дислокаций на одной плоскости скольжения [34, 48] и на нескольких плоскостях [48]. Источник Франка — Рида наблюдался также в закаленных алюминиевых сплавах [51, 52]. На фиг. 1146 показан пример источника, испустившего по крайней мере шесть дислокацион-

ных петель; детали в центре источника затемнены. По-видимому, сплавы являются наиболее подходящими материалами для изучения дислокационных источников, поскольку дислокации в них довольно легко закрепляются и конфигурация источника сохраняется в тонкой фольге.

8. Дислокации и линии скольжения

Как отмечалось в § 1 гл. 4, большинство первоначальных электронно-микроскопических исследований пластически деформированных металлов было проведено с помощью реплик, позволяющих выявить рельеф на поверхности, обусловленный



Фиг. 115. Дислокационные сетки в нержавеющей стали, связанные с линиями скольжения на поверхности после усталостного испытания (по Хиршу [54]).

Дислокации выходят на исходную поверхность у *A* по видимой линии скольжения, соответствующей ступеньке сдвига. Образец утоньшался только с одной стороны. Видны чередующиеся растянутые и сжатые узлы. $\times 46\,000$.

скольжением. Поэтому было бы весьма важно установить соотношение между внутренним распределением дислокаций и линиями скольжения. В таких металлах, как Cu, Ag, Au, Ni, Al, сложные дислокационные сетки, которые образуются в процессе пластической деформации, как будто бы имеют весьма малое

или вовсе не имеют отношения к линиям скольжения на поверхности, выявляемым при помощи реплик. Такое исследование можно провести, если при подготовке фольги сохранить одну ее поверхность нетронутой (описание методики см. в § 5 гл. 4). Этим способом можно одновременно выявить линии скольжения и дислокации внутри фольги [53, 54], как это видно на фиг. 115; дислокации в *A* пересекаются с поверхностью вдоль отчетливо видимых линий, соответствующих ступенькам сдвигов. На этой микрофотографии можно видеть также чередующиеся растянутые и сжатые узлы в сетке.

Этим методом исследовались также дислокации, расположенные в полосах скольжения, образующихся при усталостной деформации. В фольге, полированной с одной стороны, были выявлены зоны экструзии и интрузии материала [54]. Установлено, что во время усталостных испытаний [36, 55] в алюминии возникает большое число точечных дефектов, так как в образцах появляется множество дислокационных петель.

9. Дефекты в закаленных металлах

При закалке металлических образцов от очень высокой температуры в них можно сохранить концентрацию вакансий, существовавшую при высокой температуре [56, 57]. Концентрация закалочных вакансий будет пересыщенной и должна стремиться к понижению. Концентрация вакансий *C* при температуре *T*° К определяется формулой

$$C = A \exp\left(-\frac{E_f}{kT}\right),$$

где *E_f* — энергия образования (~ 1 эв для большинства металлов), *A* — энтропийный фактор и *k* — постоянная Больцмана. Так как вакансии занимают меньший объем, чем атомы, с ними связана энергия искажения, которая обуславливает миграцию вакансий в направлении снижения этой энергии. Местами, благоприятными для собирания вакансий, являются поверхности, границы зерен, дислокации, другие вакансии и атомы примесей. Вакансии, объединяющиеся друг с другом, образуют диски, которые, захлопываясь, дают дислокационные кольца, как это схематически представлено на фиг. 116, *a—в* для гранецентрированного кубического кристалла. Этот процесс подробно рассмотрен Кульман-Вильсдорф [58]. Конфигурация, изображенная на фиг. 116, *в*, вначале является стабильной, если энергия нарушения упаковки металла низка, т. е. имеется дислокационная петля (сидячая дислокация Франка с вектором Бюргерса $\frac{1}{3}[111]$, перпендикулярным плоскости петли), окружаю-

шая участок с нарушенной упаковкой. Петли из сидячих дислокаций Франка недавно наблюдались (фиг. 117а) в сплаве Al—16% Ag [101], в котором серебро в твердом растворе понижает энергию нарушения упаковки алюминия, и поэтому при миграции атомов серебра к дислокационным петлям они становятся устойчивыми.



Фиг. 116. Схематическое изображение образования дислокационных петель в металлах с гранецентрированной кубической решеткой.

а — концентрация вакансий вблизи точки плавления; б — образование небольших скоплений после коалесценции вакансий; в — образование (захлопывание) дисков. Между P и Q показан дефект упаковки; b_s — вектор Бюргерса сидячей дислокации Франка, равный $\frac{1}{3} a [111]$; b_p — вектор Бюргерса скользящей призматической петли, равный $\frac{1}{2} a [110]$.

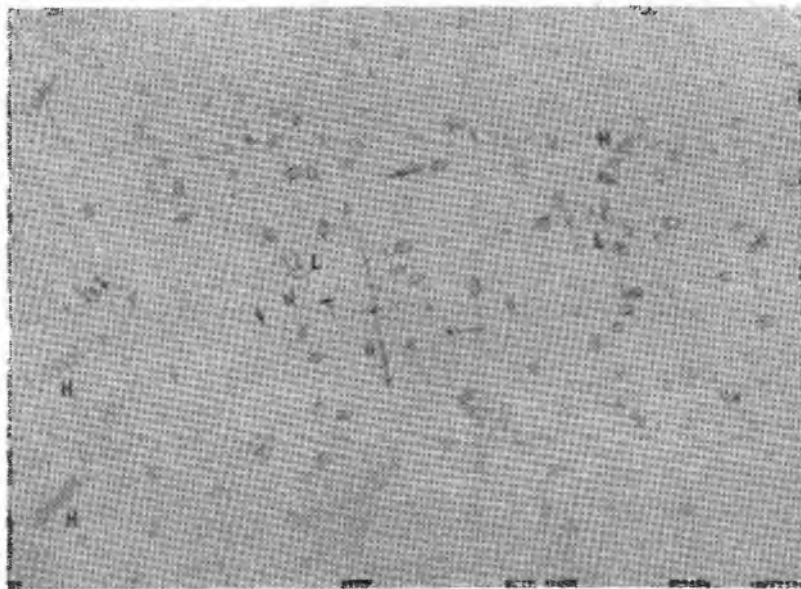
Поскольку сидячая дислокация Франка имеет относительно большой вектор Бюргерса, ей выгоднее диссоциировать на L-образную дислокацию¹⁾, обладающую низкой энергией [59—61], и частичную дислокацию Шокли на пересекающей плоскости скольжения:

$$\frac{1}{3} [111] = \frac{1}{6} [101] + \frac{1}{6} [121]. \quad (5.3)$$

Сидячая дислокация Франка
L-образная дислокация
Частичная дислокация Шокли

Можно ожидать, что исходное дислокационное кольцо имеет форму треугольника со сторонами, параллельными направлениям $[110]$, что облегчает диссоциацию; каждая сторона

¹⁾ В русской научной литературе еще нет общепринятого термина для обозначения дислокации, образованной в результате соединения двух дефектов упаковки. Ее называют иногда «вершинной». — *Прим. ред.*



Фиг. 117а. Сидячие дислокационные петли Франка в сплаве Al — 16% Ag, закаленном и оstarенном в течение 8 час при 150° С.

Видны контрастные полоски дефекта упаковки внутри петель L и геликоидальные дислокации H . $\times 20\,000$.

треугольника может распадаться на L -образную и частичную дислокации. Силкоккс и Хирш показали, что это действительно происходит в закаленном золоте [62] и что частичные дислокации попарно притягиваются друг к другу и образуют L -образные дислокации вдоль направлений $[110]$:

$$\frac{1}{6} \underset{\substack{\text{Частичная} \\ \text{дислокация} \\ \text{Шокли}}}{[121]} + \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}2] = \frac{1}{6} \underset{\substack{L\text{-образная} \\ \text{дислокация}}}{[011]}. \quad (5.4)$$

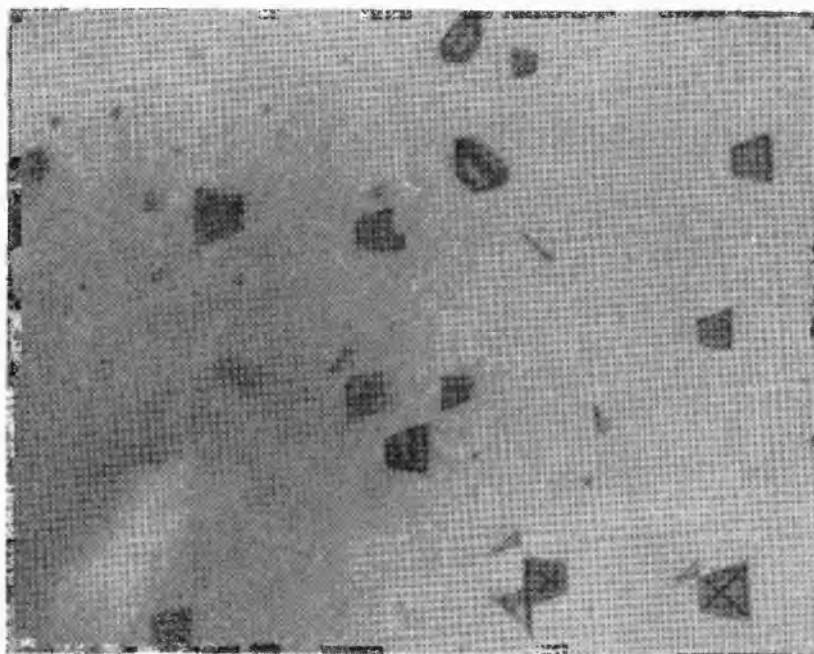
Поэтому исходный треугольный дефект упаковки превращается в тетраэдр дефектов упаковки, причем векторы Бюргерса L -образных дислокаций образуют обратный тетраэдр [62]. Пример тетраэдров в золоте можно видеть на фиг. 117б, где четко разрешаются характерные полоски, связанные с дефектами упаковки.

Для металлов с высокой энергией дефекта упаковки конфигурация, показанная на фиг. 116, в, неустойчива. В этом случае

энергетически выгоднее возникновение частичной дислокации Шокли при исчезновении дефекта упаковки:

$$\frac{1}{3} \underset{\substack{\text{Сильная} \\ \text{дисло-} \\ \text{кация} \\ \text{Франка}}}{[111]} + \frac{1}{6} \underset{\substack{\text{Частич-} \\ \text{ная дис-} \\ \text{локация} \\ \text{Шокли}}}{[11\bar{2}]} = \frac{1}{2} \underset{\substack{\text{Призма-} \\ \text{тическая} \\ \text{дисло-} \\ \text{кация}}}{[110]}. \quad (5.5)$$

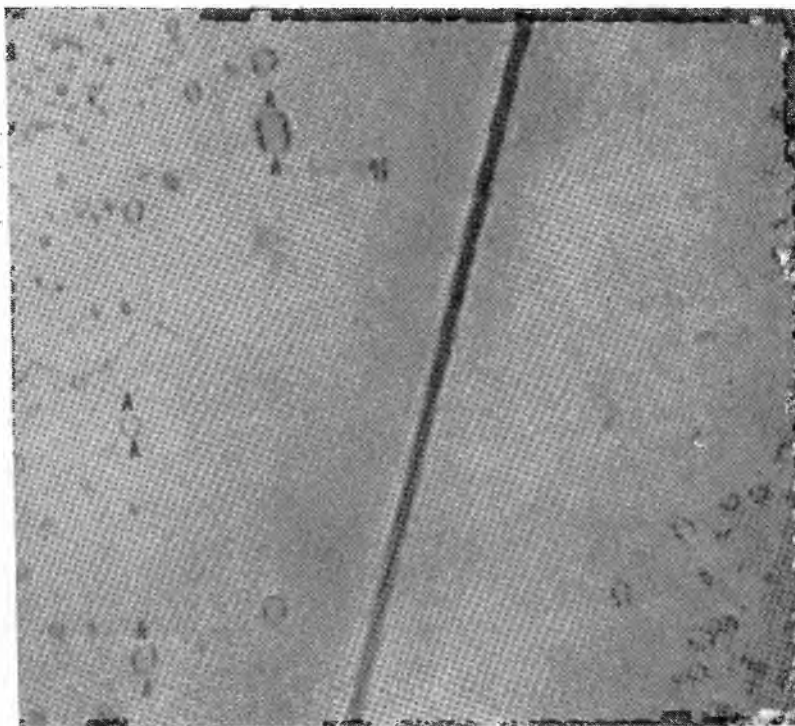
Результирующая дислокация является призматической петлей, способной скользить по цилиндрической поверхности, в которой находятся и петля и ее вектор Бюргерса. Впервые это было показано Хиршем с сотр. [63] на закаленном алюминии; авторы показали также, что, как и ожидалось, петли в плоскостях $\{111\}$ часто имеют шестиугольную форму. Дислокационные петли наблюдались не только в плоскостях $\{111\}$, но и в других плоскостях [64].



Фиг. 1176. Тетраэдры дефектов упаковки в закаленном золоте (по Силкоксу и Хиршу [62]).

Видны контрастные полоски на изображении дефектов. $\times 165\,000$.

На фиг. 118 показаны петли в закаленном алюминии (99,995%). Контраст, свойственный дефектам упаковки, отсутствует; следовательно, эти петли должны быть призматическими. Однако совсем недавно Коттерилл и Сегалл¹⁾ наблюдали дислокационные петли, образованные сидячими дислокациями Франка, в алюминии очень высокой чистоты (зонной



Фиг. 118. Призматические дислокационные петли в закаленном алюминии (по Хиршу и др. [63]).

Вблизи границы зерен петли отсутствуют. Изменения контраста вдоль петель являются следствием дифракционных эффектов (например, у А участки на сильно наклонных к поверхности фольги плоскостях практически не видны). $\times 35\,500$.

очистки). Аналогичный эффект имеет место и после повторной закалки алюминия (99,995%) от 600°С. В обоих случаях размер петель был больше, а плотность их была значительно меньше, чем в материале, показанном на фиг. 118. Это озна-

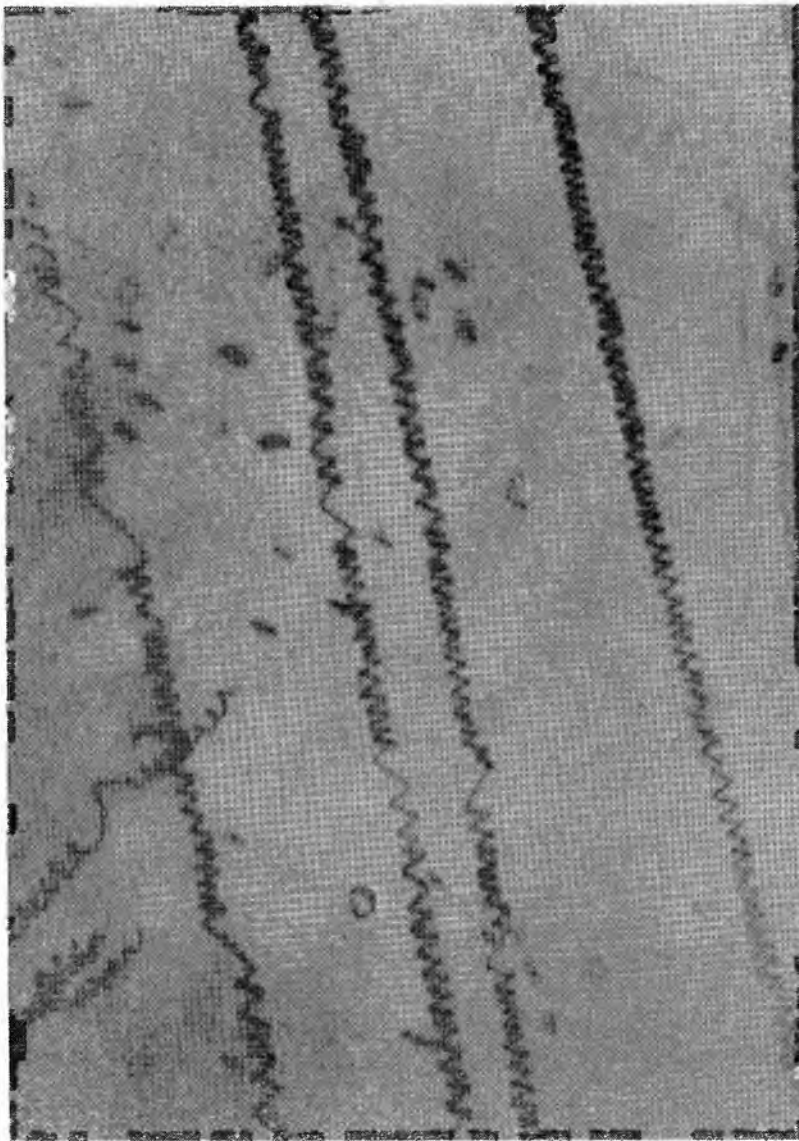
¹⁾ Cotterill, Segall, частное сообщение.

чает, что тип закалочных дислокационных петель определяется не только величиной энергии нарушения упаковки, но оказывается чувствительным и к условиям зарождения. Например, результаты, относящиеся к алюминию, качественно можно понять, если петли зарождаются на примесях; высокая плотность возможных мест зарождения, по-видимому, благоприятна для образования призматических петель, а низкая плотность — для образования сидячих. На фиг. 118 видно, что у границ зерен имеются зоны, в которых нет дислокационных петель; это явно свидетельствует о том, что границы являются местом стока вакансий.

Дислокации могут двигаться неконсервативно путем переползания, создавая или поглощая точечные дефекты у порогов [1]. Если точечные дефекты поглощаются винтовыми дислокациями, то последние превращаются в геликоидальные [52, 65], а краевые становятся сильно «порожистыми» [63]. На фиг. 119 показаны геликоидальные дислокации в закаленном сплаве Al—4% Cu, образующиеся при осаждении закалочных вакансий на винтовых дислокациях. Это еще раз показывает, что дислокации могут служить местами стока (или источниками) вакансий.

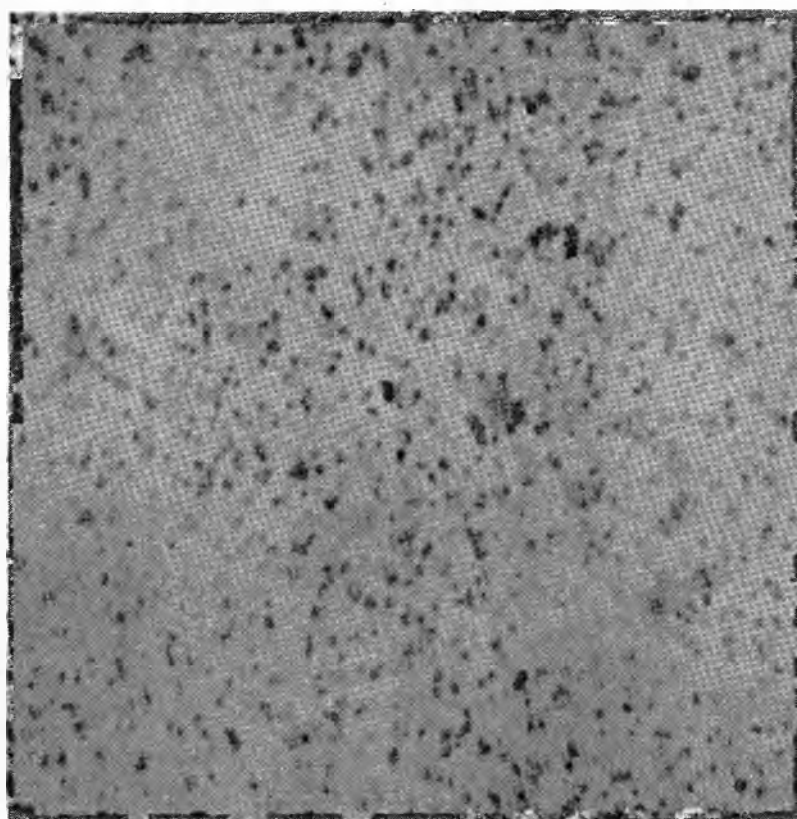
При температурах, когда самодиффузия протекает достаточно быстро, дислокации могут путем переползания переходить в конфигурации с более низкой энергией. Эксперименты, в которых использовалось приспособление для нагревания внутри микроскопа, показали, что в закаленном алюминии этот процесс происходит при температуре около 190°С [66]. Наблюдалось, что дислокационные петли сокращались — вероятно, вследствие ухода вакансий. В работе [66] был прямо продемонстрирован процесс переползания (использовалась киносъемка). Измерения, сделанные в этих экспериментах, позволили вычислить энергию активации самодиффузии. По-видимому, нагревание образца внутри микроскопа дает широкие возможности при исследовании и других металлов.

Закалочные дефекты наблюдались также в меди [67, 68], никеле [69] и серебре [68, 69]. В первых двух металлах имеются петли, подобные тем, которые наблюдаются в алюминии, а в закаленном серебре имеются и петли, и тетраэдры [68, 69]. Отсюда следует, что в серебре энергия обоих дефектов одинакова, когда захлопывается диск вакансий, хотя локальные вариации состава, например содержания кислорода, могут влиять на энергию нарушения упаковки. Вероятно, упрочнение металлов при закалке происходит вследствие взаимодействия движущихся дислокаций с такими дефектами, что отражается на величине предела текучести после закалки [63]. Таким образом,



Ф и г. 119. Геликоидальные дислокации в закаленном сплаве Al—4% Si.
 Винтовые дислокации приобретают частично краевой характер после переползания.
 Оси геликоидальных дислокаций — (110). $\times 58\,500$.

дислокационные петли могут служить как источниками скольжения, так и добавочным сопротивлением ему. Их плотность составляет около 10^{10} см^{-2} , что соответствует плотности дислокаций в сильно деформированном металле [63].



Фиг. 120. Дислокационные петли в сплаве Al—1% Si после закалки от 600°С (ср. с фиг. 118).

× 80 000.

С помощью просвечивающего электронного микроскопа закалочные дефекты исследовались в сплавах алюминия, содержащих различные количества Cu, Zn, Ag и Mg в твердом растворе [35, 51, 52, 70]. Концентрация вакансий, соответствующая плотности петель, снижается при повышении концентрации растворенных элементов; это свидетельствует о том, что в высоко-

легированных сплавах вакансии при закалке удерживаются в растворе, связываясь с атомами примесей. Преимущественным видом дефектов в этом случае [35] оказываются геликоидальные дислокации, как видно, например, из фиг. 119. Результаты работы [35] позволяют считать, что легирование снижает энергию образования вакансии, а примененный метод открывает возможности исследования широкого круга сплавов. Так как при закалке твердый раствор пересыщается вакансиями, не удивительно, что кинетика закалочного старения чувствительна к условиям закалки.

Концентрацию C вакансий в закаленных металлах и сплавах можно найти по формуле

$$C \sim \pi R^2 b N,$$

где R — средний радиус петли (или витка геликоида), b — вектор Бюргерса и N — плотность петель (или число витков геликоида на единицу объема). Поскольку R и N можно измерить и подсчитать на микрофотографиях, можно вычислить концентрацию C ; для алюминия она оказалась равной $\sim 10^{-4}$ [63], для малолегированных сплавов $\sim 10^{-3}$, а для высоколегированных сплавов $\sim 10^{-5}$ [35]. Пример высокой плотности петель, обнаруженных в закаленном ненасыщенном сплаве Al—Cu, показан на фиг. 120, которую следует сравнить с фиг. 118 для чистого алюминия.

Дислокации, образующиеся в результате закалки, являются, по-видимому, благоприятными местами для захвата атомов примесей, так как это должно уменьшать упругие искажения. Если энергия связи между растворенными атомами и вакансиями высока, то захват происходит, вероятно, путем миграции групп из растворенных атомов и вакансий [35, 70], и тогда дислокационные петли и геликоиды становятся местами преимущественного образования выделений [71] (см. § 3, п. 2, настоящей главы).

10. Наблюдения радиационных нарушений

В ряде металлов изучены нарушения, возникающие при облучении α -частицами, продуктами ядерного распада или нейтронами [68, 72, 73]. В результате столкновений в решетке может возникнуть множество вакансий и внедренных атомов. Они обнаруживаются в виде петель, темных пятен или областей искажений лишь после того, как первоначальные нарушения собираются в достаточно большие образования. Результаты, полученные на меди [72], показывают, что концентрация дефектов и плотность дислокаций после сильного облучения ($\sim 10^{20}$ нейтрон/см²) подобны тем, которые получаются в закаленных

металлах. Считают, что области искажений возникают у скопленных пар из вакансий и внедренных атомов.

Боллман [74] электронно-микроскопически наблюдал радиационные нарушения в графите¹⁾. В этой работе было показано, что для интерпретации эффектов контраста, наблюдаемых на изображениях, особенно полезно применять метод темнопольной съемки. На основании полученных результатов можно заключить, что наблюдаемые дефекты (черные или белые «пятна») могут быть дефектами упаковки (как с лишним, так и с недостающим атомным слоем) или группами этих дефектов, соответствующими скоплениям внедренных атомов и вакансий (см: п. 15 настоящего параграфа).

11. Наблюдения рекристаллизации²⁾

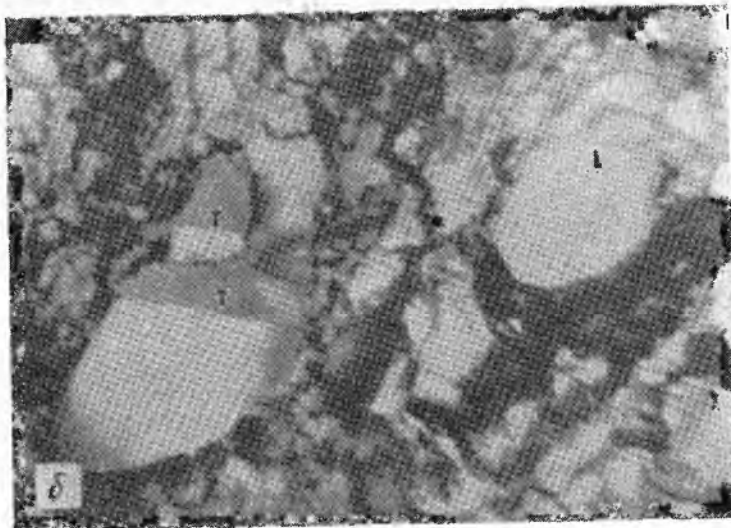
Методику просвечивающей электронной микроскопии использовал Боллман [76] для изучения рекристаллизации никеля, а Бэйли и Хирш — для изучения рекристаллизации серебра [27, 28] (п. 4 настоящего параграфа). В работе Боллмана измерения были проведены на массивных образцах после различных обработок — наклепа и отжига, а затем из этих образцов методом электролитической полировки были приготовлены тонкие фольги. Начальная стадия процесса возврата была связана с развитием полигонизации в участках, содержащих плотные дислокационные сетки, как, например, на фиг. 121, а. Одновременно возникала рекристаллизация, которая протекала до устранения дислокационных сеток. Ранняя стадия этого процесса показана на фиг. 121, б. Наряду с ростом новых зерен наблюдались образование двойников (фиг. 121, в) и, наконец, вторичная рекристаллизация и рост зерен (фиг. 121, г). Таким путем Боллману удалось проследить процессы возврата, рекристаллизации и роста зерен. Бейли показал, что рекристаллизация осуществляется миграцией старых границ зерен [27, 28]³⁾.

Для исследования этих процессов прямо в микроскопе можно использовать высокотемпературную приставку, но вследствие малой толщины изучаемых слоев скорость рекристаллизации будет значительно меньше, чем в массивных образцах [27, 28].

¹⁾ Обзор работ по радиационным нарушениям в графите см. в работе [156].

