

ФИЗИКА НАШИХ ДНЕЙ

537.534.9

## АВТОИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ \*)

Э. Мюллер

Физические свойства металлов в значительной мере обусловлены присутствием дефектов решетки. Разрешение некоторых из таких дефектов лежит за пределами возможностей электронного микроскопа. Автоионный микроскоп (или ионный проектор)<sup>1</sup> — прибор более могущественный. С его помощью атомы объекта можно увидеть непосредственно. Этот прибор уже не один год используется для изучения различных материалов<sup>2</sup>. Медленное внедрение прибора, по-видимому, связано с присущими ему ограничениями и трудностями его эксплуатации. В обычном оптическом или электронном микроскопе сам процесс изображения слабо влияет на объект, поскольку имеются не зависящие от объекта линзы и освещдающие пучки. В случае ионного проектора сам объект является «линзой», создающей изображение, и изображающий пучок ионов возникает у поверхности объекта. Таким образом, формирование изображения тесно связано с деталями той самой атомной структуры, которую мы хотим наблюдать. Успешное использование проектора и удовлетворительная интерпретация изображения требуют рассмотрения ряда физических явлений, которые только теперь постепенно становятся понятными, ибо они происходят при крайне необычных условиях. Развитие автоионной микроскопии определяется накоплением знаний о физических процессах, происходящих вблизи поверхности в чрезвычайно сильных электрических полях (в диапазоне до 500 млн. вольт на сантиметр).

## ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ ИОНИГО ПРОЕКТОРА

В проекторе полусферическая поверхность кончика игловидного объекта проектируется на флуоресцирующий экран. Первоначально изображение получалось за счет радиально распространявшихся электронов автоэлектронной эмиссии (так называемый электронный проектор)<sup>3</sup>; такой процесс обеспечивает увеличение, равное отношению расстояния острия — экран к радиусу закругления кончика острия. При подходящем режиме травления тонких проволок могут быть получены иглы с радиусом кончика многое менее 1000 Å, так что при типичном расстоянии острия — экран, равном около 10 см, достигаются увеличения более чем в миллион раз. Когда для получения изображения используются автоэлектроны,

\*) Erwin W. Müller, Field Ion Microscopy, Science 149, 591 (1965). Перевод В. Н. Шредника.

резкость проекции ограничивается разрешением примерно до  $20 \text{ \AA}$ . Это связано с их большой тангенциальной составляющей скорости (вследствие высокой энергии Ферми для электронов металла), а также с дифракцией, обусловленной относительно большой длиной волны де Броиля. Решающий успех был достигнут, когда для получения изображения поверхности стали применяться ионы водорода и гелия<sup>4</sup>. Величина тангенциальных составляющих скоростей, препятствующих высокому разрешению, была снижена путем охлаждения эмиттера, в то время как влияние дифракции стало пренебрежимо малым вследствие много меньшей длины волны де Броиля. Потенциально возможное разрешение приближенно выражается формулой

$$\delta = \sqrt{\frac{6 \cdot 10^6 \cdot T \cdot r}{F}} (\text{\AA}), \quad (1)$$

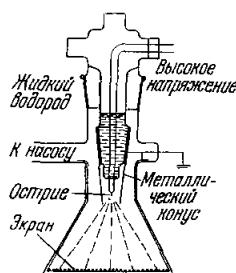


Рис. 1. Схема устройства ионного проектора.

к случаю, однако соседние атомы платины или вольфрама (отстоящие друг от друга на  $2,78$  и  $2,74 \text{ \AA}$  соответственно) могли быть разрешены более легко.

Автоионный микроскоп (рис. 1) работает при наполнении газом, обычно гелием, до давлений от  $1$  до  $3 \cdot 10^{-5} \text{ тора}$ . Нейтральные молекулы газа подлетают к острию со скоростью в  $10$ — $100$  раз большей, чем это ожидается на основе простой газовой кинетики, так как они дополнитель-но ускоряются неоднородным полем вблизи острия, затягивающим их как индуцированные диполи<sup>4</sup>. Молекулы газа при столкновении с поверхностью передают часть кинетической энергии решетке. В итоге энергия их отскакивания может оказаться слишком малой для того, чтобы они могли покинуть область сильного поля вокруг острия. Будучи захваченными дипольным притяжением, но не адсорбируясь надолго, молекулы «прыгают»<sup>5</sup> над поверхностью острия. Это продолжается до тех пор, пока, замедлившись после нескольких сотен прикосновений к поверхности, они не потеряют один электрон за счет туннельного эффекта (рис. 2). Это может с большей вероятностью случиться в области локального усиления поля над выступающим поверхностью атомом. Процесс возможен только за пределами некоторого минимального расстояния, где уровень основного состояния атома гелия лежит выше уровня Ферми в металле<sup>6</sup> (рис. 3). Поразительным результатом недавних измерений энергетического распределения автоионов<sup>7</sup> явилось открытие того, что они возникают почти всецело в пределах тонких дискообразных зон, которые «плавают» над атомами поверхности острия. Каждая из таких дискообразных зон, изображенных схематически в виде штрихов над атомами на рис. 2, менее чем  $0,2 \text{ \AA}$  по толщине и около  $1,5 \text{ \AA}$  по радиусу. Она отделена от электронной оболочки соответствующего атома расстоянием около  $4 \text{ \AA}$ . Ионы, образовавшиеся в такой зоне, ускоряются полем и движутся в радиальном направлении к экрану. При типичных рабочих условиях отдельные атомы поверхности металла в зависимости от того, насколько они выступают над поверхностью, производят от  $10^4$  до  $10^6$  ионов в секунду, что дает ясно видимые точки изображения на экране. Острие радиусом  $1000 \text{ \AA}$

содержит примерно  $10^5$  поверхностных атомов, выступающих достаточно, чтобы обусловить локализованную ионизацию. Таким образом, полное ионное изображение создается за счет примерно  $10^{10}$  ионов в секунду, т. е. ионным током порядка  $10^{-9} \text{ а}$ . Это довольно тусклое изображение. Для его визуального наблюдения требуется глубокая адаптация глаз, а для фотографической регистрации необходима светосильная оптика и времена экспозиции порядка минуты. Для кинематографирования такого изображения требуется электронно-оптическое усиление яркости.

Получение изображения за счет радиального распространения частиц сильно зависит от того, в какой мере удается создать атомно гладкую

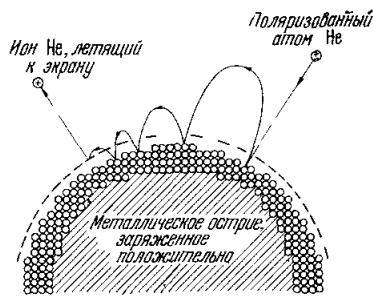


Рис. 2. Поляризованный атом гелия притягивается к металлическому острию, замедляется в результате ряда прыжков и ионизуется в зоне ионизации (толщиной  $0,2 \text{ \AA}$ ) над выступающим атомом. Ион гелия ускоряется по направлению к экрану (см. рис. 1).

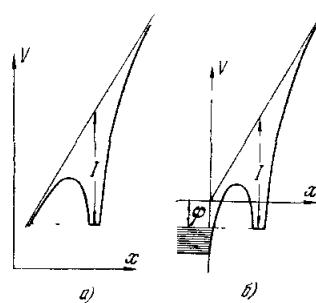


Рис. 3. а — потенциальная яма атома в сильном электрическом поле; б — ход потенциала для электрона вблизи поверхности металла.

Автоионизация атома газа имеет место тогда, когда электрон с основного состояния проникает за счет туннельного эффекта вдоль пунктирной линии в металле слева.

поверхность образца, близкую по форме к полусферической. Химическое травление и электрополировка тонкой проволоки являются первым довольно грубым этапом изготовления образца. Окончательная обработка, достигающая почти невероятной степени совершенства \*), может быть реализована лишь с помощью испарения полем  $8^8$ , эффекта, открытого всего 12 лет назад \*\*).

Испарение твердых тел или жидкостей обычно происходит тогда, когда термическая активация поверхностных атомов достаточна для преодоления потенциального барьера, соответствующего энергии сублимации  $\Delta$ . Однако в условиях довольно сильного электрического поля поверхностные атомы могут быть также удалены в виде ионов, при этом один или два своих электрона они оставляют в металле. Для целей сглаживания острия этот эффект оказывается идеально саморегулирующимся, так как локальное усиление поля у резких краев и выступов приводит к предпочтительному испарению с этих мест. Эта процедура может быть выполнена прямо в ионном проекторе при сколь угодно низкой температуре. Испаряющее поле достигается тогда, когда энергия электрических сил, действующих на ион, плюс небольшая энергия термической активации начинают пре-

\*) Тщательность обработки весьма убедительно иллюстрируется рисунком на стр. 297, где изображен совершенный кристалл платины полусферической формы радиусом приблизительно  $2000 \text{ \AA}$ , выявивший около тысячи граней, представляющих собой идеальные плоские сетки. В пределах многих граней разрешены отдельные атомы. Три пятна радиационных нарушений обнаруживаются на левой стороне, указывая на следы ударов трех тяжелых отрицательных ионов с энергией  $25 \text{ кэВ}$ .

\*\*) То есть в 1955 г. (Прим. перев.)

вышать энергию связи, в которую следует включить также и поляризационный член. Теория испарения полем, использующая представления о силах изображения<sup>8, 9</sup>, приводит к выражению

$$F = n^{-3}e^{-3} \left[ \Lambda + I_n - n\phi + 1/2 (\alpha_0 - \alpha_i) F^2 - kT \ln \frac{t}{t_0} \right]^2, \quad (2)$$

где  $F$  — напряженность испаряющего поля;  $ne$  — единичный или кратный ему заряд иона ( $n = 1$  или  $2$ );  $\Lambda$  — энергия испарения атома металла;  $I_n$  — энергия  $n$ -кратной ионизации;  $\phi$  — работа выхода данной кристаллографической грани;  $\alpha_0$  — поляризуемость атома металла, находящегося в поверхностном узле решетки;  $\alpha_i$  — поляризуемость свободного иона металла;  $k$  — постоянная Больцмана;  $T$  — абсолютная температура;  $t$  — время, требуемое для испарения;  $t_0$  — период колебания связанного атома поверхности.

К сожалению, ожидаемое испаряющее поле невозможно точно рассчитать, так как для ряда металлов второй ионизационный потенциал не всегда достаточно хорошо определен. То же самое можно сказать и о работе выхода, которая варьирует в пределах, превышающих 1 эв для различных кристаллографических граней металла; точно так же имеются различные пути выбора разумных значений  $\alpha_0$ <sup>10, 11</sup>. В качестве первого приближения при вычислении испаряющего поля для всех металлов значение поляризационной энергии связи было принято равным 1 эв.

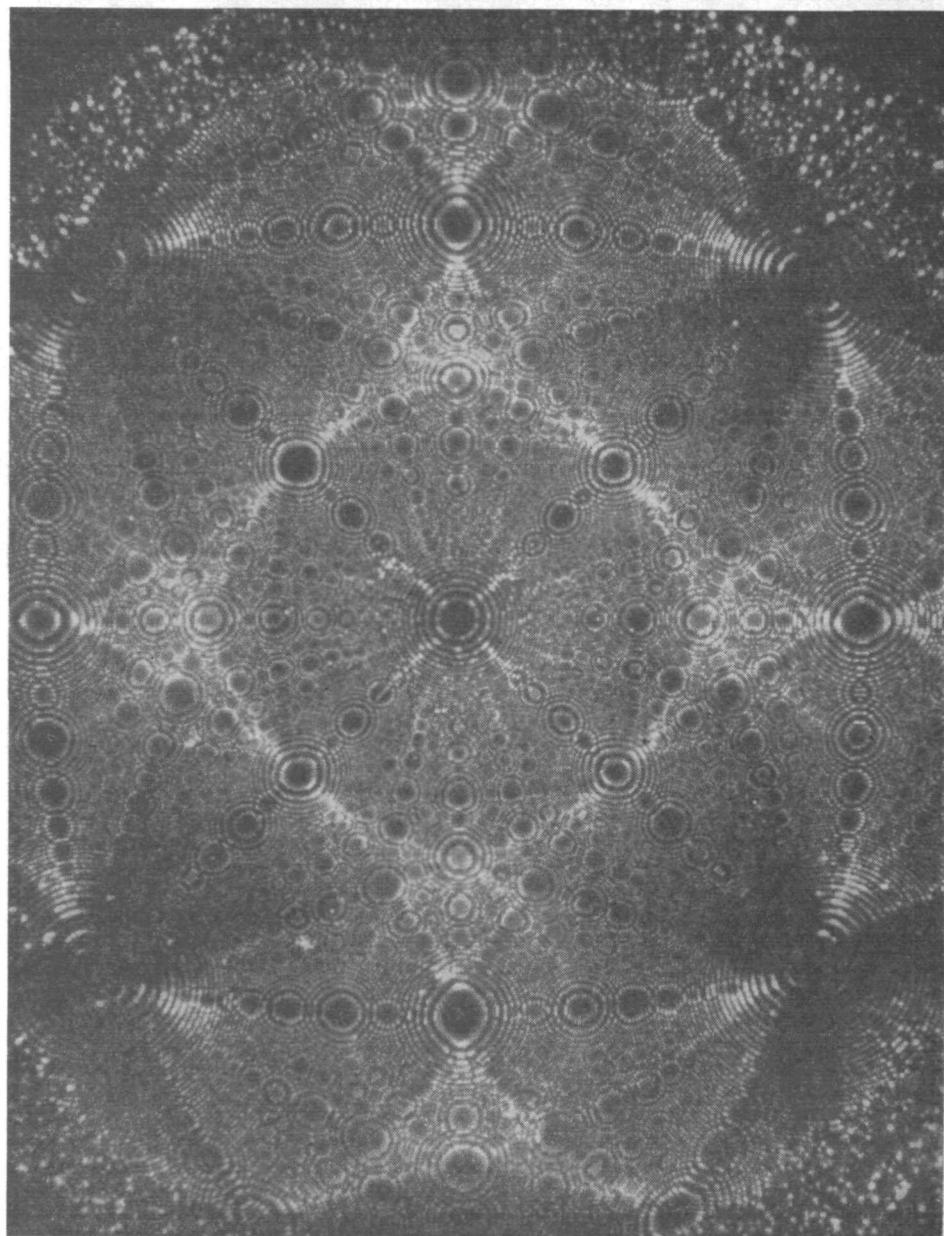
Таблица I

Испаряющие поля ( $F$ ), в мегавольтах  
на сантиметр, для ионов металлов  
с единичным и удвоенным зарядом

