

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУКСОВЕЩАНИЯ И КОНФЕРЕНЦИИ**ЧЕТВЕРТЫЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ КОНГРЕСС ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**

Четвертый Международный конгресс по электронной микроскопии в соответствии с программой, составленной Международной федерацией обществ электронной микроскопии, проходил в Западном Берлине с 10 по 17 сентября 1958 г.

Программа Конгресса содержала свыше 400 докладов, представленных приблизительно 30 странами. В работе Конгресса участвовало около 1000 делегатов. Ученые ФРГ прочитали 88 докладов, Англии—69, США—53, Японии—40, Франции—30, СССР, ГДР и Швейцарии—по 12, Голландии и Индии—по 8, Австрии и Бельгии—по 7, Италии и Швеции—по 6, Австралии—5, Шотландии—4, Венгрии, Дании, Польши и Чехословакии—по 3, Аргентины—2, Болгарии, Румынии, Испании, Канады, Финляндии и Югославии—по 1 докладу.

Все заседания Конгресса проходили в здании Университета. В первый и последний день работы Конгресса доклады обсуждались на пленарных заседаниях, которые проходили в аудитории «Максимум», вмещающей около 1000 человек. В остальные дни обсуждение докладов было на секционных заседаниях. Ежедневно работало четыре секции. Из них две секции занимались физико-техническими вопросами и две—биологическими. В двух больших залах и в фойе функционировала выставка электронно-оптических снимков, представленных участниками Конгресса.

В пяти минутах ходьбы от Университета, в здании Фриш-Габер Института Общества Макса Планка, была организована выставка действующих приборов, где демонстрировались электронные микроскопы и вспомогательная аппаратура.

Перед началом Конгресса вместе с печатными материалами каждый делегат получил баллотировочный талон с приглашением указать доклад, рекомендуемый для повторного прочтения на заключительном заседании.

На основании такого референдума было избрано 6 докладов. Три из них—биологические (они не вошли в данный обзор, так же как и другие доклады, обсуждавшиеся в биологических секциях), три остальных доклада отмечены в соответствующих местах данного обзора. Следует отметить четкую информационную работу Бюро Конгресса об изменениях (в виде исключения) программы и о ходе Конгресса. Для этой цели перед входом в каждый зал имелись сменные щиты, информирующие о том, какой из докладов программы читается в данный момент в данном зале. Кроме этого, в каждом из залов имелся такой же щит, информирующий участников данной секции о том, какие доклады читаются в данный момент в остальных трех залах.

Ассамблея Международной федерации обществ электронной микроскопии приняла решение провести следующие Международные Конгрессы по электронной микроскопии: V—в 1962 г. в США и VI—в 1966 г. в Японии.

Подробный обзор¹ поможет читателю представить состояние просвечивающей электронной микроскопии накануне Конгресса. Данный Конгресс подтвердил отмеченное в указанном обзоре утверждение, что первый период в развитии просвечивающей электронной микроскопии, когда основное внимание было сосредоточено на улучшении конструкции прибора и разработке простейшей методики препарирования, закончился, и сейчас основное внимание исследователей перенесено с вопросов конструирования приборов на технику препарирования, применение активного воздействия на исследуемые объекты и интерпретацию результатов с учетом механизма взаимодействий электронов с веществом.

Со времени предыдущего Международного конгресса можно отметить широкое развитие исследований с помощью электронного микроскопа дислокаций, применение муаровых узоров для исследования периодических структур. Угольные реплики с

извлечением, ультратонкие срезы и микродифракция в сочетании с электронной микроскопией позволили полнее использовать последнюю в металловедении.

Получили развитие новые электронно-оптические методы—автоэмиссионная микроскопия и рентгеновская микроскопия. Предпринимаются попытки применить теорию информации в электронной и рентгеновской микроскопии.

Конгресс открылся приветственным выступлением президента федерации обществ электронной микроскопии Э. Руска и представителей национальных обществ. Затем были заслушаны доклады Л а у э (ФРГ) — «История электронов» и Ш м и т а (Англия)—«Электронная микроскопия в биологии и молекулярная биология». Во второй половине дня на пленарном заседании были заслушаны обзорные доклады по разделам физики, технологии и биологии.

Большая группа докладов, посвященных исследованию автоэмиссии, методике автоэмиссионной микроскопии и ее применению для исследования поверхности металлов, абсорбции была обсуждена на симпозиуме «Автоэмиссия» в нескольких секциях.

В секции «Автоэмиссионная ионная микроскопия» М ю л л е р (США) сообщил о наблюдении атомной структуры металлических поверхностей с помощью автоэмиссионного микроскопа (с ионами гелия) при сильном охлаждении острия. В этих условиях автору удалось получить разрешение до 2,7 Å. При этом, несмотря на сравнительно невысокие требования к вакууму (что позволило применять для облегчения смены исследуемых острий пилфы с вакуумной смазкой), кристаллические поверхности острия сохраняются в течение всего времени наблюдения.

Автор применил описанную методику для изучения явлений, происходящих в металлах при термических и механических воздействиях (усталость, скольжение, холодная прокатка проволоки, окислирование и др.)*.

Д р е к с л е р и В о л ь ф (ФРГ) представили доклад, посвященный способам интерпретации снимков, получаемых в автоэмиссионном ионном микроскопе высокого разрешения при низких температурах. Используя вольфрамовое острие с радиусом 180 Å, авторы получили увеличение на экране в 2 млн. раз. При этом было достигнуто разрешение 2,74 Å, при котором атомы вольфрама изображаются раздельно.

Предложенные авторами методы интерпретации позволяют определить форму и радиус острия, а также грани кристаллов и, по мнению авторов, могут быть применены для определения неизвестных кристаллических решеток с помощью автоэмиссионной микроскопии.

