

ИОННЫЙ МИКРОПРОЕКТОР

В предыдущей заметке³ нами были описаны опыты, в которых с помощью электронного микропроектора наблюдались изображения сравнительно простых молекул фталоцианина меди. При этом на изображении удавалось опознавать молекулы по их форме, сравнивая снимки с данными, полученными стереохимическим и рентгенографическим способами.

В электронном микропроекторе^{1,2} полусферическая поверхность металлического острия отображается с большим увеличением на флуоресцирующем экране. Электроны вырываются из металла в сильном электрическом поле, напряженность которого составляет около $5 \cdot 10^7$ в/см. При радиусе закругления острия порядка 10^{-5} см для этого достаточно анодное напряжение в несколько тысяч вольт. Разрешающая способность подобного проектора^{1,3} составляет в среднем 20 Å, т. е. несколько превышает практически достигаемое разрешение современных моделей электронных микроскопов.

При расстоянии от острия до экрана $R = 10$ см увеличение составляет около миллиона. Кружок рассеяния, соответствующий точке на

поверхности острия, имеет диаметр 2 мм. Согласно данным Мюллера * этот диаметр может быть выражен, как

$$D = 2R\sqrt{\frac{u}{U}},$$

где u — независимая от ускоряющего напряжения U тангенциальная начальная скорость электронов (в вольтах); u обычно составляет около 0,5 в. На разрешающую способность влияет также электронная дифракция; в случае вырывания электронов полем учесть это влияние количественно достаточно трудно⁵.

Повышению разрешающей способности увеличением напряжённости поля мешает чрезвычайно быстро нарастающая плотность тока эмиссии, достигающая 10^8 а/см² и приводящая к оплавлению острия.

Значительного роста разрешения можно ожидать, если заменить электроны положительными ионами с меньшей длиной волны де-Брогля и термическими начальными тангенциальными скоростями.

Уже в 1941 г. было показано⁶, что, изменив знак потенциала острия электронного проектора, можно путём увеличения напряжённости поля

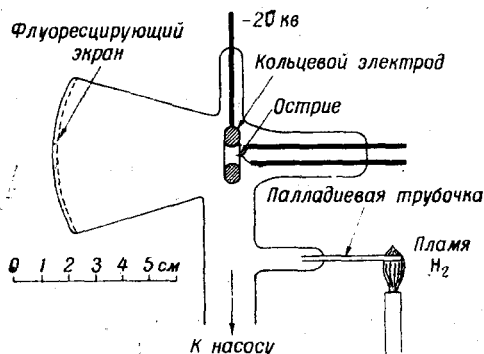


Рис. 1.

до $0,8—1,2 \cdot 10^8$ в/см заставить атомы бария срывать с острия, на поверхности которого они были адсорбированы. Если частицы покидают поверхность металла в виде положительных ионов, они должны двигаться прямолинейно к флуоресцирующему экрану и образовывать на нём картину поверхности острия, т. е. тех участков, на которых они были адсорбированы.

Плотность тока при этом явлении, названном Мюллером «десорбцией в поле», весьма мала. В монокристаллическом слое бария на 1 см² поверхности приходится около 10^{14} атомов, а так как поверхность эмитирующей части острия составляет менее 10^{-9} см², то перенесённый при удалении ионов заряд составит всего 10^{-14} кулона. Для появления едва обнаруживаемого изображения на экране интенсивность должна быть приблизительно в миллион раз больше.

Это может быть осуществлено быстрым повторением процессов адсорбции и десорбции в электрическом поле. Для этого отнюдь не обязательна подача ускоряющего напряжения импульсами. Как только нейтральные частицы занимают место на поверхности, они отдают свой электрон, десорбируются в качестве положительных ионов и летят к экрану. Пути их почти совпадают с траекториями электронов в микро-

проекторе, с той разницей, что тангенциальная составляющая скорости по порядку величины соответствует тепловой энергии. Резкость изображения в результате этого значительно возрастает.

В настоящее время трудно указать элементы, ионы которых давали бы наилучшие результаты в подобных опытах. Для этой цели удобен водород, размеры атома которого меньше, чем у атомов металла, образующего острий; адсорбция в этом случае имеет место при выпуске малого количества водорода в баллон проектора. Напряжённость поля, при которой имеет место десорбция, однако, в этом случае много выше, чем для бария.

