

PACS numbers: 07.78.+s, 07.79.-v, 61.05.J-, 61.43.Er, 68.37.Lp, 87.64.Bx, 87.64.Ee

Теорія формування контрасту електронно-мікроскопічних зображень аморфних речовин складного хемічного складу

М. Ю. Бобик, Є. І. Боркач*, В. П. Іваницький, В. І. Сабов

*Ужгородський національний університет,
вул. Капітульна, 13,
88000 Ужгород, Україна*

**Закарпатський угорський інститут ім. Ференца Ракоці II,
вул. Гйеша, 1,
90200 Берегово, Україна*

Розроблено теорію формування електронно-мікроскопічних зображень аморфних матеріалів і наносистем складного хемічного складу з урахуванням як амплітудного, так і дифракційного внеску в контраст. Показано, що за формування контрасту електронно-мікроскопічних зображень таких об'єктів відповідають три складові розсіяння електронів у межах апертурної діафрагми об'єктивної лінзи: пружне некогерентне, пружне когерентне та непружний фон. Варіації інтенсивності електронно-мікроскопічних зображень за рахунок пружнього некогерентного розсіяння визначаються розподілом атомової густини, змінами хемічного складу та відхилами геометричної товщини локальних ділянок досліджуваного зразка. Внесок пружнього когерентного розсіяння в контраст зображень зумовлюється відмінностями структурних факторів різних локальних ділянок, а внесок непружнього фону — відмінностями інтенсивності такого фону.

The theory of formation of transmission electron microscopy images of amorphous materials and nanoscale systems of complex chemical composition is developed, taking into account both amplitude and diffraction contributions to the contrast. As shown, three electron scattering components within the limits of objective-lens aperture diaphragm are responsible for forming of contrast of electron microscopy images of such objects: elastic non-coherent, elastic coherent and inelastic background. Variations of electron microscopy images' intensity due to elastic non-coherent scattering are determined by distribution of atomic density, changes of chemical composition, and deviation of geometrical thickness of local areas of the tested specimen. The contribution of elastic coherent scattering to the contrast of images is caused by differences in structural factors of different local areas, and contribution of inelastic background is conditioned by the differences of in-

tensity of such a background.

Разработана теория формирования электронно-микроскопических изображений аморфных материалов и наносистем сложного химического состава с учётом как амплитудного, так и дифракционного вклада в контраст. Показано, что за формирование контраста электронно-микроскопических изображений таких объектов отвечают три составляющих рассеяния электронов в пределах апертурной диафрагмы объективной линзы: упругое некогерентное, упругое когерентное и неупругий фон. Вариации интенсивности электронно-микроскопических изображений за счёт упругого некогерентного рассеяния определяются распределением атомной плотности, изменениями химического состава и отклонениями геометрической толщины локальных участков исследуемого образца. Вклад упругого когерентного рассеяния в контраст изображений обуславливается отличиями структурных факторов разных локальных участков, а вклад неупругого фона — отличиями интенсивности такого фона.

Ключові слова: контраст, електронно-мікроскопічне зображення, аморфний матеріал, наномасштабна система, хемічний склад.

(Одержано 8 листопада 2011 р.)

1. ВСТУП

Теорію формування електронно-мікроскопічних (ЕМ) зображень в електронному мікроскопі в режимі «на просвіт» детально розроблено для кристалів [1]. Для аморфних речовин така цілісна завершена теорія відсутня. Існують лише окремі дослідження в даному напрямку, які переважно обмежуються структурно однорідними об'єктами і базуються на використанні теорії амплітудного контрасту [2]. Такий підхід обґрунтовують тим, що при дослідженні невпорядкованих об'єктів з розмірами деталей будови значно більшими ніж міжатомні віддалі, хвильові властивості електронів не відіграють суттєвої ролі. Тому при трактуванні контрасту ЕМ-зображень аморфних речовин, включаючи і його кількісну оцінку, дифракційними ефектами нехтують. У більшості експериментальних робіт та комп'ютерних програм з оброблення ЕМ-зображень використовується саме такий підхід. Для аморфних речовин складного хемічного складу, для структурно- та фазово-неоднорідних об'єктів, для нанорозмірних зразків та систем даний підхід дуже обмежений і не враховує цілої низки важливих факторів, які суттєво впливають на процеси формування ЕМ-зображень. Тому важливим є теоретичне пояснення впливу різних додаткових можливих елементів структури аморфних речовин на величину контрасту ЕМ-зображень.