Металл	$F^+$	$F^{++}$	Металл	$F^+$	$F^{++}$
W	1190	530	Zr	700	345
Re	980	460	Au	570	505
Ta	1100	450	Fe	490	352
Mo	795	388	Ni	445	385
Nb	800	342	Cu	410	475
Ir	955	541	Zn	383	388
Pt	761	488			

В табл. I приведены результаты вычислений испаряющих полей при  $T = 0^\circ$  К для металлов, наиболее часто применяемых в автоионной микроскопии. Согласно этой таблице все перечисленные металлы, кроме меди и цинка, должны давать двухзарядные ионы при испарении полем. Наблюдаемые величины испаряющих полей довольно хорошо согласуются с этим предположением, что было впервые отмечено Брэндоном<sup>11</sup>. И в самом деле, с помощью масс-спектрометра было обнаружено, что вольфрам испаряется в виде  $W^{++}$ <sup>1</sup>, а медь — в виде  $Cu^{+}$ <sup>12</sup>.

В итоге испарения на кончике острия не образуется идеальная полусфера. Все атомы, которые выступают над ровной поверхностью, оказываются под воздействием слишком сильного поля и потому удаляются в первую очередь. Поэтому окончательная форма острия из изотропного материала должна представлять собой сплющенный полусфераид, характеризующийся одинаковой напряженностью поля вдоль всей поверхности. Исключение составит лишь область перехода к боковой поверхности острия, где поле достаточно резко спадает. Форма сплющенного полусфераида далее модулируется вариациями работы выхода  $\phi$  и поляризуемости  $\alpha_0$  по поверхности в зависимости от кристаллографического



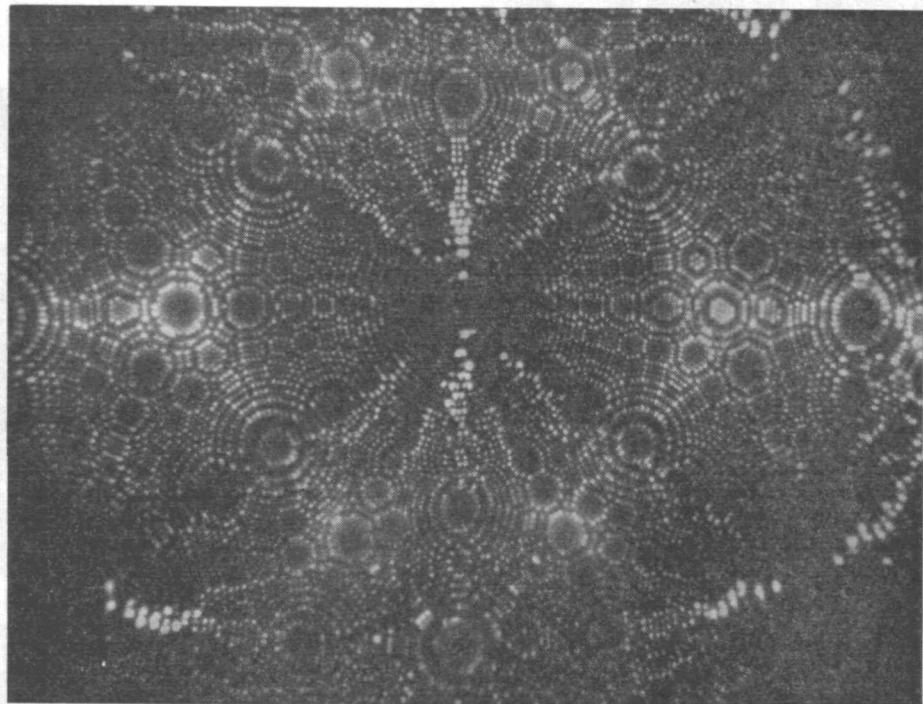


Рис. 4. Окончательная форма испарения полем кристалла вольфрама радиусом примерно 600 Å.

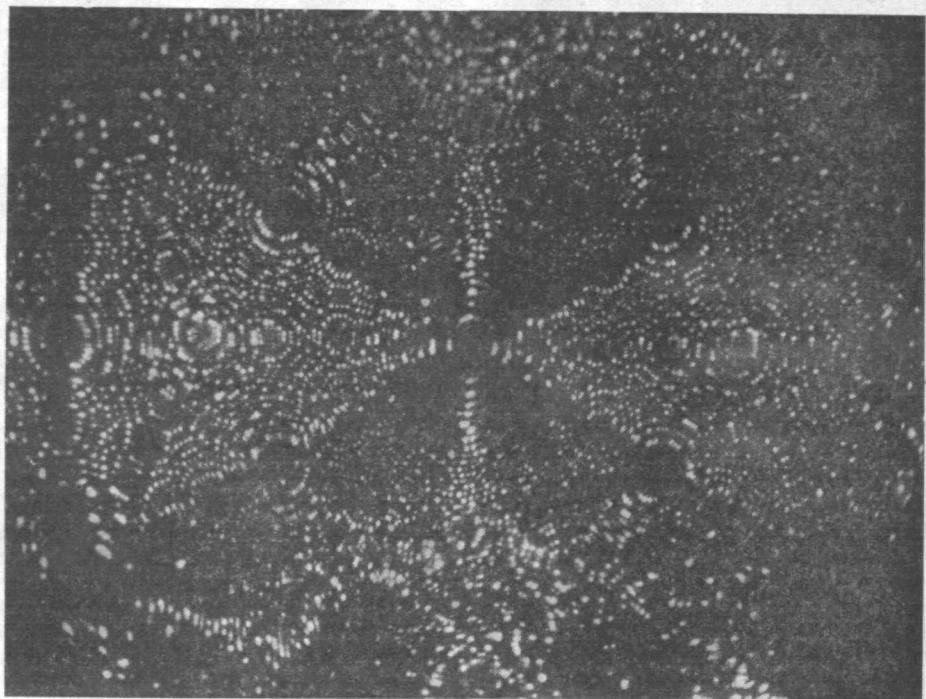


Рис. 5. Остриё из молибдена радиусом около 750 Å после испарения полем.

направления. Как видно из (2), удаление выступающих атомов в областях низкой работы выхода или же высокой поляризуемости требует более сильных электрических полей: в окончательной форме после испарения полем эти области должны отличаться относительно малым локальным радиусом кривизны. Эксперимент подтверждает это предположение. Локальные радиусы кривизны различных участков острия могут быть точно измерены путем подсчета числа колец плоских сеток между серией кристаллографических граней известной ориентации. Кольца плоских сеток представляют

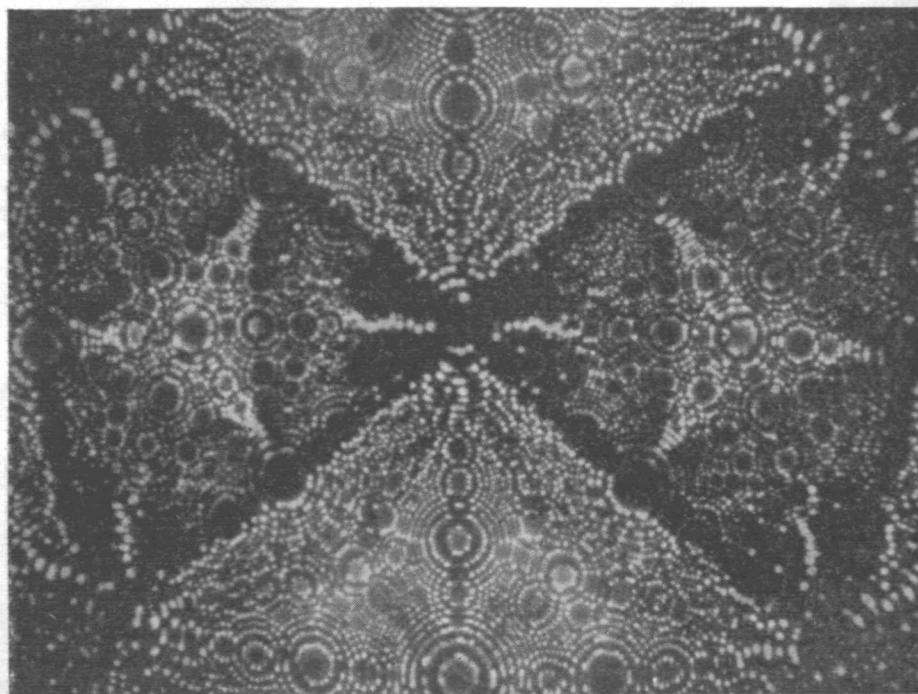


Рис. 6. Окончательная форма испарения полем кристалла тантала радиусом приблизительно 800 Å.

Все три кристалла (рис. 4—6) имеют объемноцентрированную кубическую решетку. Они одинаково ориентированы на снимках; грань {011} находится в центре, грани куба расположены сверху и снизу от нее и треугольные области {111} слева и справа от центра.

собой разновидность топографической карты поверхности, где расстояние между плоскими сетками задает шаг горизонталей. В настоящий момент работы выхода различных кристаллографических граней достаточно точно определены только для одного металла (для вольфрама), а поверхностные поляризуемости не известны вообще. Легко заметные различия окончательной формы испарения полем для трех тугоплавких металлов с объемноцентрированной кубической решеткой: вольфрам (рис. 4), молибден (рис. 5) и tantal (рис. 6) — могут, в самом деле, быть обусловлены характерной электронной структурой металлической поверхности, однако при отсутствии данных нельзя высказать какие-либо предположения в количественной форме.

Имеются также различия в яркости изображения различных кристаллографических областей этих трех металлов, которые нельзя объяснить вариациями локального электрического поля за счет изменений радиуса кривизны. Лучшим объяснением очевидных различий вероятности

ионизации над разными гранями кристалла могло бы быть предположение о довольно большом коэффициенте отражения для электронов, туннелирующих в металл из атомов «изображающего» газа, причем этот коэффициент оказывается зависящим как от материала, так и от кристаллографической ориентации.

### РАЗЛИЧНЫЕ ИЗОБРАЖАЮЩИЕ ГАЗЫ

Поле, которое может быть приложено для получения изображения, ограничивается началом испарения полем. Когда наблюдение ведется при температуре жидкого водорода, вольфрам, рений, иридий, платина, молибден, tantal, ниобий и родий стабильны в условиях поля напряженностью приблизительно  $450 \text{ } M\text{в/см}$ , требуемого для ионизации гелия, тогда как цирконий, ванадий, палладий, титан, никель и железо оказываются на грани их использования в ионном проекторе. Имеются два очевидных пути распространения круга объектов автоионной микроскопии на эти последние материалы, а также и на другие, для которых испарение полем имеет место даже при меньших полях. Один из них — использование газов с более низким ионизационным потенциалом  $I$ , чтобы получать изображение при соответственно меньших полях, другой — использование усиления яркости изображения, чтобы сократить экспозицию при съемке и иметь возможность фотографировать поверхность непрерывно испаряющегося образца. Из туннельного механизма ионизации следует<sup>1</sup>, что изображающее поле приближенно выражается формулой

$$F_{\text{из}} = 3,7 \cdot I^{3/2} \quad (3)$$

( $F_{\text{из}}$  в мегавольтах на сантиметр,  $I$  в электронвольтах); значения для ряда газов приведены в табл. II.

