ГЛАВА 4 ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

4.1. ВВЕДЕНИЕ

Идея первого электронного микроскопа с магнитными линзами была высказана, а затем и осуществлена Кнолем и Руска в 1931 году. Физической основой этой фундаментальной работы послужил целый ряд выдающихся открытий, сделанных, начиная с конца прошлого столетия. Перечислим хотя бы некоторые из работ того периода: открытие катодных лучей, электронов, определение их заряда (J.Thomson, 1897); Исследование взаимодействия электронных пучков с магнитными полями и открытие магнитной фокусировки (H.Busch, 1926); открытие волновой природы материи (L.de-Broglie, 1924); L.Germer явления дифракции электронов (C.Davisson, открытие G.Thomson, 1927); создание теории динамической дифракции электронов (H.Bethe, 1928). Этот список можно было бы легко продолжить.

В 1934 году была опубликована работа (L.Marton), в которой приведены первые электронно-микроскопические снимки биологических объектов. На первом этапе электронная микроскопия применялась в основном для наблюдения биологических объектов, причем для интерпретации снимков использовался лишь адсорбционный контраст. Однако, появление метода реплик - отпечатков, сделанных с поверхности (H.Mahl,1940; C.Hall,1956), и особенно декорирование их металлами (H.Muller, 1942) позволило успешно изучать неорганические материалы - сколы и изломы кристаллов. Примерно с начала 50-х годов начинаются интенсивные попытки исследования тонких фольг материалов на просвет. Это стало возможным в результате существенного повышения до 100kv ускоряющего напряжения в электронных микроскопах. По-видимому, первой успешной в этом плане работой явилось наблюдение дислокаций и дефектов упаковки в металлических фольгах (P.Hirsch, 1956). Для интерпретации наблюдаемого контраста авторам в дальнейшем пришлось использовать результаты динамической дифракции электронов, разработанной ранее (H.Bethe, 1928). С этого периода начинается электронно-микроскопической бурное развитие техники, появляются разнообразные методики приготовления тонких фольг, интенсивно развивается теория дифракционного контраста. Электронная микроскопия находит все более широкое применение в физическом материаловедении. Одной из важнейших причин этого по-видимому является уникальная возможность наблюдать в одном эксперименте, как изображение объекта в реальном пространстве, так и его дифракционную картину. Поэтому ЭМ является наиболее подходящим и привлекательным методом исследования структуры сложных кристаллических объектов.

Постоянное совершенствование электронных микроскопов дало возможность к настоящему времени довести разрешение по точкам в рядовых приборах до 0.3-0.5нм. Это позволяет вплотную подойти к интереснейшей проблеме - непосредственному наблюдению стуктуры дефектов кристаллической решетки на атомном уровне.

В 1947 году появилась первая статья (H.Boerch) в которой наблюдался контраст единичных атомов и атомных образований в кристаллах и обсуждались идеи фазового контраста. В 1949 году O.Scherzer опубликовал работу в которой обсуждался фазовый сдвиг приобретаемый электронами при прохождении кристалла. Позже эта проблема была детально изучена целым рядом авторов (1955 R.Uyeda, 1965 R.Heidenreich, 1965 Y.Kamiya). Было установлено, что наибольший вклад в фазовые ошибки вносит сферическая аберрация. Тщательный анализ фазовых сдвигов приобретаемых электронами показал, что при определенных условиях их величина может быть скомпенсирована правильным выбором отрицательного значения дефокусировки. Этот вывод имел огромное значение для последующего развития электронной микроскопии высокого разрешения, так как именно на этом пути были получены наибольшие экспериментальные успехи.

Последние два десятилетия различными фирмами, выпускающими электронные микроскопы, велись целенаправленные работы по улучшению разрешения по точкам. По-видимому, наибольшие успехи здесь достигнуты Японской фирмой JEOL, освоившей несколько лет назад серийный выпуск серии приборов JEM-4000 с разрешением 0.12-0.15нм. На этих приборах к настоящему времени накоплен большой экспериментальный материал по прямому наблюдению структуры дислокаций, дефектов упаковки, двойниковых границ, большеугловых границ, структурных модуляций и пр. на атомном уровне.

Ниже рассмотрены некоторые аспекты получения высокого разрешения в электронной микроскопии. Электронный микроскоп высокого разрешения очень близок по идеологии к оптическому фазово-контрастному микроскопу. Поэтому целесообразно начать рассмотрение с напоминания некоторых наиболее существенных характеристик оптического микроскопа.

4.2. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

4.2.1. ОСНОВЫ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Для описания основных процессов, происходящих, при формировании изображения в микроскопе, удобно воспользоваться классической схемой оптического микроскопа. На рис.4.1 показана схема простейшего трехлинзового прибора, работающего на просвет. Для освещения объекта должен быть сформирован определенным образом световой поток (параллельный или сходящийся пучок). Эта задача решается при помощи апертурной диафрагмы, вырезающей необходимую часть светового пучка источника света, и специальной линзой (в более общем случае системы линз), называемой конденсорной линзой или просто конденсором. Апертурная диафрагма, световой называется апертурной ограничиваюшая поток, лиафрагмой конденсора. Сформированный таким образом световой пучок проходит далее еще через одну диафрагму, ограничивающую освещаемое поле объекта. Поэтому эта диафрагма называется полевой. Наблюдаемый объект рассеивает свет, который далее попадает в объективную линзу (в более общем случае систему линз, называемую объективом), в плоскости изображения которой формируется первое увеличенное изображение объекта. Это изображение может затем наблюдаться при помощи окулярной линзы или проектироваться на экран проекционной линзой. Качество изображения определяется главным образом параметрами объективной линзы [1-8].

Рассмотрим основные характеристики, которыми должна обладать объективная линза. Основной функцией объективной линзы является создание действительного увеличенного изображения образца в плоскости объекта окулярной или проекционной линзами. Увеличение объективной линзы определяется отношением размера промежуточного изображения, которое она формирует, к истинному размеру объекта. Увеличение объективных линз оптических микроскопов может составлять от нескольких единиц до сотни. Полное увеличение такой системы определяется выражением

$$K = \frac{H}{h} = \frac{D \cdot \Delta}{f_1 \cdot f_2} \tag{4.1}$$

Здесь $f_{1'}$, f_2 - фокусные расстояния объективной и окулярной линз, Δ расстояние между фокусами этих линз, D - расстояние наилучшего зрения. Например, если для типичного случая $f_1=2mm$, $f_2=15mm$, $\Delta=1,0mm$, D=250mm, коэффициент увеличения такого микроскопа K=1335.



Рис.4.1.Оптическая схема трехлинзового оптического микроскопа. 1-источник света, 2-апертурная диафрагма конденсора, 3-конденсорная линза, 4-полевая диафрагма, 5объект, 6-объективная линза, 7-первое увеличенное действительное изображение, 8окулярная линза, 9-второе увеличенное мнимое изображение.

Объектив может собрать лишь часть света, рассеиваемого образцом, ограниченную конусом, образованным диаметром линзы и расстоянием между плоскостью линзы и образцом. Эта особенность линзы называется числовой апертурой линзы и характеризует способность линзы собирать световые пучки. Числовая апертура определяется формулой

$$A = n \cdot \sin\beta, \tag{4.2}$$

где *n* - показатель преломления среды, располагаемой между поверхностью объективной линзы и объектом, β - половина апертурного угла при вершине конуса светового потока, собираемого линзой.

Одной из наиболее важных характеристик объектива является разрешающая способность линзы, т.е. свойство линзы разрешать близко расположенные детали образца. Иными словами, разрешающая способность объективной линзы - это наименьшее расстояние между двумя точками объекта, при котором эти точки на изображении разрешаются как две отдельные точки. Предельная разрешающая способность линзы определяется дифракционными свойствами линзы и может быть записана в виде

$$\varepsilon = \frac{0.61\lambda}{A},\tag{4.3}$$

где λ - длина волны света, используемого для освещения объекта, а A - числовая апертура объективной линзы.

Другой характеристикой линзы является глубина резкости. Она характеризует величину смещения образца вдоль оптической оси, которое может быть произведено без заметного ухудшения фокусировки изображения. Глубина резкости обратно пропорциональна квадрату числовой апертуры т.е. $1 / A^2$, а это означает, что при значительных неровностях поверхности образца целесообразно использовать объективы с малой числовой апертурой.

Наряду с дифракционными ограничениями разрешающую способность линз ухудшают различного рода дефекты, называемые в оптике аберрациями. Наиболее распространенными считаются пять типов аберраций: *сферическая* и *хроматическая* аберрации, *астигматизм, кома*, и *дисторсия*. На рис.4.2 схематически показано, как образуются эти типы ошибок в передаче изображений линзами.



Рис.4.2. Аберрации линз. а)-сферическая аберрация, б)-кома, в)-хроматическая аберрация, г)-астигматизм, д)-дисторсия.

Сферическая аберрация обусловлена тем, что лучи, проходящие через участки линзы, расположенные на различных расстояниях от оптической оси, фокусируются на различных расстояниях от центра линзы, т.е. имеют слегка отличные фокусные расстояния. Поэтому фокус линзы будет размыт вдоль оптической оси. Это главный дефект объективных линз, в особенности в электронной микроскопии. Если рассматривать изображения точек образца, располагающихся на некотором расстоянии от оптической оси линзы, то изображения их будут размытыми даже в случае полной компенсации сферической аберрации. Такие искажения получили название кома.

