

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ИРКУТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ФИЗИКА
РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Иркутск – 2001 г.

Печатается по решению редакционно-издательского совета
Иркутского государственного университета

Лабораторный практикум: Физика рентгеновского излучения.
Под ред. проф. А.Д.Афанасьева. – Иркутск: Иркутский ун-т, 2001.- с.-44.

Пособие содержит описание 6 лабораторных работ по физике рентгеновского излучения. Описания лабораторных работ предназначены для студентов физических специальностей вузов.

© Иркутский государственный
университет, 2001

Оглавление

Лабораторная работа №1. Радиационная безопасность	4
Лабораторная работа №2. Сканирующий рентгеновский флуоресцентный спектрометр VRA-20	12
Лабораторная работа №3. Закон Генри Мозли	22
Лабораторная работа №4. Количественный рентгеноспектральный анализ на один элемент	24
Лабораторная работа №5. Спектрометр рентгеновский многоканальный СРМ-25	27
Лабораторная работа №6. Рентгеноспектральное определение элементного состава многокомпонентного образца	35
Приложение. Статистические основы измерения аналитических сигналов на рентгеновских спектрометрах	40
Литература	43

Лабораторная работа №1

Радиационная безопасность

Цель лабораторной работы: Ознакомление с правилами техники безопасности при работе с источниками радиоактивного излучения

1. Основные понятия

Активность источника излучения

Мера радиоактивности A определяется числом dN самопроизвольных ядерных превращений в единицу времени dt .

$$A = \frac{dN}{dt}$$

Единица активности - кюри (Ки).

1 Ки = $3.7 * 10^{10}$ ядерных превращений в секунду.

В системе СИ за единицу активности принимается беккерель (Бк).

1 Бк = 1 ядерному превращению в секунду.

1 Бк = 0.027 нКи.

Экспозиционная доза

Единицей экспозиционной дозы является "рентген".

Это такая доза излучения, которая вызывает появление в 1 кубическом сантиметре воздуха (находящегося в некоторых "стандартных" условиях) ионов каждого знака, имеющих суммарные заряды по 1 кулону.

$$1 \text{ Р} = 2.58 * 10^{-4} \text{ Кл/кг}$$

Поглощенная доза

Поглощенная доза (D) – это основная дозиметрическая величина. Она равна отношению средней энергии dw , переданной ионизирующим излучением веществу в элементарном объеме, к массе dm вещества в этом объеме:

$$D = \frac{dw}{dm}$$

Единицей поглощенной дозы является рад . 1 рад = 0.01 Дж / кг.

В СИ единица поглощенной дозы - грей. 1 Гр = 100 рад.

Эквивалентная доза

Эквивалентная доза (Н) - это основная дозиметрическая единица, введенная для оценки ущерба здоровью человека, от хронического воздействия на него ионизирующего излучения произвольного состава при значениях Н, не превышающих 5 ПДД (ППД – предельно допустимая доза). Эквивалентная доза Н равна произведению поглощенной дозы D на средний коэффициент качества ионизирующего излучения k в данном виде биологической ткани.

$$H = D * k$$

Единица измерения эквивалентной дозы - бэр.

$$1 \text{ бэр} = 0.01 \text{ Дж/кг.}$$

Название БЭР происходит от сокращения слов «биологический эквивалент рентгена».

В системе СИ единицей эквивалентной дозы является зиверт.

$$1 \text{ Зв} = 100 \text{ бэр.}$$

Естественный фон – это эквивалентная доза ионизирующего излучения, создаваемая космическим излучением и излучением природных радионуклидов естественным образом распределенных в почве, атмосфере, воде, продуктах питания и т.д.

Мощность эквивалентной дозы

Мощность эквивалентной дозы - это величина эквивалентной дозы в единицу времени

$$M = \frac{dH}{dt}$$

Единицей измерения мощности эквивалентной дозы является бэр/с. Рекомендуется использовать величину миллибэр в час.

$$1 \text{ мбэр/ч} = 2.78 * 10^{-7} \text{ бэр/с}$$

В системе СИ единицей измерения является зиверт в секунду.

$$1 \text{ Зв/с} = 100 \text{ бэр/с.}$$

Контрольный уровень

Контрольные уровни - это значения индивидуальных эквивалентных доз, мощностей этих доз, значений величины плотности потока частиц, которые поступают в организм, а так же концентрации радионуклидов в воздухе, в воде и в продуктах питания. Контрольные уровни радиоактивного загрязнения поверхности, радиоактивного выброса и сброса и т.д. устанавливаются руководством учреждения или органами Госсаннадзора для оперативного радиационного контроля, закрепления достигнутого уровня перечисленных величин ниже дозовых пределов.

2. Медицинские нормы и противопоказания при работе с ионизирующим излучением

Биологические воздействия излучения на организм человека

Биологическое действие ионизирующих излучений состоит в разрушении внутримолекулярных связей и как следствие прекращении жизнедеятельности клеток организма. Наиболее подвержены разрушению клетки в фазе деления, когда спирали молекул ДНК обособлены и незащищены. С одной стороны это используется в медицине для прекращения деления клеток злокачественных опухолей, с другой это приводит к нарушению наследственных признаков организма, переносимых половыми клетками. Значительное воздействие рентгеновского излучения приводит к необратимым поражениям тканей - ожогам, потере зрения и в худшем случае к поражению кроветворного механизма (лучевой болезни или лейкемии).

Категории облучаемых лиц

- Категория А – обслуживающий персонал (постоянный и временный);
- Категория Б - лица, которые не работают с источниками радиационного излучения, но проживают в зоне облучения или там, где расположены их рабочие места;
- Категория В - население региона, страны.

Группы облучаемых органов

- 1-ая группа - все тело, гонады и красный костный мозг;
2-ая группа – внутренние органы, мышцы, щитовидная железа, жировая ткань, хрусталики глаз;
3-ия группа - кожный покров, костная ткань, кости предплечья, голени и стопы.