У процесі розвитку просвітної електронної мікроскопії було показано, що вбирання електронів практично не впливає на утворення контрасту ЕМ-зображень [3]. Це зумовлено використанням

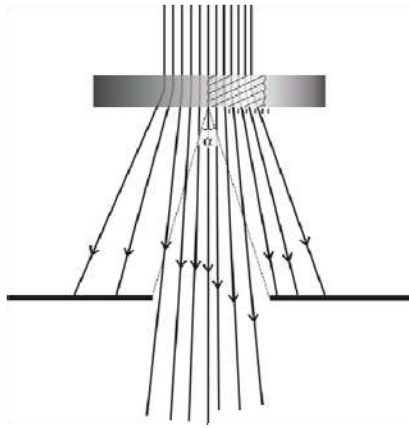


Рис. 1. Вплив апертурної діяфрагми об'єктивної лінзи на формування контрасту ЕМ-зображень.

об'єктів з дуже малими товщинами, що необхідно для забезпечення умови однократного розсіяння та зменшення впливу хроматичної аберації об'єктивної лінзи на роздільчу здатність мікроскопа. Тому основною причиною виникнення контрасту на ЕМ-зображеннях вважають однократне розсіяння електронів зондувального жмута на атомах об'єкту. При розгляді таких процесів найчастіше використовують два основні підходи.

1. У спрощеному варіанті вважають, що внаслідок пружної та непружної взаємодії з атомами об'єкта частина електронів зондувального жмута відхиляється на достатньо великі кути і не проходять через апертурну діяфрагму (рис. 1). Це призводить до більшого ослаблення інтенсивності тих електронних жмутів, які формують зображення певних локальних ділянок об'єкта з більшою розсівною здатністю. Наприклад, заштрихована ділянка зразка на рис. 1 розсіює електрони більш ефективно і більша частка розсіяних даною ділянкою електронів вийде за межі апертурної діяфрагми. Тому у відповідну точку площини ЕМ-зображення попадатиме більш слабкий потік електронів, і виділена ділянка на зображенні буде візуалізуватися більш темною, в порівнянні з сусідніми ділянками. Для однорідного матеріалу такий процес можна описати простим законом, подібним до закону Бугера–Лямберта–Бера:

$$I = I_0 \exp(-Qd), \quad (1)$$

де I — розподіл інтенсивності електронного жмута в площині формування ЕМ-зображення в режимі світлого поля; I_0 — інтенсивність зондувального електронного жмута; Q — параметр, що характеризує інтегральну розсівну здатність відповідної локальної ді-

лянки об'єкта; d — розподіл геометричної товщини об'єкта.

Таким чином, основою першого підходу є співвідношення (1), яке зв'язує інтенсивність електронного жмута I в певній точці формування ЕМ-зображення з інтегральною розсівною здатністю відповідної локальної ділянки однорідного зразка Q та геометричною товщиною d цієї ділянки. По відношенню до двох останніх параметрів зразка, як правило, приймають досить грубі наближення, які не прийнятні для аморфних об'єктів складного хемічного складу, особливо для тонких плівок та наносистем. При їх вивченні слід розглядати комплексну картину структури реальних невпорядкованих речовин.

2. Другий підхід є найбільш загальним, оскільки розглядає розсіювання електронної хвилі на всіх атомах об'єкта з наступною їх інтерференцією між собою. В результаті утворюється просторова дифракційна картина, яка несе в собі основну інформацію про структуру об'єкта, визначаючи при цьому і розподіл контрасту на його ЕМ-зображенні. Саме такий підхід ми використали для розвитку теоретичних уявлень про процеси формування ЕМ-зображень аморфних речовин складного хемічного складу.

2. МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

Основою досліджень даної роботи є аналіза диференціальних та повних ефективних перерізів процесів різного типу розсіювання електронів на об'єкті складного хемічного складу. Визначальним при цьому вважається пружне розсіювання. Задамо його у вигляді зведеної до одного атома функції диференціального перерізу $D_n(s)$, заданої в оберненому просторі через модулі вектора розсіювання електронів $s = 4\pi \sin(\theta)/\lambda$ (θ — половина кута розсіювання; λ — довжина де Бройлевої хвилі електронів жмута). Такий переріз безпосередньо визначає розподіл у просторі інтенсивності пружнього розсіювання електронів. Для елементарних речовин [4]:

