

ВОЗМОЖНОСТИ СОВРЕМЕННОЙ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ В ИССЛЕДОВАНИЯХ КАРБИДОВ БОРА

© 2023 г. И. С. Павлов^{1,*}, В. И. Бондаренко¹, А. Л. Васильев^{1,2,3}

¹Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия

²Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

³Московский физико-технический институт, Москва, Россия

*E-mail: ispav88@gmail.com

Поступила в редакцию 29.08.2022 г.

После доработки 29.08.2022 г.

Принята к публикации 31.08.2022 г.

Интегрированный дифференциальный фазовый контраст является перспективным методом просвечивающей растровой электронной микроскопии. Среди его преимуществ можно выделить хорошую чувствительность к легким элементам, близкую к линейной, связь между формируемым контрастом изображений и атомными номерами Z -атомов, содержащихся в образце, шумоподавление и многое другое. С помощью моделирования и математической обработки проанализированы перспективы применения метода для исследования кристаллической структуры материалов, состоящих из легких атомов, на примере политипов карбида бора. Показано, что чувствительность метода позволяет отличить колонки атомов бора от колонок, состоящих из углерода. Сформулированы рекомендации по использованию этого метода для анализа структур, состоящих из легких элементов.

DOI: 10.31857/S0023476123010198, EDN: DQLRAY

ВВЕДЕНИЕ

Бурное развитие приборной базы привело к повсеместному использованию современных методов высокоразрешающей (ВР) просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) в материаловедении, химии физике, биологии, геологии и даже в археологии. Использование ВР ПЭМ и ПРЭМ позволяет относительно легко определять кристаллическую структуру материалов и дефектов кристаллической решетки на атомном уровне в различных материалах. В то же время из-за сильной зависимости изображения от толщины образца, дефокусировки, ускоряющего напряжения и множества других параметров интерпретация изображений, полученных в режиме ВРПЭМ, как правило, требует компьютерного моделирования [1]. При использовании ВРПЭМ с регистрацией рассеянных электронов высокоугловым кольцевым темнопольным детектором (ВКТД) контраст от атомных колонок однозначно соответствует положению атомов, причем контраст главным образом зависит от зарядового числа атомов образца как $\sim Z^{1.6-2}$ [2]. После появления корректоров сферической абберрации осветительной системы электронных микроскопов [3] этот метод стал широко применяться в

исследованиях кристаллических материалов [4–7]. Однако ВКТД ВРПЭМ обладает некоторыми ограничениями при исследовании материалов, содержащих атомы с низким Z [8]. Во-первых, такие элементы слабо рассеивают падающие на образец электроны на большие углы, а это приводит к низкому соотношению сигнал/шум. Во-вторых, легкие атомы могут быть не видны на фоне тяжелых из-за нелинейной зависимости контраста от Z .

Метод интегрированного дифференциального фазового контраста (ИДФК) ПРЭМ был предложен в 1974 г. [9], но его применение стало возможно только после создания многосегментного светлопольного детектора [10]. Проходя через образец, сходящийся электронный пучок рассеивается электромагнитным полем атомов образца, что приводит к возникновению фазовых сдвигов у проходящих волн. Как было показано в [2, 11, 12], для тонкого немагнитного образца отклонение центра масс (ЦМ) изображения, формирующегося на светлопольном детекторе, расположенном в фокальной плоскости проекционной линзы (режимо дифракции в сходящемся пучке), линейно связано с фазовым сдвигом. Метод ИДФК ПРЭМ является хорошим приближением метода ЦМ, а контраст формирующихся таким образом изб-

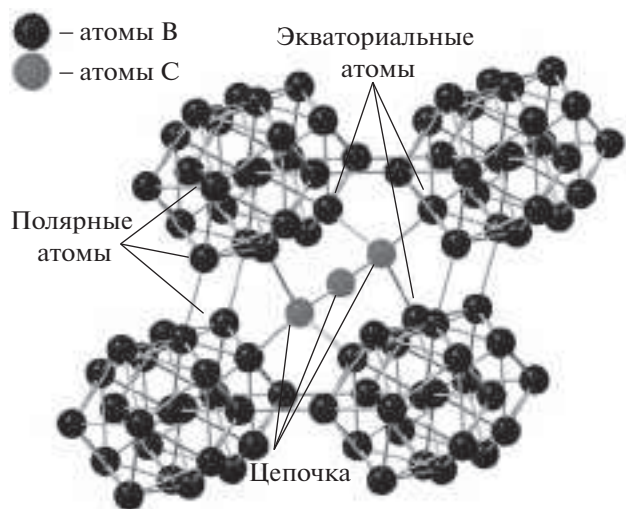


Рис. 1. Элементарная ячейка карбида бора (B_{12})(CCC).

