

**УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК**

621.385.833

**ВЫСОКОВОЛЬТНЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП \*)****В. Кослетт****1. ВВЕДЕНИЕ**

Вплоть до недавнего времени рабочее напряжение в технических электронных микроскопах составляло 40—100 кВ. Теперь оно внезапно подскочило до 1 МВ, и планируется создание приборов с напряжением 3 МВ, а может быть даже 5 МВ. Сразу же после второй мировой войны было построено несколько прототипов таких приборов с напряжением 300—400 кВ, причем основные характеристики одного из них были такие же, как у последних моделей; в серии сделанных на нем микрофотографий дрожжевых клеток<sup>1</sup> были получены убедительные доказательства проницаемости образцов больших размеров. Однако в то время было найти рынок сбыта для приборов, которые позволяли бы просматривать несколько более толстые образцы, но стоимость которых должна была расти по крайней мере пропорционально рабочему напряжению. Вместо этого биологи обратились к развитию способов приготовления срезов тканей, достаточно тонких для получения изображения с помощью обычного электронного микроскопа. Металлурги придерживались аналогичной линии и стремились усовершенствовать технику травления, чтобы получать достаточно тонкие металлические фольги.

Идея высоковольтного микроскопа была возрождена Дююи, спроектировавшим и построившим в Тулузе прибор с напряжением 1,5 МВ<sup>2</sup>. Первоначальной целью было изучение с помощью электронного микроскопа биологического материала в жидком состоянии (и, по возможности, живого). Примерно в то же время в некоторых японских лабораториях начали пробовать применять микроскопы с напряжением до 350 кВ, главным образом в металлургических исследованиях. Именно такое использование высоковольтных микроскопов сразу оказалось плодотворным и технологически важным. На этом основании и вопреки четким теоретическим предсказаниям о том, что с ростом рабочего напряжения эффективная проницаемость должна увеличиваться медленнее, чем напряжение, в Японии вскоре появились микроскопы на 500 и 650 кВ, а в 1966—1967 гг. путем конкуренции между двумя основными фирмами, производящими микроскопы, потолок был поднят до 1 МВ.

Тем временем Кавендишская лаборатория, опираясь на помощь фонда «Пол инструмент» Королевского общества построила микроскоп, максимально приспособленный к различным исследованиям с напряжением в интервале 75—750 кВ<sup>3</sup>. Он оказался настолько полезным при

---

\*) V. E. Cosslett, The High-Voltage Electron Microscope, Contemp. Phys. 9(4), 333 (1968). Перевод В. А. Кузьмина.

исследовании металлов, что после этого на его основе была сконструирована модель с напряжением 1 Мэ. В 1969 г. лабораториями Великобритании будут получены три экземпляра такой модели. В США компания РКА недавно закончила постройку своего первого микроскопа на 1 Мэ, который более похож на микроскоп Кавендишской лаборатории, чем на японский, и установила его в исследовательских лабораториях «Юнайтед Стейтс стил корпорейшн» в Питтсбурге.

В настоящей статье не предполагается описывать каждый из этих приборов в деталях. Мы намереваемся обрисовать в общих чертах преимущества работы при высоких напряжениях, имея в виду проникаемость образца и разрешающую способность и уделяя особое внимание физическим принципам. После обсуждения проблем проектирования и основных характеристик существующих высоковольтных микроскопов будут описаны наиболее важные конкретные случаи их применения.

## II. ФИЗИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОБРАЗОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННООПТИЧЕСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ПРИ ВЫСОКИХ НАПРЯЖЕНИЯХ

Электронный пучок, проходя через образец, испытывает различные взаимодействия с атомами образца. Электроны рассеиваются как упруго (т. е. без потерь энергии) под значительными углами к первоначальному направлению, так и неупруго с заметными потерями энергии (десятки электрон-вольт на столкновение), но на много меньшие углы, а также когерентно дифрагируют, опять-таки на малые углы (меньше  $1^\circ$ ). Этот расходящийся пучок, выходящий из образца, фокусируется с помощью линз объектива и образует промежуточное изображение, которое искажено аберрациями различного типа, присущими электронным линзам. Разрешение изображения определяется в основном сферической аберрацией до тех пор, пока образец остается тонким по сравнению со средним свободным пробегом для неупругого рассеяния. Однако представляющий практический интерес образец обычно настолько толст, что потери энергии в них заметны, и тогда предел разрешения накладывается хроматической аберрацией.

С другой стороны, проникаемость образца, или его наибольшая полезная толщина, ограничивается главным образом упругим рассеянием, определяющим долю электронного пучка, собираемую апертурной диафрагмой объектива после прохождения пучка через образец. Таким образом, эффективная проникаемость связывается с яркостью изображения или контрастностью, обычно при постоянном увеличении. Так как величина и характер рассеяния электронов различаются в зависимости от того, является ли образец аморфным, поликристаллическим или монокристаллическим, то эффективная проникаемость и ее изменение с энергией пучка зависят от типа образца.

### 1. Разрешающая способность

Максимальная разрешающая способность  $\delta_r$  электронного микроскопа в случае идеально тонкого высококонтрастного образца ограничивается, с одной стороны, сферической аберрацией, а с другой — дифракцией. Первый из этих эффектов зависит от апертурного угла линз объектива  $\alpha$  как  $\alpha^3$ , второй — как  $\alpha^{-1}$ . Считая оптимальным то значение апертурного угла  $\alpha_0$ , при котором одинаково размытие изображения вследствие обоих эффектов, получим, что максимальная разрешающая способность определяется формулой

$$\delta_r = AC_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad (1)$$

при

$$\alpha_0 = B\lambda^{1/4} C_s^{1/4}, \quad (2)$$

где  $C_s$  — коэффициент сферической аберрации объектива, по порядку величины совпадающий с фокусным расстоянием, а  $\lambda$  — длина волны электронов в пучке. Значения множителей  $A$  и  $B$  получаются различными в зависимости от предположений относительно условий мысленного эксперимента, при которых значение  $C_s$  получается как минимальное расстояние между двумя темными точками предмета, когда их изображения еще можно различать как отдельные. При наиболее благоприятных предположениях  $A = 0,43$  и  $B = 1,41$ .

Зависимость  $\delta_\tau$  от энергии пучка также определяется экспериментальными условиями. Приложенное напряжение  $V_0$  (в эв) связано с  $\lambda$  (всюду в этой статье длины волн выражаются в ангстремах, а не в единицах  $10^{-7}$  см) следующим образом:

$$\lambda = 12,26V_0(1 \pm 0,98V_0 \cdot 10^{-6})^{-1/2};$$

поэтому можно написать

$$\lambda = 12,26V_r^{-1/2}, \quad (3)$$

где  $V_r$  называется релятивистски исправленным напряжением. Если предположить, что  $C_s$  можно поддерживать постоянным при увеличении напряжения, то согласно уравнению (1)  $\delta_\tau \sim V_r^{-3/8}$ . Однако при этом нужно было бы увеличивать пропорционально  $V_r$  магнитную индукцию  $B_0$  в объективе, чтобы сохранить постоянным фокусное расстояние. Так как в нормальном объективе при 100 кэВ индукция уже близка к максимальной  $B_0$ , это условие в настоящее время недостижимо, хотя и может стать выполнимым с усовершенствованием сверхпроводящих линз.

Более реально поддерживать  $B_0$  постоянным при любых напряжениях, чтобы  $f_0$  увеличивалось с ростом напряжения. В этом случае  $\delta_\tau \sim V_r^{-1/4}$ . В лучшей линзе объектива, сконструированной Раской<sup>4</sup>, при  $B_0 = 20$  кэс ( $2$  вб/м<sup>2</sup>) максимальная разрешающая способность изменяется (в этих условиях) примерно от  $1,8$  Å при 100 кэВ до  $0,9$  Å при 1 МэВ, а если можно было бы увеличить  $B_0$  до 45 кэс ( $4,5$  вб/м<sup>2</sup>), то до  $0,75$  Å при 1 МэВ. Из-за возрастающих технических трудностей при работе с высокими напряжениями, а также, что более важно, вследствие значительного уменьшения контрастности изображения, Раска считает нецелесообразным использование очень высоких напряжений для достижения разрешающей способности порядка атомных размеров. Однако ясно, что значений порядка  $1$  Å можно достичь уже при 300–400 кэВ. Поэтому скорее всего микроскопы с очень высокой разрешающей способностью должны быть рассчитаны именно на такие напряжения, хотя сам Раска выбрал в своем теперешнем проекте несколько более низкое значение.

