

ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ (ПЭМ)

Просвечивающий электронный микроскоп дает возможность "заглянуть" во внутренний мир строения материала изделия, наблюдать очень мелкие частицы включений, несовершенства кристаллического строения - субзерна, дислокации, которые невозможно разглядеть с помощью светового оптического микроскопа.

ПЭМ работает по схеме проходящих электронных лучей в отличие от светового металлографического микроскопа, в котором изображение формируется отраженными световыми лучами. Источник света в электронном микроскопе заменен источником электронов, вместо стеклянной оптики используются электромагнитные линзы (для преломления электронных лучей).

ПЭМ состоит из электронной пушки-устройства для получения пучка быстрых электронов и системы электромагнитных линз. Электронная пушка и система электромагнитных линз размещены в колонне микроскопа, в которой в процессе работы микроскопа поддерживается вакуум 10^{-2} - 10^{-3} Па.

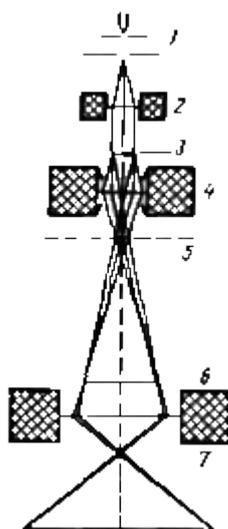


Рис. 1. Принципиальная схема просвечивающего электронного микроскопа: 1 - источник излучения; 2 - конденсор; 3 - объект; 4 - объектив; 5 - первичное промежуточное изображение; 6 - вторичное промежуточное изображение; 7 - проекционная линза.

Принципиальная оптическая схема ПЭМа показана на рис. 1. В электронной пушке 1 катод - раскаленная вольфрамовая нить испускает электроны, которые ускоряются на пути к аноду мощным электрическим полем, проходят через отверстие анода. Полученный узкий интенсивный пучок быстро летящих электронов вводится в систему электромагнитных линз электронного микроскопа. После фокусирования двухступенчатой электромагнитной линзой (конденсором) 2 электронные лучи, проходя через объект 3, рассеиваются и далее фокусируются объективной линзой 4, формирующей первичное изображение 5 просвечиваемой

электронами части объекта. Объективная линза дает увеличение примерно в 100 раз. Следующая за объективной промежуточная линза перебрасывает промежуточное изображение с небольшим увеличением (обычно до 10 раз) в предметную плоскость проекционной линзы 7, а проекционная линза формирует окончательное сильно увеличенное изображение (проекционная линза дает увеличение до 100 раз). Таким образом, общее увеличение электронного микроскопа может достигать 100 000 раз.

В связи с тем, что обычные микрошлифы для исследования структуры металлов и сплавов с помощью просвечивающего электронного микроскопа непригодны, необходимо готовить специальные очень тонкие, прозрачные для электронов, объекты. Такими объектами являются реплики (слепки) с поверхности хорошо отполированных и протравленных микрошлифов (*косвенный метод* электронномикроскопических исследований металлов и сплавов) или металлические фольги, полученные путем утонения исследуемых массивных образцов (*прямой метод* электронномикроскопических исследований).

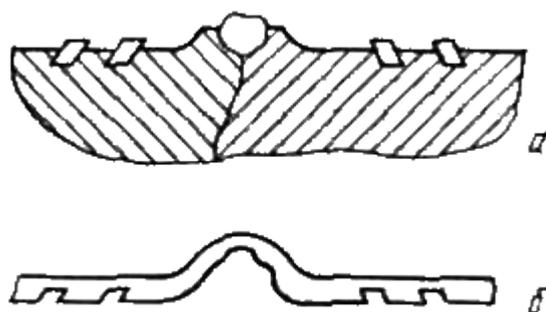


Рис. 2. Схема получения электронномикроскопических препаратов (реплик

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой показана на рис. 2. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступенчатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхности) или двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносят реплику, копирующую рельеф поверхности первого отпечатка).

Одноступенчатые реплики готовят путем распыления вещества (углерода, кварца, титана и других веществ) в вакуумированной испарительной камере (в ВУПе) и осаждения его на поверхность шлифа. Для изготовления углеродных реплик на поверхность шлифа в испарительной камере напыляют уголь с угольных стержней, нагретых пропусканием тока. Пары углерода конденсируются на поверхности шлифа, и образуется тонкая углеродная пленка (реплика). Полученные путем распыления вещества реплики позволяют воспроизводить даже самые мелкие детали рельефа поверхности исследуемого образца.

В качестве реплики для ряда материалов (алюминия и его сплавов, меди и др.) можно использовать оксидную пленку, которая создается на подготовленной поверхности образца путем анодирования в соответствующем растворе. Применяют также лаковые реплики, которые получают нанесением на поверхность шлифа тонкого слоя лака (4%-ного раствора коллодия в амилацетате).

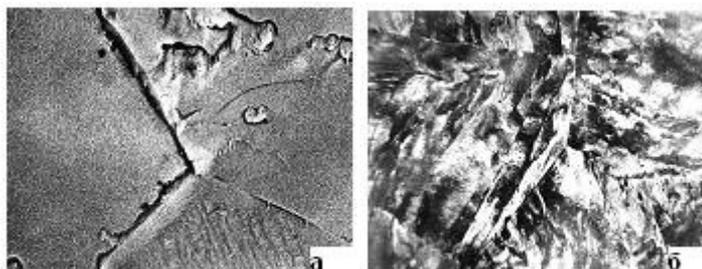


Рис. 3. Изображения стыка трех зерен, полученные с помощью ПЭМ на двухступенчатой реплике (а) и на фольге (б).

При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 3,а) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например, углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.

Наибольшую информацию о структуре металла дает прямой метод электронномикроскопического исследования, когда объектом исследования служит тонкая металлическая фольга (рис. 3,а).

