Journal of Siberian Federal University. Chemistry 4 (2009 2) 294-306
~ ~ ~

УДК 537.533.35 / 537.533.73

Методы современной просвечивающей электронной микроскопии в исследовании материалов

С.М. Жарков[а, б]
[а] *Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Россия 660036, Красноярск, Академгородок, 50*
[б] *Сибирский федеральный университет, Россия 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79* [1]

Received 16.11.2009, received in revised form 7.12.2009, accepted 15.12.2009

На примере различных материалов: тонких пленок Al/Au, наночастиц Pd-Au, углеродных нанотрубок, фотонного кристалла показаны возможности современной просвечивающей электронной микроскопии в исследовании микроструктуры. Продемонстрировано применение методов высокоразрешающей и аналитической просвечивающей электронной микроскопии, а также дифракции электронов.

Ключевые слова: просвечивающая электронная микроскопия, дифракция электронов, рентгеноспектральный анализ.

Введение

Просвечивающий электронный микроскоп с магнитными электронными линзами в 1931 г. сконструирован Максом Кнолем и Эрнстом Руской. В 1986 г. Э. Руска награждён Нобелевской премией за создание первого в мире электронного микроскопа [1]. В настоящее время просвечивающая электронная микроскопия широко применяется в материаловедении [2-4]. Одной из причин этого является возможность наблюдать в эксперименте как изображение объекта в реальном пространстве, так и дифракционную картину, полученную от этого объекта. Основное преимущество использования просвечивающих электронных микроскопов – их высокая разрешающая способность, которая становится возможной из-за малой длины волны электронов. При ускоряющем напряжении 200 кВ длина волны электронов равна всего 0,025 Å [2]. В просвечивающих электронных микроскопах используется ускоряющее напряжение до 3000 кВ, при этом максимально достижимое разрешение по точкам в самых современных приборах составляет лучше 1 Å. Это позволяет проводить исследование структуры материалов на атомном уровне.

При использовании методов просвечивающей электронной микроскопии необходимую информацию получают путём анализа результатов рассеяния пучка электронов при прохождении его через объект. Возможны два основных типа рассеяния: а) упругое рассеяние – взаимодействие электронов с эффектив-

* Corresponding author E-mail address: zharkov@iph.krasn.ru
1 © Siberian Federal University. All rights reserved

ным потенциальным полем ядер без потерь энергии; б) неупругое рассеяние – взаимодействие пучка электронов с электронами объекта, при котором имеются потери энергии, т.е. поглощение. Дифракционная картина возникает только при упругом рассеянии.

Цель настоящей работы – показать возможности современной просвечивающей электронной микроскопии [5-8] в исследовании структуры и фазового состава на примере различных материалов – тонких пленок Al/Au, наночастиц Pd-Au, углеродных нанотрубок, фотонного кристалла. Все электронно-микроскопические исследования, представленные в данной работе, проведены автором в лаборатории электронной микроскопии Центра коллективного пользования Сибирского федерального университета на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2100, укомплектованном многоканальным энергодисперсионным спектрометром Oxford Instruments INCA x-sight (при ускоряющем напряжении 200 кВ), и в Институте физики им. Л.В.Киренского Сибирского отделения Российской академии наук на просвечивающем электронном микроскопе ПРЭМ-200 (при ускоряющем напряжении 100 кВ).

I. Высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия

Развитие современных просвечивающих электронных микроскопов привело к тому, что стало возможным непосредственное наблюдение кристаллической структуры. Режим работы микроскопа, когда становится возможным наблюдение деталей объекта меньше 1 нанометра, называется высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопией. Успех применения высокоразрешающей микроскопии в материаловедении объясняется, в основном, тем, что есть возможность ответить на следующие вопросы: насколько отчетлива граница между различными фазами; какие наноразмерные фазы присутствуют в образце. В последнее время метод высокоразрешающей электронной микроскопии стал применяться для определения атомной структуры линейных и планарных дефектов. В некоторых случаях становится возможным определить атомный механизм, с помощью которого нанофазы трансформируются одна в другую; это важно во многих областях, в особенности в материаловедении, химии твердого тела, геологии [9].

Максимально достижимое разрешение по точкам определяется формулой

$$Rs = 0{,}65\,(Cs \cdot \lambda^{3})^{1/4},$$

где Rs – разрешение по точкам, Cs - коэффициент сферической аберрации объективной линзы просвечивающего электронного микроскопа, λ – длина волны электрона [7]. Для ускоряющего напряжения 200 кВ длина волны электрона λ=0,025 Å. Коэффициент сферической аберрации объективной линзы Cs=1 mm (JEM-2100, HR polepiece). Таким образом, разрешение по точкам для вышеприведенных значений составит Rs=2,3 Å. Помимо понятия «разрешение по точкам», существует понятие «разрешение по линиям». Для просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 разрешение по линиям составляет 1,4 Å.