В секции «Поверхности металлов» были обсуждены доклады, посвященные исследованию автоэмиссии с различных металлов. П а н к о в (ФРГ) сообщил об изучении работы выхода электронов и ее зависимости от состояния поверхности металла.

К а с п а р и и К р а у т ц (ФРГ) наблюдали преимущественную ориентацию кристаллических зерен палладия, вызванную процессом волочения проволоки.

К о м а р и Ш р е д н и к (СССР) сообщили об изучении фазовых превращений $\alpha \rightleftharpoons \beta$ в цирконии. Авторы наблюдали дислокации, возникающие при бездиффузионном превращении $\beta \rightarrow \alpha$.

Д р е к с л е р и В а н з е л о в (ФРГ) доложили о наблюдавшемся ими поведении ионов под действием электрического поля и высокой температуры. Авторы изучали процесс выхода элементов кристаллической решетки в вакуум и осаждения их на микроскопическое острие, расположенное вблизи катода, а также поверхностную миграцию. В заключение был продемонстрирован кинофильм о поведении ионов при автоэмиссии.

В секции «Адсорбция» Г е с с и Д р е к с л е р (ФРГ) сообщили об определении степени покрытия испаренных слоев с помощью автоэмиссионного микроскопа. Авторы использовали для этого сделанное Беккером наблюдение, что работа выхода электронов для многих веществ проходит через минимум, когда степень покрытия составляет 64% от покрытия с монокристаллической плотнейшей упаковкой шаров.

В этой секции были заслушаны также доклады об исследовании состояния связи водорода, адсорбированного разными гранями вольфрама (З а х т л е р, Голландия), и о попытке применения автоэлектронного микроскопа к изучению хемisorбции и возникающих при этом принципиальных экспериментальных затруднениях (Д ж е к о б с, Англия).

В секции «Авто- и термоэмиссионные катоды» Т р о л а н совместно с Д и к е (США) сделал обзор работ по изучению автоэмиссионных и термо-автоэмиссионных катодов с высокой плотностью тока. Авторы рассмотрели влияние пространственного заряда на эмиссию, условия сохранения геометрии термокатода, а также продолжительность жизни и стабильности холодного и нагретого автоэмиссионных катодов и методы улучшения стабильности до уровня, необходимого для практического применения.

В докладе К о с с л е т т а, П и к с о н а (Англия) и Д р е к с л е р а (ФРГ)* обсуждаются возможности использования точного катода как источника электронов

* Этот доклад был повторно прочитан на заключительном заседании.

Таблица

Электронные микроскопы, демонстрировавшиеся на выставке

Фирма	Марка прибора	Разрешение в Å		Ускоряющее напряжение в кВ	Увеличение электронное
		гарантир.	на лучших снимках		
Высокое разрешение (10—15 Å)					
Сименс (ФРГ)	Эльмископ-I	лучше 15	10	40—60—80—100	200—160 000
Эл.-оптическая лабор. (Япония) . .	JEM-5G *)	10	(4,5)	50—80—100	600—100 000
Хитачи (Япония)	HU-10	10		50—75—100	400—100 000
Филипс (Голландия)	«Супермикроскоп» EMV	10	8	30—50—60—80—100	1000—200 000
Среднее разрешение (около 25 Å)					
Филипс (Голландия)	EM-100B	15—20		40—60—80—100	500—90 000
Цейсс (ГДР)	«D»	20—30		ступенями до 50	2000—30 000
Сименс (ФРГ)	Эльмископ-II	лучше 25		40—50—60	300—30 000
Хитачи (Япония)	HS-6	25		50	2000—20 000
Акачи (Япония)	TRS-50E1	20	15	50	1200—30 000
Филипс (Голландия)	EM-75B	лучше 40		непрер. 0—75	400—12 000
Низкое разрешение (50 Å и больше)					
Тесла (Чехословакия)	BS-242	50	25	60	1000—30 000
Народное предприятие (ГДР) . . .	KEM-1	50		40—50—60	1200—30 000
Эл.-оптическая лабор. (Япония) . .	JEM-T2	лучше 50		50	1000—10 000
Хитачи (Япония)	HM-3	80		40	1500—5 000

*) В полученных после Конгресса каталогах этой фирмы модернизированная модель JEM-5U имеет электронное увеличение 600—200 000× и разрешение на лучших снимках от периодических структур 4,5 Å. (Разрешены межплоскостные расстояния в пирофилите.)

в электронных пушках. На основании своих экспериментов авторы делают заключение, что точечный катод может удовлетворительно действовать при непрерывной термоавтомиссии, если имеется вентильный цилиндр.

С а к а к и и М а р у з е (Япония) сообщили о работе по улучшению техники изготовления острокопечных катодов, которые позволяют получить интенсивность, превышающую более, чем на 20% интенсивность обычных термокатодов. Из экспериментальных данных авторы делают заключение, что эмиссия заостренного катода в основном определяется эффектом Шоттки.

В секции «Получение и анализ электронных пучков» Б е к к е й (ФРГ) сообщил о масс-спектроскопических исследованиях реакций с помощью автоэмиссионного источника, в котором расходящийся ионный пучок, возникающий на вольфрамовом острие, фокусируется на входной щели масс-спектрометра. В отличие от источников, где ионизация происходит под действием бомбардировки электронами, в рассматриваемом источнике молекулы не диссоциируют. Такой источник ионов особенно ценен при исследовании малоустойчивых соединений и промежуточных продуктов реакций.

Несколько заседаний секций было посвящено приборам и методам электронной микроскопии, интерферометрии и рентгеновской микроскопии.

