

МЕТОДИКА ЕЛЕКТРОННО-МІКРОСКОПІЧНИХ ТЕМНОПОЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

Для дослідження кристалічних зразків у сучасній електронній мікроскопії широко використовується метод темнопольних зображень. Найпростіший прийом: змістити апертурну діафрагму так, щоб зображення формувалося не первинним пучком, а дифрагованим променем. У цьому випадку темнопольні зображення безпосередньо вказують, які області беруть участь у створенні дифракційного променя.

Отже, деякою мірою такий спосіб можуть замінити мікродифракційні методи дослідження, оскільки він зв'язує дифракцію з ділянкою, від якої дифрагував промінь. При чому внаслідок аберацій об'єктивної лінзи під час мікродифракції виникають великі похибки в дослідженні областей близько 1м , тоді як такі помилки в темнопольній мікроскопії не властиві. Однак при дослідженнях кристалічної структури найзручніше поєднувати обидва ці методи, бо методики доповнюють одна одну і в поєднанні дають вичерпну інформацію про зразок.

В електронній мікроскопії розрізняють декілька методик і способів одержання темнопольних зображень. Найчастіше застосовуються такі: не сфокусовані складові зображення, сфокусовані складові зображення, темнопольна мікроскопія при зсунутій апертурній діафрагмі та темнопольна мікроскопія високого розділення. За допомогою цих методик успішно розв'язуються характерні завдання структурних досліджень (індексування екстинкційних контурів, виявлення двійників, різного типу виділень або включень і кристалітів різних фаз, аналіз складних електроннограм тощо).

Розглянемо принципи одержання темнопольних зображень та їх особливості.

Складові темнопольні зображення. Складові темнопольні зображення пов'язані з явищем мікродифракції. Зв'язок між мікродифракцією та складовими темнопольними зображеннями добре видно на рис.1

На рис.1 показано хід променів для об'єктивної лінзи, коли селекторна діафрагма знаходиться точно в площині зображення об'єктива. Це нормальне положення при мікродифракції. Проміжну лінзу спочатку фокусують на площину зображення об'єктива, щоб виявити виділену ділянку зразка. Потім оптичну силу проміжної лінзи зменшують доти, аж поки лінза не буде сфокусована на задню фокальну площину об'єктива. Якщо з шляху променів забрати апертурну діафрагму, то одержуємо дифракційну картину. А коли далі збільшити оптичну силу проміжної лінзи для фокусування нижче фокальної площини об'єктива (тобто близько RS), то кожна дифракційна пляма розширюватиметься і буде зображенням даної ділянки зразка. Таке регулювання може продовжуватися до тих пір, поки окремі зображення не збільшаться і почнуть взаємно дотикатися. Система таких складових зображень містить у собі центральне світлопольне зображення, оточене всіма темнопольними зображеннями тієї ж самої ділянки зразка.

Складові темнопольні зображення дуже зручні для одночасного одержання світлопольного, темнопольного зображення та дифракційної картини. Окремі зображення розміщені в такому ж порядку, що й плями на електроннограмі і можна легко розрізнити, які ділянки зразка дають вклад у дифракційний промінь. Такі складові темнопольні знімки дуже зручні при аналізі лінійних особливостей, оскільки реалізується простий зв'язок між дифракційною картиною та зображеннями. Зазначимо, що в усіх випадках дифракційна картина повернута відносно зображення

на 180° . Головним недоліком складових темнопольних зображень є їх низька якість (тобто погане розділення) внаслідок не сфокусованості.

Сфокусовані темнопольні зображення. Метод отримання сфокусованих темнопольних зображень полягає ось у чому. Після того, як предметну площину проміжної лінзи зафіксовано в положенні QP (рис.2), регулюють струм об'єктивної лінзи, фокусуючи зображення. При цьому отримується набір складових темнопольних зображень, але вони вже не відповідають одній ділянці зразка. Зображення утворюються ніби внаслідок освітлення зразка кожним дифрагованим променем.

