

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК

621.385.833

**ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ МАГНИТНЫХ СТРУКТУР
МАССИВНЫХ ОБЪЕКТОВ***В. И. Петров, Г. В. Спивак, О. П. Павлюченко*

В настоящее время электроннооптические методы нашли широкое применение при исследовании разнообразных магнитных структур. Этому способствовали достаточно высокое разрешение, хороший контраст, большая чувствительность к отклоняющему действию магнитных полей и практическая безынерционность электронов, позволяющая наблюдать динамику быстропротекающих процессов.

Данная статья является обзором по электроннооптическим методам наблюдения, по качественным и количественным оценкам магнитных структур на поверхности массивных объектов.

Результаты, полученные с помощью других способов, можно найти в ¹⁻⁴.

1. МЕТОД РЕПЛИК

Малое разрешение, инерционность и коагуляция тяжелых частиц являются недостатками порошкового метода Биттера — Акулова, широко применяющегося для наблюдения доменных структур на поверхности ферромагнетиков. Разрешение этого метода было повышено при использовании разбавленной концентрации порошка и наблюдения фигур осаждения, снятых с исследуемой поверхности (реплика с экстракцией) в просвечивающем электронном микроскопе ^{5, 6}. Полученные таким способом картины доменной структуры на гексагональной плоскости магнетоплюмбита ⁷ и Со ⁸ содержали много новых тонких деталей (рис. 1). При помощи сухих порошков была изучена магнитная структура высококоэрцитивных пленок СоР с осью легкого намагничивания, перпендикулярной плоскости пленки ⁹, и магнитная структура на поверхности постоянных магнитов ¹⁰. Вместо порошка использовалось также осаждение паров ферромагнитных материалов на изучаемую поверхность ¹¹. Определенной связи между магнитным полем на поверхности и распределением плотности порошкового осадка, которая определяет контраст изображения в электронном микроскопе, найдено не было ¹². Оценка разрешающей способности показала, что обнаружить различие магнитного поля на участках меньше 2000 Å не удастся.

Своеобразные «отпечатки» магнитного поля на поверхности дает «модуляционно-пленочный» метод ^{13, 14}. Оказывается, что толщина образующихся на поверхности полимерных пленок, формирующихся под действием бомбардировки медленными (~ 50 эв) электронами, модулируется

локальным магнитным полем. Исследованные в эмиссионном и просвечивающем электронных микроскопах полимерные пленки на гексагональной

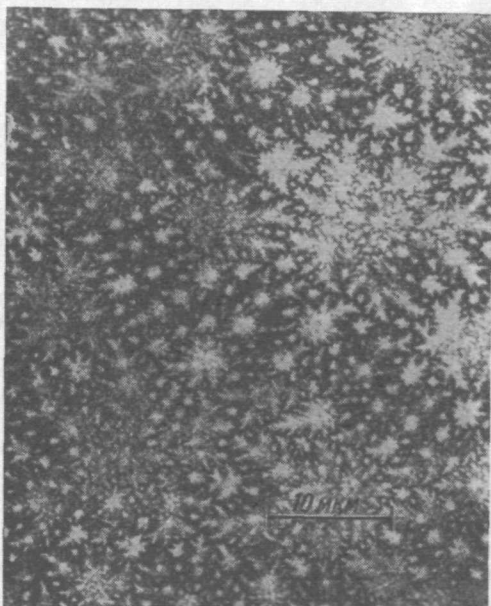


Рис. 1. Электронная микрофотография порошковых фигур на базисной плоскости Co⁸.

плоскости Co воспроизводят звездчатую доменную структуру. По-видимому, перспективно дальнейшее повышение чувствительности и разрешения этого метода реплик, реагирующих на микрополе.

II. МЕТОД СВИЛЕЙ И ТЕНЕЙ. ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ НА ПРОСВЕТ И ОТРАЖЕНИЕ

Впервые электронный пучок был применен для обнаружения магнитных микрополей от доменных структур в¹⁵. Электроны с энергией 30 кэв рассеивались от гексагональной плоскости намагниченного монокристалла Co, и на фотопластинке получалась сложная картина из переплетающихся дуг. Оценка показала, что у самой поверхности магнитные поля достигают 10^4 э и протяженность поля над поверхностью ~ 10 мкм. При нагревании образца было отмечено изменение картины¹⁶. Методика позволяла только обнаружить на-

личие магнитного поля, но не позволяла выявить его конфигурацию.

Более совершенным был метод «свилей»^{17, 18}, являющийся в электронной оптике аналогом метода Теплера. В фокусе электронной линзы в пространстве изображений ставится непрозрачный диск, поглощающий все лучи при отсутствии в предметном пространстве возмущающих полей. При наличии в этом пространстве магнитных или электрических полей ход лучей нарушается, отклоненные электроны проходят на экран и создают изображение. Метод был опробован на Ni—Co-проволоке $\varnothing 0,12$ мм, намагниченной импульсами переменной полярности, и изображение представляло периодические светлые участки на темном фоне. Таким же образом наблюдались поля рассеяния на границах кристаллических зерен в намагниченном образце, имевшим форму лезвия¹⁸.

В дальнейшем¹⁹ этот метод был усовершенствован и отображение поля получалось за счет искажения картины сетки, помещенной в пространстве изображений. По искажению изображения определялись угловые отклонения электронов и распределение поля. Этим методом наблюдались домены на краю кристалла Co²⁰ и было измерено поле у угла кристалла Co: вблизи поверхности — 3000 э, на расстоянии 0,4 мм от нее — 100 э²¹. Этим же методом измерялись²² поля рассеяния ряда других ферромагнетиков. Наблюдались также магнитные превращения под действием температуры: искажения изображения сетки почти исчезали при нагреве кристалла Co до 670° К^{23, 24}. Имеется обзор по этому методу²⁵. Недавно метод сеток был применен^{26, 27} для исследования полей рассеивания магнитных головок и различных магнитопроводов. На неискаженное изображение сетки накладывалось искаженное, полученное при действии магнитного поля. Это приводило к образованию муарового узора, геометри-

ческая картина которого в ряде случаев является топограммой составляющих исследуемого магнитного поля (рис. 2). Отметим, что разрешение «метода сеток» принципиально ограничено размерами шага сетки.

Метод исследования магнитных полей по искажению тени постороннего тела использовался для качественного и количественного исследования полей рассеяния 71° -доменных границ Блоха в монокристаллах Ni^{28-35} . Тонкий ленточный пучок, сформированный специальными ножевыми диафрагмами, скользил вдоль доменных границ. Исследование поля на различных расстояниях от образца производилось смещением пучка. Результаты

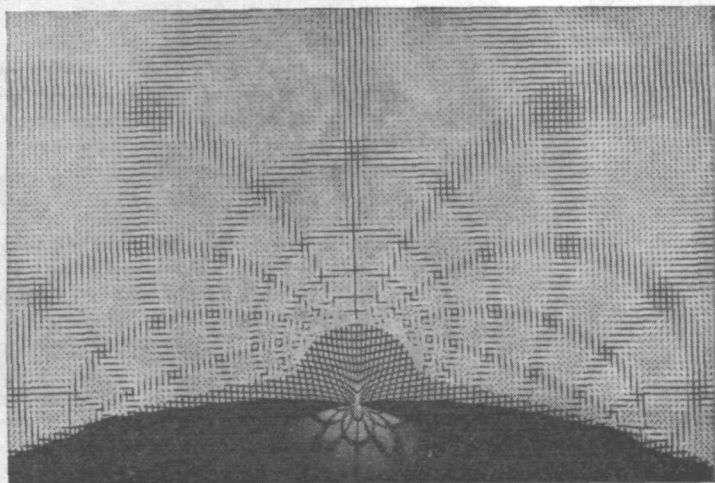


Рис. 2. Муаровый узор, полученный при совмещении теневых электронооптических изображений сеток, искаженных магнитными полями противоположных знаков от магнитофонной головки магнитофона «Яуза-5» (ток ± 1 ма).

Внизу — геометрическая тень головки, сверху — муаровый узор. На тени головки — изображение сетки, искаженное полем с большим градиентом непосредственно вблизи зазора. Линии, соединяющие горизонтальные и вертикальные отрезки, наблюдаемые на муаровом узоре, характеризуют геометрическое место точек, для которых соответственно тангенциальная и нормальная компоненты поля постоянны ²⁷.

исследования показали, что структура полей рассеяния у грани монокристалла существенно зависит от угла между плоскостью (110) и исследуемой гранью. С увеличением угла между ними, за счет увеличения плотности магнитных зарядов на поверхности, нормальная компонента поля растет. Наиболее интересные результаты были получены при исследовании полей рассеяния выгнутых границ Блоха на цилиндрических кристаллах Ni^{35} . Было найдено, что граница заряжена дипольно — полюсы располагаются по обе стороны границы в области 10—15 мкм в направлении оси кристалла, сама же граница заряда не имеет. Максимумы составляющей магнитного поля, нормальной к поверхности кристалла, имеют величину ~ 25 э и находятся на расстоянии 4—10 мкм. Позднее ³⁶ был разработан специальный микроскоп для проведения таких исследований. Несколько видоизмененный метод применялся для исследования игл Fe, Ni, $Ni-Co$ $\varnothing 0,5-5$ мкм в просвечивающем электронном микроскопе в сфокусированном режиме ^{37, 38}.