Хроматическая аберрация возникает в случае освещения объекта немонохроматическим светом. Световые лучи более короткой длины волны преломляются меньше, чем лучи более длинноволновые, отсюда возникает цветовое размытие фокуса вдоль оптической оси.

Более сложным видом искажений является *астигматизм*. Он обусловлен нарушением осевой симметрии линзы и приводит к отличию фокусных расстояний для лучей, проходящих в плоскости рисунка, и лучей, располагающихся в перпендикулярной плоскости. Искажения этого типа особенно существенны для электронной микроскопии, т.к. изготовить магнитную линзу (диаметры полюсных сердечников такой линзы могут составлять *10см*. и более) с высокой степенью осевой симметрии достаточно сложно.

И, наконец, аберрация, называемая *дисторсией*, возникает, когда отдельные точки объекта, располагающиеся на разных расстояниях от оптической оси, имеют разное увеличение. В случае, когда увеличение уменьшается с увеличением расстояния от оптической оси, дисторсия называется бочковидной, в противоположном случае - подушковидной.

В оптической микроскопии перечисленные виды аберраций в значительной степени удается скорректировать высоким качеством изготовления оптики и применением специальных сложных объективов (ахроматические, апохроматические). Однако, полностью исправить все аберрации линз практически невозможно.

В зависимости от характера освещения объекта различают два типа микроскопов - микроскопы, работающие с прозрачными объектами, их просвечивающими (иногда биологическими), называют И приборы, предназначенные для изучения непрозрачных объектов, называемые обычно отражательными (иногда металлографическими). В современных универсальных приборах эти возможности обычно совмещаются в виде двух режимов освещения - "на просвет" и "на отражение". На рис.4.3 показана классическая схема микроскопа предназначенного для работы на отражение.



Рис.4.3. Схема металлографического микроскопа. 1-источник света; 2-апертурная диафрагма конденсора; 3-конденсорная линза; 4полупрозрачное зеркало; 5-объектив; 6плоскость объекта; 7-плоскость первого изображения; 8-окуляр; 9-плоскость второго изображения.

В зависимости от решаемых задач могут использоваться различные источники света: различной степени яркости, моно- и полихроматические, плоско-поляризованные и с более сложной структурой света, ультрафиолетовые и инфракрасные и пр. Для этих целей применяются лампы накаливания с вольфрамовой нитью (в виде плоской ленты или спирали), ксеноновые, циркониевые, ртутные и дуговые лампы, каждая из которых имеет и свои преимущества, и определенные недостатки, а их выбор определяется конкретной исследовательской задачей.

Характер контраста и его качество существенным образом зависят от выбора режима и правильности настройки освещения. В зависимости от способа освещения различают два типа контраста - светлопольный и темнопольный. Если прямые лучи светового потока от источника, освещающего объект, близки по направлению к оптической оси прибора - такое освещение называют светлопольным.

В целом ряде случаев для усиления контраста применяется метод косого освещения, которое может быть достигнуто смещением оси конденсора относительно оптической оси микроскопа, или (как это обычно делается) некоторым смещением апертурной диафрагмы конденсора относительно главной оси.

Наиболее часто для усиления контраста используется другой прием - метод темного поля. Для осуществления этого вместо апертурной диафрагмы

конденсора помещается кольцевая диафрагма, которая и является в данном случае кольцевым источником освещения образца. Контраст, получаемый при темнопольном освещении, является обратным по отношению к контрасту, формируемому в светлом поле, а именно, детали структуры, кажущиеся светлыми в светлом поле, становятся темными в темном поле и, наоборот, детали структуры, которые выглядят темными в светлом поле, будут светлыми в темном поле. Сказанное выше, схематически проиллюстрировано на рис.4.4. Следует подчеркнуть, что разрешающая способность при этом не меняется, однако детали структуры, которые в светлом поле имеют слабую контрастность, могут в ряде случаев становиться более контрастными в темном поле.



Рис.4.4. Схема, иллюстрирующая образование светлопольного и темнопольного контраста.

4.2.2. ТИПЫ КОНТРАСТА (АМПЛИТУДНЫЙ И ФАЗОВЫЙ КОНТРАСТ)

Контраст различных деталей объекта может формироваться в результате действия нескольких факторов. На рис.4.4 был показан случай, когда контраст образуется за счет лучей, отраженных от участков образца, различным образом ориентированных относительно оптической оси микроскопа. В некоторых случаях контраст может формироваться в результате различия коэффициентов поглощения или отражения различных участков образца. Все эти случаи относятся к, так называемому, амплитудному контрасту. В целом ряде случаев [1-8] контраст формируется за счет изменения фазы лучей, рассеянных образцом, как, например, при отражении от объекта, имеющего на своей поверхности небольшую ступеньку (см. рис.4.5а), или когда образец состоит из участков (биологические объекты), имеющих различные коэффициенты преломления (см. рис.4.5б). Такой контраст получил название фазового контраста. Именно этот случай контраста играет большую роль в электронной микроскопии.



Рис.4.5. Схема формирования фазового контраста.

Рассмотрим этот случай более подробно. Пусть для определенности объект имеет вид, показанный на рис.4.5а. Если объект освещается плоской волной $E = E_0 \cdot sin\omega t$, то после отражения от образца будут две волны: волна, отраженная от участка I, будет иметь вид $E_1 = E_0 \cdot sin\omega t$, волна, отраженная от участка $2 - E_2 = E_0 \cdot sin(\omega t - \Delta \varphi)$. Ясно, что мы не увидим контраста на этой ступеньке, т.к. это отражается только на изменении фазы волны, а при наблюдении в окуляр регистрируется интенсивность волны $I = |E|^2$. Для того, чтобы зарегистрировать такой контраст, необходимо изменение в фазе волны каким-то образом преобразовать в изменение амплитуды, т.е., другими словами, произвести фазовое детектирование. Впервые эта задача была решена в 1934 году Цернике. На рис.4.6 показан принцип такого преобразования.

Будем считать, что изменение фазы, приобретаемое лучом, при отражении от объекта мало $\Delta \phi << l$, речь идет о "тонком фазовом объекте". Положим также, что фаза зависит от координаты точки на поверхности образца, т.е. $\Delta \phi(x)$. Тогда амплитуда волны, отраженной от поверхности образца, будет также зависеть от координат точки образца и отображать рельеф поверхности в изменениях фазы

$$E(x) = E_0 \cdot \sin(\omega t - \Delta \varphi(x))$$
(4.4)

Это выражение можно преобразовать

$$E(x) = E_0 \cdot \sin\omega t \cdot \cos(\Delta\varphi(x)) - E_0 \cdot \sin(\Delta\varphi(x)) \cdot \cos\omega t, \qquad (4.5)$$

или учитывая малость фазы

$$E(x) \approx E_0 \cdot \sin \omega t - E_0 \cdot \Delta \varphi(x) \cdot \cos \omega t \tag{4.6}$$

Первое слагаемое по существу представляет собой падающую волну, а второе слагаемое несет информацию о поверхности образца. Для вычисления амплитуды волны E(x) необходимо изменить **cos** ωt на **sin** ωt , т.е. сдвинуть фазу волны на $\pi/2$ или на четверть длины волны $\lambda/4$. Тогда выражение для амплитуды приобретет вид

$$E(x) = E_0 \cdot (1 - \Delta \varphi(x)) \cdot sin\omega t$$
(4.7)

и, следовательно, выражение для интенсивности можно записать

$$I(x) = \left| E(x) \right|^2 = E_0^2 \cdot \left(1 - \Delta \varphi(x) \right)^2$$
(4.8)



Рис.4.6. Фазовый сдвиг волн, возникающий при рассеянии на фазовом объекте.

Этот способ фазового детектирования микроскопического изображения был разработан Ф.Цернике в 1935 году. Для его реализации необходимо разностную волну сдвинуть по фазе на четверть длины волны. Практически это реализуется в методике фазово-темнопольного контраста. Вместо апертурной диафрагмы конденсора помещается кольцевая диафрагма, а в фокальной плоскости объектива - кольцевая четвертьволновая фазовая пластинка производящая фазовый сдвиг для части лучей прошедших через кольцевую диафрагму. На рис.4.7 показан ход лучей в фазово-темнопольном микроскопе.



Рис.4.7. Ход лучей в фазво-темнопольном микроскопе. 1-источник света; 2-кольцевая апертурная диафрагма; 3-конденсорная линза; 4-фазовый объект; 5-объектив; 6четверть-волновая пластинка; 7-фазово-темнопольное изображение объекта.

4.3. ФОРМИРОВАНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ В ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ

4.3.1. МИКРОСКОП, КАК ДИФРАКЦИОННЫЙ ПРИБОР. ПОДХОД АББЕ

Если падающий пучок описывается плоской волной, которая дифрагирует на объекте, то объект можно представить с помощью двумерной функции прохождения q(x,y). Согласно представлениям волновой оптики (принцип Гюйгенса-Френеля) выходная поверхность объекта действует, как совокупность точечных источников сферических волн, интерференция которых приводит возникновению задней фокальной к В плоскости линзы дифракционной картины. Каждую точку полученной дифракционной картины можно в свою очередь рассматривать, как источник Гюйгенса, генерирующий сферические волны, которые с учетом влияния аберрационных сдвигов фаз интерферируют в плоскости изображения. Поэтому процесс формирования изображения объективной линзой можно представить, как двойное фурьепреобразование в пространстве от объекта до задней фокальной плоскости, где возникает дифракционная картина, и от этой плоскости до плоскости изображения объекта, где формируется увеличенное изображение. Эта идея (см.рис.4.8) впервые была высказана Аббе в 1873 году.



