

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК**МИКРОРЕНТГЕНОГРАФИЯ И РЕНТГЕНОВСКАЯ
МИКРОСКОПИЯ****Д. Б. Гогоберидзе****ВВЕДЕНИЕ**

Стремление повысить разрешающую способность микроскопа и увеличить контрастность получаемых изображений за последние годы проявляется всё сильнее¹.

Очевидно, что путей к повышению разрешающей способности микроскопа — два: уменьшение длины волны и увеличение апертур².

Однако практически простым уменьшением длины волны применяемого света сильно увеличить разрешение не удаётся. Действительно, применяя современные очень совершенные стеклянные оптические системы микроскопов, можно использовать только фиолетовый или близкий ультрафиолетовый свет (с длиной волны немногим ниже 3600 Å). Более коротковолновые лучи слишком сильно поглощаются стеклом, чтобы с ними можно было работать, пользуясь обычным микроскопным объективом и конденсором. Можно уменьшить длину волны света, используя для этого специальные объективы (кварцевые или катоптрические). Они обычно рассчитываются на длину волны до 2500 Å, так как при более коротких волнах сильно сказывается поглощение излучения в воздухе. Качество изображений, даваемых этими объективами, пока что ниже, чем качество изображений, получаемых при помощи стеклянных микроскопных объективов. Поэтому применение ультрафиолетовых лучей не ведёт к существенному увеличению разрешающей способности. Тем не менее применение ультрафиолетовых лучей в микроскопии очень выгодно, так как за счёт использования различий в поглощательной способности изучаемых объектов для ультрафиолетового излучения соответствующей длины волны появляется возможность различать многие детали, неразличимые в видимом свете.

За последние годы Е. М. Брумбергом³⁻⁶ была разработана методика, позволяющая полностью использовать это путём искусственного превращения «цветового» контраста в ультрафиолетовых лучах в цветовой контраст в видимом свете.

Другой путь увеличения разрешения — увеличение так называемой нумерической апертуры — связан с тем затруднением, что величина апертурного угла α определяется показателями преломления n имерсионной жидкости и стекла, а этот последний сильно увеличить не удаётся — предел лежит около 1,79*).

Для дальнейшего увеличения нумерической апертуры следует использовать минерал гранат ($n = 1,8$) или же, ещё лучше, алмаз ($n = 2,4$). Однако до сих пор такого рода объективы не изготовлялись, несмотря на то, что применение алмазной фронтальной линзы обещает увеличение разрешающей способности почти на $1/3$. Это связано с затруднениями в подборе подходящей имерсионной жидкости.

Изложенные обстоятельства вынудили перейти к излучениям, имеющим ещё меньшую длину волны.

С этой целью стали на путь использования электронов или протонов. Длина волны электрона или протона определяется, как известно, соотношением

$$\lambda = \frac{h}{p},$$

где $h = 6,6 \cdot 10^{-27}$ эрг·сек — так называемый квант действия, а p — импульс электрона. Для электронов с энергиями порядка 50 кВ длина волны составляет малые доли ангстрема. Казалось бы, что, используя такое коротковолновое излучение, можно добиться очень большой разрешающей способности. Однако электронная оптика находится пока что в зачаточном состоянии своего развития. Для электронов ещё не существует ахроматических линз и дефекты линз здесь относительно на много порядков больше, чем в оптическом случае. Тем не менее, несмотря на несовершенства электронных линз, применяя электроны, всё же удалось добиться разрешающей способности порядка нескольких десятков (30—50) и даже до десятка ангстрем^{7, 8, 9, 10}.

Нельзя переоценить это достижение. По сравнению с разрешающей способностью оптических систем в видимом свете (порядка 1500 Å) или в ультрафиолетовой области спектра (порядка 1200—1000 Å) это обозначает почти стократное увеличение разрешающей способности.

Повидимому, для протонных микроскопов, для которых длина волны много меньше, разрешающая способность может быть сделана заметно больше, чем для электронных, достигнув 1—2 Å, но в настоящее время они находятся ещё в стадии разработки.

*) Объективы и конденсоры, имеющие очень большую апертуру, требуют применения в качестве имерсионной жидкости монобромнафталина с $n = 1,657$ и употребляются сравнительно редко.

Однако наряду с огромными достижениями электронная микроскопия имеет и некоторые слабые стороны.

Во-первых, далеко не все микроскопические объекты допускают их помещение в вакуум, а без этого электронный микроскоп обычного типа не может быть использован для их исследования. Таковы, в частности, растворы и жидкости, а также многие биологические объекты.

Далее, толщина объекта, доступная для исследования электронным микроскопом, должна быть очень мала — порядка $500 \text{ \AA}$.

Это приводит к тому, что некоторые биологические объекты, в частности микротомные срезы, под электронным микроскопом изучать не удаётся. Не удаётся изучать и шлифы металлов.

Работать в отражённом свете в электронном микроскопе можно только с большим трудом. Вследствие этого структуру однородных объектов, таких как металлы, изучать не удаётся или удаётся в недостаточной мере. Можно, правда, воспользоваться методом реплик, но он не всегда даёт хорошие результаты. Все эти затруднения сохраняются и при протонной микроскопии, а некоторые из них даже ещё усиливаются.

Естественно возникает стремление построить прибор, имеющий разрешающую способность хотя бы не большую, чем у электронного микроскопа, а даже меньшую, но зато свободный от указанных недостатков, т. е. не требующий помещения объекта в вакуум и позволяющий изучать сравнительно толстые объекты и, в частности, микротомные срезы и шлифы металлов.

С этой целью был предложен ряд методов, обычно объединяемых под названиями рентгеновской микроскопии и микро-рентгенографии (иногда ещё употребляется термин микро-радио-графия¹¹⁻¹⁶).

То, что при этом обращаются именно к рентгеновским лучам, вполне понятно. Длина волны рентгеновских лучей достаточно мала (порядка $1 \text{ \AA}$), чтобы, теоретически говоря, с их помощью можно было получить очень большое разрешение. С другой стороны, рентгеновские лучи слабо поглощаются в воздухе и способны проникать через тонкие слои почти любых веществ. При этом особенности поглощения рентгеновских лучей позволяют иногда получать контраст в тех случаях, когда видимый свет или электронные лучи никакого контраста дать не могут. Поэтому к достоинствам рентгеновской микроскопии следует отнести и то, что с её помощью возможно выявление иных деталей строения изучаемых объектов, чем при помощи оптического или электронного микроскопов.

После этих предварительных замечаний перейдём к рассмотрению того, каким образом можно осуществить микроскопию в рентгеновских лучах, т. е. к рассмотрению различных предложенных до сих пор методов рентгеновской микроскопии.

КОНТАКТНАЯ МИКРОРЕНТГЕНОГРАФИЯ

Получать увеличенные изображения в рентгеновских лучах пробовали уже давно. Ещё в 1913 г. были получены рентгеновские изображения биологических объектов при малых увеличениях ($17\times$).