ражений практически линейно связан с зарядовым числом Z наблюдаемых атомов [8, 9, 11, 13]. В результате легкие элементы дают относительно интенсивный сигнал, поскольку электроны регистрируются в диапазоне малых углов рассеяния (в пределах 24 мрад), причем амплитуда сигнала сравнима с амплитудой сигнала от колонок тяжелых атомов. Таким образом, метод иДФК ПРЭМ позволяет исследовать кристаллические образцы, содержащие легкие элементы.

Карбид бора (B_4C) — материал с низкой плотностью (2510 кг/м^3), третьей после алмаза и нитрида бора твердостью ($\sim 30 \text{ ГПа}$), высокими теплопроводностью ($\sim 40 \text{ Вт м}^{-1} \text{ К}^{-1}$ при комнатной температуре) и электропроводностью ($\sim 300 \text{ Ом}^{-1} \text{ м}^{-1}$ при комнатной температуре) [14–19]. Помимо этого, материал отличается высокой температурой плавления (2447°C), температурной стабильностью и большим сечением захвата нейтронов ($\sim 400 \text{ барн}$) [20–23]. Эти свойства определяют сферы его использования в науке и технике. Кристаллическая структура B_4C впервые была определена независимо Ждановым в 1941 г. [24] и Кларком в 1943 г. [25] методами рентгеноструктурного анализа. Согласно их результатам 12 атомов бора формируют икосаэдры (B_{12}), расположенные в вершинах ромбоэдрической элементарной ячейки, а три атома углерода образуют цепочку (CCC), расположенную вдоль оси симметрии третьего порядка (рис. 1). Икосаэдры связаны между собой через атомы бора в полярном положении (B^p), а крайние атомы цепочки ковалентно связаны с тремя экваториальными атомами разных икосаэдров (B^e). Такая элементарная ячейка имеет пр. гр. $R\bar{3}m$ с параметрами $a = 5.19 \text{ \AA}$ и $\alpha = 66.18^\circ$. Материал сохраняет стабильность в широком интервале концентраций ($\sim 8\text{--}20\%$) уг-

лерода [26, 27] и обладает множеством политипов [28–39], определение структуры которых всегда являлось сложной задачей и вызывало множество противоречий. В ранее проведенных исследованиях методами ВРПРЭМ не удалось получить изображений, где была бы видна трехатомная цепочка. Вместо этого на изображениях наблюдались исключительно икосаэдры, отдельные атомы которых различить невозможно [40].

Исследования B_4C методом иДФК ПРЭМ, согласно имеющимся данным, ранее не проводились. Настоящая работа посвящена оценке возможности определения точечных дефектов замещения в материале, содержащем исключительно атомы В и С, методом иДФК ПРЭМ на примере ромбоэдрического B_4C .

ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПРОГРАММЫ И МЕТОДЫ

Моделирование изображений выполнено в программе Dr.Probe для детектора, разделенного на четыре 90° -ных сегмента. Использованы следующие параметры электронного микроскопа: ускоряющее напряжение — 300 кВ , коэффициенты сферической аберрации C_s и C_5 10 мкм и -1.25 мм соответственно, угол сходимости электронного пучка — 18 мрад . Эти значения часто используются при исследованиях в современных ПРЭМ с корректором сферической аберрации осветительной системы. В расчетах использованы значения внутреннего и внешнего радиусов детектора, равные 6 и 24 мрад соответственно. Значения дефокусировки выбирали в широких пределах от 15.4 нм до -25.4 нм .

Математическую обработку с целью получения iDPC-изображений и расчет полных интенсивностей рассеяния электронов отдельных атомных колонок выполняли по специально написанным программам, которые будут опубликованы отдельно.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В [28–39] выделены шесть различных политипов карбида бора: $B_{12}(\text{CCC})$, $B_{12}(\text{CBC})$, $B_{12}(\text{CBV})$, $B_{11}\text{C}(\text{CBC})$, $B_{11}\text{C}(\text{CBV})$ и $B_{11}\text{C}(\text{BBV})$, для которых выполнено моделирование вдоль направлений электронного пучка параллельно $[001]$ кристалла B_4C .

