

Б.26

АКАДЕМИЯ НАУК СССР

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
Институт ядерной физики

На правах рукописи
УДК 621.384.665:543.423.8

БАРЫШЕВ Владимир Борисович

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ
НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

(01.04.20 - физика пучков заряженных частиц и
ускорительная техника)

Автореферат диссертации на
соискание ученой степени
кандидата физико-математи-
ческих наук

БИБЛИОТЕКА
Института ядерной
физики СО АН СССР
ИЗД. № _____

Новосибирск
1984

✓ +

Работа выполнена в Институте ядерной физики Сибирского отделения Академии наук СССР.

НАУЧНЫЕ РУКОВОДИТЕЛИ

- БАРКОВ Лев Митрофанович - доктор физ.-мат.наук, профессор, член-корр.АН СССР (ИЯФ СО АН СССР, г.Новосибирск)
- КУЛИПАНОВ Геннадий Николаевич - кандидат физ.-мат.наук, старший научный сотрудник (ИЯФ СО АН СССР, г.Новосибирск)

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ

- АРТЕМЬЕВ Александр Николаевич - кандидат физ.-мат.наук, старший научный сотрудник (ИАЭ им.И.В.Курчатова, г.Москва)
- ПОПОВ Станислав Георгиевич - доктор физ.-мат.наук, профессор (ИЯФ СО АН СССР, г.Новосибирск)

ВЕДУЩЕЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

Институт физических проблем АН СССР, г.Москва.

Защита диссертации состоится "30" января 1985 года в 16 час. на заседании Специализированного совета Д.002.24.02 при Институте ядерной физики СО АН СССР.

Адрес: г.Новосибирск-90, проспект академика Лаврентьева, II, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИЯФ СО АН СССР по адресу: г.Новосибирск, проспект академика Лаврентьева, II.

Автореферат разослан: "25" декабря 1984 года.

Ученый секретарь
Специализированного
совета, д.ф.-м.н.,
профессор

Б.В. Чириков

ОБЛАСТЬ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертации. Уникальные свойства синхротронного излучения (СИ) привлекают внимание специалистов из различных областей науки.

В Советском Союзе основным местом проведения исследований с синхротронным излучением является Институт ядерной физики СО АН СССР (г.Новосибирск), на базе лабораторий которого и имеющихся источников СИ - накопителей ВЭПП-2М, ВЭПП-3 и ВЭПП-4, - создан Сибирский центр синхротронного излучения.

СИ широко используется для исследований в физике, химии и катализе, биологии, материаловедении, для разработки новых технологий и решения прикладных задач в микроэлектронике, геологии, медицине. Одним из важных практических вопросов, успешно решаемых при использовании СИ, является определение элементного состава исследуемых объектов.

Актуальной задачей в области современной геологии, теоретической и прикладной геохимии, технологического контроля процессов редкометаллического и полупроводникового производства, изучения внеземного - лунного и метеоритного - вещества, контроля загрязнения среды и др., является возможность оперативного количественного определения практически всех стабильных элементов периодической системы. Однако чувствительность современных инструментальных методов многоэлементного анализа, как правило, существенно зависит от конкретной комбинации элементов, содержащихся в исследуемом образце. Достаточно низкие пределы обнаружения достигаются при анализе на вполне определенные, "удобные" для данного метода элементы и в матрицах подходящего состава.

Метод рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) имеет ряд достоинств, выгодно отличающих его от других инструментальных методов элементного анализа. В рабочей области РФА (обычно от натрия-алюминия и до конца периодической таблицы) могут успешно измеряться концентрации всех без исключения элементов. Для РФА характерны: неразрушающая процедура измерения, небольшой объем образца, экспрессность получения результата. Однако, при применении традиционных источников возбуждения (рентгеновских трубок, изотопов, электронных и протонных пучков) ...

предельно достижимая интенсивность флуоресценции, как правило, ограничивают чувствительность метода РФА концентрациями на уровне $\geq 10^{-6}$ г/г даже в легких матрицах.

Использование СИ для возбуждения флуоресценции радикально улучшает возможности РФА. Оценки фоновых условий и результаты измерений для образцов с искусственно внесенными добавками указывают на возможность проведения бездисперсионного многоэлементного РФА с использованием СИ при содержании элементов до 10^{-8} г/г. Практическое применение этой методики возможно при наличии источника достаточно жесткого СИ.

Большинство накопителей, используемых в настоящее время для экспериментов с СИ в рентгеновском диапазоне, разрабатывались, прежде всего, как установки со встречными электрон-позитронными пучками и заведомо не являются оптимальными генераторами синхротронного излучения. В частности, на построенном в 1970 году накопителе ВЭПП-3 при предельной энергии 2,2 ГэВ практическая верхняя граница спектрального диапазона СИ из поворотного магнита составляла ~ 15 кэВ, что недостаточно для проведения РФА и ряда других работ.

Эффективным способом улучшения характеристик пучков СИ уже существующего накопителя ВЭПП-3 явилась постановка на него "змейки" из 20 сверхпроводящих диполей, создающей на участке орбиты длиной ~ 1 м знакопеременное периодическое магнитное поле, величина которого в три раза превышает максимальное значение поля в поворотном магните. Запуск "змейки" расширил диапазон энергий используемого СИ из накопителя ВЭПП-3 до 50 кэВ, что позволило, в частности, проводить РФА с возбуждением К-серий элементов до ${}_{63}\text{Eu}$.