На рис. 1 изображена схема ионного (протонного) микропроектора⁵. Изображение на экране наблюдалось в лупу или фотографировалось с помощью оветосильного объектива. Вследствие малых интенсивностей следует ожидать лучших результатов при внутривакуумном фотографировании, когда протоны непосредственно бомбардируют пластинку. Однако естественно, что резиновые и другие уплотнения, применяемые в «шлюзах» для пластинок электронных микроскопов, в данном случае неприменимы.

Вначале, после откачки, прибор испытывался с отрицательным остриём, т. е. в качестве электронного проектора. При этом можно было судить о совершенстве поверхности острия. На рис. 2 приводится ограниченное отверстием кольцевого электрода изображение поверхности вольфрамового острия. На поверхности видны следы адсорбированного углерода, о чём можно судить по светлому кольцу, окружающему центральную плоскость 110, и по появлению плоскостей 334 вокруг полюсов октаэдра⁷. Одновременно с углеродом на поверхности адсорбировался водород, находившийся внутри прибора во время наблюдения и экспозиции. При анодном напряжении в 3,3 кв остриём эмитировался ток 10^{-5} ампера; согласно теории⁸ при работе выхода $\phi = 4,8$ эв этому соответствует радиус острия $r = 940$ ангстрем. Напряжённость поля составляет $5,4 \cdot 10^7$ в/см. На экране, удалённом на $R = 45$ мм, возник-

ает изображение, увеличенное приблизительно в $\frac{R}{r} = 480\,000$ раз. Радиус кружка размытия (определяющий разрешение), который нельзя достаточно хорошо определить по приводимому автором снимку, равен 1,2 мм и соответствует 25 Å на объекте.

После изменения знака потенциала острия напряжение между остриём и кольцевым электродом должно быть значительно повышено, прежде чем на экране возникнет изображение. При давлении водорода около 10^{-3} мм рт. ст. при разности потенциалов 12 кв, т. е. напряжённости поля $2 \cdot 10^8$ в/см, появлялось очень слабое, но резкое изображение.

При дальнейшем росте напряжения яркость росла, резкость же оставалась неизменной. Кроме того, яркость была пропорциональна давлению, которое в описываемом приборе удавалось повышать до $6 \cdot 10^{-3}$ мм без возникновения тлеющего разряда. Снимок, приводимый на рис. 3, сделан при 17 кв, т. е. $2,8 \cdot 10^8$ в/см, на высокочувствительной плёнке, при $F = 1 \cdot 2$ и экспозиции в 30 сек. В сравнении с электронным изображением резкость очень велика; автор утверждает, что диаметр кружка рассеяния составлял 0,1–0,2 мм, т. е. соответствовал 2–4 Å на объекте. Фотографический снимок вследствие помех за время экспозиции и возможных колебаний потенциала зёрен флуоресцирующего экрана значительно менее резок. Однако на снимке видно, что светлое окаймление плоскости 110 разбилось на «ступеньки». Концентрическое диффузное светлое пятно большого радиуса в центре возникает вследствие вторичной электронной эмиссии с кольцевого электрода, вызываемой попадающими на него протонами, что доказывается отклонением в магнитном поле.

Ионное изображение довольно контрастно. Края, окружающие плоскость 110, обнаруживали, по словам автора, при наблюдении в лупу



Рис. 2.

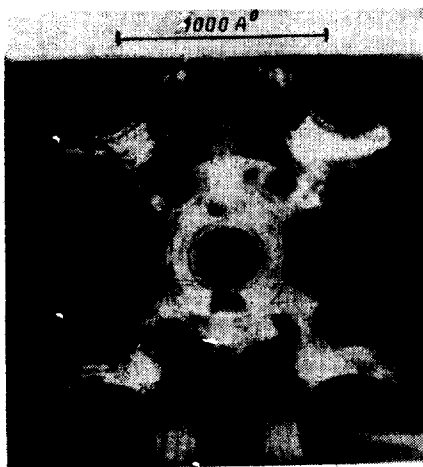


Рис. 3.

Поверхность одного и того же монокристаллического вольфрамового острья при отображении электронами (рис. 2) и протонами (рис. 3).

При достигнутом давлении в $6 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. на полусферу ра-

и хорошей адаптации глаза в темноте мелкие, регулярно чередующиеся выступы и ступеньки, расстояния между которыми близки к постоянной кристаллической решётки. С целью устранения возможных ошибок за счёт зернистого строения экрана, наблюдения были повторены в другом приборе с увеличением, равным 10^6 ($R = 10$ см). Кроме упомянутых «ступенек», наблюдались многочисленные яркие сцинтиллировавшие точки, не ориентированные относительно кристаллической решётки. Возможно, что в этих точках имели место нарушения решётки, на которых десорбция происходила с большей лёгкостью.