Для выбора оптимальных значений параметров толщины образца и дефокусировки было выполнено моделирование с шагом 7 нм для толщины (горизонтальная ось на рис. 2) и 10 нм для дефокусировки (вертикальная ось на рис. 2). Эти параметры оказывают сильное влияние на изображения (рис. 2), что необходимо учитывать при количественном анализе. Согласно результатам моделирования наилучшее соответствие между

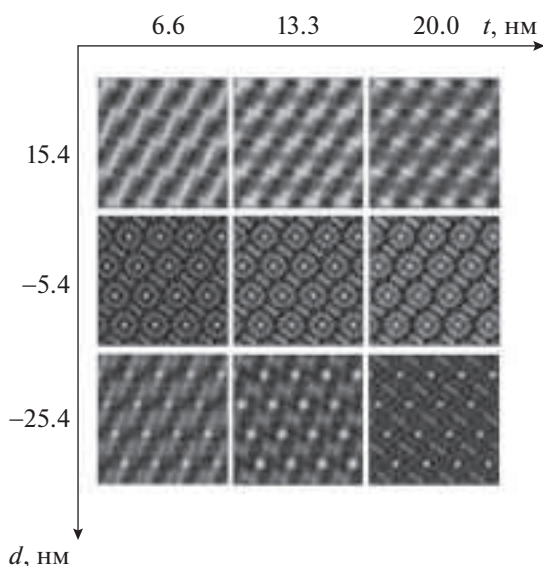


Рис. 2. Результаты моделирования иДФК-изображений структуры $V_{12}(\text{СВС})$ для различных значений толщины (горизонтальная ось) и дефокусировки (вертикальная ось).

изображениями $V_4\text{C}$ и его теоретической структурой достигается при дефокусировке, равной -5.4 нм. Для этого значения были построены профили интенсивности вдоль атомов цепочки (рис. 3). При минимальной толщине (6.6 нм) атом бора в центре цепочки проявляет наименьшую интенсивность. Однако с увеличением толщины интенсивность, связанная с атомом бора, увеличивается на 28%, и разница между атомами углерода и бора становится незаметной. Такой эффект связан с жесткими требованиями метода иДФК к толщине образца, так как близкая к линейной зависимость от Z сохраняется только при малых толщинах [2, 11, 12]. Дальнейшее моделирование выполнено для толщин 6.6 нм и дефокусировки -5.4 нм.

На рис. 4 в верхней части каждого изображения показаны элементарные ячейки $V_{12}(\text{ССС})$, $V_{12}(\text{СВС})$, $V_{12}(\text{СВВ})$, $V_{11}\text{C}(\text{СВС})$, $V_{11}\text{C}(\text{СВВ})$ и $V_{11}\text{C}(\text{ВВВ})$ вдоль кристаллографического направления $[001]$, а в нижней — соответствующие таким структурам моделированные иДФК-изображения. Атомы бора обозначены черными сферами, углерода — серыми сферами и стрелками. В выбранной ориентации относительно высокая яркость полярных атомов, расположенных в центре плоских проекций икосаэдров, связана с тем, что эти колонки являются наиболее плотными и содержат в 2 раза больше атомов, чем остальные колонки. На первый взгляд, разница контраста между различными структурами практически незаметна.

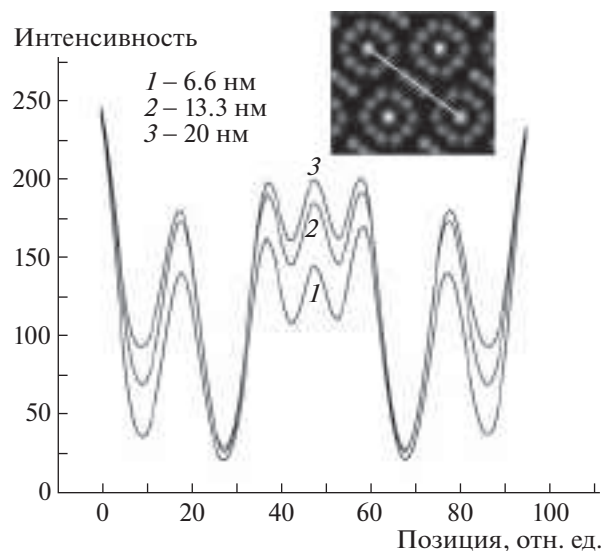


Рис. 3. Профили интенсивности изображения структуры $V_{12}(\text{СВС})$ для разных значений толщины при дефокусировке, равной -5.4 нм. Линия, вдоль которой собирались профили, показана на вставке.

