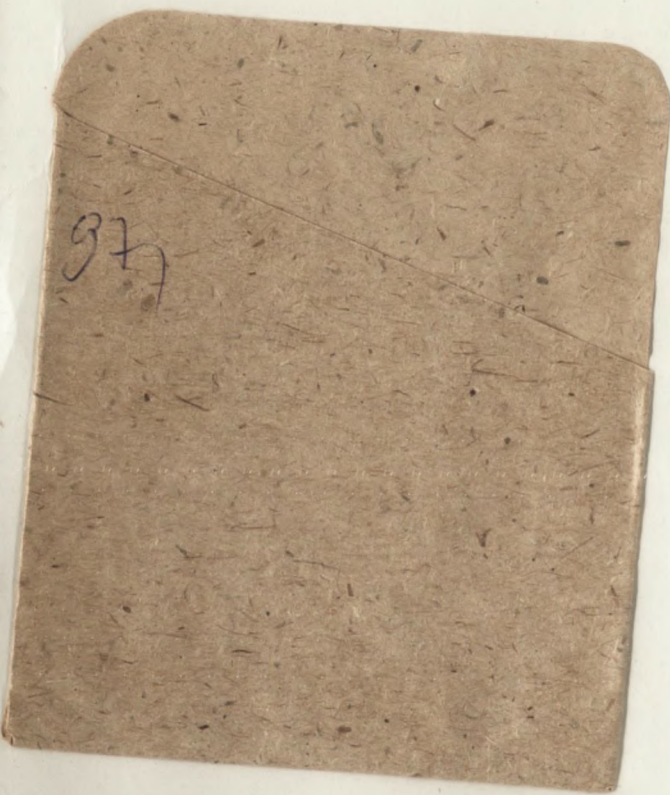


**Л. С. Бушнев
Ю. Р. Колобов
М. М. Мышляев**

**ОСНОВЫ
ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИИ**



СИБИРСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
им. В. Д. КУЗНЕЦОВА
ПРИ ТОМСКОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ УНИВЕРСИТЕТЕ
им. В. В. КУИБЫШЕВА

Л. С. БУШНЕВ, Ю. Р. КОЛОБОВ,
М. М. МЫШЛЯЕВ

ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ



ИЗДАТЕЛЬСТВО ТОМСКОГО УНИВЕРСИТЕТА
Томск — 1990_

1-732750

УДК 537.533.35

Бушнев Л. С., Колобов Ю. Р., Мышляев М. М. Основы электронной микроскопии.—Томск: Изд-во Том. ун-та, 1989.—218 с.—40 к. 1000 экз. 1704060000.

В учебном пособии описаны устройство и принцип действия электронного микроскопа просвечивающего типа, основы теории рассеяния электронов в твердом теле и формирования контраста на изображениях дефектов в нем. Кратко рассмотрены вопросы методики электронно-микроскопических исследований, а также возможности электронно-микроскопического анализа дефектов в кристаллах.

Для студентов-материаловедов, аспирантов и научных работников.

Рецензент — доктор технических наук
В. Ф. Суховаров

ISBN 5-7511-0276-2

Б $\frac{1704040000}{177(012)-90}$ 46—88

© Бушнев Л. С., Колобов Ю. Р., Мышляев М. М., 1990

ПРЕДИСЛОВИЕ

Современная электронная микроскопия является эффективным методом научного исследования и в настоящее время применяется в физике, химии, биологии, технике. Широкому внедрению в различные области науки электронная микроскопия обязана не только высокой разрешающей способности, на несколько порядков превышающей разрешающую способность оптических приборов, но и принципиально новым возможностям, возникающим при взаимодействии быстрых электронов с веществом (дифракция электронов, эмиссия вторичных электронов, возбуждение рентгеновского излучения). В связи с этим в современном приборостроении наблюдается тенденция превращения электронного микроскопа в универсальный многоцелевой прибор, дающий исследователю возможность получать разностороннюю информацию об объекте. Однако извлечение этой информации невозможно без знания теории взаимодействия электронов с веществом и формирования изображения объектов в электронном микроскопе.

Благодаря развитию приборостроения в нашей стране и за рубежом электронными микроскопами оснащаются не только научно-исследовательские учреждения и вузы, но и заводские лаборатории. Грамотная и эффективная эксплуатация этих приборов требует подготовки специалистов, владеющих современными методами электронно-микроскопических исследований. В настоящее время в некоторых вузах читаются курсы лекций по электронной микроскопии. Вместе с тем довольно остро ощущается недостаток в учебниках и учебных пособиях по данному предмету.

Основой учебного пособия является курс лекций, читаемых в течение ряда лет для студентов физического факультета Томского госуниверситета и физико-химического факуль-

тета Московского института стали и сплавов. В нем изложены устройство и принцип действия электронного микроскопа просвечивающего типа, а также основы теории рассеяния электронов веществом и теории формирования контраста электронно-микроскопических изображений. Нами намеренно не включены такие виды электронной микроскопии, как растровая и эмиссионная, а также рентгеноспектральный микроанализ, так как каждый из этих методов электронно-оптического исследования заслуживает отдельного рассмотрения.

Глава I

ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП

1.1. Введение

Основной характеристикой микроскопа является его способность различать детали объекта, находящиеся на малых расстояниях друг от друга, — разрешение или разрешающая способность. Численной величиной, по которой можно судить о разрешении, является то минимальное расстояние δ между деталями на объекте, на котором они еще различимы раздельно.

В начале нашего века Аббе построил дифракционную теорию изображения, даваемого оптической линзой, и показал, что разрешение δ связано с длиной волны света λ соотношением

$$\delta = \frac{0,61\lambda}{n \sin\alpha}, \quad (1.1)$$

где α — максимальный угол, образованный лучами, выходящими из объекта и участвующими в формировании изображения, с оптической осью линзы; n — показатель преломления среды между объектом и линзой. Угол α называется апертурным углом. В световой оптике он определяется геометрическими размерами линз. Величина $n \sin\alpha$, называемая числовой апертурой, ограничена как конструкцией линзы, так и показателями преломления иммерсионных жидкостей ($n \simeq 2$), используемых для улучшения разрешения микроскопов. Возможность улучшения разрешения путем уменьшения λ ограничена длиной волны ближнего ультрафиолета ($\sim 2000 \text{ \AA}$), поскольку при переходе к длинноволновому рентгеновскому излучению показатель преломления всех сред быстро снижается до 1. Вследствие этого невозможно построить удовлетворительно работающую линзу.

Возможность значительно улучшить разрешающую способность микроскопов появилась в связи с предсказанием де

Бройля (1924), а затем и экспериментальным открытием Томсоном, Дэвиссоном и Джермером (1927) волновых свойств электронов. Согласно де Бройлю, длина волны электрона связана с его импульсом P соотношением

$$\lambda = \frac{h}{P}, \quad (1.2)$$

где h — постоянная Планка, а $P = mv$ (m — масса и v — скорость электрона). Обычный способ получения достаточно быстрых электронов — разгон их в электростатическом поле. Если электрон пролетает в электростатическом поле участок с разностью потенциалов V , то его кинетическая энергия $\frac{mv^2}{2}$ равна работе, совершаемой полем по ускорению электрона eV , где e — заряд электрона. Отсюда

$$v = \sqrt{\frac{2eV}{m}}, \quad \lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}}. \quad (1.3)$$

Более точное выражение для λ учитывает релятивистское изменение массы электрона

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

где m_0 — масса покоя, c — скорость света, отсюда

Таблица 1.1

Длины волн и скорости электронов
для различных ускоряющих
напряжений

$V, \text{ В}$	$\lambda, \text{ \AA}$	$v \cdot 10^{-10}, \text{ см/с}$
1	12,26	0,00593
10	3,88	0,0187
10^2	1,23	0,0593
10^3	0,388	0,187
10^4	0,122	0,584
$5 \cdot 10^4$	0,0536	1,237
10^5	0,037	1,644
10^6	0,0087	2,822

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eV \left(1 + \frac{eV}{2m_0 c^2}\right)}}. \quad (1.4)$$

Релятивистская поправка к λ для $V = 50$ кВ составляет 2%, а для $V = 200$ кВ — уже 10%. В табл. 1.1 приведены длины волн и скорости электронов для нескольких величин V с учетом релятивистского изменения массы. Из табл. 1.1 следует, что

длина волны электронов становится много меньше межатомных расстояний в твердом теле при легко достижимых ускоряющих напряжениях $10^4 \div 10^5$ В. Вследствие этого, казалось бы, оценка по формуле (1.1) дает возможность получать разрешение в электронной оптике также лучше межатомных расстояний. Однако реальная разрешающая способность электронно-оптических систем оказывается гораздо хуже, что связано с некоторыми специфическими особенностями их устройства и работы.

1.2. Электронные линзы

В электронной оптике линзами, позволяющими получать изображение объекта, являются электростатические и магнитные поля, обладающие осевой симметрией. Ось симметрии поля является оптической осью линзы.

Наиболее просто устроены электростатические линзы. В простейшем случае это система, состоящая из двух диафрагм, находящихся под разными потенциалами V_1 и V_2 (рис. 1.1). На электрон, влетающий через диафрагму 1 в линзу, действует электрическая сила $F_{эл} = -eE$, где E — напряженность поля. Эта сила всегда направлена перпендикулярно эквипотенциальным поверхностям поля линзы. Из-за наличия отверстий в диафрагмах эти эквипотенциальные поверхности имеют вблизи отверстий заметную кривизну. Вследствие этой кривизны траектория электрона, летящего на некотором небольшом расстоянии от оси, будет отклонена по направлению к оси вблизи диафрагмы 1. Вблизи диафрагмы 2 кривизна поля меняет знак, но компенсации отклонения электрона к оси не происходит, так как при $V_2 > V_1$ поле будет ускоряющим и скорость электронов вблизи диафрагмы 2 будет больше, чем вблизи диафрагмы 1. В результате после вылета из линзы траектория электрона пересечет оптическую ось на каком-то расстоянии от линзы. Эта точка пересечения траекторий электронов, двигающихся параллельно оптической оси до входа в линзу, будет являться, как и в световой оптике, фокусом линзы F . Аналогичное рассуждение можно провести и для случая тормозящего поля в линзе ($V_2 < V_1$), но при этом необходимо знак кривизны поля вблизи диафрагм изменить на обратный.

В электростатических электронных микроскопах чаще используются трехэлектродные линзы, в которых средний электрод находится под высоким напряжением, а оба крайних—

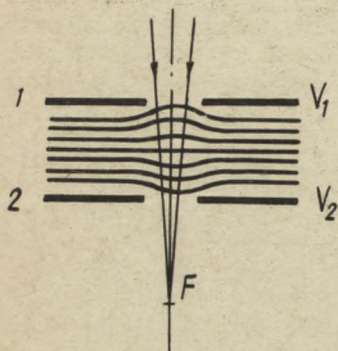


Рис. 1.1. Схематический разрез простейшей электростатической линзы

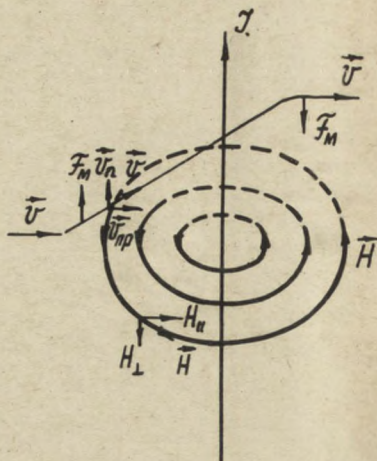


Рис. 1.2. Траектория движения электрона вблизи прямого провода с током

под потенциалом земли. В такой линзе скорость электронов почти не меняется после прохождения линзы. В настоящее время электронные микроскопы с электростатическими линзами не выпускаются, так как они менее удобны в эксплуатации, чем микроскопы с магнитными линзами. Но принцип фокусировки электронов в электростатическом поле используется в современных микроскопах для формирования луча в электронной пушке.

Принцип действия магнитной электронной линзы удобно рассмотреть на примере одиночного витка проводника, по которому циркулирует ток. Вначале рассмотрим движение электрона в магнитном поле $\vec{H}$ прямого провода (рис. 1.2), по которому течет постоянный ток I . Пусть электрон движется перпендикулярно проводу на некотором расстоянии от него со скоростью $\vec{v}$. На такой электрон действует сила Лоренца $F_M = \frac{e}{c} [\vec{v} \times \vec{H}]$, направление которой находится по правилу правой руки: «необходимо пальцы правой руки ладони направить по направлению скорости электрона так, чтобы магнитные силовые линии входили в ладонь, тогда отставленный под прямым углом большой палец покажет

направление действия силы». Из рис. 1.2 видно, что при полете к проводу (траектория электрона лежит ближе к нам, чем провод) на электрон действует сила $\vec{F}_M$, направленная по направлению тока в проводе. Эта сила появилась вследствие взаимодействия с той компонентой магнитного поля $H_{\perp}$, которая перпендикулярна $\vec{v}$, так как продольная компонента $H_{\parallel}$ действия не оказывает. После пролета провода на электрон действует такая же по величине сила $\vec{F}_M$, но противоположно направленная, так как поле $\vec{H}$ меняет свое направление на обратное. В итоге траектория электрона будет выглядеть как на рис. 1.2, т. е. после пролета провода с током она испытает лишь некоторое смещение вдоль направления тока, но сохранит свое направление. Однако необходимо заметить, что на участке траектории вблизи проводника скорость электрона имела составляющую $\vec{v}_{\parallel}$, направленную вдоль направления тока. Эта составляющая скорости электрона везде перпендикулярна полю $\vec{H}$ и приводит к появлению силы $\vec{F}'_M$, направленной (по правилу правой руки) в сторону от провода (рис. 1.3). Так как направления скорости $\vec{v}_{\parallel}$ и поля $\vec{H}$ в основном сохраняются при пролете электроном провода, то это отклонение траектории не будет ничем скомпенсировано.

Нетрудно видеть, что при изменении направления тока в проводе или траектории движения электрона относительно провода результат будет всегда одинаков: электрон будет

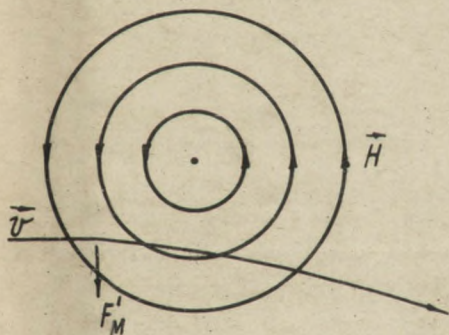


Рис. 1.3. Траектория движения электрона вблизи провода с током в плоскости, перпендикулярной проводу

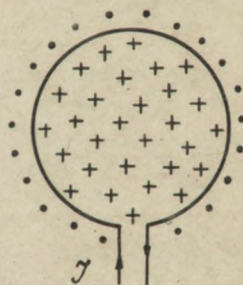


Рис. 1.4. Сечение магнитного поля одиночного витка с током

отклоняться в сторону от провода и его траектория будет смещаться вдоль направления тока.

Если теперь согнуть провод в один виток (рис. 1.4), то действие каждого элемента провода будет подобно действию прямого провода. Следовательно, электроны, пролетающие через площадь, ограниченную витком, вдоль его оси, будут отклоняться к его оси и испытывать закручивание вдоль направления тока в проводе. Таким образом, пучок электронов, параллельный оси витка, будет фокусироваться на его оси, испытывая при этом закручивание вокруг оси на некоторый угол, который зависит от тока.

Тороидальное магнитное поле, создаваемое одним витком с током, является моделью короткой магнитной линзы. Реальная конструкция линзы представляет соленоид, число ампер-витков в котором составляет несколько тысяч. Соленоид заключен в магнитный панцирь из магнитомягкого материала (чистое железо, пермаллой), имеющий кольцевой вырез для выхода магнитного поля. На рис. 1.5 показан схематиче-

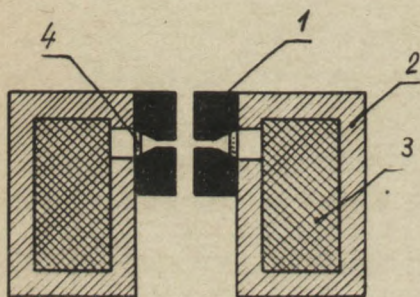


Рис. 1.5. Схематический разрез магнитной линзы:

1 — полюсный наконечник;
2 — панцирь; 3 — обмотка линзы;
4 — дистанционное кольцо

ски разрез магнитной линзы. Для уменьшения размеров рабочей области магнитного поля, увеличения напряженности поля и удобства чистки и эксплуатации микроскопа в канал линзы вплотную вставляется полюсный наконечник, являющийся продолжением магнитного панциря линзы. Оба башмака полюсного наконечника изготавливаются из магнитомягкого материала с высокой точностью и скрепляются немагнитным дистанционным кольцом. Качество изготовления полюсного наконечника оказывает существенное влияние на разрешающую способность линзы. Оптическая сила магнитной линзы, т. е. ее фокусное расстояние, легко может быть изменена путем изменения тока в линзе. Ввиду удобства уп-

равления и эксплуатации магнитные линзы вытеснили электростатические в конструкциях электронных микроскопов. Важно отметить, что все электронные линзы (как электростатические, так и магнитные) являются линзами собирающими. Аналогов оптическим рассеивающим линзам в электронной оптике нет.

1.3. Аберрации электронных линз

Характерным свойством как электростатических, так и магнитных электронных линз является наличие аберраций, приводящих к размытию изображения объекта и, в конечном счете, к снижению разрешающей способности. Основными аберрациями, оказывающими наибольшее влияние на разрешающую способность, являются сферическая и хроматическая аберрации и астигматизм.

1.3.1. Сферическая аберрация

Проявление сферической аберрации заключается в том, что лучи, вышедшие из точки O на оптической оси линзы под различными углами α , фокусируются, т. е. дают изображение точки O , в различных точках (O' и O'' для лучей 1 и 2) на оптической оси (рис. 1.6). Следовательно, в плоскости

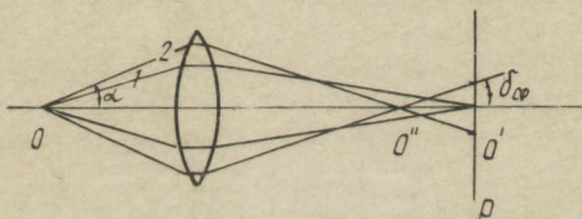


Рис. 1.6. Ход лучей в линзе, обладающей сферической аберрацией

изображения P изображение точки O будет представлено в виде кружка рассеяния радиуса δ_{sf} , определяемого максимальной величиной апертурного угла α .

Сферической эта аберрация названа по аналогии с соответствующей аберрацией оптических линз, появляющейся в линзах, поверхности которых имеют сферическую форму. В электронных линзах причина сферической аберрации иная. При удалении от оптической оси в магнитной линзе растёт

напряженность магнитного поля, а в электростатической — кривизна эквипотенциальных поверхностей. В обоих случаях: преломляющая способность линзы возрастает при удалении от оптической оси к периферии. Для достаточно малых апертурных углов α справедливо следующее выражение для радиуса кружка рассеяния, вызванного сферической аберрацией, —

$$\delta_{\text{сф}} = C_{\text{сф}} \alpha^3. \quad (1.5)$$

Здесь $C_{\text{сф}}$ — коэффициент сферической аберрации, являющийся характеристикой электронной линзы. Он имеет размерность длины. У лучших линз его величина ≈ 1 мм. Отсюда следует, что для получения разрешения $10 \text{ \AA}$ необходимо использовать апертурные углы $\alpha \approx 10^{-2}$. Это гораздо меньше, чем в оптической микроскопии. По этой причине можно использовать только электроны в приосевой области линзы. Такие электронные пучки называются параксиальными. Оптимальную величину α можно установить, используя формулу (1.1), которая для малых апертурных углов и электронов в вакууме ($n=1$) может быть переписана как

$$\delta = \frac{0,61\lambda}{\alpha}. \quad (1.6)$$

Приравнивая выражения (1.5) и (1.6), получаем

$$\alpha_0 = \sqrt[4]{\frac{0,61\lambda}{C_{\text{сф}}}}, \quad (1.7)$$

где α_0 — оптимальный апертурный угол. Дальнейшее уменьшение α ведет к росту размытия изображения вследствие дифракции электронов на диафрагме объектива. Подстановка в выражение (1.7) $\lambda = 0,037$ (для $V = 100 \text{ кВ}$) и $C_{\text{сф}} = 1$ мм дает $\alpha_0 = 6 \cdot 10^{-3}$, что позволяет оценить предельную величину разрешения, например, по формуле (1.5). Эта величина составляет около $2 \text{ \AA}$, что и является теоретическим пределом разрешения для электронного микроскопа.

1.3.2. Хроматическая аберрация

Происхождение хроматической аберрации в электронной оптике в общих чертах такое же, как и в световой оптике: фокусное расстояние линзы зависит от длины волны λ . Эту зависимость для электронов можно выразить через разность ускоряющих потенциалов $V_2 - V_1 = \Delta V$ (рис. 1.7). Очевидно, что более быстрые электроны будут сфокусированы дальше

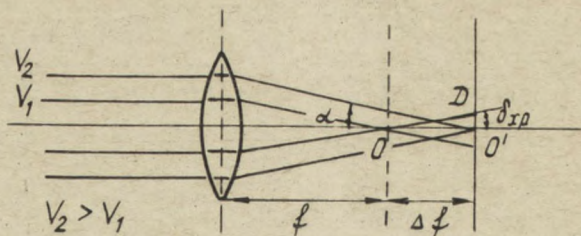


Рис. 1.7. Ход лучей в линзе при наличии хроматической aberrации

на оптической оси, т. е. фокусное расстояние f будет увеличено для них на Δf . Используя пропорциональность фокусного расстояния ускоряющему напряжению, можно записать

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{\Delta V}{V},$$

откуда $\Delta f = f \frac{\Delta V}{V}$. Радиус кружка рассеяния δ_{xp} , обусловленного хроматической aberrацией, можно найти из геометрических соображений (треугольник ODO' на рис. 1.7):

$$\delta_{xp} = \alpha \Delta f = \alpha f \frac{\Delta V}{V} = \alpha C_{xp} \frac{\Delta V}{V}, \quad (1.8)$$

где C_{xp} — коэффициент хроматической aberrации ($C_{xp} \approx f$). По этой формуле можно оценить предельно допустимую величину нестабильности ускоряющего напряжения $\frac{\Delta V}{V}$. Пусть

$\delta_{xp} = 5^\circ$, $\alpha = 6 \cdot 10^{-3}$, обычно $f = 2,6$ мм. Тогда $\frac{\Delta V}{V} \leq 2,8 \cdot 10^{-5}$, т. е. колебания ускоряющего напряжения при $V = 100$ кВ не должны превышать 2,8 В, что предъявляет особые требования к конструкции высоковольтных цепей электронного микроскопа. Согласно зависимости (1.8) уменьшение апертурного угла слабо влияет на δ_{xp} .

Не менее важной причиной появления хроматической aberrации является нестабильность тока ΔI в обмотке линзы, что приводит к нестабильности фокусного расстояния линзы f . В общем случае

$$\delta_{xp} = \alpha C_{xp} \left[\left(\frac{\Delta V}{V} \right)^2 + \left(\frac{2\Delta I}{I} \right)^2 \right]^{1/2}. \quad (1.9)$$

В настоящее время конструкторы питающих устройств электронных микроскопов создали устройства с нестабильностью токов порядка 10^{-6} , что вполне достаточно для достижения разрешения около $2 \text{ \AA}$. Однако в электронном микроскопе есть еще одна причина появления разброса электронов по энергиям или длинам волн: потеря энергии электронами при прохождении объекта (неупругое рассеяние). Поскольку увеличение неупругого рассеяния связано с ростом толщины объекта, то для получения высокого разрешения необходимо, чтобы объект был как можно тоньше.

1.3.3. Астигматизм

Астигматизмом называется aberrация, возникающая при отклонении симметрии поля линзы (или формы линзы в световой оптике) от точной осевой. Можно пояснить появление астигматизма на примере одиночного витка с током. Если виток представляет точную окружность, то астигматизм отсутствует. Если же придать витку небольшую эллиптичность, то появится астигматизм (рис. 1.8). Эллипс может быть охарактеризован отношением своих большой и малой осей $\frac{AA'}{BB'}$. При $\frac{AA'}{BB'} = 1$

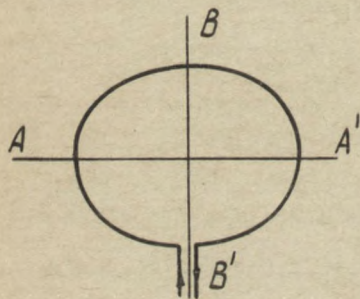


Рис. 1.8. Деформация одиночного витка с током, обуславливающая появление астигматизма

получается точная окружность. Деформация поля линзы приводит к появлению непрерывного набора фокусных расстояний между наибольшим значением $f_{\max}$ (в сечении AA' , где поле вблизи оси будет ослаблено) и наименьшим $f_{\min}$

(в сечении BB' , где поле будет усилено). Поэтому величину астигматизма можно выразить через разность

$$f_{\max} - f_{\min} = \Delta f.$$

Фокусы $f_{\min}$ и $f_{\max}$ являются линейчатыми, взаимно перпендикулярными. Радиус кружка рассеяния, связанного с астигматизмом, находится из геометрических соображений (рис. 1.9) (так же, как для хроматической aberrации) и равен

$$\delta_a \simeq \alpha \Delta f. \quad (1.10)$$

Для наглядности линзу, обладающую астигматизмом, можно представить в виде комбинации трех оптических линз, одна из которых (А) не обладает астигматизмом, а две других — цилиндрические линзы с перпендикулярно ориентированными осями: одна — рассеивающая (В), другая (С) — со-

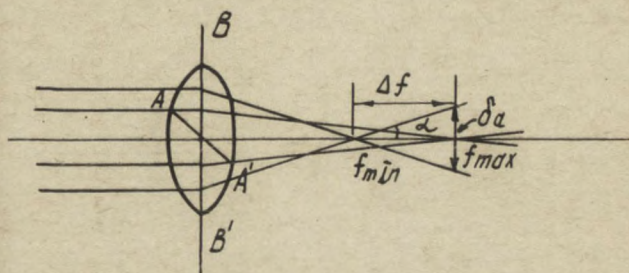


Рис. 1.9. Ход лучей в линзе при наличии астигматизма

бирающая (рис. 1.10). Тогда происхождение линейчатых фокусов становится очевидным. Линейная зависимость δ_a от апертурного угла не позволяет успешно бороться с астигматизмом путем уменьшения α . Для этой цели в электронном микроскопе служат специальные устройства — стигматоры. Практически любая электронная линза обладает астигматизмом. Основными причинами возникновения последнего являются неточность механической обработки полюсных оконч-

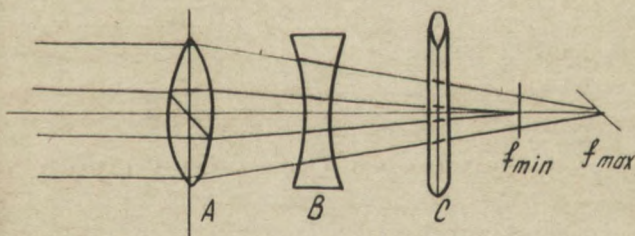


Рис. 1.10. Схема линзы, обладающей астигматизмом: А — основная линза (без астигматизма); В — рассеивающая цилиндрическая линза; С — собирающая цилиндрическая линза

ников и неоднородность магнитного материала. Оценка показывает, что для того, чтобы астигматизм не влиял на разрешение линзы, точность обработки должна быть порядка 0,02 мкм, что недостижимо при современных методах обработки. Однако устранить астигматизм можно при помощи стигматора, вставленного в полюсный наконечник линзы. Принцип его действия ясен из рис. 1.10: необходимо подобрать систему из двух цилиндрических линз, подобную той, которая создает астигматизм, но с осями, ориентированными под углом 90° по отношению к соответствующим осям линзы.

Для электронной оптики этот прием можно сформулировать так: необходимо наложить на поле линзы такое дополнительное поле, величина астигматизма которого равна астигматизму линзы, а его направление (например, направление большой оси эллипса) перпендикулярно аналогичному направлению астигматизма линзы. Как следует из этого требования, для успешного стигмирования необходимо иметь возможность в стигматоре менять величину астигматизма и его направление. При этом никаких требований к величине фокусного расстояния стигматора не предъявляется, т. е. стигматор может быть реализован очень слабой линзой. Действительно, конструктивно стигматоры магнитных линз обычно выполняются как комбинации единичных токопроводов и занимают в линзах достаточно мало места.

Рассмотренные aberrации электронных линз оказывают влияние не только на разрешающую способность микроскопа. Они проявляются и в общем искажении изображения объекта. В частности, сферической aberrацией обусловлено появление радиальной дисторсии — подушкообразного или бочкообразного искажения изображения квадратной сетки (рис. 1.11). Обычно радиальная дисторсия наблюдается при малом увеличении линзы.



Рис. 1.11. Искажение изображения квадрата, вызванное радиальной дисторсией. Случаи *a* и *б* соответствуют дисторсии разного знака

Хроматическая aberrация может вызвать появление хроматической вариации увеличения, проявляющейся в колебании увеличения на краях изображения объекта (т. е. там, где изображение формируется внеосевыми электронами). Однако эти факторы менее важны, чем потеря разрешающей способности. Поэтому здесь они подробно не рассматриваются.

1.4. Электронно-оптическая система электронного микроскопа

Электронно-оптическая система электронного микроскопа состоит из источника электронного луча — электронной пушки; системы линз, формирующей луч с нужной апертурой и яркостью, — осветительной системы или конденсорных линз; системы линз, создающих увеличенное изображение объекта, — изображающей системы. Все элементы электронно-оптической системы составляют в целом колонну электронного микроскопа. Принцип взаимодействия всех оптических элементов колонны можно рассматривать, пользуясь хорошо известными законами геометрической оптики. Если считать линзу тонкой, то выполняется следующее известное соотношение (рис. 1.12):

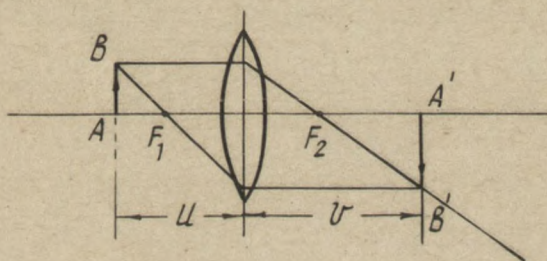


Рис. 1.12. Формирование изображения объекта АВ с помощью линзы

$$\frac{1}{u} + \frac{1}{v} = \frac{1}{f}, \quad (1.11)$$

где u и v — расстояния предмета и изображения от главной плоскости линзы соответственно; f — ее фокусное расстояние.

Отношение $M = \frac{v}{u}$ есть линейное увеличение линзы. Для получения большого увеличения необходимо, чтобы $v \gg u$ (в

(1.11) можно пренебречь членом $\frac{1}{v}$). Тогда $u \approx f$, т. е. объект необходимо помещать вблизи переднего фокуса линзы F_1 . Линза может давать и уменьшенное изображение объекта. Для этого необходимо условие $u \gg v$, т. е. объект должен располагаться далеко от переднего фокуса линзы. Уменьшенное изображение будет получаться вблизи ее заднего фокуса F_2 . Как и в световой оптике, изображение получается перевернутым по отношению к объекту. Однако в магнитных линзах (разд. 1.2) добавляется магнитное вращение на некоторый угол, зависящий от возбуждения линзы. В некоторых случаях этот поворот необходимо учитывать. Перейдем к рассмотрению работы отдельных элементов колонны электронного микроскопа.

1.4.1. Пушка

Трехэлектродная пушка электронного микроскопа (рис. 1.13) состоит из шпилькообразного термокатода прямого накала 1, управляющего (фокусирующего) электрода 2 и анода 3. Термокатод 1 является источником электронов. Он обычно делается из вольфрамовой проволоки диаметром 0,1 мм, согнутой в виде шпильки, и приваривается точечной сваркой к массивным электродам, через которые подводится

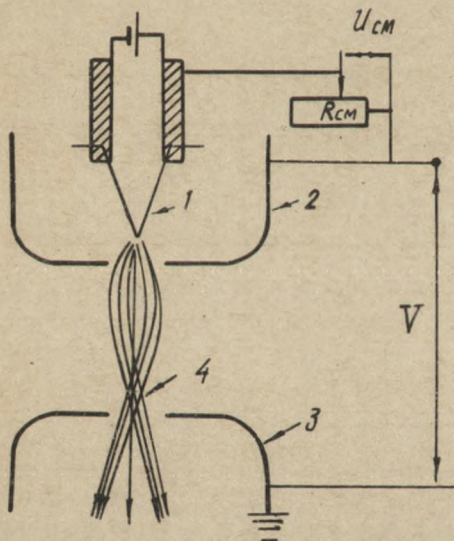


Рис. 1.13. Схема трехэлектродной электронной пушки:
1 — катод; 2 — управляющий (фокусирующий) электрод; 3 — анод; 4 — кроссовер

к катоду напряжение накала. Нагрев катода осуществляется постоянным током или током частоты около 20 кГц для обеспечения постоянства его температуры. Собственно источником электронов является область, включающая в себя участок нити накала у вершины шпильки, нагретая до температуры 2600—2800°C. При такой температуре достигается достаточно большой ток эмиссии электронов. Повышение температуры выше 2800°C существенно сокращает срок жизни катода.

Ускоряющее напряжение V непосредственно поступает на управляющий электрод, внутри которого расположен катод. На катод напряжение поступает через сопротивление смещения $R_{см}$. Включение накала катода вызывает появление электронного тока в цепи: катод—управляющий электрод—сопротивление $R_{см}$. В результате на управляющем электроде по отношению к катоду возникает отрицательное напряжение смещения $U_{см}$. Система двух диафрагм: управляющий электрод—анод (анод обычно заземлен), образует электростатическую линзу, обеспечивающую сходжение электронных лучей в некоторой плоскости между управляющим электродом и анодом (так называемый «кроссовер»). Так как напряжение смещения $U_{см}$ зависит от величины электронного тока, т. е. от количества электронов, испускаемых катодом, то величина его автоматически меняется при изменении накала катода (при неизменном $R_{см}$). Обычно в электронном микроскопе предусмотрена возможность изменения $U_{см}$ также путем изменения $R_{см}$ независимо от величины тока электронов. Этим достигается возможность управлять работой пушки, добываясь максимальной интенсивности электронного луча при данной температуре накала (определяемой током накала).

Свойства источника электронов определяются диаметром наименьшего сечения пучка в кроссовере $2g_s$, плотностью тока j_s в этом сечении и апертурой α_s электронов, выходящих из данного сечения. Можно ввести электронную яркость осветительной системы

$$R = \frac{j_s}{\pi \alpha_s^2}. \quad (1.12)$$

Апертура α_s и радиус наименьшего сечения пучка g_s определяются геометрической формой источника и величиной ускоряющего напряжения V . Существенное значение имеет и распределение электронов по скоростям, которое можно

охарактеризовать шириной кривой распределения ΔV . Между α_s , ΔV , V и γ_s существуют следующие соотношения:

$$\alpha_s = \sqrt{\frac{\Delta V}{V}} \quad \text{и} \quad \gamma_s = \alpha_s f,$$

где f — фокусное расстояние системы управляющий электрод—анод. Отсюда ясно, что при неизменной величине ΔV , которая определяется в основном различной начальной скоростью вылета электронов из катода, электронная яркость R увеличивается пропорционально ускоряющему напряжению V .

Уменьшение α_s и, следовательно, увеличение электронной яркости пушки можно получить и при уменьшении геометрических размеров области на катоде, испускающей электроны. Это достигается применением острийных катодов, получаемых путем специальной заточки вольфрамовых катодов, либо использованием заостренных кристаллов гексаборида лантана (LaB_6), обладающих малой работой выхода электронов. Используется также явление автоэмиссии электронов в сильном электрическом поле из острия (полевая эмиссия). Однако этот способ требует применения сверхвысокого вакуума (10^{-8} торр.) в пушке и усложнения ее конструкции, поэтому широкого распространения не имеет.

В электронном микроскопе нас интересует освещение объекта, определяемое плотностью тока на объекте j_v , апертурой лучей α_v и диаметром освещенной области на объекте $2g_v$. Для успешной работы с различными объектами желательно иметь возможность управлять всеми тремя параметрами независимо. Меняя напряжение смещения на управляющем электроде пушки (при неизменном накале), можно изменять лишь j_v . Для более гибкого управления параметрами освещения служат конденсорные линзы.

1.4.2. Конденсорные линзы

В принципе менять в достаточно широких пределах все три параметра j_v , α_v и g_v можно с помощью одной длиннофокусной линзы. Поскольку это слабая линза, то она работает практически без увеличения. Объектом для нее служит наименьшее сечение луча в пушке (кроссовер), а его изображение можно смещать, меняя фокусное расстояние линзы вдоль оптической оси в широких пределах (рис. 1.14). Так как объект занимает постоянное положение на оптической оси, то при этом будут изменяться в широких пределах (не-

зависимо от пушки) все три параметра освещения. Из рис. 1.14 видно, что изменение апертуры освещения α_v можно получить, смещая изображение кроссовера ниже или выше объекта. Максимальной будет α_v (и минимальным γ_v), если изображение будет точно сфокусировано на объекте. При этом будет также достигаться максимальная плотность тока j_v . Как правило, в таком режиме конденсор работает, давая изображение с увеличением почти в 2 раза. Диаметр кроссовера обычно составляет около 0,05 мм, поэтому диаметр минимальной освещенной области на объекте оказывается около 0,1 мм. Но для улучшения качества изображения апертуру освещения желательно уменьшить до оптимальной (или даже сделать меньше, учитывая возрастание ее после рассеяния в объекте). При этом плотность j_v , определяющая локальную яркость освещения на объекте, будет уменьшаться, а γ_v возрастать. Несколько улучшить качество освещения можно путем введения в линзу диафрагмы, уменьшающей апертуру α_v при некоторой потере яркости.

Увеличить плотность тока j_v на объекте при сохранении оптимальной апертуры можно путем уменьшения размеров эффективного источника электронов g_s . Это в современных микроскопах достигается путем введения между пушкой и длиннофокусным конденсором короткофокусной линзы, работающей в режиме уменьшения изображения эффективного источника электронов, который располагается достаточно далеко от первого фокуса линзы. Уменьшенное изображение источника получается вблизи ее второго фокуса (рис. 1.15). Это уменьшенное изображение переносится длиннофокусной линзой на объект. В результате удается с помощью такой двухлинзовой системы получить на объекте наименьший диаметр освещенной области $1 \div 2$ мкм. Несмотря на значительную потерю общей интенсивности луча, локальная яркость освещения может быть существенно повышена при оптимальной апертуре освещения. В этом случае отпадает необходимость введения диафрагм в длиннофокусный конденсор. Обычно короткофокусный конденсор именуется первым конденсором, имеет ступенчатую регулировку тока линзы, т. е. несколько ступеней уменьшения сечения луча. Длиннофокусная линза, или второй конденсор, по-прежнему служит для того, чтобы в широких пределах менять параметры освещения на объекте.

При наличии двухлинзовой конденсорной системы можно работать и с одним вторым конденсором, выключая первый.

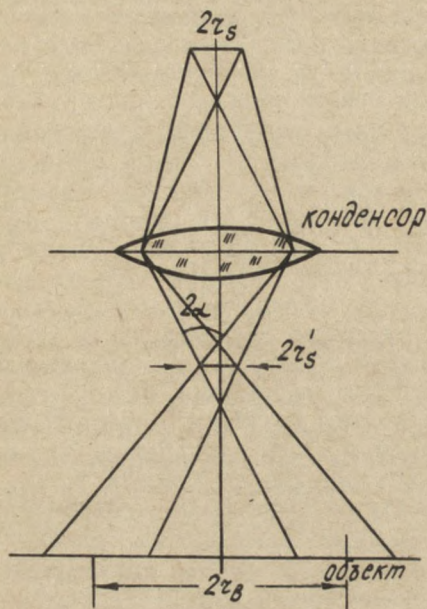


Рис. 1.14. Ход лучей в однолинзовом конденсоре

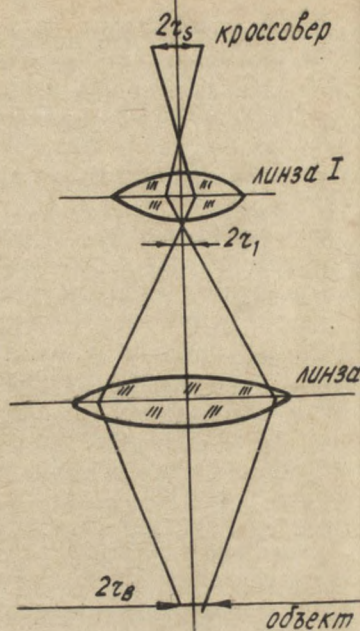


Рис. 1.15. Ход лучей в двухлинзовом конденсоре

Один первый конденсор использовать нельзя, так как для этого требуется очень близкое расположение двух короткофокусных линз (конденсора и объективной линзы), что невозможно конструктивно осуществить.

Однако при малых размерах изображения $2r_1$ (см. рис. 1.15), даваемого первым конденсором, становятся важными аберрации второй конденсорной линзы (в частности, астигматизм), приводящие к размытию изображения и уменьшению плотности тока j_v . Для устранения вредного влияния астигматизма второй конденсор, как правило, снабжается стигматором.

Конструктивно первый и второй конденсоры обычно объединены в один блок. В этом же блоке помещают катушки, позволяющие перемещать электронный луч в горизонтальной плоскости и наклонять его к оптической оси колонны микроскопа (система наклона и перемещения луча). Принцип работы катушек системы наклона и перемещения состоит в

отклонении луча под действием силы Лоренца в однородном магнитном поле, создаваемом между разноименными полюсами двух катушек, расположенных диаметрально по обе стороны оптической оси прибора. Эти однородные магнитные (а иногда и электростатические) поля играют роль призм в световой оптике. На рис. 1.16 показан принцип действия ка-

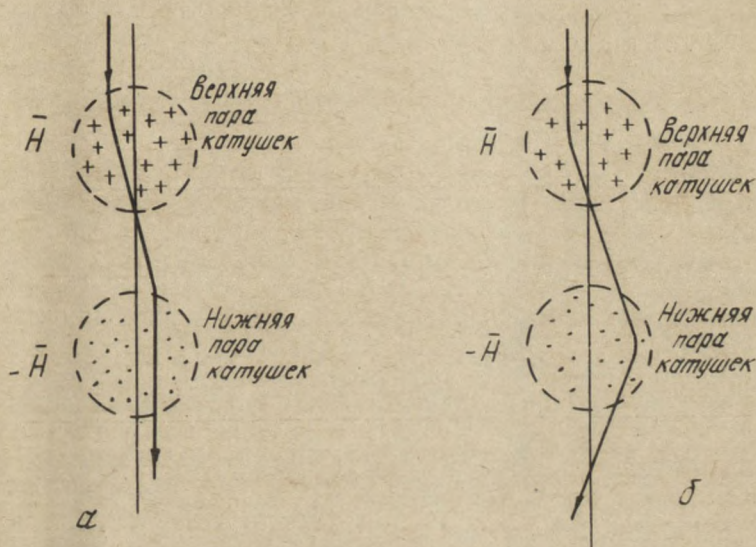


Рис. 1.16. Действие катушек перемещения (а) и наклона (б) луча. Для того чтобы иметь возможность перемещать и наклонять луч во всех направлениях, устанавливаются системы катушек со взаимно перпендикулярными направлениями магнитного поля.

1.4.3. Изображающая система электронного микроскопа

Изображающая система состоит из линз, создающих увеличенное изображение объекта, флюоресцентного экрана, на котором это изображение наблюдается визуально, и фотокамеры, где оно может быть зафиксировано на фотопластинке или фотопленке. Необходимое увеличение M , даваемое изображающей системой, можно оценить из следующих соображений. Если требуется реализовать разрешающую способность δ , то необходимо, чтобы произведение $M\delta$ было не

меньше разрешающей способности человеческого глаза δ_r , т. е. $M\delta \geq \delta_r$. Обычно принимается $\delta_r = 0,2$ мм, поэтому для $\delta = 10$ Å $M = 200000$, а для $\delta = 2$ Å $M = 1000000$.

Как правило, увеличение одной электронной линзы не превышает 300, поэтому изображающая система электронного микроскопа состоит из 2, 3, а иногда и 4 линз. Общее увеличение, даваемое системой линз, является произведением увеличений всех линз системы. В результате максимальное увеличение, даваемое двухлинзовой системой, не превышает 90000. Для реализации разрешающей способности выше 10 Å необходимо иметь три линзы.

Объективная линза является первой и самой важной линзой изображающей системы. В ней должна быть реализована вся разрешающая способность микроскопа. Следовательно, линза должна обладать коротким фокусным расстоянием и большим увеличением (порядка 300). Именно к этой линзе в первую очередь предъявляются требования минимума aberrаций. Для коррекции астигматизма линза имеет стигматор. Над линзой обычно помещается столик объекта, служащий для введения в линзу объекта и проведения необходимых манипуляций с ним. Для получения большого увеличения объект вводится практически в переднюю фокальную плоскость линзы, которая находится в канале полюсного наконечника линзы, так как фокусное расстояние мало ($\sim 2,5$ мм). Такое положение объекта создает определенные трудности для манипуляций с ним (перемещение, наклон, нагрев, охлаждение и т. д.), поэтому к конструкции столика предъявляются весьма жесткие требования, которые не всегда полностью можно выполнить в конкретных приборах.

Важнейшей частью блока объективной линзы является апертурная диафрагма, которая вводится в заднюю фокальную плоскость объектива. Ее назначение — уменьшить до оптимальной величины апертурный угол лучей, которые выходят из объекта рассеянными под большими углами. Диаметр апертурной диафрагмы — $0,02 \div 0,04$ мм. Для получения качественного изображения диафрагма должна быть точно установлена на оптической оси объектива.

Промежуточная и проекционная линзы, следующие после объективной линзы, обычно объединены в один проекционный блок. Его назначение — получить дальнейшее увеличение изображения и спроецировать его на конечный экран или фотопластинку. Так как общее максимальное увеличение

прибора не превышает 1000000 (обычно около 500000), то одна линза (проекционная) является короткофокусной сильной линзой с увеличением около 300, а другая (промежуточная, занимающая место между объективом и проекционной линзой), — длиннофокусная с максимальным увеличением не более чем в 6—7 раз. Введение относительно слабой линзы, фокусное расстояние которой можно менять в довольно широких пределах, позволяет плавно изменять увеличение в широком диапазоне. Промежуточная линза изготавливается либо без полюсного наконечника, либо последний делается с широким каналом. Полюсный наконечник проекционной линзы имеет малый диаметр внутреннего канала. В некоторых микроскопах он может специальным механизмом извлекаться из канала линзы без нарушения вакуума. Это делает проекционную линзу длиннофокусной, что позволяет работать при малых увеличениях. В последнее время сильную проекционную линзу заменяют двумя более слабыми проекционными линзами, это дает возможность получать малые увеличения без извлечения полюсного наконечника.

Трехлинзовая изображающая система электронных микроскопов позволяет работать при любой комбинации электронных линз, поэтому дает возможность перекрыть диапазон увеличений от 300 до максимального. Минимальное увеличение получается при включении одной объективной линзы и выключенных промежуточной и проекционной (при извлеченном из нее полюсном наконечнике). Широкие каналы промежуточной и проекционной линз не мешают при этом наблюдать изображение на конечном экране. Объектом для промежуточной и проекционной линз является увеличенное объективной линзой изображение. Аберрации и астигматизм этих линз не оказывают влияния на разрешающую способность электронного микроскопа.

1.4.4. Глубина поля электронного микроскопа

Если объект, просвечиваемый в электронном микроскопе, имеет определенную толщину, то точная фокусировка на плоскости изображения может быть выполнена лишь для точек объекта, находящихся в одной предметной плоскости. Возникает вопрос, при какой толщине объекта D точки, находящиеся на верхней и нижней поверхностях (A и B на рис. 1.17), будут удовлетворительно сфокусированы.

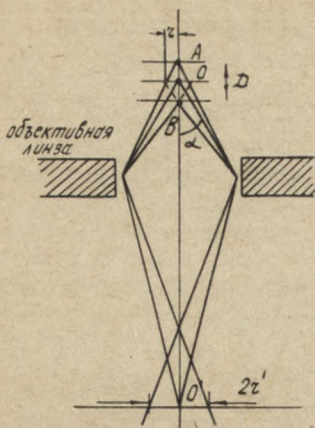


Рис. 1.17. Глубина поля электронного микроскопа

В будут сфокусированы так же резко, как и О, если $\gamma \leq \delta$. Принимая $\gamma = \delta$, найдем

$$D = \frac{2\delta}{\alpha}.$$

При $\delta = 10 \text{ \AA}$ и $\alpha = 5 \cdot 10^{-3}$ $D \simeq 4 \cdot 10^3 \text{ \AA}$. Такая толщина объекта является предельной для просвечивающего электронного микроскопа. Обычно объекты берутся более тонкими. Поэтому по всей толщине объекта изображение будет сфокусировано одинаково. Наряду с полезностью это свойство электронно-оптического изображения имеет и недостаток — нельзя отличить, например, верхнюю и нижнюю поверхности объекта.

1.4.5. Глубина резкости

Под глубиной резкости понимают то расстояние D_f вдоль оптической оси микроскопа, на которое можно смещать экран либо фотопластинку без нарушения резкости изображения, т. е. фокусировки прибора. Угловое увеличение линзы, т. е. отношение апертурных углов лучей, выходящих из объекта (α) и приходящих на изображение (β), численно равно линейному M , т. е. $M = \frac{\alpha}{\beta}$. Диаметр кружка рассеяния на

изображении $2\gamma'$ при разрешающей способности линзы δ будет $2\delta M$, или $2\gamma' = 2\delta \frac{\alpha}{\beta}$. Из рис. 1.18 следует, что смещение плоскости экрана на расстояние $D_\phi/2$ от точной плоскости изображения дает кружок рассеяния $2\gamma' = 2 \frac{D_\phi}{2} \operatorname{tg} \beta \approx \approx D_\phi \beta = \frac{D_\phi \alpha}{M}$. Для получения необходимой резкости надо выполнить условие $2\gamma' \leq 2M\delta$. Если выполняется равенство, то $\frac{D_\phi \alpha}{M} = 2M\delta$.

Следовательно, $D_\phi = M^2 D$, где D — глубина поля линзы. Глубина резкости D_ϕ объективной линзы является глубиной поля последующей линзы, поэтому глубина резкости двухлинзовой системы может быть записана как

$$D_\phi = M_1^2 M_2^2 D,$$

где M_1 и M_2 — увеличения первой и второй линз. При $D \approx 4 \cdot 10^3 \text{ \AA}$, $M_1 = 100$ и $M_2 = 100$ получается $D_\phi \approx 10^4 \text{ см}$, т. е. очень большая величина, намного превышающая размеры прибора. Отсюда видно, что расположение конечного экрана и фотопластинок в микроскопе не имеет значения для фокусировки изображения. Однако следует заметить,

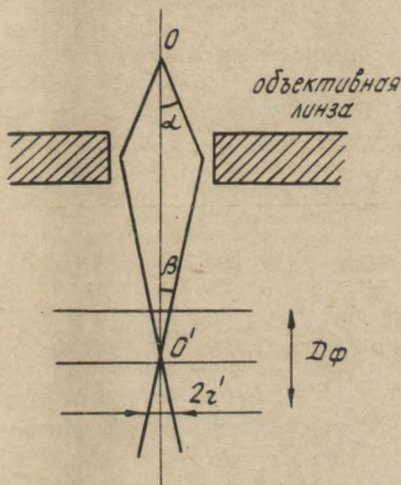


Рис. 1.18. Глубина фокуса электронного микроскопа

что при смещении экрана или фотопластинок вдоль оптической оси будет изменяться масштаб изображения. Например, для микроскопа ЭМВ-100 изображение на фотопластинке увеличено примерно в 1,5 раза больше, чем на экране. Это проекционное увеличение прямо связано с расстоянием от фотопластинок до линзы. Столь большая величина глубины резкости позволяет использовать экраны, наклонно расположенные по отношению к оптической оси.

1.4.6. Наблюдение изображения на экране. Фотографирование

В настоящее время в электронных микроскопах применяют экраны, состоящие из смеси кристалликов $\text{ZnS}-\text{CdS}$. Они обладают большой светоотдачей при воздействии электронного луча и разрешением около 50 мкм при хорошем контрасте. Чтобы полностью использовать разрешение экрана, наблюдение обычно ведут через лупу (лучше всего—бинокулярную) с увеличением от 6 до 10 крат. Разрешение глаза зависит от яркости свечения экрана, поэтому не следует работать при очень больших увеличениях (если в этом нет особой необходимости), так как плотность электронного пучка (следовательно, и яркость) падает пропорционально квадрату линейного увеличения микроскопа.

Для детального изучения объекта по его изображению последнее фиксируется на фотопластинке или фотопленке. Свойства фотопластинок определяются чувствительностью, степенью контрастности и величиной зернистости фотоэмульсионного слоя. Как правило, в электронной микроскопии изображение на пластинке получается путем прямого воздействия электронов на фотоэмульсию. Чувствительность фотопластинок к электронам прямо не связана с чувствительностью их к свету, так как энергия электронов значительно выше энергии квантов света. Однако чувствительность зависит от толщины эмульсии. Она возрастает примерно пропорционально ускоряющему напряжению до тех пор, пока глубина проникновения электронов не станет равной толщине эмульсии. Дальнейшее увеличение ускоряющего напряжения приводит к падению чувствительности. С величиной зернистости пластинок связана их разрешающая способность Δ . Максимальное увеличение при фотографировании определяется неравенством

$$M_{\max} > 2 \frac{\Delta}{\delta},$$

где δ — желаемое разрешение на объекте. Это означает, что минимальное расстояние между точками изображения на фотопластинке должно быть, по крайней мере, в 2 раза больше, чем расстояние между зернами эмульсии. Обычно при хорошем контрасте разрешение мелкозернистых пластинок составляет 5÷10 мкм. При плохом контрасте оно ухудшается до 50 мкм. Этими соображениями руководствуются при

выборе увеличения, необходимого для реализации требуемого разрешения.

Из отечественных фотоматериалов неплохими качествами обладают репродукционные штриховые фотопластинки высокой контрастности, ядерные фотопластинки, микрат и специальные электронографические, обладающие наибольшей чувствительностью для электронов с энергией $100 \div 200$ кэВ.

1.4.7. Юстировка электронного микроскопа

Разрешающая способность современного электронного микроскопа в тысячу раз превышает разрешающую способность любого оптического микроскопа, поэтому требования к точности совмещения оптических осей всех элементов оптической системы (линз, диафрагм) здесь гораздо более жесткие. Поскольку колонна микроскопа представляет собой сборную конструкцию, то обеспечить требуемую точность изготовления и сборки на заводе не представляется возможным. По этой причине точная настройка (юстировка) прибора проводится оператором, работающим на приборе. Обычно операции по юстировке микроскопа достаточно подробно описаны в инструкции, прилагаемой к прибору заводом-изготовителем.

Юстировка осветительной системы. При юстировке пушки необходимо достичь максимальной «яркости» электронного луча при оптимальном накале катода и соосности пушки, конденсорной системы линз и объектива. Достижение максимальной яркости производится в результате перемещения в горизонтальной плоскости управляющего электрода вместе с закрепленным в нем катодом относительно отверстия анода. Эта операция производится при одновременно включенных длиннофокусном (втором) конденсоре и объективной линзе. Увеличенное изображение источника электронов (кроссовера) наблюдается на конечном экране. Одновременно осуществляется центровка луча относительно оптической оси объектива. Признаком правильной центровки луча является изменение размеров изображения минимального сечения луча при изменении тока в объективной линзе. Центр изображения смещаться при этом не должен. После этого включается первый конденсор на нужную ступень уменьшения сечения луча и вновь производится центровка оптических осей объектива и осветительной системы.

Юстировка изображающей системы. Для правильной работы микроскопа необходимо, чтобы оптиче-

кие оси объектива и проекционного блока линз совпадали. Это достигается магнитным или механическим перемещением луча после объектива. При совпадении осей вершина каустики промежуточной линзы, т. е. неподвижная точка, относительно которой «разбегается» изображение при увеличении тока в промежуточной линзе, должна находиться в центре экрана.

Юстировка наклона луча. Угол наклона луча, даваемого осветительной системой, по отношению к оптической оси объектива должен быть равен 0 для достижения наилучшей разрешающей способности. Устранение наклона производится при наблюдении объекта на конечном экране при увеличении 10000 раз и выше. Есть две методики устранения наклона—по минимуму сферической аберрации и по минимуму хроматической аберрации. В последнем случае используется нахождение и выведение в центр экрана «вольтова центра», т. е. точки изображения, которая не смещается при пульсации высокого напряжения. Для этого используют наложение на ускоряющее напряжение переменной составляющей.

Устранение наклона по минимуму сферической аберрации заключается в выведении на центр экрана «магнитного центра», т. е. точки изображения, которая не смещается при изменении тока в объективной линзе. Размытие изображения при дефокусировке объектива должно быть заметнее, чем смещение.

После устранения наклона пучка приступают к коррекции астигматизма объектива. Эту операцию проводят по тест-объекту—тонкой пленке с отверстиями диаметром 0,5 мкм. При дефокусировке на краях отверстия видна дифракционная кайма, обусловленная дифракцией Френеля. Симметрия этой каймы при наименьшем расстоянии ее от краев отверстия зависит от наличия астигматизма. Момент отхода каймы от краев отверстия необходимо наблюдать при увеличении не менее 100000, так как минимальное расстояние между каймой и краями отверстия около 6 Å. При наличии астигматизма и небольшой дефокусировке объектива кайма Френеля отходит от краев отверстия не по всему периметру одновременно, а в каком-то одном направлении на диаметрально противоположных сторонах отверстия. Это направление и является направлением ориентации астигматизма. Оценивая величиной и направлением астигматизма стиг-

матора, необходимо сделать отход каймы Френеля одновременным по всему периметру отверстия. При наличии наклона луча к оптической оси объектива астигматизм объектива резко возрастает, стигматором его устранить невозможно. Поэтому стигмирование можно проводить только после устранения наклона луча.