$$D_n(s) = F^2(s)[1 + I_{\text{нк}}(s)], \quad (2)$$

де $F^2(s)$ — атомовий фактор зразка, а $I_{\text{нк}}(s)$ — кутовий розподіл інтенсивності пружнього когерентного розсіювання, яке припадає на один атом. Останню функцію можна задати у вигляді двох незалежних інтерференційних складових $S_a(s)$ і $S_0(s)$. $S_a(s)$ описує інтерференційний внесок у розсіювання електронів, який визначається атомовою структурою об'єкта. Складова ж $S_0(s)$ задається неоднорідностями всього континууму об'єкта та його геометричними розмірами і формою. Для аморфних речовин обидві складові мають помітно розмиті інтерференційні осциляції в області різних s , амплітуда яких швидко спадає до нуля зі збільшенням s . Ці інтерференційні ефекти виявляються в кількох незначних за інтенсивністю розми-

тих гало на електронограмах.

Для речовин складного хемічного складу загальне розсіяння на об'єкті можна описати сумою диференційних перерізів $D_{\text{п}}(s)$ всіх атомів зразка. Тоді, з врахуванням співвідношення (2), інтенсивність пружнього розсіяння зондувального жмута на об'єкті в цілому складатиметься з двох основних частин. Перша визначає некогерентне пружне розсіяння, що дорівнює сумі ефектів розсіяння кожним окремим атомом незалежно від всіх інших:

$$\sum_{i=1}^N F_i^2(s), \quad (3)$$

де N — кількість атомів, які беруть участь у формуванні зображення, а $F_i(s)$ — атомові амплітуда розсіяння i -го атома зразка. Друга — пружня когерентна частина

$$\sum_{i=1}^N F_i^2(s) I_{\text{пк}}(s), \quad (4)$$

яка відображає дифракційні ефекти, пов'язані із взаємодією електронних хвиль, розсіяних різними атомами.

У багатьох випадках електронно-мікроскопічних досліджень крім пружнього розсіяння слід враховувати і вплив непружнього й кратного розсіяних електронів. Його врахування важливе з низки причин. По-перше, непружне розсіяння призводить до демонохроматизації електронного жмута і, тим самим, знижує роздільчу здатність мікроскопа через зріст хроматичної аберації об'єктива. По-друге, їх дія погіршує якість ЕМ-зображень. По-третє, в неоднорідних за хемічним складом об'єктах відмінності інтенсивності непружнього й кратного розсіяння електронів на різних локальних ділянках зразка можуть суттєво впливати на величину контрасту. Особливо зростає роль кратного й непружнього розсіяння при збільшенні товщини зразків, та при наявності в їх складі значної концентрації легких хемічних елементів.

Подібно до непружнього внеску, негативно впливають на якість ЕМ-зображення й інші паразитні ефекти, зумовлені розсіянням електронів на атомах залишкової атмосфери та конструктивних елементів колони електронного мікроскопа. Якщо підсумувати їх внесок, то разом із непружнім розсіянням вони утворюють загальний шумовий фон, який суттєво впливає на величину контрасту та на якість ЕМ-зображень аморфних речовин. Важливою особливістю цього фону є неперервна плавна монотонна зміна при зміні вектора розсіяння s . На рисунку 2 наведено різні складові процесів розсіяння електронів у випадку аморфної плівки селеніду арсену.

Відповідно до співвідношень (3) та (4), в основу побудови строгої теорії формування ЕМ-контрасту для складних аморфних речовин

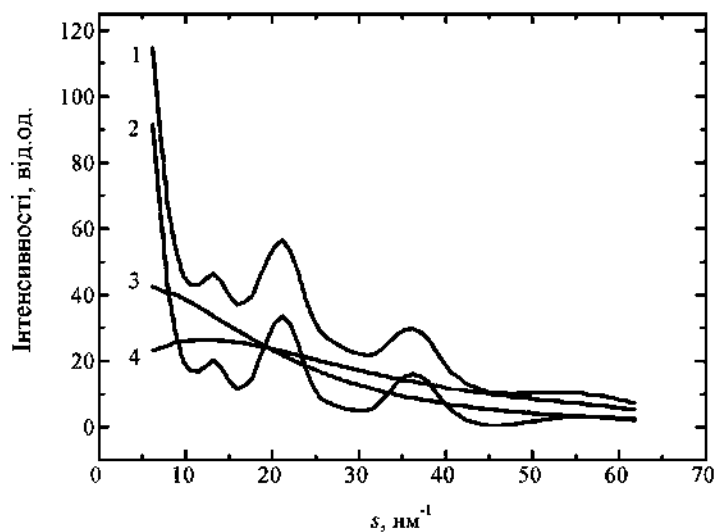


Рис. 2. Типова дифрактограма аморфної плівки $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$ товщиною 0,8 нм (крива 1) з виділеними різними складовими інтенсивності розсіяння: пружне когерентне (2), пружне некогерентне (3) та загальний непружний фон (4).