Одним из объектов, открытым с помощью метода высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии, стали углеродные нанотрубки [10]. Они бывают одностеночные и многостеночные. Как правило, одностеночные нанотрубки имеют внешний диаметр от 0,7 до 3,0 нм и длину от нескольких десятков нанометров до нескольких микрометров. Изредка встречаются одностеночные нанотрубки диаметром меньше 0,5 нм; напри-

мер, в работе [11] наблюдали одностеночную углеродную нанотрубку диаметром 0,33 нм и длиной 1,2 нм. Многостеночные углеродные нанотрубки, как правило, имеют внешний диаметр от 2,5 до 50 нм и длину от нескольких десятков нанометров до нескольких микрометров [12]. Обычно углеродные нанотрубки имеют полость в центре. Полость может быть как пустой, так и заполненной, например, аморфным углеродом или металлом. В случае многостеночных углеродных нанотрубок диаметр внутренней полости обычно составляет от 1 до 30 нм.

На рис. 1(а) приведено высокоразрешающее электронно-микроскопическое изображение многостеночных углеродных нанотрубок. Образец для исследований предоставлен Г.Н.Чуриловым (Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН). Условия получения исследованных углеродных нанотрубок описаны в работе [13]. На рис. 1(б) показан увеличенный фрагмент одной многостеночной нанотрубки. Расстояние между отдельными слоями углерода составляет 0.34 нм.

Ещё одна область применения высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии – исследование структуры наночастиц. В частности, исследование высокодисперсных порошков благородных металлов. Благодаря их большой эффективной площади поверхности и химической устойчивости такие материалы могут успешно использоваться в гетерогенном катализе, водородной энергетике, электронике и т.д.

Проведены исследования высокодисперсных частиц Pd-Au, полученных гидротермальным способом [14-16]. Образцы для исследований предоставлены О.В.Белоусовым (Институт химии и химической технологии СО РАН). Биметаллические частицы Pd-Au имеют элементный состав – 73 ат. % Pd и 27 ат. % Au. Электронно-микроскопические исследования (рис. 2) показали, что средний размер частиц составляет 20-40 нм. Картины дифракции электронов, полученные методом микродифракции от группы частиц, соответствовали кубической гранецентрированной структуре с параметром решётки a = (0,394±0,001) нм. Это значение немного больше параметра решетки чистого Pd – Fm3m (225), a=0,389 нм, JCPDS card # 46-1043 [17], что связано с присутствием атомов золо-

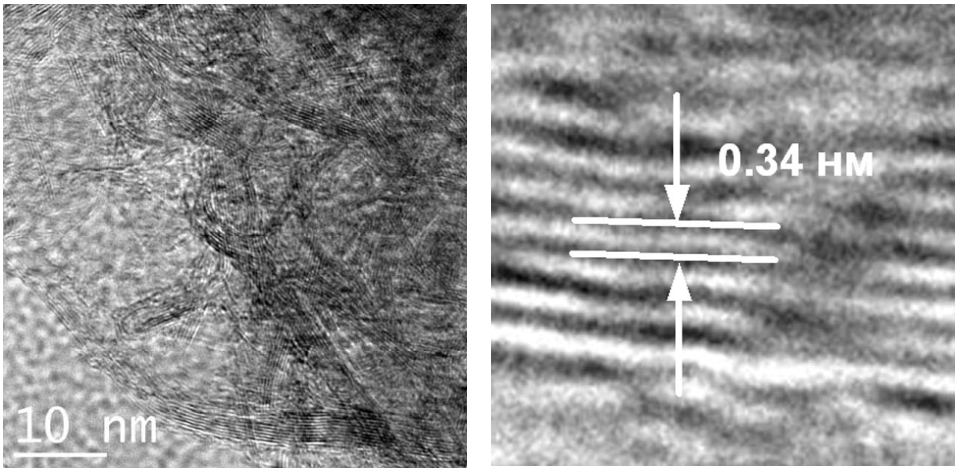

Рис. 1. Высокоразрешающее электронно-микроскопическое изображение углеродных многостеночных нанотрубок (а), увеличенный фрагмент одной нанотрубки (б)

