

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК**ЭМИССИОННЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП****В. И. Милютин**

ВВЕДЕНИЕ

Электронный микроскоп, дающий изображения эмиттирующих электроны объектов и называемый обычно *эмиссионным*, является первым, который появился на заре развития электронной оптики.

Уже на первой стадии его развития получено много интересных данных о физике процессов, разыгрывающихся при работе различных типов катодов, о кристаллической структуре металлических поверхностей и ряд других. Однако, как вскоре выяснилось, применявшиеся в начальный период конструкции эмиссионного микроскопа страдали большим недостатком; они имели недостаточную разрешающую способность, значительно меньшую, чем у светового микроскопа. В то же время микроскоп просвечивающего типа, благодаря меньшим аберрациям, в 1936 г. достигает и переступает границы разрешения светового микроскопа. Поэтому основное внимание исследователей было направлено на разработку, совершенствование и применение электронного микроскопа просвечивающего типа. За последние годы этот тип микроскопа получил значительное развитие. У нас, в Советском Союзе, создано несколько типов таких микроскопов с высоким разрешением.

В области же развития эмиссионной микроскопии имело место некоторое отставание. До 1942 г. ничего не было известно об экспериментах, связанных с повышением разрешающей способности эмиссионного микроскопа. Только в 1942 г. удалось достичь для эмиссионного микроскопа разрешающей способности, равной и превышающей разрешающую способность светового микроскопа^{1, 2, 3}. Оказалось, что основным условием для повышения разрешающей способности является повышение электрического поля у поверхности изображаемого объекта. Повышенная разрешающая способность даёт возможность получать и большие увеличения изображений исследуемых объектов.

Эти успехи в области развития эмиссионного микроскопа снова привлекли к нему внимание широкого круга исследователей. С боль-

шим успехом были продолжены исследования различных типов катодов. Особенно тщательно изучены процессы, связанные с активацией и работой оксидных, бариевых и торированных катодов, явления миграции и адсорбционные свойства активного вещества на поверхности катода. Эмиссионный микроскоп позволил получить кинематографическую запись процессов, разыгрывающихся при активации и работе катодов. Далее, оказалось чрезвычайно успешным применение эмиссионного микроскопа для изучения кристаллической структуры и процессов рекристаллизации в металлах, что даёт в руки металлографов мощное средство для исследования металлов в различных термических условиях. Возможность наблюдения при различных температурах даёт эмиссионному микроскопу значительные преимущества перед световым микроскопом.

По своему конструктивному оформлению эмиссионные микроскопы можно разбить на много различных типов в зависимости от вида эмиссии исследуемого объекта, целей исследования и типа используемых электронных линз.

Среди них необходимо выделить микроскопы без линз, т. е. проекционные микроскопы или, как их иногда называют, проекторы. В них изображение объекта в форме проволоки или острия проектируется радиально движущимися электронами на цилиндрический или, соответственно, сферический экран, окружающий объект. Увеличение зависит от отношения радиуса цилиндрического (сферического) экрана к радиусу проволоки (острия). Проекторы достаточно полно описаны недавно Б. М. Царёвым⁴ на страницах данного журнала.

Настоящая статья имеет целью описать кратко основные схемы эмиссионного электронного микроскопа с электростатическими и магнитными линзами и дать обзор исследований, выполненных с его помощью главным образом после 1937 г.*).

I. ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ ЭМИССИОННОГО МИКРОСКОПА

I. Особенности эмиссионного микроскопа

Механизм образования изображения в эмиссионном микроскопе совсем другой, чем в микроскопе просвечивающего типа. В последнем изображение создаётся почти монохроматическим пучком быстрых электронов, проходящих через объект, тогда как в эмиссионном микроскопе изображение создают медленные электроны, излучаемые объектом. В эмиссионном микроскопе объект является в то же время и источником электронов. Эта особенность налагает ограничения на разрешающую способность эмиссионного микроскопа. На рис. 1 показаны схемы, иллюстрирующие механизм образования изображения

*) Электронно-оптические исследования катодов, выполненных до 1937 г., описаны в обзоре Н. Д. Моргулиса⁵.

в электронном микроскопе просвечивающего типа (а) и эмиссионном микроскопе (б).

В первом случае быстрые электроны, проходя через объект, рассеиваются благодаря взаимодействию их с атомами вещества объекта. Потеря скорости электронов для тонких объектов незначительна. Рассеяние пропорционально толщине и плотности объекта. Например,

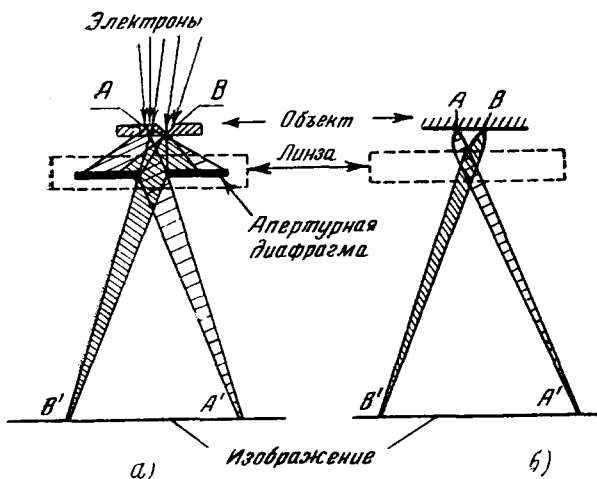


Рис. 1. Механизм образования изображения в электронном микроскопе, работающем на просвет (а), и в эмиссионном микроскопе (б).

в точке А объекта (рис. 1,а), в силу большей толщины объекта (или, аналогично, в силу большей плотности), рассеяние больше, чем в точке В. Благодаря различному рассеянию электронных лучей и действию апертурной диафрагмы, расположенной вблизи объекта, через объективную линзу будет проходить разное количество электронов от различных участков предмета. Более плотным, а также более толстым участкам предмета будут соответствовать более темные участки на изображении. В результате этого создается контрастное изображение предмета.

Не так обстоит дело с механизмом образования изображения в эмиссионном микроскопе. Здесь электроны, излучаемые объектом, имеют незначительные и в то же время различные скорости. Поэтому их необходимо вначале ускорить электрическим полем, близко примыкающим к катоду, и потом сфокусировать той или иной линзой для получения изображения. На рис. 1,б для примера показан ход электронных лучей, излучаемых объектом, в ускоряющем поле и в линзе. Разная эмиссия электронов различными участками объекта (например, в точках А и В) создает контрасты в плоскости изображения; участкам с большей эмиссией соответствуют более светлые

места на изображении. Вследствие направленного действия ускоряющего поля, через электронную линзу и, следовательно, на плоскость изображения проходят все электроны, выходящие из точки катода по всем направлениям полусферы, примыкающей к катоду. Что касается апертуры пучка у объекта, то, в отличие от микроскопа просвечивающего типа, она здесь очень велика.

2. Иммерсионный объектив

Разделение объектива эмиссионного микроскопа на ускоряющее поле и линзу, показанное на рис. 1,б, является, однако, искусственным и сделано для наглядности; в действительности поле, образующееся у катода определённой системой электродов, расположенных

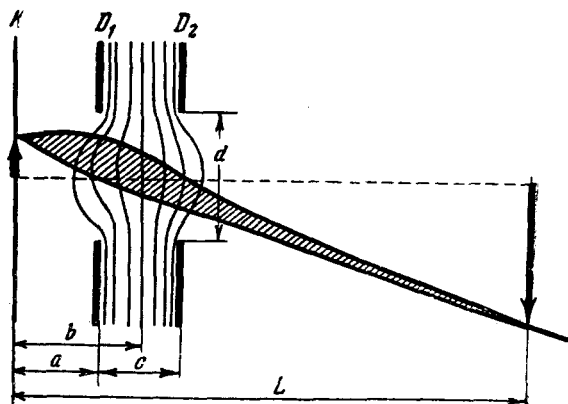


Рис. 2. Схема иммерсионного объектива.

перед катодом, является одновременно и ускоряющим и фокусирующим. Система электродов, образующая такое поле, называется иммерсионным объективом. Наиболее распространённый тип иммерсионного объектива представляет собой катод и две плоские диафрагмы с круглыми отверстиями, расположенные перед катодом и имеющие соответствующие потенциалы относительно катода (рис. 2). Эквипотенциальные поверхности, образованные ими, действуют, в общем, как собирающая линза. С её помощью можно получить увеличенное изображение катода.

Название «иммерсионный» такой объектив получил по аналогии со световой оптикой, вследствие различия показателя преломления по разные стороны объектива.

Свойства иммерсионного объектива, показанного на рис. 2, были исследованы Иогансоном⁶ и позже Ф. А. Савченко⁷.

Экспериментально были установлены зависимости оптических параметров объектива от геометрии его электродов и их потенциалов.

Например, показано, что наиболее резкое изображение катода K получается, если расстояние между ним и диафрагмой D_1 , а также между диафрагмами D_1 и D_2 соответствует, примерно, 1 мм, диаметр отверстий первой и второй диафрагм равен 1 мм и 1,2 мм соответственно.

Зависимости увеличения (M) и потенциала первой диафрагмы (U_1), обеспечивающего резкое изображение катода, от расстояния a между последним и первой диафрагмой (при постоянном расстоянии от катода до экрана $L = 240$ мм и постоянном потенциале второй—анодной—диафрагмы $U_2 = 750$ вольт), показаны на рис. 3. Из кривых видно, что при возрастании a увеличение падает, и потенциал первой диафрагмы (U_1) для сохранения резкого изображения необходимо повышать. Увеличение объектива сильно зависит также и от других его геометрических и электрических параметров, например, как было экспериментально установлено Ф. А. Савченко, при увеличении a , d , c и $\frac{U_1}{U_2}$ оно уменьшается.

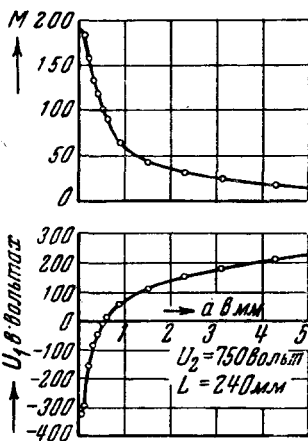


Рис. 3. Зависимость увеличения M иммерсионного объектива и потенциала первой диафрагмы U_1 от расстояния между катодом и первой диафрагмой.

Верхняя кривая рис. 3 позволяет определить фокусное расстояние (f) иммерсионного объектива с помощью соотношений

$$\frac{1}{l_1} + \frac{1}{l_2} = \frac{1}{f} \text{ и } M = \frac{l_2}{l_1},$$

где l_1 и l_2 — расстояния от центра объектива до катода и его изображения соответственно.

Учитывая, что $l_2 \gg l_1$, найдём $f \approx l_1 = \frac{l_2}{M}$. Для рассматриваемой системы ($l_2 = L = 240$ мм), $f = \frac{240}{M}$ мм.

Наименьшее фокусное расстояние, которого можно достигнуть, лежит в пределах величины диаметра отверстий диафрагм.

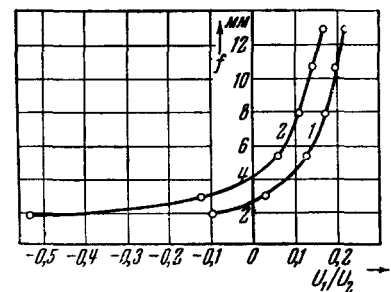


Рис. 4. Зависимость фокусного расстояния иммерсионного объектива от $\frac{U_1}{U_2}$.

На рис. 4 представлена зависимость фокусного расстояния иммерсионного объектива от отношения потенциалов первой и второй

диафрагм $\left(\frac{U_1}{U_2}\right)$ для двух значений диаметра отверстия первой диафрагмы: 1 мм (кривая 1) и 2 мм (кривая 2).