Предельная допустимая доза (ПДД)

Дозовые пределы суммарного внешнего и внутреннего облучения за календарный год, бэр	Группа критических органов		
	1	2	3
ПДД для категории группы А	5	15	30
ПДД для категории группы Б	0.5	1.5	3

Для женщин до 40 лет, отнесенных к группе А, введено дополнительное ограничение: доза на тазовую область не должна превышать 1 бэр за любые 2 месяца.

Индивидуальная доза облучение для лиц категории группы А

Индивидуальная эквивалентная доза за календарный год не должна превышать ПДД.

Для женщин до 40 лет доза на тазовую область не должна превышать 1 бэр за любые 2 месяца.

Планируемое повышенное облучение во время аварии может быть разрешено только для спасения людей, предотвращения развития аварии угрожающей облучением большого числа людей.

Планируемое облучение до 2 ПДД разрешается территориальными службами; до 5 ПДД - только Министерством здравоохранения.

Планируемое повышение облучения не разрешается:

- если работник ранее получил дозу, превышающую 5 ПДД;
- для женщин в возрасте до 40 лет.

Все превышения контрольных доз облучения компенсируются в течение последующих 5-ти лет - для дозы 2 ПДД и 10-ти лет - для дозы 5 ПДД.

Доза, накопленная к возрасту 30 лет не должна превышать 12 ПДД.

Персонал, подвергнутый облучению свыше 5 ПДД, немедленно направляется на медицинское обследование.

К персоналу приравниваются все лица, привлекаемые к устранению аварии.

Индивидуальная доза облучение лиц категории группы Б

Среднее значение индивидуальной эквивалентной дозы для критической группы за календарный год не должно превышать 1 ПДД по месту их работы и проживания.

Если по результатам длительного наблюдения установлено, что облучение критической группы лиц категории Б не превышает 0.1 ПДД, то радиационный контроль по согласованию с органами Госсаннадзора может быть сокращен.

Порядок регламентации и контроля облучения населения определяется Основными Санитарными Правилами 72/87.

Критическая группа

Критическая группа – это небольшая по численности группа лиц категории Б, однородная по условиям жизни, возрасту, полу, которая

подвергается наибольшему радиационному воздействию в пределах учреждения, его санитарно-защитной зоны и зоны наблюдения.

Противопоказания при работе с источниками ионизирующего излучения

1. Содержание гемоглобина менее 130 г/л для мужчин и 120 г/л для женщин; лейкоцитов менее $4.5 \cdot 10^9$ в 1 л; тромбоцитов менее 180 000.
2. Наркомания, токсикомания, хронический алкоголизм.
3. Заболевания, склонные к злокачественному перерождению; доброкачественные опухоли, препятствующие ношению спецодежды.
4. Лучевая болезнь II - IV степени.
5. Заболевание щитовидной железы, болезнь Рейно, заболевания периферических сосудов.
6. Хронические гнойные заболевания придаточных пазух носа, хронические средние отиты с частыми обострениями.
7. Понижение остроты зрения - ниже 0,6 на одном глазу и ниже 0,5 на другом.
8. Катаракта.
9. Хронические инфекционные и грибковые заболевания кожи.
10. Шизофрения и другие эндогенные психозы.
11. Врожденные аномалии органов с выраженной недостаточностью их функций.
12. Органические заболевания нервной системы со стойко выраженными нарушениями функций.
13. Эпилепсия.
14. Болезни эндокринной системы с выраженным нарушением функций.
15. Злокачественные новообразования.
16. Выраженные болезни крови и кроветворных органов.
17. Гипертоническая болезнь 2 - 3 стадий.
18. Болезни сердца с недостаточностью кровоснабжения.
19. Хронические болезни легких с выраженной легочно-сердечной недостаточностью, склонность к кровотечениям.
20. Бронхиальная астма тяжелого течения.
21. Активные формы туберкулеза любой локализации.
22. Язвенная болезнь желудка и двенадцатиперстной кишки с частыми обострениями или склонностью к осложнениям.
23. Циррозы печени и активные хронические гепатиты. Поражения желчевыводящей системы с частыми или тяжелыми приступами.
24. Хронические гастроэнтериты и колиты с частыми обострениями.
25. Хронические болезни почек с явлениями почечной недостаточности,

- мочекаменная болезнь с частыми приступами или осложнениями.
26. Коллагенозы.
 27. Болезни суставов с частыми выраженными обострениями или стойким нарушением функции суставов.
 28. Стойкое нарушение менструальной функции.
 29. Беременность в период лактации.
 30. Хронические воспаления матки и придатков с частыми обострениями.
 31. Не вынашивание и повреждение плода у женщин детородного возраста.
 32. Заболевание зрительного нерва и сетчатки.
 33. Анофтальм.
 34. Глаукома.

3. Правила работы с рентгеновскими установками

Размещение рентгеновских установок

Рентгеновские установки запрещается размещать в жилых зданиях и детских учреждениях.

Размещение аппаратуры в помещении производится в строгом соответствии техническим условиям: соответствующей площадью, вентиляцией, тепловой режим, водопровод и слив, безопасный газовый пост, фальшпол, сигнализация, противопожарные средства, электрическая безопасность, инструкции о безопасной работе, радиометры, недоступность посторонних.

Общая организация работ

Учреждения, помещения и установки до начала эксплуатации должны быть приняты с составлением акта комиссией в составе представителей Госсаннадзора, органов ОВД. Госсаннадзор оформляет и отзывает Санитарный паспорт на право работы (на срок до 3 лет), утверждает инструкции по радиационной безопасности, выдает разрешение на ремонт установок.

- К работе с источниками излучения допускаются лица старше 18 лет, после обучения, инструктажа и проверки знаний по технике безопасности.
- Проверка знаний правил безопасности проводится комиссиями не реже 1 раза в год с регистрацией, инструктаж - не менее 2 раз в год.
- Лица, отнесенные к категории А, обязательно проходят периодический медицинский контроль.

- Женщины освобождаются от работы с момента установления беременности на период грудного вскармливания ребенка.
- При работе с источниками рентгеновского излучения запрещаются любые работы, не предусмотренные должностными инструкциями, кроме действий по предотвращению аварии.

