

Правительство Российской Федерации

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования**

**Национальный исследовательский университет
«Высшая школа экономики»**

**Московский институт электроники и математики Национального
исследовательского университета "Высшая школа экономики"**

Факультет электроники и телекоммуникаций

Кафедра Микросистемной техники, материаловедения и технологий

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА

(магистерская диссертация)

На тему: «Исследование микрообъектов методами рентгеновской компьютерной
томографии и топо-томографии»

Студент группы № РМЭ-31/М
Осадчая А.С.

Руководитель ВКР
проф., к.ф.-м.н. Смирнов И.С.

Консультант
к.ф.-м.н. Золотов Д.А.

Москва, 2013

1. ВВЕДЕНИЕ.....	3
2. РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ МИКРООБЪЕКТОВ. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	4
2.1 Рентгеновская абсорбционная микротомография	5
2.2 Томография с применением рентгенооптических элементов	8
2.3 Рентгеновская топо-томография.....	9
3. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК И МЕТОДИК ЭКСПЕРИМЕНТА	12
3.1 Выбор диапазона длин волн рентгеновского излучения.....	12
3.2 Рентгеновский лабораторный микротомограф	14
3.3 Лабораторный микротомограф с использованием асимметричных отражающих кристаллов.....	15
3.4 Получение дифракционных изображений. Топо-томография.	18
4. МИКРОТОМОГРАФИЯ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ И ОРГАНИ- ЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. ТОПО-ТОМОГРАФИЯ КРИСТАЛЛОВ.....	21
4.1. Выбор объектов исследования	21
4.2. Биологические применения микротомографа.....	21
4.2.1 Возможность исследования пространственного распределения элементов в лабораторных условиях	22
4.2.2 Исследование структурной организации костной ткани геккона <i>Chondrodactylus turneri</i>	24
4.2.3. Исследование костной ткани кистей верхних конечностей эмбрионов человека	28
4.3. Рентгеновское томографическое исследование структуры битуминозных песков.....	35
4.4. Эксперименты по топо-томографии. Исследование монокристаллического кремния	38
5. ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ	45
6. ПУБЛИКАЦИИ ПО МАТЕРИАЛАМ РАБОТЫ	47
7. СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	49

1. ВВЕДЕНИЕ

Прогресс в области нано- и микротехнологий, микробиологии, а также медико-биологической диагностики связан с развитием современных методов неразрушающих исследований внутренней структуры достаточно сложных объектов, непрозрачных в видимой области спектра. Одним из существующих на сегодняшний день способов такой диагностики является метод рентгеновской интроскопии. Технология рентгеновской компьютерной томографии является усовершенствованным методом рентгеновской интроскопии или, в частности, рентгеновской микроскопии и идеально подходит для широкого диапазона исследований.

Развитию этого метода с использованием лабораторных источников рентгеновского излучения и посвящена работа. В работах [1], [2], [3], проведенных ранее в Институте кристаллографии РАН им. А.В.Шубникова, описан процесс создания лабораторной рентгеновской установки, позволяющей проводить исследования микрообъектов, как методом абсорбционной томографии, в том числе с использованием рентгенооптических элементов, так и методом топо-томографии. В настоящей работе демонстрируется возможность проведения исследований внутренней структуры различных объектов с использованием модификаций ранее созданного в ИК РАН микротомографа.

В данной работе методом микротомографии были исследованы следующие объекты:

- костная ткань хвостовых позвонков хрящепалого геккона;
- кисти верхних конечностей эмбрионов человека;
- особенности структуры битуминозных песков с высоким пространственным разрешением ~ 1 мкм.

Методом рентгеновской топо-томографии изучена дефектность структуры монокристалла кремния.

2. РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ВНУТРЕННЕЙ СТРУКТУРЫ МИКРООБЪЕКТОВ. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

Рентгеновское излучение было открыто Вильгельмом Конрадом Рентгеном. Он был первым, кто опубликовал статью о рентгеновских лучах, которые назвал X-лучами. Статья Рентгена под названием «О новом типе лучей» была опубликована 28-го декабря 1895 года в журнале Вюрцбургского физико-медицинского общества. Благодаря высокой проникающей способности рентгеновского излучения, для исследователей стал возможен неразрушающий контроль изучаемых объектов. Рентгеновская интроскопия стала актуальна во многих областях науки, таких как медицина, геология, материаловедение, археология и др.

В настоящее время множество научных групп во всем мире занимается развитием методов рентгеновской микроскопии [4]. После создания в середине прошлого века источников синхротронного излучения, многие эксперименты проводятся с их применением [4], [5]. Используются и традиционные рентгеновские трубки [6], [7].

С развитием современной микроэлектроники были созданы цифровые детекторы с высоким пространственным разрешением, позволяющие получать изображение в течение нескольких секунд [8].

Новейшие достижения в областях материаловедения, микроэлектроники и нанотехнологий способствуют развитию технологий производства рентгенооптических элементов, позволяющих улучшить качество и значительно увеличить информативность получаемых изображений, повышая их пространственное разрешение [1], [2].

2.1 Рентгеновская абсорбционная микротомография

Термин "томография" происходит от греческих слов: *τομος* - сечение и *γραφος* - пишу, «пишу по сечениям». Методы микротомографии направлены на неразрушающее получение послойного изображения внутренней структуры объекта. В настоящее время применяются различные типы томографов: рентгеновские, электронно-лучевые, магнитно-резонансные, ультразвуковые, позитронно-эмиссионные и др. [9]. Однако, в основе их работы лежит один и тот же принцип: по суммарной информации, полученной от сечений вещества (например, рентгеновскому поглощению, магнитному отклику атомов водорода, коэффициенту преломления ультразвуковых волн), определяется информация о внутренней структуре объекта.

Еще до появления первых томографов, в 1917 году математик И. Радон предложил метод решения обратной задачи интегральной геометрии [10], состоящий в реконструкции (восстановлении) многомерных функций по их интегральным характеристикам. В свое время эта работа не нашла практического применения, и лишь с появлением рентгеновских установок и быстродействующих компьютеров к ней возник интерес. В 1963 году физик А. Кормак отличным от И. Радона способом решил задачу томографического восстановления на базе экспериментальных данных по рентгеновской томографии [11]. А в 1969 году инженер Г. Хаунсфилд сконструировал «ЭМИ-сканер» — первый компьютерный рентгеновский томограф [12], клинические испытания которого прошли в 1972 году. В 1979 году А. Кормак и Г. Хаунсфилд «за разработку компьютерной томографии» были удостоены Нобелевской премии по физиологии и медицине.

Рассмотрим схему томографического эксперимента [13]. Пусть рентгеновское излучение проходит через объект исследования. Тогда по

закону Бугера-Ламберта-Бэра интенсивность излучения на выходе из объекта запишется как

$$I = I_0 e^{-\int \mu(x,y) dl} \quad (2.1)$$

Далее, (рис.1), можно описать плоскую теневую проекцию объекта, полученную под углом θ как

$$P_\theta(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x,y) \delta(x \cos(\theta) + y \sin(\theta) - t) dx dy, \quad (2.2)$$

где $\delta(x)$ – дельта - функция Дирака.

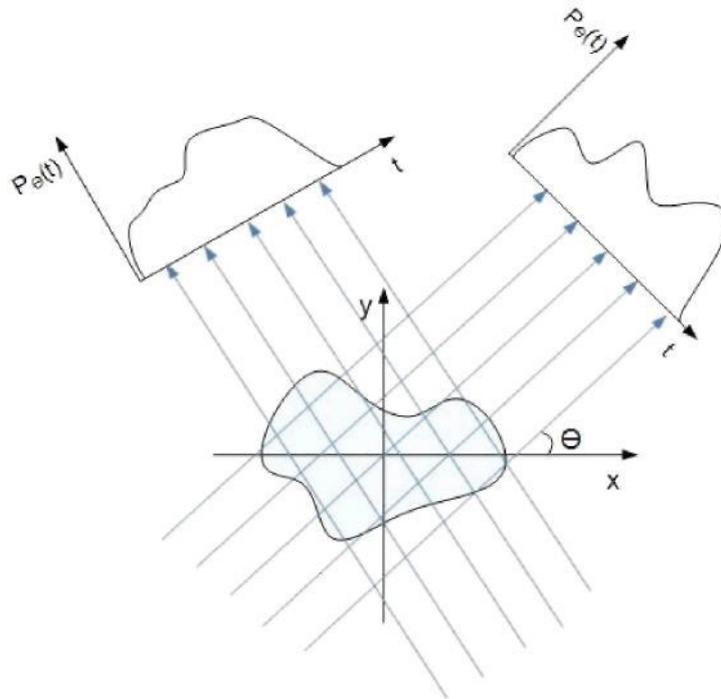


Рис. 1. Пример получения проекций объекта.

Задача томографии сводится к определению $f(x,y)$ по $P_\theta(t)$, т.е. к восстановлению функции нескольких переменных по известным интегралам от неё вдоль некоторых траекторий. Методы решения этой задачи, применяемые в томографии, можно разделить на интегральные и алгебраические [14].

Технические задачи разработки компьютерных томографов постоянно усложнялись в соответствии с уровнем развития техники и

актуальными потребностями радиологии. В настоящее время выпускается значительное количество медицинских рентгеновских томографов [14]. Они могут быть классифицированы по так называемым «поколениям» в зависимости от используемых оптических схем [16].

Однако медицинские томографы имеют ряд ограничений. Одно из них – невысокое разрешение. Это обусловлено в первую очередь необходимостью поиска компромисса между лучевой нагрузкой на пациента и необходимой точностью реконструкции поглощающей плотности – набранной статистикой прошедших через образец фотонов. Типичное разрешение современных медицинских томографов составляет величину порядка 1 мм (в некоторых случаях может быть и существенно ниже, до 10 мм).

Другими существенными ограничениями медицинских томографов являются использование весьма жесткого (100-200 кэВ) и монохроматизированного излучения. Такое жесткое излучение, с одной стороны, имеет меньшее биологическое действие по сравнению с более мягким (энергией 5-20 кэВ) излучением, а с другой стороны, контраст получаемого изображения оказывается намного ниже.

Отметим также, что полихроматичность применяемого излучения затрудняет интерпретацию полученных значений коэффициента линейного ослабления и усложняет алгоритмы реконструкции. (Для полихроматичного излучения приходится учитывать то обстоятельство, что более мягкое излучение быстрее поглощается в веществе, а более жесткое проходит через объект с незначительным поглощением).

Из вышесказанного следует, что медицинские томографы не могут использоваться для изучения структуры слабопоглощающих объектов с высоким разрешением.

2.2 Томография с применением рентгенооптических элементов

Для получения увеличенных изображений в микротомографии используется большое количество оптических схем и рентгенооптических элементов, наиболее распространенные из которых представлены на рис. 2.

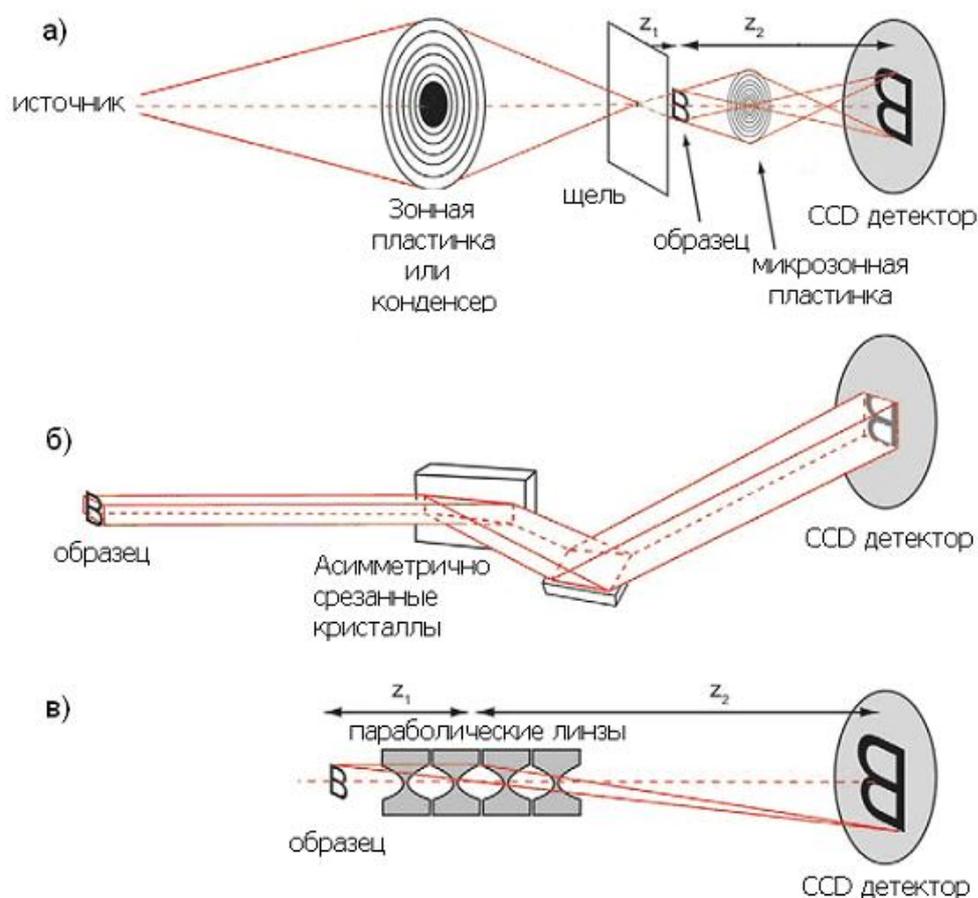


Рис. 2. Используемые рентгенооптические схемы. а) зонная пластинка; б) асимметрично срезанные кристаллы; в) преломляющая оптика.