Фольгу чаще всего готовят следующим образом. Из образца, подлежащего изучению, вырезают круглую заготовку диаметром 3 мм и толщиной 0,2-0,3 мм, которую затем утоняют шлифованием до 0,1-0,15 мм. Окончательное утонение пластинки осуществляют химическим или электролитическим (наиболее частый случай) полированием в подходящем реактиве (по химическому составу, температуре). Подготовленную пластинку погружают в электролит в качестве анода. Катодами служат две металлические пластинки, расположенные по обе стороны от образца (фольги). Электрополирование, при оптимальном соотношении тока и напряжения, продолжают до появления в центральной части полируемой пластинки одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2-0,8 мм). По краям таких отверстий участки фольги получаются наиболее тонкими и могут быть использованы для просмотра в электронном микроскопе.

При рассмотрении реплик и фольг под электронным микроскопом при больших увеличениях вид микроструктуры значительно изменяется. Поэтому для правильной расшифровки структуры необходимо начинать исследование с небольших увеличений, постепенно переходя к большим.

Для металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100-200 кВ, позволяющие просвечивать электронными лучами объекты толщиной 0,2-0,4 мкм (предельная толщина зависит от атомной

массы материала). С увеличением ускоряющего напряжения возрастает проникающая способность электронов, что дает возможность изучать объекты большей толщины. Широкое применение получили электронные микроскопы УЭМВ-100, ПЭМ-100, ЭМ-200 и др. Известны электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Такие микроскопы позволяют изучать объекты толщиной до нескольких микрометров.

ЗАДАЧИ, РЕШАЕМЫЕ С ПОМОЩЬЮ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Если растровая электронная микроскопия может объяснить, **как** произошло разрушение в исследуемом материале изделия, **как** металлическая поверхность детали откликается на термопластическое воздействие внешней среды, то просвечивающая электронная микроскопия может объяснить, **почему** это происходит, как этому способствует структурно-фазовое состояние материала.

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет изучать внутреннюю структуру исследуемых металлов и сплавов, в частности:

- определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;
- определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;
- изучать строение границ зерен;
- определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен;
- определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
- определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
- изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
- изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
- изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки,ковки, шлифовки, сварки и т.д.).

Все перечисленные выше задачи постоянно встречаются в практической деятельности исследователей металлов и сплавов. Главной из них является задача выбора материала конструкций с заданными механическими свойствами, такими чтобы готовая конструкция смогла стабильно работать в условиях дальнейшей ее эксплуатации. Эту задачу можно решить только совместными усилиями кристаллографов, металловедов и технологов. Успех ее решения зависит:

- от правильного выбора **металла основы** с нужным типом кристаллической решетки (ОЦК, ГЦК, ГПУ) - это область кристаллографии;
- от легирования и термопластической обработки металла с целью формирования в нем заданной структуры - это область металловедения;
- от разработки технологических процессов изготовления конструкции- это область технологии.

Задача создания сплава с заданными механическими свойствами подразумевает создание материала с нужной внутренней структурой, поскольку практически все механические свойства являются структурно-чувствительными. Все без исключения изменения свойств металлов и сплавов в глубинных или

поверхностных слоях это отклик на изменение их внутреннего строения на макро-, микро- и субмикро-скопическом уровнях.

Изучение микротопографии поверхности и внутренней структуры конструкционных материалов является одним из наиболее эффективных приложений мощных современных и быстро развивающихся методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии.

Лабораторная работа по просвечивающей электронной микроскопии

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) предполагает изучение тонких образцов с помощью пучка электронов, проходящих сквозь них и взаимодействующих с ними. Электроны, прошедшие сквозь образец, фокусируются на устройстве формирования изображения: флуоресцентном экране, фотопластинке или сенсоре ПЗС-камеры.

Благодаря меньшей чем у света длине волны электронов ПЭМ позволяет изучать образцы с разрешением в десятки тысяч раз превосходящим разрешение самого совершенного светооптического микроскопа. С помощью ПЭМ возможно изучение объектов даже на атомарном уровне. ПЭМ является одним из основных методов исследования в целом ряде прикладных областей: физике, биологии, материаловедении и т.д.

На относительно малых увеличениях контраст на ПЭМ возникает из-за поглощения электронов материалом исследуемого образца. На высоких увеличениях сложное взаимодействие волн формирует изображение, требующее более сложной интерпретации.

Современные ПЭМ имеют режимы работы, позволяющие изучать элементный состав образцов, ориентацию кристаллов, фазовый сдвиг электронов и т.п.

ПЭМ всегда состоит из следующих основных частей: вакуумная система, источник электронов, серия электромагнитных линз, устройства формирования изображения, а также устройства для ввода, вывода и перемещения образца под электронным пучком.

Электромагнитные линзы и пластины позволяют оператору манипулировать электронным пучком так, как требуется для того или иного режима работы, на устройстве формирования изображения получаются результирующие выходные данные.

Современные ПЭМ позволяют работать в следующих основных режимах:

Светлое поле (контраст формируется за счет поглощения электронов образцом)

Темное поле (контраст в зависимости от атомного номера)

Дифракционный контраст (контраст вызванный рассеянием Брэгга, возникающим при попадании пучка в кристаллическую структуру)

Спектроскопия энергетических потерь электронов (измерение потери электроном начальной энергии после прохождения через образец), а также энергетическая фильтрация

Элементное картирование с помощью рентгеновского энергодисперсионного спектрометра

Изображение во вторичных электронах

Изображение в обратно-рассеянных электронах

Электронно-лучевая томография (объемное изображение образца)

1. Вводная часть

Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) применяется для характеристики структуры материала, как в объеме образца, так и в его приповерхностной области. ПЭМ – один из наиболее высокоинформативных методов исследования, используемых в материаловедении, физике твердого тела, биологии и других науках. Электронный пучок, расходящийся от источника, преобразуется конденсорными линзами, и затем попадает на исследуемый образец, который помещается вблизи полюсного наконечника объективной линзы. Изменяя ток в катушке промежуточной линзы, можно менять ее фокусное расстояние, так что на флуоресцентном экране микроскопа будет фокусироваться либо плоскость самого изучаемого объекта, либо задняя фокальная плоскость объективной линзы. В первом случае мы будем наблюдать увеличенное изображение структуры образца. Во втором на экране микроскопа будет видна

дифракционная картина (дифрактограмма, электронограмма), соответствующая освещаемому электронами участку образца.