Работа с устройствами, генерирующими рентгеновское излучение

Мощность эквивалентной дозы неиспользуемого рентгеновского излучения не должна превышать 0.1 мбэр/час на расстоянии 1 метр от поверхности аппарата.

Методы и средства защиты

Необходимо ослабление плотности потока излучения, то есть переход к работе с маломощными источниками излучения и усиление защиты от первичного, вторичного и рассеянного излучения. В идеальном случае прибор должен быть снабжен телеметрическим управлением и находиться в изолированном помещении удаленным от персонала. В обычных условиях защита состоит в создании герметичного рабочего пространства, полностью окруженного защитным материалом, позволяющим снизить дозу вышедшего излучения до ПДД.

Качество любой защиты характеризуется свинцовым эквивалентом - толщиной слоя свинца, который поглощает данное излучение, как и слой выбранного материала. Степень защиты зависит от длины волны возникающего излучения. Запрещается настройка, юстировка спектрометрических каналов, вскрытие рабочего пространства спектрометра, проведение ремонтных работ при работе рентгеновской трубки.

Меры индивидуальной защиты и личной гигиены при работе с серийной РФА аппаратурой

При работе с рентгеновскими серийными аппаратами меры индивидуальной защиты и гигиены (спецодежда, укрытия, частая влажная уборка, душевые, дезактивация) не предусмотрены.

Радиационный дозиметрический контроль

Радиационный контроль в учреждении должен обеспечить получение информации о состоянии радиационной обстановки и дозе облучения персонала. Контроль величины доз рентгеновского излучения

проводится на рабочих местах, в смежных помещениях, на территории учреждения, в санитарно-защитной зоне и зоне наблюдения.

В техническом проекте учреждения предусматривается раздел "Радиационный контроль", в котором предусматривается перечень дозиметрических приборов, точек периодического контроля, штат работников, осуществляющих контроль.

Положение о службе радиационного контроля (ответственного лица) утверждается администрацией по согласованию с Госсаннадзором. В него включают объем, характер и периодичность радиационного контроля, порядок регистрации его результатов.

Индивидуальную дозу излучения фиксируют в карточке индивидуального контроля и хранят 50 лет после увольнения сотрудника. Копия передается на новое место работы, если там проводятся работы с ионизирующим излучением. Данные о дозах, полученных командированными, передаются на место постоянной работы.

По фактической получаемой индивидуальной дозе персонал разделяется на 2 группы:

а) Для лиц, получающих дозу выше 0.3 ПДД, индивидуальный контроль обязателен;

б) Для лиц, получающих менее 0.3 ПДД, индивидуальный контроль проводить не обязательно, а оценка облучения производится по данным о контроле мощности космического облучения.

Контрольный уровень устанавливается по среднему показателю за смену для категории группы А и по среднему за месяц для категории группы Б.

Случаи превышения контрольных уровней должны быть исследованы, а причины устранены.

Предупреждение аварий и ликвидация последствий

Защита персонала и населения обеспечивается:

- - организацией санитарно-защитной зоны;
- - качественным изготовлением защиты;
- - периодическим контролем и постоянным наблюдением за состоянием оборудования в процессе эксплуатации;
- - строгим соблюдением технологической дисциплины и технической безопасности;
- - специальной подготовкой персонала.

При установлении факта аварии персонал действует по разработанным правилам: "Инструкции по предупреждению аварии и пожара и ликвидации их последствий" и "Планом мероприятий по защите персонала в случае аварии". При разработке этих документов

администрация стремится к тому, чтобы уровень облучения персонала не превышал норм радиационной безопасности.

Лабораторная работа № 2

Сканирующий рентгеновский флуоресцентный спектрометр VRA-20.

Цель работы: Изучение современных методов и аппаратуры для волнового разложения в спектр и регистрации рентгеновского излучения. Знакомство с правилами эксплуатации спектрометра VRA-20.

Введение

Рентгеноспектральная флуоресцентная аппаратура является достаточно сложным и дорогостоящим инструментом для исследования рентгеновских спектров. Тем не менее, такая аппаратура широко используется в науке и на производстве, поскольку позволяет быстро получать достаточно точную информацию об элементном составе различных веществ и материалов.

Рассматриваемая аппаратура аккумулирует достижения теории и практики возбуждения рентгеновского излучения, его разложения в спектр и регистрации. Поэтому выполнение настоящей работы позволяет в определенной мере освоить специализированную рентгеноспектральную технику.

Рентгеновский спектрометр VRA-20 является обычным серийным прибором, используемым во многих отечественных научных и промышленных организациях.

1. Принципиальная блок-схема спектрометра VRA-20

Мощный поток излучения установленной в спектрометре рентгеновской трубки (1), на которую подается напряжение от высоковольтного источника (2) и которая охлаждается проточной водой, падает на исследуемый объект (3) и возбуждает в нем его собственное флуоресцентное рентгеновское излучение. Это излучение попадает в кристалл-дифракционное устройство (4), где «отражающие» плоскости монокристалла-анализатора располагаются относительно пучка флуоресцентного излучения под углом, соответствующим условию Вульфа - Брэгга, и выделяют из пучка только одну длину волны, отвечающую данному условию. Если плавно менять ориентацию кристалл-анализатора относительно рентгеновского пучка, то можно получить спектральное

распределение падающего излучения. Фотоны рентгеновского излучения с выделенной длиной волны регистрируются счетчиком (5), на который подается напряжение от блока питания (6). Фотоны, зарегистрированные в виде электрических импульсов, суммируются за указанный промежуток времени в запоминающем устройстве (7) и могут быть выведены на табло (8) или на печать (9).