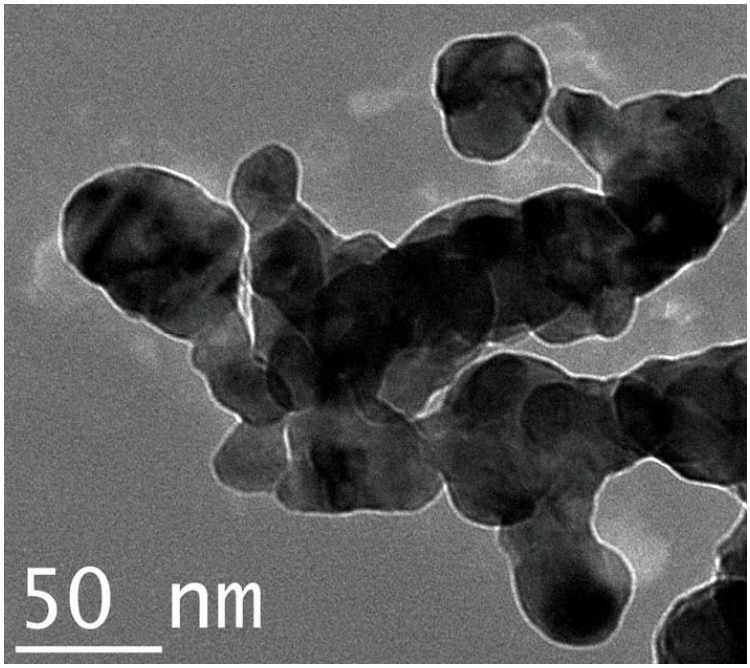

Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение наночастиц Pd-Au

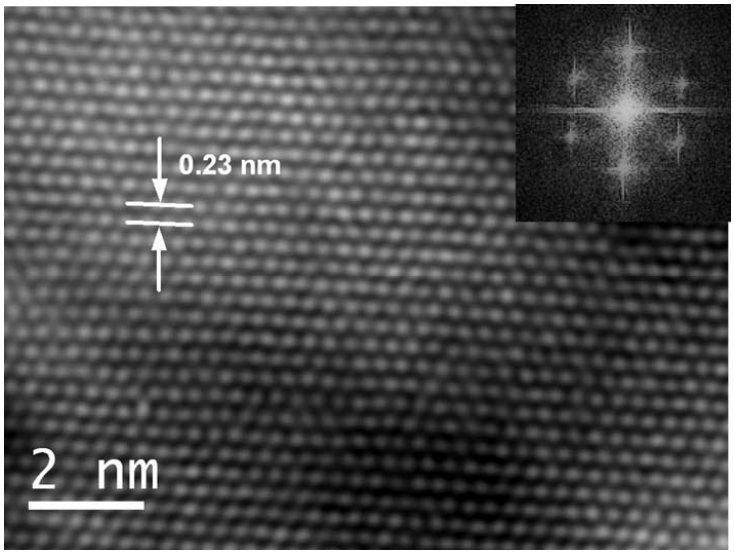

Рис. 3. Высокоразрешающее электронно-микроскопическое изображение наночастицы Pd-Au. На вставке показан результат Фурье-преобразования этого изображения

та. Исследования структуры наночастиц Pd-Au методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии выявили, что частицы имеют бездефектную монокристаллическую структуру. На рис. 3 приведено высокоразрешающее изображение частицы Pd-Au, демонстрирующее прямое разрешение атомных плоскостей. Расстояние между атомными плоскостями составляет 0,23 нм. Результат Фурье-преобразования высокоразрешающего изображения (см. вставку на рис. 3) свидетельствует о том, что структура частицы представляет собой кубическую гранецентрированную решетку с ориентацией [111]. На основании проведенных исследований можно предположить, что атомы палладия и золота образовали твердый раствор замещения с произвольным расположением атомов в решетке.

II. Исследование структуры фотонного кристалла методом “поперечного среза”

Фотонные кристаллы – это среды, у которых диэлектрическая проницаемость периодически меняется в пространстве с периодом, допускающим брэгговскую дифракцию света [18]. Вследствие этого в фотонных кристаллах существуют разрешённые и запрещённые зоны для энергий фотонов, аналогично полупроводниковым материалам, в которых наблюдаются разрешённые и запрещённые зоны для энергий носителей заряда. Практически это значит, что если на фотонный кристалл падает фотон, обладающий энергией, которая соответствует запрещённой зоне данного фотонного кристалла, то он не может распространяться в фотонном кристалле и отражается обратно. И наоборот, это значит, что если на фотонный кристалл падает фотон, обладающий энергией, которая соответствует разрешённой зоне данного фотонного кристалла, то он может распространяться в фотонном кристалле. Другими словами, фотонный кристалл выполняет функцию оптического фильтра.