Зонные пластинки Френеля (рис. 2а) используются для фокусировки рентгеновского излучения и получения увеличенных изображений [17]. Томографические эксперименты с их применением выполняется на синхротронных источниках. Зонные пластинки очень перспективны для микро- и нанотомографии, так как позволяют получать разрешение достигающее 30 нм. Но они не используются в массовых лабораторных исследованиях из-за сложности производства и высокой стоимости.

Другой класс рентгенооптических элементов – асимметрично срезанные кристаллы (рис. 2б). Идею использования дифракции синхротронного излучения на асимметрично срезанном кристалле впервые высказал Vøttinger в 1982 г [18]. Им была показана возможность получения 20-70 - кратного увеличения при использовании данного метода. Актуальность этого подхода также показывают теоретические статьи [19], [20], посвященные достижению субмикронного разрешения при использовании асимметричной дифракции, и экспериментальная работа [21], в которой с применением синхротронного источника получено увеличение равное 100. При больших увеличениях происходит уменьшение потока рентгеновских квантов пропорционально квадрату коэффициента увеличения, поэтому асимметрично срезанные кристаллы чаще применяются на синхротронных источниках, чем в лабораторных условиях.

В настоящее время для получения увеличенных рентгеновских изображений широко используется преломляющая оптика (рис. 2в). Это как параболические составные линзы, так и многоэлементные пузырьковые линзы. В работе [1] было показано, что на лабораторном источнике с помощью многоэлементных пузырьковых линз можно получить 13-кратное увеличение. В работе [2] описан лабораторный микротомограф с применением тех же рентгенооптических элементов, который позволяет получить «рентгеновское» увеличение в 2 – 4 раза.

2.3 Рентгеновская топо-томография

Рентгеновская топография является в настоящее время стандартным методом исследования реальной структуры высокосоввершенных кристаллов. Она объединяет группу дифракционных методов, в которых информация о дефектах извлекается из картин их дифракционного

изображения – топограмм. Рентгеновская топография чувствительна к таким дефектам, которые нарушают периодическое строение кристаллической решетки, смещая ее узлы (атомы) из геометрически правильного положения. К таким дефектам относятся дислокации, включения, границы двойников и др.. Однако рентгеновская топография позволяет получать лишь двумерные сечения распределения дефектов в объеме кристалла.

Метод рентгеновской топо-томографии является одним из новых направлений рентгеновской топографии и позволяет исследовать трехмерное представление внутренней структуры исследуемого объекта. Основная особенность метода заключается в том, что при получении проекционных изображений ось вращения образца **a** выбирается параллельной вектору обратной решетки **G** одной из отражающих плоскостей кристалла (рис. 3). В процессе эксперимента при вращении кристаллического образца на детекторе фиксируются соответствующие Брэгговские отражения (топограммы). При такой схеме сканирования ось вращения гониометра наклонена на угол $\pi/2 - \theta_B$ (где θ_B – угол Брэгга) относительно монохроматического пучка.

Данный метод позволяет проводить анализ структуры даже индивидуальных дислокаций внутри слабопоглощающих монокристаллов [22] при достаточно высоком разрешении.

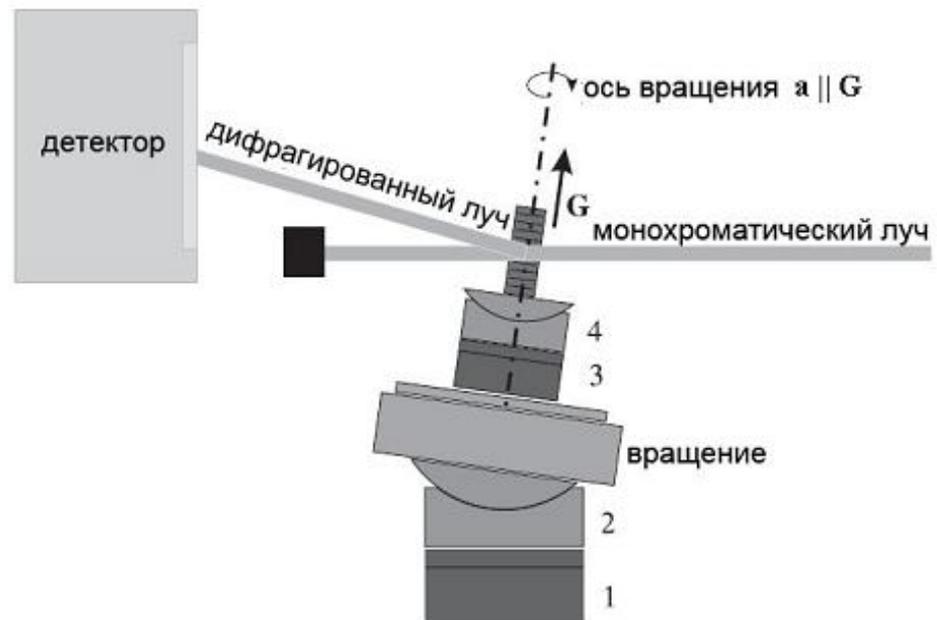


Рис. 3. Схема топо-томографической установки. 1, 2, 3, 4 -датчики угловых перемещений гониометрической головки, обеспечивающие условия эксперимента.

Кристаллические дефекты, такие как дислокации или включения, приводят к изменениям Брэгговского коэффициента отражения. Поэтому из его трехмерного распределения могут быть определены пространственное распределение и геометрические размеры таких дефектов. В этом случае интенсивность отраженного пучка может быть разложена на две части: сигнал от совершенной кристаллической матрицы и дополнительный сигнал, являющийся результатом искажения решетки вокруг кристаллических дефектов.

3. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК И МЕТОДИК ЭКСПЕРИМЕНТА

3.1 Выбор диапазона длин волн рентгеновского излучения

Рассмотрим диапазоны длин волн для рентгеновских исследований.

Большинство рентгеномикроскопических исследований выполняется в так называемом «водяном окне» - диапазоне длин волн 2.2-4.4 нм между К-краями поглощения углерода и кислорода. При этом поглощение в воде на порядок меньше поглощения в биологических (углеродосодержащих) тканях, что и обеспечивает высокий контраст.

Однако, в этом диапазоне глубина проникновения излучения в вещество (например, биологические ткани) не превышает двух десятков микрон, что позволяет исследовать только очень тонкие – специально подготовленные объекты. Кроме того, малая глубина проникновения существенно затрудняет проведение томографических исследований. Поскольку поперечные размеры объекта часто много больше его толщины, возможно получение теневых проекций только в ограниченном интервале углов. Это усложняет процедуру реконструкции и снижает ее точность.

По нашему мнению, для проведения исследования структуры углеродосодержащих объектов с линейными размерами от 0.01-100 мкм, методами рентгеновской микроскопии и микротомографии разумно применять более жесткое, чем соответствующее области водяного окна, рентгеновское излучение. Его длина волны, однако, должна быть больше, чем, например, при дефектоскопии металлов. Этим условиям соответствует излучение в диапазоне 0.25-0.05 нм, обычно применяемое в рентгеноструктурных исследованиях.

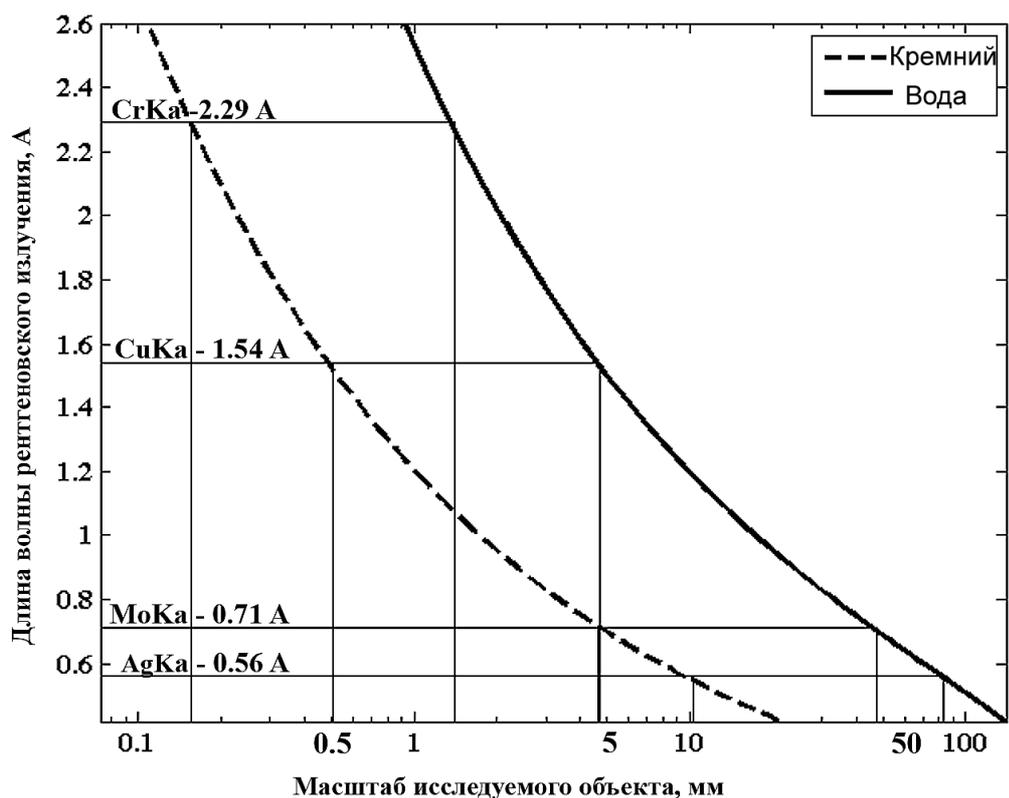


Рис. 4. К выбору оптимальной длины волны рентгеновского излучения в зависимости от материала и размера исследуемого объекта. График построен в предположении, что объект ослабляет рентгеновское излучение в 1000 раз и изображение может быть зафиксировано ПЗС детектором.

Рентгеновское излучение в этом диапазоне длин волн возможно получать при помощи простого и достаточно дешевого источника – рентгеновской трубки. Интервал 0.25-0.05 нм удобен также тем, что выбор различных длин волн (путем смены анода трубки) позволяет получать различную глубину проникновения излучения в вещество (от десятков микрон до десятков миллиметров), и, соответственно, варьировать контраст изображения. Поэтому именно в этом диапазоне и были проведены все исследования, представленные в данной работе.

В названном диапазоне работает использованный нами для исследований лабораторный микротомограф, при помощи которого возможно получить разрешение порядка 10 мкм при поле зрения около 10 мм. В лабораторных условиях наиболее подходящими источниками

являются рентгеновские трубки с анодом из меди ($\text{CuK}\alpha=1.54\text{\AA}$) или хрома ($\text{CrK}\alpha=2.29\text{\AA}$). Ясно, что для исследования объектов, размер которых составляет несколько сантиметров, необходимо выбирать более коротковолновые источники, например молибденовую ($\text{MoK}\alpha=0.71\text{\AA}$) или серебряную трубку ($\text{AgK}\alpha=0.56\text{\AA}$).