С началом работ на пучках СИ из накопителя ВЭПП-4 (1982) появилась возможность создания постоянно действующей станции для массового РФА с монохроматическим возбуждением, перестраиваемым в диапазоне от 10 до 100 кэВ. При переходе к массовому анализу требуется разработка методики измерения и обработки спектров РФА. Количественный анализ на пучках СИ требует учета эффектов, обусловленных специфическими свойствами самого излучения: поляризованностью и наличием временной структуры пучка. Для оптимизации условий количественного РФА на накопителе ВЭПП-4 был проведен ряд работ по измерению фоновых факто-

ров в различных диапазонах энергии возбуждения, контролю среднего коэффициента поляризации, определению оптимальной процедуры пробоподготовки, изучению однородности и представительности проб и стандартов.

Цель проведенной работы состояла:

- в разработке, изготовлении и вводе в действие сверхпроводящей магнитной "змейки" с амплитудой магнитного поля до 34 кГс и периодом 9 см для накопителя ВЭПП-3;
- разработке методики бездисперсионного РФА с использованием СИ, изучении фоновых факторов и оптимальных условий анализа в различных диапазонах энергии возбуждения;
- в создании экспериментальных станций для рентгенофлуоресцентного элементного анализа на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4;
- в автоматизации процесса РФА на пучках СИ и создании пакета программ для набора и обработки спектров;
- в организации массового количественного элементного анализа для геологических и других организаций на пучке СИ из накопителя ВЭПП-4.

Научная новизна работы. На накопитель ВЭПП-3 впервые в мире была поставлена многополюсная сверхпроводящая система — "змейка", предназначенная специально для генерации мощного пучка СИ. Для получения максимальной яркости СИ в области длин волн $\lambda \sim 1\text{Å}$ требовалось создать на оси вакуумной камеры накопителя достаточно высокое значение магнитного поля, изменяющееся от 34 кГс до -34 кГс на длине одного полупериода магнитной системы (4,5 см). Требовалось также решить ряд научно-технических вопросов, связанных с получением, выводом из вакуумного объема накопителя и практическим использованием узконаправленного пучка рентгеновского излучения мощностью ~ 1 кВт.

К моменту начала работ по РФА на выведенном из "змейки" пучке СИ (1979г.) опубликованные материалы по подобным измерениям содержали лишь результаты единичных анализов, сделанных при фиксированных значениях энергии (37 кэВ на накопителе SPEAR, США, и до 15 кэВ на накопителе ВЭПП-3). При этом практически не использовалось такое важное преимущество СИ, как возможность плавной перестройки энергии и реализации избирательного возбуждения отдельных элементов в образцах сложного состава. На пуч-

ках СИ из "змейки" и, позднее, накопителя ВЭШ-4, был впервые организован массовый элементный анализ с перестраиваемым в широком диапазоне энергий (от 10 до 100 кэВ) монохроматизированным возбуждением.

Количественный элементный анализ на пучках СИ требует учета ряда фоновых эффектов, обусловленных взаимодействием поляризованного возбуждающего излучения с образцом и влиянием временной структуры пучка СИ на работу полупроводникового детектора и спектрометрической аппаратуры. На пучке СИ из накопителя ВЭШ-4 были впервые проведены измерения комбинаторных спектров, обусловленных временной модуляцией интенсивности СИ. Отмечено, что влияние этого вида фона может быть существенно снижено при переводе накопителя в многослестковый режим, а также, до некоторой степени, применением спектрометрической аппаратуры с негауссовым формированием импульсов. Для снижения ошибок анализа, связанных с возможной нестабильностью вертикального положения пучка СИ, определяющего средний коэффициент поляризации возбуждающего излучения, было предложено проводить периодические измерения спектра одного и того же эталонного образца горной породы. Изменение соотношения площадей флуоресцентных пиков и пика комптоновского рассеяния возбуждающего излучения на этом образце в процессе РФА учитывалось, как поправка, при обработке на ЭВМ результатов анализа реальной пробы.

Чувствительность РФА для К-серий элементов с атомным номером $Z > 50$ при использовании традиционных источников возбуждения быстро падает, что обусловлено как уменьшением сечения фотоэффекта, так и ухудшением свойств самого источника (например, в рентгеновской трубке возрастает интенсивность спектра тормозного излучения). Большой запас интенсивности СИ позволяет улучшить фоновые условия при регистрации К-серий тяжелых элементов, используя очень тонкие образцы и малые ($\sim 1 \text{ мм}^2$) области возбуждения флуоресценции. При этом уменьшается вероятность процессов двойного неупругого рассеяния возбуждающего излучения в образце, дающих, в силу малости сечения фотоэффекта, основной вклад в фон для РФА в этой области энергий. Использование тонких образцов упрощает и обработку спектров РФА, поскольку отпадает необходимость в введении межэлементной коррекции. Однако с уменьшением анализируемого объема пробы как измеряемые образцы, так и эталоны становятся непредставительными.

Для увеличения представительности пробы с сохранением желаемого качества на станциях РФА было предложено использовать процедуру сканирования. При этом тонкий пучок СИ возбуждает участок тонкой ($\sim 50 \times 5 \text{ мкг/см}^2$) пробы, а сама проба с помощью координатного механизма с шаговым двигателем ("сканера") по команде ЭВМ перемещается относительно возбуждающего пучка. Полученные на каждом шаге спектры РФА или складываются (усредняются) или обрабатываются ЭВМ отдельно. В последнем случае можно определить зависимость дисперсии определяемой концентрации данного элемента от навески стандарта, т.е. установить в процессе самого измерения то минимальное количество данного стандарта или искусственного образца сравнения, при котором он представлен по данному элементу. Процедура сканирования позволяет также измерить распределение элементов в объеме пробы, что представляет интерес, в частности, при изучении проб, содержащих драгметаллы.