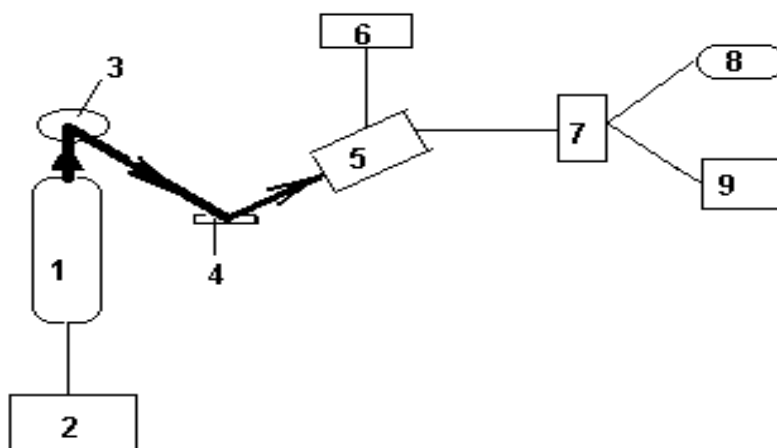


Рис.1. Принципиальная блок-схема рентгеновского всеволнового спектрометра VRA-20.

2. Основные узлы спектрометра

2.1. Рентгеновская трубка

Рентгеновская трубка представляет собой мощный диод, в котором поток электронов с высокой энергией бомбардирует материал анода. В результате возникает рентгеновское излучение, выходящее из трубки через тонкое окно. В спектрометрах используются рентгеновские трубки мощностью 2 - 3 кВт с предельным напряжением порядка 50 - 70 кВ. Предельно допустимая мощность трубки обусловлена материалом ее анода, допустимой удельной нагрузкой на фокусное пятно и конструктивными особенностями.

Материалом анода служат металлы, выдерживающие высокие тепловые нагрузки (Cr, Cu, Mo, Rh, Pd, W и др.). Выбор материала анода осуществляется с учетом эффективности возбуждения его излучением атомов исследуемых элементов облучаемого объекта. Для элементов с $Z > 24$ наиболее эффективным оказывается тормозное излучение анодов с высокими атомными номерами (W, Re, Au).

Для охлаждения анода трубки используется проточная вода.

Высокое напряжение может подаваться на катод (отрицательный потенциал) или на анод (положительный потенциал) рентгеновской трубки. Отрицательная полярность конструктивно легче реализуется, но

создает высокие тепловые нагрузки на окно трубки, что препятствует уменьшению его толщины.

Окна рентгеновских трубок обычно выполняются из бериллия и имеют толщину порядка десятых или сотых долей миллиметра. Трубки могут иметь торцевое или боковое окно.

Сканирующие рентгеновские спектрометры, к которым относится VRA-20, имеют, как правило, боковое окно.

Рентгеновский спектрометр VRA-20 снабжен трубками с W-, Mo- и Cr- анодами. Трубки рассчитаны на мощность 3 кВт и предельное напряжение 60 кВ при отрицательном потенциале, подаваемом на катод. Они имеют боковое бериллиевое окно толщиной 0,2 - 0,3 мм. Охлаждение анода трубки осуществляется проточной водой. Поперечный разрез трубки представлен на рис.2.

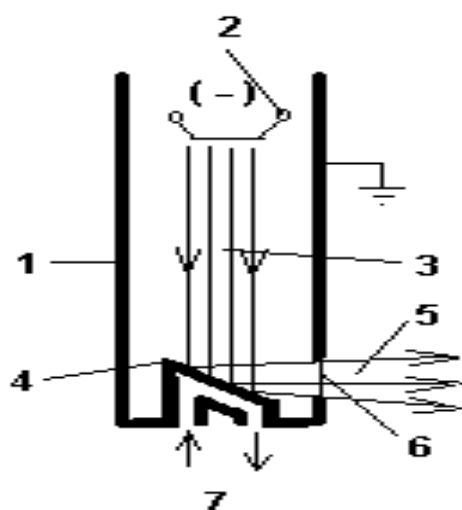


Рис.2. Схема рентгеновской трубки спектрометра VRA-20.

1- корпус трубки, 2- катод, 3- поток электронов, 4- анод, 5- поток рентгеновского излучения, 6- бериллиевое окно трубки, 7- водяное охлаждение анода.

2.2. Генератор высокого напряжения

Необходимым условием для достижения высокой точности измерений интенсивностей рентгеновского излучения и точности получаемых результатов является стабильность питания рентгеновской трубки. Стабильность высокого напряжения, создаваемого высоковольтным генератором, поддерживается на уровне десятых - сотых долей процента. Примерно на этом же уровне стабилизируется анодный ток трубки.

Для рентгеновского спектрометра VRA-20 стабильность анодного тока 0,05%; стабильность высокого напряжения 0,1%. Напряжение на трубке плавно регулируется до 60 кв. При высоких напряжениях

необходимо ограничивать величину анодного тока, чтобы не превысить допустимую мощность, равную 3 квт.

Высокое напряжение подается от генератора на рентгеновскую трубку по высоковольтному кабелю.

2.3. Устройство подачи образцов

Точность измерений интенсивности флуоресцентного рентгеновского излучения во многом зависит от правильности установки образца в поле облучения первичным пучком рентгеновской трубки. Поэтому к устройству подачи образцов предъявляются достаточно жесткие требования.

В рентгеновском спектрометре VRA-20 образцы, имеющие форму дисков диаметром не более 40 мм и толщиной не более 40 мм, помещаются в специальные кюветы, обеспечивающие высокую стабильность положения облучаемой поверхности образца.

Кюветы устанавливаются на десятипозиционный стол, который последовательно подставляет образцы под механическую руку. Рука захватывает кювету с пробой и помещает ее в двухпозиционный диск. С последнего берется один из двух образцов, который помещается в зону облучения рентгеновской трубки. После измерения интенсивности образец возвращается на двухпозиционный диск, который поворачивается на 180° и подставляет другой образец для помещения его в зону облучения, а использованный образец снимается механической рукой с этого диска, возвращается на десятипозиционный стол и заменяется следующим образцом с этого стола.

2.4. Спектрометрическое устройство

Это устройство является основным узлом всех спектрометров с волновой дисперсией. В нем осуществляется выделение из всего потока флуоресцентного излучения выбранной для исследования длины волны. Для этого используется закон Вульфа- Брэгга для упорядоченных кристаллических структур:

$$2d \sin \theta = n\lambda ,$$

где λ - длина волны выбранного излучения; θ - угол, под которым эта длина волны «отразится» от плоскостей монокристалла, если расстояние между этими плоскостями оказалось равным d ; n - порядок отражения.