На одном из заседаний были обсуждены сообщения о просвечивающих электронных микроскопах различных типов и с разным разрешением.

В последние два-три года в ряде стран разработаны электронные микроскопы с разрешением около 10 Å (см. таблицу).

В а н Д о р с т е н и в а н Д е н Б р э к (Голландия) рассказали о некоторых конструктивных особенностях одного из таких приборов, разработанного фирмой Филипс.

При разработке прибора особое внимание было уделено исправлению ошибок линз, стабильности электрического питания, механической устойчивости столика образца и его перемещению, методам и средствам совмещения электронного пучка с осью прибора, управлению осветительной системой и защите колонны и диафрагм от загрязнений. Снимки, приведенные докладчиком, демонстрируют, что на приборе достигнуто разрешение до 9 Å в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

О более простых электронных микроскопах для менее точных исследований с разрешением 15—25 Å сообщили представители швейцарской фирмы Трюб и Таубер и японской—Акачи.

Особенность первого из этих приборов—холодный катод и электростатический объектив, второго—оригинальный точечный источник электронов (платиновая капиллярная трубка, заполненная оксидом), позволяющий получать достаточно яркое изображение при увеличении до 30 000×.

Кроме описанных приборов, предназначенных для исследовательских работ, сообщалось об упрощенных электронных микроскопах с низким разрешением, которые могут быть использованы для обучения методике и быстрого просмотра большого числа препаратов.

Такие приборы мыслятся как дополнительные к электронному микроскопу с высоким разрешением. Прибор представляет комбинацию газоразрядного источника электронов с системой двух линз из постоянных магнитов. Ради простоты авторы (К. М ю л л е р и Э. Р у с к а, ФРГ) предлагают также отказаться от диффузионного насоса. В электронном микроскопе, о котором сообщил С т р о й н и к (Югославия), упрощение достигается за счет того, что конструкция позволяет снизить требования к точности обработки и качеству применяемого материала.

Особая группа приборов—электронные микроскопы с высоким ускоряющим напряжением (300—350 кВ)*. Им были посвящены два доклада, прочитанных японскими учеными.

Преимущество высокого напряжения сказывается в том, что органические и термически неустойчивые образцы в этом случае меньше подвергаются действию электронного пучка. Интересно также применение электронного микроскопа с высоким напряжением для стереоскопических исследований внутренней структуры в срезах более толстых, чем обычно применяемые и для исследования с помощью микродифракции.

В одном из описанных микроскопов (К о б а я ш и, С ю и т о, Ш и м а д з у) высокое напряжение генерируется многокаскадным трансформатором и подается на трехступенчатый ускоритель. Благодаря мерам, принятым для устранения короны и утечки, флуктуации напряжения не превышают 10⁻⁵.

В микроскопе, описанном С а к а к и, Т а д а н о, К а т а г и р и, И ч и г е и М а р у з е, находящемся в течение двух лет в эксплуатации², использован генератор ван-де-Граафа.

Доклады, посвященные электронным линзам, представляли главным образом обобщение работ японских ученых (лаборатория фирмы Хитахи) по исправлению ошибок изображения (М о р и т о, Т а д а н о и К а т а г и р и) и о линзах с постоянными магнитами, которые нашли практическое применение в электронных микроскопах

*) Включенный в программу доклад Н. М. П о п о в а (СССР) о высоковольтном микроскопе не был прочитан вследствие отсутствия автора.

фирмы Хитачи (К и м у р а и К и к у ч и)*). В первом из этих докладов рассматривались способы исправления aberrаций линзовой системы в электронных микроскопах фирмы Хитачи. Астигматизм, обусловленный недостаточно точной обработкой, снижался путем применения цельного линзового блока объектива и тщательного контроля магнитной однородности материала полюсных наконечников. Благодаря этому астигматическая разность доведена до 0,1 микропа без какой-либо коррекции. Хроматическая разность увеличения и вращения доведена одновременно практически до нуля².

Благодаря сильному насыщению объектива сферическая и осевая хроматическая aberrации очень малы.

А г а р, Х а й н е и М а л ь в е й (Англия) сообщили о безабберационной отклоняющей электростатически-магнитной системе для отражательного электронного микроскопа.

В секции «Вспомогательные устройства», в связи с задачей уменьшения загрязнений препарата и внутренней части прибора, снижающих разрешение, интересное сообщение сделал М и р г е л (ФРГ) об исследовании с помощью масс-спектрографа источников паров углеводородов в вакуумных системах, работающих с различными насосами и маслами.

Серия докладов была посвящена стереоскопическим методам.

Интересные соображения высказаны А н д е р с о н о м (США) о причинах того, что стереоскопическая пара снимков дает более высокое разрешение, чем каждый из снимков пары в отдельности. Объясняется это, во-первых, тем, что стереоскопия увеличивает информацию, позволяя получить представление о трех измерениях образца. Кроме этого, стереоскопические изображения дают сведения о том, являются ли наблюдаемые неоднородности интенсивности изображения следствием отражения от кристаллических плоскостей или различия рассеивающей способности разных участков аморфного вещества. Даже сравнение двух обычных снимков от одного и того же образца уменьшает влияние дефектов фотоматериала. Если к тому же эти снимки сделаны с разных позиций (стереопара), то уменьшается также влияние нарушения изображения, которое вносила пленка, поддерживающая образец.

Доклады Х е л ь м к е, Б о г е п а и В е й м а н н а (ФРГ), а также П о л ь м а н а (ФРГ) были посвящены способам расшифровки электронномикроскопических стереоснимков. В первом случае с помощью прибора Эльмиграф-1³, а во втором — с помощью простого стереокомпаратора. В секции «Приспособления для установки образцов» обсуждено несколько докладов, посвященных устройствам внутри камеры образца, допускающим различные манипуляции с последним и расширяющие благодаря этому возможности электронномикроскопических исследований. Камера образцов с постоянным потоком газа при давлении до 1 мм рт. ст. и высокотемпературной печью, позволяющая проводить непрерывные исследования, описана в докладе М и х а м а, Х а ш и м о т о, В а т а н а б е и Х и з и я (Япония).