Отже, дифрагований пучок тут можна розглядати як самостійне джерело електронів, конус яких обмежений селекторною діафрагмою (рис.2). Зображення виглядає так, ніби зразок розглядається через екран з правильно розміщеними рядами круглих отворів, і кожний отвір відповідає певному темнопольному зображенню. Таким чином, різні зображення отримуються не від однієї ділянки зразка, а від сусідніх ділянок, і спостерігається неперервність зображення при переході від одного темнопольного зображення до сусіднього. Якщо створити такі умови, щоб сусідні темнопольні зображення дотикались чи навіть перекривались, то ця неперервність стає очевидною. Описана методика дає змогу одержати прямий зв'язок між світлопольним зображенням і електронограмою. Вклад будь-якої ділянки в створенні того чи іншого дифракційного променя легко виявити, переміщуючи або селекторну діафрагму навколо обраної ділянки, або зразок, поки потрібне місце не з'явиться в полі зору на вибраному темнопольному зображенні. Перехід від складового темнопольного до нормального світлопольного зображення здійснюється введенням апертурної і виведенням селекторної діафрагм.

Темнопольні зображення при зміщеній апертурній діафрагмі. Складові темнопольні зображення не придатні для більш точних досліджень, коли потрібні збільшення порядку 20000 і вище. Найбільш простим і поширеним способом одержання темнопольного зображення є виділення потрібного дифрагованого променя шляхом зміцнення апертурної діафрагми та переведення мікроскопа на необхідне збільшення. Основні обмеження цього методу виникають внаслідок аберацій об'єктивної лінзи, оскільки дифраговані пучки виявляються нахиленими до осі об'єктива. Сферична аберація виявляється у видовженні всіх точок зображення вздовж напрямку від центральної плями до виділеного відбиття, видовження зображення точки в темнопольному зображенні залежить від розходження використовуваного дифрагованого пучка

$$\Delta d_2 = c_3 \alpha^3,$$

де c_3 - коефіцієнт сферичної аберації.

Погіршення роздільної здатності у цій методиці дуже значне. Наприклад, з 5А світлопольного до 40А темнопольного для низького порядку відбиття.

Темнопольні зображення високої роздільної здатності. Вплив сферичної аберації можна значно усунути нахилиючи освітлювальну систему мікроскопа так, щоб вибраний дифрагований пучок проходив вздовж оптичної осі об'єктива. Вказану операцію здійснюють за допомогою пристроїв, що дозволяють нахилити електронну гармату разом з конденсорами відносно об'єкта. В мікроскопі УЕМВ-100К нахил освітлюваної системи здійснюється за допомогою магнітного поля. Спеціальна система електромагнітів створює поле, яке відхиляє електронний пучок на бажаний

кут. Величину і напрям нахилу задають, спостерігаючи на екрані електроннограму зразка.

Для отримання максимального розділення освітлювальну систему необхідно юстувати для кожного вибраного дифракційного пучка. У деяких випадках, коли не потрібне дуже велике розділення з метою прискорення огляду темнопольних зображень у декількох рефлексах, оптичну вісь виводять у проміжне положення між цими рефлексами.

Хід виконання роботи

1. Запустити електронний мікроскоп та від'юстувати його.
2. Ввести в камеру шлюзу зразок – монокристалічну плівку.
3. Отримати світлопольне зображення зразка та вибрати ділянку з розвиненими екстинційними контурами або з наявністю двійників.
4. Одержати складові темнопольного зображення (сфокусовані та несфокусовані від екстинційних контурів), використовуючи мікродифрактограми, проіндексувати сфотографовані контури.
5. Перевести мікроскоп у режим електроннографа. Реостатами MEM-I та MEM-II вивести сильний рефлекс на оптичну вісь. Від'юстувати освітлювальну систему.
6. Отримати і сфотографувати зображення плівки в обраному рефлексі. Дати інтерпретацію зафіксованим особливостям контрасту на електронно-мікроскопічному знімку.

Література

1. Хови А., Пешли Д. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М., “Мир”, 1971.
2. Пилянкевич А.Н., Климовицкий А.М. Электронная микроскопия. К., “Техніка”, 1976.

Контрольні запитання

1. У чому полягає суть темнопольних зображень?
2. Який існує зв'язок між мікродифракційною картиною та складовим зображенням?
3. Чим зумовлюється обмеженість методики складових темнопольних зображень?
4. У чому полягає метод темнопольних зображень високої роздільної здатності?