1.4.8. Вакуумная система электронного микроскопа

Вакуум в колонне электронного микроскопа должен быть не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ торр. Такое наибольшее давление остаточного газа еще исключает возможность электрического пробоя промежутка между управляющим электродом и анодом. Обычно в серийных микроскопах предварительное вакуумирование обеспечивается механическим насосом, а высокий вакуум создается диффузионными паромасляными насосами большой производительности. Необходимо также иметь в виду, что при помещении объекта в колонну вакуум может нарушаться. Чтобы сократить время восстановления вакуума до минимума (1 мин), используется шлюзовое устройство, имеющее независимую предварительную откачку. Кроме того, у большинства микроскопов фотопластинки для фотографирования помещаются непосредственно в колонну. Поэтому требуется достаточное время, в течение которого происходит обезгаживание фотоэмульсии пластинок. Лучше всего обезгаживание проводить заблаговременно в специальной вакуумной камере.

Откачка колонны микроскопа диффузионными паромасляными насосами наиболее проста и надежна в эксплуатации. Однако в откачиваемой системе всегда присутствуют пары углеводородов: масла диффузионных насосов, смазки, резиновых уплотнений вакуумных соединений, подвижных вводов диафрагм и некоторых других механических устройств колонны. Под действием электронного луча молекулы углеводородов разлагаются, полимеризуются и т. д., образуя на деталях микроскопа «нагар». Наибольшему загрязнению подвергаются детали пушки, полюсные наконечники и диафрагмы конденсорной системы и объектива, а также объект. Пленки нагара обладают плохой электропроводностью, поэтому на них может образовываться электрический заряд, ухудшающий оптические свойства линз и стабильность работы микроскопа.

Для борьбы с этими загрязнениями (помимо периодической чистки деталей колонны от «нагара») используются криогенные ловушки и поглотители—адсорбенты. Одним из наиболее употребляемых адсорбентов является цеолит NaX. Он помещается в колонну микроскопа после отжига его на воздухе при 500°C . Цеолит обладает способностью к регенерации адсорбирующего свойства, поэтому он может служить достаточно долго. Для защиты объекта от загрязнения цеолит необходимо помещать как можно ближе к объекту. Наилучшие результаты получаются при охлаждении цеолита жидким азотом, так как его адсорбционная способность при этом увеличивается.

Глава 2

ОСНОВЫ ТЕОРИИ ДИФРАКЦИИ ЭЛЕКТРОНОВ

2.1. Рассеяние электронов некристаллическими объектами

Попадая в вещество объекта, электроны испытывают взаимодействие с его атомами и рассеиваются. Объективная линза фокусирует электроны, рассеянные в каком-либо произвольном направлении в соответствующую точку в своей задней фокальной плоскости, где формируется картина рассеяния. Распределение интенсивности рассеяния в зависимости от угла рассеяния можно описать дифференциальным сечением рассеяния $D(\Omega)$, определяемым из соотношения

$$\frac{dn}{I_0} = D(\Omega) d\Omega, \quad (2.1)$$

где dn — число электронов, рассеянных из пучка интенсивностью I_0 в телесный угол $d\Omega$. Величина $D(\Omega)$ имеет размерность площади, деленной на единицу телесного угла, и берется в расчете на один изолированный атом

$$D(\Omega) = \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{ат}}, \quad (2.2)$$

где σ — полное сечение рассеяния атомом. Величина телесного угла Ω связана с углом рассеяния β (рис. 2.1) соотношением

$$\Omega = 2\pi (1 - \cos\beta) \quad (2.3)$$

и, следовательно,

$$d\Omega = 2\pi \sin\beta d\beta.$$

Полное сечение рассеяния атомом на углы больше некоторого минимального $\beta_{\min} \neq 0$

$$\sigma_{\text{ат}}(\beta_{\min}) = 2\pi \int_{\beta_{\min}}^{\pi} D(\beta) d\beta. \quad (2.4)$$

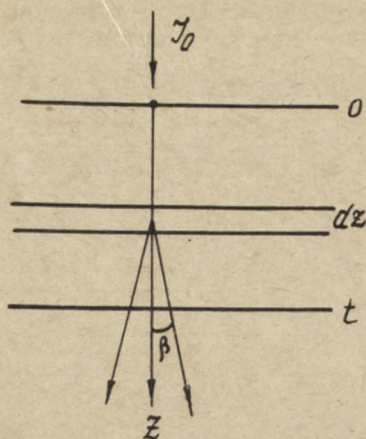


Рис. 2.1. Рассеяние электронов при прохождении через объект

Значение $\beta_{\min}$ можно взять равным половине апертурного угла, определяемого апертурной диафрагмой объектива.

Для получения сечения рассеяния единицей объема вещества объекта необходимо просуммировать сечения рассеяния всех атомов. Если в 1 см^3 содержится N атомов, то полное сечение рассеяния Q равно

$$Q = N \sigma_{\text{ат}} \left[\frac{\text{см}^2}{\text{см}^3} \right]. \quad (2.5)$$

Вещество характеризуется плотностью ρ и молекулярным весом M , т. е.

$$N = \frac{\rho}{M} N_0,$$

где $N_0 = 6,025 \cdot 10^{23}$ — число Авогадро. Тогда полное сечение рассеяния единицей объема вещества вне апертуры объектива будет

$$Q = \frac{N_0 \sigma_{\text{ат}}}{M} \rho. \quad (2.6)$$

Если объект имеет толщину t , то сечение рассеяния веществом объекта определяется произведением Qt . Величина ρt называется эффективной толщиной и характеризует массу вещества на длине t . Интерпретация изменения интенсивности рассеяния электронов объектом, основанная на эффективной толщине, применима лишь для некристаллических объектов или для объектов, размер кристаллитов которых меньше разрешающей способности микроскопа.

При малой эффективной толщине ρt электрон может рассеиваться лишь однократно, при большой же величине ρt — два, три и более раз. Тогда говорят о многократном рассеянии. Ясно, что многократное рассеяние изменяет картину распределения рассеянных электронов в задней фокальной плоскости объектива. В частности, оно приводит к более

медленному, чем при однократном рассеянии, изменению интенсивности рассеяния с увеличением эффективной толщины.

Направим ось z в направлении падающего на образец электронного луча (рис. 2.1), $z=0$ на верхней поверхности образца. В слое dz интенсивность рассеяния электронов вне апертуры объектива будет

$$dI = -I(z)Qdz, \quad (2.7)$$

знак минус связан с уменьшением интенсивности с глубиной.

Интегрируя в пределах от $z=0$ до $z=t$, получаем

$$I = I_0 e^{-Qt}. \quad (2.8)$$

Q имеет размерность $[\text{см}^{-1}]$ и представляет число актов рассеяния электронов на единице длины пути. Можно ввести среднюю длину свободного пробега электрона между столкновениями $\Lambda = Q^{-1}$. При прохождении электронным лучом образца толщиной $t = \Lambda$ интенсивность луча уменьшается в e раз. Из условия $Qt = 1$ определяется критическая эффективная толщина $(\rho t)_c$, соответствующая однократному рассеянию:

$$(\rho t)_c = \rho \Lambda = \frac{M}{N_0 \sigma_{\text{ат}}}. \quad (2.9)$$

Если объект содержит более одного вида атомов, то

$$Q = \sum_j N_j \sigma_j,$$

Таблица 2.1

Средняя длина свободного пробега
и критическая эффективная толщина
(для 65 кВ)

Материал	$\Lambda, \text{\AA}$	$(\rho t)_c \cdot 10^5$ $\text{г} \cdot \text{см}^{-2}$
Be	1900	3,3
SiO	1220	2,7
Cr	195	1,4
Ge	260	1,4
Pd	185	2,2
Pt	155	3,3
U	164	3,0

где N_j — число атомов сорта j в 1 см^3 . Как показывает эксперимент, критические эффективные толщины в случае однократного рассеяния для многих материалов близки (табл. 2.1).

2.2. Дифракция электронов в кристаллах

2.2.1. Рассеяние электронов на атомах

Волновая функция ψ электрона при нерелятивистских скоростях удовлетворяет независимости от времени уравнению Шредингера

$$\frac{\hbar^2}{8\pi^2 m_0 e} \nabla^2 \psi + (E + V) \psi = 0, \quad (2.10)$$

где eE — полная энергия электрона, а $-eV$ — потенциальная энергия.

Если потенциал V и ускоряющее напряжение E постоянны, то решением уравнения (2.10) являются плоские волны типа

$$\psi = C \exp(2\pi i \vec{k} \vec{r}), \quad (2.11)$$

где $\vec{r}$ — радиус-вектор точки волнового фронта; $\vec{k}$ — волновой вектор ($|\vec{k}| = 1/\lambda$); $C = \text{const}$. Функция ψ является пространственной частью полной волновой функции электрона

$$\psi = C \exp(2\pi i \vec{k} \vec{r}) \exp\left(-2\pi i \frac{E_e}{h} t\right). \quad (2.12)$$

Плотность вероятности нахождения электрона в какой-либо точке $|\psi|^2$ не зависит от времени (стационарное состояние). Поэтому для удобства множитель $\exp\left(-2\pi i \frac{E_e}{h} t\right)$ опускается. Подставляя (2.11) в уравнение (2.10), получим

$$k = \frac{1}{\lambda} \left[\frac{2m_0 e}{h^2} (E + V) \right]^{1/2}. \quad (2.13)$$

Зависимость k от V в выражении (2.13) означает, что электронная волна преломляется при переходе от одного потенциала к другому. Такую преломленную волну можно представить как результат суперпозиции падающей плоской волны и рассеянной плоской волны, отличающихся по фазе на $\pi/2$.

Пусть плоская падающая волна ψ_0 с волновым вектором $\vec{k}$ распространяется в направлении x . От каждого элемента объема dt , пересекаемого волной, возникают малые сферические волны. Эти малые сферические волны складываются и формируют фронт рассеянной плоской волны.

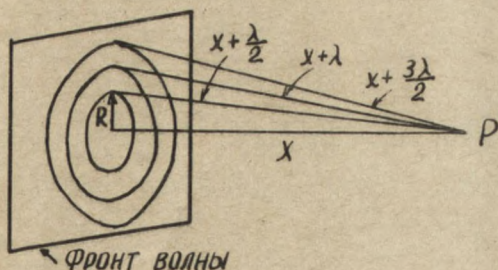


Рис. 2.2. К построению полупериодных зон Френеля

Чтобы найти волновую функцию в точке Р на расстоянии x перед фронтом волны, разделим плоскость волнового фронта на полупериодные зоны Френеля с краями на расстояниях $x + \lambda/2$, $x + \lambda$ и т. д. от Р (рис. 2.2). Вклады от волн, возбуждаемых каждой зоной, можно суммировать с помощью амплитудно-фазовой диаграммы, где каждая со-



Рис. 2.3 Амплитудно-фазовая диаграмма для определения возмущения перед фронтом волны

ставляющая волна представлена вектором, длина которого пропорциональна амплитуде, а угол между ним и направлением падающей волны равен разности фаз. Амплитудно-фазовая диаграмма имеет форму спирали (рис. 2.3). Фаза результирующей рассеянной волны отличается на $\pi/2$ от фазы падающей волны, а ее амплитуда составляет половину амплитуды от первой полупериодной зоны. Амплитуда рассеяния $d\psi_s$ от пластины толщиной dx равна

$$d\psi_s = \frac{i}{\pi} \pi R^2 f \frac{\exp(2\pi i k x)}{x} \psi_0 dx, \quad (2.14)$$

где $f \frac{\exp(2\pi i k x)}{x} \psi_0$ — амплитуда рассеяния на расстоянии x

от элемента единичного объема, а множитель i отражает сдвиг фазы на $\pi/2$. Радиус первой полупериодной зоны Френеля $R = \sqrt{\left(x + \frac{\lambda}{2}\right)^2 - x^2} \simeq \sqrt{\lambda x}$, так как $\lambda \ll x$. Поэтому

$$d\psi_s = i\lambda f \psi_0 \exp(2\pi i k x) dx. \quad (2.15)$$

Полная волновая функция в точке Р, обусловленная суперпозицией всех волн, рассеянных слоем x , составит

$$\psi = \psi_0 \exp(2\pi i k x) + i\lambda f x \psi_0 \exp(2\pi i k x). \quad (2.16)$$

Первый член представляет падающую волну, второй — рассеянную.

Полагаем второй член малым, так что падающая волна не меняет своей амплитуды по мере распространения. В этом случае $\lambda f x \ll 1$ и можно записать

$$1 + i\lambda f x \simeq \exp(i\lambda f x).$$

Тогда для полной волны в точке Р получаем

$$\psi = \psi_0 \exp\left[2\pi i \left(k + \frac{\lambda f}{2\pi}\right) x\right]. \quad (2.17)$$

Изменение волнового вектора на $\Delta k = \frac{\lambda f}{2\pi}$ означает преломление волны. Из (2.13) для $V \ll E$ следует

$$\frac{\Delta k}{k} = \frac{1}{2} \frac{V}{E},$$

т. е. $\Delta k = \frac{k}{2} \frac{V}{E}$. Заменяя $\lambda = \frac{1}{k}$, получим

$$f = \pi k^2 \frac{V}{E} = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} V. \quad (2.18)$$

Величина f характеризует рассеивающую способность вещества и связана с внутренним потенциалом в веществе.

От каждого элемента объема атома $d\tau$ возникают рассеянные сферические волны

$$d\psi_s = \frac{2\pi m_0 e V}{h^2} \frac{\exp(2\pi i k \bar{r})}{r} \psi_0 d\tau. \quad (2.19)$$

На расстоянии $\bar{r}$ от атома амплитуда волны, рассеянной на атоме:

$$\psi_s = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int V(\bar{r}_i) \frac{\exp(2\pi i k |\bar{r} - \bar{r}_i|)}{|\bar{r} - \bar{r}_i|} \exp(2\pi i k \bar{r}_i) d\tau_i, \quad (2.20)$$

где $V(\vec{r}_i)$ — потенциал в точке $\vec{r}_i$ (рис. 2.4, а). Здесь учтено, что ψ_0 — плоская волна единичной амплитуды в точке с фазовым множителем $\exp(2\pi i \vec{k} \vec{r}_i)$. Если $|\vec{r}|$ и $|\vec{r} - \vec{r}_i| \gg |\vec{r}_i|$, то можно заменить $|\vec{r} - \vec{r}_i|$ на $|\vec{r}| \equiv r$ в знаменателе, а в экспоненте $|\vec{r} - \vec{r}_i|$ — на $r - \frac{(\vec{k}' \vec{r}_i)}{k}$,

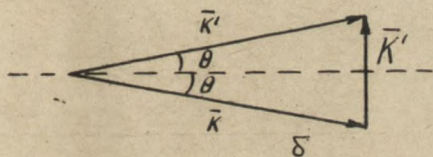
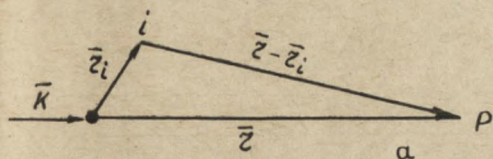


Рис. 2.4. Формирование разности хода лучей, рассеянных в двух произвольных точках (а) и определение векторов $\vec{k}$, $\vec{k}'$ и $\vec{K}'$ (б)

где $\vec{k}'$ — волновой вектор рассеянной волны. Вне атома $|\vec{k}'| = |\vec{k}|$ с хорошим приближением. Тогда

$$\psi_s = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \frac{\exp(2\pi i k r)}{r} \int_{\text{по атому}} V(\vec{r}_i) \exp[2\pi i (\vec{k} - \vec{k}') \vec{r}_i] d\tau_i. \quad (2.21)$$

Это сферическая волна с амплитудой, пропорциональной интегралу в формуле (2.21). Обозначим $\vec{K}' = \vec{k}' - \vec{k}$, где $|\vec{K}'| = 2\sin\Theta/\lambda$; Θ — угол рассеяния (рис. 2.4, б). Интеграл

$$T = \int_{\text{по атому}} V(\vec{r}_i) \exp(-2\pi i \vec{K}' \vec{r}_i) d\tau_i \quad (2.22)$$

представляет фурье-образ потенциала. Следовательно, при $E \gg V(\vec{r}_i)$ и r , значительно превышающим размеры атома, рассеянная волна сферическая с амплитудой, пропорциональной фурье-образу потенциала. Потенциал является фурье-образом плотности заряда $\rho(\vec{r}_i)$:

$$V(\vec{r}_i) = \int_{\text{по атому}} \frac{\rho(\vec{r}_j) d\tau_j}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|}, \quad (2.23)$$

и j — две точки в атоме. Тогда

$$T = \int_{\text{по атому}} \rho(\vec{r}_j) \exp(-2\pi i \vec{K}' \vec{r}_j) d\tau_j \int_{\text{по атому}} \frac{\exp[-2\pi i \vec{K}'(\vec{r}_i - \vec{r}_j)]}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|} d\tau_i. \quad (2.24)$$

Первый интеграл есть $e(Z - f_x)$, где Z — заряд ядра; f_x — фактор атомного рассеяния рентгеновских лучей. Второй интеграл равен $(\pi K'^2)^{-1}$. Если выражение (2.21) запишем в виде

$$\psi_s = f(\Theta) \frac{\exp(2\pi i k r)}{r},$$

то амплитуда атомного рассеяния $f(\Theta)$ будет

$$f(\Theta) = \frac{m_0 e^2}{2h^2} \left(\frac{\lambda}{\sin \Theta} \right)^2 (Z - f_x). \quad (2.25)$$

Первое слагаемое в скобках обусловлено резерфордовским рассеянием электронов на ядрах, второе — рассеянием на электронном облаке. Амплитуда атомного рассеяния быстро уменьшается с увеличением угла рассеяния Θ .

Амплитуда рассеяния для рентгеновских лучей имеет вид

$$f_p(\Theta) = \frac{e^2}{m_0 c^2} f_x,$$

где c — скорость света. При сравнимых значениях $\frac{\lambda}{\sin \Theta} \approx 5 \text{ \AA}$ отношение $f(\Theta)/f_p(\Theta) \simeq 10^4$. Это значит, что электроны рассеиваются на атомах гораздо сильнее, чем рентгеновские лучи.

Следует отметить, что с ростом V использованное приближение становится непригодным для тяжелых атомов и для электронов, глубоко расположенных в атоме. Поэтому имеющиеся в литературе амплитуды атомного рассеяния определены для малых углов рассеяния Θ с большой ошибкой, достигающей 50—100%.

2.2.2. Рассеяние электронов на элементарной ячейке

Пусть в элементарной ячейке атомы расположены в точках $\vec{r}_i$. На больших расстояниях от элементарной ячейки $|\vec{r}| \gg |\vec{r}_i|$ амплитуда рассеяния находится суммированием амплитуд рассеяния от всех атомов ячейки

$$A = \frac{\exp(2\pi i k r)}{r} \sum_i f_i(\Theta) \exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_i), \quad (2.26)$$

где $f_i(\Theta)$ — амплитуда атомного рассеяния для атома i . Экспонента $\exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_i)$ учитывает фазы амплитуд от различных атомов. Обозначим сумму в (2.26) через $F(\Theta)$. Величина $F(\Theta)$ называется структурным фактором элементарной ячейки. Можно записать (2.26) по аналогии с выражением (2.21) для атомного рассеяния

$$A = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \frac{\exp(2\pi i k r)}{r} \int_{\text{по ячейке}} V(\bar{r}_i) \exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_i) d\tau_i, \quad (2.27)$$

т. е. амплитуда A пропорциональна фурье-образу потенциала в элементарной ячейке.

Следовательно, структурный фактор будет иметь вид

$$F(\Theta) = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int_{\text{по ячейке}} V(\bar{r}_i) \exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_i) d\tau_i. \quad (2.28)$$

Для брэгговского отражения с индексами hkl фурье-образ потенциала есть коэффициент Фурье V_{hkl} разложения в ряд периодического потенциала решетки, т. е.

$$F_{hkl} = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} V_{hkl}. \quad (2.29)$$

2.2.3. Рассеяние электронов на совершенном кристалле

Кристалл является совокупностью n элементарных ячеек. Поэтому амплитуда рассеяния кристаллом получается суммированием амплитуд рассеяния от всех ячеек. Опуская множитель $\exp(2\pi i k r)/r$, по аналогии с (2.26) запишем амплитуду рассеянной (дифрагированной) волны

$$\Phi_s = \sum_n F_n \exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_n). \quad (2.30)$$

Здесь F_n — структурный фактор одной ячейки n и $\bar{r}_n = n_1 \bar{a}_1 + n_2 \bar{a}_2 + n_3 \bar{a}_3$, где n_1, n_2, n_3 — целые числа, а $\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3$ — единичные векторы трансляции в кристалле. Вектор $\bar{K}'$ имеет размерность обратной длины, поэтому его можно представить вектором обратного пространства.

Введем обратную решетку кристалла, которая определяется единичными векторами $\bar{b}_1$, $\bar{b}_2$ и $\bar{b}_3$, удовлетворяющими соотношениям

$$(\bar{b}_i, \bar{\alpha}_j) = \begin{cases} 1, & \text{если } i=j, \\ 0, & \text{если } i \neq j. \end{cases} \quad (2.31)$$

Важнейшим свойством обратной решетки является то, что вектор $\bar{g} = h\bar{b}_1 + k\bar{b}_2 + l\bar{b}_3$, проведенный из ее начала координат в узел с координатами h , k , l , нормален к плоскостям решетки кристалла с индексами Миллера hkl . Кроме того, выполняется соотношение

$$|\bar{g}| = \frac{1}{d_{hkl}},$$

где d_{hkl} — межплоскостное расстояние для плоскостей hkl .

В координатах обратной решетки

$$\bar{K}' = \xi\bar{b}_1 + \eta\bar{b}_2 + \zeta\bar{b}_3. \quad (2.32)$$

Используя соотношения (2.31), амплитуду рассеянной волны Φ_g представим в виде

$$\Phi_g = \sum_n F_n \exp[-2\pi i(n_1\xi + n_2\eta + n_3\zeta)]. \quad (2.33)$$

Амплитуда Φ_g будет максимальна, если ξ , η и ζ — целые числа. Обозначим их h , k и l . Тогда получим условия максимума рассеяния (дифракции) в виде

$$\bar{K}'\bar{a}_1 = h, \quad \bar{K}'\bar{a}_2 = k, \quad \bar{K}'\bar{a}_3 = l. \quad (2.34)$$

Эти три условия известны как условия Лауэ. Они означают, что вектор $\bar{K}'$ должен совпадать с вектором обратной решетки, т. е.

$$\bar{K}' = \bar{g}. \quad (2.35)$$

Поскольку $|\bar{g}| = 1/d_{hkl}$ и $|\bar{K}'| = 2\sin\Theta/\lambda$, то из (2.35) следует

$$2d_{hkl}\sin\Theta = \lambda, \quad (2.36)$$

т. е. выполняется закон Брэгга для отражения от плоскостей hkl . Так как $\bar{K}' = \bar{k}' - \bar{k}$ и $\bar{K}' = \bar{g}$, то можно провести геометрическое построение для определения условий отражения. Для этого из начала координат обратной решетки (узел 0) проведем вектор падающей волны — $\bar{K}$, а из его конца O' опишем сферу отражения (сферу Эвальда) радиусом $1/\lambda$.

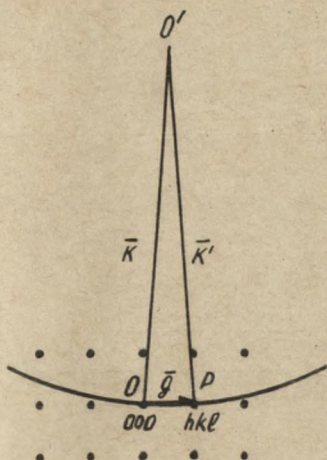


Рис. 2.5. Построение сферы Эвальда в случае дифракции электронов в кристалле

(рис. 2.5). Каждая точка на сфере является концом вектора $\vec{k}'$ рассеянной волны. Условие максимума дифракции будет удовлетворяться, если вектор $\vec{OP} = \vec{k}' - \vec{k} = \vec{K}'$ совпадает с вектором обратной решетки, т. е. сфера отражения пересекает какой-либо узел обратной решетки.

При дифракции электронов с энергией 100 кэВ радиус сферы отражения равен около $27 \text{ \AA}^{-1}$, что значительно больше периода обратной решетки кристалла, поэтому сферу отражения можно приближенно аппроксимировать плоскостью в окрестности точки О.

Таким образом, в отражающее положение попадут те плоскости кристалла, узлы обратной решетки которых принадлежат одной плоскости обратной решетки, проходящей через ее начало координат. Однако не все узлы обратной решетки связаны с брэгговским отражением при пересечении их сферой Эвальда. Для некоторых узлов структурный фактор F_{hkl} равен нулю. В координатах обратной решетки можно записать

$$F_{hkl} = \sum_i f_i(\theta) \exp[-2\pi i(hu_i + kv_i + lw_i)], \quad (2.37)$$

где u_i , v_i и w_i — координаты i -го атома в элементарной ячейке, являющиеся в общем случае дробными числами.

Например, в элементарной ячейке гранецентрированной кубической решетки координаты 4 атомов записываются в виде 000, $1/2 \ 1/2 \ 0$, $0 \ 1/2 \ 1/2$ и $1/2 \ 0 \ 1/2$. Так как решетка

является центросимметричной, то синусоидальные члены при разложении экспонент в выражении (2.37) сокращаются и

$$F_{hkl} = i(\Theta) [1 + \cos \pi(h+k) + \cos \pi(k+l) + \cos \pi(l+k)].$$

Из этого выражения видно, что $F_{hkl} \neq 0$ только в случаях когда h , k и l одновременно четные либо нечетные. В остальных случаях $F_{hkl} = 0$. Для «разрешенных» отражений $F_{hkl} = 4f(\Theta)$. Под $f(\Theta)$ здесь следует понимать амплитуду рассеяния атомом или группой атомов, образующих каждый узел решетки.

Для монокристалла $f(\Theta)$ есть просто амплитуда атомного рассеяния. В кристаллах, состоящих из атомов разных сортов, $f(\Theta)$ более сложно влияет на амплитуду отражений. Положение же последних зависит только от геометрии решетки.

2.2.4. Влияние размеров кристалла

Если условие (2.35) максимума дифракции выполняется не точно, то отражение происходит вследствие того, что узлы обратной решетки не являются математическими точками, а занимают определенную область в обратном пространстве. Если сфера отражения проходит на расстоянии $\bar{s}$ от центра узла обратной решетки ($\bar{s}$ — вектор, проведенный из центра узла обратной решетки до сферы), то можно записать

$$\bar{K}' = \bar{g} + \bar{s}. \quad (2.38)$$

Тогда амплитуда дифрагированной волны

$$\Phi_g = \sum_n F_g \exp(-2\pi i \bar{s} \bar{g}_n), \quad (2.39)$$

так как $\bar{g}_n$ — целое число; F_g — структурный фактор для отражения $\bar{g}$. Для кристалла произвольной формы сумму в (2.39) заменяем интегралом по объему кристалла, предполагая, что $\bar{s}$ — невелико, поэтому фазовый угол от ячейки к ячейке меняется мало. Среднее значение амплитуды дифрагированной волны

$$\Phi_g = \frac{F_g}{V_c} \int_{\text{по кристаллу}} \exp(-2\pi i \bar{s} \bar{r}) d\tau. \quad (2.40)$$

где V_c — объем элементарной ячейки. Для прямоугольного параллелепипеда с ребрами N_1 , N_2 и N_3 вдоль направлений x , y и z

$$\Phi_g = \frac{F_g}{V_c} \int_0^{N_1} \int_0^{N_2} \int_0^{N_3} \exp[-2\pi i(s_1x + s_2y + s_3z)] dx dy dz, \quad (2.41)$$

где s_1 , s_2 , s_3 — компоненты $\vec{s}$ по направлениям x , y и z . Проведя интегрирование, получим

$$|\Phi_g| = \frac{F_g}{V_c} \frac{\sin \pi N_1 s_1}{\pi s_1} \cdot \frac{\sin N_2 s_2 \pi}{\pi s_2} \cdot \frac{\sin \pi N_3 s_3}{\pi s_3}. \quad (2.42)$$

Величина $|\Phi_g|$ характеризует распределение амплитуд в обратном пространстве. Величина $I_g = |\Phi_g|^2$ дает распределение интенсивности и носит название интерференционной функции.

Если предположить, что кристалл имеет размер N_1 малым, а N_2 и N_3 большие и s_2 и s_3 равны нулю, то распределение интенсивности I_g в обратном пространстве в зависимости от s_1 будет иметь вид, как на рис. 2.6.

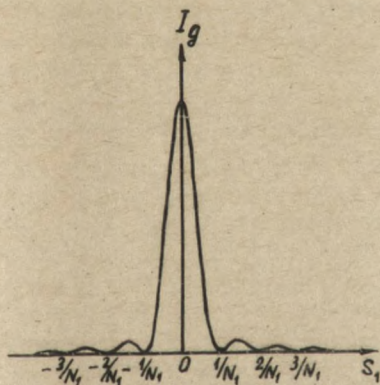


Рис. 2.6. Распределение интенсивности вдоль s_1

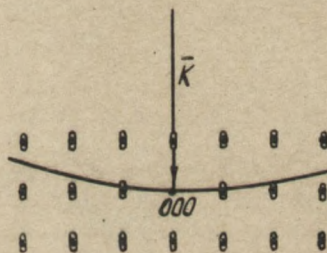


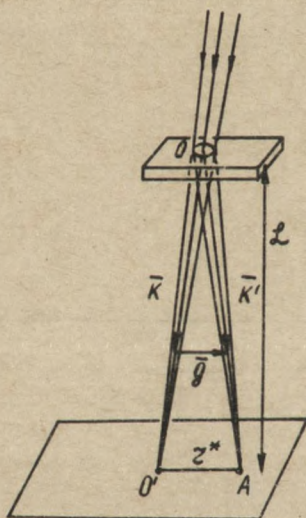
Рис. 2.7. Схема узлов обратной решетки для тонкого кристалла

Полуширина главного максимума интенсивности равна $1/N_1$. Распределение интенсивности одинаково возле каждого узла обратной решетки, так как оно не зависит от hkl .

Таким образом, можно считать, что форма и размеры узла обратной решетки определяются формой и размерами кристалла. Для кристалла игольчатой формы распределение интенсивности имеет форму диска. Для кристалла, имеющего форму пластины с малой толщиной,—форму шипа, нормального к плоскости пластины. Так как в электронной микроскопии обычно имеют дело с тонкими кристаллами, расположенными перпендикулярно электронному лучу, то узлы обратной решетки всегда вытянуты вдоль этого направления (рис. 2.7). Такая форма узлов облегчает пересечение их сферой отражения, что дает возможность наблюдать достаточно большое число отражений, принадлежащих одной из плоскостей обратной решетки.

2.2.5. Геометрия и расчет электронограмм. Электронограммы от монокристалла

Так как сфера Эвальда для быстрых электронов в окрестности нулевого узла обратной решетки дает ее плоское сечение, то, следовательно, дифракционная картина (электронограмма) есть изображение плоскости обратной решетки. Пусть на тонкий кристалл падает пучок электронов (рис. 2.8)



с волновым вектором $\vec{k}$. Если выполняется условие максимума дифракции $\vec{k}' - \vec{k} = \vec{g}_{hkl}$, то на выходе кроме первичного луча появится сильный дифрагированный луч с волновым вектором $\vec{k}'$. На расстоянии L от кристалла на экране или фотопластинке останется след первичного луча (O') и на расстоянии z^* от него—след дифрагированного луча (A). Треугольнику $OO'A$ можно сопоставить подобный ему треугольник в обратном пространстве со сторонами $\vec{k}$, $\vec{k}'$ и $\vec{g}$. Из подобия этих треугольников следует

$$L/|\vec{k}| = z^*/|\vec{g}_{hkl}|.$$

Рис. 2.8. Схема получения картины дифракции электронов в электронографе

Но так как $|\bar{k}| = 1/\lambda$ и $|\bar{g}_{hkl}| = 1/d_{hkl}$, где d_{hkl} — межплоскостное расстояние, то

$$L\lambda = r^* d_{hkl}. \quad (2.43)$$

Соотношение (2.43) является основным для расчета электронограмм. Оно позволяет по известным L , λ и r^* определить d_{hkl} :

$$d_{hkl} = \frac{L\lambda}{r^*}.$$

Другими словами, электронограмма от монокристалла является изображением плоскости обратной решетки в масштабе $L\lambda$. Масштабный множитель $L\lambda$ носит название постоянной электронографа.

Случай дифракции, изображенный на рис. 2.8, когда после образца нет никаких линз и электроны свободно распространяются от образца до экрана (или фотопластинки), реализуется в электронографе или электронном микроскопе, работающем в режиме электронографа, т. е. когда все линзы системы изображения выключены. Постоянная прибора может быть определена путем измерения λ и L . Определение λ может быть проведено по формуле (1.4). Для этого необходимо с достаточной точностью измерить ускоряющее напряжение.

Однако обычно прибегают к определению постоянной прибора путем съемки электронограмм с эталонного вещества с точно известными межплоскостными расстояниями. При этом должны быть приняты меры к сохранению постоянства L и λ при последовательной съемке электронограмм различных веществ. Этот метод совершенно необходим при получении электронограмм в электронном микроскопе при работе в режиме микродифракции.

2.2.6. Получение электронограмм.

Существует два способа получения электронограмм в электронном микроскопе. При работе электронного микроскопа в режиме электронографа включены только конденсорные линзы. Линзы, формирующие изображение объекта, выключаются. Необходимое освещение объекта осуществляется путем установки такого тока во второй конденсорной линзе, при котором первичный луч фокусируется на экране в кружок наименьшего диаметра. При этом дифракционная картина будет выглядеть наиболее отчетливо. Для свободного

прохождения дифрагированных лучей от объекта до экрана с пути лучей надо убрать все диафрагмы (апертурную, селекторную), а также вывести полюсный наконечник проекционной линзы, имеющий малый диаметр канала. Объект может быть помещен либо в объектодержатель объектива либо в специальный объектодержатель, помещаемый между объективом и промежуточной линзой на место селекторной диафрагмы, либо в камеру, находящуюся ниже проекционной линзы. В последнем случае разрешение дифракции будет лучшим, так как на дифракционную картину не будут действовать остаточные магнитные поля линз изображающей системы. Длина L дифракционной камеры будет, конечно, разная, в зависимости от места помещения объекта.

Следует отметить, что при работе в режиме электронографа будет облучаться электронами большая площадь образца, поэтому наблюдаемая дифракционная картина обладает значительной степенью интегральности. Для уменьшения нагрузки на образец при облучении его широким пучком электронов можно вводить диафрагмы во второй конденсор, а также понижать интенсивность облучения, включая первый конденсор либо снижая ток луча с помощью уменьшения накала катода.

2.2.7. Метод микродифракции

Метод микродифракции нашел в электронной микроскопии широкое применение, поскольку он позволяет получать дифракционную картину от участков диаметром 1 мкм и меньше.

В режиме микродифракции электронограмма получается на экране микроскопа с помощью всех линз изображающей системы. Первичная дифракционная картина (рис. 2.9) формируется в задней фокальной плоскости объектива, т. е. в плоскости апертурной диафрагмы. Однако размеры этой картины очень малы из-за небольшой величины фокусного расстояния объектива. С помощью промежуточной и проекционной линз эта картина переносится на экран в увеличенном виде. Различие работы оптической системы при наблюдении увеличенного изображения объекта и картины дифракции состоит в неодинаковом режиме работы промежуточной линзы. В случае получения увеличенного изображения плоскость объекта промежуточной линзы располагается в плоскости первичного изображения, даваемого объективом. При получении дифракционной картины плоскость объекта про-

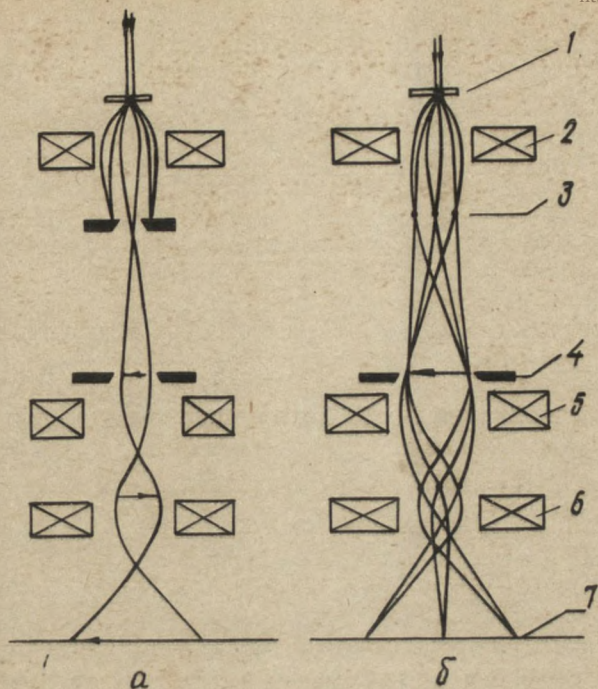


Рис. 2.9. Ход лучей в трехлинзовой изображающей системе электронного микроскопа:

а — при получении увеличенного изображения; б — в режиме микродифракции. 1 — объект; 2 — объективная линза; 3 — плоскость первичной дифракционной картины; 4 — плоскость первичного изображения; 5 — промежуточная линза; 6 — проекционная линза; 7 — экран

межуточной линзы должна быть совмещена с задней фокальной плоскостью объектива, что достигается путем уменьшения тока промежуточной линзы и, следовательно, увеличения ее фокусного расстояния. Важную роль при этом играет селекторная диафрагма, вводимая в плоскость первичного увеличенного изображения. Эта диафрагма выделяет на объекте участок, дифракционная картина от которого формируется электронами, рассеянными этим участком. Так как селекторная диафрагма расположена в плоскости первичного увеличенного изображения, то размер участка на объекте, с которого получается дифракционная картина, равен

$$d = \frac{D}{M_{06}},$$

где M_{06} — увеличение объектива; D — диаметр селекторной диафрагмы. При $M_{06} = 200$ для получения дифракционной картины от участка диаметром 1 мкм достаточно иметь диафрагму с $D = 0,2$ мм. При наблюдении картины дифракции апертурная диафрагма объектива должна быть убрана, так как она перекрывает все рассеянные лучи.

Микродифракционная электронограмма содержит важные сведения о наблюдаемом локальном участке объекта: его ориентации относительно падающего луча и дифракционных условиях, действующих при данной ориентации. Эта информация позволяет дать более полную трактовку электронно-микроскопического изображения объекта.

2.2.8. Индексирование электронограмм от монокристалла

Проиндексировать электронограмму — значит определить индексы узлов обратной решетки, или, что то же самое, определить индексы плоскостей кристаллической решетки, дающих отражения. Определение индексов отражений (рефлексов) проводится на основе формулы (2.43), позволяющей установить при известной постоянной прибора $L\lambda$ и измеренном $g^* = |\underline{g}|$ межплоскостное расстояние $d_{hkl} = 1/|g_{hkl}|$. Однако во многих случаях для индексирования точного знания d_{hkl} не требуется. Достаточно знать отношение $d_{h_1k_1l_1}/d_{h_2k_2l_2} = |g_2|/|g_1|$. Например, для кубических решеток это отношение сводится к следующему выражению:

$$\frac{d_{h_1k_1l_1}}{d_{h_2k_2l_2}} = \frac{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}, \quad (2.44)$$

которое не зависит от параметра решетки. Измерение расстояний g^* до рефлексов от следа первичного луча (узла 000) дает нам длины векторов $\underline{g}$, а направления от узла (000) до рефлексов соответствуют направлениям этих векторов в обратном пространстве. Так как векторы $\underline{g}$ направлены по нормальям к соответствующим плоскостям, то углы между этими векторами должны быть равны углам между плоскостями. Это дает возможность дополнительной проверки индексирования по величине угла. Например, для кубиче-

ских решеток угол между плоскостями $(h_1k_1l_1)$ и $(h_2k_2l_2)$ находится по формуле

$$\cos\varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}. \quad (2.45)$$

Для полного индирования электронограммы достаточно правильно определить индексы двух ближайших рефлексов на ней. Индексы остальных рефлексов определяются по законам сложения векторов. Например, на рис. 2.10.

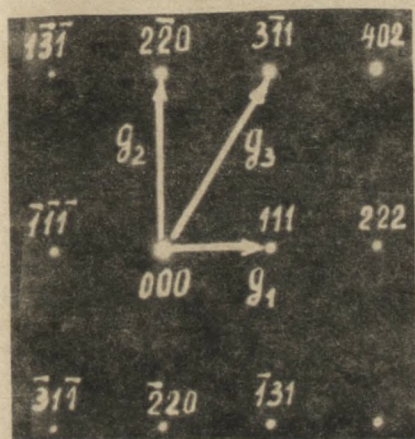


Рис. 2.10. Точечная электронограмма от монокристалла

$$\vec{g}_3 = \vec{g}_1 + \vec{g}_2,$$

т. е. $h_3 = h_1 + h_2$, $k_3 = k_1 + k_2$, $l_3 = l_1 + l_2$. Другими словами, на электронограмме необходимо выбрать координатные оси, определить индексы ближайших отражений на этих осях, что дает возможность в данной координатной системе найти индексы (координаты) любого вектора $\vec{g}$. Для правильного определения индексов векторов $\vec{g}_1$ и $\vec{g}_2$ необходимо не только найти величины h , k и l , удовлетворяющие (2.43), но и правильно расставить знаки при индексах, что проверя-

ется по формуле (2.45). Следует заметить, что выбор индексов первого отражения с точностью до знаков у индексов произволен. Например, для ГЦК решетки отражение от плоскости типа $\{111\}$ можно проиндировать четырьмя различными способами (111 , $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$, $1\bar{1}\bar{1}$, $\bar{1}1\bar{1}$), а от плоскости типа $\{110\}$ уже шестью различными способами (не считая случая изменения знака одновременно у всех индексов, что соответствует выбору вектора $-\vec{g}$). При выборе индексов вектора $\vec{g}_2$ этот произвол уменьшается. Индирование остальных векторов однозначно определяется $\vec{g}_1$ и $\vec{g}_2$.

Индирование электронограммы позволяет определить и направление в кристалле, совпадающее с направлением па-

дающего луча, т. е. полностью определить ориентировку кристалла по отношению к падающему лучу. Это направление может быть определено из векторного уравнения

$$\vec{n} = [\vec{g}_1 \times \vec{g}_2], \quad (2.46)$$

где $\vec{n}$ — вектор, перпендикулярный плоскости обратной решетки, определяемой векторами $\vec{g}_2$ и $\vec{g}_1$. Уравнение (2.46) дает возможность определить индексы вектора $\vec{n}_{uvw}$:

$$\begin{aligned} u &= k_1 l_2 - k_2 l_1, \\ v &= h_2 l_1 - h_1 l_2, \\ w &= h_1 k_2 - h_2 k_1. \end{aligned} \quad (2.47)$$

Таким образом, индцирование электронограммы от монокристалла позволяет полностью определить его пространственную ориентацию по одной электронограмме.

Однако при получении электронограмм методом микродифракции изображение кристалла и электронограмма оказываются повернутыми относительно друг друга на некоторый угол Θ . Этот поворот обусловлен вращением изображения магнитным полем промежуточной линзы, режим работы которой различается в этих двух случаях. Кроме того, необходимо иметь в виду, что по отношению к объекту изображение повернуто на 180° . Следовательно, общий поворот дифракционной картины по отношению к объекту составляет $180^\circ - \Theta$. Хотя во многих случаях 180° -градусный поворот можно не учитывать (если заранее ориентация объекта не обусловлена), поворот на угол Θ необходимо определить. Поскольку Θ зависит от тока промежуточной линзы (I_{np}), т. е. от увеличения на изображении, то необходимо построить зависимость $\Theta(I_{np})$.

Существует ряд методов определения зависимости $\Theta(I_{np})$. Один из них заключается в том, что получают электронограммы с кристаллов, имеющих точно известную кристаллографическую огранку, и сравнивают направление этой огранки с соответствующим кристаллографическим направлением на электронограмме. Часто в качестве такого кристалла используется трехокись молибдена MoO_3 , которую легко получить, осаждая на пленку-подложку дым (пары) от накаливаемой на воздухе Mo проволоки.

2.2.9. Построение обратной решетки кристалла по электронограммам

В случае, если структура исследуемого кристалла неизвестна, то возникает задача по его электронограммам построить обратную решетку. Для построения обратной решетки необходимо иметь три различных плоских сечения обратной решетки, не содержащих одновременно одного направления, т. е. эти сечения не должны принадлежать одной зоне. При этом должны быть точно определены углы между этими тремя сечениями. Использование данных сечений как координатных плоскостей позволяет восстановить всю пространственную решетку. Такая задача может быть полностью решена в микроскопе или электронографе, имеющем держатель образца, позволяющий наклонять его в различных направлениях на достаточно большие углы. Однако немногие микроскопы имеют держатели, удовлетворяющие этим требованиям.

Следует отметить, что пространственная структура кристалла не может быть однозначно определена по его обратной решетке. Во-первых, это связано с тем, что обратная решетка имеет более высокую симметрию: она всегда имеет центр симметрии—начало ее координат. Это не позволяет отличить по электронограммам центросимметричные кристаллы от нецентросимметричных (например, кристаллы GaAs от Si или Ge). А во-вторых, мы можем оценить только интенсивность отражений, а не амплитуды их. Для последних еще важна и фаза. Однако фазовые соотношения между амплитудами на электронограмме не выявляются.

Помимо указанных причин есть и другие, которые могут осложнить расшифровку структуры кристалла по его электронограммам, например появление запрещенных отражений вследствие двойной (вторичной) дифракции. В структуре алмаза отражение 002 является запрещенным. Однако, если рассматривать фольгу с ориентацией оси $[110]$, вдоль направления луча, возникающий отраженный луч $[111]$ может вторично дифрагировать, как первичный. При отражении от плоскостей (111) возникает отражение, положение которого описывается вектором $\vec{g}_3 = [\bar{1}\bar{1}1] + [\bar{1}11] = [002]$, т. е. появляется запрещенное отражение. Это особенно существенно для кристаллов с гексагональной структурой и более сложными структурами.

2.2.10. Электронограммы от поликристалла

В случае, если имеем дело с поликристаллической пленкой, состоящей из мелких, беспорядочно ориентированных кристаллов, можно построить обратное пространство для поликристалла. Оно будет представлять последовательность вложенных друг в друга сфер с центром в узле 000 обратной решетки. Беспорядочная ориентация зерен означает беспорядочное вращение обратной решетки монокристалла относительно ее начала координат. Соответственно каждый узел будет двигаться по поверхности сферы. Сечение обратного пространства плоскостью, проходящей через начало координат, даст последовательность окружностей с центром в узле 000 (рис. 2.11). Она и будет электронограммой от поликристалла. Если размеры кристаллов, составляющих поликристалл, больше $100 \div 200$ А, то при получении электронограмм методом микродифракции, когда объем дифрагирующего вещества невелик, каждое кольцо будет распадаться на от-

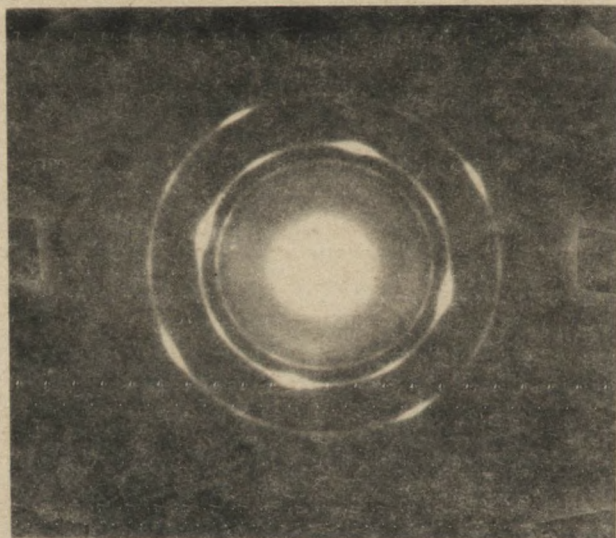


Рис. 2.11. Электронограмма поликристаллического AlN, осажденного на скол каменной соли. Видны текстурные максимумы, соответствующие прямой текстуре с осью [100]

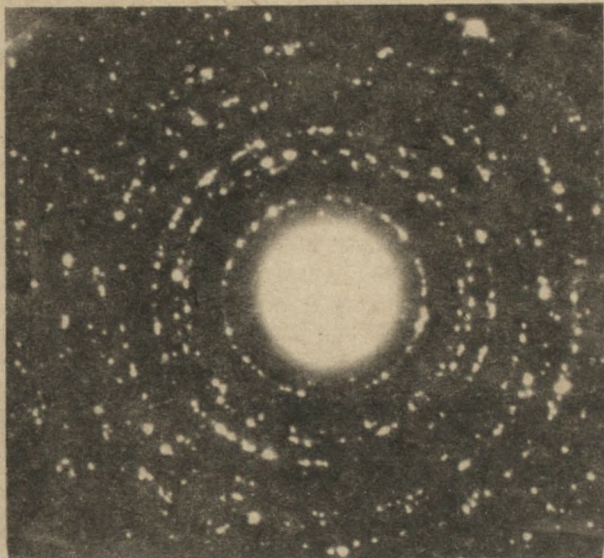


Рис. 2.12. Электронограмма пленки α — Al_2O_3

дельные рефлексы (рис. 2.12). Расчет электронограмм, как и в случае монокристалла, проводится по формуле (2.43), которую можно записать в виде

$$d_{hkl} = \frac{2\lambda L}{D},$$

поскольку более удобно измерять не радиус каждого кольца, а диаметр D . Электронограмма от беспорядочно ориентированных кристалликов дает более полный набор межплоскостных расстояний, чем электронограмма от монокристалла. Нетрудно видеть, что кольцевая электронограмма является аналогом порошковой дебаеграммы в рентгеноструктурном анализе.

Если кристаллы расположены в образце не беспорядочно, то это означает наличие текстуры. Рассмотрим, например, случай аксиальной текстуры, когда кристаллиты ориентированы так, что у них есть общее преимущественное направление одной из кристаллографических осей. В этом случае обратное пространство поликристалла можно получить путем вращения обратной решетки монокристалла

вокруг оси, совпадающей с этим направлением. Каждый узел обратной решетки за исключением узлов, лежащих на оси вращения (рис. 2.13), будет описывать окружность.

Если направление падающего луча совпадает с осью текстуры, на электронограмме возникнут кольца, принадлежащие только одной зоне плоскостей, соответствующих сечению

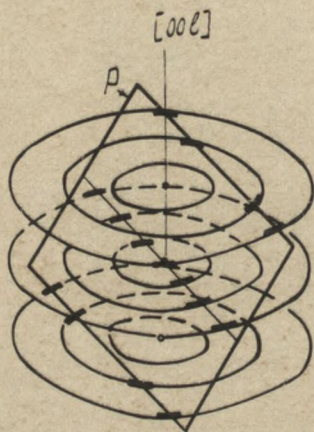


Рис. 2.13. Обратное пространство поликристалла с осью текстуры $[001]$. P — плоскость, наклонная к оси текстуры

обратного пространства, проходящего через узел 000 . Кольца, соответствующие отражениям от плоскостей не этой зоны, будут отсутствовать. В этом случае набор межплоскостных расстояний получается неполным, что затрудняет анализ структуры вещества.

Однако, наклонив ось текстуры на некоторый угол относительно падающего луча, можно получить сечение обратного пространства, на котором будут присутствовать отражения от всех возможных плоскостей. Сплошных колец при этом не получается—каждое кольцо будет представлено отрезками дуг (см. рис. 2.13). Электронограмма такого типа называется электронограммой от косой текстуры. Получить ее можно в электронографе или электронном микроскопе, которые оборудованы объектодержателями, позволяющими наклонять объект на достаточно большой угол.

При электронной дифракции, так же как и при рентгеновской, существует зависимость ширины кольца от размеров кристаллитов, что связано с обратной зависимостью размеров узлов обратной решетки от размеров кристалла. Однако

эта зависимость существенна лишь для очень малых кристаллитов. Поэтому может оказаться, что при исследовании вещества рентгеновским методом его кристалличности не обнаруживается, тогда как при электронографии она хорошо выявляется. Сочетание микродифракции с методом «темного поля» в электронном микроскопе позволяет определять размеры кристаллитов. Для этого в режиме микродифракции в апертурную диафрагму объектива пропускают электроны, участвующие в формировании какого-либо дифракционного кольца, а затем переходят в режим изображения.

К недостаткам метода электронографии можно отнести меньшую точность определения межплоскостных расстояний, чем при рентгеновском анализе, что связано с меньшим разрешением дифракционной картины из-за малости длины волны электронов и, вследствие этого, малости углов дифракции.

2.2.11. Дифракция Кикучи

На электронограммах достаточно толстых кристаллов помимо точечных рефлексов можно наблюдать характерные линии, называемые линиями Кикучи. Механизм образования линий Кикучи связан с брэгговской дифракцией первоначально неупруго рассеянных электронов (рис. 2.14). Пусть электроны падающего пучка рассеиваются неупруго в пределах некоторого телесного угла. Встречая плоскости АС под брэгговским углом Θ , они испытывают дифракцию. Траектории этих электронов образуют два симметричных конуса с углом $2(90^\circ - \Theta)$ при вершине. Пересечение этих конических поверхностей с экраном или фотопластинкой на расстоянии L от кристалла дает две гиперболы, однако при малых Θ и больших L эти гиперболы вырождаются в две линии с расстоянием между ними $R = 2\sin\Theta \cdot L = 2\Theta L$. Обе эти линии параллельны следу отражающей плоскости АС. Если же плоскость расположена наклонно (рис. 2.15, АВ), то количество электронов, рассеянных в каждый из конусов, окажется разным. В направлении $\vec{k}_1$, т. е. под большим углом к падающему пучку, будет наблюдаться увеличение интенсивности над уровнем «фона», а в направлении $\vec{k}_2$, в области малых углов, будет ощущаться недостаток электронов. Это связано с тем, что электронов, неупруго рассеянных на большие углы, всегда меньше, чем на малые, а именно последние дают отражение в $\vec{k}_1$. В результате на экране теперь возник-

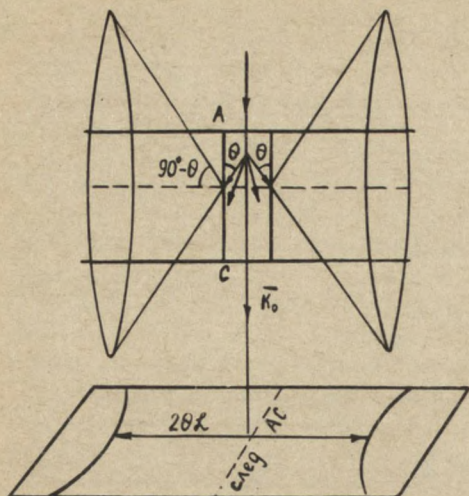


Рис. 2.14. Схема формирования линий Кикучи при симметричном рассеянии плоскостью AC

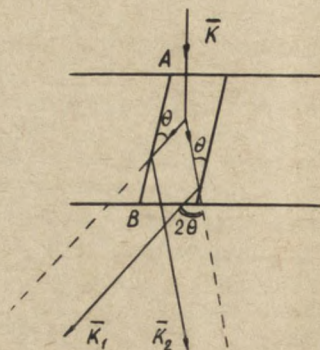


Рис. 2.15. Схема формирования линий Кикучи при наклонном расположении плоскости AB

нут две параллельные линии—одна с избытком интенсивности над уровнем фона в области больших углов, другая—с недостатком в области меньших углов. Как и в симметричном случае, расстояние между линиями равно $R=2\theta L$. Используя условие Брэгга

$$2d\sin\theta=n\lambda \quad \text{или} \quad 2\theta d=n\lambda,$$

можно определить, от каких плоскостей образовалась пара линий Кикучи по межплоскостному расстоянию

$$d_{hkl}=\frac{n\lambda L}{R}, \quad (2.48)$$

где n — порядок отражения. След отражающей плоскости лежит посредине между линиями Кикучи (см. рис. 2.14). Хотя рассеяние неупругое, т. е. связано с потерей энергии электронами, эти потери невелики. Поэтому в выражении (2.48) пренебрегаем изменением длины волны λ . Заметим, что линии Кикучи всегда перпендикулярны вектору $\vec{g}_{hkl}$, так как параллельны следу плоскости $\{hkl\}$. При точной ориентации плоскости под брэгговским углом θ по отношению к падающему лучу линия с недостатком интенсивности проходит точ-

но через узел 000, а линия с избытком — точно через узел hkl . При наклоне кристалла обе линии смещаются, так как они оказываются жестко связанными со следом отражающей плоскости. Это позволяет по линиям Кикучи находить точные условия дифракции, а также более точно, чем по точечной картине дифракции, определять ориентацию кристалла по отношению к падающему лучу. Для четкой регистрации линий Кикучи необходимо, чтобы кристалл имел достаточную толщину и был свободен от внутренних дальнедействующих напряжений, наличие которых размывает линии Кикучи и затрудняет наблюдение последних.

2.2.12. Методики исключения 180° -ной неопределенности в ориентировке кристалла

Дополнительная информация об ориентировке кристалла может быть получена в том случае, если на электронограмме присутствуют рефлексы одновременно от двух или более кристаллографических зон. Такая дифракционная картина возникает вследствие кривизны сферы отражения. Рефлексы другой зоны связаны с узлами обратной решетки, расположенными над плоскостью ее основного сечения.