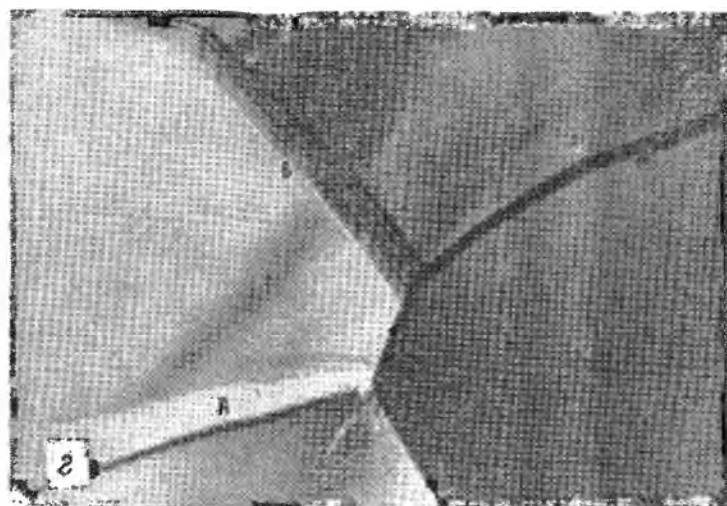
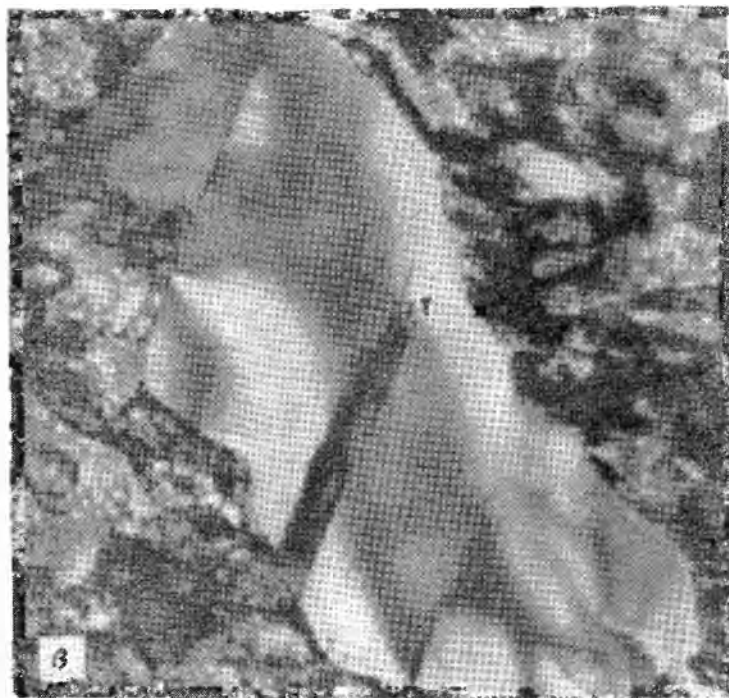
²⁾ Обзор работ по возврату и рекристаллизации см. в статье [75].

³⁾ Точнее, речь идет о росте имеющихся в деформированном металле областей с малой плотностью дислокаций за счет движения границ этих областей (зон с высокой плотностью дислокаций) без образования новых зародышей рекристаллизации. — Прим. ред.



Ф и г. 121. Стадии рекристаллизации хо

a — сильнодеформированное состояние (холодная прокатка с обжатием на 80%), Видны плотные дислокационные сетки, образующие ячеистую структуру ($\times 37\,500$);
б — отпуск при 250° С. Видны двойниковые границы *T* и малоугловые границы *L* ($\times 11\,500$);



лоднокатанного никеля (по Боллману [76]).

1 — отпуск при 300°C . Видны двойники T , растущие в не полностью полигонизованной матрице ($\times 14\,500$); 2 — полная рекристаллизация (после подрастания зерен); в областях AA , возможно, имела место миграция границ. Заметны полосы вдоль границы зерна B , наклонной к поверхности фольги ($\times 8\,500$). (См. гл. 2, § 3.)

12. Наблюдения дислокаций в тонких металлических пленках

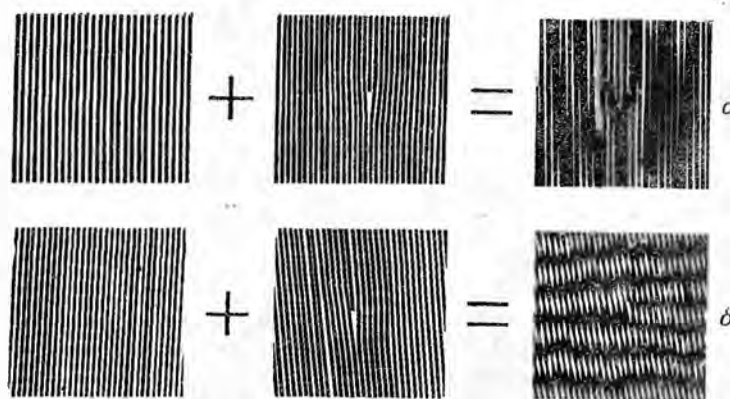
Как уже говорилось выше, свойства тонких металлических пленок, приготовленных, например, напылением, отличаются от свойств массивных образцов. Однако если помнить об этом, то, исследуя такие пленки, можно все же получить много ценных сведений, особенно в случаях, когда трудно приготовить тонкие фольги из массивных образцов путем их утоньшения (см. гл. 4). Дислокации в тонких пленках золота, полученных напылением, наблюдал Пэшли [77]. Интересно, что Пэшли обнаружил в этих пленках и дефекты упаковки и поперечное скольжение.

Выявить дислокации позволило и косвенное разрешение кристаллической решетки металлов с помощью муарового узора, возникающего при наложении кристаллов [78]. Бассет с сотр. [79] наблюдали дислокации при наложении пленок меди и палладия на золото и смогли определить тип дислокаций, их векторы Бюргерса и плотность дислокаций. На полученных этими авторами микрофотографиях можно наблюдать лишние атомные полуплоскости, связанные с краевыми дислокациями. Как уже говорилось в гл. 2, если обе решетки имеют один и тот же период d и взаимно повернуты на небольшой угол ϵ вокруг нормали к плоскости образца, период муарового узора оказывается равным d/ϵ . При наложении параллельных, но неодинаковых решеток период узора равен $d_1 d_2 / (d_2 - d_1)$, где d_1 и d_2 — периоды двух решеток. В этом случае увеличение периода d_2 на муаровом узоре равно $d_1 / (d_2 - d_1)$ (см. фиг. 31). Для малых углов ϵ или при $(d_2 - d_1) \ll d_2$ это увеличение получается очень большим.

Хотя отдельная решетка прямо и не разрешается в микроскопе¹⁾, можно разрешить ее косвенно, в муаровом узоре, подобрав подходящую пару кристаллов. Таким образом, если в одном из кристаллов имеется дислокация, ее можно разрешить и воспроизвести в увеличенном виде в муаровом узоре. Оптическая аналогия этого эффекта показана на фиг. 122. К сожалению, нельзя определить, в каком из двух кристаллов лежит дислокация. На фиг. 123 видно, как присутствие дислокаций проявляется в муаровом узоре от препарата из слоя палладия, осажденного на плоскости (111) пленки золота. Этим методом выявляются и частичные дислокации и дефекты упаковки [79].

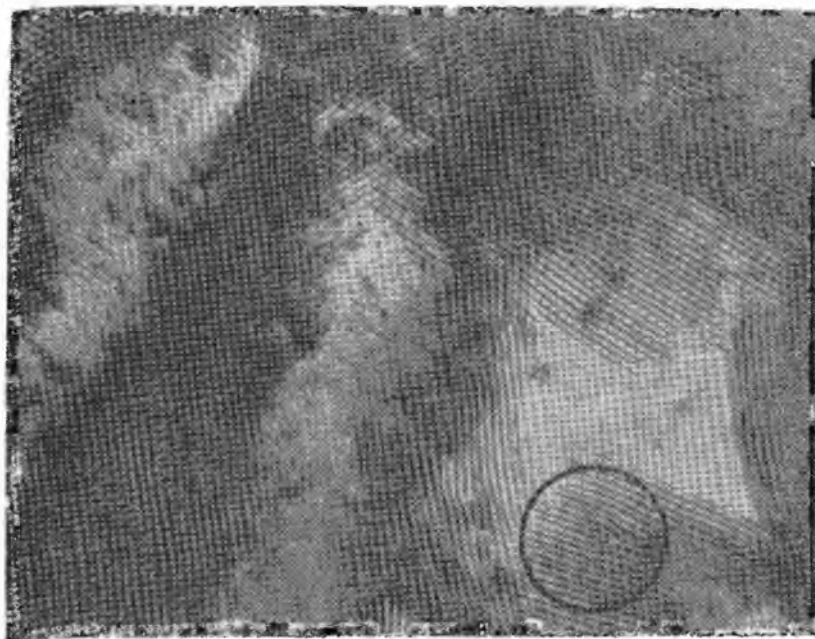
Изображение, на котором разрешается решетка отдельного кристалла, образуется в электронном микроскопе при интерференции в плоскости изображения прошедших кристалл неоткло-

¹⁾ Максимальное межплоскостное расстояние в металлах не превышает 4,5 Å, следовательно разрешение микроскопа должно быть лучше 4 Å. — Прим. ред.



Ф и г. 122. Оптическая аналогия, показывающая образование в муаровом узоре лишней плоскости, обрывающейся в кристалле и связанной с наличием дислокации в одной из решеток (по Бассету и др. [78]).

a — параллельные решетки; *б* — решетки, повернутые друг относительно друга.



Ф и г. 123. Параллельный муаровый узор, полученный при напылении Pd на пленку Au, ориентированную по (111) (по Бассету и др. [78]).

Кружком обведеи участок, в котором видна дислокация с двумя лишними плоскостями. Вариации контраста связаны, вероятно, с изгибом пленок и интерференционными эффектами между ними. Внутри кружка разрешаются плоскости (220) с периодом муарового узора, равным $29 \text{ \AA}$. $\times 270\ 000$.

ненного пучка (пулевого порядка) и дифрагированного (отражение первого порядка) от разрешаемых плоскостей решетки [80]. Поэтому фактически кристалл по отношению к волновому фронту электронов предстает как плоская решетка. Вновь соединить эти пучки на окончательном изображении удастся только для кристаллов с большими межплоскостными расстояниями ($>10 \text{ \AA}$) и для малых брэгговских углов, так что



Фиг. 124. Дифракционная картина от наложенных друг на друга пленок золота, ориентированных по (111) и повернутых друг относительно друга приблизительно на 10° (по Баскету и др. [79]).

Муаровый узор (светлопольное изображение) образуется проходящим пучком O и его сателлитами. Темнопольное изображение образуется дифрагированным пучком и его сателлитами. Сателлиты возникают вследствие двойной дифракции.

разрешить атомные плоскости в решетках металлов нельзя (см. гл. 3, § 3). Но Ментеру [80] удалось разрешить плоскости решетки некоторых органических кристаллов, например во фталоцианине платины, причем часто наблюдались дислокации.

Изображение плоскостей решетки при образовании муарового узора от металлических фольг получается тем же путем, что и для отдельного кристалла, однако вместо дифрагированного пучка первого порядка от отдельной решетки в этом случае действует пучок, дифрагированный в противоположных направлениях сначала на одной, а затем на другой наложенных решетках [81]. На фиг. 124 показана дифракционная картина от наложенных друг на друга двух пленок золота, ориентированных в направлении [111]. Хорошо видны около основных допол-

нительные рефлексы, возникшие благодаря двойной дифракции. Муаровый узор такой, как на фиг. 123, получается при условии, если изображение формируется только прямым пучком и его сателлитами (см. гл. 2, § 2). Таким образом, метод муара является очень полезным методом косвенного разрешения кристаллических решеток металлов, а полученные с его помощью результаты представляют собой прекрасные образцы очень высокого разрешения, какое может быть сейчас достигнуто в электронном микроскопе. Более того, этим методом исследуются структура и ширина дислокаций, а дальнейшее их изучение может дать достаточно экспериментальных данных для расчета энергии ядра дислокаций.

Эксперименты по деформации тонких пленок (полученных напылением) внутри электронного микроскопа показали, что пленки имеют необычайно высокую прочность на разрыв и разрушаются внезапно после $\sim 1\%$ упругой деформации. Это было объяснено тем, что утоньшение пленки, обусловленное скольжением, происходит в локализованных участках [82—84], т. е. поведение пленки совершенно непохоже на поведение массивных образцов. Поэтому результаты экспериментов по растяжению тонких пленок в микроскопе должны рассматриваться как особый случай деформации ¹⁾.

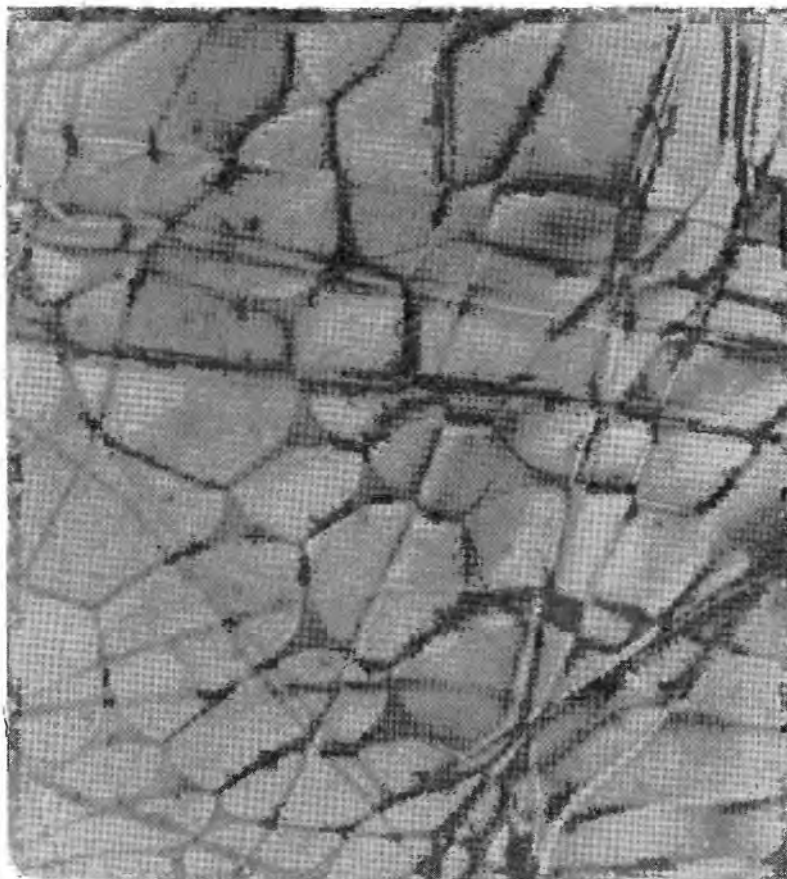
Прайс [30] наблюдал процесс скольжения в тонких кристаллах цинка, приготовленных конденсацией из пара. Кристаллы растягивались внутри микроскопа, и в некоторых из них происходило двойникование, а в других пирамидальное скольжение по системе $(11\bar{2}2)$ $[\bar{1}123]$. Прайс установил, что двойникование может начинаться без предварительного скольжения и что ни один из двойников не растет скачкообразно, с высокой скоростью.

С помощью ионного проектора Дрешлер [85] прямо наблюдал поверхностные ступеньки, связанные с выходом винтовой дислокации на поверхность металла. По-видимому, в будущем эмиссионная микроскопия будет играть выдающуюся роль в исследовании металлов.

13. Дислокации в неметаллах

В последнее время электронный микроскоп используется для исследования материалов гексагональной или слоистой структуры (гл. 4, § 3, п. 5). К ним относятся графит [86, 87], Bi_2Te_3 [88, 89], Sb_2Te_3 [89], MoS_2 [90—92], слюда [93] и тальк [94]. В каждом из этих материалов, исключая теллуриды, наблюдалось

¹⁾ См. также [84].



Ф и г. 125. Гексагональные дислокационные сетки в базисной плоскости графита (по Вильямсону [87]).

Видны чередующиеся растянутые и сжатые узлы. $\times 24\,000$.

расщепление полных дислокаций

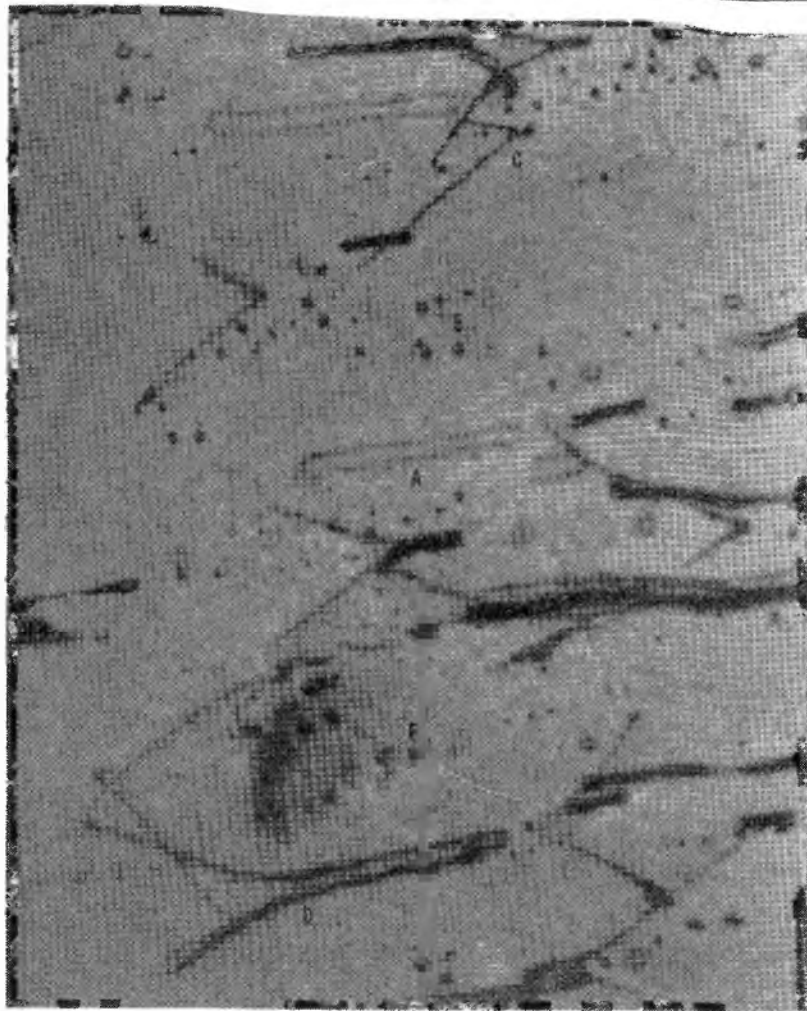
$$a[100] \rightarrow \frac{a}{3}[210] + \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}0]. \quad (5.6)^1$$

а в тальке Амелинкс и Делавинье [94] наблюдали расщепление одной дислокации на четыре частичных. Из вычислений, осно-

¹⁾ Отдается предпочтение кубическому обозначению векторов, а не гексагональному.

ванных на измерениях радиуса кривизны дислокационных узлов, видно, что большинство этих материалов имеет очень низкую энергию нарушения упаковки. Так, например, для графита Вильямсон [87] получил значение $\gamma = 0,1 \text{ эрг/см}^2$. Одна из его микрофотографий показана на фиг. 125. В молибдените (MoS_2) чередующиеся базисные плоскости содержат [92] расщепленные и нерасщепленные дислокации, соответственно. Это можно было ожидать, поскольку структура MoS_2 состоит из гексагональных слоев, упакованных в порядке $\text{Mo} - \text{S} - \text{S} - \text{Mo} - \text{S} - \text{S} - \text{Mo}$ и т. д., а дефект упаковки между слоями S и Mo обладает более высокой энергией, чем между двумя слоями S; поэтому расщепления дислокаций между слоями Mo и S не происходит [92]. Многие из микрофотографий, полученных в этих исследованиях, усложнены муаровыми узорами (вращения), связанными с наличием скрученных границ — дислокационных сеток наподобие видимых на фиг. 125, но из более мелких ячеек.

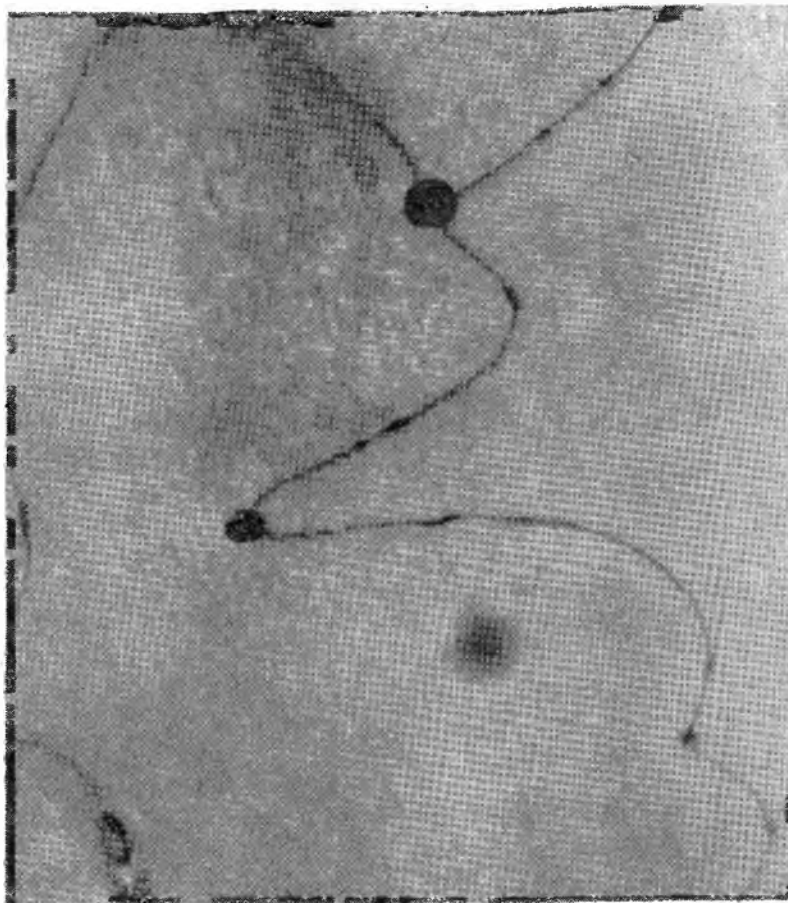
В течение последних нескольких лет ионные кристаллы довольно широко изучались с помощью метода травления или декорирования и световой микроскопии. Получены сведения о механических свойствах этих кристаллов и о поведении дислокаций в них. Но только недавно Уошберн и др. [31, 32] провели прямое наблюдение дислокаций в кристаллах MgO , и пока это единственный керамический материал, успешно исследованный с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Одним из препятствий для исследования других кристаллов (в частности, щелочных) является возникновение сильных нарушений в их структуре при бомбардировке электронами во время исследования в микроскопе. На фиг. 126а показаны дислокации в плоскостях (110) кристалла MgO . Видны удлиненные петли, состоящие из пар положительных и отрицательных краевых дислокаций, и малые призматические петли. Векторы Бюргерса обычно можно определить, принимая во внимание, что в кристалле MgO плоскости скольжения — {110}, направления скольжения — $\langle 110 \rangle$ и поэтому в образцах, ориентированных так, что направление [100] параллельно пучку, плоскости скольжения либо параллельны пучку (а векторы Бюргерса ему перпендикулярны), либо наклонены под углом 45° к пучку, и тогда их следы проектируются вдоль направления $\langle 100 \rangle$ (а векторы Бюргерса перпендикулярны этим следам). Дислокации не расщепляются, и после прохождения по плоскости скольжения они оставляют за собой множество удлиненных пар краевых дислокаций противоположных знаков (фиг. 126а), так что взаимодействие между плоскостями скольжения появляется при относительно малых деформациях.



Ф и г. 126а. Дислокации в MgO после изгиба при комнатной температуре с последующим отжигом при 1000° С (по Уошберну [31]).

Видны различные стадии образования удлиненных петель из пар краевых дислокаций противоположных знаков у А, С и D. Пары затем распадаются на малые петли В. Ориентация пленки [001]. $\times 65\ 000$.

Эти удлиненные дислокации могут образовываться при поперечном скольжении участка винтовой дислокации, оставляющего за собой отрезок краевой, который действует как точка закрепления, и при дальнейшем движении винтовой дислокации



Фиг. 126б. Дислокации в MgO , закрепленные мелкими выделениями (вероятно, нитридов магния).

$\times 70\,000$.

позади нее остается пара краевых дислокаций, противоположных знаков, связанных порогом (например, в D на фиг. 126а). Небольшие выделения также могут действовать как точки закрепления [32], как это показано на фиг. 126б.

В недалеком будущем, несомненно, будут получены необходимые экспериментальные данные относительно деформационного упрочнения и разрушения MgO и других керамических материалов.

14. Кинематическая теория контраста, возникающего из-за дефектов в тонких металлических фольгах

В гл. 2 мы рассмотрели значение теории дифракции в объяснении некоторых эффектов контраста (встречающихся в относительно совершенных кристаллах), а именно, экстинкционных контуров в изогнутых фольгах, полос в клинообразных кристаллах (например, на краях фольги, на границах зерен и т. д.), появление которых связано с нарушением периодичности структуры на некоторой наклонной плоскости. Типичные примеры подобных эффектов можно видеть на фиг. 33 и 121, г. Поскольку при смещении атомов из их идеальных положений возникает фазовый контраст, дефекты в кристаллах также выявляются благодаря брэгговскому дифракционному контрасту, так что дислокации видны как темные линии (светлопольное изображение), а дефекты упаковки — как интерференционные полосы. Примеры этих дефектов приводились выше. Данный метод формирования контраста имеет то преимущество, что атомные ряды не разрешаются; поэтому разрешение не является лимитирующим фактором. Таким образом, можно получить проекцию трехмерной конфигурации дислокационных линий в таких кристаллах, которые слишком толсты для прямого разрешения решетки [95].

Понимание природы дифракционного контраста очень важно для точной интерпретации электронно-микроскопических изображений тонких кристаллов [95—99]. В этом пункте дифракцию электронов на дефектах мы рассмотрим в рамках более простой кинематической теории, которая дает хорошее качественное объяснение наблюдаемых эффектов [97]. Мы воспользуемся методом, описанным в гл. 1, § 13.

Из фиг. 20 мы видели, что амплитуда пучка, рассеянного столбиком совершенного кристалла, дается выражением (1.39)

$$A \sim \sum \exp[2\pi i(\mathbf{g} + \mathbf{s}) \cdot \mathbf{r}_n].$$

Однако, если атомы смещены на вектор $\mathbf{R}$ из их идеальных положений, то амплитуда рассеяния определяется по формуле

$$A \sim \sum \exp[2\pi i(\mathbf{g} + \mathbf{s}) \cdot (\mathbf{r}_n + \mathbf{R})]. \quad (5.7)$$

Выражение (5.7) можно переписать в виде

$$A \sim \sum \exp(2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) \exp(2\pi i \mathbf{s} \cdot \mathbf{r}_n), \quad (5.8)$$

так как $\exp(2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}_n) = 1$, а множителем, содержащим $\mathbf{s} \cdot \mathbf{R}$, мы пренебрегаем. Таким образом, смещение в решетке вызывает сдвиг фазы рассеянной волны на угол $\varphi = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, так что результирующая амплитуда рассеяния отличается от амплитуды

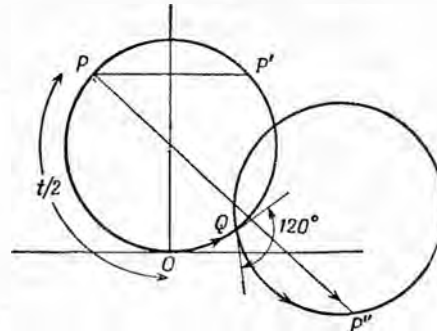
для совершенного кристалла. Следовательно, возникающий контраст является фазовым контрастом, причем разность фаз появляется при любых атомных смещениях $\mathbf{R}$. Переписывая выражение (5.8) в виде интеграла и пренебрегая множителем t/V (см. гл. 1, § 13, п. 2), мы получаем

$$A = \int_{\text{По столбику}} \exp(i\varphi) \exp(2\pi i s z) dz, \quad (5.9)$$

где φ — функция от z (расстояние вдоль столбика), зависящая от вектора обратной решетки $\mathbf{g}$ и смещения $\mathbf{R}$.

Для дефекта упаковки (см. также гл. 2, § 3, п. 3) вектор смещения $\mathbf{R}$ соответствует векторам $\mathbf{b}_2$ и $\mathbf{b}_3$ (см. фиг. 101) и для металлов с гранецентрированной кубической решеткой равен $\frac{1}{6}\langle 121 \rangle$. Дефект упаковки, таким образом, приводит к разности фаз $\varphi = \frac{\pi}{3}(h - 2k + l)$ волн, дифрагированных на противоположных сторонах дефекта, которая равна ± 120 или 0° в зависимости от индексов отражения [96]. Эту разность фаз можно представить с помощью амплитудно-фазовой диаграммы, как показано на фиг. 127.

Здесь точка O соответствует середине столбика рассматриваемого кристалла (см. фиг. 20 и 21), а окружность POP' является амплитудно-фазовой диаграммой для совершенного кристалла [радиус $(2\pi s)^{-1}$]. В точке Q , соответствующей пересечению столбика кристалла с дефектом, происходит резкое изменение фазы (равное -120° в случае фиг. 127). Результирующая амплитуда от столбика с дефектом равна PP'' ; поэтому по мере изменения Q амплитуда PP'' будет коле-



Фиг. 127. Амплитудно-фазовая диаграмма для гранецентрированного кубического кристалла, содержащего дефект упаковки (см. также фиг. 21) (по Велану и Хиршу [96]).