## 2. Потери энергии и практическое разрешение

Достигаемое на практике разрешение изображения почти всегда ограничивается хроматической аберрацией, из-за которой возникает по меньшей мере размытие с радиусом круга

$$\delta_c = C_c \alpha \Delta V / V_0, \quad (4)$$

где  $\Delta V$  — средняя потеря энергии электронами (в эв) при прохождении через образец, а  $C_c$  — постоянная хроматической aberrации объектива. Предполагается, что источник высокого напряжения достаточно хорошо стабилизирован, чтобы уменьшить отклонение  $\Delta V_0$  относительно  $V_0$  до значения, при котором возникающее за счет этого значение  $\delta_c$  было бы меньше  $\delta_t$ , определяемого уравнением (1), и что аналогичным образом стабилизирован источник тока, обеспечивающего возбуждение катушек линз объектива, поэтому  $f_0$  (и, следовательно,  $C_c$ ) можно считать практически постоянным.

Средняя потеря энергии в образце на единицу толщины и ее зависимость от  $V_0$  хорошо известны из эксперимента либо достаточно точно для тонких пленок, используемых в электронной микроскопии, из формулы Бете для потерь энергии

$$-dE/dt = 7,85 \cdot 10^4 (Z\rho/EA) \ln(2E/J) \quad (\text{кэв/см})$$

(рис. 1); здесь  $J$  — средний ионизационный потенциал элемента, на котором происходит рассеяние,  $\rho$  — плотность материала,  $Z$  и  $A$  — атомный номер и атомный вес. Например,

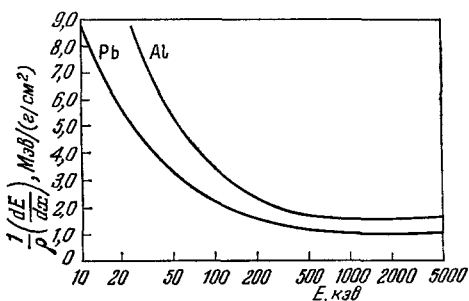


Рис. 1. Потери энергии на единицу пути (в г/см²) в зависимости от энергии электрона.

в алюминии при 100 кэв потери энергии составляют около 100 эв в пленке толщиной 1000 Å и лишь немного меньше в углероде. Слой толщиной 10 Å приводит к потере 1 эв и хроматической aberrации около 1 Å даже с наилучшими линзами объектива ( $C_c \alpha_0 = 10^{-3} \text{ см}$ ). Отсюда следует, что для всех образцов, кроме специально подобранных контрольных образцов, достижимое разрешение определяется уравнением (4), а не уравнением (1). Углеродная или алюми-

ниевая пленка толщиной 1000 Å допускает разрешение не лучше чем 100 Å при 100 кэв, если использовать оптимальную апертуру, определяемую уравнением (2). Таким образом, в электронном микроскопе обычного типа практическое разрешение бывает порядка одной десятой от толщины образца для элементов с малым атомным номером<sup>5</sup>. Для пленок толщиной в несколько свободных пробегов для неупругого рассеяния мы должны брать  $\Delta V$  равным разбросу энергий электронов в пучке, образующем изображение, но в действительности это не очень отличается от средней потери энергии, определяемой формулой Бете.

Однако ситуация радикально изменяется при увеличении энергии пучка. Потери энергии на единицу пути в см (или на единицу пути в г/см², как на рис. 1) сначала быстро падают, а затем медленно убывают и достигают минимального значения между 1 и 2 Мэв, т. е.  $\Delta V$  уменьшается при возрастании  $V_0$ . Для образца заданной толщины отношение  $\Delta V/V_0$  при 1 Мэв меньше в 25 раз, чем при 100 кэв. Поскольку  $\alpha_0$  уменьшается примерно на столько же, на сколько  $C_c$  увеличивается, постольку в объективе с фиксированной магнитной индукцией хроматическая aberrация (уравнение (4)) уменьшается на тот же множитель: для алюминиевой пленки толщиной 1000 Å она равняется 4 Å вместо 100 Å, составляя теперь 1/250 долю толщины. Именно этим быстрым улучшением резкости изображения объясняется неожиданная четкость микрофотографий относи-

тельно тонких образцов, сделанных при высоких напряжениях. С другой стороны, та же самая хроматическая aberrация теперь получается для образца, который в 25 раз толще (2,5 мкм), если интенсивность пучка достаточна для образования изображения сквозь такой толстый образец. Кривые 1 и 2 на рис. 2 показывают увеличение с ростом напряжения толщины образца, дающей постоянное разрешение  $\delta_c = 40$  и  $100 \text{ \AA}$  для углерода при апертуре  $5 \cdot 10^{-3}$ .

В действительности положение даже еще лучше, так как мы выбрали апертуру равной  $\alpha_0$ , т. е. компромиссной между требованиями, налагаемыми сферической aberrацией и дифракцией. Теперь же оптимум нужно находить, приравнявая эффекты хроматической aberrации и дифракции. Оказывается, что в таком новом значении  $\alpha'$  учитывается толщина образца, а также  $C_c$  и  $\lambda$  (или  $V_0$ ). Для толщины порядка 1 мкм оно по порядку величины меньше  $\alpha_0$ . Другими словами, для относительно толстых пленок, чтобы улучшить разрешение и контрастность изображения при высоких напряжениях, приходится диафрагмировать линзу объектива (обычная причина уменьшения апертуры). Однако теоретически оцениваемый выигрыш недостижим вследствие низкой яркости изображения: уменьшение  $\alpha_0$  в десять раз понижает яркость изображения в 100 раз. Большей частью это можно исправить, применяя усилитель изображения.

Используемые здесь данные о величине потерь энергии относятся к аморфным или поликристаллическим образцам. В монокристалле потери много меньше из-за эффекта аномальной проницаемости («каналирования»), обсуждаемого ниже. Единственные имеющиеся в настоящее время надежные экспериментальные результаты для монокристалла (окись магния) в условиях электронной микроскопии показывают, что при 500 кВ потери составляют примерно 0,4—0,5 от предсказываемых формулой Бете<sup>7</sup>. Это значение, вероятно, должно зависеть от ориентации и типа кристаллической решетки. Соответственно малая хроматическая aberrация особенно хорошо видна на темнопольных изображениях кристаллических образцов, которые при высоких напряжениях обычно так же отчетливы, как и светопольные (см. ниже рис. 8, а — б).

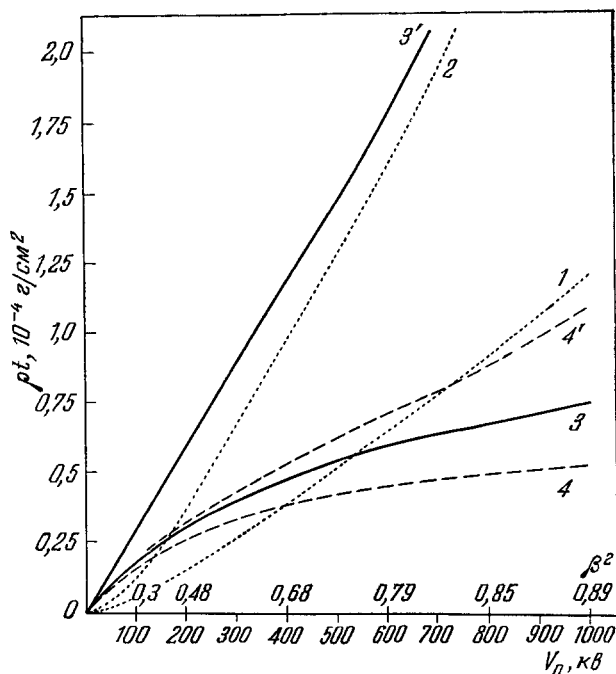


Рис. 2.

1 — толщина (в г/см²) углеродной пленки ( $\rho t$ ), вызывающей хроматическую aberrацию  $\delta_c = 8 \text{ \AA}$  при  $\alpha = 10^{-3}$  (или  $\delta_c = 40 \text{ \AA}$  при  $\alpha = 5 \cdot 10^{-3}$ ) в зависимости от напряжения  $V_0$ , ускоряющего электронный пучок, для линзы с  $C_c = 4 \text{ мм}$ ; 2 — то же самое для  $\delta_c = 100 \text{ \AA}$  при  $\alpha = 5 \cdot 10^{-3}$  (или  $\delta_c = 20 \text{ \AA}$  при  $\alpha = 10^{-3}$ ) и  $C_c = 4 \text{ мм}$ ; 3, 3' — толщина пленки углерода заданной проницаемости  $e^{-2}$  как функция  $V_0$  (и  $\beta^2$ ) для  $\alpha = 10^{-3}$  (3) и  $\alpha = 5 \cdot 10^{-3}$  (3') (по 6); 4, 4' — то же самое для золотой пленки 6.