Аналогичный вид имеют кривые зависимости расстояния a между катодом и первой диафрагмой от $\frac{U_1}{U_2}$ при условии сохранения резкого изображения катода (рис. 5). Из рисунка видно, что характер зависимости между a и $\frac{U_1}{U_2}$

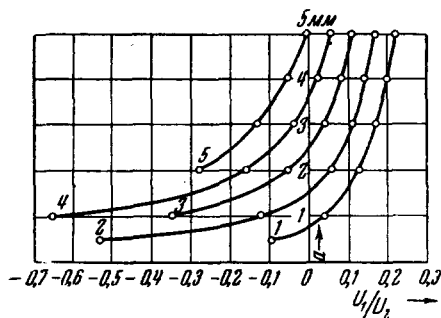


Рис. 5. Зависимость между расстоянием от первой диафрагмы до катода (a) от отношения потенциалов на первой и второй диафрагмах $\left(\frac{U_1}{U_2}\right)$ для различных диаметров отверстий диафрагм (одинаковых для обеих диафрагм): 1) 1 мм, 2) 2 мм, 3) 3 мм, 4) 3,95 мм, 5) 6,05 мм.

объектива можно получить изменением профиля первой диафрагмы, приближая его к форме эквипотенциальной поверхности поля. Например, с помощью профильной диафрагмы, изображённой на рис. 6, a , можно увеличить поле зрения объектива на 70%, по сравнению с плоской диафрагмой, а также повысить качество получаемого изображения.

Некоторые другие типы иммерсионного объектива^{8,9}, которые нашли наибольшее применение в электронно-лучевых трубках, показаны на рис. 6 (б и в).

3. Разрешающая способность эмиссионного микроскопа

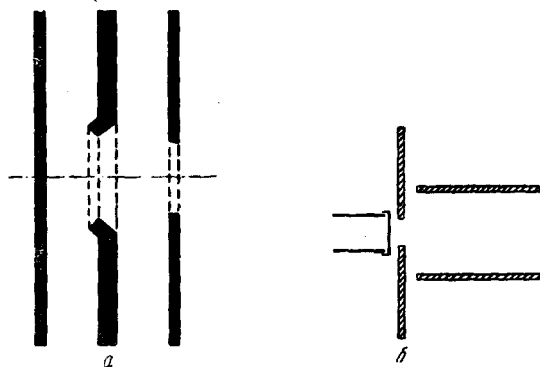
Одной из самых важных характеристик эмиссионного микроскопа, как и любого микроскопа, является его разрешающая способность, которая определяет резкость изображения и полезное увеличение прибора.

остается одинаковым при всех значениях диаметра отверстий диафрагм, причём кривые, соответствующие большим значениям диаметра отверстий, смещаются влево, в сторону меньших значений $\frac{U_1}{U_2}$. Кроме того, видно, что при постепенном уменьшении a кривые приближаются к оси абсцисс асимптотически, т. е. при малых a и данных d , c и L (рис. 3) фокусировка изображения от $\frac{U_1}{U_2}$ практически не зависит.

Описанные выше свойства относятся к простейшему типу иммерсионного объектива, изображённого на рис. 3.

Существенное улучшение оптических свойств иммерсионного

Под разрешением микроскопа обычно понимают наименьшее расстояние между точками объекта, которые ещё ясно видны раздельно на изображении. Экспериментально его определяют измерением расстояния между двумя наиболее близко лежащими, но видимыми раздельно точками изображения и делением его на увеличение микроскопа. В качестве объекта для этих целей выбирают предмет с большим количеством отдельных мелких точек, например, поверхность никеля с напылёнными на неё атомами бария¹⁰.



Чем же определяется граница разрешения эмиссионного микроскопа? Она определяется главным образом следующими четырьмя факторами: а) явлением диффракции электронных волн (принципиальная граница); б) недостатками оптической системы (абберации линз);

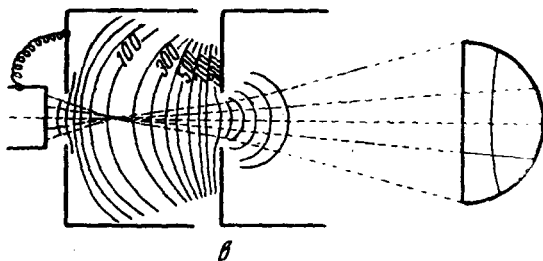


Рис. 6. Типы иммерсионного объектива.

в) искажениями, вызванными самим объектом; г) пространственным зарядом электронов у катода и в пучке.

Первый фактор, как и для электронного микроскопа, работающего на просвет, играет незначительную роль и им можно пренебречь. Случаи, в которых нужно принимать во внимание явления диффракции, будут обсуждаться ниже. Что касается остальных факторов, то эмиссионный микроскоп имеет свои особенности, которые частично отмечены выше.

Теоретическому исследованию aberrаций и разрешающей способности эмиссионного микроскопа посвящено много работ^{11, 12, 13, 14}.

Аберрации. Вследствие aberrаций каждая точка объекта отображается в плоскости изображения в круг конечного размера. Разрешаемое расстояние определяется расстоянием между центрами двух соприкасающихся кругов или, следовательно, их диаметром.

Для того чтобы оценить величину круга рассеяния, а значит, и значение разрешающей способности¹³, эмиссионный микроскоп можно заменить, как это мы делали выше, моделью, состоящей из ускоряющего поля и примыкающей к нему линзы (электростатической или магнитной). В ускоряющем поле электроны, выходящие из точки плоского объеката с энергией $e\mathcal{E}$, в первом приближении образуют

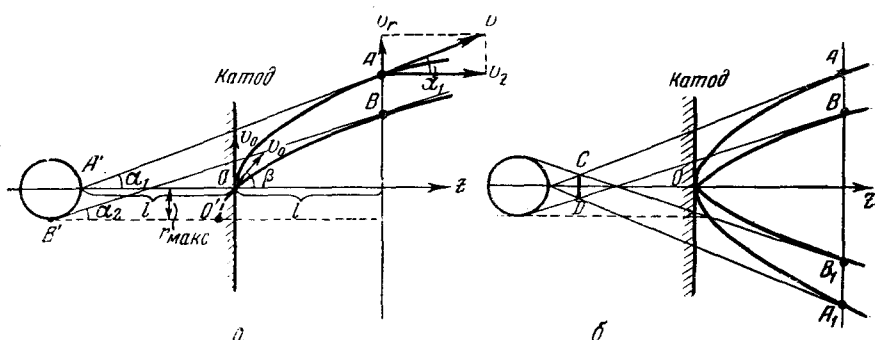


Рис. 7. Электронные траектории в ускоряющем поле.

пучок парабол. При этом самая крайняя парабола образована электроном, вышедшим касательно к поверхности катода (рис. 7, а). Касательные к ветвям этой параболы, проведённые в точках на определённом расстоянии от катода, пересекаются за катодом (слева на рис. 7, а и б). Точка пересечения (A') даёт мнимый источник электронов. Угол α_1 касательной с осью z определяется отношением радиальной и продольной составляющих скоростей в точке касания:

$$\operatorname{tg} \alpha_1 = \frac{v_r}{v_z} = \sqrt{\frac{\mathcal{E}}{U}},$$

где \mathcal{E} — напряжение, эквивалентное начальной скорости электрона, U — ускоряющее напряжение.

Для электрона, вышедшего из катода под углом к нормали $\beta < 90^\circ$, предполагая, что его энергия та же самая ($e\mathcal{E}$), радиальная скорость определяется соотношением

$$V_{\mathcal{E}_r} = V_{\mathcal{E}} \sin \beta.$$

Угол α_2 , образуемый касательной с осью z , в этом случае определяется из:

$$\operatorname{tg} \alpha_2 = \frac{\sqrt{\mathcal{E}} \sin \beta}{\sqrt{U} + \sqrt{\mathcal{E}} \cos \beta} \approx \sqrt{\frac{\mathcal{E}}{U}} \sin \beta,$$

если принять во внимание, что $\mathcal{E} \ll U$.

Точка пересечения касательной с осью уже не совпадает с определённой выше точкой A' . Новую точку (B') можно, очевидно,

определить, если продолжить параболическую траекторию в глубь катода до её вершины и затем, как и ранее, пересечь ось параболы касательной, проведённой из рассматриваемой точки траектории (B).

Легко показать, что расстояние между осями двух рассматриваемых парабол равно

$$r = l \frac{\mathcal{E}}{U} \sin 2\beta.$$

При $\beta = 45^\circ$ это расстояние будет максимальным:

$$r_{\max} = l \frac{\mathcal{E}}{U}.$$

При изменении β от 0° до 90° точка пересечения касательной с соответствующей осью параболы будет описывать окружность диаметра

$$d = 2r_{\max} = 2l \frac{\mathcal{E}}{U}.$$

Этот круг, из которого, как кажется, выходят электроны, заменяет, таким образом, точку катода. Вблизи этого круга пучок лучей имеет наименьшее сечение, диаметр которого (CD на рис. 7, б), по приближительной оценке, в два раза меньше диаметра найдённого круга и составляет, таким образом, $l \frac{\mathcal{E}}{U}$.

Если теперь в плоскости, проходящей через точки парабол, в которых мы проводили касательные, поместить безаберрационную линзу, то и в плоскости изображения вместо точки возникает круг рассеяния диаметра $l \frac{\mathcal{E}}{U}$ (при увеличении системы, равном 1).

Отсюда разрешение будет равно

$$\delta = l \frac{\mathcal{E}}{U} = \frac{\mathcal{E}}{E},$$

где E — напряжённость поля у катода.

Это выражение верно с точностью до постоянного множителя порядка нескольких единиц.

Учитывая ширину энергетического спектра вылетающих электронов, для разрешения получается следующее значение¹²:

$$\delta = 4 \frac{\bar{\mathcal{E}}}{E},$$

где $\bar{\mathcal{E}}$ — наивероятнейшая начальная скорость электрона, выраженная в вольтах.

Для накаливаемых катодов, в предположении максвелловского распределения скоростей, наивероятнейшая энергия электронов пропорциональна температуре:

$$e \bar{\mathcal{E}} = kT, \text{ т. е. } \bar{\mathcal{E}} = \frac{kT}{e}$$

и, следовательно, для разрешения получаем:

$$\delta = \frac{4kT}{eE}.$$

Таким образом разрешение пропорционально абсолютной температуре и обратно пропорционально напряжённости поля у катода.

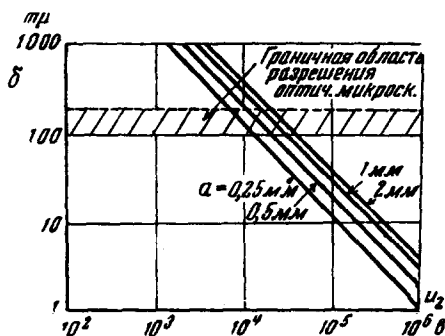
Для того чтобы, например, изобразить накаливаемый катод при температуре 1160°K ($kT \approx 0,1 \text{ эв}$) с разрешением, лучшим, чем для

светового микроскопа ($0,2 \mu$), необходимо иметь напряжённость поля у катода, равную $20\,000 \text{ в/см}$.

Однако полученное выражение определяет нижнюю границу разрешаемого расстояния. Аберрации линзы, примыкающей к ускоряющему полю, особенно хроматическая, ухудшают разрешающую способность микроскопа. Тем не менее это выражение является основным при оценке границы разрешения эмиссионного микроскопа.

На рис. 8 показана зависимость разрешения δ от анодного

Рис. 8. Разрешение иммерсионного объектива (рис. 2) в зависимости от анодного напряжения (U_2) при различных a .



напряжения U_2 (напряжения второй диафрагмы иммерсионного объектива) для четырёх положений первой диафрагмы. При этом в формуле

$$\delta = 4 \frac{\bar{\epsilon}}{E}$$

для наименее вероятнейшей энергии вышедших из катода электронов принимается $\bar{\epsilon} = 0,1 \text{ в}$.

Из рисунка видно, что для $a = 0,5 \text{ мм}$ (при котором резко отображаемая область катода максимальна) при напряжении $U_2 = 10^4 \text{ в}$ достигается граница разрешения светового микроскопа. Таким образом, основным приёмом для улучшения разрешающей способности эмиссионного электронного микроскопа по сравнению со световым является повышение напряжённости поля у катода, которое не только уменьшает размеры рассмотренного выше круга рассеяния, возникающего в ускоряющем поле, но и уменьшает хроматическую аберрацию линз.

Второй путь для улучшения разрешающей способности эмиссионного микроскопа состоит в диафрагмировании крайних лучей, т. е. уменьшении апертуры отображающего пучка электронов. При наличии диафрагмирования разрешение определяется следующим выражением¹³:

$$\delta = \delta_0 \sin \beta (1 - \cos \beta),$$

где δ_0 — разрешение при отсутствии диафрагмирования, β — угол между крайним лучом диафрагмированного пучка у катода и осью симметрии.