Профили интенсивности для структур $V_{12}(\text{ССС})$, $V_{12}(\text{СВС})$, $V_{12}(\text{СВВ})$ и $V_{11}\text{C}(\text{ВВВ})$, построенные вдоль цепочек из трех атомов (рис. 5), демонстрируют более заметные различия. Цепочка ССС (кривая 1) показывает три пика равной интенсивности. $V_{12}(\text{СВС})$ (кривая 2) имеет два практически симметричных плеча, а интенсивность центрального пика ниже на 15%. Максимум интенсивности крайнего атома углерода в цепочке (СВВ) (кривая 3) показывает значение на 13% больше, чем для атомов бора. Цепочка ВВВ (кривая 4) имеет три одинаковых пика, как и ССС, однако их интенсивность меньше на 11%. Интенсивности от экваториальных атомов и центров икосаэдров практически идентичны для всех случаев. Таким образом, каждая из четырех возможных цепочек имеет уникальное распределение интенсивности и может быть идентифицирована в эксперименте.

Профили, показанные на рис. 6 для структур $V_{12}(\text{ССС})$, $V_{11}\text{C}(\text{СВС})$, $V_{11}\text{C}(\text{СВВ})$ и $V_{11}\text{C}(\text{ВВВ})$, проходят через полярные атомы икосаэдров. Отметим, что при замене атомов бора в полярном положении на атомы углерода направления $[100]$, $[010]$ и $[001]$ становятся неэквивалентными, и углерод может располагаться на изображениях как в центре, так и на периферии плоских проекций икосаэдров. Если предположить, что замена происходит вдоль направления $[100]$, то на изображениях, полученных вдоль него, атомы углерода будут находиться в центрах проекций икосаэдров, и такие колонки будут иметь чередующийся порядок атомов В и С, что осложнит расчет интенсив-