Образец фотонного кристалла предоставлен для исследований В.Я.Зыряновым (Институт физики им. Л.В.Киренского СО РАН). Предварительная информация о структуре фотонного кристалла: на подложку (кварц КУ1) нанесен ITO электрод (In_2O_3(95 %)+SnO_2(5 %)), сверху нанесена периодическая структура (ZrO_2-SiO_2-ZrO_2-SiO_2-…-ZrO_2). Толщина подложки (плавленый кварц) составляет 4 мм. Предположительная толщина ITO электрода (In_2O_3(95 %)+SnO_2(5 %)) – 150 нм. Фотонный кристалл состоит из 11 слоёв: 5 слоёв SiO_2 (предположительная толщина индивидуального слоя 95-100 нм); 6 слоёв ZrO_2 (предположительная толщина индивидуального слоя 67-70 нм).

Микроструктура и фазовый состав фотонного кристалла исследованы методами просвечивающей электронной микроскопии, дифракции электронов и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Основная задача исследований состояла в том, чтобы определить реальные толщины и элементный состав индивидуальных слоёв фотонного кристалла.

Образец для электронно-микроскопических исследований приготовлен методом «поперечного среза». Далее приведено упрощенное описание процедуры изготовления поперечного среза. Сначала, перпендикулярно к поверхности фотонного кристалла, с помощью алмазной пилы отпиливается пластинка толщиной 0,5 мм. В дальнейшем проводится механическое утонение пластинки до толщины 0,1 мм. Окончательное утонение образца осуществлено травлением в вакууме ионами аргона с энергией 5 keV, под углом 10º к образцу.

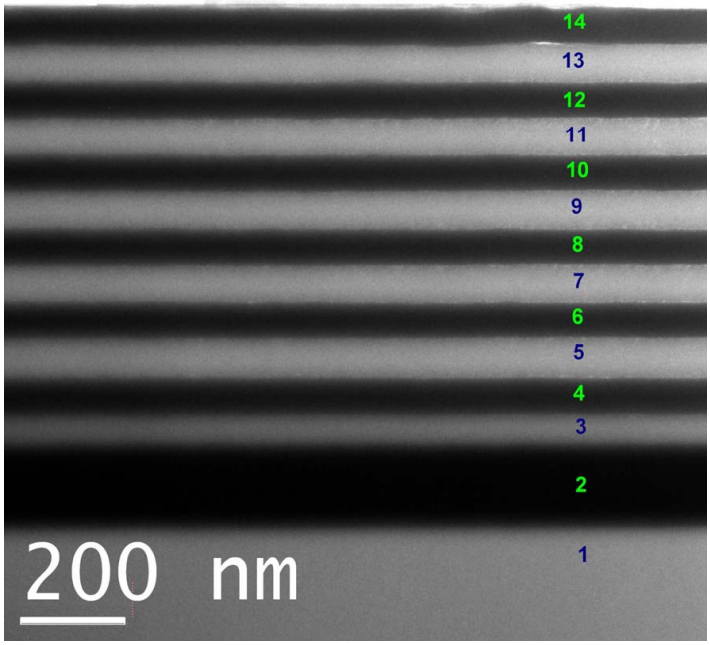

Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение поперечного среза фотонного кристалла (номерами обозначены слои различного состава, см. расшифровку в табл. 1)

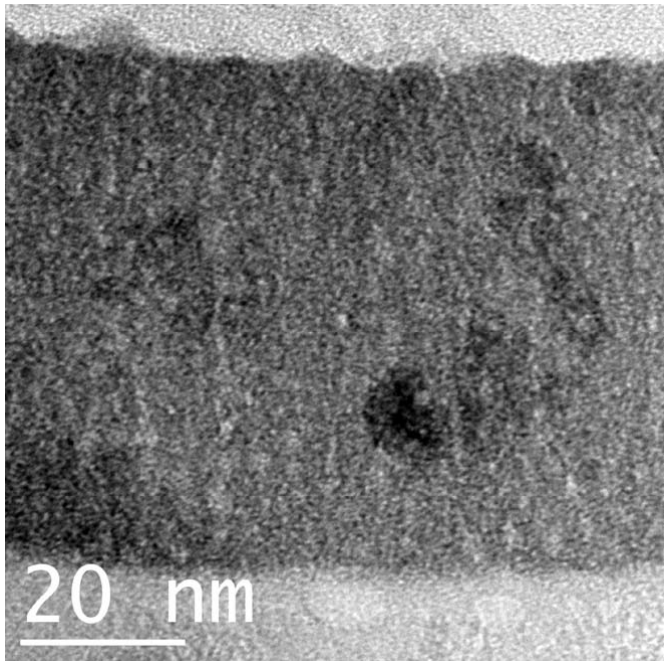

Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение слоя № 4 (Zr-O)

Таблица 1. Информация об элементном составе и толщине индивидуальных слоёв фотонного кристалла *(± показывает отклонение от средней величины в пределах одного слоя)*

