

高分辨电子显微象

李方华

(中国科学院物理研究所)

材料科学中的一个重要问题是了解材料的性能、结构与制备工艺之间的关系。衍射方法，特别是X射线衍射方法一直是观测物质结构的主要方法。然而衍射方法都是间接方法，无论是X射线衍射、中子衍射或电子衍射方法都只能给出平均结构，即只能给出试样中按被观察的全部晶胞而平均了的原子配置情形。虽然X射线形貌和电子衍射技术可用以研究晶体的缺陷，但仍是一种间接的观测手段，仍不能看到缺陷部分的原子配置情形。因此，人们早就希望能找到一种直接观测晶体结构和缺陷的方法。

高分辨电子显微学的发展使晶体结构和晶体缺陷的直接观测成为现实^[1]。自从1956年Menter^[2]观察到酞菁铜和酞菁铂的晶格象以来，便发现了电子显微象与晶体的晶格或结构之间可以有直接的、一一对应的关系^[3]。然而当时一方面由于电子显微镜的分辨本领不够高，另一方面象与结构之间一一对应的理论解释尚未成熟，遂使晶格象未能在直接观测晶体结构和缺陷上获实际应用。在一段相当长的时间内，晶格象只是作为测定电子显微镜分辨本领的一种手段。近年来，高分辨电子显微镜的分辨本领已接近固体材料中的原子间距，可摄得直接反映出某些晶体，特别是复杂氧化物和矿物晶体结构的高分辨电子显微象^[1]，在比较苛刻的实验条件下还直接观察到金属和半导体中的原子排列^[4,5,19]。这些直接反映了晶体结构图象的显微象称为结构象。Crewe^[6]和Iijima^[7]等并摄得能分辨开单个重原子的显微象。从晶格象发展到结构象和单原子象是电子显微学发展史上的一个重要突破，它给结构分析手段带来了新的变

革，为进一步打开材料科学中某些自由王国之门提供了一把新钥匙。

本文举例介绍了高分辨电子显微象在直接观测晶体结构和晶体缺陷上的应用，并简略地介绍了高分辨电子显微象的成象原理、计算象以及图象处理。

晶体结构和缺陷的直接观测

在已发展的高分辨电子显微象中，除高分辨衍衬象外，有能直接反映出晶体晶格的晶格象，反映出晶体结构中原子或分子配置情形的结构象，还有能看见放在轻元素支持膜上且相互分散开的重原子的单原子象。其中晶格象和结构象已获实际应用，是直接观测晶体结构和晶体缺陷的工具。

晶格象可用来直接观测脱溶、孪生、晶粒间界以及长周期层状晶体结构的多型体等。如SiC有周期很长的多型体，相应X射线迴摆照相的hol斑点沿 l 方向连成线，不便确定其周期，甚至难以肯定沿 l 方向是否有周期性。

图1(a)是SiC晶体的电子衍射图，箭头所

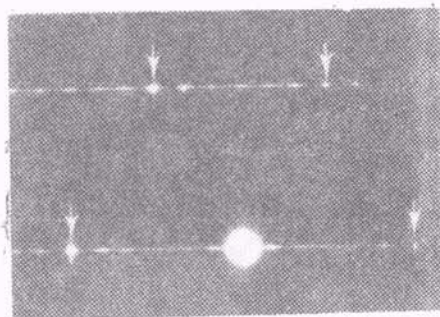


图1 (a)长周期 SiC 晶体的电子衍射图

指处为 SiC 基本晶胞的衍射斑点。显见从电子衍射图亦难确定 c 方向的周期，但从相应的晶格象（图 1(b)）可直接观测到 c 方向的周期为 1242 \AA [8]。

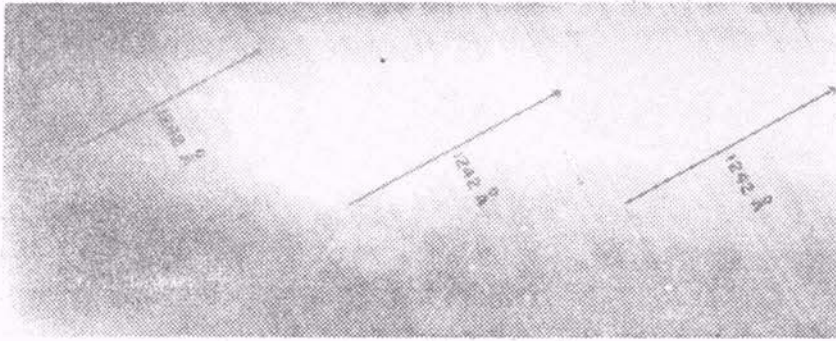


图 1 (b)相应于(a)的晶格象^[8]