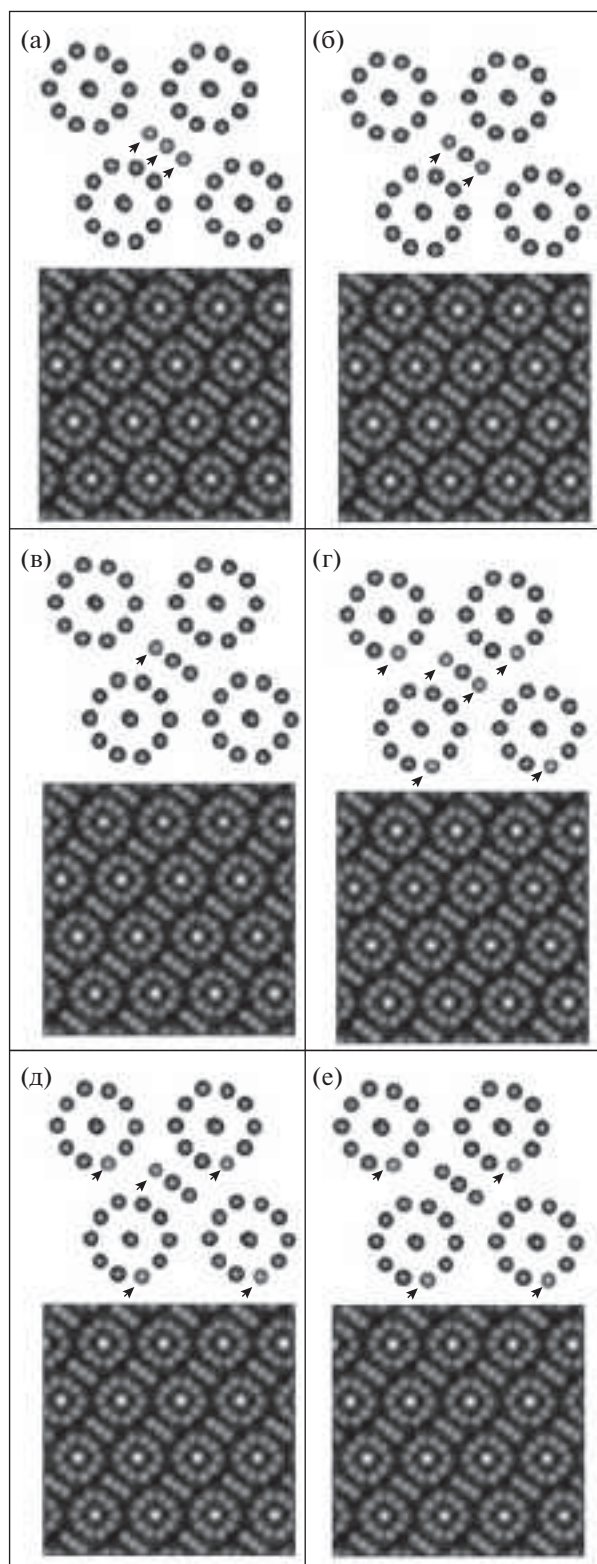


Рис. 4. Элементарные ячейки структур: а – $B_{12}(\text{CCC})$, б – $B_{12}(\text{CBC})$, в – $B_{12}(\text{CBB})$, г – $B_{11}\text{C}(\text{CBC})$, д – $B_{11}\text{C}(\text{CBB})$, е – $B_{11}\text{C}(\text{BBB})$, и соответствующие им моделированные ИДФК-изображения. Атомы бора обозначены черными сферами, углерода – серыми и отмечены стрелками.

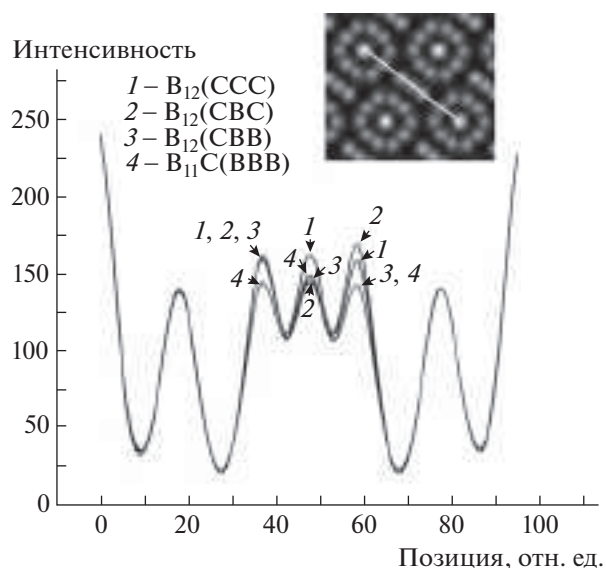


Рис. 5. Профиль интенсивностей структур $B_{12}(\text{CCC})$, $B_{12}(\text{CBC})$, $B_{12}(\text{CBB})$ и $B_{11}\text{C}(\text{BBB})$, построенный вдоль линии, показанной на вставке к рисунку.

ностей для этих колонок. В связи с этим моделирование осуществлялось для ориентации вдоль направления $[001]$ или $[010]$ (эти два направления останутся эквивалентными). Таким образом, атом углерода оставался на периферии проекций икосаэдров, и такие колонки полностью состояли из углерода. В эксперименте поиск такого направления может быть осложнен ограничениями возможностей поворота на относительно большие углы и приготовлением поперечных сечений для анализа в ПЭМ. Все показанные структуры, кроме $B_{12}(\text{CCC})$, идентичны и демонстрируют асимметрию, так как интенсивность правого плеча, соответствующего атому углерода, больше левого, относящегося к бору, на 12%. Таким образом, распределение интенсивности, соответствующее атому С в полярном положении, не зависит от типа цепочки и легко может быть распознано по асимметрии относительно центра икосаэдра.

Графики на рис. 5, 6 позволяют сделать качественную оценку, однако для количественного расчета этого недостаточно. Причина заключается в том, что они отображают интенсивность вдоль одной линии, в то время как на изображениях интенсивность, соответствующая конкретному атому, распределена по площади. Кроме того, такой подход не учитывает искажения, вносимые электронной оптикой микроскопа в наблюдаемые изображения.