В дальнейшем целым рядом авторов был разработан метод контактной микрорентгенографии¹¹⁻¹⁶. В этом методе изучаемый объект в виде тонкой пластинки, толщиной в 0,05—0,15 мм (это может быть шлиф или срез), просвечивается пучком рентгеновских лучей. Изображение воспринимается на фотопластинку, находящуюся в непосредственной близости от объекта (вплотную к нему) (рис. 1),

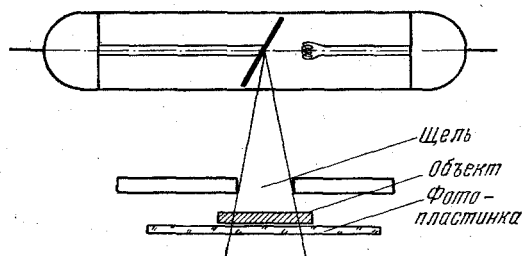


Рис. 1. Схема получения изображения в контактной рентгеновской микроскопии на просвет.

и затем увеличивается с помощью обычного микроскопа, который в этом случае играет роль увеличителя.

Для съёмки используют рентгеновские трубки с окнами, прозрачными для мягких рентгеновских лучей (бериллиевыми или же гетанового стекла). Вообще стараются работать на возможно более длинноволновом излучении, так как при этом поглощение рентгеновских лучей в объекте возрастает и контрастность снимка увеличивается. А для получения значительных увеличений необходимо, чтобы снимок был контрастным.

Для получения более высокого контраста можно воспользоваться также селективностью поглощения. Напомним, что коэффициент поглощения рентгеновских лучей обладает способностью при некоторых, определённых для каждого элемента, значениях, называемых границами поглощения, изменяться скачком в несколько раз. Это позволяет при съёмке на просвет объекта, состоящего из нескольких веществ, ясно различать элементы, отличающиеся друг от друга хотя бы на единицу атомного номера, используя для этого рентгеновские лучи с длиной волны большей, чем граница поглощения одного из изучаемых элементов, и меньшей, чем граница поглощения другого. Это даёт наибольший контраст.

Практически, при работе по методу селективного поглощения обычно используют характеристическое излучение анода по атомному

номеру меньшего на одну или две единицы атомного номера одного из изучаемых веществ. Это даёт наибольшую разницу в поглощениях различных составных частей объекта.

Пусть мы имеем две части одного и того же объекта одинаковой толщины, но отличающиеся друг от друга коэффициентами поглощения $\left(\frac{\tau_1}{\rho_1} \text{ и } \frac{\tau_2}{\rho_2}\right)$. В таком случае интенсивность пучка рентгеновских лучей некоторой определённой длины волны λ , прошедших через слой первого вещества толщины d и плотности ρ_1 , определится выражением

$$I' = I_0 \exp \left(- \frac{\tau_1}{\rho_1} \rho_1 d \right),$$

а интенсивность того же пучка лучей, прошедших через слой второго вещества той же толщины d , — выражением

$$I'' = I_0 \exp \left(- \frac{\tau_2}{\rho_2} \rho_2 d \right).$$

Получению наибольшего возможного контраста на рентгенограмме соответствует наибольшее возможное значение отношения $I' : I''$. Величина этого отношения равна

$$I' : I'' = \exp \left[- d \left(\frac{\tau_1}{\rho_1} \rho_1 - \frac{\tau_2}{\rho_2} \rho_2 \right) \right].$$

Следовательно, условием получения наиболее контрастного изображения является выбор такого излучения, чтобы разность, помещённая в скобках, имела наибольшее возможное значение.

Возможная величина увеличения (линейного) зависит от сорта применяемых фотопластинок и от методов их обработки и до сих пор не превосходит $400\times$. Обычно же стараются работать при меньших увеличениях ($50-60\times$), так как при этом можно пользоваться значительно более чувствительными пластинками и уменьшить экспозицию в десятки, а иногда и сотни раз.

Спрашивается, однако, до каких разрешений можно пойти таким путём. Очевидно, что следует различать в этом случае два разных обстоятельства: во-первых, возможность воспроизведения мелких деталей на фотопластинке и, во-вторых, возможность разглядеть и увеличить изображение, получаемое на фотопластинке.

Первая из этих возможностей полностью определяется величиной зерна применяемой фотопластинки. Чем более мелкозернистую фотопластинку применять, тем большую разрешающую способность мы получим. В настоящее время для этой цели обычно (при небольших увеличениях) применяют позитивные репродукционные или диапозитивные мелкозернистые пластинки, а при больших увеличениях — специальные мелкозернистые пластинки. Обычно при этом поступают так: при съёмке пластинку сильно передерживают (раз в 30,

по сравнению с обычным временем экспозиции), а затем сильно недопроявляют. Это даёт очень мелкозернистое и в то же время контрастное изображение, которое другим путём получить не удаётся.

Однако, как общее правило, чем большее увеличение желательно получить, тем с более мелкозернистыми пластинками приходится работать и тем большими становятся экспозиции при съёмке.

Разрешающая способность подобного контактного метода не может превзойти разрешающей способности обычного оптического микроскопа. Возможно, впрочем, что в дальнейшем будут разработаны приёмы применения для этой цели электронной микрокопии.

Это, однако, отнюдь не означает, что описанный метод не имеет будущего. Наоборот, этот метод технически очень прост, и получаемые с его помощью результаты во многих случаях могут служить очень ценным дополнением к обычной микроскопической и металлографической методике. Не следует забывать, что, несмотря на небольшие увеличения, этот метод уже сейчас позволяет получать результаты, в то время как многие другие методы рентгеновской микрокопии ещё не вышли из стадии попыток или даже просто идей.

Основные преимущества этого метода, по сравнению с обычным методом металлографии, следующие:

1. Микрорентгенограмма позволяет полнее выявить структуру сплава, так как она даёт распределение структурных составляющих во всём объёме образца, а не только на его поверхности.

2. При металлографическом исследовании сплава наблюдаемая картина зависит от дифференцированного воздействия травителя, в котором обрабатывается шлиф, на поверхность образца. Если разницы в воздействии нет, то на микрофотографии структура не выявляется. Между тем в микрорентгенографии контрастность картины зависит исключительно от атомных весов изучаемых компонентов. Применяя для рентгеновского просвечивания излучение такой длины волны, которое селективно поглощается одним из компонентов сплава, можно контрастность изображения повысить в очень сильной степени.

3. Наконец, на микрорентгенограммах гораздо отчётливее, чем на обычных микрофотографиях, выявляются микропоры и микротрещины, что может представить несомненный практический интерес в ряде случаев.

В применении к изучению металлов подобным методом уже достигнуты заметные успехи. Удаётся изучить составные части сплавов, особенно крупнокристаллических, причём удаётся различать друг от друга элементы, отличающиеся хотя бы только на один атомный номер. Большое применение нашёл этот метод в биологии. С его помощью можно, например, изучить отложение того или иного

неорганического вещества в органической ткани. Так, например, с помощью этого метода была разрешена задача изучения распределения включений иода в щитовидной железе больных базедовой болезнью и кретинизмом. С его помощью можно также с удобством изучать отложения солей при склерозе в стенках сосудов и т. п.

