539.26

СБОРНИК ТРУДОВ V МЕЖДУНАРОДНОГО КОНГРЕССА ПО ОПТИКЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ И МИКРОАНАЛИЗУ

V^th International Congress on X-Ray Optics and Microanalysis. Tübingen, September 9—14, 1968. G. Möllenstedt and K. H. Gaukler, Eds. Springer—Verlag Berlin—Heidelberg—New York, 1969, 612 pp.

В 1956 г. в Англии (в Кембридже) состоялся I Международноый конгресс по локальному рентгеноспектральному анализу, созванный по инициативе группы иностранных ученых, работавших в области тогда еще совсем нового метода — локальных рентгеноспектральных исследований. Впоследствии, в 1959 г. в Швеции (Упсала), в 1962 г. в США (Стэнфорд), в 1965 г. во Франции (Орсе) и, наконец, в 1968 г. в ФРГ (Тюбинген), созывались II — V Международные конгрессы по оптике рентгеновских лучей и микроанализу.

Организатором каждого следующего конгресса являлась группа ученых какой-либо одной страны, которая по предложению Оргкомитета брала на себя инициативу организации следующего. Поэтому все без исключения конгрессы были связаны с ведущими университетами данной страны, научно-исследовательскими организациями промышленности и фирмами.

Уже на II Конгрессе было решено включать в программу только общие теоретические вопросы, вопросы методики и новой аппаратуры; лишь в порядке исключения допускались обзорные доклады по применению методов локальной рентгеновской спектроскопии. Такое решение диктовалось тем, что метод локального рентгеноспектрального исследования и анализа, очень скоро завоевавший мировое признание, получил широкое распространение практически во всех областях науки и техники. Для характеристики положения вещей достаточно указать, что во всем мире публикуется в этой области более 500 статей в год и трудно назвать какое-либо совещание или конференцию, на которой не были бы представлены результаты исследований или анализа с помощью рентгеновского микроанализа.

Начиная с 1961 г. во Франции и СССР, а с 1963 г. в США с различной «частотой» проводятся совещания и конференции, международные симпозиумы по локальным рентгеноспектральным исследованиям.

Напомним, что основным достоинством метода рентгеноспектральных локальных исследований и анализа является, прежде всего, наивысшая локальная чувствительность, определяемая величинами от 10^{-12} до 10^{-15} грамма. Локальная чувствительность означает то, что в микрообъеме вещества порядка от 0,3 до 10 *мкм*^{3} могут определяться элементы периодической системы, содержащиеся в этих микроскопических объемах в количестве от ~0,3 до 0,01% вес., во-вторых, с его помощью могут быть определены все элементы периодической системы Менделеева от лития до ее конца (включая трансурановые), и, наконец, то, что в результате рентгеновского микроанализа образец не подвергается разрушению и анализ практически на все элементы может быть проведен повторно.

Повестка дня V Международного конгресса состояла из следующих основных разделов:

некоторые общие проблемы оптики рентгеновых лучей;

физические основы локального рентгеноспектрального анализа;

некоторые методические вопросы количественного анализа;

приборы для локальных исследований состава и структуры;

применение локальных рентгеноспектральных исследований в металлургии, минералогии и биологии.

По традиции было включено несколько работ, посвященных вопросам микродифракции, поскольку аппаратура для рентгеноспектральных локальных исследований с успехом позволяет получать рентгеновские дифракционные картины с микроскопических областей.

Первый раздел содержит восемь статей. Из числа этих работ несомненный интерес представляет обзорная статья У. Бонзе о современном состоянии рентгеновской интерферометрии. Это, по существу дела, совершенно новый раздел в оптике рентге-

новых лучей, начатый серией работ Бонзе и Харта в 1965 г. Этот метод по своим возможностям прецизионного определения показателя преломления, локальных искажений в кристаллической решетке, прецизионного определения параметров решетки, пожалуй, не имеет равного себе. В настоящее время работают интерферометры, использующие метод Лауэ на прохождение, метод Брэгга на отражение и различные комбинации лауэ-брегговского методов. Можно отметить, что создание трехкристалльных рентгеновских интерферометров практически стало возможным после получения совершенных монокристаллов кремния и германия, на базе которых изготавливаются рентгеновские интерферометры. В трехкристальном рентгеновском интерферометре, например по методу Лауэ, первый кристалл расщепляет падающий пучок на два когерентных пучка, второй кристалл является зеркальным отражающим кристаллом. Комбинация из этих двух кристаллов образует в некоторой точке пространства интерференционную картину. Однако расстояния между интерференционными полосами будут порядка межатомных расстояний $d \approx 10^{-8}$ *см*, и третий кристалл преобразует картину интерференционных полос из атомного масштаба в макроскопический. Макроскопическая картина может быть легче расшифрована. Неодинаковое смещение по фазе на пути каждого из лучей может изменять расстояние между плоскостями стоячих волн и приводить к искажению или вращению картины интерференционного муара.