Пусть имеем два сильных отражения $\bar{g}_1$ и $\bar{g}_2$, направленных в разные стороны от падающего пучка и соответствующих различным кристаллографическим зонам с осями $\bar{z}_1$ и $\bar{z}_2$, взятыми практически по направлению электронного пучка (рис. 2.16).

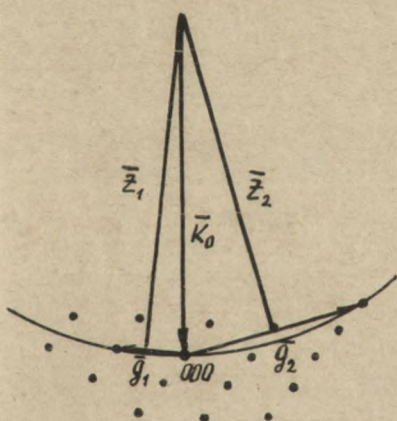


Рис. 2.16. Схема дифракционных условий при отражениях, отвечающих двум кристаллографическим зонам

В этом случае, если кристаллографическим направлениям в фольге приписан правильный знак, т. е. если правильно ориентирован тетраэдр Томпсона относительно электронно-микроскопического изображения, углы между $\bar{g}_1$ и $\bar{z}_2$ и между $\bar{g}_2$ и $\bar{z}_1$ окажутся больше 90° . Таким образом, скалярные произведения

g_1z_2 и g_2z_1 окажутся отрицательными.

$$\bar{g}_1\bar{z}_2 < 0 \quad \text{и} \quad \bar{g}_2\bar{z}_1 < 0.$$

Если же кристаллографические направления взяты с противоположными знаками, то произведения $\bar{g}_1\bar{z}_2$ и $\bar{g}_2\bar{z}_1$ окажутся положительными, что будет свидетельствовать о неправильном выборе знаков.

Пример использования такой методики приведен на рис. 2.17, на котором электронограмма содержит одновременно рефлексy двух кристаллографических зон с осями

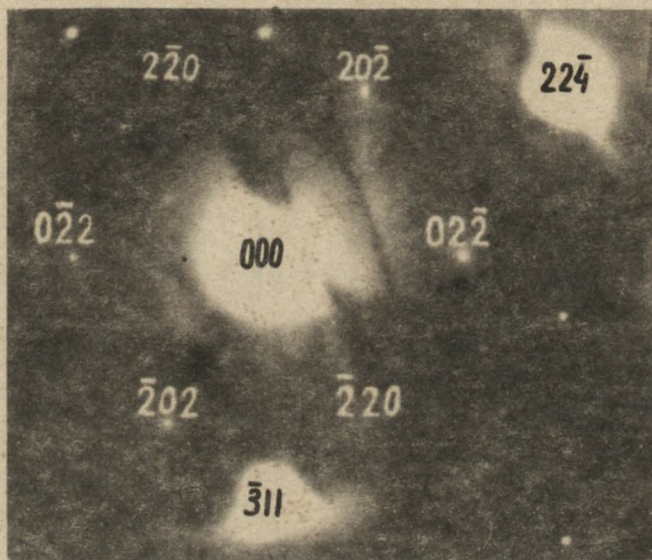


Рис. 2.17. Картина электронной дифракции при наличии отражений, отвечающих двум кристаллографическим зонам: $[111]$ и $[112]$

$\bar{z}_1 = [111]$ и $\bar{z}_2 = [112]$. Дифракционные векторы $\bar{g}_1 = [224]$ и $\bar{g}_2 = [311]$ отвечают сильным отражениям и принадлежат соответственно зонам с осями $\bar{z}_1$ и $\bar{z}_2$. При выбранном для них индексировании выполняются соотношения $\bar{g}_1\bar{z}_2 < 0$ и $\bar{g}_2\bar{z}_1 < 0$, что согласно вышеизложенному указывает на правильность выбора знака ориентировки тетраэдра Томпсона, а следовательно, и кристалла относительно электронограммы.

Другая возможность однозначного определения ориентировки состоит в том, чтобы, наклоняя образец в микроскопе, перейти от одной известной ориентировки кристалла к другой. Определяя взаимное расположение на электронограмме соответствующих осей зон, с помощью стереографической проекции или тетраэдра Томпсона можно однозначно найти ориентировку фольги. Например, на рис. 2.18 представлена составная дифракционная картина для кремния, полученная при наклоне кристалла в микроскопе из положения с ориентировкой $[111]$ вдоль пучка электронов на угол $\pm 20^\circ$ вокруг оси $[\bar{1}10]$. При наклоне в направлении, указанном стрелкой, наблюдается полюс $[112]$. Взаимное расположение полюсов $[111]$ и $[112]$ позволяет однозначно судить об ориентировке фольги. Можно воспользоваться также и линиями Кикучи, присутствующими на картинах микродифракций.

Существует методика, основанная на анализе расположения линий Кикучи, которые формируются при отражении электронов от плоскостей, отвечающих зонам Лауэ ненулевого порядка. На рис. 2.19 приведена центральная область

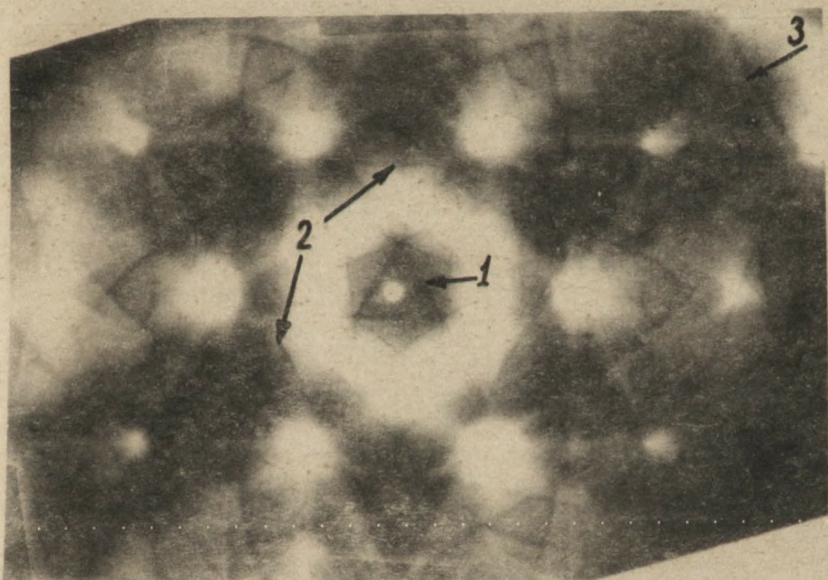


Рис. 2.19. Область электронограммы вблизи полюса $\langle 111 \rangle$ для кристалла германия

электронограммы, полученной от кристалла германия при прохождении пучка электронов вдоль кристаллографического направления $[111]$, являющегося осью симметрии третьего порядка. Как видно из рис. 2.19, точечная дифракционная картина имеет ось симметрии шестого порядка, в то время как картина линий Кикучи—ось третьего порядка. Можно использовать Кикучи-линии для однозначного нахождения ориентировки образца. Образованные линиями Кикучи равносторонние треугольники в непосредственной близости от полюса $[111]$ (эти треугольники обозначены на рис. 2.19 цифрами) соответствуют симметрии третьего порядка.

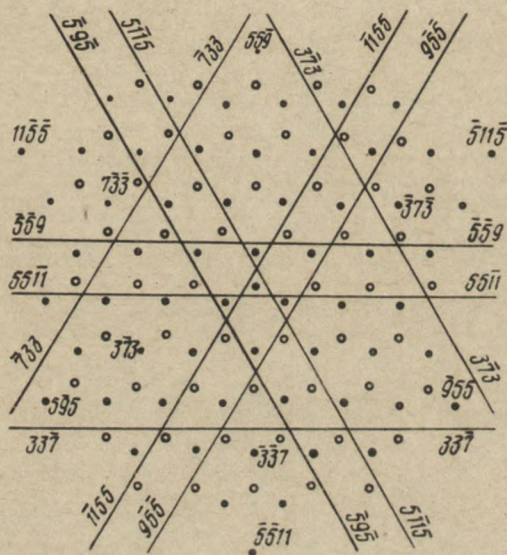


Рис. 2.20. Схема взаимного расположения рефлексов нулевой и первой Лауэ-зон и Кикучи-линий, составляющих треугольники 1—3 на рис. 2.19 вокруг полюса $[111]$

Анализ показал, что линии Кикучи, образующие эти треугольники, соответствуют узлам Лауэ-зон ненулевого порядка. Рис. 2.20 демонстрирует взаимное расположение дифракционных пятен и рассчитанных линий Кикучи, которые отвечают треугольникам 1, 2, 3. Как для германия, так и для кремния треугольники 1, 2, 3 образованы линиями Кикучи, связанными с дифракционными пятнами первой Лауэ-зоны. В случае кремния, у которого параметр решетки немного меньше, чем у германия ($a_{Si}=5,43 \text{ \AA}$, $a_{Ge}=5,66 \text{ \AA}$), картина линий Кикучи ненулевой Лауэ-зоны должна быть

несколько сжата в сравнении с аналогичной картиной для германия. При этом центральный треугольник 1 в случае кремния превращается почти в точку.

Из рис. 2.19 и 2.20 следует, что треугольники 1, 2, 3 состоят из линий Кикучи $\langle 5511 \rangle$, $\langle 559 \rangle$ и $\langle 337 \rangle$ соответственно. Анализ расположения линий Кикучи, образующих эти треугольники, показывает, что ориентация треугольников 1, 3 совпадает с ориентацией треугольника-основания тетраэдра Томпсона при расположении тетраэдра вершиной вниз. Если же тетраэдр ориентирован основанием в соответствии с треугольником 2, то его вершина должна быть направлена вверх. Отсюда могут быть определены однозначно индексы рефлексов электронограммы и кристаллографических направлений в исследуемом образце.

Глава 3

ОСНОВЫ ТЕОРИИ ДИФРАКЦИОННОГО КОНТРАСТА

Согласно теории Аббе изображение, получаемое в микроскопе, есть результат дифракции волн на объекте. В отличие от некристаллических объектов, в кристаллах имеет место брэгговская дифракция, связанная с межплоскостными расстояниями, т. е. расстояниями, сравнимыми или меньшими, чем разрешение микроскопа. Интенсивность дифракции существенно зависит от смещений атомов, вызванных наличием дефектов, упругих деформаций и других искажений. В соответствии с изменением интенсивности дифрагированных лучей будет изменяться и интенсивность прошедшего пучка. Для того, чтобы рассчитать контраст на изображении кристалла, необходимо установить распределение интенсивности электронов на его нижней поверхности, которое с помощью линз и образует изображение кристалла в электронном микроскопе.

Дифракционный контраст на изображении в этом случае наблюдается при введении в заднюю фокальную плоскость объектива апертурной диафрагмы, которая пропускает либо прямой пучок (светлопольное изображение), либо дифрагированный (темнопольное изображение).

3.1. Кинематическая теория контраста для бездефектного кристалла

Представим, что кристалл разбит на колонки, параллельные направлению дифрагированного луча. Подсчитаем амплитуду дифрагированной волны для одной колонки, сделав следующие предположения.

1. Дифракция электронов происходит в каждой колонке независимо, что следует из малости углов дифракции. Так как дифрагированный и падающий пучки образуют

малые углы с нормалью к поверхности фольги, то колонку можно взять перпендикулярно поверхности фольги.

2. Имеется лишь один дифрагированный пучок, т. е. сфера Эвальда проходит достаточно близко к центру лишь одного узла обратной решетки. В этом случае в кристалле распространяются и выходят две волны: прошедшая с волновым вектором $\vec{k}$ и дифрагированная с волновым вектором $\vec{k}'$ (двухлучевое приближение).

Разобьем кристалл на ряд слоев, параллельных поверхности (рис. 3.1). Амплитуду дифрагированной волны в точке

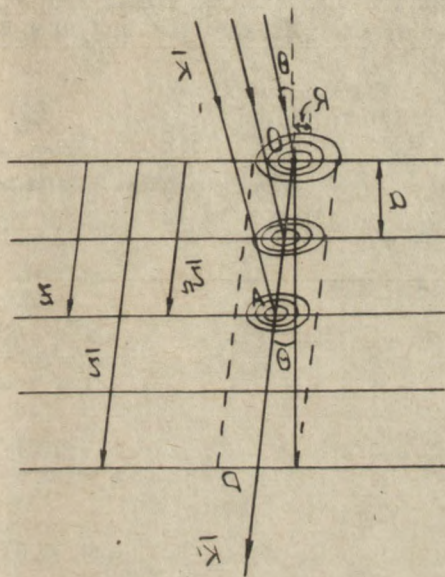


Рис. 3.1. Схема дифракции электронов. Колонковое приближение

Р на нижней поверхности кристалла можно рассчитать с помощью построения для каждой слоевой плоскости зон Френеля вокруг точки пересечения дифрагированного луча с плоскостью. Наибольший вклад в амплитуду волны от каждой плоскости приходится на первые зоны Френеля (около десяти), т. е. от области радиусом около $3R$ (R — радиус первой зоны). Так как $R = \sqrt{\lambda x}$, то при толщине кристалла $1000 \text{ \AA}$ $R \approx 6 \text{ \AA}$. Это дает диаметр областей, от которых суммируются амплитуды волн вдоль направления дифрагированного луча, около $20 \text{ \AA}$.

Поэтому амплитуду лучей

в точке Р можно получить путем суммирования амплитуд от элементов узкой колонки, параллельной дифрагированному лучу. В этом заключается сущность колонкового приближения.

Амплитуду от элемента атомной плоскости, расположенного на расстоянии g_n от поверхности, можно записать в виде

$$\frac{i\lambda F_g}{\cos\Theta} \exp(-2\pi i \bar{K}' \bar{r}_n) \exp(2\pi i \bar{k}' \bar{r}), \quad (3.1)$$

где n — число элементарных ячеек на единицу площади поверхности кристалла; $\bar{r} = \overline{OP}$; Θ — угол дифракции. Экспонента $\exp(2\pi i \bar{k}' \bar{r})$ является для всех элементов постоянной, поэтому ее в дальнейшем не пишем. Далее полагаем, что $\bar{K}' = \bar{g} + \bar{s}$, т. е. имеется некоторое отклонение от точного отражающего положения. Если выбрать ось z вдоль колонки, то вектор $\bar{s}$ практически параллелен оси z , поэтому заменим его скалярной величиной $s = s_z \simeq |\bar{s}|$. Тогда амплитуду дифрагированной волны от слоя dz колонки получим в виде

$$d\Phi_g = \frac{i\lambda F_g}{a \cos\Theta} \exp(-2\pi i s z) dz, \quad (3.2)$$

где a — расстояние между атомными плоскостями, параллельными поверхности. Учитывая, что $\frac{n}{a} = \frac{1}{V_c}$, где V_c — объем элементарной ячейки, получим

$$d\Phi_g = \frac{i\lambda F_g}{V_c \cos\Theta} \exp(-2\pi i s z) dz. \quad (3.3)$$

Обозначим

$$\frac{\pi V_c \cos\Theta}{\lambda F_g} = t_g. \quad (3.4)$$

Тогда

$$d\Phi_g = \frac{i\pi}{t_g} \exp(-2\pi i s z) dz. \quad (3.5)$$

Если t — толщина кристалла, то полная амплитуда дифрагированной волны в точке P

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{t_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz = \frac{i\pi}{t_g} \frac{\sin \pi t s}{\pi s} \exp(-i\pi s t), \quad (3.6)$$

Интенсивность дифрагированных лучей равна

$$I_g = \Phi \Phi^* \sim \frac{\sin^2 \pi t s}{(\pi s)^2}. \quad (3.7)$$

Таким образом, интенсивность (как и амплитуда) дифрагированного луча оказывается периодической функцией параметров t и s .

Рассмотрим случай, когда s — фиксировано, а t — переменная. Тогда период функции (3.7) оказывается равным $\Delta t = 1/s$. При $t=0, 1/s, 2/s, 3/s$ и т. д. $I_g=0$, а при $t=1/2s, 3/2s, 5/2s, \dots$, I_g максимальна.

Интенсивность прошедшего через кристалл электронного луча будет найдена как

$$I_0 = I - I_g,$$

поэтому на светопольном изображении кристалла возникнут полосы-потемнения на тех толщинах, которые удовлетворяют условию максимума I_g . Интенсивность распределена по синусоидальному закону (3.7).

На рис. 3.2 схематично показаны зависимости $I_g(t)$, $I_0(t)$ и картины, которые должны наблюдаться на изображениях клиновидного кристалла. Очевидно, что картины, наблюдаемые на темнопольных изображениях, будут иметь обратные распределения интенсивности, т. е. изображения будут взаимно дополнительными.

Предсказываемые теорией полосы на изображении клиновидного кристалла действительно наблюдаются в электронном микроскопе и носят название толщинных экстинкционных контуров. Можно по аналогии со световой оптикой считать, что эти контуры отвечают линиям равной толщины. Так как периодичность расположения контуров зависит от s , то при изменении наклона кристалла по отношению к падающему лучу контуры будут перемещаться и занимать другие положения. При уменьшении s расстояние между контурами будет возрастать, а при увеличении s — уменьшаться. Если $s=0$, то период $\Delta t \rightarrow \infty$. Однако следует помнить, что при $s=0$ кинематическая теория дает физически неверные результаты (вблизи точного отражающего положения). Как будет видно из дальнейшего, динамическая теория, как и эксперимент, дает при $s=0$ определенную конечную величину периода t_g .

Рассмотрим теперь ситуацию, когда толщина t фиксирована, а меняется s . Это случай изогнутого однородного по толщине кристалла. Как следует из (3.7), период изменения I_0 и I_g по s равен $1/t$. Но при увеличении s максимумы I и I_g , соответствующие $s=1/2t, 3/2t, 5/2t$ и т. д., уменьшаются. Это означает, что интенсивность дифрагированных

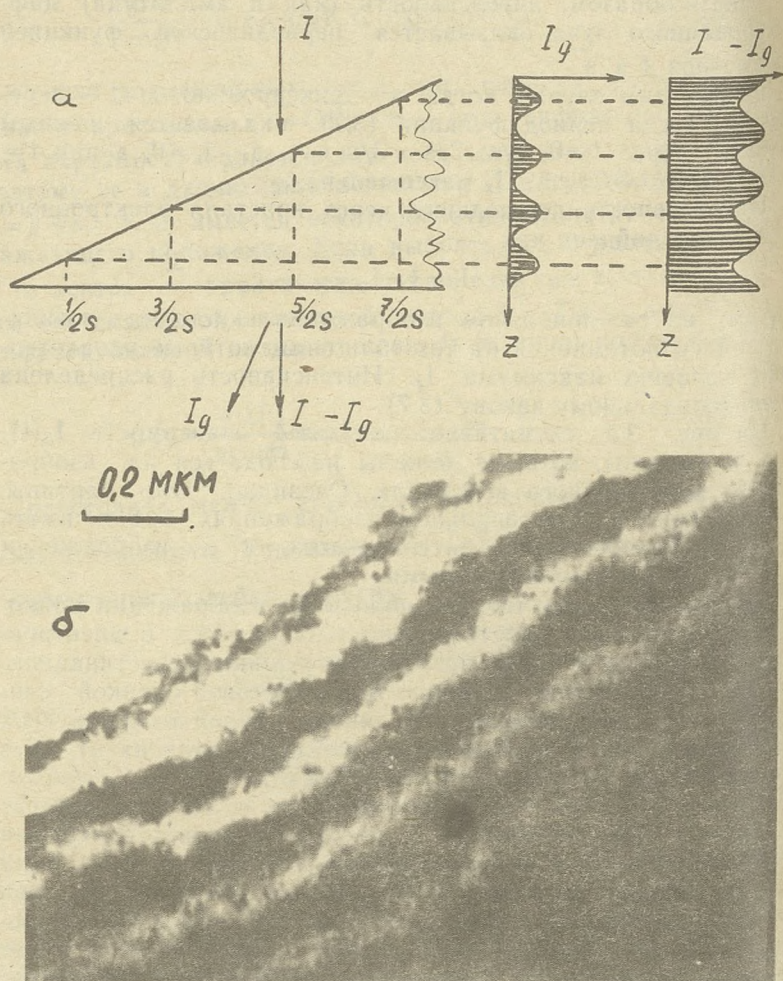


Рис. 3.2. Схема формирования толщинных экстинкционных контуров клиновидного кристалла (а) и изображение края фольги в электронном микроскопе (б)

лучей в изогнутом кристалле при увеличении s будет убывать. Пусть кристалл равномерно изогнут относительно оси, лежащей перпендикулярно падающему лучу (рис. 3.3). Знак

s по обе стороны от $s=0$ будет разным, так как направление вектора s меняется в зависимости от того, пересекает сфера Эвальда окрестность узла hkl выше или ниже его центра. За положительное направление s принимается направление, совпадающее с направлением падающего луча (рис. 3.4). На светлопольном изображении изогнутого кри-

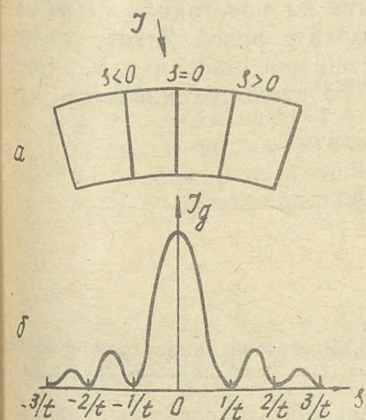


Рис. 3.3. Схематическое изображение изогнутого кристалла (а) и распределение интенсивности дифрагированных электронов (б)

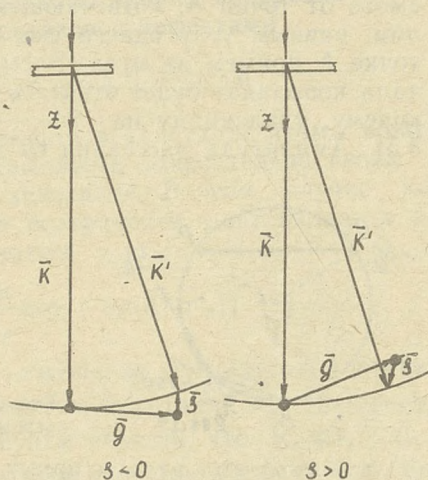


Рис. 3.4. Определение вектора s : а— $s < 0$; б— $s > 0$;

сталла вблизи $s=0$ возникнут темные полосы, соответствующие максимумам I_g . Эти полосы называются изгибными экстинкционными контурами и отвечают линиям равного наклона (одинаковая величина s). При увеличении s интенсивность полос снижается. Заметим, что помимо изменения величины и знака s при изгибе (или наклоне) кристалла может измениться и знак вектора $\bar{g}$, т. е. отражение hkl заменяется на $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$. Поэтому надо иметь в виду, что при наблюдении широких изгибных контуров в толстых кристаллах знак вектора $\bar{g}$ по обе стороны от контура будет различен, что легко можно установить по микродифракционной картинке.

3.2. Амплитудно-фазовая диаграмма для бездефектного кристалла

Выражение (3.6) можно получить методом построения амплитудно-фазовой диаграммы, применяемой в световой оптике при анализе дифракции. Метод заключается в том, что амплитуда рассеяния от каждого элемента столбика кристалла (см. рис. 3.1) представляется в виде вектора, откладываемого от точки А, отвечающей середине столбика, под углом, равным углу сдвига фаз между элементами. Фазу в точке А примем за нуль. Элементу на расстоянии dz от начала координат будет отвечать волна с фазой $2\pi s dz$; следовательно, удаленному на $2dz$, — с фазой $4\pi s dz$ и т. д. (рис. 3.5). Амплитуда рассеяния от всего столбика найдется как

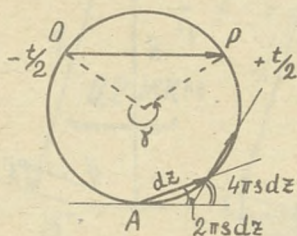


Рис. 3.5. Построение амплитудно-фазовой диаграммы для совершенного кристалла

векторная сумма элементарных векторов рассеяния. Так как dz мало, то каждый элементарный вектор можно представить как элемент окружности, которая и будет представлять амплитудно-фазовую диаграмму. Если точки О и Р соответствуют нижней и верхней поверхности кристалла, то суммарный вектор рассеяния представляется вектором $\overline{OP}$. Длина его найдется как длина хорды окружности, опирающейся на угол $\gamma = 2\pi(st + n)$, представляющий полный сдвиг фаз от верхней до нижней поверхности кристалла (n — число полных оборотов по окружности). Величина

$$|\overline{OP}| = 2R \sin \gamma / 2,$$

где R — радиус окружности. Последний находится как

$$R = \frac{dz}{d\varphi} = \frac{1}{2\pi s}.$$

Отсюда

$$|\overline{OP}| = \frac{\sin \pi s t}{\pi s}, \quad (3.8)$$

т. е. получаем для амплитуды выражение, аналогичное (3.6).

Амплитудно-фазовая диаграмма для бездефектного кристалла, следовательно, представляет собой окружность радиусом $1/2\lambda_s$. Количество витков n , которые по этой окружности можно совершить, зависит от толщины кристалла t . Это и определяет число толщинных экстинкционных контуров на изображении.

3.3. Кинематическая теория контраста для кристаллов с дефектами

3.3.1. Общий случай

В случае наличия дефекта в кристалле атомы вблизи дефекта оказываются смещенными относительно своих положений в бездефектном кристалле. В этом случае каждая плоскость, параллельная поверхности, дает вклад в амплитуду дифрагированной волны

$$\frac{i\pi}{t_s} \exp(-2\pi i \bar{K}' \cdot \bar{r}'_n), \quad (3.9)$$

где $\bar{r}'_n = \bar{r}_n + \bar{R}_n$, а $\bar{R}_n$ — смещение элементарной ячейки из ее положения в бездефектном кристалле $\bar{r}_n$. Полагаем $\bar{K}' = \bar{g} + \bar{s}$. В дальнейшем будем считать, что $\bar{R}_n \ll \bar{r}_n$ и $\bar{s} \ll \bar{g}$. Тогда член $\bar{s} \bar{R}_n$ имеет второй порядок малости и в колонковом приближении полная амплитуда дифрагированной волны

$$\Phi_s = \frac{i\pi}{t_s} \int_0^t \exp(-2\pi i \bar{g} \bar{R}) \exp(-2\pi i s z) dz, \quad (3.10)$$

где $\bar{R}$ — смещение элементарной ячейки на глубине z . Наличие дефекта приводит к появлению дополнительного фазового множителя $\exp(-i\alpha)$, где $\alpha = 2\pi \bar{g} \bar{R}$.

3.3.2. Контраст на изображении дефектов упаковки

Рассмотрим случай, когда дефект создает постоянное смещение для всех ячеек в колонке, т. е. $\bar{R}_n = \bar{R} = \text{const}$. Примером такого дефекта является дефект упаковки в ГЦК кристалле. Пусть плоскость дефекта АВ (рис. 3.6) рассекает кристалл на две части I и II. Предположим, что верхняя

$$-2\sin\frac{\alpha}{2}\sin\left(\pi st + \frac{\alpha}{2}\right)\cos 2\pi sz\Big], \quad (3.11)$$

где $z = \frac{t}{2} - t_1$ отвечает расстоянию от центра фольги до дефекта. Распределение интенсивности $\Phi_s\Phi_s^*$ на нижней поверхности кристалла имеет форму периодических полос с периодом по глубине, равным s^{-1} . Полосы параллельны линии пересечения дефекта с плоскостью фольги. С увеличением s полосы должны располагаться теснее, а их интенсивность убывать пропорционально s^{-2} . Полосы располагаются симметрично относительно середины фольги как на темнопольном, так и на светлопольном изображении.

Более наглядно можно представить контраст от дефекта упаковки с помощью амплитудно-фазовой диаграммы (рис. 3.7). Начало координат $z=0$ выберем в точке 0 посередине колонки. Левая ветвь диаграммы относится к верхней части

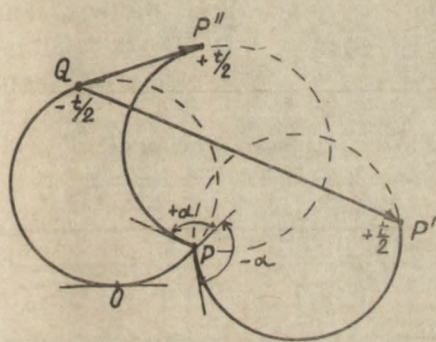


Рис. 3.7. Построение амплитудно-фазовой диаграммы для кристалла с дефектом упаковки

колонки ($z < 0$), правая — к нижней ($z > 0$). Для области выше точки пересечения с дефектом Р диаграмма совпадает с диаграммой для бездефектного кристалла, т. е. представляет собой окружность радиусом $(2\pi s)^{-1}$. Ниже точки Р фаза скачком меняется на α . В зависимости от знака α суммарная амплитуда дифрагированной волны изображается векторами $\overline{QP'}$ либо $\overline{QP''}$. Распределение амплитуд на нижней поверхности кристалла можно получить путем перемещения столбика от точки А до В перпендикулярно линии пересечения дефекта с поверхностью фольги. При этом точка Р на амплитудно-фазовой диаграмме будет перемещаться

по окружности, что приведет к периодическому изменению амплитуд $\overline{QP'}$ и $\overline{QP''}$.

В ГЦК решетке дефект упаковки может быть образован путем смещения части II на вектор Бюргерса частичной дислокации Шокли типа $1/6 \langle 112 \rangle$ либо частичной дислокации Франка типа $1/3 \langle 111 \rangle$. Пусть, например, дефект образуется на плоскости (111) в фольге с ориентацией нормали к поверхности $[110]$. В плоскости (111) существуют три вектора сдвига: $\overline{R}_1 = \pm 1/6 [11\overline{2}]$, $\overline{R}_2 = \pm 1/6 [1\overline{2}1]$ и $\overline{R}_3 = \pm 1/6 [2\overline{1}\overline{1}]$, с помощью которых можно образовать дефект упаковки. Для возможных векторов $\overline{R}_i$ при этой ориентации фольги получаются значения

$$\alpha = \pm \frac{2\pi}{3} (h+k+l) = \frac{2\pi}{3} n, \quad (3.12)$$

где n — целое число. Здесь учтено, что угол $2\pi/3$ эквивалентен $4\pi/3$. При $\alpha = 2\pi m$ (m — целое число) контраст отсутствует, так как фазовый множитель $\exp(2\pi i m) = 1$. Для векторов $\overline{R}_i$ такая ситуация возникает при возбуждении, например, отражений 220 и $11\overline{3}$ (табл. 3.1). Хотя все три вектора $\overline{R}_i$ различны, фактически они эквивалентны векто-

Таблица 3.1

Значения фазового сдвига α для дефектов упаковки на плоскости (111) с различными векторами смещения $\overline{R}$. Поверхность фольги (110)

Вектор смещения, $\overline{R}$	Действующее отражение, $\overline{g}$					
	$\overline{111}$	$\overline{111}$	002	$2\overline{2}0$	$\overline{113}$	$\overline{113}$
$1/6 [11\overline{2}]$	$-2\pi/3$	$-2\pi/3$	$-4\pi/3$	0	-2π	-2π
$1/6 [1\overline{2}1]$	$4\pi/3$	$-2\pi/3$	$2\pi/3$	2π	2π	0
$1/6 [2\overline{1}\overline{1}]$	$2\pi/3$	$4\pi/3$	$-2\pi/3$	2π	0	-2π
$1/3 [111]$	$2\pi/3$	$2\pi/3$	$4\pi/3$	0	2π	2π

ру сдвига $\pm 1/3 [11\overline{1}]$ частичной дислокации Франка. Это следует из того, что получить вектор $\pm 1/3 [111]$ можно путем добавления к $\overline{R}_i$ вектора трансляции решетки. Например,

$$\frac{1}{6} [11\overline{2}] + \frac{1}{2} [\overline{1}\overline{1}0] = -\frac{1}{3} [111].$$

Добавление вектора трансляции не меняет величины фазового угла α . Вектор $\bar{R} = \pm 1/3 [111]$ направлен по нормали к плоскости (111), поэтому смещение нижней половины кристалла относительно верхней можно осуществить путем добавления или удаления одного слоя атомов в плоскости (111). Это соответствует появлению дефекта упаковки типа внедрения или вычитания. Отличие между этими дефектами проявляется в разных знаках α . В результате сдвига на векторы $\pm \bar{R}_i$ также образуются те же самые дефекты. Следовательно, возникает задача различения по электронно-микроскопическому изображению дефектов упаковки внедрения и вычитания. Методика решения этой задачи основана на динамической теории контраста и будет рассмотрена ниже.

Полосчатый контраст, возникающий на изображении дефекта упаковки, часто называют контрастом типа полос смещения.

Важной информацией, позволяющей уточнить определение вектора смещения $\bar{R}$, является определение плоскости, в которой лежит дефект упаковки. При наклонном расположении плоскости дефекта в фольге можно воспользоваться методом анализа следов, т. е. определения плоскости по направлению линии ее пересечения $\bar{m}$ с поверхностью фольги с помощью микродифракции. Используя векторное уравнение

$$\bar{m} = [\bar{n} \times \bar{p}], \quad (3.13)$$

где $\bar{n}$ и $\bar{p}$ — векторы нормалей к плоскости фольги и к плоскости дефекта соответственно, можно выбрать из плоскостей данного типа определенную одну. Например, в ГЦК решетке дефект упаковки может лежать в одной из четырех плоскостей типа $\{111\}$. При проекции на плоскость фольги (112) одна из этих плоскостей ($11\bar{1}$) перпендикулярна плоскости фольги, а три — (111), ($\bar{1}11$) и ($1\bar{1}1$) наклонны к ней. Следовательно, полосчатый контраст дефекта упаковки, описанный выше, может наблюдаться только на этих плоскостях. Однако, как следует из уравнения (3.13), эти плоскости имеют в данном случае разные направления линий пересечения с плоскостью фольги, что позволяет выбрать из них одну.

Контраст типа полос смещения может возникать и на других типах дефектов, например на границах антифазных доменов (АФГ) в упорядоченных сплавах и на очень тонких

выделениях вторичных фаз в стареющих сплавах. В этих случаях, в отличие от дефектов упаковки, вектор смещения $\bar{R}$ может не лежать в плоскости дефекта. В частности, для тонких выделений этот вектор перпендикулярен плоскости выделения. Соответственно величина сдвига фаз $\alpha = 2\pi g\bar{R}$ может иметь также всевозможные значения. Например для АФГ во многих упорядоченных сплавах $\alpha = \pi n$ (n — нечетные). Однако во всех случаях полосы смещения на изображении дефекта параллельны линии пересечения дефекта с поверхностью фольги (рис. 3.8).



Рис. 3.8. Контраст типа полос смещения на пластинчатых выделениях второй фазы в состаренном сплаве $\text{Cu} - 6 \text{ ат. \% Ge} - 2,15 \text{ ат. \% Ti}$

3.3.3. Контраст на изображении винтовой дислокации

Вектор смещения $\bar{R}$ вблизи дислокации зависит от расстояния до дислокации. Рассмотрим контраст изображения винтовой дислокации, для которой смещения можно характеризовать одной компонентой. Пусть дислокация АВ располо-

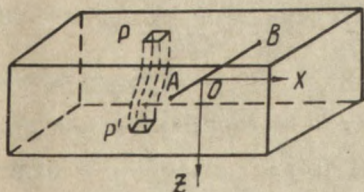


Рис. 3.9. Схема использования колонкового приближения для кристалла с дислокацией АВ

жена в кристаллической пластине параллельно поверхности на глубине z_0 (рис. 3.9). Выберем ось x перпендикулярно линии дислокации, ось z — перпендикулярно пластине, ось y — вдоль линии дислокации, начало координат (0) — на линии дислокации. Тогда смещение $\bar{R}$ любого элемента столбика не зависит от y и имеет вид

$$\bar{R} = \frac{\bar{b}}{2\pi} \operatorname{arctg} \frac{z - z_0}{x}. \quad (3.14)$$

Если выбрать какой-либо столбик кристалла, находящийся на расстоянии x от линии дислокации, то смещение каждого элемента в столбике описывается выражением (3.14), и амплитуда рассеяния от каждого элемента

$$dA \sim e^{-2\pi i s z} \cdot e^{-i \bar{g} \bar{b} \operatorname{arctg} \left(\frac{z - z_0}{x} \right)} dz. \quad (3.15)$$

Так как $\bar{b}$ — вектор Бюргерса является вектором трансляции, то $\bar{g}\bar{b} = n$ — целое число, т. е.

$$dA \sim e^{-2\pi i s z} \cdot e^{-i n \operatorname{arctg} \left(\frac{z - z_0}{x} \right)} dz. \quad (3.16)$$

Для всего столбика амплитуда рассеяния

$$A_{cm} \sim \int_{-i/2}^{+i/2} e^{-2\pi i \left(s z + \frac{n}{2\pi} \operatorname{arctg} \frac{z - z_0}{x} \right)} dz. \quad (3.17)$$

Полученный интеграл вычисляется численными методами. Ограничимся анализом амплитудно-фазовой диаграммы и чисто качественными рассуждениями.

Как видно из (3.17), к фазе рассеяния для бездефектного кристалла добавляется (или вычитается) фазовый угол $n \operatorname{arctg} \frac{z - z_0}{x}$. Для данных $\bar{g}$ и $\bar{b}$ переменной величиной яв-

ляется $\arctg \frac{z-z_0}{x}$. Пределы изменения этой величины при $0 \leq z \leq \infty$ при фиксированном x $0 \leq \arctg \frac{z-z_0}{x} \leq \pi/2$. Кроме того, если начинать от середины столбика и двигаться вниз ($z > 0$) или вверх ($z < 0$), то знак $\arctg \frac{z-z_0}{x}$ будет различным, т. е. добавочный фазовый угол будет в одном случае прибавляться, а в другом случае — вычитаться от фазы бездефектного кристалла. При увеличении $\frac{z-z_0}{x}$ эта фазовая добавка стремится к постоянной величине $\pi/2$, и амплитудно-фазовая диаграмма должна образовать окружность радиуса $1/2\lambda s$. Пусть $s > 0$ и $n > 0$ (например, $n=2$), то для столбика, находящегося при $x > 0$, получится диаграмма, подобная рис. 3.10, а

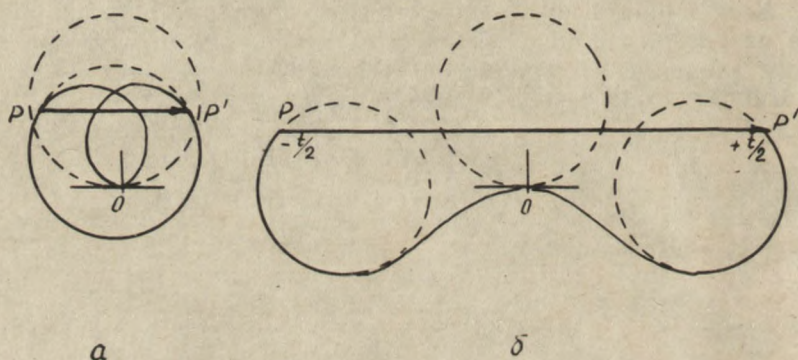


Рис. 3.10. Амплитудно-фазовая диаграмма для столбика слева (а) и справа (б) от винтовой дислокации при $n=2$ (см. рис. 3.9)

Симметричный вид диаграммы относительно $z=0$ получается вследствие смены знака фазовой добавки при изменении знака z .

При смене знака s или x (т. е. для колонки по другую сторону от дислокации) вид диаграммы получится иной, так как фазовая добавка теперь меняет знак относительно фазы для совершенного кристалла (рис. 3.10, б). Результирующая амплитуда рассеяния PP' оказывается существенно разной по обе стороны дислокации: в случае б она больше, чем в

случае а, при всех толщинах кристалла. Распределение интенсивности в зависимости от расстояния до дислокации имеет вид кривой с максимумом, смещенным в сторону от проекции линии дислокации (рис. 3.11). Вид кривых может из-

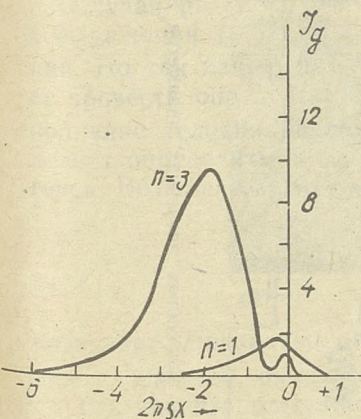


Рис. 3.11. Распределение интенсивности дифрагированной волны для дислокации для $n=1$ и $n=3$. $2\pi s x = 0$ отвечает проекции дислокации

меняться при изменении n , но всегда максимум интенсивности смещен в сторону от проекции дислокации. При увеличении n смещение увеличивается. Увеличение интенсивности рассеянных электронов приводит к уменьшению интенсивности проходящих электронов, поэтому светопольное изображение дислокационной линии должно быть темным, а темнопольное—светлым относительно фона. Оценка ширины изображения дает величину порядка 10 нм. Ширина изображения зависит от величины отклонения от точного отражающего положения s : она уменьшается при возрастании s . Этим пользуются при исследовании сложных дислокационных структур для улучшения разрешения отдельных элементов структуры. При больших s интенсивность волны становится весьма слабой, поэтому данная методика получила название слаболучевого метода наблюдения. Отметим, что слаболучевой метод наиболее близко соответствует кинематической теории дислокационного контраста.

Характер изменения на темнопольном изображении дислокации с ростом величины s при переходе к наблюдению в слабом пучке иллюстрируется рис. 3.12. Приведенное на фотографии изображение получено в рефлексе (200) в условиях, когда сфера Эвальда точно пересекает узлы, отвечающие

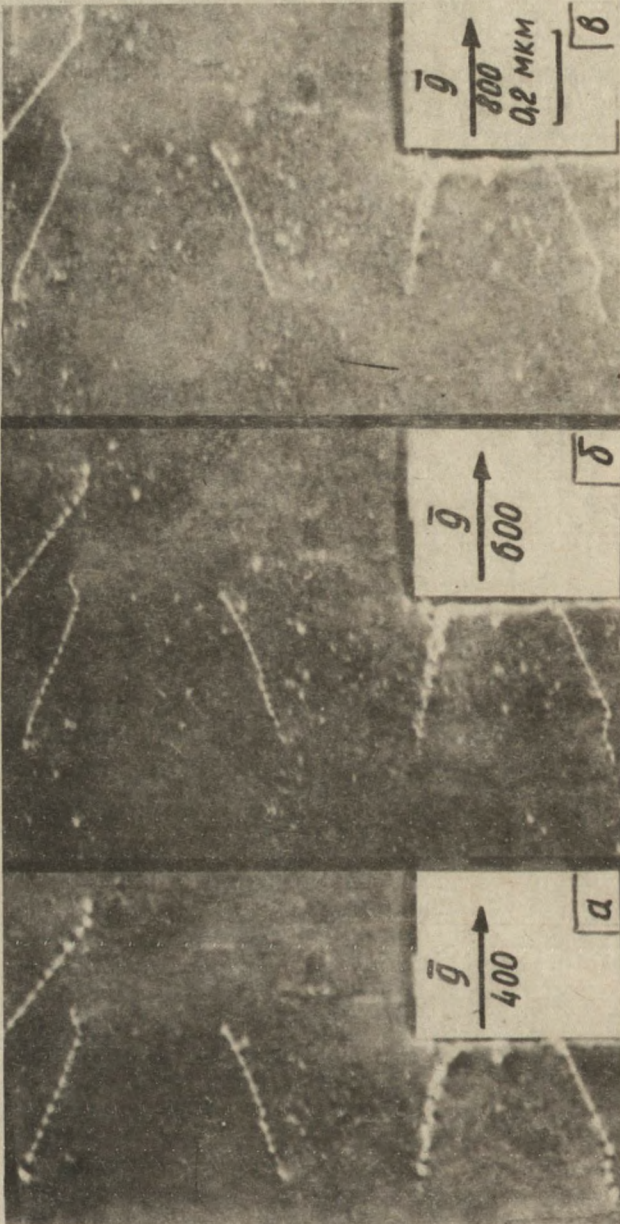


Рис. 3.12 Изображение дислокаций в темном поле при различных значениях параметра $\bar{g}$ MgO

$\bar{g} = [400]$ (а), $[600]$ (б) и $[800]$ (в) соответственно. Это определяет значения s для $\bar{g} = [200]$. Как видно, изображение дислокации становится уже, следовательно, разрешающая способность дифракционной электронной микроскопии повышается по мере возрастания s .

Случай $\bar{g}\bar{b} = n=0$ означает отсутствие фазовой добавки в выражении (3.17), т. е. это условие невидимости дислокации. Но так как $\bar{g}$ нам известно, то условие $\bar{g}\bar{b} = 0$ позволяет провести определение вектора Бюргерса дислокации $\bar{b}$. Выполнение условия невидимости для одного вектора $\bar{g}$ позволяет определить плоскость, в которой лежит вектор Бюргерса. Выполнение двух условий:

$$\begin{cases} \bar{g}_1\bar{b} = 0, \\ \bar{g}_2\bar{b} = 0, \end{cases} \quad (3.18)$$

позволяет однозначно определить $\bar{b}$ как общее направление для плоскостей, определяемых векторами $\bar{g}_1$ и $\bar{g}_2$.

Так как изображение дислокации не совпадает с положением проекции линии дислокации, то это позволяет в некоторых случаях различать дислокации разных знаков, например, в дислокационных парах. Для этого необходимо сравнить изображения, получаемые при различных знаках вектора $\bar{g}$. У дислокаций с векторами Бюргерса разных знаков изображение находится по разные стороны от проекции линии дислокации, поэтому при изменении знака $\bar{g}$ изображения дислокаций смещаются в разные стороны. Это позволяет различать такие пары дислокаций от пар дислокаций одного знака, встречающихся в упорядоченных сплавах.

Мы рассмотрели контраст от винтовой дислокации, лежащей параллельно поверхности фольги. Чаще всего встречаются дислокации, лежащие в фольге наклонно, под углом ψ к поверхности, т. е. выходящие своими концами на верхнюю и нижнюю поверхности. В этом случае фазовый сдвиг ϕ в рассеянной волне от элемента столбика вблизи дислокации дается выражением

$$\phi = \text{arctg} \left[\frac{(z - z_0) \cos \psi}{x} \right]. \quad (3.19)$$

Изображение наклонной дислокации будет уже в $\cos \psi$ раз, чем изображение горизонтальной дислокации. Интен-

сивность также уменьшится в $\cos^2\psi$ раз. Кроме того, интенсивность на изображении дислокации будет периодически изменяться по глубине (осциллирующий контраст).

3.3.4. Контраст на изображении краевой дислокации

Поле смещений вокруг краевой дислокации более сложно, чем вокруг винтовой. Оно может быть описано уже не одной, а двумя компонентами смещения. Если ввести единичный вектор $\bar{u}$, лежащий вдоль линии дислокации, то одна компонента, направленная вдоль вектора Бюргерса $\bar{b}$, имеет вид

$$\bar{R}_1 = \frac{\bar{b}}{2\pi} \left(\Phi + \frac{\sin 2\Phi}{4(1-\nu)} \right), \quad (3.20)$$

где $\Phi = \arctg \left[\frac{(z-z_0)\cos\psi}{x} \right]$; ν — коэффициент Пуассона.

Другая компонента, перпендикулярная плоскости скольжения, имеет вид

$$\bar{R}_2 = \frac{[\bar{b} \times \bar{u}]}{4\pi(1-\nu)} \left[(1-2\nu) \ln r + \frac{1}{2} \cos 2\Phi \right], \quad (3.21)$$

где $r = \sqrt{x^2 - (z-z_0)^2 \cos^2\psi}$ — расстояние от линии дислокации до элемента колонки; $\bar{u}$ — орт вдоль дислокации. В этом случае меняется условие невидимости дислокации. Вместо $\bar{g}\bar{b}=0$ для винтовой дислокации необходимо выполнение условий

$$\bar{g}\bar{b}=0 \quad \text{и} \quad \bar{g}[\bar{b} \times \bar{u}]=0. \quad (3.22)$$

Анализ изображения краевой дислокации показывает, что ширина его примерно вдвое шире, чем изображение винтовой при прочих равных условиях.

Особый случай контраста для краевых дислокаций возникает в том случае, когда в кристалле имеется чисто краевая дислокация с вектором $\bar{b}$, нормальным поверхности кристалла. При этом $\bar{g}\bar{b}=0$, и достаточно сильный контраст появляется за счет смещения $\bar{R}_2$. В координатах, указанных на рис. 3.8, при $\nu=1/3$ и глубине залегания дислокации z_0 величина фазового сдвига

$$\alpha = 2\pi \bar{g}\bar{R}_2 = m \left\{ \ln[x^2 + (z-z_0)^2] + 3 \frac{(z-z_0)^2 - x^2}{(z-z_0)^2 + x^2} \right\}. \quad (3.23)$$

где $m = \frac{[\bar{b} \times \bar{u}]}{8}$ и имеет величину в пределах от $-1/2$ до $+1/2$. В этом случае изображение дислокации симметрично относительно проекции линии дислокации, так как α зависит от x^2 . На рис. 3.13 представлены расчетные значения ин-

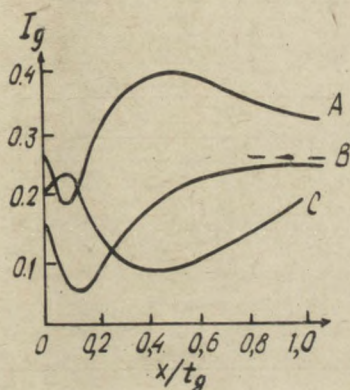


Рис. 3.13. Распределение интенсивности рассеяния для краевой дислокации, параллельной поверхности, с вектором Бюргерса, перпендикулярным плоскости фольги. А, В и С соответствуют различной глубине залегания дислокации в фольге

тенсивности по динамической теории для дислокаций, находящихся на различной глубине в фольге (вследствие симметрии кривых относительно x показана только одна ветвь).

3.3.5. Контраст для частичных дислокаций

Так как вектор Бюргерса частичной дислокации не является вектором трансляции решетки, то произведение $\bar{g}\bar{b}$ не является в общем случае целым числом. Например, для ГЦК решетки возможные величины $\bar{g}\bar{b}$ для различных частичных дислокаций представлены в табл. 3.2. Шокли и Франка.

Вычисления и эксперименты по наблюдению частичных дислокаций показали, что контраст отсутствует, если $\bar{g}\bar{b} = 0$ и $\pm 1/3$. Если $\bar{g}\bar{b} \geq 2/3$, то контраст наблюдается. При наблюдении частичных дислокаций следует помнить, что отдельно в кристалле они не существуют, они всегда окаймляют дефект упаковки. В светлом поле частичная дислокация видна на краю дефекта в виде темной линии (рис. 3.14).

Таблица 3.2

Величина $\bar{g}\bar{b}$ для частичных дислокаций в плоскости (111)
ГЦК решетки. Плоскость фольги (110)

Вектор Бюргерса $\bar{b}$	Дифракционный вектор, $\bar{g}$					
	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	002	$\bar{2}\bar{2}\bar{0}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{3}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{3}$
$1/6 [\bar{1}2\bar{1}]$	$-2/3$	$1/3$	$-1/3$	-1	-1	0
$1/6 [2\bar{1}\bar{1}]$	$1/3$	$-2/3$	$-1/3$	1	0	-1
$1/6 [1\bar{1}\bar{2}]$	$-1/3$	$-1/3$	$-2/3$	0	-1	-1
$\pm \frac{1}{3} [111]$	$\pm 1/3$	$\pm 1/3$	$\pm 2/3$	0	± 1	± 1

Если частичная дислокация не видна, полосы на краю дефекта незамкнуты. Возможен случай, когда для дефекта упаковки $\alpha = 2\pi\bar{g}\bar{R} = 0$ или кратно 2π , тогда частичная дис-

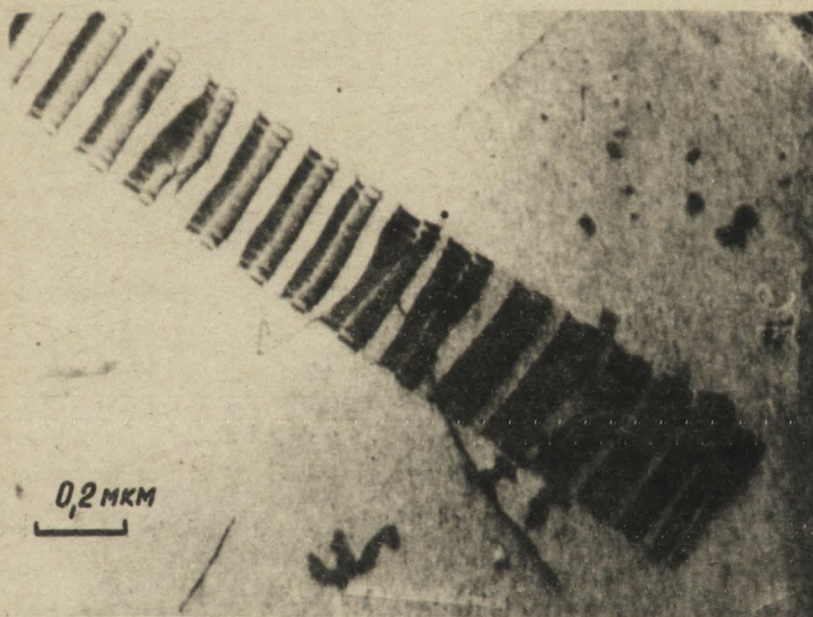


Рис. 3.14. Чередование полос при разном числе налагающихся дефектов упаковки в голове клиновидного двойника в ГЦК кристалле

локация может быть видна в виде темной линии на светлом изображении, подобно полной дислокации.

Рис. 3.14 иллюстрирует еще один интересный и важный случай контраста: контраст для налагающихся друг на друга дефектов упаковки, который наблюдается в голове тонкого клиновидного двойника в сплаве с ГЦК решеткой. В соответствии с кинематической теорией полосчатый контраст наблюдается, если число налагающихся дефектов равно $3n+1$ и $3n+2$, где $n=0, 1, 2, \dots$. Если число дефектов кратно 3, то контраст отсутствует. Полосы для $3n+1$ и $3n+2$ дефектов сдвинуты по отношению друг к другу (находятся в «противофазе»). Другая особенность двойника — все частичные дислокации, от которых начинается каждый последующий дефект упаковки, имеют один и тот же вектор Бюргерса. Однако характер контраста для дислокации зависит от ее расположения. Если дислокация разделяет участки с числом дефектов $3n$ и $3n+1$ и для нее $\bar{g}\bar{b} = \pm 2/3$, то она видна в виде темной линии на краях дефектов упаковки. Однако если эта же дислокация разделяет участки с числом дефектов $3n+1$ и $3n+2$, то она не видна (светлая линия на рис. 3.14). В случае если $\bar{g}\bar{b} = \pm 1/3$, то наблюдается обратная картина: дислокация не видна на краях дефекта упаковки, но видна в виде темной линии, разделяющей дефекты с разным знаком α .

При наложении изображения дислокации на изображение дефекта упаковки необходимо учесть сдвиг фаз непосредственно под линией дислокации. Он равен $\alpha = 2\pi(\bar{b}/2 + \bar{R})$, где $\bar{R}$ — вектор сдвига дефекта А упаковки. Если $\bar{R} = \bar{b}$, а число налагающихся дефектов n , то

$$\alpha = 2\pi\bar{g}\bar{b}\left(n + \frac{1}{2}\right).$$

Анализ показывает, что для различных дислокаций Шокли в ГЦК решетке для отражений типа $\{111\}$ и неодинаковом числе n α может иметь значения $0, \pm\pi/3, \pm 2\pi/3$ и $\pm\pi$. Если дислокация разделяет дефекты упаковки разного знака, то она не видна при $\alpha=0$ или $\pm\pi/3$, и видна в виде темной линии для $\alpha=\pm 2\pi/3$ и $\pm\pi$.

3.3.6. Контраст для расщепленных дислокаций

В ГЦК металлах полные дислокации, как правило, расщеплены на две частичные дислокации Шокли с дефектом

упаковки между ними. При низкой энергии дефекта упаковки это расщепление достаточно велико, превышает 10 нм. Например, рассмотрим расщепление дислокации $1/2 [\bar{1}10]$ в плоскости (111):

$$\frac{1}{2} [\bar{1}10] \rightarrow \frac{1}{6} [2\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{6} [1\bar{2}1].$$

Согласно табл. 3.2, при действии отражений $\bar{1}\bar{1}1$, $\bar{1}1\bar{1}$, $1\bar{1}\bar{3}$ и $\bar{1}13$ условия видимости выполняются только для одной из частичных дислокаций, для отражения 002 обе дислокации не видны, а для $2\bar{2}0$ — видны. Но в отражении 002 выполняется условие невидимости для полной дислокации ($\vec{g}\vec{b}=0$), а для $2\bar{2}0$, $1\bar{1}\bar{3}$ и $\bar{1}13$ — невидимости для дефекта упаковки, т. к. $\alpha=0$ или 2π для обеих частичных дислокаций, образующих дефект. Этот анализ позволяет установить картину контраста изображения дислокации $1/2 [\bar{1}10]$ для различных отражений (рис. 3.15).

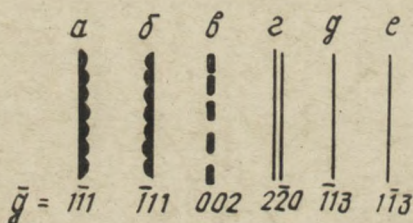


Рис. 3.15. Схематическое представление контраста для расщепленной дислокации в ГЦК кристалле при различных дифракционных условиях

В случаях а и б будет наблюдаться зубчатый контраст, в случае в — пунктирный, связанный только с контрастом дефекта упаковки, в случае г дислокация видна в виде пары частичных дислокаций, в случаях д и е — только одна частичная дислокация. Интересно, что, если даже выполняется условие невидимости полной дислокации, она может быть обнаружена по дефекту упаковки (пунктирный контраст). Анализируя такие особенности контраста, можно определить вектор Бюргерса полной дислокации, не прибегая к условию $\vec{g}\vec{b}=0$.