Интенсивность проходящего пучка I оказывается равной

$$I = \frac{I_0}{2} (1 - 2 \cos \beta),$$

где I_0 — полная интенсивность недиафрагмированного пучка, выходящего из одной точки катода.

Результат вычислений представлен на рис. 9. При уменьшении диаметра пучка в фокальной плоскости объектива на 70% интенсивность прошедшего через диафрагму пучка снижается на 50%. При этом разрешающая способность увеличивается примерно в 5 раз. Положение диафрагмы определяется положением фокальной плоскости, в которой сечение пучка наименьшее. Эта фокальная плоскость лежит обычно вблизи анодной диафрагмы. Поэтому в первую очередь необходимо уменьшить отверстие этой диафрагмы. Ширина пучка, например, для $\delta = 0,1$ в, $U = 40\,000$ в и расстояния от катода до

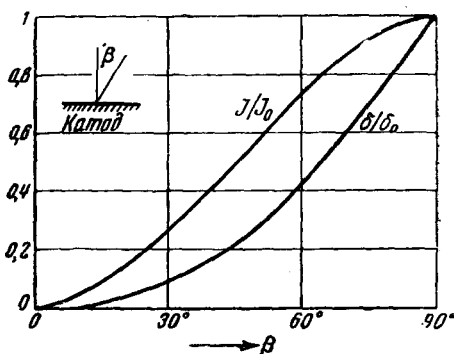


Рис. 9. Зависимость интенсивности и разрешения от апертуры пучка.

диафрагмы в 1 см, равна $\sqrt{\frac{\delta}{U}}$. 1 см = 0,015 мм. Следовательно, отверстие диафрагмы для этого случая должно иметь значение 0,01 мм и меньше.

Однако при использовании таких малых диафрагм необходимо уже учитывать дифракцию электронов, которая ухудшает разрешение.

Оптимальное значение для диаметра апертурной диафрагмы оценивается¹⁵ в 4 μ , при котором возможно получить разрешение порядка 10 μ и меньше.

Уже первые попытки построения эмиссионного сверхмикроскопа привели к разрешению ~ 20 μ .

Влияние неровностей поверхности объекта. То, что сила поля у катода является для разрешения эмиссионного микроскопа решающей, означает также, что любое искажение поля у катода будет очень сильно влиять на качество изображения. Так как поверхность объекта является первой преломляющей поверхностью объектива, она в случае неровностей и различия потенциалов будет деформировать саму линзу. Поскольку электроны в начале своего пути имеют незначительную скорость, изменения поля у поверхности

могут привести к значительным искажениям изображения. Разрешение микроскопа за счёт неровности поверхности может ухудшиться в несколько раз. Для уменьшения этих искажений поверхность катода делают по возможности гладкой путём тщательной её шлифовки и полировки.

Другие факторы. Кроме основных факторов, описанных выше, необходимо упомянуть и другие, также влияющие на разрешение и качество изображения эмиссионного микроскопа. К их числу принадлежит пространственный заряд вблизи катода, а также на всём протяжении пучка, могущий быть значительным в случае использования оксидных катодов или если в микроскопе имеется заметный остаток газа. Изображение оксидного катода, например, при наличии большого пространственного заряда вблизи него, как будет показано ниже, приобретает «облачную» структуру. Увеличение поля у катода ведёт к уменьшению пространственного заряда. В случае большой плотности тока в пучке, поле пространственного заряда увеличивает круг рассеяния на изображении. Однако влияние пространственного заряда на качество изображения пока мало исследовано.

Качество изображения и разрешение эмиссионного микроскопа, естественно, зависят от точности расположения и центрирования электродов линз, механической устойчивости микроскопа во время работы, величины зерна экрана (фотопластинки), влияния посторонних полей (например, поля земного магнетизма, магнитного поля тока накала катода и др.). Все эти факторы необходимо учитывать при конструировании микроскопов.

II. КОНСТРУКЦИИ ЭМИССИОННОГО МИКРОСКОПА

Эмиссионные микроскопы в зависимости от типа применяемых линз можно классифицировать следующим образом: а) электростатические системы, главной частью которых является иммерсионный объектив; б) магнитные системы, использующие магнитные линзы; в) комбинированные системы, использующие комбинации иммерсионного объектива с магнитными линзами.

Использование той или иной системы на практике определяется, с одной стороны, характером рассматриваемого объекта и, с другой стороны, увеличениями, которые желательно получить.

В случае двухступенчатого увеличения линзы второй ступени для эмиссионного микроскопа ничем не отличаются от линз микроскопа просвечивающего типа.

1. Электростатические системы

В основе конструкции электростатического микроскопа лежат различные типы иммерсионного объектива, рассмотренные выше. На рис. 10 изображён простой типичный электростатический микроскоп

с одной ступенью увеличения, который использовался для исследования оксидных катодов¹⁷.

Устройство микроскопа ясно из рисунка. В стеклянный сосуд вмонтирован иммерсионный объектив с профильной диафрагмой. Катод представляет собой подогреваемую вольфрамовой проволокой никелевую пластинку, покрытую оксидом. С помощью сильфона *F*

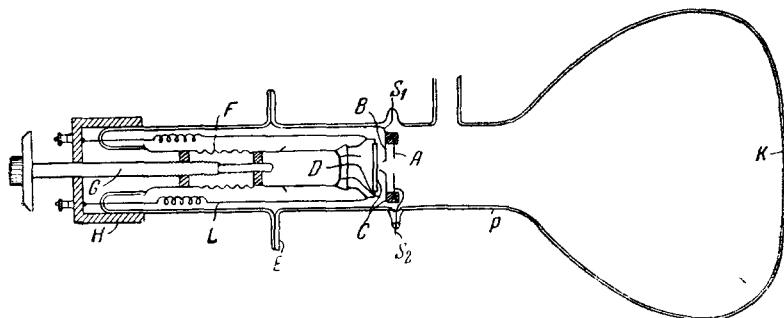


Рис. 10. Схема электростатического эмиссионного микроскопа. *C* — катод, *A* и *B* — диафрагмы, разделённые стеатитовым изолятором толщиной 1 мм (отверстие первой диафрагмы: конус 1—1,5 мм), *S*₁ и *S*₂ — выводы от них, *P* — аквадаг, *K* — экран, *E* — шлиф, *F* — сильфон для перемещения катода вдоль оси, *G* — винт, *L* — выводы накала и катода.

катод может перемещаться вдоль оси для изменения расстояния между ним и первой диафрагмой.

Изображение проектируется на нанесённый на стекле сосуда веллимитовый экран, который находится на расстоянии 30 см от второй диафрагмы. Для исключения эффектов зарядки стекла электронами внутренняя часть трубки покрыта проводящим графитом (аквадагом). Увеличение, которое даёт эта система, в зависимости от отношения потенциалов на диафрагмах и расстояния от них до катода, может меняться. Максимальное увеличение — порядка 100 крат. Используемое анодное напряжение — до 4000 вольт. Описанный микроскоп является наиболее ранней конструкцией и не обеспечивает высокой разрешающей способности.

Электростатический микроскоп с высоким разрешением. Для повышения разрешающей способности, согласно выводам теории, необходимо повысить ускоряющее напряжение до 20—50 кв. Это связано со значительными трудностями, которые приходится преодолевать при конструировании микроскопа. Они совпадают с трудностями, которые имеют место в обычных электростатических микроскопах, работающих на просвет, а именно: необходимо обеспечить высокие пробивные напряжения линз и большую точность изготовления деталей. Решающим является конструкция иммерсионного объектива, дающего первую ступень увеличения. На

рис. 11 показаны примеры конструкций иммерсионного объектива различных авторов, а в таблице 1 — их основные параметры.

На рис. 12 показано устройство иммерсионного объектива Мекленбурга², рассчитанного на высокие напряжения. Он был сделан из

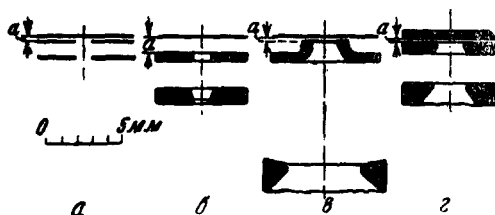


Рис. 11. Различные типы иммерсионного объектива: а) по Иогансону, б) по Бершу, в) по Малью, г) по Мекленбургу.

объективной одиночной линзы электростатического микроскопа просвечивающего типа путём замены верхней внешней диафрагмы катодом. Ниже катода, на расстоянии от 0,1 до 0,3 мм, находится промежуточная диафрагма, укрепленная на особом изоляторе. Диаметр отверстия этой диафрагмы 2 мм и толщина её 0,7 мм. Анодная диафрагма (с закругленными краями) находится на расстоянии 2 мм от промежуточной и имеет отверстие 2,4 мм.

Ускоряющее напряжение (потенциал анодной диафрагмы) составляет от 20 до 30 кВ, так что напряженность поля у катода при

Таблица 1

	Иогансон	Берш	Маль	Мекленбург
Диаметр 1-й диафрагмы в мм . .	1	1,3	1,8	2
Диаметр 2-й диафрагмы в мм . .	1,2	1,4	5	2,4
Расстояние a в мм	переменное	1	0,2	0,2
Анодное напряжение в кВ	1	30	20	30

20 кВ составляет 40 кВ/см. Потенциал промежуточной диафрагмы меняется от -700 в до $+700$ в относительно катода, в зависимости от расстояния до катода. Изменением последнего расстояния увеличение меняется от 60 до 120 крат.

В качестве проекционной линзы (вторая ступень увеличения) используется двойная одиночная линза, которая даёт возможность, благодаря переключению высокого напряжения, переходить от увеличения 1800 крат к более высоким.

На рис. 13 показан общий вид и схема хода лучей электростатического эмиссионного микроскопа Мекленбурга. На рис. 14 пред-

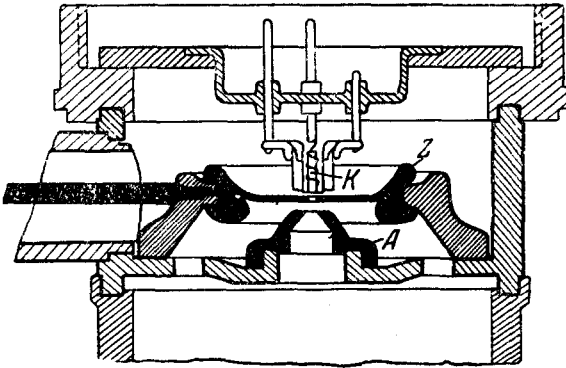


Рис. 12. Иммерсионный объектив: *K* — катод, *Z* — промежуточная диафрагма, *A* — анодная диафрагма.

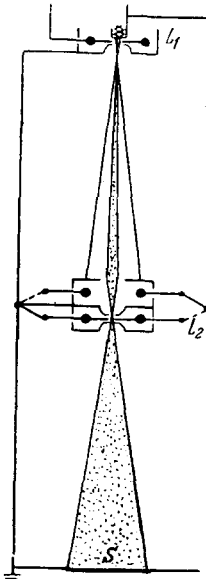
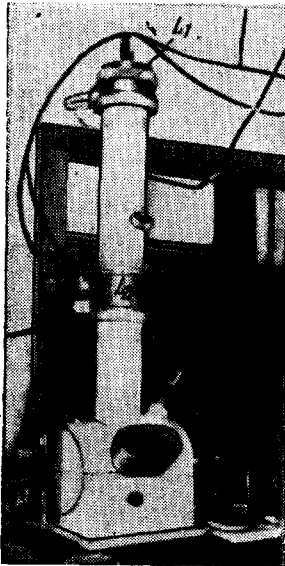


Рис. 13. Общий вид электростатического эмиссионного микроскопа с высоким разрешением (слева) и схема хода электронных лучей (справа).

ставлены изображения различных участков оксидного бариево-стронциевого катода, полученные с помощью этого микроскопа с общим увеличением 50 000 крат (электронно-оптическое увеличение 1800 крат).

