

## 8. МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ СОВЕРШЕНСТВА КРИСТАЛЛОВ

Выбор физических методов для изучения дефектов кристаллов в первую очередь определяется типом дефектов. Методы колебательной спектроскопии (ИК и КР) применяются для изучения колебаний атомов (ионов). Точечные вакансионные и примесные дефекты можно исследовать с помощью оптической спектроскопии и спектроскопии электронного парамагнитного резонанса, атомно-силовой, туннельной и ионной микроскопии.

### 8.1. Оптическая микроскопия

Применение оптической микроскопии для исследования макроскопических дефектов кристаллов изложено в базовых учебных курсах по минералогии, петрографии, кристаллографии, поэтому в данном учебном пособии эти методы не рассматриваются. Для изучения линейных дефектов (дислокаций) применяются рентгеновские методы и химические методы декорирования дислокаций. Методы оптической, ионной и электронной микроскопии успешно используются для изучения поверхностных и объемных дефектов. Указанные методы являются традиционными и применяются наиболее широко. Существует большое число более тонких методов исследования дефектов, описание которых можно найти в обзорной монографии\*.

### 8.2. Рентгеновские методы

Теоретически в случае больших совершенных кристаллов область углов отражения рентгеновского излучения должна составлять по порядку величины несколько угловых секунд, а интенсивность отражений должна быть пропорциональна структурному фактору. Но в большинстве случаев реальных кристаллов характерная область углов отражения составляет несколько угловых минут. Это расхождение объясняется несовершенством реальных кристаллов, состоящих из крошечных участков, разориентированных друг относительно друга из-за наличия дислокаций, зерен, мозаичных блоков (рис. 8.1), скоплением примесных атомов, деформаций.

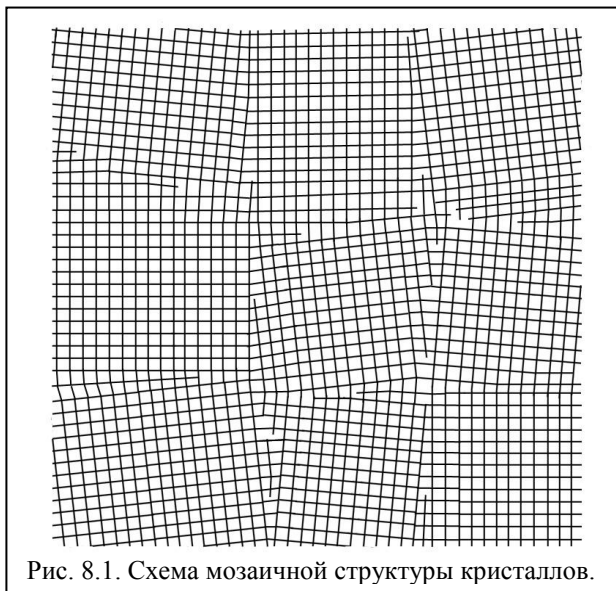


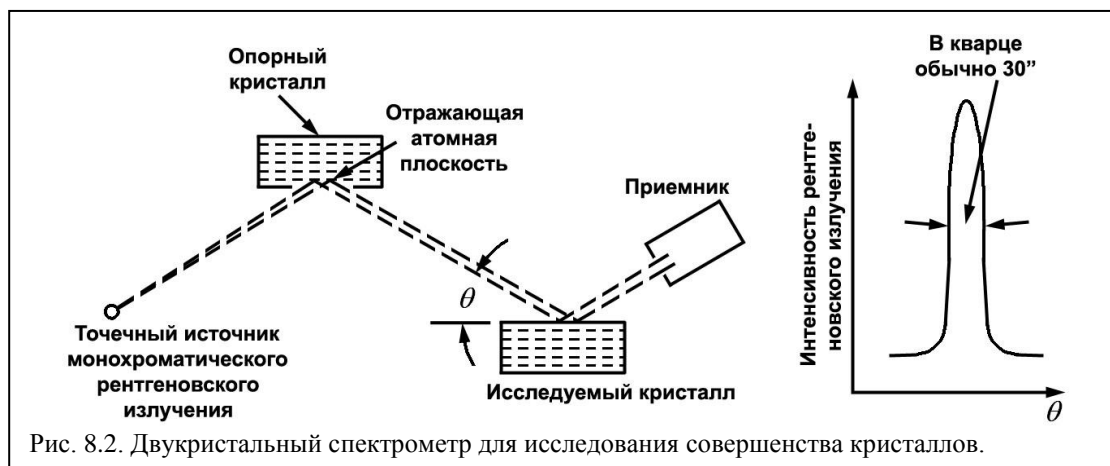
Рис. 8.1. Схема мозаичной структуры кристаллов.

Поэтому методы, основанные на дифракции рентгеновских лучей, позволяют не только определить степень совершенства кристаллов, но даже составить картину размещения нарушений кристаллической структуры, вплоть до отдельных дислокаций. В

\* A.S.Marfunin (Ed.) Advanced mineralogy. V. 2. Methods and Instrumentations: Results and Recent Developments. Springer-Verlag, 1995, 442 p.

рентгеновских методах исследования дефектов дифракцию рентгеновских лучей проводят «на просвет» и «на отражение». Полученные рентгенограммы – дифракционное изображение кристалла, в структурном анализе называются топограммами. Рентгеновская топограмма получается благодаря наличию дифракционного контраста в изображении различных областей кристалла в пределах одного дифракционного пятна. Для построения изображения может быть использован прошедший через образец или дифрагировавший (отклоненный в результате дифракции) луч. В зависимости от несовершенств кристалла интенсивность отклоненного и прошедшего лучей в разных частях образца будет разной, что и позволяет построить изображение, оценить размеры и дезориентацию элементов субструктуры (зерен, блоков), выявить дефекты упаковки, дислокации, сегрегацию примесей и наличие напряжений. Методы рентгеновской топографии обладают высокой разрешающей способностью и чувствительностью, а также возможностью исследования объёмного расположения дефектов в сравнительно крупных по размеру почти совершенных кристаллах (до десятков сантиметров). Пространственное разрешение многих методов рентгеновской топографии составляет от 20 до 1 мкм, угловое разрешение – от 1' до 0.01". Ниже приведено краткое описание некоторых рентгеновских методов изучения дефектов в кристаллах.