3.2 Рентгеновский лабораторный микротомограф

Для проведения исследований методом рентгеновской микротомографии ранее [1], [2], [23] в ИК РАН был разработан лабораторный прибор, схема которого изображена на рис. 5.

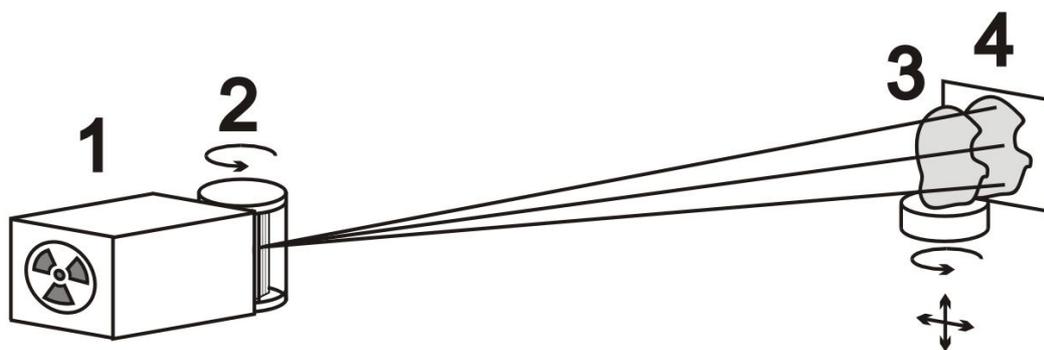


Рис.5. Схема лабораторного микротомографа. 1 - источник рентгеновского излучения; 2 - кристалл монохроматор; 3 - образец, закрепленный на гониометре; 4 – ПЗС-матрица.

Исследуемый образец крепится на гониометре и освещается монохроматическим рентгеновским излучением. Гониометр осуществляет автоматическое вращение образца в диапазоне углов от 0 до 180° таким образом, что каждый раз при повороте на определенный угол происходит проецирование изображения на двумерный детектор, который крепится непосредственно за образцом. С помощью гониометра также можно осуществлять ручную подстройку положения оси вращения, высоту

объекта относительно пучка и его перемещение относительно оси вращения.

В качестве регистрирующей системы в экспериментах был использован детектор для регистрации рентгеновского изображения на базе ПЗС-матрицы (2048×2048 ячеек с размером 13×13 мкм²). При этом на детекторе регистрируется набор теневых проекций исследуемого объекта, снятых при разных углах поворота. По экспериментальным данным с помощью различных методов реконструкции осуществляется восстановление внутренней структуры объекта.

Основным достоинством данного микротомографа является использование в его конструкции кристалла-монокроматора (пиролитического графита), что дает возможность получить количественную оценку величины линейного коэффициента поглощения в исследуемых образцах. Следует отметить, что в большинстве современных микротомографов такая возможность исключена - в них для получения теневых изображений применяется полихроматическое (белое) излучение, что затрудняет интерпретацию полученных значений линейного коэффициента поглощения и усложняет алгоритмы реконструкции.

3.3 Лабораторный микротомограф с использованием асимметричных отражающих кристаллов

Для повышения пространственного разрешения в конструкции лабораторного микротомографа применяются асимметрично срезанные кристаллы. Асимметричный кристалл-монокроматор представляет собой совершенный монокристалл, поверхность которого срезана под углом α к отражающим плоскостям. На рис. 6 схематично показано, как происходит расширение пучка при асимметричном отражении.

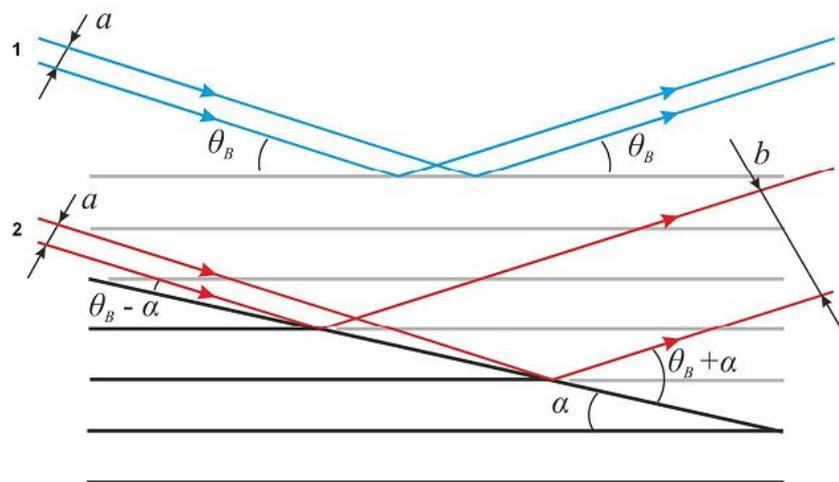


Рис. 6. Формирование отражения от кристалла: 1- симметричный случай; 2- асимметричный случай.

При асимметричном Брэгговском отражении происходит изменение линейных размеров отраженного пучка b по сравнению с падающим a . В рамках геометрической оптики их отношение определяется выражением:

$$\beta = \frac{b}{a} = \frac{\sin(\theta_B + \alpha)}{\sin(\theta_B - \alpha)}, \quad (3.1)$$

где β – коэффициент асимметрии; α – угол между кристаллографической плоскостью и поверхностью кристалла; a – ширина падающего пучка; b – ширина отраженного пучка;

Лабораторный микротомограф с использованием пары асимметрично срезанных кристаллов Si (220) позволяет получить увеличение ~ 15 раз на излучении $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) [24]. Схема экспериментальной установки представлена на рис. 7.

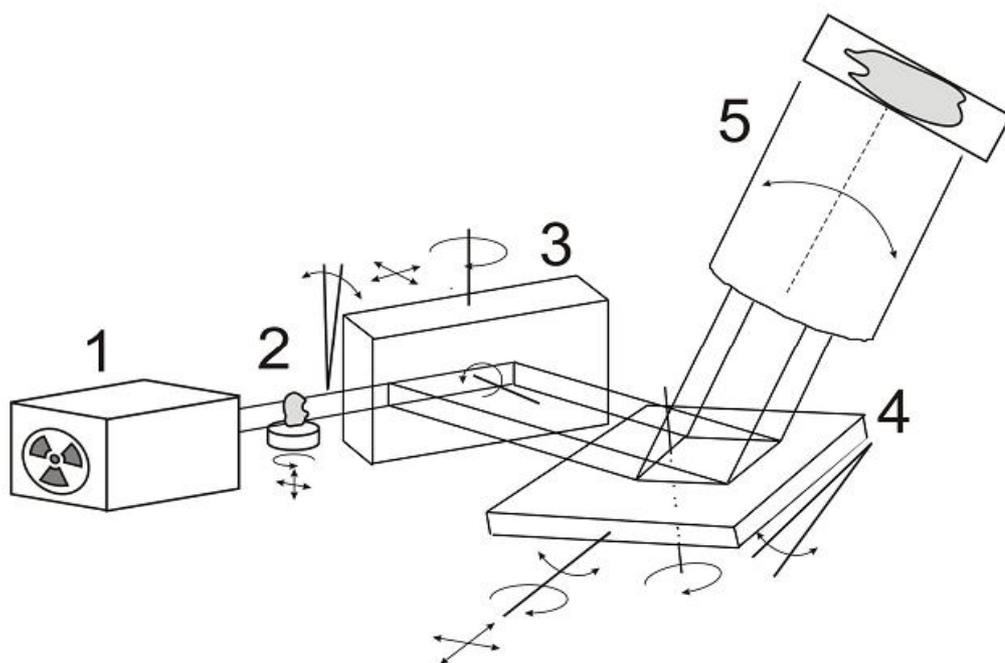


Рис. 7. Схема лабораторного увеличивающего микротомографа. 1 - источник, 2 - исследуемый объект на гониометрической головке, 3, 4 - асимметрично срезанные кристаллы монохроматоры, 5 - двумерный детектор (ПЗС-матрица).

Источник излучения располагался в 60 см от первого отражающего кристалла. Для того чтобы получить качественное увеличенное изображение при разумном времени эксперимента, был выбран коэффициент асимметрии $\beta=20$. Угол среза кристалла кремния (Si) относительно кристаллографической плоскости (220) составил $21^{\circ}38'$. Угол падения излучения на поверхность кристалла соответствующий максимуму Брэгговского отражения равен $2^{\circ}2'$, а угол выхода отраженного излучения $45^{\circ}17'$.

Юстировка увеличивающей оптической схемы осуществляется в несколько этапов. Сначала устанавливается первый кристалл, и производится его настройка на максимум интенсивности отраженного пучка. Т.о. мы получаем пучок, увеличенный в β раз в одном направлении. Далее производится настройка второго кристалла таким образом, чтобы интенсивность отражённого излучения была максимальна. Заметим, что

эту юстировку, ввиду очень малого потока рентгеновских квантов (~ 3000 квантов/(сек \times мм²)), можно проводить лишь посредством сцинтилляционного детектора.



Рис. 8. Фотография блока увеличивающих кристаллов, коллиматора и гониометрической головки.

3.4 Получение дифракционных изображений. Топо-томография

На рис. 9 представлена схема микротомографа [25], модифицированного для реализации метода топо-томографии в лабораторных условиях.

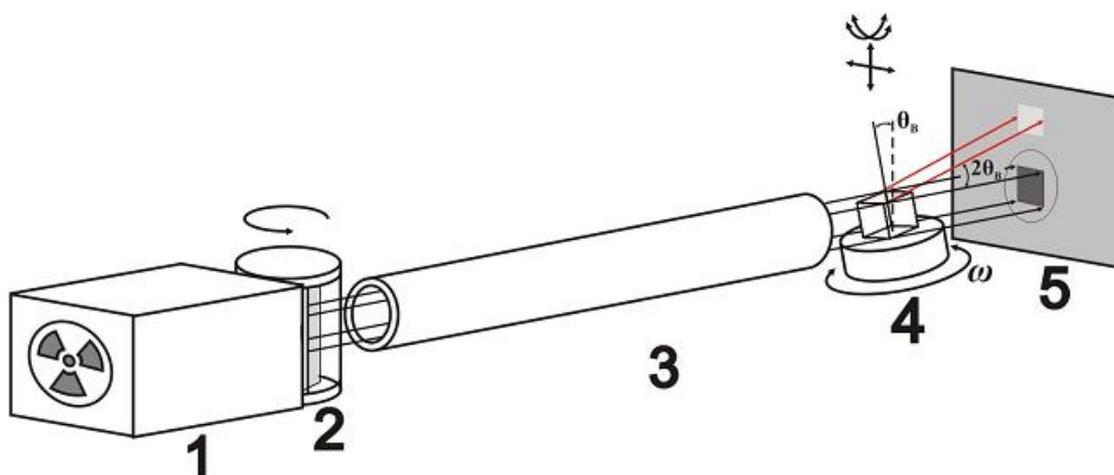


Рис. 9. Схема экспериментальной установки для топо-томографии. 1 – источник рентгеновского излучения; 2 – блок кристалла-монокроматора; 3 – коллиматор; 4 – образец, закрепленный на гониометрической головке; 5 – ПЗС-матрица.

Как отмечалось ранее, отличительной особенностью метода топо-томографии является обеспечение наклона оси вращения образца по отношению к падающему рентгеновскому пучку на соответствующий угол $\pi/2 - \theta_B$ (где θ_B – угол Брэгга). Для этого в конструкции прибора используется гониометр, удовлетворяющий этому условию, с точностью поворота ~ 10 угл. сек. Кроме того, прецизионная юстировка оси вращения исследуемого объекта для выполнения условий Брэгга во всем интервале углов поворота осуществляется с использованием гониометрической головки. Отметим также возможность проведения экспериментов с применением кристалла-монокроматора так и без него. В первом случае это позволяет проводить обычные томографические эксперименты, а во втором – сравнительный анализ получаемых экспериментальных данных с методом проекционной топографии Ланга.

При проведении экспериментов данным методом актуален вопрос выбора образцов для исследования. В используемом нами диапазоне длин волн $0.5 - 2.3 \text{ \AA}$, изучаемый кристалл должен обладать величиной $\mu t \leq 1$

(μ - линейный коэффициент поглощения, t - толщина кристалла). С учетом геометрии эксперимента и, в особенности, линейных размеров детектора в исследуемом образце должны присутствовать кристаллографические плоскости, для которых угол Брэгга составляет не более 10° . Следует отметить, что, несмотря на различие описанных рентгенооптических схем, любая из них при необходимости может быть реализована на использованном нами микротомографе.