Улучшение ранее разработанных устройств для охлаждения и нагревания препаратов в электронном микроскопе — уменьшение смещения образца, происходящего из-за термического расширения держателя образца, описано в докладе М и х а м а, О к а з а к и, Х о н д з о и В а т а н а б е (Япония).

Интересный способ предохранения образцов от загрязнения при бомбардировке их электронным пучком предложил Х е й д е (ФРГ). Автор установил, что одновременно с отложением на препаратах загрязнений, обусловленных присутствием в вакууме паров углеводородов, может происходить разложение этих загрязнений под действием электронного пучка в присутствии воздуха при давлении в несколько мм рт. ст. Для свободной от загрязнений микроскопии, автор предложил, кроме охлаждения препарата, создавать вблизи него повышенное парциальное давление кислорода.

В секции «Рассеяние электронов» было заслушано несколько докладов, посвященных главным образом изучению неупругого рассеяния и способов повышения контраста изображения.

Х о р е т м а н, Р е т г е р и М е й е р (ФРГ) сообщили об отфильтровывании с помощью тормозящего поля и непосредственном измерении распределения интенсивности электронов (20—50 кэВ), упруго- и неупругорассеянных слоями толщиной 100—500 Å. Приемник регистрировал распределение электронов по углам, перемещаясь по дуге, в центре которой находился объект. Из измеренного распределения электронов по углам определены атомные факторы формы для Al и Ag **).

*) Краткое описание более ранней работы этих авторов и ссылка на нее, так же как и на работы некоторых других японских авторов, имеются в обзоре «Электронная микроскопия в Японии»².

**) Подобный метод объективного измерения интенсивности рассеянных электронов при электронографических исследованиях и устранения фона от некогерентно рассеянных электронов с помощью тормозящего поля, обладающий более высокой чувствительностью, разработали в Советском Союзе Г. О. Б а г д к ы я н ц и А. Г. А л е к с е в ⁴.

Вопрос об условиях получения оптимального электронномикроскопического разрешения и контраста рассмотрен в докладах Ф а р р а н т а (Австралия) и К а н а й и и К а в а к а т с у (Япония). Первый автор предложил освещать образец полым коническим электронным пучком, благодаря чему при наличии сферической аберрации возникает фазовый контраст. Во втором докладе для получения фазового контраста предлагается ввести в прошедшую или дифрагированную волну очень тонкую фазовую пластинку. Согласно расчету коллоидионовая пленка толщиной 20 Å должна дать сдвиг фазы для 60 кэ электронов приблизительно на $\pi/2$. Для различных применений предложено прикладывать к фазовой пластинке некоторый потенциал, создающий подходящую разность фаз.

Н и к с о н (Англия) предложил для повышения контраста в электронном микроскопе при исследовании очень тонких образцов применять сравнительно низкое ускоряющее напряжение (около 6 кэ). При этом контраст повышается вследствие того, что электроны рассеиваются на большие углы. Автор получал с двойной конденсорной системой интенсивность электронного пучка, достаточную для фокусировки и фотографирования при 10 000 \times .

О работах по электронной интерферометрии и интерференционной электронной микроскопии, ведущихся в ФРГ, сообщили К е л л е р и Б у л и во Франции—Ф е р т и Ф а г е т.

Для разделения электронного пучка эти авторы применяли электростатическую бипризму.

Полученные таким образом два пучка электронов проходят в одном и том же объекте через разные участки, имеющие известную разницу толщин. Из смещения наблюдаемых при этом интерференционных полос и толщины, пройденной каждым из пучков в веществе, определялся внутренний потенциал материала. Докладчики привели определенные таким образом значения внутреннего потенциала для некоторых веществ.

Рентгеновской проекционной микроскопии был посвящен первый доклад на пленарном заседании, прочитанный секретарем федерации К о с с л е т т о м (Англия), и несколько докладов на секционном заседании. В докладах К о с с л е т т а и Н и к с о н а (Англия) освещены последние работы Кэвендишской лаборатории по улучшению конструкции и повышению разрешающей способности рентгеновского теневого микроскопа. В отличие от прежних рентгеновских теневых микроскопов, в приборе Никсона объект и фотопленка помещаются в вакууме. Это позволило применять очень мягкое излучение (5 кэ), что повысило контраст.

Б е с с е н (США) обратил внимание на необходимость выбора подходящего спектра рентгеновских лучей для повышения контраста в рентгеновской микроскопии. При рациональном выборе спектра может быть проведен абсорбционный анализ в очень малых областях в таких объектах, как минералы.

Л а н г н е р (ФРГ) рассмотрел вопрос об применении теории информации в рентгеновской проекционной микроскопии. Вместо оперирования понятиями разрешающей силы и контраста, применяются представления теории информации.

Для информационного преобразования в рентгеновском микроскопе от объекта к изображению, теоретически рассматривается влияние следующих параметров: ускоряющее напряжение, материал и толщина антикатада, угол рассеяния рентгеновских лучей, электронно-оптические константы системы, образующей электронный зонд, расстояние источник—объект и источник—изображение.

В двух докладах (Ш т е й г е р в а л ь д—ФРГ и Ш л е й х—ФРГ) сообщалось о применении интенсивных электронных пучков для обработки твердых материалов (получение тонких отверстий). С помощью сфокусированного пучка, управляемого отклоняющими полями, в течение нескольких секунд создаются сквозные отверстия и фигуры заданной формы с шириной штриха в 50—60 микрон в стальных пластинках толщиной 0,5 мм. Подобной обработке поддаются и такие материалы как рубин.