Три статьи посвящены теоретическим вопросам отражательной рентгеновской оптики (среди них — обзорная статья Магги, Хессен «Исследование аномального поверхностного отражения рентгеновых лучей при микрофокусном источнике» и статья Бэк и Кюнен «Исправление ошибки разрешения при малых углах рассеяния при использовании полиномов Эрмита»). Четыре — разработке и применению рентгеновского телескопа, представляющего собой комбинацию рентгеновской решетки на прохождение с рентгеновской «линзой-конденсором». Статьи эти следующие: «Изготовление асферических рентгеновских линз»— Мак Гий и Арразола, «Рентгеновский телескоп с использованием полного внешнего отражения»— Рэдди, Гьякони и Вайана, «Применение рентгенооптических методов в «солнечной» астрономии»— Майер, «Регистрация слабых рентгеновских источников интегрированием изображения»— Эйнигхомер.

В работе Рэдуи, Гьякони и др. очень остроумно скомбинированы рентгеновские дифракционные решетки на прохождение (см., например, App. Opt. 5, стр. 875 и 1855, 1966 г.) с отражательной рентгеновской оптикой (гиперболо-параболические торовые поверхности), дающей в результате систему с разрешающей способностью порядка 0,5 Å в области длин волн порядка 10 Å. В статье по применению рентгеновской оптики в солнечной астрономии приводятся результаты в основном уже известные по более ранним публикациям (1967—1968 гг.) для областей длин волн от 100 до 13 Å. Интересно использование открытых пропорциональных счетчиков непрерывного усиления с диаметром канала 1 и 10 *мм*, а также рентгеновского спектрографа, где в качестве анализатора спектра использована микроминиатюризированная решетка на прохождение с расстоянием между штрихами порядка 1000 Å (изготовленная с использованием зонных пластинок Френеля).

Во втором разделе содержится 22 статьи, в которых рассматриваются вопросы возможностей и ограничений локального анализа (статья Косслетта), измерения энергетического спектра обратно рассеянных электронов, расчет отношения сигнала к фону; экспериментальные методы определения распределения по глубине рентгеновского характеристического излучения, возбужденного в образце; различные уточнения поправок на поглощение, атомный номер, дополнительное флуоресцентное возбуждение непрерывным характеристическим спектром, программы для ЭВМ с целью расчета поправок при количественном локальном рентгеноспектральном анализе для многокомпонентных систем.

В значительном числе эти работы написаны высококвалифицированными специалистами и для лиц, занятых практическим применением метода локальных рентгеноспектральных исследований, работы этого раздела представляют большой интерес.

Методическую новинку представляет прием определения возбуждения рентгеновского излучения по глубине методом косого среза двух пассивных пластинок, каждая из которых представляет чистый металл (A и B); отметим также важные экспериментальные результаты по определению влияния флуоресцентного возбуждения на определение границы фаз (Морис, Эноком и Земскова).

Раздел, посвященный описанию аппаратуры, содержит 33 статьи. В обзорной статье Виттри приводит достаточно подробный и полный анализ аппаратуры и возможности ее использования для решения задач микроанализа. Наряду с основными установками рассматриваются различные приставки к микроанализаторам, значительно расширяющими возможность микроанализа, в том числе компьютерный контроль установки в целом, для автоматизации анализа, приставка для минералографического анализа при сканировании как образца, так и пучка, позволяющего определять (по подсчету содержания фаз различного состава на поверхности) объемное содержание (прин-

цип этого метода был разработан нашим соотечественником Салтыковым и изложен в его книге, вышедшей в 1958 г.). В заключение этой статьи делается очень полезный обзор последних достижений в области микроанализа (электронные спектрометры, для анализа по оже-электронам, по электронам, испытавшим характеристические потери, а также кратко описаны возможности ионного микроанализатора).

Несколько статей посвящено рассмотрению основных узлов рентгеновских микроанализаторов: прецизионного спектрометра с линейным перемещением кристаллов (впервые созданного в нашей стране): безжелезной формирующей линзы для электронного микроанализатора (так называемой линзы ЛеПула), позволившей создать один из самых миниатюрных микроанализаторов для исследования прозрачных шлифов, описание которого дано в статье Фонтьяна, Бука и Корнета (в последнем микроанализаторе используют в качестве визуальной оптики обычный минералогический микроскоп). В разделе приведено описание серии приборов типа ЭММА (электронный микроскоп — рентгеновский микроанализатор), двух микроанализаторов для исследования радиоактивных материалов большой активности, а также приставки для упомянутого выше рентгеноминералографического исследования включений.

Дается краткое описание нового приема микроанализа с ограниченной площади изображения в проходящих электронах, получаемого в обычном электронном микроскопе, сформированных электронами, претерпевшими характеристические потери энергии. (Проводится спектральный анализ распределения электронов по энергиям с помощью магнитного электронного спектрометра, расположенного в непосредственной близости от электронного микроскопа.) С помощью такой сложной системы можно проводить анализ на очень ограниченное число (главным образом, легких) элементов. Проведенные опыты позволили оценить его локальную чувствительность не ниже 10^{-17} *г*; поэтому в решении специальных вопросов, возможно, этот метод найдет практическое применение.