Таблица II  
Данные для различных газов, существенные в автоионной микроскопии

Газ	$I, (\text{эв})$	Изображающее поле, ( $M\text{в/см}$ )	Оптимальная температура ( $^{\circ}\text{К}$ )	Принципиальное разрешение для остряя радиусом $500 \text{ \AA}$ (в $\text{\AA}$ )
He	24,6	450	20	1,2
Ne	21,6	370	20	1,3
$\text{H}_2$	15,6	228	20	1,6
Ar	15,7	230	80	3,2
Kr	14,0	194	80	3,5
Xe	12,1	156	80	4,0
$\text{N}_2$	15,5	226	80	3,3
$\text{O}_2$	12,5	164	80	3,8
Hg	10,4	124	300	8,5
Cs	3,9	28	400	21,0

К сожалению, при использовании газов с низким ионизационным потенциалом возникают различные трудности. Только для гелия, неона и  $\text{H}_2$  возможно применение жидкого водорода для охлаждения, тогда как прочие газы и пары требуют более высоких рабочих температур (из-за конденсации при  $\sim 20^{\circ} \text{ К}$ ). Фактически получаемое разрешение может оказаться значительно ниже, чем потенциальное разрешение. Это связано с конечным диаметром изображающих ионов и с тем, что они возникают на некотором расстоянии от поверхности. Многообещающие результаты

были получены недавно с неоном<sup>13</sup>. С помощью неона все металлы, перечисленные в табл. I, могут быть изображены в поле, не превышающем их испаряющее поле. Гелий и неон имеют потенциал ионизации существенно более высокий, чем у газов — примесей в вакуумной системе. Поэтому ни одна молекула из газов-загрязнений не может достичь атомно чистой поверхности металла, полученной прямо в приборе за счет испарения полем, до тех пор, пока поле не будет снижено до значения примерно 350  $Me/cm$ . Характерная особенность автоионной микроскопии состоит

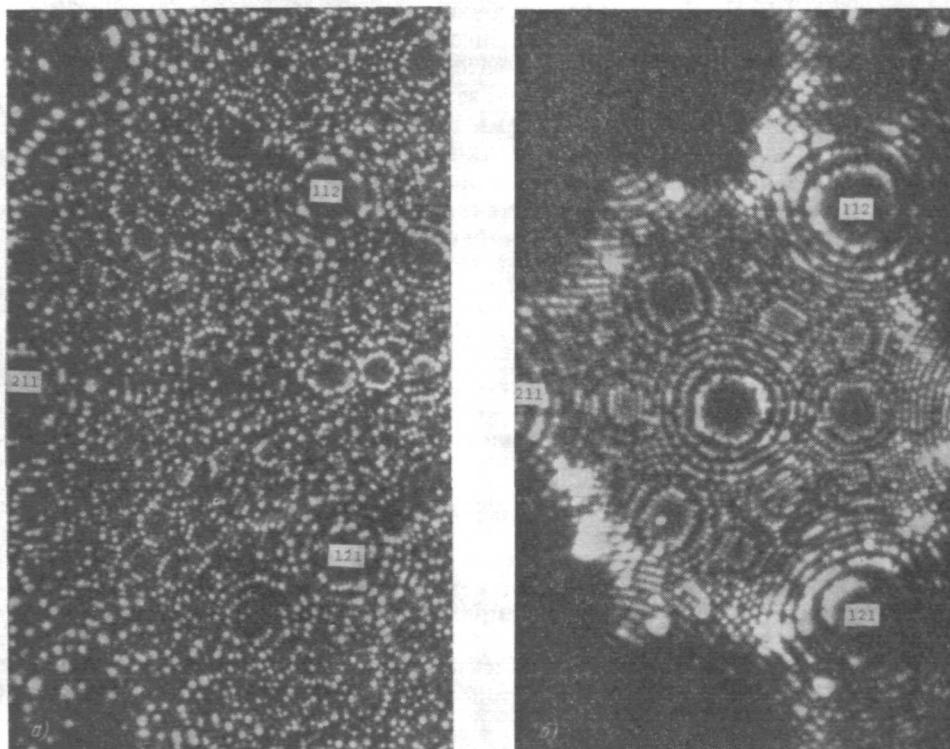


Рис. 7. Гелиевое ионное изображение области {111} (в центре рисунка) остряя из ниобия.

а — кристалл после испарения полем при 21°К в гелии. Многочисленные атомы ниобия в метастабильных положениях, выявившиеся как пятна повышенной яркости; б — тот же самый кристалл, но процессы испарения полем и получения изображения проводились в пониженном поле с применением смеси Не и  $D_2$ . На различных плоских сетках появилось некоторое количество вакансий.

в том, что она допускает использование удобных разборных, непрогреваемых вакуумных систем, причем абсолютная чистота атомно гладкой поверхности не оказывается при этом необходимой жертвой. Это чрезвычайно важное с практической точки зрения преимущество теряется, когда для получения изображения применяется газ с низким потенциалом ионизации. Применение водорода, аргона или некоторых других газов требует, чтобы в колбе проектора перед впуском тщательно очищенного изображающего газа создавалась сверхвысоковакуумная чистота<sup>15</sup>. По-видимому, имеются и другие недостатки в использовании газов с низким потенциалом ионизации: их относительно большая поляризационная энергия при ударе,  $1/2\alpha F^2$ , эффективно передается поверхности и может разупорядочить ее атомную структуру<sup>13</sup>.

Поле, необходимое для условий образований наилучшего изображения, не является константой для каждого газа, так как вероятность ионизации зависит от эффективности замедления захваченных полем «скакущих» молекул газа. Здесь играют роль размер остряя<sup>16</sup> и, прежде всего, коэффициент аккомодации. Передача энергии от легких атомов гелия тяжелым атомам поверхности металлического остряя оказывается крайне неэффективной из-за большого различия масс сталкивающихся партнеров. Было найдено, что термический коэффициент аккомодации гелия на вольфраме весьма мал, он составляет 0,015 и почти не зависит от температуры вплоть до 20° К<sup>17</sup>. Когда к гелию добавляют небольшое количество (пять процентов) неона, аккомодация существенно улучшается, поле наилучшего изображения несколько снижается, и передача деталей изображения становится много лучше. Еще более эффективны следы водорода или дейтерия. Эти газы образуют невидимый адсорбционный слой и, действуя как промежуточный партнер по столкновению, увеличивают коэффициент аккомодации настолько, что совершенное изображение в ионах гелия может быть получено при напряженности электрического поля, составляющей 70 процентов от первоначальной<sup>18</sup> (рис. 7).

Этот простой прием может способствовать прорыву в сферу применений автоионной микроскопии обычных переходных металлов, которые прежде не могли быть достаточно хорошо отображены с помощью гелия. При фактическом выполнении эксперимента количество добавляемого водорода или дейтерия должно тщательно контролироваться, так как эти газы, кроме того, содействуют испарению поля. Если даже выигрыш с точки зрения увеличения полезного зазора между изображающим и испаряющим полем окажется небольшим, то применение этого метода выгодно уже тем, что объект подвергается меньшему механическому напряжению.

### УСИЛЕНИЕ ЯРКОСТИ ИЗОБРАЖЕНИЯ

Низкая яркость изображения представляет собой главную трудность в автоионной микроскопии. От остряя невозможно получить больше ионов, чем число частиц, поставляемых к нему в виде нейтральных газовых молекул. Приток молекул пропорционален давлению. Оно на практике ограничивается величиной в несколько тысячных тора. Это следует из условия, чтобы ионы могли проходить расстояние от остряя до экрана без рассеяния за счет столкновений. Применялась система с динамической подачей газа<sup>19</sup>, когда острье помещалось в области высокой плотности газа вблизи центра небольшого отверстия, за которым газ непрерывно удалялся с большой скоростью откачки. Таким образом, поток ионов распространялся в основном в области низкого давления с большой длиной свободного пробега.

Попытки усиления яркости различными средствами внутри ионного проектора<sup>20</sup> имели лишь ограниченный успех. Простым методом является последующее ускорение ионов после прохождения сквозь тонкую сетку с большой прозрачностью. Однако при этом может появиться искажающее двойное изображение за счет ионов и нейтралей, образующихся при столкновениях с перезарядкой. Более того, последующее ускорение целесообразно только в случае гелия и водорода. Для более тяжелых газов эффективность экрана настолько низка, что даже последующее ускорение до 50 кв не приводит к существенному усилению яркости, тогда как долговечность экрана при этом убывает. Конверсия ионного изображения в электронное с использованием ионно-электронной эмиссии с тонкой сетки представляется несколько более обнадеживающей возможностью усиления яркости<sup>21</sup>. Впечатляющее увеличение яркости в 80 раз<sup>22</sup> было

получено для неона, однако возникновение автоэлектронной эмиссии с сетки и потеря разрешения являются серьезными ограничениями этого метода.

Как мы убедились, наиболее удачным оказалось применение недавно разработанного внешнего электронного усилителя яркости, использующего фотоэлектронную эмиссию. Коммерческая трехступенчатая трубка фирмы RCA дает общее усиление более чем в 10 000 раз при низком уровне шумов (рис. 8). Моментальные фотоснимки вольфрамового или платинового остряя были получены с экспозицией вплоть до 1/1000 сек. При

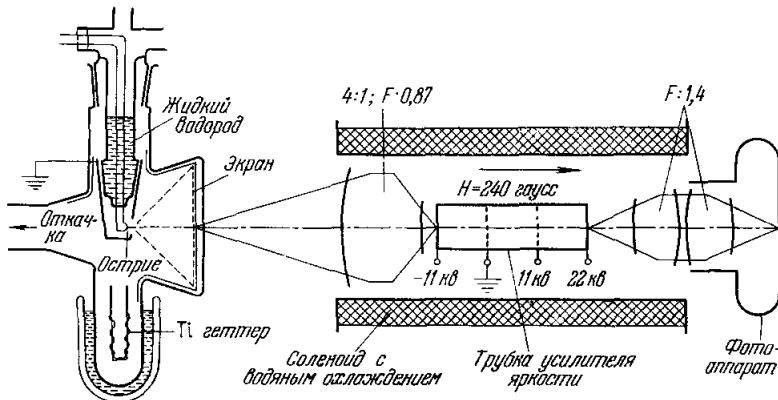


Рис. 8. Схема ионного проектора с внешним усилителем яркости.

использовании гелия в качестве изображающего газа киносъемку можно было производить как с обычной скоростью, так и со скоростью 64 кадра в секунду (замедленная съемка), а в случае неона применялась скорость 16 кадров в секунду. Усилитель яркости диаметром 3,8 см мог разрешить 400 000 точек изображения и при соответствующем подборе оптического увеличения и поля зрения позволял различить отдельные атомы в плотно упакованных плоских сетках. Шумы в трубке при используемом уровне яркости изображения не вносили искажений, так как пятна шумов были легко отличимы от пятен, изображающих атомы, как по их меньшему размеру, так и по их короткой длительности.

#### ПОЛЕ КАК ИСТОЧНИК НАБЛЮДАЕМЫХ ДЕФЕКТОВ

Использование хорошо отработанных устройств усиления яркости, несомненно, наиболее удобно в случае автоионной микроскопии обычных металлов с относительно низкой точкой плавления. Движение стягивающихся к центру колец плоских сеток во время испарения полем может в этом случае быть зафиксировано с помощью моментальной съемки при условиях, весьма близких к условиям лучшего изображения. Однако ни подобные изображения в ионах гелия, ни изображения, полученные при существенно более слабых полях в ионах неона, не сравнимы по совершенству кристаллов с изображениями, которые можно получить для тугоплавких металлов. Образцы из нетугоплавких металлов не выявляют высокой степени кристаллического совершенства при наблюдении процесса испарения полем в динамике, поскольку поверхностные атомы не испаряются в правильной последовательности с угловых мест растворяющихся краев плоских сеток. В таких местах в случае объемноцентрированной кубической решетки атом имеет четыре ближайших соседа. Но когда атом отодвигается на короткое расстояние в положение, где он имеет

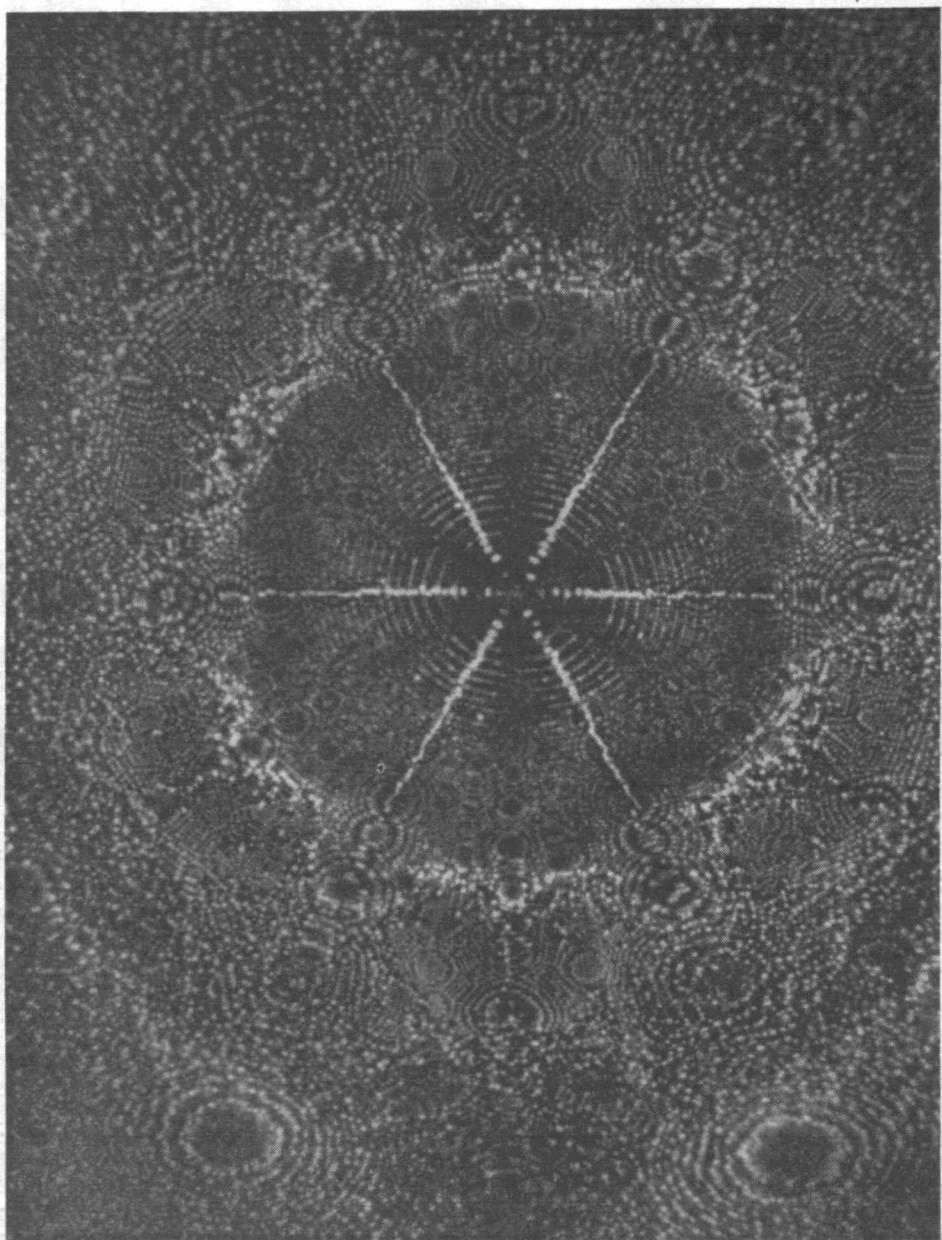


Рис. 9а. Гексагональный кристалл рения с гранью (0001) в центре.

