

Рис. 1.40. Результаты рентгеновского микроанализа образца никелевого сплава

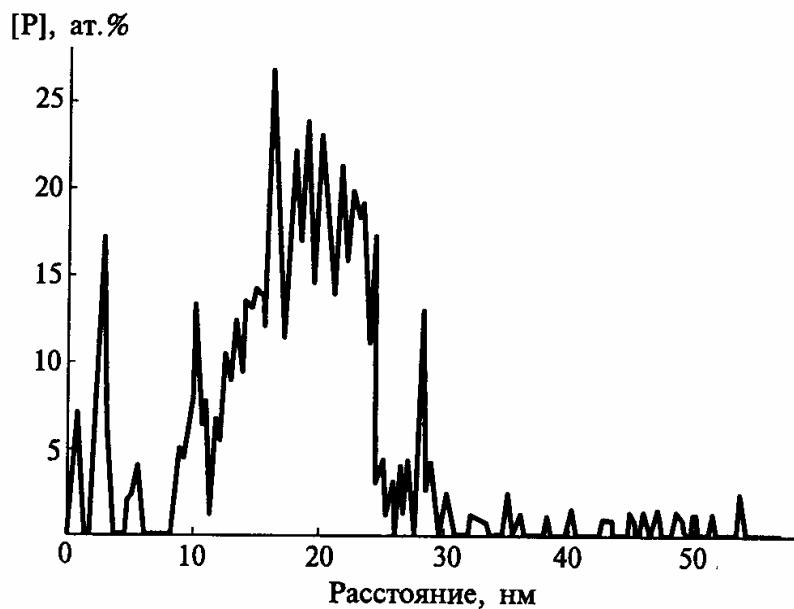


Рис. 1.41. Концентрационный профиль фосфора, полученный при сканировании вдоль линии, пересекающей границу зерна в образце сплава Ni + P (3,6 %)

### 1.5.3. Просвечивающая электронная микроскопия

Просвечивающие электронные микроскопы предназначены для исследования тонкой структуры объекта под большим увеличением (до  $10^6$  раз). Ускоряющее напряжение 100 кВ и выше.

В просвечивающих электронных микроскопах (ПЭМ) электроны с энергиями от 1 кэВ до 5 кЭв проходят сквозь объект. Необходимые для исследования тонкие фольги (толщиной от 1 нм до 10 мкм) получают прокаткой или шлифованием с последующим электролитическим утонением. Микрокристаллы, порошки, аэрозоли наносят на подложку. Влажные препараты (например биологические) изучают с помощью микрокамер для образца, изолирующих его от высокого вакуума в колонне микроскопа.

ПЭМ может работать в двух основных режимах: в режиме изображения (рис. 1.42,*a*) и в режиме дифракции (рис. 1.42,*б*).

Любые смещения в решетке (несовершенства строения, выделения второй фазы и др.) приводят к возникновению деформации, вызывающей фазовый контраст на изображении, и позволяют тем самым выявить многие возможные структурные дефекты и прочие особенности строения металлов. Разработана специальная теория, позволяющая выявить природу наблюдаемых эффектов фазового контраста. Данный метод впервые дал возможность изучать типы дефектов кристаллической структуры (дислокаций, границ зерен, субзерен и блоков, дефектов упаковки, антифазных границ доменов, зон упругих искажений вокруг выделений и т.п.), описать их взаимное расположение и взаимодействие. Метод просвечивающей электронной микроскопии исключительно важен для изучения механизмов деформации и разрушения материалов, для вскрытия физической сущности деформационного упрочнения, исследования фазовых превращений, т.е. многих явлений, лежащих в основе теории прочности и пластичности материалов. Изображение наблюдается на флюоресцентном экране микроскопа и фиксируется на фотопленке.