Следует отметить, что изображение полной дислокации в виде пары линий (случай г) надо отличать от двойного изображения дислокации при наличии двух сильных отражений, поэтому надо всегда тщательно контролировать дифракционные условия по картине микродифракции.

3.4. Контраст на выделениях второй фазы в сплавах

Многие промышленные сплавы являются гетерогенными системами, содержащими дисперсные частицы упрочняющей фазы. В зависимости от способа получения частиц, различия кристаллических решеток матрицы и частиц и дисперсности последних возможны различные типы связи частиц с матрицей: а) когерентная, когда решетка матрицы сопрягается с решеткой частицы без выраженной границы раздела; б) полукogerентная, если граница сформирована дислокационной сеткой; в) некогерентная, когда присутствует четкая межфазная граница и решетки матрицы и частицы ориентированы произвольно.

Частица второй фазы, находящаяся в матрице, может вызвать появление контраста, во-первых, за счет изменения амплитуды и фазы волн, проходящих через матрицу вблизи частицы, — матричный контраст, во-вторых, за счет изменения амплитуды и фазы волн, проходящих непосредственно через частицу, — контраст на выделении. Матричный (деформационный) контраст возникает вследствие упругой деформации решетки. Контраст на выделении требует иного подхода. Можно выделить следующие факторы, обуславливающие появление контраста на выделении:

- а) различие структурных факторов выделения и матрицы;
- б) рассеяние от плоскостей включения, не существующих в матрице;
- в) изменение фазы волн после прохождения выделения, вызывающее контраст типа полос смещения;
- г) наличие межфазной границы между матрицей и выделением.

3.4.1. Деформационный контраст

Рассмотрим случай сферического когерентного включения, обладающего некоторым несоответствием решеток матрицы и выделения. Это несоответствие можно описать параметром ϵ , который равен отношению $\frac{D_0 - D}{D}$, где D_0 — «свободный» диаметр частицы при отсутствии матрицы; D — диаметр частицы внутри кристалла. Обозначим r_0 — радиус частицы в матрице, а r — расстояние от ее центра. Смещения вокруг частицы направлены радиально, их величина определяется по формулам:

$$R = \frac{\varepsilon r_0^3}{r^2}, \quad r \geq r_0, \quad (3.24)$$

$$R = \varepsilon r, \quad r \leq r_0. \quad (3.25)$$

Знак R зависит от знака ε . Если атомный объем включения больше атомного объема матрицы, то ε положительно и в кристалле включение находится в «сжатом» состоянии.

Рассмотрим картину контраста для сферического выделения с помощью построения амплитудно-фазовой диаграммы.

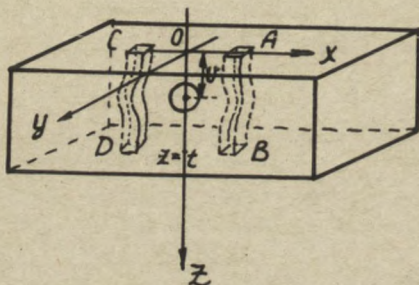


Рис. 3.16. Схема колонкового приближения в случае сферического когерентного включения в кристалле

Выберем положительные направления оси x в направлении вектора $\vec{g}$ и оси z в направлении падающего луча (рис. 3.16). Будем считать $z=0$ на верхней поверхности фольги, $z=v$ в центре включения, $z=t$ на нижней поверхности фольги. Тогда для амплитуды волны, дифрагированной колонкой АВ кристалла, не проходящей через включение:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{t_g} \int_0^t \exp \left\{ -2\pi i s z - \frac{2\pi i \varepsilon r_0^3 x |\vec{g}|}{[(x^2 + y^2 + (v-z)^2)^{3/2}] } \right\} dz. \quad (3.26)$$

Смещения в плоскости $x=0$ нормальны дифракционному вектору. Они не вызывают изменения фазы волны. Поэтому изображение выделения в плоскости x_0 имеет линию «нулевого» контраста при $x=0$.

Построение амплитудно-фазовой диаграммы для колонок АВ и СД (рис. 3.17) показывает, что амплитуда дифрагированного луча для колонок вблизи частицы превышает

амплитуду этого луча для бездефектного кристалла. Изображение частицы симметрично относительно линии «нулевого» контраста и выглядит в виде двух лепестков (рис. 3.18). Размеры выделений, которые могут быть обнаружены по такому контрасту, зависят, главным образом, от параметра ϵ . Симметрия контраста на изображении выделения зависит от положения выделения в фольге. Если выделение будет находиться близко к одной из поверхностей, то интенсивность с одной стороны будет больше, а с другой—меньше, как это следует из диаграмм рис. 3.17. Контраст на темнопольном изображении является взаимно дополнительным к светлопольному.

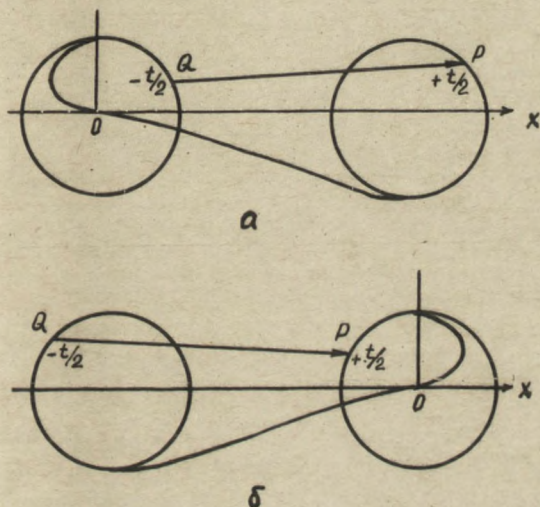


Рис. 3.17. Вид амплитудно-фазовой диаграммы для колонок (рис. 3.16) справа (а) и слева (б) от сферического включения

3.5. Основные положения динамической теории контраста

3.5.1. Уравнения Дарвина—Хови—Вилана

Динамическая теория рассеяния учитывает многократное рассеяние волн в кристалле. Существует ряд подходов к рассмотрению этой задачи. Некоторые из них основаны на анализе решения уравнения Шредингера для электронов в кристалле. Хови и Вилан применили классический подход, использованный ранее Дарвином для описания рассеяния рентгеновских лучей. Хотя этот подход не является строгим, он приводит к тем же результатам, что и более строгие тео-

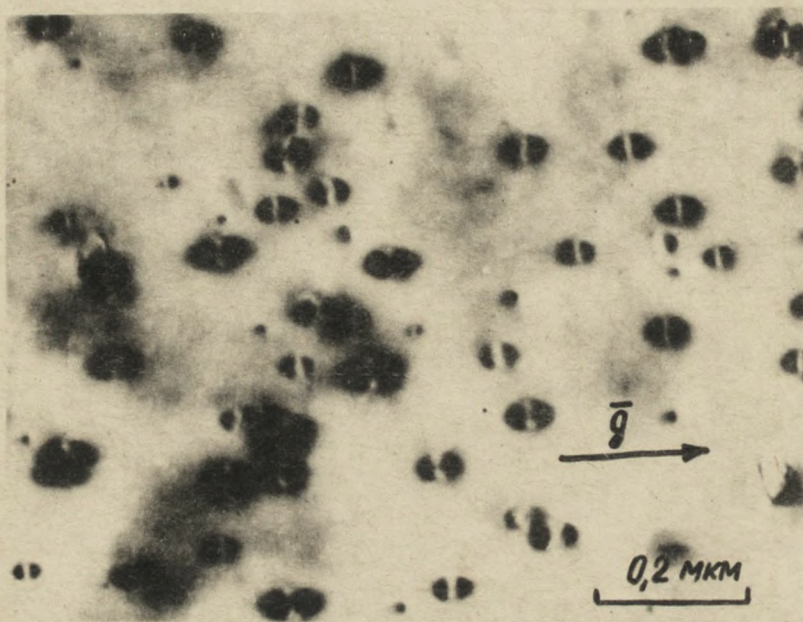


Рис. 3.18. Контраст для когерентных сферических выделений Со в состаренном сплаве Cu—4 ат. % Al—2 ат. % Со

рии. Мы воспользуемся им для вывода уравнений Дарвина—Хови—Вилана.

Рассмотрим в кристалле на глубине z слой dz , на который падает пучок электронов под брэгговским углом к отражающей плоскости АВ, перпендикулярной плоскости фольги (рис. 3.19). Амплитуду волны, прошедшей через слой кристалла в точке $Q: T(z+dz)$, найдем как результат интерференции между волной, прошедшей через слой z и слой $dz: T(z) \cdot T(dz)$, и волной, рассеянной слоем z в точке P , а затем рассеянной повторно слоем dz в направлении первичного пучка $S(z) \cdot S(dz)$:

$$T(z+dz) = T(z)T(dz) + S(z)S(dz). \quad (3.27)$$

Амплитуда рассеянной волны $S(z+dz)$ найдется как результат интерференции волны, рассеянной в точке P слоем z и прошедшей слой $dz: S(z) \cdot T(dz)$, и волны, прошедшей

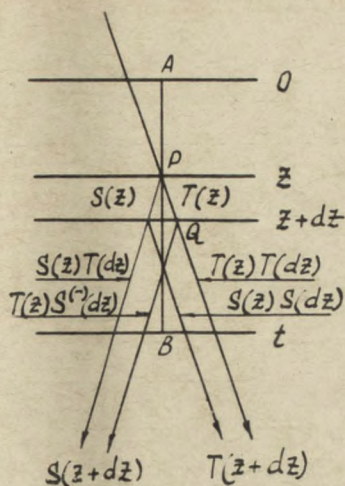


Рис. 3.19. Схема динамического рассеяния в кристалле

через слой z и рассеянной слоем dz : $T(z)S^{(-)}(dz)$:

$$S(z+dz) = T(z)S^{(-)}(dz) + S(z)T(dz). \quad (3.28)$$

Здесь амплитуда $S^{(-)}(dz)$ отличается от $S(dz)$ только тем, что рассеяние происходит по другую сторону от плоскости AB.

Будем считать слой dz настолько тонким, что потерей интенсивности волны, прошедшей через слой dz , вследствие рассеяния, можно пренебречь, т. е. $T(dz) = 1$. Тогда (3.27), (3.28) представим в виде

$$\begin{aligned} T(z+dz) - T(z) &= S(z)S(dz), \\ S(z+dz) - S(z) &= T(z)S^{(-)}(dz). \end{aligned} \quad (3.29)$$

Амплитуду $S(dz)$ можно записать в виде

$$S(dz) = \frac{i\pi}{t_g} e^{-2\pi i s z} dz. \quad (3.30)$$

Амплитуды $S^{(-)}(dz)$ и $S(dz)$ различаются лишь знаком s .

Учитывая эти замечания, уравнения (3.29) преобразуем в систему двух дифференциальных уравнений первого порядка:

$$\begin{aligned} \frac{dT(z)}{dz} &= \frac{i\pi}{t_g} e^{-2\pi i s z} S(z), \\ \frac{dS(z)}{dz} &= \frac{i\pi}{t_g} e^{2\pi i s z} T(z). \end{aligned} \quad (3.31)$$

Эта система получена Хови и Виланом и является основой для расчета электронно-микроскопического контраста на изображении.

3.5.2. Решение системы уравнений Дарвина—Хови—Вилана для бездефектного кристалла

С помощью подстановки $T = T'e^{-\pi i s z}$ и $S = S'e^{+\pi i s z}$ система (3.31) преобразуется к

$$\begin{cases} \frac{dT'}{dz} - \pi i s T' = \frac{i\pi}{t_g} S', \\ \frac{dS'}{dz} + \pi i s S' = \frac{i\pi}{t_g} T'. \end{cases} \quad (3.32)$$

Эта система приводится к одному уравнению второго порядка путем исключения из первого уравнения S' либо из второго T' :

$$\frac{d^2 T'}{dz^2} + (\pi \sigma)^2 T' = 0, \quad (3.33)$$

где

$$\sigma = \sqrt{\frac{1 + (s t_g)^2}{t_g^2}}. \quad (3.34)$$

Решение уравнения (3.33), удовлетворяющее граничным условиям $T(0)=1$ и $S(0)=0$ при $z=0$, имеет вид (штрихи у T и S здесь и далее опускаем)

$$T(z) = \cos \pi \sigma z + i \frac{s}{\sigma} \sin \pi \sigma z, \quad (3.35)$$

$$S(z) = \frac{-i}{\sigma t_g} \sin \pi \sigma z. \quad (3.36)$$

Интенсивность дифрагированного луча

$$I_s = S^* S = \frac{\sin^2 \pi \sigma z}{(\sigma t_g)^2}. \quad (3.37)$$

В отличие от выражения (3.7), полученного в кинематической теории, вместо параметра s в (3.37) входит параметр σ . При $s=0$, т. е. в случае точного отражающего положения кристалла, $\sigma=1/t_g$. Следовательно, период изменения интенсивности по глубине в кристалле равен t_g . Величина t_g называется экстинкционным расстоянием. Из (3.37) следует, что при $s=0$ интенсивность дифрагированного луча I_s максимальна и равна 1, если $z=nt_g$ (n — целое число). Это значит, что на глубине nt_g интенсивность дифрагированного луча равна интенсивности прошедшего (но не больше ее), т. е. луч испытывает полное отражение. Параметр t_g играет очень важную роль в динамической теории контраста. Его связь со структурой вещества и длиной волны электронов ясна из (3.4). Для отражений низкого по-

рядка величина t_g составляет обычно несколько сотен ангстрем.

Как следует из (3.35) и (3.36), интенсивность светлополюсного изображения I_T и интенсивность темнопольного изображения I_s являются взаимно дополнительными, т. е.

$$I_T = 1 - I_s. \quad (3.38)$$

Однако следует отметить, что взаимная дополнительность светлополюсного и темнопольного изображений в динамической теории получается только в том случае, если не учитывать поглощение электронов. Хорошее согласие между экспериментальными наблюдениями и теоретическими расчетами контраста на изображениях можно получить, если учесть в теории нормальное и аномальное поглощение. Нормальное поглощение электронов может быть учтено множителем $e^{-\mu z}$ (μ — коэффициент поглощения). Аналогичный множитель используется в теории дифракции рентгеновских лучей. Аномальное поглощение обусловлено энергетическими потерями электронов при неупругом их рассеянии. В теории контраста аномальное поглощение учитывается феноменологически путем замены

$$\frac{1}{t_g} \rightarrow \frac{1}{t_g} + \frac{i}{\tau_g}, \quad (3.39)$$

где τ_g имеет размерность длины и называется «абсорбционная длина». Отсутствие поглощения соответствует предельному переходу $\tau_g \rightarrow \infty$.

В итоге выражения для интенсивностей дифрагированной и прошедшей волн приобретают следующий вид:

$$I_T = \left[chu + \left(\frac{s}{\sigma_r} \right) shu \right]^2 - \left[\frac{1}{(\sigma_r t_g)^2} \right] \sin^2 v, \quad (3.40)$$

$$I_s = \frac{1}{(\sigma_r t_g)^2} sh^2 u + \sin^2 v, \quad (3.41)$$

где $u = \pi \sigma_i z$; $v = \pi \sigma_r z$; $\frac{1}{\sigma_i} = \sigma_r t_g \tau_g$ и $\sigma_r = t_g \sqrt{1 + (s t_g)^2}$.

Оказывается, что наличие поглощения не приводит к заметному изменению в положении максимумов и минимумов интенсивности, но ведет к асимметрии I_T относительно знака s , а I_s остается симметричной, т. е.

$$\begin{aligned} I_T(s) &\neq I_T(-s), \\ I_s(s) &= I_s(-s). \end{aligned} \quad (3.42)$$

3.5.3. Динамические уравнения для кристалла с дефектом

Как и в кинематическом случае, наличие дефекта, смещения вблизи которого описываются вектором $\bar{R}$, приводит к сдвигу фазы, равному $\alpha = 2\pi g\bar{R}$. Этот фазовый сдвиг учтем в фазовом множителе в уравнениях (3.31):

$$\frac{dT}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} S e^{-2\pi i(s z + \alpha')}, \quad (3.43)$$

$$\frac{dS}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} T e^{+2\pi i(s z + \alpha')},$$

где $\alpha' = \alpha/2\pi = g\bar{R}$.

Путем подстановок

$$T = T' e^{-\pi i(s z + \alpha')}, \quad (3.44)$$

$$S = S' e^{+\pi i(s z + \alpha')},$$

приходим к системе уравнений:

$$\begin{cases} \left(\frac{dT'}{dz} - \pi i \left(s + \frac{d\alpha'}{dz} \right) T' \right) = \frac{i\pi}{t_g} S', \\ \left(\frac{dS'}{dz} + \pi i \left(s + \frac{d\alpha'}{dz} \right) S' \right) = \frac{i\pi}{t_g} T'. \end{cases} \quad (3.45)$$

Эти уравнения указывают на то, что наличие дефекта сказывается лишь на замене s на $s + \frac{d\alpha'}{dz}$, т. е. вблизи дефекта имеет место локальное изменение s .

Для кристалла, содержащего дефект упаковки, $\alpha = \text{const}$. Используя подстановки $T = T'' e^{-i(n s z + \alpha)}$ и $S = S'' e^{i(n s z + \alpha)}$, получим из (3.43) для смещенной части кристалла систему уравнений

$$\begin{cases} \left(\frac{dT}{dz} - i\pi s T \right) = \frac{\pi i}{t_g} S e^{i\alpha}, \\ \left(\frac{dS}{dz} + i\pi s S \right) = \frac{\pi i}{t_g} T e^{-i\alpha}. \end{cases} \quad (3.46)$$

Для колонки кристалла, пересекаемой дефектом упаковки на глубине t_1 , эту систему можно записать в виде

$$\begin{cases} \frac{dT}{dz} - i\pi s T = \frac{i\pi}{t_g} [1 - (1 - e^{i\alpha}) \epsilon] S, \\ \frac{dS}{dz} + i\pi s S = \frac{i\pi}{t_g} [1 - (1 - e^{-i\alpha}) \epsilon] T, \end{cases} \quad (3.47)$$

где $\epsilon = \epsilon(z - t_1)$ — ступенчатая функция;

$$\epsilon = \begin{cases} 0 & \text{при } z < t_1, \\ 1 & \text{при } z > t_1. \end{cases}$$

Система (3.46) сводится к уравнению второго порядка, имеющего известные решения. Интенсивность прошедшей волны в этом случае имеет вид при $s=0$:

$$I_T = \cos^2 \alpha / 2 \cdot \cos^2 \frac{\pi t}{t_g} + \sin^2 \alpha / 2 \cdot \cos^2 \frac{2\pi z}{t_g}. \quad (3.48)$$

Из этого уравнения следует, что величина α оказывает влияние на амплитуду периодического изменения интенсивности с глубиной залегания дефекта, но на периодичность полос не влияет. Периодичность связана только с величиной t_g .

Как и в кинематической теории, изображение дефекта получается в виде полос равной глубины. Их период по глубине при $s=0$ равен t_g . Изображение, как светлопольное, так и темнопольное, оказывается симметрично относительно середины фольги, причем

$$I_s = 1 - I_T.$$

Однако экспериментальные результаты показывают, что в достаточно толстых фольгах темнопольное изображение оказывается несимметричным. Объяснение этому факту дает теория, учитывающая аномальное поглощение. Расчеты, выполненные по уравнениям, учитывающим аномальное поглощение, позволяют объяснить следующие особенности контраста для дефекта упаковки, наклоненного к поверхности фольги:

1) участки дефекта упаковки, расположенные у верхней поверхности фольги на светлопольном и темнопольном изображениях, выглядят одинаково, участки у нижней поверхности фольги на этих же изображениях выглядят взаимно дополнительными;

2) интенсивности прошедшей и дифрагированной волн уменьшаются при приближении дефекта упаковки к середи-

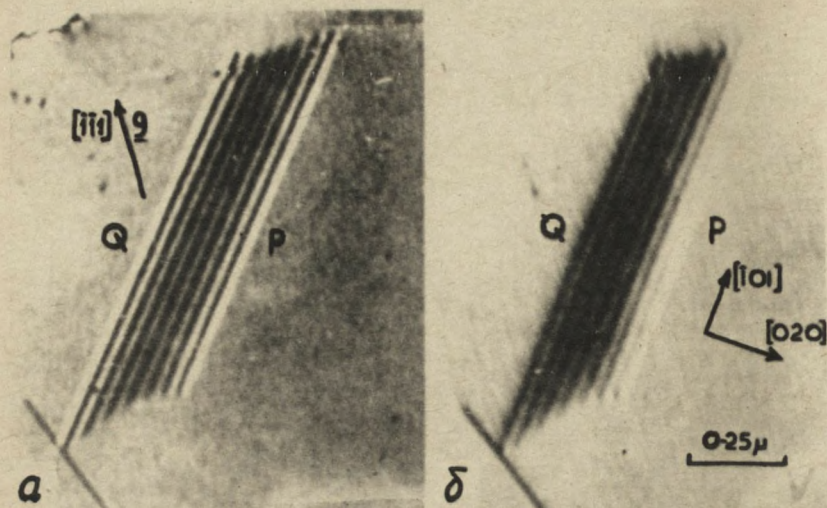


Рис. 3.20. Светлопольное (а) и темнопольное (б) изображения дефекта упаковки. Р — верхний край дефекта; Q — нижний край

не фольги и возрастают при его приближении к ее поверхностям (рис. 3.20);

3) характер контраста крайних полос на светлопольном изображении зависит от знака α . При $\alpha = +2\pi/3$ крайние полосы светлые, при $\alpha = -2\pi/3$ они темные.

Используя первую особенность контраста, можно однозначно установить ориентацию дефекта в кристалле. Это, в свою очередь, позволяет по знаку α установить тип дефекта (внедрения или вычитания). Приведем краткое изложение метода определения типа дефекта упаковки в ГЦК кристаллах.

Рассмотрим дефект упаковки в кристалле на плоскости (111). Будем считать верхнюю часть кристалла неподвижной, а нижнюю — смещающейся при образовании дефекта. Вектором смещения является вектор $\vec{R} = \pm 1/3 [111]$ (см. 3.3.2). Два возможных типа дефекта упаковки (внедрения и вычитания) соответствуют выбору вектора смещения $+1/3 [111]$ либо $-1/3 [111]$. Ориентируем светлопольную фотографию с изображением дефекта так, чтобы она отвечала расположению его на фольге слева вверх направо. Это мож-

но сделать, определив верхнюю и нижнюю линии пересечения дефекта с поверхностями фольги по характеру светлого и темного изображения. Совпадение характера контраста первой полосы на этих изображениях наблюдается для верхней линии пересечения. Затем определяем направление вектора $\bar{g}$ относительно линии пересечения дефекта с фольгой. Эта операция производится путем наложения микродифракционной картины на фотографию дефекта с учетом относительных поворотов дифракционной картины и изображения (см. 3.2.5). Вектор $\bar{g}$ может быть направлен либо влево, либо вправо от линии пересечения дефекта с фольгой. Четыре возможных случая взаимной ориентации векторов $\bar{R}$ и $\bar{g}$ показаны на рис. 3.21. Фазовый

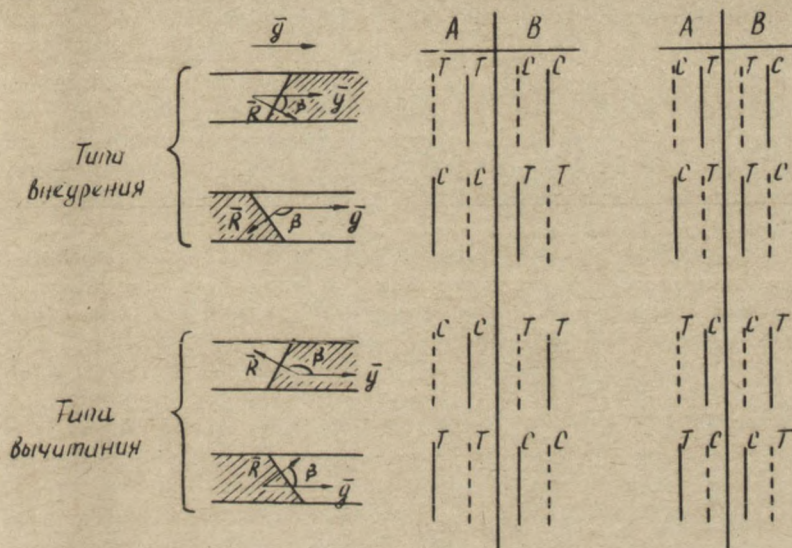


Рис. 3.21. Схема светлого и темного изображений дефекта упаковки для четырех возможных случаев взаимной ориентации векторов $\bar{R}$ и $\bar{g}$. Сплошная линия — первый контур у верхней поверхности фольги, пунктирная — первый контур у нижней поверхности

сдвиг α можно записать в виде $\alpha = 2\pi \bar{g} \bar{R} = 2\pi |\bar{g}| |\bar{R}| \cos \beta$, где β — угол между $\bar{g}$ и $\bar{R}$. Знак α определяется знаком $\cos \beta$ и устанавливается на основании анализа характера

контраста крайних полос на светлопольном изображении дефекта: если полосы светлые (С), то $\alpha = +2\pi/3$, если они темные (Т), то $\alpha = -2\pi/3$.

Анализ характера изображений дефектов упаковки для различных дифракционных векторов $\bar{g}$ в ГЦК решетке показал, что все возможные дифракционные векторы могут быть разбиты на два класса. Класс А — отражения типа 200, 222 и класс В — отражения типа 111, 220 и 400. На рис. 3.21 приведена схема, позволяющая провести определение типа дефекта упаковки с использованием светлопольного и темнопольного изображений. Можно сформулировать простое правило, позволяющее определить тип дефекта только по темнопольному изображению. Для этого необходимо ориентировать изображение так, чтобы вектор $\bar{g}$ указывал направо от линии пересечения дефекта с поверхностью фольги (как на рис. 3.21). Если вектор $\bar{g}$ относится к классу А, а крайний правый контур на темнопольном изображении дефекта светлый, то имеем дефект типа вычитания, если этот контур темный — то дефект типа внедрения. Для рефлексов типа В, как следует из рис. 3.21, светлomu контуру справа будет соответствовать дефект типа внедрения, а темному — вычитания.

Применение динамической теории для расчета контраста на изображениях дислокаций и когерентных выделений основано на численном интегрировании уравнений типа (3.45), так как сложность смещений вблизи этих дефектов не позволяет получить аналитического решения. Отметим основные выводы динамической теории контраста изображений дислокаций с учетом эффектов аномальной абсорбции.

1. Светлопольное и темнопольное изображение не являются взаимно дополнительными. Этот результат является следствием учета аномальной абсорбции. При $\bar{s}=0$ на темнопольном и светлопольном изображениях дислокации видны как темные линии. Светлопольное изображение слегка асимметрично относительно x (рис. 3.22 и 3.23), а темнопольное симметрично с минимумом интенсивности на ядре дислокации.

2. При $\bar{g}\bar{b}=1$ на профилях интенсивностей для винтовой дислокации имеются острый минимум шириной около $t_s/5$ и протяженный «хвост» интенсивности (рис. 3.22 и 3.23), более заметный, если $\bar{s} \neq 0$. Изображение краевой дислокации приблизительно в 2 раза шире, чем винтовой. Для боль-



Рис. 3.22. Расчетные свет-
лопольные (сплошные ли-
нии) и темнопольные (пунк-
тирные линии) профили
изображения винтовой дис-
локации, находящейся в се-
редине толстой фольги:
 $t=8t_g$, $g\bar{b}=1$, $t_g/\tau_g=0,1$; α —
 $st_g=0,3$; $\delta-st_g=0$



Рис. 3.23. Расчетные свет-
лопольный (сплошные ли-
нии) и темнопольный (пунк-
тирные линии) профили
изображения краевой дис-
локации в середине тол-
стой фольги. Условия конт-
раста аналогичны рис. 3.22

шинства кристаллов ширина изображения дислокации лежит в пределах $40 \div 100 \text{ \AA}$, что согласуется с наблюдениями. Для $g\bar{b}=2$ на изображении дислокации имеются два пика по обе стороны от проекции ядра дислокации (рис. 3.24). При увеличении отклонения от отражающего положения один из пиков становится сильнее.

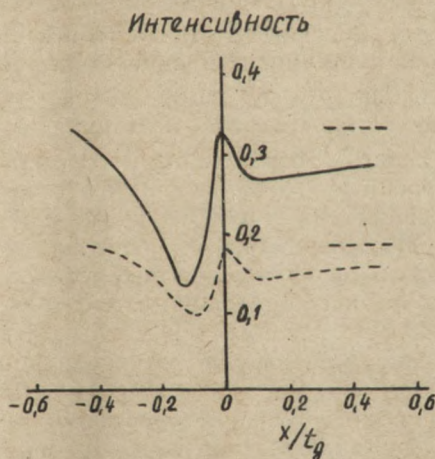


Рис. 3.24. Расчетные профи-
ли изображения винтовой дис-
локации при $g\bar{b}=2$, $t=8t_g$,
 $t_g/\tau_g=0,1$, $st_g=0,3$

4. Светлопольное изображение наклонной дислокации симметрично относительно середины фольги, тогда как темнопольное ее изображение асимметрично. Для ее участков вблизи верхней поверхности фольги оба типа изображения имеют подобный контраст, а для участков вблизи нижней поверхности — взаимно дополнительный (подобно контрасту для дефекта упаковки). Это позволяет определить знак наклона дислокации в фольге.

Взаимная дополнительность светлопольного и темнопольного изображений не выполняется и для контраста на изображениях когерентных выделений, создающих упругие искажения и расположенных вблизи верхней поверхности фольги. Если же выделение лежит вблизи нижней поверхности, то эти изображения являются взаимно дополнительными. Полный анализ изображений выделений на основе динамической теории с учетом поглощения позволяет оценить величину и знак искажений, создаваемых выделением. Используя уравнения динамической теории, можно строить теоретические изображения с помощью ЭВМ, что помогает в интерпретации особенностей экспериментально наблюдаемых изображений различного типа дефектов.

3.5.4. δ -контраст для плоских дефектов

В практике электронной микроскопии часто встречаются случаи, когда плоский дефект разделяет области, слегка различающиеся либо величиной вектора $\vec{g}$ (вследствие разности параметров двух областей, либо ориентациями, что приводит к различию в векторах $\Delta\vec{s}$ (рис. 3.25). Контраст в этом случае возникает не из-за наличия смещения областей I и II, а благодаря разности $\Delta\vec{g} = \vec{g}_1 - \vec{g}_2$ или $\Delta\vec{s} = \vec{s}_1 - \vec{s}_2$. Этот вид контраста называется δ -контрастом в отличие от α -контраста, обусловленного сдвигом фаз $\alpha = 2\pi\vec{g}\vec{R}$. Изображения таких дефектов, построенные расчетным путем с использованием динамических уравнений и учетом аномального поглощения, выявляют следующие черты δ -контраста:

- а) контраст полосчатый, как и в случае α -контраста;
- б) светлопольное изображение несимметрично относительно середины фольги;
- в) темнопольное изображение симметрично относительно середины фольги;
- г) на верхней поверхности полосы на светлопольном и темнопольном изображениях совпадают, а на нижней — про-

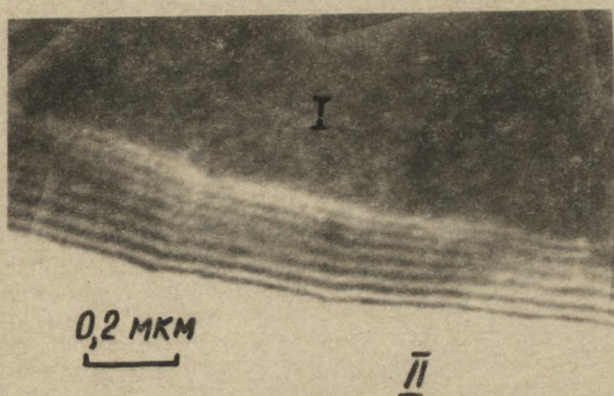


Рис. 3.25. Граница между доменами β -фазы в сплаве V—N

тивоположны. Как мы видим, характер изображения для δ -контраста (свойства б) и в)) отличается от характера изображения в случае α -контраста, что позволяет различать эти виды дефектов.

3.6. Контраст на изображениях некристаллических объектов

Для объектов, имеющих некристаллическую природу, рассеяние электронов на нижней поверхности определяется величиной Qt (см. 2.1). Величина Q играет роль эффективного коэффициента поглощения (абсорбции). Поэтому часто контраст, обусловленный вариацией величины Q или толщины объекта t , называют «абсорбционным», в отличие от рассмотренного выше дифракционного контраста. При таком феноменологическом подходе под «поглощенными» электронами понимаются те электроны, которые рассеялись на достаточно большие углы и не попали в апертурную диаф-

рагму объектива. Отличие от дифракционного контраста также надо понимать условно, поскольку изображение и в этом случае формируется дифракционным механизмом. Однако дифракция электронов происходит на деталях объекта, размеры которых значительно больше, чем межплоскостные расстояния в кристалле. Вследствие этого дифракционная картина от объекта оказывается сосредоточенной в задней фокальной плоскости объектива в непосредственной близости к прошедшему лучу, т. е. под очень малыми углами, так что методом микродифракции ее обнаружить невозможно.

Пусть на объекте, имеющем однородный состав и толщину t , имеется выступ толщиной Δt . В этом случае под выступом возникнет дополнительное рассеяние электронов за пределы апертурной диафрагмы объектива, определяемое величиной $Q\Delta t$. Вне выступа интенсивность светлопольного изображения определяется по формуле (2.8), а в пределах выступа

$$I = I_0 \exp[-Q(t + \Delta t)]. \quad (3.49)$$

Изменение интенсивности в области выступа

$$\Delta I = I_0 \exp(-Qt) [1 - \exp(-Q\Delta t)]. \quad (3.50)$$

Относительное изменение интенсивности (контраст) определяется соотношением

$$\frac{\Delta I}{I} = 1 - \exp(-Q\Delta t) \approx Q\Delta t \text{ при } Q\Delta t \ll 1. \quad (3.51)$$

Считается, что минимальное изменение интенсивности, которое можно заметить на изображении, около 0,05 (5%). Тогда минимальное изменение толщины $(\Delta t)_{\min}$, которое можно обнаружить, определяется из выражения

$$(\Delta t)_{\min} = -\frac{1}{Q} \ln \left[1 - \left(\frac{\Delta I}{I} \right)_{\min} \right] \approx \frac{0,05M}{N_0 \sigma_{\text{ат}} \rho}. \quad (3.52)$$

Из этого выражения видно, что контраст на изображении объекта, связанный с изменением его толщины, повышается с увеличением плотности вещества и атомного номера элементов, его составляющих (через $\sigma_{\text{ат}}$). Увеличение же молекулярного веса вещества приводит к уменьшению контраста.

Пусть на пленке толщиной t , перпендикулярной падающему лучу, имеется участок с нормалью под углом γ к падающему лучу (рис. 3.26). Изменение толщины, вызванное наклоном

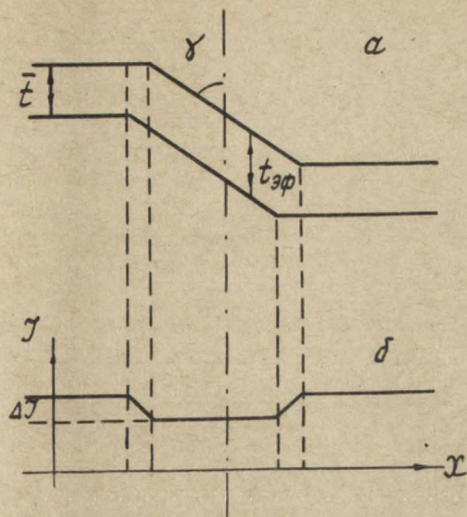


Рис. 3.26. Схема реплики постоянной толщины (а) и распределение интенсивности прошедших электронов (б)

$$\Delta t = t \left(\frac{1}{\cos \gamma} - 1 \right).$$

Относительное изменение интенсивности в области наклона

$$\frac{\Delta I}{I} = 1 - \exp \left(- \frac{Qt}{\cos \gamma} \right) \exp (Qt). \quad (3.53)$$

Из условия $(\Delta I/I)_{\min} = 0,05$ можно определять минимальный обнаруживаемый угол наклона $\gamma_{\min}$:

$$\cos \gamma_{\min} = \frac{N_0 \sigma_{\text{ат}} t \rho}{N_0 \sigma_{\text{ат}} t \rho + 0,05 M}. \quad (3.54)$$

На рис. 3.25, б показано распределение интенсивности на светлопольном изображении наклонного участка.

Контраст темнопольного изображения имеет негативный характер по отношению к светлопольному. Относительное изменение интенсивности при одинаковой величине Δt на темнопольном изображении оказывается в несколько раз больше, что дает возможность изучать малоконтрастные объекты. Недостатком метода темного поля является слабая интенсивность изображения, в особенности при наблюдении тонких объектов, так как в апертурную диафрагму попадает только небольшая часть рассеянных электронов.

Рассмотренные принципы формирования контраста некристаллических объектов используются в методе реплик. Этот

метод широко применяется в электронной микроскопии для исследования рельефа поверхности твердых тел с хорошим разрешением. Широкое распространение получили напыленные угольные реплики. Однако из-за малой плотности углерода и низкого значения $\sigma_{ат}$ они обладают недостаточно хорошим контрастом при передаче мелких особенностей рельефа поверхности. Сами же пленки можно считать практически аморфными. Для повышения контраста реплики оттеняют тяжелыми металлами, напыляя их под углом $70 \div 75^\circ$ нормали к «горизонтальным» участкам реплики. Толщина слоя металла оказывается неодинаковой на участках, имеющих различные углы наклона к направлению напыления (рис. 3.27). Разрешающую способность реплики ограничива-

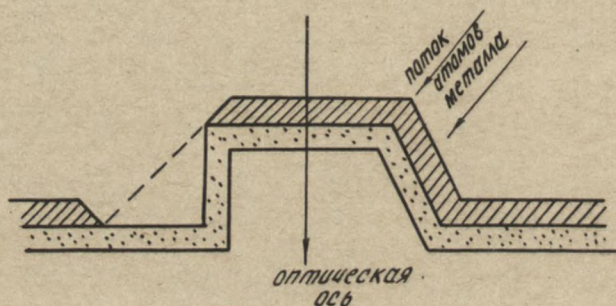


Рис. 3.27. Схема оттенения реплик

ет размер зерен напыленного металла, используемого для оттенения. Хорошие результаты можно получить, используя оттенение платиной, испаряемой с угольных стержней, так как при одновременном испарении с углеродом платина дает очень мелкие зерна.

Метод реплик используется не только для изучения рельефа поверхности. Он успешно применяется и для исследования дисперсных фаз в различных материалах методом экстракционных реплик. Для этого при напылении реплики поверхность материала подвергается слабому травлению, при котором материал матрицы слегка растворяется. Дисперсная фаза оказывается частично выступающей из матрицы (рис. 3.28, а). После напыления углеродной пленки дисперсные частицы оказываются включенными в реплику и после последующего дополнительного травления отделяются вместе с ней (рис. 3.28, б, в). Если частицы имеют

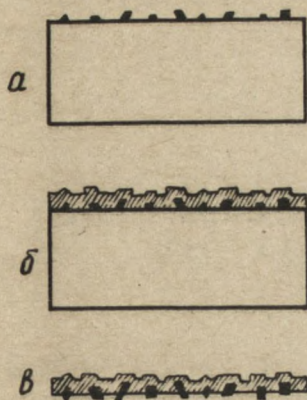


Рис. 3.28. Получение экстракционной ре-
плики:

а — травленая поверхность образца;
б — образец с напыленной репликой; в —
реплика

толщину не более 0,3 мкм, то экстракционные реплики позволяют получать электронограммы от дисперсных фаз, т. е. дают возможность проводить прямые структурные исследования.

Глава 4

МЕТОДЫ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ

Дефектная структура кристаллов тесно связана с теми физическими процессами, которые протекают при пластической деформации, термической и термомеханической обработках. В связи с этим представляет большой интерес получение детальной информации об этой структуре. Электронная микроскопия является одним из наиболее информативных методов структурных исследований, т. к. позволяет определять характер, природу, количественные параметры и распределение дефектов в объеме. В данном разделе описаны применяющиеся в практике электронно-микроскопические методы исследования дислокационной структуры кристаллов. Приводятся примеры проведения таких исследований.

4.1. Анализ расположения дислокаций в тонких фольгах

Изучение расположения дефектов в объеме кристалла проводят после того, как определены ориентация кристалла и условия дифракции (см. гл. 2). Для нахождения кристаллографического направления линии дислокации необходимо определить: а) индексы проекции линии дислокации на поверхность фольги; б) линейный размер (длину) изображения дислокации при горизонтальном положении фольги; в) угол наклона дислокации в фольге; г) места выхода дислокации на верхнюю и нижнюю поверхности фольги; д) толщину фольги.

Угол наклона дислокации в фольге α может быть определен, исходя из изменения величины проекции изображения дислокации при контролируемом наклоне образца с помощью гониометра микроскопа. Согласно другому методу определения угла наклона, необходимо найти толщину фольги при

известной длине проекции линии дислокации. Рассмотрим определение угла наклона дислокации более подробно.

Использование наклона образца. Угол наклона α может быть найден по изменению величины проекции отрезка дислокации, выходящей на верхнюю и нижнюю поверхности фольги, при наклоне фольги в микроскопе вокруг оси, перпендикулярной проекции линии дислокации. Пусть a_1 и a_2 — проекции отрезка дислокации длиной r соответственно при горизонтальном положении фольги и при отклонении фольги от горизонтального положения на угол δ (рис. 4.1). Угол α может быть определен из соотношений

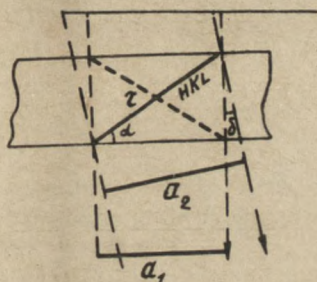


Рис. 4.1. К определению пространственного расположения дислокации

$$\begin{cases} a_1 = r \cos \alpha, \\ a_2 = r \cos (\alpha - \delta), \end{cases} \quad (4.1)$$

если $a_2 < a_1$, или

$$\begin{cases} a_1 = r \cos \alpha, \\ a_2 = r \cos (\alpha + \delta), \end{cases} \quad (4.2)$$

если $a_2 > a_1$. Из этих соотношений находим

$$\operatorname{tg} \alpha = \operatorname{ctg} \delta - \frac{a_2}{a_1 \sin \delta} \quad \text{при } a_2 < a_1, \quad (4.3)$$

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{a_2}{a_1 \sin \delta} - \operatorname{ctg} \delta \quad \text{при } a_2 > a_1. \quad (4.4)$$

Большая точность определения α может быть достигнута при наклоне фольги из горизонтального положения на углы $\pm \delta$. В этом случае

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{a_2(-\delta) - a_2(+\delta)}{a_2(\delta) + a_2(-\delta)} \operatorname{ctg} \delta. \quad (4.5)$$

Определение толщины фольги. Толщина фольги t может быть определена разными способами.

1. Один из способов заключается в подсчете толщинных контуров экстинкции (при $s=0$) на краю фольги, границах зерен или двойников, наклонных дефектах упаковки и дислокациях. На светлопольном изображении этих дефектов наблюдаются светлые полосы, отвечающие $t/t_g=1, 2, 3, \dots$, (t_g —экстинкционная длина, соответствующая отражению $\vec{g}$). Таким образом, $t=nt_g$, где n —число контуров. Если подсчет числа таких контуров проводится при отклонении кристалла от точного брэгговского положения, то следует использовать эффективную экстинкционную длину t_g^w , величина которой выражается соотношением

$$t_g^w = \frac{t_g}{\sqrt{1+s_g^2 t_g^2}},$$

где s_g —дифракционная ошибка.

2. Толщину фольги можно определить также, используя известные элементы микроструктуры: двойники, дефекты упаковки, плоскости скольжения и т. д. При известной кристаллографической ориентировке самой фольги и ориентации элементов микроструктуры определяют угол наклона α данных элементов структуры к плоскости фольги. Тогда толщину фольги находят по формуле

$$t = atg\alpha,$$

где a —величина проекции структурной детали.

Определение мест выхода дислокации на верхнюю и нижнюю поверхности фольги может быть осуществлено на основе темнопольного изображения дислокации при отклонении кристалла от точного брэгговского положения. Расчеты на основе динамической теории с учетом аномального поглощения электронной волны показывают, что в темном поле в двулучевом случае контраст на изображении дефектов сильнее у верхней поверхности фольги при отрицательном значении параметра отклонения s , а у нижней поверхности—при положительном s . Если линия Кикучи, соответствующая действующему отражению, расположена между центральным и дифрагированным пучками, то $s>0$; если же она проходит за реф-

лексом, то $s < 0$. В темном поле при $s < 0$ светлый контраст на изображении дислокации тем интенсивнее, чем ближе к верхней поверхности фольги располагается соответствующий участок дислокации; при $s > 0$ распределение интенсивности противоположное.

Выше описаны методики определения всех величин, необходимых для определения направления дислокации в кристалле. Это направление можно найти следующим образом.

1. На стереографическую проекцию, центр которой соответствует ориентации нормали исследуемой фольги $[UVW]$, нанести направление проекции линии дислокации (рис. 4.2, линия ОС), проведя данное направление через центр круга проекции и учитывая угол разворота дифракционной картины и электронно-микроскопического изображения.

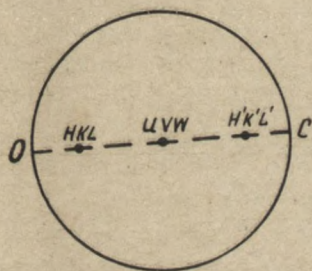


Рис. 4.2. Определение направления линии дислокации с помощью стереографической проекции

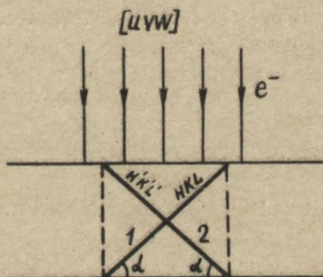


Рис. 4.3. Два возможных положения (1 и 2) дислокации в фольге, соответствующие одному углу наклона дислокации α

2. Учитывая найденный по изложенным выше методикам угол наклона дислокации в фольге α , нанести на стереографической проекции на линии ОС на расстоянии от основного круга проекции, соответствующем углу α , точку HKL. При этом необходимо обратить внимание на то, что одному и тому же $|\alpha|$ могут соответствовать два направления: HKL и H'K'L'. Они определяются тем, какой конец дислокации выходит на верхнюю поверхность, фольги, а какой — на нижнюю (рис. 4.3).

4.2. Определение угла разориентировки и типа субграниц

Границы между отдельными разориентированными относительно друг друга элементами субмикроструктуры кристаллических материалов (границы субзерен) представляют дислокационные коллективы. Многообразие их возможных структур будет рассмотрено в следующем разделе. Известно, что эволюция дислокационной структуры субграниц определяет такие важные процессы, как полигонизацию, дислокационную ползучесть и др. В свою очередь свойства субграниц определяются их типом и углом разориентировки.

Если кристаллографические решетки двух соседних субзерен могут быть совмещены поворотом на величину $\vec{\theta}$, то направление этого вектора определяет ось поворота, а его модуль — угол поворота. Субграница, ось поворота которой лежит в ее плоскости, называется субграницей наклона. Когда ось поворота перпендикулярна плоскости субграницы, последняя называется субграницей кручения. При наличии у $\vec{\theta}$ компонент наклона и кручения (ось поворота расположена под произвольным углом к плоскости субграницы) имеет место субграница смешанного типа.

В общем случае для определения вектора разориентировки $\vec{\theta}$ и типа субграницы необходимо знать точную ориентировку кристаллических решеток соседних субзерен относительно лабораторной системы координат и вектор нормали к плоскости субграницы.

По геометрии электронограммы, как отмечалось в главе 2, может быть определена ориентировка любого субзерна. Однако точность ее определения в электронном микроскопе составляет $\pm 5^\circ$. Для уточнения ориентировки в электронной микроскопии существует ряд методов. Наиболее точным из них является метод с использованием Кикучи-линий, рассмотренный в разд. 2.2.12. Однако Кикучи-линии можно наблюдать только в достаточно толстых местах кристалла, практически свободных от дефектов. Это ограничение, а также то, что детали дислокационной структуры субграниц удобнее изучать в тонких местах, обуславливает необходимость выбора той или другой методики в каждом конкретном случае. Ниже будут рассмотрены наиболее часто используемые в практике электронно-микроскопических иссле-

дований методы определения разориентировки и типов субграниц.

Поскольку в современных электронных микроскопах оптическая ось (направление падающего пучка электронов) вертикальна, то составляющая разориентировки с вектором $\vec{\Theta}_a$, параллельным пучку (оси $\vec{Z}$, рис. 4.4, а), называется азимутальной. Если вектор $\vec{\Theta}_r$ лежит в горизонтальной плоскости (перпендикулярно оси $\vec{Z}$), то составляющую раз-

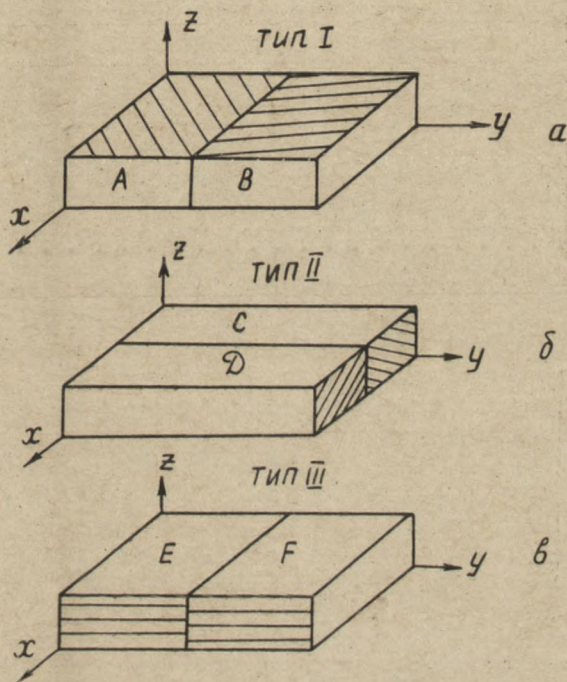


Рис. 4.4. Границы наклона (а, б) и кручения (в)

ориентировки называют горизонтальной. При углах $\Theta < 5^\circ$ полную разориентировку можно определить по формуле

$$\Theta = \sqrt{\Theta_a^2 + \Theta_r^2}. \quad (4.6)$$

При больших углах представление полной разориентировки как векторной суммы горизонтальной и азимутальной составляющих неверно, так как в этом случае действия над

«векторами» разориентировки, как над обычными, производить нельзя.

Азимутальная составляющая разориентировки определяется при использовании микродифракций, если субзернам отвечают отдельные рефлексы. При расстоянии между рефлексами Δa

$$\Theta_a = \frac{\Delta a}{|\vec{r}_{hkl}|}, \quad (4.7)$$

где $\vec{r}_{hkl}$ — радиус-вектор рефлекса.

Угол разориентировки между субзернами определяется линейной плотностью дислокаций в субгранице. Для субграниц с малой разориентировкой, когда отдельные дислокации еще разрешаются, величину Θ определяют по формуле

$$\Theta = \frac{b}{L}, \quad (4.8)$$

где b — величина вектора Бюргерса; L — расстояние между дислокациями в субгранице.

Если на границе удастся наблюдать муаровый узор, угол разориентировки можно определить по формуле

$$\Theta = \frac{d_g}{D_m}, \quad (4.9)$$

где d_g — межплоскостное расстояние для действующего отражения $\vec{g}$; D_m — период муара (для муара вращения, соответствующего условию параллельности полос муара и вектора $\vec{g}$). При больших углах разориентировки отдельные полосы муара не разрешаются, но можно наблюдать экстра-рефлексы вблизи центрального пятна, ответственного за возникновение муара. Согласно теории муаровых узоров должны появляться экстра-рефлексы с вектором $|\Delta\vec{g}| \approx |\vec{g}|\Theta$, причем $\Delta\vec{g} \perp \vec{g}$. Измеряя длину $|\Delta\vec{g}|$ и $|\vec{g}|$, можно найти Θ . Примеры определения азимутальной разориентации и величины Θ по экстра-рефлексам приведены на рис. 4.5.

Одним из наиболее широко используемых в практике методов определения разориентировки субзерен является темнопольный метод. Он основан на обращении контраста

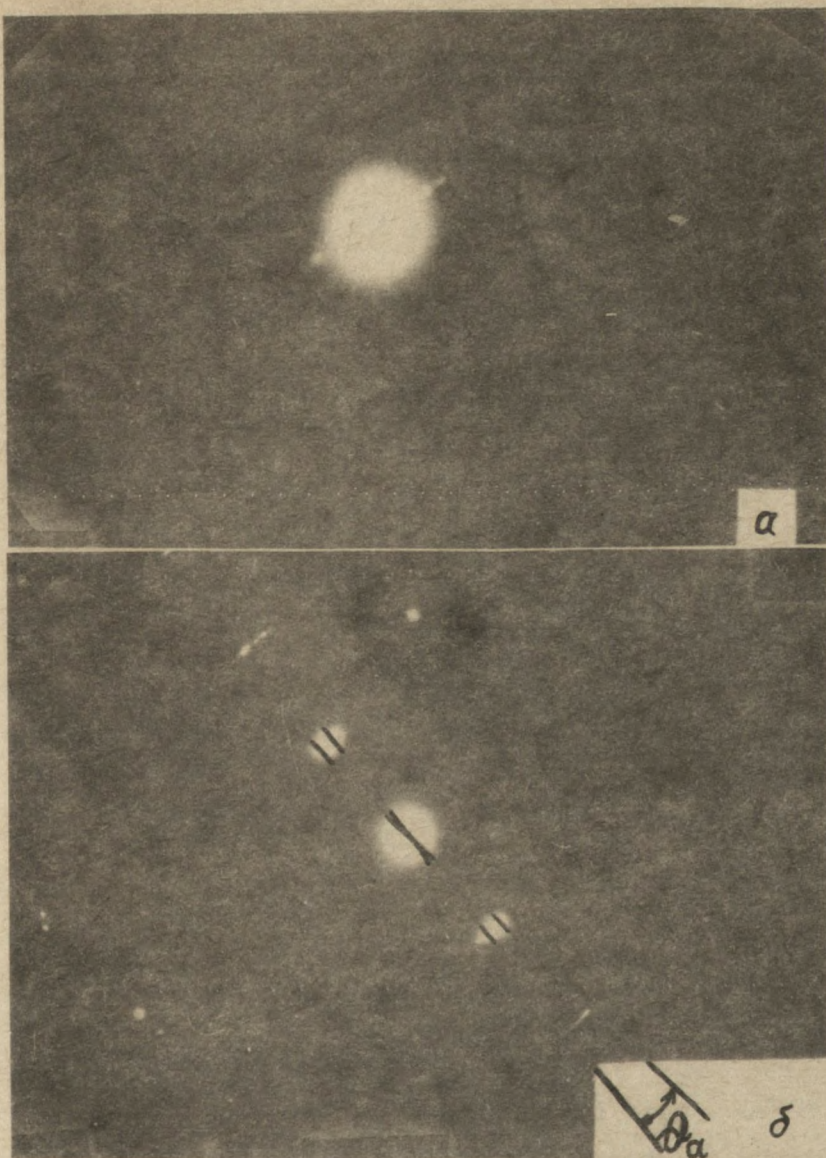


Рис. 4.5. Примеры определения угла разориентировки из анализа экстра-рефлексов вблизи центрального пятна (α соответствует углу около 8°) и измерений азимутальной разориентации (δ соответствует углу около 10°)

на темнопольном изображении при наклоне фольги в электронном микроскопе с гониометром. (При этом положение оси наклона в кадрирующей рамке должно быть определено заранее. Методы определения ее будут рассмотрены в гл. 5). Поскольку в точном брэгговском отражающем положении при одном действующем отражении может находиться только одно зерно, то интенсивность отражения от других субзерен будет определяться величиной отклонения от сферы Эвальда. Если изображение формируется при $\vec{g} = [110]$ (рис. 4.6) и только плоскости (110) субзерна В находятся

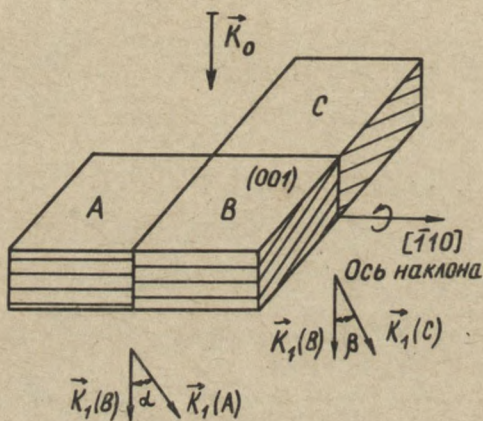


Рис. 4.6. Схема дифракции от образца, содержащего границы кручения и наклона

в точном отражающем положении, то субзерно В будет «ярким», а С — «темным». Если образец наклонить относительно оси $[110]$, чтобы узел $\vec{g} = [110]$ субзерна С вышел на сферу Эвальда, то субзерно С станет «ярким», а В — «темным». Это можно использовать для определения границ типа II (см. рис. 4.4, б). Более того, поскольку $\vec{g} = [110]$ перпендикулярно направлению $[110]$, оно является осью наклона. Угол наклона гониометра будет соответствовать точному углу разориентации. Подобным же образом обращается контраст и для субзерен Е и F, связанных субграницей типа III (рис. 4.4, в).