Рассмотрим подробнее моделированные изображения политипов $B_{12}(\text{CCC})$ и $B_{11}\text{C}(\text{CBC})$ и сформулируем более точный подход к анализу ИДФК-изображений. Для этого сравним полные интенсивности рассеянных электронов колонка-

ми С и В в центрах цепочек двух структур, а также колонок В и С в полярных положениях.

Указанные величины определяются параметрами пространственного распределения интенсивности рассеяния электронов, непосредственно связанной с пространственным распределением яркости на изображении кристаллов. В предположении, что распределение интенсивности рассеяния электронов колонкой атомов описывается двумерной функцией Гаусса, для наблюдаемого распределения получим

$$I(r) = a_0 + \sum_{n=1}^N \left(a_n \exp \left(-\frac{(x-x_{0n})^2 + (y-y_{0n})^2}{2\sigma_n} \right) \right), \quad (1)$$

где a_0 — значение интенсивности фона, N — количество колонок, включенных в рассмотрение, a_n — амплитуды распределения интенсивности в колонках, x_{0n} и y_{0n} — координаты центров колонок, σ_n — их дисперсии. При этом выражение для полной интенсивности рассеяния электронов колонкой с номером n имеет вид

$$V_n = 2\pi a_n \sigma_n^2. \quad (2)$$

Входящие в выражение (1) интенсивность фона и параметры гауссианов найдены путем подгонки нелинейным методом наименьших квадратов [41] теоретического распределения (1) к экспериментально наблюдаемому распределению яркости изображения [42, 43].

Как упоминалось ранее, получаемые изображения содержат искажения, связанные с электронной оптикой микроскопа, а выражение (1) не учитывает искажений. Перед началом процедуры подгонки параметров из экспериментального изображения необходимо выделить составляющую, не зависящую от настроек аппаратуры. В настоящей работе анализировали изображения, полученные в результате моделирования с известными параметрами микроскопа. Это позволило использовать для предварительной “очистки” изображения метод фильтрации по Тихонову [44].

Расчеты полных интенсивностей рассеяния электронов для политипов $B_{12}(CCC)$ и $B_{11}C(CBC)$ для двух положений колонок атомов представлены в табл. 1.

Согласно [2, 11, 12] иДФК должен отображать линейную связь контраста получаемых изображений от зарядового числа атомов Z . В таком случае отношение V_C/V_B должно быть равным отношению $Z_C/Z_B = 1.2$. Однако полученные результаты для двух разных позиций меньше на 7 и 10% соответственно. Как было отмечено во введении, иДФК является всего лишь приближением метода ЦМ и подобные искажения могут быть связаны с недостаточной точностью в определении отклонения ЦМ. Улучшения этого параметра можно достичь за счет использования для иДФК

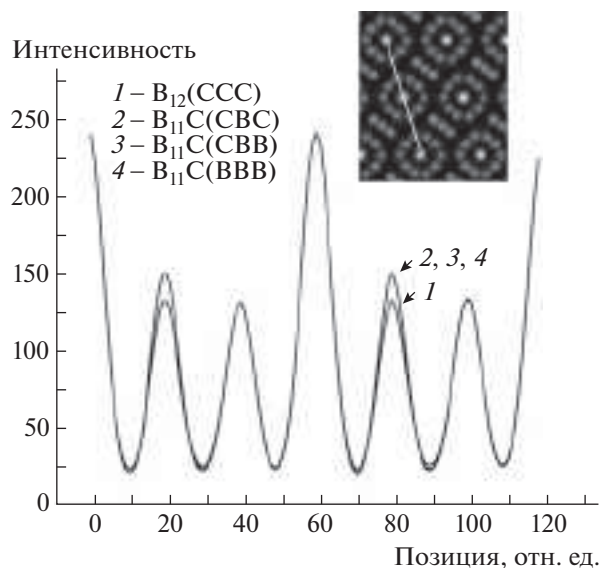


Рис. 6. Распределение интенсивности вдоль линии, показанной на вставке для структур $B_{12}(CCC)$, $B_{11}C(CBC)$, $B_{11}C(CBB)$ и $B_{11}C(BBB)$.

пиксельных детекторов вместо четырехсегментных. Такие детекторы широко используются в ПЭМ, однако из-за ограничений вычислительных мощностей пока не применяются для формирования иДФК [2].