Если величина PP'' колеблется (например, из-за изменения толщины t), то на изображении появляются полосы.

баться, что вызовет появление полос на изображении, как показано на фиг. 102 и 111. В совершенном кристалле (дуга POP') по мере изменения s или t амплитуда PP' будет колебаться, и также возникнут полосы; в обоих случаях их появление объясняет фиг. 34, где на светлорольном изображении первая тем-

ная полоса соответствует расстоянию $t'_0/2$ от верхней поверхности фольги. Расстояние между двумя полосами соответствует периодичности по глубине вдоль дефекта и равно $t'_0 = s^{-1}$. Если t'_0 больше, чем толщина фольги, полосы не возникают¹⁾. Факторы, влияющие на контраст и на расстояние между полосами, уже обсуждались в гл. 2.

При наложении дефектов друг на друга, если один дефект дает фазовый угол $\varphi = -120^\circ$, то два наложенных дефекта дадут фазовый угол $\varphi = -240^\circ$, который эквивалентен $+120^\circ$. При определенных условиях изменение знака φ на противоположный приводит к обратному ходу интенсивности полос. При каждом изменении интенсивности число светлых или темных полос меняется на одну [96]. Этот эффект можно видеть у точки А на фиг. 102. В относительно толстых фольгах эти изменения встречаются довольно часто. Ясно, что три наложенных друг на друга дефекта дадут общий угол -360° , который эквивалентен 0° , и полосы в этом случае не возникают. Подобные эффекты хорошо известны из экспериментов [97].

На электронограммах можно наблюдать полосы, параллельные $\langle 111 \rangle$ (гл. 1, § 14, п. 1), и эти дифракционные картины следует сопоставлять с соответствующей микроструктурой во избежание ошибочной трактовки эффектов контраста [96]. Как уже отмечалось в гл. 2, при переходе от светлопольного изображения к темнопольному контраст меняется на обратный (см. фиг. 39), а наклоняя объект, можно изменить расстояние между экстинкционными полосами, так как оно зависит и от t , и от отклонения от брэгговского условия. Поскольку контраст и интенсивность изменяются как s^{-2} , у экстинкционного контура контраст особенно велик (см. точку С на фиг. 102).

Подобные рассуждения можно применить и для случая границ антифазных доменов в сверхструктурах (см. § 3, п. 5, настоящей главы). Например, рассмотрим упорядоченную структуру AuCu_3 , которая представляет собой простой гранецентрированный куб (Ll_2) с вершинами, занятыми атомами золота. Границы между упорядоченными доменами известны как границы антифазных доменов, поскольку в этих точках изменяется фаза или порядок чередования атомов. Вектор смещения $\mathbf{R}$, соответствующий доменной границе в AuCu_3 , составляет $\frac{a}{2} \langle 101 \rangle$, так что сдвиг фазы φ волн, дифрагированных по разные стороны от границы, равен $\pi \langle 101 \rangle (hkl)$. Это верно и для сверх-

¹⁾ Это относится лишь к очень тонким фольгам металлов с малым атомным номером (например, к Al и Mg) и к большим углам отражения (см. гл. 2, табл. 2).

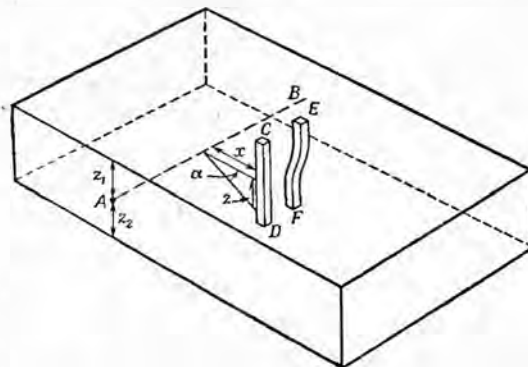
структуры AuCu. Возможные значения φ равны 0 или $\pm n\pi$ в зависимости от конкретных комбинаций (hkl) и R ; здесь $n = 1, 2, 3$ и т. д. Для смешанных индексов, т. е. для сверхструктурных отражений в AuCu₃ или AuCu, $\varphi = 0$ или $\pm\pi$, в то время как для основных отражений $\varphi = 0$ или $\pm 2\pi$. Это означает, что границы доменов будут наблюдаться только в том случае, когда образец ориентирован на сильное сверхструктурное отражение (например, у сверхструктурных экстинкционных контуров), но такое, для которого φ не равно нулю. В случае сверхструктурной системы золото — медь для $R = \frac{a}{2} [101]$ такими отражениями должны быть (001) или (110), поскольку тогда $\varphi = \pi$ и контраст возможен, как, например, на фиг. 148 и 149. Если возникают только такие отражения, для которых $\varphi = 0$, например (010) при $R = \frac{a}{2} [101]$, то границы антифазных доменов видны не будут. Поскольку сверхструктурным отражениям соответствуют значительно большие экстинкционные расстояния, чем нормальным отражениям¹⁾ (их можно вычислить так, как это делается в гл. 2, § 3, п. 3), появление контраста в виде полос, типичного для дефекта упаковки, маловероятно. Если известен вектор смещения R , условия контраста для любого дефекта решетки можно легко предсказать, используя простейшие кинематические критерии фазового контраста.

При обсуждении проблемы возникновения контраста от дислокации необходимо учитывать, что поле искажений вблизи дислокации непрерывно изменяется (фиг. 98 и 99). Как видно из фиг. 98, плоскости решетки, расположенные по разные стороны от краевой дислокации, поворачиваются в противоположных направлениях. С точки зрения кинематической теории, кристалл будет тогда локально приближаться к отражающему положению по одну сторону от дислокации и удаляться от него по другую ее сторону, т. е. если пучок электронов падает в направлении GH (см. фиг. 98), отражение будет происходить по PQ , но не по RS , так что контраст будет наблюдаться слева от дислокации. Поскольку изображение лежит по одну сторону от ядра дислокации, трудно определить точное положение самой дислокации в кристалле.

Случай винтовой дислокации (см. фиг. 99) является более простым для рассмотрения, чем случай краевой дислокации, поскольку в первом поле искажений является радиально симме-

¹⁾ Например, в полностью упорядоченной сверхструктуре AuCu₃ экстинкционное расстояние t_0 для сверхструктурного отражения (100) равно 860 Å, в то время как t_0 для нормального отражения (200) равно 263 Å (см. [157]).

тричным относительно ядра дислокации, и можно применить те же рассуждения, что и для бесконечной среды. Рассмотрим фиг. 128, на которой виден характер смещений [97]: после введения в кристалл винтовой дислокации AB столбик кристалла CD



Фиг. 128. Кристалл, содержащий винтовую дислокацию AB , находящуюся на расстояниях z_1 и z_2 от верхней и нижней поверхностей и параллельную им (по Хиршу и др. [97]).

После введения дислокации столбик совершенного кристалла CD деформируется и принимает форму EF .

деформируется и принимает форму EF . Вектор смещения R равен

$$R = \frac{ba}{2\pi} = \frac{b}{2\pi} \arctg\left(\frac{z}{x}\right), \quad (5.10)$$

где b — вектор Бюргерса дислокации. Тогда

$$\varphi = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \arctg\left(\frac{z}{x}\right) = n \arctg\left(\frac{z}{x}\right). \quad (5.11)$$

Поскольку $\mathbf{g}$ — вектор обратной решетки, а $\mathbf{b}$ — вектор трансляции в прямой решетке, n является целым числом, которое может быть положительным, отрицательным или равным нулю. В то же время, поскольку фактор атомного рассеяния быстро уменьшается с увеличением угла отражения (см. гл. 1, § 8), наиболее существенный вклад в формирование контраста вносят дифрагированные пучки, соответствующие малым значениям g ; поэтому нужно принимать во внимание лишь малые значения n . Когда $n = 0$, $\varphi = 0$ и $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, т. е. $\mathbf{g}$ и $\mathbf{b}$ взаимно перпендикулярны, и дислокационная линия невидима (иными словами, вектор Бюргерса параллелен отражающей плоскости). Таким образом, для получения максимального контраста необходимо,

чтобы смещения были перпендикулярны отражающей плоскости. Это условие должно быть соблюдено и для обнаружения очень тонких выделений в сплавах. Поскольку брэгговские углы очень малы, смещения, приблизительно нормальные к поверхности фольги, контраста не дают.

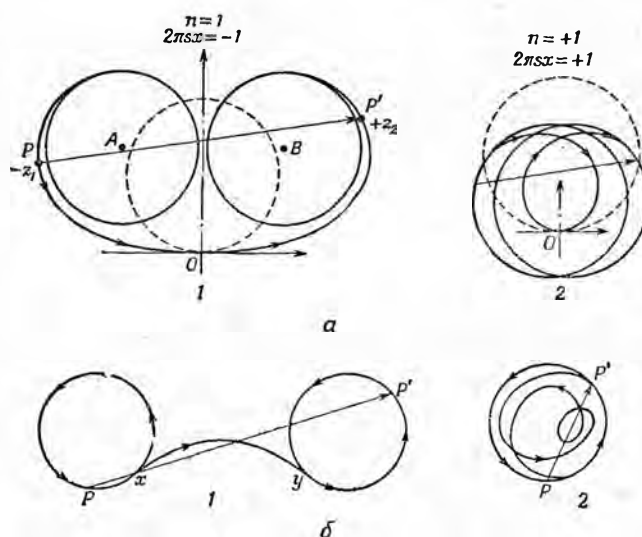
Чтобы построить амплитудно-фазовые диаграммы для столбиков кристалла вблизи дислокации, мы должны внести в график изменение амплитудно-фазового угла вдоль столбика. Подставляя формулу (5.11) в формулу (5.9), для случая, показанного на фиг. 128, мы получаем

$$A = \int_{-z_1}^{+z_2} \exp \left[i n \arctg \left(\frac{z}{x} \right) + 2\pi i s z \right] dz. \quad (5.12)$$

Поскольку этот интеграл представляет собой математическое выражение амплитудно-фазовой диаграммы [z — расстояние, измеренное вдоль кривой, а $n \arctg \left(\frac{z}{x} \right) + 2\pi s z$ — ее наклон], можно вычислить его и построить диаграммы для различных значений n методом, описанным в гл. 1, § 13, п. 2. На фиг. 129, а и б даны примеры таких диаграмм для винтовой и краевой дислокаций. Можно видеть, что изменения фазы, происходящие из-за искажения решетки, будут иметь противоположные знаки с разных сторон от дислокации; поэтому диаграмма представляет собой развернутую (1) или свернутую (2) спираль [97]. В случае, показанном на фиг. 129, это означает, что контраст будет *слева* от дислокации. Отсюда следует, что эффекты контраста качественно хорошо объясняются амплитудно-фазовыми диаграммами, однако необходимо хорошо запомнить, что этот анализ применим лишь для одного отраженного пучка, т. е. для одного значения g , и не учитывает влияния других отражений. Для полного анализа данной проблемы необходимо применить динамическую теорию, которая учитывает эффекты абсорбции, имеющие место из-за неупругого рассеяния. С ее помощью можно объяснить тонкие детали на изображении полос от дефектов упаковки и другие эффекты [99] (см. также гл. 2, § 3, п. 5). Расчеты исключительно сложны, но уже сейчас появляются решения отдельных вопросов. Например, для частичных дислокаций в гранецентрированной кубической решетке Хови и Велан [172] показали, что контраст будет отсутствовать при условии, если $g \cdot b = \pm \frac{1}{3}$.

Таким образом, если полная дислокация (с вектором Бюргерса b_1) расщепляется на две частичные (с векторами Бюргерса b_2 и b_3), разделенные полосой дефекта упаковки, и если одна частичная (b_2) невидима, а другая (b_3) видима, т. е.

$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_2 = \pm \frac{1}{3}$ и $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_3 = \pm \frac{2}{3}$, то для нерасщепленной дислокации $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_1 = 1$, и она видима. Если обе частичные дислокации невидимы (см. фиг. 102 в В), т. е. $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_2 = \pm \frac{1}{3}$ и $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_3 = \mp \frac{1}{3}$, то



Фиг. 129. а — амплитудно-фазовая диаграмма для столбика кристалла, находящегося вблизи винтовой дислокации (см. фиг. 128).

Совершенному кристаллу соответствует пунктирная окружность. Диаграмма представляет собой развернутую (1) или свернутую (2) спираль. Различные диаграммы отвечают различным значениям $2\pi s x$. Ядро дислокации соответствует $2\pi s x = 0$. Амплитуда рассеяния столбиком EF на фиг. 128 представлена линией PP', соответствующей верхней и нижней половинам столбика. Заметьте, что амплитуда рассеяния по одну сторону от дислокации (1) больше, чем по другую сторону (2).

б — амплитудно-фазовая диаграмма для атомных рядов по разные стороны от краевой дислокации, показанной на фиг. 98 (по Хиршу и др. [97]).

1 — слева от АВ; 2 — справа от АВ. Длина x в случае 1 соответствует деформированному участку атомного ряда. Результирующая амплитуда равна PP'. Амплитуда 1 здесь также больше амплитуды 2.

для нерасщепленной дислокации $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_1 = 0$, и она невидима. Во всех случаях $\mathbf{b}_1 + \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3 = 0$ (фиг. 101).

Динамическая теория предсказывает также, что если дефект упаковки простирается через все сечение фольги, то верхний край дефекта¹⁾ отличается от нижнего тем, что у верхнего на

¹⁾ Имеется в виду, что источник электронов расположен над образцом, как в большинстве современных микроскопов. — Прим. ред.

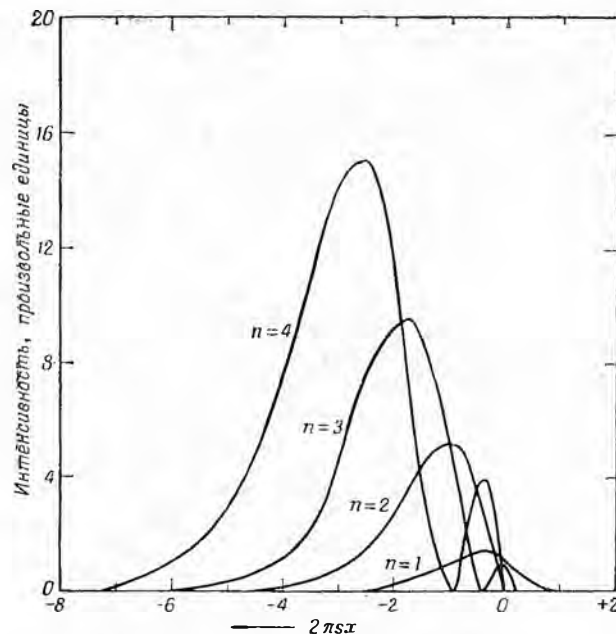
обоих изображениях — и светлопольном (симметричном¹⁾), и темнопольном (асимметричном из-за адсорбции) — видно *одинаковое* (не негативное) чередование светлых и темных полос. У противоположного нижнего края дефекта светлопольное и темнопольное изображения полос являются друг относительно друга дополнительными (негативными). В настоящее время только таким путем можно различить верхнюю и нижнюю поверхности кристалла.

Возвращаясь опять к кинематическому рассмотрению теории контраста, можно видеть из фиг. 129, что амплитуда рассеяния по одну сторону (1) от дислокации больше, чем по другую сторону (2). Другими словами, около дислокаций наблюдаются более интенсивные брэгговские отражения, чем на остальной площади кристалла, и поэтому они выглядят как темные линии на светлопольном изображении и светлые линии на темнопольном изображении. Кроме того, так как максимум интенсивности появляется при отрицательных значениях $2\pi s_x$, изображение дислокации лежит по одну сторону от ядра дислокации. Величина смещения максимума — одного порядка с шириной изображения, как это видно из фиг. 130 для различных значений n . Там же показано, что для $n = 3$ и $n = 4$ имеются два максимума по одну сторону от дислокации, т. е. изображение может состоять из удвоенных линий. Обычно двойное изображение наблюдается тогда, когда одновременно возникают отражения от двух систем плоскостей, дающих контраст по разные стороны от ядра дислокации (см. например, А на фиг. 109). Другой эффект контраста проявляется в случаях, когда дислокация расположена наклонно к плоскости фольги. Тогда, по аналогии с фиг. 34, поскольку интенсивность дифрагированного пучка колеблется вдоль линии дислокации, на изображении может наблюдаться точечный контраст, при условии, что экстинкционное расстояние меньше толщины фольги. Эти эффекты хорошо известны и из эксперимента [97].

Для краевой дислокации смещения, параллельные самой дислокации, равны нулю, но имеют различные значения в направлениях, параллельных вектору Бюргерса и перпендикулярных плоскости скольжения [2], так что в этом случае даже при $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ контраст все еще можно получить. Например, контраст изображения краевых составляющих дислокационных петель будет наблюдаться в результате атомных смещений в плоскости, перпендикулярной плоскости петли; это найдено в цинке [30].

¹⁾ Имеется в виду симметрия в изображении краев дефекта, образованных линиями его пересечения с поверхностями фольги. — Прим. ред.

Исходя из всего вышесказанного и из более детального рассмотрения в оригинальной работе [97], эффекты контраста от несовершенств, предсказанных кинематической дифракционной теорией, можно свести к следующему.



Фиг. 130. Распределение интенсивности на изображениях винтовых дислокаций для различных значений n ($= \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$) (по Хиршу и др. [97]).

Ядро дислокации соответствует $2\pi s x = 0$. Заметьте, что контраст возникает лишь с одной стороны от ядра дислокации.

1. Контраст от смешанных дислокаций подобен контрасту от винтовой. Изображение краевой дислокации может быть несколько шире, чем винтовой; в то же время дислокации могут становиться более узкими и хуже видимыми при увеличении наклона их к плоскости фольги (см., например, А на фиг. 118).

2. Максимум контраста лежит по одну сторону от ядра дислокации на расстоянии одного порядка с шириной изображения дислокации.

3. Для определенных отражений $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ может приближаться к нулю, а когда $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, вектор Бюргерса дислокации лежит в отражающей плоскости, и дислокация невидима.

4. Дислокации, расположенные наклонно по отношению к плоскости фольги, в некоторых случаях будут давать различный контраст вдоль их длины. В этом случае дислокации имеют точечный контраст.

В других случаях можно наблюдать двойное изображение дислокаций. Таким образом, очень важно иметь возможность наклонять образец и получать дифракционную картину, для того чтобы решить, связано ли двойное изображение с двумя близко расположенными дислокациями или только с одной дислокацией. Во всех случаях желательно наклонять образец, чтобы увидеть, как изменяется контраст, а также иметь дифракционную картину для каждой микрофотографии, и только после этого пытаться интерпретировать полученные результаты.

5. Ширина и интенсивность изображения (фиг. 130) может увеличиваться по мере уменьшения s , т. е. когда кристалл, наклоняясь, приближается к отражающему положению, например, у экстинкционных контуров (см. фиг. 102 и 109). Наибольшая ширина для малых s равна t_0/π (см. гл. 2) и составляет $\sim 100-200 \text{ \AA}$.

6. Деформации, вызываемые тонкими когерентными выделениями, дают контраст, аналогичный контрасту на дислокациях [95] (см. также § 3, п. 2, настоящей главы).

7. Во всех случаях брэгговского дифракционного контраста последний можно изменить на обратный при переходе от светлопольного изображения к темнопольному, в котором используется дифрагированный пучок (см. фиг. 39).

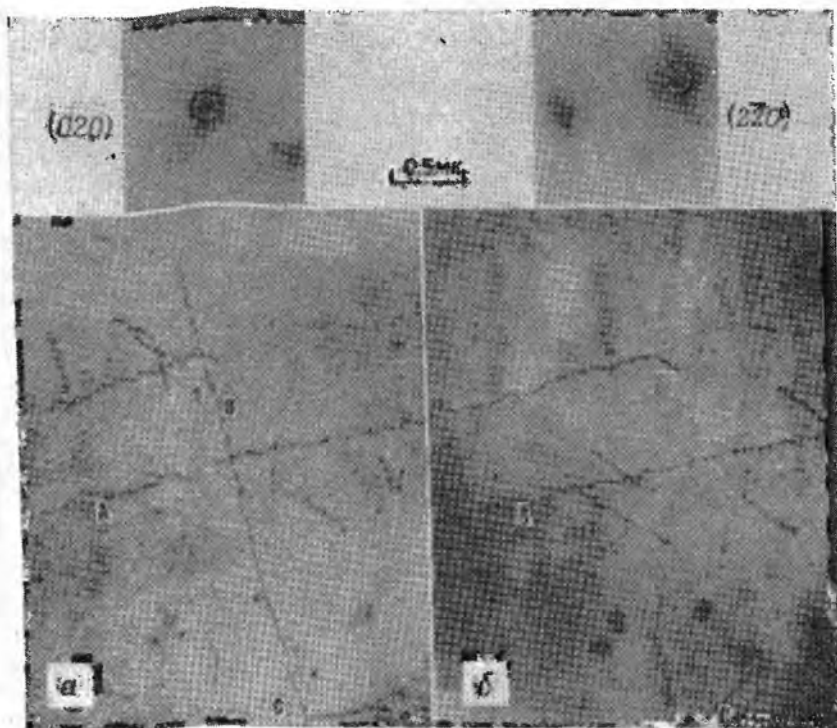
Поскольку контраст является максимальным в брэгговском отражающем положении, он будет особенно резким у экстинкционных контуров, ослабляясь с возрастанием расстояния от них, т. е. по мере увеличения отклонения от брэгговских углов. Этот эффект показан в точке С на фиг. 102 и на фиг. 109, где дислокационный контраст особенно велик у контуров. Теория также предсказывает, что контраст от дислокации должен лежать по одну сторону от ядра дислокации. В зависимости от соотношения знаков фазовых углов φ и $2\pi sz$ в формуле (5.9), т. е. от g , b и s , контраст возникает с той или с другой стороны от ядра дислокации. Контраст будет меняться при изменении какого-либо из этих параметров. Например, при пересечении дислокационной линии с экстинкционным контуром, g и b не меняются, а s изменяет знак на контуре. Таким образом, при каждом пересечении дислокационной линии и экстинкционного контура контраст будет возникать то с одной стороны, то с другой от ядра дислокации. Этот эффект можно видеть в точке В на фиг. 109. При наклоне фольги можно наблюдать

экстинкционные контуры, пробегающие через поле зрения и выявляющие при этом дислокации или другие эффекты контраста, которые до наклона не были видны.

15. Определение векторов Бюргерса

Случай 3, отмеченный в предыдущем пункте, можно использовать для определения векторов Бюргерса дислокаций. Эта возможность была показана при исследовании фольг закаленного сплава Al—4% Cu [97], в котором винтовые дислокации становятся геликоидальными в результате поглощения вакансий [52]. На фиг. 131, а и б, взятой из работы [97], показаны такие геликоиды с осями, параллельными направлениям $[110]$ и $[\bar{1}\bar{1}0]$. Плоскость фольги (001). На фиг. 131, а дифракционная картина показывает, что контраст создает отражение (020). Поскольку дислокации *A* и *B* первоначально были винтовыми, их векторы Бюргерса лежат вдоль длины дислокаций, таким образом, для обеих дислокаций $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 1$. После наклона образца отражение (020) исчезает и появляется отражение (220) (фиг. 131, б). Это отражение дает $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ для дислокации *B* (вектор Бюргерса $\frac{1}{2} [110]$) и $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$ для дислокации *A* (вектор Бюргерса $\frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0]$). Таким образом, дислокация *B* исчезает в полном согласии с теорией, так что с помощью осторожных наклонов можно определить векторы Бюргерса. Эти результаты подчеркивают, что в микроскопе необходимо приспособление для наклона объекта. Наклон образца позволяет также выявлять те дислокации (или другие эффекты контраста), которые нельзя увидеть при первом просмотре образца.

Тому же принципу определения вектора Бюргерса можно следовать при использовании темнопольных изображений. Наблюдая дифракционную картину, нужно установить апертурную диафрагму (диаметром ~ 25 мк) на какое-нибудь сильное дифракционное пятно. Если затем для наблюдения дислокационной структуры увеличить изображение этого пятна (без наклона образца), то те дислокации, векторы Бюргерса которых лежат в данной отражающей плоскости, будут невидимы. Тот же самый участок для сравнения можно затем наблюдать на светлопольном изображении. Этот метод был использован Делавинье и Амелинksom [89] при анализе дислокационных сеток в слоистых структурах. Эти авторы указали также на возможность установления различия между вакансионной (образованной в результате конденсации вакансий) дислокационной петлей и петлей внедрения, так как первая имеет компоненту вектора Бюргерса в базисной плоскости, в то время как у второй



Ф и г. 131. Две микрофотографии одного и того же участка в фольге закаленного сплава $\text{Al}-4\% \text{Si}$ (по Хиршу и др. [97]).

a — геликондажные дислокации *A* и *B*; *б* — после наклона фольги дислокация *B* исчезла, а в точке *C* появилось изображение другой дислокации. Электронограммы показывают, какое отражение действует в каждом случае. $\times 13\,500$.

компонента вектора Бюргерса параллельна оси *c*. Наблюдая темнопольное изображение от подходящего отражения, можно заметить, что некоторые дислокационные петли, лежащие в плоскости базиса, не выявляются; отсюда определяется характер петель.

16. Общие выводы из работ по дислокациям

Из изложенного выше видно, что экспериментальному исследованию дислокаций посвящено много работ. Их результаты подтвердили теоретические предсказания — был открыт новый

механизм, а именно образование тетраэдра дефектов упаковки в закаленном золоте [62]. Таким образом, просвечивающая электронная микроскопия является полезным инструментом для подробного изучения основных свойств дефектов в кристаллах; она позволяет получить много важнейших сведений, относящихся к природе механических свойств массивных материалов. При использовании приспособлений для деформации и нагревания можно прямо наблюдать изменения, происходящие под влиянием напряжений и температуры. Во многих случаях анализ результатов, полученных с помощью этого метода, осложняется множеством деталей, выявляемых в образцах. Стало доступным определение векторов Бюргера дислокаций, и, когда оно проведено, становится возможной интерпретация многих деталей сложных конфигураций и взаимодействий. Трудности здесь заключаются в установлении кристаллографических характеристик дислокаций и, как мы видели, в применении дифракционной теории к объяснению наблюдаемых эффектов контраста.

§ 3. ИЗУЧЕНИЕ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СПЛАВАХ

1. Введение

Приготовить тонкие фольги двухфазных и более сложных сплавов становится трудно, когда вторая фаза не сопряжена (кристаллографически) с матрицей, поскольку любой химический или электрохимический процесс утоньшения приводит к преимущественному растворению выделений¹⁾. Однако многие из интересных особенностей фазовых превращений проявляются в столь малых объемах, что эта трудность не представляется слишком серьезной проблемой. Например, в стареющих сплавах образующиеся выделения новой фазы остаются вначале полностью или частично когерентными с матрицей. В настоящее время проведены широкие исследования процесса выделения в легких сплавах [50, 70, 101—107], титановых сплавах [108], медных сплавах [109] и сталях [110], причем использовались фольги, приготовленные из массивных образцов. Фазовые превращения в тонких фольгах были исследованы на легких сплавах [111—113] и сталях [114, 115]; изучалось также упорядочение в сплавах Cu—Au [116—119]. В этих последних случаях фазовые превращения вследствие ограниченной толщины пле-

¹⁾ Это утверждение автора ошибочно. Имеется ряд сплавов, в которых вторая фаза растворяется при электрополировке медленнее, чем матрица. — *Прим. ред.*

нок могут протекать с особенностями, не свойственными превращениям в массивных образцах. Позднее, однако, тонкие образцы упорядоченных сплавов были приготовлены из массивного материала [120—122]. До настоящего времени, за исключением мартенситных структур, сплавы на основе железа изучались лишь в немногих работах.