Описанный метод может быть обобщен на случай смешанной границы, но необходимо учесть смещение обратной решетки при наклоне образца. На рис. 4.7 схематически изо-

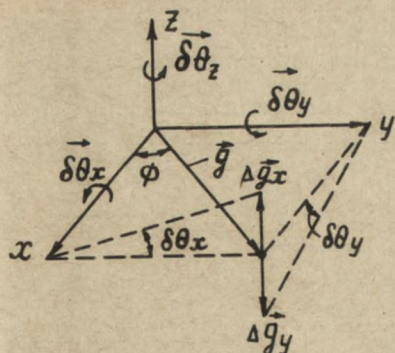


Рис. 4.7. Схематическое изображение смещения узла обратной решетки при наклоне образца

бражено смещение $\Delta \vec{g}$ для узла обратной решетки, лежащего в плоскости x, y , и для оси наклона, параллельной $\vec{x}$. Величины $\delta\theta_x, \delta\theta_y, \delta\theta_z$ (субграница типа I) являются разориентировками, обусловленными правым вращением вокруг осей $\vec{x}, \vec{y}$ и $\vec{z}$ соответственно, Φ — угол между осью $\vec{x}$ и вектором $\vec{g}$. В этом случае

$$\Delta \vec{g} = \Delta \vec{g}_x + \Delta \vec{g}_y = \vec{g} \sin \Phi \delta\theta_x - \vec{g} \cos \Phi \delta\theta_y. \quad (4.10)$$

Если при повороте на $\delta\theta_z$ вокруг оси $\vec{x}$ контраст обращается, тогда можно записать (при условии $\delta\theta_z = 0$)

$$\vec{g} \sin \Phi \delta\theta_z = \vec{g} \sin \Phi \delta\theta_x - \vec{g} \cos \Phi \delta\theta_y,$$

или

$$\delta\theta_z = \delta\theta_x - \cotg \Phi \delta\theta_y. \quad (4.11)$$

Например, для $\Phi = 90^\circ$ $\delta\theta_z = \delta\theta_x$, т. е. измеряемый экспериментально угол $\delta\theta_z$ есть угол разориентировки $\delta\theta_x$. Для определения $\delta\theta_x$ и $\delta\theta_y$ с использованием формулы (4.11) необходимо выполнить дважды эксперимент с наклоном при двух векторах $\vec{g}$, чтобы получить два значения $\delta\theta_z$ и Φ и рассчитать $\delta\theta_x$ и $\delta\theta_y$ из двух систем уравнений. При известных $\delta\theta_x$ и $\delta\theta_y$ полную горизонтальную разориентировку можно определить по формуле, аналогичной (4.6).

Темнопольный метод имеет существенные преимущества перед другими методами при очень малых размерах субзерен, а также при получении качественной информации о



Рис. 4.8. Пример определения угла разориентировки между субзернами по темнопольному изображению

типе субграниц. Кроме этого, он полезен при анализе разориентировки между группами субзерен.

На рис. 4.8 приведен пример определения разориентировки и типа субграниц в никелевом сплаве с полигонизованной субструктурой. Анализ показал, что участок границы АВ близок к границе чистого кручения, участки ВС, CD, DE между группами субзерен I и II являются границами смешанного типа. Наклон относительно одной оси в границе не позволяет выявить все направления осей поворотов для мелких субзерен. Для их выявления необходимо использовать вращение фольги вокруг оси $\vec{Z}$ с целью изменения положения оси наклона относительно кристаллической решетки образца. Использование этой возможности, предусмотренной в большинстве гониометрических устройств микроскопов, существенно увеличивает эффективность метода.



4.3. Методы исследования структур с непрерывно меняющейся ориентировкой¹

В практике электронно-микроскопических исследований часто встречаются случаи, когда необходимо оценить количественно изменение ориентировки вдоль некоторого направления при наличии непрерывного изменения ориентировки (границы разориентировки отсутствуют). Для этого также может быть применен темнопольный метод. Его использование основано на том, что при наклоне образца практически все экстинкционные контуры смещаются. Величина их смещения зависит от угла наклона фольги, кривизны решетки и изгиба фольги. (Последние два фактора необходимо разделять, что в некоторых случаях представляет сложную экспериментальную задачу).

¹ Раздел 4.3 написан совместно с А. Н. Тюменцевым

Оценку кривизны решетки проводят обычно при получении ряда темнопольных фотографий, отвечающих последовательным положениям контуров при наклоне фольги в электронном микроскопе. Удобно проводить измерения, перенося изображения контуров на кальку. По разности углов наклона между отдельными фиксированными положениями контура и величиной его смещения рассчитывают горизонтальную составляющую разориентировки между соответствующими участками, пользуясь формулами, приведенными в предыдущем разделе. Для определения азимутальной составляющей разориентировки можно проводить последовательную съемку микроэлектроннограмм с отдельных участков и измерять угол поворота вектора $\vec{g}$ при переходе от одного участка к другому.

При исследовании структур с непрерывно меняющейся ориентировкой важно различать собственно кривизну решетки, обусловленную обычно избыточной плотностью дислока-

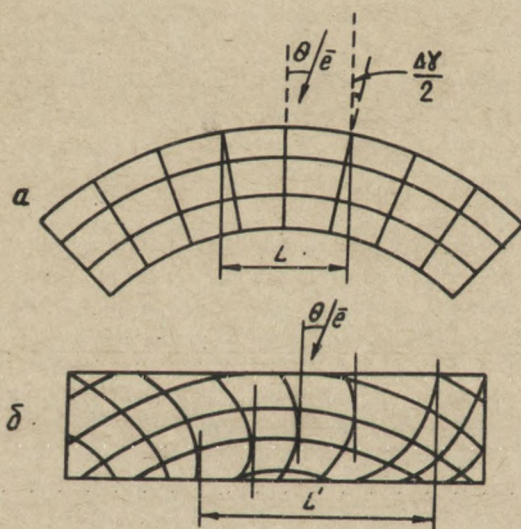


Рис. 4.9. Схема кристаллографических плоскостей в тонкой фольге в случае внешнего изгиба фольги (а) и «структурной» кривизны кристаллической решетки (б)

ций одного знака и присущую объемным образцам (назовем такую кривизну «структурной», рис. 4.9, б), и возможный изгиб тонкой фольги («изгибающая» кривизна, рис. 4.9, а). Последнее может быть следствием реакции тонкой пленки

на существующие в ней неоднородные внутренние напряжения, либо результатом повреждений, внесенных в процессе изготовления фольги. В общем случае это непростая экспериментальная задача. Одним из способов ее решения является анализ «азимутальной» кривизны решетки, которая не может быть связана с эффектами коробления тонких фольг и обусловлена исключительно «структурной» кривизной кристаллической решетки.

В случае большой кривизны кристалла (более $0,03 \text{ мкм}^{-1}$) можно применить другой способ разделения «структурной» и «изгибной» его кривизны, в основе которого лежит анализ ширины экстинкционных контуров.

При наличии только «изгибной» кривизны кристаллической решетки (см. рис. 4.9, а) ширина экстинкционного контура (L), соответствующего действующему отражению $\vec{g}(hkl)$, выражается формулой

$$L_{hkl} = \frac{\Delta\gamma_{hkl}\Delta\tau}{\Delta w_{hkl}}, \quad (4.12)$$

где $\Delta\gamma_{hkl}$ — угловой размер узла обратной решетки действующего отражения; $\Delta w/\Delta\tau$ — проекция горизонтальной компоненты кривизны решетки на направление вектора $\vec{g}(hkl)$; $\Delta w_{hkl} = \Delta\varphi \cdot \sin\beta$. Здесь $\Delta\varphi$ — изменение угла φ при наклоне образца в гониометре, а β — угол между вектором обратной решетки $\vec{g}(hkl)$ и проекцией оси наклона на плоскость дифракционной картины.

При наличии «структурной» кривизны решетки в общем случае помимо кривизны плоскостей, «параллельных» плоскости фольги, необходимо учитывать и кривизну плоскостей кристалла, ответственных за формирование дифракционного контраста и почти «параллельных» электронному лучу. При этом в выражение для L необходимо добавить расстояние (L' , рис. 4.9, б), на котором в фольге обнаруживаются слои с идентичной ориентировкой отражающих плоскостей. Выражение для ширины экстинкционного контура в этом случае запишется как

$$L_{hkl} = \frac{(\Delta\gamma_{hkl} + tK_r)\Delta\tau}{\Delta w_{hkl}}, \quad (4.13)$$

где K_r — горизонтальная составляющая кривизны отражающих плоскостей кристалла; t — толщина фольги. Зная

толщину фольги, по этой формуле можно оценить величину K_r . Для случая, когда фольга приблизительно нормальна направлению электронного луча, K_r не может быть связана с изгибом тонких фольг, а присуща массивным образцам и имеет связь со «структурной» кривизной кристалла.

Рассмотрим случай, когда экспериментально найденная на основе анализа смещений экстинкционного контура горизонтальная составляющая кривизны решетки ($\Delta w_{hkl}/\Delta g$) равна 30 град/мкм. Поскольку угловой размер узла обратной решетки составляет $\Delta \gamma_{hkl} \approx 0,5^\circ$, в случае «изгибной» кривизны фольги величина L , найденная по формуле (4.12), не должна превышать $L_{hkl} \approx 20$ нм. Если указанная кривизна является «структурной» и присуща ответственным за дифракционный контраст отражающим плоскостям кристалла, то при $t = 200$ нм по формуле (4.13) получим $L_{hkl} = 200$ нм.

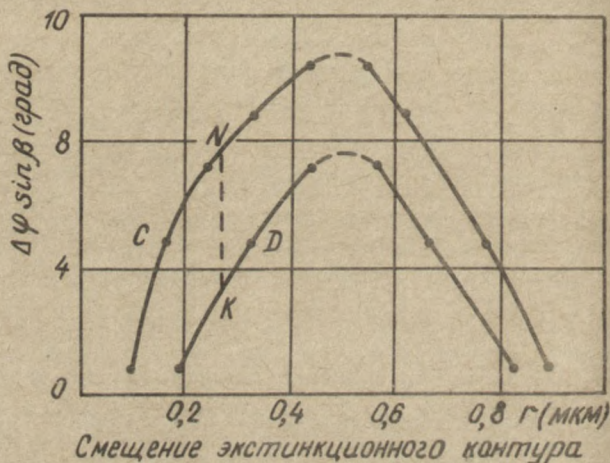


Рис. 4.10. Зависимость величины смещения границ экстинкционного контура от угла наклона гониометра (φ) на участке с высокой «структурной» кривизной кристалла

Приближенный анализ «структурной» кривизны «параллельных» электронному лучу отражающих плоскостей кристалла и плоскостей, «нормальных» падающему лучу электронов, удобно проводить с помощью построения зависимости величины смещения линий, ограничивающих положение экстинкционного контура, от величины $\Delta \psi \cdot \sin \beta$. Пример такой

зависимости приведен на рис. 4.10. Наклон кривых С и D (рис. 4.10) характеризует кривизну плоскостей, «нормальных» электронному лучу. В случае небольших углов наклона—это плоскости, «параллельные» плоскости фольги. Кривизну отражающих плоскостей при различных значениях θ можно оценить, разделив длину вертикальных отрезков, заключенных между линиями С и D, на толщину фольги.

4.4. Исследование дислокационной структуры субграниц

Электронно-микроскопическое исследование является наиболее информативным методом изучения дислокационной структуры малоугловых ($\theta < 5^\circ$) границ (субграниц) в кристаллических материалах. В тех случаях, когда изображения дислокаций в субгранице не перекрываются, анализ структуры и разориентировки на субграницах сводится к определению типов дислокаций, образующих субграницу, и кристаллографических плоскостей их залегания. Метод определения векторов Бюргера дислокаций изложен в главе 3.

В общем случае дислокационные субграницы в кристаллах представляют сетки из нескольких семейств дислокаций, лежащих в кристаллографических плоскостях, не обязательно являющихся плоскостями скольжения всех образующих их дислокаций, хотя плоскость скольжения дислокаций одного из семейств часто совпадает с плоскостью сетки или оказывается близка к ней. В тексте для краткости выражение «семейство дислокаций» будем заменять словом «дислокация».

Рассмотрим анализ типа субграниц в сплаве Ni—HfO₂. Для субграницы, представленной на рис. 4.11, вектор Бюргера одной из систем дислокаций субграницы А определяется однозначно из условий погасания и видимости дислокаций при действующих отражениях $\vec{g} = [11\bar{1}]$ и $\vec{g} = [020]$.

Для другой системы дислокаций $\vec{b}$ определяется неоднозначно; два вектора Бюргера отвечают одинаковому контрасту, т. к. эти векторы Бюргера дислокаций расположены симметрично относительно $\vec{g}$. Дислокации в субграницах отклонены от чисто винтовой ориентации, соответствующей условию $\vec{b} \parallel \vec{u}$ ($\vec{u}$ — направление линии дислокации), на угол

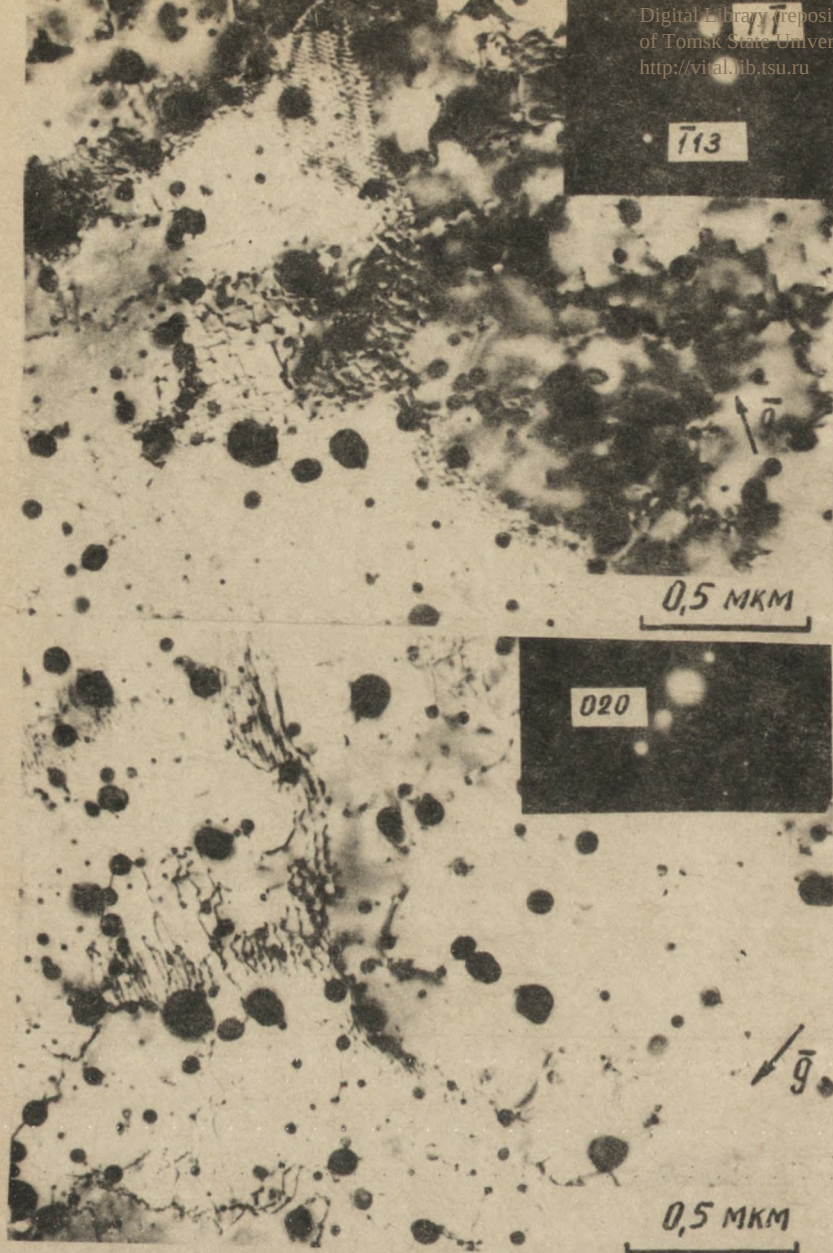


Рис. 4.11. Дифракционный анализ дислокаций в субгранице.

$a - \vec{g} = [11\bar{1}]$, виды дислокации $1/2 [10\bar{1}]$; $b - \vec{g} = [020]$, виды дислокации $1/2 [011]$ или $1/2 [110]$

около 30° . Поскольку границы чистого кручения могут быть образованы лишь чисто винтовыми дислокациями, то 30° -ная ориентация дислокаций свидетельствует о наличии как компоненты кручения, так и компоненты наклона с преобладанием компоненты кручения.

На рис. 4.12 приведена однорядная стенка дислокаций в кремнии. Значительное ослабление контраста на дислокациях стенки при отражении $[\bar{2}02]$ и его характер (рис. 4.12, б) позволяют заключить, что их вектор Бюргерса $\vec{b} \sim [101]$. Характерный слабый контраст на этих дислокациях при отражениях от плоскостей (111) и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ (рис. 4.12, в, г), имеющих общее направление $[101]$, подтверждает правильность определения их вектора Бюргерса.

Однозначное определение ориентировки фольги, содержащей стенку, может быть выполнено с помощью электронограммы (рис. 4.12, е), на которой одно сильное отражение $\vec{g}_1 = [\bar{4}22]$ принадлежит зоне с осью $\vec{z}_1 = [111]$, взятой по направлению электронного пучка, а другое сильное отражение $\vec{g}_2 = [11\bar{3}]$ — зоне с осью $\vec{z}_2 = [211]$. При выбранном обозначении дифракционных векторов $\vec{g}_1$ и $\vec{g}_2$, а следовательно, и направлений в кристалле произведения $\vec{g}_1 \cdot \vec{z}_2$ и $\vec{g}_2 \cdot \vec{z}_1$ оказываются отрицательными. Таким образом, кристаллографическим направлениям в фольге приписан правильный знак.

Рис. 4.12, д, соответствующий $s < 0$, позволяет определить обозначенные буквами В и Н точки выхода дислокаций на верхнюю и нижнюю поверхности фольги, толщина которой согласно рис. 4.12, б, соответствующему $s \approx 0$, — около $2500 \text{ \AA}$. Тогда, используя рис. 4.12, а, который, как и рис. 4.12, б, отвечает горизонтальному положению фольги, можно заключить, что дислокации ряда направлены примерно вдоль $[121]$ и являются, таким образом, почти краевыми, и плоскость залегания образованного ими ряда близка к $[101]$.

На рис. 4.13 изображена четырехугольная сетка дислокаций. Рис. 4.13, а, полученный при горизонтальном положении фольги, служит для определения кристаллографических направлений. Рис. 4.13, д, полученный в темном поле при $s > 0$, позволяет определить выходы дислокаций на верхнюю и нижнюю поверхности фольги. Однозначное определение ориентации фольги выполнено с помощью рис. 4.13, е, на кото-

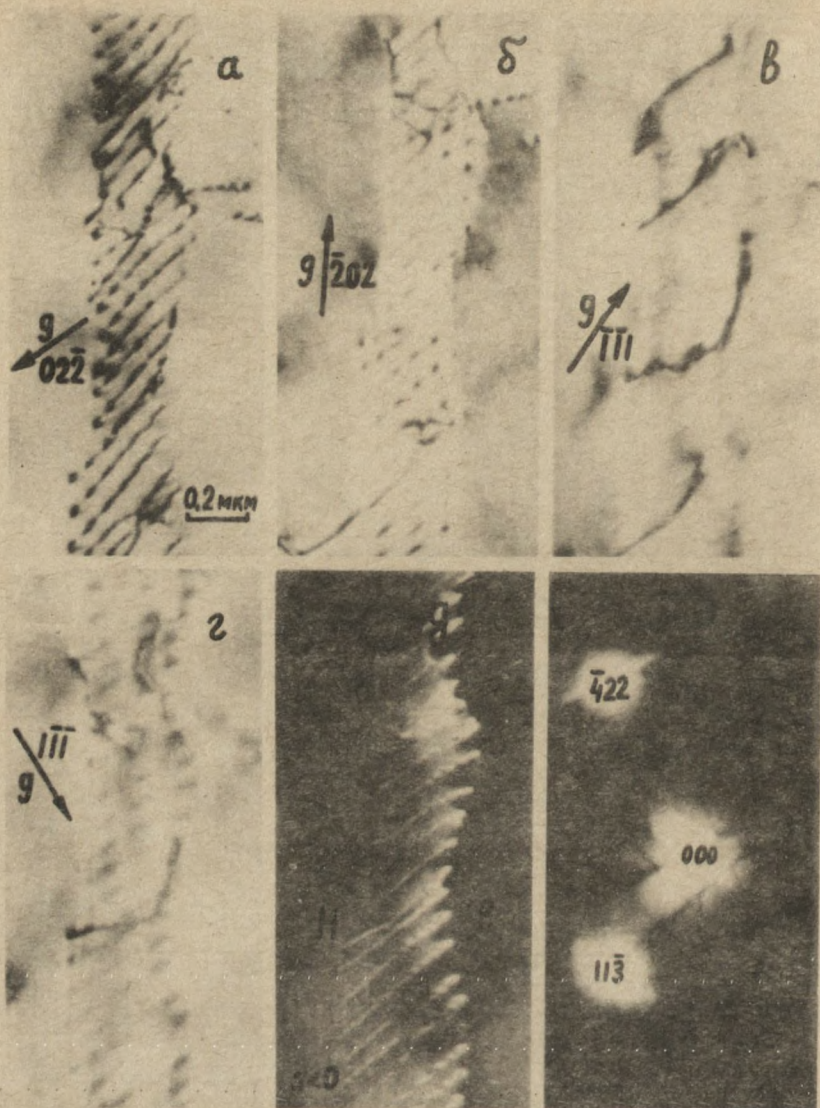


Рис. 4.12. Однорядная стенка краевых дислокаций. Плоскость стенки близка к (101), дислокации направлены примерно по [121], их вектор Бюргерса $\vec{b} \sim [101]$ а, в, г—светлое поле; б, д—темное поле (б— $S \approx 0$, д— $S < 0$)

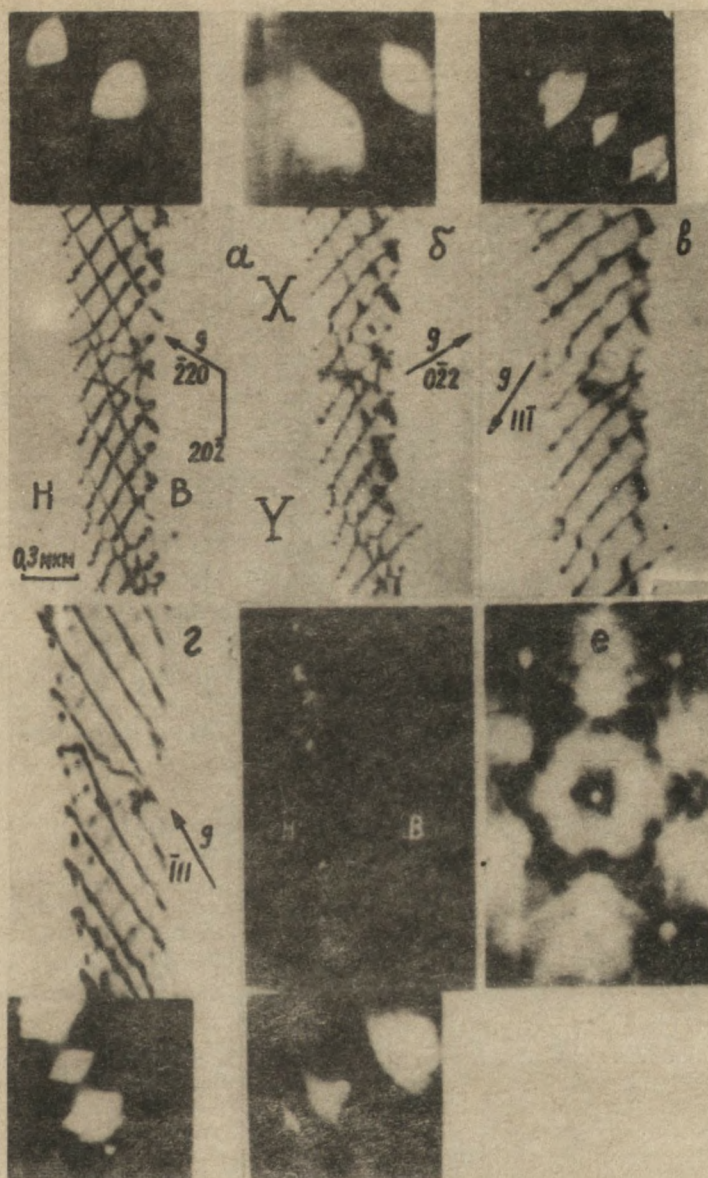


Рис. 4.13. Четырехугольная сетка дислокаций в германии.
Толщина фольги 3600 Å

ром изображена центральная область вокруг полюса $[111]$, содержащая линии Кикучи ненулевой Лауэ-зоны, образующие треугольники. Из рис. 4.13, б следует, что для одного семейства дислокаций сетки выполняется соотношение $\vec{g}\vec{b}=0$.

Вектор Бюргерса этих дислокаций $\vec{b}_1 \sim [011]$. Этот вывод согласуется также с рис. 4.13, в, согласно которому вектор Бюргерса этого семейства дислокаций параллелен одному из трех направлений: $[011]$, $[101]$ или $[110]$. Изображение дислокаций второго семейства имеет минимальную интенсивность при отражении $\vec{g} = [\bar{1}11]$. Следовательно, их вектором Бюргерса должен быть один из трех следующих векторов: $1/2 [101]$, $1/2 [0\bar{1}\bar{1}]$, $1/2 [110]$. Учитывая, что при отражениях $\vec{g} = [\bar{2}20]$ и $\vec{g} = [\bar{1}1\bar{1}]$ контраст на изображениях дислокаций второго семейства сильный, их вектор Бюргерса не лежит вдоль направлений $[110]$ и $[101]$. Следовательно, их $\vec{b}_2 = 1/2 [0\bar{1}\bar{1}]$. Дислокации первого семейства расположены вдоль $[111]$, дислокации второго семейства лежат примерно вдоль $[22\bar{1}]$ в области X и вдоль $[12\bar{1}]$ в области Y. Следовательно, первые являются 35° -ными сидячими дислокациями; вторые — примерно 20° -ные сидячие в области X и приблизительно 30° -ные скользящие в области Y. Сетка образует поверхность, которая примерно совпадает с плоскостью $(2\bar{1}2)$ в области X и плоскостью (101) в области Y.

4.5. Электронно-микроскопический анализ дислокационных петель

В дислокационной физике различают петли скользящие и призматические. У первых вектор Бюргерса лежит в плоскости их залегания, которая отвечает кристаллографической плоскости скольжения. У вторых он наклонен к ней или нормален ей. В последнем случае петля краевая. По своей природе призматические петли делятся на вакансионные и межузельные. Нередко первые называют петлями вычитания, вторые — петлями внедрения. Петли могут быть образованы как полными дислокациями, так и частичными. Петля частичной дислокации всегда содержит дефект упаковки.

К призматическим петлям как по природе, так и по характеру электронно-микроскопических (ЭМ) изображений

близки псевдодислокации, возникающие при сегрегации атомов примесей в ходе распада пересыщенных твердых растворов. ЭМ изображения призматических петель и полностью или частично когерентных пластинчатых выделений часто по своим особенностям аналогичны.

Характеристики дефектов могут изучаться на основе анализа их электронно-микроскопических изображений, которые определяются распределением смещений вокруг дефекта и условиями дифракции электронов. Правильный выбор дифракционных условий и учет параметров материала-объекта позволяют различать все упомянутые выше дефекты и изучить любые их характеристики с помощью ЭМ изображений и особенностей контраста на них. Ниже это демонстрируют ЭМ экспериментальные данные и соответствующие к ним пояснения.

4.5.1. Отличительные признаки изображений петель полных дислокаций, петель частичных дислокаций и пластинчатых выделений

Отличие изображений петель полных дислокаций от изображений петель Франка и пластинчатых выделений.

На изображениях, наклоненных к поверхности фольги петель частичных дислокаций и пластинчатых выделений, обычно наблюдается полосчатый контраст, характерный для изображений дефектов упаковки. Наличие или отсутствие его на изображениях позволяет отличать петли полных дислокаций от петель частичных дислокаций и от плоских выделений, вызывающих в матрице нормальные к своей плоскости залегания смещения.

На рис. 4.14 приведены темнопольные изображения петель полных (а) и частичной (б) дислокаций и светлопольное изображение выделения (в). Петли были получены в результате имплантации бора в кремний и последующего отжига. Они краевые призматические и имеют соответственные векторы Бюргерса $1/2\langle 110 \rangle$ и $1/3 [\bar{1}11]$ (петля А), нормальные плоскостям их залегания. Выделение возникло в ходе распада пересыщенного твердого раствора теллура в арсениде галлия. Оно расположено в плоскости (111). Плоскости залегания всех дефектов наклонены к поверхностям фольг. Как видно из рис. 4.14, полосчатый контраст наблюдается в случаях б и в, в случае а его нет.

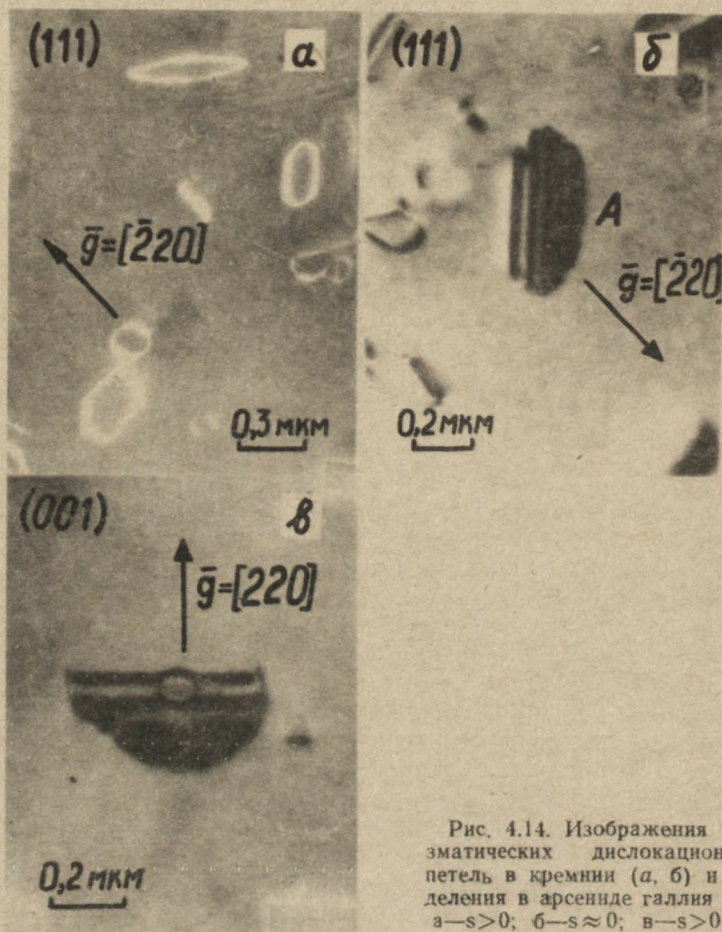


Рис. 4.14. Изображения призматических дислокационных петель в кремнии (*a*, *б*) и выделения в арсениде галлия (*в*):
a—*s*>0; *б*—*s*≈0; *в*—*s*>0

Наличие полосчатого контраста в случае *б* доказывает, что петля А — петля Франка с дефектом упаковки. Однако отсутствие этого контраста в случае *a* еще не означает, что петли, представленные на фотографии, из полных дислокаций. Действительно, из рис. 4.15 видно, когда одной и той же петле в кремнии отвечают изображения с наличием по-

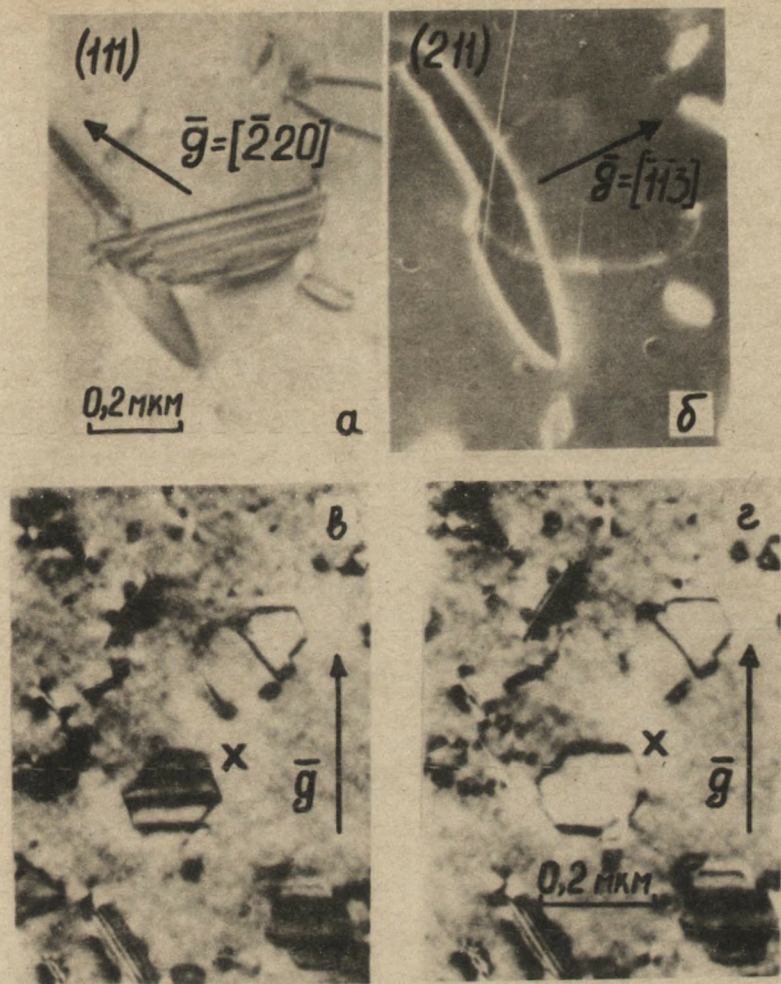


Рис. 4.15. Изображения петли Франка при разных дифракционных условиях (а, б) и петлю Франка и полной дислокации при одинаковых дифракционных условиях (в, г):

а — $s \approx 0$; б — $s < 0$; в, г — $s \geq 0$, плоскость фольги (110).
Светлое поле

лосчатого контраста (а) и без него (б). Петля была получена по указанной выше методике, лежит в плоскости (111), ее вектор Бюргерса $1/3 [\bar{1}\bar{1}1]$. Различие в ее изображениях

связано с использованием при ее анализе разных дифракционных условий: отражений (220) в случае (а) и ($\bar{1}\bar{1}3$) в случае (б). Таким образом, чтобы однозначно установить соответствие петли полной или частичной дислокации (рис. 4.14 и 4.15), недостаточно получить ее изображение в одном случайном рефлексе, а необходим анализ ее изображения в одном или нескольких, но заранее предопределенных рефлексах.

Это связано с тем, что для петель, как и для других дефектов, фазовый угол α , определяющий контраст, равен $2\pi gR$. И если дифракционные условия таковы, что $gR=0$ или целому числу, то полосчатый контраст от дефекта упаковки в петле не возникает. А при других отражениях g он наблюдается. Напомним, что в ковалентных кристаллах кремния дефекты упаковки характеризуются смещением $\bar{R}=1/3\langle 111 \rangle$, которое и предопределяет заранее необходимость использовать те или иные рефлексы.

В то же время необходимо иметь в виду, что в процессе наблюдения петель Франка в электронном микроскопе может пройти сдвиг в плоскостях петли. Тогда дефекты упаковки исчезают, а петля Франка превращается в петлю полной дислокации в соответствии с реакцией $1/3\langle 111 \rangle + +1/6\langle 112 \rangle = 1/2\langle 011 \rangle$. Это видно из рис. 4.15, в и г, где одной и той же петле, обозначенной X, при одном и том же $g=[002]$ отвечают изображения как с дефектом упаковки (в), так и без него (г). Петля была получена в результате облучения меди в высоковольтном электронном микроскопе.

Для кристалла, содержащего плоское выделение, интенсивность прямой волны в случае точного брэгговского рассеяния описывается выражением (3.48). Видно, что полосчатый контраст будет возникать в случае выделения, наклоненного к поверхности фольги. Его описывает второй член уравнения. Первый его член отражает влияние толщины фольги. Как и ранее, полосчатого контраста не будет, если $gR=0$ или целому числу (или близко к ним).

На рис. 4.16 даны изображения выделений в арсениде галлия, легированного теллуром. Как видно, полосчатый контраст для выделения А наблюдается при отражениях (220) и ($3\bar{1}\bar{1}$). Для выделения Б он имеется только при $g=[220]$ и его нет при $g=[3\bar{1}\bar{1}]$.

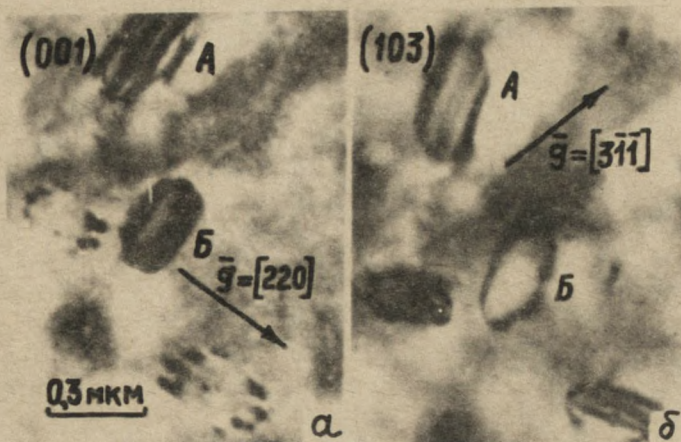


Рис. 4.16. Изображения богатой теллуром фазы в GaAs.
Светлое поле. Плоскости фольги:
а — (001); б — (103)

Обсуждаемый контраст не наблюдается и тогда, когда петля частичной дислокации или плоское выделение параллельны поверхности фольги или мало наклонены к ней, и глубины залегания различных их участков различаются меньше, чем экстинкционная длина. Примером служат изображения петель Франка на рис. 4.17. Петли возникли при имплантации фосфора в кремний и последующем отжиге. Они лежат в плоскости (111) под углом 3° к поверхности фольги, их $\vec{b} = 1/3 [111]$. Видна разница в интенсивности волны для областей внутри и вне петель. Видно также, что каждая петля расположена в интервале глубин, не превышающем t_g .

Различие в интенсивностях для областей внутри и вне петель может быть связано и с «хвостами интенсивности», которые отвечают достаточно удаленным от ядра дислокаций участкам профилей интенсивности прямой или дифрагированной волн на изображениях дислокаций (см. раздел 3.3.3). Рис. 4.18 демонстрирует этот эффект на примере призматических петель с $\vec{b} = 1/2 \langle 110 \rangle$. Петли возникли в кремнии при ионной имплантации бора и последующем отжиге.

Наличие двух разных причин, приводящих к обсуждаемому эффекту, исключает идентификацию петель Франка и

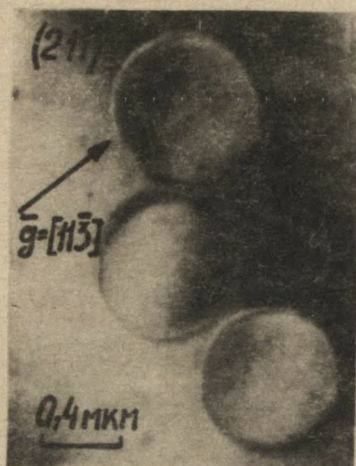


Рис. 4.17. Изображения петель Франка в светлом поле при $\bar{g}=[11\bar{3}]$ и $s \approx 0$. Плоскость фольги (211)

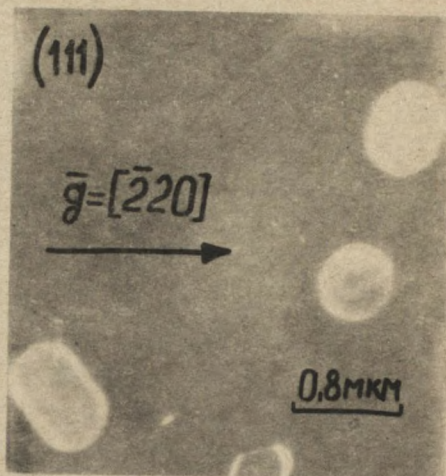


Рис. 4.18. Изображение призматических петель полных дислокаций. Темное поле, $s > 0$

выделений на основе различия в соответствующих интенсивностях волн.

Возможности идентификации изображений петель частичных дислокаций и пластинчатых выделений.

Согласно уравнению (3.48) изображения пластинчатого выделения и дефекта упаковки внутри дислокационной петли Франка в силу различия в $\bar{R}$ могут отличаться лишь амплитудой колебаний интенсивности. Но достаточно точное измерение интенсивности практически невозможно, поскольку сказывается влияние многих реально неучитываемых факторов. Поэтому невозможна однозначная идентификация одиночных включений и петли Франка лишь на основе анализа полосчатого контраста на изображениях этих дефектов.

Однако такой анализ позволяет различать эти дефекты, если на их изображениях наблюдаются участки с частичным перекрытием одинаковых дефектов. Действительно, во-первых, полосы на изображениях одиночных и двух перекрывающихся и расположенных близко друг к другу одинаковых дефектов упаковки будут смещены так, что светлой полосе на изображении одиночного дефекта будет соответствовать

темная полоса на изображении перекрывающихся дефектов, и наоборот. На изображениях трех перекрывающихся одинаковых дефектов упаковки полосчатый контраст будет отсутствовать. Во-вторых, полосчатым изображениям одиночного дефекта упаковки и двух перекрывающихся будет соответствовать одинаковая амплитуда колебаний интенсивности.

На изображениях одиночного или двух перекрывающихся включений (или, что то же самое, на изображениях включений, различающихся вдвое по толщине) одинаковая амплитуда колебаний интенсивности для полосчатого контраста реализуется лишь тогда, когда параметр α кратен $2\pi/3$. В иных случаях, а их большинство, рассматриваемые амплитуды не совпадают. Последнее обстоятельство и дает возможность отличить частично перекрывающиеся пластинчатые выделения от частично перекрывающихся дефектов упаковки в петлях.

Заметим, что указанное выше уравнение получено без учета аномального поглощения. Эффекты аномального поглощения ведут к тому, что амплитуда колебаний интенсивности на участках изображения, соответствующих разной глубине залегания дефекта, различна, и участкам, расположенным в приповерхностных областях, соответствует большая амплитуда колебаний интенсивности, чем участку, расположенному в середине фольги. Поэтому при сопоставлении изображений, обладающих полосчатым контрастом, для одного и двух перекрывающихся дефектов необходимо сравнивать изображения участков, расположенных на одинаковой глубине.

На рис. 4.19, а изображены дислокационные петли Франка в кремнии. Они лежат в плоскости (111), наклоненной к поверхности фольги под углом, приблизительно равным 3° . Изображения соответствуют действующему отражению (11 $\bar{3}$) и $s=0$. На участках, отвечающих изображениям перекрывающихся петель, полосы смещены относительно положений этих же полос для единичных дефектов. Амплитуда колебаний интенсивности на изображениях полос смещения зависит от глубины залегания в фольге участка петли, ответственно го за формирование данной полосы. Эта амплитуда на изображениях участков единичных и перекрывающихся петель, расположенных на разной глубине, приблизительно одинакова.

На рис. 4.19, б приведено изображение выделения богатой теллуром фазы в арсениде галлия. Оно лежит в плоско-

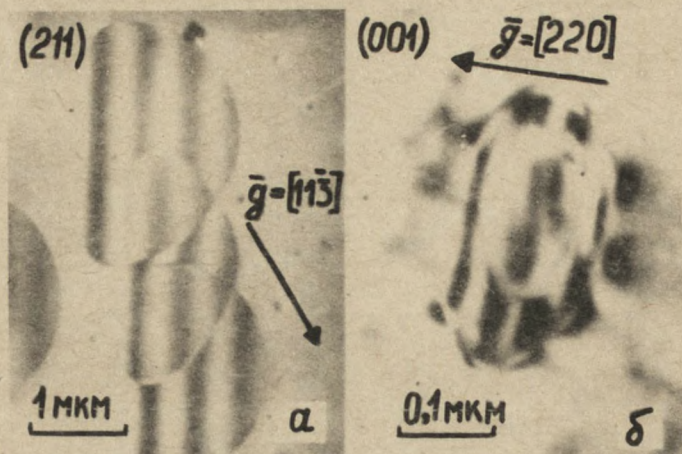


Рис. 4.19. Светлопольные изображения петель Франка (a — плоскость рисунка (211)) и выделения в GaAs, легированном Te (b — плоскость рисунка (001))

сти (111) или (11 $\bar{1}$). Изображение соответствует отражению (220). При $s \approx 0$ в центральной части выделения его толщина удваивается скачком. Полосчатый контраст проявляется для «тонкого» участка выделения и для более «толстой» центральной части. Светлые линии на изображении тонкого участка выделения переходят в темные на изображении утолщенного участка. Видно, что амплитуды колебаний интенсивности на изображениях участков выделения разной толщины не равны. Характер контраста на рис. 4.19 полностью соответствует предсказаниям теории и служит веским основанием для утверждения, что на рис. 4.19, a изображены петли Франка, а на рис. 4.19, b — выделения.

4.5.2. Определение направления вектора Бюргерса петель

Основы анализа. В основе определения векторов Бюргерса больших дислокационных петель лежат расчеты изображения прямолинейных дислокаций в рамках двухлучевой динамической теории контраста (см. разд. 3.3.4). В изотропном приближении из расчетов видно, что при выполнении условия $\mathbf{g}\mathbf{b}=0$ дислокации или не наблюдаются, или им отвечает так называемый остаточный контраст. Послед-

ний наблюдается на изображениях краевых и смешанных дислокаций и может быть значительным. Он связан с нормальной плоскостью скольжения дислокации компонентой поля смещений вокруг дислокационной линии. Для призматической петли краевой ориентации, плоскостью скольжения которой является цилиндрическая поверхность с образующей, параллельной направлению вектора Бюргерса, эти смещения радиальны.

Полное исчезновение изображения дислокации возможно только при отражениях, которым отвечает дифракционный вектор, параллельный дислокационной линии. Но изображение дислокации может практически отсутствовать, когда угол между направлениями дислокации и дифракционного вектора меньше некоторого критического, которому согласно расчетам отвечает $m \leq 0,08$. Однако такую ситуацию удастся реализовать крайне редко. Следовательно, чтобы определить направление $\bar{b}$, надо использовать два условия погасания контраста на дислокации и суметь различить нормальный (когда $\bar{g}\bar{b} \neq 0$) и остаточный контрасты. В случае анизотропных материалов анализ направления $\bar{b}$ встречает существенные дополнительные трудности.

В случае дислокационных петель при $\bar{g}\bar{b} = 0$ остаточный контраст наблюдается всегда, поскольку имеется ненулевая компонента поля смещений $\bar{R}$ в направлении $\bar{g}$. В силу зависимости от m на изображении дислокационной линии, во-первых, участки петли, нормальные $\bar{g}$, имеют максимальный контраст, а параллельные $\bar{g}$ — нулевой; во-вторых, при $s=0$ противолежащие участки петли, нормальные $\bar{g}$, имеют контраст противоположного знака. Зависимость от x^2 ведет к симметрии изображения относительно ядра дислокации. Изображение состоит из двойных дуг. При изменении знака $\bar{g}$ контраст каждой дуги меняется на противоположный, но положение дуг относительно центра дислокации остается постоянным.

Влияние дислокаций изображения ведет к тому, что две однотипные петли, расположенные у верхней и нижней поверхностей фольги, на светлопольном изображении имеют контраст противоположного знака. При переходе к темнопольному изображению петля, лежащая в верхней половине фольги, сохраняет знак контраста, а петля, расположенная в нижней части фольги, из-за эффектов аномального погло-

щения меняет знак контраста на обратный. По этим же причинам изображение дислокации, пересекающей обе поверхности фольги, в темном поле при $(\bar{g}\bar{b})=0$ и $s=0$ симметрично относительно точки, соответствующей $z=t/2$, где t — толщина фольги. Следовательно, если в рамках качественного объяснения методики не учитывать вызываемого аномальным поглощением ослабления контрастности изображений дислокаций, расположенных в средней части фольги, то на темнопольных снимках особенности контраста не зависят от положения дислокационных петель по глубине в кристалле, а определяются только взаимной ориентацией дифракционного вектора и вектора Бюргерса.

Ориентация изображения относительно $\bar{g}$, симметрия двойных дуг по отношению к оси дислокационной линии, сохранение положения изображения на светлопольных снимках при изменении знака $\bar{g}$, симметрия темнопольных изображений наклонных дислокаций относительно средней точки, отвечающей середине фольги, позволяют отличить остаточный контраст от эффектов, возникающих при $(\bar{g}\bar{b}) \neq 0$ как при $s=0$ (асимметричное аномально широкое изображение) так и при $s \neq 0$ (различная интенсивность темнопольных изображений участков дефекта, расположенных у верхней и нижней поверхностей фольги). Зависимость знака контраста от параметра m позволяет использовать его особенности для определения типа призматических дислокационных петель. При этом на темнопольных снимках для петель вакансионного типа крайние полосы дуги, расположенной в положительном направлении $\bar{g}$, наблюдаются светлыми, а в отрицательном направлении — темными; для петель внедренного типа последовательность черно-белого контраста обратная².

Необходимо отметить, что, как показали расчеты и эксперименты, при определенной комбинации z , $\bar{b}$, n , $\bar{g}$, s и z_0 при $\bar{g}\bar{b} \neq 0$ могут наблюдаться изображения, которые подобны характерным изображениям при $\bar{g}\bar{b}=0$. Но такой кажу-

² Здесь и ниже имеется в виду контраст на позитиве и считается, что $\bar{g}$ проведен из точки, расположенной на снимке внутри изображения петли, подобно тому, как это сделано на рис. 4.20. В случае использования больших $\bar{g}$ внутренняя структура дуг может не различаться.

щийся остаточный контраст можно отличить от действительного остаточного контраста, используя инвариантность последнего при наблюдении петли в отражениях $+g$ и $-g$, сохраняя параметр s постоянным.

Экспериментальное определение направления $\bar{b}$. Некоторые особенности применения проявлений остаточного контраста для анализа дислокационных петель иллюстрируются следующими примерами. На рис. 4.20 приведены светлопольные (а) и темнопольные (б, в) изображения дислокационных петель Франка, полученных при ионной имплантации фосфора в кремний и отжиге. Анализируемые петли имеют размеры около 5 мкм и расположены в участке фольги толщиной 6500 А. Петля А лежит у верхней поверхности фольги (знак контраста при переходе от светлопольного к темнопольному изображению при постоянном g не меняется), петля Б — у нижней поверхности (изменение характера контраста при переходе к темнопольному изображению от светлопольного при постоянном g).

При изменении знака g на темнопольных изображениях (рис. 4.20, б, в) контраст петель меняется на обратный в силу зависимости от параметра m . Симметрия изображений дислокационных линий относительно их центров и постоянство положений изображения при изменении знака g свидетельствуют о том, что контраст (рис. 4.20) обусловлен радиальными смещениями при $(g\bar{b})=0$. В положительном направлении $\bar{g}$ у петель (рис. 4.20, б, в) внешние полосы светлые, следовательно, эти петли вакансионного типа. Угол между нормалью к плоскости фольги³ и направлением $[111]$ для образца в случае рис. 4.20 составляет $3,5^\circ$, поэтому на изображениях петель наблюдаются осцилляции. На всех участках изображений дислокационных линий, простирающихся от поверхностей вглубь фольги на протяжении почти $4 t_g$, знак контраста соответствующих ветвей остается постоянным и определяется однозначно.

Методика определения природы петель по проявлениям остаточного контраста может быть рекомендована также для петель, залегающих в наклонных плоскостях. Если нормаль к плоскости залегания петли составляет с нормалью к плоскости фольги угол $\gamma < 30^\circ$, то для петель, размеры ко-

³ Здесь и ниже имеется в виду, что плоскость фольги нормальна пучку электронов.

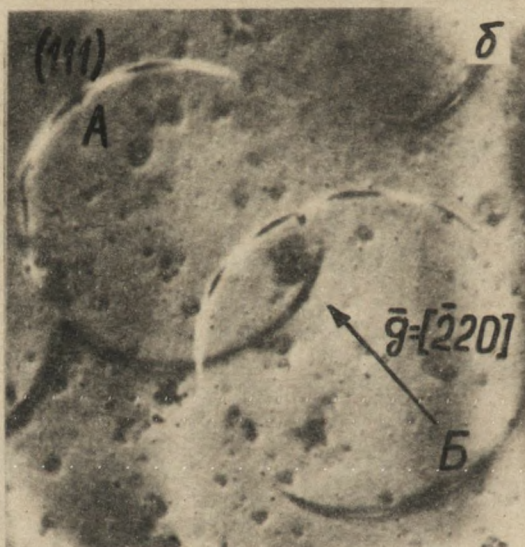
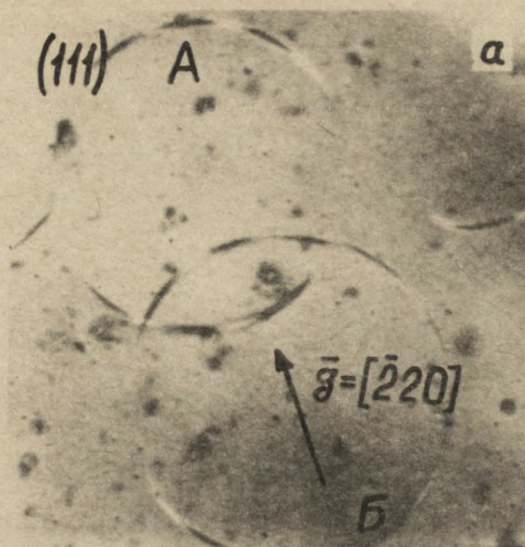
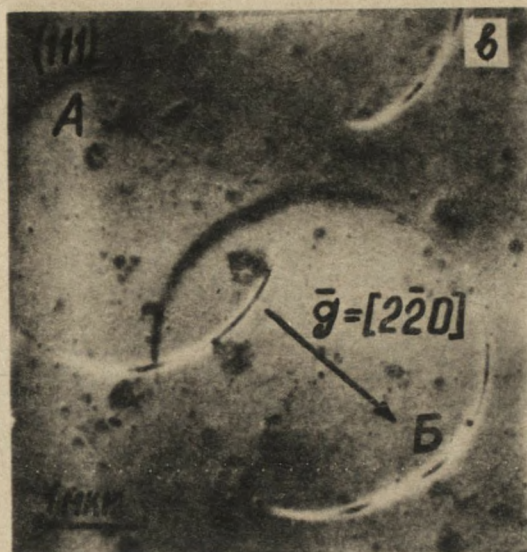


Рис. 4.20. Изображения дислокационных петель Франка:

а — светлопольные в рефлексе $(\bar{2}20)$ при $s \approx 0$;
б — темнопольные в рефлексе $(\bar{2}20)$ при $s \approx 0$;



в — темнопольные в рефлексе (220) при $s \approx 0$

торых подчиняются условию $D \sin \gamma \leq 1/2 t_g$ $D \sin \gamma \leq t_g$ для толстых фольг, при $(\vec{g}\vec{b}) = 0$ сохраняется характер контраста, свойственный петлям, залегающим в плоскости фольги.

Петли, представленные на рис. 4.21, краевые, они имеют вектор Бюргерса $1/2 [101]$ и залегают в плоскости (101) (угол между нормалью к плоскости петли и направлением пучка электронов составляет около 35°). Симметрия изображений относительно осей дислокационных линий позволяет характеризовать контраст на изображениях петель как остаточный. Ориентация светлых и темных деталей изображений на рис. 4.21, а, б относительно направления дифракционного вектора позволяет определить тип петель. На рис. 4.21, а — петля вакансионная, а на рис. 4.21, б — петля внедрения. Изображения отвечают случаю $(\vec{g}\vec{b}) = 0$ при $s = 0$. Петли были получены в кремнии при имплантации бора и последующем отжиге.