4. МИКРОТОМОГРАФИЯ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ И ОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. ТОПО-ТОМОГРАФИЯ КРИСТАЛЛОВ.

4.1 Выбор объектов исследования

Выбор объектов исследования в настоящей работе определялся двумя различными обстоятельствами. С одной стороны каждый из исследованных объектов интересен и имеет практическое значение и сам по себе. Об этом будет написано ниже в разделах, предваряющих описание соответствующих экспериментов. Однако с методической точки зрения важно, что в каждом из трех рассматриваемых случаев нам приходилось использовать одну из трех, описанных в предыдущей главе, экспериментальных схем. Стало быть, все проделанное исследование демонстрирует и экспериментальные возможности нашего прибора в целом.

4.2 Биологические применения микротомографа

В настоящей работе, главным образом, исследовалась внутренняя структура костной ткани позвоночных. Интерес представляет как пространственное распределение коэффициента поглощения рентгеновского излучения, так и распределение элементного состава внутри костной ткани, поскольку эти вопросы мало изучены до настоящего времени.

4.2.1 Возможность исследования пространственного распределения элементов в лабораторных условиях

Проведем анализ некоторых аспектов использования абсорбционной микротомографии для выделения областей, различающихся по химическому составу.

Как было указано ранее, при использовании монохроматического излучения микротомография позволяет получить информацию о трехмерной структуре линейного коэффициента поглощения на конкретной длине волны. Проводя томографические измерения на разных длинах волн, мы получаем возможность локализовать области, в которых элементный состав отличается от состава в других областях.

Поглощение монохроматического рентгеновского излучения в однородном по составу и плотности образце описывается следующим образом:

$$I=I_0\exp(-\mu d), \quad (4.1)$$

где I_0 интенсивность падающего излучения, I - интенсивность после прохождения через объект, μ - линейный коэффициент ослабления рентгеновского излучения, d – толщина исследуемого образца.

Отметим, что в широком диапазоне энергий рентгеновского излучения энергетическая зависимость коэффициента поглощения в полосах между скачками поглощения может быть приблизительно аппроксимирована гладкой функцией:

$$\frac{\mu}{\rho} \approx Z^3 \lambda^3 \quad (4.2)$$

В случае если объем неоднороден, линейный коэффициент поглощения равен сумме вкладов составляющих объема:

$$\mu = \sum_i \mu_i = \sum_i \mu'_i \rho_i, \quad (4.3)$$

где μ'_i – массовый коэффициент ослабления i -ого элемента, ρ_i – плотность i -ого элемента.

Рассмотрим без ограничения общности модельный объект, состоящий из двух химических элементов. Пусть плотности этих элементов в точках A и B равны соответственно ρ_i^A и ρ_i^B , $i=1,2$. Тогда поглощение в этих точках $\mu^{A,B} = \mu_1^{A,B} \rho_1^{A,B} + \mu_2^{A,B} \rho_2^{A,B}$.

Контраст поглощений между этими точками будет равен

$$K = \frac{\mu^A}{\mu^B} = \frac{\mu_1 \rho_1^A + \mu_2 \rho_2^A}{\mu_1 \rho_1^B + \mu_2 \rho_2^B} . \quad (4.4)$$

Если элементы расположены равномерно по объекту, т.е. если $\rho_i^A = \rho_i^B = \rho_i$, то выражение (4.5) превращается в

$$K = \frac{\mu^A}{\mu^B} = \frac{\mu_1 \rho_1 + \mu_2 \rho_2}{\mu_1 \rho_1 + \mu_2 \rho_2} = 1 . \quad (4.5)$$

Следует заметить, что это соотношение не зависит от длины волны падающего излучения. Таким образом, если элементный состав распределен по исследуемому образцу равномерно, то контраст в поглощении рентгеновского излучения будет постоянен.

Если же соотношение плотностей химических элементов изменяется от точки к точке, то соотношение контрастов между этими точками при разных энергиях падающего излучения будет разное.

Пусть K_1 и K_2 – коэффициенты из соотношения (4.5) при измеряемых длинах волн λ_1 и λ_2 соответственно. Тогда, учитывая, что плотность вещества не зависит от длины волны падающего излучения, получаем:

$$\frac{K_1}{K_2} = \frac{(\mu_1^1 \rho_1^A + \mu_2^1 \rho_2^A)(\mu_1^2 \rho_1^B + \mu_2^2 \rho_2^B)}{(\mu_1^1 \rho_1^B + \mu_2^1 \rho_2^B)(\mu_1^2 \rho_1^A + \mu_2^2 \rho_2^A)}, \quad (4.6)$$

Соотношение (4.6) не будет равно единице при $\rho_1 \neq \rho_2$ в точках A и B .

Таким образом, проводя томографические исследования на разных длинах волн и вычисляя контраст между различными областями образца, мы можем локализовать области, в которых химические элементы расположены неравномерно. Более того, исследование пространственного распределения химических элементов возможно при сочетании методов рентгеновской микротомографии и рентгенофлуоресцентного анализа.

В дальнейшем можно исследовать методом рентгенофлуоресцентного анализа только эти области, что позволит существенно сократить время проведения измерений.

4.2.2 Исследование структурной организации костной ткани геккона *Chondrodactylus turneri*

Ранее, в многолетних исследованиях было показано, что длительное нахождение позвоночных в условиях микрогравитации (невесомости) может стать причиной деминерализация костной ткани [26]. В последние годы стала активно разрабатываться проблема существования реакции опоры. Предполагается, что при наличии нагрузки на опорный аппарат, деминерализация костной ткани не наступает, или наступает в значительно меньшей степени. Для проверки этого тезиса на лабораторных животных, в качестве образцов для исследования были выбраны кости проксимальных хвостовых позвонков хрящепалых гекконов *Chondrodactylus turneri*, побывавших в космосе и находившихся на Земле.

Гекконы являются единственной группой лабораторных животных, которые в состоянии фиксироваться на любой поверхности (при помощи огромного числа микроскопических крючков, которыми покрыты подушечки их лап) и, тем самым, обеспечивать нагрузку на опорно-двигательный аппарат. Хвост у хрящепалых гекконов не является

хватательным и редко используется для опоры при передвижении. Поэтому испытываемые им механические нагрузки можно считать пренебрежимо малыми. Таким образом, в свете имеющихся данных [26] представляло интерес исследование именно хвостовых позвонков хрящепалых гекконов с целью выявления возможной деминерализации или ее отсутствия. Исследовано четыре образца: S3-M2 и F3-M2 из эксперимента M2 и образцы S1-M3 и F1-M3 из эксперимента M3 (F – полетная группа, S – отложенный синхронный контроль, M2 – спутник «ФОТОН-М» № 2, а M3 – «ФОТОН-М» № 3). Характерные размеры этих объектов не превышали нескольких миллиметров.

Томографические исследования объемной структуры образцов костной ткани животных, побывавших в условиях микрогравитации, были выполнены на лабораторном рентгеновском микротомографе в ИК РАН [27], описанном ранее в п. 3.3. И на синхротронных станциях «Медиана» и «РТ-МТ» [28] НИЦ «Курчатовский институт». Лабораторный томограф ранее был использован для исследования других костных материалов [26]. Типичные результаты восстановления внутренней структуры образцов представлены на рис. 10.

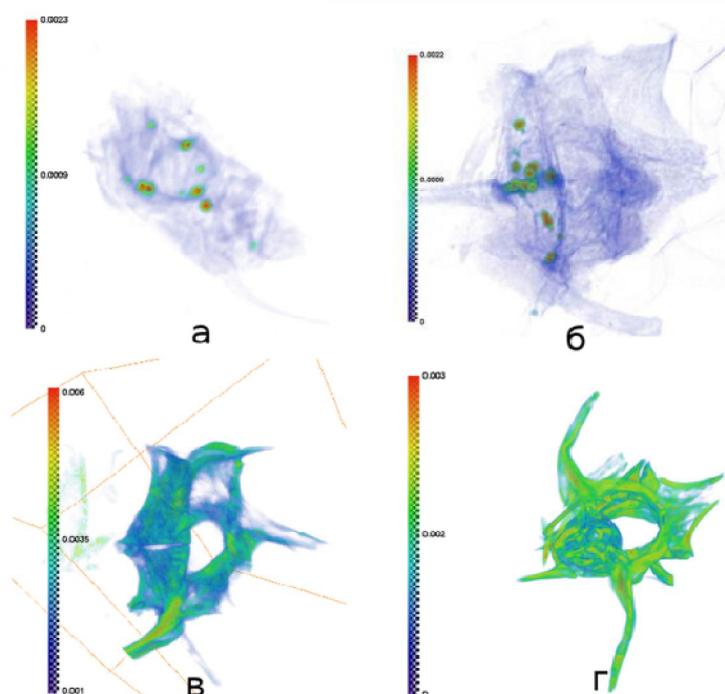


Рис. 10. Томографическая реконструкция позвонков геккона: а) образец F2-M2, б) образец S2-M2, в) образец F1-M3, г) образец S3-M3

Исследования проводились на различных энергиях рентгеновского излучения (5.4, 8.0 и 12.0 кэВ). Обнаружено существенно уменьшение (в 3–5 раз) коэффициента поглощения рентгеновского излучения в образцах группы M2 по сравнению с образцами группы M3. Это может говорить о том, что фиксация образцов после полета в космос проводилась в растворах, по-разному влияющих на структуру образцов. Уменьшение среднего коэффициента поглощения на образцах группы M2 позволило однако обнаружить в них области, поглощающие существенно сильнее остальной костной ткани (рис. 11). Это может говорить о том, что именно в этих областях (расположенных ближе к центральному каналу позвонка) локализованы тяжелые элементы. Кроме того результаты экспериментов показывают, что на периферийных участках исследуемых образцов не содержится элементов с атомным номером более 20 (что соответствует атомам кальция) или их концентрация меньше чувствительности метода,

поскольку поглощение рентгеновского излучения здесь меняется пропорционально его длине волны.

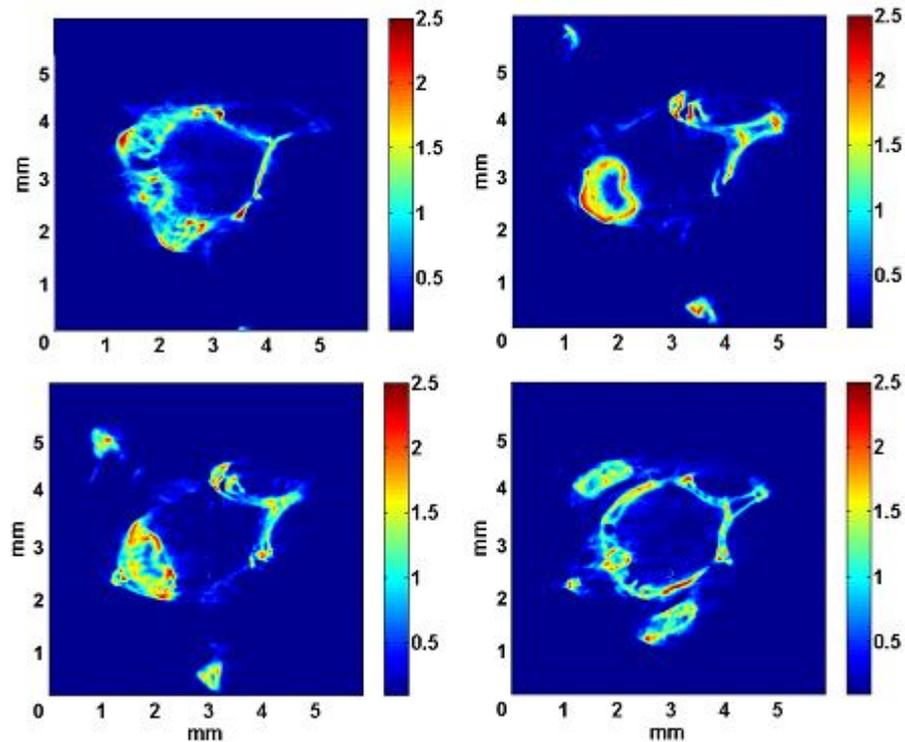


Рис 11. Поперечные сечения позвоночника геккона *Chondrodactylus turneri*.