Описанные результаты, касающиеся разрешающей способности, соответствуют тому, чего можно ожидать на основании соображений, применявшихся к электронному микропроектору. Тангенциальная скорость отображающей частицы в этом случае соответствует энергии максимума максвелловского распределения, т. е. $u = 0,04$ в при комнатной температуре.

Ускоряющее напряжение в рассматриваемом примере составляло 17 кв. Диаметр кружка рассеяния $D = 0,14$ мм, или $2,9$ Å, т. е. почти в 10 раз меньше, чем при отображении электронами. При охлаждении всего прибора жидким воздухом кружок рассеяния уменьшился бы до $1,6$ Å. Влияние электронной дифракции при этом сказывается незначительно, так как длина волны де-Броглия для протона с энергией $0,04$ в составляет $1,42$ Å; при скорости в 2 вольта, достигаемой на расстоянии 3 Å от поверхности (с учётом «силы изображения»), длина волны равна всего $0,2$ Å.

диусом в 940 Å попадает $5,2 \cdot 10^9$ молекул водорода в секунду. Ионный ток, соответствующий удвоенному количеству протонов, вследствие диссоциации молекул может достичь $1,66 \cdot 10^{-9}$ а. В действительности, при описанных условиях ток составлял $6 \cdot 10^{-8}$ а. Повидимому, следует считать, что в сильном электрическом поле на острий попадает значительно больше молекул, чем это следует из газокинетической теории. Многие из пролетающих молекул могут быть притянуты, как диполи, в сильно неоднородном поле.

Важным вопросом в области «микроскопии атомных размеров» является воздействие отображающих частиц на объект исследования. Молекулы, захватываемые остриём, падают на него со скоростью, превышающей термическую. Если частица, характеризующая поляризуемостью α , втягивается из области нулевого поля в область, где напряжённость поля равна E , её энергия $W = \frac{\alpha}{2} E^2$. В поле $2,8 \cdot 10^8$ в/см, если считать, что для молекулы водорода $\alpha = 0,8 \cdot 10^{-24}$ см³ энергия соударения с остриём составляет $\frac{1}{6}$ эв, чего недостаточно для того, чтобы вызвать разрушение поверхности вольфрама.

Если напряжённость поля превышает $(2,9 \pm 3) \cdot 10^8$ в/см, изображение на экране становится нерезким. Следует считать, что в этом случае возникновение ионов происходит не на поверхности кристалла острия, а в пространстве, окружающем остриём.

При напряжённостях поля между 2 и $3 \cdot 10^8$ в/см нагревание острия до 400—500° К приводит к полной потере резкости изображения. Возможно, что адсорбированные атомы не могут в этом случае занять определённого положения на поверхности вследствие термических колебаний. При более высоких температурах острия (от 800 до 900°) в сильном электрическом поле разрушается кристаллическая решётка вольфрама.

Результаты описанных опытов, повидимому, указывают на то, что с помощью ионного микропроектора достигнуто разрешение, позволяющее непосредственно «видеть» кристаллическую решётку металла. Разумеется, полученные данные носят предварительный характер, так как ввиду технических трудностей, связанных с внутривакуумной съёмкой, наблюдения производились визуальным методом. Автор считает, что можно ожидать хороших результатов, достаточно сильно охлаждая остриём применяя в качестве отображающих частиц ионы лития, десорбция которых должна происходить в более слабых электрических полях, или ионы гелия. Исследование металлов, кристаллическая решётка которых связана слабее, чем у вольфрама, повидимому, возможно только в более слабых полях у острия.

Следует считать, что описанный метод будет с успехом применён для изучения особенностей строения реальных кристаллов.

В. С. Вавилов

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Б. М. Царёв, Электронный проектор как метод физико-химических исследований, УФН **36**, 181 (1948).
2. F. W. Müller, Zeits. f. Physik **106**, 541 (1937).
3. В. С. Вавилов, УФН **42**, 580 (1950).
4. E. W. Müller, Zeits. f. Physik **120**, 270 (1943).
5. E. W. Müller, Zeits. f. Physik **131**, 136 (1951).
6. E. W. Müller, Naturwiss. **29**, 533 (1941).
7. E. W. Müller, Naturwiss. Rundschau, 255 (1951).
8. R. Haefner, Zeits. f. Physik **116**, 604 (1940).