Из рисунка видно, что точки на расстоянии 40 мк хорошо разрешаются. Таким образом, разрешающая способность этого микроскопа почти на порядок выше светового. Использование более подходящего катода (более гладкого) и дальнейшее повышение силы поля у ка-

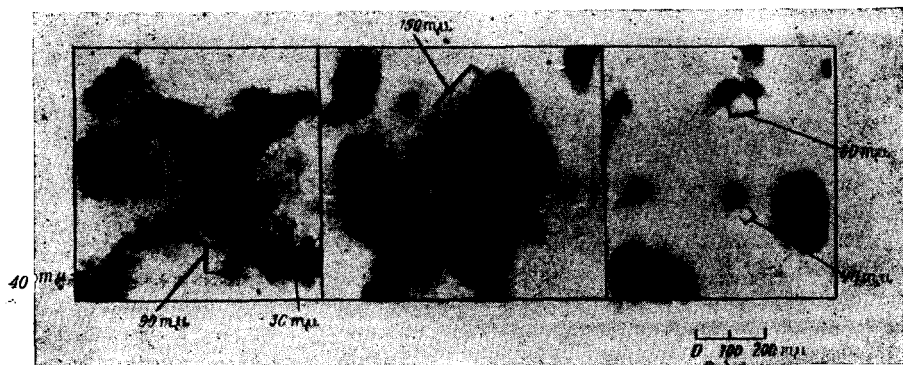


Рис. 14. Эмиссионное изображение различных участков бариево-стронциевого оксидного катода (электронно-оптическое увеличение 1800, общее увеличение 50 000).

тогда может ещё повысить разрешающую способность эмиссионного микроскопа.

2. Магнитные системы

Конструкции магнитного эмиссионного микроскопа возникли почти одновременно с электростатическими микроскопами¹⁸. Основными элементами магнитного микроскопа являются катод, ускоряющая система, одна или две магнитные линзы и экран (фотопластинка).

В качестве примера можно привести микроскоп, использованный Н. Г. Сушкиным¹⁹ для исследования оксидных катодов. Он представлял собой откачанную стеклянную трубку, с одной стороны которой, на шлифе, вводятся катод и цилиндрический анод, смонтированные на одной ножке, с другой стороны, также на шлифе, укрепляется колба с флуоресцирующим экраном (рис. 15). В качестве объективной и проекционной линз использовались панцирные магнитные катушки (ФК-1 и ФК-2). Увеличения, получаемые в этом микроскопе, составляли примерно 35—40 для одной линзы и 150—200— для обеих. Благодаря зеркальцу можно получать светооптические изображения катода для тех же условий, что и электронно-оптические.

На рис. 16 изображён также магнитный эмиссионный микроскоп простой конструкции вместе со схемой питания²⁰. Устройство микроскопа понятно из рисунка. Кроме описанной линзы L , представляющей обычную панцирную магнитную катушку, имеется пара катушек K_1 и K_2 , необходимых для смещения изображения на экране.

Катод, изображённый отдельно в правой части рисунка, имеет оригинальную конструкцию. Эмиттирующая поверхность представляет

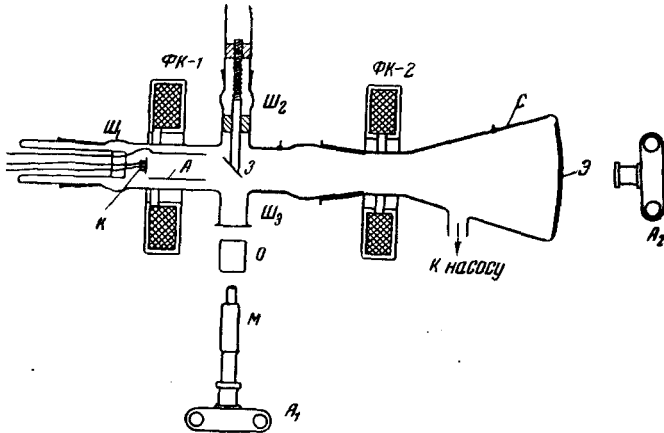


Рис. 15. Схема эмиссионного микроскопа с магнитными линзами. *К* — катод, *А* — анод, *Ш₁*, *Ш₂*, *Ш₃* — шлифы, *Щ* — металлический слой, *Э* — экран, *ФК-1*, *ФК-2* — фокусирующие катушки (линзы), *З* — зеркало, *А₁*, *А₂* — фотоаппараты, *О* — объектив, *М* — микроскоп (световой).

собой оксид, нанесённый на поверхность *T*-образного платинового колпачка, верхняя часть которого отделена от накаливающей его

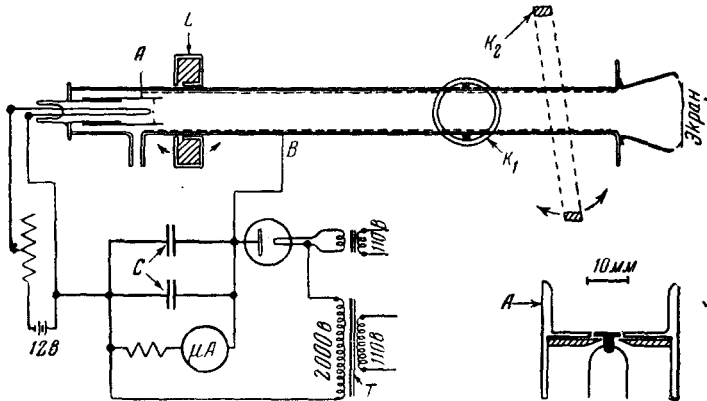


Рис. 16. Схема магнитного эмиссионного микроскопа со схемой питания. *А* — катодная часть, *L* — линза, *К₁*, *К₂* — катушки для смещения электронного луча, *В* — металлическое покрытие, служащее одновременно анодом.

вольфрамовой проволоки металлической пластинкой, для предотвращения попадания света накальной проволоки на флуоресцирующий

экран. Латунная оболочка, окружающая катод, имеет потенциал катода. Микроскоп работает при анодном напряжении, равном 2000 в, и даёт увеличение порядка 60 крат.

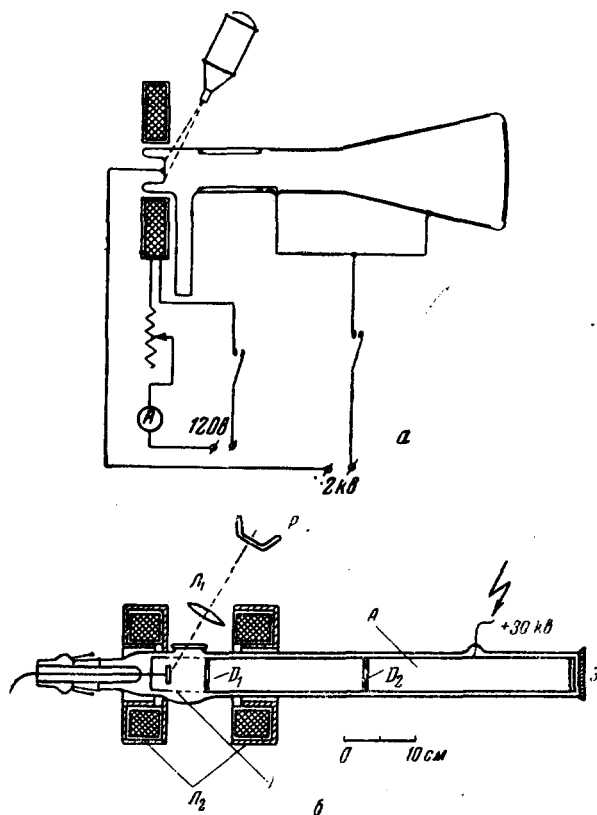


Рис. 17. Магнитный эмиссионный микроскоп для изучения фотокатодов: а) с одной ступенью увеличения, б) с двумя ступенями увеличения; К — катод, А — анод, D_1 , D_2 — диафрагмы, L_1 — стеклянная линза, L_2 — магнитные линзы, Р — кварцевая лампа, Э — экран.

На рис. 17 показаны две схемы микроскопа с магнитными линзами, применявшиеся для получения изображения фотокатодов с одноступенчатым (а)²¹ и двухступенчатым (б)²² увеличением.

Аналогичные конструкции магнитного эмиссионного микроскопа были предложены и рядом других исследователей^{23, 24}.

Весьма плодотворным оказалось использование комбинированного микроскопа, под которым обычно понимают такую конструкцию, в которой для получения изображения используется иммерсионный

объектив и одна или две магнитные линзы, т. е. одновременно используется и электростатическая и магнитная фокусировка. Строго говоря, описанные выше магнитные системы, по сути дела, также представляют комбинацию своеобразного иммерсионного объектива с магнитными линзами, ибо ускоряющая система, состоящая из катода и ускоряющего электрода, является также двухэлектродным иммерсионным объективом. Но для определённости мы будем придержи-

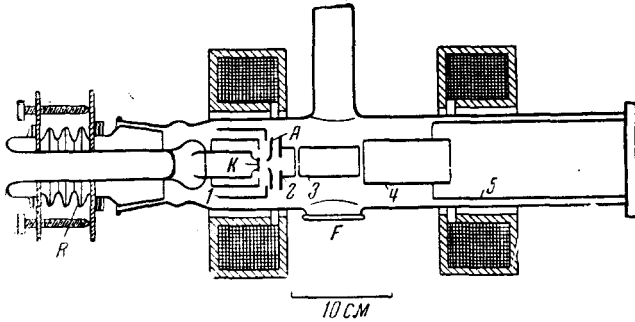


Рис. 18. Комбинированный эмиссионный микроскоп: *K* — катод, *1* и *2* — диафрагмы иммерсионного объектива, *3*, *4*, *5* — цилиндрические аноды, *F* — окно, *R* — сильфон.

ваться приведённой выше классификации, и термин «иммерсионный объектив» сохраним за системой электродов, состоящей из катода и двух или трёх диафрагм, расположенных перед ним.

Типичный комбинированный микроскоп, состоящий из иммерсионного объектива и двух магнитных линз, изображён на рис. 18. Этот микроскоп был приспособлен также для получения светоптических изображений катода. Его устройство ясно из рисунка. Он позволяет получать изображение катода или с помощью иммерсионного объектива, или с помощью одних магнитных линз, или, наконец, с помощью того и другого.

В описанных выше конструкциях магнитного микроскопа используются длиннофокусные линзы (порядка нескольких сантиметров). Разрешающая способность и увеличения, которые они дают, слишком низки.

Развитие магнитного электронного микроскопа, работающего на просвет, пошло по линии использования короткофокусных магнитных линз. Для этого используются полюсные наконечники, введённые внутрь микроскопа, в результате чего значительно повышается разрешающая способность и увеличение микроскопа.

Попытка использования короткофокусной магнитной линзы для построения эмиссионного микроскопа с высоким разрешением была сделана Киндером¹⁶. На рис. 19 изображена схема предложенного им объектива. Он состоит из катода, в виде молибденовой ленты,

цилиндра Венельта с диаметром отверстия 2 мм и отдельной, помещённой на верхнем полюсном башмаке, объективной диафрагмы с отверстием в 1 мм. Линза представляет собой магнитную катушку

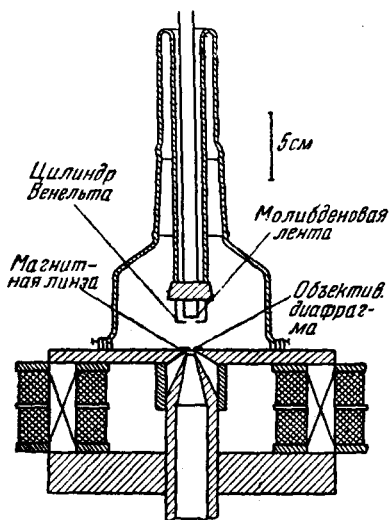


Рис. 19. Схема объектива магнитного эмиссионного сверхмикроскопа. Расстояние между катодом и цилиндром Венельта — 0,5 мм, расстояние между цилиндром Венельта и объективной диафрагмой — 10 мм.

с полюсными наконечниками. Фокусное расстояние линзы порядка нескольких миллиметров. Увеличение, полученное с таким микроскопом, во много раз превышает таковое для всех описанных выше магнитных систем. Оно может достигать 1800 крат и более (при двух ступенях увеличения).

При проверке снимков, полученных с этим микроскопом, оказалось, что разрешение составляет 90—140 $m\mu$, т. е. лучше, чем разрешение светового микроскопа.

Таким образом, эмиссионный сверхмикроскоп осуществлён теперь, как в электростатической, так и в магнитной форме.