结构象直接反映了晶体的结构图象。图 2 是氯代酞菁铜 $\text{Cl}_{16}\text{CuPc}$ 薄晶体的结构象，它由许多规则地排列着的菱形图案所构成。电子衍

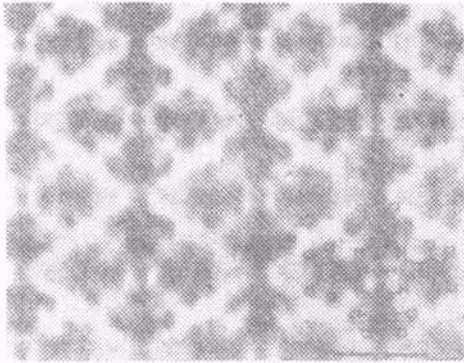


图 2 $\text{Cl}_{16}\text{CuPc}$ 的结构象，右下角为分子结构与象的迭合，横线的长度相应于 10 \AA [9]

射分析测出晶体结构属单斜晶系，晶胞参数 $a = 19.62 \text{ \AA}$ ， $b = 26.04 \text{ \AA}$ ， $c = 3.76 \text{ \AA}$ ， $\beta = 116.5^\circ$ [9]。 $\text{Cl}_{16}\text{CuPc}$ 的分子呈平面状，它们在晶体中相互平行地沿 c 方向堆迭成“串”，“串”上的分子沿 c 方向的投影乃互相重叠。从图 2 可见象与结构的对应性，象中的每个菱形图案代表一串分子的投影。

图 3 是混合氧化物 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 的结构象^[10]。 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 的结构已由 X 射线衍射方法所测定，它具有正交钨青铜结构，其晶胞由三个四方钨青铜结构的亚晶胞构成。晶胞参数 $a = 12.551 \text{ \AA}$ ， $b = 36.621 \text{ \AA}$ ， $c = 3.94 \text{ \AA}$ 。图 4 是 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 的结构沿 c 方向的投影

图。图中带线的正方形代表正八面体，氧原子位于其顶点，金属原子位于中心。空白的三角形、正方形和五角形内没有原子，称之为通道。 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 的晶胞中共有十二个五角形通道，其中有四个为金属原子所占领，用黑点表示之。从图 3(b) 显见象与结构有良好的对应性。象中的大白点对应于五角形通道，稍小些的白点对应于正方形通道，黑的区域对应于八面体及由金属原子充填

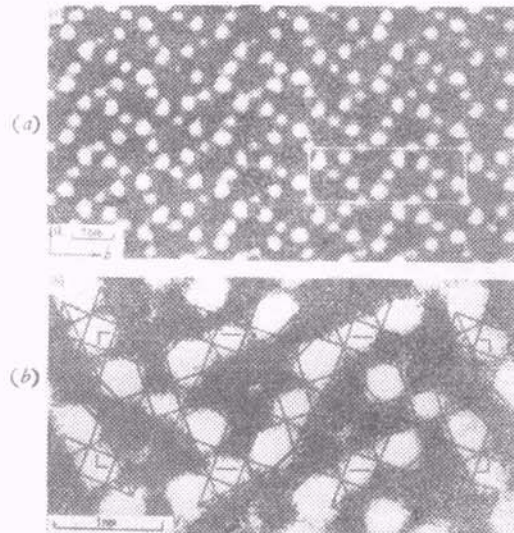


图 3 (a) 为 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 的高分辨结构象，长方形框表示一个晶胞；(b) 为 (a) 的放大象与其结构示意图(图 4)的迭合^[10]