Словом, несмотря на небольшие увеличения, достигнутые пока что с помощью этого метода, применения его могут быть очень

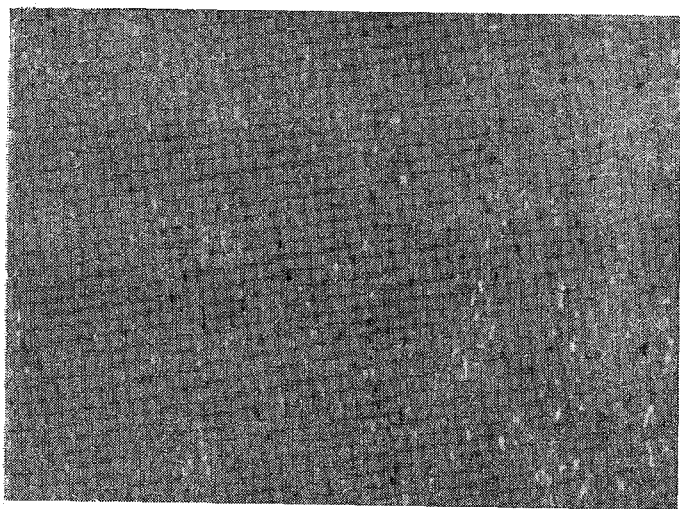


Рис. 2. Рентгеновская микрофотография стали с примесью свинца. Увеличение в 100 раз.

многообразны. Простота методики, без сомнения, обеспечит ему в дальнейшем широкое распространение.

Для того чтобы иллюстрировать разрешающие способности, которых можно достигнуть в контактном методе микрорентгенографии, приведём некоторые наши снимки (рис. 2—4). Применяя контактный метод микрофотографии, мы смогли, в частности, получить очень чёткие контактные изображения мелких медных сеток (рис. 5). Эти изображения были значительно совершеннее, чем оптические контактные фотографии тех же сеток (очевидно, за счёт дифракции в оптическом случае), и допускали увеличение до 600 раз. Повидимому, это наибольшее увеличение, которого удаётся добиться контактным методом¹³.

Получая рентгеновское и оптическое контактное изображение или два рентгеновских изображения, снятых с помощью лучей

разной длины волны, и одновременно проектируя их через два различным образом окрашенных светофильтра с помощью специального прибора (так, как это делается в методе ультрафиолетовой микро-

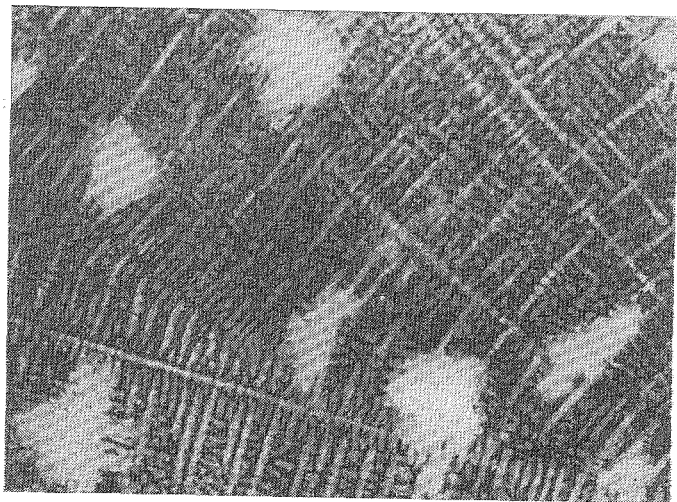


Рис. 3. Рентгеновская микрофотография литого алюминиевого сплава. Увеличение в 100 раз.

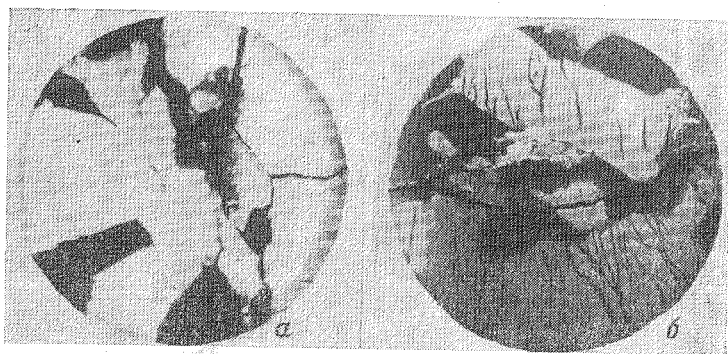


Рис. 4. Контактные рентгеновские микрофотографии шлифов минералов (снимки автора).

скопии, разрабатываемом Брумбергом для оптического случая), можно выявить такие детали структуры, обнаружить которые иными способами невозможно и которые остаются неразличимыми на каждом из снимков в отдельности.

Для того чтобы осуществлять подобное сравнение двух снимков — оптического и рентгеновского — автором настоящей статьи

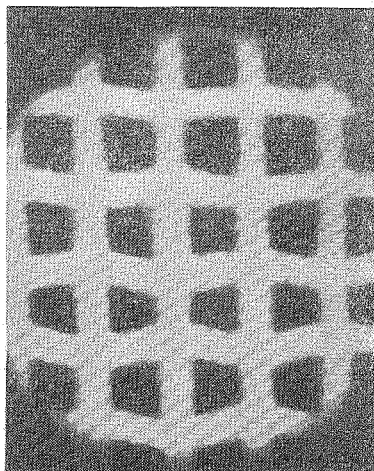


Рис. 5. Рентгеновская контактная микрофотография медной сетки. Увеличение в 150 раз.

был построен специальный прибор — двоянный микроскоп, представляющий собою вариант прибора Е. М. Брумберга.

МЕТОДЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОРЕНТГЕНОГРАФИИ

Второй метод контактной микрорентгенографии, в разработке которого важную роль сыграл А. К. Трапезников, обычно называют методом электронной микрорентгенографии^{17—24}. В этом методе изучаемый образец приводится в плотный контакт с мелкозернистой односторонней рентгеновской плёнкой. Затем и образец и плёнка освещаются (со стороны плёнки) жёсткими рентгеновскими лучами от трубок, работающих под напряжением порядка 200 кВ и выше. Чтобы избежать действия на эмульсию мягких рентгеновских лучей, обязательно применение поглощающих их фильтров (медных, толщиной не менее 2—3 мм, или свинцовых). Жёсткие рентгеновские лучи вызывают сравнительно слабое почернение эмульсии, но они вырывают из изучаемого вещества вторичные электроны, которые, воздействуя на фотопластинку, и вызывают её почернение.

Этот метод по самой своей сути, повидимому, не может дать столь мелкозернистые рентгенограммы, как даёт чисто рентгеновский метод, так как электроны, вырванные столь жёсткими рентгеновскими лучами, имеют хотя и малый, но не бесконечно малый, пробег в эмульсии. Рассматривая в микроскоп под большим увели-

чением мелкозернистые плёнки, освещённые рентгеновскими лучами разной жёсткости, мы заметим, что при увеличении жёсткости лучей зернистость медленно возрастает. За счёт этого разрешающая способность рассматриваемого метода будет слегка снижена, так как один и тот же быстрый электрон может вызвать явление распада в нескольких зёрнах эмульсии (2—3 зерна).