При децентрированном положении апертурой диафрагмы за счет действия на электроны магнитных полей рассеивания вблизи образца происходило смещение тени диафрагмы на изображении. Определенная по этому

смещению величина намагниченности образца удовлетворительно совпадала со значением, известным для железа ³⁷. Сравнение измеренных и рассчитанных по простым моделям результатов позволило сделать некоторые заключения о распределении намагниченности в таких кристаллах.

Другим, более простым и наглядным методом является теневое метод (исследуется тень от самого объекта) ³⁹. Он не дает детальной количественной информации, но легкость трактовки изображения и простота аппаратуры способствовали его широкому использованию при исследовании доменного строения и магнитных превращений. Вначале наблюдения производились в электронографе и использовались очень малые диафрагмы ($\varnothing 6-10$ мкм) для получения тонкого электронного пучка, создающего теневое изображение (рис. 3), но яркость изображения была очень мала.

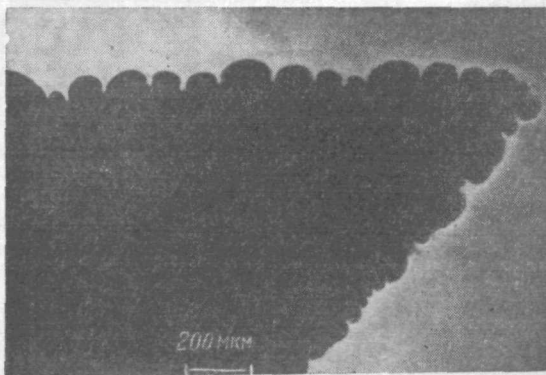


Рис. 3. Теневое изображение края монокристалла Co, полученное при использовании точечного источника электронов ³⁹.

Это неудобство затем было обойдено применением развертывающей системы, перемещавшей электронный зонд вдоль края объекта, что позволило визуально наблюдать картину на экране ⁴⁰⁻⁴². Теория формирования изображения была проверена на искусственном образце — модели многодоменного кристалла ⁴³. Этим методом исследовались кристаллы Co ^{39, 41, 44}, гематита ^{40, 45-48}, магнетита ^{40, 49}, феррита бария ⁴², ферритов-гранатов гадолиния и тербия ⁵⁰ и также магнитные поля, связанные со сверхпроводящим состоянием вещества ⁵¹⁻⁵³.

Измеренная ширина доменов была: 40—240 мкм для Co, ~ 250 мкм для гематита и 60 и 30 мкм для магнетита, соответственно естественного и искусственного. Температурные исследования показали: 1) значительное уменьшение полей рассеяния для Co с ростом температуры и их полное исчезновение при 520—560° K (кристалл становился изотропным, и создавались замыкающие домены); 2) почти полное исчезновение полей рассеяния для гематита при температурах ниже 260° K, где происходит его магнитное превращение; был обнаружен эффект памяти — при изменении температуры в обратном направлении картина полей рассеяния полностью восстанавливалась; измерение точки Кюри для различных образцов гематита дало 916 — 965° K; 3) для магнетита наблюдалось появление полей рассеяния при уменьшении температуры до 120° K, эффект памяти обычно не наблюдался; 4) для ферритов-гранатов наблюдалось частичное и полное исчезновение полей рассеяния.

Теория формирования изображения в теневом методе несложна и имеется в довольно полном обзоре ⁵⁴. Основным недостатком всех теневых методов является то, что они позволяют наблюдать только одномерные структуры и непригодны для исследования сложных доменных структур на поверхности тел.

Для магнитного анализа массивных объектов и тонких пленок был применен метод электронной дифракции на отражение и просвет ^{55, 56}. По лоренцеву смещению рефлексов и окружностей можно определять направление намагниченности и оценивать ее величину. Так, для магне-

тата было найдено ⁵⁷, что ось легкого намагничения — $[111]$ и индукция насыщения ~ 9600 гс. Температурные исследования в электронографе ⁵⁸ показали, что точка компенсации магнетита $\sim 300^\circ \text{K}$. Для монокристаллов Fe ⁵⁹ было найдено, что легкая ось совпадает с осью $[100]$, а индукция насыщения 20 000 гс. Аналогичные исследования были сделаны для монокристаллов Co ⁶⁰, монокристаллов и пленок Ni ⁶¹, инвара ⁶², пленок Ni и Fe ⁶³, NiFe ⁶⁴ и частиц Fe₃S₄ ¹³⁸. Для монокристаллов пермаллоя определено, что направление намагниченности и легкой оси $[110]$, а не $[100]$, как полагалось ранее, однако в некоторых случаях направление намагниченности было $[001]$. Количественные оценки индукции приближительны, так как протяженность полей рассеяния вокруг образца неизвестна.

III. ЭМИССИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

В эмиссионном электронном микроскопе ⁶⁵ сам объект является источником электронов, формирующих его изображение. Так как начальные скорости электронов относительно малы, то система чувствительна к поверхностным микрополям. Наблюдение доменной структуры может производиться в режимах вторичной или фотоэмиссии; термоэмиссия непригодна, поскольку достаточная электронная эмиссия возникает при температурах нагрева выше точки Кюри.

Впервые возможность отображения магнитных микрополей с помощью эмиссионного электронного микроскопа была показана при подмагничивании ⁶⁶ искусственного образца, состоявшего из пакета лент Cu и Ni. Было также получено изображение внешних магнитных полей, проникающих в микроскоп через окошко из фольги. Качество изображения было невысоким из-за применения относительно упрощенной стеклянной модели эмиссионного микроскопа, обладающего оптикой, отягощенной большими абберациями. Однако магнитный контраст был достаточным, чтобы сделать первые важные выводы: плоскость фокусировки на магнитные поверхностные микрополя не совпадает с плоскостью фокусировки на геометрический микрорельеф, и области входа и выхода магнитного поля отображаются на изображении темными участками. Был предложен и механизм образования магнитного контраста: вышедшие с поверхности образца электроны как бы навиваются на магнитные силовые линии, расходясь из областей входа и выхода магнитного поля и давая заметные вариации плотности тока лишь на некотором удалении от поверхности.

На этом же приборе впервые наблюдались доменная структура на гексагональной плоскости Co ⁶⁷ и распространение температурных волн в ферромагнетике за счет контраста между ферромагнитной фазой и областями, перешедшими за точку Кюри ⁶⁸. Исследование доменной структуры Co при нагреве ^{69, 70} показало, что с ростом температуры контрастность изображения падает, что соответствует уменьшению полей рассеяния.

Доменная структура Co наблюдалась в упрощенной конструкции эмиссионного микроскопа и в режиме фотоэмиссии ⁷¹ (рис. 4). На поверхности ферромагнетика в вакууме $5 \cdot 10^{-7}$ тор был создан фоточувствительный сурьмяно-цезиевый слой, эмиссия вызывалась освещением лампой накаливания. Изображение довольно хорошее. Можно ожидать, что при работе вблизи красной границы фотоэффекта и при качественной оптике микроскопа разрешение и качество изображения должны улучшаться.

Вопросам формирования изображения и контраста в эмиссионном микроскопе было посвящено большое количество работ. Повышение

ускоряющего напряжения улучшает разрешающую способность иммерсионного объекта, но одновременно ⁷² снижает чувствительность к микрополям. Таким образом, ускоряющее напряжение должно выбираться из

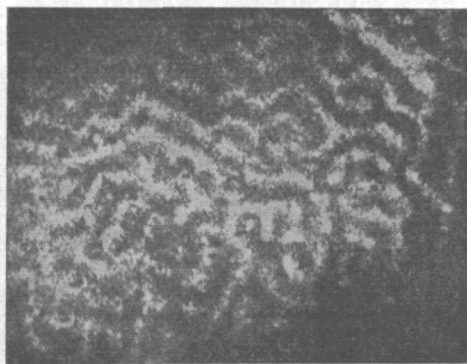


Рис. 4. Изображение доменной структуры на плоскости (0001) монокристалла Со в эмиссионном микроскопе с фотоэлектронной эмиссией ⁷¹.

компромиссных соображений. Некоторая связь между напряженностью магнитного поля и плотностью тока на экране была получена в ⁷³. При исследовании микрополя магнитофонной головки ⁷⁴ были получены изображения с хорошим контрастом. Контраст определялся за счет взаимодействия нормальной скорости электронов v_z с тангенциальными составляющими магнитного поля H_x и H_y : отклоненные тангенциальным полем электроны срезаются апертурной диафрагмой, положение которой резко влияет на контраст, и зазор на изображении имеет вид темной полосы (рис. 5). В другом положении диафрагма может пропускать отклоненные электроны и задерживать невозмущенные, тогда конт-

раст становится негативным — изображение поля зазора имеет вид светлой полосы на темном фоне (темнопольный метод).

Дальнейшему развитию теории контраста изображения магнитных микрополей были посвящены работы ⁷⁵⁻⁷⁸. Расчет прямой и обратной задачи был проведен в первом приближении теории возмущений при упрощающих предположениях: магнитные поля относительно слабые и движение электронов вдоль оптической оси z определяется только ускоряющим электрическим полем E_0 . Под прямой задачей подразумевается нахождение контраста изображения по известному микро полю на поверхности образца, под обратной — определение микрополя на поверхности образца по контрасту изображения.

В эмиссионном микроскопе могут использоваться два режима работы: без апертурной диафрагмы и с апертурной диафрагмой. Поскольку формирование контраста в этих случаях существенно различается, рассмотрим каждый случай отдельно.