Шесть зон типа  $[21\bar{1}0]$  подчеркиваются благодаря рядам ярких изображений атомов в положениях, стабилизированных полем. Имеется кристаллографически нерегулярный район с угловым расстоянием от центральной оси  $[0001]$  около 25 градусов.

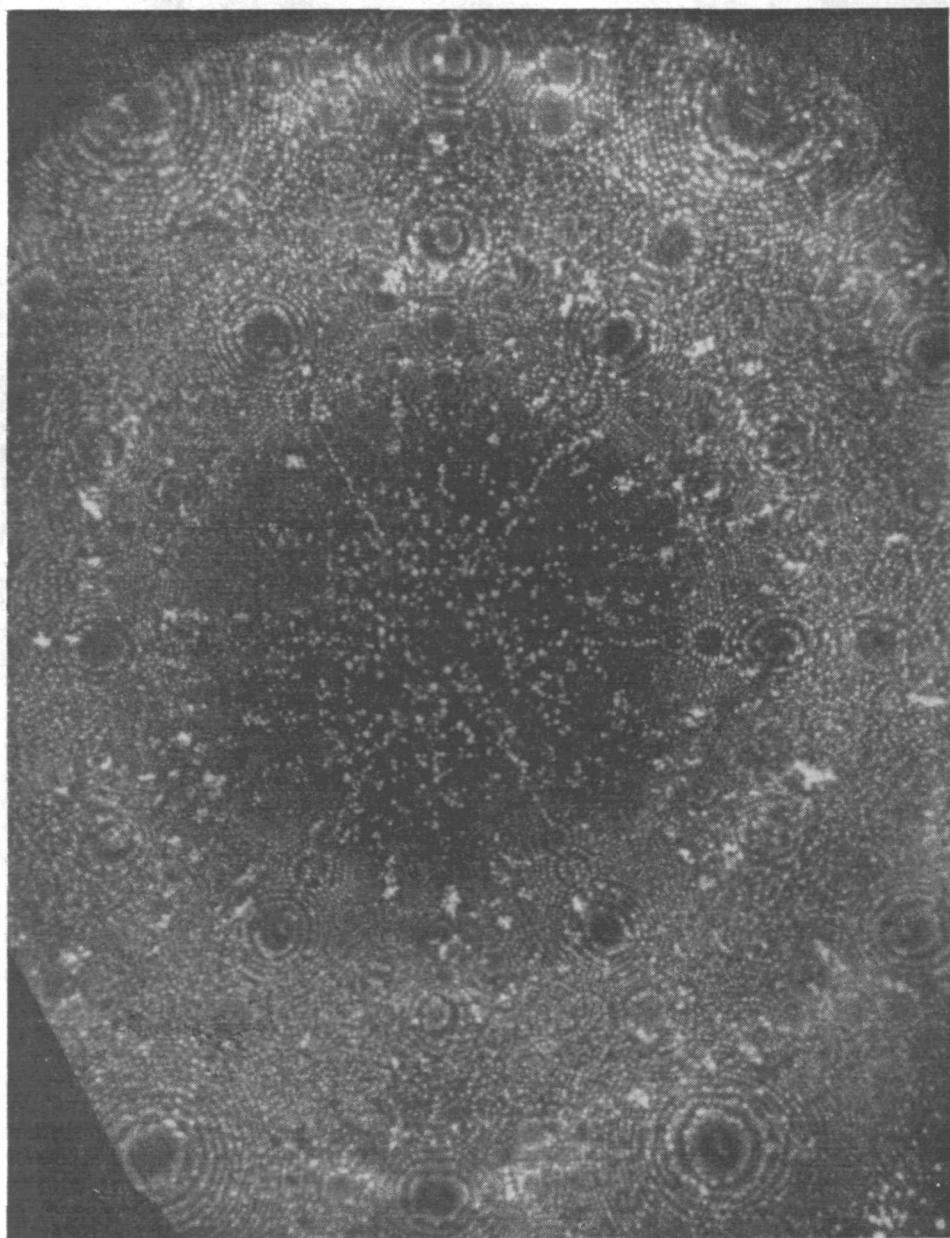


Рис. 9б. Гексагональный кристалл рения с гранью (0001) в центре.

То же рениевое острій после бомбардировки радиально падающими тяжелыми отрицательными ионами с энергией 27 кэв. В центральном районе нарушения выявляются только как отдельные яркие точки, указывая на конечный пункт последовательных соударений. В нерегулярном районе нарушения образуют крупные скопления и клинья.

только три ближайших соседа (положение с координационным числом 3), он может оказаться связанным более прочно за счет поляризации, так как поле в области его нахождения усиливается. Более глубокое проникновение поля в область такого метастабильного атома с малым числом соседей приводит, по-видимому, к возрастанию вероятности ионизации прыгающих молекул изображающего газа, так что изображение такого атома оказывается много ярче<sup>10</sup>. Гирлянды ярких пятен вдоль зон [001] вольфрама, зон [110] платины и зон [1120] рения (рис. 9), являясь примером для каждой из простых типов решетки, находят свое объяснение как изображения отдельных атомов в стабилизированных полем низкокоординационных положениях. Метастабильные положения встречаются также и в других кристаллографических областях: для вольфрама — пожалуй в весьма ограниченной степени, для тантала в более обширных областях и почти всюду для ниобия, когда он испаряется полем при 21° К (рис. 7). Тонкости баланса между обычным 4-координационным угловым положением и 3-координационным положением с увеличением связи за счет проникновения поля демонстрируются на примере температурной зависимости окончательной формы испарения полем вольфрама, очищенного зонной плавкой. Испарение полем при 21° К всегда обнаруживает большое количество ярких, несколько хаотически разбросанных пятен на одной стороне зонной линии [111], особенно на краях граней (112) и (123) с перекрытием областей граней (225), (236) и (135) (см. рис. 4). Все это — отдельные атомы вольфрама в стабилизированных полем трехкоординационных положениях. В противоположность этому испарение полем острия при 80° К приводит к образованию абсолютно совершенных краев плоских сеток в этой же области. Этот поразительный эффект более высокого совершенства поверхности решетки при повышенной температуре мог наблюдаться также и на tantalе<sup>24</sup> с тем отличием, что «стабилизированный полем» беспорядок распространялся на несколько больший район и что для совершенной формы требовалось испарение полем при температуре выше 150° К. При такой температуре tantal также обнаруживает характерное обрамление зоны [001] и начинает походить на привычную картину вольфрама. Поверхностная перестройка в смысле перехода атомов в стабилизированные полем низкокоординационные положения проявляется существенно сильнее для некоторых легкоплавких материалов. Крайним случаем является кремний, где перераспределение атомов на поверхности острия после испарения полем почти полностью хаотично.

Кроме взаимодействия между полем и отдельными атомами поверхности, имеет место еще и объемный эффект. Механическое напряжение, действующее в электрическом поле на проводящую поверхность, выражается как

$$\sigma = \frac{F^2}{8\pi} \quad (4)$$

(в динах на квадратный сантиметр, если  $F$  измеряется в электростатических единицах). При 500  $Мв/см$  это напряжение равно  $1,1 \cdot 10^{11}$  дин/см<sup>2</sup>, или около 1  $м/мм^2$ , что зачастую раз в 50 превышает технический предел текучести для материала острия. Сдвигающая составляющая напряжения, обусловленная несферичностью образца, может привести к движению дислокаций подчас вплоть до образования трещин в острие.

Текучесть в ограниченных областях под влиянием механического напряжения, вызванного полем, типична даже для тугоплавкого молибдена. Плотная сетка дислокаций выявляется в областях {111}, в то время как прочие области полусфера кристалла остаются совершенными (см. рис. 5). Оказывается, только для острий очень малого радиуса (менее

200 Å) объем недостаточен для роста дефектов. Ниобий ведет себя совершенно так же, тогда как tantal и вольфрам достаточно прочны по отношению к текучести при соответствующих им испаряющих полях. Из прочих металлов с объемноцентрированной кубической решеткой досконально исследовано только железо. Характерно (рис. 10), что структура области {111} представляется совершенно аморфной; это является отражением

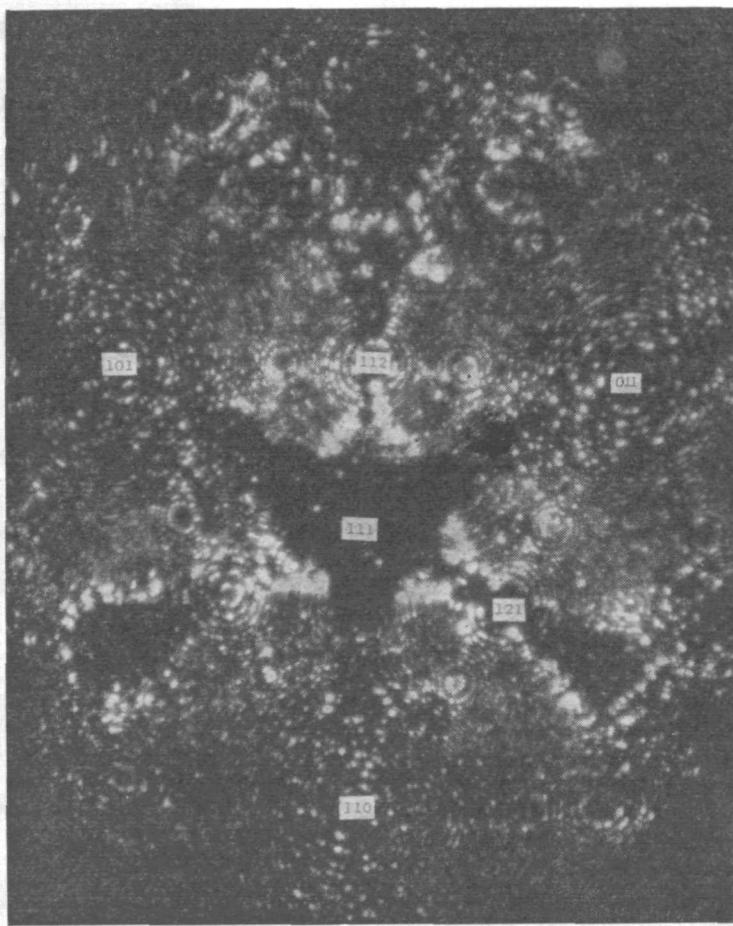


Рис. 10. Остриё из железа, изображенное с помощью гелия. Оно обнаруживает понижение в области {111}, обусловленное дефектами решетки, которые вызваны механической перегрузкой в сильном поле.

резкой анизотропии модуля Юнга у железа. Поскольку число ближайших соседей второго порядка в области {111} уменьшено, испарение полем становится настолько быстрым, что образуется понижение поверхности, внутрь которого можно «заглянуть» лишь с помощью неона в качестве изображающего газа. Из металлов с гранецентрированной кубической решеткой иридий, платина, родий, а также, что наиболее удивительно, золото (рис. 11) и, вероятно, медь не проявляют текучести под действием испаряющего поля. С другой стороны, палладий и, в особенности, никель образуют сетки дислокаций в областях {102}—{113}, тогда как области {001} и {111} остаются нетронутыми (рис. 12а и 12б).