Если $D \sin \gamma > 1/2 t_g$ $D \sin \gamma > t_g$ для толстых фольг, то на ветвях изображения петли наблюдаются осцилляции контраста, как это уже отмечалось при обсуждении рис. 4.20. Для углов $\gamma < 30^\circ$ изображения петель аналогичны представленным на рис. 4.20, методика определения типа петель приве-

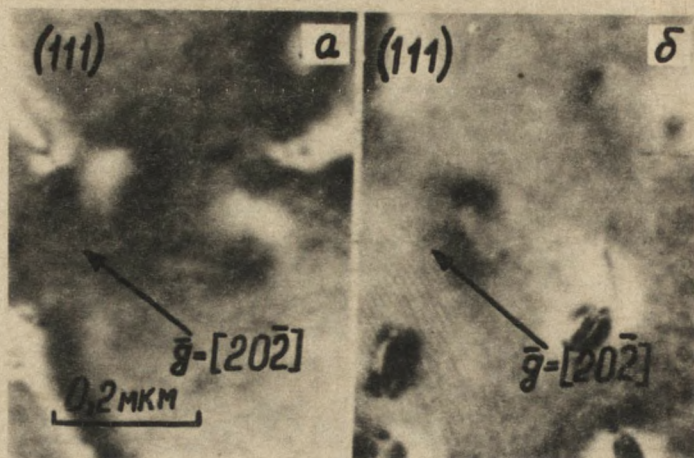


Рис. 4.21. Темнопольные изображения призматических петель с векторами Бюргерса $1/2 [101]$ и плоскостями залегания (101) в рефлексах $(20\bar{2})$ при $s=0$:

а — петля краевая вакансионного типа; б — краевая внедренного типа. На изображениях ветви, соответствующие петле, указаны стрелками

дена при описании этого рисунка. Когда $30^\circ < \gamma < 60^\circ$, вокруг изображений дислокаций видны ореолы, знак контраста которых определяется знаком параметра m , а на самих изображениях дислокаций преобладает контраст того же знака, что у окружающих их ореолов (рис. 4.22). Если $\gamma > 60^\circ$, то

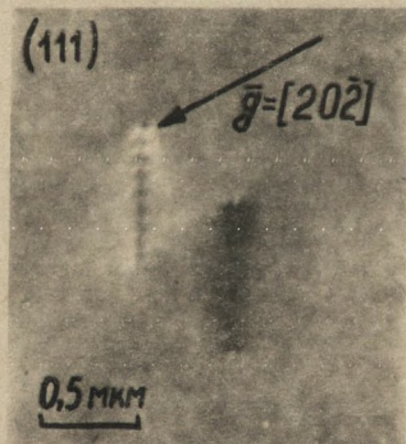


Рис. 4.22. Темнопольное изображение призматической петли с вектором Бюргерса $1/2 [101]$ и плоскостью залегания (101) в рефлексе $(20\bar{2})$ при $(gb)=0$ и $s=0$ (верхняя и нижняя части петли удалены в процессе препарирования). Петля краевая вакансионного типа

ореолы на изображениях дислокаций ослабевают. Однако и в этом случае тип петли может быть определен, поскольку изображения противолежащих ветвей петли имеют заметно различающиеся интенсивности и противоположный порядок следования осциллирующего контраста (рис. 4.23). Темнопольные изображения на рис. 4.22 и 4.23 практически симметричны относительно точек, соответствующих $z=t/2$; эти изображения обусловлены остаточным контрастом. Ориентация остаточного контраста относительно направления $\bar{g}$ для петель (рис. 4.22, 4.23) соответствует ориентациям для петель, имеющих вакансионную природу. Петли, соответствующие этим рисункам, получены имплантацией фосфора в кремний и последующим отжигом.

Влияние величины s . Характер остаточного контраста существенно зависит от величины s . Влияние больших отклонений от точного отражающего положения проявляется различным образом в случаях толстых ($t > 5t_g$) и тонких ($t < 3t_g$) кристаллов. В случае толстых кристаллов при больших s темнопольный остаточный контраст наблюдается в виде двух светлых дуг. Далеко не всегда удается установить, что изображение каждой дуги состоит из двух линий, симметричных относительно центра дислокации. Интенсивность одной из дуг может быть больше, чем интенсивность второй, тогда изображение дислокационной петли внешне напоминает ее изображение при $(\bar{g}\bar{b}) \neq 0$ и $s \neq 0$ в темном поле.

На рис. 4.24 представлено изображение при различных значениях s для вакансионной петли в фольге толщиной $7t_g$. В случае тонких кристаллов при больших s контраст обусловлен чисто кинематическими эффектами; изображение одной из дуг значительно интенсивнее изображения второй дуги. Более интенсивное изображение всегда, а менее интенсивное—очень часто сохраняют симметрию относительно центра дислокации. Внешне картина сходна с картиной при $\bar{g}\bar{b}=0$ и $s=0$. Однако в этом случае ориентация черного-белого темнопольного контраста зависит не только от взаимной ориентации $\bar{g}$ и $\bar{b}$, но и от знака и величины параметра s . Эта ситуация отражена на рис. 4.25, на котором представлены изображения вакансионной петли, залегающей в фольге толщиной $2t_g$, при различных значениях s . Таким образом, во избежание ошибок при определении типа петель с помощью рекомендуемой методики необходимо тщательно

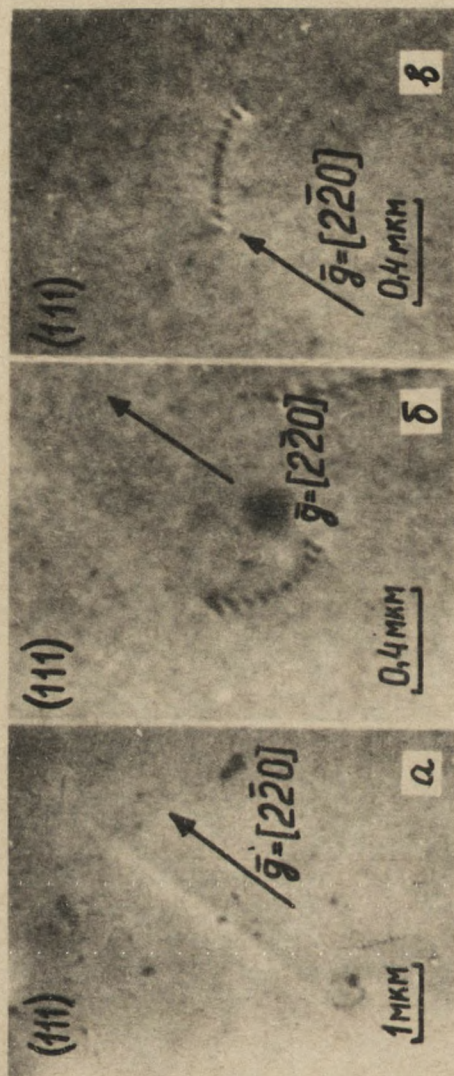


Рис. 4.23. Темнопольные изображения вакансионной цепи Фрэнка с вектором Бюргерса $1/3 [111]$ и плоскостью залегания (111) в рефлексе (220) при $(gb) = 0$ и $s = 0$: а — различаются ореолы с контрастом противоположного знака; б, в — изображения при большем увеличении

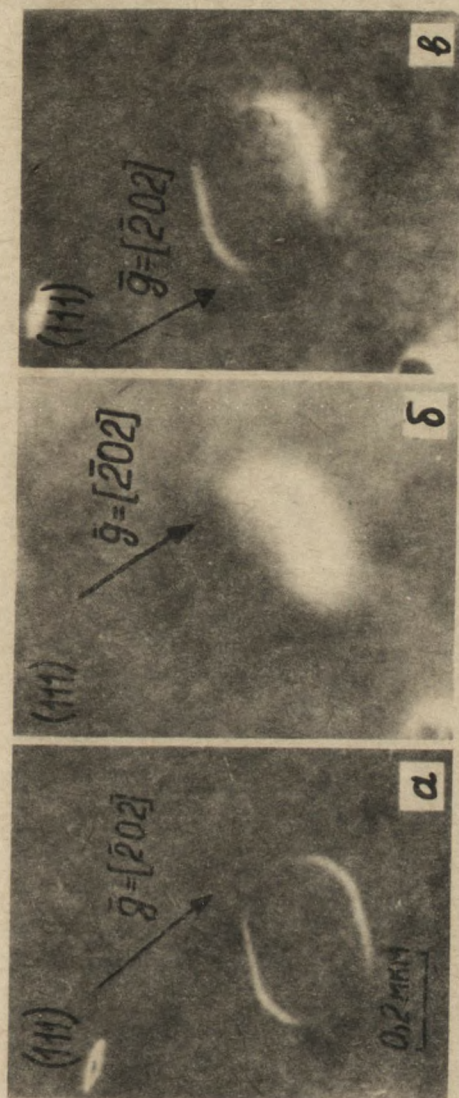


Рис. 424 Темнопольные изображения вакуционной петли Фрэнка с вектором Бюргерса $1/3[111]$ и плоскостью залегания (111) в рефлексе (202) , толщина фольги $7 t_g$:
а — $s > 0$; б — $s = 0$; в — $s < 0$

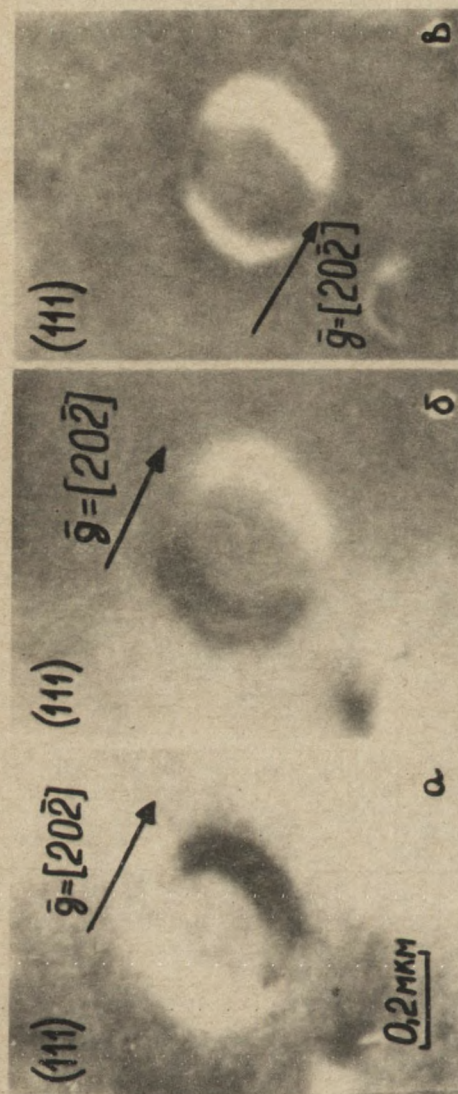


Рис. 4.25 Темнопольные изображения петель Фрэнк-накренского типа с вектором Бюргера $1/3[111]$ и плоскостью залегания (111) в рефлексе (202) , толщина фольги 2μ :
а — $s > 0$; б — $s \approx 0$; в — $s < 0$

следить за величиной параметра s . Петли (см. рис. 4.24 и 4.25) возникли в кремнии при ионном внедрении бора и последующем отжиге.

Рекомендуемая последовательность операций для нахождения направления $\bar{b}$. Укажем последовательность операций, рекомендуемую при определении природы призматических дислокационных петель с помощью остаточного контраста при $(\bar{g}\bar{b})=0$ и $s=0$. С этой целью необходимо:

1) установить рефлекс, соответствующий условию $(\bar{g}\bar{b})=0$, по следующим признакам: а) для дислокаций, лежащих в плоскости фольги, — это симметрия изображения дуг относительно дислокационных ядер, постоянство положения изображений на светопольных снимках при изменении знака $\bar{g}$, ориентация контраста относительно дифракционного вектора $\bar{g}$; б) добавочным признаком для дислокаций в наклонных плоскостях, пересекающих обе поверхности фольги, является наличие симметрии изображения относительно точки с координатой $t/2$ в темном поле и асимметрии — в светлом;

2) на темнопольном позитивном снимке в рефлексе, соответствующем $\bar{g}\bar{b}=0$ при $s=0$, определить последовательность расположения темных и светлых полос изображения ветвей дислокационной петли относительно направления дифракционного вектора $\bar{g}$;

3) определить природу петли в соответствии с правилом: для петель вакансионного типа крайние полосы дуги, расположенной в положительном направлении $\bar{g}$, должны быть светлыми и в отрицательном — темными, для внедренных петель, наоборот, в положительном — темными и в отрицательном — светлыми.

Необходимые предосторожности при анализе направления $\bar{b}$. Рассматриваемые выше изображения петель, на которых наблюдается остаточный контраст, отвечают условию $(\bar{g}\bar{b})=0$ и только одному действующему рефлексу с малой величиной $|\bar{g}|$. Их необходимо отличать от изображений петель, полученных в рефлексах, соответствующих большим значениям $|\bar{g}|$ и $(\bar{g}\bar{b}) \neq 0$, и от изображений петель, отвечающих одновременному действию нескольких несистематических отражений. Действительно,

по мере возрастания абсолютной величины ($\overline{gb}$), когда вектор Бюргерса не лежит в отражающей плоскости и действует только одно отражение, изображение дислокационной линии, во-первых, становится шире, во-вторых, может представляться в виде не одной линии, а нескольких линий разной интенсивности, в-третьих, становится малозаметным ввиду снижения интенсивности действующего отражения. Такое размытое, ослабленное и часто раздвоенное изображение дислокации в некоторых случаях может быть ошибочно принято за изображение ее в условиях $\overline{gb}=0$.

Поэтому надо с большой осторожностью относиться к выбору отражений, используемых для наблюдения остаточного контраста. Так, в случае кристаллов с кубической границентрированной решеткой не следует, по возможности, пользоваться отражениями с $\overline{g}=\langle 311 \rangle$. На рис. 4.26 приведено изображение петли Франка, возникшей в кремнии в результате ионной имплантации бора и последующего отжига. Петля лежит в плоскости (111), параллельной поверхности фольги, и при отражениях, соответствующих зоне [111], ее изображение отвечает остаточному контрасту (рис. 4.26). На рис. 4.26, б представлено изображение этой же петли в рефлексе ($\overline{133}$), для которого ($\overline{gb}$) $\neq 0$. Изображение в этом отражении широкое и размытое, контраст внешне подобен контрасту, характерному для случая ($\overline{gb}$) = 0 при $s \neq 0$ для толстых фольг (см. рис. 4.24, а).

При анализе петель Франка важно учитывать следующее: нормальный контраст на их изображениях наблюдается в условиях, отвечающих $\overline{gb}=\pm 4/3$; при $\overline{gb}=\pm 1/3$ петли не видны или контраст на их изображениях слишком слаб (см. рис. 4.26, б); при $\overline{gb}=+2/3$ им отвечают нормально контрастные изображения, но при $\overline{gb}=-2/3$ их изображения очень слабые и они практически не видны при достаточно больших $W=st_c$. Контраст при $|\overline{gb}|=1/3$ и $|\overline{gb}|=-2/3$ часто подобен остаточному контрасту при $\overline{gb}=0$. Поэтому при определении векторов Бюргерса петель Франка требуется проявлять осторожность. Желательно проверять, возможна ли реализация условия $|\overline{gb}|=1/3$, и использовать пары изображений, соответствующие $\overline{g}$ и $-\overline{g}$. Естественно, изменение знака $\overline{g}$ не может перевести остаточный контраст в нормальный при $\overline{gb}=0$. Но при $|\overline{gb}|=2$ смена направле-

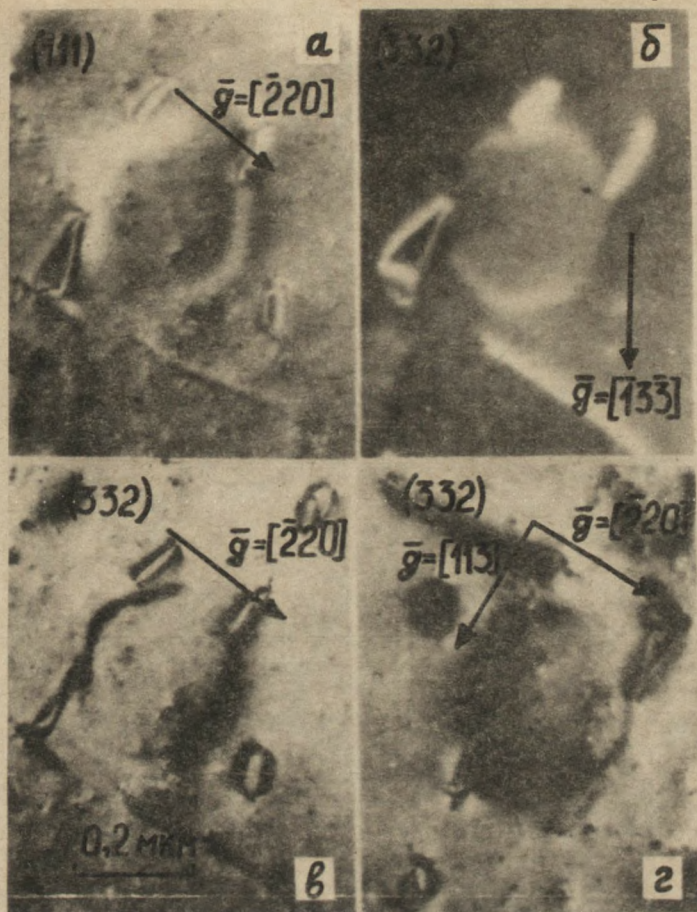


Рис. 4.26. Изображения петли Франка с вектором Бюргерса $1/3 [111]$ и плоскостью залегания (111) :

а — темнопольное в рефлексе $(\bar{2}20)$ при $s \approx 0$ и $(\bar{g}\bar{b})=0$;
б — темнопольное в рефлексе $(\bar{1}3\bar{3})$ при $s > 0$; в — светло-
польное в рефлексе $(\bar{2}20)$ при $s > 0$, остаточный контраст
 $(\bar{g}\bar{b})=0$; г — светлопольное при одновременном действии
двух отражений — $(\bar{2}20)$ и $(11\bar{3})$, для рефлекса $(\bar{2}20)$,
 $(\bar{g}\bar{b})=0$

ния $\bar{g}$ может резко изменить характер контраста на изображении, переводя кажущийся остаточный контраст в нормальный. Примером служат рис. 4.27 и 4.28.

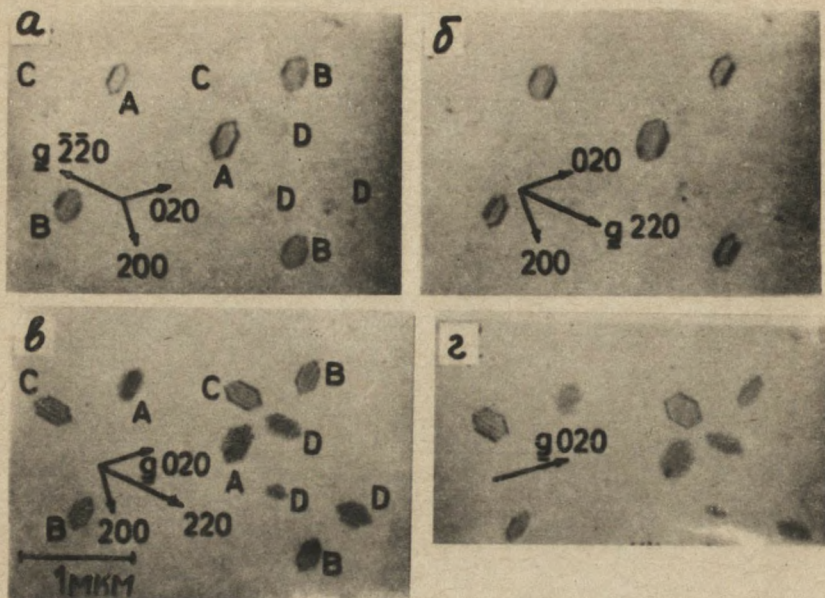


Рис. 4.27 Светлопольные изображения петель Франка при различных дифракционных условиях. Пояснения в тексте

На рис. 4.27 изображены вакансионные петли Франка в закаленном алюминии. Они обозначены А, В, С и D в соответствии с их расположением в той или иной из четырех плоскостей типа $\{111\}$. Фотографии а и б получены при отражениях $\bar{2}20$ и 220 соответственно, отвечающих $|\bar{g}\bar{b}|=4/3$ для петель А и В и $\bar{g}\bar{b}=0$ для петель С и D, $\bar{W}\approx 1,5$ во всех случаях. Изображения в и г отвечают $\bar{g}=[020]$ и, следовательно, условию $\bar{g}\bar{b}=\pm 2/3$ для всех петель. Фотография г была получена после поворота фольги на 12° из положения, соответствующего фотографии в — по часовой стрелке относительно оси $[020]$. Как видно, после поворота изображения петель А стали шире, а изображения петель В — уже. Отсюда следует, что петли А лежат в плоскости $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, а петли В — в (111) . Поскольку петли вакансионные, $\bar{b}_A=1/3 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ и $\bar{b}_B=1/3 [111]$.

На рис. 4.28 также приведены изображения вакансионных петель Франка в закаленном алюминии: нормаль к плоскости рисунков $[\bar{1}03]$, действующие отражения $[020]$ (а) и

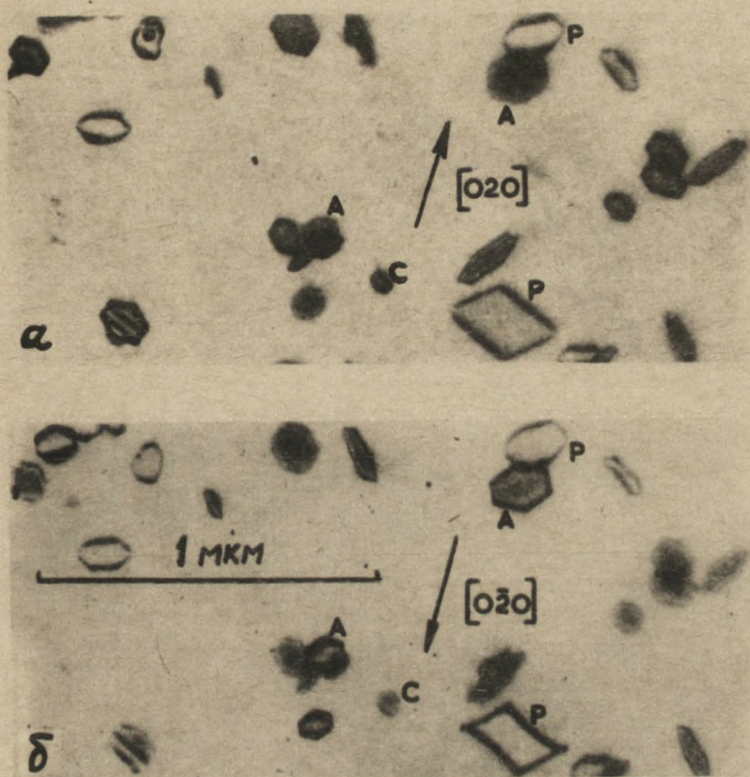


Рис. 4.28. Изображения петель в светлом поле при $\bar{g} = \pm[020]$
А и С — петли Франка, Р — петли полных дислокаций

$[0\bar{2}0]$ (б). Петли, обозначенные А, расположены в плоскостях с нормалью $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, параллельной их $\bar{b}$. Следовательно, для рис. 4.28, а $\bar{g}\bar{b} = -2/3$, для рис. 4.28, б $\bar{g}\bar{b} = +2/3$. Видно, что в первом случае собственно дислокации петель не видны, а во втором наблюдается сильный контраст на их изображениях. Заметим, петля малого размера, обозначенная е, меняет аналогичным образом свое изображение при перемене направления $\bar{g}$. Такое поведение контраста на

изображениях связано с тем, что он не является остаточным и что $\overline{gb} = -2/3$, а не 0.

Если на дифракционной картине присутствует несколько сопоставимых по интенсивности рефлексов, то каждое из этих отражений вносит свой вклад в распределение интенсивности на микрофотографии. Следует рассматривать два варианта. Во-первых, наряду с рефлексом с малыми индексами $h_1k_1l_1$, соответствующими $(\overline{gb}) = 0$, заметную интенсивность может иметь рефлекс, для которого $(\overline{gb}) \neq 0$, и большая величина $|\overline{g}|$. В этом случае за остаточный контраст может быть ошибочно принят контраст на изображении, соответствующем отражению с большим модулем $|\overline{g}|$ (размытое, обладающее относительно низкой интенсивностью). Такое изображение будет внешне подобно изображению на рис. 4.26, б. Во-вторых, может присутствовать рефлекс с малой величиной $|\overline{g}|$, для которого отклонение от точного брэгговского положения больше, чем для основного рефлекса (однако это отклонение не столь велико, чтобы вклад в распределение интенсивности на микрофотографии от этого дополнительного отражения был пренебрежимо мал). Такой ситуации соответствует относительно узкое изображение дислокации, которое в некоторых случаях можно спутать с изображением, соответствующим остаточному контрасту, и которое весьма трудно, а часто и невозможно анализировать. На рис. 4.26, в, г представлены изображения той же петли, что и на рис. 4.26, а. Рис. 4.26, в, как и в случае рис. 4.26, а, отвечает остаточный контраст в отражении $(\overline{220})$ при $s \neq 0$. Изображение на рис. 4.26, г получено в рефлексе $(\overline{220})$ при наличии дополнительного отражения $(11\overline{3})$. Распределения интенсивности (см. рис. 4.26, в и г) различаются довольно сильно. Поэтому при исследованиях остаточного контраста необходимо тщательно следить за тем, чтобы микрофотографии соответствовали только одному действующему отражению.

Специфика анализа векторов Бюргерса малых петель полных дислокаций. Изображения петель полных дислокаций размером 100—500 Å в условиях $\overline{gb} = 0$ имеют свои особенности. Так, опыты и расчеты показали, что, когда нормаль к плоскости петли $\underline{n}$ направлена параллельно z , относительный контраст можно связывать

с радиальными по отношению к петле смещениями в плоскости петли. Тогда, например, для изображений петли в светлом поле при $\bar{g}\bar{b}=0$, $\bar{g}=\pm\langle 211 \rangle$, $\bar{b}=1/2\langle 111 \rangle$ и $W=st_g=1,0$ характерно следующее:

1) при $\Phi=0$ петле отвечают две дуги, каждая из них дуплетна. Как для $\bar{g}$, так и для $-\bar{g}$ дуплет симметричен относительно ядра дислокационной линии, и контраст по своим характеру и степени одинаков (здесь Φ —угол между z и $\bar{b}$);

2) при $\Phi=90^\circ$ изображению петли отвечают два очень коротких сегмента, каждый из них в виде дуплета. Сегменты расположены там, где орт $\bar{u}$ параллелен z . И в этом случае контраст инвариантен для $\pm\bar{g}$;

3) в случае петель размером около $100 \text{ \AA}$ детали этих дуплетов не разрешаются, но инвариантность контраста в значительной мере сохраняется.

Рассматриваемые изображения приведены на рис. 4.29. Петли F и E отмечены стрелками на рис. 4.29, а. Их векторы Бюргерса $1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_F$ и $1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_E$. Из сравнения изображений петли F (рис. 4.29, в) следует, что характерный для петель, расположенных в горизонтальной плоскости ($\Phi=0$), контраст сохраняется и для случая, когда $\Phi \simeq 40^\circ$. Основные черты контраста, типичного для петель, расположенных вертикально ($\Phi=90^\circ$), проявляют себя при сравнении изображений петли E (рис. 4.29, г и д), которым отвечает $\Phi=73^\circ$. Подобный, но кажущийся остаточным, контраст наблюдается при $\bar{g}\bar{b}=-1$ для петли E (рис. 4.29, б, в), отвечающих $\Phi \approx 75^\circ$. Видно, что на рис. 4.29 контраст не инвариантен при переходе от $+\bar{g}$ к $-\bar{g}$. Из изложенного ясно, что заключения об условиях ($\bar{g}\bar{b}=0$ или $\bar{g}\bar{b} \neq 0$) для наблюдаемого в опытах контраста необходимо делать с большой осторожностью.

К тому же следует заметить, что петлям размером $100-500 \text{ \AA}$ может отвечать очень слабый контраст при некоторых комбинациях z , $\bar{b}$, $\bar{p}$, $\bar{g}$, s и глубины залегания петли независимо от того, используются $\bar{g}$ малого или высокого порядка, s малые или большие (имеются в виду s , соответствующие $W \geq 0,06$) и $\bar{g}\bar{b} > 0$ или $\bar{g}\bar{b} < 0$. На рис. 4.30 приведены изображения двух групп петель A и B с $\bar{b}_A = \pm 1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ и $\bar{b}_B = 1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$. Для всех

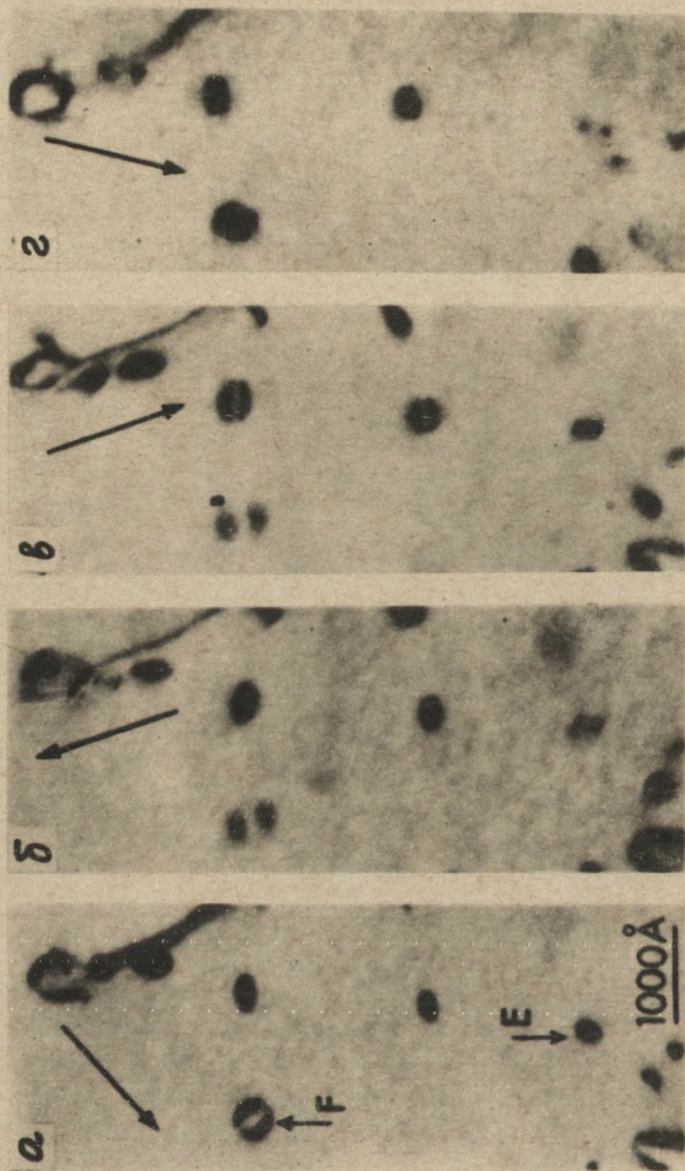


Рис. 4.29. Светлопольные изображения, иллюстрирующие особенности остаточного контраста по-
толь F и E, соответственно расположенных в горизонтальной и вертикальной плоскостях при $\pm g$
и $W \approx 1$:
 $a \rightarrow z \approx [012]$, $\bar{g} = [200]$; б и в $\rightarrow z \approx [012]$, $\bar{g} = \pm [\bar{1}2\bar{1}]$; г и д $\rightarrow z \approx [135]$, $\bar{g} = \pm [21\bar{1}]$. Молибден,
облученный нейтронами

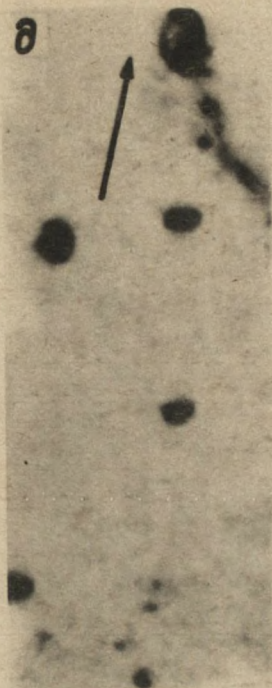


Рис. 4.29
(продолжение)

фотографий ориентация фольги одна и та же, но отражения, ответственные за контраст, различные. Видно, что рис. 4.30, а отвечает нормальному ($(gb) \neq 0$) контрасту для всех петель; рис. 4.30, б—остаточному контрасту как для петель А, так и для петель В; на рис. 4.30, в для петель В контраст нормальный, а для петель А—остаточный; на рис. 4.30, г—наоборот.

Таким образом, анализ петель приводит к однозначному заключению о векторах Бюргерса петель. В то же время при $\bar{g} = [132]$ (рис. 4.30, д) петлям А, обозначенным α , можно приписать $\bar{b}_v$, поскольку им отвечает контраст, подобный остаточному. Однако смена $+\bar{g}$ на $-\bar{g}$ (рис. 4.30, е) приводит к смещению изображения и изменению интенсивности. Следовательно, для рис. 4.30, д $\bar{g}\bar{b} \neq 0$. Аналогичная ситуация с петлей А, обозначенной α' . Для петель В, обозначенных β на рис. 4.30, д, е, контраст действительно остаточный.

Отметим, что использование особенностей остаточного контраста, как это рассмотрено выше, позволяет верно оценить вектор Бюргерса петель диаметром около $100 \text{ \AA}$ и более.

4.5.3. Анализ знака вектора Бюргерса и природы дислокационных петель

В основе анализа природы дислокационных петель принимается, что знак смещения изображения дислокации по отношению к проекциям действительного ее положения определяется локальным изгибом отражающих плоскостей, вызванным ее наличием. Это следует из кинематической теории дифракции электронов. Следовательно, для кристалла, находящегося в условиях не только брэгговского отражения изображение дислокации (в действительности, минимума интенсивности) расположено на той стороне проекции ее ядра, где поворот решетки, связанный с ней, сводит к ми-

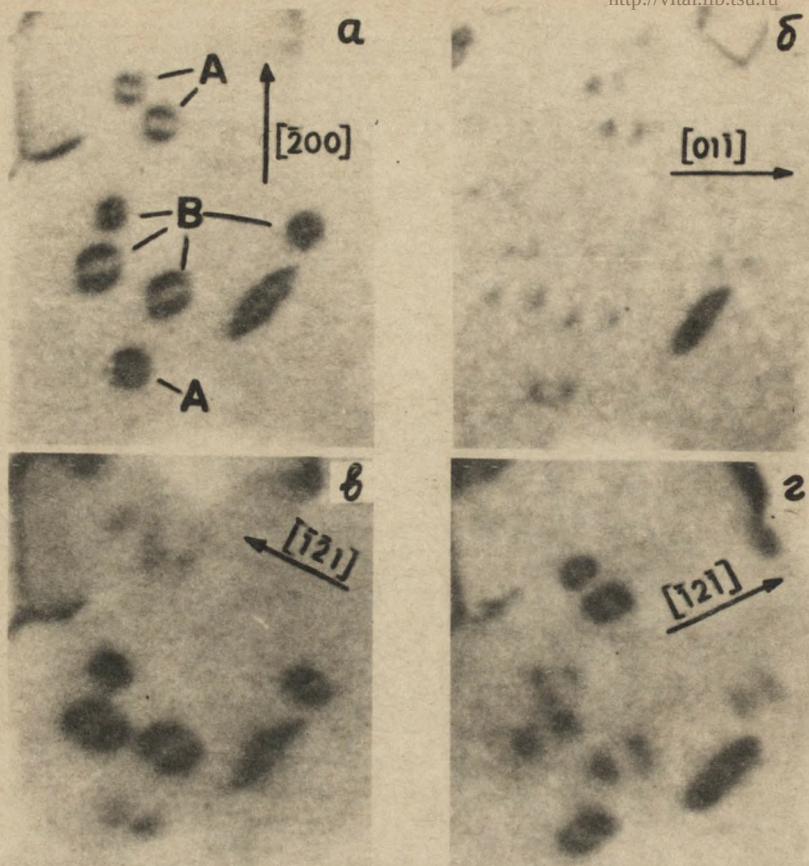


Рис. 430. К анализу вектора Бюргера петель дислокаций. Пояснения в тексте. Облученный нейтронами молибден.

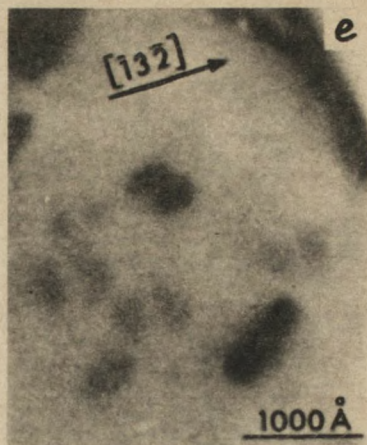
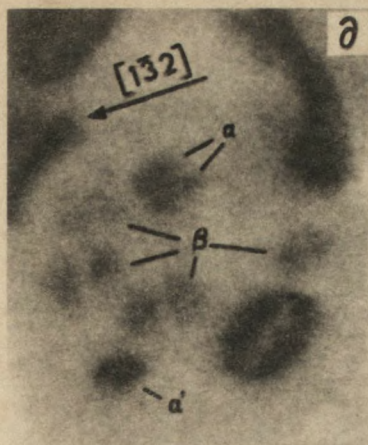
$a - \vec{z} \approx [012], \quad \vec{g} = [\bar{2}00], \quad W \approx 1,0;$

$б - \vec{z} = [\bar{1}33], \quad \vec{g} = [0\bar{1}\bar{1}], \quad W \approx 0,8;$

$в - \vec{z} \approx [012], \quad \vec{g} = [\bar{1}2\bar{1}], \quad W \approx 1,0;$

$г - \vec{z} \approx [012], \quad \vec{g} = [\bar{1}2\bar{1}], \quad W \approx 1,2;$

ниму отклонение от брэгговского угла. Это свойство изображения (см. разд. 3.3.3) лежит в основе идентификации дислокационных петель, т. к. для находящихся в идентичных условиях вакансионной и межузельной петель локальные повороты решетки противоположны (рис. 4.32). Однако, изображения петель обычно наблюдают в условиях динамического взаимодействия электронных волн, когда положение



а — $z \approx [111]$, $\bar{g} = [132]$, $W \approx 1,5$,
е — $z \approx [111]$, $\bar{g} = [132]$, $W \approx 1,5$

изображения дислокации при заданных дифракционном векторе и векторе Бюргерса зависят от параметра отклонения от сферы Эвальда и глубины залегания ее в фольге. Поэтому анализ петель в рамках кинематического приближения возможен только для случаев, отвечающих достаточно большим s , когда смещение изображения дислокации не зависит от глубины ее залегания в фольге.

Вследствие отмеченного свойства изображения дислокаций, изображение одной и той же петли будет расположено внутри или вне проекции ее дислокационной линии в зависимости от использования отражения $\bar{g}$ или $-\bar{g}$. Следовательно, изменение знака дифракционного вектора должно приводить к изменению размера изображения петли. Но оно, в общем случае, чувствительно как к размеру самой петли, так и к геометрическим и дифракционным условиям, отвечающим эксперименту, т. е. к z , b , n , g , глубине залегания петли в фольге, величине $|\bar{g}b|$, s и t_g . Тем не менее установлено, что для больших петель диаметром >500 Å смена характера изображения может быть легко зафиксирована визуально.

Типичное поведение контраста отмечено на рис. 4.31. Возможно сравнение изображений петель, полученных при облучении молибдена нейтронами, отвечающих $|\bar{g}b| = 1$ и 2

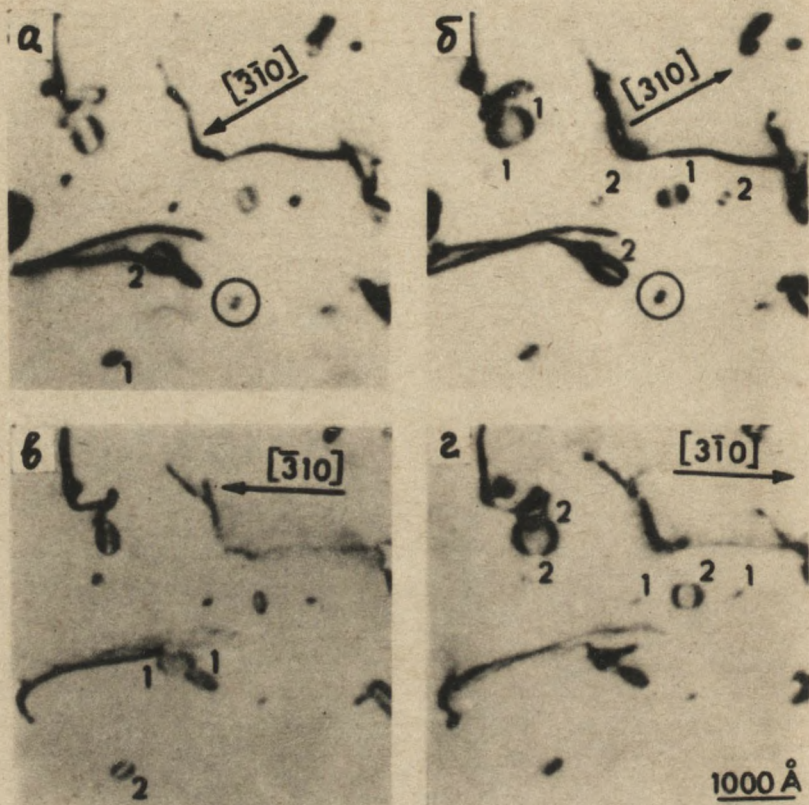


Рис. 4.31. Сетлопольные изображения призматических дислокационных петель в облученном нейтронами молибдене:

а, б — $\bar{z} = [\bar{1}37]$; в, г — $\bar{z} = [137]$

при $\bar{g} = \pm \langle 310 \rangle$. Видно, что для больших петель диаметром более 500 Å при использовании отражений высокого порядка характерна легко распознаваемая смена изображений в широком диапазоне изменения геометрии независимо от того $\bar{g}\bar{b} = \pm 1$ или ± 2 . На рис. 4.31 цифра у каждой петли указывает соответствующее значение $\bar{g}\bar{b}$.

Анализ призматических петель краевых дислокаций ($\bar{b}$ параллелен $\bar{n}$). На рис. 4.32 приведены схемы вакансионной (а) и межузельной (б) призма-

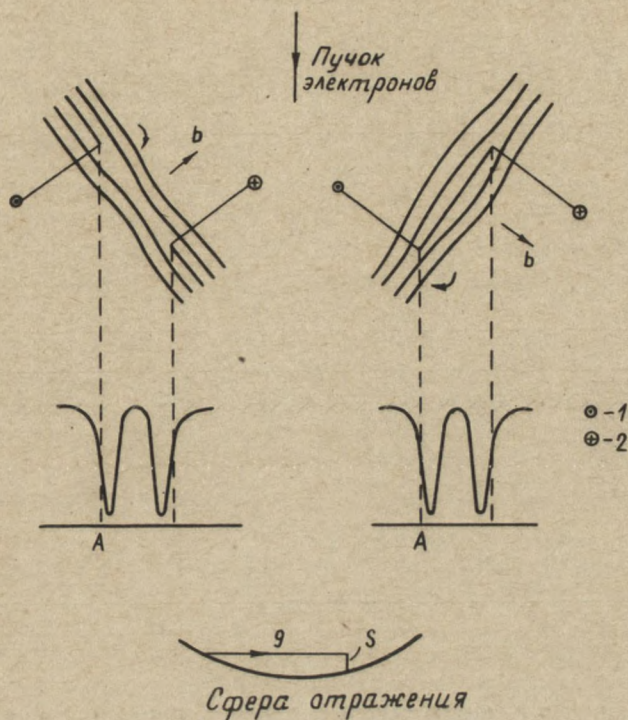


Рис. 4.32. Схема влияния природы петли, ее наклона в фольге и дифракционных условий на размер ее изображения. Схема знака $\vec{b}$, или наклона петли, или $\vec{g}$, или $\vec{s}$ переводят изображение вне проекции петли. Стрелки показывают локальные повороты решетки в участках, соответствующих отметке А. Положительные направления дислокаций вверх и вниз плоскости рисунка обозначены 1 и 2 соответственно

тических петель краевых дислокаций. Петли лежат в плоскостях, наклоненных к направлению пучка электронов. Их векторы Бюргерса заданы в соответствии с известным правилом FS/RH, когда положительное направление обхода петли отвечает движению по часовой стрелке при взгляде на образец снизу. Это соответствует изображению на позитиве, отпечатанному с негатива, когда их покрытые эмульсией стороны обращены друг к другу. На рис. 4.32 приведе-

на схема дифракционных условий ($\bar{g}$ и s) и распределения интенсивности электронных волн на светлопольных изображениях указанных петель. Легко видеть, что изображения обеих петель при заданных здесь геометрии их расположения и дифракционных условиях должны находиться внутри проекций самих петель и что в обоих случаях величина $(\bar{g}\bar{b})s > 0$. Если на рис. 4.32 заменить направление $\bar{g}$ противоположным или изменить знак параметра s , то изображения обеих петель будут расположены вне проекций собственно петель. При этом выполняется условие $(\bar{g}\bar{b})s < 0$. К такому же изменению характера изображения каждой петли приводит смена знака наклона ее плоскости по отношению к направлению электронного пучка, т. е. смена знака величины $\bar{p}z$ (или $\bar{b}z$).

Следовательно, если известны наклон плоскости петли в фольге, $\bar{g}$ и s , знак вектора Бюргерса краевой призматической петли можно установить однозначно, исследуя изменение ее размера при изменении знака $\bar{g}$ или s . Проводят две серии опытов: в первой меняют знак s при фиксированном $\bar{g}$, во второй применяют противоположные $\bar{g}$ при одинаковом по знаку s . Более удобна вторая методика. Ее используют чаще.

Петля, представленная на рис. 4.33, возникла в кремнии при ионной имплантации фосфора и последующем отжиге. Наклон этой петли относительно направления электронного пучка определяется на основе эффектов аномального поглощения. Фиксируемым на микрофотографии изменениям параметров изображения (размер изображения, интенсивность изображений отдельных ветвей петли) при изменении знака s и указанному направлению дифракционного вектора соответствует петля внедренного типа. Призматическая дислокационная петля, возникшая в алюминии при пластической деформации на стадии стационарной ползучести, относится к петлям вакансионного типа (рис. 4.34).

Рассматриваемая методика успешно применяется для анализа природы петель Франка и пластинчатых выделений. Обратимся вновь к петлям А и В на рис. 4.27. Как отмечалось (см. раздел 4.5), их векторы Бюргерса $1/3 [11\bar{1}]$ и $1/3 [\bar{1}11]$ соответственно. На рис. 4.27, а, б хорошо видно изменение размеров изображений этих петель при смене $\bar{g}$ на $-\bar{g}$, причем петли А выглядят больше при $\bar{g} = [220]$, чем

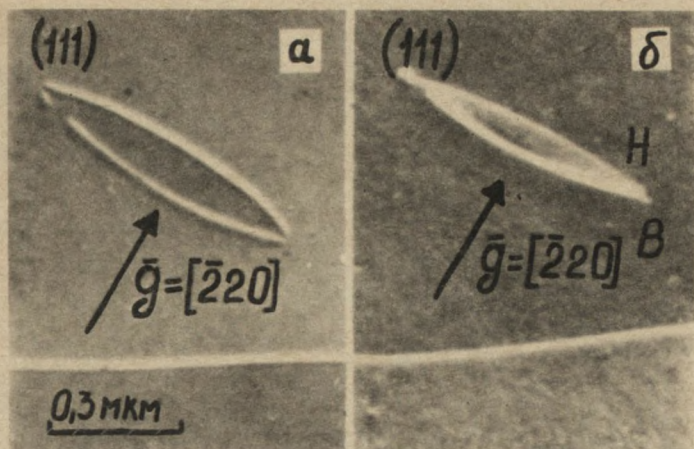


Рис. 4.33. Призматическая петля с вектором Бюргерса $1/2$ $[110]$:

темнопольное изображение в рефлекс $[220]$ при $s > 0$ (а) и при $s < 0$ (б)

при $\bar{g} = [220]$. Для петель В ситуация обратна. При указанных $\bar{g}$ для рис. 4.27, а $(\bar{g}\bar{b})_A = +4/3$, $(\bar{g}\bar{b})_B = -4/3$ и для рис. 4.27, б $(\bar{g}\bar{b})_A = -4/3$, $(\bar{g}\bar{b})_B = 4/3$. Поскольку, как отмечалось, во всех случаях $W = 1,5$, следует заключить, что изображение петель А и В при $(\bar{g}\bar{b})s > 0$ меньше, чем при $(\bar{g}\bar{b})s < 0$.

Наличие контраста типа полос смещения в случаях выделений или петель Франка не мешает применению методики. Изображение дислокационной петли в зависимости от знака произведения $(\bar{g}\bar{b})s$ может либо накладываться на изображение полос, либо лежать вне области существования контраста типа полос смещения. Подобная ситуация отражена на рис. 4.35, на котором приведены изображения пластинчатого выделения содержащей теллур фазы, полученной при распаде пересыщенного твердого раствора Те в GaAs. Этот объект не является дислокационной петлей, однако смещения, вызываемые пластинкой выделения в окружающей матрице, эквивалентны смещениям, обусловленным существованием краевой призматической петли Франка с эффективным вектором Бюргерса. Последний равен толщине выделения, образованного по принципу внедрения. Для

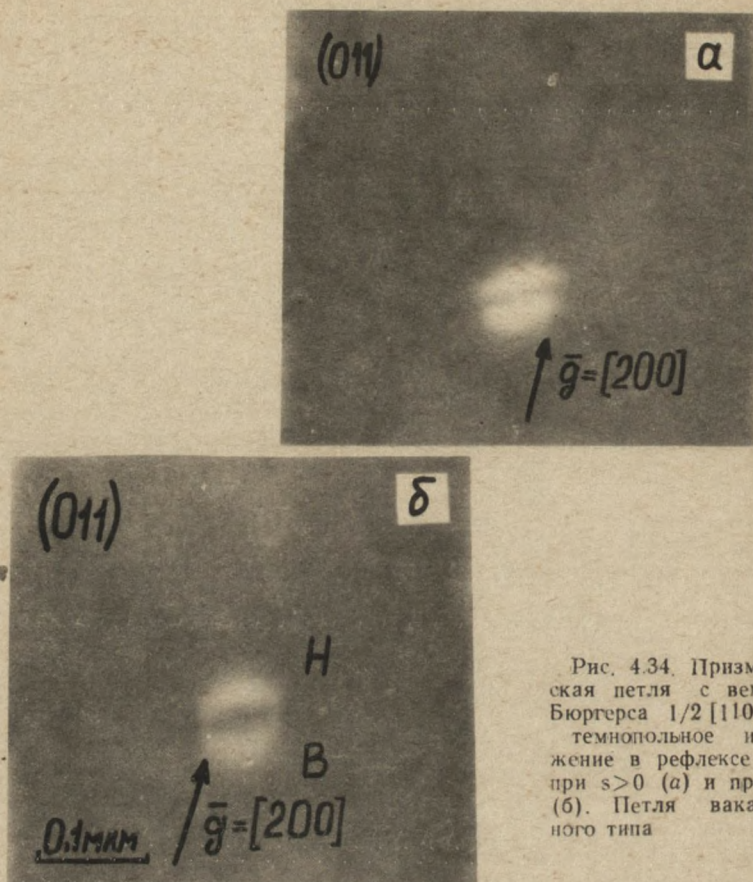


Рис. 4.34. Призматическая петля с вектором Бюргерса $1/2 [110]$: темнопольное изображение в рефлексе (200) при $s > 0$ (а) и при $s < 0$ (б). Петля вакансионного типа

выделения, образованного по механизму замещения, он равен разности атомных диаметров выделения и матрицы. Имеются в виду однослойные выделения. Изменение размеров изображения на рис. 4.35 соответствует псевдодислокации внедренного типа. Следовательно, выделения вызывают в матрице сжимающие напряжения. Краевые призматические петли можно идентифицировать, используя табл. 4.1.

Знак вектора Бюргерса петель частичных дислокаций можно определить, используя их изображения, отвечающие $|\vec{g}\vec{b}| = 2/3$. Методика представлена на рис. 4.27, в, г. $\vec{g} = [020]$ и всем петлям отвечает $|\vec{g}\vec{b}| = 2/3$. Как отмечалось (разд. 4.5.2), нормальный контраст на изображениях пе-

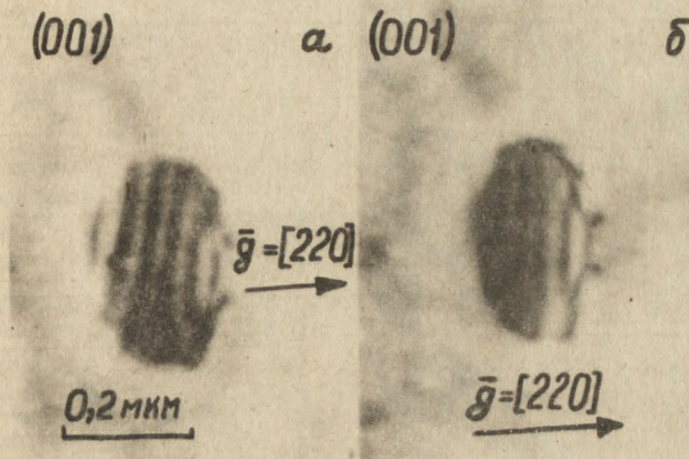


Рис. 4.35. Пластинчатое выделение в GaAs, легированном Te.

темнопольные изображения в рефлекс $\bar{g} = [220]$ при $s > 0$ (а) — изображение «дислокационной линии лежит вне этого изображения, и при $s < 0$, (б) — изображение «дислокационной линии» накладывается на изображение, соответствующее контрасту полос смещения

тель наблюдается при $\bar{g}\bar{b} = +2/3$. Рассмотрим петлю В. Она лежит в плоскости (111), судя по контрасту, ей отвечает $\bar{g}\bar{b} = 2/3$. С этими данными при $\bar{g} = [020]$ согласуется только $\bar{b} = 1/3 [111]$. Следовательно, петля вакансионная.

Анализ призматических петель с $\bar{b}$, не параллельным $\bar{n}$. На рис. 4.36 приведены схемы для межузельной петли, когда она имеет краевую и не краевые ориентации. На этих схемах направление вектора Бюргерса $\bar{b}$ инвариантно, плоскость петли, определяемая направленной вверх нормалью $\bar{n}$, меняется, и ориентация фольги по отношению к направлению электронного пучка задана вектором $\bar{z}$. Как видно, при повороте петли $\bar{b}$, направленный сначала «вверх», изменяет свою ориентацию «вниз», когда $\bar{n}$ проходит через горизонтальное положение ($\bar{n}\bar{z} = 0$), и затем вновь

Таблица 4.1

К идентификации природы петель

Наклон петли	Направление, $\bar{g}$	Знак откло- нения от брег- гового по- ложения, s	Положение изобр. внутри или вне петли	Тип дисло- кационной петли
/	$\bar{g} \uparrow$	$s > 0$	Внутри	Вычитания
			Вне	Внедрения
	$\bar{g} \downarrow$	$s < 0$	Внутри	Внедрения
			Вне	Вычитания
/	$\bar{g} \uparrow$	$s > 0$	Внутри	Внедрения
			Вне	Вычитания
	$\bar{g} \downarrow$	$s < 0$	Внутри	Вычитания
			Вне	Внедрения
/	$\bar{g} \uparrow$	$s > 0$	Внутри	Внедрения
			Вне	Вычитания
	$\bar{g} \downarrow$	$s < 0$	Внутри	Вычитания
			Вне	Внедрения
/	$\bar{g} \uparrow$	$s > 0$	Внутри	Вычитания
			Вне	Внедрения
	$\bar{g} \downarrow$	$s < 0$	Внутри	Внедрения
			Вне	Вычитания

становится направленным «вверх» при переходе через положение, отвечающее $\bar{p}\bar{b}=0$. Отсюда следует, что для межузельных петель $\bar{p}\bar{b} > 0$, а для вакансионных петель $\bar{p}\bar{b} < 0$.

Следует также отметить изменения в положениях изображений петель (сплошные дуги) относительно проекций их дислокационных ядер (пунктирные дуги) при смене знака $\bar{g}$, когда $s > 0$ (см. рис. 4.36). Видно, что изображение дислокационной петли может лежать как вне ее проекции, так и внутри ее проекции. Первой ситуации отвечает $(\bar{g}\bar{b})s > 0$, второй — $(\bar{g}\bar{b})s < 0$. Следовательно, при наклоне фольги изображение петли может переходить с внутренней области проекции петли на внешнюю, или наоборот. Это приводит к изменению размера изображения петли. Таким образом (как и в разд. 4.5.3), можно найти компоненту $\bar{b}$ на нап-

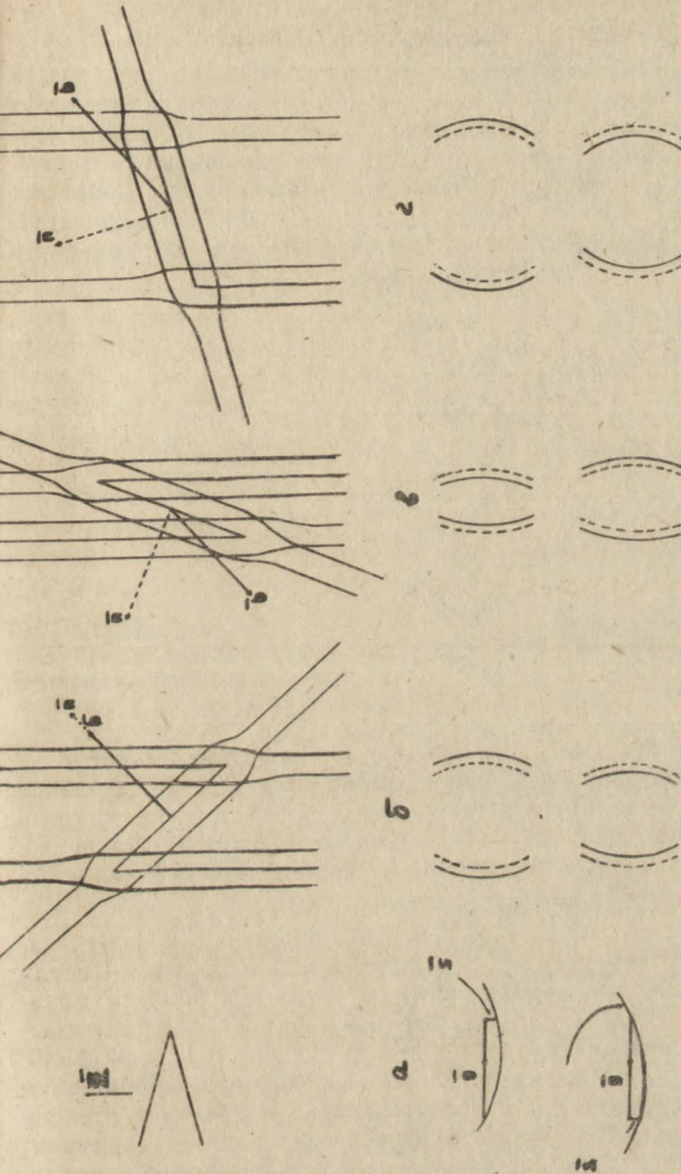


Рис. 4.36. Схема межузельной петли, соответствующие положения минимумов интенсивности в светлом поле (непрерывные дуги), положения проекций дислокаций (пунктирные дуги) и дифракционные условия для $+g$ и $-g$ при $s > 0$: a — фольга и дифракционные условия; b — крайняя петля; c — поворот p с прохождением положения $pz=0$; d — поворот p с прохождением положения $pb=0$

правление $\bar{g}$, если известно, как меняется знак $\bar{g}$ или $\bar{s}$. Затем можно установить знак вектора Бюргерса петли.