1. Режим работы без апертурной диафрагмы. Тангенциальное магнитное поле B_x и B_y (координатные оси x и y в плоскости образца) приводит к смещению электронных траекторий и смещению точек на изображении. Для одномерных магнитных полей в этом режиме контраст изображения отсутствует и магнитное микрополе приводит только к искажениям изображения за счет неодинакового смещения точек изображения ⁷⁵. Выражение для смещения S имеет вид свертки и допускает обратное пре-



Рис. 5. Изображение рабочей поверхности магнитофонной головки в эмиссионном микроскопе с апертурной диафрагмой при протекании подмагничивающего тока через обмотку головки ⁷⁶.

На рисунке видна область зазора в виде темной полосы.

образование ⁷⁷, т. е. определение B в координатах образца x, y по известной функции $S(x, y)$:

$$B_{0y}(x, y) = -\frac{9\sqrt{E_0 m}}{2\sqrt{2\pi e}} \left[\Gamma\left(\frac{1}{4}\right) \right]^2 \times \\ \times \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{S_x(x-\xi, y-\eta) - S_x(x, y) + \xi \frac{\partial S_x(x, y)}{\partial x} + \eta \frac{\partial S_x(x, y)}{\partial y}}{(\xi^2 + \eta^2)^{7/4}} d\xi d\eta, \quad (1)$$

где e и m — заряд и масса электрона, E_0 — ускоряющее электрическое поле, Γ — гамма-функция, B_{0y} — локальное значение y -компоненты магнитного поля на поверхности объекта (аналогично и для B_{0x}). При изменении поля только вдоль одной координаты (y), т. е. в случае одномерного поля, нормальная компонента поля на поверхности определяется из соотношения

$$B_{0z}(y) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{B_{0y}(\xi)}{y - \xi} d\xi. \quad (2)$$

Выражения (1) и (2) являются решениями обратной задачи.

Для практического получения распределения магнитного микрополя на поверхности образца необходимо измерить смещения S_x и S_y точек изображения, а затем на ЭВМ по (1) производится расчет. Смещения измеряются по искажению правильной сетки, которая напыляется на исследуемую поверхность.

2. Р е ж и м р а б о т ы с д и а ф р а г м о й. В этом режиме локальная интенсивность на изображениях определяется электронами, прошедшими через диафрагму, и контраст на изображении имеет вид

$$K = j/j_0 = \exp(-S^2), \quad (3)$$

где j — плотность тока на изображении при наличии магнитных микрополей, j_0 — однородная плотность тока в отсутствие микрополей и S — смещение электронных траекторий в плоскости диафрагмы за счет действия микрополей. Выражение для смещения в этом случае тоже является сверткой, допускающей обратное преобразование, и решение обратной задачи приводит к следующему выражению для поля ⁷⁸:

$$B_{0y}(x, y) = \\ = \frac{\sqrt{V_T}}{\pi\sqrt{2e/m}} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{S_x(x, y) - S_x(x-\xi, y-\eta) - \xi \frac{\partial S_x(x, y)}{\partial x} - \eta \frac{\partial S_x(x, y)}{\partial y}}{(\xi^2 + \eta^2)^{3/2}} d\xi d\eta, \quad (4)$$

где V_T — наиболее вероятная энергия выхода электронов с катода (ϕ). Функция $S(x, y)$ находится по контрасту на экране из (3), затем поле по (4) рассчитывается на ЭВМ. На рис. 6 приводятся графики B_z и B_x для магнитофонной головки, B_z рассчитана по формуле (2). В выражениях (1) и (4) необходимо подставлять значения функции S в интервале от $-\infty$ до $+\infty$. Однако экспериментальные значения S получаются только в некотором конечном интервале значений координат. Это обуславливает необходимость аппроксимации «хвостов» функции S на участках, удаленных от места локализации микрополя, и, естественно, вносит определенную ошибку при расчете микрополя.

Использование ряда упрощающих допущений при расчете также вносит определенную погрешность в определение поля. Оценка некоторых

ошибок, в том числе за счет геометрических неоднородностей, произведена в ⁷⁸⁻⁸⁰.

Использование формул для очень локализованных магнитных полей, например поля рассеивания от доменных границ, может привести к большей ошибке, чем в случае полей с большими геометрическими размерами, поскольку уже тангенциальное смещение электрона во время пролета области действия магнитного микрополя нельзя считать малым по сравнению с характерным размером поля.

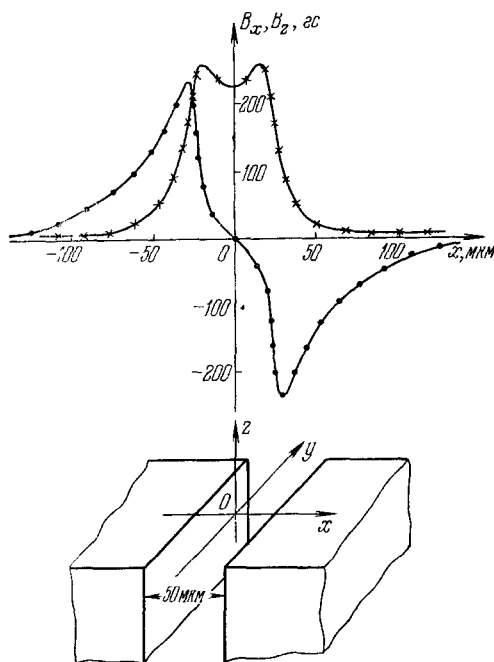


Рис. 6. Распределение нормальной — B_z (кривая с точками) и тангенциальной — B_x (кривая с крестиками) компонент магнитного поля на поверхности магнитофонной головки при протекании подмагничивающего тока, определенное по контрасту изображения в эмиссионном микроскопе с апертурной диафрагмой.

Внизу — схема зазора и оси координат.

особенностей прибора, существенных для наблюдения магнитных микрополей массивных образцов: 1) объект наблюдения может и не быть плоским, 2) глубина фокуса на 2—3 порядка выше, чем у оптического и эмиссионного электронного микроскопа; таким образом, не требуется полировки и нарушения этим геометрии образца, 3) сигнал от слабого магнитного поля на фоне большого сигнала от топографии может быть выделен за счет резонансного усиления видеосигнала радиосхемой либо использованием для построения изображения медленных вторичных электронов с узким спектром ^{81, 82}.

Впервые в низковольтном растровом приборе магнитное микрополе, записанное на магнитофонной ленте, наблюдалось в поглощенных электронах ⁸³ и позднее в обычном растровом микроскопе ⁸⁴⁻⁸⁴. Контраст магнитной записи проявлялся в виде светлых и темных полос. Кроме магнитной записи, была визуализирована также доменная структура на поверхности Со (рис. 7) ^{85, 86}, причем для повышения чувствительности к магнитным микрополям подбирались потенциалы на коллекторной системе, которая работала как анализатор скоростей, и изображение получалось только за счет вторичных электронов с узким энергетическим

IV. РАСТРОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

В растровом электронном микроскопе изображение строится по точкам. Система электронных линз используется для получения тонкого (до 50—100 Å) электронного зонда, который при помощи отклоняющей системы разворачивается по образцу. Изображение наблюдается на экране электроннолучевой трубки, луч которой движется синхронно с зондом. Яркость на экране этой трубки управляется сигналом от образца. Разрешение прибора (50—100 Å) определяется в первом приближении диаметром зонда, а увеличение — отношением отклонения луча в кинескопе и на объекте. Более детальное описание прибора и его применений дано в ⁸¹.

В растровом микроскопе одновременно может сочетаться ряд

спектром. Изображение магнитной структуры накладывалось на картину микрогеометрии поверхности, однако последняя могла быть устранена компенсационным методом с помощью противофазного сигнала с другого коллектора. Детектор можно настроить на вертикальную или горизонтальную составляющую магнитного поля⁸⁶. Размер диафрагмы выбирался из компромисса чувствительности и потери сигнала⁸⁷. В микроскопе «Стереоскан» исследовалась зависимость контраста доменной структуры кобальта от напряжения между коллектором и образцом⁸⁸. Обнаружено, что магнитный контраст очень чувствителен к этому напряжению, а также к ориентации образца относительно коллектора. Ускоряющее напряжение зонда 4,5–5 кВ, разрешение ~1 мкм. Наблюдалась также доменная структура феррита и температурные изменения изображения доменной структуры Co⁸⁹. Контраст с ростом температуры резко падал и пропал при температуре 240°С (температура, при которой константа анизотропии K_1 становилась отрицательной). Считается, что магнитный контраст от доменной структуры определяется не полями рассеивания самих доменных

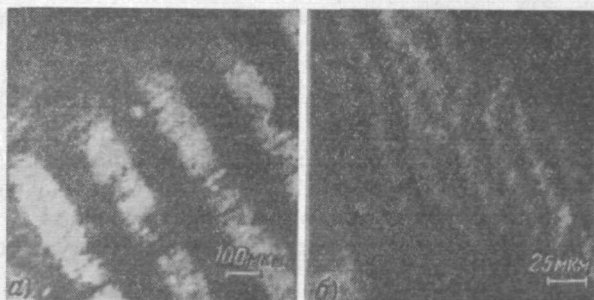


Рис. 7. Изображение магнитофонной ленты с записью (а) и изображение доменной структуры на поверхности кристалла Co (б), полученные в растровом электронном микроскопе^{85, 86}.