В секции «Регистрация изображений» Ш п е й д е л ь (ФРГ) сообщил об оригинальном способе регистрации ионных и электронных изображений с высоким разрешением (разрешение регистрирующей пластинки 0,5 микрона).

В качестве регистрирующей пластинки используется светооптический интерференционный фильтр, на который проектируется электронное или ионное изображение. В местах попадания электронного или ионного пучка на фильтр наблюдаются локальные выделения очень тонкого бесструктурного углеродного слоя. При соответствующем выборе показателя преломления слоя фильтра они вызывают изменение интерференционного цвета. Такие пластинки позволяют зарегистрировать в течение 3-х минут промежуточное 50 \times изображение, полученное в электростатическом электронном микроскопе, и допускают последующее увеличение до 600 \times без выявления зерна.

Разработке и исследованию катодолюминесцирующих экранов для электронных микроскопов с высоким разрешением был посвящен доклад Б р о з е р-В а р м и н-

с кой и Р у с к а (ФРГ). Им получены монокристаллы ZnS и CdS с разрешением 5 микрон при ускоряющем напряжении 60 кВ. Недостаток экрана из CdS в том, что он дает красную люминесценцию. Однако последние исследования авторов показали, что для экрана может подойти другая эмиссионная полоса (при $\lambda=5200 \text{ \AA}$), достигающая при температуре жидкого воздуха большой интенсивности.

С помощью теории информации рассмотрен вопрос о пределе разрешения электронного микроскопа в докладе А р д е н н е (ГДР). Предел ограничивается минимальным числом электронов (которые должны пройти сквозь элемент объекта с диаметром, равным разрешаемому расстоянию прибора), необходимым для создания в изображении элемента объекта требуемого эффекта почернения при определенных статистических колебаниях. Автор пришел к выводу, что регистрация изображений в электронном микроскопе с помощью ксерографии и фазового контраста позволяет достигнуть лучшего предела, чем в случае фотографической регистрации.

Несколько докладов было посвящено изучению свойств фотографических материалов при облучении электронами. Одно из секционных заседаний было посвящено обсуждению докладов об ультрамикротоме и методике приготовления срезов.

Следующим большим вопросом, обсуждавшимся в ряде заседаний секций, была методика препарирования.

Исследованию механической прочности при электронной бомбардировке тонких пленок, мало рассеивающих электроны и способных противостоять разности давлений до одной атмосферы, был посвящен доклад С у г а т а, И о к о я и К и т а к а з е (Япония). Такие пленки могли бы служить для помещения препаратов при исследовании в электронном микроскопе в газовую среду. Полимерные пленки оказались прочнее, чем пленки легких металлов. Для дальнейшего упрочнения на них испарялись такие материалы, как углерод, монооксид кремния и пленки металла.

Техника приготовления исследуемых поверхностей изложена в нескольких докладах. К э л ь б и к (США) отметил, что при помещении во время катодного распыления катода и анода в сильное магнитное поле удастся поддерживать разряд при давлении газа настолько низком, что средняя длина свободного пробега становится больше расстояния между катодом и анодом. Поэтому распыленный материал оседает на аноде, почти не взаимодействуя с газом. Ш т е й н е м а н н (Франция) сообщил о влиянии условий катодного травления на качество поверхности. При очень высоком напряжении наблюдается рекристаллизация материала или образование волокнистой структуры в направлении пучка и другие разрушающие действия пучка.

Для выявления поверхностных структур, не образующих изображения на обычных репликах от сколов ионных кристаллов («электронно-оптические пустоты») Б е т з (ГДР) предложил наносить на поверхность кристалла слой какого-либо вещества, способного вступать в химическую реакцию с кристаллом.

В секции «Испарение и отложение» Б р е д л и сообщил о примененном им методе отложения, дающем высокое разрешение благодаря одновременному испарению платины и углерода*).

В качестве бесструктурного материала для отложения О б е р л и н и Ч у б а р (Франция) предложили использовать угольные пленки.

Г р а з е н и к с сотрудниками (Австрия) в двух докладах сообщил об устройстве для получения тонких слоев в высокочастотном разряде в углеводороде при давлении около 10^{-4} мм рт. ст. и о сравнительно простом приборе для приготовления электронномикроскопических образцов, чувствительных к температуре, для испарения под малыми углами, нанесения угольных пленок на ультрамикротомные срезы и другие органические препараты. Рабочий вакуум прибора 10^{-6} — 10^{-8} мм рт. ст. (при применении ионного насоса еще на порядок лучше).

Сравнительно большое число докладов было посвящено технике получения реплик.

О методах приготовления реплик, применявшихся при исследовании ступеней роста кристаллических граней, сообщили Ф р и т ц, Б а у э р и К и н д е р (ФРГ). Они наносили катодным распылением платину в атмосфере смеси аргона с углеводородом; испаряли платину под углом с последующей стабилизацией лаком или углеродом; получали в разряде или испарением в вакууме угольные слои.

Метод получения двухступенной реплики от шероховатой и пористой поверхности окиси алюминия (с порами до 500 \AA) описал М о с к о у (Голландия). В этом случае невозможно оторвать первую реплику (органическую) от поверхности без повреждения реплики. В предложенном автором методе окись алюминия растворялась в растворителе, не действующем на реплику. На полученную таким образом негативную реплику наносилась обычным образом монооксид кремния, и первая реплика удалялась в свою очередь растворителем.