Из числа электронных пучков, исходящих от образца – прошедшего и нескольких дифрагированных – не все достигают экрана и участвуют в формировании изображения. Выбор пучка, создающего изображение, осуществляется при помощи апертурной диафрагмы, расположенной в задней фокальной плоскости объективной линзы. Если изображение формируется только прямым (т.е. прошедшим) пучком, такое изображение называется светлопольным. В случае, когда апертурная диафрагма пропускает один из дифрагированных пучков, изображение называется темнопольным. Интенсивности пучков, выходящих из образца, определяются процессами рассеяния и поглощения, и зависят от структуры и состава образца, его толщины, ориентации, длины волны излучения. Возможность одновременно с изображением микроструктуры образца наблюдать картину дифракции электронов (или, другими словами, наблюдать сечения обратной решетки образца) позволяет получать ценную информацию о симметрии кристаллической решетки и дефектах структуры исследуемого материала. Сопоставление микрофотографии с картинами электронной дифракции дает возможность соотносить элементы микроструктуры с той или иной кристаллической или аморфной фазой, идентифицированной на электронограмме.

Метод ПЭМ с позволяет решать следующие задачи:

- характеристика структуры образца в объеме и на поверхности;
- определение качественного фазового состава образца;
- определение ориентационных соотношений между элементами структуры образца.

Характеристики электронного пучка

Электронный пучок в ПЭМ должен иметь определенные характеристики, которые задаются как электронным источником, так и конструкцией пушки. Основными характеристиками электронного источника являются такие как интенсивность, яркость, когерентность, стабильность.

Интенсивность и яркость

Не следует путать яркость и интенсивность.

Интенсивность источника – это число испускаемых электронов за единицу времени, отнесенное к единице площади излучающей поверхности, т.е. плотность эмитируемого тока. Яркость – это плотность тока в единице телесного угла. Величина яркости весьма важна для микроанализа в ПЭМ и СЭМ, где используются очень тонкие пучки, но не столь важна для стандартной ПЭМ.

Очевидно, что, чем выше яркость, тем больше плотность тока на образце, тем больше информации можно получить, но тем больше радиационных нарушений в радиационно-чувствительных образцах.

Когерентность и энергетический разброс

Всем известно, что белый свет некогерентен, поскольку является смесью волн с разными длинами. Чтобы получить когерентный пучок электронов, необходимо создать пучок, в котором электроны имеют одинаковую длину волны, т.е. монохроматичный пучок. В реальном пучке имеется разброс по энергиям электронов ΔE , и электрон можно представить как волновой пакет с длиной когерентности (шириной пакета).

$$\lambda_c = v h / \Delta E, \quad (2.2)$$

где v – скорость электронов, h – постоянная Планка. Для увеличения длины когерентности необходимо использовать стабилизированные блоки питания электронного источника и высокого напряжения.

Пространственная когерентность и размер источника

Пространственная когерентность обусловлена размерами источника. Идеальная пространственная когерентность подразумевает испускание из одной точки источника. Т. о., размер источника определяет пространственную когерентность, чем меньше размер, тем

выше когерентность. Пространственная когерентность может быть оценена подсчетом числа интерференционных полос в электронной дифракционной картине от края отверстия, аналогично оптической дифракции на бипризме Френеля. Критический размер источника d_c , когда сохраняется когерентность, может быть оценена из соотношения $d_c = \lambda/(2\alpha)$, (2.3),

где λ электронная длина волны, α - угол расходимости пучка из ионного источника.

Воспользовавшись этим соотношением, для разумных величин α можно получить, что когерентность сохраняется при размерах источника всего в несколько нанометров.

Когерентность можно повысить путем

- Уменьшения d_c , например, используя автоэмиссионный электронный источник
- Использованием малой апертуры, уменьшающей угол α
- Если размер источника большой (например, W-катод, см. ниже), то можно уменьшить энергию, увеличивая тем самым, λ .

Стабильность

Стабильность пучка определяется стабильностью высокого напряжения и стабильностью электронного источника. Термоэлектронные источники обычно стабильны за исключением начального и конечного периодов работы. Обычно вариация интенсивности не превышает 1% в час. Стабильность автоэлектронного источника обычно не велика, и его 5%-ная стабильность обеспечивается за счет электрической обратной связи. Стабильность улучшается с улучшением вакуума.

Источники электронов (электронные пушки)

Используются 2 основных типа электронных пушек: термоэлектронные (ТЭП) (thermoelectronic or thermoionic source) и автоэмиссионные (АЭП или FEG – field emission gun). Отметим сразу, что эти два источника не взаимозаменяемы! АЭП дает более монохроматический пучок, но ПЭМ с АЭП стоит в ~ 2 раза дороже, чем с ТЭП.

Источник с термоэлектронной эмиссией

Мы можем нагреть вещество до такой температуры, что электроны могут преодолевать потенциальный барьер, Φ , разделяющий поверхность и вакуум. Этот барьер называется «работой выхода» (“work function”) и измеряется обычно в вольтах. Согласно закону Ричардсона,

$$J = AT^2 \exp(-\Phi/kT), \quad (2.4),$$

где A – «константа» Ричардсона в единицах A/m^2K^2 , зависящая от материала, ток J возникает

когда источник нагрет до температуры T при которой kT сопоставимо с потенциальным барьером Φ . Однако, если kT достигает несколько эВ, то большинством материалов либо плавится, либо испаряется. Поэтому, в ТЭП используют либо материалы с высокой температурой плавления, либо с очень малой работой выхода. На практике используют либо вольфрамовую нить ($T_m=3660K$), либо гексаборид лантана (LaB_6), имеющий низкую работу выхода.

Источник на кристалле LaB_6 имеет четкую огранку, характерную для кубической решетки с ориентацией $\langle 001 \rangle$. Цилиндр Венельта и, через регулируемое сопротивление, катод находятся под высоковольтным потенциалом (порядка E_0), относительно анода, который 4 заземлен. W-нить нагревается за счет дополнительного источника питания, LaB_6 источники, обычно нагреваются путем контакта с нитью накала, обычно ренийевой, нагреваемой резистивным путем. Имея небольшой отрицательный потенциал относительно катода, цилиндр Венельта является, по сути, простой линзой, которая фокусирует пучок в позиции кроссовера пушки.