№ слоя	Толщина слоя (нм)	Материал слоя
1		подложка - кварц, 33 ат. % Si; 67 ат. % O – SiO_2
2	160 ± 5	In-O (65 ат. % In; 28 ат. % O; 4 ат. % Sn; 3 ат. % Si)
3	60 ± 5	Al-O (40±2 ат. % Al; 60±2 ат. % O) - Al_2O_3
4	65 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)
5	80 ± 5	Si-O (38±2 ат. % Si; 62±2 ат. % O)
6	65 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)
7	80 ± 5	Si-O (38±2 ат. % Si; 62±2 ат. % O)
8	65 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)
9	70 ± 5	Si-O (38±2 ат. % Si; 62±2 ат. % O)
10	75 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)
11	65 ± 5	Si-O (38±2 ат. % Si; 62±2 ат. % O)
12	65 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)
13	70 ± 5	Si-O (38±2 ат. % Si; 62±2 ат. % O)
14	65 ± 5	Zr-O (34±3 ат. % Zr; 65±3 ат. % O; 1 ат. % Hf)

Изображение поперечного среза структуры фотонного кристалла представлено на рис. 4. Информация об элементном составе и толщине слоёв фотонного кристалла приведена в табл. 1. Показано, что средняя толщина слоёв Si-O составляет 65-80 нм, Zr-O – 65-75 нм. Средняя толщина слоя In-O 160 нм. Следует отметить, что толщина в пределах одного индивидуального слоя может отличаться от средней величины, как правило, в пределах ± 5 нм. Это характерно как для слоёв Si-O, Zr-O, так и для слоя In-O.

Анализ элементного состава показал, что слой In-O содержит 65 ат. % In, 28 ат. % O, 4 ат. % Sn, 3 ат. % Si, т.е. наблюдается соотношение In_2O или даже In_3O (если учитывать возможность формирования фазы SnO_2), вместо ожидаемого In_2O_3. Присутствие кремния может объясняться диффузией кремния из подложки в пограничные области слоя In-O. На электронно-микроскопических изображениях слоя In-O отчетливо наблюдаются неоднородности по структуре, которые могут быть вызваны фазовым расслоением.

Электронно-микроскопические исследования с высоким разрешением (рис. 5) слоя Zr-O (более темная область в центральной части изображения) и слоёв Si-O (светлая часть, сверху и снизу изображения) показали относительную однородность структуры. Картина микродифракции электронов (рис. 6), полученная от нескольких слоёв Si-O, Zr-O (рис. 7) представляет собой гало, характерное для аморфных материалов.

Обнаружен слой Al-O – слой № 3 на рис. 4. Толщина слоя составляет (60 ± 5) нм. Элементный состав соответствует Al_2O_3. На границе раздела слоёв In-O и Al-O наблюдаются неоднородности размером 10-20 нм.

Таким образом, проведенные электронно-микроскопические исследования позволили установить, что реальные толщины индивидуальных слоёв фотонного кристалла отличаются от ожидаемых. Причём если в слоях Zr-O и In-O отличие

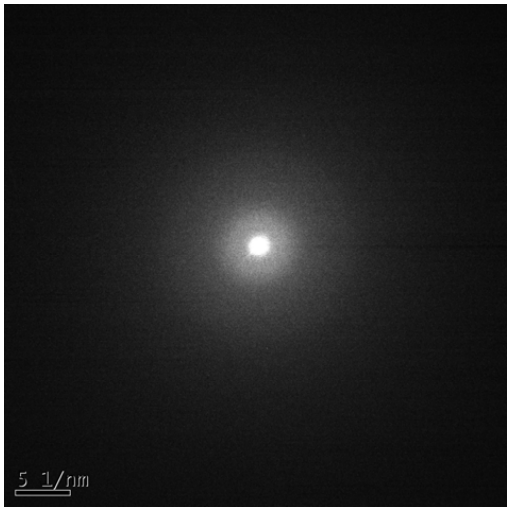

Рис. 6. Картина микродифракции электронов, полученная от участка фотонного кристалла, показанного на рис.7