Практическая значимость результатов исследований:

- разработанная для накопителя ВЭШ-3 сверхпроводящая "змейка" позволила увеличить в 100 раз яркость этого источника СИ и в 3 раза расширить спектральный диапазон в коротковолновую область;
- впервые был получен узкий пучок рентгеновского излучения мощностью 1 кВт; выведенный пучок позволил организовать станции для проведения ряда работ по РФА, ядерной спектроскопии, EXAFS - спектроскопии, медицинской диагностике и др.;
- технические решения и опыт работы со "змежкой" на накопителе ВЭШ-3 были использованы при создании аналогичных устройств для накопителей ВЭШ-2М и "Сибирь-1";
- разработана методика количественного РФА на пучках СИ; полученные результаты могут быть использованы как для продолжения прикладных исследований на станции РФА (ВЭШ-4), так и для создания подобных станций на строящихся в настоящее время специализированных накопителях - источниках СИ;
- на созданной на накопителе ВЭШ-4 станции для РФА в настоящее время проводят исследования 12 групп из учреждений АН СССР, Минцветмета СССР, Министерства геологии СССР; среди уже опубликованных работ можно назвать изучение проб Удоканского меднорудного месторождения, анализ на содержание платиноидов

в рудных и технологических образцах; на Всесоюзное совещание СИ-84 (Новосибирск, 1984) были представлены доклады по результатам анализа лунного грунта АМС "Луна-16" и "Аполлона-17", исследованию динамики процессов в лимфатической системе и др.

Автор выносит на защиту следующие результаты проделанной работы:

1. Для накопителя ВЭШ-3 разработана сверхпроводящая "змейка" для генерации СИ. Получена мощность излучения до 1 кВт. С постановкой "змейки" накопитель ВЭШ-3 в 1980-1982 годах являлся самым ярким источником излучения в области длин волн $\lambda \sim 1 \text{ \AA}$.

2. Создана методика количественного многоэлементного анализа на пучках СИ с использованием внешнего стандарта. Проведено измерение фоновых факторов в диапазоне энергий возбуждения до 100 кэВ. Отмечен и экспериментально измерен эффект появления комбинаторных линий в спектрах РФА, обусловленный временной структурой пучка СИ. Разработана процедура сканирования, позволяющая в процессе измерения контролировать однородность проб и представительность образца сравнения.

3. На накопителях ВЭШ-3 и ВЭШ-4 созданы станции для бездисперсионного рентгенофлуоресцентного элементного анализа. Составленное программное обеспечение станций позволяет автоматизировать процесс набора и обработки спектров РФА на пучках СИ.

4. Получена чувствительность до 10^{-8} г/г при многоэлементном бездисперсионном РФА. На станции РФА с использованием СИ из накопителя ВЭШ-4 организован массовый элементный анализ для геологических, промышленных и других организаций. Результаты комплексного количественного анализа ряда объектов на такие элементы, как иттрий, группа легких платиноидов, редкоземельные и некоторые другие, получаемые на этой станции, в настоящее время не могут быть получены другими инструментальными методами.

Структура работы. Основной текст диссертации состоит из введения, трех глав и заключения. Текст диссертации содержит 109 страниц, 35 рисунков, 5 таблиц и I приложение. Список литературы содержит 36 наименований.

Апробация диссертационной работы. В диссертации обобщены результаты работ, выполненных автором в 1977-1984 годах. Работы,

положенные в основу диссертации, неоднократно докладывались и обсуждались на Всесоюзных совещаниях по использованию синхротронного излучения СИ-78, СИ-80, СИ-82, СИ-84 (г.Новосибирск, 1978-1984 гг.), СИ-79 (г.Москва, 1979 г.), Международной конференции по синхротронному излучению (г.Орсе, Франция, 1977 г.), Международном симпозиуме по синтезу и свойствам новых элементов (г.Дубна, 1980 г.), III Советско-английском семинаре по использованию синхротронного излучения (г.Москва, 1981 г.), Сибирском аналитическом семинаре (Новосибирск, 1980 г.), IV Совещании по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач (г.Дубна, 1981 г.), VI Всесоюзной конференции по ускорителям заряженных частиц (г.Дубна, 1979 г.), XII Всесоюзном Черняевском совещании по химии, анализу и технологии платиновых металлов (г.Москва, 1982 г.), а также ряде семинаров: в ЦИИ (г.Будапешт, 1981г.), ГЕОХИ АН СССР им. В.И.Вернадского (г.Москва, 1982), ИФ СО АН СССР (г.Новосибирск, 1982, 1984 г.).

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обсуждается актуальность задачи применения СИ для рентгенофлуоресцентного элементного анализа. Показана необходимость создания сверхпроводящей "змейки" для накопителя ВЭШ-3 с целью расширения круга экспериментов, проводимых на выведенных из него пучках СИ. Перечислено, по главам, краткое содержание диссертационной работы.

В первой главе проведено теоретическое и экспериментальное исследование процесса бездисперсионного рентгенофлуоресцентного элементного анализа с использованием СИ. В первом параграфе сделано краткое сравнение различных способов возбуждения рентгеновской флуоресценции: рентгеновскими трубками и изотопами, электронными и протонными пучками, монохроматизированным пучком СИ. Показаны преимущества СИ, обусловленные такими его свойствами, как: малая угловая расходимость пучка, высокая интенсивность и непрерывный спектр, естественная поляризованность. Приведены основные характеристики пучков СИ.

В параграфах втором-пятом, с привлечением результатов конкретных измерений, проведенных на накопителях ВЭШ-3 и ВЭШ-4, рассмотрены вопросы использования физических особенностей СИ для повышения качества многоэлементного РФА.