### 3. П р о н и ц а е м о с т ь

Если пучок электронов с интенсивностью  $I_0$  падает на аморфный образец толщиной  $t$ , то интенсивность  $I$ , собранная апертурой в задней фокальной плоскости объектива, определяется обычным законом поглощения:

$$I/I_0 = e^{-\mu t}. \quad (5)$$

Коэффициент поглощения  $\mu$  связан с полным сечением рассеяния электронов  $\sigma_\tau$  на атомах, из которых состоит образец. Если  $t$  меньше среднего свободного пробега, то  $\mu = N\rho\sigma_\tau/A$ , где  $N$  — число Авогадро,  $\rho$  — плотность и  $A$  — атомный вес образца. Для экспериментальных целей обычно определяют сечение в расчете на толщину в  $\text{г/см}^2$ . Поэтому  $S_\tau = N\sigma_\tau/A$ , и уравнение (5) принимает вид

$$I/I_0 = e^{-S_\tau \rho t}. \quad (6)$$

$S_\tau$  (и  $\sigma_\tau$ ) нужно связывать с рассеянием за пределы исчезающе малой апертуры; для конечной, хотя и малой, угловой апертуры  $\alpha$ , как в случае электронной микроскопии, нужно использовать обозначения  $S_t$  и  $\sigma_t$ . Эти величины дают вероятность рассеяния вне угла  $\alpha$  слоем единичной толщины (в  $\text{г/см}^2$ ) и единичным атомом, тогда как уравнение (6) определяет долю падающего пучка, остающуюся внутри этого апертурного угла. Здесь нет необходимости различать упруго и неупруго рассеянные компоненты.

Для обычной модели атома с экспоненциально экранированным кулоновским потенциалом можно найти, что  $S_\tau$  обратно пропорционально квадрату скорости  $v$  падающих электронов<sup>7, 8</sup>. Обозначая  $\beta = v/c$ , где  $c$  — скорость света, получим

$$S_\tau \sim \beta^{-2}. \quad (7)$$

Таким образом, для толщины  $t(I)$ , соответствующей данной частичной проницаемости  $I/I_0$ , имеем

$$t(I) \sim \beta^2.$$

Поскольку  $v$  асимптотически приближается к  $c$  при увеличении ускоряющего напряжения,  $t(I)$  будет приближаться при очень высоких напряжениях к предельному значению. На рис. 2 для углерода (3) и золота (4) показано увеличение  $t$  с ростом  $V_0$  и  $\beta^2$  при постоянной яркости  $I/I_0 = e^{-2}$ , которая, грубо говоря, является пределом, до которого хорошо выполняется уравнение (6). Для больших относительных толщин нужно следовать теории множественного рассеяния, которая предсказывает большую проницаемость, чем при учете только однократного рассеяния. Кривые 3 и 4 получены для случая  $\alpha = 10^{-3}$ , а не для исчезающе малой апертуры, поэтому они лежат несколько выше кривой  $\beta^2$ .

Когда используется апертура объектива значительных размеров ( $5 \cdot 10^{-3}$ ), в выражении для массового сечения  $S_t$  появляются дополнительные члены, содержащие  $\alpha$ . Влияние этих членов зависит от относительной величины упругого и неупругого рассеяния в образце, т. е. от его атомного номера и  $V_0$ . В результате для всех элементов проницаемость увеличивается при очень высоких напряжениях, а зависимость  $t(I)$  от  $V_0$  становится более близкой к линейной, причем для углерода эффект сильнее, чем для золота, как видно из рис. 2<sup>7</sup>. Предельная толщина при 1 Мэ примерно в 10 раз больше, чем при 100 кэ, для углерода, и примерно в шесть раз больше в случае золота. Точная форма кривой зависит от принятой модели атома, а также от  $\alpha$  и особенно от принятого значения

эффективного радиуса атома, однако общая тенденция всегда одна и та же. Недавно это было подтверждено экспериментами с углеродными и золотыми пленками при напряжениях вплоть до 700 кВ и с апертурами  $10^{-3}$  и  $5 \cdot 10^{-3}$  <sup>9</sup>. То, каким образом кривые для  $\delta_c$  и  $t(I)$  пересекаются на рис. 2, проясняет роль двух ограничений на полезную толщину образца, связанных с хроматической aberrацией и видностью изображения. В случае углерода, например, если используется апертура  $10^{-3}$  и в качестве наихудшего допустимого разрешения берется 8 Å (кривая 1), хроматическая aberrация устанавливает предел вплоть до напряжения, при котором кривая 1 пересекает соответствующую кривую 3 заданной проникаемости ( $I/I_0$ ), в предположении, что минимальная проникаемость, дающая еще фокусируемое изображение, равна  $e^{-2}$ . При дальнейшем повышении напряжения просматриваемая толщина образца определяется кривой 3 и увеличивается лишь немного. Но даже этот рост может быть недостижим, если освещенность не адекватна большему увеличению, которое приходится использовать для фиксации лучше разрешаемых деталей <sup>10</sup>.

Очевидно, имеет смысл использовать большие апертуры (например,  $5 \cdot 10^{-3}$ ), если можно допустить вытекающее из этого более посредственное разрешение (40 Å), поскольку соответствующая кривая проникаемости 3 лежит всегда над кривой 1, так что теперь именно кривая 1 ограничивает полезную толщину при всех напряжениях. Если можно принять очень грубое разрешение (100 Å), то кривая  $\delta_c$  (2) все еще не пересекает 3 и можно получать изображения очень толстых образцов. Ясно также, что представляло бы интерес найти способы работы при низких значениях  $I/I_0$ , равных, скажем,  $e^{-4}$  (2%) или даже  $e^{-5}$ . Этого, видимо, можно добиться путем либо увеличения  $I_0$  с помощью более интенсивной электронной пушки, либо уменьшения приемлемого значения  $I_c$  с использованием усилителя изображения. Тогда обе кривые 3 и 3' и точки пересечения с кривыми 1 и 2 заметно поднимаются. Конечно, на пути практической реализации этих идей существует ряд ограничений. Нить накала сгорает, если заставить ее светиться слишком ярко. С другой стороны, при низких интенсивностях в изображении сказываются квантовый «шум», а хроматическая aberrация возрастает, если увеличивается апертура. Но, комбинируя эти три фактора, можно получить заметно большее возрастание просматриваемой толщины образца при очень высоких напряжениях, чем следует из закона  $\beta^2$ .

Сделанные выше заключения справедливы для аморфных и поликристаллических образцов. В случае монокристалла вид соотношений сохраняется, но при более высокой проникаемости для данной толщины. Электроны, рассматриваемые как частицы, каналируются сквозь решетку в одних направлениях легче, чем в других, и много легче, чем через случайный ансамбль атомов. В волновой теории проблема рассматривается более точно, но выводы получаются во многом такие же. По направлению брэгговского отражения, а также вблизи этого направления электронная волна распространяется легко, что приводит к так называемой аномальной проникаемости. В действительности трудно адекватно учесть известное ослабление волн — в совершенном кристалле при абсолютном нуле они должны распространяться беспрепятственно. Но имеют место по крайней мере два эффекта: коллективное взаимодействие электронного «моря» в металле с падающей волной (плазменный резонанс с потерей энергии) и возмущение вследствие колебаний атомов около своих положений равновесия (тепловое диффузное рассеяние). При двухпучковой трактовке, с учетом только падающего и дифрагированного пучков, вводится коэффициент поглощения  $\mu_g$  для каждого направления решетки

по отношению к падающему пучку<sup>11-13</sup>, чтобы получить согласие с экспоненциальным законом поглощения (уравнение (5)).

В настоящее время продолжается спор об обосновании такой эмпирической теории, особенно об относительной важности плазменных потерь и теплового диффузного рассеяния, однако можно выдвинуть правдоподобные основания для значений  $\mu_g$ , необходимых для того, чтобы удовлетворить экспериментальным фактам. Обширные данные имеются только для алюминия, в котором согласно Хашимото<sup>13</sup> средний коэффициент поглощения  $\mu_0$  (усредненный по всем направлениям) примерно

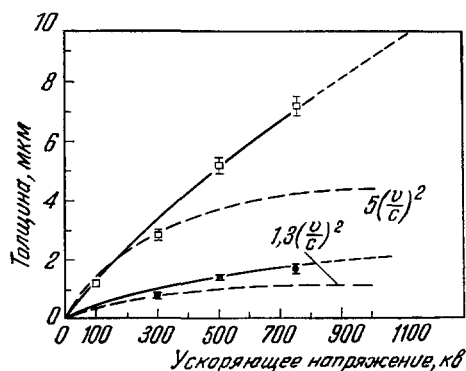


Рис. 3. Предельные толщины пленок из кремния (□) и нержавеющей стали (●) как функции ускоряющего напряжения, определенные по разрешению края дефекта кристаллической структуры<sup>15</sup>.

дает зависимость от  $\beta^2$ , благодаря чему при очень малой апертуре  $t$  ( $I$ ) увеличивается в 2,4 раза между 100 и 500 кВ и в три раза между 100 кВ и 1 МВ. Результаты Хашимото<sup>13</sup> согласуются с этим предсказанием относительно  $\mu_0^{-1}$ , но указывают на несколько более быстрое увеличение  $\mu_g^{-1}$ , так же как и недавние результаты Томаса<sup>15</sup> для кремния и нержавеющей стали, приведенные на рис. 3. С другой стороны. Уеда и Нонояма<sup>16</sup> показали, что данные по дисульфиду молибдена хорошо описываются кривой  $\beta^2$ . Нужно добавить, что согласно развитой Хови<sup>17</sup> теории с учетом кратных пучков проникаемость при высоких напряжениях может быть заметно больше, особенно для элементов с большим атомным номером, таких, как золото. В настоящее время в пользу этого нет никаких экспериментальных данных, и вполне может быть, что пучки более высокого порядка невозможно использовать для образования изображения в нормальных условиях электронной микроскопии.