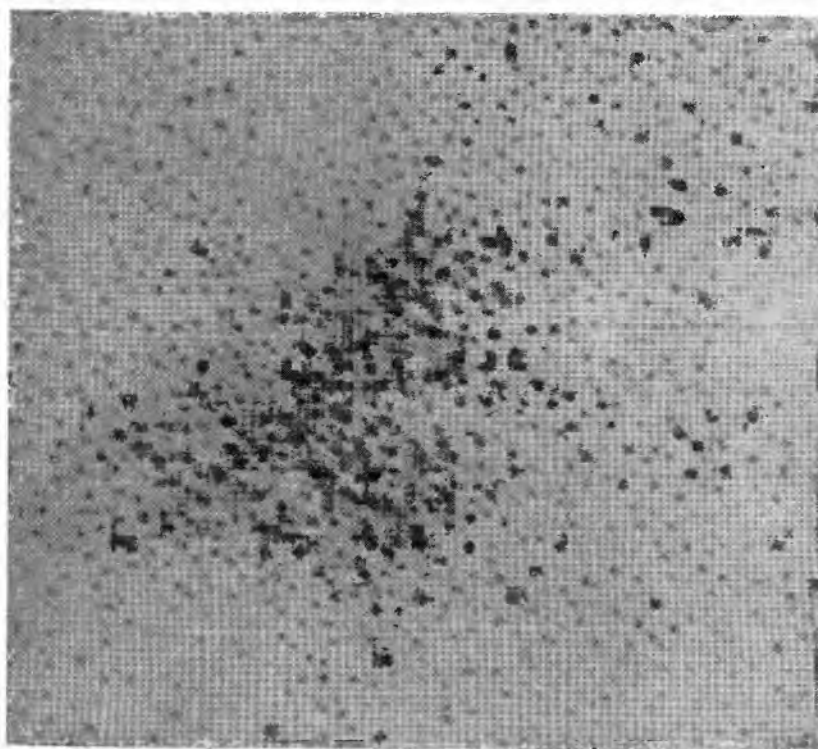
2. Процесс выделения в нежелезных сплавах

Распад пересыщенных твердых растворов алюминиевых сплавов является предметом широких исследований в течение последних 50 лет. Изменения структуры и свойств, вызванные термической обработкой, очень интересны сами по себе и имеют практическое значение, поскольку они обеспечивают получение высокопрочных сплавов. Методика заключается в закалке сплава от температур однофазной области для получения пересыщения и в последующем старении сплава при различных температурах ниже примерно 300°С. Фольги можно затем приготовить из термообработанного массивного образца.

При закалке в растворе можно сохранить избыток вакансий, и когда они при последующем отпуске выходят из раствора (с образованием петель дислокаций или геликоидов), их движение облегчает диффузию растворенных атомов, которые «стремятся» собраться группами, т. е. образовать зоны (см. обзоры [102, 123]). Формы зон зависят от относительных размеров атомов растворителя и растворенного вещества; например, диаметры атомов цинка и серебра близки к диаметру атомов алюминия, в результате образуются сферические зоны¹⁾ [102, 106, 107] (фиг. 132); атомы меди имеют меньший диаметр, чем атомы алюминия, и зоны (называемые зонами Гинье — Престона I) имеют [101] дискообразную форму и образуются по плоскостям {100} с плотностью $\sim 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Из примера, показанного на фиг. 133,

¹⁾ Фриз и др. [158] на одном и том же образце сплав Al—4,4 ат. % Ag провели измерения малоуглового рассеяния рентгеновских лучей и электронно-микроскопическое исследование на просвет. Они показали, что образуется $2 \cdot 10^{17}$ скоплений в 1 см^3 (диаметром от 20 до 60 Å) и что среднее содержание серебра в скоплении превышает 90%. Измеряя интенсивность рентгеновских лучей, они также показали, что только $\sim 10\%$ объема сплава претерпевает такую сегрегацию. Эта работа показывает значение использования двух методик для получения максимума сведений от отдельного образца и дает единственный способ сколько-нибудь точного определения состава зон. Однако следует напомнить, что сплав Al—Ag является особенно подходящим объектом для анализа эффектов малоуглового рассеяния рентгеновских лучей благодаря незначительному искажению решетки при растворении Ag в Al и большому различию факторов атомного рассеяния этих элементов.

следует, что необходимо использовать микроскоп высокого разрешения, поскольку дискообразные зерна атомов меди имеют толщину всего 1—2 атома. Как мы видели в гл. 1, такие зоны



Фиг. 132. Сплав Al—16% Ag, остаренный в течение 5 суток при 160° С (по Никольсону и др. [102, 106, 107]).

Видны сфероидальные зоны Гинье—Престона. Потемнение зон, обогащенных серебром, можно отнести за счет, в основном, большего фактора атомного рассеяния серебра, чем алюминия (абсорбционный контраст). Однако видно, что контраст усиливается у экстинкционных контуров (т. е. имеет дифракционную природу). $\times 161\,000$.

можно разрешить только в том случае, если фольга ориентирована так, что плоскость дисков параллельна падающему пучку. Таким образом, зоны, лежащие параллельно поверхности фольги, обнаружить невозможно. Например, если фольга имеет ориентировку [001], то наблюдаются зоны вдоль (100) и (010), в то время как при ориентировке [110] наблюдаются лишь зоны (001), см. фиг. 133. Зоны сферической формы встречаются также



Фиг. 133. Сплав Al—4% Si, остаренный в течение 16 час при 130° С (по Никольсону и Наттингу [101]).

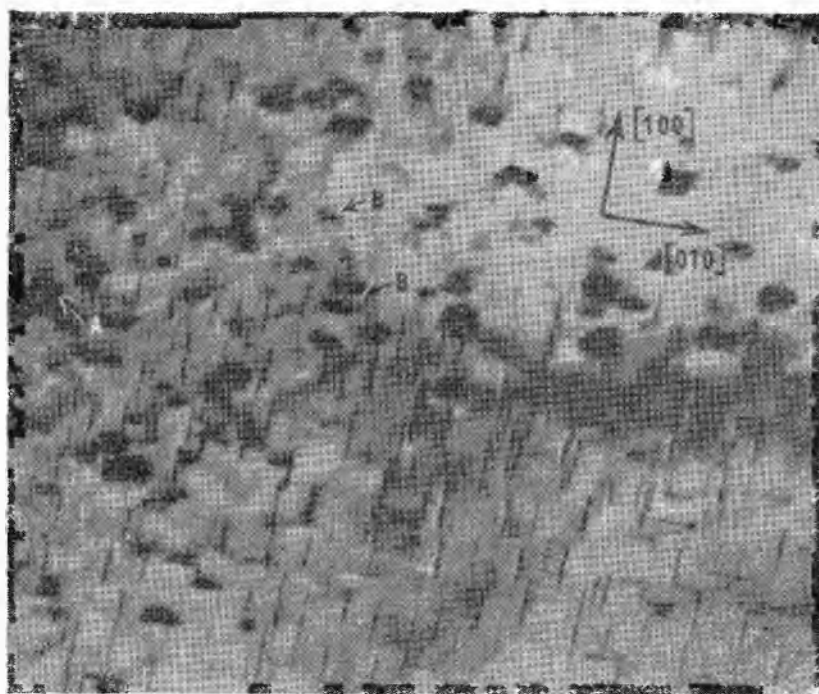
Видны зоны Гинье—Престона толщиной $\sim 4 \text{ \AA}$. Обратите внимание на эффекты контраста вокруг зон, указывающие на присутствие полей искажений, связанных с когерентностью. Ориентировка фольги [110], зоны параллельны [001]. Зоны по [100] и [010], расположенные под 45° к поверхности фольги, не обнаруживаются. Фиг. 24 представляет собой электронограмму от участка, подобного показанному здесь, но с ориентировкой [001]. $\times 575\ 000$.

в более сложных сплавах [103], например, в сплавах $\text{Al} - \text{Mg} - \text{Zn}$, $\text{Al} - \text{Mg} - \text{Zn} - \text{Cu}$ и т. д., а в сплавах $\text{Al} - \text{Mg} - \text{Si}$ наблюдаются иглообразные зоны вдоль направлений $\langle 100 \rangle$ [104].

Тонкие пластинчатые или иглообразные зоны, если они благоприятно ориентированы, дают одномерные дифракционные эффекты, как ранее было рассмотрено в гл. 1 (см. фиг. 23). Таким образом, на дифракционной картине от пластинчатых или иглообразных зон видны полосы (см. фиг. 24), длина которых уменьшается по мере утолщения зон (при продолжении старения); в конце концов, от выделения получается двумерная картина. Следовательно, по дифракционным картинам можно обнаружить изменения в структуре прежде, чем они могут быть разрешены микроскопически; поэтому использование микродифракции очень полезно при изучении высокодисперсных структур.

Образование зон соответствует первому увеличению твердости, возникающему при старении. Считают, что упрочнение при образовании зон является либо дисперсионным упрочнением, либо упрочнением от деформации решетки, либо химическим упрочнением, либо их комбинацией. При дисперсионном упрочнении зоны или выделения должны быть недеформируемыми и являться препятствиями движению дислокаций [124—126]. Подобным образом упрочняются сплавы типа $\text{Al} - \text{Mg} - \text{Zn}$ [103]. При упрочнении от деформации решетки движению дислокаций будут препятствовать упругие искажения вокруг зон, возникающие как результат тех или иных кристаллографических различий между сопряженными решетками зон и матрицы [102]; предел текучести сплава возрастет. Результаты, полученные на сплавах $\text{Al} - 4\% \text{ Cu}$, дают некоторое основание считать, что их упрочнение определяется действием именно этого механизма. Например, на фиг. 133 искажения вокруг когерентных зон Гинье — Престона I обнаруживаются по просветлению или потемнению, т. е. по эффектам контраста, аналогичным найденным вокруг дислокаций [101]. Поэтому возможность обнаружения зон существенно зависит от ориентировки, и обычно, чтобы увидеть их, необходимо наклонять фольгу; в частности, в случае зон Гинье — Престона I фольга должна быть ориентирована точно по $\langle 100 \rangle$ или $\langle 110 \rangle$. Полагают, что при химическом упрочнении рост прочности вызван повышением химической энергии (и энтропии) из-за увеличения числа связей между атомами растворителя и растворенного вещества; дислокации при этом перерезают зоны. Однако вклад в упрочнение будет также вноситься различиями в модулях упругости зон (или выделений) и матрицы. Теорию химического упрочнения можно применить лишь к когерентным зонам или выделениям, т. е. ко вторым фа-

зам, которые деформируются однородно с матрицей [127, 128]. В настоящее время уже проведены прямые наблюдения дислокаций, перерезающих зоны [50, 102].



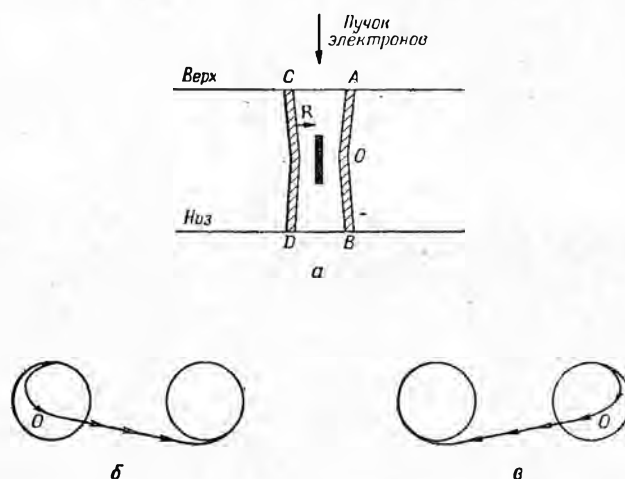
Фиг. 134. Сплав Al—4% Si, остаренный в течение 1 суток при 130° С (по Никольсону и Наттину [101]).

Видны пластинки θ'' -фазы, лежащие параллельно пучку электронов в плоскостях (100) и (010). Ориентировка фольги [001]. Обратите внимание на эффекты контраста вокруг выделений. θ'' -фаза в толще фольги имеет одинаковое потемнение с обеих сторон (например, у A). Если же выделение находится у верхней или нижней поверхности, то контраст возникает только с одной стороны (например, у B). Контраст возникает из-за смещений атомов, перпендикулярных плоскости выделения (когерентные искажения) и подобен контрасту на изображении дислокаций (см. Фиг. 135). $\times 240\ 000$.

Если сплавы Al—Si подвергаются несколько более длительному старению, например в течение 1 суток при 130° С, то образуются зоны второго типа, или когерентные промежуточные выделения, называемые θ'' -фазой. Вокруг них легко обнаруживаются эффекты контраста, если просматривать тонкие фольги с ориентировкой [100] (см. фиг. 134). Как и в случае зон Гинье—Престона I, эти эффекты контраста связаны с полями искажений

в матрице, вызванными присутствием когерентных выделений θ'' -фазы.

Контраст вокруг тонких когерентных зон или выделений можно объяснить и с помощью амплитудно-фазовой диаграммы [95]. На фиг. 135, *a* схематически показано, как выделение, образовавшееся с уменьшением объема, т. е. в условиях растяжения, искажает столбики кристалла *AB* и *CD* по обе стороны

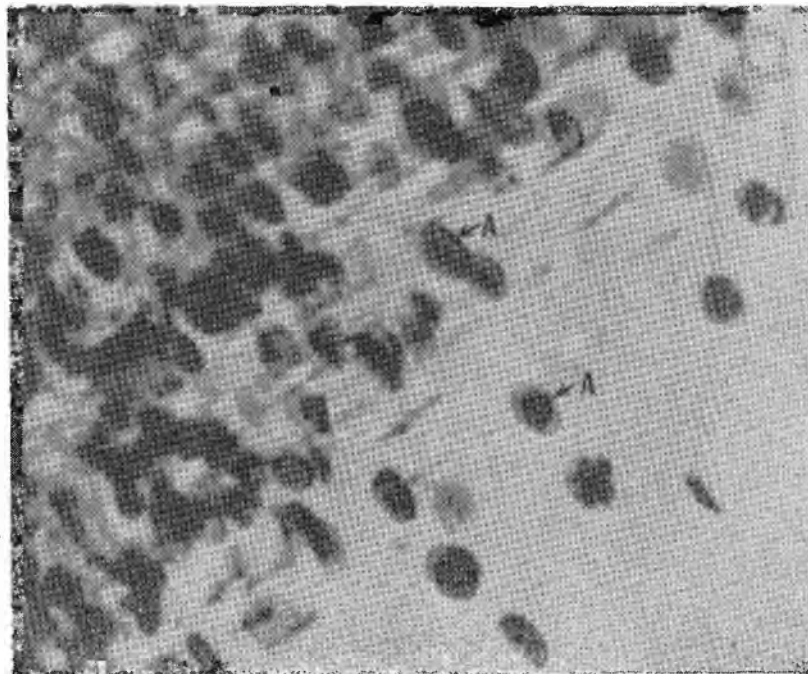


Фиг. 135. *a* — тонкая фольга, содержащая когерентную зону или тонкое выделение, наблюдаемое со стороны ребра;

b — амплитудно-фазовая диаграмма для столбика *AB*;
в — амплитудно-фазовая диаграмма для столбика *CD*
 (по Велану [95]).

от него (как около зон Гинье — Престона I). Для выделений, образовавшихся в условиях сжатия, смещение столбиков было бы обратным. В любом случае поле упругих искажений подобно полю вокруг призматической дислокационной петли. Таким образом, амплитудно-фазовую диаграмму для части столбика *AO* можно представить в виде развернутой спирали, а для части столбика *OB* — в виде свернутой спирали (см. фиг. 129, *б* спирали 1 и 2, соответственно). Результирующая амплитудно-фазовая диаграмма для всего столбика будет тогда такой, как показано схематически на фиг. 135, *б*. Амплитудно-фазовая диаграмма для столбика *CD* по другую сторону от выделения показана на фиг. 135, *в*; она является зеркальным отображе-

нием амплитудно-фазовой диаграммы на фиг. 135, б. Выделение в центре фольги, наблюдаемое со стороны ребра, должно тогда вызвать появление одинакового потемнения (на светлом изображении) по обе стороны от выделения. Однако,

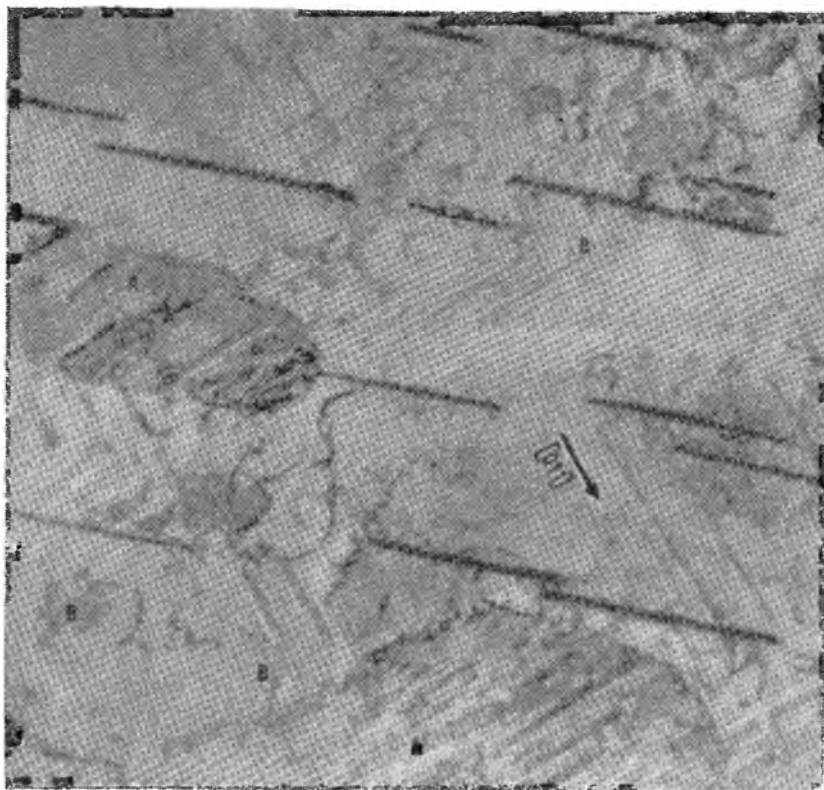


Фиг. 136. Сплав Al—4% Cu, остаренный в течение 12 час при 200° C (по Никольсону и др. [102]).

Видны частицы фазы θ' (CuAl_2). Возможно, что вокруг выделений имеются дислокационные кольца, расположенные параллельно поверхности (например, у A). $\times 32\,000$.

если выделение расположено ближе к одной из поверхностей фольги, контраст получается только с одной стороны. Примеры этих эффектов можно видеть на фиг. 134. Как и для дислокации, максимальный контраст получается, когда вектор смещения R [выражение (5.8)] перпендикулярен падающему электронному пучку и когда действует сильное отражение, например на экстинкционном контуре. Этот эффект также ясно иллюстрируется на фиг. 134, где можно видеть, что контраст становится слабее с удалением от контура, т. е. с увеличением отклонения от брэгговского условия.

При старении легких сплавов после зонной стадии происходит образование промежуточных выделений, которые обычно частично сопряжены с матрицей. В этом случае несоответствия



Фиг. 137. Сплав Al—4% Si, остаренный в течение 1 часа при 300° С.

Видны выделения θ' -фазы (CuAl_2) [ориентировка выделений (001)]. Обратите внимание на муаровый узор внутри выделений, расположенных параллельно поверхности, А, и поперечное скольжение В. $\times 38\,500$.

решеток настолько велики, что их нельзя скомпенсировать упругими искажениями, поэтому предполагается, что поверхность раздела образована сеткой дислокаций [129]. Это предположение было подтверждено на сплавах Al—4% Si, остаренных для получения промежуточной θ' -фазы, образующейся также в плоскостях {100}. Например, на фиг. 136 пластинки θ' -фазы, лежащие параллельно поверхности фольги, окружены петлями

дислокаций. Сетки дислокаций выявляются также на муаровой картине, получающейся от наложенных решеток θ' -фазы и матрицы, если пластинки θ' -фазы лежат параллельно поверхности фольги, например, у *A* на фиг. 137. На этой микрофотографии можно также наблюдать дислокации и поперечное скольжение. Следовательно, метод муарового узора можно использовать для изучения поверхности раздела между двумя фазами при условии, что одна из фаз будет в виде тонкой пластинки или диска, а плоскости решетки, которые нужно разрешить, расположены параллельно пучку. В сплавах Al—Ag промежуточная фаза γ' является гексагональной и образуется в виде тонких пластинок по плоскостям (111) матрицы [102, 106, 107]. Поскольку эта структура соответствует гранецентрированной кубической решетке, содержащей дефекты роста на каждой второй плоскости (111), контраст от этих выделений в точности подобен контрасту, наблюдаемому от дефектов упаковки, и, как показано на фиг. 138, *a*, появляются характерные полосы. Эти полосы четко наблюдаются только тогда, когда имеется сильное брэгговское отражение, например у экстинкционных контуров (см. гл. 2, § 3, п. 3). На изображении выделения *A* контрастные полосы возникают у концов пластинки, но в центре их нет. Это означает, что в средней части пластинки общее число наложенных друг на друга дефектов равно 3, 6 или 9 и т. д.; так что суммарная разность фаз в дифрагированной волне равна нулю, т. е. $\varphi = \pm 360^\circ$ (см. § 2, п. 14, настоящей главы), и контраст отсутствует. Следовательно, пластинка *A* должна иметь линзовидную форму, причем центральная часть должна быть толще краев на одну элементарную ячейку [101].

Согласно имеющимся наблюдениям, γ' -фаза зарождается только гетерогенно на дефектах упаковки, например на сидячих дислокациях Франка (фиг. 117, *a*) или на диссоциированных геликоидальных дислокациях [106, 107]. На фиг. 138, *b* показана ранняя стадия образования γ' -выделений на геликоидах *H* и петлях *F*. Эти несовершенства являются благоприятными местами для зарождения, поскольку диффузия атомов серебра к дефектам будет локально снижать энергию нарушения упаковки; тогда геликоиды могут диссоциировать [реакция, обратная (5.5)], образуя при этом сидячую дислокацию Франка и дефект упаковки на плоскости (111). Эти дефекты становятся затем базисными плоскостями пластинок. Следует отметить, что контраст в точке *F* на фиг. 138, *b* аналогичен контрасту от тетраэдров дефектов упаковки в закаленном золоте (фиг. 117, *b*).

В большинстве случаев движение дислокаций в остаренных сплавах запутано множеством специфических деталей, выявляемых на микрофотографиях. Тем не менее движение дислокаций



Фиг. 138. *а* — сплав Al—16% Ag, закаленный от 520° С и оstarенный в течение 5 суток при 160° С (по Никольсону и Натгину [106]). Видны сфероидальные зоны и γ' -выделения (обратите внимание на полосчатый контраст). $\times 30\,000$.

б — сплав Al—16% Ag.

Видно зарождение пластинок γ' -фазы на петлях сидячих дислокаций Франка *F* и диссоциированных геликоидальных дислокациях *H*. $\times 21\,000$.

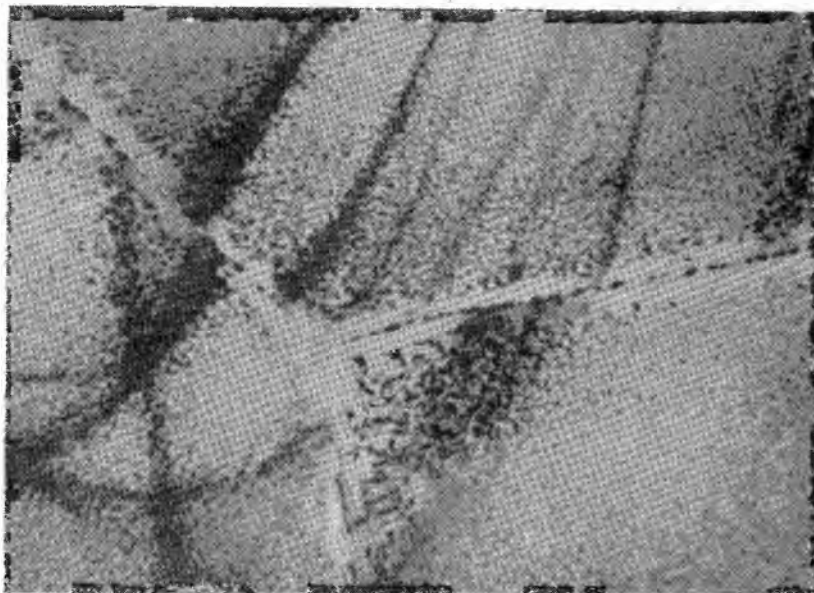
наблюдалось сквозь когерентные и частично когерентные выделения, но не наблюдалось сквозь некогерентные [50]. Некогерентные фазы обычно возникают на заключительных стадиях старения (т. е. при перестарении), например, θ -CuAl₂ в сплаве Al—Cu, γ -фаза в сплаве Al—Ag и т. д. Эти фазы обычно образуют включения достаточно больших размеров, так что их можно разрешить с помощью светового микроскопа. Приготовить фольги из сплавов с некогерентными фазами очень трудно, однако были получены результаты, подтверждающие, что дислокации предпочитают обходить некогерентные выделения путем поперечного скольжения, а не перерезать их (например, фиг. 137). Закрепляющиеся при этом отрезки дислокационной линии могут действовать как источники дислокаций [51, 126]. Можно ожидать, что наиболее твердыми будут сплавы, содержащие очень мелкие, близко расположенные друг от друга некогерентные включения, как найдено, например, в некоторых внутренне окисленных металлах и сплавах [130].

Одной из трудностей, обычно встречающихся при использовании высокопрочных легких сплавов, является их чувствительность к межзеренному разрушению. Электронно-микроскопические исследования показали, что эта чувствительность связана с образованием зон, свободных от выделений и примыкающих к границам зерен, в то время как матрица и границы зерен густо усеяны выделениями [103]. Пример такого состояния для случая высокопрочного сплава Al—Mg—Zn показан на фиг. 139. Причина межзеренного разрушения заключается в том, что пластическое течение происходит преимущественно в свободных от выделений относительно мягких областях. Это подтверждается исследованиями после деформации, проведенными методом реплик, а также тем фактом, что в зонах, примыкающих к границам зерен, часто наблюдается высокая плотность дислокаций. Установлено также, что в этих областях действуют источники дислокаций [50]¹⁾.

Одной из интересных особенностей сплавов, отмеченных при их исследованиях, является то, что многие из «вросших» дислокаций в конечном счете становятся преимущественными местами выделения новой фазы [70, 102]. Например, в сплавах Al—Mg—Zn (фиг. 140) и Al—4% Cu (фиг. 141) θ' -выделения образуются на геликоидальных дислокациях [52, 111]. Можно разделить эффекты от дислокаций и выделений, наклоня образец; при этом достигается исчезновение контраста у дислокаций, тогда как контраст на выделениях существенно не меняется (ср. например, участки А и В на фиг. 141). Эти наблюдения показы-

¹⁾ См. также [167] и [171]. — Прим. ред.

вают, что большинство исходных дислокаций в результате преимущественного выделения на них становятся неспособными к движению и что для протекания пластической деформации необходимо создать новые дислокации. Таким образом, на вопрос,



Фиг. 139. Сплав Al—3% Mg—6% Zn, оstarенный в течение 1 суток при 160° С.

Видны три зерна, преимущественное выделение по границам зерен и свободные от выделений приграничные области. Картина аналогична наблюдающейся в закаленных металлах (см. фиг. 118). Темные полосы являются изгибными экстинкционными контурами. Обратите внимание на то, что выделение можно ясно наблюдать даже далеко от контуров. $\times 12\,500$.

«что представляют собой источники скользящих дислокаций и где они находятся», пока не получено полного ответа, и требуются дальнейшие исследования на фольгах.

Прямые наблюдения фазовых превращений в сплавах Al—4% Cu [111] с использованием приспособления для нагревания показали, что в связи с малой толщиной фольг (~ 1000 Å) выделение происходит, главным образом, у поверхностей. Поэтому в таких экспериментах не всегда выясняется поведение массивного материала. Однако, измеряя скорости растворения и выделения второй фазы, можно получить сведе-

ния о диффузии. Для этого регистрируют меняющуюся микрокартину на киноплёнке, а затем измеряют изменение размеров частиц во времени непосредственно на кинокадрах. Таким путем



Фиг. 140. Сплав Al—3% Mg—6% Zn, остаренный в течение 5 суток при 160° С.

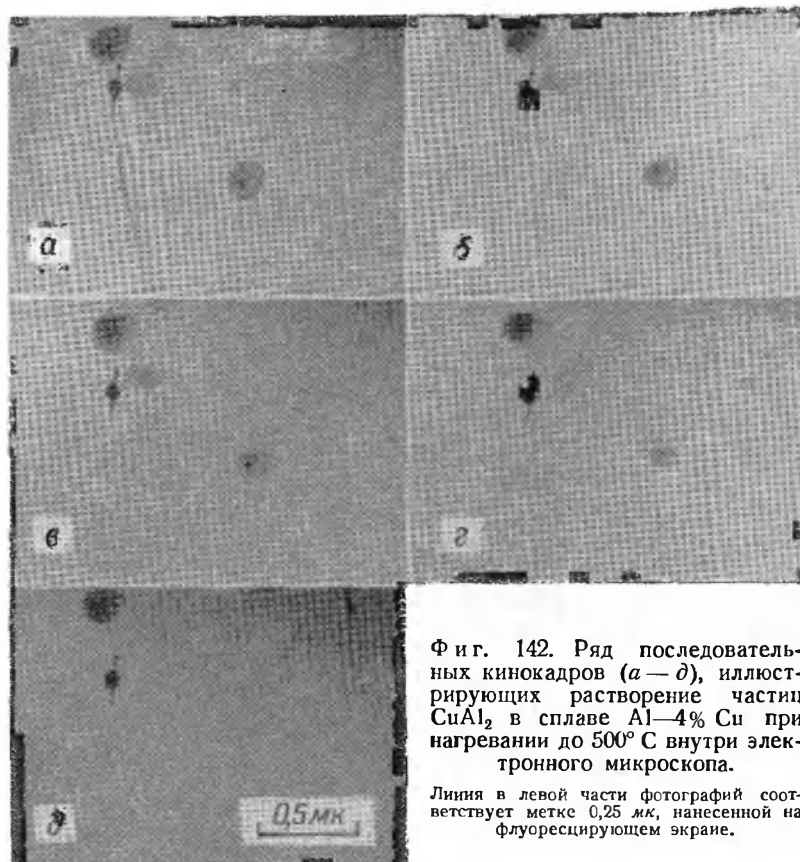
Обратите внимание на преимущественное выделение M' — $MgZn_2$ -фазы на дислокациях и на растянутой гексагональной сетке C . AB —граница зерен. $\times 10\,000$.