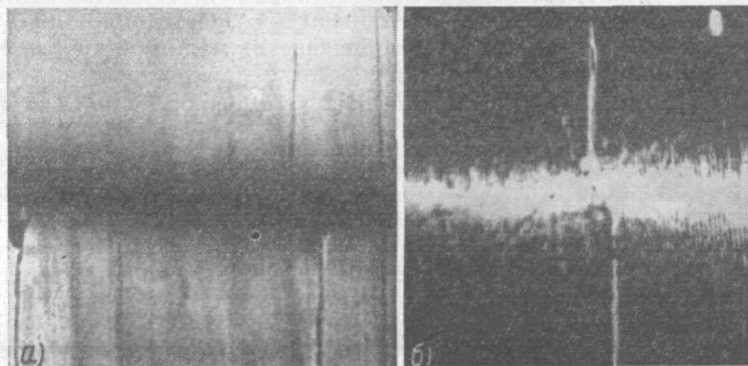


Рис. 8. Изображение магнитного поля в зазоре магнитофонной головки, полученное в растровом микроскопе в режиме резонансного усиления⁸⁴: а) светлопольное изображение и б) темнопольное.

границ, а магнитными зарядами, образующимися на поверхности доменов, за счет некоторой непараллельности плоскости образца по отношению к гексагональной оси.

Для обычной системы расположения электродов и обычных потенциалов на них прямая задача теоретического нахождения контраста в растровом микроскопе решена только качественно^{90, 91}. Это объясняется тем, что микрополе на объекте в растровом микроскопе того же порядка, что и поле, ускоряющее вторичные электроны. Поэтому линейризацию уравнений провести нельзя (нет малого параметра). Кроме того, точный учет геометрии электродов затруднителен. Создание сильного ускоряющего

поля^{92, 93} дает возможность провести линеаризацию уравнений движения, однако чувствительность микроскопа к микрополям при этом падает⁷². Качественное рассмотрение контраста позволило показать, что величина его весьма чувствительна к величине напряжения на коллекторе, положению щели и максимальному значению магнитного поля в зазоре магнитофонной головки. В зависимости от значения этих величин изображение зазора может иметь вид светлой или темной полосы^{90, 91}. Экспериментально это микрополе наблюдалось в приборе с повышенной чувствительностью⁹⁴ за счет резонансного усиления сигнала коллектора, модулированного либо переменным полем головки, либо переменной интенсивностью освещающего объект электронного зонда (рис. 8). Измерение одномерных магнитных полей можно производить также, используя видоизмененный метод сеток¹⁸, и определять распределение и величину полей по искажению изображения сетки⁹⁵⁻⁹⁷. В⁹⁷ таким образом получены муаровые картины. Использование режима катодolumинесценции устраняет влияние вторичных электронов¹³⁹. О магнитных полях можно также судить по искажению псевдо-Кичуи линий¹⁴⁰.

V. ЗЕРКАЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

Основной частью электронного зеркального микроскопа (ЭЗМ) является электронное зеркало — иммерсионный зеркальный объектив (в простейшем случае плоский образец — катод и диафрагма с отверстием — анод). Имеющаяся система линз формирует освещающий пучок и переносит изображение на экран. Электроны пучка тормозятся в поле зеркального объектива, поворачиваются у поверхности объекта и, ускоряясь тем же полем объектива, которое их раньше тормозило, создают на экране прибора изображение поверхности образца. Существенным является то, что: 1) электроны не бомбардируют образец, 2) малая скорость электронов при их прямом и обратном движении у поверхности образца обуславливает большую чувствительность к возмущающим микрополям, что приводит к высокому контрасту изображения.

Кроме простого двухэлектродного объектива, применяются также и более сложные трех- и пятиэлектродные электростатические⁹⁸ и магнитный⁹⁹ объективы. С конструкциями ЭЗМ можно ознакомиться в¹⁰⁰⁻¹⁰³.

ЭЗМ может работать в двух режимах: в рассеивающем, или теневом, и в сфокусированном. В последнем, где контраст определяется апертурной диафрагмой, достигается большая яркость и лучшее разрешение¹⁰⁴, а также более правильное воспроизведение объекта¹⁰⁵.

Для исследования в ЭЗМ поверхность образца должна быть тщательно отполирована, иначе контраст от микрорельефа исказит изображение микрополей. Ферромагнитные образцы должны далее отжигаться и дополнительно подвергаться слабой электрополировке.

Возможность наблюдения в ЭЗМ магнитных микрополей была впервые показана в¹⁰⁶ на специальном секционированном образце, состоящем из чередующихся магнитных и немагнитных полосок, при подмагничивании нормально к поверхности. Контраст был обратным контрасту в эмиссионном микроскопе — светлыми отображались участки, где было поле H_z . Наблюдалось также изображение доменной структуры на гексагональной плоскости монокристалла Co (рис. 9). Контраст изображения был очень сильным. Сопоставление с порошковыми фигурами, проведенное в работах^{13, 107}, показало соответствие порошковых фигур электронно-зеркальному изображению.

В ¹⁰⁸ было качественно рассмотрено формирование магнитного контраста в ЭЗМ. Экспериментальные исследования были проведены на наборном подмагничиваемом образце и на магнитофонной головке, на поверхность которых была напылена сетка. Было обнаружено, что магнитное микрополе вызывает деформацию изображения сетки, и были выведены следующие критерии, позволяющие отличить изображение магнитной структуры от изображения электрического и геометрического рельефа:

1) магнитный контраст образуется в результате действия нормальной компоненты магнитного поля на радиальную составляющую скорости электрона, поэтому чувствительность ЭЗМ к магнитным полям исчезает в оптическом центре образца, где радиальная скорость электронов равна нулю, и возрастает к периферии;

2) области, в которых $\Delta B_z / \Delta \varphi > 0$, отображаются светлыми, а где $\Delta B_z / \Delta \varphi < 0$ — темными, так что при перемещении области через оптический центр контраст изменяется на обратный (φ — азимутальный угол);

3) радиально проходящие магнитные структуры имеют больший контраст, чем азимутальные;

4) круглое пятно вторичной эмиссии в центре изображения деформируется при наличии тангенциальных компонент магнитных микрополей

(это иногда имеет место и при действии электрических микрополей). Указанные критерии обосновывались упрощенным количественным рассмотрением движения электронов.

В этой же работе наблюдалась доменная структура на монокристаллах ферритов Ва и Ni.

Дальнейшее улучшение электроннооптических характеристик зеркальной системы позволило повысить ее чувствительность и качество изображений магнитных структур ^{13, 109}. Наблюдались более слабые поля рассеяния на многоосных кристаллах железа

и кремнистого железа с замкнутым магнитным потоком. Доменная структура на гексагональной плоскости Со наблюдалась при подмагничивании образца нормально к изучаемой поверхности. Наблюдалась также магнитная структура в кремнистом железе при прикладывании магнитного поля нормально к поверхности ^{110, 111}, магнитные поля рассеивания на границах зерен кремнистого железа при подмагничивании ¹¹² и полосовые домены в пленках 90% Ni — 10% Fe толщиной 1 мкм ¹¹³. Сопоставление порошковых фигур и электронно-зеркального изображения показало хорошее соответствие ¹¹⁴.

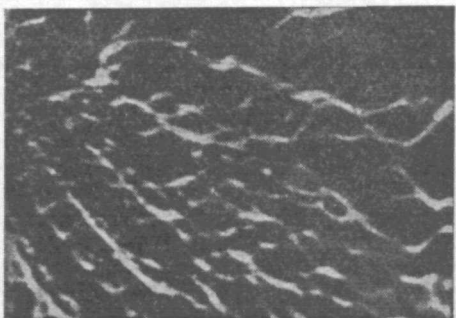


Рис. 9. Изображение доменной структуры на гексагональной плоскости монокристалла Со, полученное в ЭЗМ ¹⁰⁸.

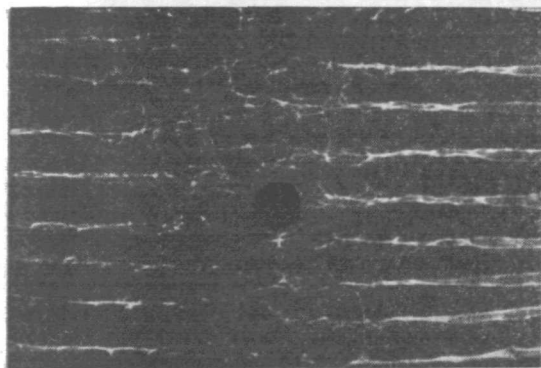


Рис. 10. Изображение в ЭЗМ доменной структуры на призматической плоскости монокристалла Со ¹¹⁵.

Правильная структура антипараллельных доменов наблюдалась на призматической плоскости монокристалла Со¹¹⁵. Система параллельных доменов отображалась в виде клиньев (рис. 10). Непосредственно изображениями границ являются светлые окантовки клиньев. Изображение границы повернуто относительно самой границы и более яркое за счет сужения на изображении места локализации поля^{116, 117}. Более детальное рассмотрение показало, что яркие окантовки представляют собой каустики за счет действия периодической структуры¹³⁵.