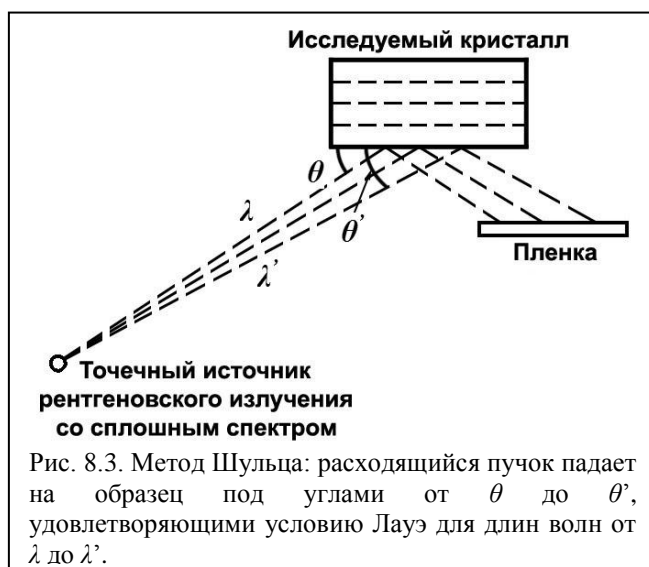
1. Двукристалльный спектрометр. Интегральная интенсивность излучения, отраженного кристаллом с ориентацией близкой к брэгговским углам, и ширина пика сильно зависят от совершенства кристалла. Это совершенство можно изучать, наклоняя кристалл на малый угол и регистрируя изменение интенсивности и ширины пика отражения. Использование двух кристаллов позволяет существенно повысить чувствительность метода. Характеристическое рентгеновское излучение отражается под брэгговским углом от опорного (достаточно совершенного) кристалла к исследуемому образцу (рис. 8.2). В результате брэгговского отражения от первого



кристалла ширина линии характеристического излучения уменьшается. Отражающие плоскости исследуемого кристалла обычно установлены параллельно плоскостям опорного кристалла. Если интенсивность отраженного излучения представить как функцию «угла качания»  $\theta$ , то получится кривая, подобная изображенной на рис. 8.2. Мерой совершенства кристалла служит ширина пика.

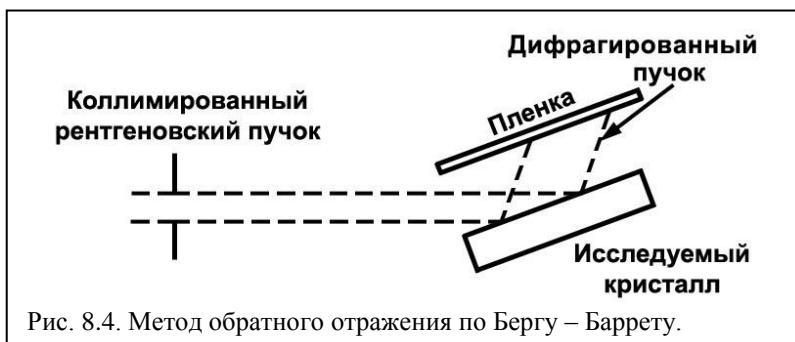
2. Метод Шульца. При исследованиях по методу Шульца монокристалльный образец помещают под углом около  $25^\circ$  к слабо расходящемуся пучку белого рентгеновского излучения (рис. 8.3). На пленке образуется несколько обычных пятен Лауэ примерно того же размера и формы, что и образец. Каждое такое пятно образовано отражением излучения от участков кристалла с небольшой разориентацией.

Практически метод Шульца является простейшим рентгеновским методом изучения

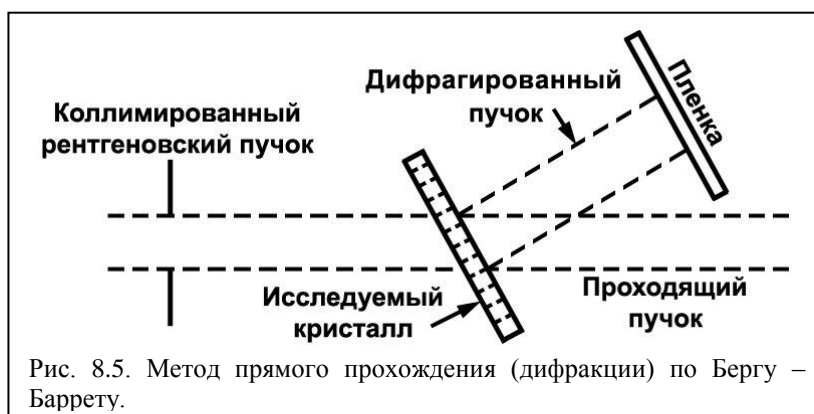


совершенства кристаллов, поскольку он не требует сложной аппаратуры, обходится без специального ориентирования кристалла, а длительность экспозиции обычно не превышает нескольких минут. Недостатком этого метода является малое пространственное и угловое разрешение, т.е. разориентация блоков должна быть существенной.

3. Несколько методов основано на нарушении условий дифракции рентгеновского излучения в тех областях кристаллов, где расположены дислокации: метод обратного отражения по Бергу–Баррету, метод прямого прохождения (дифракции) по Бергу–Баррету, метод аномального прохождения (по Борману). Схемы

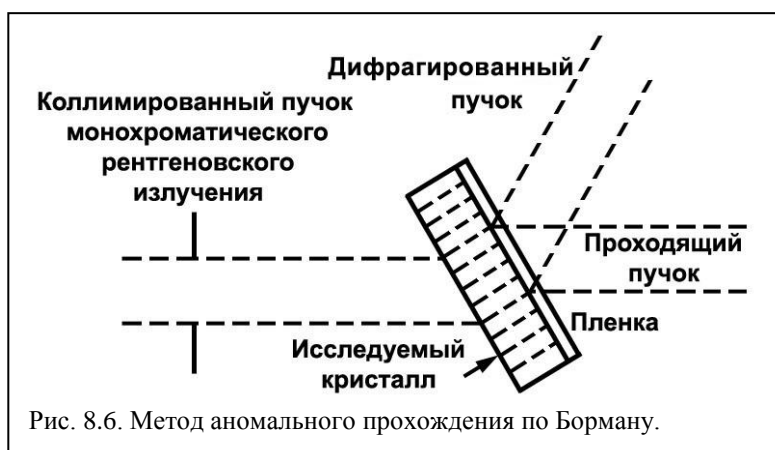


этих методов изображены на рис. 8.4-8.6. Из-за нарушения условия дифракции



рентгеновских лучей в области дислокации интенсивность дифрагированного пучка

уменьшается, а прошедшего увеличивается. На пленке дислокации проявляются в виде



более темных или светлых участков в зависимости от того, какой пучок регистрируется. Метод обратного отражения по Бергу–Баррету применим для исследования тонких поверхностных слоев монокристаллов. Сущность метода аномального прохождения (по Борману) заключается в аномально малом поглощении рентгеновских лучей в совершенных кристаллах, он используется для изучения относительно толстых кристаллов.

4. Метод Лэнга. Для исследований по методу Лэнга требуется экспериментальная установка, подобная той, что используется при исследованиях методом прямого прохождения по Бергу–Баррету с дополнительной щелью, расположенной между кристаллом и плёнкой. Сильно коллимированный узкий пучок монокроматического излучения (только  $K\alpha_1$ ) пропускают через кристалл, регистрируя на пленке брэгговские отражения от параллельных плоскостей, приблизительно перпендикулярных грани образца. Перемещая одновременно пленку и образец, можно снять полную «карту» дислокационной сетки. Дислокации выявляются как области с повышенной отражающей способностью из-за обусловленного ими перераспределения энергии между многократно отраженными первичным и дифрагировавшим пучками. В итоге на пленке возникает темное изображение дислокаций (рис. 8.7). Изменяя угловую



ориентацию кристалла, можно определить дислокационную сетку в трех измерениях.