Рис.4.8.Схема, иллюстрирующая дифракционную природу изображения, формируемого линзой. О-плоскость объекта, Lлинза, F-задняя фокальная плоскость линзы, где формируется дифракционная картина, названная Аббе "первичным изображением", Dапертурная диафрагма линзы, I-плоскость увеличенного "вторичного изображения".

Для упрощения ситуации рассмотрим случай чисто фазового объекта, то есть когда изображение формируется только за счет изменения фазы проходящей или отраженной волны. В этом случае функция, описывающая объект, будет иметь вид

$$q(x, y) = e^{i\sigma\varphi(x, y)}, \qquad (4.9)$$

здесь σ -константа взаимодействия; $\varphi(x,y)$ -описывает изменение фазы, приобретаемое волной в различных точках (x,y) объекта, и носит название трансмиссионной функции объекта. Будем считать, что фазовый объект достаточно тонкий и, следовательно, величина фазового сдвига мала, т.е. $\varphi(x,y) << 1$, тогда можно записать

$$q(x, y) \approx 1 - i\sigma\varphi(x, y) \tag{4.10}$$

Если такой объект находится в "плоскости объекта" объективной линзы и освещается плоской падающей волной (свет, электроны), то в "задней фокальной плоскости" линзы сформируется дифракционное изображение этого

объекта, как показано на рис.4.8. Точками обозначены дифракционные максимумы соответствующих порядков. Характер дифракционной картины согласно теории дифракции Фраунгофера будет описываться Фурье-преобразованием функции объекта в координатах обратного пространства, т.е.

$$Q(x^*, y^*) = F\left\{q(x, y)\right\}, \qquad (4.11)$$

где $x^* = \frac{\beta_x}{\lambda}, y^* = \frac{\beta_y}{\lambda}; \beta_x, \beta_y$ -углы дифракции; λ -длина волны. Подставляя сюда значение трансмиссионной функции q(x,y) для тонкого фазового объекта, получим

$$Q(x^{*}, y^{*}) = \mathbf{F}\left\{1 - e^{i\sigma\varphi(x, y)}\right\} = \delta(x^{*}, y^{*}) - i\sigma\mathbf{F}\left\{\varphi(x, y)\right\} = \delta(x^{*}, y^{*}) - i\sigma\Phi(x^{*}, y^{*}),$$
(4.12)

где $\delta(x^*, y^*)$ -дельта-функция Дирака; $\Phi(x^*, y^*)$ -фурье-образ фазовой функции $\varphi(x, y)$.



Рис.4.9. Участие различных дифракционных пучков в формировании дифракционного изображения в электронном микроскопе. Изображение формируется только за счет нулевого пучка -a) (светлопольное изображение); б) изображение формируется только за счет одного из боковых дифракционных максимумов (темнопольное изображение); в) изображение формируется в результате интерференции нескольких дифракционных пучков (высокое разрешение). 1-образец; 2-объективная линза; 3-апертурная диафрагма; 4-дифракционное изображение объекта в фокальной плоскости линзы; 5 - восстановленное изображение объекта в "плоскости объекта".

Проведенные выше рассуждения показывают, что, чем больше дифракционных максимумов будет проходить через апертурную диафрагму, т.е. чем большее число членов ряда Фурье примет участие в формировании изображения, тем выше будет разрешение оптической системы. На рис.4.9 показано, как апертурная диафрагма выделяет из дифракционной картины в фокальной плоскости электронного микроскопа один центральный, или один боковой, или несколько дифракционных пучков для последующего формирования изображения.

4.3.2. ПЕРЕДАТОЧНАЯЯ ФУНКЦИЯЯ ОПТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Любая оптическая система вносит искажения при формировании изображения, которые в оптике получили название аберраций. Аберрации могут искажать как амплитуду, так и фазу функции $Q(x^*, y^*)$, поэтому в общем случае эту ситуацию можно записать

$$Q(x^*, y^*) \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)},$$
 (4.13)

где функция $A(x^*, y^*)$ получила название апертурной ошибки, или апертурной функции, и по существу описывает пространственное ограничение, вносимое апертурной диафрагмой, а функция $\chi(x^*, y^*)$ учитывает ошибки, вносимые оптической системой микроскопа в фазу проходящей волны. Тогда амплитуда изображения объекта, сформированная в плоскости объекта линзы, будет иметь вид

$$\Psi(x,y) = F\left\{Q(x^*,y^*) \cdot A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}\right\}$$
(4.14)

Подставляя сюда написанное выше значение для $Q(x^*, y^*)$ и производя несложные преобразования, получим

$$\Psi(x,y) = F\left\{ \left[\delta(x^{*},y^{*}) - i\sigma\Phi(x^{*},y^{*}) \right] \cdot A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = F\left\{ \delta(x^{*},y^{*}) - i\sigma\Phi(x^{*},y^{*}) \cdot A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\sigma\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma F\left\{ \Phi(x^{*},y^{*}) \cdot A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\sigma\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma F\left\{ \Phi(x^{*},y^{*}) \right\} + F\left\{ A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma \varphi(x,y) * F\left\{ A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma \varphi(x,y) * F\left\{ A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma \varphi(x,y) * F\left\{ A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\} = 1 - i\sigma \varphi(x,y) * F\left\{ A(x^{*},y^{*}) \cdot e^{i\chi(x^{*},y^{*})} \right\}$$

$$(4.15)$$

Введем следующее обозначение

$$S(x,y) = F\left\{A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}\right\}.$$
(4.16)

Это выражение получило название передаточной функции оптической системы и фактически является импульсным откликом системы на единичное возбуждение, или, другими словами, описывает изображение точки в оптической системе с аберрациями. Тогда окончательно амплитуду изображения тонкого фазового объекта можно записать в виде

$$\Psi(x,y) = 1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$

В том случая когда фазовый множитель $\chi(x^*, y^*)$ не зависит от координат или вообще равен нулю, передаточная функция определяется только величиной апертуры $A(x^*, y^*)$ и имеет вид $\frac{sin(Ax)}{Ax}$ показанный на рис.4.10. Параметр A является величиной числовой апертуры линзы. В приведенном выражении оставлена лишь одна координата так как задача в данном случае имеет цилиндрическую симметрию.



Рис 4.10.Общий вид передаточной функции оптической системы для случая когда фазовый множитель в выражении (4.16) равен единице.

Интенсивность, а, следовательно, и плотность почернения на фотографическом изображении тонкого фазового объекта, будет иметь вид

$$I(x,y) = \left[1 - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)\right]^2 \approx 1 - 2\sigma\varphi(x,y) * S(x,y) \quad (4.17)$$

Из полученного выражения видно, что микроскоп достаточно точно передает вид объекта только в случае, если передаточная функция S(x,y) близка к единице. В действительности эта функция сложным образом зависит от координат и может быть близка к единице только в определенной области значений констант прибора.

4.4. АНАЛИЗ АБЕРРАЦИЙ В ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

4.4.1. ТОНКИЙ ФАЗОВЫЙ ОБЪЕКТ В ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Рассмотрим более подробно, что имеется в виду под понятием тонкого фазового объекта в электронной микроскопии [9-14]. Рассмотрим кристаллическую пластину толщиной t. Пусть распределение электрического потенциала внутри этой пластины описывается функцией V(x,y,z). Длина волны падающих электронов в пучке электронного микроскопа в вакууме задается выражением

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2\,meE}} \tag{4.18}$$

При движении электронов внутри кристалла следует учитывать дополнительное электрическое поле V(x,y,z)=V(r), существующее в кристалле за счет распределения электрических зарядов, и тогда выражение, определяющее длину волны электронов, будет иметь вид

$$\lambda' = \frac{h}{\sqrt{2me(E + V(r))}}$$
(4.19)

Следовательно дополнительная разность фаз, приобретаемая электронами при прохождении слоя вещества толщиной *dz*, должна определяться, как

$$d\chi(r) = 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda'} - 2\pi \cdot \frac{dz}{\lambda} = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\frac{\lambda}{\lambda'} - 1\right)$$
(4.20)

Написанное выражение для изменения фазы можно упростить, учитывая, что $E >> V(\mathbf{r})$

$$d\chi(r) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{\frac{E + V(r)}{E}} - 1\right) = \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(\sqrt{1 + \frac{V(r)}{E}} - 1\right) =$$
$$= \frac{2\pi \cdot dz}{\lambda} \cdot \left(1 + \frac{1}{2} \cdot \frac{V(r)}{E} - 1\right) = \frac{\pi}{\lambda E} V(x, y, z) dz, \qquad (4.21)$$

или введя обозначение $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E}$, можно окончательно записать

$$d\chi(x, y, z) = \sigma V(x, y, z) \cdot dz \qquad (4.22)$$

Величина σ носит название константы взаимодействия. В релятивистском случае она имеет вид $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E} \cdot \frac{2}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}}$, где $\beta = v/c$. Полная фаза, набегаемая пучком электронов при прохождении всего кристалла толщиной *t*, будет

определяться интегрированием выражения (4.22) по всей толщине кристалла т.е.

$$\chi(x,y) = \sigma \int_{0}^{t} V(x,y,z) dz = \sigma \varphi(x,y)$$
(4.23)

Таким образом функция $\phi(x,y)$ представляет собой проекцию распределения электрического потенциала V(x,y,z) внутри кристалла толщиной t на плоскость (*x*,*y*) перпендикулярную направления движения электронов [2,5,9-14]. С другой стороны из электродинамики известно, что электрический потенциал V(x,y,z) связан с распределением электронной плотности в кристаллической решетке уравнением Пуассона $div V(r) = 4 \pi \rho(r)$.