При необходимости получать большие увеличения иногда применяют липмановскую эмульсию. Контрастность снимков, полученных по-

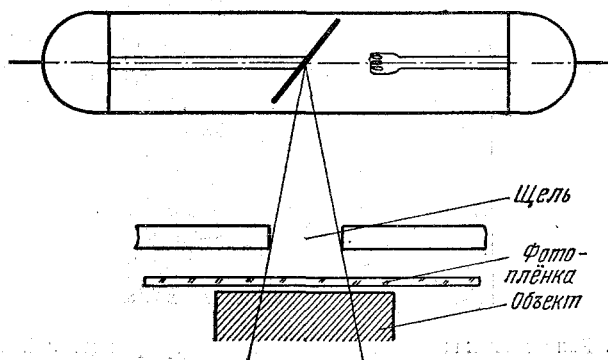


Рис. 6. Схема метода электронной рентгенографии.

добным методом, как считают некоторые исследователи, значительно выше, чем полученных обычным методом рентгеновской микроскопии.

Преимуществом этого метода является возможность изучать толстые изделия, отшлифованные только с одной стороны, и использовать более короткие экспозиции. Для получения удовлетворительных снимков необходимо, чтобы объект плотно прилегал к слою эмульсии, так как в противном случае происходит поглощение и рассеяние рентгеновских фотоэлектронов в воздухе.

Можно работать и другим вариантом метода электронной микро-рентгенографии, а именно: образец в виде тонкой плёнки постоянной толщины помещается между источником рентгеновских фото-электронов (которым служит свинцовая фольга или тонкая вольфрамовая пластинка) и фотопластинкой. Изображение на пластинке создаётся электронами, выбитыми пучком рентгеновских лучей из свинцовой фольги и прошедшими сквозь изучаемый объект. Для получения изображения необходим тесный контакт между свинцовой фольгой, изучаемой плёнкой и фотопластинкой, так как электроны сильно поглощаются и рассеиваются в воздухе. В этом варианте метода, собственно, изучается поглощение электронов в очень тонкой плёнке, и он в таком виде является, собственно, уже особым методом теневой электронной микроскопии под малым увеличением и с малым разрешением.

Первый вариант рассматриваемого метода нам кажется более удобным. Он может оказаться очень полезным, как метод микроскопии при небольших увеличениях, позволяющий с удобством исследовать строение поверхности толстых объектов или таких объектов, из которых по тем или иным причинам нельзя изготовить образца, достаточно тонкого и прозрачного для использования контактной микрорентгенографии.

ПРОЕКЦИОННАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ МИКРОСКОПИЯ

Принципиальная схема проекционного метода рентгеновской микроскопии^{8, 9} сводится к тому, что лучи, исходящие из точечного источника, проходят сквозь объект и дают увеличенное теневое изображение этого объекта на фотопластинке. Как хорошо известно из обычной оптики, величина разрешающей способности (определяемая в данном случае шириной полосы полутени) теневого метода зависит от диаметра источника излучения. Таким образом задача состоит в получении возможно малого источника рентгеновского излучения. Это достигается путём фокусирования пучка электронов на поверхность анода рентгеновской трубки особой конструкции (рис. 7). Предельно малый диаметр круга схождения электронов (т. е. источника рентгеновского излучения), которого можно достигнуть в настоящее время, порядка $50 \text{ \AA}$. Таким образом, этот метод рентгеновской микроскопии в принципе может обеспечить почти такое же разрешение, как и электронный микроскоп. (Следует указать, что в некоторых вариантах электронно-микроскопических методов пользуются очень сходным принципом.)

В действительности, однако, мы встречаемся с рядом затруднений. Эти затруднения связаны с тем, что увеличение при таком теневом методе будет определяться отношением расстояния от фокуса трубки до объекта к расстоянию от фокуса до фотопластинки. Практически это отношение трудно сделать много больше 100. При расстоянии от объекта до фокуса в 1 см это соответствует расстоянию от фокуса до пластинки в 1 м . При дальнейшем увеличении расстояний интенсивность лучей будет слишком сильно падать.

Кроме того, источник очень малого размера не может дать излучения большой интенсивности. Обычно считают, что рентгеновская трубка может выдержать при длительной работе мощность 200 вт на 1 мм^2 площади фокуса. При уменьшении площади фокуса эта удельная (на единицу поверхности фокуса) возможная нагрузка резко возрастает, но общая интегральная мощность резко падает. Ардене указывает как на возможную силу тока в подобной трубке на 10^{-9} а , однако возможно, что эта цифра преуменьшена.

Недавно Гольдштауб²⁵ описал осуществлённую им рентгеновскую трубку такого рода с «точечным» фокусом. Полученные им фотографии не особенно высокого качества, так как размеры фокуса соста-

вляли 0,3 мм. Гольдштауб даёт такое приближённое выражение для яркости «точечного» фокуса:

$$B = \sigma \frac{r_0(t_1 - t_0)}{r_1(r_0 - r_1)},$$

где B — яркость фокуса (или пропорциональная ей удельная нагрузка), σ — теплопроводимость антикатада, t_0 — температура охлажда-

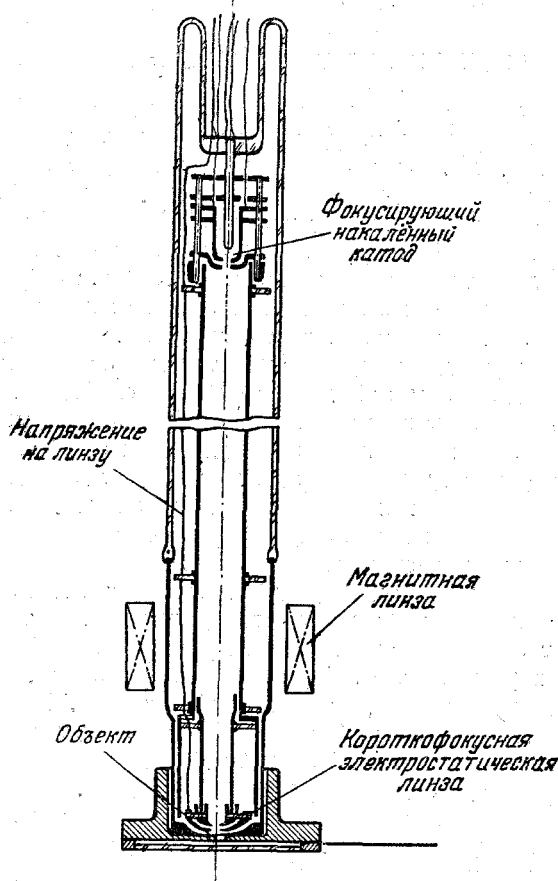


Рис. 7. Рентгеновская трубка с «точечным» фокусом.

дающей жидкости, t_1 — температура фокуса, r_0 — толщина стенок антикатада от фокуса до охлаждающей жидкости и r_1 — радиус фокального пятна (которое считается частью малой сферы). Мы видим из этого выражения, что действительно B растёт с уменьшением r_1 и при $r_1 = 0$ B равно бесконечности.