5. Измерение периодов решетки. Многие виды несовершенств в кристалле изменяют периоды решетки в его микроскопических областях. Такие изменения периодов можно легко определить по методу Бонда, позволяющему измерить межплоскостные расстояния с точностью до нескольких десятитысячных долей процента. Поскольку объем, в котором излучение дифрагирует, очень мал ( $1 \times 0.025 \times 0.005$  мм), то можно исследовать изменение периодов решетки от точки к точке и тем самым изучать стехиометрические вариации в кристалле.

6. Рентгеновский интерферометр. Самыми чувствительными средствами обнаружения малых нарушений в макрообластях кристалла служат двукристалльный спектрометр и рентгеновский интерферометр. Принцип работы интерферометра заключается в формировании муаровой картины, обусловленной интерференцией рентгеновских полей, возникающих в результате дифракции от пары или трех кристаллов. Причем параметры решетки кристаллов либо различаются, либо развернуты друг относительно друга. С помощью двукристалльного спектрометра и рентгеновского интерферометра можно выявить разориентации порядка 0.01 угловой секунды, тогда как метод Шульца пригоден для исследования малоугловых границ зерен и разориентации в диапазоне от нескольких минут до нескольких градусов.

Исследования методами обратного отражения и прямого прохождения по Бергу–Баррету, аномального прохождения по Борману, а также методом Лэнга в сочетании с рентгеновской интерферометрией проводят для составления «карт» дислокационных сеток и даже для исследования отдельных дислокаций. Этим методам присуще наилучшее пространственное разрешение. Методы Бормана и рентгеновской интерферометрии обладают наибольшей чувствительностью по отношению к малым деформациям, однако исследования с помощью рентгеновского интерферометра требуют кристаллов с высокой степенью совершенства, т.е. с малой концентрацией дефектов.

Все методы рентгеновской топографии дают изображение в масштабе, равном или близком 1:1, увеличенное изображение получают оптическим увеличением топограмм. Методы рентгеновской топографии применимы для исследования кристаллов с относительно низкой плотностью дефектов. Допустимая плотность дефектов зависит от применяемой схемы съёмки (рис. 8.2-8.6) и лимитируется разрешением метода, например, для съёмки по методу Лэнга плотность дислокаций не должна превышать  $10^4$  см<sup>-2</sup>. Методы рентгеновской топографии позволяют изучать дефекты структуры непрозрачных для видимого света кристаллов. Рентгеновская топография существенно уступает просвечивающей электронной микроскопии в разрешении, но является неразрушающим методом исследования и контроля, и применима для изучения структуры относительно толстых кристаллов (толщиной от ~ 1 мм в методе Лэнга до нескольких сантиметров в методе Бормана). К недостаткам рентгеновской топографии следует относительно низкое разрешение, большая продолжительность съёмки. Совершенство кристалла можно также исследовать путем сравнения «идеальной» плотности материала, определенной рентгеновскими методами, с плотностью, найденной пикнометрически, т.е. измерением объема и веса образца. Разность между этими плотностями служит мерой концентрации вакансий и концентрации примесей замещения и внедрения. Неопределенность в атомных весах и содержании примесей приводит к тому, что этот метод более надежен для относительных измерений, чем для абсолютных.

### 8.3. Рентгеновская томография

Метод рентгеновской компьютерной томографии заключается в восстановлении и визуализации пространственного распределения линейного коэффициента

ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в плоском слое объекта путем компьютерной математической обработки теневых проекций. Поскольку в общем случае при фиксированной энергии излучения величина ЛКО определяется плотностью и элементным составом вещества, указанный метод дает возможность проводить неdestructивный анализ внутренней структуры объектов. Фактически картина внутреннего макроскопического строения кристалла строится по нескольким проекциям, создаваемым рентгеновским излучением.

Принципиальное отличие компьютерной томографии от традиционного рентгеновского теневого метода (рентгеновской топографии) заключается в том, что томографическое изображение не является изображением, полученным только с помощью рентгеновского излучения. Рентгеновская томограмма является результатом точных измерений и построений объемного компьютерного изображения на основе данных, относящихся к отдельному слою. В рентгеновской топографии изображение объекта получается в результате прохождения широкого пучка рентгеновского излучения через кристалл. Изображение является фактически проекцией всех дефектов на плоскость фотодетектора.

При томографировании исследуемый объект помещается между рентгеновским излучателем и блоком детекторов, которые регистрируют каждое изображение. Высокоточное сканирующее устройство обеспечивает последовательное чередование в горизонтальной плоскости поперечных по отношению к рентгеновскому лучу и вращательных с шагом  $3^\circ$  движений изучаемого объекта (рис. 8.8). Полный угол вращения составляет  $180^\circ$  или  $360^\circ$ . Источником рентгеновского излучения является микрофокусный рентгеновский аппарат.

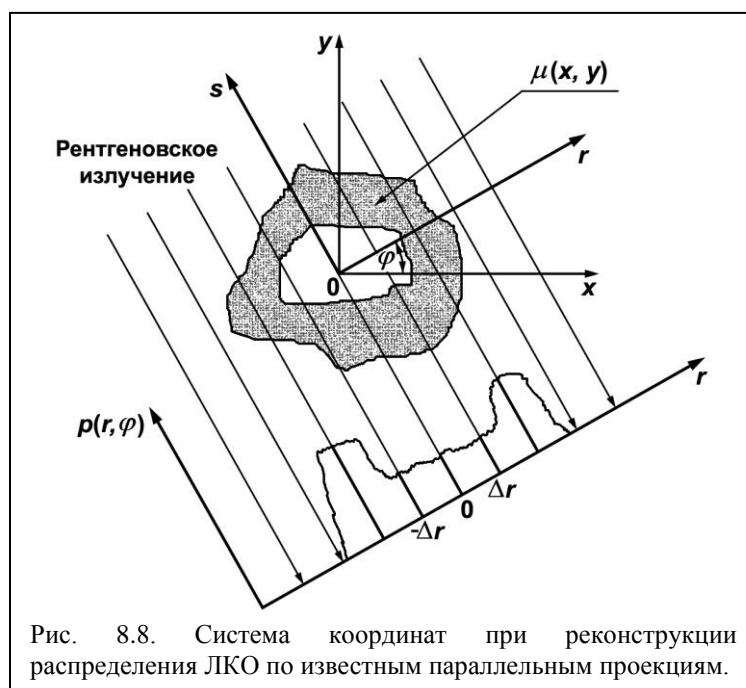


Рис. 8.8. Система координат при реконструкции распределения ЛКО по известным параллельным проекциям.

В результате измерений для каждого положения кристалла получается картина распределения линейных коэффициентов ослабления. Затем с помощью математических методов проводится восстановление двумерного распределения ЛКО  $\mu(x, y)$  по измеренным линейным проекциям  $p(r, \varphi)$ . Компьютерная математическая обработка получаемых теневых проекций осуществляет реконструкцию пространственного распределения ЛКО в веществе изучаемого плоского слоя.

Высокое пространственное разрешение и чувствительность микротомографа позволяют успешно решать задачи, связанные с выявлением неоднородностей, а также измерением геометрических параметров пустот и включений в образцах горных пород, минеральных частицах и других объектах. В этом случае трансформация спектра излучения при прохождении через объект не играет существенной роли. Так, рентгенограммы дают возможность обнаруживать невидимые обычным образом включения зерен одних минералов в других и оценивать их гранулометрические характеристики, исследовать структуру пустотного пространства нефтегазоносных пород, изучать условия роста искусственных алмазов, проводить оценку и контроль качества геммологического сырья и т.д. Удаётся выявлять даже мелкие, размером несколько десятков микрон, выделения самородного золота в образцах золотоносных руд.