4.4.2. АНАЛИЗ ПЕРЕДАТОЧНОЙ ФУНКЦИИ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Передаточная функция интегрирует в себе различного рода ошибки оптической системы при передаче и формировании изображения объекта. Любая оптическая система будет вносить искажения как в амплитуду, так и в фазу проходящей волны. Основными ошибками оптических систем являются дифракционная, сферическая, хроматическая аберрации, ошибки, вносимые расходимостью пучка и дефокусировкой [9-14]. Рассмотрим подробнее эти ошибки.

Конечность апертуры оптической системы приводит к отсеканию пучков, проходящих под углами $>\beta_A$ (апертурный угол), и ограничивает получаемое разрешение ошибкой $\rho_A = \frac{0.61\lambda}{\beta_A}$. Это искажение получило

название апертурной, или дифракционной ошибки.

Лучи, идущие от какой-либо точки объекта и пересекающие плоскость линзы на разных расстояниях от ее оси, могут фокусироваться на разных расстояниях от плоскости линзы, т.е. фокус будет размываться в аксиальном направлении. Это явление, как уже отмечалось выше, получило название сферической аберрации. Величина ошибки за счет сферической аберрации определяется соотношением $\rho_s = C_s \cdot \beta^3$, где C_s -коэффициент сферической аберрации, *β*-апертурный угол. Величина фазового сдвига при этом равна $\chi_s = 0.5 \pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{2}$. Изображение точки в этом случае в плоскости изображения

будет выглядеть в виде размытого диска с размерами ρ_s .

Другая ошибка возникает за счет относительного разброса длин волн падающего излучения. Для электронов это обусловлено нестабильностью ускоряющего напряжения ($\Delta V/V$), колебаниями токов в линзах ($\Delta I/I$), неупругим рассеянием в образце. В оптике эта ошибка получила название хроматической аберрации. Можно показать, что результатом действия хроматической аберрации будет размытие фокусного расстояния на величину

$$\Delta f = C_c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I}{I}\right)^2}, \qquad (4.24)$$

тогда соответствующий диск рассеяния в плоскости изображения будет определяться как $\rho_c = \Delta f \beta$.

Точная фокусировка изображения является практически невыполнимой задачей, так как вид изображения заранее неизвестен, а идеальное изображение совершенного фазового объекта не дает контраста в плоскости гауссова изображения. Поэтому в реальных задачах необходимо учитывать дефокусировку электронного микроскопа, которая также, как и в случае сферической или хроматической аберраций, будет приводить к размытию изображения точки в плоскости изображения в диск с радиусом $\rho_D = \varepsilon \beta$, а ρ_D^2

соответствующий фазовый сдвиг при этом будет равен $\chi_{D} = \pi \varepsilon \frac{\beta^2}{\lambda}$.



Рис.4.11.Зависимость амплитудной части разрешения микроскопа от апертурного угла.

При расчетах контраста необходимо учитывать целый ряд ошибок оптической системы таких, как влияние конечных размеров источника и, следовательно, расходимость падающего пучка, астигматизм, кома, дисторсия и пр. Однако в современных приборах ошибки этого рода могут быть удовлетворительно скомпенсированы или даже исправлены. Поэтому при оценке предельного разрешения следует в первую очередь учитывать конечные размеры апертуры, сферическую и хроматическую аберрации. Тогда предельная разрешающая способность микроскопа, определяемая амплитудной частью аберрации, будет равна

$$\rho = \sqrt{\rho_A^2 + \rho_s^2 + \rho_c^2 + \rho_D^2}$$
(4.25)

На рис.4.11 в качестве примера приведена зависимость амплитудной части разрешающей способности электронного микроскопа от величины апертурного угла.

Дополнительная разность фаз, приобретаемая волнами, проходящими через линзу, при этом будет равна

$$\chi(\beta) = \chi_s(\beta) + \chi_D(\beta) = 0.5 \pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi \varepsilon \frac{\beta^2}{\lambda}$$
(4.26)

Подставим полученное значение фазы в выражение передаточной функции и попытаемся проанализировать ее.

$$\mathbf{S}(x, y) = \mathbf{F} \left\{ A(\beta) \cdot e^{i \left(0.5\pi C_s \cdot \frac{\beta^4}{\lambda} + \pi \varepsilon \cdot \frac{\beta^2}{\lambda} \right)} \right\}$$
(4.27)

Заменим выражение для экспоненты, используя формулы Эйлера

$$\mathbf{S}(x, y) = \mathbf{F}\left\{A(\beta) \cdot \mathbf{cos}\left(0.5\pi C_{s} \cdot \frac{\beta^{4}}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^{2}}{\lambda}\right)\right\} + \mathbf{F}\left\{iA(\beta) \cdot \mathbf{sin}\left(0.5\pi C_{s} \cdot \frac{\beta^{4}}{\lambda} + \pi\varepsilon \cdot \frac{\beta^{2}}{\lambda}\right)\right\}$$

loelao dan÷aoa odaíniennenílíné oóleoe äeÿ ýeaeodílínan leedînena JEOL 4000



(4.28)

Рис.4.12. Вид передаточной функции, рассчитанный для нескольких значений дефокусировки. Коэффициент сферической аберрации $C_s = 10^8 \text{Å}$, длина волны $\lambda = 0.0164 \text{Å}$ (соответствует рабочему напряжению 400kV, апертурный угол измеряется в радианах).

На рис.4.12 показаны рассчитанные зависимости $sin(\chi(\beta, \varepsilon))$ для различных значений дефокусировки ε . Анализ поведения этой зависимости показывает, что при определенных значениях величины дефокусировки ε на зависимости наблюдается достаточно широкая область значений апертурного угла β , где

функция $sin[\chi(\beta,\varepsilon)] \approx -1$, соответственно в этой же области функция $cos[\chi(\beta,\varepsilon)] \approx 0$ в виду близости аргумента к $\pi/2$. Это означает, что фазовый функции множитель в передаточной при определенных значениях дефокусировки мало отличается от -1 в некотором интервале апертурного угла β . Если учесть при этом, что апертурная функция $A(\beta)$ описывает действие апертурной диафрагмы и внутри этой области апертурного угла является константой, передаточная функция в этой области апертурного угла $S(\beta, \varepsilon) \approx -1$. Область дефокусировок, при которых это происходит, получила название по имени автора этого исследования, дефокусировки Шерцера [16]. Таким образом, подбирая величину дефокусировки, можно в некоторых пределах скомпенсировать фазовую ошибку, связанную со сферической аберрацией, и добиться предельного разрешения прибора. Эта методика и лежит в основе получения высокого разрешения в электронной микроскопии.

4.4.3. МЕТОД ОПТИЧЕСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕДАТОЧНОЙ ФУНКЦИИ

Для правильной интерпретации изображений высокого разрешения необходимо знать количественные характеристики основных аберраций микроскопа (например, характер астигматизма, коэффициент сферической аберрации), вид передаточной функции прибора, область значений дефокусировки, в которой работает микроскоп и пр. Для исследования этих и других параметров электронного микроскопа обычно используется "метод оптического дифрактометра", схема которого показана на рис.4.13.



Рис.4.13.Схема оптического дифрактометра. 1-лазер, 2-линза, 3-электронномикроскопический снимок, 4-фотопластинка.

Суть этого метода состоит в том, что изображение низко контрастного объекта, полученное на электронном микроскопе, помещают на оптическую скамью и производят еще одно фурье преобразование, регистрируемое в фокальной плоскости оптической линзы. Для этой цели, как уже отмечалось, необходимо иметь слабо контрастный однородный образец, т.е. трансмиссионная функция объекта q(x,y) должна слабо меняться в пространстве (x,y). Как мы уже видели выше, изображение, зарегистрированное на фотографической эмульсии, будет описываться выражением

$$I(x,y) = |l - i\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)|^{2} = l - 2\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)$$
(4.29)

В фокальной плоскости линзы на оптической скамье сформируется фурье образ этого изображения

$$F\left\{I(x,y)\right\} = F\left\{1 - 2\,\sigma\varphi(x,y) * S(x,y)\right\} = \delta(x^*, y^*) - 2\,\sigma F\left\{\varphi(x,y) * S(x,y)\right\} = \delta(x^*, y^*) - 2\,\sigma \cdot F\left\{\varphi(x,y)\right\} \cdot A(x^*, y^*) \cdot e^{i\chi(x^*, y^*)}$$
(4.30)

Фотографическая эмульсия является квадратичным детектором, поэтому на фотографической пластинке будет зарегистрирован квадрат этого выражения, т.е.

$$I'(x^*, y^*) = \delta(x^*, y^*) + 4\sigma^2 \cdot \left[F \left\{ \varphi(x, y) \right\} \right]^2 \cdot A^2(x^*, y^*) \cdot e^{2i\chi(x^*, y^*)}$$
(4.31)

Таким образом, если функция $\varphi(x,y)$ медленно меняется в пространстве, в фокальной плоскости оптического дифрактометра будет по существу зарегистрирован квадрат передаточной функции электронного микроскопа. В качестве объекта для таких измерений обычно используют аморфные углеродные или кремниевые пленки с мелкими частичками кристаллического золота, которые дают возможность одновременно получать картину высокого разрешения. Аморфная пленка будет давать вклад в изображение в виде равномерного фона, тогда зарегистрированная картина будет иметь яркий пик в центре (изображение б-функции) и характерные кольца, отображающие функцию $A^2(x^*, y^*) \cdot e^{2i\chi(x^*, y^*)}$. Если астигматизм отсутствует, эти кольца должны иметь вид окружностей. При правильно настроенном микроскопе ближайшее к центру кольцо должно быть широким, т.е. должна быть шерцеровская область дефокусировки, где величина передаточной функции приблизительно равна ± 1 . Измеряя положения и форму колец, можно определить величину дефокусировки, параметр сферической аберрации, характер астигматизма. Частички монокристаллического золота служат для внутреннего масштаба за счет получения на них картины высокого разрешения.