слід покласти аналізу процесів загального розсіяння електронів всіма атомами зразка. Для цього слід ввести в розгляд параметри різного типу розсіяння електронів атомами всіх тих хемічних елементів, які входять до даного матеріалу. В строгому загальному вигляді вирішення даної задачі на сьогодні неможливе як теоретично, так і експериментально. Тому нами використано адекватні до реального стану речей наближення.

Одне з наближень можна обґрунтувати тим фактом, що ЕМ-зображення є результатом «накладання» інтенсивностей розсіяння електронів великої кількості атомів. Тому формування такого зображення можна математично задати у вигляді сумування всіх розсіяних окремими атомами електронних хвиль за законами, характерними для когерентних і некогерентних процесів окремо. Саму процедуру сумування можна суттєво спростити, ввівши в розгляд усереднені в межах деякого локального об'єму зразка параметри атомового розсіяння електронів. Звичайно, що достовірність даного наближення буде визначатися тими правилами, за якими виконується усереднення. Одне з них має визначати розміри локальних областей зразка, в межах яких виконується усереднення. Нами пропонується такі області брати у вигляді циліндричної ділянки з висотою, рівною геометричній товщині локальної ділянки зразка, і з діаметром, не меншим роздільної здатності електронного мікроскопа по точках d_p при звичайному режимі його роботи «на провіт».

Такий вибір якнайбільше відповідає реальній геометрії формування ЕМ-зображень (рис. 1), а величину d_p можна умовно прийняти рівною 1 нм. Дані геометричні параметри відповідають мінімальному об'єму речовини, який вже може розглядатися як неперервний континуум певного матеріалу [5]. Надалі вважатимемо, що така виділена локальна ділянка зразка є однорідною відносно всіх її структурних параметрів: хемічного складу, густини, будови атомової сітки, нанопористості, тощо.

Друге наближення необхідне для подолання значних труднощів в аналізі електронного контрасту, пов'язаних з дією процесів кратного та непружного розсіяння електронів у зразку. Тому надалі вважатимемо, що якщо існує значне кратне або непружне розсіяння, то воно входить до складу загального шумового фону, оскільки за своєю поведінкою близьке до нього. Крім того, для підвищення достовірності кількісної аналізи зображень на просвіт, електронно-зондові дослідження слід виконувати з використанням фільтра непружного розсіяних електронів [6].

3. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ АНАЛІЗА

Процес пружного розсіяння на атомах речовини характеризується двома взаємозв'язаними параметрами: атомовим диференціальним $D(s)$ та атомовим повним σ ефективними перерізами. Між цими двома атомовими перерізами існує відомий зв'язок [3]:

$$\sigma = 2\pi \int_0^{\pi} D(\theta) \sin \theta d\theta. \quad (5)$$

Однак, для практичної електронної мікроскопії на просвіт важливу роль відіграють лише ті акти розсіяння, в результаті яких електрони відхиляються на кути, більші за апертурний кут об'єктивної лінзи α (рис. 1). Такі процеси описуються ефективним атомовим перерізом розсіяння

$$\sigma_{\alpha} = 2\pi \int_{\alpha}^{\pi} D(\theta) \sin \theta d\theta. \quad (6)$$

Оскільки всі електрони, розсіяні атомом на кут $\theta > \alpha$, вбираються апертурною діаграмою і викликають дефіцит інтенсивності у площині зображення, то контраст світлопольового зображення, пов'язаний зі зміною розсіяння в сусідніх ділянках, буде визначатися саме величиною σ_{α} атомів даних ділянок.

У межах прийнятих допущень розглянемо особливості утворення контрасту ЕМ-зображень для складних за хемічним складом аморфних матеріалів. Для цього проаналізуємо внесок в електронний

контраст локальної ділянки досліджуваного зразка кожного з двох виділених вище основних складових розсіювання.

Пружне некогерентне розсіювання. Найпростішим для аналізу є пружне некогерентне розсіювання. Оскільки при проходженні зразка складного хемічного складу електрони розсіюються на різних хемічних елементах, то інтенсивність ЕМ-зображення локальної ділянки буде визначатися відносним співвідношенням цих елементів у ній.