Форма и размеры пустот очень важны при оценке физических свойств нефтеносных пород. Рентгеновская томография предоставляет уникальную возможность изучения формы внутренних пустот. На рис 8.9 приведено изображение

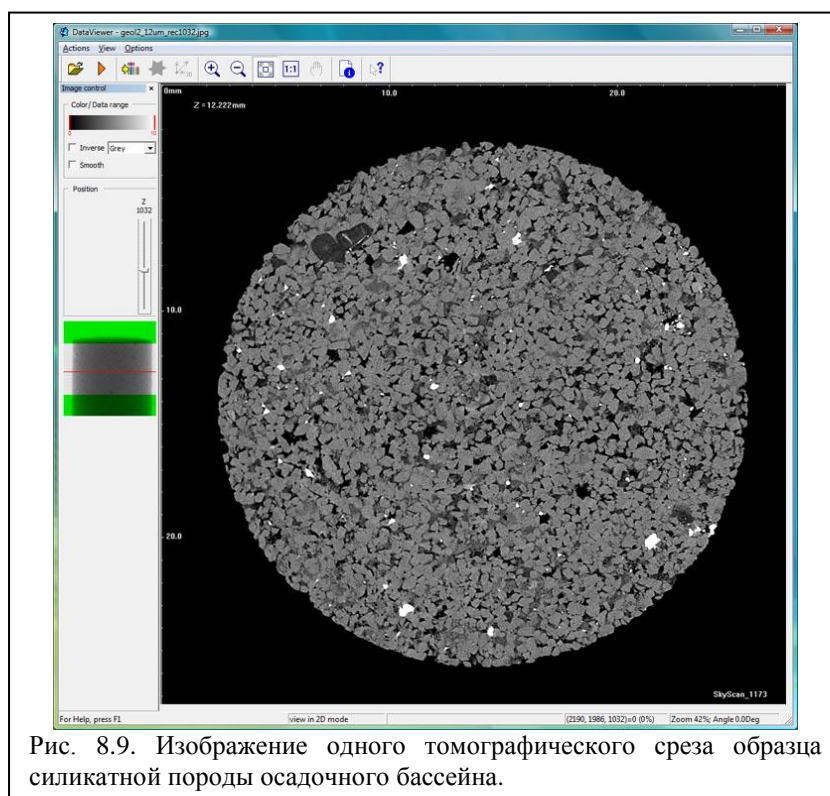


Рис. 8.9. Изображение одного томографического среза образца силикатной породы осадочного бассейна.

одного томографического среза образца силикатной породы осадочного бассейна\*, а на рис. 8.10 его трехмерное изображение, в левой части которого оставлено только поровое пространство. На рис. 8.11 приведен другой пример аналогичного изучения пустотного пространства образца породы.

В принципе метод рентгеновской томографии позволяет исследовать и химический состав включений, так как коэффициент ослабления излучения зависит от атомного номера элементов, из которых состоят включения. Однако, поскольку эта задача решается не однозначно, такие исследования проводят, только если можно с большой вероятностью предположить состав включений.

\* Фотографии, представленные на рис. 8.8-8.10, любезно предоставлены А.Ю.Сасовым.

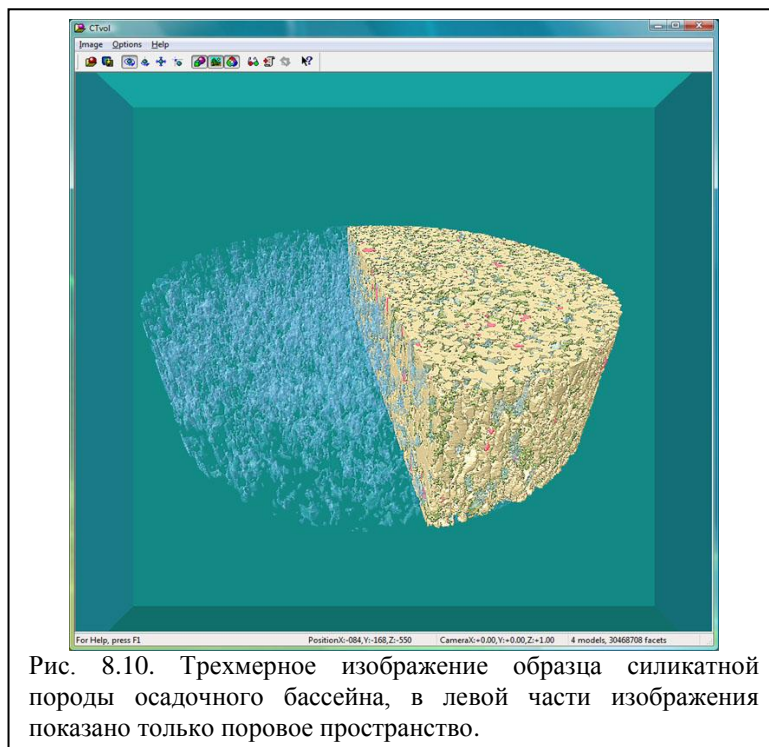


Рис. 8.10. Трехмерное изображение образца силикатной породы осадочного бассейна, в левой части изображения показано только поровое пространство.

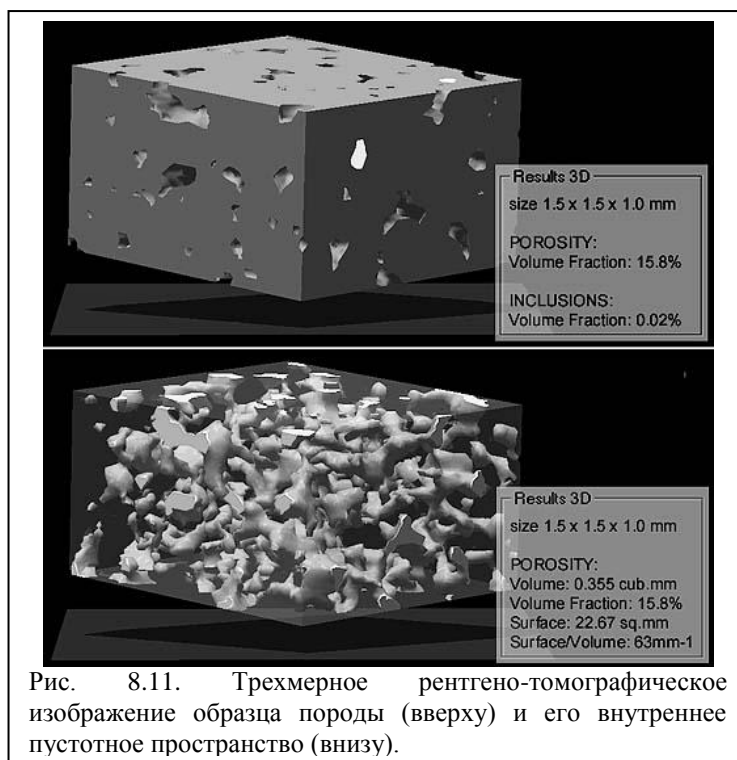


Рис. 8.11. Трехмерное рентгено-томографическое изображение образца породы (вверху) и его внутреннее пустотное пространство (внизу).