Взаимодействие даже монохроматизированного рентгеновского возбуждающего излучения с образцом и детектором носит достаточно сложный характер, в результате чего к собственно эмиссионному спектру образца добавляется ряд фоновых компонент. Наличие этих компонент ограничивает область регистрации при многоэлементном РФА. В качестве примера на рис.1 приведены спектры пластины из чистого кремния толщиной 0,5 мм, возбуждаемой монохроматизированным СИ из накопителя ВЭПШ-4. Энергия возбуждения изменялась от 20 до 80 кэВ. Статистические отклонения сглажены путем проведения на ЭВМ кубического интерполяционного многочлена. Спектры получены с использованием детектора из сверхчистого германия. Основными компонентами фона являются: пики упругого и комптоновского рассеяния возбуждающего излучения на образце (1 и 2); примыкающая к ним область многократного неупругого рассеяния этого же излучения; пики вылета флуоресценции детектора (3), отстоящие от двух первых на величину энергии испускания флуоресцентного кванта материала детектора (9,9 кэВ для линии K_{α} Ge); пики вылета квантов, испытавших в детекторе комптоновское рассеяние и вылетевших за его пределы (4); в последнем случае ПЩ регистрирует электрон отдачи.

Наличие в спектрах РФА пиков вылета флуоресценции делает желательным при анализе сложных образцов использование двух ПЩ из различных материалов (*Si* и *Ge*), что и реализовано на накопителе ВЭПШ-4. На рис.2 показаны зоны регистрации с учетом названных фоновых факторов при многоэлементном РФА с энергией возбуждения до 150 кэВ для *Ge*-детектора и до 50 кэВ при регистрации *Si*-детектором. В центральной части указанных зон чувствительность РФА определяется, в основном, фоном тормозного излучения фотоэлектронов, возникающих в образце, а также спектральной плотностью шумов утечки и неполного сбора заряда в детекторе.

Непрерывный спектр СИ позволяет реализовать избирательное возбуждение элементов в сложной матрице. Пример такого анализа на *Rh* (0,03%), *Pd* (0,09%) в металлическом сплаве (*Au*-80%, *Ag*-20%) приведен в работе. Естественная поляризованность СИ существенно (в 10-100 раз) снижает фон упругого и комптоновского рассеяния возбуждающего излучения на образце при расположении детектора в плоскости *E*-вектора СИ под углом 90° к падающему на образец пучку. Количественные характеристики процессов

излучения и рассеяния поляризованного СИ приведены в § 3. В работе описана процедура измерения среднего коэффициента поляризации возбуждающего излучения на станции РФА (ВЭПШ-3); качественно видно существенное подавление пиков рассеяния (E_0 и E_{sc}) при значении угла регистрации 90°. Большой запас интенсивности монохроматизированных пучков СИ позволяет работать с тонкими и очень малыми образцами. В этом случае достигается подавление фона двойного неупругого рассеяния СИ на образце, снижение относительной плотности фона тормозного излучения, а также упрощается процедура обработки спектров в силу исключения межэлементной коррекции значений концентраций.

Во второй главе рассмотрены вопросы, связанные с проектированием и вводом в действие сверхпроводящей "змейки" на накопителе ВЭПШ-3, а также спектрально-угловые характеристики полученного пучка СИ. Постановка сверхпроводящей "змейки" на накопитель ВЭПШ-3 была осуществлена впервые в мире.

Конструктивная схема "змейки" показана на рис.3. В центре прямолинейного промежутка накопителя ВЭПШ-3 была установлена охлаждаемая жидким азотом вакуумная камера со специальным профилем (8), имеющая в сечении две смежных полости с вертикальной апертурой 8 мм и 30 мм. В полости с большой вертикальной апертурой пучок электронов проходил в режимах инжекции и ускорения, после чего переводился в узкую часть, находящуюся в зазоре блока сверхпроводящих магнитов (6), и магнитное поле в них поднималось от 0 до 34 кГс с внесением необходимых коррекций в режим работы накопителя. Указанная процедура позволила одновременно иметь большой фазовый объем пучка в режиме инжекции и компактную магнитную систему "змейки" с малым пространственным периодом поля (9 см).

Блок сверхпроводящих магнитов (6) состоит из 20 пар магнитов, образующих 18 диполей с полем до 34 кГс и полупериодом 4,5 см и два концевых корректора с половинным значением поля для зануления углов входа и выхода электронного пучка. Магниты изготовлены из частично стабилизированного ниобий-титанового кабеля диаметром 0,7 мм; обмотки магнитов замоноличены с применением стеклоткани и эпоксидного компаунда холодного отверждения. Все магниты включены последовательно и питаются от одного источника с током до 250 А. После изготовления магнитная

система подвергалась процессу "тренировки", состоящей из 20 подъемов тока до срыва сверхпроводимости. В ходе тренировки критическое значение поля увеличилось от 65% номинала до номинального.

Суточную работу "змейки" обеспечивает запас гелия (100 л) и азота, находящийся в комбинированном сосуде (3). Для дистанционного контроля криогенной системы были разработаны датчики температуры и дискретные датчики уровня жидкого гелия в сосуде (5). В качестве индикатора температуры использовано значение прямого падения напряжения на германиевом диоде Д9К при токе 0,15 мА; индикатора уровня — аналогичная величина для кремниевого диода КДБ12, разогретого проходящим по нему током (20 мА).

После установки на накопитель, "змейка" была испытана в режиме малых и больших полей. При малых токах в обмотках СПМ наблюдался спектр так называемого ондуляторного излучения в видимом и УФ-диапазоне, выведенного из камеры ВЭП-3 через кварцевое стекло. По результатам спектральных измерений, в частности, была построена нелинейная часть зависимости магнитного поля "змейки" от тока, обусловленная вкладом железных полюсов, на которых размещены обмотки сверхпроводящих магнитов.