#### 4. Радиационное повреждение

Энергия, передаваемая образцу электронным пучком, выделяется частично в виде рентгеновских лучей, но главным образом в виде тепла. Уменьшение потерь энергии с ростом напряжения в образце заданной толщины означает, что этот эффект при 1 МВ меньше в 2—2,5 раза, чем при 100 кВ (см. рис. 4). В результате этого чувствительные образцы, такие, как полимеры, в высоковольтном микроскопе можно наблюдать в течение более длительного времени, прежде чем произойдет их разрушение. Для того чтобы установить это, Кобаяши и Сакаоку<sup>18</sup> провели обширные исследования. При этом они обнаружили, что существует оптимальное

на 30% меньше, чем для высокополикристаллических образцов, и почти не зависит от апертуры. Значения  $\mu_g$  для ориентации (111) составляли от  $0,2 \mu_0$  до  $0,4 \mu_0$  при 100 кВ, в зависимости от апертуры, давая, таким образом, выигрыш в проникаемости в 5—2,5 раза при фиксированном значении  $I/I_0$ . По-видимому, никаких детальных вычислений зависимости проникаемости от апертуры, связанной с плазменным резонансом и тепловым диффузным рассеянием, к настоящему времени еще не было сделано, чтобы их можно было сравнить с этими значениями (см., однако, <sup>14</sup>).

Для изменения с энергией пучка теория двух пучков опять-таки



значение напряжения, составляющее около 500 кВ. Возможно, что выше этого значения небольшое дальнейшее уменьшение потерь энергии (см. рис. 1) более чем компенсируется уменьшением чувствительности экрана и фотопластинки. Возрастает также вероятность передачи отдельному атому энергии, достаточной для разрыва связи. Из макроскопических экспериментов известно, что в металлах атомы таким образом могут быть удалены из решетки. В меди пороговая энергия для образования вакансий при бомбардировке электронами составляет около 500 кВ, а в алюминии около 250 кВ, поэтому можно наблюдать радиационное повреждение такого типа непосредственно в микроскопе.

Однако при наблюдении биологических образцов радиационное повреждение ставит серьезные проблемы. Ток пучка в 1 мкА при напряжении 1 МВ имеет мощность всего 1 Вт, но, будучи сконцентрирован в пятне диаметром 5 мкм, приводит к нагрузке в 5 МВт/см<sup>2</sup>. В металлическом образце повышение температуры мало, если обеспечен хороший отвод тепла к среде; в металле в любом случае поглощается только часть этой энергии. В плохих проводниках и особенно в биологических образцах может произойти заметное повышение температуры, если не ограничить ток пучка. Эта трудность частично преодолевается при использовании электроннооптического усилителя изображения, так как в этом случае можно работать с гораздо меньшими нагрузками на образец.

Еще большую опасность представляет радиационное повреждение при попытках наблюдать клетки в их естественной среде. В жидкой среде ионизация играет большую роль, не говоря уже о рентгеновском излучении, производимом в окружающей клетку среде. Данные макроскопических экспериментов свидетельствуют о том, что летальная для клеточной популяции в целом доза облучения достигается за значительно более короткое время, чем время, необходимое для фокусирования пучка и фотографирования образца в электронном микроскопе.

### III. КОНСТРУКЦИЯ ВЫСОКОВОЛЬТНЫХ МИКРОСКОПОВ

Высоковольтный микроскоп отличается от обычной модели с напряжением 100 кВ главным образом дополнительной сложностью высоковольтного питания и заменой электронной пушки многоступенчатым ускорителем. Сам по себе электронный микроскоп представляет собой просто увеличенный вариант стандартного прибора, так что электроннооптическая система в принципе совпадает с обычной и состоит из двухконденсорной системы, объектива и двух (иногда трех) проекционных линз (рис. 4). В тулузской и кавендишской установках микроскоп расположен в отдельной комнате под

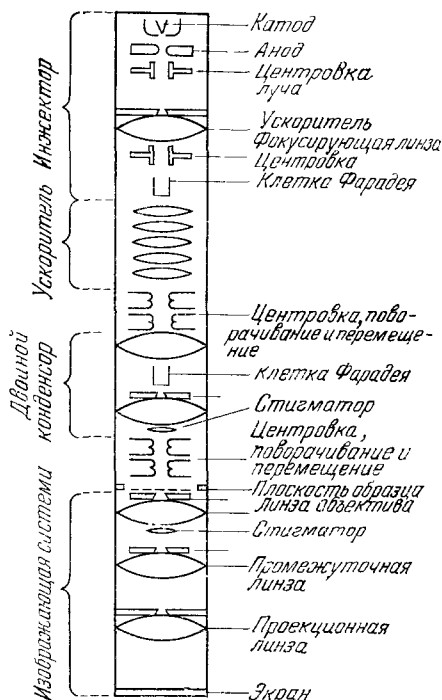


Рис. 4. Электроннооптические элементы высоковольтного электронного микроскопа на 750 кВ.

помещением генератора высокого напряжения. Если ускоритель помещен в бак, наполненный газом под давлением, то все это устройство и генератор (если он отдельный) монтируются на стальной раме, окружающей колонну микроскопа и рабочий стол.

## 1. В ы с о к о в о л ь т н ы й    и с т о ч н и к

Почти во всех изготовленных до сих пор высоковольтных микроскопах источники высокого напряжения были в принципе те же самые, что и в микроскопах на 100 кэ, а именно выпрямитель-конденсор Кокрофта — Уолтона для умножения напряжения и система обратной связи для регулировки выходного напряжения. Установка должна быть теперь больше, и чтобы сохранить ее достаточно компактной, обычно работают с входной частотой в несколько кГц вместо частоты сети. Используется двойная система обратной связи, быстрая — для пульсаций и медленная — для дрейфа. В тулузской и кавендишской установках изолятором служит воздух, поэтому для них нужны большие помещения, хорошо экранированные от соседних лабораторий. То же самое относится к микроскопу компании «Юнайтед Стейтс стил». Однако в настоящее время существует тенденция помещать генератор в бак, наполненный газом под давлением. С выхода генератора питание с помощью кабеля (Шимадзу) подается на ускоритель, находящийся во втором баке, благодаря чему экономится пространство и меньше приходится работать поблизости к генератору<sup>19</sup>. Последний шаг был сделан фирмами «Джапан электрон оптикс» и «Хита-чи», которые поместили генератор и ускоритель в один и тот же бак и при этом смогли преодолеть трудности, связанные с необходимостью экранирования их друг от друга для достижения на выходе требуемой стабильности 10<sup>-5</sup> 20, 21.

Установки с воздушной изоляцией обладают тем преимуществом, что легко доступны для обслуживания, замены катодов или батарей и устранения неисправностей. Закрытые установки более компактны и легче устанавливаются, но они имеют почти одинаковые размеры как по ширине, так и по высоте (по крайней мере 8 м<sup>3</sup>, включая объем самого микроскопа), так как необходимо принять меры предосторожности для удаления помех при обслуживании и поисках неисправностей. Они также несколько более дороги.

Хотя генераторы Ван-де-Граафа время от времени рассматриваются как удобные источники высокого напряжения, единственная попытка использовать такой генератор в электронном микроскопе, предпринятая японской фирмой, окончилась неудачей, так как не удалось достичь достаточно высокой стабильности. Эти генераторы привлекательны своей простотой и дешевизной, поэтому по крайней мере в двух лабораториях продолжают эксперименты по поискам подходящей системы сглаживания и устранению механической вибрации. Если в будущем для электронной микроскопии потребуются еще более высокие напряжения, то, по-видимому, выбор придется делать между генератором Ван-де-Граафа и линейным ускорителем. Компания РКА планирует использовать линейный ускоритель в конструирующемся теперь микроскопе на 500 кэ.

## 2. У с к о р и т е л ь

Источником электронов является нагретая нить в триодной пушке, как в обычном электронном микроскопе, но теперь она поставляет пучок в многоступенчатый ускоритель (см. рис. 4). Максимальное напряжение, которое можно подавать на ступень, зависит от конструкции, степени

обработки поверхности электродов и трубы контейнера и от выдерживаемого вакуума. В тулузской, кавендишской и американской установках (все они сделаны Эмилем Эфели из Базеля) высокое значение напряжения 150 кэ на ступень достигнуто путем тщательной доводки электродов в каждом промежутке и поддержанием вакуума на уровне лучше, чем  $10^{-6}$  тор. Японские микроскопы имеют значительно больше ступеней (вплоть до 25), а напряжение на ступень всего 40—50 кэ. Основное преимущество такой системы, помимо проблемы вакуума, состоит в том, что на начальное кондиционирование трубы накладываются менее жесткие требования. В начале работы труба доводится до 400—500 кэ, но потом ее нужно «формировать», постепенно поднимая напряжение на 25—50 кэ с интервалом в несколько минут, в течение которых происходят небольшие вспышки адсорбированного газа. Будучи один раз «сформированным», обычно при напряжении примерно на 50 кэ больше желаемого рабочего напряжения, ускоритель будет стабильным в течение времени примерно до 10 часов, в зависимости от эффективности вакуумной системы.