Из рис. 4.36 видно также, что при изменении знака $(\bar{g}\bar{s})$ петли, наклоненные противоположно относительно горизонтальной плоскости, могут иметь одинаковый характер изображения (см. рис. 4.36, б, г) и петли, наклоненные одинаково, могут проявить противоположный характер изображения (см. рис. 4.36, в, г). Следовательно, для интерпретации контраста и идентификации петли знать относительный ее наклон необходимо, но недостаточно.

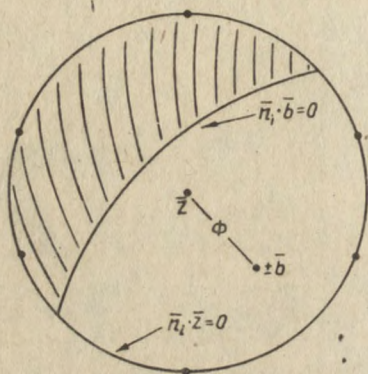


Рис. 4.37. Стереографическая проекция. Заштрихованная часть отвечает условиям обратимости контраста

На стереограмме рис. 4.37 для $\bar{n}$ есть две области, в пределах которых смещения изображения для не краевой петли соответственно такие же, как смещения для краевой петли или противоположны им. Предполагается, что векторы Бюргерса петель идентичны. При заданном направлении $\pm \vec{b}$ эти области разделены серией нормалей к петле, для которых $\vec{n}_1 \cdot \vec{z} = 0$ и $\vec{n}_1 \cdot \vec{b} = 0$. Первому условию отвечают петли, лежащие в вертикальных плоскостях, второму — петли «сдвига». Заштрихованная площадь отвечает области обращения контраста, в которой нарушается поведение контраста, характерного для краевой петли. Видно, что, если фольгу наклонять, уменьшая угол Φ , эта область обращения контраста сокращается и соответственно возрастает степень отклонения петли от чисто краевой ориентации с сохранением поведения контраста, характерного для краевой петли.

Из изложенного следует, что при анализе природы петель, для которых неизвестно угловое соотношение между

$\bar{b}$ и $\bar{n}$, необходимо установить, отвечает или нет $\bar{n}$ области обратимости контраста. Учет лишь относительного наклона плоскости петли может привести к неверному выводу. Если известны кристалл и возможные в нем дефекты, то можно рекомендовать работать в области ориентировок, при которых направление $\bar{b}$ достаточно близко к z . Тогда область обратимости контраста мала.

Можно применять следующую методику. Методом анализа следов или при использовании эффектов аномальной абсорбции определяются плоскость залегания петли и ее наклон к поверхности фольги. Если же петля неправильной формы, необходимо использовать стереосъемки. Затем, подбирая дифракционные условия, отвечающие $\bar{g}\bar{b}=0$, находится кристаллографическое направление вектора Бюргерса, но не его знак. Анализируя изменение размеров петли при варьировании условий дифракции и, следовательно, произведения $(\bar{g}\bar{b})s$, как описано выше, узнается знак направления $\bar{b}$. Направление нормальной к плоскости петли компоненты вектора Бюргерса характеризует тип петли: вычитания или внедрения. Заметим, последовательность приведенных операций можно изменять произвольно.

Возможность получения ошибочных результатов при формальном определении типа призматической петли с наклонным к ее плоскости вектором Бюргерса представлена на рис. 4.38, на котором даны изображения петли, плоскость залегания которой близка к плоскости (102), что определялось с помощью стереосъемки. Петля возникла в кремнии при ионной имплантации бора. В рефлексе $(02\bar{2})$ (рис. 4.38, а, б) большее изображение наблюдается при $s>0$, а при отражении $(20\bar{2})$ (рис. 4.38, в, г) — при $s<0$. Для петель с вектором Бюргерса, нормальным плоскости петли, изменениям размеров на их изображениях в рефлексе $(02\bar{2})$ соответствует петля вакансионного типа, а в рефлексе $(20\bar{2})$ — внедренного. Причина кажущегося противоречия выясняется, если обратиться к рис. 4.38, д. Изображение, соответствующее $(\bar{g}\bar{b})=0$, возникает в рефлексе $(1\bar{1}\bar{3})$. Следовательно, петля имеет вектор Бюргерса, параллельный направлению $[1\bar{1}0]$. Тогда, обращаясь к изображениям петли (рис. 4.38), учитывая соответствующие им данные о $\bar{g}$ и s и применяя правило знаков для $(\bar{g}\bar{b})s$, находим, что

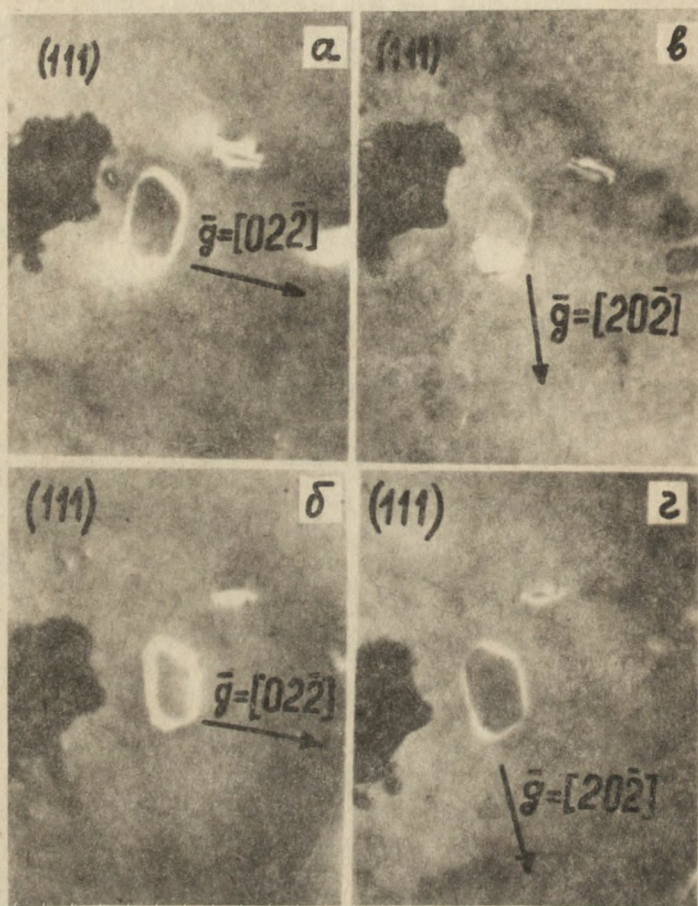
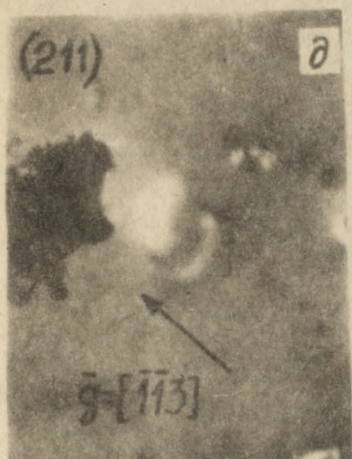


Рис. 4.38. Темнопольное изображение призматической петли с вектором Бюргерса $1/2 [1\bar{1}0]$ (или $1/2 [1\bar{1}0]$) и плоскостью залегания (102) в рефлексе (022) при $s > 0$ (а) и при $s < 0$ (б); в рефлексе (202) при $s > 0$ (в) и при $s < 0$ (г);

$\bar{b} \sim [1\bar{1}0]$, а не $[\bar{1}10]$, и что петля вакансионная. Для такой петли указанное выше противоречие полностью снимается.

Влияние величины параметра s . Наряду с ошибками, обусловленными непараллельностью вектора Бю-



изображение, соответствующее погасанию (д), рефлекс $(11\bar{3})$

гера и нормали к плоскости петли, возможны ошибки, связанные с характером формирующегося изображения. Уже упоминалось, что изображения условно можно разделить на кинематические и динамические. Динамические изображения отвечают не только условию $s=0$, но и некоторым малым $|s| \leq |s_{кр}|$. В таких случаях на темнопольных изображениях максимум интенсивности может быть смещен относительно проекции дислокационной линии, и его положение определяется глубиной залегания дислокации. Само изображение очень широкое. Изменение знака s при $|s| < |s_{кр}|$ практически не меняет положения изображения относительно проекции дислокационного ядра. Положение изображения в кинематическом случае при возрастании $|s|$ приближается к проекции дислокации, поэтому рекомендуется использовать средние значения $|s|$. Сопоставление изображений, соответствующих противоположным знакам s , одно из которых соответствует очень большому значению $|s|$, а другое — малому $|s|$, также может привести к ошибке.

Например, на рис. 4.39, где приведены полученные в рефлексе $\bar{2}20$ изображения дислокационной петли А, возникшей в кремнии после ионной имплантации бора и последующего отжига, определение типа призматической петли А с помощью рис. 4.39, а и 4.39, б ведет к ошибочным результатам, поскольку этой петле на рис. 4.39, б соответствует широкое размытое изображение, возможно, связанное с ре-

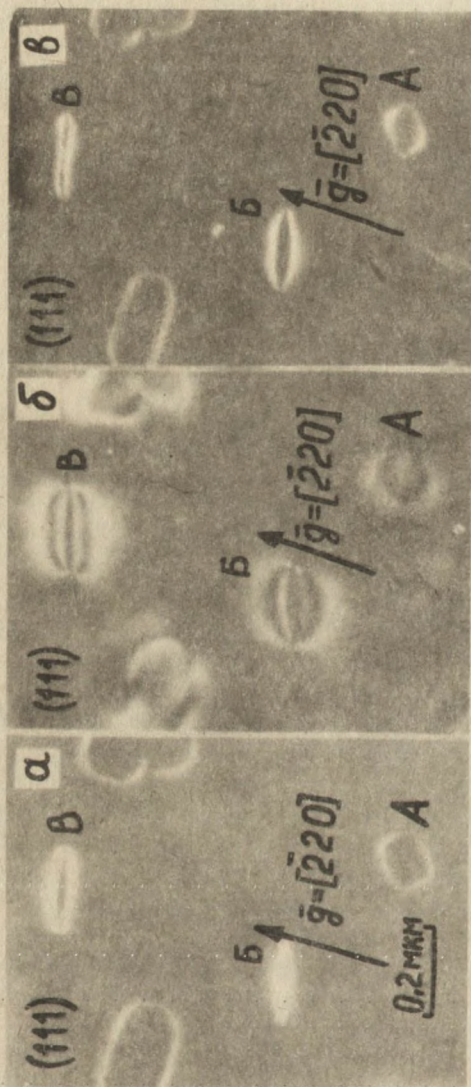


Рис. 4.39. Призматические листы с векторами Бюргера типа $1/2 \langle 110 \rangle$:
темнопольное изображение в рефлекс $(\bar{2}20)$, $s > 0$ (a); в рефлекс $(\bar{2}20)$, $s < 0$ (б); в рефлекс $(\bar{2}20)$, $s < 0$ (в)

лаксации напряжений на поверхности фольги. Петлям В и В, лежащим в близких к (111) плоскостях, на рис. 4.39, б отвечают широкие изображения. Для определения природы призматических петель следует использовать рис. 4.39, а и 4.39, в, которые соответствуют значительному отклонению от точного брэгговского положения. Возможность ошибки резко возрастает для петель, расположенных близко к поверхностям фольги. В таких условиях при $s \approx 0$ формируются так называемые аномально широкие изображения.

Анализ дислокационных петель малых размеров. Однозначный анализ с помощью дифракционной электронной микроскопии полных дислокационных петель размером 100—500 Å встречает дополнительные экспериментальные трудности. В этом случае изображение собственно дислокационной линии занимает существенную часть изображения всей петли и возможно получение неопределенных или противоречивых данных.

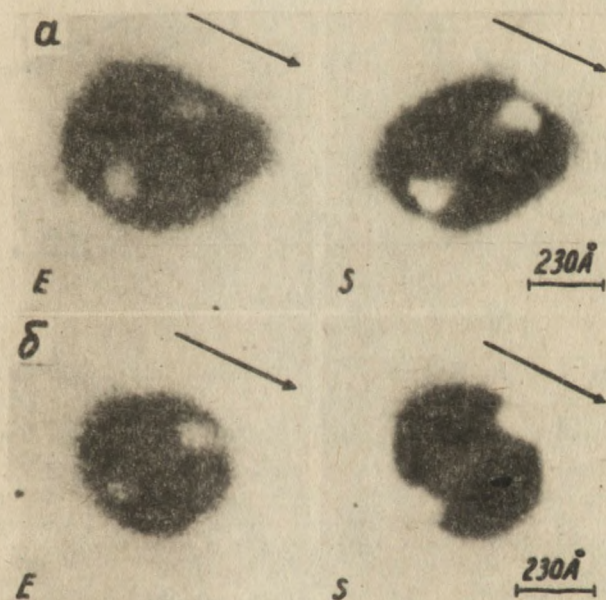
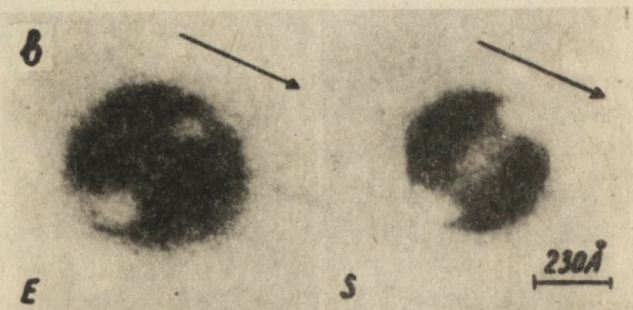


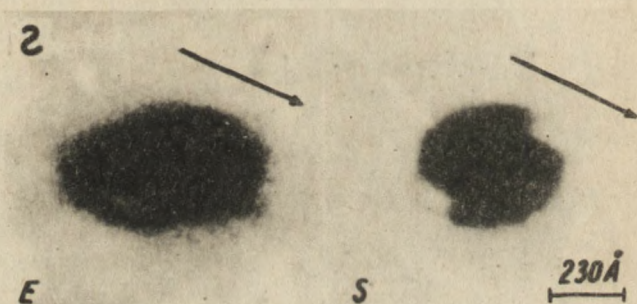
Рис. 4.40. Сравнение экспериментальных и расчетных изображений вакансионной петли с $p=[111]$. Изображения вне проекций петли:

$$a \rightarrow \bar{z} = [137], \quad \bar{g} = [12\bar{1}], \quad W = 0,8;$$

$$б \rightarrow \bar{z} = [137], \quad \bar{g} = [12\bar{1}], \quad W = 1,0;$$



$$h - \bar{z} = [\bar{1}35], \quad \bar{g} = [12\bar{1}], \quad W = 1,0;$$



$$h - \bar{z} = [137], \quad \bar{g} = [12\bar{1}], \quad W = 1,1;$$

На рис. 4.40 приведены полученные экспериментально (левая колонка) и в результате расчетов (правая колонка) изображения вакансионной петли с $b = 1/2 [111]$ и $\bar{p} = [111]$ при отражениях $\bar{g} = \pm [12\bar{1}]$, что отвечает $gb = \pm 1$. Петля расположена в середине фольги толщиной $5t_{110}$, ее радиус составляет $1,0 t_{110}$. Рис. 4.40, а, б, в отвечает ориентировке $[137]$, $\bar{g} = [12\bar{1}]$ и $W = 0,8; 1,0$ и $1,1$ соответственно. Рис. 4.40, г, д соответствует ориентировке фольги $[\bar{1}35]$, $W = 1,0$ и $\bar{g} = [12\bar{1}]$, $\bar{g} = [\bar{1}21]$ соответственно. Следовательно, рис. 4.40, а, б, в отражает влияние параметра W , рис. 4.40, в, г — влияние ориентировки фольги, рис. 4.40, г, д — изменения знака $\bar{g}$. На рис. 4.40, а—г изображение петли распо-



$$д - \bar{z} = [\bar{1}35], \quad \bar{g} = [\bar{1}2\bar{1}], \quad W = 1,0$$

ложено внутри ее проекции, а на рис. 4.40, б, д оно находится вне ее проекции. Действительно, в первом случае $\bar{g}\bar{b} < 0$, а во втором — $\bar{g}\bar{b} > 0$. Как видно из сопоставления изображений петли на этих фотографиях, при варьировании $\bar{z}$, W и знака $\bar{g}$ имеют место изменения размера изображения петли, включая малую ось изображения и перекося изображения. Существенное влияние оказывает и глубина залегания петли d .

Теперь обратимся к анализу изображений петли в условиях $\bar{g}\bar{b} = \pm 2$. Рис. 4.41 иллюстрирует экспериментальные (левая колонка) и расчетные (правая колонка) изображения вакансионной петли полной дислокации. Ее $\bar{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, $\bar{p} = [111]$. Петля лежит в середине фольги толщиной $5t_{110} \approx 1200 \text{ Å}$, ориентированной для $\bar{z} = [\bar{1}39]$. Рис. 4.41, а отвечают $\bar{g} = [310]$ и $W = 1,9$, контраст отвечает изображению внутри проекции собственно петли; рис. 4.41, б соответствует $-\bar{g}$ и $W = 2,2$ (изображение вне проекции петли). Видно, что расчетные и экспериментальные изображения хорошо согласуются.

Исследование влияния изменений $\bar{z}$, W и d выявило следующее.

1. Варьирование ориентировки фольги в угловом интервале 32° ($\bar{z} = [001]$, $[\bar{1}39]$ и $[\bar{1}35]$) и параметра W от 1,6 до 2,2 качественно не меняет контраста на изображениях.

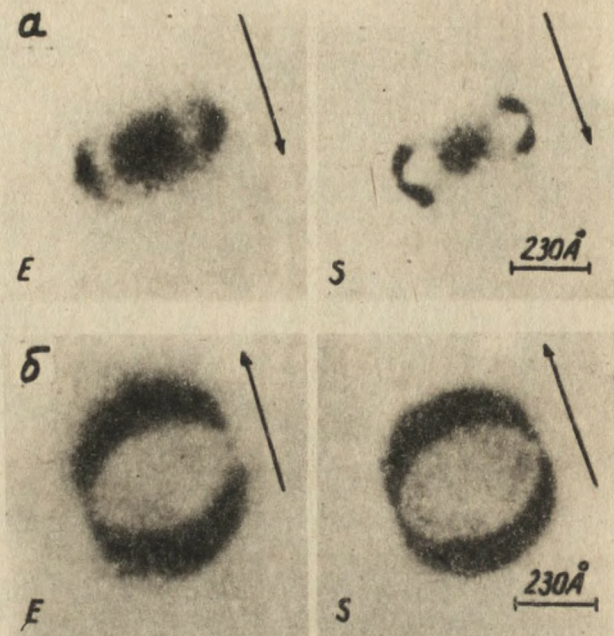


Рис. 4.41. Экспериментальные и расчетные изображения вакансионной петли для $\bar{g}\bar{b} = \pm 2$, $\bar{h} = [111]$, $\bar{z} = [139]$

2. Изменение W в очень широком интервале при фиксированной ориентации фольги не мешает различать изображения петель, отвечающие $(\bar{g}\bar{b})_s > 0$ и $(\bar{g}\bar{b})_s < 0$. Это видно из рис. 4.42, где приведены теоретические изображения вакансионной петли с $\bar{h} = [111]$, $\bar{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$. Ориентации фольги отвечает $\bar{z} = [001]$, ее толщина, глубина залегания и радиус составляют $5t_{110}$, $2,5t_{110}$ и $1,0t_{110}$ соответственно. Для левой колонки $\bar{g} = [310]$, для правой — $[\bar{3}\bar{1}0]$. Строкам а, б и в отвечают соответственно $W_{310} = 1,0$; 2,0 и 2,8.

3. Различие в глубине залегания петли в фольге также не мешает распознать изображения, расположенные вне и внутри проекции петли и, следовательно, определить знаки вектора Бюргерса. Подтверждением этому являются рис. 4.43 и 4.44, отвечающие соответственно $\bar{g} = [310]$ (изображение внутри проекции петли) и $[\bar{3}\bar{1}0]$ (изображение вне проекции петли). На них изображена вакансионная петля, лежащая

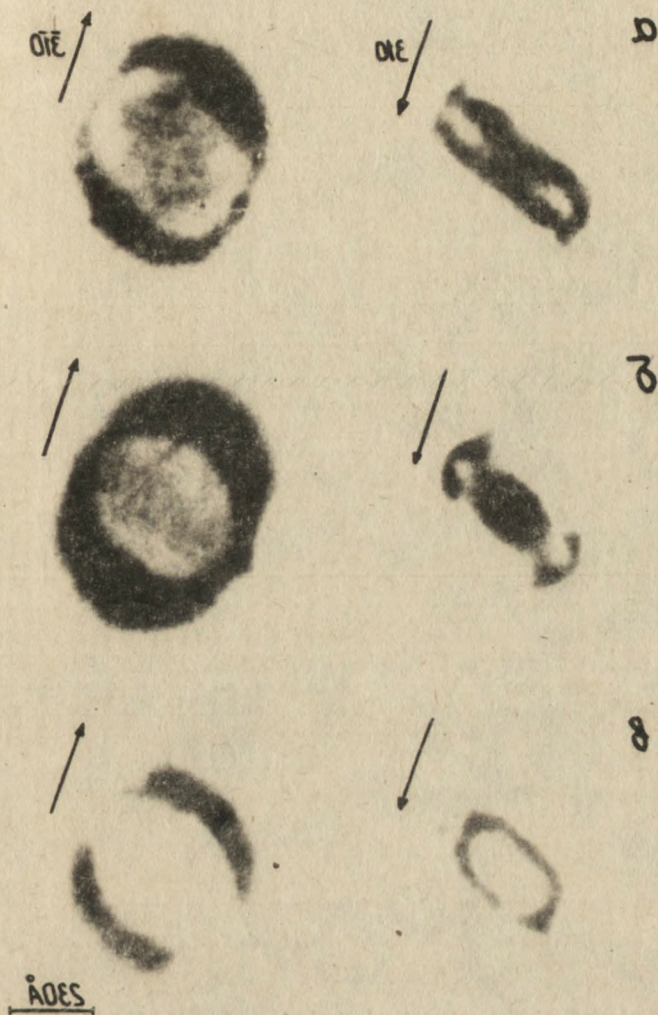
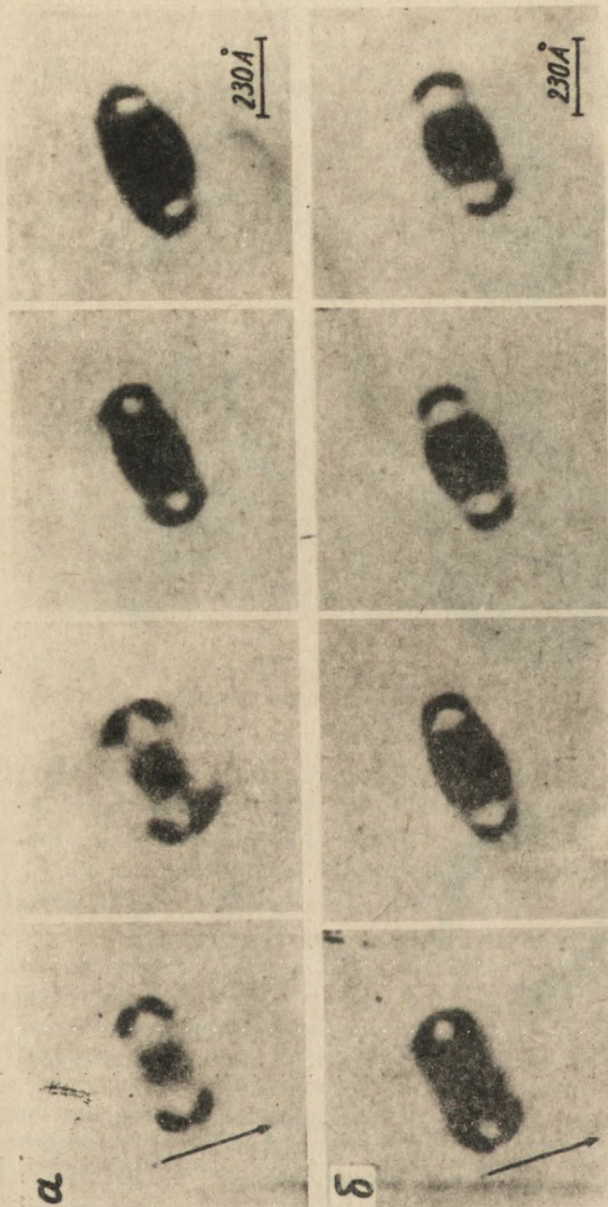


Рис. 4.42. Влияние величины $\bar{W}$ на изображение вакансионной петли при $\bar{g} = \pm [310]$, $\bar{n} = [111]$, $\bar{z} = [001]$, $t = 5t_{110}$, $d = 2,5t_{110}$, $a = 1t_{110}$



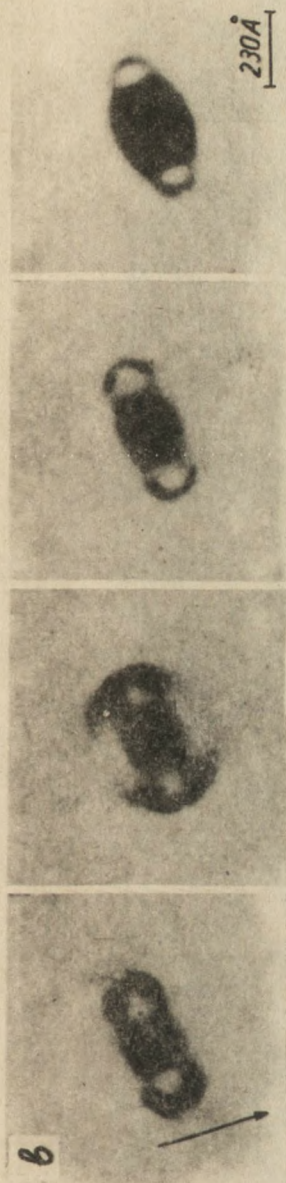
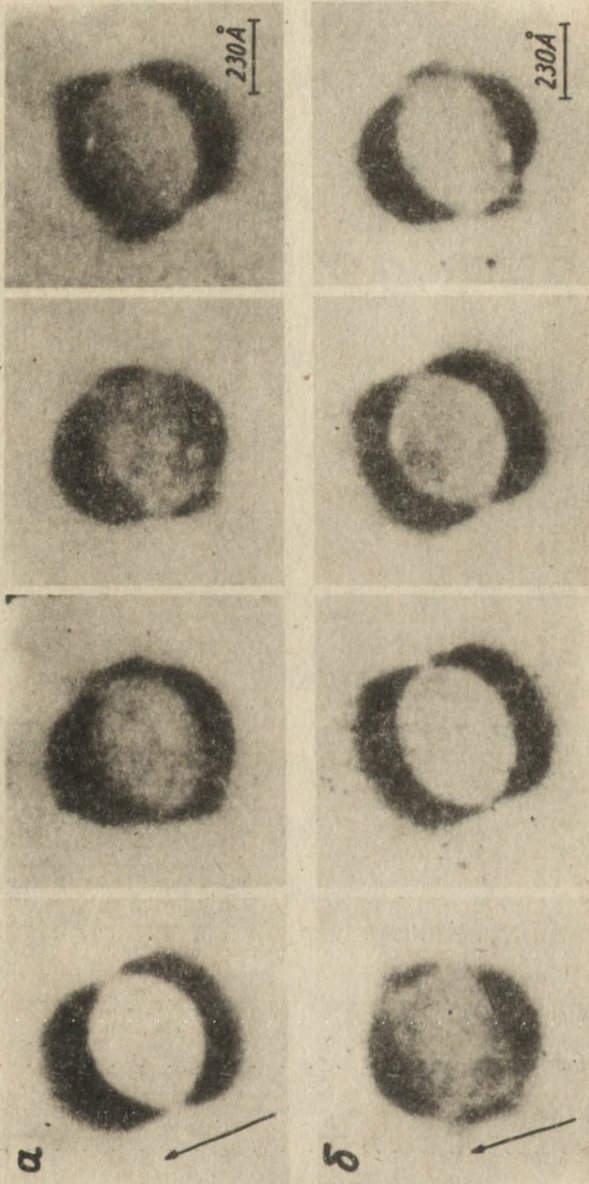


Рис. 4.43. Влияние величины W на глубину залегания петли на ее изображение при $\bar{g} = [310]$:
Петля вакансионная; $\pi = [111]$; $z = [139]$; $a = 1,0t_{110}$; $t = 7,25t_{110}$; $d/t_{110} = 2,42$ (a), 3,06 (б),
3,62 (в). Изображения внутри проекций петли



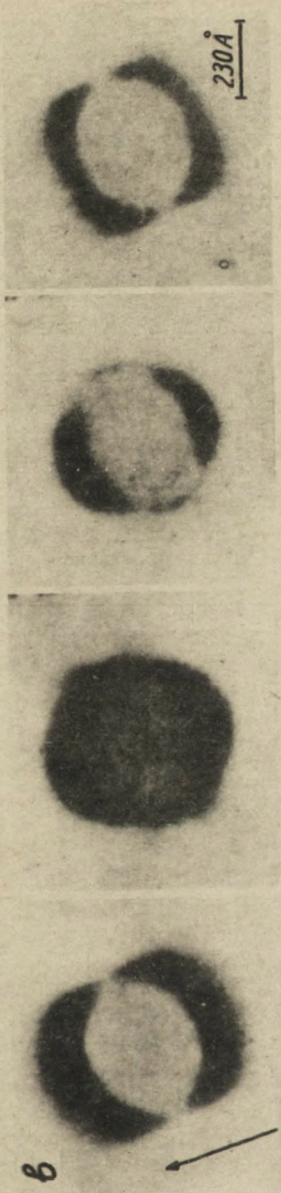


Рис. 4.44. То же, что и на рис. 4.43, но $\bar{g} = [310]$ и изображение вне проекции petals

в плоскости (111) в фольге толщиной $t=7,25t_{110}$, ориентированной по $z=[139]$. Используются четыре значения W_{310} (1,6; 1,8; 2,0 и 2,2) для трех глубин залегания (1,0; 1,25; 1,50 в единицах t_{310}). Детали изображения чувствительны к варьированию W и d . Но это не мешает интерпретации контраста. К тому же возможен и более тонкий анализ контраста. В табл. 4.2 систематизированы данные по влиянию параметра W на значения экстинкционной длины, толщины фольги, глубины залегания петли, ее радиуса и проекции диаметра петли на направление пучка электронов h , взятых в единицах эффективной экстинкционной длины $t_g^w = t_g/\sqrt{1+W^2}$. Данные, выделенные в табл. 4.2 прямоуголь-

Таблица 4.2

Изменение t_g^w , t , d , а и h с w_g

w	t_{110}^w	t_{310}^w				
	0	0	1,6	1,8	2,0	2,2
t_g^w (Å)	232	561	298	273	250	232
t/t_g^w	7,25	3,00	5,65	6,17	6,75	7,25
d/t_g^w	2,42	1,00	1,88	2,06	2,24	2,42
d/t_g^w	3,02	1,25	2,36	2,57	2,80	3,02
d/t_g^w	3,62	1,50	2,81	3,08	3,36	3,62
a/t_g^w	1,00	0,41	0,78	0,85	0,93	1,00
h/t_g^w	1,49	0,61	1,16	1,26	1,38	1,49

ником, относятся к рис. 4.43 и 4.44. Разница в глубине залегания петли в t_g^w получается при $W_{310}=1,8$. Следовательно, идентичности в изображениях петли следует ожидать на рис. 4.43 в строках а и с при $W_g=1,8$, что и имеет место в действительности.

В качестве другого примера на рис. 4.45 приведены изображения малой петли также в условиях $gb=2$. Диаметр петли около 200 Å, ее вектор Бюргерса $\pm 1/2 [1\bar{1}1]$, отражения, формирующие контраст, $\pm [1\bar{3}0]$ и $\pm [3\bar{2}1]$. Изображение петли вне проекции ее ядра при $g=[1\bar{3}0]$ и $W \simeq 1,0$ и при $g=[3\bar{2}1]$ и $W \simeq 2,0$ на рис. 4.45, а и в соответственно.

Изложенное позволяет заключить, что при анализе знака вектора Бюргерса малых петель важно работать в усло-

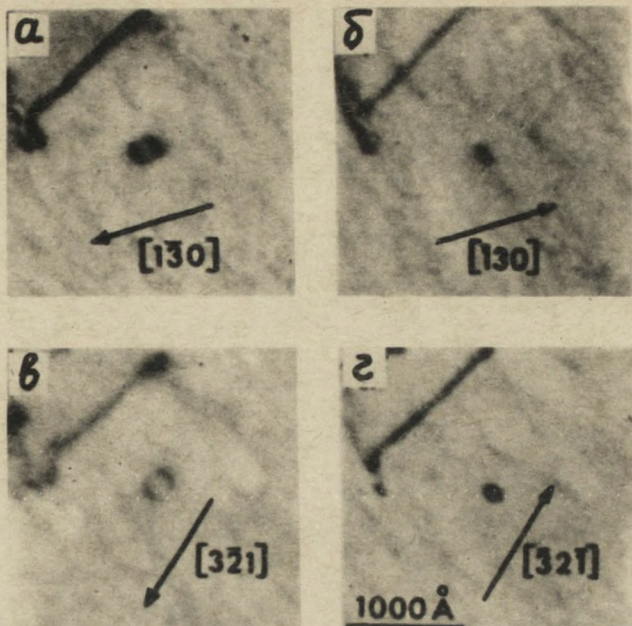


Рис. 4.45. Изображения мелкой вакансионной петли
для $\bar{g}\bar{b} = \pm 2$:
 $\bar{z} = [\bar{3}\bar{1}9]$ (а, б); $\bar{z} = [\bar{1}03]$ (в, г)

виях $\bar{g}\bar{b} \geq \pm 2$ и получать несколько недвусмысленных смен изображения.

Однако отметим, что даже при выполнении условия $\bar{g}\bar{b} \geq 2$ можно получать неопределенные данные. Примером служат обведенные окружностями изображения петли на рис. 4.31, а, б. Даже при работе в хороших дифракционных условиях и с очень хорошими образцами в случае петель диаметром около 300 Å и менее требуется чрезвычайная осторожность в трактовке знака вектора Бюргерса петли.

Приведенные выше в этом разделе данные получены для молибдена. Экспериментально петли получали нейтронным облучением. Аналогичное поведение показали изображения мелких петель в алюминии, образовавшиеся при пластической деформации. Как видно из рис. 4.46, изменению знака $(\bar{g}\bar{b})$ отвечает разворот изображения петли, с ростом $\bar{z}$ изображение становится «трехточечным». Обнаружение

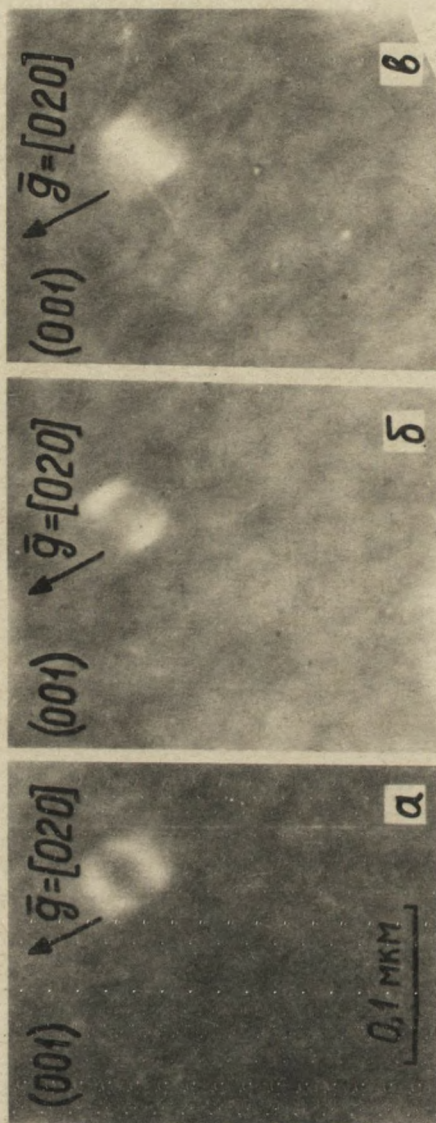


Рис. 4.46. Темнопольные изображения дислокационной петли диаметром ~ 500 Å в рефлексе (020):

$$a \cdots s_a > 0, (\bar{g}b)s_c > 0; \quad б \cdots s_\delta < 0, (\bar{g}b)s_\delta > 0; \quad в \cdots |s_B| > |s_\delta|$$

таких изображений в алюминии, который можно считать практически изотропным, свидетельствует о том, что подобные изображения петель не связаны с особенностями полей смещений, обусловленными анизотропией кристалла.

Определение знака $\bar{b}$ по изображениям призматических петель с «хвостами интенсивности». Уже упоминались особенности контраста, обусловленные хвостами интенсивности. Этот эффект может использоваться для определения знака вектора Бюргерса призматической дислокационной петли. Существует правило: если на позитивных снимках область внутри петли выглядит более светлой, чем область вне ее, то изображение петли уже ее проекции и соответствует $(g\bar{b})s > 0$; если на этих же снимках область внутри петли выглядит более темной, чем область вне ее, то изображение шире ее проекции и соответствует $(g\bar{b})s < 0$. На рис. 4.47 приведены изображения дислокационных призматических петель с векторами Бюргерса

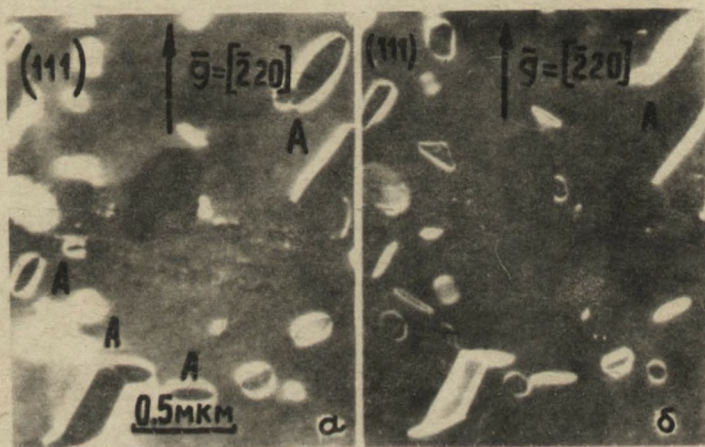


Рис. 4.47. Темнопольные изображения призматических дислокационных петель с векторами Бюргерса $1/2\langle 110 \rangle$ в рефлексе (220) :

а — $s > 0$. А — петли, на изображениях которых отмечается контраст, обусловленный «хвостами интенсивности»; б — $s < 0$. Изменения характера контраста, обусловленного «хвостами интенсивности». Широким изображениям соответствует большее почернение областей, ограниченных контурами петель. Для узких изображений эти области светлее фона

са $1/2\langle 110 \rangle$, возникших в Si при ионной имплантации В последующем отжиге. Определив знак произведения $(\bar{g}\bar{b})$ можно найти знак вектора Бюргерса. Затем можно узнать тип петли, если известен наклон плоскости залегания пет.

При обсуждении особенностей изображения дефектов связанных с контрастом типа полос смещения (см., например, рис. 4.17), отмечалось, что для мелких петель, проекция которых на направление пучка электронов меньше $1/4t_g$ (или $1/4t_g$ для тонких фольг), возможна ситуация, когда вся петля лежит в диапазоне глубин, ответственных за формирование только одной темной (или светлой) полосы изображения. Внешние проявления контраста типа полос смещения в этом случае будут похожи на особенности контраста, обусловленного хвостами интенсивности. Поэтому к интерпретации изображений мелких дислокационных петель необходимо подходить с большой осторожностью.

Определение знака $\bar{b}$ по аномально широким изображениям призматических петель. Анализ природы дислокационных петель может осуществляться с помощью их аномально широких асимметричных изображений, возникающих в условиях точного брэгговского положения отражающих плоскостей для дислокационных петель, удаленных от поверхностей кристалла на расстояния, не превышающие экстинкционной длины. Такие изображения петель связаны с релаксацией напряжений на поверхностях образца. Расположенные вдоль направления дифракционного вектора $\bar{g}$ аномально широкие асимметричные изображения участков дислокационной петли имеют контраст противоположного знака: одно из них светлое, а другое — темное. На светлополюсных изображениях петель последовательность светлых и темных участков вдоль $\bar{g}$ зависит от расположения петли (у верхней или нижней поверхности) и от ее типа. Аномальная абсорбция ведет к псевдодополнительности светлополюсного и темнопольного изображений дефектов, расположенных у нижней поверхности кристалла. Поэтому последовательность черно-белого контраста на темнопольных снимках определяется только типом петли. Изображения дефектов, расположенных у верхней поверхности, на светлопольном и темнопольном снимках имеют контраст одного знака.

Имеется следующее правило, позволяющее распознавать петли разного типа с помощью аномально широких асим-

тричных изображений: на темнопольных снимках для дислокационных призматических петель вычитания со стороны положительного направления дифракционного вектора наблюдается светлая ветвь, а с противоположной стороны — темная. Последовательность черно-белых деталей изображения петли вдоль $\bar{g}$ для петель внедрения обратная. На рис. 4.48 приведено темнопольное аномально широкое асимметричное изображение дислокационной петли в рефлексе $(\bar{1}\bar{3}\bar{1})$. Петля возникла в кремнии при ионной имплантации бора и последующем отжиге, имеет вектор Бюргерса $2[\bar{1}10]$, залегает в плоскости, близкой к $(\bar{1}10)$, и принадлежит к петлям вакансионного типа.

Использование особенностей контраста в дефектах упаковки для анализа знака ветвей частичных дислокаций.

Особенности полосчатого контраста на изображениях астигматических выделений, наклоненных к поверхностям фольги и петель Франка могут быть использованы для определения знака смещений в матрице вокруг выделений или зна-

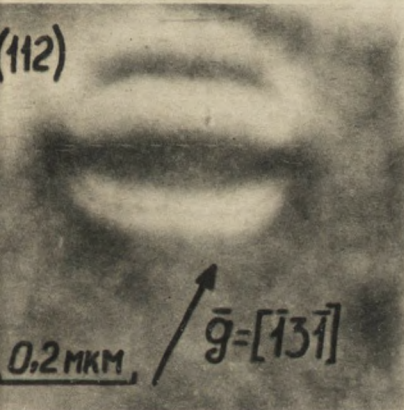


Рис. 4.48. Аномально широкое асимметричное темнопольное изображение вакансионной петли в рефлекс $(\bar{1}\bar{3}\bar{1})$ при $s=0$. Дислокационная ветвь, расположенная со стороны положительного направления $\bar{g}$, лежит вблизи поверхности фольги и имеет светлое изображение. Другая ветвь находится в глубине фольги

вектора Бюргерса петлей и, следовательно, природы последних. В основе этого лежат учет эффектов аномальной дифракции и сопоставление интенсивностей прямой и дифракционной волн для первых полос от проекций линий пересечения соответствующего дефекта с верхней и нижней поверхностями фольги и для фона. Можно рекомендовать методику, описанную в главе 3.

В качестве примера применения рекомендуемой методики можно использовать изображения вакансионной петли Франка в пластинке кремния (рис. 4.49). Здесь участки выхода дефекта на верхнюю и нижнюю поверхности пластинки обозначены соответственно В и Н. Плоскость рис. 4.49 отвечает плоскости (111), $\bar{g}=[\bar{2}20]$ и $s=0$. Видно, что на изо-

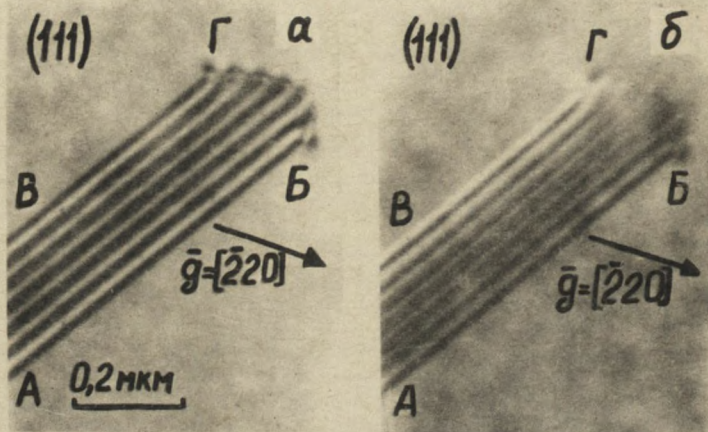


Рис. 4.49 Светлопольное (а) и темнопольное (б) изображения участка дислокационной петли Франка

бражении в светлом поле характер контраста крайних полос на участках В и Н одинаков и они темнее фона. При переходе к изображению в темном поле крайняя полоса на участке В сохраняется темной, а крайняя полоса на участке Н становится светлее фона.

4.5.4. Определение величины вектора Бюргерса дислокационных петель

Широкие симметричные изображения малых дислокационных петель, плоскости залегания которых параллельны электронному пучку, можно использовать для нахождения величины их вектора Бюргерса. Согласно расчетам в рамках двухволновой динамической теории контраста в колонковом приближении для случая точного брэгговского отражения были получены для призматических петель различной величины зависимости максимальной ширины их светлопольного

изображения (соответствующей интенсивности, на 20% меньшей интенсивности фона) вдоль направления X-проекции вектора Бюргерса на плоскость изображения от величины параметра $M = \lg \left(\frac{a^2}{t_g^2} g b \cos \Theta \right)$, где Θ — угол между вектором $\bar{g}$ и направлением X (рис. 4.50). Измеряя на снимке

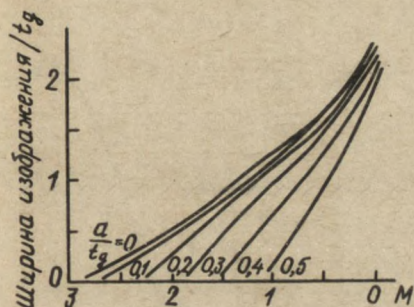


Рис. 4.50. Зависимость ширины изображения петли от параметра M при $t = 5t_g$ и $W = 0$

диаметр петли (вдоль линии нулевого контраста), указанную ширину ее изображения и угол Θ и зная из опыта g и t_g , по кривым рис. 4.50 определяется величина $|\bar{b}|$. Дислокационные петли должны находиться от поверхности фольги на расстоянии, не меньшем, чем экстинкционная длина. Рекомендуется использовать большие $|\bar{g}|$, поскольку, как следует из рис. 4.50, точность измерений $|\bar{b}|$ возрастает с увеличением $|\bar{g}|$. При определении $|\bar{b}|$ требуется обращать внимание на то, чтобы действующим было только одно отражение, выполнялись условия точного брэгговского отражения (по расположению линий Кикучи на дифракционной картине или по наличию соответствующего экстинкционного контура вблизи исследуемой петли), интенсивность фона была достаточно высокой и сохранялась линейность между степенью почернения эмульсии фотопластинки и потоком электронов, проходящим через фольгу за время экспозиции. Необходимо также контролировать увеличение микроскопа и выбирать для анализа петли, имеющие симметричное относительно линии нулевого контраста изображение (что свидетельствует о расположении их на достаточном удалении от поверхности фольги), размер которых значительно меньше толщины фольги.

Применение методики иллюстрирует рис. 4.51. Он отвечает дислокационной петле в деформированном кремнии диаметром 320 Å, лежащей в фольге толщиной 6700 Å, измеренная величина вектора Бюргерса которой составляет 3,5 Å. Следует заметить, что наклон плоскости залегания

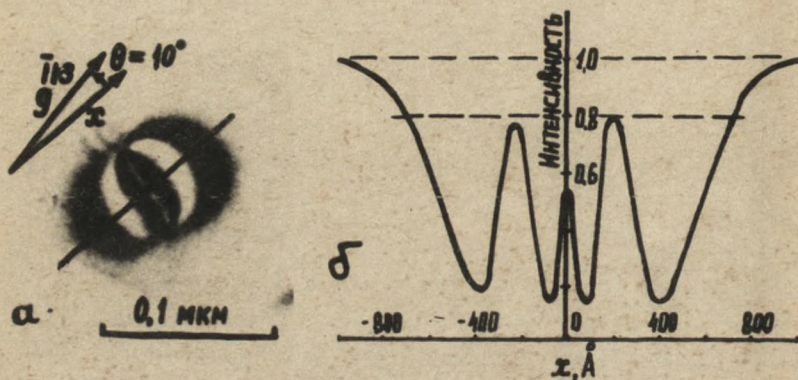


Рис. 4.51. (а) Светлопольное изображение лежащей почти параллельно пучку электронов дислокационной петли при $s=0$. Кремний. (б) Экспериментальная кривая распределения вдоль линии АВ интенсивности прямой волны

петли к пучку электронов вплоть до 15° не сказывается на измеренной величине вектора Бюргерса петли, а наклон до 30° вносит в ее определение ошибку, меньше экспериментальной.

4.5.5. Определение плоскости залегания дислокационной петли

Чтобы полностью охарактеризовать петлю дислокации, требуется задать кристаллографические индексы нормали $\bar{p}$ к плоскости залегания петли. Однако заметим, что для однозначной идентификации природы петли достаточно лишь не выйти за рамки выполнения определенного критического соотношения между $\bar{p}$ и $\bar{b}$ (см. разд. 4.5.3).

В случае кубических кристаллов возможно следующее рассуждение. Известно, что при их закалке или облучении в них образуются диски точечных дефектов в наиболее пло-

тноупакованных плоскостях. При последующем сдвиге в плотноупакованном направлении в плоскостях залегания дисков возникают петли полных дислокаций. Они могут существенно снизить свою энергию, разворачиваясь и приобретая краевую ориентацию. Следовательно, в ОЦК кристаллах при $\bar{b}=1/2 [111]$ возможно залегание петли в плоскостях с $\bar{n}=[110]$, $[101]$ и $[011]$. Поэтому угол между $\bar{n}$ и $\bar{b}$ не превысит 36° . Если $\Phi < 54^\circ$, z отвечает такой ориентации, что можно проводить анализ петли так, как будто она чисто краевая. Приведенное рассуждение определяет верхний предел для соотношения между $\bar{b}$ и $\bar{n}$. Аналогичные рассуждения правомерны и для ГЦК кристаллов, в них векторы Бюргерса $\bar{b}=1/2\langle 110 \rangle$. Ниже приведены наиболее распространенные методики определения плоскостей залегания петель.

Использование характера распределения контраста по периметру изображения дислокационной петли. Контраст на изображениях винтовых дислокационных диполей ослабевает по мере уменьшения расстояния между его дислокациями. На этом основана методика исследования природы призматических гексагональных дислокационных петель со сторонами вдоль направлений $\langle 110 \rangle$, залегающих в плоскостях $\{111\}$ и имеющих векторы Бюргерса $1/2 \langle 110 \rangle$, наклонные к плоскости петель (рис. 4.52). Две противолежащие стороны подобной петли АВ и DE, ориентированные вдоль направления $[110]$, —

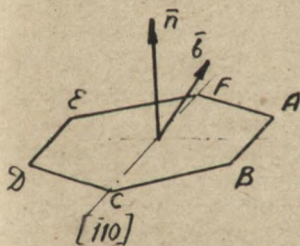


Рис. 4.52. Схематическое изображение гексагональной призматической дислокационной петли с вектором Бюргерса $\bar{b}=1/2 [110]$ и плоскостью залегания (111) ; $\bar{n}$ — нормаль к плоскости петли

краевые дислокации. Стороны EF, FA, BC, CD имеют винтовую компоненту вектора Бюргерса. При этом на участках BC и CD (или EF и FA соответственно) винтовые компоненты $\bar{b}$ противоположного знака. Такую ситуацию можно

моделировать рядом диполей, образованных винтовыми дислокациями, расстояние между которыми при движении к точке С (или F) постепенно сокращается, следовательно, контраст при движении вдоль дислокационных отрезков от точек В и D к точке С (или F) должен постепенно ослабевать. Вдоль линии CF будет проходить линия минимального контраста.

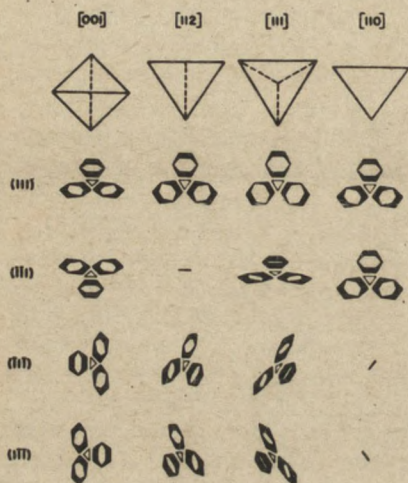


Рис. 4.53. Схема распределения интенсивности по периметру изображения призматических дислокационных петель с векторами Бюргерса типа $1/2\langle 110 \rangle$ и плоскостями залегания типа $\{111\}$. Проекция вдоль направлений $[100]$, $[110]$, $[111]$, $[112]$

На рис. 4.53 приведена схема распределения контраста по периметру изображения полной призматической дислокационной петли для петель, залегающих в различных плоскостях типа $\{111\}$ и имеющих различные векторы Бюргерса типа $1/2\langle 110 \rangle$. Схематические изображения построены для четырех осей проекции: $[001]$, $[112]$, $[111]$, $[110]$. Плоскости залегания дислокационных петель и направления векторов Бюргерса могут быть определены по симметрии изображений и своеобразному эффекту кажущегося «скручивания» этих изображений, обусловленному неравномерным распределением интенсивности по периметру изображения петли. Дифракционный контраст в этом случае отличается тем, что линия минимального контраста лежит вдоль проекции направления типа $\langle 110 \rangle$, расположенного в плоскости петли и нормального направлению вектора Бюргерса, а изображения точек, соответствующих контрасту максимальной интенсивности, лежат вдоль проекции направления $\langle 112 \rangle$, также рас-

положенного в плоскости петли и являющегося проекцией вектора Бюргерса на плоскость петли. Заметим, что для петель с вектором Бюргерса, нормальным плоскости петли, линия минимального контраста обычно параллельна линии пересечения плоскости петли с поверхностью фольги.

В случаях, когда плоскость залегания петли параллельна пучку электронов, петля наблюдается в виде линии. Иногда при этом может возникать двухточечный контраст, при котором две наиболее интенсивные точки на изображении соответствуют проекциям краевых дислокаций. Двухточечный контраст внешне подобен контрасту, наблюдаемому для малых петель в условиях $(\bar{g}\bar{b})s > 0$ (см. рис. 4.46).

Надо отметить, что при использовании описанных выше эффектов контраста на изображениях дислокационных петель для расшифровки их природы необходимо проявлять определенную осторожность. Это связано со следующим. Когда дислокационная петля лежит в плоскости, почти перпендикулярной электронному пучку, ее вектор Бюргерса составляет не слишком большой угол с направлением пучка и, следовательно, величина $(\bar{g}\bar{b})$ достаточно мала, то контраст на изображении петли определяется не только смещениями, параллельными вектору Бюргерса, но и радиальными смещениями, нормальными плоскости скольжения петли. В таких условиях на изображениях петли могут проявляться особенности, свойственные остаточному контрасту, свойства и причины возникновения которого обсуждаются в разделе 4.5.2. Отметим, что для него характерно отсутствие на фотографиях изображений участков дислокационной петли, параллельных дифракционному вектору.

Поэтому при указанных выше условиях смена системы отражающих плоскостей может приводить к изменениям в контрасте на изображении петли, причем линия минимального контраста будет поворачиваться вслед за направлением дифракционного вектора. Такая ситуация отражена на рис. 4.54, на котором приведены фотографии призматической петли, возникшей в деформированном алюминии. Отмеченный поворот линии минимального контраста позволяет распознать изображения петель, связанные с проявлением особенностей остаточного контраста, и отличить эти изображения от изображений петель, обусловленных рассматриваемыми выше эффектами.