Практически это выражение говорит о том, что мощность рентгеновской трубки с «точечным» фокусом будет уменьшаться не пропорционально площади фокуса, а пропорционально уменьшению его линейных размеров.

Нужно ещё учесть, что время экспозиции при съёмке, при возрастании удельной мощности на единицу площади фокального пятна, увеличивается не пропорционально уменьшению интегральной интенсивности лучей, а гораздо медленнее, что составляет очень благоприятный, но трудно поддающийся предварительному учёту фактор.

Как бы то ни было, весьма вероятно, что при таком методе съёмки можно будет получить увеличение и разрешения примерно в 10 000 раз, а может быть и больше (100 раз рентгеновское и 100 раз фотографическое, за счёт съёмки на мелкозернистых пластинках и последующего увеличения), что соответствует разрешению примерно до 100 Å.

По идее Ардене в этом методе используется запаянная стеклянная рентгеновская трубка особой конструкции, а для фокусировки электронов используется магнитная линза, находящаяся вне трубки, и электростатическая линза в самой трубке. Благодаря этому необходимо использовать специальную электрическую схему питания, сходную с той, которая применяется в электронном микроскопе, но несколько более простую. В приборе может не быть никаких деталей, которые находились бы под откачкой, что, несомненно, очень упрощает его устройство.

С другой стороны, возможно осуществление трубки подобного рода и в виде откачиваемой конструкции, по типу несколько сходной с электронным микроскопом, но более простой. Мы полагаем, что именно этот тип рентгеновского микроскопа является наиболее многообещающим для решения ряда задач.

Недавно Косслет и Никсон²⁶ построили рентгеновскую трубку особой конструкции, в которой размеры фокального пятна были уменьшены до 1 μ . Эти авторы добились с помощью этой трубки рентгеновского увеличения в 95 раз и достигли разрешающей способности, близкой к 1 μ .

РЕНТГЕНО-ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Возможно осуществление ряда конструкций рентгено-электронных микроскопов. В этих приборах под действием пучка рентгеновских лучей из изучаемой поверхности, лучше всего металлической, будут вырываться фотоэлектроны. Эти фотоэлектроны могут быть сфокусированы электронно-оптической системой, сходной с системой электронного микроскопа, и могут дать соответственное увеличенное электронное изображение поверхности. Таким образом, мы, собственно говоря, получим прибор, представляющий собою эмиссионный электронный микроскоп особого рода. В отличие от обычного электрон-

ного эмиссионного микроскопа в этом приборе эмиссия будет создаваться не за счёт термоэлектронного испускания, а за счёт рентгеновского фотоэффекта. Построение подобных приборов вполне возможно при существующем уровне техники, и на этом пути нет никаких принципиальных трудностей. Некоторыми техническими затруднениями является только то, что скорости рентгеновских фотоэлектронов довольно велики (несколько киловольт) и не одинаковы для электронов, вырванных с разных уровней. Поэтому придётся делать фильтр скоростей фотоэлектронов.

ДИФФРАКЦИОННАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ МИКРОСКОПИЯ

В 1936 г. была опубликована работа чешского учёного Бачковского, в которой был описан метод получения рентгеновской фотографии поверхности кристалла с помощью спектрографа с брегговской фокусировкой, с качанием кристалла. В этих условиях Бачковскому удалось получить снимки, на которых, по мере увеличения асимметрии прибора, довольно ясно становилось видимым строение отражающей плоскости кристалла.

В 1938 г. автор настоящей статьи разработал метод изучения поверхности кристалла в отражённом рентгеновском свете, используя для этой цели брегг-вульфовское отражение в асимметрическом рентгеновском спектрографе с неподвижным кристаллом²⁷⁻²⁹ (рис. 8).

В результате использования неподвижного кристалла и фотопластины оказалось возможным резко снизить экспозицию (до 10—

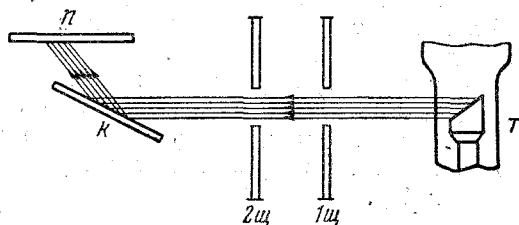


Рис. 8. Схема метода дифракционной рентгеновской микроскопии: *n* — пластина, *к* — кристалл, *т* — антикатод, *1щ* и *2щ* — щели.

15 минут) и в то же время чрезвычайно повысить чёткость изображения. Одновременно с этим мною, совместно с моими сотрудниками Э. Е. Вайнштейном и М. Н. Флёровой, был разработан метод исследования строения поверхности изогнутого кристалла в спектрографе Иоганна^{30, 31}.

Параллельно с разработкой метода исследования строения поверхности кристалла в монохроматическом рентгеновском свете мною

велась разработка методов исследования в белом рентгеновском свете^{32—34}.

Эти методы, вообще, дают результаты, худшие, чем методы исследования в монохроматическом свете, — меньшая чёткость и контрастность изображения, но представляют то удобство, что установка поверхности кристалла в отражающее положение в них легче и быстрее, хотя сама съёмка много дольше.

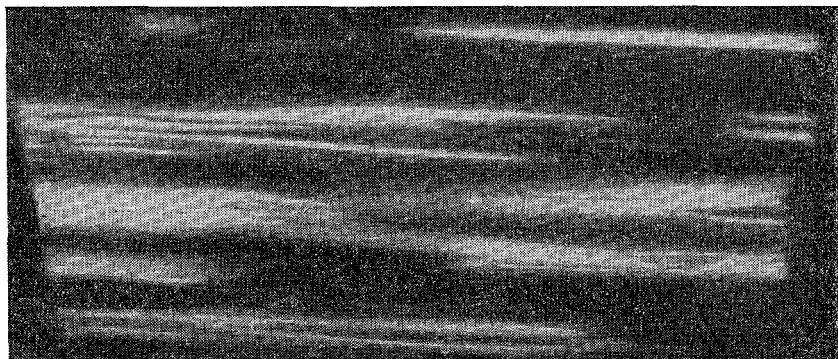


Рис. 9. Дифракционная рентгеновская микрофотография грани куба мозаичного кристалла каменной соли. Увеличение в 7 раз (снимок автора).

Если взять мозаичный кристалл*) каменной соли и заставить от него отражаться монохроматический пучок рентгеновских лучей, то мы получим картину, изображённую на рис. 9 (расстояние от пластинки до кристалла 3 см, от кристалла до фокуса трубки—100 см). Эта картина очень точно изображает поверхность кристалла. Совпадение между двумя картинами — оптической и рентгеновской — полное. Таким образом, этот метод даёт возможность достаточно точно изобразить дефекты, имеющиеся на поверхности кристалла и связанные с неоднородностями его строения.