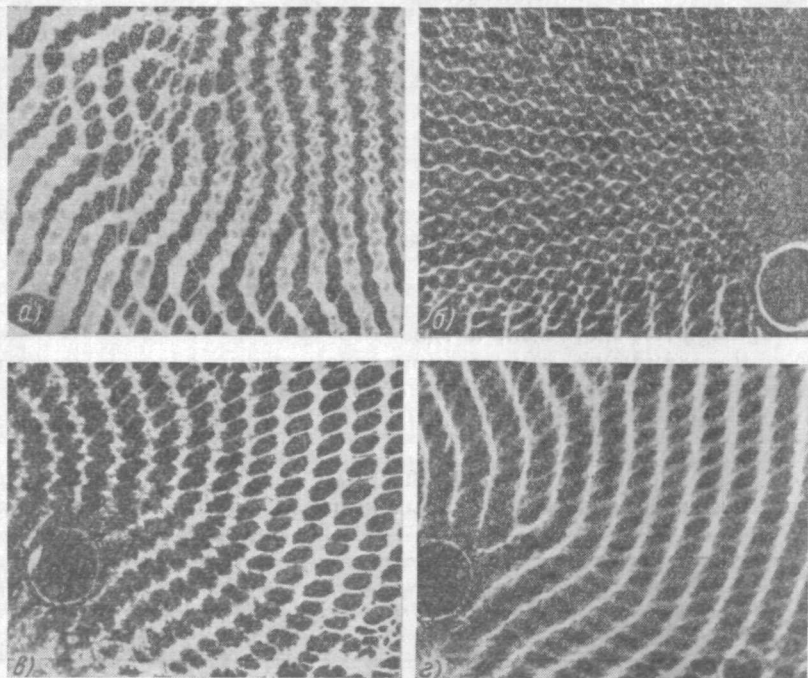


Рис. 11. Изображение в ЭЗМ сложной доменной структуры в плоскости (0001) магнетоплюмбита при различной ориентации доменной структуры относительно оптического центра и различной высоте отражения электронов над поверхностью.

Оптический центр — сверху (а), справа (б), внизу (в), справа (г) (радиальные структуры участка образца имеют больший контраст, чем азимутальные). Напряжение смещения: в) 1 е, г) 5 е (различная протяженность полей рассеяния разных участков доменной структуры)¹¹⁸.

Несмотря на сложность расшифровки даже линейных одномерных структур, двумерные доменные структуры иногда дают очень наглядное изображение, например доменная структура на плоскости (0001) монокристаллов Со и магнетоплюмбита¹¹⁸.

Здесь искажения из-за геометрического рельефа значительно уменьшены за счет тщательной подготовки поверхности, что позволило получить весьма качественные фотографии (рис. 11).

Неоднородность поля вдоль домена выявляется при изменении ориентации участка образца на 90° относительно оптического центра (рис. 11, а б). В этом случае сильное поле самого домена не дает контраста, но его периодические вариации в продольном направлении из-за звездчатых областей обратной намагниченности отображаются в виде сетчатой структуры. Контраст не очень высок вследствие меньшей величины и протяженности полей «звездочек». При ориентации доменов относительно радиаль-

ного направления на $\sim 45^\circ$ прорабатываются как сильные границы доменов, так и более слабые границы «звездочек»; изображение похоже на соты с шестигранными ячейками (рис. 11, *в*). Небольшое изменение ориентации и удаление поверхности отражения от объекта ($U_{см} = -5\text{в}$) резко снижают контраст границ «звездочек», хотя границы доменов остаются достаточно яркими (рис. 11, *г*). Их контраст уменьшается до такой же степени лишь при отрицательном смещении -50 в , т. е. при отражении электронов на высоте $\sim 25\text{ мкм}$.

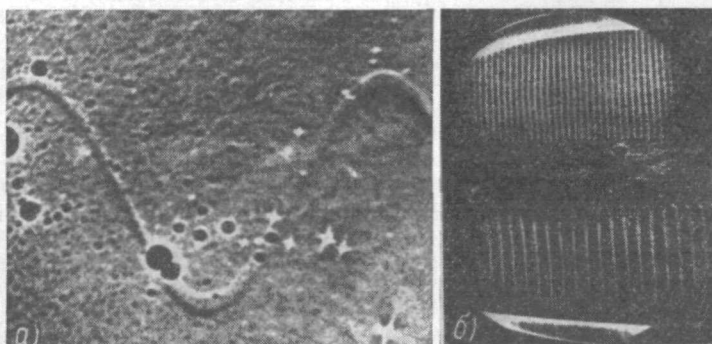


Рис. 12. Изображение в ЭЗМ магнитной записи: *а*) на пленке ¹¹⁹; *б*) на магнитофонной ленте ¹²⁰.

Следовательно, эффективная протяженность полей рассеяния областей обратной намагниченности малой площади внутри домена приблизительно на порядок меньше, чем полей основного домена, и составляет 2—3 мкм .

Интересное применение ЭЗМ в качестве читающего устройства записи на магнитных пленках было предложено в ¹¹⁹. На рис. 12, *а* показано изображение магнитной записи на насыщенной перпендикулярно поверхности пленке MnBi. Запись была произведена локальным нагревом выше точки Кюри с помощью горячего пера. По этому принципу возможна запись нагревом с помощью электронного зонда, который затем в зеркальном режиме используется для чтения. Записанная линия представляет собой участок, намагниченный противоположно остальной поверхности. Магнитная запись на магнитофонной ленте наблюдалась в ¹²⁰, ⁷⁴ (рис. 12, *б*). Было обнаружено ¹²¹, что чувствительность при визуализации записи на магнитофонной пленке повышается при наклоне образца относительно оптической оси зеркального объектива за счет увеличения тангенциальной скорости электронов вдоль магнитного штриха. Авторы полагают, что носитель записи может помещаться вне вакуума и считывание производится через окошко из слюды и что подобная система может дать в 10 раз лучшее разрешение, чем обычные воспроизводящие магнитные головки. Измерение синусоидального поля записи было произведено в ¹²², ¹²³.

Одним из наиболее подробно изученных в ЭЗМ магнитных объектов является магнитофонная головка ¹⁰⁸, ⁷⁴. Поле головки относительно большой протяженности, а величина его может легко регулироваться. Область зазора при наличии магнитного поля (рис. 13) отображается темным клином ⁷⁴, ориентация которого зависит от направления поля. Эту «клинообразность» изображения можно заметить и на фотографиях работы ¹⁰⁸, однако там не было придано этому значения, а было только отмечено, что поле зазора вызывает некоторые искажения изображения сетки. Качественно механизм контраста изображения поля магнитофонной

головки уже рассматривался в ⁷⁴. С увеличением тока (H_z растет) угол раствора клина увеличивается и темная область расширяется. Увеличение угла с ростом H_z происходит из-за роста азимутального смещения электронных траекторий на краях зазора. Найденный коэффициент линейной зависимости угла клина от подмагничивающего тока справедлив только для магнитного поля данной конфигурации.

Спадание H_z с удалением от зазора рабочей поверхности сначала идет очень резко, а затем замедляется. Даже на расстоянии двадцатикратной ширины щели H_z еще вызывает заметный сдвиг изображения поверхности.

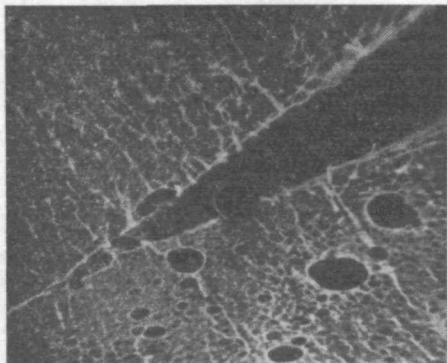


Рис. 13. Изображение в ЭЗМ магнитного поля в зазоре магнитофонной головки при протекании тока подмагничивания (темный клин) ⁷⁴.

ЭЗМ позволяет наблюдать не только статические поля головки, но и динамические при использовании стробоскопического режима ¹²⁴. Стробоскопический режим осуществляется подачей на модулятор нормально запертой электронной пушки отпирающих строб-импульсов, синхронных с переменным током, питающим обмотку магнитофонной головки. На экране создавалось неподвижное изображение, сформированное в один и тот же момент времени каждого периода переменного процесса. Меняя задержку между строб-импульсами и током в головке, можно было

наблюдать различные фазы процесса. Такой режим позволяет исследовать частотные свойства магнитофонных головок. Частотная характеристика головки находилась подбором для каждой частоты эквивалентного постоянного тока. Оказалось, что для большинства головок форма распределения поля с частотой не меняется, и поэтому можно подобрать эквивалентный постоянный ток, создающий такое же поле над зазором, как и переменный ток. Фазовая характеристика определялась как сдвиг фаз между максимумом поля (угол клина максимален) и максимумом тока.

Этот метод очень удобен тем, что позволяет непосредственно контролировать магнитное поле головки, и успешно применялся для исследования динамических характеристик головок ^{122, 123}. Обнаружение слабых магнитных полей можно производить, используя метод резонансного усиления. Так, в ¹²⁵ этим способом было получено изображение поля магнитофонной головки при токе подмагничивания всего лишь ~ 6 мкА (в обычном режиме контраст отсутствовал). Некоторые применения ЭЗМ для исследования магнитных структур приведены также в ¹²⁶.