Таким образом, чтобы выделить излучение с нужной длиной волны λ , следует установить отражающие плоскости кристалла под углом θ к падающему на него неоднородному рентгеновскому излучению. Тогда выбранное излучение «отразится» от этого кристалла под тем же углом, а все остальное излучение пройдет через кристалл.

Существует несколько способов выделения рентгеновского излучения с исследуемой длиной волны.

Фокусирующие способы (Иоганна, Иоганссона, Кошуа, Дю-Монда) основаны на использовании изогнутых монокристаллов. Они обеспечивают высокую разрешающую способность спектрометров и высокую контрастность аналитического сигнала. Недостатком этих способов является их сложная конструктивная реализация, связанная с необходимостью изменения не только угла, но и расстояния до детектора при смене длины исследуемого излучения.

В рентгеновском спектрометре VRA-20 выделение нужной длины волны осуществляется по схеме Соллера. Недостатки диспергирующих систем по Соллеру состоят в ограниченной разрешающей способности и сравнительно больших размерах рабочего участка образца и окна детектора, необходимых для обеспечения высокой интенсивности. Система Соллера представлена на рис.3.

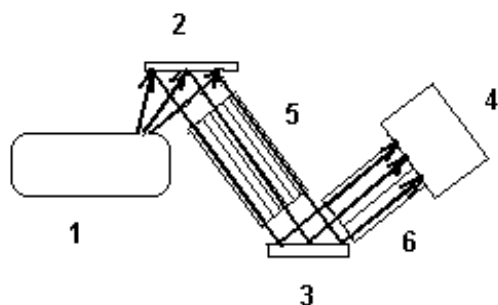


Рис.3. Принципиальная схема выделения рентгеновского излучения с заданной длиной волны по методу Соллера. 1- рентгеновская трубка; 2- образец; 3- кристалл-анализатор; 4- детектор; 5- коллиматор флуоресцентного излучения образца; 6- коллиматор «отраженного» излучения с заданной длиной волны.

Разрешающая способность спектрометра по Соллеру определяется расстоянием между пластинами входного коллиматора 5 и мозаичностью кристалла-анализатора. В спектрометре VRA-20 установлены три автоматически сменяемых коллиматора с углами расходимости от 10' до 40'. Улучшение разрешающей способности путем уменьшения угла расходимости сталкивается с принципиальными трудностями, связанными со сложностью их изготовления и сравнительно низкой прозрачностью. Кроме того, в коллиматорах с расходимостью меньше 10' может проявляться эффект полного внешнего отражения.

Выходной коллиматор 6 предназначен для защиты детектора от попадания в него излучения, рассеянного на кристалле и на других деталях спектрометрического устройства.

Сканирующие рентгеновские спектрометры для обеспечения измерений в широкой области спектра не могут ограничиться одним каким-либо кристаллом-анализатором 3. Необходим набор таких кристаллов с различными межплоскостными расстояниями. Характеристики некоторых кристаллов, используемых в рентгеновских спектрометрах, приведены в таблице 1.

Конструкция спектрометрического устройства спектрометра VRA-20 позволяет использовать пять автоматически сменяемых кристаллов-анализаторов для изменения диапазона длин волн исследуемого рентгеновского излучения. Спектрометр рассчитан на измерение интенсивностей характеристических линий элементов от фтора ($Z=9$) до урана ($Z=92$).

Кинематическая схема спектрометрического устройства для схемы Соллера достаточно проста и предусматривает, что для изменения длины волны, выделяемой кристаллом-анализатором, следует повернуть этот кристалл на некоторый угол φ , в то время как детектор рентгеновского излучения поворачивается соответственно на удвоенный угол 2φ .

Простота кинематики обуславливает сравнительно малые габариты спектрометрического устройства.

Таблица 1

Характеристики некоторых кристаллов - анализаторов

Кристалл, плоскость	Межплоск. расстояние A^0	Диапазон длин волн A^0	Диапазон элементов Z	Мозаичность рад 10^4	Интегральный коэф-т отражения рад 10^5
LiF [220]	2,248	2,7 - 0,3	22 - 56 (K) 57 - 94 (L)	20	20
LiF [200]	4,027	3,8 - 0,5	19 - 50 (K) 51 - 94 (L)	20	40
Кварц [1011]	6,686	6,5 - 0,56	15 - 47 (K)	3	15
PE [002]	8,750	8,5 - 3	13 - 21 (K)	2	8
КАР [100]	26,632	25 - 11	8 - 11 (K)	1,5	2
Псевдо-кристаллы	40 - 120	100 - 8	5 - 12 (K)	-	-

2.5. Детектор рентгеновского излучения

В рентгеноспектральной аппаратуре в настоящее время используются детекторы, для которых средняя амплитуда электрических импульсов пропорциональна энергии квантов регистрируемого излучения. Это в первую очередь сцинтилляционные, газоразрядные и полупроводниковые детекторы. Их принцип действия базируется на способности рентгеновского излучения ионизировать атомы вещества. Амплитудная селекция импульсов, соответствующих попавшим в детектор квантам, позволяет подавить высокие порядки дифрагировавшего на кристалле рентгеновского излучения и повысить тем самым контрастность выделяемого сигнала.

В рентгеновском спектрометре VRA-20 используется двоякий детектор, первой ступенью которого является проточный газоразрядный счетчик, а второй ступенью - установленный за ним сцинтилляционный счетчик. Для измерения длинноволнового излучения (характеристические линии К - серии элементов от F до Cu и L - серии элементов с $Z < 60$) предлагается использовать газоразрядный счетчик, а для более коротковолнового излучения - сцинтилляционный счетчик. Для измерения К- серии элементов от титана ($Z=22$) до меди ($Z=29$) рекомендуется использовать оба счетчика, регистрируя тем самым излучение, поглощенное в газоразрядном счетчике, и прошедшее через него. Проточный газоразрядный счетчик наполняется газовой аргон - метановой смесью для эффективной регистрации квантов. Проток этого газа через счетчик восполняет утечку газовой смеси через тонкую органическую пленку, используемую в качестве окна счетчика, и обеспечивает долговременное его использование, так как становится возможной замена износившихся органических пленок. Тонкие окна детекторов необходимы при измерении длинноволновых излучений, проникающая способность которых весьма мала.