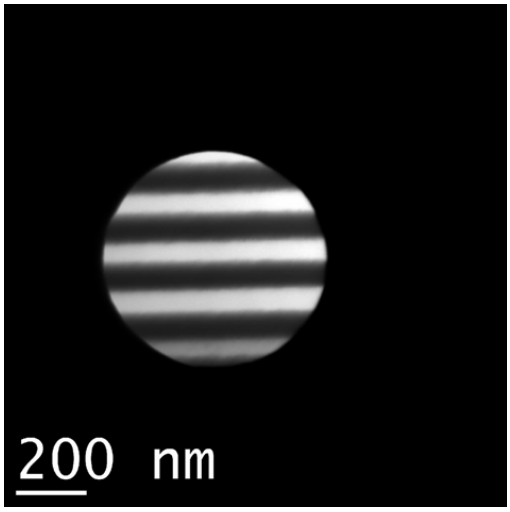

Рис. 7. Электронно-микроскопическое изображение участка фотонного кристалла

составляет не более 10 %, то в слоях Si-O реальные толщины индивидуальных слоёв меньше ожидаемых в среднем более чем на 20 %. Установлено, что реальный элементный состав слоёв Zr-O очень близок к ожидаемому составу – ZrO_2. Однако в слоях In-O и Si-O реальный элементный состав отличается от ожидаемого. В слоях Si-O вместо ожидаемого состава SiO_2 наблюдается – (38±2) ат. % Si; (62±2) ат. % O. Скорее всего, это связано с тем, что слой Si-O состоит из смеси фаз SiO_2 и SiO либо чистого Si. В слое In-O также наблюдается меньшее количество кислорода по сравнению с ожидаемой величиной.

III. Комплексное исследование структуры тонких двухслойных плёнок Al/Au

Развитие микроэлектроники связано с интенсивным внедрением в неё тонкоплёночных элементов. Реакции в твёрдых телах между двумя или несколькими компонентами начали исследовать относительно недавно. Твёрдофазные реакции могут стать существенным фактором, влияющим на микроструктуру и фазовый состав тонких плёнок в процессе эксплуатации интегральных схем и других элементов электроники. Одной из отличительных особенностей твердофазных реакций в тонких плёнках является то, что они могут инициироваться при сравнительно низких температурах, значительно меньших, чем в массивных образцах. Продуктами твердофазных реакций могут быть как соединения, так и твердые растворы реагентов, возникающие в результате перемешивания слоёв. Одним из важных вопросов при исследовании процессов твердофазного синтеза является вопрос, какая фаза из множества возможных фаз будет формироваться первой.

В настоящей работе исследованы процессы твердофазного синтеза, протекающего в двухслойных тонких плёночных образцах Al/Au. Плёнки получены в лаборатории электронной микроскопии ЦКП СФУ. Двухслойные плёнки получены методом электронно-лучевого испарения в вакууме 10^{-6} Торр, последовательным осаждением плёнок золота и алюминия. Плёнки напыляли на покровное стекло при комнатной температуре ($T=T_{комн}$). Толщины индивидуальных слоёв Al и Au равнялись, соответственно, 40 и 20 нм. Твердофазный синтез проводили путем термического нагрева плёнок в вакууме, а также нагрева пучком электронов в просвечивающем электронном микроскопе.

Электронно-микроскопические исследования двухслойных плёнок Al/Au в исходном состоянии показали, что плёнки состоят из кристаллитов размером 15-30 нм (рис. 8). Расшифровка картины микродифракции электронов (рис. 9), полученной от участка пленки размером в 1 мкм, показала наличие кубической гранецентрированной фазы. Такая структура характерна как для Al, так и для Au. Однако так как параметры решёток Al (a=4.0494 Å, JCPDS card # 04-0787) и Au (a=4.0786 Å, JCPDS card # 04-0784) отличаются меньше чем на 1 %, то методом дифракции электронов невозможно различить фазы ГЦК Al и ГЦК Au. На картине дифракции электронов будет происходить практически полное наложение рефлексов от фаз Al и Au. В результате этого будет наблюдаться лишь незначительное уширение дифракционных рефлексов.

Для установления реального состава пленки Al/Au в исходном состоянии проведено исследование элементного состава двухслойной плёнки методом энергодисперсионного спектрального анализа (рис. 10). Установлено, что плёнка содержит 59 ат. % Al и 41 ат. %

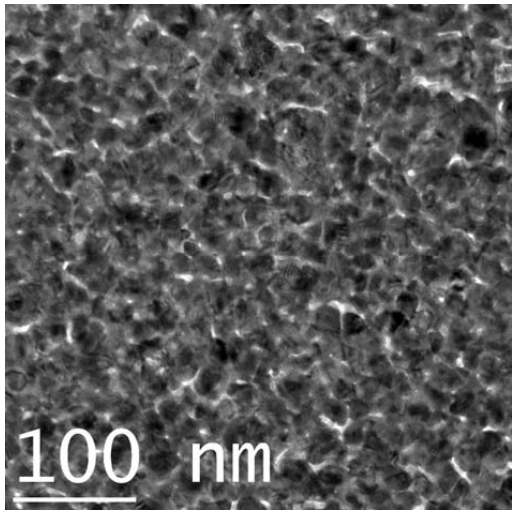

Рис. 8. Электронно-микроскопическое изображение пленки Al/Au в исходном состоянии