III. ПРИМЕНЕНИЕ ЭМИССИОННОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Наибольшее распространение эмиссионный микроскоп получил при изучении:

- 1) всех видов термокатодов (из чистых металлов, торированных, бариевых, оксидных и др.),
- 2) кристаллической структуры металлов,
- 3) фотокатодов и катодов вторичной эмиссии,
- 4) автоэлектронной эмиссии.

Довольно подробное описание электронно-микроскопических исследований катодов, особенно термокатодов, дано Н. Д. Моргулисом⁵ в его обзоре 1937 г., в котором представлены основные работы, сделанные до 1937 г.

Поэтому мы будем касаться главным образом работ, опубликованных после 1937 г.

1. Накалённые катоды

Электронно-микроскопические исследования катодов из чистых металлов, т. е. катодов без особого эмиттирующего покрытия, впервые были произведены с помощью электростатического электронного микроскопа. Электронно-оптические изображения показали кристалли-

ческую структуру металла. Основная трудность электронно-микроскопических исследований чистых металлов без покрытия активным веществом состоит в том, что для получения достаточной эмиссии их необходимо накаливать до очень высокой температуры, что возможно только для тугоплавких металлов. С другой стороны, при высокой температуре такие катоды являются интенсивными излучателями света, затрудняющего электронно-микроскопические наблюдения. Поэтому электронно-микроскопическое исследование катодов без активного покрытия не нашло себе большого применения. Как увидим ниже, покрытие поверхности металла монокристаллическим слоем активного вещества (например, бария) позволяет получить изображения кристаллической структуры большинства металлов при сравнительно низкой температуре.

Торированные катоды. Торированные катоды, к которым, в первую очередь, относятся торированный вольфрам и торированный молибден, явились предметом ряда исследований, так как они являются одними из первых, очень ценных для техники вакуумных приборов, активных катодов. Первые электронно-оптические наблюдения торированного вольфрама²⁶ привели к заключению, что активная плёнка тория на поверхности вольфрама образуется за счёт диффузии тория изнутри к поверхности зерна в отдельных её местах и дальнейшей миграции тория по поверхности (при соответствующей тепловой обработке торированного вольфрама). Электронно-оптические наблюдения не подтвердили теории Лэнгмюра, согласно которой диффузия тория происходит равномерно по всей поверхности. Эмиссионная активность торированного катода, как показано рядом авторов, определяется концентрацией атомов тория на поверхности катода, которая зависит от скорости двух процессов, протекающих при нагревании катода: диффузии тория к поверхности зерна и его испарения. Эмиссионный микроскоп позволяет изучить ход этих процессов и определить места диффузии и испарения тория на поверхности катода.

Наиболее полное исследование торированного вольфрама с помощью электростатического эмиссионного микроскопа было произведено Ахерном и Веккером²⁷. Ими были изучены процессы диффузии тория, миграции его по поверхности и испарения, а также влияние зернистой структуры вольфрама на эти процессы. Электронные изображения показывают, что эмиссия имеет место только для отдельных областей поверхности (пятен), вид и размеры которых совпадают с видом и размерами зёрен, видимых на обычных оптических изображениях.

Электронные изображения показывают, что торий диффундирует к поверхности в относительно небольшом числе хаотически расположенных точек, вокруг которых образуется плёнка тория, мигрирующая при дальнейшем нагревании по поверхности. Поверхностная плотность тория в результате продолжающейся миграции уменьшается,

что видно из уменьшения яркости пятна, когда оно увеличивается в размерах. Процесс изменения размера и яркости пятен на поверхности с изменением температуры хорошо виден на рис. 20, где представлены электронные изображения поликристаллического торированного вольфрама, прокалённого вначале при температуре 2600°K и, далее, обработанного в течение короткого времени от 1500° до 1800°K . Фотография *a* показывает, что большая часть поверхности не эмиттирует и почти вся эмиссия идёт из нескольких небольших ярких пятен. Остальные снимки на рис. 20 показывают «историю жизни» этих пятен в процессе тепловой обработки (увеличения температуры). Если проследить, например, за пятном в правой части изображения, то мы видим, что размеры и яркость его увеличиваются (*a*, *b*, *в*), потом размеры продолжают увеличиваться, но яркость слегка уменьшается из-за уменьшения поверхностной плотности (*г*, *д*, *e*) и, наконец, *ж* и *з* показывают, что пятно расплзается по поверхности, сильно уменьшаясь в яркости.

Так как ториевые пятна напоминают вулканические извержения, авторы называют их ториевыми «извержениями», меняющимися в пространстве и во времени. Относительно количества и частоты этих «извержений» авторы приводят интересные данные. Для крупнозернистых поверхностей из общего количества наблюдаемых извержений $\frac{1}{3}$ приходится на границы зёрен, причём частота их появления различна для различных зёрен, а на некоторых зёрнах они не появляются вовсе. Прокаливание поверхности при высокой температуре временно увеличивает частоту «извержений». Например, если поверхность вольфрамовой нити прокалить при температуре 2900°K в течение 1 минуты и подсчитать число «извержений» в минуту при температуре 1925°K , то это число быстро уменьшается со временем, достигая вскоре постоянного значения, равного примерно $\frac{1}{3}$ его первоначального значения. Если нить быстро охладить и снова прокалить, частота извержений временно возрастает.

Электронные изображения монокристалла торированной вольфрамовой нити обнаруживают чередующиеся активные и неактивные полосы, параллельные оси нити. Эти полосы, вероятно, связаны с плоскостями монокристалла. «Извержения» тория имеют место только на активных полосах. Последнее указывает на то, что торий диффундирует в определённых направлениях кристалла более легко, чем в других. При тех же температурах, при которых имеют место «извержения» тория (т. е. примерно 1500°K), наблюдается и миграция тория по поликристаллической поверхности торированного вольфрама. То, что в процессе роста пятен они остаются круглыми, показывает, что торий мигрирует с равной скоростью во всех направлениях.

В противоположность этому, на поверхности монокристалла торий мигрирует анизотропно. Рентгеновский анализ показал, что эмиттирующая поверхность монокристалла совпадает с плоскостью (211)

и преимущественное направление миграции тория происходит в этой плоскости в направлении (111).

Электронные изображения торированного вольфрама позволили определить разности работ выхода для различных кристаллов. В первом приближении обратное отношение двух времён экспозиций (при постоянных температуре и напряжении) различных кристаллов с одинаковой плотностью почернения на фотопластинке даёт отношение

их эмиссий, и посредством уравнения $i = AT^2 e^{-\frac{\varphi}{kT}}$ определяется разность работ выхода двух зёрен $\varphi_2 - \varphi_1$. Для различных зёрен она имеет значение от 0 до 0,6 в.

Для исследования структуры и процессов активации торированного молибдена успешно использовался эмиссионный микроскоп высокого разрешения. Два снимка торированного молибдена показаны на рис. 21. Снимок *a* получен с помощью электростатического микроскопа¹ с увеличением в 2000 крат. На нём ясно видно дискретное распределение тория на поверхности молибдена (яркие пятна). Снимок *b* получен с помощью магнитного микроскопа¹⁶ с увеличением в 3000 крат. Ясно видно, что торий выходит преимущественно на границах зёрен. Однако на снимке также видно, что отдельные места выхода тория могут лежать и в середине зерна.

Оксидные катоды. Особенно большое применение в электровакуумной технике имеют оксидные катоды. Поэтому им было посвящено наибольшее количество электронно-микроскопических исследований.

Результаты этих исследований, в основном, сводятся к следующему. Прежде всего, эмиссионная картина всех оксидно-пастовых катодов имеет чётко выраженный неоднородный характер с наличием большого количества отдельных островков, форма и размеры которых зависят от способа нанесения, толщины и структуры слоя.

В работе Н. Г. Сушкина¹⁹ приведены результаты исследований толстых оксидных катодов. Из сопоставления световых и электронных изображений им было показано, что трещины эмиттируют значительно сильнее остальной поверхности. Автор объясняет это тремя факторами: 1) увеличенной эмиттирующей поверхностью трещин; 2) более высокой температурой слоёв оксида, лежащих у керна; 3) увеличением количества активного бария на дне трещины.

Существенное значение имеет способ активирования катода: при наличии электрического поля (электрическое активирование) или без него. Первый способ приводит к образованию эмиссионных островков, в то время как во втором способе получается относительно равномерная картина распределения эмиссии. Тонкоплёночный катод при всех условиях даёт более равномерную картину, чем толстоплёночный. При долговременной работе катода обычно наступает дезактивизация.

При работе оксидного катода часто наблюдается интересное явление, которое обычно называют явлением «обращения»^{28, 30}, заключающееся в том, что тёмные места на изображении катода через некоторое время становятся светлыми, а светлые места, наоборот, становятся тёмными (чередование «негатива» и «позитива» изображения). Это особенно отчётливо наблюдается в случае, когда на поверхности катода процарапана сетка. Явление «обращения» объясняют поверхностным перемещением активного вещества, вызванным неоднородным распределением температуры вдоль поверхности катода. Желаящих более подробно ознакомиться с этим явлением мы отсылаем к⁵.

Одновременное наблюдение эмиссионной картины оксидных катодов с помощью электронного микроскопа и измерение их электронной эмиссии²⁹ приводит к выводу, что поверхность катода, уже в результате первого шага активирования (как термического, так и электролитического), когда его эмиссия остаётся ещё очень малой, практически полностью покрывается эмиссионными центрами, характер распределения которых с ростом эмиссии остаётся практически неизменным. Это даёт возможность заключить, что рост эмиссии при активации оксидных катодов очень мало связан с увеличением эффективной эмиссионной поверхности катода, а зависит, повидимому, главным образом, от уменьшения работы выхода электронов в эмиссионных центрах.

Эмиссионный микроскоп, описанный выше (рис. 10), позволил подробно изучить влияние размера частиц оксидов различных карбонатов (бария, стронция, кальция) и методики нанесения оксидного слоя на величину электронной эмиссии¹⁷. Показано, что метод приготовления карбонатов сильно влияет на размер частиц конечного двойного карбоната. Изменением природы щелочного агента или осаждаемого карбоната можно получить большое число карбонатов с различными размерами частиц; последние определялись с помощью оптического микроскопа.

В таблице II показано влияние методов препарирования карбонатов на размеры частиц и последних — на эмиссию оксида.

Из таблицы видно, что с уменьшением размера частиц (одного типа карбоната) увеличивается эмиссия оксидного катода.

На рис. 22 представлены электронные микрофотографии некоторых карбонатов, показывающие при сравнении со светооптическими изображениями, что размер эмиттирующих пятен, представляющих частицы оксида на поверхности слоя, того же порядка, что и начальный размер частиц карбоната. Эмиссионные картины показывают также, что чем меньше размер частиц, тем более равномерно распределяется эмиссия по поверхности катода.

Эмиссионная картина, кроме того, оказывается, сильно зависит от метода нанесения карбонатов на подложку металлов. На рис. 23 показаны электронные изображения катодов, полученных смачива-

нием металлической подложки суспензией, сильно разбавленной нелетучей жидкостью. Фотографии *a* и *b* подобны тем, которые показаны на рис. 22, но изображение *в* (тройной карбонат $Ba_{56}Sr_{31}Ca_{13}$) сильно отличается от рис. 22, *в*. Это изображение кажется почти однородным, на основании чего делается заключение, что слой состоит

Таблица II

Номенклатура	Состав (весовые части)	Метод приготовления	Размер частиц (в μ)	Вид частиц	Эмиссия при 1 в/с.м. в ма
K ₁	Ba, Sr (равномолекулярный)	(NH ₄) ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата. Подщелачивается NH ₄ OH	50	Главным образом сферические	70
K ₂	Ba, Sr (равномолекулярный)	Na ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата	3	Большое число призматических игл	130
K ₃	Ba, Sr (равномолекулярный)	CO ₂ переходит в раствор нитрата. Подщелачивается NH ₄ OH	15	Главным образом сферические	—
K ₄	Ba, Sr (равномолекулярный)	CO ₂ переходит в раствор нитрата. Подщелачивается NaOH	<1/2	Большое число игл	40
S ₁	Ba ₅₆ Sr ₃₁ Ca ₁₃	(NH ₄) ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата. Подщелачивается NH ₄ OH	100	Большие кристаллические агрегаты	50
S ₃	Ba ₅₆ Sr ₃₁ Ca ₁₃	Na ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата. Подщелачивается NH ₄ OH	7	Большое число игл	140
R ₁	Ca, Ba (равномолекулярный)	(NH ₄) ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата. Подщелачивается NH ₄ OH	3	Главным образом сферические	35
R ₃	Ca, Ba (равномолекулярный)	Na ₂ CO ₃ добавляется к раствору нитрата. Подщелачивается NaOH	—	Сферические	35

из мелких частиц. Катоды, изображённые на рис. 22, получены распылением суспензии на подложку, в отличие от катодов, изображённых на рис. 23, полученных смачиванием. Различие в характере изображения при различных методах нанесения суспензии (рис. 22, *в* и 23, *в*) объясняется тем, что тройной карбонат состоит из большого количества частиц различных размеров (от <1/2 μ до 120 μ). Поэтому при распылении на поверхности подложки ложатся главным образом крупные частицы, тогда как при смачивании, наоборот, —

более мелкие, вследствие медленного высыхания поверхности и стекания более крупных частиц.