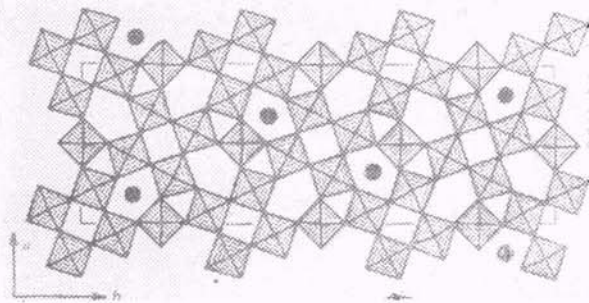


图 4 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 结构的示意图^[10]

了的五角形通道。

从高分辨结构象不仅可看到理想晶体中原

子或分子的配置情形,还可直接观测到晶体结构中局部地区的非周期性,如脱溶、异相晶界、孪晶间界等等.图5是 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 孪晶的结

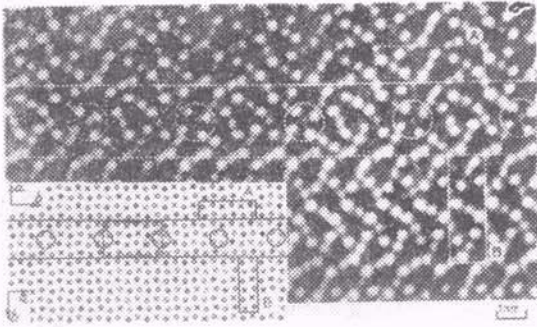


图5 $4\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 9\text{WO}_3$ 孪晶的结构象,左下角为结构示意图,空心和小实心的小圆圈分别表示空的和被填充的五角形通道^[10]

构象,图中A区与B区间的取向关系是绕 $[001]$ 方向旋转 90° .在A区与B区之间有一条孪晶间界,此处五角形通道的充填情形与A区、B区不同,其中的圆圈相当于一个四方钨青铜的亚晶胞,它包括了四个空的五角形通道,而在A区和B区中,每个四方钨青铜亚晶胞中均有一个或两个五角形通道是被充填的.

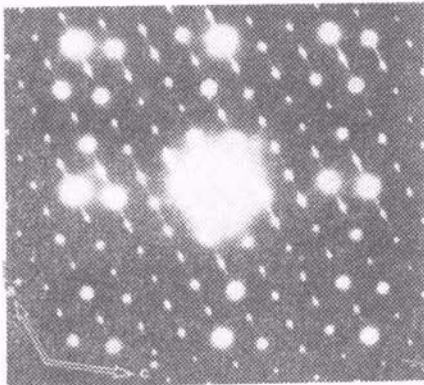


图6(a)非化学比 $\text{Nb}_{22}\text{O}_{54}$ 的电子衍射图

高分辨结构象也是观察点缺陷和扩展缺陷的有效工具.以下仅举非化学比的 $\text{Nb}_{22}\text{O}_{54}$ 情形为例^[11].理想的 $\text{Nb}_{22}\text{O}_{54}$ 结构属单斜晶系, $a = 21.2 \text{ \AA}$, $b = 3.82 \text{ \AA}$, $c = 15.6 \text{ \AA}$, $\beta = 124.5^\circ$.图6(a)是非化学比 $\text{Nb}_{22}\text{O}_{54}$ 的电子衍射图,衍射斑点均沿 a^* 方向伸展成线段.图6(b)是结构象.图左侧的平行四边形给出了晶胞沿 b 方向的投影.箭头所指处为瓦兹利缺陷,它沿平行于 b 及 c 的平面扩展,这与衍射斑

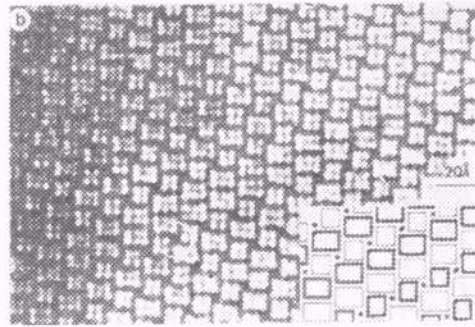


图6(b)非化学比 $\text{Nb}_{22}\text{O}_{54}$ 的结构象,右下角为结构的示意图

点沿 a^* 方向延伸相一致.圆圈中心的暗区较正常情形黑一些,认为这相应于金属原子的空位,但是此种点缺陷模型的衬度无法作直观的解释,而必须由据此模型得出的计算象来证实.