Рассмотренное преобразование может быть выполнено и без оптического дифрактометра путем численного Фурье преобразования полученного на электронном микроскопе изображения. В последние годы обычно применяется именно такой способ исследования характеристик микроскопа.

4.4.4. МЕТОДЫ ЧИСЛЕННОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ЭМ

Практически все методы расчета ЭМ изображений высокого разрешения основаны на приближении спроектированной зарядовой плотности [17-31]. Рассмотрим несколько подробнее физический смысл этого приближения. Как было показано в разделе 4.3.2. амплитуда изображения в оптической системе, согласно Аббе, может быть записана в виде

$$\Psi(x,y) = F\left\{A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)}Q(x^*,y^*)\right\}$$
(4.32)

или в явной форме

$$\Psi(x,y) = \int_{-\infty}^{+\infty} A(x^*,y^*) \cdot e^{i\chi(x^*,y^*)} \cdot Q(x^*,y^*) \cdot e^{2\pi i(xx^*+yy^*)} \cdot dx^* dy^*$$
(4.33)

Положим для простоты рассуждений, что ошибки вносимые апертурой и сферической аберрацией отсутствуют, а дефокусировка столь мала, что выражение описывающее фазовые аберрации можно разложить в ряд по степеням параметра дефокусировки $e^{i\chi(x^*,y^*)} = e^{i\pi\epsilon\lambda(x^{*2}+y^{*2})} \approx l - i\pi\epsilon\lambda(x^{*2}+y^{*2})$.

Тогда пренебрегая величинами второго прядка малости, выражение (4.33) можно переписать в виде

$$\Psi(x,y) = \int_{-\infty}^{+\infty} \left[1 - i\pi\varepsilon\lambda \left(x^{*2} + y^{*2} \right) \right] \cdot Q(x^*,y^*) \cdot e^{2\pi i \left(xx^* + yy^* \right)} \cdot dx^* dy^*$$
(4.34)

После несложных преобразований амплитуда изображения будет иметь вид

$$\Psi(x,y) = \int_{-\infty}^{\infty} Q(x,y) \cdot e^{2\pi i (xx^* + yy^*)} \cdot dx^* dy^*$$
$$-i\pi\varepsilon\lambda \int_{-\infty}^{+\infty} (x^{*2} + y^{*2})Q(x,y) e^{2\pi i (xx^* + yy^*)} \cdot dx^* dy^* =$$

$$=F\left\{Q(x^*, y^*)\right\} - \frac{i\pi\varepsilon\lambda}{4\pi^2} \cdot \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2}\right) \cdot F\left\{Q(x^*, y^*)\right\}$$
(4.35)

Вспоминая, что $F\{Q(x^*, y^*)\} = q(x, y) = e^{i\sigma\varphi(x, y)}$ и является функцией прохождения тонкого фазового объекта можно окончательно записать выражение для амплитуды изображения в виде

$$\Psi(x,y) = \left[I - \frac{i\varepsilon\lambda}{4\pi} \cdot \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \right) \right] \cdot q(x,y) =$$

$$= \left\{ l - \frac{\sigma \varepsilon \lambda}{4\pi} \cdot \nabla^2 \varphi(x, y) - \frac{i \sigma^2 \varepsilon \lambda}{4\pi} \left[\left(\frac{\partial \varphi(x, y)}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial \varphi(x, y)}{\partial y} \right)^2 \right] \right\} \cdot e^{i \sigma \varphi(x, y)} \quad (4.36)$$

Опуская члены второго порядка (третье слагаемое) получим для распределения интенсивности изображения

$$I(x,y) = \Psi(x,y) \cdot \Psi^*(x,y) = I - \frac{\sigma \varepsilon \lambda}{2\pi} \cdot \nabla^2 \varphi(x,y)$$
(4.37)

Распределение электрического потенциала в среде $\varphi(x,y)$, как известно, связано с распределением электрического заряда и описывается уравнением Пуассона

$$\nabla^2 \varphi(x, y) = -4\pi\rho(x, y) \tag{4.38}$$

Так как $\varphi(x,y)$ представляет в действительности проекцию распределения электрического потенциала на плоскость перпендикулярную направлению наблюдения (см.4.23) распределение интенсивности изображения высокого разрешения в плоскости (*x*,*y*) пропорционально распределению проекции плотности заряда в кристаллической фольге т.е.

$$I(x,y) = 1 + 2\sigma\varepsilon\lambda \cdot \rho(x,y) \tag{4.39}$$

Впервые это приближение было детально рассмотрено в работах [17-23] и получило в дальнейшем название приближения спроектированной зарядовой плотности (СЗП). Было показано [30], что приближение СПЗ остается справедливым и при учете апертурной и сферической аберраций до значительных толщин (порядка *10nm*) кристаллов.

Для проведения численного моделирования изображения высокого разрешения необходимо предварительно рассчитать распределение проекции электронной плотности. А это в свою очередь возможно только в том случае, когда известна структура исследуемого кристалла или хотя бы его приближенный структурный рисунок. Тогда производя расчеты изображений высокого разрешения для выбранных моделей и сравнивая их с экспериментальными изображениями можно, в конечном счете, при совпадении рассчитанных и экспериментальных изображениях получить сведения о действительной структуре исследуемого кристалла. Это в какой-то степени аналогично методу "проб и ошибок" используемому в структурном анализе.

В случае дифракции электронов сфера Эвальда имеет очень большой по сравнению с параметрами обратной решетки радиус. Поэтому на сферу в окрестности нулевого узла могут попадать одновременно несколько рефлексов (в ряде случаев порядка 10 и более) и следовательно необходимо считать многоволновую динамическую задачу рассеяния - определить амплитуды всех дифрагированных электронных волн участвующих в формировании изображения высокого разрешения, рассчитать распределение электрического потенциала решетки, найти проекцию этого распределения на плоскость наблюдения, получить распределение проекции зарядовой плотности и наконец вычислить изображение высокого разрешения исследуемого кристалла. Это довольно сложная задача и обычно она может быть решена лишь приближенными методами.

Для решения многоволновой динамической задачи прохождения электронного пука через кристаллическую фольгу обычно используют уравнения Хови-Уэлана. В матричной форме они имеют вид

$$\frac{d}{dz} \boldsymbol{\Psi} = (\boldsymbol{T} + \boldsymbol{V}) \boldsymbol{\Psi}$$
(4.40)

где Ψ - вектор-столбец элементы которого являются амплитудами рассеяния электронных волн $\psi_i(z)$, а T - матрица описывающая динамическое прохождение электронов, а V - матрица описывающая рассеяние. Для решения этой системы уравнений используются различные численные методы, однако наибольшее применение имеет метод в котором кристалл разбивается на тонкие слои рассеяние в которых можно считать как рассеяние на двумерной системе. В работе [17] было показано, что для каждого слоя Δz выполняется рекуррентное соотношение связывающее волновые функции на входе и на выходе слоя

$$\Psi_{n+l} = \left\{ \Psi_n * e^{\left[\frac{ik(x^2 + y^2)}{2\Delta x}\right]} \right\} \cdot e^{i\sigma\varphi_{n+l}}$$
(4.41)

Экспонента стоящая под знаком свёртки определяет фазовый сдвиг приобретаемый волной при распространении в пространстве между слоями. Этот метод получил название многослоевого метода (multi-slice method). В настоящее время имеется множество программ для численного моделирования изображения высокого разрешения на ЭВМ этим методом.

4.5. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ В ФИЗИКЕ ТВЕРДОГО ТЕЛА

Количество исследований в которых используется электронная микроскопия высокого разрешения в последние десять лет неуклонно растёт. Даже грубый анализ таких публикаций выявляет несколько характерных тенденций. Если на ранних стадиях применения микроскопии высокого разрешения (HREM) предпочтение отдавалось изучению структуры единичных дефектов - точечных дефектов, дислокаций, дефектов упаковки, межзеренных границ и пр., то в настоящее время интерес исследователей больше связан с изучением процессов взаимодействия дефектов различной природы, природы групп атомов окружающих дефекты (примесные атмосферы) и их перемещения в материале кристалла [32-33]. Особое место в исследованиях связанных с применением ЭМ высокого разрешения по-прежнему занимают работы по идентификации положений атомов различной природы на ЭМ изображениях структурные исследования). Примечательно, что в (т.н. большинстве публикаций последнего времени используется лишь область "достоверного разрешения" (гладкий участок передаточной функции) и практически отсутствуют попытки получения и интерпретации "рекордных разрешений" вне шерцеровской области. Следует так же отметить, что появление новых приборов с улучшенными параметрами разрешения (например JEM-4000) не привели пока к качественному скачку в наблюдении кристаллических решеток металлов с малыми межплоскостными расстояниями.

Очень плодотворными оказались два направления развития микроскопия высокого разрешения в сочетании с высоким вакуумом (10⁻⁷÷10⁻¹⁰mop) и использование техники видеозаписи с одновременной обработкой видео изображения с помощью иногда весьма сложных программ. Наиболее впечатляющие результаты здесь получены при исследовании чистой поверхности и межзеренных границ в кристаллах различной природы.