В режиме больших полей (34 кГс) при энергии электронов в накопителе 2,1 ГэВ был получен пучок СИ мощностью до 1 кВт с угловой расходимостью $\sim 14 \times 0,5$ мрад². Пучок был выведен из вакуумной камеры накопителя через бериллиевые фольги толщиной 0,2 мм, охлаждаемые по периметру проточной водой. На выведенном пучке было размещено 5 рабочих мест (станций) для РФА, ядерной спектроскопии, медицинской диагностики и др. Постановка "змейки" увеличила спектральный диапазон СИ из накопителя в 3 раза и яркость этого источника в 100 раз.

В третьей главе приведены: описание станции для РФА, созданной на накопителе ВЭП-4; результаты некоторых практически проведенных на ней измерений; аппаратура, использованная для автоматизации процесса РФА на пучках СИ и структура программ набора и обработки спектров; результаты наблюдения комбинаторных линий в спектрах РФА, обусловленных наличием временной структуры СИ.

На рис. 4 показана, в плане, рентгеновская часть станции для РФА на накопителе ВЭП-4. Пучок СИ по вакуумному каналу (1)

попадает в бокс (2), одна из стенок которого, для удобства наблюдения и юстировки, сделана из свинцового стекла. Пучок монохроматизируется и фокусируется кристаллом (3). В области энергии до 30 кэВ используются кристаллы пиролитического графита, выше 30 кэВ — кристаллы LiF. Монохроматизированный пучок СИ по телескопическому каналу (6) выводится в камеру для образца (8). На канале установлен поляриметр, состоящий из камеры с тонкой мишенью, которую пучок СИ проходит практически без поглощения, и неохлаждаемого ППД (7). Поляриметр может устанавливаться на регистрацию спектра в плоскости Е-вектора пучка СИ (показано на рисунке) и под углом 90° к этому положению. Мишень состоит из тонкого слоя стандарта СГД-1 (5 мг/см²); флуоресцентные линии элементов Fe, Sr, Ba с содержанием более 0,1% принимаются за окрестные (их интенсивность не меняется при повороте), а нормированные на них интенсивности пика комптоновского рассеяния возбуждающего пучка в двух положениях детектора позволяют определить величину σ - и σ' -компонент его поляризации.

В камеру (8) устанавливается образец или устройство для перемещения образца ("сканер"). Поглотитель (9) имеет люминесцентный экран на конце для юстировки камеры по прошедшему пучку СИ; после юстировки на экран одевается свинцовая заглушка. При работе с образцами очень малых размеров на экран накладывался один конец регулярного световода; положение тени образца (или его держателя) можно рассматривать под увеличением на другом конце световода вне радиационно-опасной зоны. В состав станции РФА, впервые на пучках СИ, включен спектрометрический тракт с негауссовым (прямоугольным) формированием импульсов, разработанный в УПИ (г. Свердловск) и обеспечивающий работу с входной загрузкой до 10^5 имп/сек и выходной, после резектора наложений, до $25 \cdot 10^3$ имп/сек на линии K_{α} Мп при времени формирования 4 мкс. При использовании указанного тракта и ППД с оптосвязью, чувствительность РФА составляла, для линий K_{α} легких платиноидов, 10^{-8} г/г в очень легкой матрице (полистирол, см. рис. 5) и $3 \cdot 10^{-8}$ г/г в силикатной матрице реальной горной породы при времени экспозиции 10^3 сек.

В заключении кратко изложены основные результаты диссертационной работы.

В приложении дана таблица значений η -функции СИ, используемой в основной части диссертации.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах автора:

1. L.M. Barkov, V.B. Baryshev, G.N. Kulipanov et al., A proposal to install a superconducting wiggler magnet on the storage ring VEPP-3 for generation of the synchrotron radiation. *Nucl. Instr. and Meth.*, 1978, vol. 152, p. 23-29.
2. Л.М.Барков, В.Б.Барышев, Г.Н.Кулипанов и др. Сверхпроводящая "змеяка" для накопителя ВЭШ-3 и ее влияние на движение частиц. Труды 6 Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978, с.267-271.
3. A.S. Artamonov, L.M. Barkov, V.B. Baryshev et al., First results of the work with a superconducting "snake" at the VEPP-3 storage ring. *Nucl. Instr. and Meth.*, 1980, vol.177, p. 239-246.
4. Л.М.Барков, В.Б.Барышев, Н.А.Винокуров и др. Получение мощного синхротронного излучения из сверхпроводящей "змеяки" на накопителе ВЭШ-3. Отчет о работах по использованию синхротронного излучения в Институте ядерной физики СО АН СССР, Новосибирск, 1981, стр.9-11.
5. В.Б.Барышев. Синхротронное излучение и его применение для элементного анализа и медицинской диагностики. Труды IV Совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1982, с.50-60.
6. В.Б.Барышев, Ю.П.Колмогоров, Г.Н.Кулипанов, А.Н.Скринский. Рентгенофлуоресцентный элементный анализ с использованием синхротронного излучения из накопителей ВЭШ-3 и ВЭШ-4, Новосибирск, 1983, 25с. (Препринт/Институт ядерной физики СО АН СССР; ИЯФ 83-142).
7. В.Б.Барышев, Ю.П.Колмогоров, Ф.П.Кренделев, Г.Н.Кулипанов, А.Н.Скринский. Элементный анализ руд Удоканского месторождения с использованием синхротронного излучения. ДАН, 1983, том.270, № 4, с.968-970.