В связи с тем, что формирование магнитного контраста в ЭЗМ и его расшифровка сложны, рассмотрим подробнее теорию формирования контраста в ЭЗМ. Первая количественная оценка магнитного контраста ¹²⁷ привела к линейной зависимости контраста от первой производной нормальной составляющей магнитного микрополя. В этой работе, так же как и в ¹¹⁵, не было обращено внимание на искажение масштаба: в ЭЗМ, работающем в теневом режиме, как и во всяком теневом приборе, всегда имеет место искажение масштаба на экране, т. е. координаты попадания электрона на экран оказываются связаны не только с увеличением системы и положением отображаемой точки образца, но и с локальной величиной микрополя. Таким образом, при попытке построить функцию распреде-

ления контраста ¹²⁷ от координат экрана возникает вопрос, какие координаты экрана нужно поставить в соответствие координатам образца.

Кроме того, как показали дальнейшие исследования, контраст вообще не определяется первой производной от поля ^{116, 128}. В связи с этим работы ^{114, 129, 130}, где использовалось это приближенное выражение для контраста, не дают достаточно строгих результатов о магнитном поле. Использование «эффективной» протяженности z_0 ¹¹⁴ было бы оправдано при указании критерия определения z_0 (как это сделано в ¹¹⁶). Величина z_0 зависит от конфигурации поля, и определить ее можно, только зная распределение поля. Кроме того, разрешение прибора в этих экспериментах ^{129, 130}, возможно, было недостаточным для получения данных о внутренней структуре границы. Для одномерного магнитного поля с известным распределением можно, используя простые соотношения, определить его максимальное значение по углу разворота изображения. Таким образом проводились измерения поля искусственного образца — ферромагнитной полоски — при различном подмагничивании по нормали к поверхности ¹¹⁶. Результаты хорошо совпали с данными измерений баллистическим методом. По повороту изображения производились также оценки поля сверхпроводящих участков образца ниобия в промежуточном состоянии ¹³¹.

Более строгий подход к проблеме магнитного контраста для слабых микрополей был развит в работах ^{128, 132, 117, 133, 134}. Использовались те же самые упрощения, как и для эмиссионного микроскопа. Для случая малых возмущений азимутальное смещение электронных траекторий на экране под действием магнитных микрополей имеет вид

$$S(X) = \gamma(X) R \quad (5)$$

где $\gamma(X)$ — локальный угол поворота на изображении, R — расстояние точки на экране до оптической оси. Контраст связан со смещением электронных траекторий за счет действия микрополей:

$$j(X') = j/[1 + (dS(X)/dX)], \quad (6)$$

где $j(X')$ — плотность тока на экране в точке $X' = X_0 + S(X)$, X — координата места попадания на экран неотклоненного электрона. Выражение для γ имеет вид свертки, и решение обратной задачи приводит к следующему выражению для нормальной составляющей магнитного поля на поверхности образца:

$$B_{0z}'(x, y) = A \sqrt{\frac{E_0}{m}} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\gamma(x, y) - \gamma(x - \xi, y - \eta)}{(\xi^2 + \eta^2)^{5/4}} d\xi d\eta, \quad (7)$$

где A — коэффициент, зависящий от геометрии объектива.

Таким образом, для определения микрополя необходимо знать локальный угол поворота каждой точки изображения. Это можно сделать непосредственно, измеряя угол или смещения по фотографии изображения. Для этого на образец напыляется пленка немагнитного материала через правильную сетку с достаточно мелкими ячейками. Смещения определяются по искажению изображения сетки. Далее из смещений по формуле (7) на ЭЦВМ рассчитывается поле. Так это было сделано ¹¹⁷ для образца с ферромагнитной полоской (рис. 14). Кроме того, для одномерных полей, которые можно выключать, смещение можно определить из интегральных кривых (интеграл электронного тока на изображении) (рис. 15).

Таким образом была получена ¹¹⁷ зависимость нормальной составляющей магнитного поля магнитофонной головки (рис. 16). Для

одномерного поля по формуле (2) может быть рассчитана и тангенциальная составляющая. Измерение смещений по фотографии — более чувствительный метод, чем метод интегральных кривых. Смещения на изображении уже значительны, когда контраст еще незаметен.

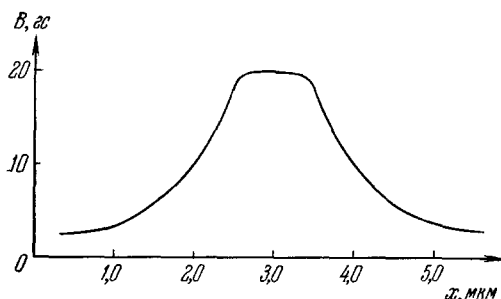


Рис. 14. Распределение нормальной компоненты магнитного поля на поверхности подмагничиваемой ферромагнитной полоски, определенное по смещению точек на изображении этой полоски в ЭЗМ при включении и выключении подмагничивающего тока ¹¹⁷.

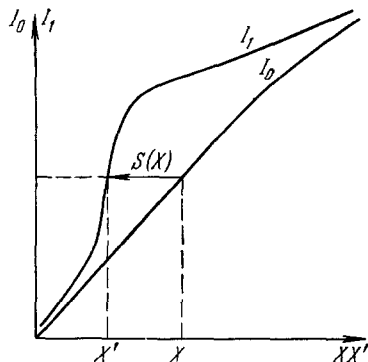


Рис. 15. Определение смещений из интегральных кривых (интеграл от тока на изображении).

I_0 — возмущающее поле отсутствует, I_1 — в присутствии возмущающего поля ¹¹⁷.

В случае, если заранее известно, что поле изменяется по закону $B_{0z}(x) = B_0 \cos \omega x$, выражение для контраста имеет вид ^{122, 123}

$$K(X') = [1 - A_1 \omega^{1/2} \exp(-\omega h) B_0 \sin \omega x]^{-1}, \quad (8)$$

$$X' = X + M A_1 \omega^{-1/2} \exp(-\omega h) B_0 \cos \omega x,$$

где $A_1 = (R/M) \sqrt{\pi e l / 2 m V_0}$, M — увеличение ЭЗМ, h — высота отражения электронов, l — расстояние от образца до диафрагмы. Для определения смещений интегрирование можно вести от точки,

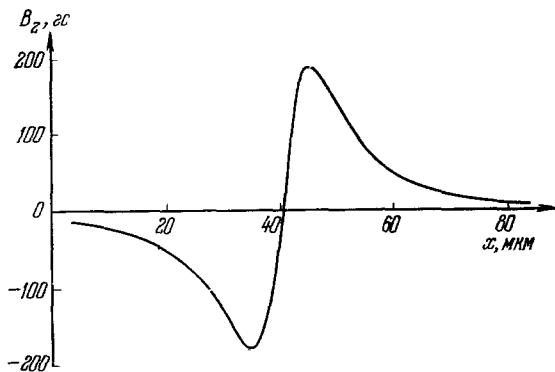


Рис. 16. Распределение нормальной компоненты магнитного поля на поверхности магнитофонной головки при протекании подмагничивающего тока, определенное по смещениям, найденным из интегральных кривых в ЭЗМ ¹¹⁷.

где смещение равно нулю — плотность тока минимальна или максимальна. В этом случае не нужно размагничивать пленку или напылять масштабную сетку. Однако даже для произвольных периодических полей так поступать уже нельзя.

Проверка точности измерений на образце с известным распределением поля — проволочка с током ^{133, 134} — показала достаточно хорошую точность метода — 10–15%. Однако все замечания по расчетам в эмиссионной системе остаются справедливыми и в

этом случае. Сведение системы ЭЗМ к системе теневой проекции ¹³⁵ позволило оценить влияние конечных размеров источника электронов на контраст изображения и написать соотношения для дифракционного контраста от магнитных структур в ЭЗМ.

В заключение отметим, что интересно использование гибридного прибора — растрового электронного зеркала^{136, 137} — для исследования магнитных микрополей. В этом приборе, при сохранении высокой чувствительности ЭЗМ к микрополю, отсутствуют искажения изображения (клиновидность и т. д.). При этом следует иметь в виду уже особенности и растрового микроскопа, где разрешение зависит от диаметра освещающего пучка, размеры которого могут увеличиваться в тормозящих полях.

Разрешение эмиссионного, зеркального и растрового приборов ($\sim 100 \text{ \AA}$) уступает 100-кэ просвечивающему электронному микроскопу (единицы $\text{\AA}$). Вместе с тем указанные три прибора позволяют изучать качественно и количественно свойства магнитных структур массивных объектов, что недоступно даже сверхвысоковольтному просвечивающему электронному микроскопу ($(1,5-3,0) \cdot 10^6 \text{ е}$), применение которого пока ограничено микронными толщинами.

Интенсивное развитие микроскопии позволяет надеяться на дальнейший прогресс в изучении магнитных структур с еще лучшим качеством отображения.

Вместе с тем большие успехи достигнуты сейчас и в применении просвечивающего электронного микроскопа для исследования магнитной структуры тонких пленок.