В проведенной работе [29] результаты рентгеновской микротомографии сопоставлялись с результатами рентгенофлуоресцентного анализа и данными растровой электронной микроскопии. Установлено, что в зависимости от условий эксперимента и способов приготовления препаратов поглощающая плотность названных позвонков может заметно меняться. Выявлены области повышенной плотности, расположенные ближе к центральному каналу позвонка. Следует отметить, что соотношение поглощений на разных участках костной ткани изменяется при варьировании длины волны зондирующего рентгеновского излучения. Это косвенно указывает на неравномерность распределения элементного состава в объеме костей. В этом смысле

установлена корреляция данных рентгенофлуоресцентного анализа с результатами рентгеновской микротомографии.

По данным рентгенофлуоресцентного анализа впервые установлен факт наличия в данных структурах ряда тяжелых элементов (Fe, Ni, Cu, Zn, Br, Sr) и выявлена неравномерность их распределения. Сопоставление данных электронной микроскопии и рентгено-флуоресцентного анализа показывают, что эти элементы расположены в глубине костной ткани (явно глубже, чем на расстоянии 10 мкм от ее поверхности), что также соответствует результатам рентгеновской микротомографии.

4.2.3 Исследование костной ткани кистей верхних конечностей эмбрионов человека

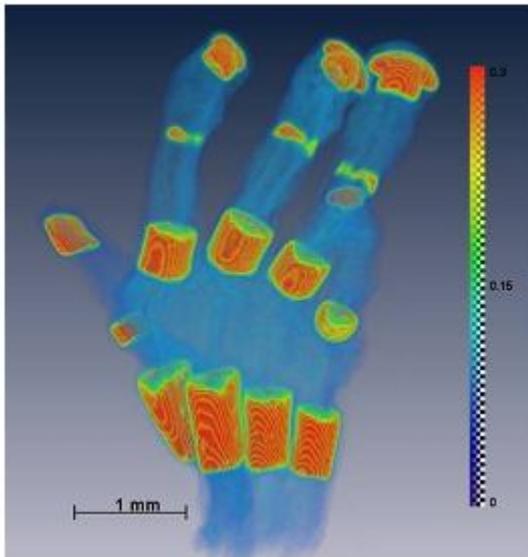
Изложенные в предыдущем разделе результаты приводят к вопросу о том, является ли неравномерность распределения элементного состава в костной ткани особенностью лишь рассмотренных костей гекконов, либо наблюдается и в элементах скелета иных позвоночных.

В этой связи наш лабораторный микротомограф был применен также для исследования костной ткани кистей верхних конечностей эмбрионов человека. Основной интерес здесь представляет анализ формирования первичных очагов кальцификации элементов скелета. Локализация очагов закладок скелета кисти до настоящего времени неизвестна. До сих пор нет ответа на принципиальный вопрос о существовании множества зон первичного отложения кальция или одной первичной области. Высказывалось предположение, что существуют автономные очаги оссификации (формирования) для каждого из пальцев, пястья и запястья. Биохимические события, соответствующие этим явлениям пока неизвестны. [30]

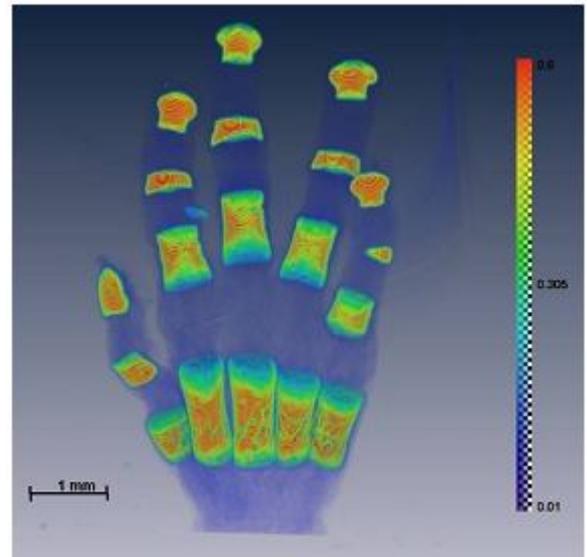
В цель работы входило выявление пространственного распределения очагов первичного отложения кальция и сопутствующих элементов в кистях эмбрионов. Были проведены исследования кистей верхних конечностей эмбрионов человека (11-18 недели) для определения вариации состава в зависимости от возраста образцов. Характерные размеры объектов несколько миллиметров.

Рентгеновские микротомографические исследования проводились на микротомографе в ИК РАН, описанном в п. 3.3, и на синхротронной станции «РТ-МТ» в КЦ СИ при энергиях 8, 17.5 и 20 КэВ (что соответствует длинам волн 1.54, 0.71 и 0.5 Å). Один из образцов исследовался также на рентгеновском микротомографе Xradia VersaXRM-500 [31] при ускоряющем напряжении 60 КэВ и пространственном разрешении ~2 мкм. В последнем случае широкий спектр излучения не позволял получить истинное значение линейного коэффициента поглощения μ , однако обеспечивалась высокая степень детализации изучаемого объекта.

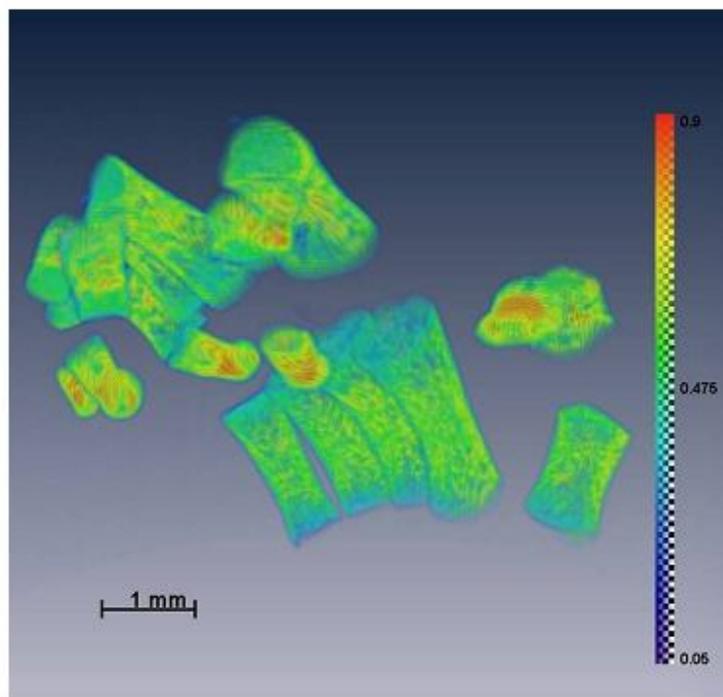
Типичные результаты реконструкции объектов на разных этапах развития представлены на рис. 12.



а)



б)



в)

Рис. 12. Результаты реконструкции 3-х кистей конечности человека с 11 по 16 недели. Длина волны рентгеновского излучения $\lambda = 0.5 \text{ \AA}$.

А на рис.13 представлены результаты реконструкции одного и того же объекта на различных длинах волн.

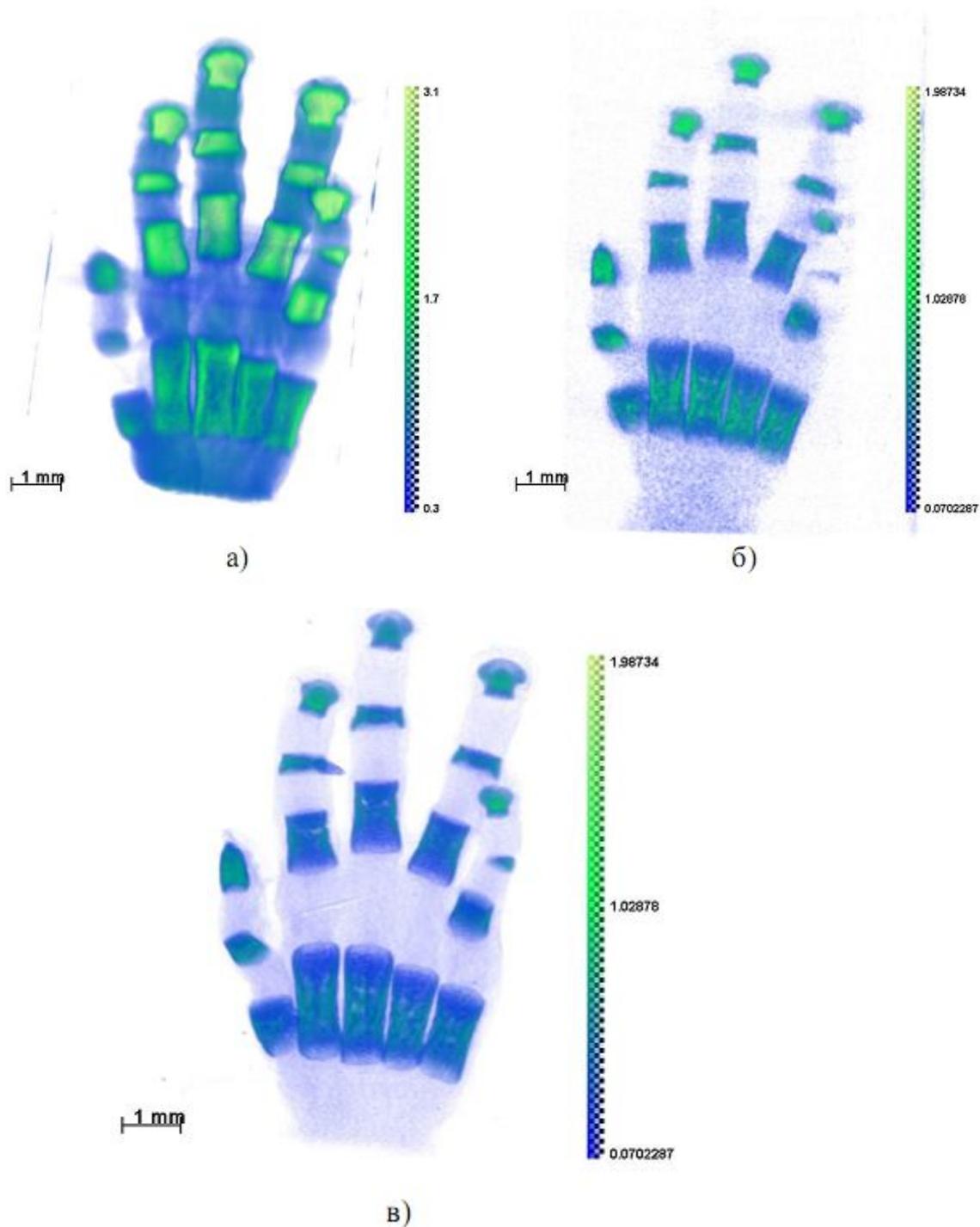
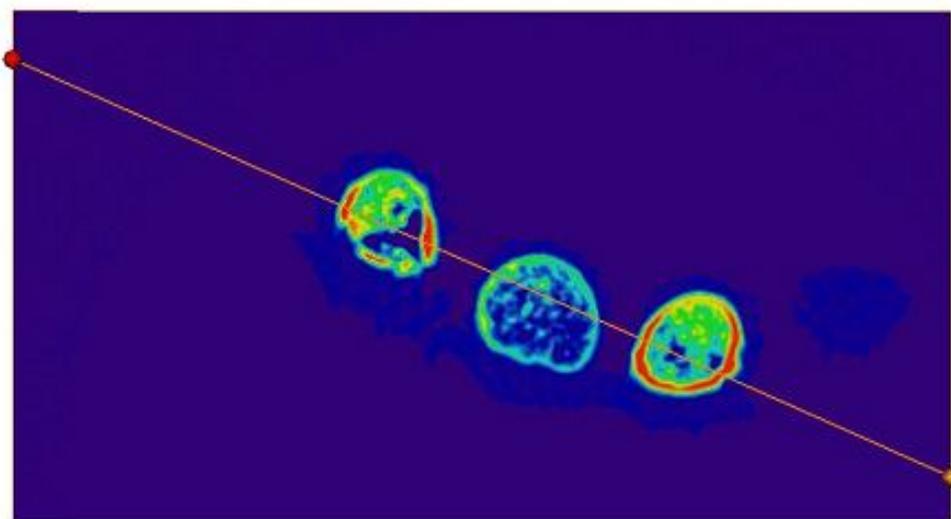