#### 8.4. Декорирование дислокаций, травление поверхности

Декорирование дислокаций. Метод декорирования дислокаций в прозрачных кристаллах заключается в том, что в кристалл при его выращивании или диффузионным путем вводят примесь, атомы которой притягиваются к дислокациям. При соответствующей термической обработке область вокруг линии дислокации оказывается пересыщенной примесью, которая выделяется в виде мельчайших частиц



вдоль линии дислокации. Эти непрозрачные частицы, рассеивающие свет, делают видимой линию дислокации, хотя диаметр ее ядра находится за пределами разрешающей способности обычного микроскопа. Таким способом можно наблюдать дислокации в хлористом натрии, хлористом калии, галоидных соединениях серебра и других кристаллах, прозрачных в видимой части спектра. В кремнии, прозрачном в инфракрасной области спектра, декорированные дислокации можно увидеть с помощью инфракрасного микроскопа. На рис. 8.12 изображена фотография в

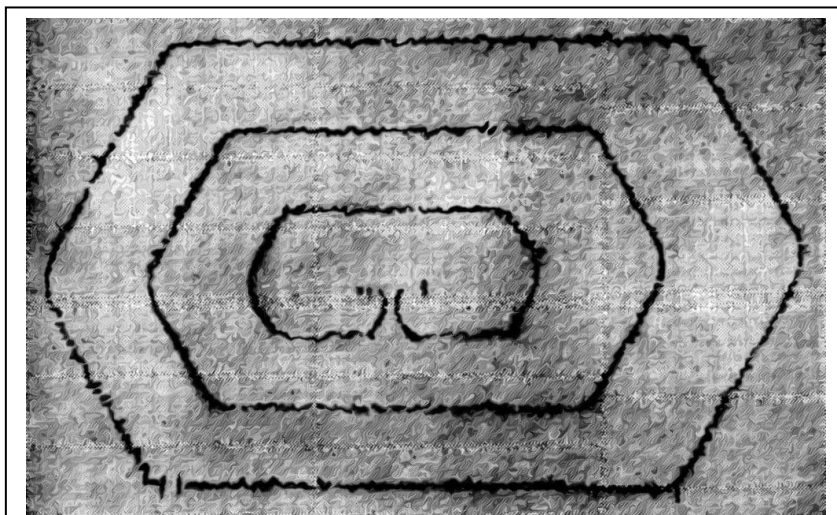


Рис. 8.12 Источник Франка-Рида в кристалле кремния. Для декорирования дислокаций выделениями меди кристалл кремния был нагрет в контакте с медью до  $900^{\circ}\text{C}$  и затем охлажден. Снимок сделан в инфракрасном свете.

инфракрасном свете кристалла кремния с примесью меди, на которой видны дислокационные петли, генерируемые источником Франка – Рида (стартовое положение дислокации не видно, так как оно не попало в фокус при фотографировании).

На рис. 8.13\* показана тонкая структура поверхности каменной соли, выявленная методом декорирования.

Метод декорирования дислокаций позволил довольно подробно изучить геометрию дислокационных сеток, форму линий дислокаций (геликоиды, кольца и т.д.) и другие особенности дислокационной структуры в объеме прозрачных кристаллов.

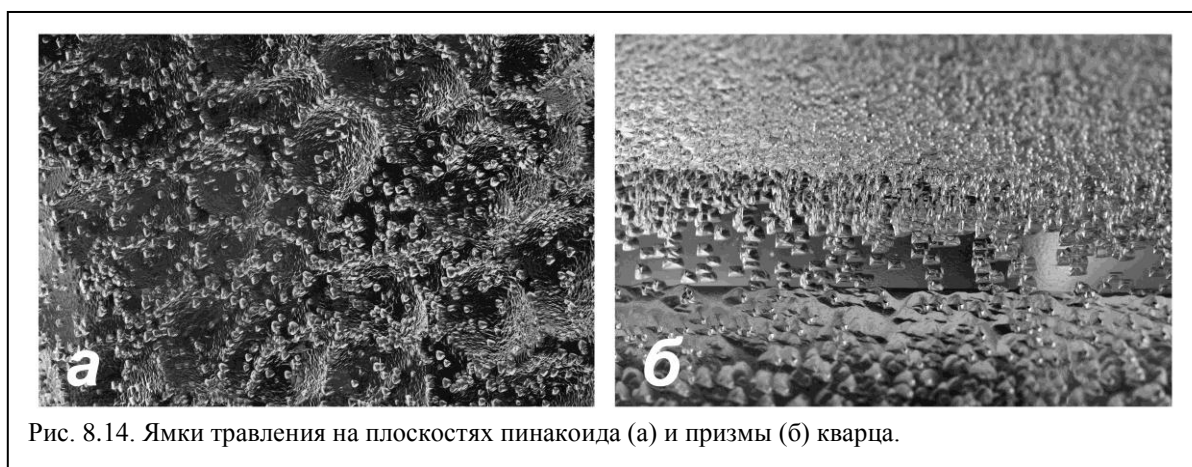
Метод ямок травления. Этот метод основан на том, что при воздействии специально подобранного травителя на полированную поверхность образца в местах выхода дислокаций на поверхности появляются ямки травления. Их появление обусловлено тем, что в ядре дислокации свободная энергия повышена и растворение идет быстрее, чем вдали от дислокации, следовательно, ядро дислокации действует как центр растворения. Под микроскопом ямка травления становится видна тогда, когда она достигает размеров, на много порядков превышающих ширину ядра дислокации. Так как в кристалле скорость растворения зависит от направления, то часто, но не всегда, ямки травления имеют четко различимую кристаллографическую огранку. Например, перпендикулярно базисной плоскости кварца проходит ось третьего порядка и форма ямок травления близка к треугольной. На плоскости призмы их форма становится прямоугольной, так как через плоскость призмы проходит ось второго порядка (рис. 8.14).

\* «Методы электронной микроскопии минералов» Г.С.Грицаенко, Б.Б.Звягин, Р.В.Боярская, А.И.Горшков, П.Д.Самотоин, К.Е.Фролова. Москва, «Наука», 1969.

Доказательством дислокационного происхождения ямок травления послужило



сопоставление измеренного на шлифе германия расстояния между ямками травления на малоугловой границе и расстояния между дислокациями, вычисленного по результатам



рентгенографического измерения угла разориентировки. Результаты вычислений хорошо совпали, что указывает на правильность дислокационной модели строения малоугловой границы, а также на дислокационное происхождение ямок травления на ней.