Барышев

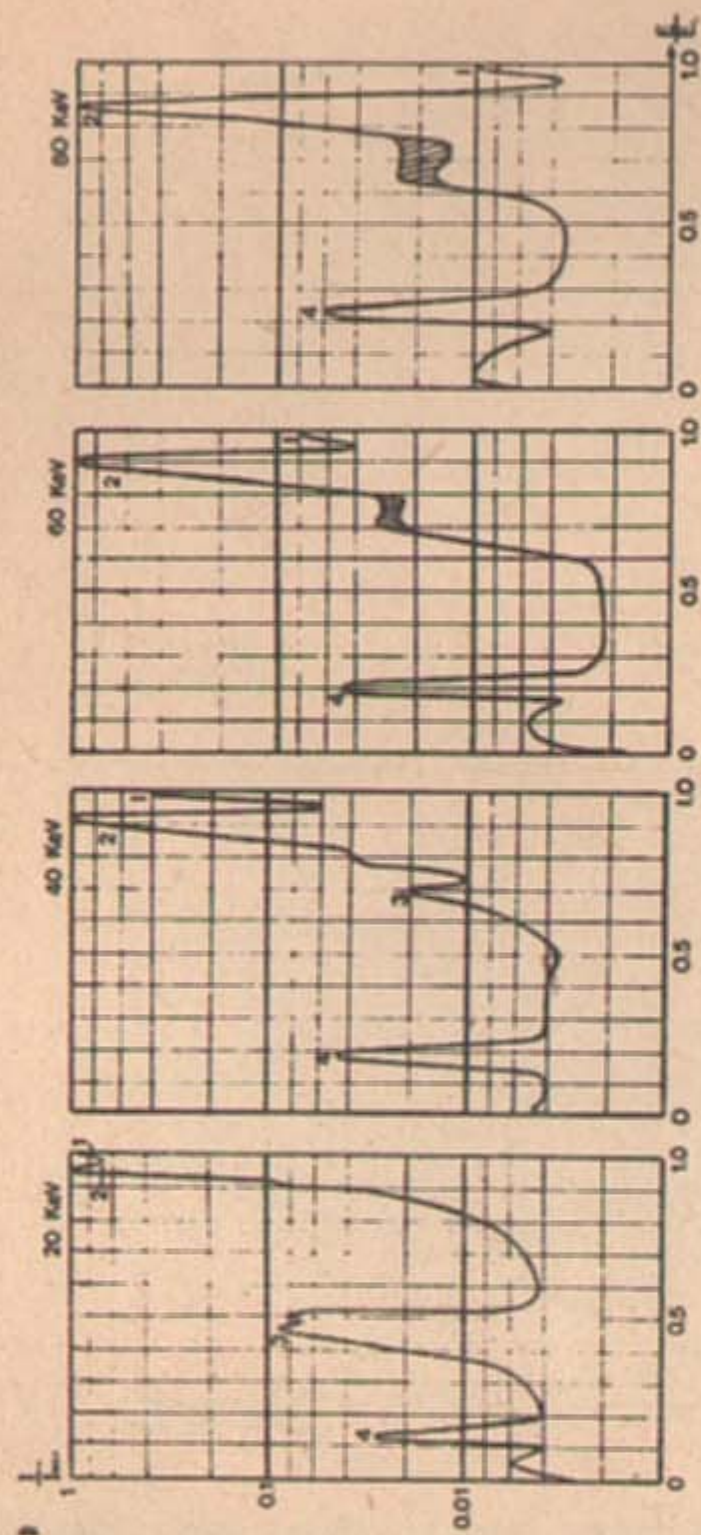


Рис.1. Спектры кремниевой пластинки толщиной 0,5 мм при возбуждении монохроматизированным СИ с энергией от 20 до 80 кеВ. За единицу вертикального масштаба принята высота пика комптоновского рассеяния. Е₀ - значение энергии возбуждающего излучения. Фоновые факторы: 1 и 2 - пики упругого и комптоновского рассеяния возбуждающего излучения на образце; 3 - пик вылета флуоресценции материала детектора; 4 - пик комптоновского рассеяния в детекторе; использован германиевый ПИД.