В современных СЭМ электронная пушка обычно тщательно съюстирована на максимальное значение β , поэтому пользователь может не иметь доступа для оптимизации цилиндра Венельта. В ПЭМ с широким пучком, обычно нет необходимости оптимизировать β , поэтому можно просто увеличивать плотность пучка, чтобы изображение было ярче,

уменьшая смещение на цилиндре Венельта (emission control). Но при этом условия насыщения могут измениться, так что после этого нужно проверить ток нагрева нити (LaB6).

Оптическая схема просвечивающего электронного микроскопа

Одной из наиболее важных характеристик объектива является разрешающая способность линзы, т.е. свойство линзы разрешать близко расположенные детали образца. Иными словами, разрешающая способность объективной линзы - это наименьшее расстояние между двумя точками объекта, при котором эти точки на изображении разрешаются как две отдельные точки. Предельная разрешающая способность линзы определяется дифракционными свойствами линзы и может быть записана в виде

$$\varepsilon = 0,61\lambda / A \quad (4.3)$$

где λ - длина волны света, используемого для освещения объекта, а A - числовая апертура объективной линзы.

Другой характеристикой линзы является глубина резкости. Она характеризует величину смещения образца вдоль оптической оси, которое может быть произведено без заметного ухудшения фокусировки изображения.

Наряду с дифракционными ограничениями разрешающую способность линз ухудшают различного рода дефекты, называемые в оптике абберациями. Наиболее распространенными считаются пять типов аббераций: сферическая и хроматическая абберации, астигматизм, кома, и дисторсия. На рис.4.2 схематически показано, как образуются эти типы ошибок в передаче изображений линзами.

Рис.2. Абберации линз. а)-сферическая абберация, б)-кома, в)-хроматическая абберация, г)-астигматизм, д)-дисторсия.

Сферическая абберация обусловлена тем, что лучи, проходящие через участки линзы, расположенные на различных расстояниях от оптической оси, фокусируются на различных расстояниях от центра линзы, т.е. имеют слегка отличные фокусные расстояния. Поэтому фокус линзы будет размыт вдоль оптической оси. Это главный дефект объективных линз, в особенности в электронной микроскопии. Если рассматривать изображения точек образца, располагающихся на некотором расстоянии от оптической оси линзы, то изображения их будут размытыми даже в случае полной компенсации сферической абберации. Такие искажения получили название кома.

Хроматическая абберация возникает в случае освещения объекта монохроматическим светом. Световые лучи более короткой длины волны преломляются

6
меньше, чем лучи более длинноволновые, отсюда возникает цветное размытие фокуса вдоль оптической оси.

Более сложным видом искажений является *астигматизм*. Он обусловлен нарушением осевой симметрии линзы и приводит к отличию фокусных расстояний для лучей, проходящих в плоскости рисунка, и лучей, располагающихся в перпендикулярной плоскости. Искажения этого типа особенно существенны для электронной микроскопии, т.к. изготовить магнитную линзу (диаметры полюсных сердечников такой линзы могут составлять 10см. и более) с высокой степенью осевой симметрии достаточно сложно.

И, наконец, абберация, называемая дисторсией, возникает, когда отдельные точки объекта, располагающиеся на разных расстояниях от оптической оси, имеют разное увеличение. В случае, когда увеличение уменьшается с увеличением расстояния от оптической оси, дисторсия называется бочковидной, в противоположном случае - подушковидной.

В оптической микроскопии перечисленные виды аббераций в значительной степени удается скорректировать высоким качеством изготовления оптики и применением специальных сложных объективов (ахроматические, апохроматические). Однако, полностью исправить все абберации линз практически невозможно.

. МИКРОСКОП, КАК ДИФРАКЦИОННЫЙ ПРИБОР. ПОДХОД АББЕ

Если падающий пучок описывается плоской волной, которая дифрагирует на объекте, то объект можно представить с помощью двумерной функции прохождения $q(x,y)$. Согласно представлениям волновой оптики (принцип Гюйгенса-Френеля) выходная поверхность объекта действует, как совокупность точечных источников сферических волн, интерференция которых приводит к возникновению в задней фокальной плоскости линзы дифракционной картины. Каждую точку полученной дифракционной картины можно в свою очередь рассматривать, как источник Гюйгенса, генерирующий сферические волны, которые с учетом влияния абберационных сдвигов фаз интерферируют в плоскости изображения. Поэтому процесс формирования изображения объективной линзой можно представить, как двойное фурье-преобразование в пространстве от объекта до задней фокальной плоскости, где возникает дифракционная картина, и от этой плоскости до плоскости изображения объекта, где формируется увеличенное изображение. Эта идея (см.рис.4.8) впервые была высказана Аббе в 1873 году.

Рис.3. Участие различных дифракционных пучков в формировании дифракционного изображения в электронном микроскопе. Изображение формируется только за счет нулевого пучка -а) (светлопольное изображение); б) изображение формируется только за счет одного из боковых дифракционных максимумов (темнопольное изображение); в) 7 изображение формируется в результате интерференции нескольких дифракционных пучков (высокое разрешение). 1-образец; 2-объективная линза; 3-апертурная диафрагма; 4- дифракционное изображение объекта в фокальной плоскости линзы; 5 - восстановленное изображение объекта в "плоскости объекта".

Ход лучей в электронном микроскопе с трехступенчатым увеличением а-режим получения изображения; б-режим микродифракции. При переходе от режима - а) к режиму - б) увеличивается фокусное расстояние промежуточной линзы так, чтобы получить изображение задней фокальной плоскости объективной линзы.

Чем больше дифракционных максимумов будет проходить через апертурную диафрагму, т.е. чем большее число членов ряда Фурье примет участие в формировании изображения, тем выше будет разрешение оптической системы. На рис.4.9 показано, как апертурная диафрагма выделяет из дифракционной картины в фокальной плоскости электронного микроскопа один центральный, или один боковой, или несколько дифракционных пучков для последующего формирования изображения.