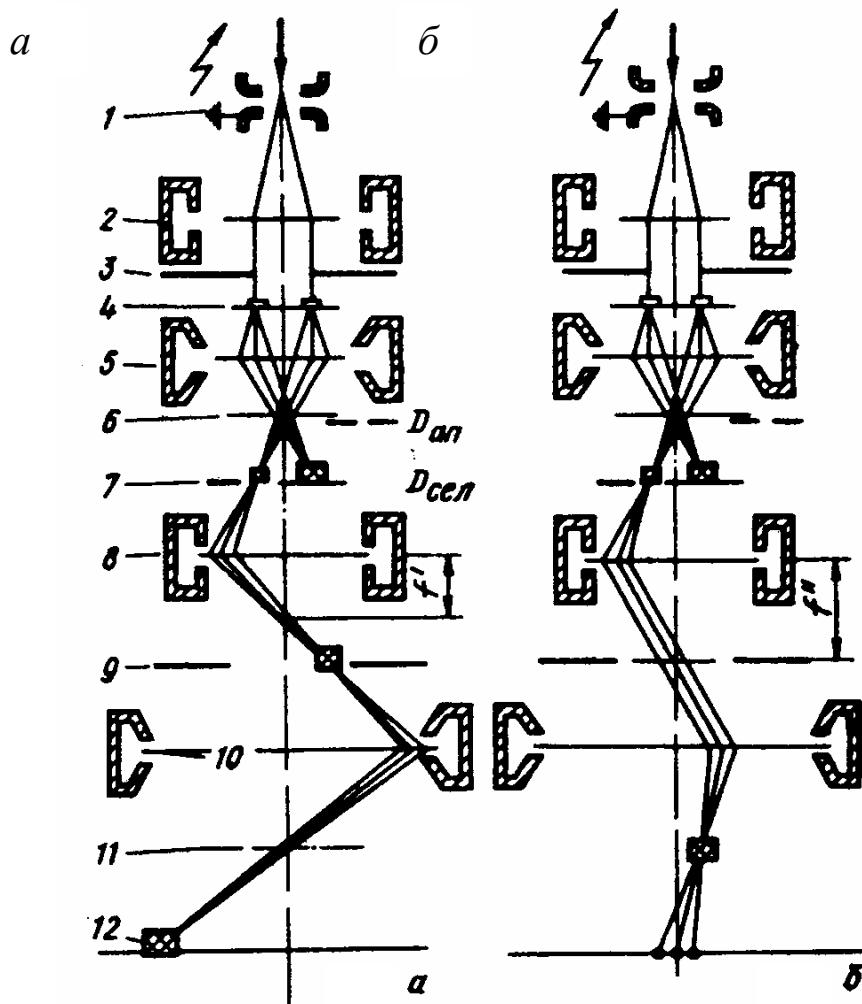


Рис. 1.42. Оптическая схема ПЭМ: (1 – электронная пушка, 2 – конденсорная линза, 3 – диафрагма, 4 – объект, 5 – объективная линза; 6 – задний главный фокус объективной линзы; 7 – селекторная диафрагма (промежуточное изображение объекта); 8 – промежуточная линза; 9 – полевая диафрагма, 10 – проекционная линза, 11 – задний главный фокус проекционной линзы; 12 – люминесцентный экран

Остановимся подробнее на анализе дифракционной картины (электронограммы), возникающей при взаимодействии электронного пучка с объектом исследования. Формула, задающая условия дифракции в электронной микроскопии, аналогична той, что описывала условия дифракции в рентгеновском анализе:  $2ds\sin\theta = n\lambda$ , где  $d$  – межплоскостное расстояние,  $\lambda$  – длина волны падающего излучения,  $\theta$  – угол дифракции,  $n$  – порядок отражения.

В колонне электронного микроскопа углы  $\theta$  всегда малые, и эту формулу можно записать в другом виде:  $d_{\text{эксп}} = L\lambda/R$ , где все постоянные объединены в  $L\lambda$  – постоянную прибора (рис. 1.43). Определяют постоянную

прибора  $L\lambda$  экспериментально по электронограммам от тест-объекта (ориентированный образец с известным параметром решетки).