Врахуємо, що середня атомові густина локальної ділянки зразка ρ_0 є сумою парціальних атомових густин різних хемічних елементів ρ_{0i} , тобто

$$\rho_0 = \sum_{i=1}^m \rho_{0i}, \quad (7)$$

де m — кількість різних хемічних елементів у складі локальної області. При цьому

$$\rho_{0i} = c_i \rho_0, \quad (8)$$

де c_i — відносні частки хемічних елементів у вибраній локальній ділянці. Тоді в її об'ємі товщиною dx в розсіюванні електронів братимуть участь $S\rho_{0i}dx$ атомів i -го хемічного елемента, де S — площа основи (круг з діаметром d_p) локальної ділянки. У такому випадку при проходженні електронного жмута даної області зразка відношення зміни потоку пружнього розсіяних на даних атомах за межі апертурної діафрагми електронів dn_i до загального потоку нерозсіяних електронів n буде дорівнювати

$$\frac{dn_i}{n} = -\frac{\sigma_{ai}\rho_{0i}Sdx}{S} = -\sigma_{ai}\rho_{0i}dx, \quad (9)$$

де σ_{ai} — ефективний переріз пружнього розсіювання електронів атомами i -го хемічного елемента. Знак «мінус» у даному співвідношенні вказує на зменшення потоку ще нерозсіяних електронів при проходженні електронним жмутом ділянки зразка товщини dx .

Подальший розгляд процесу розсіювання електронів у даному випадку можна виконати лише ввівши усереднений за всіма хемічними елементами локальної області зразка переріз розсіювання на один атом $\bar{\sigma}_\alpha$. З нашої точки зору таку процедуру можна коректно виконати, використовуючи фізичну сутність процесу пружнього некогерентного розсіювання: загальна інтенсивність розсіювання електронів дорівнює сумі розсіювань електронів на атомах різних хемічних елементів. Тобто

$$\frac{dn}{n} = \sum_{i=1}^m \frac{dn_i}{n} = -\sum_{i=1}^m (\sigma_{ai}\rho_{0i})dx. \quad (10)$$

Враховуючи співвідношення (8), одержаний вираз можна подати як

$$\frac{dn}{n} = -\sum_{i=1}^m (\sigma_{ai} c_i \rho_0) dx = -\rho_0 \sum_{i=1}^m (c_i \sigma_{ai}) dx. \quad (11)$$

З останнього співвідношення випливає, що усереднений за всіма хемічними елементами локальної ділянки зразка переріз розсіяння на один атом $\bar{\sigma}_\alpha$ зручно задати у вигляді:

$$\bar{\sigma}_\alpha = \sum_{i=1}^m c_i \sigma_{ai}. \quad (12)$$

Після підстановки (12) в (11) та інтегрування одержаного диференційного рівняння з врахуванням крайових умов на межі падіння на зразок зондувального жмута, одержуємо залежність величини потоку ще нерозсіяних локальною ділянкою за межі апертурної діфрагми електронів від пройденої ними товщини локальної ділянки зразка x :

$$n = n_0 \exp(-\bar{\sigma}_\alpha \rho_0 x), \quad (13)$$

де n_0 — спадний потік електронів зондувального жмута.

Таким чином, інтенсивність електронного жмута, який формує ЕМ-зображення локальної ділянки за рахунок пружнього некогерентного розсіяння, буде визначатися потоком пружньо нерозсіяних за межі апертурної діфрагми електронів на виході з цієї локальної ділянки. Тому можна записати, що ця інтенсивність дорівнює

$$I = I_0 \exp(-\bar{\sigma}_\alpha \rho_0 d). \quad (14)$$

Одержане співвідношення показує, що величина інтенсивності електронного жмута, який формує елемент ЕМ-зображення об'єкта за рахунок пружнього некогерентного розсіяння, визначається добутком трьох основних параметрів: середньою атомовою густиною локальної ділянки зразка ρ_0 , усередненим перерізом пружнього розсіяння електронів атомами локальної ділянки $\bar{\sigma}_\alpha$ та геометричною товщиною цієї ділянки d . У практичній електронній мікроскопії кожен з даних параметрів може змінюватися при переході від однієї локальної ділянки об'єкта до іншої, даючи тим самим свій внесок у контраст ЕМ-зображення. При цьому зміна $\bar{\sigma}_\alpha$ відбувається за рахунок варіації хемічного складу локальних ділянок, зміна ρ_0 — як за рахунок варіації хемічного складу, так і за рахунок варіації структури атомової сітки локальних ділянок, а зміна d — за рахунок особливостей наноструктури атомової матриці і топології поверхні зразка.