по скорости растворения частиц $SuAl_2$ при $\sim 500^\circ\text{C}$ был получен коэффициент диффузии Su в Al . Типичный ряд кадров показан на фиг. 142, a — d . Однако лишь в немногих случаях наблюдалась постоянная скорость изменения $d(r^2)/dt$ (r —радиус выделения в момент времени t), например, в тех случаях, когда можно считать, что скорость растворения лимитируется диффу-



Фиг. 141. Ранняя стадия выделения θ' -фазы на геликоидальных дислокациях AA в сплаве Al—4% Cu.

Обратите внимание на петли вокруг частиц B и отсутствие контраста на связующей дислокации. $\times 42\,000$.



Фиг. 142. Ряд последовательных кинокадров (а — е), иллюстрирующих растворение частиц SiAl_2 в сплаве $\text{Al}-4\% \text{Si}$ при нагревании до 500°C внутри электронного микроскопа.

Линия в левой части фотографий соответствует метке $0,25 \text{ мк}$, нанесенной на флуоресцирующем экране.

зией. Тогда $r^2 = kDt$, где k — константа скорости и D — коэффициент диффузии элемента к выделению или от него¹⁾. Константа скорости роста k зависит от формы выделения, и можно показать [111], что для сферических частиц она равна

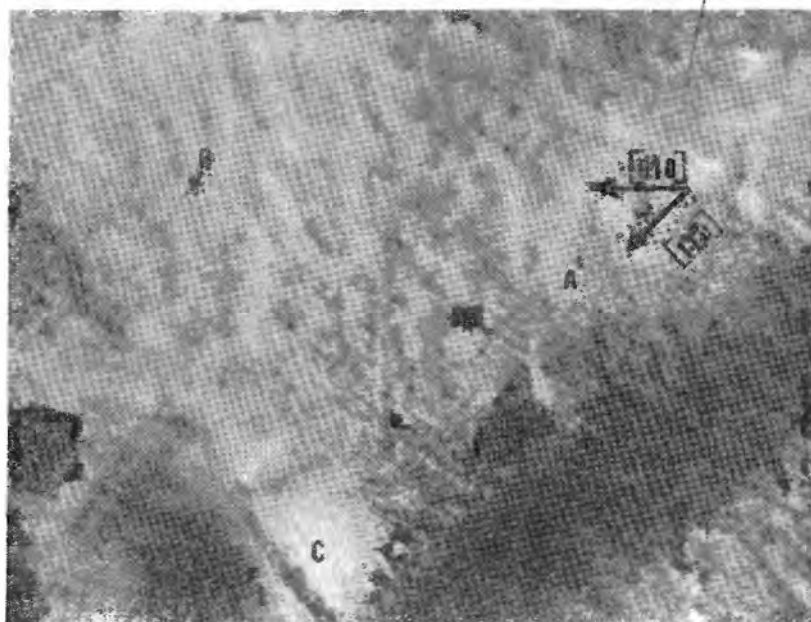
$$2 \frac{\rho_s - \rho_e}{\rho_c - \rho_s}.$$

Отсюда коэффициент диффузии равен

$$D = - \frac{1}{2} \frac{\rho_c - \rho_s}{\rho_s - \rho_e} \frac{d(r^2)}{dt}, \quad (5.13)$$

¹⁾ См., например, [159, 160].

где ρ_c , ρ_s и ρ_e — атомные концентрации диффундирующего элемента соответственно внутри выделения, у его поверхности и на больших расстояниях от него. Поскольку $d(r^2)/dt$ можно определить из последовательных кадров кинофильма, подобных



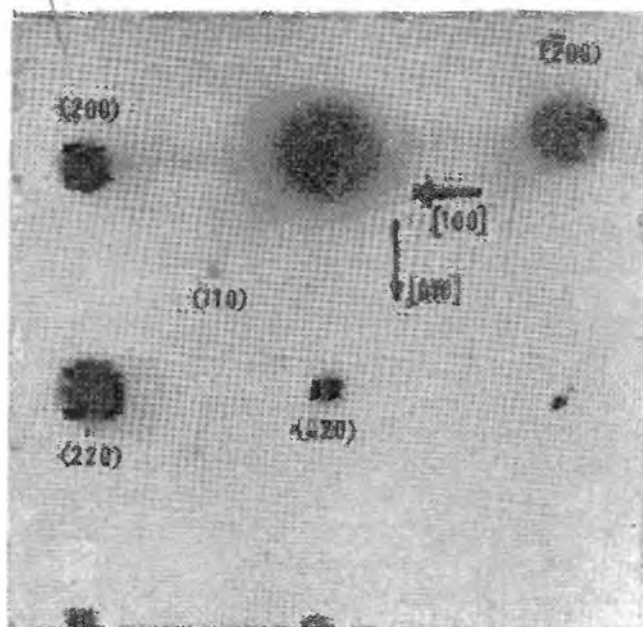
Фиг. 143а. Сплав Cu — 2% Be — 0,2% Co, остаренный в течение 1 час при 100° С.

Видны зоны, параллельные (100) и расположенные вдоль следов (110). Обратите внимание на полосы, проходящие по двойниковой границе C, разрешенные зоны, лежащие параллельно поверхности B, усиленный контраст A вблизи изгибных экстинкционных контуров. $\times 45\ 000$.

показанным на фиг. 142, а ρ_c , ρ_s , ρ_e можно найти из диаграммы фазового равновесия, то можно получить значения D . Такой расчет для сплава Al—1,6 ат. % Cu выполнили Томас и Велан [111]. Они получили значение D для Cu в Al (500° С), приблизительно равное $2 \cdot 10^{-9} \text{ см}^2 \cdot \text{сек}^{-1}$, т. е. имеющее тот же порядок величины, что и значение D , сообщаемое, например, в работе [161].

Дальнейшее усовершенствование приспособления для нагревания образцов в электронном микроскопе может привести к удобному способу измерения коэффициентов диффузии. Однако

в настоящее время применение этого способа, по-видимому, ограничено из-за неопределенностей в теоретической интерпретации, неучета поверхностных эффектов (в частности, их влияния на скорость растворения), трудностей определения действительной формы частиц и трудности точного измерения температуры. Мы должны также помнить, что описанный выше расчет



Фиг. 1436. Микроэлектронограмма участка, близкого к А (фиг. 143а).

Плоскость фольги приблизительно (001). Полосы, идущие параллельно (100), подобны найденным для зон Гинье—Престона I в сплаве Al—4% Si (см. фиг. 24). Видно также сверхструктурное отражение (110).

основывается на рассмотрении процесса, обратного выделению (т. е. относится к малым значениям константы скорости), и является приблизительным, поскольку до сих пор точного решения задачи растворения еще не найдено.

Из этих экспериментов вытекает и тот факт, что повышение температуры образцов Al—Si под воздействием электронного пучка при использовании двойного конденсора (диаметр пятна на образце 10 мк, ток пучка 30 мка) очень мало (вероятно, менее 40° C).

Сплавы на титан-алюминиевой основе также являются термически обрабатываемыми сплавами и очень интересны благодаря сочетанию низкого удельного веса с высокой прочностью. Исследование процесса старения в этих сплавах [108] выявило интересные особенности превращения β -фазы (объемноцентрированная кубическая) в α -фазу (гексагональная плотно упакованная). В частности, в α -фазе титана, содержащей до 15% Al, были обнаружены упорядоченные субструктуры. Используемый в работе [108] микродифракционный метод оказался неопределимым для определения кристаллографических особенностей превращения. Действительно, при изучении фазовых превращений в сплавах этот метод имеет огромное преимущество перед стандартными дифракционными методами.

Представляют интерес сплавы Cu—Be и Cu—Be—Co, поскольку они являются дисперсионно-твердеющими, а дислокации в них, в зависимости от состава, более или менее сильно диссоциированы [109]. Таким образом, эти материалы удобны для исследования взаимодействия вытянутых дислокаций с выделениями. На ранних стадиях старения зоны или выделения вызывают вокруг себя эффекты контраста, аналогичные эффектам, наблюдаемым для зон Гинье—Престона I в сплавах Al—Cu [101], а на дифракционной картине также появляются полосы, проходящие через рефлексы $\{200\}$ вдоль направлений $\langle 200 \rangle$. На фиг. 143а показан пример зон в сплаве Cu—2% Be—0,2% Co, а на фиг. 143б — соответствующая дифракционная картина. Наличие рефлексов $\{110\}$ показывает, что зоны являются упорядоченными.

3. Дифракция электронов и темнопольное изображение

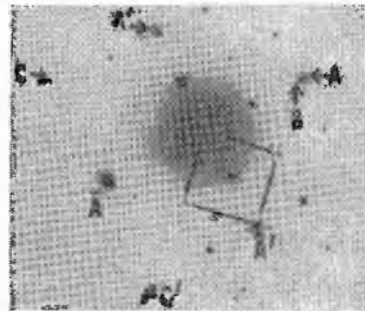
Если на исследуемом в электронном микроскопе участке сплава имеется достаточно выделений второй фазы (или они достаточно велики), то на микродифракционных картинах будут наблюдаться дополнительные рефлексы от выделений. Можно провести анализ и индицирование этих картин с помощью методов, приведенных в приложении А; таким путем можно установить ориентационные соотношения и другие кристаллографические характеристики. На фиг. 144 дана микродифракционная картина, полученная от сплава Al—4% Cu, остаренного до образования только θ -CuAl₂ выделений [111]. Решетка Бравэ θ -CuAl₂ выделений является объемноцентрированной тетрагональной с $a = 6,054 \text{ \AA}$ и $c = 4,864 \text{ \AA}$ ¹⁾, в то время как решетка Бравэ алюминиевой матрицы является гранецентрированной кубической

¹⁾ Рентгеновские данные Брэдли и Джонса [162].

с $a = 4,04 \text{ \AA}$. На основании этих данных и зная структурный фактор, можно указать возможные отражающие плоскости и соответствующие им межплоскостные расстояния d . Таким образом, на фиг. 144 рефлексы от матрицы (в точках A, A', C, A, A', C') можно идентифицировать как $(200), (020), (\bar{2}20), (2\bar{2}0), (0\bar{2}0), (\bar{2}\bar{2}0)$ соответственно. Это означает, что поверхность фольги приблизительно совпадает с плоскостью (001) , т. е. электронный пучок параллелен направлению $[001]$ матрицы.

Фиг. 144. Микроэлектронограмма фольги сплава $\text{Al}-4\% \text{ Cu}$, содержащей отдельные выделения — кристаллики $\theta\text{-CuAl}_2$.

Видна вторая сетка рефлексов, принадлежащая θ -фазе. Отражения от матрицы расположены в точках A, C и т. п., отражение (220) от θ -фазы расположено в B . Обозначены оси a θ -фазы. Пучок электронов параллелен направлению $[001]$ Al и θ -фазы (ось c). Электронограмма получена от участка типа A на фиг. 145.



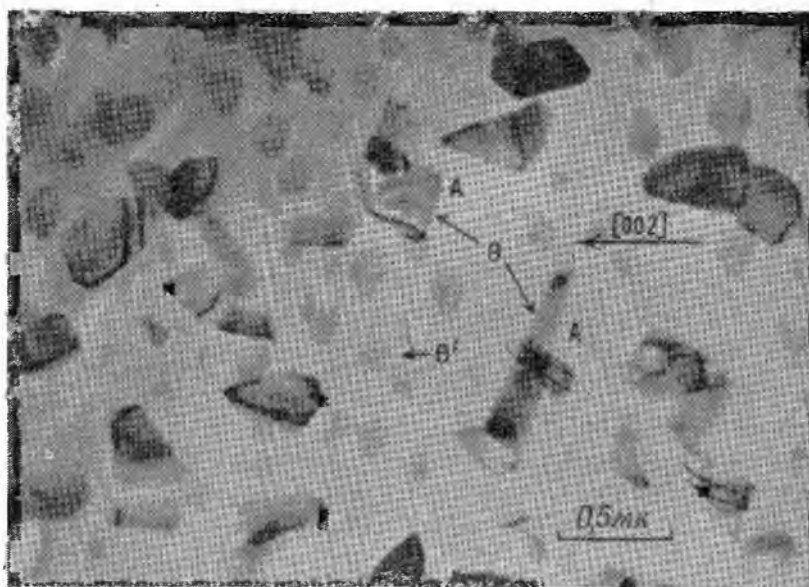
Все дополнительные рефлексы, сетка которых наложена на сетку основных, теперь легко найти и индентифицировать; например, B является рефлексом (220) от решетки θ -фазы. Из дифракционной картины видно, что ось a (отмечена на фиг. 144) расположена перпендикулярно электронному пучку, так что ось c θ -фазы параллельна направлению $[001]$ матрицы. Из этих и других особенностей, которые были установлены, вытекают следующие ориентационные соотношения:

- $[100]$ θ -выделения параллельно $[110]$ матрицы,
- $[001]$ θ -выделения параллельно $[001]$ матрицы.

Если проанализировать ряд дифракционных картин одного и того же образца с различными ориентировками, то можно полностью определить ориентационные соотношения. Хотя это сравнительно легко сделать для приведенного здесь случая, положение сильно осложняется, если структура второй фазы неизвестна, поскольку структурный анализ с применением электронной дифракции весьма сложен (см. гл. 1). В подобных случаях необходимо использовать методы дифракции рентгеновских лучей.

Использование темнопольного освещения часто оказывается ценным, когда наблюдения проводятся на фольгах, содержащих

более одной фазы. Например, если в фольге имеются два различных типа выделений, как на фиг. 145, и оба дают свои отражения, отличные от основных (матрицы), то использование одного из дополнительных дифракционных пятен для образования темнопольного изображения позволяет выявить расположение многих соответствующих выделений на данном участке



Фиг. 145. Светлопольное изображение фольги сплава Al—4% Cu, содержащего θ -фазу (у точки A) и частицы θ' — CuAl_2 .

Используя один из рефлексов θ - или θ' -фазы, мы получаем темнопольное изображение, позволяющее различить θ - и θ' -фазы. Обратите внимание на экстинкционные контуры на изображении выделений. $\times 30\,000$.

фольги. Подобным образом удалось различить θ' и θ - CuAl_2 выделения в сплавах Al—Cu [111] на участках, подобных показанному на фиг. 145 (светлопольное изображение).

Для оценки толщины фольги по ширине проекции выделившихся частиц, расположенных в поперечном сечении фольги, надо вначале убедиться, что выделение пересекает верхнюю и нижнюю поверхности. Это можно сделать путем использования одного из матричных дифракционных пятен для получения темнопольного изображения. Если выделение действительно простирается на всю толщину фольги, то в темнопольном изо-

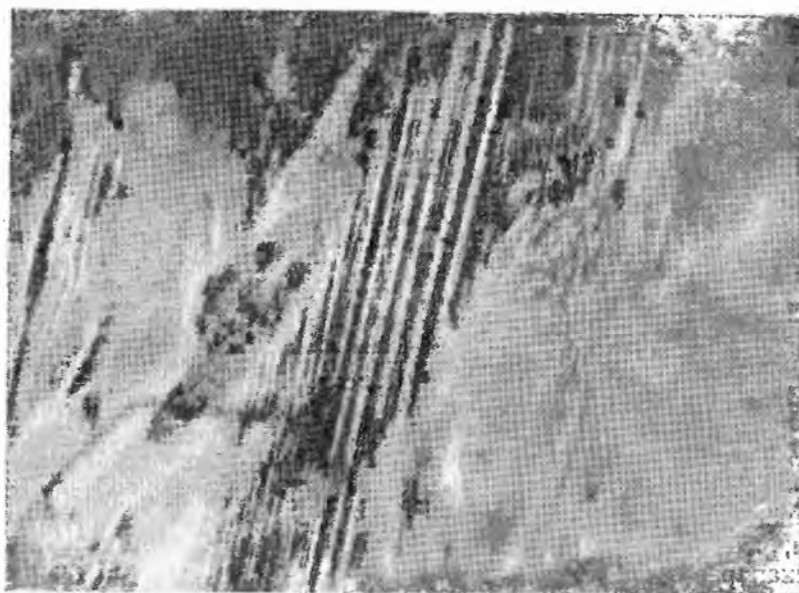
бражении оно будет выглядеть подобно отверстию в пленке, так как в направлении отражений от матрицы оно рассеивает ничтожное количество электронов. Толщину фольги можно тогда оценить тем же способом, каким она определяется по следам дислокаций (см. приложение А).

4. Мартенситные превращения

Мартенситные превращения широко исследованы с помощью физических методов и рентгенографически, но из-за трудностей приготовления фольги из массивных образцов лишь совсем недавно стало возможным прямое выявление тонких деталей, связанных с мартенситной структурой. Данные, полученные Питчем [114, 115] о превращении в тонких фольгах сплавов железа, содержащих углерод и азот, показали, что сдвиговое превращение аустенита в мартенсит при закалке примерно от 700°C подчиняется ориентационным соотношениям: направление $[110]$ аустенита параллельно направлению $[111]$ мартенсита и плоскость (110) аустенита параллельна плоскости (112) мартенсита. Это соотношение существенно отличается от любого из ориентационных соотношений, установленных в массивном материале (см., например, [131] и [132]). Различие объясняется тем, что в тонких металлических пленках исходная кристаллическая решетка меньше препятствует протеканию превращения по мартенситному механизму, чем в массивном материале. Это, кроме того, указывает на то, как осторожно надо подходить к сопоставлению поведения тонких пленок с поведением массивных образцов. Однако Келли и Наттинг [110] приготовили фольги различных углеродистых и никелевых сталей из массивных образцов струевым методом полировки, описанным в гл. 4, § 3, п. 4. Эта работа показала, что в малоуглеродистых сталях мартенсит образуется в виде длинных игл, параллельных плоскости (111) α -фазы, в то время как в высокоуглеродистых сталях мартенсит возникает в виде пластинок, образованных непрерывным рядом тончайших двойников. Ориентационные соотношения, выведенные из микрофотографий и микродифракционных картин, согласуются с габитусной плоскостью $\{225\}$ аустенита, ожидаемой в высокоуглеродистых сталях [131]. На фиг. 146а видны двойники, расположенные параллельно плоскостям $\{112\}$ мартенсита. В результате отпуска такого образца карбидные частицы образуются именно по границам этих двойников (фиг. 146б).

Теоретическое рассмотрение мартенситного превращения [131, 132] привело к выводу, что общая деформация состоит из двух компонент: однородной макроскопической деформации,

которая вызывает характерное изменение формы, и последующего сдвига, однородного лишь в малых областях, который приводит к правильной решетке без дополнительного изменения



Фиг. 146а. Углеродистая сталь (0,985% С), закаленная от 850° С (по Келли и Наттунгу [110]).

Видны двойники, параллельные {112} мартенсита. $\times 61\,000$.

формы. Принималось, что этот второй сдвиг происходит либо путем скольжения, либо путем двойникования в решетке мартенсита. Электронно-микроскопические данные явно говорят в пользу того, что в сплавах железа [110, 114, 115] второй сдвиг протекает путем двойникования. То, что структура, представленная на фиг. 146а, действительно sdвойникована, легко можно доказать с помощью микродифракционной картины, на которой будут наблюдаться рефлексy от двойников (см. гл. 1, § 14, п. 2). Кроме того, поскольку контраст между соседними двойниковыми полосками возникает исключительно из-за различия в ориентировке между sdвойникованными и несдвойникованными частями кристалла, двойники могут выглядеть светлыми или темными, и контраст можно изменить на обратный, переходя от светлопольного изображения к темнопольному. Однако на мик-

рофотографиях сплавов $\text{Cu}-12\% \text{Al}$ внутри мартенситных пластин наблюдаются [133] дефекты упаковки, как показано на фиг. 147. Таким образом, можно рассматривать превращение



Фиг. 1466. Углеродистая сталь (0,985% C), закаленная от 850° С после отпуска в течение 1 час при 300° С (по Келли и Наттингу [110]).

Видно выделение частиц Fe_3C по двойниковым границам в мартенсите. $\times 15\,000$.

так: объемноцентрированная кубическая структура (упорядоченная) $\rightarrow$ гранецентрированная кубическая структура (упорядоченная с дефектами упаковки)¹⁾.

Келли и Наттинг [110] рассмотрели факторы, определяющие твердость мартенситных сталей, и на основании своих наблюдений пришли к выводу, что повышение твердости углеродистых сталей определяется, в основном, наличием большого количества границ двойников, которые образуются при условии, что мартенсит возникает в пластинчатой форме (т. е. в высокоуглеродистых сталях). Другими факторами, вносящими свой вклад в упрочнение, являются пересыщение углеродом решетки мартенсита и внутренние упругие искажения, возникающие в результате превращения.

¹⁾ Swapp, Walimont, частное сообщение.

Поскольку существует много других систем, в которых происходят мартенситные превращения, имеются большие возможности расширить работы подобного рода, что приведет металлословесов к более полному пониманию сложной природы этих



Фиг. 147. Сплав Cu — 12% Al, закаленный от 800° С.
Видны дефекты упаковки внутри пластинок мартенсита. $\times 40\,000$.

превращений. Здесь также было бы полезно использовать приспособление для нагревания образца, чтобы непосредственно наблюдать процесс отпуска и получить кинетические данные.

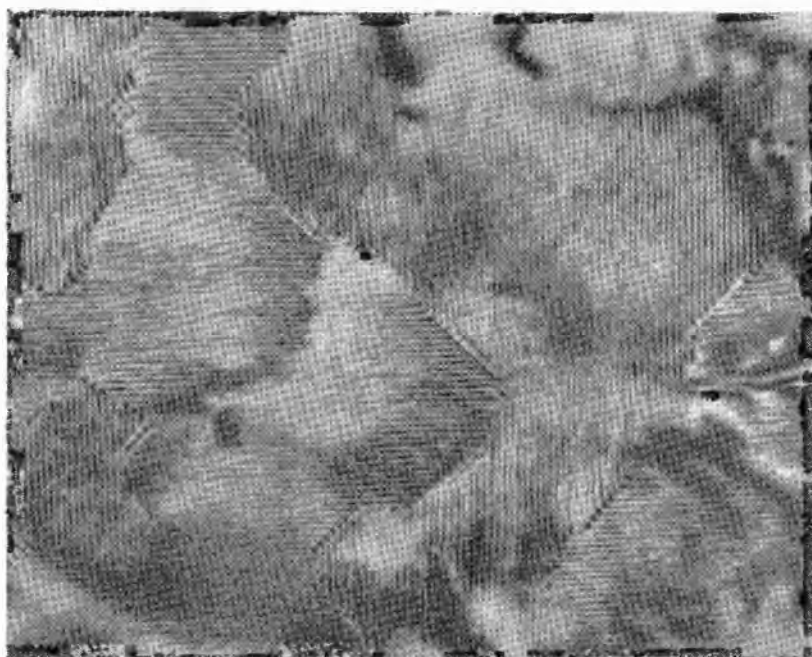
5. Наблюдения упорядочения в тонких фольгах

В твердых растворах многих сплавов ниже некоторой критической температуры атомы растворителя и растворенного вещества могут занимать в решетке предпочтительные места; в результате такого процесса упорядочения возникает сверхструктура. Степень порядка зависит от температуры, времени отжига и состава сплава. Очень часто структура осложняется возникновением антифазных доменов упорядочения. Например, антифазная сверхструктура CuAuII образуется в сплавах Cu—Au . Она переходит в более простую структуру CuAuI в интервале температур между 380°C и температурой разупорядочения 410°C . Упорядоченные структуры в сплавах Cu—Au детально изучались на тонких фольгах, приготовленных напылением, что обеспечивало получение тонких образцов с требуемой ориентировкой, пригодных для достижения высокого разрешения [116—119]. Упорядочение атомов приводит к возникновению доменных структур, дающих контраст на электронно-микроскопическом изображении. Считают, что этот контраст определяется либо взаимодействием между электронами первичного пучка и пучка, дифрагированного на плоскостях упорядоченной решетки с большим межплоскостным расстоянием (см. [117]), либо интерференцией между однократно и двукратно дифрагированными электронными пучками (см. [118]). Однако более простое объяснение различных типов наблюдаемого контраста можно получить при использовании кинематической теории, как показано в § 2, п. 14, настоящей главы.

В случае CuAuII чередующиеся плоскости (002) содержат только атомы золота и только атомы меди, но если сместить «медные» плоскости вдоль оси элементарной ячейки a_1 на полупериод, то они займут положения «золотых» плоскостей, и наоборот. В таких местах возникают границы антифазных доменов [119]. Поэтому сверхструктуру CuAuII можно описать как сверхструктуру CuAuI с периодическим расположением (через каждые $20\text{ \AA}$) границ антифазных доменов, перпендикулярных направлению [100]. На фиг. 148 показан внешний вид этих границ на светлопольной электронной микрофотографии. Для выявления подобных структур необходимо, чтобы, во-первых, фольги были однородны по толщине, точно ориентированы для получения контраста и, во-вторых, микроскоп обеспечивал разрешение лучшее, чем $20\text{ \AA}$. В случае CuAuII ориентировка должна быть [100]. Дифракционная картина, соответствующая этой структуре, показана на фиг. 26; имеющиеся на ней дополнительные пятна-сателлиты являются прямым следствием периодичности доменных границ, равной $20\text{ \AA}$. Следовательно, для

получения изображения таких структур используется только одно дифракционное пятно и его сателлиты (см. гл. 2, § 2).

Как было показано в § 2, п. 14, настоящей главы, антифазные доменные границы выявляются только тогда, когда действует какое-нибудь сильное сверхструктурное отражение и когда сдвиг фаз волн, дифрагированных по разные стороны от



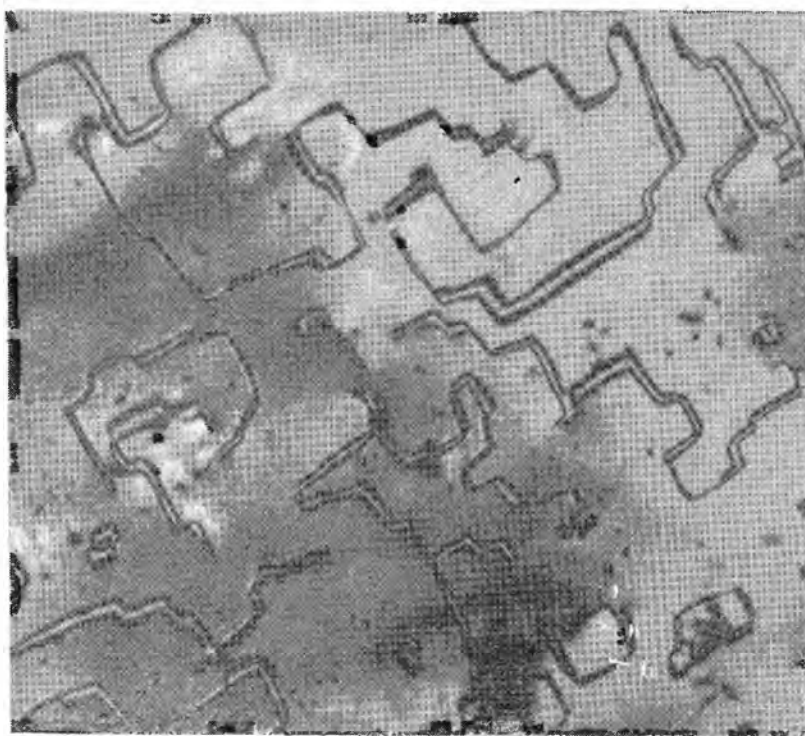
Фиг. 148. Электронная микрофотография сверхструктуры CuAu II (светло-польное изображение) (по Пэшли и Пресланду [119]).

Белые линии представляют собой доменные границы. Для получения изображения использованы пятна, расположенные внутри окружности A на фиг. 26. $\times 400\,000$.