Перейдём к рассмотрению влияния пространственного заряда на качество электронно-оптического изображения оксидных катодов. Пространственный заряд у поверхности катода, особенно оксидного, который даёт значительную эмиссию электронов, играет существенную роль при образовании изображения катода и, чаще всего, ухудшает качество изображения. Для того чтобы уменьшить влияние пространственного заряда, с одной стороны, понижают температуру катода, с другой стороны, сильно повышают анодное напряжение.

Мекленбург² с помощью описанного выше двухступенчатого электростатического микроскопа провёл некоторые исследования оксидно-пастовых катодов и влияния на их качество пространственного заряда.

На рис. 24 показано изображение оксидного катода. Катод был получен нанесением слоя бариево-стронциевого карбоната толщиной 0,1 мм на никелевую подложку с последующим его активированием. На снимке видны большие сильно эмиттирующие области поверхности катода. Вследствие влияния сильного пространственного заряда у катода эти области изображаются не резко, и напоминают «облачную» структуру. Только некоторые эмиссионные центры, которые «проглядывают» из облака пространственных зарядов, могут изображаться резко.

Прокаливание катода сильно изменяет его эмиссионную картину. На рис. 25 показан катод при различных стадиях прокаливания. Бариево-стронциевая паста наносилась в этом случае очень тонким слоем. После слабого прокаливания на изображении (а) видны большие и малые эмиссионные центры с сильным пространственным зарядом. После дальнейшего прокаливания с приложенным анодным напряжением эмиссионные центры стали значительно меньше (~70 мк) и пространственный заряд менее заметен (б). При этом можно заметить отдельные щели на никелевой поверхности, как светлые и тёмные штрихи. При усилении прокаливания эмиссионная картина за короткое время полностью меняется (в). Мелкозернистая структура пасты исчезает и бросается в глаза узорчатая картина. Отдельные эмиссионные центры, обозначенные светлыми точками, представляют, очевидно, маленькие шарики бария, которые ещё не расплылись по поверхности катода или не испарились.

После этого катод снова осторожно прогревался. Барий при этом сильно испаряется, появляется довольно однородный тонкий эмиттирующий слой и становится видимой кристаллическая структура подложки (г).

Как видно из рисунка, эмиссия из различных кристаллических поверхностей различна. Особенно бросаются в глаза тёмные пятна различной величины, которые видоизменяются при приближении катода к диафрагме (усиление поля у катода).

2. Электронно-микроскопические исследования кристаллической структуры металлов

С помощью электронного микроскопа уже давно была обнаружена кристаллическая структура некоторых металлов. Она наблюдалась вначале для таких металлов, как чистый вольфрам, сплав платина-родий, никель. Как оказалось впоследствии, нанесение тонкого слоя активного вещества (бария, стронция, цезия и др.) на поверхность исследуемого металла значительно облегчает наблюдение его кристаллической структуры.

Природа изображения структуры металлических поверхностей пока ещё не изучена достаточно полно. Однако довольно правдоподобным является предположение, что работа выхода и, следовательно, эмиссия различных кристаллических поверхностей различна, что и вызывает различную интенсивность соответствующих мест на электронном изображении. Фотоэлектрическим методом³¹ для большинства металлов было установлено, что разница в работе выхода для различных плоскостей кристалла составляет несколько десятых электрон-вольта. Для активированных металлических поверхностей следует допустить также и влияние различного заполнения поверхности металла активным веществом.

Сильная эмиссия активированных металлов позволяет получить увеличенное изображение структуры поверхности даже при сравнительно низких температурах. Это даёт возможность изучить отдельные кристаллические модификации (фазы) металла, а также непосредственно наблюдать фазовые превращения и ход рекристаллизации^{32,33}. Можно, например, легко наблюдать явления, имеющие место при переходе от кубической объёмноцентрированной (α -фаза) к кубической гранецентрированной (γ -фаза) модификации железа при температуре около 900° и получить даже кинематографическую запись процесса перехода.

На рис. 26 показан ряд фотографий, иллюстрирующих этот процесс для железа, активированного двойным карбонатом ($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$). Как видно на рисунке, начиная от α -состояния (фотография *a*) при возрастании температуры γ -кристаллы растут справа налево (фотографии *b* — *з*). После достижения γ -состояния (*з*) температура понижалась (*и* — *о*), α -кристаллы вытесняют γ -кристаллы и α -состояние восстанавливается снова. Тот факт, что кристаллики возрастают с одной стороны образца к другой, является следствием существования градиента температуры в железной полосе. Этот двойной процесс превращения повторяется на фотографиях от *p* до *у* ($\alpha \rightarrow \gamma$) и от *ф* до *ц* ($\gamma \rightarrow \alpha$).

Из того факта, что процессы перехода видны на электронной эмиссионной картине, можно заключить, что в области роста кристаллов количество или расположение активных атомов изменяется от начального состояния, соответствующего α (или γ)-кристаллам,

к его конечному состоянию, соответствующему γ (или α)-кристаллам, посредством миграции или испарения.

При активизации железа стронцием, ввиду того, что подвижность стронция на железе при температуре точки перехода велика, это «приспособление» атомов стронция к новому состоянию происходит практически мгновенно.

Укажем здесь ещё на одно весьма интересное явление, наблюдаемое в ходе исследований эмиссионных картин металлических поверхностей, активированных электроположительными атомами^{33,34}. Это явление заключается в том, что при определённых условиях на отдельных кристаллах появляется система параллельных линий высокой интенсивности (рис. 27). Такая система линий появляется, например, если нормально активированный железо-никелевый катод снова покрыть стронцием (вместе с оксидом стронция) и прогреть при температуре около 900°C . Из того, что линии идут, в основном, от границы к границе кристаллов, можно заключить, что они связаны с ориентацией кристаллической решётки; авторы рассматривают их, как соответствующие следам плоскостей скольжения на поверхности кристалла. На неровностях поверхности (гребни и выемки), образованных плоскостями скольжения, адсорбционная способность для атомов электроположительных металлов выше, чем на остальной поверхности кристалла.

Тот факт, что линии исчезают после продолжительного прокаливания катода и не появляются снова после повторного прокаливания активатора, рассматривается как указание на уничтожение неровностей поверхности нагреванием.

Большой интерес представляют электронно-оптические исследования эмиссионных кристаллических картин циркония. При температуре около 865°C он претерпевает аллотропические превращения из гексагональной (α) в кубическую (β) структуру.

С помощью электронного микроскопа удалось непосредственно на эмиссионных картинах наблюдать α и β -модификации структуры циркония. Однако наблюдение самого процесса $\alpha \rightarrow \beta$ перехода было затруднено ввиду недостаточной эмиссии вблизи температуры перехода (865°C). Для получения электронного изображения циркония необходима температура, по крайней мере, $1050 - 1100^{\circ}\text{C}$. В этом случае изображение показывает более или менее однородные кристаллы (β -модификация), быстро изменяющиеся в размерах от нескольких десятых до 1 мм и больше (рис. 28, а). При температуре ниже 1000° эмиссия становится очень слабой и электронное изображение практически пропадает. Но если поверхность циркония активировать барием путём его испарения из внешнего испарителя, то наблюдается значительная эмиссия при температуре $600 - 650^{\circ}$, при которой имеет место α -модификация (рис. 28, б). Эта эмиссия снова исчезает при нагревании до 700°C (ввиду исчезновения атомов бария с поверхности).

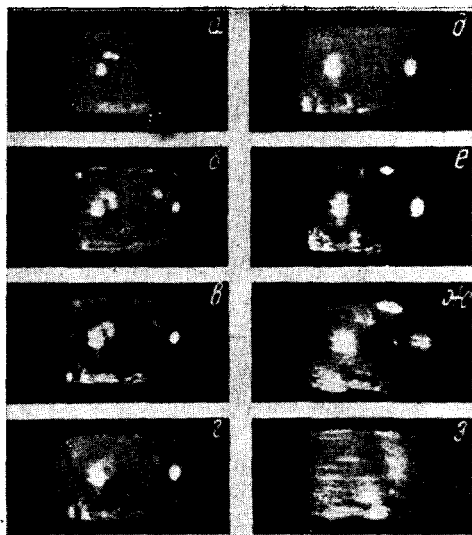


Рис. 20. Извержения тория на мелкозернистой вольфрамовой ленте. Температура фотографирования — 1490°K . Для каждой фотографии температура и время тепловой обработки, средняя степень торирования (f), и экспозиция соответствуют: *a*) 2550°K , 30 сек, 0,03, 60 сек; *б*) 1530°K , 1 мин., 0,06, 1 мин.; *в*) 1570°K , 1 мин., 0,06, 1 мин.; *г*) 1660°K , 1 мин., 0,06, 1 мин.; *д*) 1680°K , 1 мин., 0,1, 40 сек. *е*) 1720°K , 1 мин., 0,01, 1 мин., *ж*) 1775°K , 1 мин., 0,11, 30 сек., *з*) 1830°K , 2 мин., 0,11, 30 сек.

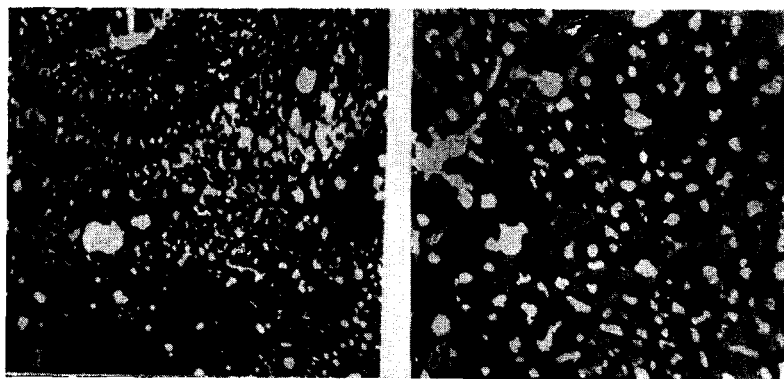


Рис. 21. Электронные микрографии торированного молибдена: *a*) по Бершу (увеличение 2000), *б*) по Киндеру (увеличение 3000).

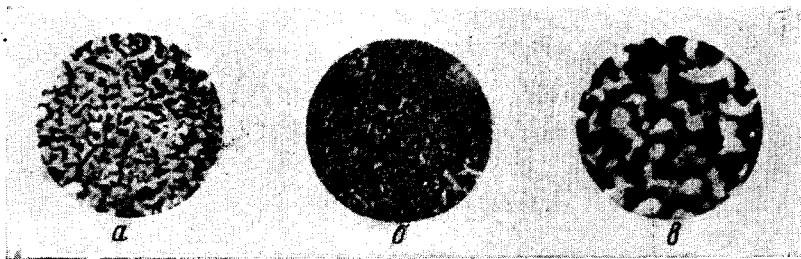


Рис. 22. Электрохимические микрофотографии карбонатов, нанесённых на керн распылением (увеличение 100): а) K_1 (см. табл. 1), б) K_2 , в) S_1 .

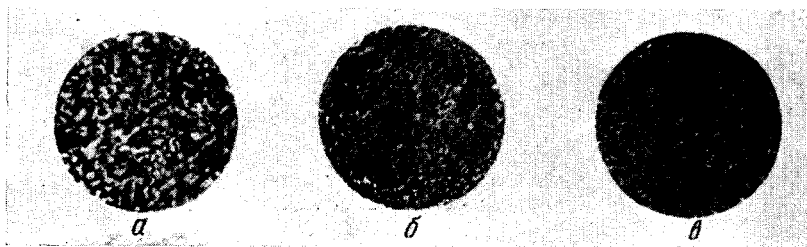


Рис. 23. Электронные микрофотографии карбонатов, нанесённых на керн смачиванием (увеличение 100): а) K_1 , б) K_2 , в) S_1 .