Вряд ли сплетения индуцированных полем дислокаций вырастают из внутренних дефектов. По-видимому, имеет место скорее зарождение новых петель дислокаций. Напряжение вследствие действия поля может рассматриваться как отрицательное гидростатическое давление, соответствующее при  $500 \text{ Мв/см}$  примерно  $100 \text{ кбар}$ . В этих условиях, исходя из обычных модулей упругости для металлов, известных из измерений

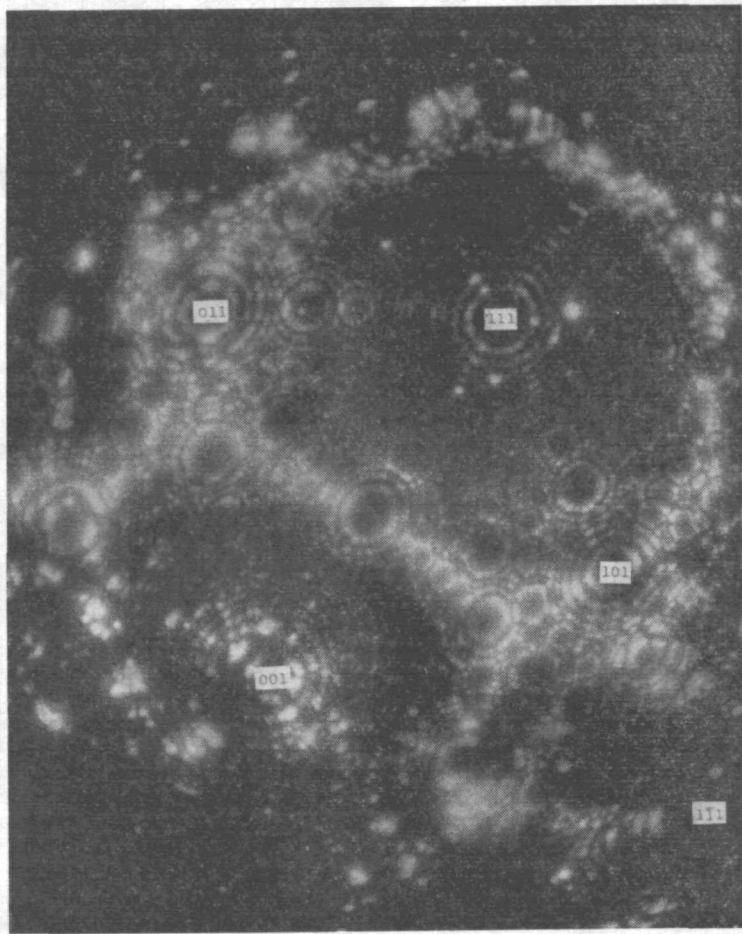


Рис. 11. Остриё из золота, изображенное с помощью смеси гелия и неона при  $17,6 \text{ кв}$ .  
Сфотографировано с применением усилителя яркости. Оптика  $F: 2,8$ , экспозиция  $1/15 \text{ сек}$ .

при сжатии, следует ожидать объемного расширения примерно на 5—10 процентов. В действительности объемные модули упругости при больших отрицательных давлениях (до сих пор не доступные измерению) должны быть даже больше вследствие асимметрии атомной потенциальной функции. Поэтому должно иметь место упругое объемное расширение, превышающее тепловое расширение в точке плавления; при этом оказывается возможным спонтанное образование вакансий. Допустим, в простом примере, что объем  $V_a$  вакансий в платине равен атомному объему

$15,1 \times 10^{-24} \text{ см}^3$ ; энергия увеличения объема острия равна

$$p dV = \frac{F^2}{8\pi} \cdot V_a = 0,94 \text{ эв}$$

при испаряющем поле  $475 \text{ Мв/см}$ . Эта энергия на 20 процентов меньше, чем действительная энергия образования вакансий в платине, измеренная в экспериментах с закалкой или же путем прямого подсчета вакансий

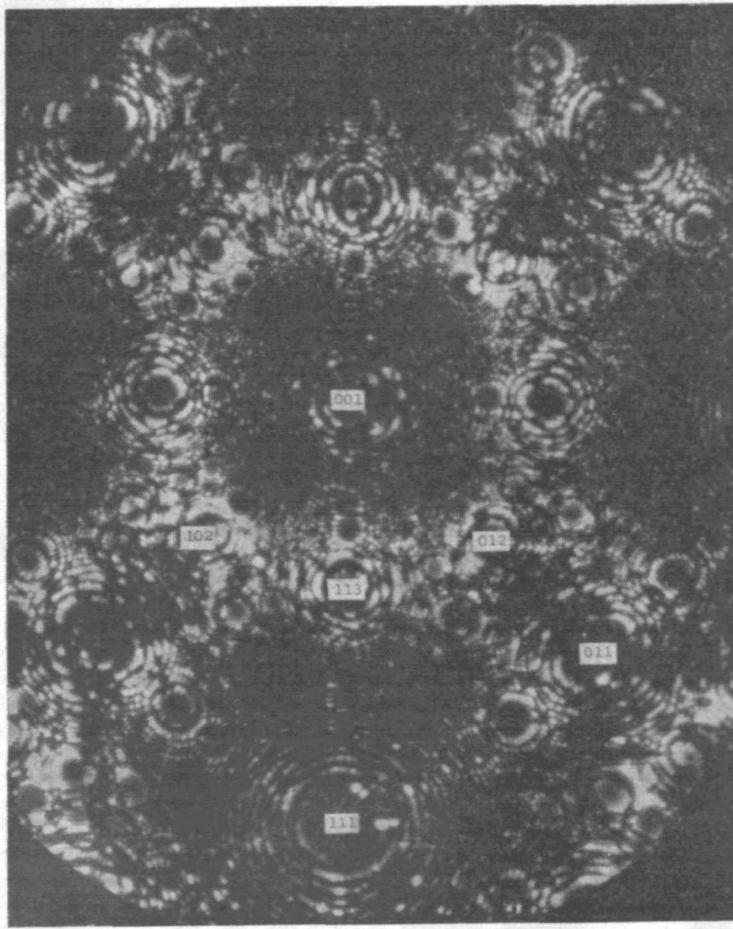


Рис. 12а. Никелевое острие, изображенное с помощью гелия. Механическое напряжение привело к появлению многочисленных дислокаций в областях  $\{102\}$ — $\{113\}$ .

с помощью ионного проектора. Следовательно, в случае платины мы можем быть уверены в отсутствии искусственного введения вакансий при механических напряжениях, соответствующих испаряющему полю. Очевидно, что этой уверенности нет в случае таких металлов, как никель или железо. Однако для большинства металлов как объем, так и энергия образования вакансий, к сожалению, не известны с точностью, достаточной, чтобы предсказать максимальные напряжения (и соответственно, поля), которые еще можно создавать в образце, не опасаясь, что будут возникать вакансии и что последующее захлопывание дисков вакансий приведет к образованию дислокаций.

Поскольку автоионная микроскопия оказывается не безразличной к тому, как образец выдерживает «перегрузки» (в смысле стойкости по отношению к возникновению серьезных искажений решетки), поскольку вопрос о возможности изучения данного металла с помощью этой методики определяется тем, что проявится раньше при увеличении поля: испарение полем или текучесть. Теоретические предсказания вряд ли могут быть

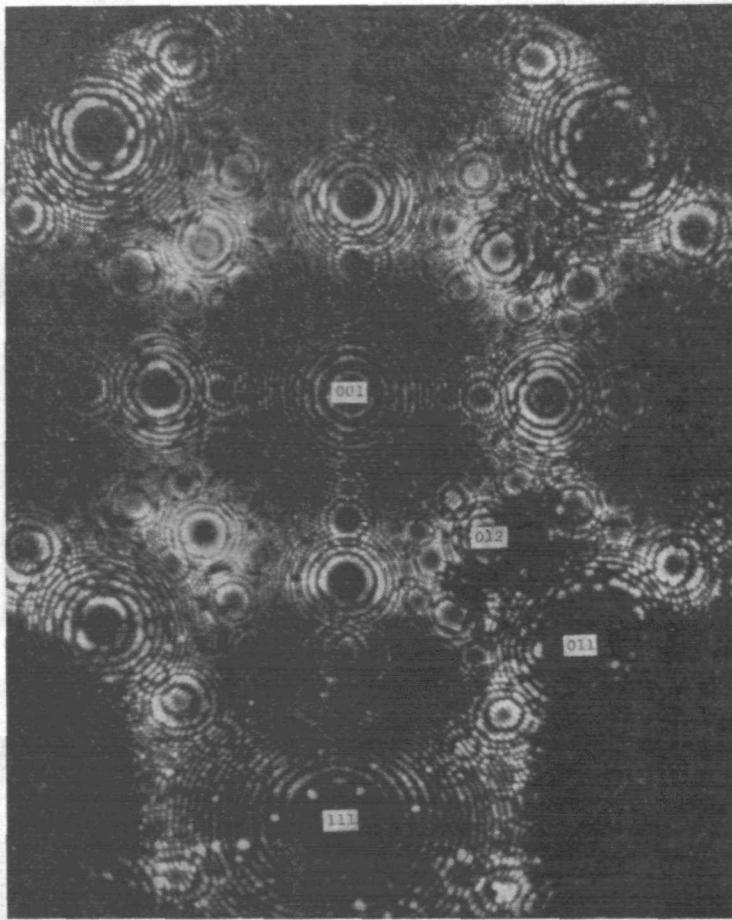


Рис. 126.

Никелевое остирь, изображенное с помощью гелия, после испарения полем, облегченного присутствием водорода, при пониженном поле. Области, чувствительные к перенапряжению, на этот раз почти идеальны.

здесь точны, поскольку они требуют сопоставления двух эффектов, теория каждого из которых в настоящее время недостаточно разработана. Открытие того факта, что водород облегчает испарение полем<sup>1</sup>, предполагает многообещающие пути обхода затруднений, связанных с искусственными дефектами, обусловленными самим полем. Когда испарение полем проводится в присутствии водорода или дейтерия, необходимое для этого поле снижается для большинства металлов примерно на 5—20 процентов. Благодаря этому для некоторых металлов, прежде недоступных для автоионной микроскопии, теперь стало возможным получить почти идеальную поверхность образца (рис. 126).

## ПРИЛОЖЕНИЯ АВТОИОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Учитывая уже хорошо освоенные экспериментальные приемы и полностью отдавая себе отчет в необходимости осторожной интерпретации изображений, мы можем ожидать расширения приложений автоионной микроскопии для фундаментальных исследований в области физики поверхности и физики металлов. Широкий диапазон уже выполненных предварительных работ дает нам довольно ясную картину наиболее перспективных направлений исследований.

На ранних стадиях развития методики несколько пренебрегали возможностями ионного проектора в определении точного положения отдельных адсорбированных атомов и молекул. Эти возможности позволяют получить информацию (в которой ощущается недостаток) о роли определенных участков решетки и дефектов поверхности в адсорбционных явлениях. Введя в прибор небольшое количество газа, можно предоставить ему возможность адсорбироваться на идеальной дотоле поверхности, не включая поля, а затем, включив поле, можно изучить влияние газа на поверхность. Атомы некоторых из наиболее сильно связанных адсорбатов остаются при этом адсорбированными, несмотря на сильное поле, и могут быть видимы непосредственно. Значительное количество атомов металла, принявших участие в процессе коррозии, и атомов, изменивших свое положение, наблюдается при адсорбции и последующей десорбции полем кислорода на вольфраме и платине<sup>1, 25</sup>, а также паров воды<sup>1</sup>, азота и окиси углерода на этих двух металлах и иридии<sup>26</sup>. К сожалению, не всегда возможно отличить атом адсорбата от переместившегося атома металла. Было проведено детальное исследование поведения адсорбированного азота, окиси углерода и водорода с вольфрамом в качестве подложки<sup>27</sup>. В обстоятельном обзоре Эрлиха<sup>28</sup> эти результаты сравниваются с данными для тех же адсорбционных систем, полученными с применением методов вспышки и автоэлектронной микроскопии. Общая ценность исследований адсорбции с помощью ионного проектора несколько ограничивается поляризацией, обусловленной сильным полем. Было обнаружено, что изображающий газ уменьшает стабильность адсорбата. Эрлих<sup>28</sup>, следуя предложению Р. Д. Янга, объясняет это бомбардировкой медленными электронами, освобождающимися в процессе ионизации. Есть еще более веские основания<sup>13</sup> полагать, что за это должны быть ответственны молекулы газа, сталкивающиеся с поверхностью и несущие значительную энергию, обусловленную дипольным притяжением.

Непосредственное наблюдение наиболее важных биологических молекул представляет собой задачу, выходящую за рамки возможностей ионного проектора. Будучи помещенными на объект-остриё, такие молекулы не смогут противостоять механическому напряжению, обусловленному полем. Если же мы прибегнем к какому-либо виду оттенения или фиксации молекулы путем окружения ее некоторым достаточно стойким материалом, ожидаемое высокое разрешение вряд ли сможет быть достигнуто.