此外,这种非化学比的氧化铌在电子束辐照下逐渐失去部分氧原子,与此同时,从其结构象变化中可观察到点缺陷和瓦兹利缺陷的重新分布,以及随之形成不同类型的超结构的相变过程.

结构象与晶体结构的相似性

为了获得高分辨结构象,电子显微镜的分辨本领要足够高.目前加速电压为十万伏的商品高分辨电子显微镜,在使用其高分辨试样台时,一般有 3 \AA 左右的分辨本领.为了调节晶体与入射电子束的相对取向,需要用测角台来倾斜试样,这样分辨本领就要差一些.物镜光阑的大小应与仪器的分辨本领相匹配.在拍摄象时,先借电子衍射图大致调节好试样的取向,取向的精确调整可在观察象时进行.

高分辨电子显微象之所以是直接观测晶体结构和晶体缺陷的有效工具,原因是象与晶体结构,或者说与晶体的电势分布函数沿入射电子束方向的投影颇为相似.但是高分辨象并不总与晶体结构相似,仅在一定的实验条件下,它们之间才有相似性.首先,被观察晶体必须很薄,例如在十万伏下应薄于 100 \AA ;其次,入射电子束应较严格地平行于某个有利于观察的晶

体学方向。然而，更重要的是物镜必须有一个最合适欠焦量，相应于此欠焦量的象称最佳欠焦象。从图7可见象的衬度随欠焦量不同而明显改变，当欠焦量为800 Å时，象与结构最相似，此象即为最佳欠焦象。当欠焦量与其最佳值相差200—300 Å以上时，象与晶体结构已颇不相似。

为了了解为什么只有最佳欠焦象才与结构相似，我们简单地讨论一下高分辨象的成象原理。当入射电子的平面波与薄试样作用时，试

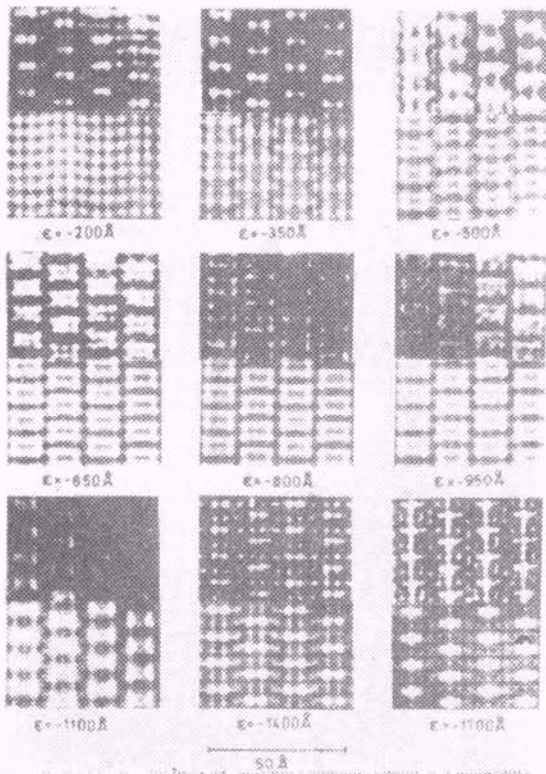


图7 Nb₁₂O₂₉，在不同欠焦量下的结构象，上半部为实验象，下半部为计算象，ε为欠焦量^[12]

样主要调制电子波的相位，对振幅的调制微不足道，如此所得电子显微象的衬度称相位衬度。当电子波通过试样时，它在试样后表面的分布函数称物面波或透过函数。物面波 $\phi_0(\mathbf{r})$ 与试样内的电势分布函数沿入射电子束方向的投影 $\phi(\mathbf{r})$ 有关，亦即与晶体结构沿此方向的投影有关^[13,14]。