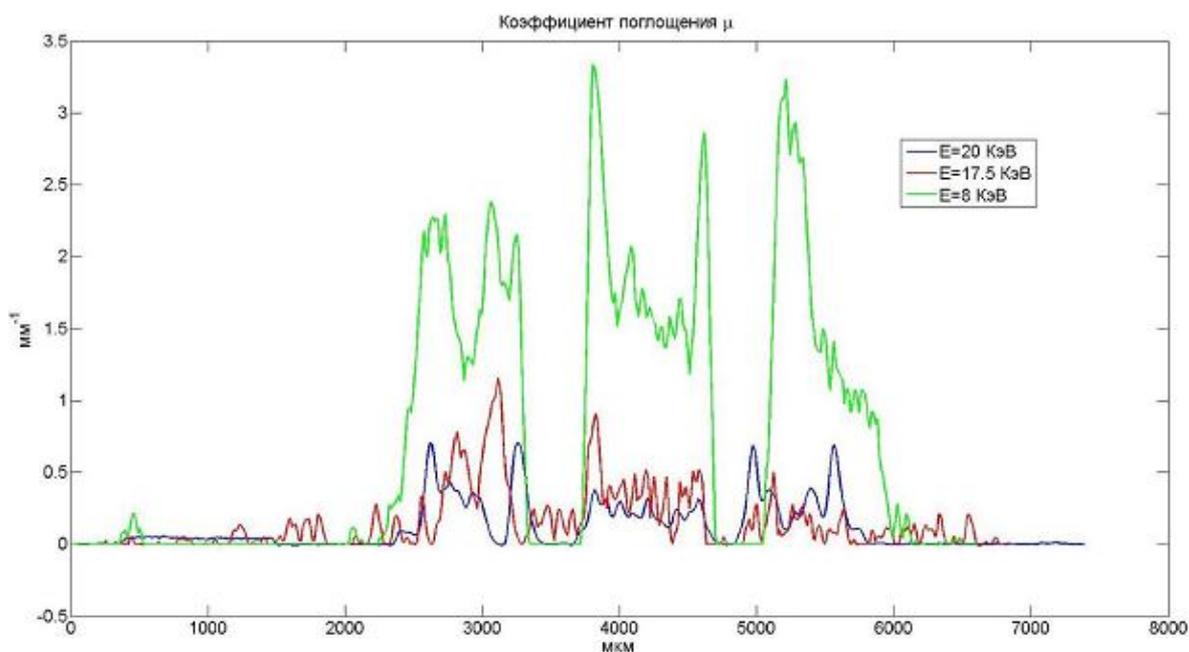
Рис. 13. Проекция реконструкции кисти конечности с использованием трех различных длин волн рентгеновского излучения: а) $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$, б) $\lambda = 0.71 \text{ \AA}$, в) $\lambda = 0.5 \text{ \AA}$.

Этот рисунок иллюстрирует значительные изменения поглощающего контраста при смене длины волны зондирующего излучения.

На рис. 14 представлено сечение одного из объектов и соотношение поглощений в нем на разных длинах волн. Мы видим (рис. 14б), что при изменении длины волны в различных частях костной ткани поглощение меняется не пропорционально. Это, по всей видимости, свидетельствует о том, что сильнопоглощающие элементы (с большим атомным номером) сосредоточены в наиболее плотных участках костной ткани.



a)



б)

Рис. 14. Одно из томографических сечений образца костной ткани кисти эмбриона и соотношение поглощений на разных длинах волн.

Наши данные дополнены аналогичными данными, полученными на курчатовском специализированном источнике синхротронного излучения. В результате сравнительных экспериментов, на различных источниках рентгеновского излучения, было установлено, что для полноценного анализа дифференцирующихся биологических тканей необходимо использовать несколько длин волн, которые позволяют получать различную детализацию объектов, различающихся по величине поглощения рентгеновского излучения.

Как было указано ранее, особый интерес представляет анализ динамики развития кисти конечности человека в областях, лежащих между зонами первичной оссификации (формирования костей). Изучение 3D реконструкций позволило установить, что вне зон формирования внеклеточного матрикса существуют ранее неизвестные образования

прогнозирующие направление дифференцировки остеобластов (клеток кости, синтезирующих межклеточное вещество) (Рис. 15).



Рис. 15. Проекция ладони человеческого эмбриона

Полученные данные позволили установить как особенности отложения внеклеточных элементов матрикса хряща и кости, так и концентрацию кальция и фосфора в неоссифицируемых участках растущей кисти. Было установлено, что с 11-й по 14-ю недели внутриутробного развития в 3-х дистальных (более отдалённых от центра тела) фалангах пальцев кисти начинается независимое накопление внеклеточных элементов матрикса (кальций и фосфор). Эти данные опровергают гипотезу о существовании общего очага первичного накопления кальция в кисти руки. Автономные зоны накопления кальция были обнаружены не только в отдельных пальцах, но и в каждой из исследованных фаланг, что подтверждает эволюционную гипотезу компилятивного формирования конечности из нескольких ранее дифференцированных элементов скелета.

Наиболее интересным фактом, обнаруженным при исследовании первичной оссификации кисти, можно считать выявленные зоны высокой плотности кальция в самых дистальных фалангах пальцев кисти.

4.3 Рентгеновское томографическое исследование структуры битуминозных песков

Исследование структуры битуминозных песков с высоким пространственным разрешением становится чрезвычайно актуальным. До последнего времени наибольшую часть в нефтедобыче составляли ресурсы традиционных месторождений со значительным содержанием легких углеводородов. При использовании в нефтетехнологических процессах легких неструктурированных нефтей не возникало особой необходимости анализа внутреннего строения. На современном этапе развития нефтяной индустрии происходит переориентация на использование тяжелых структурированных нефтей и важнейшей является проблема эффективной разработки месторождений с трудно извлекаемыми запасами. В связи с этим активно проводятся исследования по разработке технологии выделения нефти из битуминозных песков применением процессов термической переработки, экстракции и гидропереработки с целью получения ценных нефтепродуктов [32].

Объектом исследования был фрагмент битумосодержащей породы нефтяных песков из Канады. Характерный размер одной песчинки с нефтяным покрытием не превышал одного миллиметра.

Эксперименты проводились на лабораторном микротомографе с применением рентгенооптических элементов, описанном в п. 3.4. В качестве источника использовалась рентгеновская трубка $\text{CuK}\alpha$ (размер фокуса 1×1 мм). Увеличение достигалось применением двух асимметрично срезанных кристаллов (Si). Такая схема, как было описано выше, позволяет

более детально выявить особенности строения объектов (в данном случае битуминозных песков) с высоким пространственным разрешением ~ 1 мкм. На рис. 16 представлена трехмерная реконструкция исследованного образца битумосодержащей породы.

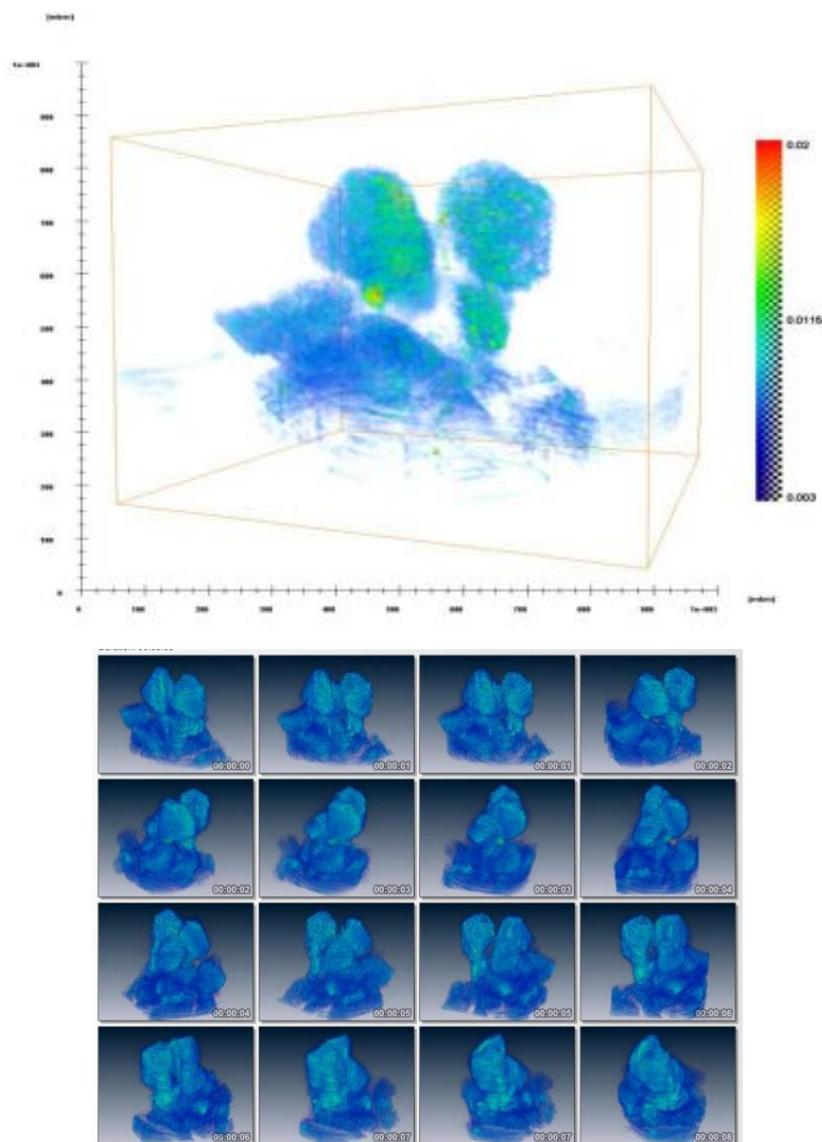


Рис.16. Восстановленная трехмерная структура исследованного образца.

Результаты реконструкции позволяют выявить слабо и сильно поглощающие области исследуемого объекта. Объемное изображение, полученное методом рентгеновской томографии, иллюстрирует структуру

нефтяного песка. Видно, что внутри образца присутствуют более плотные включения размером >50 мкм.

В составе нефтяного песка выделяются плотные частицы с линейным коэффициентом поглощения $6,2 - 8,4 \text{ мм}^{-1}$, совпадающим с теоретическим значением $7,6 \text{ мм}^{-1}$ для SiO_2 . Интерпретация экспериментальных данных менее плотной среды требует дальнейших исследований в связи со сложным составом смесей органических соединений нефтяные системы.

На рис. 17. представлено сечение образца. Шкала по осям X и Y в микронах. Цветовая шкала - логарифм ослабления рентгеновского излучения.

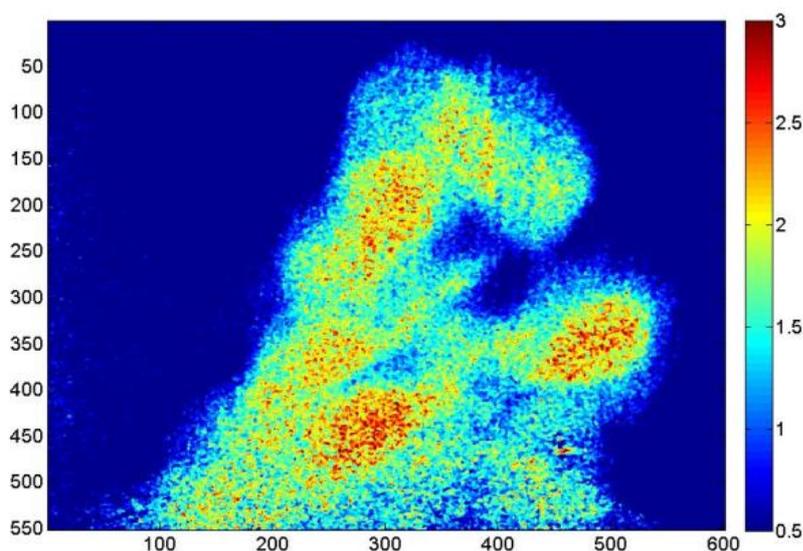


Рис.17. Результаты реконструкции по томографическим данным: сечение с содержащимися внутри включениями

Из литературы известно, что битум из канадских нефтяных песков содержит следующие элементы: S-3,80%, N-0,6%, Fe - 0,044%, V - 0,02%, Ni - 0,006%. Органические соединения, содержащиеся в естественной нефти и битуме, могут образовывать металлоорганические соединения, так называемые порфирины: с ванадием (V) - порфирины ванадия, так же как с кобальтом (Co), никелем (Ni) и некоторыми другими металлами.

Обнаружение таких металлоорганических комплексов может стать дальнейшей задачей наших экспериментов.

