

40

И Н С Т И Т У Т
ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ СОАН СССР

ПРЕПРИНТ И Я Ф 77 - 57

В.Е.Ильин, Г.М.Казакевич, Г.Н.Кулипанов, Л.Н.Мазалов,
А.М.Матюшин, А.Н.Скринский, М.А.Шеромов

РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНЫЙ ЭЛЕМЕНТ-
НЫЙ АНАЛИЗ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Новосибирск

1977

РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

В.Е.Ильин, Г.М.Казакевич, Г.Н.Кулипанов, Л.Н.Мазалов,
А.М.Матшин, А.Н.Скринский, М.А.Шеромов

В настоящее время порог чувствительности рентгенофлуоресцентного элементного анализа с использованием фотонного возбуждения (рентгеновские трубки, радиоактивные изотопы) оценивается на уровне концентраций порядка 10^{-4} – 10^{-5} г/г [1,2]. Этот предел обусловлен высоким уровнем фона в области линии флуоресценции анализируемого элемента, возникающего вследствие когерентного и некогерентного рассеяния возбуждающего излучения на образце.

В работе [3] показано, что значительное снижение порога чувствительности рентгенофлуоресцентного элементного анализа может быть получено при использовании для возбуждения рентгеновской флуоресценции синхротронного излучения (СИ).

Высокая интенсивность и сплошной спектр СИ позволяют использовать для возбуждения монохроматизированное излучение с энергией несколько выше края поглощения рассматриваемого элемента. Это позволяет полностью подавить в области линии флуоресценции фон, возникающий за счет когерентного рассеяния возбуждающего излучения на образце, при использовании детектора с энергетическим разрешением много меньше интервала между нижним краем спектра возбуждающего излучения и энергией флуоресцентных квантов.

Возможность плавного изменения энергии возбуждающего излучения повышает избирательность анализа и позволяет подобрать оптимальные условия возбуждения для анализируемого элемента, а его высокая интенсивность сокращает время проведения анализа.

Благодаря высокой степени линейной поляризации СИ составляющая фона, возникающая при когерентном и некогерентном рассеянии возбуждающего излучения на образце, может быть существенно подавлена за счет выбора определенной геометрии эксперимента: сечение рассеяния при наблюдении вдоль электрического вектора возбуждающего излучения имеет характерный минимум.

В предлагаемой работе изложены предварительные результаты по использованию СИ в рентгенофлуоресцентном элементном анализе.

Схема экспериментальной установки приведена на рис. 1.

В качестве источника возбуждающего излучения использовалось СИ накопителя ВЭП-3 ИЯФ СО АН СССР [4]. Измерения производились при энергии электронов 2 ГэВ и токе ~30 мА.

Рентгеновская флуоресценция возбуждалась монохроматическим излучением. В качестве монохроматора применялся пирографит (002) с $\Delta\lambda/\lambda \sim 10^{-2}$. Монохроматор располагался на расстоянии 10 м от точки излучения, фокусировка не использовалась. После монохроматора плотность потока квантов имела величину $\sim 10^{11} \text{ см}^{-2} \text{ сек}^{-1}$.

Расходимость пучка СИ при энергии квантов 10 кэВ составляет $3,5 \cdot 10^{-4}$, специальной диафрагмой диаметром 1 мм из пучка СИ вырезалась центральная часть с расходимостью $\sim 10^{-4}$. В этом случае средняя степень поляризации выделяемого излучения составляла 90%, что соответствует отношению интенсивностей излучения с горизонтальной и вертикальной поляризацией порядка 20.

Энергия возбуждающего излучения выбиралась на 1 - 2 кэВ выше края поглощения анализируемого элемента. Регистрация осуществлялась кремний-литиевым детектором фирмы ORTEC (разрешение 160 эВ на линии 5,9 кэВ) и многоканальным анализатором импульсов.