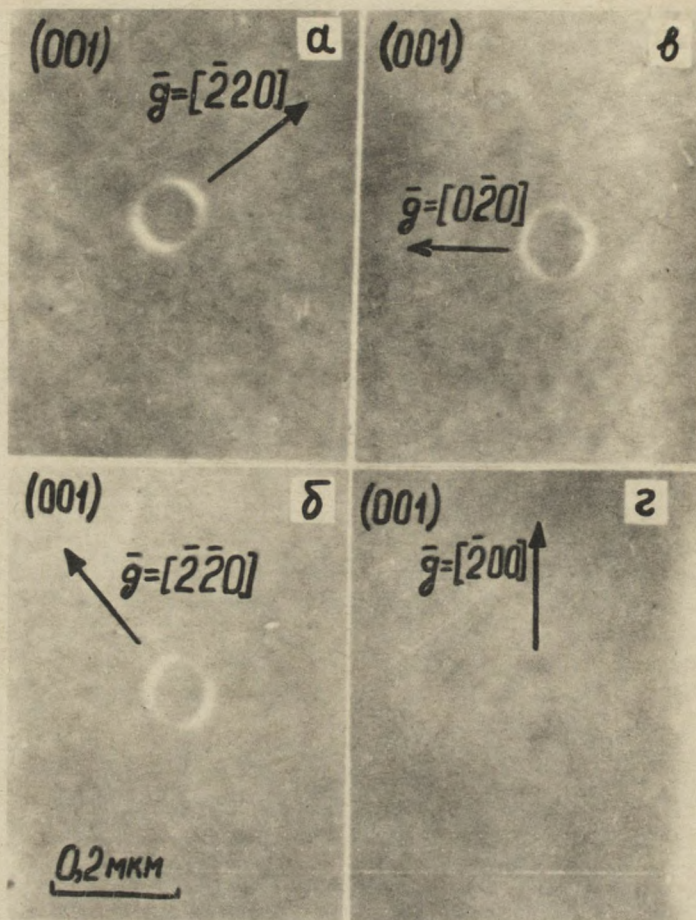


Рис. 4.54. Призматическая петля с вектором Бюргерса $1/2 [011]$, плоскостью залегания, близкой к (001):

а — темнопольное изображение в рефлексе $(\bar{2}\bar{2}0)$, $(\bar{g}\bar{b})$ $s > 0$; б — в рефлексе $(\bar{2}\bar{2}0)$, $(\bar{g}\bar{b})$ $s < 0$; в — в рефлексе $(0\bar{2}0)$, $(\bar{g}\bar{b})$ $s > 0$; г — светлопольное изображение в рефлексе $(\bar{2}00)$, соответствующее остаточному контрасту при $(\bar{g}\bar{b}) = 0$

Заметим, что на изображениях пор или выделений в кристаллах при изменении действующего отражения также наблюдается поворот линии отсутствия контраста, причем она

всегда ортогональна дифракционному вектору. Последнее обстоятельство и особенности остаточного контраста или полное исчезновение изображения петли в условиях $(\bar{g}\bar{b})=0$ помогают отличать дислокационные петли (в том числе мелкие) от пор и выделений.

Использование наклонов фольги на большие углы. Изменение формы и размера изображения петли при наклоне содержащей ее фольги на большие углы в фиксируемом направлении используют для приближенной оценки плоскости петли и знака ее наклона в фольге. Для точного определения ориентации петли требуются два ее изображения при положениях фольги, различающихся взаимным разворотом примерно на 20° . Переходом от $\bar{g}$ к $-\bar{g}$ этого достичь нельзя, т. к. брэгговские углы для отражений с заметной интенсивностью дифрагированных волн не более 2° .

Когда круглая петля лежит в наклонной к электронному пучку плоскости, она наблюдается в виде эллипса. Большая ось такого эллипса отвечает линии пересечения плоскости залегания петли с горизонтальной плоскостью и обычно нормальна вектору Бюргерса призматической петли. Тогда использование для стереопары двух снимков, соответствующих отражениям от плоскостей, нормальных этой оси и развернутых относительно друг друга вокруг параллельного большой оси эллипса направления, невозможно, так как эти снимки отвечают случаю $(\bar{g}\bar{b})=0$, и дислокации не видны. Использование снимков, отвечающих отражениям, которые реализуются при повороте фольги вокруг других осей, не лежащих в плоскости петли, приводит к резкому и неоправданному возрастанию трудностей при математической обработке результатов. В силу отмеченных обстоятельств становится нереальным применение методики, основанной на получении снимков стереопары в одном и том же рефлексе, для нахождения расположения петли в кристалле.

Наиболее естественным представляется использование фотографий, полученных при развороте образца вокруг оси, параллельной большой оси эллиптического изображения петли, но соответствующих разным рефлексам ($\bar{g}_1$ и $\bar{g}_2$). При этом необходимо соблюдение условий: по возможности должны быть равны $|\bar{g}_1\bar{b}|$ и $|\bar{g}_2\bar{b}|$ для исключения зависимости положения проекции петли на изображении от модуля $|\bar{g}\bar{b}|$;

параметры $(\bar{g}b)s$ должны быть одного знака для устранения соответствующего влияния на размер изображения петли.

Применение методики иллюстрируется рис. 4.55 и 4.56. На рис. 4.55 приведены темнопольные изображения петли.

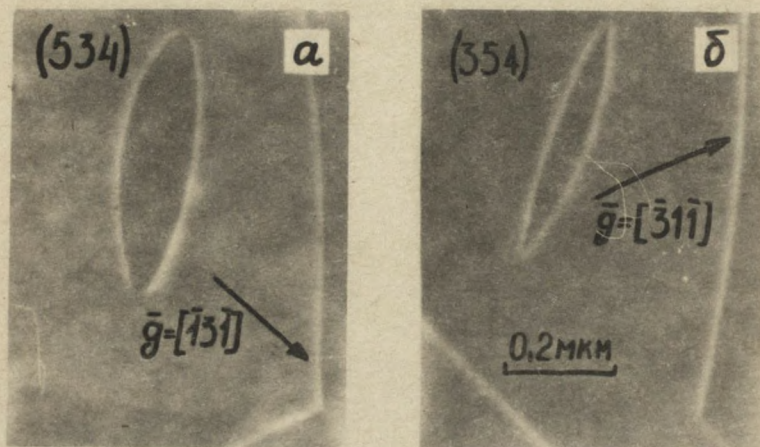


Рис. 4.55. Темнопольное изображение дислокационной петли:

а — проекция на плоскость (534), действующее отражение $(\bar{1}31)$, $s > 0$; б — проекция на плоскость (354) в рефлексе (311) , $s > 0$

возникшей в кремнии при ионной имплантации фосфора с последующим отжигом. Она расположена в пластинке, вырезанной из кристалла по плоскости (111). Ее $\bar{b} = 1/2 [\bar{1}10]$. Большая ось эллипса параллельна $[112]$. При вращении пластинки вокруг этой оси на $\pm 11,5^\circ$ получены изображения петли на плоскостях (534) и (354), угол между которыми — 23° . Зоне $[534]$ принадлежит отражение $(\bar{1}31)$, зоне $[354]$ — рефлекс (311) . В обоих случаях произведения $(\bar{g}b)$ равны по модулю и имеют одинаковый знак. Поэтому изображения для стереопар получены при одинаковых по знаку s . Методом анализа следов по ширине проекций петли на изображениях определяется плоскость залегания петли. Ей отвечает плоскость $(\bar{1}11)$.

Поворот образца, для которого нормаль к плоскости $(\bar{1}11)$ параллельна направлению пучка электронов, вокруг других

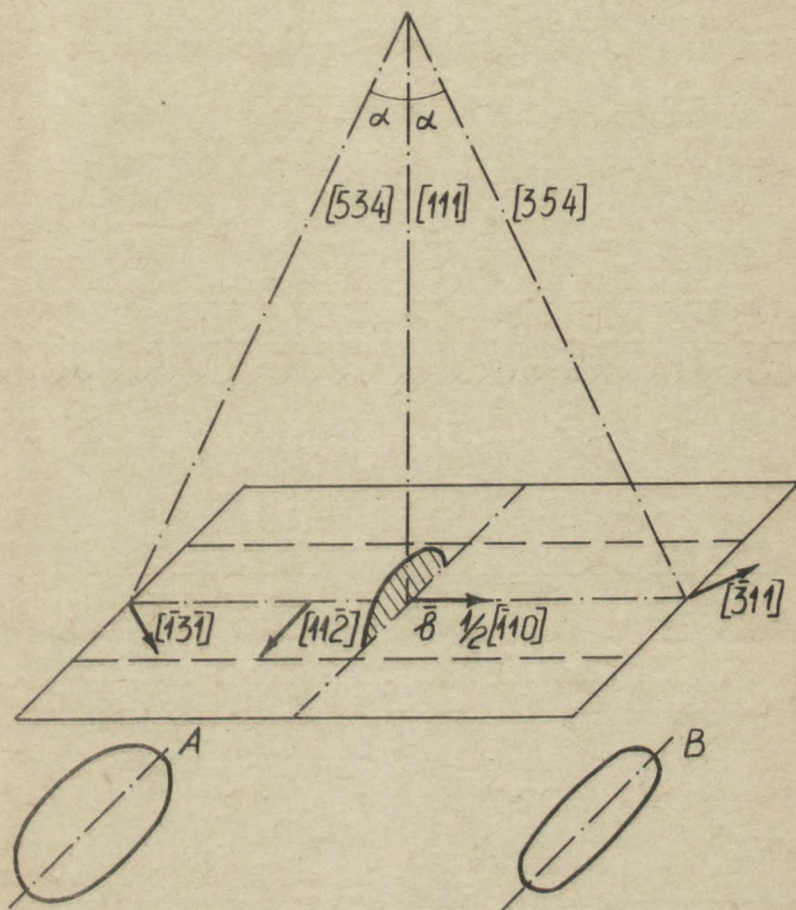


Рис. 4.56. Схема изображения стереопары, соответствующей двум изображениям в различных рефlekсах. Заштрихована «верхняя» часть петли, выступающая над плоскостью (111) . Проекция А соответствует изображению петли на рис. 4.55, а; В — рис. 4.55, б

направлений $\langle 112 \rangle$ тоже позволяет перейти к зонам $\langle 345 \rangle$. Аналогично можно получить стереопары в случаях, когда направление пучка электронов параллельно направлению типа $\langle 001 \rangle$. При этом можно воспользоваться проекциями на плоскости типа $\{013\}$ и изображениями в рефlekсах типа $\{113\}$.

Использование эффекта аномального поглощения электронов. Различие в интенсивностях изображений участков дефекта, расположенных у противоположащих поверхностей фольги, на темнопольных микрофотографиях при $s \neq 0$ обусловлено эффектом аномальной абсорбции. При $s \gg 0$ большое аномальное поглощение испытывает дифрагированная волна, а при $s \ll 0$ этот эффект сильнее сказывается на интенсивности первичной волны.

Темнопольные изображения, получаемые при электронно-микроскопических исследованиях, можно условно разделить на «динамические» и «кинематические». Если при переходе от светлопольной микрофотографии к темнопольной пренебречь изменениями характера контраста для дефектов, расположенных у нижней поверхности кристалла, со светлого на темный и наоборот, то темнопольное динамическое изображение подобно светлопольному, возникающему при аналогичных дифракционных условиях ($s = \text{const}$). То есть в зависимости от знака произведения (gb) и глубины залегания дефекта его изображение может быть светлее или темнее окружающего этот дефект «фонового» изображения бездефектного кристалла.

Кинематическое темнопольное изображение возникает при $|s| \gg 0$. В этих условиях дефекты видны светлыми на темном фоне. Поскольку кинематическое изображение возникает при значительном отклонении от точного брэгговского положения, то для этого случая можно пренебречь эффектами динамического взаимодействия падающей и рассеянной волн.

При $s \gg 0$ сильнее поглощается дифрагированная волна, и волна, рассеянная участком кристалла, близким к верхней его поверхности, дойдет до нижней его поверхности значительно ослабленной по сравнению с волной, рассеянной областью, прилегающей к нижней поверхности кристалла. В случаях дефектов, расположенных в верхней половине кристалла, подобное ослабление приведет к уменьшению вклада от областей, расположенных выше дефекта. Для дефектов, расположенных в нижней половине кристалла, волна, рассеянная областью выше дефекта, ослабляется не столь значительно, и ее вклад в результирующую амплитудно-фазовую диаграмму оказывается более веским, чем для дефектов, залегающих у верхней поверхности. Это ведет к тому, что на темнопольных кинематических микрофотографиях при $s \gg 0$ интенсивность изображений дефектов, залегаю-

щих у верхней поверхности, меньше, чем для дефектов, лежащих в нижней половине кристалла.

При $s \ll 0$ более сильное аномальное поглощение испытывает первичная волна, которая доходит до областей в нижней части кристалла значительно ослабленной. Это ведет, в свою очередь, к уменьшению интенсивности волны, рассеянной этой частью фольги. Поскольку из-за ослабления первичной волны при $s \ll 0$ вклад областей ниже дефекта в результирующую амплитудно-фазовую диаграмму для дефектов, расположенных в верхней половине кристалла, больше, чем для дефектов в нижней половине, то изображения дефектов, залегающих у верхней поверхности фольги, на соответствующих темнопольных кинематических микрофотографиях выглядят более интенсивными.

Наблюдения за дислокационными петлями в темном поле при $s \neq 0$ обеспечивают относительно простой и надежный способ распознавания: какая из двух ветвей на изображении дислокационной петли расположена ближе к верхней, а какая — к нижней поверхности фольги.

Изображения дислокационных петель, возникших в кремнии при ионной имплантации фосфора и последующем отжиге, на рис. 4.57, а соответствуют отражению (220) и $s > 0$, а на рис. 4.57, б — тому же отражению и $s < 0$. Изображения участков петель, залегающих у противоположащих поверхностей фольги, имеют различную интенсивность. Анализ контраста на изображениях приводит к выводу, что петлям А и Б отвечает расположение в фольге, приведенное на рис. 4.57, в.

При использовании методики следует иметь в виду, что различия в интенсивностях изображений участков дефекта, расположенных на разной глубине, должны возникать только при относительно больших отклонениях от точного брэгговского положения. Обычно подобные эффекты легче всего наблюдать в момент смены двух типов контраста, соответствующих темнопольному изображению: кинематического и динамического, так как дальнейшее увеличение отклонения от точного брэгговского положения нежелательно, поскольку при увеличении $|s|$ резко снижается интенсивность всего изображения в целом.

Петли (см. рис. 4.57) залегают в фольге толщиной $5t$. Для более толстых фольг и относительно больших по диаметру петель различия в интенсивностях изображений двух ветвей, расположенных на разной глубине, могут быть зна-

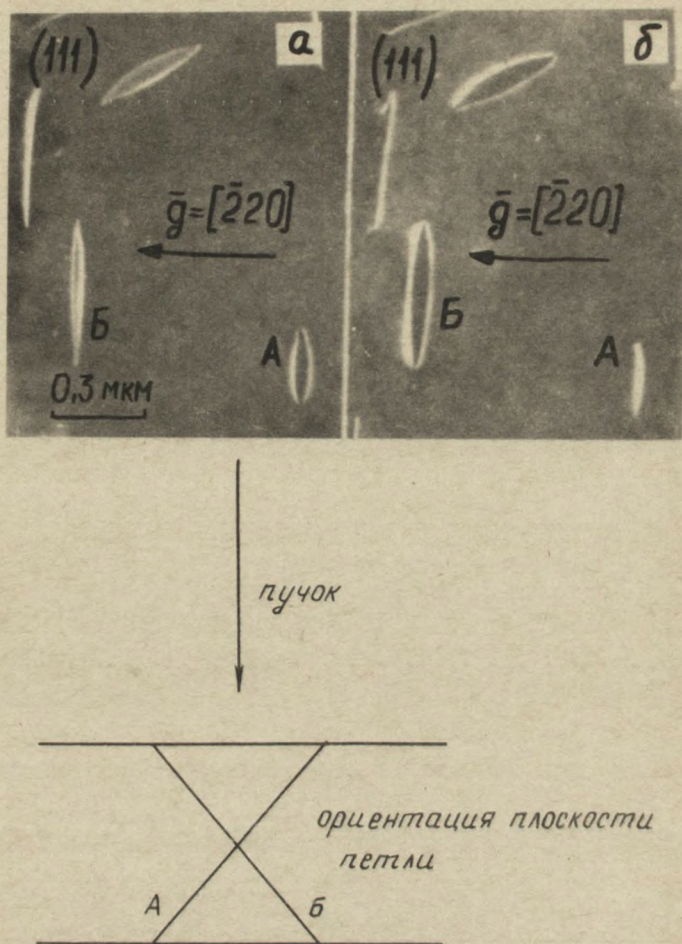


Рис. 4.57. Темнопольные изображения дислокационных петель (а, б) и схема их расположения в фольге (в). Плоскость фотографий (111)

чительными, и на микрофотографии может быть отчетливо видна только одна более интенсивная ветвь. В качестве примера на рис. 4.58 представлены призматические краевые петли, расположенные в толстом участке образца арсенида галлия. Изображение получено при отражении $(2\bar{2}0)$ и

$s > 0$. Для петли А с $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}01]$ видно изображение только одной ветви.

В некоторых случаях резкое ослабление интенсивности всего изображения в целом, что особенно существенно для толстых фольг, вынуждает работать в области относительно малых $|s|$. В этих условиях кинематическое и динамическое изображения могут накладываться. Так, на рис. 4.59 приведено изображение призматической дислокационной пе-

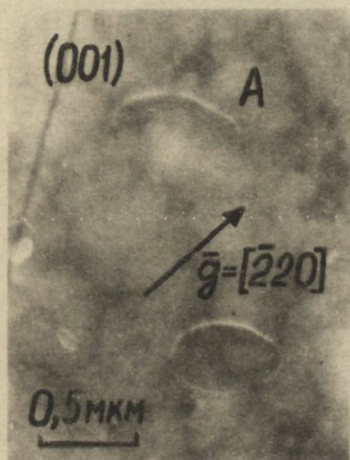


Рис. 4.58. Дислокационные петли в толстой фольге. Плоскость рисунка (001)

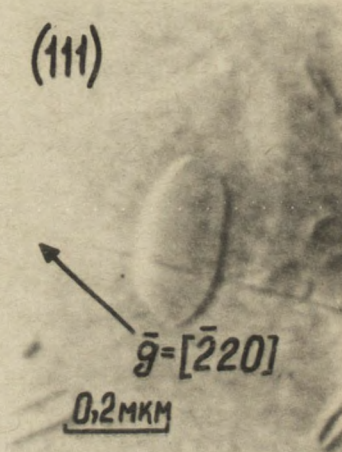


Рис. 4.59. Краевая призматическая петля в толстой пластине кремния

тли с вектором Бюргерса $1/2 \langle 110 \rangle$, возникшей в кремнии при ионной имплантации бора и последующем отжиге. Изображению соответствует отражение $(2\bar{2}0)$ и $s > 0$. Светлое «кинематическое» изображение соответствует участку петли, расположенному у нижней поверхности. На рис. 4.60 приведены изображения содержащей теллур фазы, возникшей при распаде пересыщенного твердого раствора Те в GaAs. Изображениям на рис. 4.60 соответствует отражение (220) , микрофотография на рис. 4.60, а получена при $s > 0$, а на рис. 4.60, б — при $s < 0$. Появление светлых деталей на изображениях позволяет определить ориентацию выделения в пространстве. Линия АБ соответствует пересечению плоскости выделения с нижней поверхностью фольги.

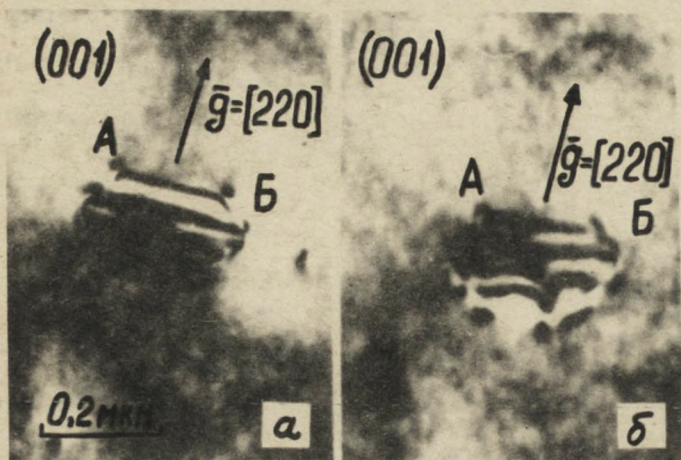


Рис. 4.60. Пластинчатое выделение в GaAs, легированном Te. Темное поле в рефлексе (220) при $s > 0$ (а) и $s < 0$ (б)

Как видно из рис. 4.59 и 4.60, наложение на одной микрофотографии двух разных изображений, динамического и кинематического, не препятствует четкому распознаванию, какому краю дефекта соответствует более интенсивное кинематическое изображение.

Особенности анализа $\bar{n}$ петель малых размеров. Экспериментальные исследования показали, что для малых петель точное определение $\bar{n}$ может быть связано с большими трудностями, порою непреодолимыми. Тем не менее в настоящее время известны несколько методов, позволяющих определить $\bar{n}$ для мелких круглых петель полных дислокаций. В основе их лежат следующие приемы.

1. Следить за изменением формы изображения проектируемой петли в ходе наклона фольги на большой угол в известном направлении и, следовательно, определить ориентацию (знак наклона) петли по отношению к направлению пучка электронов.

2. Наклонить петлю в вертикальное положение и найти $\bar{n}$ по проекции петли.

3. Измерять большие и малые оси эллиптических изображений петли при нескольких точно определенных ориентиро-

вах фольги. Сравнивая их, установить плоскость залегания петли и, следовательно, $\bar{p}$.

4. Наклоняя фольгу на большие углы, следить за поворотом большой оси изображения петли или за какой-либо другой особенностью ее изображения, которая однозначно отражает изменение в ориентации $\bar{p}$, и определить расположение и наклон петли относительно электронного пучка.

5. Применить анализ следов, используя изображения петли при двух или более точно установленных ориентировках фольги. Для этого при каждой ориентировке определить большую ось изображения. Задать ее кристаллографическое направление $\bar{t}_i$, учитывая, что она лежит как в плоскости, нормальной $\bar{z}$, так и в плоскости петли. С помощью стереографической проекции найти семейства всех возможных $\bar{p}_i$ для всех использованных $\bar{z}_i$ и, следовательно, заданных $\bar{t}_i$. Затем определить $\bar{p}$ как вектор, общий для всех полученных семейств из $\bar{p}_i$, отвечающий уравнениям $\bar{t}_i \bar{p} = 0$.

Во всех приведенных методиках используются дифракционные картины с участков фольг, содержащих анализируемые петли.

Для приближенной оценки нормали к фольге наиболее часто используют первую методику. Но в случаях малых петель достаточно трудно распознать, что происходит с малой осью изображения при наклоне фольги: остается ли она постоянной, становится больше или меньше. Частично это связано с тем, что происходит искажение изображения петли в направлении $\bar{g}$ и что изображение петли чувствительно к малым изменениям параметра W .

С другой стороны, вторая методика дает достаточно хорошие оценки $\bar{p}$. Возможны две ситуации, отраженные на рис. 4.61. На нем приведены изображения петель A и B , их векторы Бюргерса $\bar{b}_A = \pm 1/2 [\bar{1}\bar{1}1]$ и $\bar{b}_B = \pm 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$. Нормаль к фольге отклонена примерно на 5° от $[011]$. Видно, что большинство изображений отвечают вертикальным положениям петель и с точностью до 10° лежат вдоль соответствующих направлений типа $\langle 112 \rangle$. Но необходимо иметь в виду при интерпретации таких изображений, что подобно им могут выглядеть петли, для которых изображение расположено внутри проекции их дислокационных линий. Это особенно вероятно в случаях отражений высокого порядка.

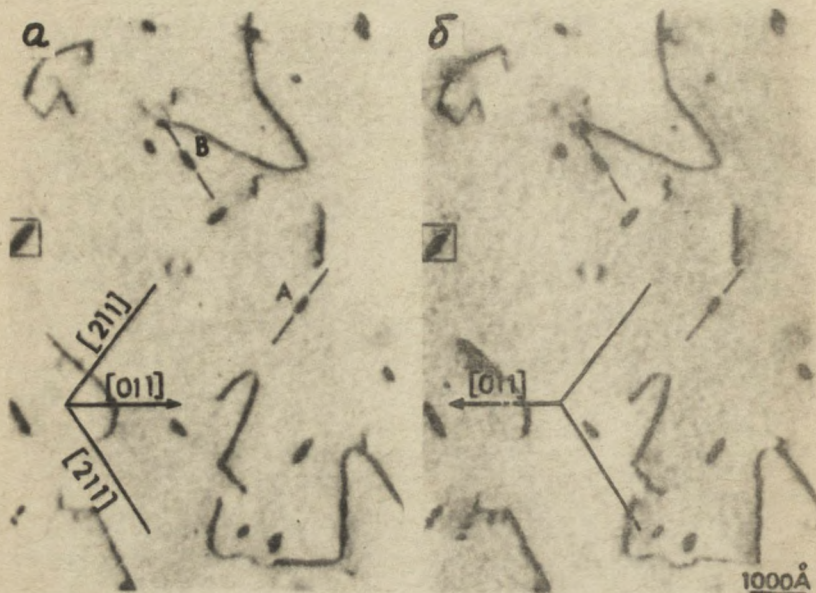


Рис. 4.61. Изображения вертикально расположенных мелких петель $\bar{g} = \pm [011]$, $W=1,0$. Заметим, петли, выделенные в квадраты, отклонены от вертикального положения

Сравнение рис. 4.61, а и 4.61, б показывает, что смена $\bar{g} = [011]$ на $-\bar{g}$ практически не влияет на изображение большинства петель, что свидетельствует об их вертикальном расположении. Эта методика не применима для петель диаметром около 100 Å. Чтобы быть уверенным, что такая петля действительно расположена вертикально, необходимо наклонять ее в обе стороны от вертикального положения. Т. е. необходимо получать ее изображение при $\pm \bar{g}$, добиваясь увеличения изображения за счет его расположения вне проекции петли. При этом реализуется граничное условие $p_z = 0$, отвечающее обратимости контраста.

Вернемся вновь к приближенной оценке $\bar{p}$ и обратимся к четвертой методике, учитывающей повороты большой оси изображения. На рис. 4.62 приведены изображения петель, векторы Бюргерса которых были определены выше (см. рис. 4.30), и показан характер изменения этих изображений при

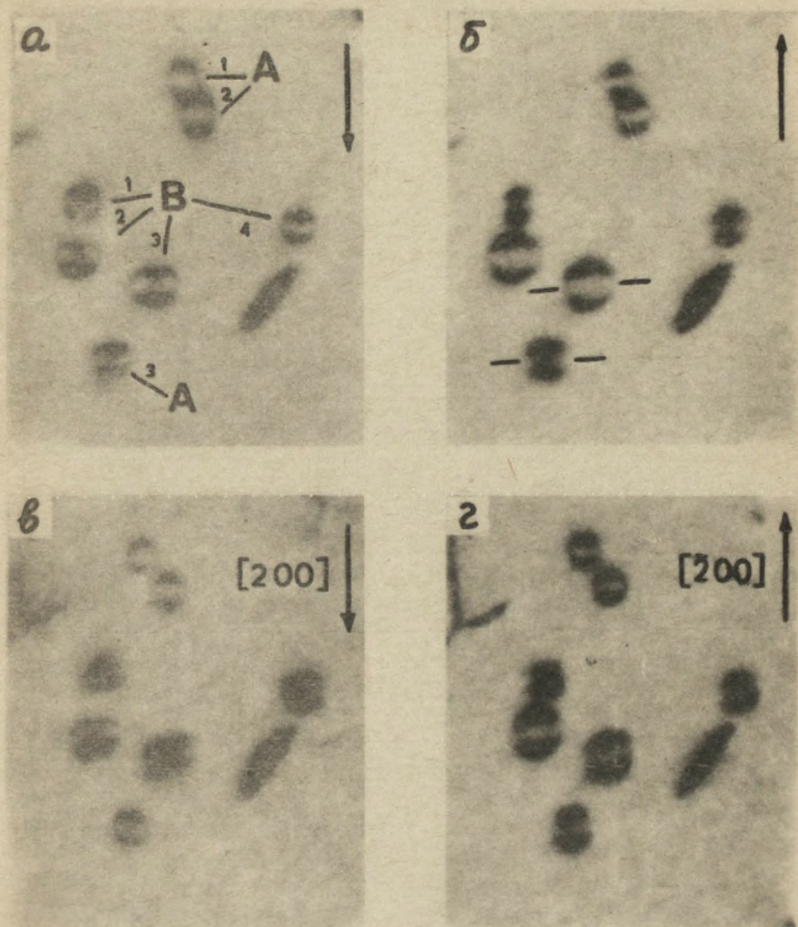


Рис. 4.62. Вращение изображений петель при изменении ориентации фольги. Изображения петель А вращаются по часовой стрелке, изображения петель В — в обратную сторону, а, б — $\bar{z} \approx [011]$; в, г — $\bar{z} = [023]$;

повороте фольги от ориентации $\bar{z} = [011]$ к $\bar{z} = [012]$. Ось поворота $\bar{g} = \pm [200]$. Петли, как и выше, обозначены А и В, $\bar{b}_A = 1/2 [\bar{1}11]$, $\bar{b}_B = 1/2 [111]$. Как видно из сравнения рис. 4.62, а и в, изображения петель А и В поворачиваются в разные стороны при изменении ориентации $\bar{z}$ в согласии

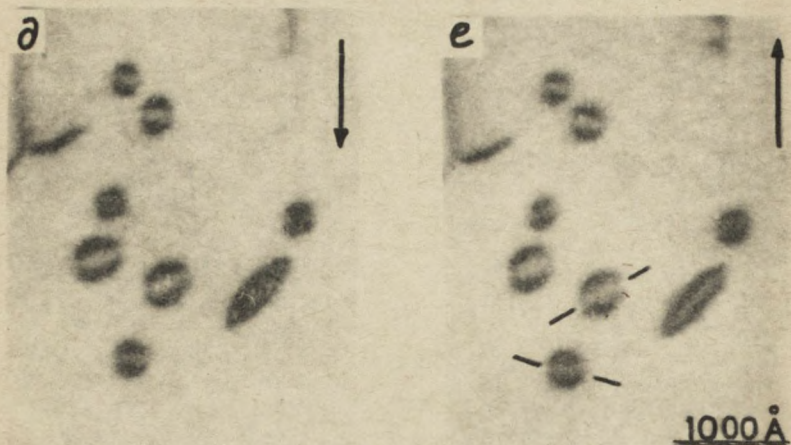


Рис. 4.62. д, е — $\bar{z} = [012]$

с ожидаемыми поворотами для петель, близких к краевым. Это отражено на стереограмме рис. 4.63, а. Данная методика позволяет установить относительный наклон петли в фольге.

Более точно определить $\bar{p}$ можно, комбинируя описанные наблюдения с обычным анализом следов, т. е. переходя к пятой методике. Ее возможности иллюстрируют изображения петель A_i и B_i на рис. 4.62 и приведенные на стереограмме рис. 4.63, б семейства возможных векторов $\bar{p}$ для этих петель. Как видно, возможны отклонения петель от краевой ориентации вплоть до 20° .

Эффект поворота изображения петли с изменением ориентации его большей оси при значительных наклонах фольги хорошо проявляется на расчетных изображениях. Так, на рис. 4.64 приведены изображения вакансионной краевой петли полной дислокации радиусом $1,0t_{110} = 230 \text{ Å}$, лежащей в плоскости (111) , для трех ориентировок фольги: $\bar{z} = [012]$ (а), $[001]$ (б) и $[01\bar{2}]$ (в). Петля находится в середине фольги толщиной $5t_{110}$. Кристаллографию отражает стереограмма на рис. 4.65. Изображения на рис. 4.64 отвечают повороту фольги относительно $\bar{g} = [200]$ на $\pm 26,5^\circ$ от $\bar{z} = [001]$, параметр $W > 1,0$ во всех случаях. Поскольку петля вакансионная и $\bar{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, контраст на рис. 4.64 соответствует

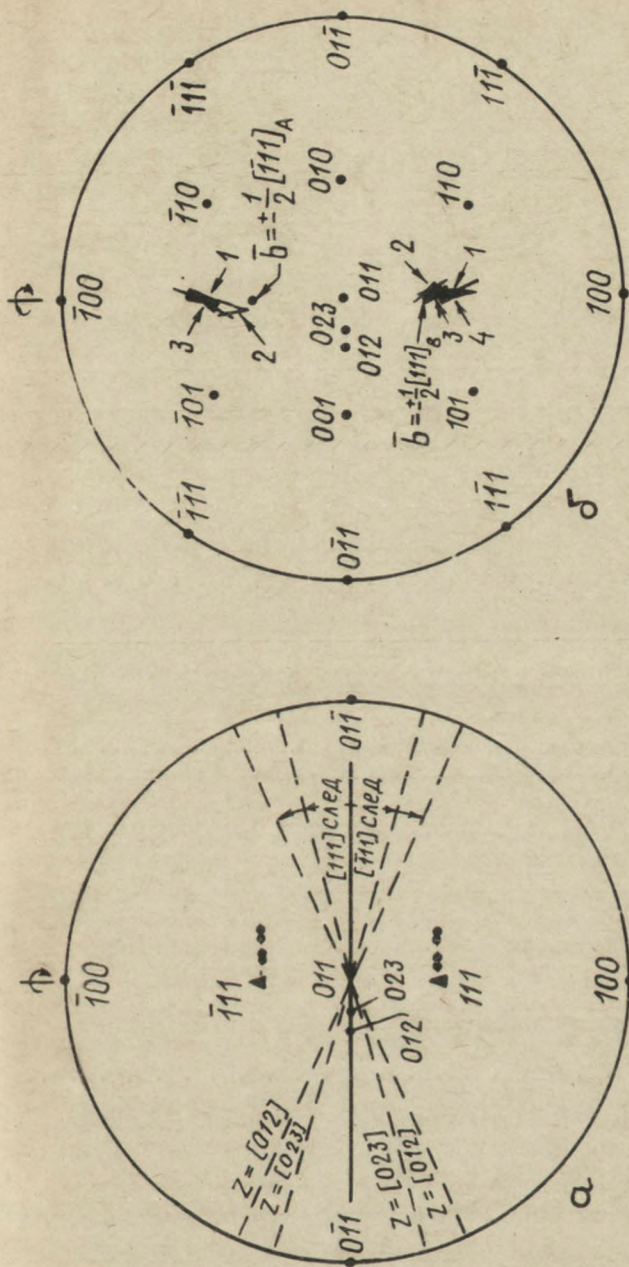


Рис. 4.63. Стереографическая проекция (к рис. 4.62).

a — вращение большой оси проекции окружностей (111) и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, при изменении ориентировки фольги от $z = [011]$ к $[012]$ и $[023]$. Положению большой оси отвечает сплошная линия при $z = [011]$ и пунктирные линии при других z ; b — семейства возможных нормалей π для петель A_i и B_k .

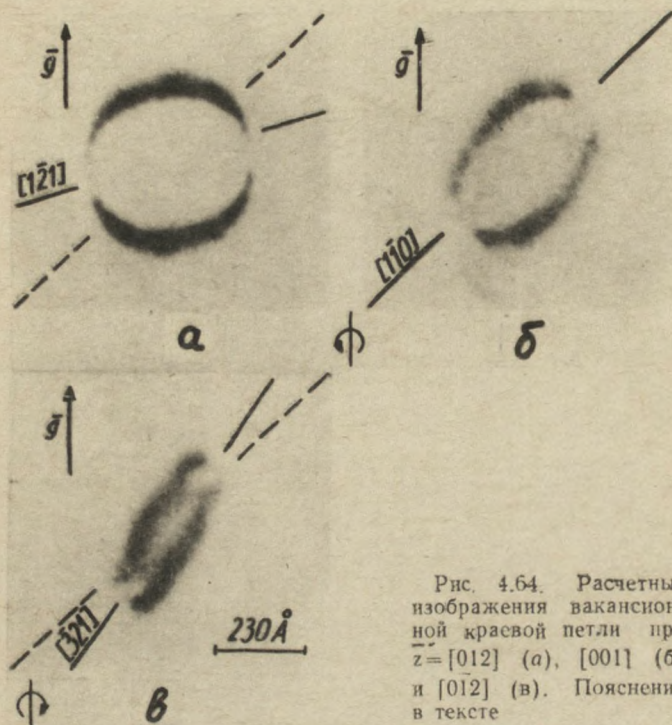


Рис. 4.64. Расчетные изображения вакансионной краевой петли при $z=[012]$ (а), $[001]$ (б) и $[012]$ (в). Пояснения в тексте

изображениям, расположенным вне проекций петли. Сплошные линии на рис. 4.64 и 4.65 отвечают большим осям проекций окружностей, лежащих в плоскостях (111) . Видно, что при переходе от $\bar{z}=[012]$ к $\bar{z}=[001]$ и затем к $\bar{z}=[0\bar{1}2]$ большая ось изображения вращается против часовой стрелки на 21° и 8° , занимая последовательно положения $[121]$, $[1\bar{1}0]$ и $[\bar{3}21]$. Анализ данных рисунков с привлечением стереографической проекции на рис. 4.65 дает возможность определить относительный наклон петли в фольге. Рассматриваемое вращение оси изображения петли при варьировании ориентировки фольги может использоваться для определения наклона малых петель, т. к. эффект вращения не зависит от ширины изображения петли.

В заключение отметим, что для малых петель можно достаточно точно определить нормали к их плоскостям. Но су-

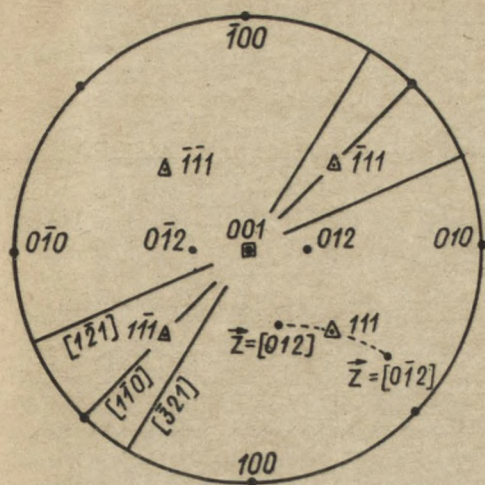


Рис. 4.65. Стереографическая проекция к рис. 4.64. Сплошные линии представляют следы плоскости (111) при $\bar{z} = [001]$, $[012]$ и $[0\bar{1}2]$

ществленные затруднения возникают для петель диаметром менее 200 Å. Однако если комплексно использовать все рассмотренные методики, то можно достаточно верно оценить $\bar{p}$ для петель размером около 100 Å.

Глава 5

ПРАКТИКУМ ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Электронная микроскопия является одним из наиболее сложных экспериментальных методов, требующих от исследователя знания теории контраста и всесторонних практических навыков в обращении с прибором. По существу сам процесс просмотра объектов в электронном микроскопе представляет научное исследование. Во многих случаях только на этом этапе можно выделить многочисленные артефакты и, используя широкие возможности прибора (наклон, вращение, подогрев, растяжение объекта и т. д.), в различных режимах работы (темное и светлое поле, дифракция) получить полную и достоверную информацию о характере исследуемого объекта и его структуре. Принципиально важным является качество подготовки образцов для просмотра, которое во многом зависит от правильности выбора метода препарирования и последовательности операций в ходе приготовления объектов. В целом результативность электронно-микроскопического исследования определяется искусством экспериментатора и предполагает его постоянное совершенствование в овладении методикой.

В данной главе будут кратко изложены основы практических методов работы с электронным микроскопом и даны методические рекомендации по проведению лабораторных работ, необходимых для приобретения у начинающих навыков в проведении электронно-микроскопических исследований.

5.1. Подготовка к работе и калибровка электронного микроскопа

Подготовка электронного микроскопа к работе включает следующие стадии:

1. Запуск вакуумной системы и достижение в ней предварительного вакуума откачкой механическим насосом.

2. Включение паромасляных насосов.

3. Откачка колонны на предварительный, а затем на высокий вакуум.

4. Включение линз, электронной пушки и формирование электронного пучка.

5. Юстировка микроскопа (см. разд. 1.4.7).

6. Введение через шлюзовое устройство в колонну объектодержателя с объектом исследования.

В связи с тем, что электронные микроскопы различных конструкций имеют свои особенности, последовательность действий оператора при выполнении указанных выше операций детально излагается в инструкции к прибору.

Для калибровки электронного микроскопа необходимо построить кривые увеличения и вращения изображения в зависимости от тока промежуточной линзы при фиксированной величине тока в объективной и проекционной линзах. Кроме этого, в микроскопах с гониометром с фиксированной осью наклона определяют точное направление оси наклона по отношению к кадрирующей рамке.

Откалибровать увеличение микроскопа при заданном ускоряющем напряжении можно, используя стандартные решетки точно известного периода. При малых увеличениях (от 500 до 15000*) используют реплику с дифракционной решетки. Последняя изготавливается путем нарезания линий с плотностью от 55 до 2160 линий на миллиметр. С этой решетки снимается металлическая реплика, а затем с нее — органическая реплика, которую оттеняют под углом к штрихам решетки. Оттенение применяют для увеличения контраста. При больших увеличениях используют кристаллические решетки некоторых неорганических монокристаллов с известным (определенным заранее рентгеновским анализом) периодом решетки. Такими тест-объектами являются, в частности, фталоцианины меди, платины и другие кристаллы. После выбора необходимого тест-объекта делают фотоснимки при различных комбинациях токов промежуточной и проекционной линз для разных ускоряющих напряжений. По этим данным строят кривые увеличения микроскопа для используемых ускоряющих напряжений.

Фотоснимки, полученные для калибровки увеличения микроскопа, могут быть использованы также и при построе-

нии калибровочной кривой вращения изображения. Для этой же цели удобно использовать монокристаллы трехокси молибдена на углеродной подложке. Кристаллы этого вещества при напылении, например на крышку фарфорового тигля, растут в виде длинных плоских игл с прямолинейными краями, параллельными кристаллографическому направлению [100]. Напыленные кристаллы смывают водой и вылавливают на объектную сеточку с углеродной пленкой. Угол поворота определяют фотографированием монокристаллов и последующим наложением на каждый снимок микродифракционной картины.

Определение положения оси наклона гониометра относительно кадрирующей рамки можно провести с использованием кикучи-линий, которые наблюдаются при дифракции на достаточно толстых просвечиваемых кристаллах, не содержащих большого количества дефектов. При наличии на кикучи-картине точки пересечения кикучи-линий, перемещающейся при наклоне образца по прямой через центр электронограммы, проекция оси наклона будет точно перпендикулярна этой прямой.

5.2. Примерный порядок проведения экспериментов при анализе субграниц

1. Приготовить методом электролитического утонения (см. разд. 5.3) тонкую фольгу из металла в полигонизованном состоянии при наличии внутри субзерен отдельных дислокаций.

2. Получить четкое изображение границ субзерен и отдельных дислокаций.

3. Получить электронограмму микродифракции.

4. Получить двухлучевое изображение. Направить дифрагированный пучок вдоль оптической оси микроскопа и получить юстированное темнопольное изображение. Вывести небольшим наклоном образец из точного брэгговского положения и пронаблюдать различие в интенсивности изображения участков дислокаций, расположенных вблизи нижней и верхней поверхностей фольги. Отметить знак параметра s или зафиксировать дифракционную картину на фотопластинке.

5. Получить темнопольное или светлопольное двухлучевое изображение при горизонтальном положении фольги. На наклоненных к горизонтальной поверхности дислокациях

должны наблюдаться осцилляции контраста. Отметить тип действующего отражения. Для подсчета толщины фольги удобнее, если изображение получено при $s=0$.

6. Получить двухлучевое изображение для нескольких отражений при условии наличия и погасания ($\vec{g}\vec{b}=0$) изображения дислокации.

Обработку экспериментальных результатов провести в следующей последовательности:

1) определить ориентировку фольги, используя электронограмму, полученную при горизонтальном положении фольги;

2) проиндцировать электронограмму;

3) определить толщину фольги t по формуле

$$t = n \cdot t_g,$$

где n — число осцилляций контраста на изображениях дислокаций;

4) определить знаки кристаллографических направлений, используя один из приведенных выше способов;

5) определить места выхода дислокаций на верхнюю и нижнюю поверхности фольги, используя различия в интенсивности темнопольного изображения дислокаций при $s \neq 0$;

6) найти направления линий дислокаций, используя однозначно определенную ориентировку кристалла и найденные толщину фольги и выходы дислокаций на поверхности;

7) определить векторы Бюргерса дислокаций, исходя из соотношения $\vec{g}\vec{b}=0$;

8) определить угол φ между линией дислокации и ее вектором Бюргерса;

9) определить плоскость, содержащую линию дислокации и ее вектор Бюргерса. Эта плоскость является плоскостью скольжения;

10) определить направление линии пересечения межблочной границы с поверхностью фольги и плоскость, в которой расположена эта граница;

11) определить угол разориентации границы блоков.

5.3. Приготовление образцов для электронно-микроскопических исследований

Основными требованиями к объектам, предназначенным для изучения в электронном микроскопе, являются прозрач-

ность для электронного пучка и отсутствие лишних структурных особенностей и загрязнений. Получение таких объектов часто требует использования оригинальных приемов. Однако для большинства известных материалов разработаны стандартные методики приготовления препаратов. В данном разделе будут описаны наиболее часто употребляемые при исследовании металлов и сплавов методы приготовления тонких фольг.

При получении тонких фольг из массивных образцов металлических материалов утонение, как правило, проводят в два этапа. На первом из массивного образца или изделия вырезают пластинки толщиной не менее 1 мм. Последнее обусловлено тем, что искажения структуры металла при грубой механической обработке могут быть заметными до глубины 0,5 мм. Дальнейшее утонение проводят с двух сторон, используя, например, шлифовку на абразивной бумаге или пескоструйную обработку. В первом случае искажения структуры наблюдаются при грубой шлифовке до глубины $12 \div 75$ мкм, тонкой — до $2,5 \div 25$ мкм. При пескоструйной обработке используют частицы кремнезема или окиси алюминия, переносимые струей сжатого газа. Этот метод предпочтительнее использовать для твердых материалов. Все виды механической обработки приводят к разогреву материала. Следствием этого могут быть изменения в структуре материала. Сведение их к минимуму можно достичь охлаждением в ходе обработки.

Ко второму этапу получения тонких фольг (окончательному утонению) приступают при наличии пластинок или дисков толщиной $0,2 \div 0,3$ мм. Для удобства работы пластинки должны быть размером не менее 10×10 мм. Диски вырезают диаметром, соответствующим размеру патрончика в объектодержателе микроскопа. Для окончательного утонения используют химические, электролитические методы и ионную полировку. Эти методы не вносят существенных искажений в структуру и могут применяться для снятия поврежденного слоя. Для этого очень удобно использовать химическое растворение, которое происходит при удачном подборе растворителя достаточно быстро и позволяет получать пластинки толщиной до нескольких микрометров. Дальнейшее утонение для получения просвечиваемой фольги должно обеспечивать устранение макроскопических выступов и производить более тонкое сглаживание, делающее поверхность блестящей. При этом не следует допускать образования новых

дефектов поверхностного слоя, например ямок травления. При всех видах полировки сглаживание поверхности происходит за счет того, что атомы, находящиеся на выступах, удаляются с поверхности с наибольшей скоростью. Указанные выше особенности химической и электролитической полировки приводят также к быстрому стравливанию краев образца. В связи с этим, для сохранения его размеров края образца покрывают нерастворяющимся лаком.

Наиболее распространенным способом окончательного утонения фольг является электролитическая полировка. Изменение параметров процесса (состав электролита, температура, плотность тока, скорость перемешивания, геометрия и относительное расположение анода и катода) можно добиваться вариации скорости утонения в широких пределах и контролировать процесс. Состав электролита подбирают таким, чтобы он содержал не менее двух компонентов: окислитель и растворитель сложных анодных продуктов. Такие электролиты делятся на два типа: 1) электролиты вязкого слоя, в которых на аноде (образце) образуется вязкий слой, стекающий под действием силы тяжести при вертикальном расположении образца; 2) пузырьковые электролиты, полировка в которых сопровождается образованием на аноде слоя газовых пузырей. В электролитах первого типа более интенсивно растворяется верхняя часть образца, второго типа — нижняя. При горизонтальном расположении анода этот эффект устраняется, однако по-разному полируются верхняя и нижняя поверхности образца. По этой причине предпочтение отдают вертикальному аноду, а равномерного утонения достигают последовательным поворотом образца на 90° или 180° относительно горизонтальной оси. Электролитическую ячейку для полировки собрать очень просто (рис. 5.1). Катоды могут быть изготовлены из нержавеющей стали или из того же материала, что и образец.

Для нахождения оптимального режима полировки необходимо построить вольт-амперную кривую электролитической ячейки. Идеальная и типичная вольт-амперные характеристики представлены на рис. 5.2. Оптимальному режиму полировки соответствует участок, параллельный оси абсцисс (плато), или, при неидеальной кривой, точка перегиба А. Если полировка сопровождается значительным разогревом электролита, последний можно охлаждать добавлением жидкого азота. В некоторых случаях достаточно поместить ячейку в ванну со льдом.

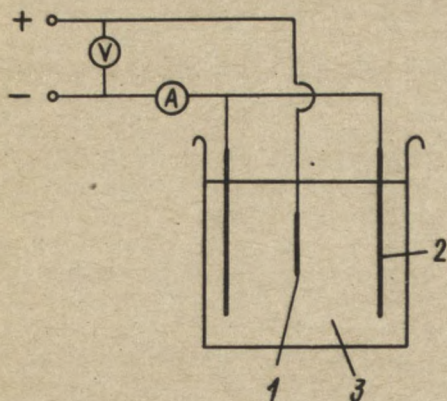


Рис. 5.1. Схема ячейки для электролитической полировки:
1 — образец; 2 — катоды;
3 — электролит



Рис. 5.2. Идеальная (1) и типичная (2) вольт-амперные характеристики электролитической ячейки

Надежных методов контроля толщины фольг из непрозрачных образцов не существует. При наличии достаточного опыта пригодность фольги для просвечивания можно определить визуально. Для этого просматривается край фольги в оптический микроскоп при увеличении 50—100. При однородной полировке край просвечиваемой фольги имеет волнистый вид. Ровный и овальный край обычно свидетельствует о том, что фольга еще достаточно толстая. Для получения в фольге тонких мест применяют разнообразные приемы.

При использовании дисков просвечиваемые места получают в центре диска или близко к нему путем предварительного формирования углубления ультразвуковым сверлением или абразивом, переносимым газовой струей. Необходимость в этом отпадает при использовании струйной поли-

ровки, схема которой представлена на рис. 5.3. Применяют струйную полировку как с одной, так и с двух сторон. Данный способ полировки удобно автоматизировать. Для этого устанавливают устройство с фотоэлементом, регистрирующим появление света при возникновении в образце отверстия. Устройство автоматически отключает напряжение при поступлении сигнала с фотоэлемента. Струйную полировку

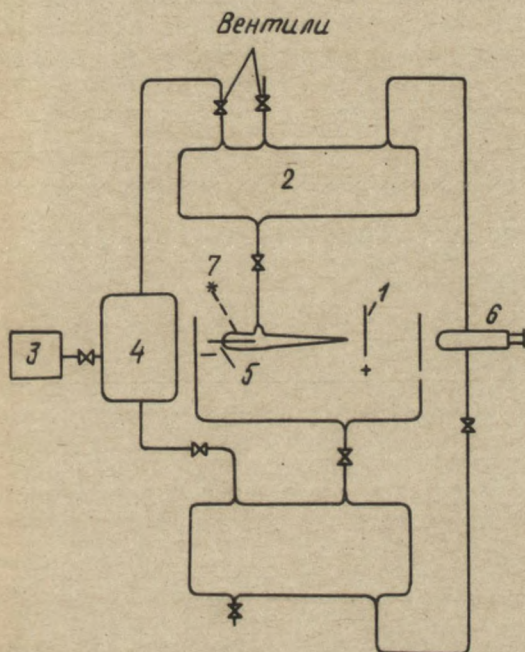


Рис. 5.3. Схема устройства для струйной электролитической полировки:

1 — полируемый образец; 2 — резервуар для электролита; 3 — воздушный компрессор; 4 — баллон; 5 — платиновая проволока (анод); 6 — оптический микроскоп; 7 — осветитель

полезно также применять в комбинации с полировкой на плоских электродах. Так, например, на краю еще не просвечиваемой фольги можно струей выполить несколько углублений, лежащих на небольшом удалении друг от друга. При последующей полировке на плоских электродах диаметр и глубина лунок будут увеличиваться. Тонкие места могут сформироваться по краям небольших отверстий в центре углублений или на перешейках между отверстиями.

Важным этапом в приготовлении фольги является своевременная и правильная промывка образцов после полировки. Для промывки используют воду, спирт или другие спе-

циально подобранные растворители, позволяющие убрать продукты полировки. В некоторых устройствах для струйной полировки с целью быстрой и эффективной промывки непосредственно вблизи образца размещают сопло, через которое на образец сразу после окончания полировки подают струю растворителя. Главным преимуществом приготовления фольг из дисков является исключение операции вырезки фольг под размер патрончика объектодержателя микроскопа. Достаточно толстый ободок диска при всех дальнейших операциях предохраняет фольгу от деформации и, следовательно, от появления микродефектов деформационного происхождения в структуре материала.

ЛИТЕРАТУРА

Хейденрайх Р. Основы просвечивающей электронной микроскопии. — М.: Мир, 1966. — 471 с.

Томас Г. Электронная микроскопия металлов. — М.: ИЛ, 1963. — 347 с.

Хирш П., Хови А., Никлсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. — М.: Мир, 1968. — 574 с.

Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. — М.: Мир, 1968. — 440 с.

Утевский Л. М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. — М.: Металлургия, 1973. — 584 с.

Пинскер З. Г. Дифракция электронов. — М.: Изд-во АН СССР, 1949. — 403 с.

Вайнштейн Б. К. Структурная электронография. — М.: Изд-во АН СССР, 1956. — 313 с.

Электронно-микроскопические изображения дислокаций и дефектов упаковки. /Под ред. В. М. Косевича и Л. С. Палатника. — М.: Наука, 1976. — 223 с.

Томас Г., Гориндж М. Дж. Просвечивающая электронная микроскопия металлов. — М.: Наука, 1983. — 317 с.

Эндрюс К., Дэйсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. — М.: Мир, 1971. — 256 с.

Практические методы в электронной микроскопии /Под ред. О. М. Глоэра. — Л.: Машиностроение, 1980. — 375 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Глава 1. Электронный микроскоп	
1.1. Введение	5
1.2. Электронные линзы	7
1.3. Аберрации электронных линз	11
1.3.1. Сферическая аберрация	11
1.3.2. Хроматическая аберрация	12
1.3.3. Астигматизм	14
1.4. Электронно-оптическая система электронного микроскопа	17
1.4.1. Пушка	18
1.4.2. Конденсорные линзы	20
1.4.3. Изображающая система электронного микроскопа	23
1.4.4. Глубина поля электронного микроскопа	25
1.4.5. Глубина резкости	26
1.4.6. Наблюдение изображения на экране. Фотографирование	28
1.4.7. Юстировка электронного микроскопа	29
1.4.8. Вакуумная система электронного микроскопа	31
Глава 2. Основы теории дифракции электронов	
2.1. Рассеяние электронов некристаллическими объектами	33
2.2. Дифракция электронов в кристаллах	36
2.2.1. Рассеяние электронов на атомах	36
2.2.2. Рассеяние электронов на элементарной ячейке	40
2.2.3. Рассеяние электронов на совершенном кристалле	41
2.2.4. Влияние размеров кристалла	44
2.2.5. Геометрия и расчет электронограмм. Электронограммы от монокристалла	46
2.2.6. Получение электронограмм	47
2.2.7. Метод микродифракции	48
2.2.8. Индицирование электронограмм от монокристалла	50

2.2.9. Построение обратной решетки кристалла по электронограммам	53
2.2.10. Электронограммы от поликристалла	54
2.2.11. Дифракция Кикучи	57
2.2.12. Методики исключения 180° -ной неопределенности в ориентировке кристалла	59
Глава 3. Основы теории дифракционного контраста	
3.1. Кинематическая теория контраста для бездефектного кристалла	64
3.2. Амплитудно-фазовая диаграмма для бездефектного кристалла	70
3.3. Кинематическая теория контраста для кристаллов с дефектами	71
3.3.1. Общий случай	71
3.3.2. Контраст на изображении дефектов упаковки	71
3.3.3. Контраст на изображении винтовой дислокации	76
3.3.4. Контраст на изображении краевой дислокации.	82
3.3.5. Контраст для частичных дислокаций	83
3.3.6. Контраст для расщепленных дислокаций	85
3.4. Контраст на выделениях второй фазы в сплавах	87
3.4.1. Деформационный контраст	87
3.5. Основные положения динамической теории контраста	89
3.5.1. Уравнения Дарвина—Хови—Вилана	89
3.5.2. Решение системы уравнений Дарвина—Хови—Вилана для бездефектного кристалла	91
3.5.3. Динамические уравнения для кристалла с дефектом	94
3.5.4. δ -контраст для плоских дефектов	100
3.6. Контраст на изображениях некристаллических объектов	101
Глава 4. Методы электронно-микроскопического анализа дефектной структуры кристаллов	
4.1. Анализ расположения дислокаций в тонких фольгах	106
4.2. Определение угла разориентировки и типа субграниц	110
4.3. Методы исследования структур с непрерывно меняющейся ориентировкой	117
4.4. Исследование дислокационной структуры субграниц	121
4.5. Электронно-микроскопический анализ дислокационных петель	126
4.5.1. Отличительные признаки изображений петель полных дислокаций, петель частичных дислокаций и пластинчатых выделений	127
4.5.2. Определение направления вектора Бюргерса петель	134
	217

4.5.3. Анализ знака вектора Бюргерса и природы дислокационных петель	153
4.5.4. Определение величины вектора Бюргерса дислокационных петель	184
4.5.5. Определение плоскости залегания дислокационной петли	186
Глава 5. Практикум по электронной микроскопии	
5.1. Подготовка к работе и калибровка электронного микроскопа	206
5.2. Примерный порядок проведения экспериментов при анализе субграниц	208
5.3. Приготовление образцов для электронно-микроскопических исследований	209
Литература	215

*Лев Сергеевич Бушнев
Юрий Романович Колобов
Михаил Михайлович Мышляев*

ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Учебное пособие

Редактор Е. С. Юзefович
Художественный редактор Р. М. Вазиев
Технический редактор Р. А. Прошенкина
Корректор О. П. Наумова

40 к.

7-73215
Digital Library (Repository)
of Tomsk State University
<http://vital.lib.tsu.ru>

Томский госуниверситет 1878



Научная библиотека 00641631