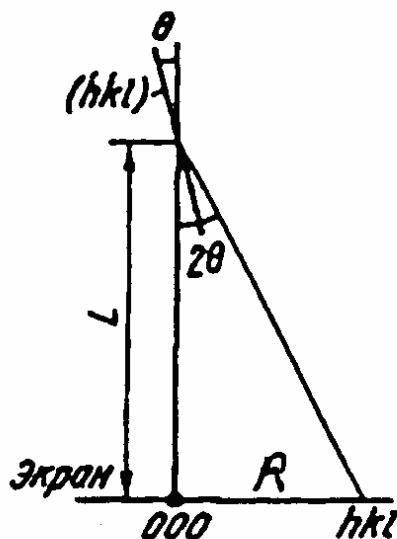


Рис. 1.43. Определение постоянной прибора  $L\lambda$  в режиме дифракции:  
первичный пучок падает по углом  $\theta$  к плоскости с индексами  $(hkl)$  в образце;  
 $L$  – длина камеры,  $R$  – расстояние от выхода первичного пучка на электроннограмме до  
дифракционного пятна

Кристалл представляет собой периодическое расположение атомов в пространстве. Обратная решетка – трехмерная точечная решетка в абстрактном (обратном) пространстве, в котором расстояния имеют размерность обратной длины. Оба этих пространства однозначно связаны между собой законами симметрии. Например, в прямом пространстве координаты плоскости заданы отрезками, отсекаемыми ею на осях координат:  $a$ ,  $b$ ,  $c$ . Индексы ее в обратном пространстве  $h = 1/a$ ,  $k = 1/b$ ,  $\ell = 1/c$  называются индексами Миллера.

Допустим, в прямом пространстве  $C$  на кристалл вдоль прямой линии с индексами  $[hkl]$  падает первичный пучок электронов (рис. 1.44). Через эту прямую в кристалле можно провести конечное число атомных плоскостей. Совокупность таких плоскостей называют зоной, а саму прямую – осью зоны. Индексы Миллера оси зоны обозначают  $[uvw]$ . В обратном пространстве оси зоны  $[uvw]$  будет соответствовать плоскость  $P$  с теми же индексами  $(hkl)$ , что

у направления первичного пучка. Отражения от плоскостей зоны располагаются вокруг центрального пятна  $M$  (выход первичного пучка) в виде рядов дифракционных пятен. Каждому из таких пятен соответствует в прямом пространстве какая-то определенная плоскость зоны.

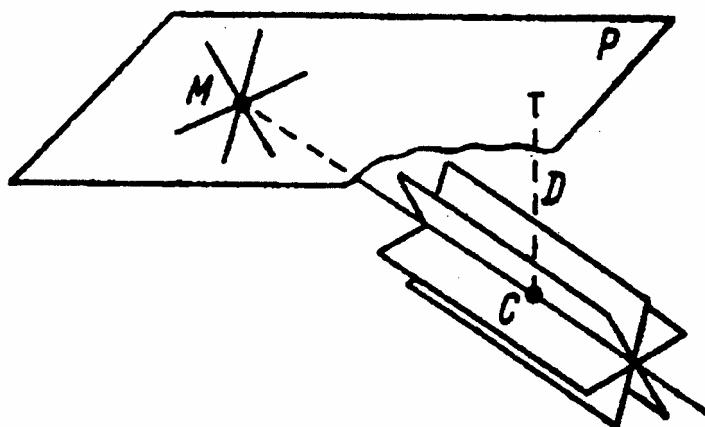


Рис. 1.44. Схематическое изображение формирования дифракционной картины в просвечивающем электронном микроскопе

#### 1.5.4. Практическая работа. Индицирование электронограммы

Как правило, перед началом электронно-микроскопического исследования известен фазовый состав образца или можно с большой долей вероятности сделать о нем предположение (например, по данным химанализа или рентгеновского фазового анализа).

В качестве примера рассмотрим индицирование электронограммы, полученной от интерметаллического соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (ГЦК-решетка).

Индицирование электронограммы состоит в том, чтобы определить:

1) индексы Миллера каждого пятна на электронограмме; 2) индексы оси зоны.