Метод ямок травления используется для оценки плотности дислокаций (по числу ямок травления, приходящихся на единицу площади шлифа) и особенностей распределения дислокаций. Дефекты недислокационного происхождения могут дать свои ямки травления и исказить представление об истинной дислокационной структуре. Поэтому необходимо применять многократное полирование и повторное травление, чтобы убедиться в повторяемости картины расположения ямок травления. Так как линии дислокаций идут от поверхности шлифа вглубь образца, то при переполировке и повторном травлении расположение ямок травления должно

воспроизводиться. На рис. 8.15 представлено электронно-микроскопическое изображение выходов на поверхность петель дислокаций, причем их последовательные

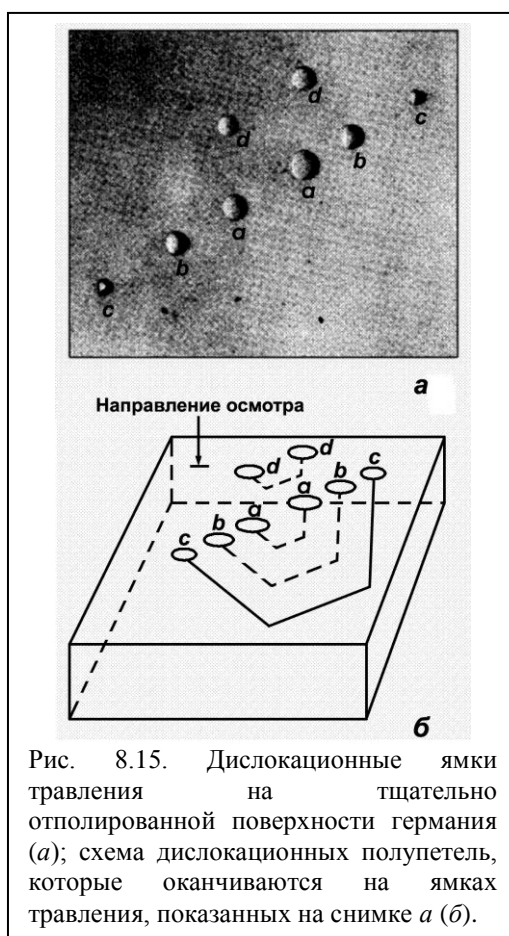


Рис. 8.15. Дислокационные ямки травления на тщательно отполированной поверхности германия (а); схема дислокационных полупетель, которые оканчиваются на ямках травления, показанных на снимке а (б).

положения связаны с движением петли в результате внешнего воздействия.

Линии скольжения. Дислокации могут быть выявлены косвенными методами при изучении линий скольжения. В местах выхода движущихся дислокаций на свободной поверхности кристалла остается поверхностная ступенька, шириной в один вектор Бюргера на каждую дислокацию. Поверхностная ступенька, образованная единичной дислокацией, неразличима, а результат пересечения целой группы дислокаций может быть виден либо невооруженным глазом, либо с помощью светового или электронного микроскопа. Такие ступеньки называются линиями или полосами скольжения.

#### 8.5. Высокоразрешающая электронная и ионная микроскопия

Существует два вида электронной микроскопии – просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и растровая электронная микроскопия (РЭМ). В первом случае изображение строится электронным пучком, прошедшим через образец, а во втором – отраженным от поверхности образца. Исторически просвечивающая электронная микроскопия появилась раньше растровой.

Основы просвечивающей электронной микроскопии были заложены в работах М. Кнолла и Э. Руска, создавших в 1931 г. первый просвечивающий электронный микроскоп. В просвечивающем электронном микроскопе широкий пучок электронов проходит через исследуемый образец и попадает на детектор, в качестве которого ранее использовались люминесцирующие экраны, фотопленка, фотопластинки. В настоящее

время применяются камеры с двумерными фоточувствительными матрицами.

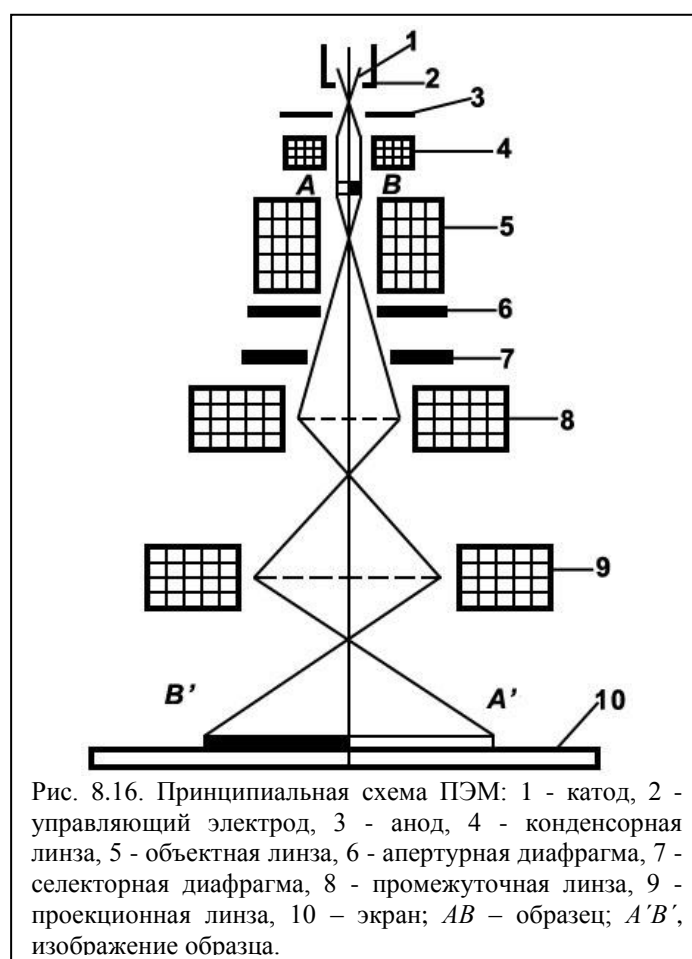


Рис. 8.16. Принципиальная схема ПЭМ: 1 - катод, 2 - управляющий электрод, 3 - анод, 4 - конденсорная линза, 5 - объектная линза, 6 - апертурная диафрагма, 7 - селекторная диафрагма, 8 - промежуточная линза, 9 - проекционная линза, 10 - экран;  $AB$  - образец;  $A'B'$ , изображение образца.

Принципиальная схема ПЭМ приведена на рис. 8.16.

В ПЭМ можно исследовать только очень тонкие образцы – толщиной около 100 нм. Пространственное разрешение ПЭМ зависит от длины волны электронов и от искажений, характерных для электронно-оптической системы – астигматизма, сферической и хроматической aberrации. Длина волны электронов зависит от величины ускоряющего напряжения – чем выше напряжение, тем короче длина волны. Наиболее распространены микроскопы с ускоряющим напряжением около 100 кВ и в диапазоне 200-400 кВ. При этих ускоряющих напряжениях разрешение микроскопа определяется в основном недостатками электронных линз, так как длина волны электронов при энергии 100 кэВ существенно меньше межатомных расстояний и составляет  $3.7 \cdot 10^{-12}$  м. Максимальное пространственное разрешение около  $0.5 \text{ \AA}$  получено на очень тонких образцах в микроскопах со сложными системами коррекции электронно-оптических искажений.