Реальная мощь ионного проектора состоит в том, что он может визуализировать поверхность металла, а также выявить и объемную структуру металлического образца при управляемом — слой за слоем — испарении полем. Атомное разрешение особенно существенно при изучении распределения точечных дефектов в объеме. Вакансии в платине можно было непосредственно сосчитать. Такой счет обнаружил плотность вакансий  $5,9 \cdot 10^{-4}$  после закалки почти от точки плавления. Энергия образования вакансий, вычисленная с использованием этого значения, оказалась равной  $1,15 \text{ эв}$ <sup>30</sup>. Однако в вольфраме не удалось обнаружить концентрации вакансий, превышающей  $10^{-4}$ , даже после закалки от  $3000^\circ \text{ К}$  со скоростью

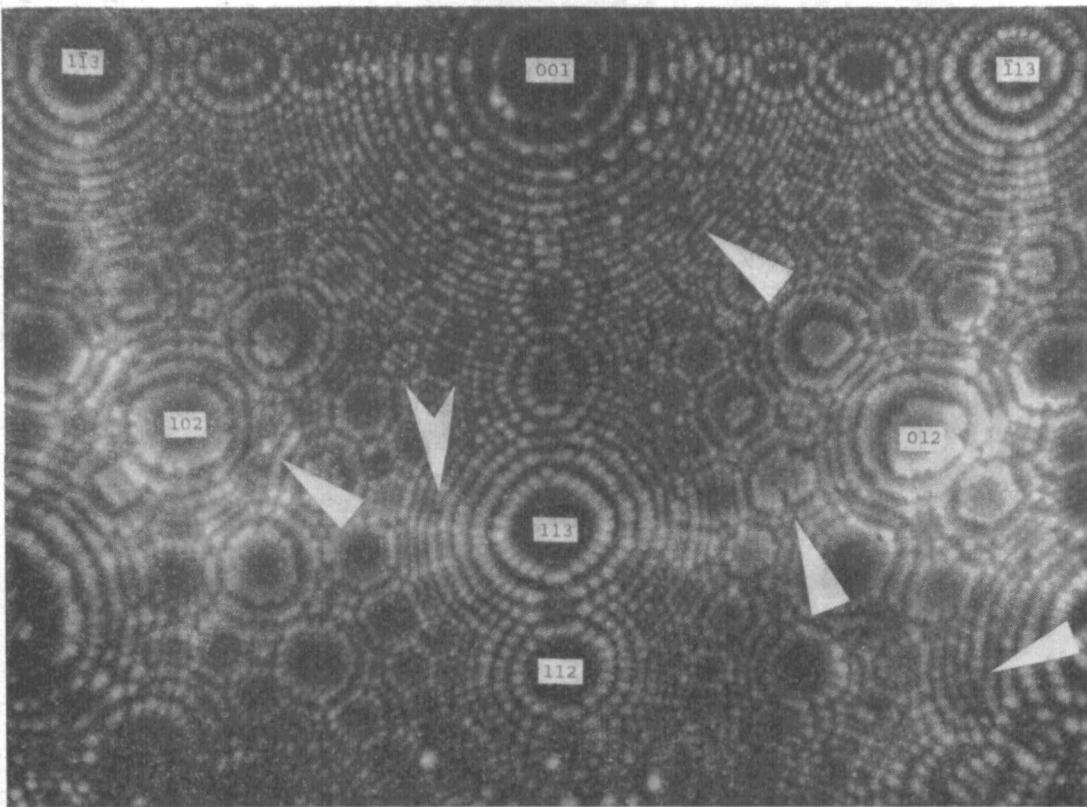


Рис. 13. Кристалл платины, содержащий некоторое количество дислокаций. Ядро дислокации вблизи грани (102) декорируется атомом примеси, выглядящим как яркое пятно. Вакансия заметна вблизи грани (113).

450000° в секунду. Вакансии и грудь вакансий появляются в изобилии в образцах вольфрама <sup>31</sup> и молибдена <sup>32, 33</sup>, облученных  $\alpha$ -частицами или нейтронами. В подобных исследованиях радиационных повреждений протяженность цепочек сфокусированных соударений отчетливо видна на микрофотографиях. Поверхностные вакансии, не являвшиеся первоначально вакантными узлами решетки, могут появиться в результате либо предпочтительного испарения полем слабо связанных примесных атомов, замещавших собственные атомы в узлах решетки, либо вследствие коррозии при обусловленных полем химических реакциях материала объекта с прочно адсорбированным кислородом, окисью углерода или азотом <sup>26</sup>. До сих пор существует неопределенность толкования, заключающаяся в том, что подвижность различных радиационных дефектов решетки, наблюдаемая в узком интервале температур во время отжига, приписывается вполне определенным дефектам. Эта неопределенность может быть уменьшена путем проведения исследований, включающих облучение и отжиг непосредственно в ионном проекторе.

После облучения образца при низкой температуре прямо в приборе  $\alpha$ -частицами или же быстрыми атомами гелия, или во время катодного распыления, на экране появляются характерные яркие пятна. Предполагается, что они представляют собой атомы, внедренные в междоузлия под поверхностью. Эта интерпретация подтверждается наблюдениями объемной диффузии таких пятен к поверхности в облученном вольфраме при отжиге в узком температурном интервале вблизи 90° К <sup>34</sup>. Отчетливые яркие пятна указывают также на атомы объемных примесей, таких, например, как кислород в родии или в tantalе, или же они могут представлять собой атомы или молекулы кислорода, азота или окиси углерода, адсорбированные на поверхности. Подобные же пятна соответствуют поверхностным атомам в таких положениях, когда их электронная или геометрическая структура искажена настолько, что за счет увеличенного проникновения поля в данном месте возрастает локальная вероятность ионизации подлетающих атомов газа <sup>10</sup>. Что касается дислокаций в образце, то видимыми могут быть только те, которые не могут двигаться или катастрофически размножаться в условиях механических напряжений, обусловленных полем. Ядра линейных и винтовых дислокаций могут быть видимы (рис. 13); подчас они декорируются атомами примесей <sup>32</sup>. Постепенное испарение полем позволяет проследить ход единичной дислокационной линии или же комплекса границы между зернами в глубь кристалла <sup>35</sup> на много сотен атомных слоев. Полосы скольжения <sup>14, 36</sup> могут быть получены прямо в приборе за счет натяжений в острие, когда пониженное электрическое поле включается при повышенной температуре (рис. 14). Рост видимых трещин усталости можно было вызвать добавкой переменной компоненты к электрическому напряжению, приложенному к острию, для того чтобы механическая нагрузка стала периодической <sup>37</sup>. Значительная разница между окончательной формой отжига без поля и окончательной формой испарения полем объекта-острия отмечалась ранее <sup>1</sup>. Перераспределение материала при отжиге использовалось в измерениях энергии активации для поверхностной миграции на иридию <sup>38</sup>.

Результаты излучения твердых растворов оказались в некоторой степени разочаровывающими, ибо, как выяснилось, растворы не образуют желаемого совершенства поверхности после испарения полем вследствие хаотического распределения локальных энергий связи <sup>33, 39, 40</sup>. Тем не менее, интересные исследования сегрегации примесей, радиационных нарушений, поведения при скольжении возможны. Для разбавленных растворов в случае систем, подобных сплаву никель — бериллий (один процент), возможно вникнуть в детали процесса распада. Более

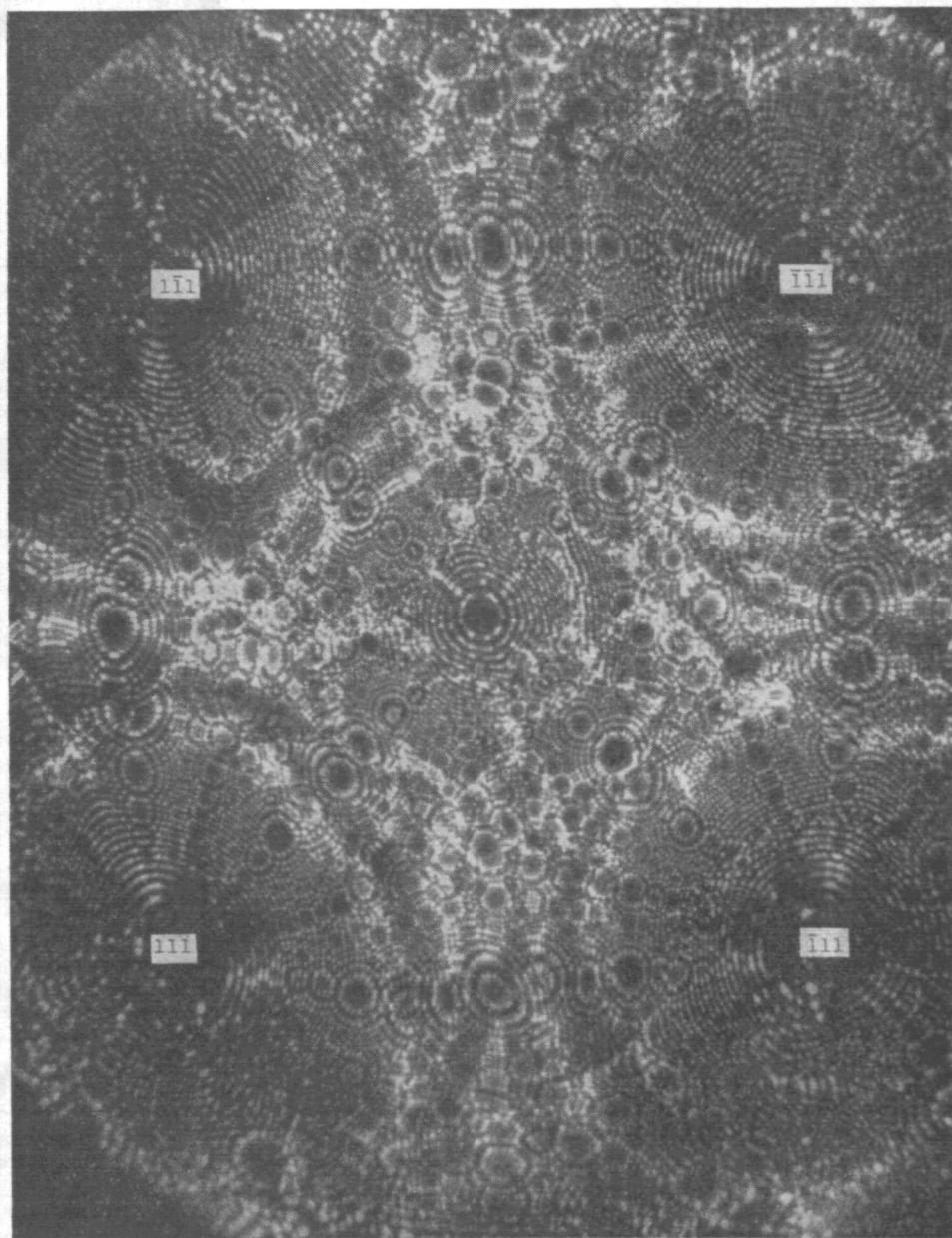


Рис. 14. Кристалл платины с полосами скольжения, концентрическими гранями {111}. Кристалл выдерживался в поле 200  $Мв/см$  при температуре 450° С. При этом имела место текучесть без разрушения.

благодарным делом является исследование упорядоченных сплавов, среди которых сплав платина (50 процентов) — кобальт наиболее удобен для изучения<sup>39, 41</sup>. Упорядочение и разупорядочение образца может проводиться как вне прибора, так и прямо в приборе. Поскольку направления перемежающихся слоев атомов платины и кобальта можно видеть, этот материал окажется крайне полезным для широкого класса будущих экспериментов, которые смогут способствовать прояснению таких разнообразных проблем, как влияние размеров атомов на испарение полем,

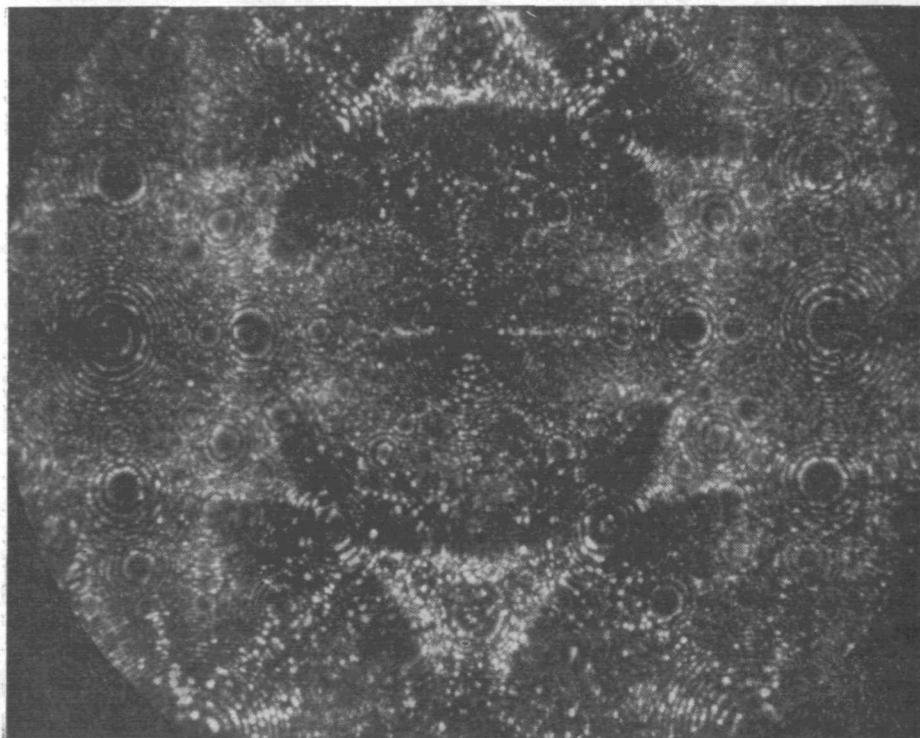


Рис. 15. Остриё из чистого железа, изображенное с помощью неона, после испарения полем, облегченного водородом.  
Радиус острия — примерно 2000 Å.