Важной характеристикой детекторов рентгеновского излучения является их разрешающая способность (отношение ширины пика на половине его высоты к положению максимума этого пика). Газоразрядные пропорциональные счетчики обладают разрешающей способностью порядка 10 - 15 % .

Сцинтилляционные счетчики основаны на использовании вспышек (сцинтилляций) кристалла- сцинтиллятора в оптической области под действием попадающих в него квантов рентгеновского излучения. Вспышки усиливаются и регистрируются фотоумножителем. Обычно используется весьма эффективный для ионизирующих излучений кристалл NaJ(Tl).

Разрешающая способность сцинтилляционных счетчиков существенно уступает таковой для газоразрядных и характеризуются величиной порядка 40 -50%.

2.6. Блок регистрации

Электрические импульсы с детектора после усиления и формирования в предусилителе поступают в амплитудный анализатор. Верхний порог амплитудного анализатора отсекает импульсы, обусловленные квантами высоких энергий второго порядка «отражения» от кристалла- анализатора. Нижний порог отсекает аппаратные шумы. Пороги амплитудного анализатора настраиваются на импульсы, соответствующие интересующей нас длине волны.

С другой стороны, удержание величины электрических импульсов между верхним и нижним порогами при изменении длины волны регистрируемого излучения возможно путем изменения коэффициента усиления детектора, зависящего от подаваемого на него напряжения.

Рентгеновский спектрометр VRA-20 оснащен амплитудно-импульсной автоматикой, которая управляет коэффициентом усиления, функционально связанным с длиной волны. Это позволяет регистрировать излучение при значительных перемещениях по спектральному распределению рентгеновской флуоресценции изучаемого объекта, не контролируя всякий раз положение импульсов относительно порогов анализатора.

Регистрируемые импульсы накапливаются в счетчике и их сумма выдается на табло или на печать для последующей обработки.

2.7. Вакуумная система

Ослабление интенсивности характеристического рентгеновского излучения элементов в воздушной среде проявляться, начиная со средних атомных номеров. Для элементов с малыми атомными номерами это ослабление оказывается весьма существенным. Поэтому в спектрометрическом и шлюзовом устройстве рентгеновского спектрометра VRA-20 используется вакуум порядка 10^{-2} мм.рт.ст. Вакуум в спектрометрическом устройстве поддерживается одним из двух форвакуумных насосов. Другой откачивает воздух из шлюзового устройства. При этом система клапанов автоматически напускает в шлюз воздух при каждой смене образца. Объемы спектрометрического и шлюзового устройств соединяются только в том случае, когда в шлюзе будет достигнуто достаточное разрежение. Измерение интенсивности рентгеновского излучения начинается только после соединения названных вакуумированных объемов.

3. Эксплуатация рентгеновского спектрометра VRA-20

3.1. Порядок включения и выключения спектрометра

- Если предусмотрена работа с проточным пропорциональным счетчиком, то следует открыть вентиль на газовом баллоне и убедиться, что расход газа соответствует норме;
- Открыть вентиль водоснабжения и убедиться, что водяное охлаждение задействовано;
- Подать на спектрометр питание от сети и проверить на индикаторе его наличие;
- Подать напряжение на высоковольтный источник питания (ВИП);
- Включить стойку регистрации рентгеновского излучения. При этом подается напряжение на детектор и на электронику настройки режимов работы;
- Через 2 - 3 минуты после включения ВИП установить рабочее напряжение и ток на рентгеновской трубке;
- Если предусмотрена работа в вакуумной области, то включить вакуумные насосы;
- После прогрева прибора в течение 15-20 минут можно приступить к работе.

Выключение прибора осуществляется в обратной последовательности.

3.2. Работа на спектрометре

Прежде чем приступить к работе на спектрометре, необходимо четко определить решаемую на нем задачу и продумать последовательность выполняемых измерений.

После этого установить в спектрометрическом устройстве необходимый первичный коллиматор и кристалл-анализатор, соответствующий исследуемой области длин волн.

Затем для выбранного кристалла найти по справочнику угол 2θ , характеризующий положение детектора при регистрации излучения с выбранной длиной волны, и установить этот угол на приборе.

С учетом ожидаемой интенсивности рентгеновского излучения и требований к точности измерений установить на приборе экспозицию для набора импульсов.

До выполнения измерений проверить правильность величины напряжения на детекторе.

Установить кювету с исследуемым образцом на десятипозиционный стол и ввести ее в зону облучения с помощью механической руки и двухпозиционного механизма смены образцов.

Выполнить оценочные измерения интенсивности с целью определения ее величины и точности результатов измерений. При необходимости проверить положение максимума распределения амплитуд импульсов относительно нижнего и верхнего порогов анализатора импульсов.

Убедившись в правильности работы спектрометра, выполнить планируемые измерения интенсивностей.

Порядок выполнения лабораторной работы.

1. Установить максимум заданной линии рентгеновского спектра.
 2. Провести измерение интенсивности линии, набрав достоверную статистическую выборку (не менее 20-измерений).
 3. Провести измерения интенсивности выбранной линии при различных величинах анодного тока на рентгеновской трубке при таком же наборе данных.
 4. Измерить фон, соответствующий данной линии при том же наборе данных.
 5. Рассчитать относительную статистическую погрешность и относительную вероятную погрешность при регистрации интенсивности линии элемента.
 6. Провести измерения интенсивности линии с использованием дополнительного образца и рассчитать относительные статистические погрешности для относительных интенсивностей.
 7. Построить по полученным данным зависимость относительной статистической погрешности от зарегистрированного числа импульсов для различных доверительных вероятностей (φ : $\pm 100/\sqrt{N}\%$; $2*\varphi$: $\pm 2*100/\sqrt{N}\%$; $3*\varphi$: $\pm 3*100/\sqrt{N}\%$).
 8. Построить зависимость относительной статистической погрешности числа набранных импульсов, исправленных на фон, от полного зарегистрированного числа импульсов для различных значений отношений пика линии к фону.
 9. Построить график зависимости интенсивности линии от величины силы анодного тока и найти «мертвое» время счетчика.
- Примечание: Правила статистической обработки результатов измерений см. в Приложении.