$$\phi_0(\mathbf{r}) = e^{-i\sigma\phi(\mathbf{r})},$$

此处 $\sigma = \pi/\lambda u$ ， λ 为电子波长， u 为加速电
物理

压。电子在物镜后焦面上的分布函数为衍射波，它是物面波的傅里叶变换(图8)。一部分衍

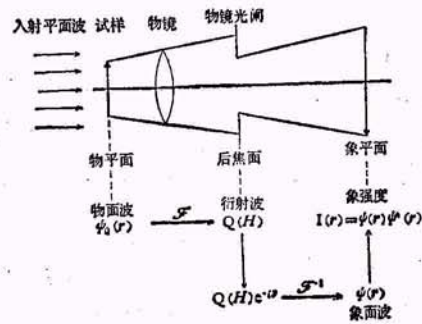


图8 成象原理示意图， \mathcal{F} 和 \mathcal{F}^{-1} 分别表示傅里叶变换和反变换

射波被物镜光阑所遮挡，另一部分通过光阑而到达象平面。然而物镜的球差和欠焦量又调制了电子波的相位，使衍射波乘上了一个相位因子 $e^{-i\chi(H)}$ ，其中 $\chi(H)$ 称象差函数^[13,14]，

$$\chi(H) = \pi\Delta f\lambda H^2 - \frac{1}{2}\pi C_s\lambda^3 H^4,$$

此处 C_s 为物镜的球差系数， Δf 为欠焦量， λ 为电子波长， H 为倒易空间的长度。电子波在象平面上的分布函数称象面波，它是衍射波乘上相位因子 $e^{-i\chi(H)}$ 后的傅里叶反变换。无论如何，象面波，因而象面波上的强度分布也是一个与试样结构有关的函数。但是，象强度能否与试样结构相似则与相位因子有密切的关系。以下仅举薄相位近似的情形为例。当被观察试样很薄时，例如在十万伏加速电压下，试样只有数埃时，象强度 $I(\mathbf{r})$ 与试样的电势分布函数沿入射电子束方向的投影 $\phi(\mathbf{r})$ 有如下关系(见附录)：

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\phi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}(\sin\chi),$$

式中 \mathbf{r} 为正空间的坐标矢量， \mathcal{F}^{-1} 表示傅里叶反变换，* 表示卷积。若 $\sin\chi = 1$ ，则

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\phi(\mathbf{r}).$$

此时象的强度分布与试样结构有线性关系，亦即象与结构相似。然而 $\sin\chi$ 不可能总等于1，它实际上是一个随 H 值增大而在 +1 与 -1 之间不断振荡的函数(图9)，它使 H 值较大的结构振幅 $F(H)$ 受到剧烈的、反复不定的调制，从而破坏了象与结构的相似性。于是， $\sin\chi$ 可看

作物镜后焦面处起传递结构信息作用的一个函数,故称传递函数。为了挽回传递函数对象与结构间相似性的破坏作用,可以用物镜光阑将其不断振荡的部分截去。但是过小的物镜光阑将降低象的分辨本领。更好的办法是选择合适的欠焦距,使 $\sin\chi$ 相对于 H 的曲线有一段较宽广的部分接近于 1。从图 9 可见, $\sin\chi$ 曲线的

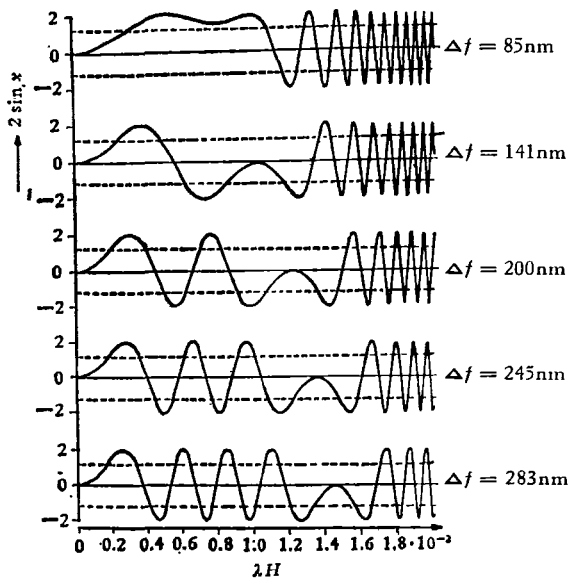


图 9 对于不同的欠焦距 $\sin\chi$ 随 λH 的变化^[15]

形状随欠焦距不同而有明显变化。在十万伏且 $C_s = 1.35\text{mm}$ 的条件下,当欠焦距 Δf 为 850Å 时, $\sin\chi$ 在相当宽广的范围内接近于 1。此时为截去 $\sin\chi$ 快速振荡的部分,允许用较大的物镜光阑,象的分辨本领也就有可能提高。相应于此欠焦距的象即为最佳欠焦距,它与结构的相似性最好。