Известные трудности возникают при необходимости получения реплик от радиоактивной поверхности. К о й л и, К л а р к и Ш а р п (Англия) для этой цели

*). Этот доклад был повторно прочитан на заключительном заседании.

наносили формваровую реплику на образец, помещенный в защитную камеру, и снимали ее с образца с помощью манипулятора. Извлеченная из защитной камеры реплика применялась для получения оттененной угольной реплики. Так были получены снимки с поверхности сплавов урана, после облучения их в реакторе.

Ф у к а м и (Япония) сообщил о новой методике приготовления предварительно оттененной угольной реплики с высоким разрешением. Препарат предварительно оттенялся слоем сплава платина—палладий, нанесенным в вакууме и имеющим толщину, необходимую для получения требуемого контраста. На этот слой наносилась угольная пленка толщиной 100 Å. Двухслойная реплика отрывалась от образца после нанесения упрочняющей органической пленки. От последней реплика отделялась в воде. Разрешение такой реплики достигало 30 Å.

П а н к и в с л (Австралия) отметил, что угольная реплика нормальной толщины (около 100 Å) дает резко выраженное сглаживание изображения поверхности. Даже толстая реплика (около 800 Å) создает некоторое отклонение от истинной топографии поверхности.

Третий большой вопрос, которому было посвящено несколько заседаний секций,—применение электронной микроскопии.

В секции «Кристаллические структуры» были обсуждены доклады об исследовании с помощью электронной микроскопии и дифракции, изменений структуры золы иодистого серебра с возрастом (Ш а т е р ь и, Индия) и изменений геометрических очертаний тонких лепестков золота при интенсивном облучении электронным пучком (Б р ю х е и Ш у л ь ц е).

Превращение в графит, при нагревании в вакууме выше 1200°С, тонкого порошка и монокристалла алмаза наблюдал С и л (Англия). Превращение проходит через промежуточные структуры или через ряд регулярных сдвигов в решетке алмаза.

В секции «Рост кристаллов» обсуждено было несколько докладов, среди которых наиболее интересны две работы японских ученых, отличающиеся тонкостью эксперимента.

К о б а я ш и совместно с Х а ш и м о т о, Т а н а к а и Ш и м а д з у провели кинематографическое исследование процесса роста оксидных кристаллов с помощью электронного микроскопа. Аммониевая соль вольфрама помещалась на тонкую металлическую проволоку, которая нагревалась до 3000°С. Образующийся при этом оксид вольфрама вырастал в виде иглообразных кристаллов, условия роста которых непрерывно фиксировались.

С а с а к и и У е д а проследили процесс восстановления трехоксида вольфрама при нагревании в электронном микроскопе. Для проведения опыта без соприкосновения образца с атмосферой, использовался адаптор, разработанный ими ранее². Монокристаллы монтировались на заостренный конец платиновой проволоки или на углеродную пленку, поддерживаемую перфорированной золотой фольгой, и подвергались в адапторе действию нагретого водорода при давлении в одну атмосферу.

Среди работ по исследованию поверхностей кристаллов следует отметить доклад Х и б и Я д а (Япония) об изменениях щелочно-галлоидных кристаллов при охлаждении до температуры жидкого воздуха и доклад Ф е л т и н о в с к о г о и Г о р с к о г о (Польша), обнаруживших, что тонкую структуру плоскостей скола монокристаллов InSb образуют линии скольжения.

Значительное число докладов, посвященных изучению дислокаций, было обсуждено на двух заседаниях секций «Нарушения в кристаллах» и «Дислокации при деформациях».

Наибольшее число работ по этому вопросу представили английские ученые. В работах показана возможность непосредственного наблюдения с помощью просвечивающего электронного микроскопа дислокаций и их узлов в различных металлах и сплавах (П а р т р и д ж, Х и р ш, М а р ф и-Т о м л и н с о н, Англия) и исследовано распространение дислокаций в тонких (300—2000 Å) металлических пленках при их деформации (П э ш л и, Б р а м с е и Э в а н с, Г и ч и Ф и л и п с, Англия).

Интересны два доклада, представленных У и л с д о р ф о м с сотрудниками, в которых авторы сообщили об исследовании движения дислокаций в тонких металлических пленках при растяжении их в электронном микроскопе при разных температурах с помощью специального приспособления с гидравлическим приводом.

Авторы установили, что препятствием для распространения дислокаций часто служат границы мозаичных блоков.

Одно из заседаний было посвящено обсуждению вопроса об условиях образования изображения объектов, имеющих периодическую структуру. Благодаря высокому разрешению, достигнутому в современных электронных микроскопах, некоторые вопросы, связанные с периодическим расположением атомов и молекул в кристаллах, могут изучаться непосредственно.

М е н т е р (Англия), Х а ш и м о т о, П а н к и и М а н н а м и (Япония) показали, что в тех случаях, когда кристаллическая решетка имеет период, лежащий

Для полного понимания механизма образования изображения авторы привлекли динамическую теорию рассеяния.

В двух работах (Пэшл и, Англия; Огава, Д. Ватанабе, Х. Ватанабе и Комода, Япония) была обнаружена доменная структура сплава CuAu с периодичностью около 20 Å.

Михама, Ито, Ашинума, Ватанабе и Иотсумото (Япония) предложили для определения разрешающей способности электронного микроскопа использовать расстояния между кристаллическими плоскостями, которые могут быть определены с помощью микродифракции.

Несколько докладов было посвящено многократной дифракции и условиям образования муаровых узоров, возникающих в электронном микроскопе при наложении монокристаллических пленок (эпитаксический рост одной пленки на другой или наложение отдельно приготовленных пленок). С помощью муаровых узоров прослежена взаимная диффузия двух пленок, приводящая к образованию сплава; изменения в муаровых узорах использовались для заключения о нарушениях решетки в одном из кристаллов.