границы, не равен нулю. Резкий контраст получается при использовании темнопольного метода с наклоном осветителя для сохранения высокого разрешения.

Антифазные границы наблюдаются также в более простых сверхструктурах, например в CuAuI , но в этом случае они не являются периодическими, что видно из фиг. 149. Пэшли и Пресланд [119], нагревая образец в микроскопе, проследили переход $\text{CuAuI} \rightarrow \text{CuAuII}$ и показали, что превращение не связано с ка-

ким-либо дислокационным механизмом. Однако дислокации видоизменяют характер роста структур CuAuII . Позднее Пэшли и Пресланд [120] изучали рост тетрагональной структуры CuAuI в фольгах, приготовленных из массивных образцов, и в пластинках CuAuI наблюдали двойники. Наблюдались также границы



Ф и г. 149. Электронная микрофотография CuAuI (светлопольное изображение) (по Пэшли и Пресланду [119]).

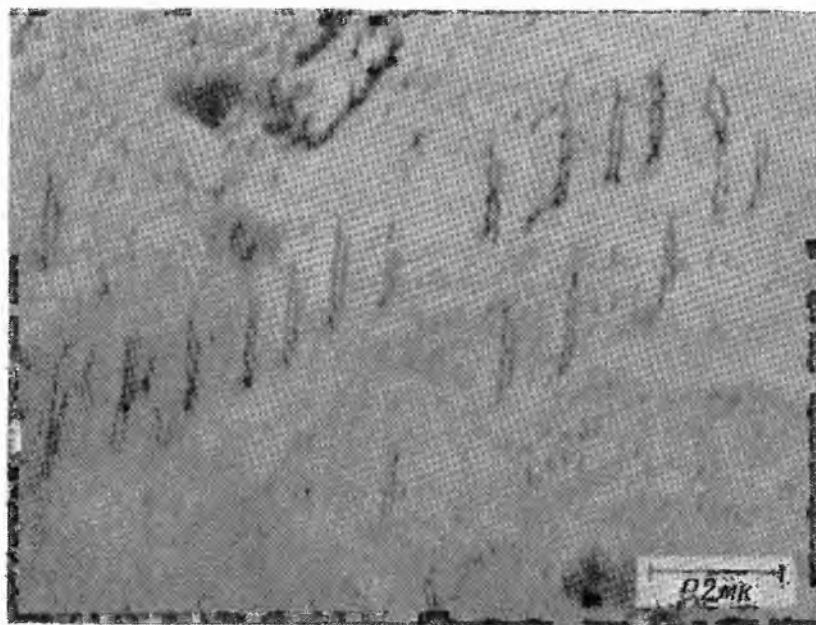
Видны антифазные доменные границы. Наклонные границы выявляются как пары темных полос (эффект контраста подобен эффекту на дефектах упаковки). $\times 250\,000$.

антифазных доменов, связанные с дислокациями и выглядевшие подобно границам, найденным в напыленных фольгах. Такие границы наблюдались также в AuCu_3 и Ni_3Mn [121].

Хорошо известно, что отдельная дислокация, двигаясь в упорядоченной решетке, оставляет за собой полосу антифазной границы [1], и поэтому в упорядоченных сплавах дислокации

стремятся двигаться парами (сверхдислокации) ¹⁾. Впервые пары дислокаций наблюдались Марчинковским и Фишером [121, 122] в AuCu_3 (фиг. 150) и Ni_3Mn .

Для наблюдения доменов и доменных стенок в тонких ферромагнитных пленках использовались разные способы [135, 136],



Фиг. 150. Упорядоченный сплав AuCu_3 (по Марчинковскому и др. [121]).

Видны сверхдислокации (расстояние между ними $130 \text{ \AA}$), образующие границы антифазных доменов.

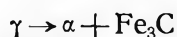
но только недавно для этой цели был применен просвечивающий электронный микроскоп. Хейл и др. [30] показали, что при прохождении электронов сквозь магнитную пленку возникает изображение, обусловленное прямым взаимодействием электронов с магнитным полем образца. В результате наблюдались доменные стенки в пленках пермаллоя и сплава железо — никель [137, 138]. Интересно отметить, что авторы этих работ предпочли электростатический просвечивающий электронный микроскоп,

¹⁾ В зависимости от типа упорядоченной структуры дислокации могут двигаться также группами по три или четыре дислокации (см., например, [166]). — Прим. ред.

чтобы полностью использовать оптическую силу объектива, не боясь влияния магнитного поля объектива на распределение намагниченности магнитномягких фольг [138].

6. Перлитное превращение

В течение многих лет превращение аустенита в перлит в сплавах железа является предметом обширных исследований, отчасти из-за тесной связи этого превращения с закаливается низколегированных сталей, а также из-за самостоятельного интереса, который представляет этот важный тип превращения в твердом состоянии. Распад аустенита на феррит (α) и цементит (Fe_3C)



приводит к образованию пластинчатой структуры перлита, хорошо знакомой металловедам и являвшейся предметом многих исследований с помощью светового и электронного микроскопов (см., например, работу [14], гл. 4). Однако лишь совсем недавно это превращение было исследовано на тонких фольгах при помощи просвечивающего электронного микроскопа¹⁾.

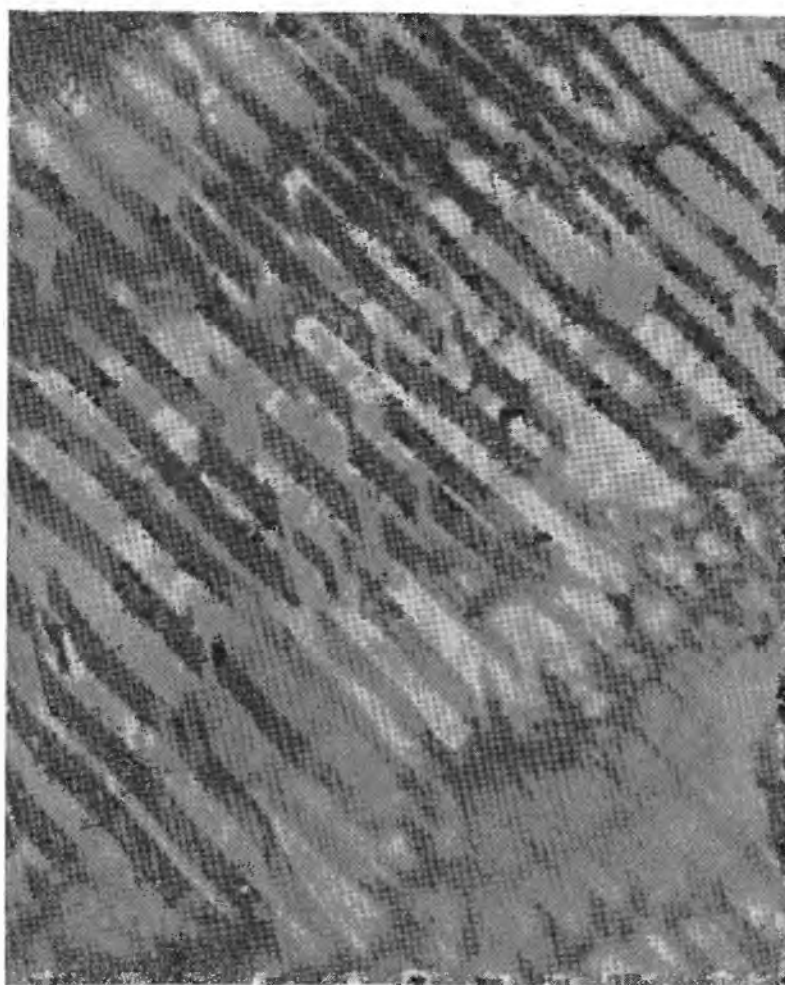
Используя электронно-микроскопические и электроннографические данные, Даркен и Фишер показали, что между ферритом и цементитом перлита и исходным аустенитом соблюдаются приблизительно следующие ориентационные соотношения:

$$(111)_\gamma \text{ параллельно } (110)_\alpha \text{ параллельно } \sim (001)_{\text{Fe}_3\text{C}},$$

$$[110]_\gamma \text{ параллельно } [111]_\alpha \text{ параллельно } [010]_{\text{Fe}_3\text{C}}.$$

Феррит имеет объемноцентрированную кубическую решетку, а цементит — орторомбическую; на электронно-дифракционной картине цементита видны широкие полосы, идущие в направлении $\langle 100 \rangle$, которые Даркен и Фишер связывают с присутствием внутри цементитных пластинок дефектов упаковки. Последнее было подтверждено соответствующими электронными микрофотографиями. Даркен и Фишер полагают, что зародышами превращения являются дефекты упаковки в аустените, а не феррит или цементит, как предполагалось ранее. Эти дефекты могли возникнуть в результате деформации, сопровождающей превращение (например, из-за изменений объемов и различия в термическом сжатии фаз). Поэтому во многих случаях выделение цементита происходит аналогично выделению γ' -фазы в сплавах Al—Ag (§ 3, п. 2, настоящей главы).

¹⁾ L. S. Darken, R. M. Fisher, частное сообщение. (См. также [170]. — Прим. ред.)



Ф и г. 151. Тонкая фольга стали Fe — 0,9% С — 0,3% Мп, подвергнутая аустенизации при 940° С и медленно охлажденная для получения перлита (по Даркену и Фишеру).

Цементит имеет вид темных пластин; заметны обрывы и дефекты упаковки внутри пластин. $\times 41\,500$.

Другими интересными деталями работы Даркена и Фишера является установление того, что субграницы могут задерживать рост перлита и что пластинки карбида имеют ответвления, вероятно, в результате взаимодействий в процессе роста с пересекающими их дислокациями и дефектами упаковки. Пример этих последних эффектов показан на фиг. 151, где можно видеть типичное полосчатое изображение дефектов упаковки.

Эта работа показывает также, что в течение роста перлита цементит остается отделенным от аустенита тонкой прослойкой феррита, толщина которой составляет примерно $\frac{1}{10}$ расстояния между пластинками в перлите. Ясно, что эту прослойку невозможно наблюдать в световом микроскопе. Обнаруженный Даркеном и Фишером факт позволил вычислить скорость роста, которая совпадает с наблюдаемой.

7. Заключение

Чтобы не запутать читателя в массе экспериментальных данных, которая непрерывно возрастает, мы обсудили далеко не все результаты, полученные благодаря использованию электронной микроскопии и тонких фольг¹⁾. Даже то, что описано выше, изложено очень кратко, поскольку многие из детальных и сложных объяснений наблюдаемой картины требуют фундаментальных знаний физического металловедения или физики твердого тела. Тем не менее, отсюда вытекает надежда, что в настоящее время можно понять большинство эффектов, обычно наблюдаемых на микрофотографиях. Мы видели, что метод тонких фольг дает ответы на многие вопросы, не решенные другими методами. Хотя использование одного только электронного микроскопа не всегда приводит к полному решению проблемы, огромным преимуществом этого метода является возможность прямого наблюдения субструктуры кристаллов. Будучи применен вместе с другими физическими методами, электронный микроскоп служит действительно мощным средством исследования. Ясно одно — слишком еще мало данных, полученных методом тонких фольг в отношении черных металлов. В этом направлении в будущем весьма целесообразно вести широкие исследования, учитывая большую практическую важность этих материалов.

В металлографической работе электронный микроскоп так же необходим, как и световой микроскоп, так как в любом исследовании имеется этап, когда мы хотим увидеть больше того,

¹⁾ Примеры разного рода проблем, исследуемых в настоящее время, можно найти в литературе, указанной в приложении В.

что мы можем видеть в настоящее время. Поэтому мы надеемся, что электронные микроскопы скоро будут так же широко использоваться, как и световые микроскопы, даже несмотря на их значительно более высокую стоимость.

§ 4. ДРУГИЕ ПРИМЕРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Теперь мы видели, как много применений при изучении структуры и свойств кристаллических материалов имеет прямое исследование тонких образцов с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Однако существуют и другие методы прямого исследования поверхности металла, которые в комплексе с другими физическими экспериментами и микроскопией высокого разрешения дают более полную картину основных свойств материалов, характеризующих твердое состояние. Поэтому в заключение мы перечислим другие методы исследования металлической поверхности, использующие электроны, и дадим соответствующие ссылки на литературу, которая позволит читателю глубже изучить этот предмет ¹⁾:

- 1) ионный проектор [85, 139, 142];
- 2) вторично-эмиссионный микроскоп [143];
- 3) отражательный электронный микроскоп [144, 150];
- 4) термоэмиссионный микроскоп [151];
- 5) растровый электронный микроанализатор [152—154];
- 6) растровый электронный микроскоп (предельное разрешение $\sim 50 \text{ \AA}$) [155].

ЛИТЕРАТУРА ²⁾

1. Cottrell A. H., Dislocations and Plastic Flow in Crystals, Oxford, 1953. (Имеется перевод: Коттрелл А. Х., Дислокации и пластическое течение в кристаллах, 1958.)
2. Read W. T., Dislocations in Crystals, New York, 1953. (Имеется перевод: Рид В. Т., Дислокации в кристаллах, 1957.)
3. Friedel J., Les Dislocations, Paris, 1956.
4. Seeger A., Kristallplastizität, статья из Handbuch der Physik, vol. VII-2, Berlin, 1958.
5. «Dislocations and Mechanical Properties of Crystals», Lake Placid Conf. 1956, New York, 1957.

¹⁾ За дальнейшей информацией следует обращаться к опубликованным трудам конференций (см. приложение В).

²⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — *Прим. ред.*

6. Defects in Solids, Report of Bristol Conference, 1954 (Lond. Phys. Soc., 1955).
7. Forty A. J., Adv. in Phys., 3, 1 (1954).
8. Hirsch P. B., Prog. Met. Phys., 6, 236 (1956).
9. Menter J. W., Adv. in Phys., 7, 299 (1958).
10. Hirsch P. B., Met. Rev. (Inst. of Metals, London), 4, 101 (1959).
11. Hirsch P. B., Journ. Inst. Metals, 87, 406 (1959).
12. Bollmann W., Phys. Rev., 103, 1588 (1956).
13. Whelan M. J., Hirsch P. B., Horne R. W., Bollmann W., Proc. Roy. Soc., A240, 524 (1957).
14. Whelan M. J., Proc. Roy. Soc., A249, 114 (1958).
15. Swann P. R., Nutting J., Journ. Inst. Metals, 88, 478 (1960).
16. Tomlinson H. M., Phil. Mag., 3, 867 (1958).
17. Wilsdorf H., Cinquina L., Varker C. J., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, Berlin, 1960, p. 559.
18. Pashley D. W., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, Berlin, 1960, p. 562.
19. Pashley D. W., Bassett G. A., Journ. Inst. Metals, 87, 449 (1959).
20. Votava E., Fourdeux A., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy, Berlin, 1960, p. 556.
21. Thornton P. R., Hirsch P. B., Phil. Mag., 3, 738 (1958).
22. Basinski Z. S., Phil. Mag., 4, 393 (1959).
23. Hirsch P. B., Int. Conf. Stresses and Fatigue in Metals, Amsterdam, 1959, p. 139.
24. Hirsch P. B., Int. Crystallography Congress, Cambridge, 1960.
25. Kuhlmann-Wilsdorf D., Int. Crystallography Congress, Cambridge, 1960.
26. Howie A., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie, 1961), p. 383.
27. Bailey J. E., Hirsch P. B., Phil. Mag., 5, 485 (1960).
28. Bailey J. E., Phil. Mag., 5, 833 (1960).
29. Hirsch P. B., Partridge P. G., Tomlinson H. M., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Berlin, 1960), p. 536.
30. Price P. B., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie, 1961), p. 370; Phil. Mag., 5, 873 (1960); Journ. Appl. Phys., 32, 1746 (1961).
31. Washburn J., Williamson G. K., Kelly A., Groves C. W., Phil. Mag., 5, 991 (1960).
32. Washburn J., Elkington W., Thomas G., в печати.
33. Hirsch P. B., Whelan M. J., Horne R. W., Phil. Mag., 1, 677 (1956).
34. Wilsdorf H. G. F., A.S.T.M. Spec. Publ., № 245, 43 (1958).
35. Thomas G., Phil. Mag., 4, 1213 (1959).
36. Segall R. L., Partridge P. G., Phil. Mag., 4, 912 (1959).

37. Brandon D. G., Thesis Ph. D., Cambridge University, 1960.
38. Brandon D. G., Nutting J., *Acta Met.*, **7**, 101 (1959); *Journ. Iron Steel Inst.*, **196**, 106 (1960).
39. Keh A. S., AIME Symposium on Dislocations in Metals (St. Louis, 1961), *Trans. AIME*, **224**, 3, 560 (1962).
40. Carrington W., Hale K. F., McLean D., *Proc. Roy. Soc.*, **A259**, 203 (1960).
41. Thomas G., Nadeau J., Benson R., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961) p. 447.
42. Benson R., Thomas G., Washburn J., (Symposium on Dislocations in Metals, St. Louis, 1961), *Direct Observations of Lattice Defects in Crystals*, New York—London, 1962, p. 573.
43. Fourdeux A., Berghezan A., *Journ. Inst. Metals*, **89**, 31 (1960).
44. Silcox J., *Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy*, Berlin, 1960, p. 552.
45. Fourdeux A., Berghezan A., Webb W. W., *Journ. Appl. Phys.*, **31**, 918 (1960).
46. Swann P. R., Howie A., *Phil. Mag.*, **6**, № 70, 1215 (1961).
47. Frank F. C., Read W. T., *Phys. Rev.*, **79**, 722 (1950).
48. Wilsdorf H. G. F., *Structure and Properties of Thin Films*, ed. by Neugebauer et al., New York, 1959, p. 151.
49. Berghezan A., Fourdeux A., *Compt. Rend.*, **248**, 1333 (1959).
50. Nicholson R. B., Thomas G., Nutting J., *Acta Met.*, **8**, 172 (1960).
51. Westmacott K. H., Hull D., Barnes R. S., *Phil. Mag.*, **4**, 1089 (1959).
52. Thomas G., Whelan M. J., *Phil. Mag.*, **4**, 511 (1959).
53. Thomas K., Hale K. F., *Phil. Mag.*, **4**, 531 (1959).
54. Hirsch P. B., Segall R., Partridge P. G., *Phil. Mag.*, **4**, 721 (1959).
55. Wilson R. N., Forsyth P. J. E., *Journ. Inst. Metals*, **87**, 336 (1959).
56. Frank F. C., Symposium on Plastic Deformation of Crystalline Solids, Washington, D. C., 1950, p. 89.
57. Seitz F., *Phys. Rev.*, **79**, 890 (1950).
58. Kuhlmann-Wilsdorf D., *Phil. Mag.*, **3**, 125 (1958).
59. Thompson N., *Proc. Phys. Soc.*, **B66**, 481 (1953).
60. Thompson N., Report of Conf. on Defects in Cryst. Solids (Phys. Soc. London, 1955), p. 153.
61. Friedel J., *Phil. Mag.*, **46**, 1169 (1955).
62. Silcox J., Hirsch P. B., *Phil. Mag.*, **4**, 72 (1959).
63. Hirsch P. B., Silcox J., Smallman R. E., Westmacott K. H., *Phil. Mag.*, **3**, 897 (1958).
64. Kuhlmann-Wilsdorf D., Wilsdorf H. G. F., *Journ. Appl. Phys.*, **31**, 516 (1960).

65. Amelinckx S., Bontinck W., Dekeyser W., Seitz F., *Phil. Mag.*, **2**, 355 (1957).
66. Silcox J., Whelan M. J., *Phil. Mag.*, **5**, 1 (1960).
67. Hirsch P. B., Silcox J., *Rep. of Conf. on Growth and Perfections of Crystals*, New York, 1958, p. 262.
68. Smallman R. E., Westmacott K. H., *Journ. Appl. Phys.*, **30**, 603 (1959).
69. Smallman R. E., Westmacott K. H., Coiley J. A., *Journ. Inst. Metals*, **88**, 127 (1959).
70. Thomas G., *Phil. Mag.*, **4**, 606 (1959).
71. Thomas G., Nutting J., *Acta Met.*, **7**, 515 (1959).
72. Silcox J., Hirsch P. B., *Phil. Mag.*, **4**, 1356 (1959).
73. Wilsdorf H. G. F., *Phys. Rev.*, **3**, 172 (1959).
74. Bollmann W., *Phil. Mag.*, **5**, 621 (1960).
75. Beck P. A., *Adv. in Phys.*, **3**, 245 (1954).
76. Bollmann W., *Journ. Inst. Metals*, **87**, 439 (1959).
77. Pashley D. W., *Phil. Mag.*, **4**, 324 (1959).
78. Pashley D. W., Menter J. W., Bassett G. A., *Nature*, **179**, 752 (1957).
79. Bassett G. A., Menter J. W., Pashley D. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A246**, 345 (1958).
80. Menter J. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A236**, 119 (1956).
81. Dowell W. C. T., Farrant J. L., Rees A. L., G., *Proc. Int. Conf. Electron Microscopy*, 1954 (*Roy. Mic. Soc.*, London, 1956), p. 279.
82. Bassett G. A., Pashley D. W., *Journ. Inst. Metals*, **87**, 449 (1959).
83. Pashley D. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A255**, 218 (1960).
84. Menter J. W., Pashley D. W., *Structure and Properties of Thin Films*, ed. by Neugebauer et al., New York, 1959, p. 111.
85. Drechsler M., *Zs. Metallk.*, **47**, 305 (1956).
86. Amelinckx S., Delavignette P., *Nature*, **185**, 603 (1960).
87. Williamson G. K., *Proc. Roy. Soc.*, **A257**, 457 (1960).
88. Geach G. A., Phillips R., *Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy* 1958 (Berlin, 1960), p. 572.
89. Delavignette P., Amelinckx S., *Phil. Mag.*, **5**, 729 (1960); *Phys. Rev.*, **5**, 50 (1960).
90. Delavignette P., Amelinckx S., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, Holland, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie* 1961), p. 413.
91. Boswell F. C., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, Holland, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961), p. 409.
92. Pashley D. W., Presland A. E. B., *European Congress Electron Microscopy*, Delft, Holland, 1960 (*De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie*, 1961), p. 417.

- 93 Amelinckx S., Delavignette P., Journ. Appl. Phys., **31**, 2126 (1960).
- 94 Amelinckx S., Delavignette P., Phil. Mag., **5**, 533 (1960).
- 95 Whelan M. J., Journ. Inst. Metals, **87**, 392 (1959).
- 96 Whelan M. J., Hirsch P. B., Phil. Mag., **2**, 1121, 1303 (1957).
- 97 Hirsch P. B., Howie A., Whelan M. J., Phil. Trans. Roy. Soc., **A252**, 499 (1960).
- 98 Heidenreich R. D., Journ. Appl. Phys., **20**, 993 (1949).
99. Howie A., Whelan M. J., Proc. European Conf. Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie 1961), p. 181, 194, 207.
100. Hashimoto H., Howie A., Whelan M. J., Phil. Mag., **5**, 967 (1960).
101. Nicholson R. B., Nutting J., Phil. Mag., **3**, 531 (1958).
102. Nicholson R. B., Thomas G., Nutting J., Journ. Inst. Metals **87**, 429 (1959).
- 103 Thomas G., Nutting J., Journ. Inst. Metals, **88**, 81 (1959).
- 104 Thomas G., Journ. Inst. Metals (1961).
- 105 Genty B., Graf R., Lenoir G., Compt. Rend., **247**, 1731, 2126 (1958).
- 106 Nicholson R. B., Nutting J., Acta Met., **9**, 332 (1961).
- 107 Frank G. R., Robinson D. L., Thomas G., Journ. Appl. Phys., **32**, 1763 (1961).
- 108 Saulnier A., Croutzeilles M., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Berlin, 1960), p. 588.
109. Thomas G., Roy P., в печати.
110. Kelly P. M., Nutting J., Journ. Iron and Steel Inst., **192**, 246 (1959); **197**, 199 (1961); Proc. Roy. Soc., **A259**, 45 (1960).
- 111 Thomas G., Whelan M. J., Phil. Mag., **6**, 1103 (1961).
- 112 Takahashi N., Mihama K., Acta Met., **5**, 159 (1957).
- 113 Takahashi N., Ashinuma K., Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy 1958 (Berlin, 1960), p. 610.
- 114 Pitsch W., Phil. Mag., **4**, 577 (1959).
- 115 Pitsch W., Journ. Inst. Metals, **87**, 444 (1959).
116. Watanabe D., Acta Cryst., **10**, 483 (1957).
117. Ogawa S., Watanabe D., Watanabe H., Komoda T., Acta Cryst. **11**, 872 (1958).
118. Glossop A. B., Pashley D. W., Proc. Roy. Soc., **A250**, 132 (1959).
- 119 Pashley D. W., Presland A. E. B., Journ. Inst. Metals, **87**, 419 (1959).
- 120 Pashley D. W., Presland A. E. B., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie 1961), p. 429; Structure and Properties of Thin Films, ed. Neugebauer et al., New York, 1959, p. 211.

121. Marcinkowski M. J., Fischer R. M., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie 1961), p. 400.
122. Marcinkowski M. J., Fisher R. M., Brown N., *Acta Met.*, **9**, 129 (1961).
123. Guinier A., *Adv. in Solid State Phys.*, **9**, 293, New York (1959).
124. Orowan E., *Internal Stresses in Metals and Alloys* (Inst. of Metals, London), 1948, p. 447.
125. Fisher J. C., Hart E. W., Pry R. H., *Acta Met.*, **1**, 336 (1953).
126. Thomas G., Nutting J., Hirsch P. B., *Journ. Inst. Metals*, **86**, 13 (1958).
127. Kelly A., Fine M. E., *Acta Met.*, **5**, 365 (1957).
128. Kelly A., *Phil. Mag.*, **3**, 1472 (1958).
129. Vander Merwe J. H., *Proc. Phys. Soc.*, **A63**, 616 (1950).
130. Ashby M. F., Smith G. C., *Phil. Mag.*, **5**, 298 (1960).
131. Bowles J. S., Mackenzie J. K., *Acta Met.*, **2**, 129, 138 (1954); **5**, 137 (1957).
132. Bilby B. A., Christian J. W., *Mechanism of Phase Transformations in Metals* (Inst. of Metals, London), 1955, p. 121.
133. Thomas G., Huffstutler M. C., в печати.
134. Swann P. R., Warlimont H., в печати.
135. Fowler C. A., Fryer E. M., *Phys. Rev.*, **100**, 746 (1955).
136. Mayer L., *Journ. Appl. Phys.*, **28**, 975 (1957).
137. Hale M. E., Fuller H. W., Rubenstein J., *Journ. Appl. Phys.*, **30**, 789 (1959).
138. Fuller H. W., Hale M. E., *Journ. Appl. Phys.*, **31**, 238, 1699 (1960).
139. Müller E. W., *Ergeb. Exakt Naturwiss.*, **27**, 290 (1953).
140. Müller E. W., *Journ. Appl. Phys.*, **27**, 474 (1956).
141. Müller E. W., *Structure and Properties of Thin Films*, ed. Neugebauer et al., New York, 1959, p. 476.
142. *Proc. 4th Int. Conf. Electron Microscopy Berlin, 1960, Sect. E.*, p. 780—848.
143. Möllenstedt G., Düker H., *Optik*, **10**, 192 (1953).
144. Halliday J. S., Newman R. C., *Brit. Journ. Appl. Phys.*, **11**, 158 (1960).
145. Menter J. W., *Journ. Inst. Metals*, **81**, 163 (1952).
146. Haine M. E., Hirst W., *Brit. Journ. Appl. Phys.*, **4**, 239 (1953).
147. Fert C., *Proc. Stockholm Conf. Electron Microscopy*, New York, 1957, p. 8.
148. Chapman J. A., Menter J. W., *Proc. Roy. Soc.*, **A226**, 400 (1954).
149. Courtney-Pratt J. S., Menter J. W., Seal M., *Proc. 3rd Int. Conf. Electron Microscopy* (Roy. Mic. Soc., London), 1956, p. 645.
150. Thomas G., Sandler N. P., Cornet I., *Journ. Inst. Metals*, **89**, 253, (1961).
151. Rathenau G. W., Baas C., *Acta Met.*, **2**, 875 (1954).
152. Castaing R., Descamps J., *Journ. Phys.*, **16**, 304 (1955).