Московский государственный университет
им. М. В. Ломоносова

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. R. Carey, E. D. Isaac, *Magnetic Domains and Techniques for their Observation*, Academic Press, New York, London (1966).
2. D. J. Craik, *J. Appl. Phys.* **38**, 931 (1967).
3. С. В. Вонсовский, Я. С. Шур, *Ферромагнетизм*, М., Гостехиздат, 1948.
4. Сб. «Магнитные структуры ферромагнетиков», под ред. С. В. Вонсовского М., ИЛ, 1959; сб. «Магнитные свойства металлов и сплавов», под ред. С. В. Вонсовского, ИЛ, 1961; С. В. Вонсовский, *УФН* **90**, 491 (1966).
5. D. J. Craik, *Proc. Phys. Soc.* **B69**, 647 (1956).
6. D. J. Craik, P. M. Griffiths, *Brit. J. Appl. Phys.* **9**, 279 (1958).
7. L. F. Bates, D. J. Craik, P. M. Griffiths, E. D. Isaac, *Proc. Roy. Soc. (London)* **A253**, 1 (1959).
8. L. F. Bates, D. J. Craik, *J. Phys. Soc. Japan* **17**, Suppl. **B1**, 535 (1962).
9. J. S. Sallo, J. M. Carr, *J. Appl. Phys.* **33**, 1316 (1962).
10. K. J. Kronenberg, *J. Appl. Phys.* **33**, Suppl., 1326 (1962).
11. R. I. Hutchinson, P. A. Lavin, J. R. Moor, *J. Sci. Instrum.* **42**, 885 (1965).
12. H. Schwartz, *Ann. d. Phys.* **19**, 322 (1957).
13. Г. В. Спивак и др., *Изв. АН СССР, сер. физ.* **21**, 1177 (1957); М. Саад Эльдин, Е. М. Дубинина, Г. В. Спивак и др., *Изв. АН СССР, сер. физ.* **24**, 1567, (1970); *Proceed. ICEM, Grenoble*, v. 2, 1970, p. 597.
14. Л. В. Лазарева, Г. В. Спивак, *Изв. АН СССР, сер. физ.* **25**, 742 (1961).
15. L. H. Germer, *Phys. Rev.* **62**, 295 (1942).
16. G. Scheidler, *Arbeitstagung Festkorperphysik*, in Dresden, Barth, Leipzig, 1955, стр. 181.
17. L. Marton, *J. Appl. Phys.* **19**, 687 (1948).
18. L. Marton, *Phys. Rev.* **73**, 1475 (1948).
19. L. Marton, S. H. Lachenbruch, *J. Appl. Phys.* **20**, 1171 (1949).
20. L. Marton, S. H. Lachenbruch, J. A. Simpson, A. Van Bronkhorst, *J. Appl. Phys.* **20**, 1258 (1949).
21. L. Marton, J. A. Simpson, S. H. Lachenbruch, *J. Res. Nation. Bur. Std.* **52**, 97 (1954).
22. Л. Т. Соболева, *Изв. АН СССР, сер. физ.* **18**, 511 (1954).
23. L. Marton, *Bull. Am. Phys. Soc.* **24**, 27 (1949).
24. L. Marton, *J. Sci. Ind. Res. (India)* **16A**, 429 (1957).
25. Н. Н. Малов, *УФН* **41**, 244 (1950).

26. В. Н. Гусев, Б. А. Красюк, Тезисы VII Всесоюзной конференции по электронной микроскопии, Киев (1969), Секция II, Твердое тело, М., 1969, стр. 97; Физика и химия обработки материалов, № 5, 40 (1969); ДАН СССР 187, 311 (1969).
27. В. Н. Гусев, Б. А. Красюк, В. А. Лунев, В. М. Стратонов, Изв. АН СССР, сер. физ. 34, 1560 (1970).
28. W. Rollwagen, Ch. Schwink, Optik 10, 525 (1953).
29. Ch. Schwink, Optik 12, 481 (1955).
30. H. Murrmann, Ch. Schwink, Zs. Angew. Phys. 10, 376 (1958); 13, 189, 192 (1961); Zs. Phys. 174, 536 (1963).
31. H. Murrmann, Zs. Phys. 165, 305 (1961).
32. Ch. Schwink, Zs. Phys. 161, 560 (1961); 173, 542 (1963).
33. Ch. Schwink, H. Murrmann, H. Spreen, Zs. Angew. Phys. 14, 766 (1962).
34. O. Grütter, H. J. Hafner, H. Murrmann, Ch. Schwink, Zs. angew. Phys. 18, 464 (1965).
35. Ch. Schwink, O. Scharpf, Phys. Stat. Sol. 30, 637 (1968).
36. O. Scharpf, Ch. Schwink, W. Feller, Zs. angew. Phys. 28, 158 (1969).
37. J. M. Rodgers, J. Appl. Phys. 38, 1301 (1967).
38. M. R. Lipschutz, J. M. Rodgers, J. Appl. Phys. 40, 1225 (1969).
39. M. Blackman, E. Grünbaum, Proc. Roy. Soc. (London) A241, 508 (1957).
40. M. Blackman, G. Haigh, N. D. Lisgarten, Nature 179, 1288 (1957).
41. M. Blackman, E. Grünbaum, Proc. Roy. Soc. (London) A245, 408 (1958).
42. A. E. Curzon, Ph. D. Thesis, University of London (1959).
43. M. Blackman, N. D. Lisgarten, Phil. Mag. 3, 1069 (1958).
44. M. Blackman, E. Grünbaum, Nature 180, 1189 (1957).
45. M. Blackman, G. Haigh, N. D. Lisgarten, Proc. Roy. Soc. (London) A251, 117 (1959).
46. G. Kaye, Proc. Phys. Soc. (London) 78, 869 (1961).
47. G. Kaye, Proc. Phys. Soc. (London) 80, 238 (1962).
48. M. Blackman, G. Kaye, J. Phys. Soc. Japan 17, 289 (1962).
49. M. Blackman, G. Haigh, N. D. Lisgarten, Proc. Phys. Soc. (London) 81, 244 (1963).
50. М. Н. Рукосуев, А. И. Дрюкин, Г. И. Зырянов, ФММ 22, 548 (1966).
51. M. Blackman, A. E. Curzon, A. T. Pawlowicz, Nature 200, 157 (1963).
52. M. J. Goringe, U. Valdre, Proc. 3d Europ. Conf. Electron Microscopy, Prague, A, 305 (1964).
53. G. Pozzi, U. Valdre, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy 1, 355 (1968); G. Pozzi, Proc. ICEM, Grenoble, v. 1, 1970, p. 305.
54. A. E. Curzon, N. D. Lisgarten, Adv. Electronics and Electron Phys. 24, 109 (1968).
55. S. Yamaguchi, Japan. J. Appl. Phys. 28, 560 (1959).
56. S. Yamaguchi, H. Sawamura, Zs. Metallkunde, 57, 590 (1966).
57. S. Yamaguchi, Naturwiss. 48, 519 (1961); Zs. anorgan. und allgem. Chem. 314, 222 (1962); Phys. Rev. 126, 102 (1962); Brit. J. Appl. Phys. 14, 465 (1963); C. r. Acad. Sci. 264, B1703 (1967).
58. S. Yamaguchi, Exp. Techn. Phys. 9, 304 (1961); J. Electrochem. Soc. 109, 346 (1962).
59. S. Yamaguchi, Zs. Metallkunde 51, 340 (1960); J. Electrochem. Soc. 107, 714 (1960); Indian J. Phys. 33, 547 (1959); Indian J. Phys. 34, 535 (1960); Brit. J. Appl. Phys. 13, 248 (1962); Zs. Metallkunde 53, 259 (1962); Rev. Sci. Instrum. 33, 690 (1962); Naturwiss. 55, 489 (1968).
60. S. Yamaguchi, Zs. Metallkunde 52, 248 (1961); J. Appl. Phys. 32, 961 (1961).
61. S. Yamaguchi, Zs. Metallkunde 50, 721 (1959); Exp. Techn. Phys. 10, 244 (1962); J. Appl. Phys. 30, 1619 (1959); J. Chim. phys. et phys. chim. biol. 59, 101 (1962); Exp. Techn. Phys. 16, 437 (1968); Exp. Techn. Phys. 17, 164 (1969).
62. S. Yamaguchi, Zs. Metallkunde 51, 461 (1960); Zs. Instrumentkunde 69, 224 (1961).
63. S. Yamaguchi, Zs. Instrumentkunde 69, 244 (1961); J. Electrochem. Soc. 107, 55 (1960); Indian J. Phys. 33, 547 (1959); Zs. Instrumentkunde 68, 13 (1960).
64. S. Yamaguchi, Brit. J. Appl. Phys. 18, 369 (1967); Exp. Techn. Phys. 15, 402 (1967); Phil. Mag. 17, 402 (1968); J. Iron and Steel. Instit. 206, 724 (1968); Rev. Sci. Instrum. 39, 1224 (1968); J. Phys. D (Brit. J. Appl. Phys.) ser. 2, 1, 1569 (1968); Messtechnik 77, 106 (1969).
65. Сб. «Электронная микроскопия», под ред. А. А. Лебедева, М., Гостехиздат, 1954.
66. Г. В. Спивак, Н. Г. Канавина, И. С. Сбитникова, И. Н. Чернышев, ДАН СССР 92, 541 (1953).