Пушка инжектора снабжена транзисторным блоком мощности, помещенным внутри большого алюминиевого колпака, который играет роль защиты от короны над колонной ускорителя, а также сопротивлением обратной связи и резисторным делителем напряжения, с которого напряжение подается на ступени ускорителя. Рабочие условия пушки контролируются с помощью сервомоторов, движущих изолирующие стержни (в другой колонне) и с помощью световых лучей воздействующих на реле. Приборы под колпаком визуальнo контролируются дистанционно с помощью телевизионной линии. Некоторые ускорители работают в ограниченном интервале напряжений, что упрощает электроннооптические проблемы. Кавендишский прибор предназначался для перекрытия с обычным микроскопом<sup>3</sup>. Он позволяет использовать любое напряжение от 75 до 750 кэ. Чтобы поддерживать постоянными положение и размер наименьшего поперечного сечения пучка, направляемого в микроскоп, рабочие условия в пушке изменяются *pari passu* в зависимости от прилагаемого высокого напряжения, так что условия на выходе ускорителя изменяются должным образом. Сечение пучка на выходе составляет 0,5—1 мм в диаметре при токе пучка 1—10 мка.

### 3. Колонна микроскопа

У всех до сих пор построенных высоковольтных микроскопов — обычные электроннооптические характеристики колонны. Однако существуют две различные точки зрения по вопросу о том, должна ли колонна также обеспечивать необходимое экранирование от рентгеновского излучения. Тулузский и кавендишский приборы имеют линзы умеренных размеров, поэтому в большинстве случаев защита от рентгеновских лучей достаточна для того, чтобы человек мог нормально сидеть у просмотрового окошка микроскопа. Для работы в условиях, сопряженных с риском, при большом токе пучка и высоком напряжении может быть использовано дистанционное управление, осуществляемое через стену, как это может быть нужно, например, при начальной отладке колонны или при работе с очень толстыми образцами. С другой стороны, японские микроскопы имеют более массивные колонны, до 50 см в диаметре, которые, по-видимому, обеспечивают необходимую защиту при любых рабочих условиях. В технической модели компании AEI сделана попытка использовать лучшее от этих двух подходов: она имеет почти такую же массивную колонну, как японский микроскоп, а также контрольный столик, который может откатываться в особых рабочих условиях, могущих

возникнуть в будущем, таких, как попытка образовать вакансии в металле при сильной бомбардировке. Микроскоп «Рэдио корпорейшн оф Америка» (РКА) — «Ю. С. стил» обладает теми же возможностями, но имеет более легкую колонну.

Электроннооптические требования к линзам объектива — достаточное возбуждение для того, чтобы иметь короткое фокусное расстояние и достаточное количество железа, чтобы избежать насыщения, — можно удовлетворить при весьма умеренных размерах линз. Диаметр линз кавендишского инструмента равен 30 см (для 750 кэ); в них используется эффективная система водяного охлаждения. Колонна микроскопа компаний РКА — «Ю. С. стил» около 30 см в диаметре. При этом вес каждой линзы достаточно мал — 100—150 кг, так что колонну легко разобрать для ухода за ней или замены частей. Например, для работы со сверхпроводниками можно установить с помощью подъемного блока специальную предметную камеру, охлаждаемую жидким гелием. Линзы диаметром 50 см или больше, как, например, в тулузском и японских микроскопах, весят около полутонны и требуют для своей установки крана, значительно ограничивая таким образом приспособляемость микроскопа.

Линзы высоковольтного микроскопа представляют собой увеличенные копии линз на 100 кэ. Чтобы сохранять фокусное расстояние коротким, необходимо увеличивать возбуждение, причем предел определяется насыщением железа. При максимальной индукции 18—22 кэс ( $1,8—2,2$  вб/м<sup>2</sup>) и напряжении 1 Мэ можно достичь значения фокусного расстояния 5 мм с линзами, имеющими диаметр канала полюсных наконечников и зазор также около 5 мм. Тогда величина возбуждения около 15 000 ампер-витков создается током 1 а в катушке с 15 000 витков либо током 5 а в катушке с 3000 витков, либо как-нибудь иначе, по желанию конструктора. В настоящее время при наличии мощных транзисторов существует тенденция делать меньше витков и пускать более сильный ток. Этот ток, разумеется, должен быть высокостабильным, чтобы не увеличивать хроматическую абберацию. С современной электроникой нетрудно добиться того, чтобы нестабильность составляла всего несколько единиц на  $10^{-6}$ , используя термостатированный исходный источник напряжения.

Для проведения экспериментов сконструирован ряд различных предметных столиков, подобных применяющимся в микроскопах с напряжением 100 кэ, позволяющих нагревать, охлаждать, деформировать и поворачивать образец относительно двух, а иногда и трех взаимно перпендикулярных осей. Для исправления остаточного астигматизма служит электромагнитный стигматор. Предусматривается также низкотемпературный экран для защиты от напыления углеродистых слоев на образец, хотя на практике найдено, что скорость загрязнения при высоких напряжениях много меньше, чем при 50—100 кэ, по-видимому, вследствие более высокого вакуума.

При конструировании переменных полюсных наконечников, необходимых для работы с некоторыми из этих принадлежностей, главная цель состоит в том, чтобы сохранить значение коэффициента хроматической абберации  $C_c$  возможно меньшим, поскольку в случае толстых образцов хроматическая абберация эффективно ограничивает разрешение (уравнение (4)). В микроскопе Кавендишской лаборатории фокусное расстояние равно 4,7 мм,  $C_c = 3,5$  мм и  $C_s = 6,6$  мм, что приводит к максимальной разрешающей способности 1,3 Å при напряжении 750 кэ (уравнение (1)). Для идеального образца предел разрешающей способности, связанный с нестабильностью электропитания, вдвое больше этой величины. До сих пор при работе с обычными образцами и без специальных мер по уменьшению остаточного астигматизма было достигнуто разрешение примерно

10 Å. Если возбуждение линз поддерживается постоянным, то при напряжениях ниже 750 кэВ фокусное расстояние становится короче, а константы аберрации меньше. При этом набор держателей образца различной длины позволяет реализовать преимущества связанного с этим лучшего разрешения. Обычно на практике поддерживают постоянным фокусное расстояние, уменьшая возбуждение при понижении напряжения.

Система освещения состоит из двух конденсорных линз, причем первая такая же сильная, как линза объектива, а вторая более слабая. Изменяя их относительную силу, можно в широких пределах менять освещенность образца, с минимальным размером пятна менее 1 мкм. Электромагнитная система двойного отклонения, установленная между вторым конденсором и объективом, позволяет менять угол наклона пучка и сдвигать освещенное пятно для выравнивания освещения и для получения темнопольного изображения.

Система получения изображения состоит из объектива и двух проекторов, один из которых слабый (подобно второму конденсору), а второй сильный (подобно объективу). В нормальных условиях полное увеличение изменяется от 2000 раз до 140 000 раз, но для просмотра образца можно получить и более низкие значения. При недогрузке первого проектора можно, как в обычном микроскопе, наблюдать образуемую электронами дифракционную картину. В некоторых микроскопах на 1 Мэ имеется дополнительная линза перед первым проектором, позволяющая наблюдать дифракционную картину при большем увеличении. Это желательно из-за того, что с ростом напряжения углы дифракции уменьшаются пропорционально длине волны и размеры дифракционной картины становятся слишком малыми. Дополнительная линза позволяет получить более высокое увеличение изображения, вплоть до предела, определяемого интенсивностью освещения.

#### 4. Э к р а н и ф о т о к а м е р а

Поскольку пробеги электронов с энергией 750—1000 кэВ примерно в 30 раз больше, чем с энергией 100 кэВ, экран должен быть модифицирован соответствующим образом. Простое утолщение флуоресцирующего слоя приводит к расплыванию деталей изображения вследствие рассеяния проникающих через него электронов и рассеяния выходящего из него света, а также вследствие эффекта рассеяния назад от металлической подложки. Лучше всего наносить фосфор на лист пластика, покрытого тонким слоем металла, чтобы сделать его поверхность проводящей. Оптимальную толщину фосфора при высоких напряжениях можно найти опытным путем, добиваясь наилучшего разрешения при достаточной яркости изображения. При этом получается, что яркость уменьшается не больше чем вдвое по сравнению с яркостью при напряжении 100 кэВ.