*) Говоря о мозаичной структуре, мы имеем в виду грубую мозаичную структуру с величиной блока порядка миллиметров, исследованную нами на каменной соли, а не тонкую мозаичную структуру в смысле, введённом Дарвином при построении теории рассеяния рентгеновских лучей. В аналогичном смысле употребляется этот термин и Бачковским. Эта мозаичность, неодинаковая в различных гранях кристалла, зависит от нарушений при росте кристалла и искусственным путём не вполне воспроизводима. Блоки деформаций, получающиеся при сжатии каменной соли, особенно при высокой температуре, мельче и имеют меньшие углы поворота. Аналогичную мозаичную структуру можно получить, например, на кристаллах цинка (при получении монокристаллов по методу Бриджмена-Обренмова, если вести кристаллизацию слишком быстро или же из недостаточно чистых материалов).

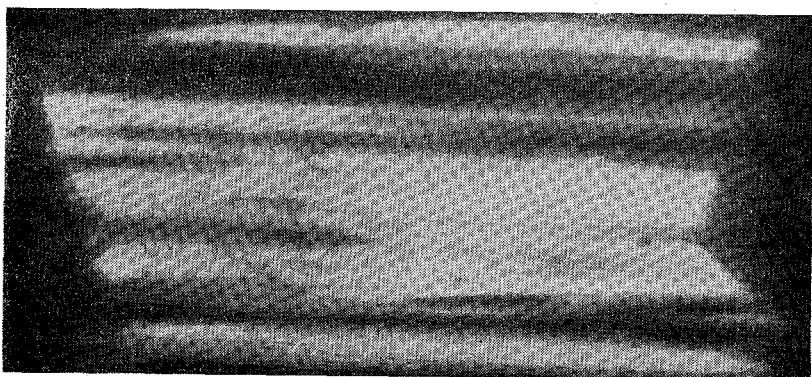


Рис. 10. Рентгеновская дифракционная микрофотография гладко отполированной грани куба мозаичного кристалла каменной соли. Увеличение в 7 раз (снимок автора).

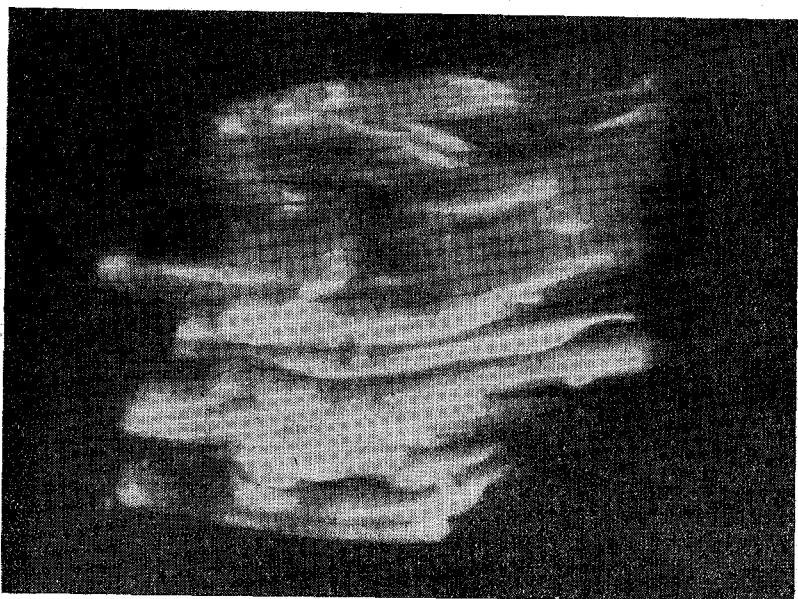


Рис. 11. Рентгеновская дифракционная микрофотография грани кристалла каменной соли, деформированного при высокой температуре. Увеличение в 5 раз (снимок автора).

Далее этот метод был применён нами к исследованию шлифовки и полировки кристаллов каменной соли (рис. 10), к изучению деформации этого кристалла (рис. 11) и к изучению вопроса о строении кристаллов кварца. Нами тогда же были сделаны увеличения полученных нами снимков (рефлексограмм).

Американский физик Ч. Баррет³⁵ в 1945 г., применив нашу основную идею, но не упоминая о нашей работе, разработал метод дифракционной рентгеновской микроскопии. В этом методе тоже используется неравноплечий рентгеновский спектрограф и неподвижный кристаллический образец, на который падает под брегг-вульфовским углом пучок рентгеновских лучей. Пластика, подобно тому как это делалось нами, помещается возможно ближе к изучаемому

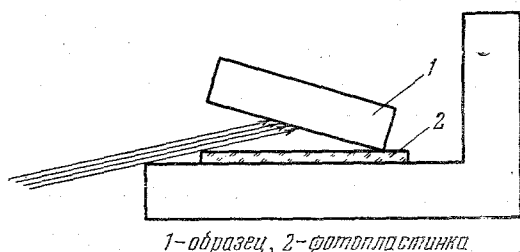


Рис. 12. Схема дифракционной рентгеновской микроскопии по Баррету.

объекту, чтобы достигнуть возможно большего разрешения. Приведём схему метода Баррета, заимствованную нами из его статьи (рис. 12).

Баррет считает, что разрешающая способность рентгено-микроскопического метода в этом варианте определяется соотношением:

$$W = \frac{sx}{l},$$

где s — ширина щели, x — расстояние от объекта до пластинки, а l — расстояние от щели до объекта. В этом выражении он повторяет указанное нами соотношение $\frac{x}{l}$ и добавляет ещё новый фактор s , который, безусловно, будет иметь значение при расходящемся падающем пучке рентгеновских лучей и не скажется при параллельном пучке, с которым мы работали. Это выражение не учитывает расходимости отражённого пучка лучей. Баррет использовал описанный метод для исследований не только монокристаллов или мозаик, но также и для исследования поликристаллов.

В 1952 г. Бонд и Андрус³⁶ опубликовали статью, озаглавленную «структурные несовершенства кристаллов кварца». В этой статье подробно излагается метод изучения структурных дефектов кристал-

лов кварца методом, совершенно подобным нашему, и приводятся снимки, некоторые из которых очень сходны с теми, которые были нами опубликованы ещё в 1940 г.²⁷ Ссылки на нашу работу отсутствуют и в этой статье.

Сравнение микрорентгенограмм, полученных описанным методом, с обычными микрофотографиями, показало преимущества этого метода при изучении металлов и кристаллов в отношении значительно большей чёткости и контрастности полученных картин (при малых увеличениях, порядка 250—300 крат). Однако на практике, если увеличение примерно раз в 40—50 достигается довольно легко, с применением мелкозернистых диапозитивных пластинок и специальных методов проявления, то увеличения порядка 200—250 раз требуют применения специальных пластинок (например, липмановских) с очень малой чувствительностью, в результате чего экспозиция возрастает в десятки и сотни раз.

Повидимому, особенно многообещающим этот метод является в деле изучения различных деформаций и нарушений в монокристаллах и в поликристаллах.

ПОЛУЧЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ЗА СЧЁТ ФОКУСИРОВАНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ КРИСТАЛЛАМИ

Все описанные выше методы рентгеновской микроскопии, кроме дифракционного, не использовали фокусирования применяемого излучения. Уже в дифракционном методе мы имеем своеобразную фокусировку рентгеновских лучей за счёт их отражения от кристалла.

