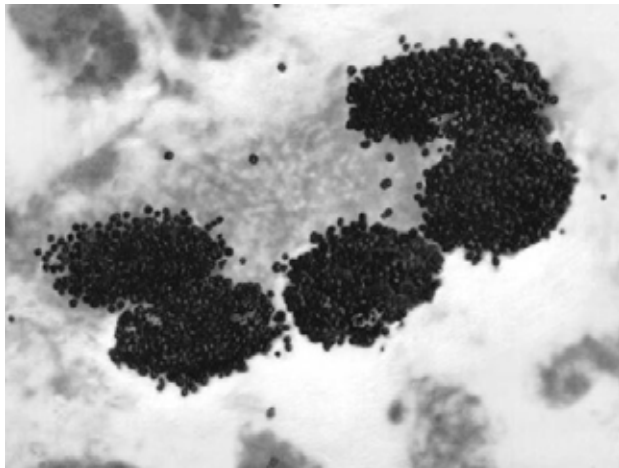


### 3. ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКАЯ АВТОРАДИОГРАФИЯ

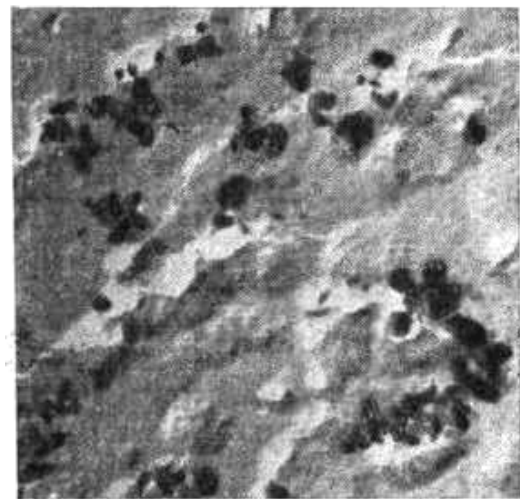
По мере выяснения влияния отдельных факторов на качество воспроизведения, разработки новых методик получения и нанесения тонких эмульсионных слоёв, разработки особомелкозернистых эмульсий и т.д. разрешающая способность автордиограмм увеличивалась. Особенно ошутимость успехов удалось добиться в биологии, где традиционным объектом исследования являются тонкие, толщиной порядка 1 мкм и менее, срезы. Здесь в некоторых случаях разрешающая способность составляет десятые доли микрометра, т.е. находится на пределе возможностей светового микроскопа. Между тем условия просмотра в оптическом микроскопе не обеспечивают необходимой глубины резкости или величины поля зрелости, возможности распознавания проявленных кристаллов на фоне структуры объекта. Это стимулировало разработку электронно-микроскопической автордиографии – метода, пригодного для одновременного исследования автордиограммы и среда в электронном микроскопе.



**Рис. 17.** Включение в ядра соединительнотканых клеток меченного тритием тимидина, идущего на построение нуклеиновых кислот. Увеличено в 600 раз.

Метод включает следующую последовательность операций. В исследуемый материал (например, сплав) вводят изотоп элемента, подлежащего определению; образец травят для выявления структуры. На травленную поверхность наносят реплику, копирующую структуру. Кроме того, реплика предотвращает взаимодействие эмульсии с материалом образца и после отделения служит подложкой для авторадiorаммы. На реплику наносят тонкий слой мелкозернистой ядерной эмульсии, который сушат, экспонируют и подвергают фотообработке непосредственно на образце. В итоге на образце формируется автордиограмма-реплика, т.е. реплика и совмещённая с ней автордиограмма, составленная отдельными проявленными эмульсионными кристаллами, расположение которых на реплике соответствует распределению изотопа в структуре образца. Образец с автордиограммой-репликой изучают в отражённом свете в металлографическом микроскопе, затем укреплённую автордиограмму- реплику отделяют и просматривают. Наиболее интересные участки вырезают и изучают в электронном микроскопе. Таким образом, на всех трёх этапах просмотра одновременно исследует структуру материала и связанную с ней химическую неоднородность.

Требованиям электронно-микроскопической автордиографии массивных образцов в наибольшей степени удовлетворяют угольные реплики; они обладают высокой разрешающей способностью по деталям микроструктуры, хорошо смачиваются жидкой и гелеобразной эмульсией, легко отделяются от правильно подготовленной поверхности, в известной мере предотвращают взаимодействие материала образца с эмульсией, стойки при просмотре в электронном микроскопе. Нанесение эмульсии предусматривает её подготовку (плавление, разбавление дистиллированной водой, гомогенизацию) и формирование эмульсионного слоя. При работе с наиболее мягким излучением целесообразно получать плотноупакованный монослой кристаллов, для более жёстких излучений – слои толщиной в 2-3 кристалла.



**Рис. 18.** Локализация водорода (тритий) на границах мартенситных пластин в стали (Электронно-микроскопическая автордиография, увеличение x20000).

При решении материаловедческих задач важно связать распределение элемента (обнаруживаемое автордиографически) с другими локальными характеристиками материала – тонкой структурой, фазовым составом, распределением других компонентов и примесей сплава и т.д. Такую информацию можно получить, последовательно исследуя определённый участок образца различными методами. Однако более эффективно одновременное исследование способами, совмещающими автордиографию с другими методами; в их числе электронно-микроскопическая автордиография и автордиография поливом эмульсии. Оба варианта позволяют одновременно изучать структуру материала и распределение в ней радионуклида.

Одной из новых методик является синтез кристаллов бромистого серебра из компонентов непосредственно на поверхности образца. Здесь на образец наносят в вакууме слой серебра толщиной 0,015-0,045 мкм, выдерживают в течение 1,5 – 2 мин в парах брома, наносят с помощью пипетки плёнку 1%-ного водного раствора желатина и сушат. Экспозицию проводят при 4°С и пониженной влажности. Разрешение достигает 0,01 мкм.

В ряде задач значительный интерес представляет получение автордиограмм, позволяющих судить одновременно о распределении изотопов двух элементов. Такой подход предусматривает избирательность эмульсионных кристаллов или слоёв к данному излучению и визуальное распознавание проявленных кристаллов, засвеченных разными излучениями. Физической основой дискриминации служит различие величины пробега и ионизирующего действия излучений, существенно различающихся по  $E_{\text{макс}}$ , например,  $^3\text{H}$  и  $^{14}\text{C}$  (величина пробега в эмульсии соответственно 1,5 и 60 мкм).

Простейший случай представляют объекты, содержащие источники, активированные либо  $^3\text{H}$ , либо  $^{14}\text{C}$ . При этом основой дискриминации является то обстоятельство, что в тонких эмульсионных слоях радиус изображения источников  $^3\text{H}$  составляет 1-3 мкм и треки почти отсутствуют; изображение источников  $^{14}\text{C}$  достигает 10-40 мкм и содержит треки. Источники  $^3\text{H}$  идентифицируют по более крупному размеру проявленных кристаллов.