1. Измерим расстояния  $R$  (в мм) от центрального пятна (точка О) до ближайших дифракционных пятен (рис. 1.45).

2. По формуле  $d_{\text{эксп}} = L\lambda/R$  определим значения межплоскостного расстояния для каждого пятна (постоянная  $L\lambda$  известна для каждого микроскопа, например  $L\lambda=20,5$ ). Заметим, что для кубического кристалла  $d_{001}$  равно параметру решетки  $a$ .

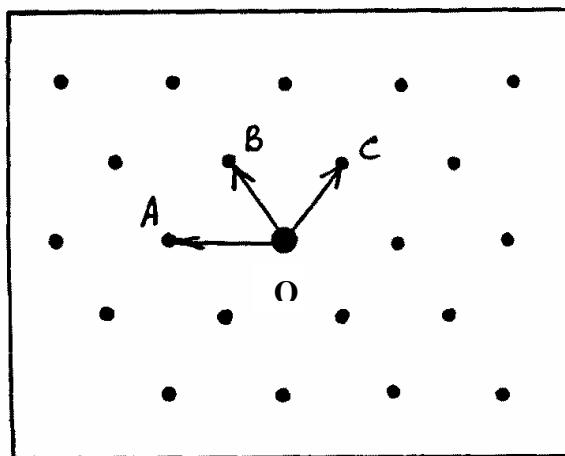


Рис. 1.45. Схематическое изображение электронограммы

3. По таблице межплоскостных расстояний для предполагаемых фазовых составляющих образца найдем значения  $d_{\text{табл}}$  (табл. 1.6) и сопоставим с  $d_{\text{эксп}}$ , определив предполагаемые индексы  $(hkl)$  для данного дифракционного пятна (табл. 1.7).

Таблица 1.6

**Межплоскостные расстояния для  $\text{Ni}_3\text{Al}$  \***

$hkl$	100	110	111	200	210	220
$d, \text{ нм}$	0,356	0,252	0,206	0,200	0,159	0,126

Таблица 1.7

**Сопоставление межплоскостных расстояний, определенных по электронограмме, с табличными**

$R, \text{ мм}$	$d_{\text{эксп}}$	$d_{\text{табл}}$	$hkl$
$OA = 12$	1,78	1,78	200
$OB = 10,5$	2,06	2,06	111
$OC = 10,5$	2,06	2,06	111

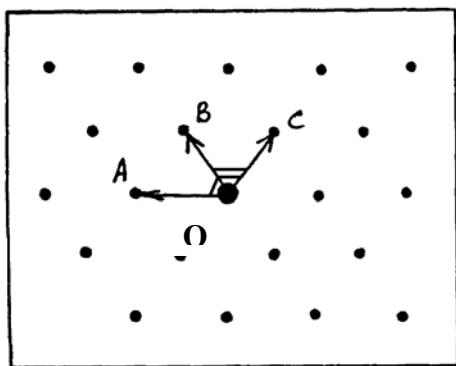
\*Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний / Я.Л. Гиллер.  
М.: Недра, 1966, Т. 1, 2. – 720 С.

4. Угол между двумя плоскостями с данными индексами в прямом пространстве и направлениями от центрального пятна к двум дифракционным пятнам с этими же индексами  $hkl$  совпадают.

Таблица 1.8

**Углы между направлениями в кубических кристаллах \***

$h_1k_1\ell_1$	$h_2k_2\ell_2$	Угол между плоскостями ( $h_1k_1\ell_1$ ) и ( $h_2k_2\ell_2$ )			
100	100	0	90	90	-
	110	45	90		
	11	54,44	-		
	210	26,34	63,26		
	211	35,16	65,54		
	221	48,11	70,32		
	311	25,14	72,27		
110	110	0	60	90	
	111	35,16	90	-	
	210	18,26	50,46	71,34	
	211	30,1	54,44	73,13	90
	221	19,28	45	76,22	
	311	31,29	64,47	90	
111	111	0	70,32	-	
	210	39,14	75,2	-	
	211	19,28	61,52	90	
	221	15,48	54,44	778,54	
	311	29,30	58,30	79,58	