Успехи достигнутые в электронной микроскопии высокого разрешения знаменуют качественно новый этап в развитии структурного анализа. В настоящее время методами микроскопии высокого разрешения решается много задач по прямой расшифровке структурного мотива ранее неизвестных кристаллических веществ [34,35]. Впервые возможность прямого наблюдения атомного узора была продемонстрирована в работе [36] на примере структуры $Ti_2Nb_{10}O_{29}$.

Возможности электронной микроскопии высокого разрешения в решении структурных задач можно продемонстрировать на примере наблюдения структуры простых кристаллов [37,38]. Снимок получен на микроскопе JEM-4000EX. Изображения простых структур типа *Si* или *Ge* часто используются для калибровки микроскопов и демонстрации их разрешения [67-68].



Рис.4.14.Изображение решетки кремния вдоль направления <110>. Толщина кристалла 150Å, дефокусировка 1140Å, светлые пятна соответствуют атомным колонкам [37]. Изображение очищено от шума. На врезке расположение показано атомов элементарной ячейке кремния и приведены некоторые характерные межатомные расстояния.

В последние годы большое число работ посвящено электронно микроскопическим исследованиям кристаллической структуры и дефектов ВТСП материалов [39-47]. На рис.4.15 представлено ЭМ изображение высокого разрешения монокристалла Y-Ba-Cu-O [39]. На схеме врезке видно как располагаются атомы кислорода в элементарной ячейке кристалла [33]. *Рис.4.15. Изображение структуры монокристалла YBa*₂Cu₃O_{6,74}, вдоль направления



оси **b**. На вставке показана проекция модели структуры. Светлые пятна обозначенные О_x указывают положения вакансий кислорода [39].

Как уже отмечалось ранее очень много исследований посвящено изучению атомной структуры различных единичных дефектов [48-50]. На рис.4.16а показано ЭМ изображение краевой дислокации в монокристалле германия [48]. На изображении хорошо видна структура ядра дислокации дополнительная полуплоскость и поле смещений атомов в окрестности оси дислокации ограничивающей полуплоскость. На рис.4.16б приведен пример структуры микродвойниковых прослоек в монокристаллах кремния выращенных на углеродной подложке [52-53]. Изображение высокого разрешения показывает, что наблюдаемые границы являются когерентными.



Рис.4.16. а)-Изображение ядра краевой дислокации в монокристалле германия [48]; б)-Двойниковые прослойки в монокристаллах кремния образующиеся при деформации [52].

К настоящему времени структура ядер дислокаций в полупроводниковых материалах в рамках ограничений, присущих электронной микроскопии высокого разрешения, в достаточной степени изучены. Интерес исследователей сейчас проявляется к процессам взаимодействия дислокаций с внутренними поверхностями раздела и другими дефектами. Так например в работе [54] исследуются процессы взаимодействия дислокаций с границами зерен в кремнии. Возникающие под действием пластической деформации дислокации начинают взаимодействовать с расположенной вблизи межзеренной границей. На рис.4.17 представлены отдельные этапы взаимодействия таких дислокаций с межзеренной границей $\Sigma=9$ в кристалле кремния. Плоскость границы имеет индексы (122), а ось наклона [011]. Как показал анализ контраста, дислокации (111)[110] принадлежат к системе скольжения И являются шестидесятиградусными. На рис.4.17а отражен момент вхождения 60-градусной дислокации в межзеренную границу. 60-градусная диссоциирована и состоит из 90-градусной и 30-градусной частичных дислокаций. 30-градусная дислокация в этот момент расположена ещё в материале второго зерна (точка 3), ясно виден дефект упаковки простирающийся по направлению к границе. 90-градусная дислокация диссоциирует в плоскости границы на две дислокации b_c и b_o (точки 1 и 2 соответственно). Дислокация b_g (точка 2) скользит в плоскости границы, удаляясь от дислокации 1. Следующий момент показан на рис.4.17б. 30градусная дислокация вплотную подошла к межзеренной границе, дефект упаковки исчезает и в точке 1 происходит дислокационная реакция $b_{30} + b_c = b_r$. Дислокация b_r в плоскости границы может в свою очередь диссоциировать на две компоненты, что и показано на рис.4.17в. Таким образом 60-градусная дислокация проходя через границу раздела может порождать новые дислокации. На рис.4.18 показан случай испускания двух 30-градусных частичных дислокаций из границы за счет диссоциации дислокации b_r сидящей в плоскости границы.



Рис.4.17. а)-Взаимодействие 60-градусной дислокации с межзеренной границей в кремнии. [1]+[2] - диссоциировавшая в границе 90-градусная частичная дислокация. [3] -30-градусная частичная дислокация; б)-Слияние дислокаций [1]+[3], дислокация [2] перемещается в плоскости границы; в)-Дислокация [1]+[3] диссоциирует в межзеренной границе на закрепленную -[3]-дислокацию и скользящую -[1] дислокацию [54].



Рис.4.18. Испускание двух 30-градусных дислокаций в результате диссоциации закрепленной в межзеренной границе дислокации b_r.

(TEM) Просвечивающая электронная микроскопия И осбенно микроскопия высокого разрешения являются главным средством R исследовании структуры внутренних поверхностей раздела, так как позволяют получать информацию непосредственно об атомных позициях на внутренних поверхностях раздела [55-57]. Здесь следует отметить, что если в исследовании границ зерен, двойников и вообще внутренних поверхностей раздела значительные полупроводников имеются уже успехи, подобные то исследования для металлов и керамик сталкиваются с определенными трудностями. Для металлов ЭТО связано в большей степени инструментальными проблемами - металлы, как правило, имеют небольшие межплоскостные расстояния и поэтому требуется предельная разрешающая способность прибора.

Керамики и другие кристаллы сложных химических соединений имеют достаточно сложное устройство границ. Как правило, внутренние поверхности раздела в этих материалах содержат области, отличающиеся от матрицы как структурой так и химическим составом. Поэтому для расшифровки изображений высокого разрешения приходится привлекать дополнительные методики, а при расчетах изображений необходимо учитывать вклад высших Фурье-гармоник. На рис.4.19 в качестве иллюстрации сказанного выше представлено изображения высокого разрешения трех хорошо известных простых когерентных двойниковых структур - в монокристаллах золота, кремния и карбида кремния (металл, полупроводник, керамика) [56]. Изображения показывают насколько похожими на ЭМ изображении кажутся в действительности очень различающиеся атомные структуры. На следующем рисунке (рис.4.20) показан пример возможного сопряжения атомов трех колонок в точках A и B. Образцом здесь является частица очень чистого бикристалла карбида кремния (α -SiC). Интересно отметить, что три существующие модели внутренних границ раздела в полупроводниках - модель оборванных связей, модель реконструированных связей и модель решетки совпадающих узлов в пределах точности измерений атомных позиций удовлетворительно описывают эти сопряжения [56].



Рис.4.19.Примеры ЭМ изображений когерентных двойников в кристаллах a)-Au; b)-Si; c)-SiC и соответствующие атомные модели двойников d), e) u f) [56].



Рис.4.20. Изображение высокого разрешения бикристалла α-SiC -a); модель реконструкции связей в кристалле -б) [56].

Для расшифровки изображений высокого разрешения внутренних границ раздела часто применяются методы машинного моделирования. Это очень помогло при расшифровки структуры межзеренных границ в металлах так как для структур с малыми межплоскостными расстояниями это по существу единственная возможность идентификации наблюдаемых структур. В работах [57] проведены расчеты изображения высокого разрешения межзеренной границы в золотой фольге многослоевым методом. На рис.4.21 показаны результаты такого расчета изображения высокого разрешения для границ наклона $(210)\Sigma=5$ и $(910)\Sigma=41$. На следующем рисунке (рис.4.22а) показано экспериментально наблюдаемое изображение границы наклона $(110)\Sigma=19$ в золотой фольге [57]. При помощи специальной оптической фильтрации, подавляющей брегговские отражения под большими углами и уширяющими граничную область, удается выявить полиэдрические формы (тригональные призмы), которые часто возникают при машинном моделировании (рис.4.22б). Авторы работы считают, что эта корреляция служит косвенным доказательством адекватности выбранной модели границы и правильности рассчитанных атомных позиций в наклонных границах.



Рис.4.21.Расчитанное на ЭВМ мультислоевым методом изображение высокого разрешения [001] межзеренной границы наклона в монокристалле золота. а)- (210) Σ =5; б)- (910) Σ =41 [57].



Рис.4.22. Электронномикроскопическое изображение высокого разрешения межзеренной границы наклона $\Sigma = 10/[110]$ в тонкой золотой фольге -a); Эта же микрофотография после специальной оптической обработки выявившей положения атомов. На снимке вдоль границы выделены тригональные призмы, аналогичные выявляемым на расчетных изображениях [57].