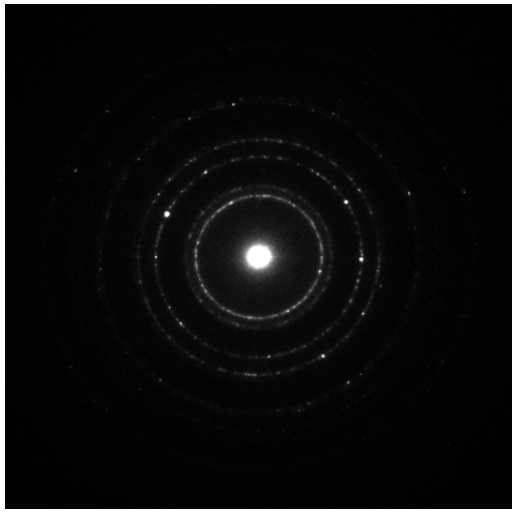

Рис. 9. Картина микродифракции электронов, полученная от пленки Al/Au в исходном состоянии

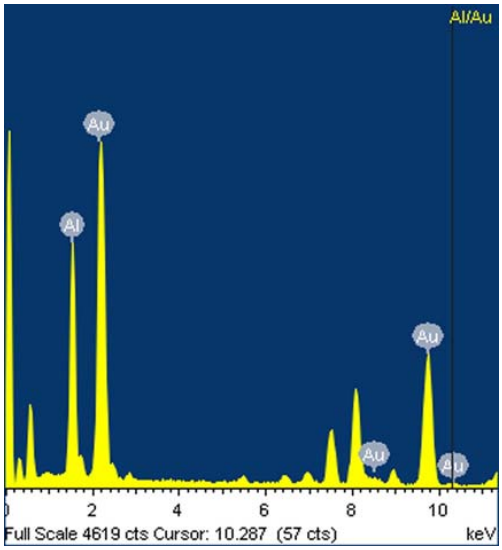

Рис. 10. Энергодисперсионный рентгеновский спектр, полученный от пленки Al/Au в исходном состоянии

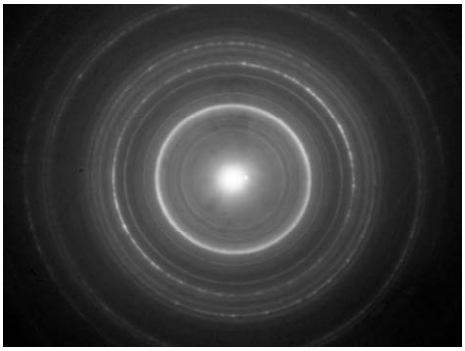

Рис. 11. Картина микродифракции электронов, полученная от пленки Al/Au после воздействия пучка электронов в течение 1 с

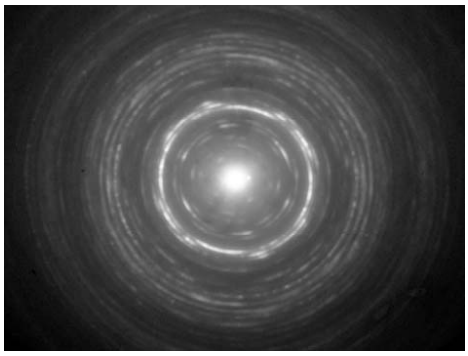

Рис. 12. Картина микродифракции электронов, полученная от пленки Al/Au после воздействия пучка электронов в течение 6 с

Au. Таким образом, на рис. 9 действительно наблюдаются рефлексы от ГЦК фаз Al и Au, наложенные друг на друга.

Установлено, что твердофазный синтез в исследованных плёнках наблюдается уже при нагреве до $T_{подл.}$=50 °C, однако при этой температуре реакция проходит только в небольшом слое на границе раздела Al/Au. При инициировании синтеза в плёнках Al/Au путём нагрева пучком электронов в течение 1 с (рис. 11) первой формируется фаза Al_2Au_5 (пространственная группа R3c(161), JCPDS card # 32-0014), параметры решётки: a=7,71(9) Å c=41,9(6) Å, что соответствует расчётам, выполненным в работе [19]. Дальнейший нагрев в течение 5 с того же участка плёнки (рис. 12) приводит к формированию фазы $AlAu_2$ (пространственная группа Pnma(62), JCPDS card # 26-1006), орторомбическая решетка с параметрами: a=6,715 Å, b=3,219 Å, c=8,815 Å. Это также соответствует последовательности формирования фаз, предсказанной в работе [19]: $Al_2Au_5 \rightarrow AlAu_2 \rightarrow AlAu_4 \rightarrow AlAu \rightarrow Al_2Au$.