Очевидно, однако, что можно использовать отражение от кристалла и для того, чтобы осуществить фокусировку сходящихся пучков рентгеновских лучей. Как известно, для этой цели используют изогнутые кристаллы. При этом можно использовать изогнутые кристаллы как на прохождение (метод Кошуа), так и на отражение (методы Иоганна и Гамоша). Таким путём Гамош уже давно получил в монохроматическом свете небольшое увеличение⁸⁷ (порядка 10—15 крат) фокального пятна рентгеновской трубки. При этом Гамошу удалось получить изображение структурных компонентов сплава, из которого был сделан анод. Изображения получились очень нечёткие и размытые. Во всяком случае, они ни в какое сравнение не могли идти ни с изображениями, полученными нами дифракционным путём, ни со снимками Баррета, ни с рентгенограммами, полученными путём контактной съёмки с последующим увеличением. Следует, однако, учесть, что Гамош работал, повидимому, с кристаллами, поверхность которых была недостаточно совершенна и изгиб которых не был достаточно равномерным (непостоянный радиус кривизны за счёт различных неправильностей).

В более новой работе Кошуа⁸⁸ приведены снимки, полученные по методу, сходному с методом Гамоша, но в проходящем излучении (по Кошуа). Изображения получились уже несколько лучше, хотя

и уступают получаемым другими методами. Отметим, что при работе по своему методу Кошуа получает ряд специфических искажений, и, как избавиться от них, она не даёт никаких указаний. Используя более совершенные кристаллы и лучшие методы их изгибания, вероятно, можно будет добиться значительного улучшения качества фокусировки, а следовательно, и качества изображения по сравнению

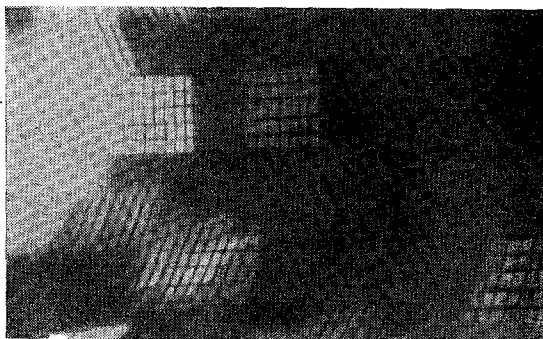


Рис. 13. Изображение сетки, полученное по методу дифракции от изогнутого кристалла жёстких рентгеновских лучей на прохождение (по Кошуа).

с полученным Гамошем. Этот метод может приобрести особенно большой интерес, если, используя сверхмощную рентгеновскую трубку (в десятки киловатт), освещать изучаемый объект пучком жёсткого (первичного) рентгеновского света и затем при помощи изогнутых кристаллов фокусировать вторичное излучение, испускаемое изучаемым объектом. Подобный метод применим не для всех объектов, так как лёгкие элементы (легче, чем Ti) дают рентгеновские лучи, слишком сильно поглощаемые воздухом, чтобы с ними можно было работать. Однако объекты, состоящие из более тяжёлых элементов, этим методом можно изучать с успехом.

При работе не со вторичным, а с первичным излучением, вероятно, тоже можно добиться хороших результатов, но в этом случае будут сложно обстоит вопросы контрастности. Действительно, вся оптическая система такого микроскопа (трубка и зеркала) должна быть приспособлена к одной определённой длине волны. При исследовании же разных объектов может возникнуть необходимость для обеспечения надлежащего контраста в использовании лучей разной длины волны, т. е. может возникнуть потребность в нескольких оптических системах, приноровленных к разным длинам волн, и нескольких разных трубках или же трубке с несколькими сменными анодами и сменной «оптикой».

Недавно проф. Б. Я. Пинес³⁹ разработал метод двойной фокусировки рентгеновских лучей. В этом методе используется кристалл двойной кривизны. С одной стороны, в горизонтальном направлении он изогнут по радиусу, равному удвоенному радиусу круга фокусировки, так же как в методе Иоганна, с другой стороны, в вертикальном направлении он изогнут по окружности радиуса, выбранного так, чтобы расходящийся пучок на круге фокусировки сходил в точку. Можно показать, что для этого необходимо, чтобы радиус кривизны кристалла равнялся $r \sin \theta$, где r — радиус круга фокусировки, а θ — угол Брэгга-Вульфа. В результате этого получается фигура, напоминающая часть поверхности бочки, отсечённой плоскостью, параллельной оси.

По этой поверхности Пинес изгибал кристаллы каменной соли при высокой температуре. В результате такого изгиба он получил хорошую интенсивность отражённого монохроматического пучка, который был им использован для целей структурного анализа.

Возможно, что применение подобного метода фокусировки позволит в будущем получить значительное увеличение рентгеновским путём. Однако до сих пор ещё качество изображения в методе изгиба кристаллов по Пинесу недостаточно высоко для целей рентгеновской микроскопии.

Пока что значительно более совершенное изображение получается при изгибе кристалла по цилиндрической поверхности.

КАТОПТРИЧЕСКАЯ ФОКУСИРОВКА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Рентгеновские лучи можно фокусировать не только за счёт отражения кристалла, но и за счёт полного внутреннего отражения. Последнее, как известно, имеет место для рентгеновских лучей при переходе из менее плотной среды в более плотную, причём угол, под которым происходит отражение, мал — порядка $\frac{1}{2}^\circ$. Он определяется соотношением

$$\frac{\cos \alpha}{\cos \beta} = n,$$

где n — показатель преломления, α — угол скольжения при падении, β — угол скольжения при преломлении. Для того чтобы имело место полное внутреннее отражение, необходимо, чтобы $\cos \beta = 1$ (угол $\beta = 0$, т. е. чтобы преломлённый луч не входил в более плотную среду). Иначе говоря, мы получаем для величины косинуса предельного угла скольжения такое выражение:

$$\cos \alpha = n.$$

Поскольку n для случая рентгеновских лучей (в отличие от видимого света) меньше единицы и мало отличается от неё, его удобно представить в виде

$$n = 1 - \delta,$$

где δ — малая положительная величина. Как показывает теория, величина δ для не слишком больших и малых λ примерно равна

$$\delta = 1,35 \cdot 10^{-6} \rho \lambda^2,$$

где λ — длина волны в ангстремах, а ρ — плотность отражающего слоя. Работая в воздухе, можно изменять длину волны применяемого излучения в интервале примерно от $2 \text{ \AA}$ до $0,5 \text{ \AA}$ (исходя из необходимости получать достаточно большое поглощение в объекте).

Покрывая отражающее зеркало слоем платины или другого тяжёлого металла, можно менять ρ в довольно широких пределах (примерно от 0,5 до 21). Однако даже в наиболее благоприятном случае δ всегда остаётся очень малым.

Это приводит к тому, что углы полного внутреннего отражения тоже малы, а следовательно, приходится работать с зеркалами, имеющими большой радиус кривизны (малую кривизну и малую апертуру), большое фокусное расстояние и малое увеличение. Больше того, благодаря такой малости углов отражения не удаётся пользоваться сферическими зеркалами, а приходится пользоваться цилиндрическими. Чтобы добиться фокусировки в таких условиях, приходится использовать два (или три) цилиндрических зеркала с взаимноперпендикулярными осями. Такая система пока что не позволяет получить значительные увеличения. Достигнуты рентгеновские увеличения порядка 10—15, что, в комбинации с фотографическим увеличением, позволило получить Киркпатрику^{40, 41} увеличение порядка 300.