протяженность и направление сфокусированных соударений (при радиационных повреждениях) в слоистой среде, образование вакансий и локальных напряжений вследствие малых отклонений от стехиометрии, образование зародышей при упорядочении.

Большая часть выполненных до сих пор работ проведена на тугоплавких металлах, которые вследствие своей прочности наиболее легко противостоят механическим нагрузкам в поле. Теперь наступает время приложения методики автоионной микроскопии, включая новые усовершенствования, разработанные недавно в лаборатории автора (такие как усиление яркости, изображение с помощью неона, облегчение испарения полем и ионизации с использованием водорода) к обычным переходным металлам, из которых прежде всего привлекают внимание железо и сталь (рис. 15 и 16). Автоионная микроскопия тугоплавких металлов — в основном простая методика: с помощью небольшого коммерческого прибора студент в пределах 2-часовой лабораторной работы может наблюдать

атомную структуру вольфрама. Для более серьезных оригинальных работ с широкой вариацией образцов также едва ли необходимо особо сложное оборудование, за исключением, может быть, желательного обеспечения жидким водородом или гелием для охлаждения. Никакой высокой степени совершенства механических устройств, без которой нельзя обойтись в случае электронного микроскопа, здесь не требуется. Однако само проведение эксперимента становится делом чрезвычайно тонким, когда в качестве объекта используются нетугоплавкие металлы. Дальнейшие успехи

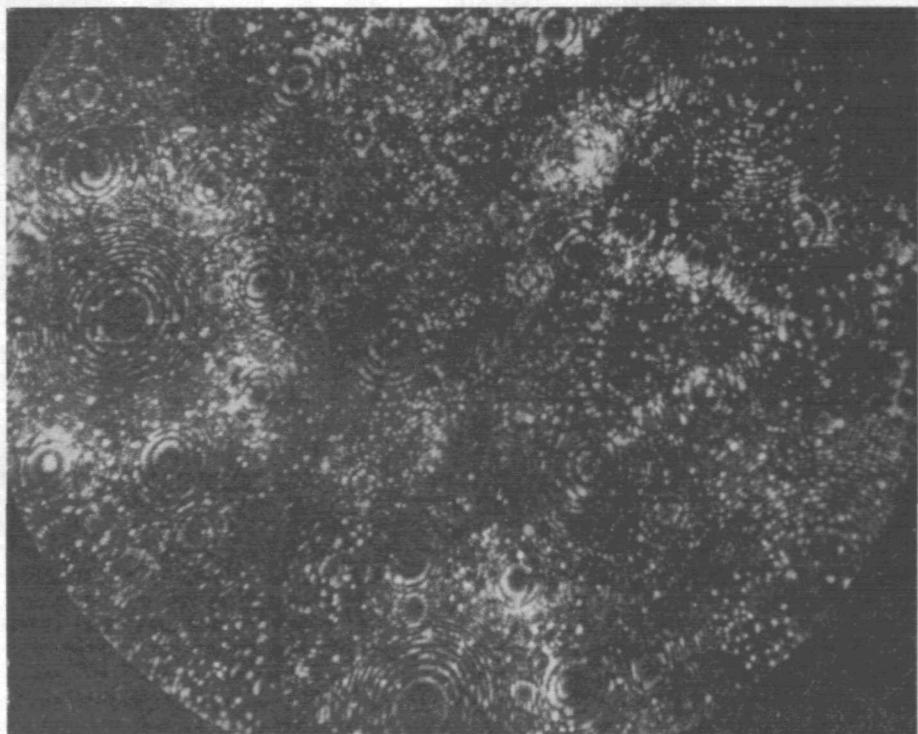


Рис. 16. Острий из высокоуглеродистой стали, закаленной от 900° С и отожженной прямо в приборе.

Изображение получено с помощью гелия после испарения полем, облегченного водородом. Между двумя границами зерен образовались линзовидные кристаллиты. Все три видимых кристаллита имеют объемноцентрированную кубическую решетку. Многочисленные отдельные яркие пятна могут соответствовать атомам железа, стабилизированным в выступающих положениях нижележащими атомами углерода.

в волнующей, граничащей с искусством, области автоионной микроскопии в меньшей степени будут зависеть от оборудования, скорее они будут определяться мастерством, опытностью, терпеливостью и изобретательностью, которые исследователь сможет мобилизовать при изготовлении объектов, проведении наблюдений и, наконец, при интерпретации изображений. По-видимому, дело обстоит так, что если неуловимые атомы все еще и скрываются от любопытных глаз поверхностного наблюдателя, то серьезного исследователя они вознаграждают тем, что сравнительно легко открываются ему сами.

## ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. E. W. Müller, *Advances in Electronics and Electron Physics*, New York, Academic Press, L. Marton, Ed., 1960, vol. 13, 83. См перевод этого обзора в УФН 77, 481, 1962 (прим. перев.).
2. Разработка методики автоионной микроскопии была проведена почти исключительно в Лаборатории полевой эмиссии (Field Emission Laboratory) Пенсильванского Государственного университета.
3. E. W. Müller, *Z. Physik* **106**, 541 (1937); R. H. Good, Jr., E. W. Müller, *Handbuch der Physik*, Berlin, Springer, S. Flügge, Ed., 1956 **21**, 176.
4. E. W. Müller, *Z. Physik* **131**, 136 (1951).
5. E. W. Müller, *K. B. hadur* **102**, 624 (1956).
6. R. Gomer, «*Field Emission and Field Ionization*», Cambridge, Harvard Univ. Press, 1961.
7. T. T. Tsong, E. W. Müller, *J. Chem. Phys.* **41**, 3279 (1964).
8. E. W. Müller, *Phys. Rev.* **102**, 618 (1956).
9. R. Gomer, L. W. Swanson, *J. Chem. Phys.* **38**, 1613 (1963).
10. E. W. Müller, *Surface Sci.* **2**, 484 (1964).
11. D. G. Brandon, *Surface Sci.* **3**, 1 (1965).
12. E. W. Müller, R. Thomasen (не опубликовано).
13. O. Nishikawa, E. W. Müller, *J. Appl. Phys.* **35**, 2806 (1964).
14. E. W. Müller, *Proc. Intern. Conf. Electron Microscopy*, 4th, Berlin, 1958 (1960) **1**, 820.
15. E. W. Müller, *Ann. Physik* **20**, 316 (1957).
16. E. W. Müller, R. D. Young, *J. Appl. Phys.* **32**, 2425 (1961).
17. L. B. Thomas, E. B. Schofield, *J. Chem. Phys.* **23**, 861 (1955), а также недавнее частное сообщение.
18. E. W. Müller, S. Nakamura, O. Nishikawa, S. B. McLane, *J. Appl. Phys.* **36**, 2496 (1965).
19. B. J. Wacławski, E. W. Müller, *J. Appl. Phys.* **32**, 1472 (1961).
20. D. G. Brandon, S. Ranganathan, D. S. Whitmell, *Brit. J. Appl. Phys.* **15**, 55 (1964).
21. M. von Ardenne, *Tabellen der Elektronenphysik*, I, Berlin, Deutscher Verlag, 1956, 581.
22. D. G. Brandon, частное сообщение.
23. S. B. McLane, E. W. Müller, O. Nishikawa, *Rev. Sci. Instr.* **35**, 1297 (1964).
24. S. Nakamura, E. W. Müller, *J. Appl. Phys.* **36**, 3634 (1965).
25. E. W. Müller, в сб. «*Structure and Properties of Thin Films*», New York, Wiley, C. A. Neugebauer, J. D. Newkirk, D. A. Vermilyea, Eds., 1959, 476.
26. J. F. Mulson, E. W. Müller, *J. Chem. Phys.* **38**, 2615 (1963).
27. G. Ehrlich, F. G. Hudda, *J. Chem. Phys.* **36**, 3233 (1962).
28. G. Ehrlich, *Advances in Catalysis* **14**, 255 (1963).
29. G. Ehrlich, F. G. Hudda, *Phil. Mag.* **8**, 1587 (1963).
30. E. W. Müller, *Z. Physik* **156**, 399 (1959).
31. E. W. Müller, *Proc. Intern. Symp. Reactivity Solids* 4th, Amsterdam, 1960 (1961), 682.
32. E. W. Müller, *Proc. Intern. Conf. Crystal Lattice Defects*, Kyoto, 1962; *J. Phys. Soc. Japan* **18**, Suppl. II, 1 (1963).
33. D. E. Brandon, M. Wald, M. J. Southon, B. Ralph, *J. Phys. Soc. Japan* **18**, Suppl. II, 324.
34. M. K. Sinha, E. W. Müller, *J. Appl. Phys.* **35**, 1256 (1964).
35. E. W. Müller, *Ann. Acad. Sci.* **101**, 585 (1963); D. G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan, M. S. Wald, *Acta Met.* **12**, 813 (1964).
36. E. W. Müller, *Acta Met.* **6**, 620 (1958).
37. E. W. Müller, W. T. Pimbley, J. F. Mulson, *Internal Stresses and Fatigue in Metals*, Amsterdam, Elsevier, Rassweiler and Grube, Eds., 1959, 189.
38. S. S. Brenner, *Surface Sci.* **2**, 496 (1964).
39. E. W. Müller, *Bull. Amer. Phys. Soc.* **7**, 27 (1962).
40. B. Ralph, D. G. Brandon, *Phil. Mag.* **8**, 919 (1963).
41. B. Ralph, D. G. Brandon, *Pros. Europlan Regional Conf. Electron Microscopy*, 3rd., Prague, 1964 (1964), I.

## ПОСЛЕСЛОВИЕ ПЕРЕВОДЧИКА

Предлагаемая читателю обзорная статья профессора Эрвина Мюллера — изобретателя автоионного микроскопа (ионного проектора) и ведущего исследователя в области изучения атомных структур с помощью этого прибора — является существенным дополнением к его большому обзору «*Автоионизация и автоионная микроскопия*»,

опубликованному в 1960 г. (Advanc. Electron. Electron. Phys. 13, 83 (1960)), также переведенному в УФН (УФН 77, 481, (1962)). При неизбежном, но минимальном повторении, касающемся принципа действия ионного проектора, данная статья отражает продвижение в области автоэмиссионной микроскопии за 1960—1964 гг. Развитие этой методики проявилось прежде всего в углублении понимания процесса изображения и анализа трактовки картин; в появлении новых технических приемов, принципиальным образом расширивших возможности метода, и, наконец, в новых применениях автоионной микроскопии, определивших и новые ее перспективы. Несмотря на попытку яркость обзора, Э. Мюллер внимательно обсуждает специфические особенности и за труднения методики, известные ему лучше, чем кому бы то ни было.

Молодая методика автоионной микроскопии развивается экспоненциально. В 1960 г. все работы с низкотемпературным ионным проектором принадлежали Э. Мюллера. В 1964 г. существовало уже несколько лабораторий, освоивших эту технику. В настоящий момент имеется по меньшей мере 16 научных коллективов, известных своими работами в этой области. За два последних года (1965—1966) число публикаций, касающихся автоионной микроскопии, возросло на 75% по отношению ко всей сумме статей на эту тему с 1956 по 1964 г. Общее число научных статей по этому вопросу уже превышает 150. Поэтому совсем недавнее обозрение уже несколько устарело. Чтобы как-то скомпенсировать это обстоятельство, мы приводим подробный дополнительный список литературы, включающий работы по автоионной микроскопии и автоионизации, выпущенные позже переведенного обзора, а также более ранние работы, не цитировавшиеся в обоих обзорах, напечатанных в УФН. Таким образом, списки литературы к указанным двум обзорам плюс данный дополнительный список представляют собой почти полную библиографию по автоионной микроскопии к началу 1967 г.

Построение списка тематическое: семь крупных разделов разбиты на подразделы, в пределах которых порядок расположения хронологический. Первый раздел (методические работы)<sup>1-22</sup> включает описание конструкций определенных моделей ионного проектора и некоторых связанных с ним устройств<sup>1-8</sup>; новых способов и методов, применяемых в работе с проектором<sup>9-14</sup>; исследований ряда новых материалов<sup>15-17</sup>, а также работы, посвященные анализу интерпретации изображений<sup>18-23</sup>. Второй раздел (физика металлов)<sup>24-42</sup> содержит подразделы: кристаллы и кристаллизация<sup>24-28</sup>, границы зерен<sup>29-31</sup>, исследование дефектов решетки<sup>32-34</sup> с особым выделением случая радиационных нарушений<sup>35-39</sup> и исследование сплавов<sup>40-42</sup>. Третий раздел (исследование поверхностных явлений)<sup>43-53</sup> включает изучение в ионном проекторе структуры поверхности<sup>43-45</sup>, явлений адсорбции и конденсации<sup>46-50</sup> и поверхностной диффузии<sup>51-53</sup>. Четвертый раздел (сочетание ионного режима с электронным)<sup>54-64</sup> содержит исследования, в которых автоэмиссионные измерения работы выхода и распределения электронов по энергиям проводятся на идеальных гранях с контролем их совершенства по ионной картине<sup>54-56</sup>. На таких гранях изучается адсорбция или автоэлектронные данные по адсорбции детализируются наблюдением ионных изображений<sup>57-61</sup>, или же в обоих режимах изучается форма кристаллов<sup>62-64</sup>. Две работы<sup>65-66</sup> представляют собой первые шаги по направлению к использованию ионного проектора для исследования биологических объектов. Шестой раздел перечисляет статьи, посвященные автоионизации<sup>67-75</sup>, ее теории<sup>67</sup>, экспериментальному изучению<sup>68-72</sup> и некоторым непрекоторным применением<sup>73-75</sup>. Наконец, последний раздел содержит список обзорных статей<sup>76-89</sup>. Большинство из них<sup>76,78,80,82-84,86,87</sup> откровенно отдают предпочтение металлофизическому аспекту применений ионного проектора; некоторые обзорные статьи<sup>85,86</sup> весьма популярны; обзор Эрлиха<sup>81</sup> посвящен адсорбции и только частично касается методики автоионной микроскопии.