Для объяснения различных видов муаровых узоров и создания наглядной модели кристаллов и их взаимного положения Рэнг (ФРГ) использовал светооптические модели.

На заседании секции «Слои, полученные испарением» были обсуждены доклады об исследовании роста пленок при конденсации в вакууме на грани скола щелочно-галогенидных кристаллов, в зависимости от состояния поверхности скола (Вилкинс, ФРГ; Конжо, Трий и Селла, Франция; Бассет, Англия). В работе последнего автора муаровые узоры использовались для изучения относительной ориентации и роста зародышей, способа их соединения с решеткой подложки, а также некоторых данных о происхождении дислокаций. С помощью муаровых узоров были прослежены также ступени скольжения до атомных размеров.

Реймер (ФРГ) исследовал изменения структуры тонких полупроводниковых слоев, полученных конденсацией на угольной пленке, в зависимости от температуры последней.

В секции «Металлография» Хабракен (Бельгия) прочитал обзорный доклад о применении электронной микроскопии в металловедении. Он отметил развитие техники препарирования металлических образцов: одно- или двухступенные реплики (с оттенением или без него), угольные реплики и в последнее время ультратонкие срезы. Новые методы улучшили разрешение, достигаемое при исследовании на электронном микроскопе, и позволили металловедам полностью реализовать истинные возможности этого прибора. В докладе приведены в качестве примеров исследовательские задачи, ставившиеся в Национальном центре металлургических исследований (Льеж): изучение травленной поверхности на чистом железе в связи с коррозией, закалка и крип в малоуглеродистых сталях, влияние насыщения углеродом, роль нарушений в решетке при аллотропных превращениях.

Несколько докладов было посвящено исследованию с помощью электронного микроскопа металлографической структуры магнитных сплавов (Де-Нонг, Смитс, Хаанстра, Голландия) и α -железа в связи с его магнитными свойствами (Уотсон, США; М. У. Фриман и М. У. Фриман, США).

Уотсон показал, что высокая коэрцитивная сила получается при стержне- или иглообразной форме кристаллов. С уменьшением размеров частиц она повышается. Из доклада следует, что магнитные свойства материала могут быть качественно предсказаны с помощью электронномикроскопических исследований кристаллов. Он сообщил о непосредственном электронномикроскопическом исследовании влияния магнитного поля (25 000 гаусс) на распределение кристаллов α -железа, взвешенных в жидкой среде. Препараты готовились двумя способами:

а) суспензия кристаллов в мономере помещалась в магнитное поле и полимеризовалась. Из полученных таким образом твердых кусков получались тонкие срезы для исследования;

б) тонкие пленки готовились в магнитном поле из разбавленной суспензии кристаллов в формваре.

Процессам превращения и осаждения в металлах был посвящен специальный симпозиум, где Наттинг (Англия) прочитал обзорный доклад, в котором осветил проблемы, решаемые электронной микроскопией.

К числу их относятся изучение превращения аустенит—перлит (а также бейнит), исследования распада пересыщенных твердых растворов, которые получили новый импульс с развитием техники реплик с извлечением, сведения о морфологии карбидов, образующихся при распаде мартенсита в связи с высокотемпературными свойствами сталей, микрохимический анализ на реплике с извлечением, в дополнение к электронномикроскопическим исследованиям, прямые исследования металлов в тонких пленках, изучение дислокаций и др.

Оригинальные сообщения, прочитанные на этом симпозиуме, были посвящены исследованию процесса выпадения карбидов в сталях при изотермическом превраще-

нии (Ф и ш е р, США), при нагревании или старении после закалки (Т о м а с, Англия); исследованию кинетики—превращения в сталях (Х а б р а к е н, Бельгия) и механизма образования бейнита (П и к е р и н г, Англия).

Несколько докладов было посвящено исследованиям нитридов никеля и железа. Т е р а о и Б е р г е з а н (Бельгия) прочитали доклад о превращениях в решетке никеля под влиянием внедренных атомов азота; П и т ш (ФРГ) исследовал нитриды железа в тонких слоях, которые мгновенным охлаждением превращались в мартенсит, Б у к е р и Н о б ъ ю р и (Англия) методом реплик с извлечением исследовали включения различных нитридов в железе и стали, а также влияние различных добавок на их рост и образование в разных термических условиях.

Х а л е (Англия) предложил заменить длительные (до 100 тыс. часов) испытания на крип стали для пароперегревных котлов при низкой температуре кратковременными электронномикроскопическими испытаниями при высоких температурах, дающими выигрыш во времени до 100 раз.

В секции «Химические исследования» В е й с е н б е р г е р (ФРГ) прочитал обзорный доклад об опыте применения электронного микроскопа для изучения продуктов реакций, проводимых на пленочной подложке объектодержателя (например, электролитическое осаждение металла, химическое замещение, реакции между кристаллами).

Г р а з е н и к, Б л а г а и Г л а в и ч (Австрия) также сообщили о том, что для идентификации малых деталей объектов, рассматриваемых в световом или электронном микроскопе, можно проводить на их поверхности характерные реакции.

Несколько докладов о применении электронной микроскопии для изучения процесса гидратации цемента и других связующих веществ (Г р о т е и Ш и м м е л ь, ФРГ; А р к о с и, Венгрия) было прочитано в секции «Химико-технические продукты». Препаративная техника интересна тем, что кристаллы получались непосредственно на препаратодержателе и вводились в электронный микроскоп в различных стадиях затвердевания.

Д а у с о н и М а к-Г а ф н е й (Англия) исследовали тонкие пленки коллоидального сульфата бария в связи с его адсорбционными свойствами. Кроме наблюдаемых пор размером от 70 до 15 Å, авторы предполагают присутствие меньших пор, тонких размеров (за пределами разрешения прибора), которые могут содержать гидратационную воду.