Интенсивность облучения фотоэмульсии при высоких напряжениях уменьшается примерно во столько же раз, поэтому длительность экспозиции получается не настолько больше обычной, как первоначально опасались. При этом использование пленок с металлической подложкой дает некоторое преимущество, уменьшая время экспозиции почти вдвое (из-за рассеяния электронов назад) без заметного влияния на разрешение. Микроскоп Кавендишской лаборатории снабжен камерой на 24 фотопластинки и камерой для роликовой пленки с кассетой, позволяющей делать до 60 снимков формата 60 мм. Важно все время, кроме времени экспозиции, держать фотографический материал подальше от оси микроскопа, чтобы уменьшить вуаль от рентгеновских лучей или рассеянных электронов.

Смотреть на экран можно либо в нормальном рабочем положении через окошко из свинцового стекла толщиной 5 см, либо из-за предохраняющей от облучения стены через подобное же окошко в задней части колонны. С другой стороны, за экраном можно наблюдать и дистанционно либо с помощью телевизионной линии связи с камерой около смотрового окошка, либо с помощью электроннооптического усилителя изображения, установленного под фотокамерой.

#### IV. ПРИМЕНЕНИЯ

##### 1. Физика металлов и металлургия

Возможная сфера применения высоковольтных микроскопов становится ясной, если вспомнить, что при 100 кэ максимальная толщина образца, при которой еще можно получить информативное изображение, равна примерно 1 мкм для алюминия, 3000 Å для меди и не больше 500 Å для вольфрама и урана, даже при наиболее благоприятной ориентации.

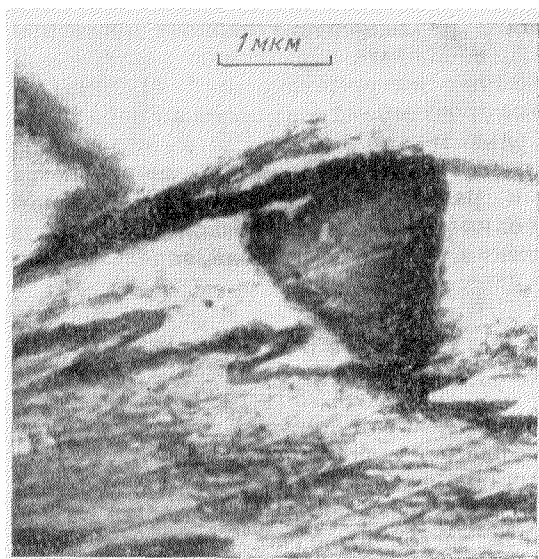


Рис. 5. Иностранная частица на поверхности полированного листа алюминия.

Снимок сделан на микроскопе Кавендишской лаборатории при напряжении 500 кэ с увеличением 22 000 (д-р Д. У. Пашли, «Тьюб инвестментс ресерч лабораторис», Хингстон).

толщины образца. С алюминием удалось получить весьма хорошие изображения до толщины примерно 8 мкм при напряжении 1 Мэ<sup>22, 23</sup>, в случае меди — до толщины 1,2 мкм при 800 кэ<sup>24</sup> и для железа — до 1,6 мкм при 1 Мэ<sup>24</sup>. На микроскопе Кавендишской лаборатории были получены снимки с высоким разрешением для вольфрамовых и урановых пленок при толщинах 1000 Å и больше (рис. 6), а также при 3000 Å (не опубликовано). Предсказываемый теорией закон  $\beta^2$  приблизительно выполняется в окиси магния<sup>25</sup> и в молибдените<sup>16</sup>, однако в железе Хэйл<sup>24</sup> обнаружил заметно более быстрый рост. Томас<sup>15</sup> получил недавно аналогичные кривые для кремния и нержавеющей стали (см. рис. 3). Однако трудно при различных напряжениях достаточно точно воссоздать одинаковые

При изготовлении таких тонких пленок любые осадки, вкрапления или другие частицы крупнее, чем толщина пленки, почти всегда будут теряться. Более толстые пленки их могут сохранить, как в случае загрязнения прокатанного алюминиевого листа (рис. 5). Более мелкие детали, такие, как дислокации, также могут быть серьезно повреждены в процессе приготовления тонких пленок. Даже если они не совсем исчезнут на пленке, нельзя считать, что их количество и распределение останутся такими же, как и в оригинале. А в динамических экспериментах, при нагревании или деформации, поверхность будет влиять на движение дислокаций. Поэтому при работе с высоковольтными микроскопами большое внимание было направлено сначала на определение предельной

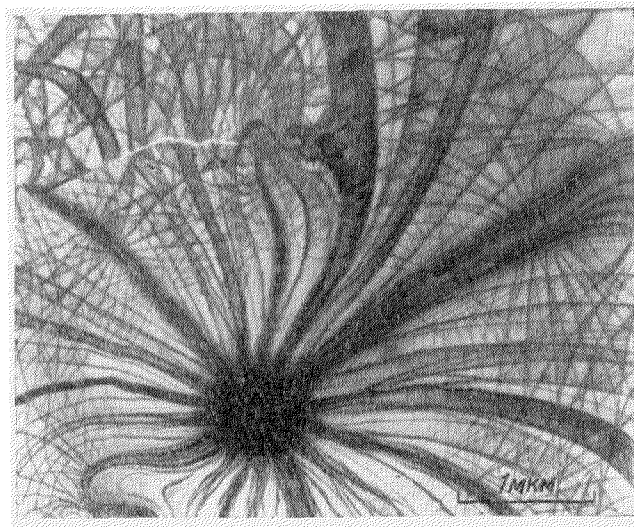


Рис. 6. Контуры изгибов в вольфрамовой фольге толщиной около  $1000 \text{ \AA}$ .

Снимок сделан на кавендишском микроскопе при напряжении  $750 \text{ кэ}$ , с увеличением  $25\,000$  (М. С. Спринг, Кавендишская лаборатория).

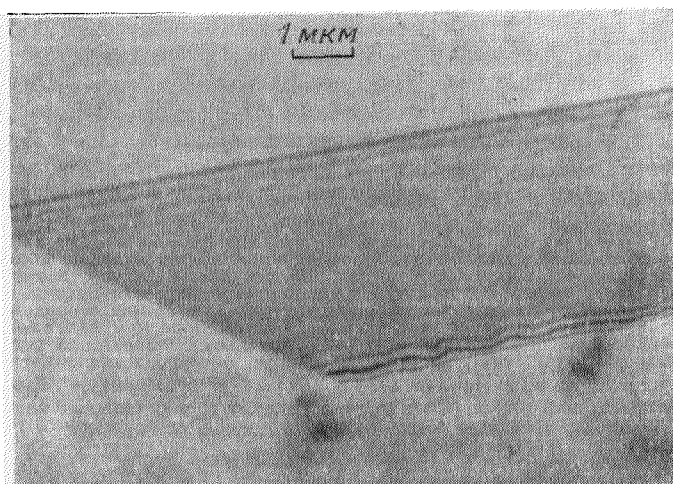


Рис. 7. Интерференционные полосы, связанные с протяженными дислокациями (дефектами кристаллической структуры), на изображении кремниевой фольги толщиной около  $3 \text{ мкм}$ .

Снимок сделан на кавендишском микроскопе при напряжении  $500 \text{ кэ}$  с увеличением  $10\,000$  (проф. Дж. Томас, Калифорнийский университет, Беркли).

условия для дифракции или сохранить те же самые условия освещения и регистрации, поэтому сейчас слишком рано говорить о том, что предсказание волновой теории о  $\beta^2$ -зависимости проницаемости в монокристалле является неверным.

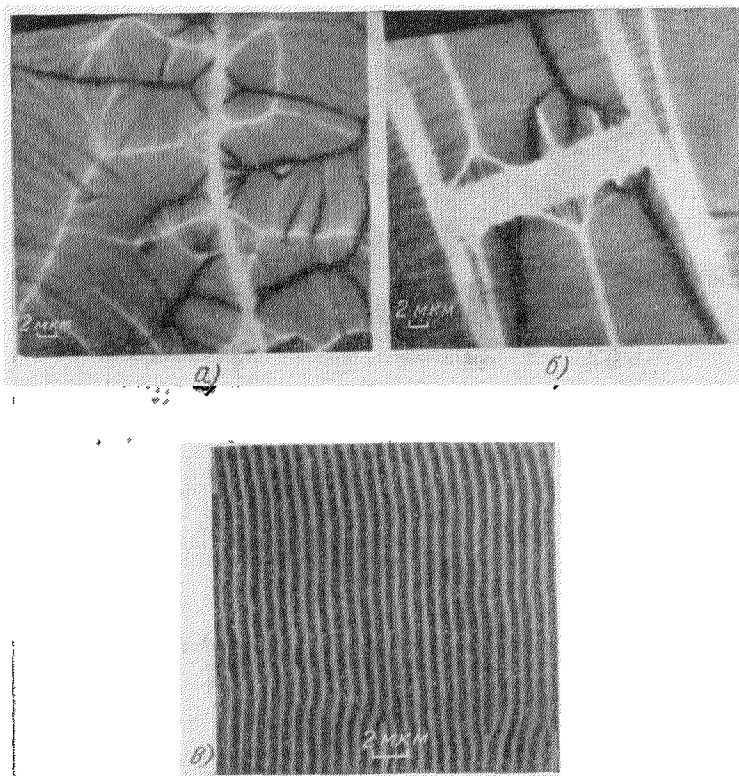


Рис. 8. Структура магнитных доменов в напыленных пленках пермаллоя (83% Ni, 17% Fe) различной толщины.