当试样较厚,即薄相位近似不能成立时,按上述同样原理仍可找到一个与结构最相似的最佳欠焦距,但此时最佳欠焦距与结构并不一定呈直线关系。

通常经过物镜光阑参与成象的衍射束甚多,故需用多束电子衍射动力学理论来处理电子与晶体的相互作用。在具体计算试样后表面上电子波的分布函数,即物面波时,较常用的方法是多层法^[14]。此法的特点是把晶体沿垂直于入射电子的方向分成许多薄层,每层厚度只有

数埃,可看作相位物体,电子波从上一层传播到下一层是非涅耳衍射过程。如此逐层考虑,便可得出物面波与电势分布函数投影的关系。然后再引进象差函数的影响,求出象面上的强度分布,即计算象。目前在实际计算中,除了物镜球差和欠焦距之外,还考虑到色差和入射电子发散度的影响^[7,12]。对于已知结构,如此计算出的计算象与理论象符合情况良好(参看图7),这说明计算象的可靠性。对于未知结构,可以先提出一个假想结构模型,然后对比计算象与实验象来检验所提模型的正确性。在讨论晶体缺陷时,可把感兴趣的缺陷部分作周期重复而得出一个人为晶体,这样,计算象也是检验假想缺陷模型的判据。然而,研究和发发展计算象的目的远不限于此,更重要的是为了使作为直接观测晶体结构和缺陷的有效工具的高分辨结构象,能够更普遍地发挥其“直接观测”的作用。

高分辨电子显微象的处理

如前所述,即使是与结构较为相似的最佳欠焦距,也仍受传递函数的调制,而且为了截去传递函数快速振荡的部分,物镜光阑还不能太大,这就限制了象的分辨本领。如何改善象的相位衬度,亦即改善结构信息的传递条件,是高分辨电子显微象图象处理的一个重要内容。

改善结构信息传递条件的方法可分事前处理和事后处理两大类,两类方法的实质都是进行一次解卷积的处理^[14,16]。前一类方法的特点是在电子显微镜的后焦面上加特殊光阑,如分区挡板、半圆形光阑和相位板,使拍摄出来的高分辨象衬度就已有改善,就已包含更多的结构细节。所用特殊光阑的形状取决于传递函数,因而随实验条件不同而异。此法的好处是一次成功,但特殊光阑加工甚难。事后处理方法的特点是用光学装置或电子计算机来对已拍摄好的电子显微象作解卷,亦即要多费一道手续,但可避免加工各类特殊光阑时所遇到的困难。此法还可采用两张或两张以上不同欠焦距的电子显微象,以补回因传递函数为零时所丢失的结

构信息。光学处理方法是利用一个光学傅里叶变换装置，在透镜的后焦面上放有类似于上述特殊光阑的滤光器，滤光器的尺寸远大于上述的特殊光阑，因而加工较易。电子计算机处理方法则无需任何特殊装置，但需把象强度逐点转变成数字形式，工作量较大。

无论用那一种图象处理的方法，重要的是需要知道传递函数，亦即需要知道物镜的球差和欠焦量，而后者是很难从实验中精确测出的。近来已有一些论文探讨过此问题，其中如 Uyeda 和 Ishizuka 曾提出一种电子计算机的处理方法^[17]，他们从一张实验的电子显微象出发，经过一系列尝试计算，可以求出欠焦量，从而达到进行解卷的目的。本文作者等则建议把 X 射线单晶体结构分析方法应用于高分辨电子显微象图象处理中^[16]。为此亦只需拍摄一张电子显微象，但可求出包含多种象差(如球差、色差、欠焦量和入射束发散度等)的传递函数。这类只需拍摄一张显微象的方法对于不耐电子辐照的试样，对于不能保证在拍摄不同欠焦量电子显微象的过程中试样结构保持不变的情形有其优越性。特别是后一方法，虽只需拍一张电子显微象，然亦能找回传递函数为零时所丢失的结构信息。