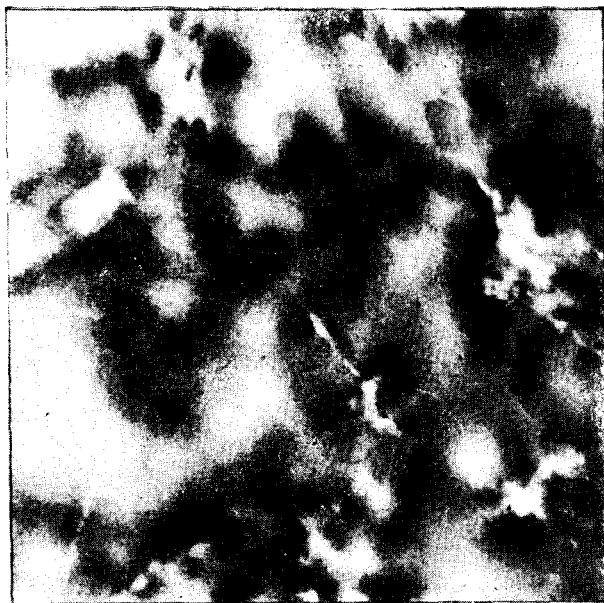


Рис. 24. Электронное изображение бариево-стронциевого оксидного слоя, толщиной 0,1 мкм на нижнем керне.

Рис. 25. Электронные изображения катода с тонким оксидным слоем в различных стадиях прокаливания: а) после прогрева в течение $\frac{1}{2}$ часа без внешнего поля, б) после прогрева в течение $\frac{1}{2}$ часа с внешним напряжением, в) после прогрева при более высокой температуре, г) после испарения основной массы активного вещества.

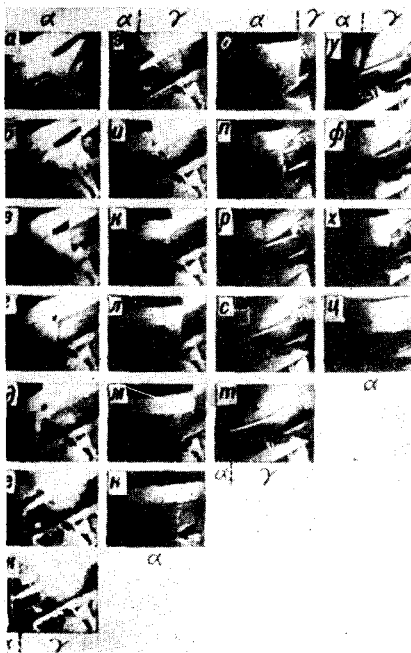
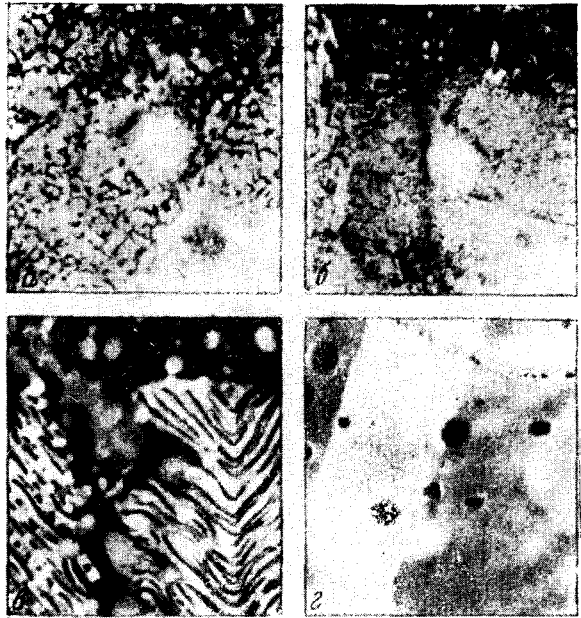


Рис. 26. Электрооптические наблюдения четырёх следующих друг за другом $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ превращений в железе при 900° : а—з: $\alpha \rightarrow \gamma$; u—o: $\gamma \rightarrow \alpha$; n—y: $\alpha \rightarrow \gamma$; ф—ц: $\gamma \rightarrow \alpha$.



Рис. 27. Линии высокой интенсивности на поверхности никелевого железа, активированного стронцием: *а)* после первого нанесения активатора, *б)* после испарения и второго нанесения активатора, *в)* после прокалывания и третьего нанесения активатора.



Рис. 28. Электронно-оптическое наблюдение аллотропических превращений циркония: *а)* эмиссионная картина при 1100°C , *б)* эмиссионная картина при 600°C , *в)* эмиссионная картина при повторном повышении температуры до 1150°C .



Рис. 29. «Обращение» относительной интенсивности эмиссии различных кристаллов при исследовательском прогревании активированного цирколия от 600°C до 700°C .



Рис. 30. Изображения чистого цинка (увеличение 7): а) фотоэлектронное, б) световое.

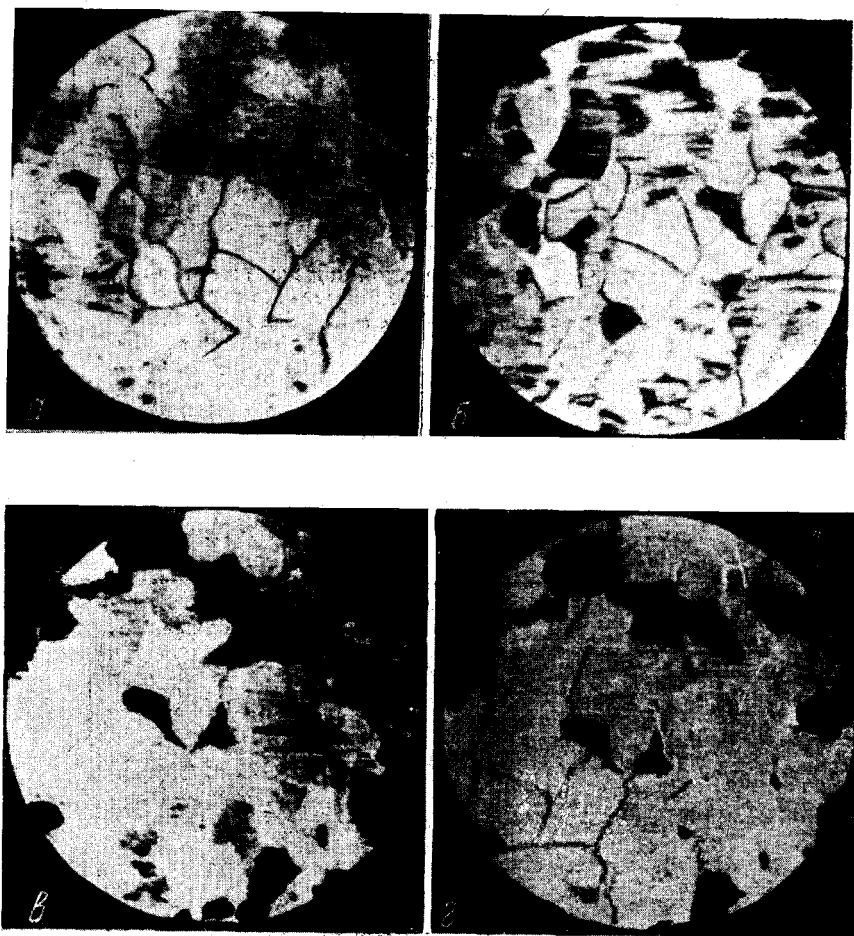


Рис. 31. Фотоэлектронные изображения платиновой фольги (увеличение 25)
а) $t = 20^\circ \text{C}$, б) $t = 900^\circ \text{C}$, в) $t = 1640^\circ \text{C}$, г) $t = 20^\circ \text{C}$ (после нагревания:
до 1640°C).

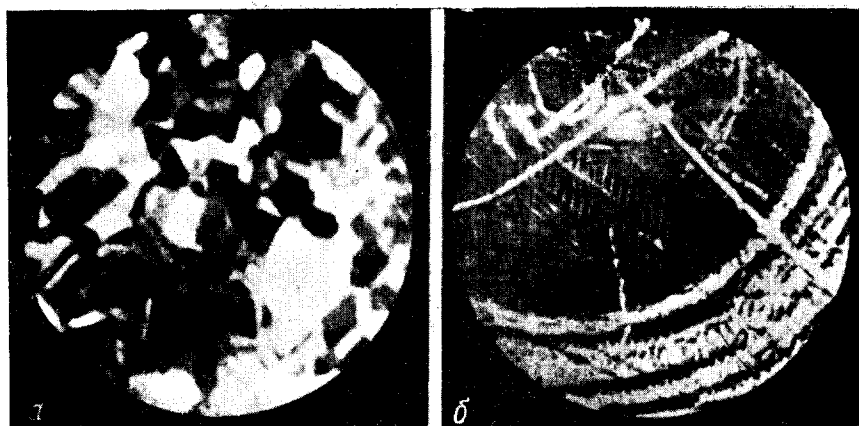


Рис. 32. Фотоэлектронные изображения (увеличение $30\times$): а) никелевого катода, б) прошабренного медного катода.



Рис. 33. Фотоэлектронные изображения кислородо-цезиевого фотокаатода: а) при освещении белым светом, б) при освещении светом с длиной волны $3000 - 4000 \text{ \AA}$, в) при освещении светом с длиной волны 6000 \AA .



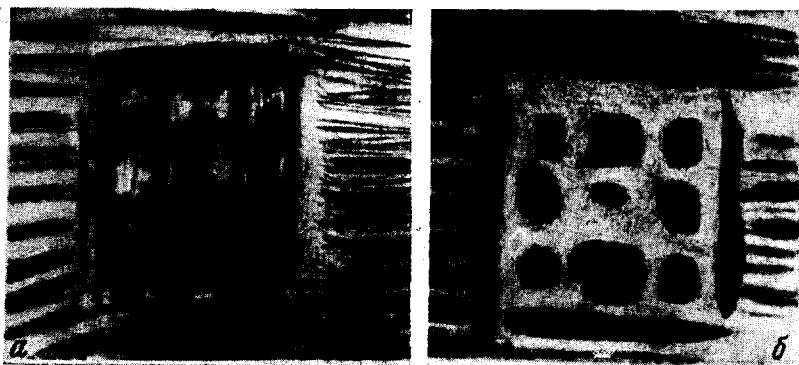


Рис. 34. Световое (а) и электронно-ионное (б) изображения цинковой пластинки с нанесёнными на ней сеткой и царапинами.

Таким образом, можно наблюдать только α и β -модификации, не наблюдая самого перехода. Используя другие активаторы, повидимому, можно будет наблюдать и сам процесс перехода.

На электронном изображении, соответствующем α -модификации (рис. 28, б), видно, что области, занимаемые ранее β -кристаллами, ещё заметны, но в каждой из этих областей видны одна или больше систем параллельных или пересекающихся слоёв, давая в целом иглообразную картину, напоминающую структуру, встречаемую в мартенситных сталях. Если температуру снова повысить выше точки перехода, то снова восстанавливается β -структура (рис. 28, в) с небольшим изменением левой части, вызванным ростом кристалла. Таким образом, $\alpha \rightleftharpoons \beta$ -превращение является процессом, в основном, обратимым.

При нагревании активированного барием циркония от 600° до 700° имеет место явление «обращения» интенсивности различных кристаллов (рис. 29), которое особенно заметно для кристаллов 1 и 2. Это можно объяснить тем, что температура, при которой уменьшение эмиссии за счёт испарения бария превосходит увеличение эмиссии за счёт возрастания температуры ядра, различна для различных плоскостей кристалла.

3. Фотокатоды

Для исследования эмиссионных свойств и структуры фотокатодов эмиссионный микроскоп использовался сравнительно мало. Большая часть исследований, относящихся, главным образом, к раннему периоду развития электронной микроскопии (1932—1936), касается фотоэмиссии с чистых металлов. Исследование сложных фотокатодов не получило должного развития и в последние годы.