Результаты показывают, что иДФК позволяет различить колонки, содержащие бор и углерод. Однако количественная разница между ними ниже той, которую можно ожидать от метода. Несмотря на то что при формировании иДФК-изображений шум частично подавляется, полного его отсутствия добиться практически невозможно. При этом на поверхности образца всегда присутствуют нарушенный слой и различные аморфные загрязнения из окружающей среды. Все это способствует отклонению интенсивностей от теоретических значений и может нивелировать разницу между интенсивностями рассеяния колонок бора и углерода.

Таким образом, могут быть сформулированы несколько рекомендаций для анализа не только политипов карбида бора, но и любых материалов, содержащих легкие элементы, методом иДФК:

— толщина образца должна быть менее 10 нм;

Таблица 1. Результаты расчета отношения полных интенсивностей рассеяния электронов колонками атомов В и С для политипов $B_{12}(CCC)$ и $B_{11}C(CBC)$

Положение колонки	Отношение V_C/V_B
Центр цепочки	1.12
Полярное	1.08

– требования к очистке поверхности образца от нарушенного слоя и загрязнений должны быть очень высокими;

– увеличение количества сегментов детектора может повысить точность метода.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На примере различных политипов карбида бора исследованы перспективы использования метода ИДФК для точного структурного анализа материалов, состоящих из легких элементов. Было выполнено моделирование ИДФК-изображений для политипов $B_{12}(CCC)$, $B_{12}(CVC)$, $B_{12}(CVB)$, $B_{11}C(CVC)$, $B_{11}C(CVB)$ и $B_{11}C(BVB)$. Профили распределения интенсивности показали различие изображений, формируемых колонками бора и углерода, хотя расчет полных интенсивностей рассеяния свидетельствует о том, что формируемый контраст немного отклоняется от линейной зависимости от Z . Отметим, что количественный анализ может быть осложнен естественным загрязнением образца. Одним из путей повышения точности может являться увеличение количества сегментов детектора, используемых для формирования ИДФК-изображений.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках задания ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Williams D.B., Carter C.B. The transmission electron microscope. Berlin: Springer, 1996. 757 p.
2. Lazić I., Bosch E.G.T. // Adv. Imaging Electron Phys. 2017. V. 199. P. 75. <https://doi.org/10.1016/bs.aiep.2017.01.006>
3. Hetherington C. // Mater. Today. 2004. V. 7. P. 50. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(04\)00571-1](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(04)00571-1)
4. Rosenauer A., Gries K., Müller K. et al. // Ultramicroscopy. 2009. V. 109. P. 1171. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2009.05.003>
5. Molina S.I., Sales D.L., Galindo P.L. et al. // Ultramicroscopy. 2009. V. 109. P. 172. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2008.10.008>
6. LeBeau J.M., Findlay S.D., Allen J.M. et al. // Phys. Rev. Lett. 2008. V. 100. P. 206101. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.100.206101>
7. Dwyer C., Maunders C., Zheng C.L. et al. // Appl. Phys. Lett. 2012. V. 100. P. 191915. <https://doi.org/10.1063/1.4711766>
8. Yücelen E., Lazić I., Bosch E.G.T. // Sci. Rep. 2018. V. 8. P. 2676. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-20377-2>
9. Dekkers N.H., De Lang H. // Optik (Stuttg). 1974. V. 41. P. 452.
10. Shibata N., Kohno Y., Findlay S.D. et al. // J. Electron Microsc. (Tokyo). 2010. V. 59. P. 473. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfq014>
11. Lazić I., Bosch E.G.T., Lazar S. // Ultramicroscopy. 2016. V. 160. P. 265. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.10.011>
12. Waddell E.M. // Optik (Stuttg). 1979. V. 54. P. 83.
13. Bosch E.G.T., Lazić I. // Ultramicroscopy. 2015. V. 156. P. 59. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.02.004>
14. Thévenot F. // J. Eur. Ceram. Soc. 1990. V. 6. P. 205. [https://doi.org/10.1016/0955-2219\(90\)90048-K](https://doi.org/10.1016/0955-2219(90)90048-K)
15. Domnich V., Reynaud S., Haber R. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2011. V. 94. P. 3605. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x>
16. Chen M., McCauley J.W., Hemker K.J. // Science. 2003. V. 299. P. 1563. <https://doi.org/10.1126/science.1080819>
17. Ghosh D.S., Ghatu S., Tirumalai S.R. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2007. V. 90. P. 1850. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.01652.x>
18. Madhav R.K., Guo J.J., Shinoda Y. et al. // Nat. Commun. 2012. V. 3. P. 1052. <https://doi.org/10.1038/ncomms2047>
19. Reddy K., Liu P., Hirata A. et al. // Nat. Commun. 2013. V. 4. P. 2483. <https://doi.org/10.1038/ncomms3483>
20. Brook R.J., Cahn R.W., Bever M.B. Concise encyclopedia of advanced ceramic materials. N.Y.: Pergamon Press, 1991. 592 p.
21. Ashbee K.H.G. // Acta Metall. 1971. V. 19. P. 1079. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(71\)90040-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(71)90040-X)
22. Bai H., Ma N., Lang J. et al. // Mater. Des. 2013. V. 46. P. 740. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.053>
23. Sankaranarayanan S., Sabat R.K., Jayalakshmi S. et al. // Mater. Des. 2014. V. 56. P. 428. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.031>
24. Жданов Г.С., Севастьянов Н.Г. // Докл. АН СССР. 1941. Т. 32. С. 432.
25. Clark H.K., Hoard J.L. // J. Am. Chem. Soc. 1943. V. 65. P. 2115. <https://doi.org/10.1021/ja01251a026>
26. Ekbohm L.B., Amundin C.O. // Sci. Ceram. 1981. V. 11. P. 237.
27. Beauvy M. // J. Less Common Met. 1983. V. 90. P. 169. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(83\)90067-X](https://doi.org/10.1016/0022-5088(83)90067-X)
28. Silver A.H., Bray P.J. // J. Chem. Phys. 1959. V. 31. P. 247. <https://doi.org/10.1063/1.1730302>
29. Lee D., Bray P.J., Aselage T.L. // J. Phys. Condens. Matter. 1999. V. 11. P. 4435. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/11/22/314>
30. Mauri F., Vast N., Pickard C.J. // Phys. Rev. Lett. 2001. V. 87. P. 855061. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.87.085506>
31. Lazzari R., Vast N., Besson J.M. et al. // Phys. Rev. Lett. 1999. V. 83. P. 3230. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.83.3230>
32. Hoard J.L., Hughes R.E. // Chem. Boron Its Compd. 1967. P. 26.