展 望

至今在一般的实验条件下，例如用十万伏的高分辨电子显微镜，并使用测角台时，只能获得分辨本领为 3.5—3.8 Å 的结构象，致使结构象的应用基本上局限于具有某些特殊类型结构的晶体，如其结构投影中可见距离大于 3.5 Å 的重原子的复杂氧化物和矿物。于是，迫切的问题是提高结构象的分辨本领。为此可以有两条出路：一是通过图象处理来提高象的分辨本领。另一条出路是提高高分辨电子显微镜的分辨本领，例如提高电子显微镜的加速电压，因为此时传递函数可以在更宽广的 H 值范围内较为平坦，故使最佳欠焦象的分辨本领得到提高。图 10 是一百万伏超高压高分辨电子显微镜摄得的 $Nb_{12}O_{29}$ 的结构象^[18]，分辨本领约为 2.5 Å。与

图 7 中 $Nb_{12}O_{29}$ 的最佳欠焦象相比较，显见一

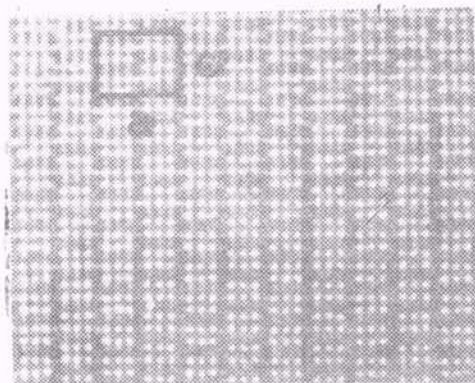


图 10 在一百万伏下摄得的 $Nb_{12}O_{29}$ 的结构象^[18]

百万伏下拍摄的结构象中包含有更多的细节。减小物镜球差亦可提高电子显微镜的分辨本领。Hashimoto 等^[4,19]用球差系数为 0.75mm 的物镜在十万伏下拍摄得金的结构象，象中可见晶格中单个金原子(图 11)。在此基础上可望结构象的应用将扩大到直接观测金属、合金、半导体等材料的有序晶体和缺陷晶体中的原子配置情形。

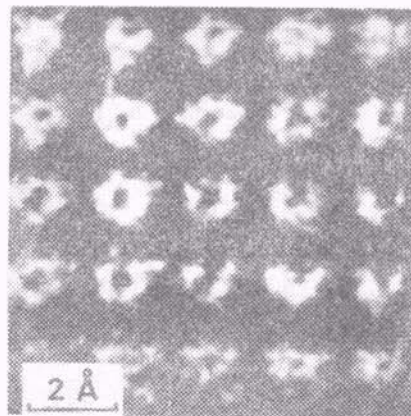


图 11 金的结构象^[19]

还可以设想，在结构分析上尚未获实际应用的单原子象有可能对非晶体材料的结构研究作出贡献。目前，衍射方法是测定非晶体材料结构的主要方法，此法给被观察试样的结构引进了球对称性，于是只能给出一个球对称的径向分布函数，亦即只能给出按空间各个方向而平均了的结构参数——原子近邻间距和配位数。近来已有一些论文讨论到用暗场电子显微象和高分辨干涉电子显微象来研究非晶体材料

结构的问题。随着高分辨电子显微镜和显微象成象原理的进一步发展,非晶体材料结构的直接观测亦将有可能成为现实。

此外,高分辨电子显微象并为表面结构的直接观测提供了可能性。

回顾电子显微学的发展史,电子衍射曾起了重要的作用。五十年代把原来是独立地发展着的电子衍射引进电子显微学的领域中,发展了衍射象和晶格象,使电子显微镜从只能观察固体材料的表面形貌发展到观察材料内部的微观结构。从那时起,电子衍射虽已成为电子显微学中的一个重要组成部分,但在测定结构的工作中仍保持其相对的独立性。近年来,高分辨晶格象和结构象的发展及应用,使电子显微镜从一个“间接”观测材料微观结构的工具发展为“直接”的工具,这是电子衍射与电子显微学进一步相结合的结果。在电子显微镜中,电子衍射图和显微象是由傅里叶变换关系联系着的两种图象。今后,更充分地研究和应用它们之间的内在联系,将仍是高分辨电子显微学发展中的一个问题。