$$< \text{OA-OB}: \alpha_{\text{эксп}} = 55^\circ$$

$$< (200)-(111): \alpha_{\text{табл}} = 54,74^\circ$$

$$< \text{OB-OC}: \alpha_{\text{эксп}} = 70^\circ$$

$$< (111)-(111): \alpha_{\text{табл}} = 70,53^\circ$$

Рис. 1.46. Измерение углов между направлениями на электронограмме

Угол между направлениями на электронограмме можно измерить транспортиром (рис. 1.46) и сравнить с таблицей углов между направлениями в кристаллах (табл. 1.8).

\*Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Растворгусев. – М.: МИСИС, 2002. – 360 С.

Таким образом, можно определить, к какому семейству плоскостей  $\{hkl\}$  относится данное дифракционное пятно. Термин «семейство плоскостей» имеет в виду все возможные сочетания индексов (включая и минусовые), а также использование целочисленного множителя. Например, к одному семейству относятся индексы 123, 321, 213, 426, 246, 321, 642 и т.д.

Конкретные индексы дифракционного отражения подбираются по следующим правилам:

- рефлексы, находящиеся по разные стороны от центрального, имеют индексы противоположного знака;
- на электронограмме не могут одновременно присутствовать два пятна с одинаковыми индексами;
- индексы подчиняются правилу векторного сложения.

Опубликованы схемы индицирования электронограмм от основных плоскостей в кубических и гексагональных кристаллах (см. справочник Горелика, стр. 68). На рис.1.47 такая схема приведена для плоскости (110) ГЦК кристалла, ею можно пользоваться при индицировании электронограммы рис. 1.45.

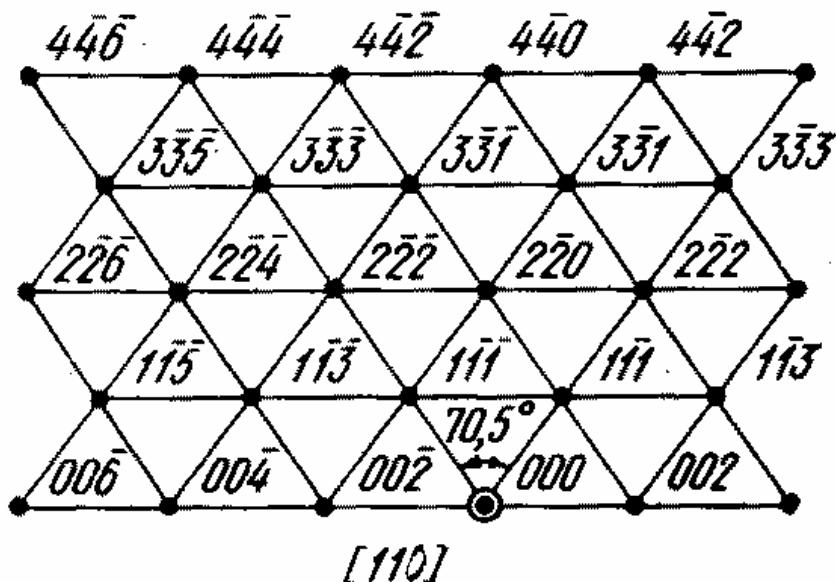


Рис. 1.47. Схема индицирования электронограммы, снятой с ГЦК кристалла.  
Ось зоны [110]

По индексам любых двух пятен ( $h_1k_1\ell_1$ ) и ( $h_2k_2\ell_2$ ) можно вычислить индексы плоскости **обратного** пространства ( $uvw$ ), к которой они принадлежат, тем самым определить индексы оси зоны в **прямом** пространстве [ $uvw$ ]:  $u = k_1\ell_2 - k_2\ell_1$ ;  $v = \ell_1h_2 - \ell_2h_1$ ;  $w = h_1k_2 - h_2k_1$ .

Размер и форма кристаллов влияют на характер дифракционной картины (рис. 1.48).