67. Г. В. Спивак, Н. Г. Канавина, И. С. Сбитникова, Т. Н. Домбровская, ДАН СССР **105**, 706 (1955).
68. Г. В. Спивак, Т. Н. Домбровская, ДАН СССР **106**, 39 (1956).
69. И. С. Сбитникова, Г. В. Спивак, И. М. Сараева, Изв. АН СССР, сер. физ. **23**, 734 (1959).
70. И. С. Сбитникова, Г. В. Спивак, И. М. Сараева, в сб. «Магнитная структура ферромагнетиков», под ред. Л. В. Киренского, Новосибирск, 1960, стр. 41.
71. Г. В. Спивак, Т. Н. Домбровская, Н. Н. Седов, ДАН СССР **113**, 78 (1957).
72. Г. В. Спивак, В. И. Любченко, Изв. АН СССР, сер. физ. **23**, 697 (1959).
73. Н. Н. Седов, Г. В. Спивак, Н. Ф. Исаева, Изв. АН СССР, сер. физ. **25**, 725 (1961).
74. Г. В. Спивак, Р. Д. Иванов, О. П. Павлюченко, Н. Н. Седов, В. Ф. Швеиц, Изв. АН СССР, сер. физ. **27**, 1210 (1963).
75. Г. В. Спивак, Н. Н. Седов, В. Г. Дюков, В. А. Хрусталева, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1164 (1968).
76. Н. Н. Седов, Г. В. Спивак, В. Г. Дюков, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1134 (1968).
77. Н. Н. Седов, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1175 (1968).
78. N. N. Sedov, J. Microscopie **9**, 1 (1970).
79. Н. Н. Седов, Изв. АН СССР, сер. физ. **33**, 426 (1969).
80. Н. Н. Седов, Тезисы VII Всесоюзной конференции по электронной микроскопии, Киев (1969), Секция 1, Электронная оптика и приборостроение, М., 1969, стр. 32, 33; Изв. АН СССР, сер. физ. **34**, 1529 (1970).
81. Г. В. Спивак, Г. В. Сапарин, М. В. Быков, УФН **99**, 635 (1969).
82. A. Speth, Rev. Sci. Instr. **40**, 1636 (1969).
83. В. И. Верцнер, Р. И. Лагунов, Ю. В. Ченцов, Изв. АН СССР, сер. физ. **30**, 778 (1966).
84. J. R. Dorsey, Proc. 1st Nat. Conf. Electron Probe Microanalysis, Maryland, USA (1966).
85. J. R. Banbury, W. C. Nixon, J. Sci. Instrum. **44**, 889 (1967).
86. J. R. Banbury, W. C. Nixon, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy **1**, 93 (1968); J. Phys. E, ser. 2, **2**, 1055 (1969).
87. W. C. Nixon, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy, **1**, 67 (1968); J. Phys. D, ser. 2, **2**, 1367 (1969).
88. D. C. Joy, J. P. Jakubovics, Phil. Mag. **17**, 61 (1968).
89. D. C. Joy, J. P. Jakubovics, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy, **1**, 85 (1968).
90. Г. В. Спивак, Г. В. Сапарин, Н. Н. Седов, Л. Ф. Комолова, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 962 (1968).
91. G. V. Saparin, G. V. Spivak, N. N. Sedov, L. F. Komolova, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy, **1**, 87 (1968).
92. Н. Н. Седов, Г. В. Спивак, Г. В. Сапарин, В. Г. Галстян, Радиотехника и электроника **13**, 2278 (1968).
93. Н. Н. Седов, В. Г. Галстян, Л. Ф. Комолова, Тезисы VII Всесоюзной конференции по электронной микроскопии, Киев (1969), Секция 1, Электронная оптика и приборостроение, М., 1969, стр. 36.
94. Г. В. Спивак, Г. В. Сапарин, Г. Т. Сбежнев, Н. Ф. Песочкин, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 967 (1968).
95. R. F. M. Thornley, J. D. Hutchison, Appl. Phys. Lett. **13**, 249 (1968).
96. R. F. M. Thornley, J. D. Hutchison, Abstracts Intermag 69, Amsterdam, The Netherlands, 7.4 (1969).
97. R. F. M. Thornley, J. D. Hutchison, Res. Develop. **20**, 20 (1969); IEEE Trans. Magnet., MAG-5, 271 (1969).
98. L. Mayer, J. Appl. Phys. **26**, 1228 (1955).
99. M. E. Barnett, W. C. Nixon, Proc. 3d Europ. Conf. Electron Microscopy, Prague, A, 37 (1964).
100. L. Mayer, Electron Mirror Microscopy, in «Encyclopedia of Microscopy», Ed. by J. L. Clark, New York, vol. 3 (1961), p. 316.
101. A. B. Bok, A Mirror Electron Microscope, Hoogland-Waltmann, Delft, 1968.
102. Г. В. Спивак, И. А. Прямова, Д. В. Фетисов, А. Н. Кабанов, Л. В. Лазарева, А. И. Шилина, Изв. АН СССР, сер. физ. **25**, 683 (1961).
103. L. Mayer, R. Rickett, H. Stenemann, Proc. 5th Internat. Congr. Electron. Microscopy, Philadelphia **1**, D-10 (1962).
104. D. Wiskott, Optik **13**, 379 (1956).
105. W. Schwartz, Naturwiss. **52**, 448 (1965).

106. Г. В. Спивак, И. Н. Прилежаева, В. К. Азовцев, ДАН СССР **105**, 965 (1955).
 107. Г. В. Спивак, И. А. Прямова, Э. Играс, Изв. АН СССР, сер. физ. **23**, 729 (1959).
 108. L. Maue, J. Appl. Phys. **28**, 975 (1957).
 109. Г. В. Спивак, И. А. Прямова, в сб. «Магнитные структуры ферромагнетиков», под ред. Л. В. Киренского, Новосибирск, 1960, стр. 185.
 110. L. Maue, J. Appl. Phys. **30**, 252S (1959).
 111. L. Maue, J. Phys. Soc. Japan, **77**, Suppl. B-1, 547 (1962).
 112. L. Maue, J. Appl. Phys. **30**, 1101 (1959).
 113. D. S. Lo, A. L. Olson, E. J. Torgok, Rev. Sci. Instrum. **39**, 259 (1968).
 114. Г. В. Спивак, Л. В. Киренский, Р. Д. Иванов, Н. Н. Седов, Изв. АН СССР, сер. физ. **25**, 1465 (1961).
 115. Г. В. Спивак, Р. Д. Иванов, О. П. Павлюченко, Н. Н. Седов, Изв. АН СССР, сер. физ. **27**, 1139 (1963).
 116. В. И. Петров, Г. В. Спивак, А. Е. Лукьянов, Вестник МГУ, сер. 3, № 6, 102 (1967).
 117. Н. Н. Седов, Г. В. Спивак, В. И. Петров, А. Е. Лукьянов, Э. И. Рау, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1005 (1968).
 118. Г. В. Спивак, О. П. Павлюченко, А. Е. Лукьянов, Изв. АН СССР, сер. физ. **30**, 813 (1966).
 119. L. Maue, J. Appl. Phys. **29**, 1003 (1958).
 120. L. Maue, J. Appl. Phys. **29**, 658 (1958).
 121. C. Guittard, R. Vassoille, E. Pernoux, C. r. Acad. Sci. **264**, B924 (1967).
 122. А. Е. Лукьянов, Г. В. Спивак, Э. И. Рау, Р. С. Гвоздовер, Тезисы VII Всесоюзной конференции по электронной микроскопии, Киев (1969), Секция II, Твердое тело, М., 1969, стр. 95.
 123. А. Е. Лукьянов, Г. В. Спивак, Э. И. Рау, Р. С. Гвоздовер, Изв. АН СССР, сер. физ. **34**, 1539 (1970).
 124. Г. В. Спивак, А. Е. Лукьянов, Изв. АН СССР, сер. физ. **30**, 803 (1966).
 125. А. Е. Лукьянов, Г. В. Спивак, Р. С. Гвоздовер, В. Г. Дюков, Н. Н. Седов, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1039 (1968).
 126. L. Maue, Proc. 5th Internat. Congr. Electron Microscopy, Philadelphia **1**, JJ-2 (1962).
 127. J. Kranz, H. Bialas, Optik **18**, 178 (1961).
 128. Н. Н. Седов, Г. В. Спивак, В. И. Петров, А. Е. Лукьянов, Радиотехника и электроника **13**, 379 (1968).
 129. G. V. Spivak, O. P. Pavljutshenko, R. D. Ivanov, G. P. Netishenskaja, Proc. 3rd Europ. Conf. Electron Microscopy, Prague, A, 293 (1964).
 130. Р. Д. Иванов, ЖТФ **35**, 145 (1965).
 131. O. Bostanjoglo, G. Siegel, Cryogenics **7**, 157 (1967).
 132. А. Е. Лукьянов, Г. В. Спивак, Н. Н. Седов, В. И. Петров, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 987 (1968).
 133. Г. В. Спивак, Р. С. Гвоздовер, А. Е. Лукьянов, Н. Н. Седов, В. И. Петров, А. И. Бутылкин, Изв. АН СССР, сер. физ. **32**, 1211 (1968).
 134. А. Е. Lukianov, N. N. Sedov, G. V. Spivak, R. S. Gvosdover, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy, **1**, 105 (1968).
 135. В. И. Петров и др., Вест. МГУ, сер. 3, № 4, 441 (1969); Proc. ICEM, Grenoble, v. 2, 1970, p. 25.
 136. В. Н. Верцнер, Ю. В. Ченцов, ПТЭ, № 5, 200 (1963).
 137. J. R. Garrod, W. C. Nixon, Proc. 4th Europ. Conf. Electron Microscopy, Rome, Italy, **1**, 95 (1968).
 138. S. Yamaguchi, H. Wada, J. Appl. Phys. **41**, 1873 (1970).
 139. M. O. Coutts, E. R. Levin, Proc. ICEM, Grenoble, v. 1, 1970, p. 261.
 140. D. C. Joy et al., Phil. Mag. **20**, 843 (1969).
-