153. Cosslett V. E., Duncumb P., Proc. Stockholm Conference Electron Microscopy, New York, 1957, p. 12.
154. Melford D. A., Duncumb P., Metallurgia, **61**, 205 (1960).
155. Thornley R. F. M., Smith K. C. A., European Congress Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie 1961), p. 173, 177, 547.
156. Peaceful Uses of Atomic Energy, Vol. 7, New York, 1956.
157. Fisher R. M., Marcinkowski J., Phil. Mag. **6**, 1385 (1961).
158. Friesse et al., Acta Met., **9**, 250 (1961).
159. Frank F. C., Proc. Roy. Soc., **A201**, 586 (1950).
160. Ham F. S., Journ. Phys. Chem. Solids, **6**, 335 (1958).
161. Smithells G. J., Metals Reference Book, London, **2**, 552 (1955).
162. Bradley A. J., Jones P., Journ. Inst. Metals, **51**, 131 (1933).
- 163*. Орлов Л. Г., Усиков М. П., Утевский Л. М., Усп. физ. наук, **№ 1** (1961).
- 164*. Усиков М. П., Утевский Л. М., ФММ, **13**, вып. 5, 701 (1962).
- 165*. Hirth J. P., Journ. Appl. Phys., **4**, 700 (1961).
- 166*. Marcinkowski M. J., Brown N., Act. met., **9**, 764 (1961).
- 167*. Усиков М. П., Утевский Л. М., ФММ, **11**, вып. 6, 952 (1961).
- 168*. Hirsch P. B., Phil. Mag., **7**, № 73, 67 (1962).
- 169*. Mott N. F., Trans. AI MME, **218**, 962 (1960).
- 170*. Кардонский В. М., Курдюмов Г. В., Перкас М. Д., Физика металлов и металловед., **15**, № 2, 244 (1963).
- 171*. Усиков М. П., Утевский Л. М., Зав. лаборатория, **29**, № 8 (1963).
- 172*. Howie A., Whelan M. J., Proc. Roy. Soc., **A267**, 206 (1962).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Использование микроэлектроннограмм для анализа микрофотографий

Чтобы показать пример проведения такого рода анализа, рассмотрим микрофотографию тонкой фольги алюминия (фиг. 152). На снимке видны следы *A* и *B* движущихся дислокаций. Соответствующая этому участку микроэлектроннограмма показана на фиг. 153. Обычной задачей, с которой приходится сталкиваться, является определение плоскостей скольжения, соответствующих следам, а когда они установлены, определение толщины фольги. Для проведения такого анализа необходимо проделать следующие операции.

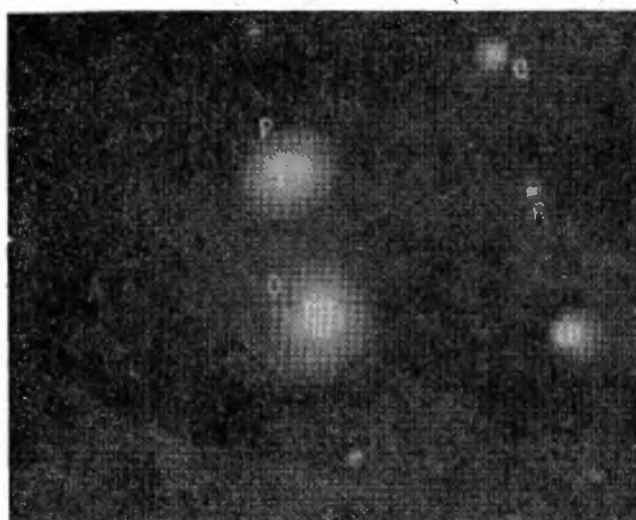
1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРИЕНТИРОВКИ ФОЛЬГИ

Для этого производятся некоторые измерения на электронограмме, причем первый метод определения ориентировки не требует знания постоянной прибора. Разрешенные отражения в гранецентрированной кубической решетке имеют индексы *h*, *k* и *l* либо все четные, либо все нечетные. Для алюминия первыми семью отражениями являются:

Отражение	$(h^2 + k^2 + l^2)$	Межплоскостные расстояния <i>d</i> , Å	$(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$
111	3	2,34	1,736
200	4	2,02	2,000
220	8	1,43	2,828
311	11	1,22	3,316
222	12	1,17	3,464
400	16	1,01	4,000
313	19	0,93	4,358



Ф и г. 152. Микрофотография тонкой фольги алюминия.
Видны следы *A* и *B* движущихся дислокаций. $\times 29\,000$



Ф и г. 153. Микроэлектронограмма, соответствующая
участку, изображенному на фиг. 152.

Рассмотрим на фиг. 153 три рефлекса P , Q и R . Поскольку OP , OQ и OR представляют собой величины, обратные межплоскостным расстояниям для соответствующих этим рефлексам отражающих плоскостей, и поскольку величина d обратно пропорциональна $(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$ сопоставляемых плоскостей, можно определить миллеровские индексы пятен¹⁾. Измерения на электронограмме (фиг. 153) дают средние значения $OP = 1,925$ см, $OQ = 4,25$ см, $OR = 3,25$ см, так что $OQ/OP = 2,208$, $OR/OP = 1,688$, $OQ/OR = 1,308$. Из табличных данных находим, что отношения величин $(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$ составляют для $(313) : (200)$, $(113) : (200)$ и $(313) : (113)$ соответственно 2,179, 1,658 и 1,314. Поэтому рефлексы P , Q и R являются, вероятно, отражениями $\{200\}$, $\{313\}$ и $\{113\}$. Измеряя расстояния от центрального пятна до других рефлексов, можно полностью проиндексировать электронограмму, не забывая о том, что значения индексов должны быть согласованы в каждом ряду рефлексов. Так, например, на фиг. 154 вдоль рядов OP и RQ h изменяется на -2 , а k и l не изменяются, поскольку все рефлексы ряда принадлежат одной и той же зоне. Убедившись, что индентирование проведено правильно, следует измерить, а затем рассчитать углы между плоскостями, используя выражение для косинуса θ . В рассматриваемом нами случае, если $h_1k_1l_1$ и $h_2k_2l_2$ — индексы Миллера двух пересекающихся плоскостей, угол между ними определяется из соотношения

$$\cos \theta = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)\}^{1/2}}.$$

Эти углы можно определить прямо по электронограмме. Например, угол θ_1 между отражениями P и Q (фиг. 154) равен 47° . Расчетное значение для угла между плоскостями (200) и $(\bar{3}13)$ составляет $46^\circ 30'$, и это свидетельствует о том, что индексы рефлексов P и Q были определены правильно. Для Q и R угол θ_2 равен 26° , так что рефлекс R действительно должен быть $(\bar{1}13)$. На фиг. 154 произведено полное индентирование электронограммы фиг. 153.

Ориентировка фольги получается тогда из закона зон [1]: две плоскости $(h_1k_1l_1)$ и $(h_2k_2l_2)$ принадлежат зоне $[uvw]$, если $u : v : w = (k_1l_2 - k_2l_1) : (l_1h_2 - l_2h_1) : (h_1k_2 - h_2k_1)$. Другими

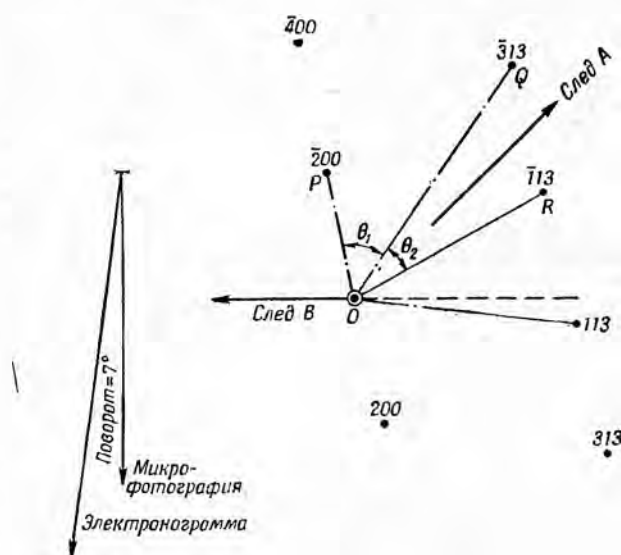
¹⁾ Для кубических кристаллов величина d определяется как

$$d_{hkl} = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}},$$

где a — длина ребра куба ($=d_{100}$).

словами, ось зоны есть векторное произведение двух различных векторов решетки. Беря рефлексy P и Q , получаем $[uvw] = [200] \times [3\bar{1}3] = [0\bar{3}1]$. Это означает, что направление пучка и нормаль к фольге есть $[0\bar{3}1]$, т. е. что плоскость фольги — $(03\bar{1})$.

В действительности ориентировка может отличаться от найденной на $\pm 5^\circ$. Если фольга была бы точно ориентирована



Фиг. 154. Индексирование микроэлектроннограммы, представленной на фиг. 153.

Показаны направления следов и угол поворота. Ориентировка фольги приблизительно $[0\bar{3}1]$.

в направлении $[0\bar{3}1]$, наблюдалась бы дифракционная картина, симметричная относительно вертикальной и горизонтальной линий¹⁾, проведенных через центр (как, например, на фиг. 16), и появились бы рефлексy $(3\bar{1}3)$ $(1\bar{1}3)$, противолежащие соответствующим им рефлексам P и Q . То, что их нет на фиг. 153, говорит о некоторой непараллельности электронного пучка направлению $[0\bar{3}1]$. Этот пример был намеренно выбран, чтобы показать, насколько приближенным является определение ориентировки фольги. Конечно, фольгу можно наклонить и ориентировать в направлении $[0\bar{3}1]$ более точно.

¹⁾ См. примечание 2 на стр. 38. — Прим. ред.

Значение λL для электронограммы можно определить из соотношения $\lambda L = rd$; так, для рефлекса (200) $\lambda L = 2,024 \cdot 1,925$, т. е. $3,90 \text{ см} \cdot \text{А}$; среднее значение равно $3,93 \text{ см} \cdot \text{А}$. Если величина λL известна для данного режима работы микроскопа, то электронограмму можно быстро проиндицировать путем деления λL на измеренные расстояния r рефлексов от центра. Этим путем определяются межплоскостные расстояния d . Точное совпадение полученных значений d с табличными ¹⁾ получается редко вследствие ошибок в измерениях, трудностей в определении центра пятен, а также потому, что величина λL может изменяться с изменением положения фотопластинки, образца и пр. При наличии некоторого опыта часто удается индицировать электронограмму при простом осмотре ²⁾. Вероятно, наиболее удобным методом является изготовление модели обратной решетки исследуемого вещества, содержащей только дозволённые отражения. Сопоставляя различные сечения модели с электронограммой, находят нужное сечение и сразу получают индексы отражений, если узлы модели предварительно проиндицированы.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОСКОСТЕЙ СКОЛЬЖЕНИЯ И ТОЛЩИНЫ ФОЛЬГИ

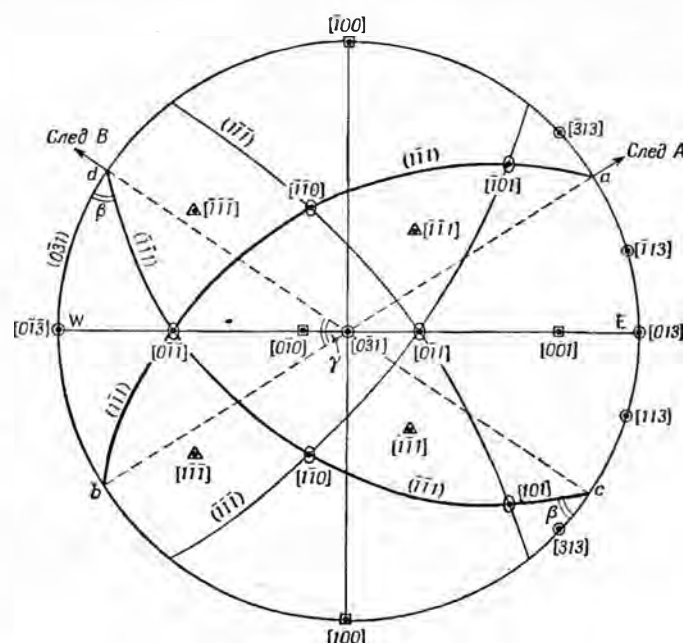
После того как электронограмма проиндицирована и найден угол ее поворота ³⁾, можно определить направление следов скольжения путем сравнения микрофотографии с дифракционной картиной. Для фиг. 152 и 153 угол поворота составляет 7° (см. фиг. 154). Как можно видеть из этих фигур, следы A и B не параллельны какому-либо направлению, заданному рефлексами дифракционной картины; направления следов симметричны относительно $[001]$. Системой скольжения в алюминии является $\{111\} \langle 110 \rangle$. Из четырех возможных плоскостей скольжения две — $(\bar{1}\bar{1}1)$ и $(1\bar{1}\bar{1})$ — составляют с плоскостью фольги

¹⁾ См., например, [2]. — *Прим. ред.*

²⁾ Тогда основаниями для индицирования служат приблизительное представление о масштабе электронограммы и ее симметрия. — *Прим. ред.*

³⁾ Угол поворота микродифракционной картины относительно микрокартины соответствующего ей участка объекта можно определить, например, следующим образом. Производят ряд снимков одного и того же участка объекта при последовательном снижении увеличения (вплоть до получения дифракционной картины) за счет изменения тока только в промежуточной линзе, который измеряют возможно точнее и записывают. Затем на каждом негативе проводят прямую через одни и те же четко видимые точки объекта и измеряют угол между этой прямой и кантом негатива. Экстраполяция до нуля зависимости этого угла от увеличения микроскопа (при микродифракционной съемке) даст искомый угол (см. также гл. 3, § 5, п. 7). — *Прим. ред.*

[т. е. с плоскостью $(0\bar{3}1)$] угол 43° , а две — $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ и $(1\bar{1}\bar{1})$ — угол 69° . Из фиг. 152 видно, что следы A и B имеют в проекции одну и ту же ширину, т. е. оба следа расположены на плоскостях, составляющих одинаковый угол с поверхностью фольги.



Фиг. 155. Стереографическая проекция.

Плоскость $(1\bar{3}1)$ располагается параллельно плоскости проекции. Следы A и B являются результатом скольжения по плоскостям $(1\bar{1}\bar{1})$ и $(1\bar{1}\bar{1})$, соответственно. Угол β — угол между плоскостью $(1\bar{1}\bar{1})$ и поверхностью фольги ($=43^\circ$).

Чтобы определить действующие плоскости скольжения, нужно использовать стереографическую проекцию, располагая плоскость $(0\bar{3}1)$ параллельно плоскости проекции. Это можно сделать, развернув стандартную стереографическую проекцию (001) так, чтобы полюс $[031]$ оказался в центре; при этом стереограмма поворачивается с «запада» на «восток» на $71,5^\circ$.

После того как это проделано, полюсы других основных плоскостей переносятся аналогичным поворотом, используя кальку поверх сетки Вульфа. Результат показан на фиг. 155. Затем проводятся большие дуги, соответствующие четырем плоскостям

скольжения $\{111\}$ под углом 90° к каждому полюсу, как показано у ab, cd . При сравнении фиг. 154 и 155 видно, что след A должен отвечать скольжению по $(\bar{1}\bar{1}1)$, а след B — по $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$; это согласуется с величиной угла γ между двумя следами. В действительности угол γ между следами скольжения на фиг. 152 меньше угла γ на фиг. 155. Как было указано выше, это расхождение является следствием того, что плоскость фольги не вполне совпадает с плоскостью $[0\bar{3}1]$, а, возможно, и следствием некоторого изгиба фольги. В качестве упражнения читатель может определить величину отклонения ориентировки фольги от направления $[0\bar{3}1]$. Это можно сделать, поворачивая стереограмму фиг. 155 до совпадения угла γ на ней с величиной угла на фиг. 152. Совершенно очевидно, что следы A и B не могут быть результатом скольжения по $(\bar{1}\bar{1}1)$ и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, так как угол между следами этих плоскостей значительно больше, чем на фиг. 152.

Другой метод определения плоскостей скольжения показан на фиг. 156, где плоскость $(0\bar{3}1)$ изображена на стандартной стереографической проекции $[001]$. Пересечение большой дуги $(0\bar{3}1)$ с дугами $(\bar{1}\bar{1}1)$ и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ даст точный угол между этими плоскостями в проекции на $(0\bar{3}1)$ (угол γ на фиг. 152).

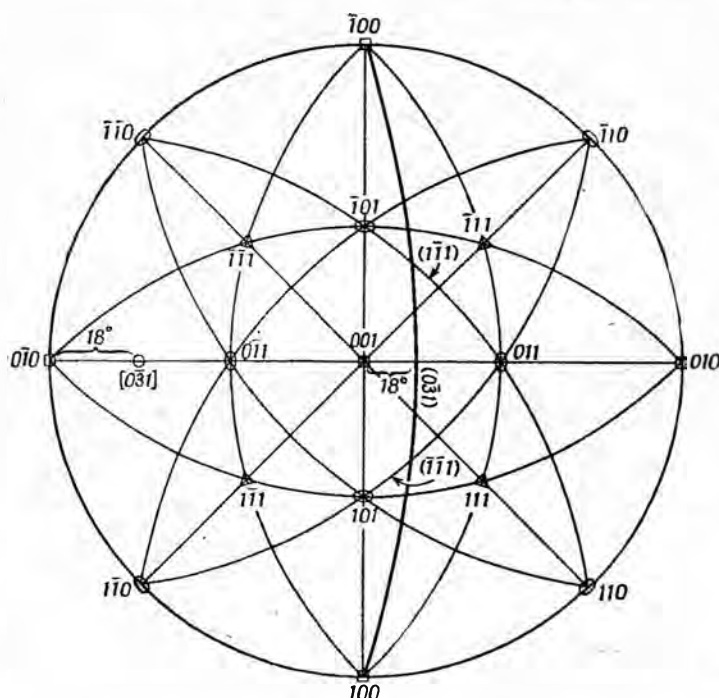
Не всегда можно однозначно определить системы скольжения. Например, след в направлении $[0\bar{1}\bar{1}]$ в фольге с ориентацией $[0\bar{1}\bar{1}]$ может относиться только к двум возможным плоскостям скольжения, а именно, к $(\bar{1}\bar{1}1)$ или $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, которые обе наклонены под углом 35° к $(0\bar{1}\bar{1})$, как показано на фиг. 157, поскольку две другие плоскости скольжения $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}1)$ перпендикулярны к поверхности фольги, и следы скольжения по ним не наблюдались бы¹⁾.

Но так как нельзя определить, какая из поверхностей фольги является верхней, а какая нижней (за исключением некоторых случаев, см. гл. 5, § 2, п. 14), то невозможно и различить плоскости $(\bar{1}\bar{1}1)$ и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ при такой ориентировке фольги.

Если нанести на стереографическую проекцию полюсы других плоскостей, можно произвести полный кристаллографический анализ фольги. Это особенно важно тогда, когда фольга ориентирована в плоскости с большими индексами, и геометрия не столь проста, как в случае кубической или других плоскостей с малыми индексами.

¹⁾ Точнее, следы скольжения по плоскостям, перпендикулярным к плоскости фольги, наблюдаются, но в виде линий, а не полос. — *Прим. ред.*

После проведения вышеописанного анализа можно рассчитать толщину фольги. Ширина x проекции плоскости скольжения, соответствующей следу B , связана с толщиной фольги t



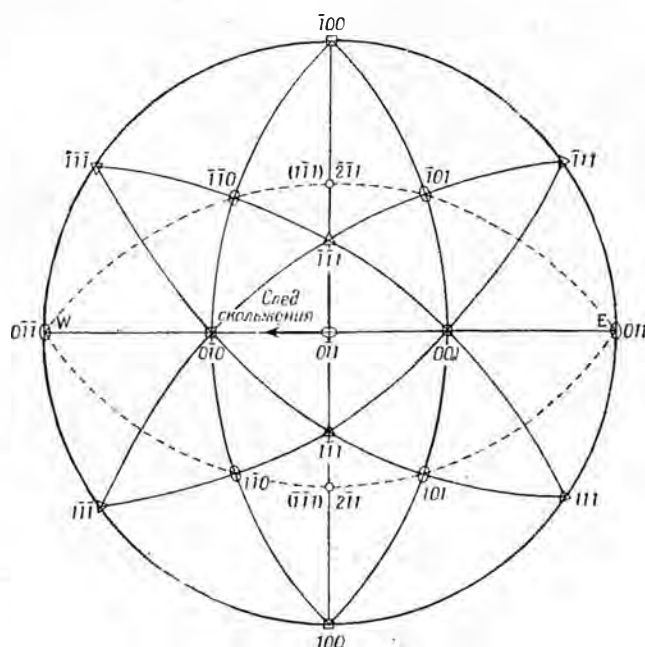
Фиг. 156. Стереографическая проекция.

Другой метод (по сравнению с продемонстрированным на фиг. 155) определения плоскостей скольжения. Плоскость (031) изображена на стандартной стереографической проекции [001]. Угол между плоскостями (111) и (111), измеряемый по большой окружности (031), соответствует углу γ между следами на фиг. 152.

соотношением $t = x \operatorname{tg} \alpha$, где α — угол наклона плоскости скольжения к поверхности фольги; т. е. угол между (111) или (111) и (031). На микрофотографии (см. фиг. 152) среднее значение x для следа B вблизи участка C составляет 7 мм при увеличении в 29 000 раз. Следовательно, при $\alpha = 43^\circ$ толщина фольги вблизи C

$$t = \frac{7 \cdot 10^7}{2,9 \cdot 10^4} \cdot 0,936 = 2260 \text{ \AA}.$$

Этот результат подтверждает наше заключение, что след A отвечает скольжению по $(\bar{1}\bar{1}1)$, а не по $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, так как в последнем случае толщина фольги в области C получилась бы около



Ориентация фольги $[0\bar{1}1]$. След в направлении $[011]$ относится к двум плоскостям скольжения $(1\bar{1}1)$ и $(\bar{1}\bar{1}1)$.

Толщину пленки можно также определить по числу толстых контуров экстинкции на дефектах упаковки, наклонных границах и краях фольги. Если подсчитано экстинкционное расстояние t_0 для данной ориентировки фольги, толщина фольги

у n -й полосы равна $t_0 n$. Однако такой расчет будет точным только тогда, когда известно отклонение x от брэгговского угла, поскольку число полос зависит и от x и от t (см. гл. 2, § 3, п. 3).

ЛИТЕРАТУРА ¹⁾

1. Barrett C. S., Structure of Metals, 2nd Ed., New York, 1953, p. 632.
(Имеется перевод 1-го издания: Баррет Ч., Структура металлов, М., 1948.)
- 2*. «Рентгенография в физическом металловедении» под ред. Ю. А. Багряцкого, М., 1961.

¹⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — Прим. ред.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Физические константы и переходные коэффициенты

ФИЗИЧЕСКИЕ КОНСТАНТЫ

Скорость света c	$= 2,9978 \cdot 10^{10}$ см/сек
Заряд электрона e	$= 4,8025 \cdot 10^{-10}$ CGSE, или $1,6020 \cdot 10^{-20}$ CGSM
Удельный заряд электрона e/m_0	$= 5,27 \cdot 10^{17}$ CGSE/г, или $1,7592 \cdot 10^7$ CGSM/г
Масса покоя электрона m_0	$= 9,1066 \cdot 10^{-28}$ г
Постоянная Планка h	$= 6,624 \cdot 10^{-27}$ эрг/сек
Число Авогадро N	$= 6,0228 \cdot 10^{23}$ моль $^{-1}$
Постоянная Больцмана k	$= 1,3805 \cdot 10^{-16}$ эрг/град
Газовая постоянная R	$= 8,314 \cdot 10^7$ эрг/(° К · моль)

ПЕРЕХОДНЫЕ КОЭФФИЦИЕНТЫ

Электрические единицы:

1° К	$= 8,6166 \cdot 10^{-5}$ эв
1 кулон	$= c/10$, или $3 \cdot 10^{-9}$ CGSE заряда
1 ампер	$= c/10$, или $3 \cdot 10^{-9}$ CGSE тока
1 вольт	$= 1/300$ CGSE потенциала, или $= 10^8$ CGSM

Единицы длины:

1 ангстрем (А)	$= 10^{-8} \text{ см} = 10^{-4} \text{ мк}$
1 дюйм	$= 2,54 \text{ см}$
1 миль	$= 0,001 \text{ дюйма} = 25,4 \text{ мк}$
1 радиан	$= 57,296 \text{ град}$

1 электрон-вольт (эв) $= 1,602 \cdot 10^{-12} \text{ эрг}$, или $1,163 \cdot 10^4 \text{ }^\circ\text{К}$.

Литература по электронной микроскопии¹⁾

ОБЩАЯ

Международная библиография по электронной микроскопии (Нью-Йорк, Общество электронных микроскопистов) публиковалась с 1950 г. раз в три месяца в форме карточек. Издания 1950—1955 г. опубликованы в виде книги.

- * Лебедев А. А., Электронная микроскопия, М., 1954.
- * Сушкин Н. Г., Электронный микроскоп, М., 1949.
- * Кельман В. М., Электронная оптика, М., 1955.
- * Лейзеганг З., Электронная микроскопия, М., 1960.

ДОКЛАДЫ НА КОНФЕРЕНЦИЯХ

- Proc. Conference on Electron Microscopy, Delft, Holland, 1949 (Hoogland, Delft, 1950).
- Proc. 3rd International Conference on Electron Microscopy, London, 1954 (Roy. Mic. Soc., 1956).
- Proc. Conference on Electron Microscopy, Stockholm, 1956, Stockholm, 1957.
- Proc. 1st Asian and Oceanic Conference on Electron Microscopy, Tokyo, 1957 (Electrotechnical laboratory, Tokyo, 1957).
- Proc. 4th International Conference on Electron Microscopy (Berlin, 1958), Berlin, 1960.
- Proc. Conference on Electron Microscopy, Delft, Holland, 1960 (De Nederlandse Vereniging voor Electronenmicroscopie 1961).

¹⁾ Литература, отмеченная звездочкой (*), добавлена редактором перевода. — *Прим. ред.*

American Society for Testing Materials S.T.P. 155 (1954), S.T.P. 245 (1958), S.T.P. 262 (1959).

Proc. EMSA публикуется ежегодно в Journ. Appl. Phys.

Crowth and Perfection of Crystals, Proc. Cooperstown Conference, New York, 1958.

Structure and Properties of Thin Films, Proc. Bolting Landing Conference, New York, 1959, (John Wiley and Sons, New York).

Electron Microscopy and the Strength of Crystals, Proc. Ist International Materials Conference, University of California, Berkeley, 1961 ed. G. Thomas and Y. Washburn (Interscience Publishers, New York—London, 1963).

* «Применение электронной микроскопии», сборник докладов на Европейском конгрессе по применению электронной микроскопии, под ред. А. И. Гардина, М., 1957.

* «Новые электронно-микроскопические исследования», М., 1961.

* Electron Microscopy, vol. 1, Proc. Fifth International Congress for Electron Microscopy (Philadelphia, 1962), New York—London, Acad. Press, 1962.

УЧЕБНИКИ

Zworykin V. K. et al., Electron Optics and the Electron Microscope, New York, 1945.

Wykoff R. W., Electron Microscopy, New York, 1949.

Cosslett V. E., Practical Electron Microscopy, London, 1951.

Hall G. E., Introduction to Electron Microscopy, New York, 1953.

Fisher R. B., Applied Electron Microscopy, Indiana University Press, 1954.

* Краткие сведения об электронной микроскопии и ее применении в металловедении содержатся в справочнике «Металловедение и термическая обработка», т. I, М., 1961, стр. 165.

ПЕРИОДИЧЕСКИЕ ИЗДАНИЯ

В большинстве научно-технических журналов публикуются статьи по электронной микроскопии (см. литературу к гл. 5).

* Обзор работ по просвечивающей электронной микроскопии металлов содержится в журнале «Успехи физических наук», т. 76, вып. 1, 1962, стр. 109—152.

* Методические вопросы см. «Зав. лаборатория», XXVII, № 12, 1961 и XXIX, № 9, 1963,

Общие рекомендации по оборудованию лаборатории электронной микроскопии

Для лаборатории электронной микроскопии требуется, по-видимому, четыре комнаты: для микроскопа, препараторская, темная комната и небольшое помещение для питающего устройства и форвакуумных насосов. Кроме того, рекомендуется оборудовать недалеко от микроскопа рабочую комнату, используемую для хранения слесарного инструмента, запасных деталей и т. д., а также помещение для чистки деталей микроскопа.

ПОМЕЩЕНИЕ ДЛЯ МИКРОСКОПА

Для создания хороших условий работы помещение площадью по крайней мере $3 \times 3 \text{ м}^2$ и высотой не менее 2,75 м должно быть сухим и чистым от пыли. Хорошо, если комната имеет окно для вентиляции и для того, чтобы периодические работы по ремонту и чистке микроскопа проводить при дневном свете. Лучше, если комната снабжается кондиционированным воздухом — это удобно для оператора и снижает до минимума количество пыли.