Таким образом, показано, что комплексное использование методов просвечивающей электронной микроскопии, дифракции электронов и рентгеноспектрального микроанализа позволяет точно идентифицировать фазы, формирующиеся в процессе твердофазного синтеза в тонких двухслойных плёнках Al/Au.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 06-03-32970). Автор благодарит студента Института инженерной физики и радиоэлектроники Сибирского федерального университета Р.Р. Алтунина за помощь в получении плёнок Al/Au.

Список литературы

1. Руска Э. Развитие электронного микроскопа и электронной микроскопии (Нобелевская лекция) // УФН. – 1988. – Т.154, вып.2. – С.243.
2. Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М.: Техносфера, 2006. – 256 с.
3. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
4. Нанотехнологии в электронике / Под ред. Ю.А. Чаплыгина. – М.: Техносфера, 2005. – 448 с.
5. Xiao-Feng Zhang, Ze Zhang (Eds.) Progress in Transmission Electron Microscopy – 1 (Concepts and Technologies), Springer-Verlag, Berlin, 2001, 367 p.
6. Xiao-Feng Zhang, Ze Zhang (Eds.) Progress in Transmission Electron Microscopy – 2 (Applications in Materials Science), Springer-Verlag, Berlin, 2001, 309 p.
7. Shindo D., Hiraga K. High-Resolution Electron Microscopy for Materials Science, Springer-Verlag, Tokyo, 1998, 190 p.
8. Fultz B., Howe J.M. Transmission electron microscopy and diffractometry of materials, Springer-Verlag, Berlin, 3-ed ed., 2008.
9. Spence J.C.H. The future of atomic resolution electron microscopy for materials science // Materials Science and Engineering R, 1999, V.26 P.1.
10. Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon // Nature, 1991, V.354, No.6348, P.56.

11. Peng L.-M., Zhang Z.L., Xue Z.Q., Wu Q.D., Gu Z.N., Pettifor D.G. Stability of Carbon Nanotubes - How Small Can They Be // Physical Review Letters, 2000, V.85, No.15, P.3249.
12. Tanaka K., Yamabe T., Fukui K. (editors) The Science and Technology of Carbon Nanotubes // Elsevier, 1999, 206 p.
13. Осипова И.В. Получение и свойства нанодисперсных форм углерода в плазме ВЧ-дуги с НЧ-модуляцией: Дисс. … канд. физ.-мат. Наук / Институт физики СО РАН. – Красноярск, 2009.
14. Коваленко Н.Л., Белоусов О.В., Дорохова Л.И., Жарков С.М. Исследование укрупнения Pd и Rh черней и механизма образования твердых растворов в реакциях цементации // ЖНХ. – 1995. – Т. 40, № 4. – С. 678-682.
15. Белоусов О.В., Дорохова Л.И., Соловьев Л.А., Жарков С.М. Исследование поведения высокодисперсной палладиевой черни в солянокислых растворах при повышенных температурах // ЖФХ. – 2007. – Т. 81, № 8. – С. 1479-1482.
16. Belousov O.V., Belousova N.V. and Burlo A.V. ‘’Formation of Bimetal Powders on Reaction of Nanocrystal Palladium with Chlorocomplexes of Gold (III) in Hydrothermal Conditions’’ // Smart Nanocomposites, 2010, Vol. 1. Issue 1 pp.91-97.
17. Powder Diffraction File, Inorganic Phases, International Center for Diffraction Data, Swarthmore, PA, USA.
18. Benisty H., Berger V., Gerard J.-M., Maystre D., Tchelnokov A. Photonic Crystals // Springer-Verlag, Berlin, 2008, 514 p.
19. Pretorius R., Vredenberg A.M., Saris F.W., de Reus R. Prediction of phase formation sequence and phase stability in binary metal-Al thin-film systems using the effective heat of formation rule // Journal of Applied Physics, 1991, V.70, No.7, P. 3636.

Methods of Modern Transmission Electron Microscopy in Material Study

Sergey M. Zharkov [a, b]
[a] *L.V. Kirensky Institute of Physics SB RAS, 50 Akademgorodok, Krasnoyarsk, 660036 Russia*
[b] *Siberian Federal University, 79 Svobodny, Krasnoyarsk, 660041 Russia*

At the example of Al/Au thin films, Pd-Au nanoparticles, carbon nanotubes, and, photonic crystal, the performance capabilities of modern transmission electron microscopy in the studies of microstructure are shown. The application of the methods of high-resolution and analytical transmission electron microscopy, and, electron diffraction is demonstrated.

Keywords: transmission electron microscopy, electron diffraction, X-ray spectrum analysis.