На рисунках а) и б) видны блоховские стены (черные и белые линии) с похожей на рябь структурой между ними; вектор намагниченности лежит почти в плоскости пленки. На рисунке в) вектор намагниченности имеет компоненту, нормальную к плоскости пленки, что приводит к образованию иной структуры, называемой стрипдоменной. Снимок сделан на кавендишском микроскопе при напряжении 500  $\mu\text{в}$  с увеличением 3500 (д-р И. Б. Пухальска, Варшавский Технический университет, и д-р Р. П. Ферье, Кавендишская лаборатория). а) Толщина пленки 1000 Å (100 нм), угол падения 30°; б) толщина пленки 1350 Å (135 нм), угол падения 30°; в) толщина пленки 3000 Å (300 нм), угол падения 60°.

На практике исследователь имеет дело большей частью с максимальной толщиной образца, сквозь которую при данном напряжении еще можно получить качественное изображение путем всевозможных изменений рабочих условий. Изучая молибденит, Уеда и Нонояма<sup>16</sup> брали для сравнения стандартное изображение сети дислокаций в образце толщиной 5  $\mu\text{м}$ , полученное при напряжении 1000  $\mu\text{в}$ . Так, они определили толщины, которые позволяют получить изображение одинакового качества, для ряда более низких напряжений, увеличивая апертуру и время экспозиции, чтобы улучшить видность. Тот факт, что у них получилась зависимость толщины от напряжения, близкая к виду  $\beta^2$ , может быть случайным. Томас выбрал другой критерий<sup>15</sup>. Он наблюдал ряд дефектов кри-



сталлической структуры в фольге известной толщины при уменьшении рабочего напряжения. Согласно теоретическим предсказаниям интерференционные полосы в центре зоны исчезают раньше, чем на краях (рис. 7). Тогда можно подобрать напряжение, при котором внешние интерференционные полосы все еще видны. График максимальной полезной толщины,

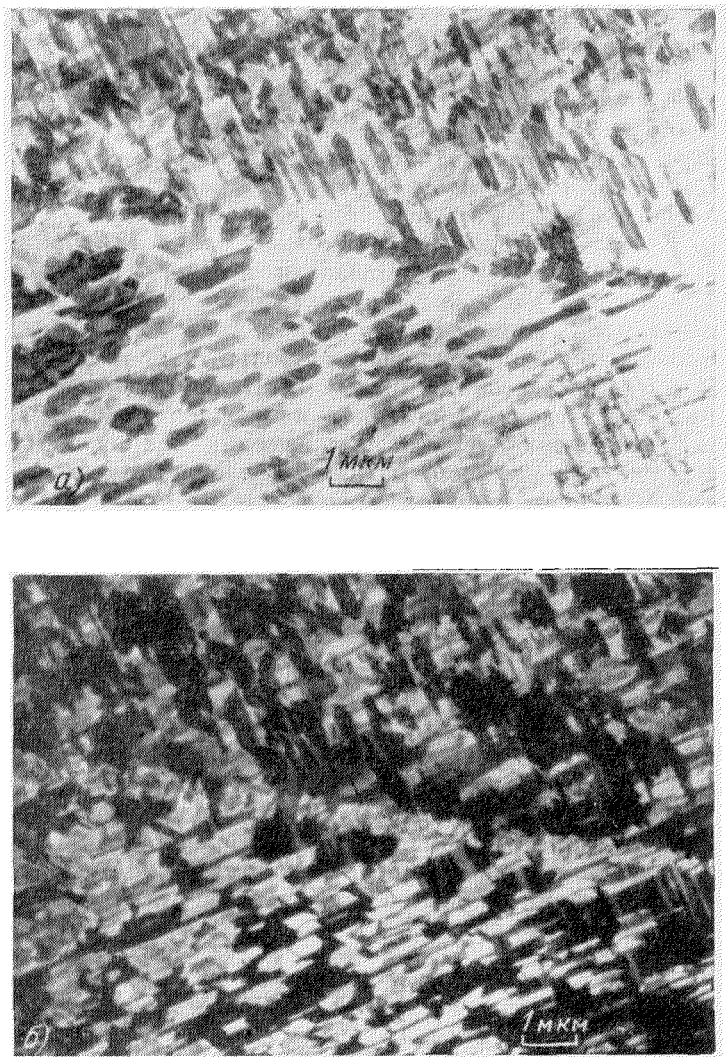


Рис. 9. Светлопольные (а) и темнопольные (б) микрофотографии сплава (Al — 25% Ag), сделанные на тулузском микроскопе при напряжении 1 Мэ с увеличением 8500 (проф Ж Дюпюи и д р Ф Перье, лаборатория CNRS, Тулуза)

полученный таким образом, представляет собой почти прямую линию для кремния, но для стали ближе к виду  $\beta^2$  (см. рис. 3). Эту разницу можно частично объяснить зависимостью от атомного номера, иллюстрированной на рис. 2, так как «аморфная» фоновая компонента, возникающая из-за рассеяния, появляется даже от наилучшим образом приготовленного монокристаллического образца.

Для аморфных пленок было показано, что форма зависимости увеличения проницаемости от напряжения хорошо согласуется с предсказаниями теории, но абсолютные значения проницаемости при всех напряжениях несколько выше предсказанных<sup>9</sup>. Увеличение полезной толщины в интервале напряжений между 100 и 600 кг равно примерно 4 для углерода и 3 для золота при апертуре  $5 \cdot 10^{-3}$ . Аналогичные выводы были недавно сделаны из экспериментов с этими, а также и другими элементами, при напряжениях до 1,2 Мв, в Тулузе<sup>35</sup>.

Фуджита и др.<sup>26</sup>, решая в основном задачи, связанные с металлургией, изучали монокристаллические фольги из алюминия при деформации их под микроскопом с напряжением 500 кг. Они нашли, что структура дислокации не похожа на структуру остального объема металла, пока толщина фольги не станет больше примерно 3 мкм. С другой стороны, Фуджита<sup>27</sup> уже мог наблюдать основные черты поведения фольг толщиной больше 1 мкм при перекристаллизации сильно деформированных алюминия и кремнистой стали. Кавасаки и Фуджита<sup>28</sup> исследовали зависимость плотности дислокаций от толщины образца в прокатанных фольгах железа и алюминия. Число дислокаций на единице площади оказалось пропорционально толщине для фольг толщиной 0,4–0,8 мкм, однако в более тонких фольгах было значительно меньше дислокаций вследствие их исчезновения при самом изготовлении фольги.

Более высокая проницаемость при высоких напряжениях находит применение также при изучении магнитных пленок. Переход от одного типа доменной структуры к другому в железе и некоторых из его сплавов происходит как раз при толщинах, превышающих возможности микроскопа с напряжением 100 кг (рис. 8). Точно так же теперь можно исследовать зависимость так называемой стрипдоменной структуры в напыленных пленках от угла напыления<sup>29</sup> и образование границ доменов необычных типов<sup>36</sup>.

Микроскоп в Тулузе использовался главным образом для широкого круга исследований дислокаций и других особенностей в тонких пленках из алюминия, сплавов алюминия с медью и серебра и нержавеющей стали<sup>22, 23</sup>. Особое внимание уделялось условиям получения темнопольных изображений, которые выявляют области образца, имеющие общую кристаллографическую ориентацию и направляющие поэтому дифрагированный пучок в апертуру (помещенную в стороне от оси), давая яркие места на изображении образца (рис. 9). Было выполнено также интересное исследование утоньшения фольги из нержавеющей стали, бомбардированной *in situ* пучком ионов аргона<sup>30</sup>.

## 2. Другие неорганические материалы

Незаменимость высоковольтного микроскопа для исследования полимеров уже упоминалась. Кобаяши и Сакаоку<sup>18</sup> опубликовали обширный отчет о работе с рядом полимерных пленок при напряжениях до 500 кг, включая количественные данные о скорости разрушения, оцениваемой по дифракционной картине. Было найдено, что полная доза, необходимая для разрушения кристаллического строения, прямо пропорциональна напряжению для каждого из четырех полимеров, хотя абсолютные значения критических доз отличаются на порядок величины.

Однако существует другой значительный класс образцов, из которых нельзя изготовить достаточно тонкие пленки, чтобы их можно было исследовать с помощью микроскопа с напряжением 100 кг. Сюда относятся цемент, стекло и керамика. Исследования некоторых из этих материа-

лов в настоящее время ведутся на кавендишском микроскопе на 750 кэ в сотрудничестве с Национальной физической лабораторией, включая опять-таки проблему радиационного повреждения, причем получаются обнадеживающие результаты.