Пружне когерентне розсіяння. Другим за роллю у формуванні контрасту ЕМ-зображень є пружне когерентне розсіяння. Його величина задається введеною в співвідношенні (4) функцією $I_{\text{шк}}(s)$. Ця функція містить дві складові частини. Перша з них визначає, так зване, «нульове» розсіяння електронів, основна інтенсивність якого зосереджена при дуже малих модулях вектора розсіяння s [7]. Характер розподілу інтенсивності розсіяних електронів у цій області визначається геометричною формою та геометричними розмірами нанонеоднорідностей того об'єму зразка, який опромінюється електронами і, відповідно, бере участь у формуванні дифракційної картини. Оскільки різні локальні ділянки об'єкта ЕМ-досліджень входять в один і той же спільний опромінений об'єм, то «нульові» внески в інтенсивність пружнього когерентного розсіяння електронів різними локальними ділянками будуть однакові. В такому випадку вони не будуть впливати на контраст ЕМ-зображень і надалі можуть не враховуватись.

Друга складова відображає безпосередньо ефекти інтерференції когерентно розсіяних на атомах електронів і задається структурним фактором $S(s)$ атомової сітки. Тому для аморфних речовин з досить високою точністю можна вважати, що контраст ЕМ-зображень за рахунок пружнього когерентного розсіяння електронів буде однозначно визначатися відмінностями структурного фактора різних локальних ділянок зразка. Він задається для аморфних речовин структурою неупорядкованої атомової сітки даної локальної ділянки. Тому величина зміни $S(s)$ при переході від однієї локальної ділянки до іншої будуть визначатися величиною відмінностей параметрів ближнього і, особливо, середнього порядку різних локальних областей досліджуваного об'єкту. І саме такі варіації надаватимуть свій внесок у контраст ЕМ-зображень електронів.

Тоді, в межах прийнятих вище наближень і з врахуванням співвідношень (2), (4) та (6), ефективний переріз пружнього когерентного розсіяння електронів атомами локальної ділянки зразка складного хемічного складу задається простим співвідношенням:

$$\sigma'_\alpha = \int_\alpha^\infty F^2(s)S(s)ds. \quad (15)$$

Функція $S(s)$ визначається експериментально шляхом реєстрації електроннограм від досліджуваних об'єктів. З точки зору формування контрасту, нас цікавить відмінність розсіяння електронів різними локальними ділянками одного і того ж зразка. Мінімальні розміри таких локальних ділянок у сучасних наноматеріалах і наносистемах складають одиниці нанометрів. Тому для використання співвідношення (15) слід застосовувати електроннографічні методи, які дозволяють одержувати окремі дифрактограми з областей зраз-

ка нанометрових розмірів. Даним вимогам відповідає метода електронної дифракції з сильним фокусуванням електронного жмута, розроблена в роботах [8, 9]. Вона дозволяє досліджувати нанообласті розміром більше 2 нм. Такі області зразка можуть бути точно виділені на ЕМ-зображенні. Крім електронограм, від таких локальних нанообластей можна також одержати спектри втрати енергії електронів та характеристичні Рентгенові спектри. За експериментальними даними також можливе виконання розрахунків функцій радіального розподілу.

Одержавши електронограми в режимі сильного фокусування з різних локальних нанообластей об'єкта, можна легко розрахувати їх структурні фактори $S(s)$ і, відповідно, одержати по співвідношенню (15) диференціальні перерізи когерентного пружнього розсіяння електронів від цих локальних областей. В результаті стає можливим розрахунок внеску в контраст ЕМ-зображень відмінностей атомової структури аморфних зразків, який буде визначатися потоком дифрагованих електронів, що пройшли через апертурну діяфрагму. При цьому інтенсивність елементу зображення локальної ділянки за рахунок пружнього когерентного розсіяння можна вважати пропорційним величині

$$\int_0^{\infty} F^2(s)S(s)ds - \sigma'_\alpha = \int_0^{\alpha} F^2(s)S(s)ds. \quad (16)$$

Застосування даного виразу вимагає точного визначення функції $S(s)$ в малокутовій області розсіяння електронів при $s < \alpha$. Саме в цій ділянці електронограми мають високу інтенсивність, що суттєво може впливати на результат аналізу контрасту.