Однако уже полученные нами результаты [33] однозначно демонстрируют возможность проведения микротомографических исследований нефтяных песков с целью выявления в них структурных неоднородностей. Нам удалось отделить области, содержащие двуокись кремния от собственно нефтяного слоя.

4.4 Эксперименты по топо-томографии. Исследование монокристаллического кремния

В настоящей работе методом рентгеновской топо-томографии был исследован монокристалл кремния. Кремний является одним из основных материалов микроэлектроники. С начала выращивания монокристаллов полупроводников его структура изучалась топографическими методами, что сыграло заметную роль в становлении и развитии материаловедения кремния [34]. Однако, как было указано выше, топографические методы позволяют получать лишь двумерные сечения распределения дефектов в объеме кристалла. Исследование трехмерного строения дефектных областей кремния позволит улучшить технологии создания приборов на его основе.

Монокристаллический кремний удобен для проведения экспериментов, так как обладает низким поглощением рентгеновских лучей, его линейный коэффициент поглощения составляет $1,44 \text{ мм}^{-1}$ на длине волны $\lambda = 0,71 \text{ \AA}$. Кроме того в кристаллах кремния присутствуют кристаллографические плоскости, для которых угол Брэгга не более 10° .

Образец (столбик) был вырезан из пластины кремния (100) толщиной 0,65 мм (рис.18а). Одна ее сторона – полированная, другая -

шлифованная и травленая. Резка производилась алмазным диском. На рис.18б представлена ориентировка граней исследуемого кристалла.

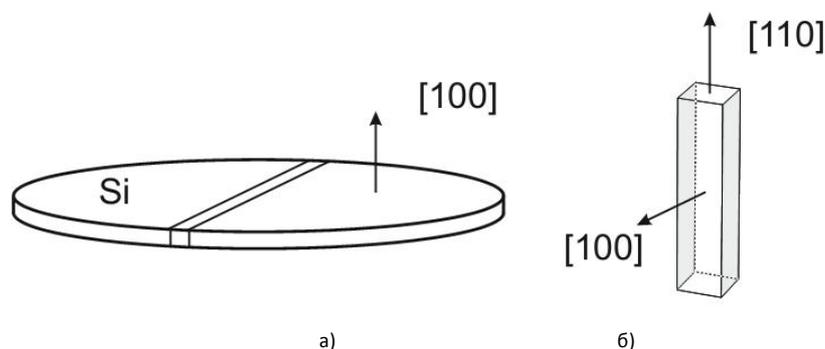


Рис.18. Кристаллографическая ориентация исходной пластины (а) и образца (б).

Эксперименты проводились на лабораторном микротомографе, описанном ранее в п. 3.5. Исследуемый кристалл крепился на гониометре и освещался монохроматическим рентгеновским излучением с возбужденной $K\alpha_1$ линией молибдена ($\lambda = 0.71 \text{ \AA}$). В качестве монохроматора использовался пиролитический графит ($20 \times 10 \times 2 \text{ мм}^3$, параметр мозаичности $1,7^\circ \pm 0,5^\circ$). Ось вращения гониометра была настроена параллельно вектору обратной решетки плоскости (110), т. е. наклонена относительно пучка на угол $\pi/2 - \theta_B$ (где $\theta_B = 10.66^\circ$ - угол Брэгга). Каждый раз при повороте гониометрической головки (с шагом 2°) на двумерном детекторе регистрировались отражения второго порядка. По сравнению с обычной абсорбционной томографией проекции, полученные при 0° и 180° , не являются идентичными. Поэтому автоматическое вращение образца осуществлялось в диапазоне углов от 0° до 360° . Время экспозиции одного кадра составило 100 сек.. При этом расстояние монохроматор – образец составляло 750 мм, а расстояние образец – детектор – 25 мм, ширина выходной щели перед образцом – 5 мм.

В процессе проведения эксперимента, ввиду высокой угловой расходимости ($\sim 10^3$ угл. сек.) зондирующего излучения и/или его

недостаточной монохроматизации, при определенных углах поворота кристалла на детекторе, кроме отражения (220), регистрировались дополнительные рефлекссы (рис. 19).

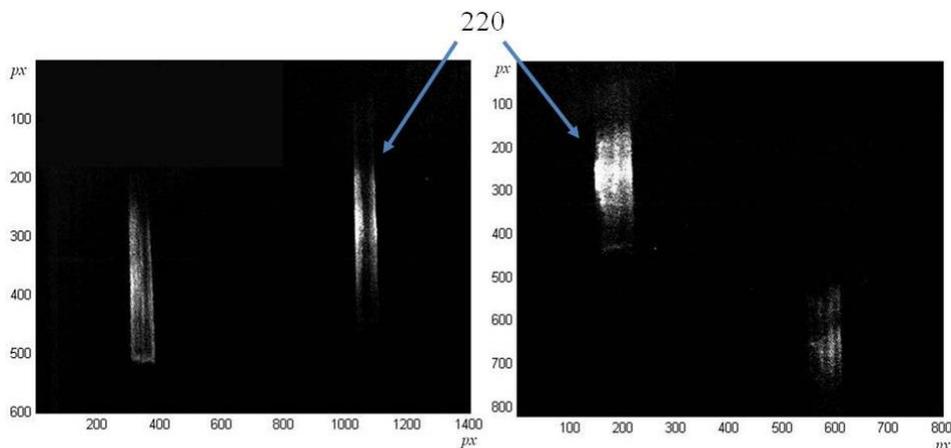


Рис.19. Отражения помимо (220), зарегистрированные при различных углах поворота кристалла: 54° (слева) и 212° (справа). Масштаб изображений представлен в пикселях (px) детектора: 1 px соответствует 13 мкм.

Индицирование этих отражений проводилось на основании рассчитанных по экспериментальным данным углов между плоскостью (110) и плоскостями, создавшими зарегистрированные рефлекссы. Кроме того, поскольку кристаллическая решётка кремния кубическая гранецентрированная типа алмаза, можно, с использованием квадратичной формы для кубической сингонии, рассчитать индексы интерференции (HKL), соответствующие порядку отражения:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (H^2 + K^2 + L^2), \quad (4.7)$$

где λ – длина волны используемого излучения, в нашем случае расчет приведен для $\lambda = 0.071$ нм; (HKL) – индексы интерференции; θ - угол Брэгга [35].

На рис. 20 представлены все, зафиксированные при различных углах поворотах образца, рефлекссы и рассчитанные наиболее вероятные индексы отражений (табл. 1).

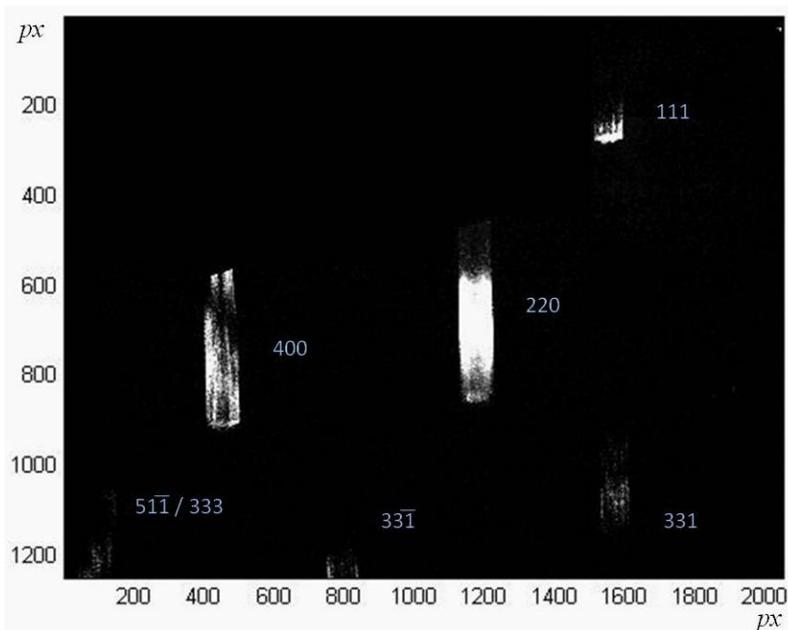


Рис.20. Зафиксированные рефлекссы и соответствующие индексы интерференции.
 Масштаб изображения представлен в пикселях (px) детектора:
 1 px соответствует 13 мкм.

Таблица 1

Расчитанные индексы интерференции рефлекссов и углы поворота кристалла

НКЛ	111	331	$3\bar{3}1$	400	$5\bar{1}1/333$
Угол поворота кристалла (ω)	2°	32°	156°	54°	22°
	182°	34°	158°	124°	132°
		212°	336°	234°	202°
		214°	338°	304°	312°

Отметим, что возникновение дополнительных рефлекссов в случае многоволновой дифракции может оказать влияние на интенсивность искомого отражения (220) и, тем самым, затруднить восстановление трехмерной структуры объекта по дифракционным данным. Для проверки этой возможности нами была рассчитана интегральная интенсивность отражения (220) в зависимости от угла поворота кристалла (рис. 21).

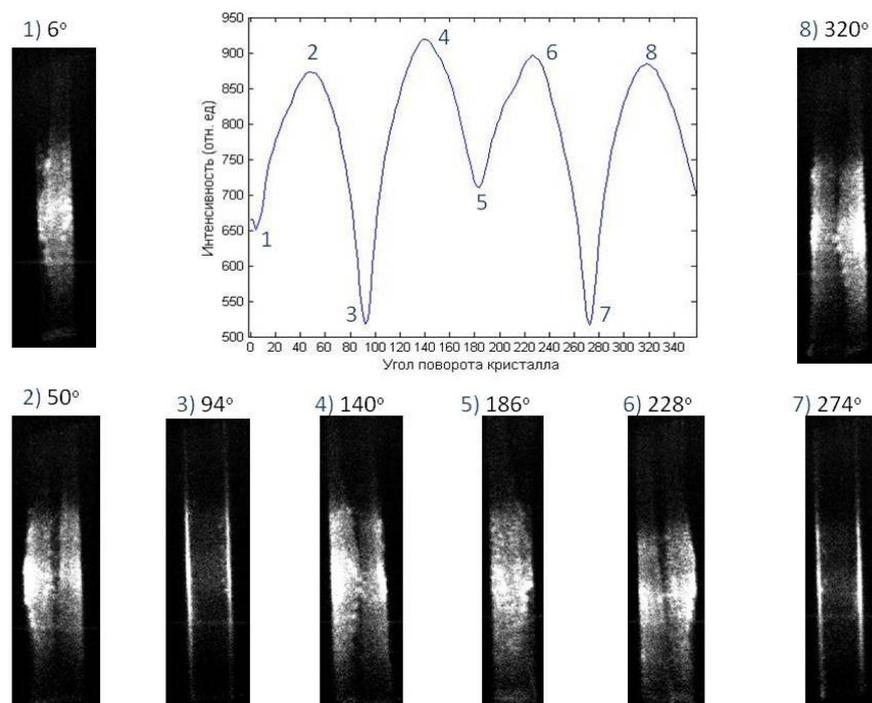


Рис.21. Интенсивность области рефлекса (220) в зависимости от угла поворота кристалла. Приведены топограммы, соответствующие максимумам и минимумам интенсивности.

На приведенных топограммах видно, что отражение идет в основном от боковых срезанных граней, положение которых и определяет максимумы и минимумы интенсивности на рис. 21 и не связано с наличием дополнительных рефлексов.

Зависимость интегральной интенсивности от угла поворота кристалла для зарегистрированных отражений представлена на рис. 22. Возникновение пиков на данном графике соответствует значениям углов поворота кристалла, при которых были зарегистрированы дополнительные рефлексы. Таким образом, появление других отражений не влияет на интенсивность отражения (220).

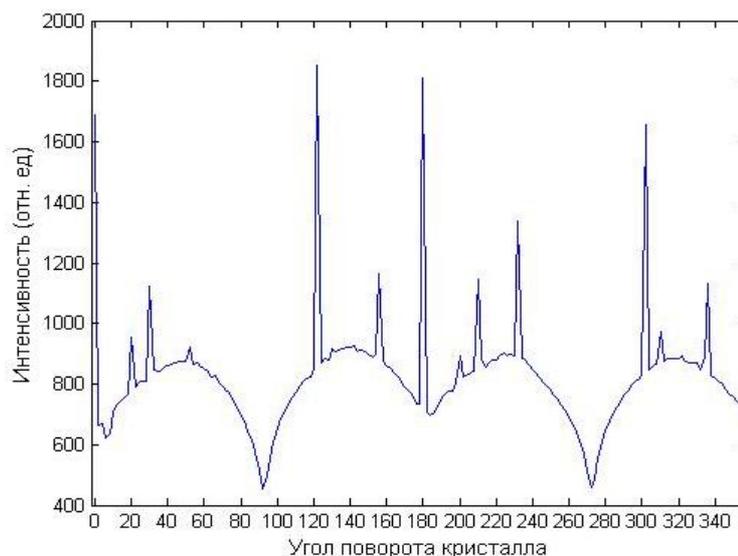


Рис.22. Зависимость интегральной интенсивности от угла поворота кристалла для зарегистрированных отражений.