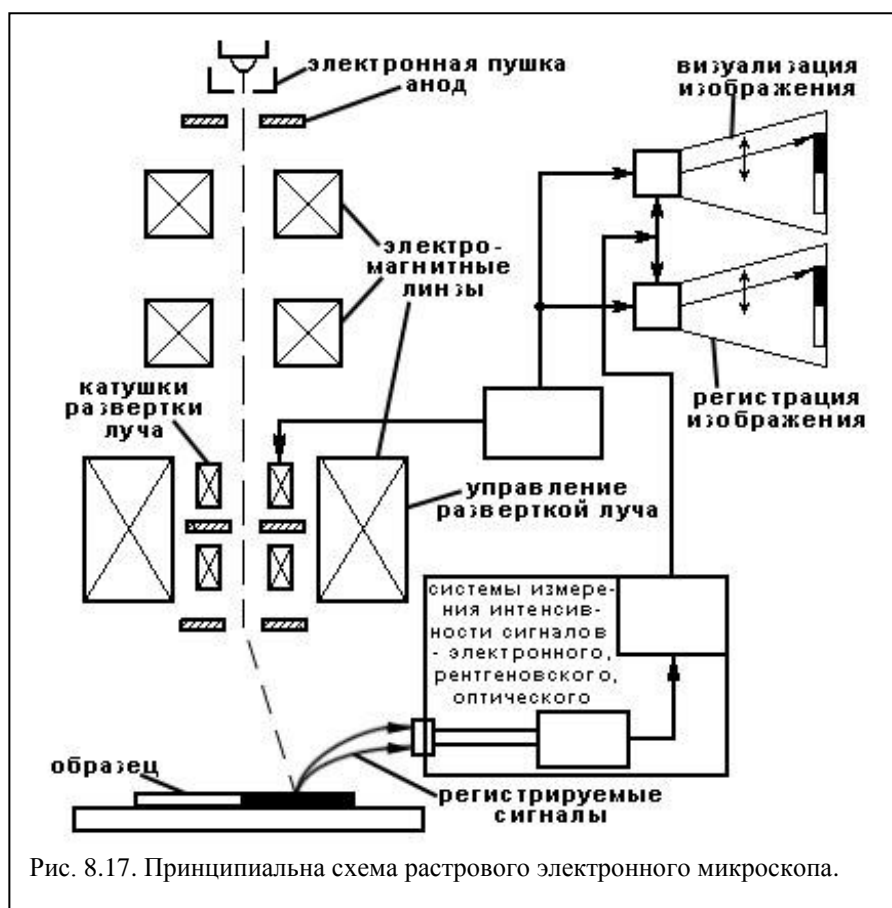
В 1938 году немецкий специалист Манфред фон Арденне сконструировал первый растровый электронный микроскоп. Однако он не был прообразом современных растровых микроскопов, так как на нем можно было изучать только очень тонкие образцы на просвет. Это был сканирующий просвечивающий электронный микроскоп (СПЭМ или STEM).

В 1942 году, наш соотечественник, физик и инженер Владимир Зворыкин, работавший в лаборатории Radio Corporation of America в Принстоне в США, опубликовал детали первого растрового электронного микроскопа, позволяющего проанализировать не только тонкий образец на просвет, но и поверхность массивного

образца. Активная работа по созданию РЭМ начались в 1948 году в Кембриджском университете в Великобритании. Дэннис МакМиллан под руководством Чарльза Отли построили первый РЭМ и в 1952 году он достиг разрешения 50 нанометров и, что наиболее важно, обеспечил трехмерный эффект воспроизведения рельефа образца. Пространственное разрешение современных растровых микроскопов менее 1 нм достигается при ускоряющем напряжении около 15 кВ. В англоязычной литературе обычно используется название сканирующая электронная микроскопия.

В растровом микроскопе изображение строится в процессе сканирования с помощью электромагнитных линз и отклоняющей системы прямоугольного участка поверхности образца сфокусированным электронным пучком. В результате взаимодействия с образцом электроны теряют энергию, которая тратится на нагрев образца, на эмиссию вторичных и обратно-рассеянных электронов, испускание оптического и рентгеновского излучения. Эти сигналы несут информацию не только о морфологии, но и о составе образца. Изображение в РЭМ строится по точкам и отражает интенсивность указанных сигналов в каждой точке области сканирования. Дополнительные приставки для регистрации оптического и рентгеновского излучения позволяют исследовать химический состав образца.

Принципиальная схема растрового электронного микроскопа приведена на рис.



8.17. Растровый электронный микроскоп состоит из следующих основных блоков: источника электронов, систем фокусировки и сканирования электронного луча, систем измерения интенсивности излучений и систем визуализации и регистрации изображения.

Ниже приведены некоторые примеры применения электронной микроскопии для изучения дефектов кристаллов. На рисунках 8.18 и 8.19 представлены электронно-микроскопические фотографии дислокаций в металлическом сплаве и в сложном

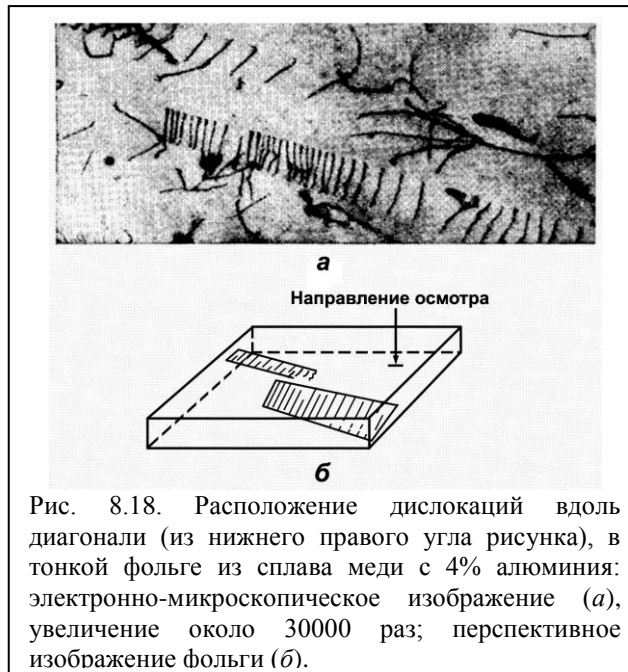


Рис. 8.18. Расположение дислокаций вдоль диагонали (из нижнего правого угла рисунка), в тонкой фольге из сплава меди с 4% алюминия: электронно-микроскопическое изображение (а), увеличение около 30000 раз; перспективное изображение фольги (б).

полупроводниковом соединении, полученные с помощью просвечивающего электронного микроскопа.