Прогресс в области создания высокоразрешающих электронных техники видеозаписи и микроскопов. развитие возможность оптикоматематической обработки изображений высокого разрешения на ЭВМ позволили наблюдать динамические явления на атомном уровне. Одним из ярких примеров этого направления является работы [58,59] в которых исследовалась нестабильность частиц золота малого размера (в поперечнике менее 50Å). Как правило такие частицы образуются при высоковакуумном ($\approx 10^{-10}$ ⁸тор и лучше) осаждении золота на поверхность частиц кремния большего размера. В целом ряде экспериментов было обнаружено, что такие частицы вопервых имеют вполне определенную внешнюю огранку в виде кубододекаэдра, сдвойникованного кубододекаэдра, икосаэдра множественным с двойникованием или декаэдра с множественным двойникованием и во-вторых непрерывно изменяя свою форму, они двигаются по поверхности кремния на (см.рис.4.23). которой осаждены Первоначально было высказано предположение, что последнее вызвано либо нагревом под электронным пучком либо зарядкой поверхности частиц за счет эмиссии вторичных электронов. Однако исследования в режиме микропучка показали, что даже при уменьшении диаметра зонда до 30Å и его смещении на край микрочастицы золота, её движение и перестройка формы продолжаются [58]. Это позволило авторам сделать вывод, что непрерывная перестройка формы происходит не

только за счет температурного фактора. Скорее всего движущей силой этого процесса может рассматриваться возникновение электростатических зарядов. На рис.4.23 приведены три фотографии одного и того же кластера золота с интервалом времени 0.5сек. Из снимков видно, что перераспределение атомов происходит на основе двойникования. Вначале наблюдаются две двойниковые плоскости разделенные расстоянием $3d_{\{111\}}$, через 0.5сек расстояние возрастает до $4d_{\{111\}}$ и далее двойниковая прослойка поглощает верхнюю часть кластера и происходит сдвиг всего кластера и изменение его формы. Атомная схема последовательностей этого процесса приведена на рис.4.24.



Рис.4.23. Высокоразрешающее изображения частички золота, снятые с интервалом 0.5сек. Ось зоны [110] перпендикулярна плоскости рисунка. Наблюдается динамика изменений двойниковой прослойки в средней части кластера [58].





Электронная микроскопия высокого разрешения оказалась чрезвычайно мощным методом в изучении свойств реальной поверхности, где она служит своеобразным мостом между фундаментальными проблемами физики поверхности и такими технологическими проблемами как гетерогенный катализ. В настоящее время техника получения изображений высокого приготовленных срезов разрешения co специально монокристаллов, выявляющих структуру поверхности разработана в достаточной степени. Такие работы проводятся, как правило в высоковакуумных микроскопах. Удачным примером такого исследования является работа [60], в которой подтверждается идея возникновения поверхностных дефектов для релаксации напряжений несоответствия в объеме материала и на его поверхности, а так же делается вывод о том, что концепция гомогенной поверхности в большинстве случаев является чистой абстракцией. На рис.4.25а показана реальная поверхность (111) золота, на которой видны ступеньки и поверхностная дислокация Шокли (отмечена стрелкой). Ha следующем рисунке 4.25б показана реконструированная поверхность (110)монокристалла золота 2×1. подобные приведенным выше Исследования в значительной степени способствуют построению моделей реальной поверхности, моделей фазовых переходов на поверхности, изучению топографии распределения фаз на поверхности.



Рис.4.25. а)-электронномикроскопическое изображение поверхности (111) золота. Видны ступеньки на поверхности, стрелкой отмечена поверхностная дислокация Шокли; б)-реконструкция области поверхности (110) золота. На врезке в левом верхнем углу показано рассчитанное на ЭВМ соответствующее изображение [60].

Интересным представляются направлением также исследования икосаэдрической симметрии *m35*, которая была впервые обнаружена относительно недавно в быстро закаленных сплавах Al-Mn [61]. Как утверждают авторы работы [61,62], они открыли новую икосаэдрическую фазу с дальнодействующим ориентационным порядком (поворотная симметрия), при отсутствии дальнодействующей трансляционной симметрии. Рядом авторов было высказано предположение объясняющее икосаэдрическую симметрию множественным двойникованием. Например в работе [63] икосаэдрическая симметрия обнаружена в сплавах NiTi2 и NiZr. Оба сплава дают электронограммы с симметрией пятого порядка, однако их изображения высокого разрешения совершенно различны.



Рис.4.26. Изображение двойников в монокристалле NiZr. В каждом секторе в виде светлого прямоугольника показаны ориентации элементарных ячейек [63].

На рис.4.26 ясно видна группа десятикратных двойников, в виде 36градусных секторов, в которых орторомбические элементарные ячейки выделены прямоугольниками. В данном случае, а именно, в случае NiZr нет сомнений относительно двойниковой природы икосаэдрической симметрии. С другой стороны, в кристаллах $NiTi_2$ на рис.4.27 наблюдается двумерная картина Пенроуза, спроектированная вдоль оси пятого порядка, что несомненно свидетельствует в пользу существования квазикристаллов.

Рис.4.27. ЭМ изображение похожее на картину Пенроуза вдоль оси пятого порядка в



икосаэдрической фазе NiTi₂ [63].

Интересный эксперимент, проливающий свет на природу симметрии пятого порядка был выполнен на аморфном кремнии [63], нагретом до 700 $^{\circ}$ С. Электронная микроскопия высокого разрешения позволила наблюдать на таких образцах (см. рис.4.28) как пятикратные двойники (В), так и икосаэдрические кластеры (А), которые сформировались в процессе кристаллизации аморфного кремния.

Очень качественные (см.рис.4.29) изображения на электронном микроскопе высокого разрешения получены на микроскопических квазикристаллах в сплавах *Al-Mn-Si* и *Al-Mn* в работах [64-66].



Рис.4.28. ЭМ изображение 5-кратных двойников (В) икосаэдрических кластеров (А) в микрокристаллическом кремнии [63].



Рис.4.29. Изображение высокого разрешения быстро закаленного сплава Al₇₄Mn₂₀Si₆ с осью симметрии пятого порядка [64].

Исключительно важным в технологическом плане и интересным с точки зрения кристаллизации являются процессы молекулярно-эпитаксиального роста. Получаемые таким способом многослойные кристаллические структуры нашли широчайшее применение в современной микроэлектронике. Для кристаллической структуры таких многослойных систем исследования методом МВЕ полученных очень перспективным методом оказалась электронная микроскопия высокого разрешения [69-72]. В качестве примера на рис.4.30. показано изображение с атомным разрешением поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. На снимке хорошо видны область сопряжения двух решеток и различного рода дефекты - микродвойники и дефекты упаковки возникающие в процессе роста слоя кремния.



Рис.4.30. ЭМ изображение высокого поперечного сечения кремния выращенного на сапфировой подложке. Ось <110> решетки кремния параллельна оптической оси микроскопа [37].

Даже небольшое число приведенных

выше примеров применения электронной микроскопии высокого разрешения убедительно показывают насколько многообразны области физики твердого

тела и физического материаловедения, где эти методы оказались практически незаменимыми для понимания происходящих процессов. Подобных примеров в литературе в настоящее время имеется великое множество и этот раздел мог бы составить отдельную весьма интересную книгу.

4.6. ЛИТЕРАТУРА

1. М.Борн, Э.Вольф, Основы оптики, Москва, Наука, 1970, с.856

Дж.Каули,
 Физика дифракции,
 Москва, Мир, 1990,с.432

Г.Пейн,
 Физика колебаний и волн,
 Москва, Мир, 1979,390

4. Н.И.Калитеевский, Волновая оптика, Москва, Наука, 1971,с.376

5. Дж.Гудмен, Введение в Фурье-оптику, Москва, Мир,1970,с.364

 Приборы и методы физического металловедения, под ред. Ф.Вейнберга, Москва, Мир, 1973, Т.1,2

7. M.V.Locquim, M.Langeron, Handbook of Microscopy, Butterworths,1983,p.322

8.I. Watt, The Priciples and Practice of Electron Microscopy, Cambridge University Press, 1985, p.303

9. П.Хирш, А.Хови, Р.Николсон, Д.Пэшли, М.Уэлан, Электронная микроскопия тонких кристаллов, Москва, Мир, 1968, с. 574

10. Г.Томас, М.Дж.Гориндж Просвечивающая электронная микроскопия материалов Москва,Наука,1983,с.318

Р.Хейденрайх,
 Основы просвечивающей электронной микроскопии,
 Москва, Мир, 1966, c.472

12. Дж.Спенс, Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения, Москва, Наука, 1986,с.320

 Современная электронная микроскопия в исследовании вещества, Сборник под ред.Б.Б.Звягина, Москва,Наука,1982,с.285

14. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении, Сборник под.ред.С.Амелинкса, Москва,Металлургия,1984,с.502

15. С.Амелинкс Методы прямого наблюдения дислокаций, Москва, Мир, 1968, с. 440

16. O.Scherzer, Theoretical Resolution Limit of the Electron Microscope, J.Appl.Phys.,1949,20,1,20-30

17. P.Goodman, A.F.Moodie,

Numerical Evaluation of N-beam Wave Functions in Electron Scattering by the Multi-slice Method, Acta Cryst.(1974),A30,280-290

18. P.M.Fields, J.M.Cowley, Computed Electron Microscope Images of Atomic Defects in F.c.c.Metals, Acta Cryst,(1978),A34,103-112

19. J.C.Spence, Approximations for Dynamical Calculations of Microdiffraction Patterns and Images of Defects, Acta Cryst.(1978),A34,112-116

20. J.G.Allpress, E.A.Hewat, A.F.Moodie, J.V.Sanders, n-Beam Lattice Images. I.Experimental and Computed Images from W₄Nb₂₆O₇₇, Acta Cryst.,(1972),A28,6,528-536

21. D.F.Lynch, M.A.O'Keefe, n-Beam Lattice Images. II.Methods of Calculation, Acta Cryst.,(1972),A28,6,536-548

22. G.R.Anstis, D.F.Lynch, A.F.Moodie, M.A.O'Keefe, n-Beam Lattice Images. III.Upper Limits of Ionicity in W₄Nb₂₆O₇₇, Acta Cryst.,(1973),A29,2,138-147