Попытки как-либо подробнее комментировать такое большое количество работ вылились бы в написание самостоятельного обзора, что не входит в наши задачи.

В. Шредник

#### ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. W. T. Pimbley, R. M. Ball, Rev. Sci. Instr. 36, 225 (1965).
2. B. Ralph, M. J. Southon, J. Sci. Instr. 42, 543 (1965).
3. H. F. Ryan, J. W. Suiter, J. Sci. Instr. 42, 645 (1965).
4. Chem. Process. 11, 66 (1965).
5. M. J. Attardo, J. M. Galligan, J. Sadowsky, J. Sci. Instr. 43, 607 (1966).
6. H. M. Montague-Pollock, T. N. Rhodin, J. Sci. Instr. 43, 667 (1966).
7. K. M. Bowkett, B. Ralph, J. Sci. Instr. 43, 703 (1966).
8. D. G. Brandon, J. Sci. Instr. 43, 708 (1966).

9. А. П. Комар, В. Н. Шредник, ДАН СССР **144**, 541 (1962).
10. D. G. Brandon, J. Sci. Instr. **41**, 373 (1964).
11. E. W. Müller, O. Nishikawa, Rev. Sci. Instr. **36**, 556 (1965).
12. B. M. Гаврилюк, В. К. Медведев, ЖТФ **36**, 1721 (1966).
13. E. W. Müller, S. B. McLane, O. Nishikawa, Electron Microscopy, vol. I, Tokyo, Maruzen Co. Ltd., 1966, стр. 235.
14. S. Nakamigawa, Electron Microscopy 1966, vol. I, Tokyo, Maruzen Co. Ltd., 1966, стр. 243.
15. S. Nakamigawa, E. W. Müller, J. Appl. Phys. **36**, 2535 (1965).
16. O. Nishikawa, E. W. Müller, Bull. Amer. Phys. Soc. **10**, 592 (1966).
17. O. Nishikawa, E. W. Müller, Electron Microscopy, 1966, vol. I, Tokyo, Maruzen Co. Ltd., 1966, стр. 237.
18. D. G. Brandon, Phil. Mag. **7**, 1003 (1962).
19. B. Ralph, Electron Microscopy, 1964, vol. A, Prague, Publishing House of Czechoslov. Acad. of Sci., 1964, стр. 241.
20. S. Ranganathan, Electron Microscopy, vol. A, Prague, Publishing House of Czechoslov. Acad. of Sci., 1964, стр. 265.
21. S. Ranganathan, K. M. Bowkett, J. Hren, B. Ralph, Phil. Mag. **12**, 841 (1965).
22. D. G. Brandon, Phil. Mag. **13**, 1085 (1966).
23. B. Ralph, K. M. Bowkett, Phil. Mag. **13**, 1283 (1966).
24. A. J. Melmed, J. Chem. Phys. **38**, 607 (1963).
25. C. Baker, B. Ralph, Electron Microscopy, 1964, vol. A, Prague, Publishing House of Czechoslov. Acad. of Sci., 1964, стр. 325.
26. Р. И. Гарбер, Ж. И. Дранова, И. М. Михайловский, ФТТ **7**, 496 (1965).
27. Р. И. Гарбер, В. И. Афанасьев, Ж. И. Дранова, И. М. Михайловский, ЖЭТФ **50**, 520 (1966).
28. R. D. Rendulic, E. W. Müller, J. Appl. Phys. **37**, 2593 (1966).
29. S. Ranganathan, A. H. Cotterell, Electron Microscopy, 1964, vol. A, Prague, Publishing House of Czechoslov. Acad. of Sci., 1964, стр. 163.
30. H. F. Ryan, J. W. Sutte, Phil. Mag. **10**, 727 (1964).
31. H. F. Ryan, J. W. Sutte, Acta Met. **14**, 847 (1966).
32. D. G. Brandon, M. Wald, Phil. Mag. **6**, 1035 (1961).
33. D. G. Brandon, B. Ralph, M. J. Southon, M. Wald, Electron Microscopy Conf., Philadelphia, 1962, vol. 1, paper 1-17, p. 2.
34. C. A. Speicher, W. T. Pimbley, M. J. Attard, J. M. Galligan, S. S. Brenner, Phys. Letts **23**, 194 (1966).
35. K. M. Bowkett, J. Hren, B. Ralph, Electron Microscopy, 1964, vol. A, Prague, Publishing House of Czechoslov. Acad. of Sci., 1964, стр. 191.
36. K. M. Bowkett, L. T. Chadderton, H. Norden, B. Ralph, Phil. Mag. **11**, 651 (1966).
37. M. Attard, J. M. Galligan, Phys. Status Solidi **16**, 449 (1966).
38. M. A. Fortes, B. Ralph, Phil. Mag. **14**, 189 (1966).
39. M. J. Attard, J. M. Galligan, Phys. Rev. Letts **17**, 191 (1966).
40. E. K. Caspary, E. Krautz, Z. Naturforsch. **19a**, 591 (1964).
41. T. T. Tsong, E. W. Müller, Appl. Phys. Letts **9**, 7 (1966).
42. H. N. Southworth, B. Ralph, Phil. Mag. **14**, 383 (1966).
43. А. П. Комар, Ю. А. Селицкий, ДАН СССР **96**, 957 (1954).
44. J. R. Arthur, J. Phys. Chem. of Solids **25**, 583 (1964).
45. A. J. Melmed, Surface Sci. **5**, 359 (1966).
46. А. Г. Наумовец, Укр. физ. ж. **6**, 703 (1961).
47. T. Gurney, F. Hatchinson, R. D. Young, J. Chem. Phys. **42**, 3939 (1965).
48. R. D. Young, D. C. Shubert, J. Chem. Phys. **42**, 3943 (1965).
49. NBS Technical News Bulletin **49**, 166 (1965).
50. J. P. Jones, Nature **211**, 479 (1966).
51. D. W. Bassett, Proc. Roy. Soc. A **286**, 191 (1965).
52. G. Ehrlich, F. G. Hudda, J. Chem. Phys. **44**, 1039 (1966).
53. G. Ehrlich, J. Chem. Phys. **44**, 1050 (1966).
54. R. D. Young, E. W. Müller, J. Appl. Phys. **33**, 91 (1962).
55. A. G. J. van Oostrom, Phillips Research Reports **21**, Suppl. 1 (1966).
56. R. D. Young, H. E. Clark, Appl. Phys. Letts **9**, 265 (1966).
57. B. H. Шредник, ФТТ **3**, 1750 (1961).
58. T. H. George, P. M. Stier, J. Chem. Phys. **37**, 1935 (1962).
59. J. P. Jones, Proc. Roy. Soc. A **284**, 469 (1965).
60. R. D. Young, J. Appl. Phys. **36**, 2656 (1965).
61. E. Sugata, H. Kim, K. Kasagi, K. Izeki, S. Kobiyama, Electron Microscopy, 1966, vol. 1, Tokyo, Maruzen Co. Ltd., 1966, стр. 247.
62. А. П. Комар, Ю. Н. Таланин, Изв. АН СССР, сер. физич. **20**, 1137 (1956).

63. А. П. Комар, Ю. Н. Таланин, в сб. «Рост кристаллов», 1957, стр. 110.
64. В. А. Кузнецов, В. И. Макуха, Б. М. Царев, Физика металлов и металловедение 22, 281 (1966).
65. R. C. Abbott, Rev. Sci. Instr. 36, 1233 (1965).
66. R. C. Abbott, J. Chem. Phys. 43, 4533 (1965).
67. D. S. Boudreault, P. H. Cutler, Solid State Communications 3, 219 (1965).
68. T. C. Clements, E. W. Müller, J. Chem. Phys. 37, 2684 (1962).
69. M. J. Southon, D. G. Brandon, Phil. Mag. 8, 579 (1963).
70. A. J. Jason, R. P. Burns, M. G. Ingram, J. Chem. Phys. 43, 3762 (1965).
71. U. Feldman, R. Gomer, J. Appl. Phys. 37, 2380 (1966).
72. T. T. Tsong, E. W. Müller, J. Appl. Phys. 37, 3065 (1966).
73. W. Johnston, J. G. King, Rev. Sci. Instr. 37, 475 (1966).
74. R. O. Woods, J. B. Fenn, Rev. Sci. Instr. 37, 917 (1966).
75. C. M. Cross, A. J. B. Robertson, J. Sci. Instr. 43, 475 (1966).
76. A. H. Cotrell, J. Inst. Metals 90, 449 (1962).
77. Rev. gén. electron. 17, 66 (1963).
78. D. G. Brandon, Brit. J. Appl. Phys. 14, 8, 474 (1963).
79. E. W. Müller, Direct observation of imperfections in crystals (ed. J. B. Newkirk and J. H. Wernick), Interscience Publ., New York, 1962. (Имеется русский перевод в сб. «Прямое наблюдение несовершенств в кристаллах», М., «Металлургия» 1964, стр. 77.)
80. B. Ralph, D. G. Brandon, J. Roy. Microscop. Soc. 82, 179 (1964).
81. G. Ehrlich, Brit. J. Appl. Phys. 15, 349 (1964).
82. D. G. Brandon, Endeavour 23, 90 (1964).
83. H. F. Ryan, J. W. Sutier, J. Austr. Inst. Metals 10, 340 (1965).
84. S. Ranganathan, Current Sci. (India) 35, 6 (1966).
85. E. W. Müller, Phys. Teacher 4, 53 (1966).
86. B. Ralph, M. J. Southon, Sci. J. 2, 51 (1966).
87. A. H. Cotrell, Mém. Scient. Rev. metallurgie 63, 237 (1966).
88. Ясира Юдзи, Kinzoky Metals (япон.) 36, 73 (1966).
89. С. Накамура, Оёбуцури (япон.) 35, 365 (1966).

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ЛИТЕРАТУРА, ДОБАВЛЕННАЯ  
ПРИ КОРРЕКТУРЕ

90. C. A. Speicher, C. W. Wolff, W. T. Pimbley, J. Sci. Instr. 44, 167 (1967).
91. H. Norden, K. M. Bowkett, J. Sci. Instr. 44, 238 (1967).
92. W. Lenkow, J. Niklilborc, 3-rd Czechosl. Conf. Electron. and Vacuum, Phys. Trans. Prague, 1967. Prague, 1967, стр. 665.
93. E. D. Boyes, C. D. Elvin, J. Sci. Instr. 44, 223 (1967).
94. A. J. Melmed, R. Klein, J. Less Common Metals 10, 225 (1966).
95. Л. Н. Добрцов, М. В. Гомоюнова, Эмиссионная электроника, М., «Наука», 1966, стр. 482—484.
96. J. Hren, Acta Met. 13, 479 (1965).
97. S. Ranganathan, J. Appl. Phys. 37, 4346 (1966).
98. Р. И. Гарбер, И. М. Михайловский, Ж. И. Дранова, В. И. Афанасьев, Физика металлов и металловедение 23, 345 (1967).
99. R. Morgan, B. Ralph, Acta Met. 15, 341 (1967).
100. M. J. Attard, J. M. Calligan, Acta Met. 15, 395 (1967).
101. H. F. Ryan, J. Sutier, J. Less Common Metals 9, 258 (1965).
102. S. Ranganathan, J. Less Common Metals 10, 368 (1966).
103. J. M. Calligan, M. J. Attard, Phys. Rev. Letts 17, 1173 (1966).
104. S. Ranganathan, Phil. Mag. 14, 1309 (1966).
105. D. C. Brandon, Surf. Sci. 5, 437 (1966).
106. D. C. Brandon, Phil. Mag. 14, 803 (1966).
107. Discussions of the Faraday Society, № 41, The Role of the Adsorbed State in Heterogeneous Catalysis, 1966: C. Ehrlich — стр. 7—43; A. A. Holscher, W. M. H. Sachtler — стр. 29—42; Общая дискуссия — стр. 54—74.
108. E. Sugata, K. Izeki, J. Electron Microscopy 14, 189 (1965).
109. D. S. Boudreault, P. H. Cutler, Phys. Rev. 149, 170 (1966).
110. E. W. Müller, J. Appl. Phys. 37, 5001 (1966).