Фотокатоды, в отличие от термокатодов, имеют некоторые особенности, затрудняющие получение хороших увеличенных изображений. Главная из них состоит в том, что они дают малые токи эмиссии, недостаточные для получения высокой яркости свечения экрана, даже при высоких ускоряющих напряжениях. Далее, необходимость освещения фотокатода не даёт возможности поместить ускоряющий электрод очень близко к катоду и, следовательно, получить сильное электрическое поле у катода (если не рассматривать полупрозрачных катодов). Для сложных фотокатодов исследования, кроме того, осложняются чувствительностью к ухудшению вакуума и, вследствие этого, невозможностью использовать внутри микроскопа массивные металлические детали, в частности полюсные наконечники магнитных линз, с помощью которых можно получить большие увеличения.

Первые электронно-оптические изображения фотокатода, представлявшего собой цинковую пластинку, при освещении кварцевой дугой, были получены с помощью магнитной панцирной катушки.

Ускоряющее напряжение было равно 30 киловольтам. Увеличение составляло всего 2,5 раза.

Дальнейшие исследования фотокатодов^{22,35} с помощью электронного микроскопа, изображённого на рис. 17, позволили обнаружить их кристаллическую структуру и изменение её при нагревании. На рис. 30 даны, например, электронное (*a*) и световое (*б*) изображения цинкового литого катода с увеличением ~ 7 ; идентичность этих двух изображений несомненна.

Исследования платиновой фольги показывает увеличение неоднородности при повышении температуры (рис. 31). При охлаждении катода эта неоднородность сохраняется. Изображения *в* и *г* указывают на сходство распределения термо- и фотоэмиссий.

На рис. 32 даны изображения никелевого (*a*) и медного (*б*) катодов, увеличенных в 30 раз. Отчётливо видна кристаллическая структура никеля. Медный катод был прошабрен в вакууме; светлые полосы соответствуют чистым неокислённым участкам металла, обладающим большой фоточувствительностью.

С помощью фотоэлектронных изображений удалось наблюдать процессы плавления и кристаллизации металлов (например, цинка).

Оказалось возможным, далее, получить изображения минералов (например, свинцового блеска и медного колчедана).

Значительный интерес представляет изучение с помощью электронного микроскопа сложных фотокатодов, получивших большое распространение в технике электронных приборов. Однако электронно-микроскопические исследования их ограничиваются, насколько нам известно из литературы, работами Морива³⁶ и Сушкина²¹.

Первый из них, с помощью электронных изображений с увеличением в 25 раз, изучал распределение эмиссии по поверхности серебряно-оксидно-цезиевого фото катода ($\text{Ag-Cs}_2\text{O-Cs}$), в зависимости от длины волны и плоскости поляризации падающего света.

При освещении поверхности катода белым светом (рис. 33, *a*) и светом с длиной волны $\lambda = 3000 - 4000 \text{ \AA}$ (рис. 33, *б*) электронно-оптические изображения показывают сравнительно равномерное распределение фотоэмиссии по поверхности катода. Чувствительность катода была равна всего $1,5 \text{ мка/лм}$. Освещение же катода светом с длиной волны $\lambda = 6000 \text{ \AA}$ даёт сильно неоднородную картину распределения фотоэмиссии; эмиттирующие участки расположены отдельными группами (рис. 33, *в*). Эту неоднородность фотоэмиссии автор объясняет неравномерным распределением значений работы выхода на поверхности фото катода.

При освещении катода белым светом, поляризованным в плоскости, перпендикулярной и затем параллельной плоскости фото катода, не обнаружено различия в характере эмиссионных картин; распределение эмиссии по поверхности катода было в обоих случаях однородным, во всяком случае неоднородность не заметна при 25-кратном увеличении:

Такое увеличение явно недостаточно для изучения структуры и эмиссионных свойств сложных фотокатодов.

В работе Н. Г. Сушкина даны результаты некоторых исследований структуры сурьмяно-цезиевого фотокатода при увеличениях в 40—50 раз. Схема его микроскопа изображена на рис. 17, а, фотокатод имел чувствительность порядка 40 $\mu\text{ка/лм}$. На фотокатод проектировалось световое изображение нити лампы накаливания. Поверхность катода с помощью магнитной линзы отображалась на экран микроскопа. На электронно-оптическом изображении нити были видны тёмные точки, являющиеся нерезкими изображениями выдающихся на поверхности фотослоя отдельных частиц катода. Расстояние между ними на электронном изображении было равно 0,1 мм. Эти точки позволили автору оценить разрешающую способность используемой им электронно-оптической системы; разрешаемое расстояние оказалось равным 0,002 мм.

Последние две работы дают только предварительные данные и указания на возможность дальнейших исследований сложных фотокатодов. Необходимым условием успеха дальнейших исследований фотокатодов методами эмиссионной микроскопии является повышение увеличения и, вместе с тем, разрешающей способности электронно-оптических систем.

Наряду с фотоэлектронами была установлена^{37,38,39} возможность использования вторичных электронов для получения изображений. Для этого можно использовать как электростатические, так и магнитные системы. Однако получение высокой разрешающей способности микроскопа в случае вторичных электронов представляет значительные трудности вследствие больших хроматических аберраций. До сих пор такой вид электронно-микроскопических исследований не нашёл себе широкого применения.

IV. ПОЛУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ОПТИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

В заключение укажем на оригинальные эксперименты получения электронно-оптических изображений металлических поверхностей при атмосферном давлении, выполненные Г. В. Спиваком и Р. А. Лукацкой⁴.

Один из экспериментов сводился к следующему. Цинковая пластинка размером $3 \times 3 \text{ см}^2$ располагалась на некотором расстоянии ($\sim 15 \text{ см}$) от эбонитовой пластинки, на обороте которой была станиолевая обкладка. Если цинковую пластинку присоединить к отрицательному, а станиолевую обкладку к положительному полюсам источника высокого напряжения ($\sim 10\text{—}15 \text{ кВ}$), то при освещении цинковой пластинки ультрафиолетовым светом на поверхности эбонитовой пластинки (при условии посыпания её тальком) наблюдается изображение структуры поверхности цинковой пластинки.

В зависимости от формы электродов и расстояния между ними были получены различные увеличения (до 100 раз). На рис. 34 показаны: а) обычная световая фотография цинковой пластинки с нанесённой на неё при помощи лака сеткой и горизонтальными царапинами вокруг неё; б) отображение её способом, описанным выше.

Механизм образования изображения, предложенный авторами, в основном сводится к следующему.

Фотоэлектроны, вылетающие с поверхности цинка, в значительном количестве трансформируются в отрицательные ионы сразу же по выходе из катода. При соударениях с молекулами воздуха медленные отрицательные ионы, отдавая почти всю энергию, фактически останавливаются и затем вновь начинают движение вдоль поля. Значение силы должно быть таково, чтобы тепловое движение не превалировало над направленным дрейфом ионов. При этих условиях отрицательные ионы, двигаясь по силовым линиям, переносят изображение катода на анод. Количество фотоэлектронов, выходящих из данного места катода, определяет количество отрицательных ионов, доходящих до эбонитовой пластинки. Процарапанные и гладкие места цинковой пластинки испускают разное количество электронов, что и даёт в конечном счёте изображение сетки.

По сообщению авторов, разрешение, которое удалось получить в последних экспериментах, составляет несколько микрон.

Несмотря на предварительный характер, эксперименты Спивака и Лукацкой открывают совершенно новое, весьма интересное направление в оптике заряженных частиц.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Мы коротко описали особенности и конструкции эмиссионного микроскопа, а также многообразие явлений, которые можно с его помощью исследовать. Особенно успешное применение эмиссионный микроскоп нашёл при изучении накаливаемых катодов, широко используемых в технике электронных приборов. Он плодотворно используется также для изучения кристаллической структуры различных металлов, открывая тем самым новую область в металлографии.

Электронно-микроскопические исследования фотокатодов и эмиттеров вторичной эмиссии ограничены пока небольшим числом работ и не дают надёжных результатов. Особо интересным должно быть исследование сложных фотокатодов, которые до сих пор почти совершенно не изучены с помощью микроскопа. Использование фотоэлектронов вместе с термоэлектронами позволит исследовать поверхности различных предметов при любых температурах. Однако в области фотокатодов и эмиттеров вторичных электронов нужно ожидать новых трудностей из-за большого разброса начальных скоростей электронов.

Центральной проблемой в области эмиссионной микроскопии является повышение разрешающей способности микроскопа. Первые

эксперименты и теоретические исследования в этой области дают основание думать, что эта задача будет успешно решаться. Электронный микроскоп по своей разрешающей способности уже сейчас оставил далеко позади световой микроскоп. Можно не сомневаться в том, что он найдёт самое широкое применение в различных областях науки техники.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. H. Voersch, *Naturwiss.* **30**, 120 (1942).
2. W. Mecklenburg, *Zeits. f. Physik* **120**, 21 (1942).
3. H. Mahl, *Zeits. f. techn. Physik* **23**, 117 (1942).
4. Б. М. Царёв, *УФН* **36**, 181 (1948).
5. Н. Д. Моргулис, *УФН* **17**, вып. 4 (1937).
6. H. Johanson, *Ann. d. Physik* **18**, 385 (1933); **21**, 274 (1934).
7. Ф. А. Савченко, *ЖТФ* **9**, 2211 (1939).
8. W. K. Zworykin, *J. Frankl. Inst.* **215**, 535 (1933).
9. P. A. Einstein, L. Jacob, *Phil. Magaz.* **39**, 20 (1948).
10. E. Bruche, W. Knecht, *Zeits. f. Physik* **92**, 462 (1934).
11. I. Dosse, E. Müller, *Zeits. f. Physik* **119**, 415 (1942).
12. A. Recknagel, *Zeits. f. Physik* **117**, 689 (1941); **120**, 331 (1942).
13. E. Bruche, *Kolloid Zeits.* **100**, 192 (1942).
14. Л. А. Арцимович, *Изв. АН СССР, серия физ.* **8**, 313 (1944).
15. H. Voersch, *Zeits. f. techn. Physik* **23**, 129 (1942).
16. E. Kinder, *Naturwiss.* **30**, 591 (1942).
17. M. Benjamin, Huck, R. Jenkins, *Proc. Soc.* **50**, 345 (1938).
18. M. Knoll, F. Houtermans, W. Schulze, *Zeits. f. Physik* **78**, 318 (1932).
19. Н. Г. Сушкин, *Фізичні Записки АН УССР* **9**, 152 (1941).
20. I. Mc Millen, G. Scott, *Rev. Sci. Instr.* **8**, 288 (1937).
21. Н. Г. Сушкин, диссертация, 1939 г.
22. H. Mahl, I. Pohl, *Zeits. f. techn. Physik* **16**, 219 (1935).
23. Fox, Balley, *Phys. Rev.* **59**, 174 (1941).
24. W. Burgers, I. Ploos van Amstel, *Physica* **4**, 5 (1937).
25. H. Mahl, *Zeits. f. Physik* **98**, 321, 1935; **108**, 771 (1938).
26. E. Bruche, H. Mahl, *Zeits. f. techn. Physik* **16**, 623 (1935); **17**, 81 (1936).
27. A. Ahearn, I. Becker, *Phys. Rev.* **54**, 448 (1938).
28. E. Bruche, H. Johanson, *Ann. d. Physik* **15**, 145 (1942).
29. Heinze, Wagener, *Zeits. f. techn. Phys.* **17**, 645 (1936).
30. E. Richter, *Zeits. f. Phys.* **86**, 697 (1933); **87**, 683 (1934).
31. Mandenhall, de Voe, *Physik. Rev.* **51**, 346 (1937).
32. W. Burgers, *Zeits. f. Metallkunde* **29**, 250 (1937).
33. W. Burgers, I. Ploos van Amstel, *Physica* **4**, 5 (1937); **5**, 305 (1938).
34. H. Mahl, D. Schenk, *Zeits. f. Physik* **101**, 117 (1936).
35. I. Pohl, *Zeits. f. techn. Physik* **12**, 579 (1934).
36. V. Moriva, *Electrotechn. Journ of Japan* **2**, 65 (1937).
37. W. Zworykin, *Journ. Frankl. Inst.* **215**, 535 (1933).
38. E. Meschter, *Rev. Sci. Instr.* **9**, 12 (1938).
39. R. Behne, *Ann. d. Physik* **26**, 385 (1936).
40. Г. В. Спивак, Р. А. Лукацкая, *Journ. of Pys.* **10**, 252 (1946); ДАН, LX, 375 (1948); Вестник МГУ № 4 (1948).