23. M.A.O'Keefe, n-Beam Lattice Images. IV.Computed Two-Dimensional Images, Acta Cryst.,(1973),A29,4,389-407

24. J.M.Cowley, A.P.Pogany, Diffuse Scattering in Electron Diffraction Patterns. I.General Theory and Computational Methods. Acta Cryst.,(1968),A24,1,109-116

25. B.Dawson, P.Goodman, A.W.S.Johnson, D.F.Lynch, A.F.Moodie, Some Definitions and Units in Electron Diffaction, Acta Cryst.,(1974),A30,2,297-298

26. J.M.Cowley, S.Iijima, Z.Naturforsch.,(1971),27a,3,445-451

27. J.M.Cowley, A.F.Moodie, Acta Cryst.,(1957a),10,609-619

28. J.M.Cowley, A.F.Moodie, Proc.Phys.Soc.,(1957b),B70,486-496

29. J.M.Cowley, A.F.Moodie, Proc.Phys.Soc.,(1960),76,378-384

30. D.F.Linch, A.F.Moodie Acta Cryst.,(1975),A31,300-

31. P.L.Fejes, Approximations for the Calculation of High-Resolution Electron Microscope Image of Thin Films, Acta Cryst., 1977, A33, 1, 109-113

32. H.Hashimoto, Development of High Resolution Electron Microscopy in Atomic Level and its Future, J.Electron Microsc., 1979, 28, sup. 1-8

33. T.Mulvey,Changes in Direction for Electron Beam Holography,European Microscopy and Analysis,1994,27,31-33

34. J.G.Allpress, J.V.Sanders,

TheDirect Observation of the Structure at RealCrystals by Lattice Imaging, J.Appl.Cryst., 1973, 6, 165-190

35. L.L.Hutchison, M.C.Irusteta, E.J.W.Whittaker, High-Resolution Electron Microscopy and Diffraction Studies of Fibrous Amphiboles, Acta Cryst., 1975, A31, 794-799

36. S.Iijima, High-Resolution Electron Microscopy of Crystal Lattice of Titanium-Niobium Oxide, J.Appl.Phys.,1971,42,13,5891-5893

37. J.L.Hutchison, T.Honda, E.Boyes, Atomic Imaging of Semicoductors, Jeol News, 1986, 24E, 3, 9-13

38. K.Izui, S.Furuno, Comment to the Images of Silicon in <110> Orientation, Ultramicroscopy,1987,21,399-402

39. K.Hiraga, D.Shindo, M.Hirabayashi, M.Kikuchi, Y.Syono, High Resolution Electron Microscopy of High-Tc Superconductor Y-Ba-CuO, J.Electron Microsc, 1987, 36, 4, 261-269

40. Y.Hirotsu, Y.Nakamura, Y.Murata, S.Nagakura, T.Nshihara, M.Takata, High Resolution Electron Microscopy of Crystal and Defect Structures of the High-Tc Superconductor Ba₂YCu₃O_{7-x}, Jap.J.Appl.Physics,1987,26,7,L1168-L1171

41. Y.Matsui, E.Takayama-Muromachi, S.Horiuchi, K.Kato, High Resolution Transmission Electron Microscopy of Defects in High Tc Superconductor Ba₂YCu₃O_y Jap.J.Appl.Physics, 1987, 26, 5, L777-L779

42. Y.Kitano, I.Mukouda, Y.Komura, H.Fujii, T.Okamoto, Electron Microscope Observation of Fabrics of the High-Tc Y-Ba-Cu-Oxide, J.Electron Microsc.,1987,36,4,241-245

43. G.Thomas, R.Ramesh, C.J.D.Hetherington, Electron Microscopy of Bi-Ca-Sr-Cu-O High Tc Superconductors, Jeol News,1988,26E,2,2-7

44. K.Hiraga, D.Shindo, M.Kikuchi, S.Nakajima, Determination of Ordered Arrangements of Oxygen Atoms In High-Tc Superconducting Oxides With a 400kv High-Resolution Electron Microscope, Jeol News, 1988, 26E, 2, 8-11

45. G.V.Tedeloo, J.V.Landuyt, S.Amelinckx, Atomic Imaging of the High Temperature Superconductors Bi-Sr-Ca-Cu-O and Tl-Ba-Ca-Cu-O, Jeol News, 1988, 26E, 2, 12-15

46. Y.Matsui, H.Maeda, Y.Tanaka, S.Horiuchi, S.Takekawa, E.Takayama-Muromachi, A.Umezono, K.Ibe, Applications of High Resolution Electron Microscopy to the Modulated Structures in Bismuth-Based Superconducting Oxides, Jeol News,1988,26E,2,16-21

47. M.Sugiyama, H.Kubo, Structural Characterization of Superconductors Using a Superconducting Cryogenic Microscope (SCM), Jeol News, 1988, 26E, 2, 22-25

48. Bourret Исследование структуры ядра дислокаций с помощью изображений решетки, Phil.Mag., 1979, 39, 419-

49. D.J.H.Cockayne, J.R.Parsons, C.W.Hoelke, A Study of the Relationship Between Lattice Fringes and Lattice Planes in Electron Microscope Images of Crystals Containing Defects, Phil.Mag.,1971,24,187,139-153 50. S.Iijima, Yigh-Resolution Microscopy of Nonstoichiometric Nb₂₂O₅₄ Crystals: Point Defects and Structureal Defects, Acta Cryst.,1974,A30,2,251-257

51. V.Gontcharov, E.Suvorov,Electron-Microscopy Investigation of the Structure of Defects,In book: Springer Series in Materials Science, "The Real Structure of High-Tc Superconductors", 23,1993,5-21

52. V.Gontcharov, E.Suvorov, P Werner, Investigation of Structure of Microtwins in Monocrystal Si Ribbon by HREM, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.1, 801-802

М.В.Аркавая, В.А.Гончаров, Э.В.Суворов,
 Особенности пластической деформации сдвойникованных монокристаллов кремния,
 5-ая Международная конференция "Структура и свойства дислокаций в полупроводниках", Звенигород,
 1986, Сборник докладов, 17-21

54. M.EL.Kajbaji, J.Thibault-Desseaux, A.Bouret, Interaction Between Dislocations and Σ =9 Grain Boundary in Silicon Studied by HREM, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,113-116

55. Krivanek Определение структуры межзеренных границ на атомном уровне разрешения Phil.Mag.,1077,36,931-

56. Y.Ishida, H.Ichinose,Interface Structures in Metals and Ceramics,Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.1, 155-158

57. W.Krakow, D.A.Smith, The Determination of Interfacial Atomic Structure by High Resolution Electron Microscopy, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v. 1, 117-120

58. S.Iijima, Dynamic Behaviors of Small Metallic Particles, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v. 1, 87-90

59. L.R.Wallenberg, A.K.Petford-Long, D.J.Smith, J.-O.Bovin, Atomic Resolution Real Time Video Recordings of Structural Rearrangementsin Small Metal Crystals, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.1, 101-102

60. L.D.Marks, Small Particles and Surfaces, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v. 1, 91-94

61. D.Shechtman, I.Bblech, D.Gratias, J.W.Cahn, Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry, Phys.Rev.Lett., 1984, 53, 20, 1951-1953

62. K.Hiraga, M.Hirabayashi, A.Inoe, T.Masumoto, High-Resolution Electron Microscopy of Al-Mn-Si Icosahedral and Al-Mn Decagonal Quasicrystals, J.Microscopy,1987,146,3,245-260

63. K.H.Kuo, Quasicrystal or Multiple Twins?, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,159-162

64. K.Hiraga, M.Hirabayashi, D.Shindo, High-Resolution Electron Microscopy of Al-Mn Al-Mn-Si Quasicrystals, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v. 1, 163-164

65. Y.Saito, A.Takemoto, N.Tanaka,K.Mihama, Fine Particles of Icosahedral Al-Mn Alloy Produced by Gas Evaporation Tecnique, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.1,169-170

66. M.Tanaka, M.Terauchi, K.Hiraga, M.Hirabayashi,

Convergent- and Small-Area-Parallel-Beam Electron Diffraction of Icosahedral Quasicrystals, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v. 1, 171-172

67. H.Fujita, K.Ura, M.Kubozoe, H.Ato, K.Miyauchi, T.Onai, K.Shii,
300kV high Resolution Electron Vicroscope (H-9000) with Analytical, System,
Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.2, 909-910

68. P.B.Hirsch,

Application of HVEM to Materials Science: recent Results and Future Prospects, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.2, 1013-1018

69. I.J.Murgatroyd, J.L.Hutchison, T.M.Kerr, Distinguishing, GaSb and AlSb Laers in a Multiple Quantum Well by HREM, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto,1986,v.2,1477-1478

70. G.T.Sagey, G.Schffmacher, J.Y.Laval, C.Delamarre, A.Dubon, B.Guenais, A.Regreny, Atomic Structure of Interfaces GaAs/AlAs Sperlattices, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.2, 1479-1480

71. H.Ichinose, T.Furuta, H.Sakaki, Y.Ishida, Lattice Imaging of GaAs/AlAs Heterointerface by the [100] Illumination, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.2, 1483-1484

72. H.Ichinose, T.Furuta, H.Sakaki, Y.Ishida, High Resolution Electron Microscopy of GaAs/AlAs Heterointerfaces, Proc.XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kioto, 1986, v.2, 1485-1486