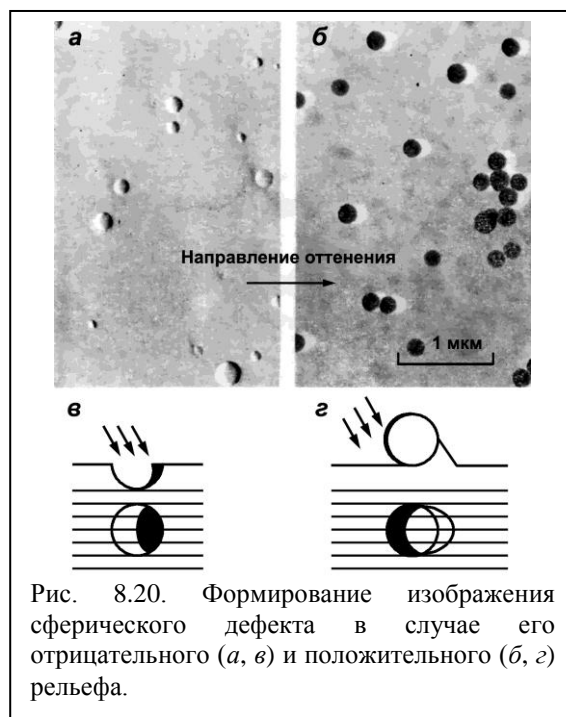
Одним из недостатков ПЭМ является необходимость подготовки тонких образцов. Однако далеко не все твердые вещества можно утонить до толщин, удовлетворяющих требованиям просвечивающей электронной микроскопии. В этих случаях приходится применять метод масок (реплик) – наносить на поверхность



Рис. 8.19. Сетка дислокаций в тонкой фольге из полупроводникового соединения с составом 67%  $\text{Vb}_2\text{Te}_3$  и 33%  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$ . Снято в электронном микроскопе с увеличением в 20000 раз. Взаимодействие исходных дислокаций в кристалле привело к их слиянию и образованию гексагональной сетки. Это явление часто происходит при длительной выдержке в условиях высокой температуры кристалла, содержащего много дислокаций.

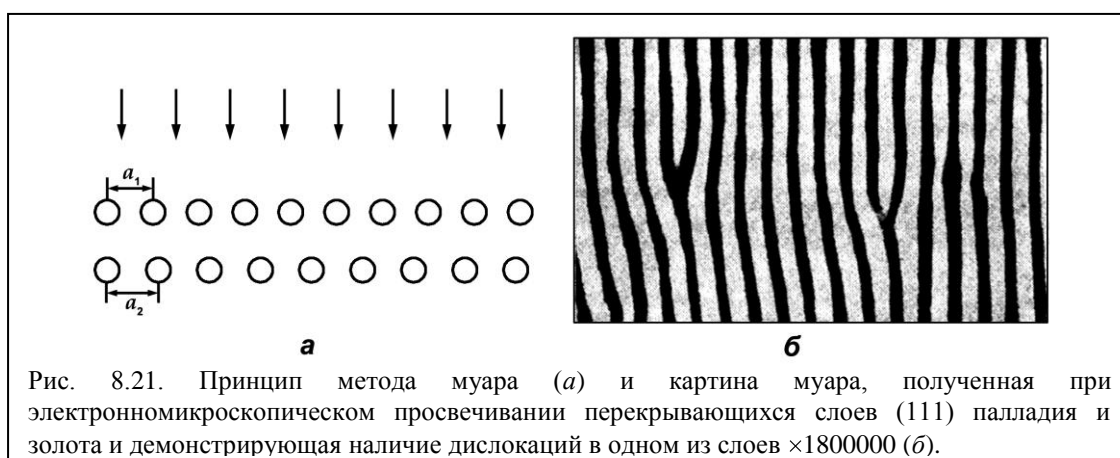
минерала тонкую пленку другого вещества (например, углерода), затем снимать ее с образца с помощью специальных методик (растворение, травление) и помещать в электронный микроскоп. Одним из сложных моментов при интерпретации полученных снимков является определение положительного и отрицательного рельефа. На рис. 8.20 показано как различные формы рельефа поверхности воспроизводятся на фотографиях. Если напыление проводится под некоторым углом к поверхности минерала, то в

результате напыляемое вещество осаждается неравномерно, создавая более и менее



плотные участки пленки. Так как коэффициент ослабления потока электронов зависит от толщины пленки, то и на фотографии места утолщений получают более темными.

Прямое доказательство существования дислокаций в кристаллах было получено Д.Ментером в 1956 г. при исследовании в просвечивающем электронном микроскопе кристалла с большим межплоскостным расстоянием (около 1.2 нм). Ему удалось непосредственно получить изображение отдельных атомных плоскостей, причем были обнаружены участки с неполными атомными плоскостями. Разрешающая способность электронного микроскопа не позволила прямо наблюдать атомные плоскости в металлах, так как межплоскостные расстояния в них измеряются всего лишь несколькими ангстремами, поэтому для доказательства существования неполных атомных плоскостей был использован эффект муара. Наглядное, но не совсем точное объяснение эффекта муара приведено на рис. 8.21, а. При формировании картины муара необходимо учитывать не только ослабление интенсивности электронного пучка,



но и интерференционные явления. Если один тонкий слой кристалла наложен на другой и решетки их ориентированы параллельно, но имеют слегка разные

межплоскостные расстояния –  $a_1$  и  $a_2 = a_1 + \Delta a$ , то при рассмотрении на просвет из-за интерференции получается характерный муаровый узор, дающий увеличенное в  $\frac{a_1 a_2}{\Delta a}$  раз изображение межплоскостных расстояний. Эффект муара получается также при наложении совершенно одинаковых, но слегка разориентированных кристаллических решеток. Если в одном из слоев кристалла имеется неполная атомная плоскость, то это также находит свое отображение в картине муара. На рис. 8.21-8.23 показаны картины муара, полученные при изучении перекрывающихся слоев палладия и золота (рис. 8.21, б), кристаллов графита (рис. 8.22) и молибденита (рис. 8.23).

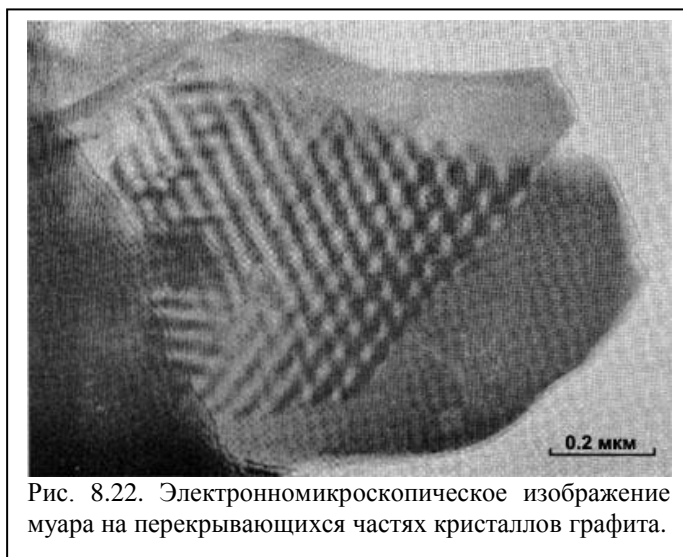


Рис. 8.22. Электронномикроскопическое изображение муара на перекрывающихся частях кристаллов графита.

Просвечивающая и растровая электронная микроскопия (РЭМ) является незаменимым инструментом при изучении мелкодисперсных глинистых минералов. На рис. 8.24, 8.25 представлены примеры исследования глин.\*



Рис. 8.23. Электронномикроскопическое изображение муара на перекрывающихся частях кристаллов молибденита.

Пример достигаемого пространственного разрешения современных просвечивающих электронных микроскопов приведен на рис. 8.28. Следует отметить, что в микроскопах высокого разрешения используется и режим STEM при практически одинаковом пространственном разрешении.

\* Фотографии и их описание любезно предоставлены В.Н.Соколовым.



Ионная микроскопия. Для прямого анализа расположения атомов вокруг линии дислокации необходимо очень высокое разрешение. Такое разрешение дает ионный микроскоп, принцип действия которого состоит в следующем. С поверхности образца,