Для уменьшения фона между образцом и детектором был установлен коллиматор, ось которого ориентировалась вдоль электрического вектора составляющей СИ с горизонтальной поляризацией.

В работе использовались одноэлементные водные растворы цинка и золота в диапазоне концентраций $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-7}$ г/г и $1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-6}$ г/г соответственно. ^{х)} Растворы заливались во фторопластовые кюветы с окнами из лавсана толщиной 5-7 мкм.

^{х)} Растворы для анализа были получены из Института неорганической химии и Института геологии и геофизики СО АН СССР. За представление растворов и обсуждение результатов авторы выражают благодарность И.Г.Юдильевичу и В.Г.Цимбалю.

Возможности рентгенофлуоресцентного элементного анализа с использованием СИ демонстрируются спектрами флуоресценции (рис. 2) водных растворов цинка и золота с концентрациями $1 \cdot 10^{-6}$ г/г. Из этих спектров видно, что концентрации ниже порога чувствительности при традиционных методах фотонного возбуждения уверенно регистрируются.

Зависимости от концентрации интенсивностей K_{α} и L_{α} линий флуоресценции цинка и золота приведены на рис. 3. Эти зависимости имеют линейный характер.

На основе полученных результатов оценен порог чувствительности, за который принята утроенная среднеквадратичная погрешность измерения числа импульсов от образца с "нулевым" содержанием исследуемого элемента [1]. При длительности измерений 1000 сек. и токе накопителя 30 мА для пороговой чувствительности получены следующие значения: для цинка - $1,6 \cdot 10^{-8}$ г/г (по K_{α} линии), для золота - $7,2 \cdot 10^{-8}$ г/г (по L_{α} линии).

Пример использования СИ для многоэлементного анализа сложного вещества (нефть) иллюстрируется рис. 4.

Возможности рентгенофлуоресцентного элементного анализа с использованием СИ в предлагаемой работе не использованы полностью. Тем не менее, уже на этом этапе удалось добиться снижения порога чувствительности на несколько порядков по сравнению с результатами, получаемыми при обычных источниках фотонного возбуждения.

Пути дальнейшего повышения чувствительности рентгенофлуоресцентного элементного анализа рассмотрены в работе [3]. К ним, в частности, относятся использование двухкристалльных монохроматоров с целью получения более резкого спада с низкоэнергетической стороны спектра возбуждающего излучения и монохроматоров с брегговскими углами, близкими к 45° для подавления составляющей СИ с вертикальной поляризацией.

Конечно, использование синхротронного излучения для рутинного элементного анализа пока неоправдано хотя бы из-за ограниченного количества источников СИ, однако, в уникальных экспериментах (поиск сверхтяжелых элементов [5], анализ лунного грунта и т.д.) применение синхротронного излучения может оказаться чрезвычайно эффективным

Л и т е р а т у р а

1. А.Л.Якубович, Е.И.Зайцев, С.М.Пржиялговский, Ядернофизические методы анализа минерального сырья, АИ, М, 1969.
2. Р.И.Плотников, Г.А.Пшеничный, Флуоресцентный рентгенорадиометрический анализ, АИ, М, 1973.
3. Г.Н.Кулипанов, А.Н.Скринский, Использование синхротронного излучения - состояние и перспективы. Препринт ИЯФ-12, 1977 г.
4. В.В.Анашин и др. Накопители ВЭШ-2М и ВЭШ-3 - источники синхротронного излучения. Доклад на 5 Всесоюзном совещании по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1975.
5. C.J.Sparks, Jr., S.Raman, et al., *Phys. Rev. Lett.*, 38, 205 (1977).