В результате была выполнена реконструкция трехмерной структуры кристалла кремния по проекционным данным отражения (220) (рис. 23). Трехмерная реконструкция образца по набору брэгговских рефлексов производилась с применением модифицированного алгоритма восстановления Simultaneous Algebraic Reconstruction Technique (SART). В модели учтено, что эти рефлексы являются изображениями кристалла от виртуального источника, лучи которого смещены на двойной угол Брэгга от реального источника.

Видно, что предложенный метод чувствителен к наличию дефектных областей кристалла, в которых происходит формирование сильного экстинкционного контраста. Полученные рефлексы имеют скорее кинематический характер, а поверхность срезанных граней кристалла состоит из разориентированных областей, от которых и происходит отражение. Следует отметить, нами не были обнаружены в объеме образца какие-либо линейные дефекты. Поскольку изучался бездислокационный кремний, мы можем утверждать, что дислокации не были внесены в его структуру в процессе механической обработки.

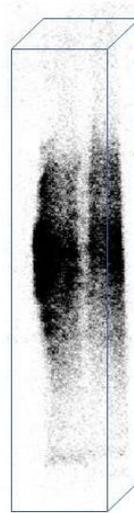


Рис.23. Трехмерное строение дефектных областей
монокристалла кремния.

Таким образом, методом топо-томографии в лабораторных условиях была получена восстановленная трехмерная структура дефектов монокристаллического кремния. А также исключена возможность влияния на нее дополнительно возникающих рефлексов при данных параметрах эксперимента.

5. ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. На основании анализа литературных данных рассмотрены принципы методов рентгеновской томографии и топо-томографии.
2. Описана конструкция разработанного ранее в Институте кристаллографии РАН им. А.В.Шубникова рентгеновского микротомографа и продемонстрирована возможность его применения для исследования микрообъектов с использованием трех различных рентгенооптических схем.
3. Исследована пространственная структура ряда биологических объектов, в частности костная ткань кистей верхних конечностей эмбрионов и костная ткань гекконов с разрешением ~ 13 мкм. Методами рентгеновской микротомографии и рентгено-флюоресцентного анализа впервые показано, что оба типа объектов отличаются неравномерностью распределения элементного состава, причем более тяжелые элементы локализованы в наиболее плотных областях структуры.
4. Методом рентгеновской томографии выявлено объемное строение структуры нефтяного песка. Результаты реконструкции позволили выявить слабо и сильно поглощающие области исследуемого объекта, последние имеют размер порядка 50 мкм и, по всей видимости, состоят из двуокиси кремния. Таким образом, впервые продемонстрирована возможность проведения микротомографических исследований нефтяных песков с высоким (~ 1 мкм) пространственным разрешением.
5. Методом рентгеновской топо-томографии восстановлено объемное строение монокристалла бездислокационного кремния с различным качеством обработки боковых граней. Показано, что основной вклад в отражение вносят грани подвергнутые механической (а не

химической) обработке, что указывает на дефектность их структуры. В процессе исследования на ряде проекций выявлены дополнительно возникающие рефлексy. Проведенный анализ интенсивности отражений позволил исключить их влияние на качество восстановления.

6. ПУБЛИКАЦИИ ПО МАТЕРИАЛАМ РАБОТЫ:

1. В.Е. Асадчиков, Р.А. Сенин, А.Е. Благов, А.В. Бузмаков, В.И. Гулимова, Д.А. Золотов, А.С. Орехов, А.С. Осадчая, К.М. Подурец, С.В. Савельев, А.Ю. Серегин, Е.Ю. Терещенко, М.В. Чукалина, М.В. Ковальчук. Сопоставление данных рентгеновской микротомографии и флуоресцентного анализа при изучении структурной организации костной ткани.// КРИСТАЛЛОГРАФИЯ, 2012, том 57, № 5, с. 782–790
2. Victor E. Asadchikov, Alexey V. Buzmakov, Anna S. Osadchaya, Denis A. Zolotov and Michael K. Rafailov "Characterization of oil nano-structures with monochromatic x-ray micro-tomography", Proc. SPIE 8460, Biosensing and Nanomedicine V, 84600V (October 10, 2012); doi:10.1117/12.2000153;
3. А.С. Осадчая. Рентгеновское томографическое исследование структуры битуминозных песков.// Тезисы научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых специалистов МИЭМ, посвященной 50-летию МИЭМ, Москва, 2012.
4. А.С. Осадчая. Исследование структурной организации костной ткани методом рентгеновской микротомографии.// Труды Межвузовской научной школы молодых специалистов "Концентрированные потоки энергии в космической технике электронике, экологии и медицине", Москва, 19-20 ноября 2012, стр. 44-46.
5. Осадчая А.С., Золотов Д.А., Бузмаков А.В., Асадчиков В.Е., Смирнов И.С. Исследование монокристаллического кремния методом рентгеновской топо – томографии в лабораторных условиях.// XXIII Международная конференция «Радиационная физика твёрдого тела», Севастополь, 8–13 июля 2013, тезисы докладов. (В печати)
6. А.С. Осадчая, Д.А. Золотов, А.В. Бузмаков, В.Е. Асадчиков, М.К. Рафаилов. Выявление неоднородностей в структуре нефти из нетрадиционных источников методом рентгеновской микротомографии.//

Шестой международный научный семинар и четвертая международная молодёжная научная школа–семинар «Современные методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики», Великий Новгород, 19–27 августа 2013, тезисы докладов. (В печати)

7. СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Сенин Р.А. Микротомография биологических объектов с использованием лабораторных рентгеновских источников. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва. 2005.
- [2] Бузмаков А. В. Рентгеновская микротомография с использованием увеличивающих рентгенооптических элементов. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва. 2009.
- [3] Золотов Д.А. Абсорбционная микротомография и топо-томография слабопоглощающих кристаллов с использованием лабораторных рентгеновских источников. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Москва. 2011.
- [4] A. L. D. Kilcoyne, T. Tyliczszak, W. F. Steele, et al., Interferometer - controlled scanning transmission X-ray microscopes at the Advanced Light Source //J. Synchrotron Rad. vol 10, pp. 125-136, (2003).
- [5] T. Beetz, M. Feser, H. Fleckenstein, et al., Soft x-ray microscopy at the NSLS // Synchr. Rad. News 16, no. 3, pp. 11-15, (2003).
- [6] A. Sasov, D. Van Dyck, Desktop X-ray microscopy and microtomography Journal of Microscopy, vol. 191, no. 2, pp. 151-158 , August (1998).
- [7] G.R.Davis, J.C. Elliott, High definition X-ray microtomography using a conventional impact x-ray source, Journal de PhysiqueIV (Proceedings), Volume 104, Issue 2, March 2003, pp.131-134
- [8] Rayonix High-performance X-ray technology inc.[Электронный ресурс] // www.rayonix.com.
- [9] Марусина М.Я., Казначеева А.О. Современные виды томографии. Учебное пособие. –СПб: СПбГУ ИТМО, 2006. –132 с.

- [10] Radon J. “Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte langs gewisser Mannigfaltigkeiten.” //Berichte Sachsische Akademie der Wissenschaften, Leipzig, Math.-Phys. Kl. -1917. -Vol.69. -P.262-267.
- [11] Cormack AM: Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications. I. Appl. Physics 1963; 34: 2722-2727
- [12] G. N. Hounsfield, “A method of and apparatus for examination of a body by radiation such as x-ray or gamma radiation.” //Patent Specification 1283915, The Patent Office, 1972.
- [13] A.C.Kak, M. Slaney. Principles of Computerized Tomographic imaging. //IEEE Press, NY 1988
- [14] SIEMENS SOMATOM Definition AS/AS+ (<http://www.med.siemens.ru/260/272/452/1423/>)
- [15] IK Indrajit, Mn Shreeram, Jd D'souza, Multislice CT : A Quantum Leap in Whole Body Imaging. Ind. J. Radiol. Imag. № 14: Iss 2 (2004) pp.209-216 http://www.ijri.org/articles/ARCHIVES/2004-14-2/newtech_physics209.htm
- [16] В.С.Сизиков, Устойчивые методы обработки результатов измерений. СПб. Спец.Лит. 1999.
- [17] S. Spector, C. Jacobsen and D.Tennant. Process optimization for production of sub-20 nm soft x-ray zone plates.// Journal of Vacuum Science and Technology B, Vol. 15, №6 pp.2872-2876. (1997).
- [18] W.J. Bøttinger, R.C.Dobbyn, H.E. Burdette and M.Kuriyama. Real Time Topography with X-Ray Image Magnification.// Nucl. Inst. and Meth. vol. 195. (1982) pp. 355-361.
- [19] R.D. Spal.Submicrometer resolution hard x-ray holography with the asymmetric Bragg diffraction microscope. // Physical Review Letters; vol 86, №14 pp. 3044-3046 (2001)

- [20] А.В. Андреев. Фокусировка пучков при отражении от кристаллов и многослойных периодических структур с переменным периодом. // Письма в ЖЭТФ, Т.74, вып.1, с. 8-11
- [21] M. Stampanoni, G. Borchert, R. Abela, P. Ruesegger. Bragg magnifier: A detector for submicrometer x-ray computer tomography. // Journal Of Applied Physics, vol. 92, № 12 (2002). pp.7630-7635.
- [22] J. Baruchel, J. Hartwig, P. Pernot-Rejmankova. Present state and perspectives of synchrotron radiation diffraction imaging. // J. Synchrotron Rad. 2002. 9, 107-114.
- [23] В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков, Д.А. Золотов, Р.А. Сенин, А.С. Геранин. Лабораторные рентгеновские микротомографы на монохроматическом излучении. Кристаллография, 2010. т. 55. № 1. с. 167–176
- [24] А.В. Андреев, В.Е. Асадчиков, А.В. Бузмаков и др. Двумерное увеличение изображения в рентгеновском микроскопе асимметричного отражения. // Письма в ЖЭТФ, том 85, вып. 1, 2007 г., с. 106-108
- [25] Д. А. Золотов, А. В. Бузмаков, В. Е. Асадчиков, А. Э. Волошин, В. Н. Шкурко, И. С. Смирнов //Кристаллография. 2011. Т. 56. № 3. С. 426.
- [26] Гулимова В.И., Никитин В.Б., Асадчиков В.Е. и др. // Сб.: Актуальные вопросы морфогенеза в норме и патологии. М.: МДВ, 2006. С. 125.
- [27] Асадчиков В.Е., Бузмаков А.В., Золотов Д.А. и др. //Кристаллография. 2010. Т. 55. № 1. С. 167.
- [28] Сенин Р.А., Хлебников А.С., Анохин К.В. и др. // Тез. Докл. РСНЭ-2011. 14–18 ноября 2011. С. 510.

- [29] А.В. Бузмаков, А.Е. Благов, В.И. Гулимова и др. // Сопоставление данных рентгеновской микротомографии и флуоресцентного анализа при изучении структурной организации костной ткани. Кристаллография, 2012, том 57, №5, с. 782-790
- [30] Larsen W.J. Human embryology. Ch. Livingstone. N.-Y., 2001. P.1-548.
- [31] <http://www.xradia.com/products/versaxrm-500.php>
- [32] Betancourt, S., Davies, T., Dong Ch., "Advancing Fluid-Properties Measurements", Oilfield Review, 19, 56 (2007).
- [33] Victor E. Asadchikov ; Alexey V. Buzmakov ; Denis A. Zolotov et al., "Characterization of oil nano-structures with monochromatic x-ray micro-tomography", Proc. SPIE 8460, Biosensing and Nanomedicine V, 84600V (October 10, 2012); doi:10.1117/12.2000153
- [34] Шульпина И.Л., Прохоров И.А. //Кристаллография. 2012. Т. 57. № 5. С. 740.
- [35] Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электроннооптический анализ, М., МИСИС, 2002