33. *Morosin B., Mullendore A.W., Emin D. et al.* // AIP Conference Proceedings. 1986. V. 140. P. 70.
<https://doi.org/10.1063/1.35589>
34. *Larson A.C.* // AIP Conference Proceedings. 1986. V. 140. P. 109.
<https://doi.org/10.1063/1.35619>
35. *Kwei G.H., Morosin B.* // J. Phys. Chem. 1996. V. 100. P. 8031.
<https://doi.org/10.1021/jp953235j>
36. *Walters K.L., Green G.L.* Thes. speech. Los Alamos Natl. Lab. "Adv. Plutonium Fuels", Los Alamos, 1970. P. 14.
37. *Kirfel A., Gupta A., Will G.* // Acta Cryst. B. 1979. V. 35. P. 1052.
<https://doi.org/10.1107/s0567740879005562>
38. *Emin D.* // Phys. Rev. B. 1988. V. 38. P. 6041.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.38.6041>
39. *Yakel H.L.* // Acta Cryst. B. 1975. V. 31. P. 1797.
<https://doi.org/10.1107/S0567740875006267>
40. *Fujita T., Guan P., Madhav Reddy K. et al* // Appl. Phys. Lett. 2014. V. 104. P. 021907.
<https://doi.org/10.1063/1.4861182>
41. *Демиденко Е.З.* Линейная и нелинейная регрессия. М.: Финансы и статистика, 1981. 304 с.
42. *Van Aert S., Verbeeck J., Erni R. et al.* // Ultramicroscopy. 2009. V. 109. P. 1236.
<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2009.05.010>
43. *Бондаренко В.И., Васильев А.Л.* Тез. докл. XXVIII Рос. конф. по эл. микр. "Количественный анализ изображений точечных дефектов в ПРЭМ", Черноголовка 2020. С. 24.
44. *Гонзалес Р., Вудс Р.* Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2005. 1072 с.