### 3. Ж и в о й м а т е р и а л

Первыми микрофотографиями, сделанными на тулузском микроскопе, были снимки бактерий, содержащихся в предметной камере с двойной стенкой, соединенной с резервуаром, так что они находились в атмосфере, насыщенной водяным паром. Было изучено несколько типов таких микроорганизмов, и в каждом случае можно было разглядеть не очень много деталей, но при этом было сделано важное утверждение, что бактерии пережили облучение электронным пучком<sup>31</sup>. После того как микрофотографии были сделаны (при 650 кэ), предметная камера была открыта, бактерии были помещены в подходящую среду и продолжали расти. Вопреки скептицизму радиобиологов эти эксперименты недавно были повторены при напряжении 1 Мэ, и были получены такие же результаты<sup>32</sup>. Ни в одной другой лаборатории такие наблюдения еще не были проведены, но, очевидно, что это необходимо сделать ввиду огромных возможностей, открывающихся для применения высоковольтных микроскопов, если биологические клетки действительно можно наблюдать в живом виде в течение заметного времени.

Решающим шагом вперед, разумеется, было бы наблюдение за ростом клеток под электронным микроскопом. Однако и до этого с помощью микроскопа можно было бы провести много полезных исследований радиационного повреждения или высыхания организмов, действия медикаментов и даже некоторых типов химических реакций. В Национальной физической лаборатории с помощью высоковольтного микроскопа Кавендишской лаборатории<sup>33</sup> уже проведены предварительные исследования по затвердеванию цемента.

## V. ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ

### 1. Б о л е е   в ы с о к и е   н а п р я ж е н и я

Микроскоп на 3—5 Мэ будет, вероятно, построен либо во Франции, либо в США в течение следующих нескольких лет. При современном состоянии теории нельзя сказать, как много удастся выиграть в проникаемости при напряжениях выше 1 Мэ: это может решить только эксперимент. В таком микроскопе сверхпроводящие или квадрупольные линзы, по-видимому, должны прийти на смену линзам обычного типа, чтобы уменьшить занимаемый объем, вес и потребляемую мощность. Их ось может быть расположена не вертикально, особенно если используется линейный ускоритель в качестве высоковольтного источника. Вспомогательные исследования во всех этих новых направлениях уже ведутся.

### 2. У с и л е н и е   и з о б р а ж е н и я

Эксперименты по дистанционному наблюдению очень слабых изображений были выполнены на микроскопе Кавендишской лаборатории с использованием усилителя изображения, разработанного фирмой AEI для стандартного электронного микроскопа. Эту систему легко приспособить для использования при высоких напряжениях, и, по-видимому, она будет общей частью всех высоковольтных микроскопов в будущем, что

позволит работать с максимально толстыми (или чувствительными к обучению) образцами. Контрастность можно контролировать (или количественно оценивать качество изображения) различными способами, поскольку в такой телевизионной цепи она переведена в электрические сигналы.

### 3. Сканирующая микроскопия и энергетический анализ

В работах Тадано (1966) в Японии и Консидэна на Кавендишском микроскопе (не опубликовано) было уже показано, что при высоких напряжениях можно осуществить сканирующую микроскопию. Хотя само по себе это имеет, вероятно, небольшое значение, в сочетании с энергетическим анализом при помещении электронного «спектрометра» в микроскоп это приобретает смысл \*). Таким путем становится возможным измерять энергетические потери, когда узкий электронный пучок (скажем, диаметром 0,1 мкм) проходит через заданную область образца. Если ведущиеся в настоящее время при более низких напряжениях исследования связи между химическим составом и потерей энергии окажутся столь плодотворными, как мы надеемся, то появится простой метод анализа, например, вкраплений в толстом образце.

Несомненно, что в ряде других лабораторий во всем мире, уже активно развивающих методы высоковольтной микроскопии, разрабатываются и другие заманчивые идеи. Это захватывающая новая область, в которой нужно работать, решая широкий круг вопросов чистой и прикладной физики, от фундаментальной теории рассеяния до инженерных проблем конструирования высоковольтных приборов. Можно с уверенностью сказать, что наступающее десятилетие ознаменуется столь же важными событиями, как и прошедшее, хотя мы и не можем точно предсказать, в каких направлениях будут достигнуты наибольшие успехи.

Кавендишская лаборатория,  
Кембриджский университет,  
Великобритания

### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. A. C. van Dosten, W. J. Oosterkamp, J. B. Le Poole, Philips Tech. Rev. 9, 193 (1947).
2. G. Dupouy, F. Perrier, J. Microscopie 1, 167 (1962).
3. K. C. A. Smith, K. Considine, V. E. Cosslett, Proc. 6th Intern. Congress Electron Micr. (Kyoto), Tokyo, Maruzen, vol 1, 1966, стр. 99.
4. E. Ruska, J. Roy Micr. Soc. 84, 77 (1965).
5. V. E. Cosslett, Brit. J. Appl. Phys. 7, 10 (1956).
6. R. E. Burge, G. H. Smith, Nature 195, 140 (1962).
7. Y. Kamiya, Proc. 6th Intern. Congress Electron Micr. (Kyoto), Tokyo, Maruzen, vol. 1, 1965, стр. 95.
8. V. E. Cosslett, J. Roy. Micr. Soc. 81, 1 (1962).
9. G. H. Curtis, V. E. Cosslett, R. P. Ferrier, 1968 (будет опубликовано).
10. V. E. Cosslett, Optik 25, 383 (1967).
11. H. Hashimoto, A. Howie, M. J. Whelan, Phil. Mag. 5, 967 (1960).
12. H. Hashimoto, A. Howie, M. J. Whelan, Proc. Roy. Soc. A269, 80 (1962).
13. H. Hashimoto, J. Appl. Phys. 35, 277 (1964).
14. A. J. F. Metherell, Phil. Mag. 15, 763 (1967).

\*) См. в настоящем выпуске УФН следующие за этой статьей статьи Г. В. Спивака и др. и Дж. Кларка и др., посвященные сканирующей электронной микроскопии и результатам ее применения в биологии. (Прим. ред.)

15. G. Thomas, *Phil. Mag.* **17**, 1097 (1968).
  16. R. Uyeda, M. Nonoyama, *Japan J. Appl. Phys.* **6**, 557 (1967); **7**, 200 (1968).
  17. A. Howie, *Phil. Mag.* **14**, 223 (1966).
  18. K. Kobayashi, K. Sakaoku, в сб. *Quantitative Electron Microscopy* (Ed. by G. F. Bahr and E. H. Zeitler), Baltimore, Williams and Wilkins 1965, стр. 359.
  19. T. Taoka, H. Fujita, K. Kanaya, M. Iwanaga, N. Iwasa, *J. Sci. Instrum.* **44**, 747 (1967).
  20. M. Watanabe, Y. Hinaga, T. Someya, T. Goto, O. Nakamura, K. Konno, T. Yanaka, N. Takahashi, *Proc. 6th Intern. Congress Electron Micr. (Kyoto)*, Tokyo, Maruzen, vol. 1, 1966, стр. 105.
  21. N. Nishigaki, S. Katagiri, H. Kimura, B. Tadanoo, *Proc. 25th Anniv. Meeting Electron Micr. Soc. Amer. (Chicago)*, Baton Rouge, Arce-neaux, 1927, стр. 260.
  22. G. Dupouy, F. Perrier, *Compt. rend.* **253**, 2435 (1961).
  23. G. Dupouy, F. Perrier, *Compt. rend.* **258**, 4213 (1964).
  24. K. E. Hale, *Nat. Phys. Lab. Report.* FV. 10 (1966).
  25. G. Dupouy, F. Perrier, R. Uyeda, R. Ayroles, A. Mazel, *J. Microscopie* **4**, 429 (1965).
  26. H. Fujita, S. Kajiwarra, Y. Kawasaki, T. Taoka, N. Iwasa, K. Kanaya, *J. Electron Micr. Japan* **14**, 131, 307 (1965).
  27. H. Fujita, *Japan J. Appl. Phys.* **5**, 729 (1966).
  28. Y. Kawasaki, H. Fujita, *Proc. 6th Intern. Congress Electron Micr. (Kyoto)*, Tokyo, Maruzen, vol. 1, 1966, стр. 291.
  29. I. B. Puchalska, R. P. Ferrier, *Phys. Stat. Solidi* (1968) (в печати).
  30. G. Dupouy, F. Perrier, *Compt. rend.* **261**, 4649 (1965).
  31. G. Dupouy, F. Perrier, L. Durrieu, *Compt. rend.* **251**, 2836 (1960).
  32. G. Dupouy, *Adv. Optical and Electron Micr.* **2**, 167 (1968).
  33. K. F. Hale, M. Henderson-Brown (будет опубликовано).
  34. J. V. Sharp, D. U. Poole, A.E.R.E., Harwell, 1966 (не опубликовано).
  35. Reimar (частное сообщение).
  36. I. B. Puchalska (будет опубликовано).
-