В статье Ишино, Кауэ и Тошиги рассматриваются возможности микроанализа по анализу энергии электронов с помощью цилиндрической магнитной линзы.

В статье Рубероля, Дешана и др. проводится описание первого промышленного прибора — ионного микроанализатора для качественных и количественных исследований шлифов в изотопическом изображении их поверхности. Микроанализ по вторичной ионной эмиссии, обладая «поверхностной» разрешающей способностью порядка 1 *мкм*, характеризуется уникальной разрешающей способностью по глубине: она лежит в пределах 50—100 Å. Обращает на себя внимание работа Пула и Шоу, посвященная протонному микроанализатору. Несмотря на то, что в протонном микроанализаторе приходится работать с пучком протонов, сфокусированных в зонд от 100 до 10 *мкм* (диаметр этого пучка на 1—2 порядка превышает диаметр электронного пучка), меньшая глубина проникновения и, как минимум на порядок лучшее отношение сигнала к фону, особенно при энергии, необходимой для возбуждения легких элементов, не вызывает сомнения в том, что протонный микроанализ получит большое распространение в ближайшем будущем.

Четыре статьи посвящены описанию рентгеновского микроанализа с помощью растрового электронного микроскопа, когда удалось достичь большой разрешающей способности и, что очень важно, изучить распределение электрических полей в твердых полупроводниковых схемах.

В небольшой статье Вегмана рассматривается фотоэмиссионный электронный микроскоп, в котором со шлифа анализируемого образца удается получать контрастное изображение поверхности (формируемое электронно-оптической системой микроскопа) за счет термоэлектронной эмиссии изучаемой поверхности или за счет облучения поверхности мощным источником ультрафиолетового излучения ртутной лампы.

В обзорной статье Хинка рассматриваются главным образом анализаторы рентгеновского излучения — кристаллы, псевдокристаллы, штриховые решетки, эшелетты, сравниваются их светосила и разрешающая способность в области длинноволнового спектра, а также оценивается различная разрешающая способность различных счетчиков, ФЭУ с NaJ(Te) и CaJ_2(Eu) преобразователями, пропорциональных проточных счетчиков и, наконец, одного из варианта твердых (полупроводниковых) счетчиков с наилучшей разрешающей способностью (кремний, активированный литием). В статье Кимото, Хошимото и Ушияма приводятся результаты использования псевдокристаллов лигноцератов, мелиссатов бария и свинца для определения легких элементов до бериллия включительно. В частности, для бериллия и бора авторы дают при 10 *кв* отношение сигнала к фону от 20 до 30 для ВК α — 0,3—0,4 *имп/сек* на InA, для ВК α — 1,7—1,3*имп/сек* на InA при использовании бариевого мелиссата.

Статья Пишуар посвящена описанию установки для анализа элементов O, N, C методом дифференциальных газовых фильтров Росса.

В разделе, посвященном микродифракции, помещено шесть небольших статей, связанных или с определением точных параметров решетки по косселевской и плевдокосселевской дифракции или с описанием приспособлений для прецизионной ориентации образцов и съемки их при повышенных температурах.

Следующий большой раздел посвящен применению микроанализа в металлургии и минералогии и содержит 21 статью. В большинстве из них содержатся оригинальные методические решения поставленной задачи. В обзорной статье Гейнриха в основном рассматриваются вопросы развития и улучшения метода анализа, его автоматизации и расширения возможностей путем использования фазового анализа. В статье Шпрингера (а также в статье Суитмана и Лонда) обсуждается принципиальный вопрос количественного анализа минералов и выбора стандартов для анализа минералов.

Интерес представляет работа Окамото по исследованию причин образования сфероидального графита в чугуне и роль в его образовании модифицирования чугуна магнием. В остальных работах рассматриваются частные примеры определения состава, построение фазовых полей диаграмм состояния двойных и тройных систем, определение состава очень тонких пленок, определение нитридов и карбидов в различных марках стали и т. д. Некоторый интерес представляет статья, посвященная определению гомогенности в смеси порошковых материалов с помощью локального анализа.

Наконец, последний раздел содержит биологические применения локальных исследований; в него входит 11 небольших работ, посвященных проекционной рентгеновской микроскопии для исследования нейронов, кровяных капилляров и т. д. Только две работы посвящены непосредственному локальному рентгеноспектральному анализу биологических объектов. В одной из них дается обзор 82 публикаций, вышедших за последние годы (статья Холла и Хеллингера). Две статьи посвящены исследованию различных элементов в зубных тканях.

Даже краткое перечисление основных разделов и лишь небольшого числа интересных работ, представленных на V Международном конгрессе, показывает исключительную широту и большие перспективы использования локальных рентгеноспектральных исследований в различных областях науки и техники. Материал книги несомненно представляет интерес для широкого круга читателей. Текст всех статей тщательно отредактирован, материал изложен очень сжато, иллюстрации выполнены безукоризненно.

Несомненно было бы полезным перевести и опубликовать с возможной быстротой наиболее ценные статьи сборника.

И. Б. Боровский