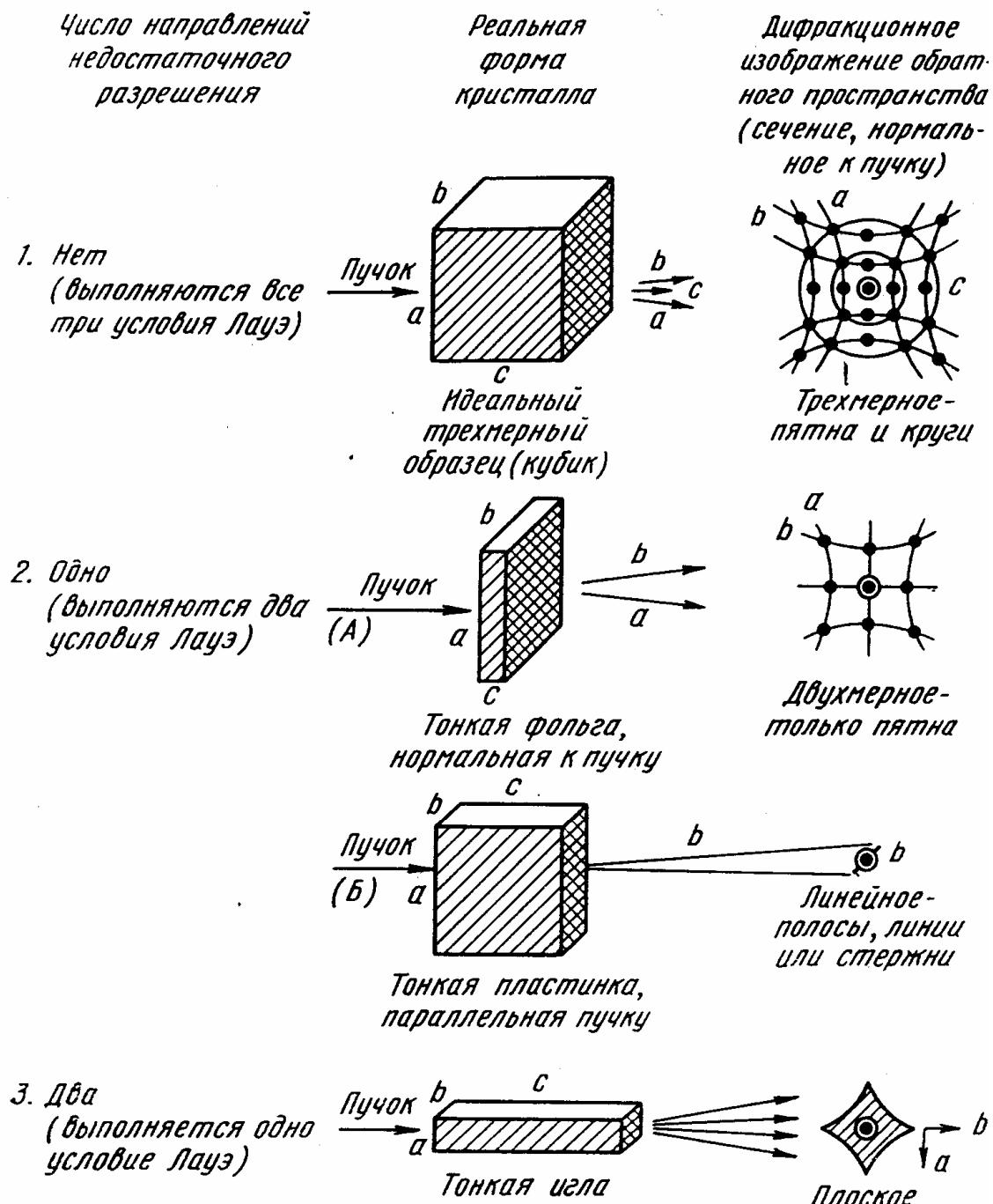


Рис. 1.48. Основные дифракционные эффекты на электроннограммах, связанные с размерами и формой кристаллов