Образцы

Образец должен быть твердофазным, проводящим. При необходимости на образец наносится аморфная углеродная пленка. Стандартный держатель для методики ПЭМ 8 предоставляет возможность изучения объемных образцов, максимальный внешний размер которых составляет 3 мм. Толщина исследуемых образцов не должна превышать 0,2 мкм. Место в образце, представляющее интерес для изучения, должно быть прозрачно для пучка проходящих электронов, т.е. его толщина не более 50–70 нм. Объем и условия исследования образца устанавливаются для каждого конкретного образца и оформляются в виде технического задания на исследования, утверждаемого руководителем темы.

Косвенные методы исследования применяются при изучении в ПЭМ поверхности массивных объектов. Обычно прибегают к методу отпечатков — реплик, которые готовятся в виде тонких пленок из материала, отличного от материала объекта, и точно передающего рельеф его поверхности. Сущность метода состоит в том, что на поверхность исследуемого образца наносится тонкий слой вещества, который затем отделяется тем или иным способом

и изучается на просвет в просвечивающем электронном микроскопе.

Применяемые способы приготовления реплик весьма разнообразны по технике изготовления и использования материалов — в зависимости от природы и свойств исследуемых образцов. Отпечатки с поверхности образцов получают: 1) из пластиковых материалов (лаковые реплики — коллодий, формвар); 2) из веществ, испаряемых в вакууме (напыленные реплики — углерод, углерод с металлом, металлы, моноокись кремния, кварц), 3) в результате окисления поверхности образца (окисные реплики — окисленный материал объекта).

Проведение измерений

Образец закрепляется в одном из специальных держателей и помещается в камеру электронного микроскопа.

В зависимости от цели исследований выбирается режим работы.

Расчет электронограмм

По полученным дифракционным картинкам можно определить фазовый состав и ориентировку кристаллов.

1.2. ВВЕДЕНИЕ

В ЭЛЕКТРОННУЮ МИКРОСКОПИЮ

1.2.1. ВВЕДЕНИЕ В ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Электронная микроскопия – это совокупность электронно-зондовых методов исследования микроструктуры твердых тел, их локального состава и микрополей (электрических, магнитных и др.) с помощью электронных микроскопов (ЭМ) – приборов, в которых для получения увеличенного изображения используют электронный пучок. Электронная микроскопия включает также методики подготовки изучаемых объектов, обработки и анализа результирующей информации. Различают два основных направления электронной микроскопии: трансмиссионную (просвечивающую) и растровую (сканирующую), основанных на использовании соответствующих типов ЭМ. Они дают качественно различную информацию об объекте исследования и часто применяются совместно. Известны также отражательная, эмиссионная, оже-электронная, лоуренцова и иные виды электронной микроскопии. Далее приведены некоторые основные понятия.

Электронный луч – направленный пучок ускоренных электронов, применяемый для просвечивания образцов или возбуждения в них вторичных излучений (например, рентгеновского). Конспект лекций 33
Ускоряющее напряжение – напряжение между электродами электронной пушки, определяющее кинетическую энергию электронного луча.

Разрешающая способность (разрешение) – наименьшее расстояние между двумя элементами микроструктуры, видимыми на изображении раздельно (зависит от характеристик ЭМ, режима работы и свойств образцов).

Светлопольное изображение – увеличенное изображение микроструктуры, сформированное электронами, прошедшими через объект с малыми энергетическими потерями (структура изображается на экране электроннолучевой трубки (ЭЛТ) темными линиями и пятнами на светлом фоне).

Темнопольное изображение формируется рассеянными электронами (основной пучок электронов при этом отклоняют или экранируют) и используется при изучении сильнорассеивающих объектов (например, кристаллов); по сравнению со светлопольным выглядит как негативное.

Хроматическая абберация – снижение скорости электронов после просвечивания объекта, приводящее к ухудшению разрешения; усиливается с увеличением толщины объекта и уменьшением ускоряющего напряжения.

Контрастирование (химическое и физическое) – обработка исследуемых образцов для повышения общего контраста изображения и(или) выявления отдельных элементов их структуры.

Оттенивание – физическое контрастирование микрочастиц, макромолекул, вирусов, состоящее в том, что на образец в вакуумной установке напыляется тонкая пленка металла; при этом «тени» (ненапыленные участки) прорисовывают контуры частиц и позволяют измерять их высоту.

Негативное контрастирование – обработка микрочастиц или макромолекул на пленке-подложке растворами соединений тяжелых металлов (U и др.), в результате чего частицы будут видны как светлые пятна на темном фоне (в отличие от позитивного контра-

стирания, делающего темными сами частицы).

Ультрамикротом (ультратом) – прибор для получения ультратонких (0,01–0,1 мкм) срезов объектов с помощью стеклянных или алмазных ножей.

Реплика – тонкая, прозрачная для электронов, пленка из полимерного материала либо аморфного углерода, повторяющая микрорельеф массивного объекта или его скола. 34 Электронная микроскопия Сканирование – последовательное облучение изучаемой поверхности узким электронным лучом – зондом с помощью развертки (в трансмиссионных приборах все поле зрения облучается одновременно).

Развертка – периодическое отклонение электронного луча по осям X и Y с целью формирования электронного раstra.

Растр – система линий сканирования на поверхности образца и на экране ЭЛТ.

К примеру, трансмиссионная микроскопия реализуется с помощью трансмиссионных (просвечивающих) электронных микроскопов (ТЭМ), в которых тонкопленочный объект просвечивается пучком ускоренных электронов с энергией 50–200 кэВ. Электроны, отклоненные атомами объекта на малые углы и прошедшие сквозь него с небольшими энергетическими потерями, попадают в систему магнитных линз, которые формируют на люминесцентном экране (и на фотопленке) светлоспольное изображение внутренней структуры. При этом удается достичь разрешения порядка 0,1 нм, что соответствует увеличениям до $1,5 \cdot 10^6$ раз. Рассеянные

электроны задерживаются диафрагмами, от диаметра которых в значительной степени зависит контраст изображения.