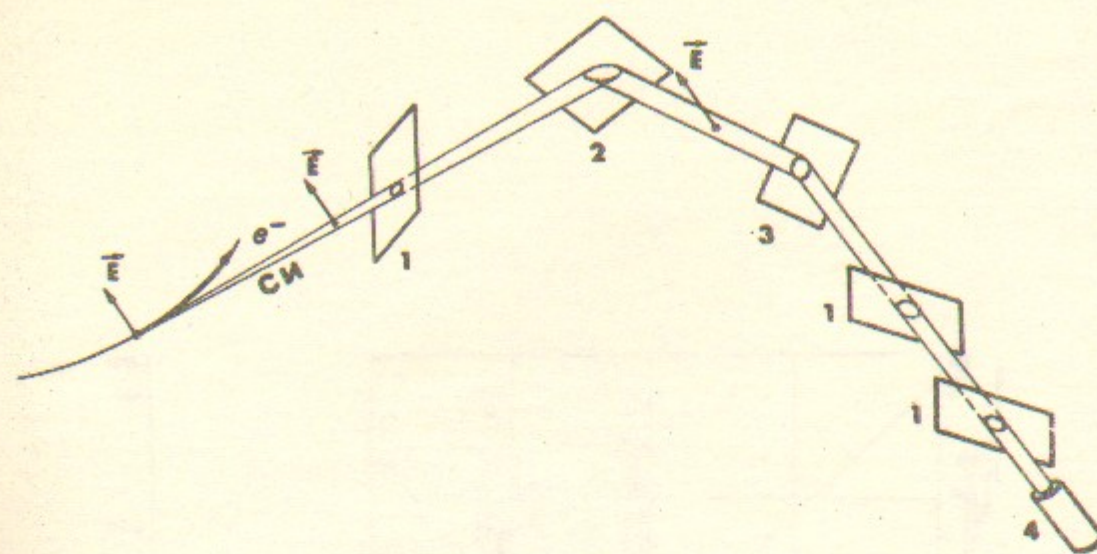


Рис. 1. Схема экспериментальной установки
 1 - коллимирующие диафрагмы,
 2 - монохроматор,
 3 - образец, 4 - детектор.

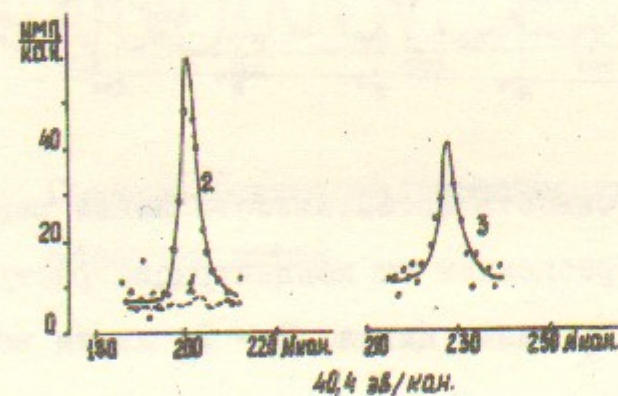


Рис. 2. Спектры рентгенофлуоресценции растворов
 1 - раствор с нулевым содержанием цинка (фон),
 2 - цинк, концентрация $1 \cdot 10^{-6}$ г/г (K_{α} линия),
 3 - золото, концентрация $1 \cdot 10^{-6}$ г/г (L_{α} линия).