附录 薄相位近似情形的象强度

对于薄相位物体,其电势分布函数沿入射电子方向的投影 $\varphi(\mathbf{r}) \ll 1$,于是物面波 $\psi_0(\mathbf{r})$ 与 $\varphi(\mathbf{r})$ 有如下线性关系:

$$\psi_0(\mathbf{r}) = 1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r}), \quad (1)$$

式中 \mathbf{r} 为正空间的坐标矢量。衍射波 $Q(\mathbf{H})$ 为物面波的傅里叶变换:

$$Q(\mathbf{H}) = \mathcal{F}[\psi_0(\mathbf{r})] = \mathcal{F}[1 - i\sigma\varphi(\mathbf{r})], \quad (2)$$

式中 \mathbf{H} 为倒易空间的坐标矢量, \mathcal{F} 表示傅里叶变换。象面波 $\psi(\mathbf{r})$ 的表达式为

$$\psi(\mathbf{r}) = \mathcal{F}^{-1}[Q(\mathbf{H})e^{-i\chi}], \quad (3)$$

\mathcal{F}^{-1} 表示傅里叶反变换。象强度

$$I(\mathbf{r}) = \psi(\mathbf{r})\psi^*(\mathbf{r}). \quad (4)$$

代(2)、(3)入(4),并略去 $\varphi(\mathbf{r})$ 的二次项得

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\mathcal{F}^{-1}[F(\mathbf{H})\sin\chi]. \quad (5)$$

或因二函数乘积的傅里叶变换等于此二函数各自傅里叶变换之卷积而有

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\varphi(\mathbf{r}) * \mathcal{F}^{-1}(\sin\chi), \quad (5')$$

式中 $*$ 表示卷积, $F(\mathbf{H})$ 为被观察试样的结构振幅,即

$$F(\mathbf{H}) = \mathcal{F}[\varphi(\mathbf{r})]. \quad (6)$$

当 $\sin\chi = 1$ 时, $\mathcal{F}^{-1}(\sin\chi)$ 为 δ 函数。因任意函数与 δ 函数的卷积等于该函数本身,故此时有

$$I(\mathbf{r}) = 1 + 2\sigma\varphi(\mathbf{r}), \quad (7)$$

于是象强度与结构有线性关系。

参 考 文 献

- [1] J. M. Cowley, S. Iijima, *Physics Today*, **30** (1977), 32.
- [2] J. W. Menter, *Proc. Roy. Soc.*, **A236**(1956), 119.
- [3] 李方华, *物理*, **4** (1975), 175.
- [4] H. Hashimoto, H. Endoh, T. Tanji, A. Ono, E. Watanabe, *J. Phys. Soc. Jap.*, **42**(1977), 1073.
- [5] K. Izui, S. Furuno, H. Otsu, *J. Electron Microsc.*, **26**(1977), 129.
- [6] A. V. Crewe, J. Wall, J. P. Langmore, *Science*, **168**(1970), 1338.
- [7] S. Iijima, *Optik*, **48**(1977), 193.
- [8] A. J. Skarnulis, S. Iijima, J. M. Cowley, *Acta Cryst.*, **A32**(1976), 799.
- [9] N. Uyeda, T. Kobayashi, K. Ishizuka, Y. Fujiyoshi, K. Kobayashi, *Electron Microscopy*, **1**(1976), 79.
- [10] S. Iijima, J. G. Allpress, *Acta Cryst.*, **A30** (1974), 22.
- [11] S. Iijima, S. Kimura, M. Koto, *Acta Cryst.*, **A30**(1974) 251.
- [12] P. L. Fejes, *Acta Cryst.*, **A33**(1977), 109.
- [13] 李方华, *物理学报*, **26**(1977), 193.
- [14] J. M. Cowley, *Diffraction Physics*, (1975).
- [15] D. Willasch, *Optik*, **44**(1975), 17.
- [16] 李方华, 范海福, *物理学报*, **28**(1979) No. 2.
- [17] N. Uyeda, K. Ishizuka, *Electron Microscopy*, **1**(1974), 322.
- [18] S. Horiuchi, Y. Matsui, Y. Bando, *Jap. J. Appl. Phys.*, **15**(1976), 2483.
- [19] H. Hashimoto, A. Kumao, H. Endoh, *Electron Microscopy*, **3**(1978), 244.
- [20] N. Uyeda, *JEOL news*, **16E**(1978), 2.