Лабораторная работа №3

Закон Генри Мозли

Цель работы: Установить зависимость длины волны характеристического излучения от атомного номера элемента. Провести качественный рентгеноспектральный анализ многокомпонентного образца.

Закон Мозли, отражающий связь энергии квантов *характеристического* рентгеновского излучения с атомным номером элемента, испустившего это излучение, лежит в основе рентгеноспектрального анализа. Этот сравнительно простой закон был им установлен Мозли в 1913 году после проведения огромной работы по систематизации экспериментальных данных о характеристических рентгеновских спектрах большого числа элементов.

Между тем, закон Мозли непосредственно вытекает из выражения для энергии рентгеновских уровней атома при внесении в него упрощающих допущений. Энергия рентгеновских уровней определяется зависимостью:

$$E(n, l, j) = Rhc \frac{Mz}{Mz + m} \left[\frac{(z - \sigma_1)^2}{n^2} + \frac{\alpha^2 (z - \sigma_2)^4}{n^4} \left(\frac{n}{j + \frac{1}{2}} - \frac{3}{4} \right) \right] \quad (1)$$

где $R = (2\pi^2 me^4) / h^3 c = 109737,303 \text{ см}^{-1}$ - постоянная Ридберга;

$h = 6.6242 \times 10^{-34} \text{ Дж} \times \text{с}$ - постоянная Планка;

$m = 9,1066 \times 10^{-28} \text{ г}$ - масса электрона;

$c = 2,99776 \times 10^8 \text{ м/с}$ - скорость света;

$a = \frac{2p \times e^2}{h \times c} = 7.2981 \times 10^{-3}$ - постоянная тонкой структуры;

$(\alpha^2 = 5,326 \times 10^{-5})$

M_z - масса атомного ядра;

S_1 и S_2 - постоянные полного и внутреннего экранирования соответственно;

n , l и j - главное, азимутальное и внутреннее квантовые числа соответственно;

При сохранении только основного члена и опуская множитель $Mz/(Mz+m)$, который близок к единице, из данной формулы получаем следующее приближенное выражение для энергии уровня:

$$E = Rhc \frac{(z - \sigma_1)^2}{n^2} \quad (2)$$

Энергия фотона определяется разностью энергий начального i и конечного f уровней атома. Поэтому для энергии рентгеновского фотона можем записать:

$$\varepsilon = E_i - E_f = Rhc \left(\frac{(z - \sigma_{i1})^2}{n_i^2} - \frac{(z - \sigma_{f1})^2}{n_f^2} \right)$$

Если подобрать некоторую среднюю для двух уровней константу полного экранирования S , которая не нарушит данного равенства, то:

$$\varepsilon = Rhc(z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_i^2} - \frac{1}{n_f^2} \right)$$

или

$$\sqrt{\varepsilon} = \sqrt{Rhc \left(\frac{1}{n_i^2} - \frac{1}{n_f^2} \right)} \times (z - \sigma)$$

Учитывая, что энергия фотона связана с его длиной волны соотношением

$$\varepsilon = \frac{hc}{\lambda},$$

Полученное выражение можно представить в виде:

$$\frac{1}{\sqrt{\lambda}} = \chi \times (z - \sigma) \quad (3)$$

где

$$\chi = \sqrt{\left(\frac{1}{n_i^2} - \frac{1}{n_f^2} \right)} \times R$$

Формула (2) представляет собой закон Мозли для линии рентгеновского спектра:

Величина, обратная корню квадратному из длины волны характеристического излучения элемента линейно зависит от атомного номера этого элемента.

При получении формулы (2) были сделаны ряд допущений. Поэтому закон Мозли является приближенным.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Включить спектрометр.
2. Установить напряжение на трубке и ток накала.
3. Установить кристалл-анализатор.
4. Настроить при необходимости амплитудный дискриминатор.
5. Установить экспозицию.
6. Установить образец под облучение.

7. Изменяя угол брегговского отражения от предельно малых до больших, найти положение всех максимумов на спектре.

8. Вблизи каждого максимума измерить фоновую составляющую фона, и по величине дисперсии фона убедиться в том, что максимум выделен надежно.

9. Используя полученные результаты, рассчитать длины волн линий и найти волновые числа.

10. Построить графики зависимости $1/\sqrt{\lambda}$ от Z .

11. Определить, каким переходам и, каким линиям соответствует каждый график.

12. Определить элементный состав предложенной пробы.

Лабораторная работа N4

Количественный рентгеноспектральный анализ на один элемент

Цель: Ознакомление с методом определения содержания элемента в образце с помощью рентгеновского спектрометра.

Зарегистрированная на приборе интенсивность линии флуоресцентного рентгеновского излучения зависит от инструментальных факторов (рентгенооптическая схема прибора, тип кристалла-анализатора, тип детектора, форма спектра рентгеновской трубки, ток трубки и т.п.) и элементного состава облучаемого вещества. Все инструментальные параметры в течение эксперимента поддерживаются постоянными и все изменения интенсивности обусловлены только изменением элементного состава образцов. Существуют десятки способов рентгеноспектрального анализа и все они отличаются лишь приемами учета влияния на интенсивность определяемого элемента содержания прочих элементов образца.

Это влияние проявляется через различные процессы взаимодействия излучения с веществом, основным из которых является поглощение рентгеновского излучения в облучаемом материале, существенно изменяющее интенсивность аналитического сигнала.