При изучении сильно рассеивающих объектов более информативны темнопольные изображения. Разрешение и информативность ТЭМ-изображений во многом определяются характеристиками объекта и способом его подготовки. При исследовании тонких пленок и срезов полимерных материалов и биологических тканей контраст возрастает пропорционально их толщине, но одновременно снижается разрешение. Поэтому применяют очень тонкие (не более 0,01 мкм) пленки и срезы, повышая их контраст обработкой соединений тяжелых металлов (Os, U, Pb и др.), которые избирательно взаимодействуют с компонентами микроструктуры (химическое контрастирование). Ультратонкие срезы полимерных материалов (10–100 нм) получают с помощью ультрамикротомов, а пористые и волокнистые материалы предварительно пропитывают и заливают в эпоксидные компаунды. Металлы исследуют в виде получаемой химическим или ионным травлением ультратонкой фольги. Для изучения формы и размеров микрочастиц (микроструктуры, аэрозоли, вирусы, макромолекулы) их наносят в виде суспензий либо аэрозолей на пленки-подложки из формвара (поливинилформаль) или аморфного углерода, проницаемых для электронного луча, и контрастируют методом отщепления или негативного контрастирования.

Перспективные направления развития. К

Перспективные направления развития. К ним относятся: повышение разрешающей способности ТЭМ и РЭМ и других видов электронных микроскопов; совершенствование способов подготовки образцов; разработка методов получения качественно новой

информации и повышения чувствительности методов анализа с помощью спектрометрической системы; разработка методов компьютерной обработки полученных изображений с целью выявления содержащейся в них количественной информации о структуре объекта; автоматизация РЭМ и соединенной с ними аналитической аппаратуры.

Повышение разрешающей способности микроскопов достигается главным образом совершенствованием электронной оптики и применением новых видов электронных пушек. Замена традиционных вольфрамовых термокатодов на ориентированные катоды из LaB₆ позволила повысить электронную яркость пушек в 5–7 раз, а переход к пушкам на полевой эмиссии (автоэмиссии) с холодными катодами из монокристаллического W – в 50–100 раз, что дало возможность уменьшить диаметр электронного зонда и довести разрешение РЭМ до 1 нм, существенно снизив при этом лучевую нагрузку на образец.

Развитие способов подготовки образцов наиболее активно происходит в области электронно-микроскопического исследования структуры полимерных материалов и влагосодержащих объектов и связано преимущественно с разработкой криогенных методов (сверхбыстрое замораживание в струе хладагента, прижим к металлическому блоку, охлаждаемому жидким He, низкотемпературное замещение воды органическими растворителями, криоультратомия, криомикроскопия и др.). Эти методы позволяют избежать нарушений структуры и локального состава образцов, наблюдаемых при химической фиксации и нанесении электропроводных покрытий. Развитие компьютерной техники обусловило значительный прогресс в области математической обработки электронных изображений (компьютерная морфометрия). Разработанные аппаратно-программные комплексы позволяют запоминать изображения, корректировать их контраст; расширять диапазон яркостей путем введения условных цветов; устранять шумы; подчеркивать границы микроучастков, выделять детали микроструктуры в заданном диапазоне размеров и оптической плотности; проводить статистику-36 Электронная микроскопия

численную обработку изображений и строить гистограммы распределения микрочастиц по размерам, форме и ориентации; реконструировать объемные изображения структуры композиционных материалов и иных объектов по микрофотографиям серийных срезов; реконструировать объемные изображения микрорельефа и строить профилограммы сечений по стереомикрофотографиям; рассчитывать локальные микроконцентрации элементов по элементно-селективным изображениям и спектрам; определять параметры кристаллических решеток по электронограммам и др.

1.2.2. СУЩЕСТВУЮЩИЕ ВИДЫ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ

Просвечивающий электронный микроскоп – это прибор, в котором электронный луч пропускается через ультратонкий образец, при этом взаимодействуя с ним. Образ формируется из электронов, проходящих через образец, увеличивается и усиливается собирательными линзами и появляется на экране, флуоресцентном в большинстве просвечивающих электронных микроскопов. Также может быть использован сенсор, как CCD-камера. Первый практический просвечивающий электронный микроскоп был построен Альбертом Пребусом и Дж. Хиллиером в университете Торонто

(Канада) в 1938 г., используя концепции, предложенные ранее Максом Кноллом и Эрнстом Руска.

Растровый электронный микроскоп (англ. Scanning Electron Microscope, SEM) – прибор, позволяющий получать изображения поверхности образца с большим разрешением (менее микрометра). Ряд дополнительных методов позволяет получать информацию о химическом составе приповерхностных слоев.

Отражательный электронный микроскоп – это вакуумный электронно-оптический прибор для наблюдения и фотографирования многократно (до 10^6 раз) увеличенного изображения объектов, полученного с помощью пучков электронов, ускоренных до больших энергий. Разрешающая способность электронного микроскопа в несколько тысяч раз больше, чем у обычного оптического микроскопа; предел разрешения электронного микроскопа составляет $\sim 0,01\text{--}0,1$ нм.

Растровый просвечивающий электронный микроскоп – является комбинацией соответственно растрового и просвечивающего электронных микроскопов. Конспект лекций 37

Фотоэмиссионный электронный микроскоп – электронно-оптический микроскоп, в котором изображение формируется потоком частиц, испускаемых поверхностью объекта при нагревании, наложении сильного электрического поля и т. п.

1.3. ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

1.3.1. ОСНОВЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

1.3.1. ОСНОВЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Теоретически максимально возможное разрешение в оптическом микроскопе было ограничено длиной волны фотонов, используемых для облучения образца, и угловой апертурой оптической системы. В начале 20-го столетия ученые обсуждали вопрос преодоления ограничений относительно большой длины волны видимого света (длины волн $400\text{--}700$ нанометров) через использование электронов. Подобно любому веществу, электроны имеют волновые и корпускулярные свойства (как было показано де Бройлем), и их волновые свойства означают, что электронный луч может вести себя подобно лучу электромагнитного излучения. Электроны обычно генерируются в электронном микроскопе посредством термоэлектронной эмиссии из нити накаливания, обычно сделанной из вольфрама, так же как и через light bulb или посредством полевой эмиссии. Электроны затем ускоряются электрическим потенциалом (измеряемым в вольтах) и фокусируются электростатическими или электромагнитными линзами на образце. Прошедший через образец луч содержит информацию об электронной плотности, фазе и периодичности, которые используются при формировании изображения.

1.3.2. КОНСТРУКЦИЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

ПЭМ работает по схеме проходящих электронных лучей в отличие от светового металлографического микроскопа, в котором изображение формируется отраженными световыми лучами. Ис-

точник света в электронном микроскопе заменен источником элек-38 Электронная микроскопия

тронов, вместо стеклянной оптики используются электромагнитные линзы (для преломления электронных лучей).

ПЭМ состоит из электронной пушки – устройства для получения пучка быстрых электронов и системы электромагнитных линз. Электронная пушка и система электромагнитных линз размещены в колонне микроскопа, в которой в процессе работы микроскопа поддерживается вакуум 10^{-2} – 10^{-3} Па.

Принципиальная оптическая схема ПЭМ показана на рис. 1.7.

В электронной пушке катод 1 – раскаленная вольфрамовая нить испускает электроны, которые ускоряются на пути к аноду мощным электрическим полем и проходят через отверстие анода. Полученный узкий интенсивный пучок быстро летящих электронов вводится в систему электромагнитных линз электронного микроскопа. После фокусирования двухступенчатой электромагнитной линзой (конденсором) 2 электронные лучи, проходя через объект 3, рассеиваются и далее фокусируются объективной линзой 4, формирующей первичное изображение 5 просвечиваемой электронами части объекта. Объективная линза дает увеличение примерно в 100 раз. Следующая за объективной промежуточная линза перебрасывает промежуточное изображение с небольшим увеличением (обычно до 10 раз) 6 в предметную плоскость проекционной линзы 7, а проекционная линза формирует окончательное сильно увеличенное изображение (проекционная линза дает увеличение до 100 раз). Таким образом, общее увеличение электронного микроскопа может достигать 100 000 раз.

В связи с тем что обычные микрошлифы для исследования структуры металлов и сплавов с помощью просвечивающего электронного микроскопа непригодны, необходимо готовить специальные очень тонкие, прозрачные для электронов, объекты. Такими объектами являются реплики (слепки) с поверхности хорошо отполированных и протравленных микрошлифов (косвенный метод электронномикроскопических исследований металлов и сплавов) или металлические фольги, полученные путем утонения исследуемых массивных образцов (прямой метод электронномикроскопических исследований).

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой показана на рис. 1.8. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступенчатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхности) или двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносят реплику, копирующую рельеф поверхности первого отпечатка).

- 1
- 2
- 3
- 4
- 5
- 6
- 7

Рис. 1.7. Принципиальная оптическая схема ПЭМ:

1 – катод; 2 – двухступенчатая электромагнитная линза (конденсор);
3 – объект; 4 – объективная линза; 5 – первичное изображение;
6 – промежуточное изображение; 7 – проекционная линза

Одноступенчатые реплики готовят путем распыления вещества (углерода, кварца, титана и других веществ) в вакуумированной испарительной камере (в ВИКе) и осаждения его на поверхность шлифа. Для изготовления углеродных реплик на поверхность шлифа в испарительной камере напыляют уголь с угольных стержней, нагретых пропусканием тока. Пары углерода конденсируются на поверхности шлифа, и образуется тонкая углеродная пленка (реплика). Полученные путем распыления вещества реплики позволяют воспроизводить даже самые мелкие детали рельефа поверхности исследуемого образца. 40 Электронная микроскопия

Рис. 1.8. Схема получения электронномикроскопических препаратов (реplik):

а – исходный образец в поперечном сечении; б – готовая реплика

В качестве реплики для ряда материалов (алюминия и его сплавов, меди и др.) можно использовать оксидную пленку, которая создается на подготовленной поверхности образца путем анодирования в соответствующем растворе. Применяют также лаковые реплики, которые получают нанесением на поверхность шлифа тонкого слоя лака (4%-ного раствора коллодия в амилацетате).

При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 1.8, а) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.

Рис. 1.9. Изображение стыка трех зерен, полученное с помощью ПЭМ на двухступенчатой реплике Конспект лекций 41

Наибольшую информацию о структуре металла дает прямой метод электронномикроскопического исследования, когда объектом исследования служит тонкая металлическая фольга (рис. 1.9).

1.3.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

Фольгу чаще всего готовят следующим образом. Из образца, подлежащего изучению, вырезают круглую заготовку диаметром 3 мм и толщиной 0,2–0,3 мм, которую затем утоняют шлифованием до 0,1–0,15 мм. Окончательное утонение пластинки осуществляют химическим или электролитическим (наиболее частый случай) полированием в подходящем реактиве (по химическому составу, температуре). Подготовленную пластинку погружают в электролит в качестве анода. Катодами служат две металлические пластинки, расположенные по обе стороны от образца (фольги). Электрополирование, при оптимальном соотношении тока и напряжения, продолжают до появления в центральной части полируемой пластинки одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2–0,8 мм). По краям таких отверстий участки фольги получают наиболее тонкими и могут быть использованы для

просмотра в электронном микроскопе.

При рассмотрении реплик и фольг под электронным микроскопом при больших увеличениях вид микроструктуры значительно изменяется. Поэтому для правильной расшифровки структуры необходимо начинать исследование с небольших увеличений, постепенно переходя к большим.

Для металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100–200 кВ, позволяющие просвечивать электронными лучами объекты толщиной 0,2–0,4 мкм (предельная толщина зависит от атомной массы материала). С увеличением ускоряющего напряжения возрастает проникающая способность электронов, что дает возможность изучать объекты большей толщины. Широкое применение получили электронные микроскопы УЭМВ-100, ПЭМ-100, ЭМ-200 и др. Известны электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Такие микроскопы позволяют изучать объекты толщиной до нескольких микрометров.

1.3.4. ФОРМИРОВАНИЕ ЛУЧА

Наверху ПЭМ расположен источник испускания, который может быть вольфрамовой нитью или катодом из гексаборида лантана (LaB₆). При приложении высокого напряжения к трубке (~120 кВ для большинства установок) она начинает испускать термоэлектроны. Это излучение обычно собирается в пучок с помощью цилиндра Венельта. После экстракции электронов верхняя линза ПЭМ формирует электронный пучок заданного размера в заданном месте для последующего взаимодействия с образцом.