К о р б е т (Голландия), исследовавший катализаторы, предлагает для описания их структуры модель, состоящую из шариков или кубов, вместо часто рассматриваемой модели микропористого носителя.

В секции «Технические волокна» С и к о р с к и й (Англия) прочитал обзорный доклад о методах, применяемых в электронной микроскопии при изучении волокнистых структур в кожевенной, бумажной, текстильной промышленности и др.,—метод реплик, избирательное химическое травление (с репликой или без нее), разложение (механическое или химическое), ультратонкие срезы и т. д. Докладчик рассмотрел преимущества и недостатки сканирующего, отражательного и просвечивающего электронного микроскопа при исследовании волокнистых структур.

Оригинальные работы были посвящены методике препарирования целлюлозы при электронномикроскопических исследованиях и исследованиям волокон, подвергавшихся действию различных реагентов (Р о л л и н с, Т р и п п и М у р, США; Д л у г о с, Ш а п л е с и М и ч и, Англия).

Х у н г е р и Д ж е й м с (ФРГ) описали улучшенную методику приготовления реплик волокон целлюлозы. Авторы рекомендуют, кроме угольных реплик, получаемых известными способами разрядом в газе, полистироловые реплики с поверхности целлюлозы и бумаги, полученные в вакууме, с помощью разработанного ими аппарата, а также металлоугольные реплики, полученные путем испарения и стабилизации испаренных пленок в вакуумной аппаратуре. Авторы сообщили также о методах приготовления целлюлозы для проведения электронномикроскопических исследований ее в набухшем состоянии.

Два доклада были посвящены исследованию каучука в тонких пленках (С и л, Англия) и реплик от поверхности (Ш у н и Г р а з е н и к, Австрия).

Авторы наблюдали сферические участки диаметром около 50 Å, которые, по-видимому, являются макромолекулами каучука. При действии внешней силы они упруго деформируются.

На одном из заседаний были обсуждены доклады об исследовании пыли, дымов и других дисперсных систем.

Электронный микроскоп вместе со световым применялся для изучения распределения и концентрации угольной и рудничной пыли при различных условиях работы в забое (К а р т р а й т и Н а г е л ь ш м и д т, Англия).

Ш л и п к о т е р, Ш т е й г е р, Э с с е р и Б е к (ФРГ) предложили методику приготовления препаратов для электронномикроскопических исследований взвешенной пыли аэрогелей (способ химического растворения фильтра и переноса отделенной пыли на препаратодержатель).

ВЫСТАВКА ПРИБОРОВ

На выставке были представлены электронные микроскопы 8 фирм (см. таблицу на стр. 187).

Почти все эти приборы советским специалистам известны по научным статьям и рекламным объявлениям фирм. Четыре фирмы демонстрировали универсальные электронные микроскопы с гарантированным разрешением 10—15 Å.

Приборы такого типа имеют, как правило, бронированную пушку и следующую систему электромагнитных линз:

а) двойной конденсор, дающий на образце пучок электронов с диаметром около 2—3 микрон, с механическим или отклоняющим электромагнитным устройством для центрировки пучка;

б) высококачественный объектив, со стигматором, уменьшающим астигматическую разность до 0,1 микрона (прибор JEM-5G имеет двойной объектив);

в) промежуточная линза и

г) проекционная линза.

К некоторым из этих приборов фирмы изготовляют по просьбе заказчиков дополнительные приспособления: для нагревания ($\sim 1000^\circ \text{C}$) и охлаждения (-140°C) образцов, для исследования методом отражения и др.

Все эти приборы позволяют получать, кроме светло- и темнопольных изображений, стереоснимки и микродифракцию.

Фотокамеры рассчитаны на получение большого числа снимков (плёночные фотокамеры, камеры для большого числа пластинок, извлекаемых без нарушения вакуума).

Из приборов со средним разрешением заслуживает внимания единственный среди экспонировавшихся электростатический электронный микроскоп «D» (Цейсс, ГДР), в котором получено высокое для электростатического микроскопа разрешение, при сравнительно небольших габаритах.

Его электронно-оптическая система состоит из бронированной электронной пушки, электростатического конденсора и блока из пяти электростатических линз.

Объектив имеет стигматор с симметричным электростатическим полем.

Электронные микроскопы с постоянными магнитами (со средним разрешением—HS-6 и с низким разрешением—HM-3) экспонировала фирма Хитачи. Эти приборы представляют дальнейшее развитие электронных микроскопов соответственно HS-5 и HM-2².

В HM-3 в отличие от HM-2 введена дополнительно промежуточная электромагнитная линза.

Фирма Трюб и Таубер (Швейцария) демонстрировала: а) электронный эмиссионный микроскоп KE-1, предназначенный для исследования металлов и полупроводников при непосредственном наблюдении поверхности с разрешением 500—600 Å (возбуждение вторичных электронов ионной бомбардировкой), и б) электронограф KD-3.

Кроме электронно-оптических приборов, фирмы Филипс и Японская электронно-оптическая лаборатория демонстрировали ультрамикротомы, дающие срезы соответственно толщиной от 50 до 400 Å и серийные срезы толщиной 100—150 Å.

Г. О. Багдыкьянц.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. М. Лукьянович, Усп. химии 27, вып. 6, 690 (1958).
2. Г. О. Багдыкьянц, УФН 63, вып. 4, 827 (1957).
3. R. Burkhardt, Optik 12, 417 (1955).
4. 2-е Совещание по электронной микроскопии. Аннотации докладов. Научно-техническое общество радиотехники и электросвязи им. А. С. Попова, М., 1958.