В дополнение к электронному микроскопу в комнате должны быть три вращающихся стула для оператора и двух наблюдателей, стол с ящиками и настольной лампой, раковина со сливом и водяным краном со встроенным фильтром, контролирующим подачу воды для охлаждения микроскопа. В рабочей комнате

должны размещаться: инструментальный столик на колесиках, деревянный или стеклянный шкафчик для запасных деталей и приспособлений к микроскопу, письменный стол и стул, шкафчик для слесарного инструмента, шкаф с огнеупорными стенками для легковоспламеняющихся растворителей, ящик для хранения пластинок и небольшая полка для заряженных кассет, мелких принадлежностей, инструмента для работы с объектодержателями, обтирочных материалов (из хлопчатобумажного, полушелкового или льняного полотна, а также замши) для обтирки деталей микроскопа.

Две лампы на потолке должны располагаться за спиной оператора. Каждая должна быть снабжена отдельным выключателем. Первая яркая лампа должна выключаться настенным выключателем (устанавливается на ~ 40 см выше нормального уровня во избежание его случайного включения), а вторая лампа мощностью 15 вт должна включаться прямо с пульта микроскопа.

Полы, стены и потолок не должны иметь швов, в которых могла бы скапливаться пыль. Для этого рекомендуется покрывать полы линолеумом, а стены окрашивать краской, которая не впитывает пыль и влагу. Установлено, что для работы в темноте наиболее удобна белая окраска мебели. Это способствует также и поддержанию чистоты.

При проектировании помещения для микроскопа необходимо предусмотреть, чтобы двери, через которые будет транспортироваться микроскоп, были достаточно широки. Хорошо, если вход снабжен «световым шлюзом». Если из-за недостатка площади это невозможно, необходимо принять меры, чтобы ограничить проникновение света при открывании двери. Окна в любом случае должны затемняться.

При установке микроскопа обычно не требуются специальные амортизирующие устройства. Однако микроскоп и шкафы с силовым оборудованием могут весить килограммов по 500 каждый, и потому пол должен быть достаточно прочным.

Рекомендуется убрать все провода, водопроводные трубы и форвакуумный трубопровод под пол. Предпочтительнее использовать стальные трубы. Менее желательно сооружение коллекторов-каналов, так как с ними связано наличие щелей в полу вдоль люка.

Соединение кабелей должно производиться согласно схеме, приложенной к микроскопу. Следует обратить самое тщательное внимание на надежность переходных соединений электрических проводов.

Вакуумная система, электропитание линз и высокое напряжение управляются с пульта микроскопа, хотя силовое оборудо-

дование и форвакуумные насосы располагают в небольшой соседней комнате.

Обычно требуются два водяных трубопровода от микроскопа до раковины: для охлаждения диффузионного насоса и линз. Сливную раковину нужно располагать как можно ниже. На впускном трубопроводе следует установить фильтр-ограничитель для того, чтобы в микроскоп попадала только очищенная вода.

ПРЕПАРАТОРСКАЯ КОМНАТА

Поскольку приготовление образцов занимает важное место в работе любой лаборатории электронной микроскопии и часто отнимает много времени, следует с особым вниманием относиться к оборудованию этой комнаты. После размещения мебели и специального оборудования должно оставаться достаточно места для одновременной работы лаборантов над несколькими образцами, что позволит максимальным образом использовать микроскоп в течение рабочего времени. На этом основании рекомендуется отвести под препараторскую возможно большую комнату, и даже две комнаты нельзя считать излишеством.

Оборудование препараторской комнаты зависит прежде всего от характера проводимых работ. Вытяжной шкаф, установленный у сливной раковины, должен иметь электрическое освещение, водяные и газовые краны, подвод сжатого воздуха, розетки постоянного и переменного тока и окна по сторонам и спереди. Шкаф для хранения сосудов с кислотами и органическими растворителями можно установить под вентиляционной системой; он должен непосредственно соединяться с вытяжной вентиляционной трубой. Рядом с вытяжным шкафом следует оставить место для установки баллонов с газом и других подобных предметов. Необходимы также распределительный щит, небольшой рабочий верстак с выдвижными ящиками и комплект инструментов, патроны для ламп и пр., по крайней мере два стеклянных или деревянных шкафа, полки для стеклянной посуды и несколько рабочих столов и стульев.

Помимо рабочих столиков, предназначенных главным образом для препарирования образцов, надо установить большой стол, какие бывают в химических лабораториях, оборудованный электрическими розетками, подводом газа, воды, пара, сжатого воздуха и местным отсосом.

Если это возможно, рабочие столики лучше установить против света, покрыть темно-зеленым пластиком, на который положить прозрачную кислотоупорную плиту.

Кроме обычного лабораторного оборудования, необходимо иметь еще следующее: достаточный набор сеток (100, 200 меш, щелевого типа и т. д.); платиновый тигель с крышкой для отжига платиновых диафрагм; замшу, куски нейлоновой и льняной тканей и запас палочек для чистки; различные пинцеты, чашки Петри; лаки и растворители, медицинские скальпели, ножницы, иголки и химические карандаши.

Из лабораторного оборудования в препараторской должно быть следующее: вакуумный испаритель и специальная установка для напыления углерода; вакуумный холодильный сушильный шкаф, оптический микроскоп для проверки апертурных диафрагм и предварительного осмотра объектов в отраженном и проходящем свете; стереомикроскоп для наблюдения в отраженном свете; микротом для получения срезов тоньше 0,1 мк; фен, холодильник; сушильный шкаф; печи; устройства для просмотра негативов и измерения электронограмм; вакуумные эксикаторы для хранения образцов; делители напряжения для электрополировки и вспомогательное оборудование.

Из обычного набора необходимых химикалий чаще всего нужны те, которые используются для чистки диафрагм, а именно: плавиковая, серная, соляная и азотная кислоты, нашатырный спирт и бисульфит натрия. Кроме того, нужны химикаты для приготовления образцов, например для составления электролитов для полировки или растворов для приготовления реплик и т. д.

ТЕМНАЯ КОМНАТА

Темная комната должна быть оборудована особенно заботливо. Прежде всего эта комната не должна быть слишком маленькой. Необходимо четко разграничить «мокрые» и «сухие» работы. Между темной комнатой и смежным с ней помещением должен быть, конечно, устроен лабиринтный проход. Поскольку все результаты электронно-микроскопических исследований зависят от качества получаемых фотографий, стоит приложить максимум усилий для обеспечения фоторабот высокими качествами материалами.

Во многих лабораториях используются микрофотометры, которые первоначально предназначались для анализа спектрограмм, но которые можно также применить для просмотра даже мокрых пластинок. Такой просмотр, позволяя выбрать на негативах наиболее подходящие места для увеличения, делает ненужной большую работу по фотоувеличению всех негативов.

НЕБОЛЬШОЕ ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ПОМЕЩЕНИЕ

В этой комнате должно быть достаточно места для размещения питающего устройства, в том числе и высоковольтных баков и стабилизаторов.

Чтобы свести к минимуму помехи от магнитных полей, шкафы с электропитанием должны быть не ближе 1,5 м от микроскопа, но и не далее 10 м.

Форвакуумные насосы часто помещаются прямо в стенде микроскопа. Однако в некоторых случаях их можно устанавливать в маленькой комнате, что понижает уровень шума и вибрации в микроскопной комнате.

В этой комнате следует установить также вакуумные эксикаторы для предварительного обезгаживания кассет со свежими фотопластинками. Во время этой операции из пластинок удаляется большая часть влаги, что сокращает время откачки свежезаряженной кассеты в микроскопе, и прибор используется с максимальной эффективностью.

Амплитуды атомного рассеяния $f(\theta)$ для электронов ¹⁾ (в Å)

Таблица 1

Элемент	Z	Функция ²⁾	$\sin \theta/\lambda$ (Å ⁻¹)											
			0,00	0,05 ³⁾	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,50	0,60	0,70
H	1	T	0,529	0,508	0,453	0,382	0,311	0,249	0,199	0,160	0,130	0,089	0,064	0,04
Li	3	XФ	3,31	2,78	1,88	1,17	0,75	0,53	0,40	0,31	0,26	0,19	0,14	0,11
Be	4	»	3,09	2,81	2,23	1,63	1,16	0,83	0,61	0,47	0,37	0,25	0,19	0,14
B	5	»	2,82	2,62	2,23	1,78	1,37	1,04	0,80	0,62	0,49	0,33	0,24	0,18
C	6	»	2,45	2,26	2,06	1,74	1,43	1,15	0,92	0,74	0,60	0,41	0,30	0,22
N	7	»	2,20	2,09	1,91	1,68	1,44	1,20	1,00	0,83	0,69	0,48	0,35	0,27
O	8	»	2,01	1,95	1,80	1,61	1,42	1,22	1,04	0,88	0,75	0,54	0,40	0,31
F	9	»	2,12	2,01	1,90	1,71	1,53	1,29	1,11	0,95	0,81	0,60	0,45	0,35
Ne	10	»	1,85	1,80	1,69	1,55	1,40	1,24	1,09	0,95	0,83	0,63	0,49	0,38
Na	11	XФ	4,89	4,21	2,97	2,11	1,59	1,29	1,09	0,95	0,83	0,64	0,51	0,40
Mg	12	»	5,01	4,60	3,59	2,63	1,94	1,56	1,21	1,01	0,87	0,67	0,53	0,43
Ar	18	»	4,71	4,40	4,07	3,56	3,03	2,52	2,07	1,71	1,42	1,00	0,74	0,57
Ca	20	»	10,46	8,71	6,40	4,54	3,40	2,69	2,20	1,84	1,55	1,12	0,84	0,65
Mn	25	TФД	6,2	5,93	5,34	4,49	3,66	2,97	2,43	2,04	1,73	1,29	0,99	0,79
Fe	26	»	6,4	6,13	5,48	4,62	3,76	3,05	2,51	2,10	1,79	1,33	1,03	0,82
Co	27	»	6,5	6,32	5,62	4,73	3,87	3,14	2,58	2,16	1,84	1,37	1,06	0,84
Ni	28	»	6,7	6,41	5,74	4,85	3,97	3,22	2,65	2,23	1,89	1,41	1,09	0,87
Cu	29	»	6,8	6,61	5,89	4,97	4,06	3,30	2,72	2,29	1,95	1,45	1,13	0,90
Zn	30	{ X	7,4	6,70	5,67	4,61	3,75	3,11	2,63	2,26	1,97	1,53	1,21	0,97
		{ TФД	7,0	6,70	6,03	5,08	4,16	3,38	2,79	2,35	2,00	1,49	1,16	0,92
Ga	31	{ X	9,1	8,42	6,49	4,95	3,90	3,19	2,68	2,29	1,99	1,54	1,23	0,99
		{ TФД	7,2	6,89	6,15	5,20	4,25	3,46	2,86	2,41	2,05	1,53	1,19	0,95
Ge	32	{ X	10,4	9,76	7,40	5,37	4,13	3,33	2,75	2,33	2,01	1,56	1,24	1,01
		{ TФД	7,3	7,08	6,29	5,32	4,35	3,54	2,93	2,46	2,10	1,57	1,22	0,97
As	33	{ X	9,2	8,52	7,04	5,52	4,33	3,46	2,85	2,39	2,05	1,58	1,26	1,02
		{ TФД	7,5	7,18	6,41	5,43	4,44	3,62	2,99	2,52	2,15	1,61	1,25	1,00
Se	34	»	7,6	7,37	6,56	5,53	4,54	3,70	3,06	2,58	2,20	1,65	1,28	1,02
Br	35	TФД	7,8	7,47	6,68	5,63	4,63	3,78	3,13	2,64	2,25	1,69	1,32	1,05
Kr	36	»	7,9	7,56	6,80	5,74	4,71	3,85	3,19	2,69	2,31	1,73	1,35	1,08
Rb	37	»	8,0	7,75	6,92	5,85	4,80	3,93	3,26	2,75	2,35	1,77	1,38	1,10
Sr	38	»	8,2	7,85	7,04	5,96	4,89	4,00	3,32	2,80	2,40	1,80	1,41	1,13
Y	39	»	8,3	8,04	7,16	6,06	4,98	4,07	3,38	2,86	2,45	1,84	1,44	1,15
Zr	40	»	8,5	8,14	7,28	6,16	5,06	4,15	3,45	2,91	2,50	1,88	1,47	1,17
Nb	41	»	8,6	8,23	7,40	6,27	5,15	4,22	3,51	2,97	2,54	1,92	1,50	1,20
Mo	42	»	8,7	8,42	7,52	6,36	5,24	4,29	3,57	3,02	2,59	1,95	1,53	1,22
Tc	43	»	8,9	8,52	7,63	6,47	5,31	4,36	3,63	3,08	2,64	1,99	1,56	1,25
Ru	44	TФД	9,0	8,62	7,75	6,56	5,40	4,43	3,69	3,13	2,68	2,03	1,58	1,27
Rh	45	»	9,1	8,81	7,85	6,66	5,48	4,50	3,75	3,18	2,73	2,06	1,61	1,30
Pd	46	»	9,3	8,90	7,97	6,75	5,56	4,57	3,81	3,23	2,77	2,10	1,64	1,32
Ag	47	»	9,4	9,00	8,07	6,85	5,64	4,64	3,87	3,28	2,82	2,13	1,67	1,34
Cd	48	»	9,5	9,19	8,19	6,95	5,72	4,71	3,93	3,34	2,86	2,17	1,71	1,37
In	49	»	9,6	9,29	8,31	7,03	5,80	4,78	3,99	3,39	2,91	2,20	1,73	1,39
Sn	50	»	9,8	9,38	8,40	7,13	5,88	4,84	4,05	3,44	2,95	2,24	1,76	1,41
Sb	51	»	9,9	9,48	8,50	7,22	5,95	4,91	4,10	3,49	3,00	2,27	1,79	1,44
Te	52	»	10,0	9,57	8,62	7,31	6,03	4,97	4,16	3,54	3,04	2,31	1,81	1,46
J	53	TФД	10,1	9,77	8,71	7,39	6,11	5,04	4,22	3,59	3,08	2,34	1,84	1,48
Xe	54	»	10,2	9,86	8,81	7,49	6,19	5,10	4,27	3,64	3,13	2,38	1,87	1,51
Cs	55	»	10,4	9,96	8,93	7,57	6,26	5,17	4,33	3,68	3,17	2,41	1,90	1,53

Элемент	Z	Функция ²⁾	$\sin \theta/\lambda$ ($\text{\AA}^{-1}$)											
			0,00	0,05 ³⁾	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,50	0,60	0,70
Ba	56	»	10,5	10,05	9,02	7,66	6,34	5,23	4,39	3,73	3,21	2,45	1,93	1,55
La	57	»	10,6	10,15	9,12	7,75	6,40	5,30	4,44	3,78	3,26	2,48	1,95	1,57
Ce	58	ТФД	10,7	10,24	9,21	7,84	6,49	5,36	4,50	3,83	3,30	2,51	1,98	1,60
Pr	59	»	10,8	10,44	9,31	7,92	6,56	5,42	4,55	3,88	3,34	2,55	2,01	1,62
Nd	60	»	10,9	10,53	9,41	8,01	6,63	5,48	4,60	3,93	3,38	2,58	2,03	1,64
Pm	61	»	11,0	10,63	9,53	8,10	6,70	5,55	4,66	3,97	3,43	2,61	2,06	1,66
Sm	62	»	11,1	10,72	9,62	8,17	6,77	5,61	4,71	4,02	3,47	2,65	2,09	1,69
Eu	63	»	11,2	10,82	9,72	8,25	6,85	5,67	4,77	4,07	3,51	2,68	2,11	1,71
Gd	64	»	11,4	10,91	9,79	8,34	6,91	5,73	4,82	4,11	3,55	2,71	2,14	1,73
Tb	65	»	11,5	11,01	9,88	8,42	6,98	5,79	4,87	4,16	3,59	2,74	2,17	1,75
Dy	66	»	11,6	11,11	9,98	8,50	7,05	5,85	4,92	4,20	3,63	2,78	2,19	1,77
Ho	67	»	11,7	11,20	10,08	8,58	7,12	5,91	4,98	4,25	3,67	2,81	2,22	1,80
Er	68	»	11,8	11,30	10,17	8,66	7,19	5,97	5,03	4,30	3,71	2,84	2,25	1,82
T	69	»	11,9	11,49	10,27	8,74	7,26	6,03	5,08	4,34	3,75	2,87	2,27	1,84
Yb	70	»	12,0	11,58	10,36	8,82	7,33	6,09	5,13	4,39	3,79	2,91	2,30	1,86
Lu	71	»	12,1	11,68	10,44	8,90	7,40	6,15	5,18	4,43	3,83	2,94	2,32	1,88
Hf	72	»	12,2	11,78	10,53	8,98	7,46	6,20	5,23	4,48	3,87	2,97	2,35	1,90
Ta	73	»	12,3	11,87	10,63	9,05	7,53	6,26	5,28	4,52	3,91	3,00	2,38	1,93
W	74	»	12,4	11,97	10,72	9,13	7,59	6,32	5,33	4,56	3,95	3,03	2,40	1,95
Re	75	»	12,5	12,06	10,79	9,21	7,66	6,38	5,38	4,61	3,99	3,06	2,43	1,97
Os	76	»	12,6	12,16	10,89	9,29	7,72	6,43	5,43	4,65	4,03	3,19	2,45	1,99
Ir	77	»	12,7	12,25	10,96	9,36	7,79	6,49	5,48	4,70	4,06	3,12	2,48	2,01
Pt	78	»	12,8	12,35	11,06	9,44	7,86	6,54	5,53	4,74	4,19	3,16	2,50	2,03
Au	79	»	12,9	12,45	11,13	9,51	7,92	6,60	5,58	4,78	4,14	3,19	2,53	2,05
Hg	80	»	13,0	12,54	11,23	9,58	7,98	6,66	5,63	4,83	4,18	3,22	2,55	2,07

¹⁾ Эти значения вычислены, исходя из массы покоя электрона. При использовании для дифракционного анализа электронов со скоростью v эти значения должны быть умножены на $[1 - (v/c)^2]^{-1/2}$.

²⁾ Т — точная волновая функция; ХФ — волновая функция Хартри — Фока; Х — волновая функция Хартри (безобменная); ТФД — потенциальная функция Томаса — Ферми — Дирака.

³⁾ Вторая цифра после запятой не является значащей в этом столбце.

Таблица 2

Элемент	Z	$\sin \theta/\lambda$ ($\text{\AA}^{-1}$)											
		0,00	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,50	0,60	0,70
He	2	(0,445)	0,431	0,403	0,368	0,328	0,288	0,250	0,216	0,188	0,142	0,109	0,086
Ne	10	(1,66)	1,59	1,53	1,43	1,30	1,17	1,04	0,92	0,80	0,62	0,48	0,38
Al	13	(6,1)	5,36	4,24	3,13	2,30	1,73	1,36	1,11	0,93	0,70	0,55	0,45
Si	14	(6,0)	5,26	4,40	3,41	2,59	1,97	1,54	1,23	1,02	0,74	0,58	0,47
P	15	(5,4)	5,07	4,38	3,55	2,79	2,17	1,70	1,36	1,12	0,80	0,61	0,49
S	16	(5,2)	4,88	4,36	3,63	2,93	2,33	1,85	1,49	1,22	0,86	0,65	0,51
Cl	17	(5,0)	4,69	4,24	3,62	3,00	2,44	1,98	1,61	1,32	0,93	0,69	0,54
K	19	(9,0)	(7,0)	5,43	(4,10)	3,15	(2,60)	2,14	(1,90)	1,49	1,07	0,79	0,61
Sc	21	(9,7)	8,35	6,30	4,63	3,50	2,75	2,29	1,92	1,62	1,18	0,89	(0,69)
Ti	22	8,9	7,95	6,20	4,63	3,55	2,84	2,34	1,97	1,67	1,23	0,93	0,72
Y	23	8,4	7,60	6,06	4,60	3,57	2,88	2,39	2,02	1,72	1,28	0,97	0,76
Cr	24	(8,0)	7,26	5,86	4,55	3,58	2,89	2,42	2,06	1,76	1,32	1,01	(0,80)
Mn	25	7,7	7,00	5,72	4,48	3,55	2,91	2,44	2,08	1,79	1,36	1,04	0,83
Fe	26	7,4	6,70	5,55	4,41	3,54	2,91	2,45	2,11	1,82	1,39	1,08	0,86
Co	27	7,1	6,41	5,41	4,34	3,51	2,91	2,46	2,12	1,84	1,42	1,11	0,89
Ni	28	6,8	6,22	5,27	4,27	3,48	2,90	2,47	2,13	1,86	1,46	1,14	0,92
Cu	29	(6,5)	6,00	5,11	4,19	3,44	2,88	2,46	2,13	1,87	1,47	1,16	(0,95)
Zn	30	(6,5)	5,48	5,00	4,14	3,42	2,88	2,47	2,14	1,88	1,48	1,10	0,96
Ga	31	(7,5)	6,70	5,62	4,51	3,64	3,00	2,53	2,18	1,91	1,50	1,20	0,98
Ge	32	(7,8)	7,89	5,93	4,81	3,87	3,16	2,63	2,24	1,94	1,51	1,22	0,99
As	33	(7,8)	6,99	6,05	5,01	4,07	3,32	2,74	2,31	1,99	1,54	1,23	1,01
Se	34	(7,7)	6,99	6,15	5,18	4,24	3,47	2,86	2,40	2,05	1,57	1,23	1,02
Br	35	(7,3)	6,80	6,15	5,25	4,37	3,60	2,97	2,49	2,12	1,60	1,27	1,04
Ag	47	(8,8)	8,24	7,47	6,51	5,58	4,75	4,05	3,46	2,97	2,22	1,70	1,35
W	74	(14)	—	11,80	—	7,43	—	5,16	—	3,85	2,99	2,39	1,96
Hg	80	(13,3)	12,26	10,82	9,18	7,70	6,48	5,50	4,72	4,09	3,16	2,51	2,05

Значения амплитуд атомного рассеяния в этой таблице даны вместо соответствующих величин в табл. 1. Эти значения, вычисленные на основании новых волновых функций Хартри — Фока, приводятся здесь с разрешения доктора Г. А. Иберса и являются самыми последними (сентябрь 1961 г.) результатами, более новыми, чем данные. Международных таблиц по рентгеновской кристаллографии (т. III). Величины в скобках получены интерполяцией или экстраполяцией.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие редактора перевода	5
Из предисловия автора	9
Глава 1. Рассеяние электронов	11
§ 1. Введение	11
§ 2. Волновая природа электронов	12
§ 3. Длина волны электронов	15
§ 4. Взаимодействие электронных пучков с веществом	17
1. Явление рассеяния	17
2. Резерфордовское рассеяние	18
3. Понятие о предельной толщине прозрачного образца	20
§ 5. Влияние кристаллической структуры	21
1. Закон Брэгга	21
2. Потенциальная энергия электронов	22
§ 6. Решения волнового уравнения	25
§ 7. Уравнения Лауэ	26
§ 8. Атомное рассеяние	28
§ 9. Структурный фактор	30
§ 10. Понятие о дифракционных картинах	34
§ 11. Обратная решетка	35
§ 12. Сфера отражения	37
§ 13. Обратное пространство для малых кристаллов	44
1. Введение	44
2. Интенсивность дифрагированных пучков	45
3. Влияние геометрии кристалла	51
§ 14. Особые случаи электронной дифракции	55
1. Дефекты упаковки	55
2. Двойникование	57
3. Двойная дифракция	58
4. Линии Кикучи	60
§ 15. Преломление электронов	62
§ 16. Выводы	63
Литература	64

Глава 2. Формирование изображения кристаллов и возникновение на нем контрастов	66
§ 1. Введение	66
§ 2. Изображение периодических структур	68
§ 3. Изображение металлических кристаллов	73
1. Введение	73
2. Кинематическая теория дифракционного контраста	75
3. Применение динамической теории	83
4. Влияние расходимости пучка	91
5. Абсорбция	92
6. Эффекты, связанные с наклоном образца	94
Литература	97
Глава 3. Электронный микроскоп	99
§ 1. Электронная оптика и электронный микроскоп	99
1. Отклонение электронов в электростатическом поле	100
2. Отклонение электронов в магнитных полях	101
3. Короткие магнитные линзы	104
§ 2. Дефекты изображения в электронных линзах	105
1. Сферическая абберация	105
2. Хроматическая абберация	107
3. Кривизна поля (астигматизм)	108
4. Влияние пространственного заряда	111
§ 3. Разрешающая способность	114
§ 4. Глубина поля и глубина фокуса	120
§ 5. Магнитные электронные микроскопы	122
1. Общее описание	127
2. Электронная пушка	128
3. Конденсорные линзы	132
4. Объективная линза	134
5. Промежуточная и проекционная линзы	135
§ 6. Калибровка микроскопа	138
§ 7. Микродифракция	141
§ 8. Контраст	144
§ 9. Держатель образца	146
§ 10. Чистка микроскопа	147
1. Пушка	147
2. Полюсные наконечники линз	148
3. Управляемые диафрагмы	148
§ 11. Специальные приставки к микроскопу	149
§ 12. Техника киносъемки	153
§ 13. Некоторые практические советы	154
Литература	156

Глава 4. Подготовка образцов для прямого электронно-микроскопического исследования	158
§ 1. Методы копирования рельефа репликами	158
1. Пластические реплики	159
2. Углеродные реплики	161
3. Оксидные реплики	167
4. Контрастность изображения реплики	171
5. Фрактография	173
§ 2. Тонкие металлические фольги	175
§ 3. Приготовление фольг из массивных образцов толщиной ~ 100 мк	175
1. Химическое травление	176
2. Ионная бомбардировка	177
3. Электрополировка	178
4. Приготовление фольги из массивных образцов	200
5. Методы скола по плоскостям спайности	205
§ 4. Прямое образование тонких пленок	206
1. Конденсация молекулярных пучков («напыление») в вакууме	206
2. Выращивание из паров (перегонка)	221
3. Осаждение из раствора	221
4. Осаждение на электроде	222
5. Приготовление из расплава	222
6. Использование ультрамикротомов	223
§ 5. Выводы	225
Литература	225
Глава 5. Применения методов тонких фольг	230
§ 1. Введение	230
§ 2. Исследования дефектов в чистых металлах	231
1. Дислокации	231
2. Свойства дислокаций	233
3. Проявление дислокаций на электронных микрофотографиях тонких фольг, приготовленных из массивных образцов	235
4. Распределение дислокаций и упрочнение	240
5. Дислокации в металлах с объемноцентрированной кубической и с другими структурами	245
6. Дислокационные сетки	246
7. Дислокационные источники	251
8. Дислокации и линии скольжения	253
9. Дефекты в закаленных металлах	254
10. Наблюдения радиационных нарушений	262
11. Наблюдения рекристаллизации	263

12. Наблюдения дислокаций в тонких металлических пленках	266
13. Дислокации в неметаллах	269
14. Кинематическая теория контраста, возникающего из-за дефектов в тонких металлических фольгах	274
15. Определение векторов Бюргерса	284
16. Общие выводы из работ по дислокациям	285
§ 3. Изучение превращений в сплавах	286
1. Введение	286
2. Процесс выделения в нежелезных сплавах	287
3. Дифракция электронов и темнопольное изображение	304
4. Мартенситные превращения	307
5. Наблюдения упорядочения в тонких фольгах	311
6. Перлитное превращение	315
7. Заключение	317
§ 4. Другие примеры исследования металлов	318
Литература	318
Приложение А. Использование микроэлектроннограмм для анализа микрофотографий	325
1. Определение ориентировки фольги	325
2. Определение плоскостей скольжения и толщины фольги	329
Литература	334
Приложение Б. Физические константы и переходные коэффициенты	335
Физические константы	335
Переходные коэффициенты	335
Приложение В. Литература по электронной микроскопии	337
Общая	337
Доклады на конференциях	337
Учебники	338
Периодические издания	338
Приложение Г. Общие рекомендации по оборудованию лаборатории электронной микроскопии	339
Помещение для микроскопа	339
Препараторская комната	341
Темная комната	342
Небольшое вспомогательное помещение	343
Приложение Д. Амплитуды атомного рассеяния для электронов	344

Т о м а с
**ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ
МЕТАЛЛОВ**

Редактор *Е. И. Майкова*
Художник *Л. С. Морозова*
Художественный редактор *Е. А. Подмарькова*
Технический редактор *В. Н. Бекляшцева*
Корректор *О. Ф. Иванова*

Сдано в производство 25/II 1963 г.
Подписано к печати 24/IX 1963 г.
Бумага 60×90¹/₁₆ = 11,0 бум. л. 22 печ. л.
Уч.-изд. л. 19,7. Изд. № 2/1660 Цена 1 р. 58 к.
Заказ № 1178

ИЗДАТЕЛЬСТВО
ИНОСТРАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ
Москва, 1-й Рижский пер., 2

Типография № 2 им. Евг. Соколовой
УЦБ и ПП Ленсовнархоза
Ленинград, Измайловский пр., 29,