Непружній фон. При визначенні структурних факторів локальних ділянок аморфних об'єктів $S(s)$ методами електронної дифракції одночасно можна одержати і функції розподілу в оберненому просторі непружнього фону $\phi(s)$ [10]. Тоді, використовуючи ті ж підходи, що і для виведення співвідношення (16), легко можна одержати величину внеску в контраст ЕМ-зображень загального шумового фону. При цьому зміна інтенсивності елементів зображень локальних ділянок об'єкта буде пропорційна зміні величини інтеграла:

$$\int_0^{\alpha} \phi(s)ds.$$

Тобто, аналізуючи дифрактограми від різних локальних ділянок, слід визначати як структурні фактори цих ділянок $S(s)$, так і їхні функції фону $\phi(s)$. За відмінностями останніх і виявляються впливи непружнього фону на контраст ЕМ-зображень.

Таким чином, при вивченні процесів формування контрасту ЕМ-зображень від аморфних речовин слід використовувати найпростіші елементи теорії дифракційного контрасту. І основним з них є ха-

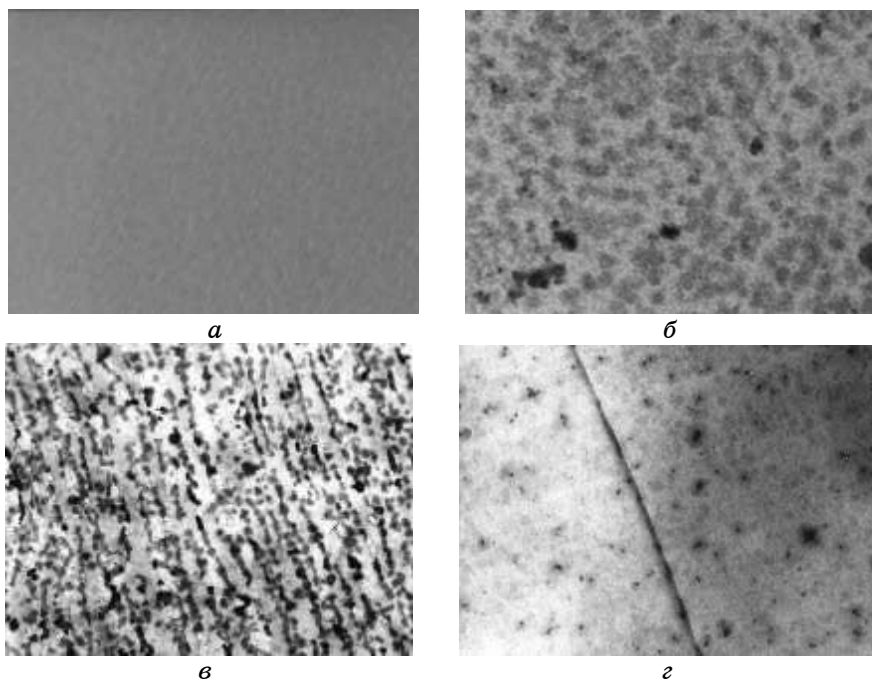


Рис. 3. ЕМ-зображення різних типів структури матриці: аморфних плівок $\text{Ge}_{33}\text{Se}_{67}$ (а) і $\text{Ge}_{16}\text{Sb}_{24}\text{Se}_{60}$ (б) та стекел $\text{Ge}_7\text{As}_{32}\text{S}_{61}$ (в) і As_2S_3 (г).

рактик розподілу інтенсивності дифракційної картини при малих кутах у межах апертурної діфрагми. У практичному застосуванні одержаних результатів актуальними є кілька найбільш загальних випадків.

1. ЕМ-зображення аморфного об'єкта «на просвіт» є однорідним, коли контраст між окремими ділянками не перевищує кількох відсотків. Параметри структури такої аморфної матриці визначаються безпосередньою аналізою зображення (рис. 3, а).

2. В об'єкті виявляються необмежені чіткими контурами неоднорідності матриці, статистично випадково розподілені в площині зображення (рис. 3, б). Вивчення таких зображень вимагає виділення трьох складових контрасту (див. співвідношення (14)): геометричної товщини, хемічного складу та атомової густини локальних ділянок. Перший внесок визначається додатковим дослідженням поверхневого рельєфу зразка методами сканівної електронної мікроскопії або атомово-силової мікроскопії. Варіації хемічного складу в різних ділянках неоднорідностей можна визначити методами локальної Рентгенової мікроаналізи. Якщо вони більші за похибки вимірювань, то слід для локальних ділянок з різним хемічним складом при допомозі стандартних таблиць атомових факторів розсія-

ня електронів розрахувати функції (3). Тоді внесок у контраст зображення змін хемічного складу буде визначатися різницею інтегралів

$\int_0^{\alpha} \sum_{i=1}^N F_i^2(s) ds$ для різних елементів зображення. Вилучивши із

загального контрасту ЕМ-зображення визначені вище два внески, одержують третю складову контрасту, зумовлену відмінностями середньої атомової густини локальних ділянок об'єкта.