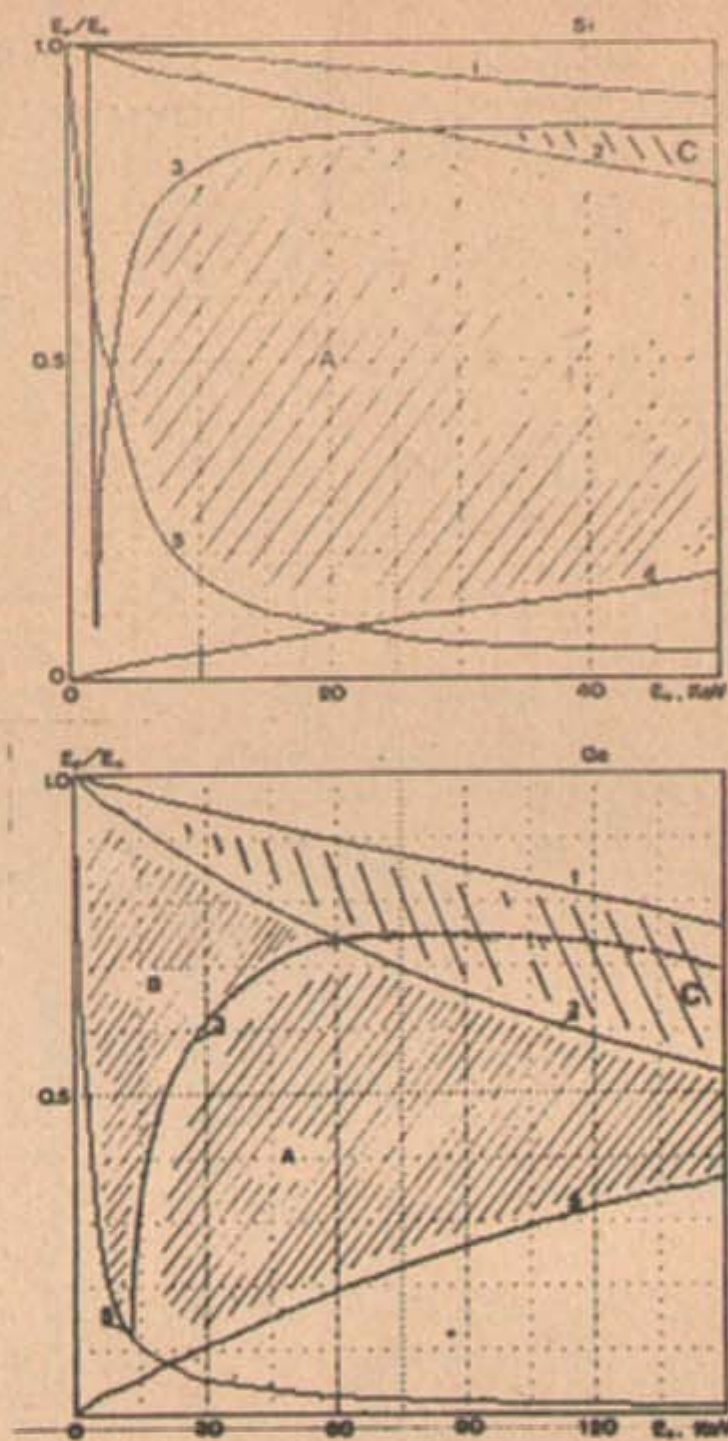


Рис. 2. Области регистрации (заштрихованы) для германиевого и кремниевого детекторов при использовании монохроматического возбуждения (А, В - для образцов любой толщины, С - только для тонких). E_0 - энергия возбуждающего излучения, E_r - энергия регистрируемого детектором излучения. Фоновые факторы: 1 - комптоновское рассеяние возбуждающего излучения на образце; 2 - двойное комптоновское рассеяние; 3 - пик вылета флуоресценции ПЩ; 4 - комптоновское рассеяние в детекторе; 5 - поглощение во входном окне и мертвом слое ПЩ

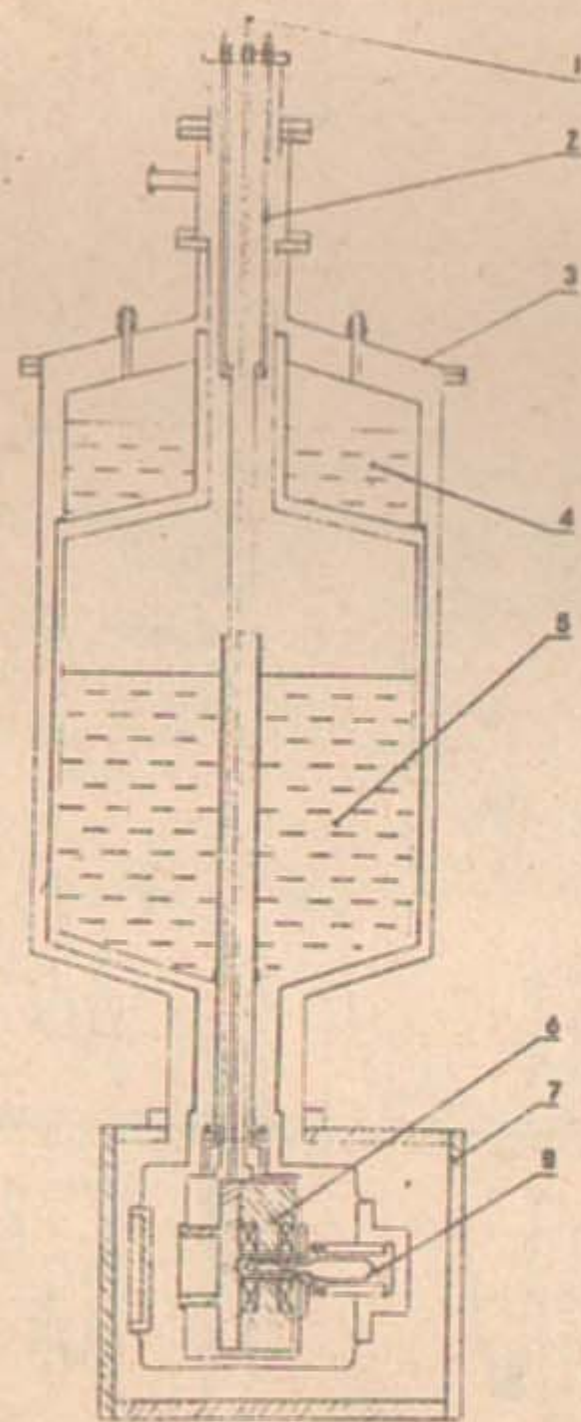


Рис. 3. Схема "змейки" для накопителя ВЭШ-3 (в разрезе). 1 - трубка для охлаждения и подачи жидкого гелия; 2 - токоввод; 3 - сосуд с хладоагентами; 4 - жидкий азот; 5 - жидкий гелий; 6 - сверхпроводящие магниты; 7 - вакуумный корпус "змейки"; 8 - камера накопителя.