Управление электронным пучком основано на двух физических эффектах. Взаимодействие электронов с сильным магнитным полем заставляет их подчиняться правилу правой руки. Этот эффект позволяет управлять электронным пучком при помощи системы электромагнитов. Использование магнитных полей позволяет создать магнитные линзы переменной мощности фокусировки, а также объективы, способные придавать электронному пучку определенную форму при помощи перераспределения силы магнитного потока. Кроме того, электростатические поля могут давать постоянный угол преломления электронного пучка. Комбинирование этих двух эффектов позволяет сдвигать пучок электронов, что дает возможность производить управляемое сканирование – это чрезвычайно важно для ПЭМ.

Изменяя угол наклона квадripольной или гексапольной линзы в ТЭМ, изменяем проходящий поток электронов, что дает возможность изменять увеличение. Квадripольный объектив представляет собой электромагнитную катушку с возможностью изменения силы магнитного поля. Использование гексапольной линзы просто повышает точность изменения силы.

Обычно в ТЭМ есть три этапа линзирования. Первая ступень – коллимирующие линзы, вторая – объективные линзы, третья – проекционные линзы.

Конденсорные линзы отвечают за коллимирование и формирование первичного пучка электронов. Объективные линзы окончательно фокусируют пучок на образце. Проекционные линзы используются для вывода изображения на сторонние мультимедийные устройства. Увеличение в ТЭМ определяется соотношением расстояния между образцом и объективными линзами.

1.3.5. МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ

Метод контрастирования. Данный метод исследования в основном зависит от режима работы ПЭМ, поскольку в зависимости от режима работы активируются или деактивируются различные группы линз. Использование визуализационного комплекса совместно с уникальными возможностями линз, такими как изменение силы или отключение отдельных линз, дают широкие возможности для исследований в различных режимах.

Следующий метод – метод светлого поля. Данный метод является наиболее часто используемым, в котором контрастность формируется непосредственно окклюзиями. Области образца и области с более высоким атомным номером на изображении будут выглядеть темными участками, в то время как в местах, где образца нет, будут светлые области, отсюда и термин «светлое поле».

Последний метод – это метод светлого пятна. Детальность изображения в ПЭМ может быть увеличена, если использовать особенности некоторых участков поглощать свет. ПЭМ, используя физико-химические особенности образцов, таким образом, может значительно повышать контрастность областей. Участок поглощает электроны через фононное взаимодействие, непоглощенная часть пучка попадает на проекционные линзы, давая изображение участка. Соединения тяжелых металлов, таких как осмий, свинец, уран, могут быть использованы в ПЭМ для выборочной расстановки атомов в образце или на его поверхности. Электронный пучок, смещенный электростатическими линзами, взаимодействует с положительно заряженными атомами и отрицательно заряженными электронными облаками. Электроны с более плотными облаками выглядят на экране более темными пятнами.

1.3.6. НЕДОСТАТКИ И ОГРАНИЧЕНИЯ, ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПЭМ

Для начала отметим недостатки просвечивающего электронного микроскопа. Материалам требуется особая подготовка перед непосредственными исследованиями, поскольку необходимо изготавливать образец такой толщины, чтобы электроны в достаточной степени проходили сквозь него. Исследуемые образцы 44 Электронная микроскопия могут быть расположены только на графене – углеродном наноматериале в один атом толщиной, что обеспечит достаточную пропускную способность. Поле зрения ПЭМ является ограниченным, что не позволяет сделать оценку всей поверхности образца. В случае с биоматериалами велика вероятность нанесения повреждений образцу.

Далее рассмотрим ограничения по разрешению. Разрешение ПЭМ зачастую ограничивается сферическими и хроматическими aberrациями. Новое поколение корректоров уже позволяет преодолеть значительную часть сферических aberrаций. Программное обеспечение для коррекции сферических aberrаций позволило получить изображение атома углерода в алмазе с достаточно высоким разрешением. Раньше этого сделать не удавалось, поскольку межатомное расстояние составляло 0,89 ангстрем (89 пикаметров, 1 ангстрем = 100 пикаметров = 10⁻¹⁰ м). Увеличение в этом случае составляло 50 миллионов раз. Способность определять расположение атомов в материалах сделал ПЭМ незаменимым инструментом для нанотехнологий, для научных исследований и разработок во многих областях, в том числе и в области гетерогенного катали-

за, а также в области разработки полупроводниковых приборов для электроники и фотоники.

Наконец рассмотрим применение просвечивающей электронной микроскопии. Если растровая электронная микроскопия может объяснить, как произошло разрушение в исследуемом материале изделия, как металлическая поверхность детали откликается на термопластическое воздействие внешней среды, то просвечивающая электронная микроскопия может объяснить, почему это происходит, как этому способствует структурно-фазовое состояние материала.

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет изучать внутреннюю структуру исследуемых металлов и сплавов, в частности:

- ◆ определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;
- ◆ определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;
- ◆ изучать строение границ зерен;
- ◆ определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен; Конспект лекций 45
- ◆ определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
- ◆ определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
- ◆ изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
- ◆ изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
- ◆ изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки,ковки, шлифовки, сварки и т. д.).

Все перечисленные выше задачи постоянно встречаются в практической деятельности исследователей металлов и сплавов. Главной из них является задача выбора материала конструкций с заданными механическими свойствами, такими, чтобы готовая конструкция смогла стабильно работать в условиях дальнейшей ее эксплуатации. Эту задачу можно решить только совместными усилиями кристаллографов, металловедов и технологов. Успех ее решения зависит:

- ◆ от правильного выбора металла основы с нужным типом кристаллической решетки (ОЦК, ГЦК) – это область кристаллографии;
- ◆ от легирования и термопластической обработки металла с целью формирования в нем заданной структуры – это область металловедения;
- ◆ от разработки технологических процессов изготовления конструкции – это область технологии.

Задача создания сплава с заданными механическими свойствами подразумевает создание материала с нужной внутренней структурой, поскольку практически все механические свойства являются структурно-чувствительными. Все без исключения изменения свойств металлов и сплавов в глубинных или поверхностных слоях – это отклик на изменение их внутреннего строения на макро-, микро- и наноскопическом уровнях.

Изучение микротопографии поверхности и внутренней структуры конструкционных материалов является одним из наиболее эффективных приложений мощных современных и быстро развивающихся методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии. 46 Электронная микроскопия