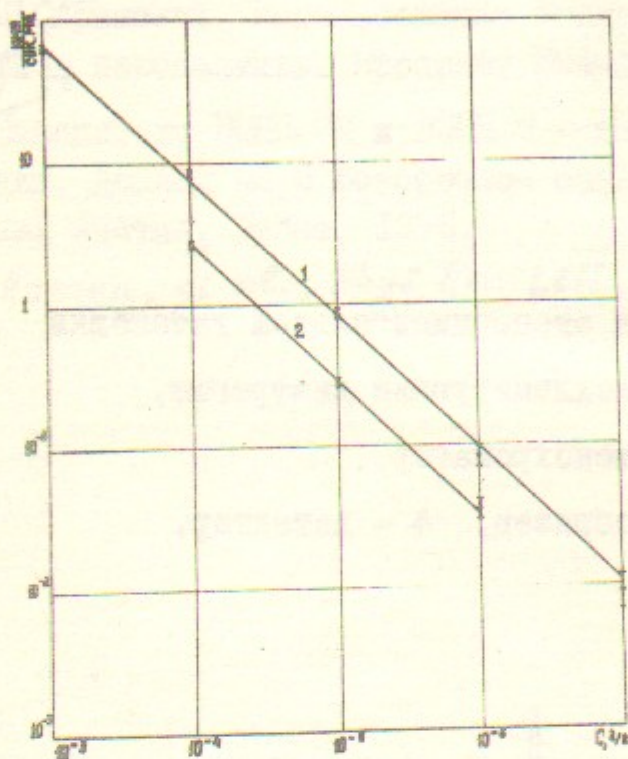


Рис. 3. Зависимость интенсивности линий рентгено-
флуоресценции от концентрации растворов
1 - K_{α} линия цинка, 2 - L_{α} линия золота.

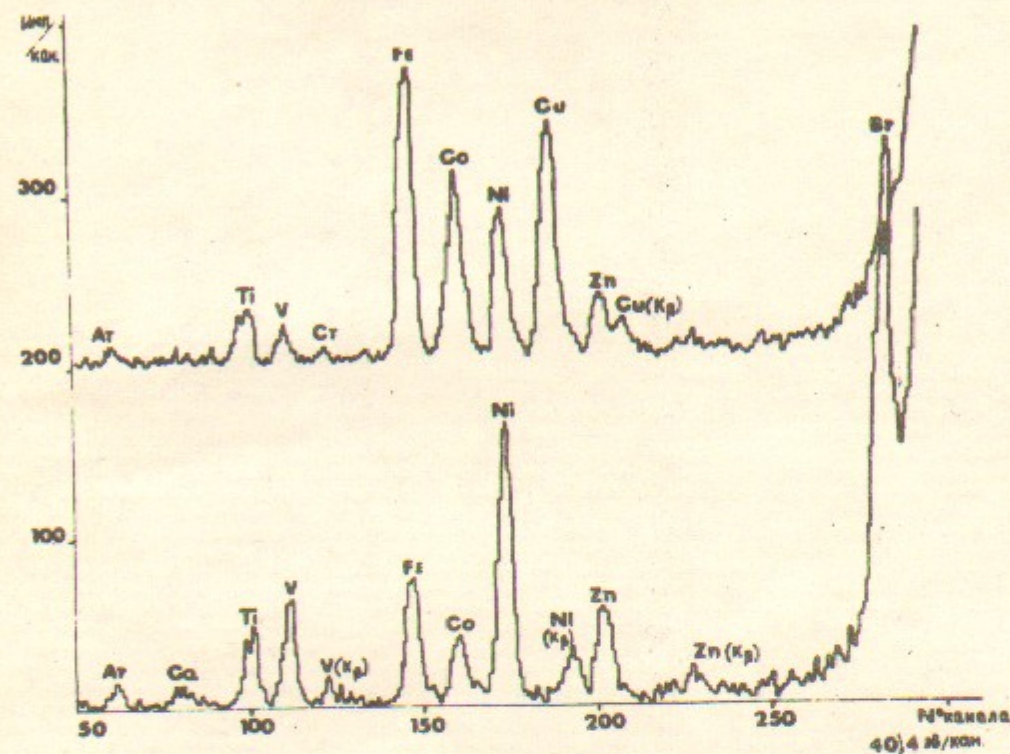


Рис. 4. Спектры рентгенофлуоресценции различных
образцов нефти.

Работа поступила - 22 июня 1977 г.

Ответственный за выпуск - С.Г.ПОПОВ
Подписано к печати 24.УІ-1977г. МН 02885
Усл. 0,5 печ.л.; 0,4 учетно-изд.л.
Тираж 200 экз. Бесплатно
Заказ № 57.

Отпечатано на ротаринте ИЯФ СО АН СССР