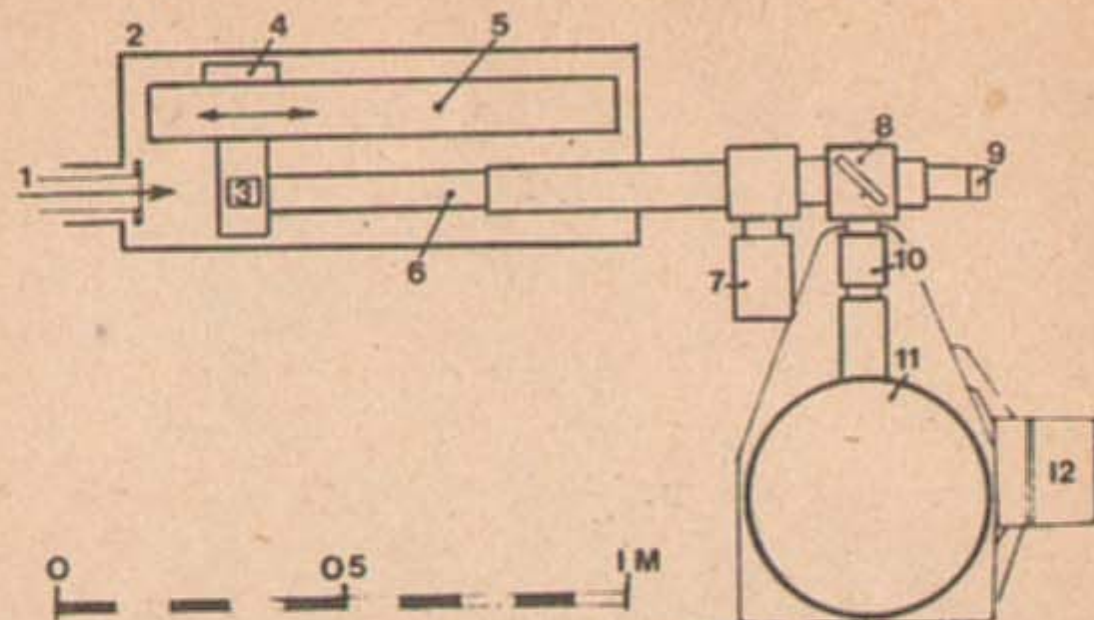


Рис.4. Схема рентгеновской части станции для РФА на накопителе ВЭШ-4 (вид сверху)
 1 - канал вывода СИ; 2 - бокс; 3 - кристалл-монокроматор; 4 - узел поворота кристалла; 5 - механизм продольного перемещения монокроматора; 6 - телескопическая труба; 7 - поляриметр; 8 - камера для образцов; 9 - заглушка с экраном для иррадиации; 10 - блок коллиматоров и фильтров; 11 - детектор; 12 - подъемник

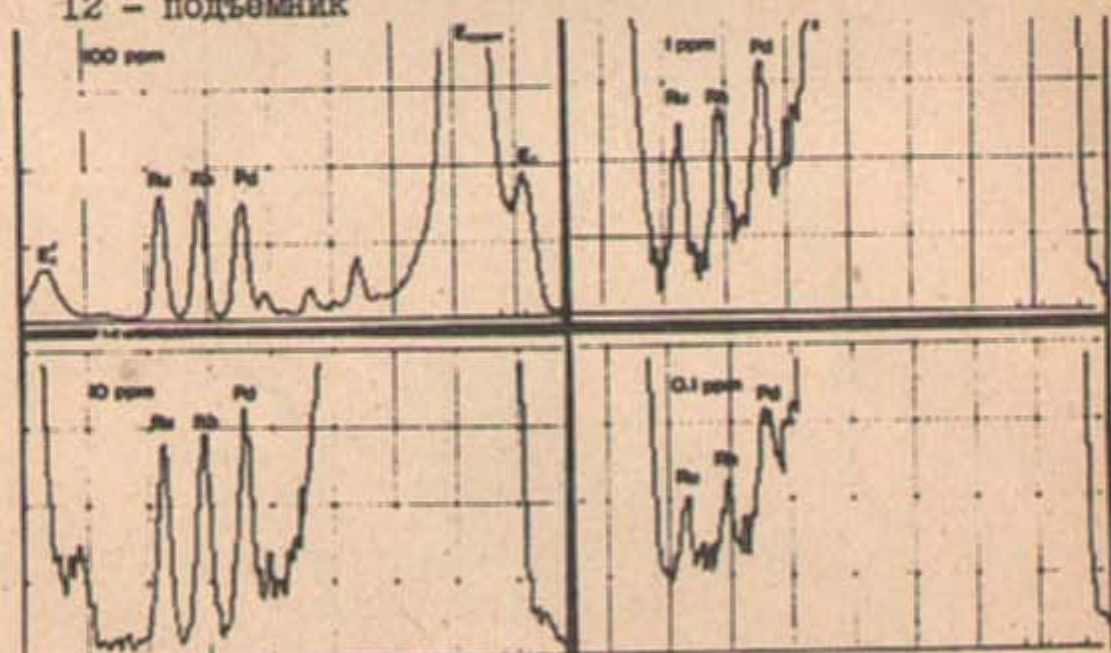


Рис.5. Спектры РФА образцов полистирола с внесенными добавками легких платиноидов от 10^{-4} г/г до 10^{-7} г/г ($100-0,1$ ppm). СИ из накопителя ВЭШ-4; время экспозиции до 10^3 сек.

Барышев В.Б.

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ НА ПУЧКАХ
 СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Автореферат диссертации на соискание
 ученой степени кандидата физико-математических наук

Ответственный за выпуск - Чириков Б.В.
 Подписано к печати 29.XI-84 г. МН 06235
 Формат бумаги 60x90 1/16 Усл. 1,2 печ.л., 0,9 учетно-изд.л.
 Тираж 100 экз. Бесплатно. Заказ № 151.

Ротапринт ИЯФ СО АН СССР, г.Новосибирск, 90