Киркпатрик считает, что, исходя из апертурных углов цилиндрических зеркал разрешающая способность этого метода может достигнуть (теоретически) $70 \text{ \AA}$. Для контроля разрешающей способности своего метода Киркпатрик использовал сетку в 350 меш на линейный дюйм, т. е. с ячейками размером примерно около $1/30 \text{ мм}$. При этом, используя фокусировку в двух скрещённых цилиндрических линзах, он смог получить вполне удовлетворительное изображение. Судя по приводимым снимкам, разрешающая способность такого метода уже сейчас выше чем $0,02 \text{ мм}$.

Эренберг^{42, 43}, изучавший фокусировку пучка рентгеновских лучей, исходящего из точечного источника и проходившего через щель, цилиндрическим стеклянным зеркалом, ось которого параллельна щели, смог получить ширину сфокусированной линии порядка микрона. Всё это позволяет надеяться, что в дальнейшем при разработке лучших форм и комбинаций форм отражающих поверхностей можно будет значительно увеличить разрешение по сравнению с тем, которое достигнуто до сих пор.

В частности, быть может, очень перспективным окажется применение подобной системы скрещённых зеркал в дифракционной рентгеновской микроскопии с целью получения увеличенных дифракционных картин. В этом, как нам кажется, лежит одна из главных областей дальнейших применений этого метода.

Схема используемого метода в этом случае может выглядеть так: за диффрагирующим объектом — монокристаллическим или поликристаллическим — располагаются скрещённые цилиндрические зеркала и в их фокусе мелкозернистая фотопластинка. Так как пучок рентгеновских лучей, отражённых от кристалла, имеет очень малый угол расходимости (порядка $10 \div 20''$), то диффрагирующий объект будет играть роль почти бесконечно узкой щели, что сильно повысит разрешающую силу метода.

ДИОПТРИЧЕСКАЯ ФОКУСИРОВКА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Применению диоптрических систем для рентгеновских лучей препятствуют в основном два обстоятельства: малость показателей преломления и сильное поглощение.

Хотя в некоторых случаях и использовалось отклонение рентгеновских лучей призмами из стекла, алмаза, алюминия и других материалов, однако линзы для рентгеновских лучей, а тем самым и весь метод диоптрической фокусировки, вряд ли смогут найти себе применение. В самом деле, например, двояковыпуклая линза с радиусами кривизны 10 см, изготовленная из материала с плотностью 2,5, будет иметь для рентгеновских лучей с длиной волны $1,5 \text{ \AA}$ фокусное расстояние 6,6 м. Уменьшение радиусов кривизны до 1 мм приведёт к уменьшению фокусного расстояния только до 6,6 см, причём светосила такой линзы будет ничтожной.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Л. И. Цуккерман, Практическое руководство по микрофотографии, Металлургиздат, 1950.
2. А. В. Волков, Краткие основы съёмки через микроскоп, Изд-во ВИЭМ, 1933.
3. Е. М. Брумберг, ДАН СССР 52, № 6 (1946).
4. Е. М. Брумберг, ДАН СССР 25, № 6 (1939).
5. Е. М. Брумберг, Вестник Академии наук СССР, № 8—9 (1946).
6. Е. М. Брумберг, Природа, № 3 (1940).
7. Н. Г. Сушкин, Электронный микроскоп, Гостехиздат, 1949.
8. Manfred von Ardenne, Elektronen Uebermikroskopie, Berlin, Springer, 1940.
9. V. K. Zworykin, G. A. Morton, E. G. Ramberg, J. Hillier, A. W. Vance, Electron optics and the electron mikroskope, New York, Jehn. wileyan sans, 1945.
10. Borries, Die Uebermikroskopie, Berlin, 1949.
11. Д. Б. Гогоберидзе, Природа, вып. 11 (1946).
12. Д. Б. Гогоберидзе, Кристаллография, Сборник № 2 (1952).
13. Кэй, Рентгеновские лучи.
14. К. А. Иванов, Журн. технич. физики 19, вып. 11, 1217 (1949).
15. Clark, Applied X-Rays. McGraw-Heill, 1940, стр. 180.
16. Symposium on radiography. Amer. Soc. Testing Mater., 1943. Don. M. Mc. Gutcheon, стр. 89.
17. А. К. Трапезников, Зав. лаб. 13, 8 (1947).

18. А. К. Трапезников, Рентгенодефектоскопия, Машгиз, 1948.
 19. J. J. Trillat, Journ. Appl. Phys. **19**, 844 (1948).
 20. Д. Б. Гогоберидзе, Природа, вып. 1 (1951).
 21. J. Klein, Zeits. f. Phys., **81**, 101 (1933).
 22. Б. Р. Кирпичинский и И. А. Ройтруб, Зав. лаб., № 11, 1329 (1949).
 23. J. J. Trillat et Legrand Charles, C. R. **224**, 94, 645 (1947).
 24. Risco, Journ. de phys. et. rad. **9**, 150 (1948).
 25. Goldstaub, Rev. d'opt., 101, февраль (1950).
 26. V. E. Cosslett and W. C. Nixon, Nature **168**, 24 (1951).
 27. Д. Б. Гогоберидзе, ЖЭТФ **10**, № 1, 96 (1940).
 28. Д. Б. Гогоберидзе, Рентгеновская спектроскопия и дефекты кристаллов. Докторская диссертация, ЛПИ, 1939.
 29. Д. Б. Гогоберидзе и М. Н. Флерова, ЖЭТФ **10**, вып. 2, 232 (1940).
 30. Э. И. Вайнштейн, Д. Б. Гогоберидзе и М. Н. Флерова, ЖЭТФ **10**, вып. 3 (1940).
 31. Э. Е. Вайнштейн, Природа, № 2 (1947).
 32. Д. Б. Гогоберидзе, Зав. лаб., вып. 12 (1938).
 33. Д. Б. Гогоберидзе, ЖЭТФ, вып. 3 (1939).
 34. Д. Б. Гогоберидзе, ЖЭТФ, вып. 8 (1940).
 35. Barret, Metals techn. **12** (1945).
 36. W. J. Bond and Andrus, Amer. Mineral **37**, 622 (1952).
 37. Namosh, Ann. d. Phys. (5) **17**, 716 (1933); Amer. Mineral **23**, 215 (1938).
 38. I. Cauchois, Rev. d'Optique, 151, март (1950).
 39. Б. Я. Пинес, Сборник, посвященный семидесятилетию акад. А.Ф. Иоффе, стр. 448.
 40. P. Kirkpatrick and A. Baez, Journ. Opt. Soc. Am. **38**, № 9, 766 (1948).
 41. P. Kirkpatrick, Journ. Opt. Soc. Am. **39**, № 9, 796 (1949).
 42. W. Ehrenberg, Journ. Opt. Soc. Am. **39**, № 9, 741 (1949).
 43. W. Ehrenberg, Journ. Opt. Soc. Am. **39**, № 9, 746 (1949).
-