3. Об'єкт містить чітко виділені вclusions, які по формі відповідають можливості фазового розділення в аморфній матриці (рис. 3, в). На першому етапі аналізу таких зображень доцільно виконати нанодифракційні дослідження фазових включень та довкільної їх базової матриці. За одержаними результатами розраховуються відповідні структурні фактори цих характерних ділянок і за допомогою співвідношення (16) визначається внесок когерентного пружнього розсіяння в ЕМ-контраст міжфазовими включеннями і базовою матрицею. Після цього кількісна аналіза контрасту ЕМ-зображення такого об'єкту виконується за загальною схемою, наведеною в пункті 2.

4. Найбільш складний випадок відповідає об'єкту, в матриці якого поєднуються всі описані вище типи неоднорідностей (рис. 3, г). Зрозуміло, що кількісна аналіза контрасту зображень таких об'єктів має містити всі зазначені вище етапи з відокремленням внеску в контраст всіх проаналізованих вище структурних складових неоднорідностей аморфної матриці.

4. ВИСНОВКИ

Аналізу ЕМ-зображень аморфних матеріалів та наносистем складного хемічного складу слід виконувати з врахуванням умов утворення як амплітудного, так і дифракційного контрасту. Для цього необхідно розглядати загальні процеси розсіяння електронної хвилі зондувального жмута на всіх атомах об'єкта з наступною їх інтерференцією між собою. При такому розгляді слід виділяти три складові розсіяння електронів, які відповідають за формування контрасту ЕМ-зображень: пружне некогерентне, пружне когерентне та непружній шумовий фон.

Варіації інтенсивності ЕМ-зображень за рахунок пружнього некогерентного розсіяння визначаються розподілом середньої атомової густини в локальних ділянках досліджуваного зразка, змінами усередненого по хемічному складу перерізу пружнього розсіяння електронів атомами локальних ділянок та відхиленнями геометричної товщини цих ділянок від середньої.

Внесок пружнього когерентного розсіяння в контраст ЕМ-зображень обумовлюється відмінностями структури атомової сітки різ-

них локальних ділянок і визначається за відмінностями структурних факторів даних ділянок у тій частині оберненого простору, який обмежений апертурною діафрагмою. Аналогічно визначається і внесок у контраст непружного фону, але при цьому аналізуються не структурні фактори, а криві розподілу такого фону в області апертурної діафрагми.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. А. В. Смирнова, Г. А. Кокорин, С. М. Полонская, В. В. Яровой, Э. В. Баранцева, В. Н. Бродова, Т. Ф. Мещеринова, И. А. Прокофьева, *Электронная микроскопия в металловедении. Справочник* (Москва: Металлургия: 1985).
2. Г. Томас, М. Дж. Гориндж, *Просвечивающая электронная микроскопия материалов* (Москва: Наука: 1983).
3. А. Н. Пилянкевич, *Просвечивающая электронная микроскопия* (Киев: Наукова думка: 1975).
4. Ю. А. Куницький, Я. І. Купина, *Електронна мікроскопія: Навчальний посібник* (Київ: Либідь: 1998).
5. В. П. Іваницький, *Механізми формування стохастично неоднорідної структури аморфних халькогенідів систем $A^{IV}-B^V-C^{VI}$* (Дис. ... докт. фіз.-мат. наук) (Ужгород: УжНУ: 2007).
6. Л. И. Татарина, *Электронография аморфных веществ* (Москва: Наука: 1972).
7. В. Н. Филиппович, *Журнал теоретической физики*, **25**, № 9: 1604 (1955).
8. D. Cockayne, D McKenzie, and D. Muller, *Microan., Microscopy, Microstructure*, **2**: 359 (1991).
9. Y. Hirotsu, M. Ishimaru et al., *J. Electron Microscopy*, **50**, No. 6: 435 (2001).
10. А. Ф. Скрышевский, *Структурный анализ жидкостей и аморфных тел* (Москва: Высшая школа: 1980).