1. Способ прямого внешнего стандарта

Если общий (валовый) состав материала меняется незначительно, то интенсивность определяемого элемента зависит только от его содержания в образце

$$I_a = k * F(C_a) \quad (1)$$

I_a - интенсивность элемента a ;

k - инструментальная постоянная;

Ca - содержание элемента в образце;

Функция F при небольших вариациях Ca , как правило, линейна; при больших вариациях - ее можно описать полиномом более высокой степени, но она всегда монотонно возрастающая: чем больше флуоресцирующих атомов, тем интенсивность выше.

Метод рентгеноспектрального анализа, использующий такие допущения, называется методом прямого внешнего стандарта и его выполнение оказывается довольно простым: необходимо лишь иметь группу градуировочных образцов с известным содержанием определяемого элемента.

В процессе выполнения анализа выполняются следующие операции:

1. Измеряются интенсивности флуоресценции определяемого элемента для градуировочных образцов;

2. По измеренным интенсивностям строится график функции F или методом наименьших квадратов устанавливается аналитический вид этой функции;

3. Измеряется интенсивность линии определяемого элемента для пробы неизвестного состава;

4. По графику (или по установленной аналитической зависимости) определяется содержание определяемого элемента в неизвестной пробе;

Этот достаточно примитивный способ, широко распространен в рентгенофлуоресцентном анализе.

К рассматриваемому способу предъявляются следующие требования:

- состав образцов сравнения должен охватывать весь интервал возможных составов неизвестных образцов;

- образцы сравнения должны иметь, по возможности, постоянный состав вмещающей среды;

- при определении малых содержаний элемента необходимо измерить и учесть для каждого образца фон под линией;

- при недостаточной стабильности прибора функцию F следует строить по интенсивностям, отнесенным к интенсивности репера. Репер измеряется после каждой пробы;

- достойное качество анализа достигается только при предварительной оптимизации всех инструментальных факторов.

2. Способ стандарта - фона

Если изменения валового состава образцов значительны, то интенсивность флуоресценции зависит не только от содержания определяемого элемента, но и от поглощающих характеристик образца - чем больше массовый коэффициент фотоэлектрического поглощения, тем меньше интенсивность

$$I_a = k F(Ca/m) \quad (2)$$

m - массовый коэффициент ослабления образцом вторичного излучения

Учесть влияние m можно, используя интенсивность рентгеновского фона.

В коротковолновой области спектра фон обусловлен в основном рассеянием на образце излучения рентгеновской трубки, которое, как и флуоресцентное излучение, ослабляется в этом образце. В первом приближении можно считать, что интенсивность рассеянного излучения равна

$$I_p = k F(s/mI) \quad (3)$$

s - массовый коэффициент рассеяния;

mI - массовый коэффициент ослабления первичного излучения.

Для образцов, состоящих из атомов легких элементов, s изменяется существенно меньше, чем коэффициент поглощения и это изменение не учитывают.

Кроме того, если между линией фона и линией определяемого элемента нет скачков поглощения и содержание самого определяемого элемента невелико, то mI однозначно связано с m и формула (3) может быть представлена в виде:

$$I_p = k F(I/m) \quad (4)$$

Разделив (1) на (4), получим зависимость, пригодную для выполнения анализа:

$$I_a/I_p = F(Ca) \quad (5)$$

Метод анализа, построенный на использовании выражения (5), называется методом стандарта-фона, который применяется при определении малых содержания элементов (сотые, тысячные доли процента по массе).

Операции, которые необходимо выполнить для анализа:

1. Измерить интенсивности флуоресценции определяемого элемента для всех градуировочных образцов;
2. Измерить интенсивности фона вблизи линии определяемого элемента для всех градуировочных образцов;
3. Рассчитать отношения I_a/I_p .
4. По измеренным образцам построить зависимость (5).
5. Измерить интенсивность линии определяемого элемента для образца неизвестного состава;
6. Измерить интенсивность фона от неизвестной пробы на той же длине волны, что и при измерении фона градуировочных образцов;
7. С помощью градуировочной зависимости найти содержание определяемого элемента в неизвестной пробе;

Порядок выполнения лабораторной работы

На спектрометре VRA-20:

1. Определить содержание элемента в предлагаемых пробах способом прямого внешнего стандарта.
2. То же самое выполнить способом стандарта фона.
3. Рассчитать погрешности определений и выбрать лучший из рассмотренных способов анализа для решения предложенной аналитической задачи.

Лабораторная работа № 5

Спектрометр рентгеновский многоканальный – СРМ-25

Цель работы: Изучение устройства и работы рентгеновского многоканального рентгеновского спектрометра (квантометра). Знакомство с основными техническими характеристиками, обеспечивающими эффективную эксплуатацию прибора в аналитической практике.

Введение

Спектрометр предназначен для одновременного рентгенофлуоресцентного определения содержания в образце шестнадцати элементов. Спектрометр используется в различных отраслях промышленности и науки, как аналитический прибор, обеспечивающий большую производительность анализа, а также в качестве датчика состава в автоматизированных системах контроля химического состава различных материалов.

Технические характеристики прибора

Диапазон анализируемых элементов – от углерода до урана в зависимости от комплектации прибора спектрометрическими каналами на отдельные элементы.

Максимальное количество одновременно анализируемых элементов-16.

Анализируются пробы массой не более 400г.

Источник первичного рентгеновского излучения – рентгеновская трубка с заземленным катодом; материал анода - родий.

Охлаждение рентгеновской трубки производится деионизированной водой с сопротивлением не менее 50 ком. Кожух рентгеновской трубки и контур источника высокого напряжения охлаждаются водопроводной питьевой водой

Спектрометр обеспечивает стабильность температурного режима в диапазоне 30-35°C.

Способ разложения рентгеновского излучения в спектр – кристалл-дифракционный с применением кристалл анализаторов, изогнутых по Иоганссону или Иоганну (PET,RAP,GE). Характеристики кристалл - анализаторов: PET(002)-2d=0.875nm, RAP(001)-2d=2.612nm, GE(111)-2d=0.6532nm, LiF(200)-2d=0.4028nm, LiF(220)-2d=0.2848nm.

Детекторы рентгеновского излучения – проточные пропорциональные и сцинтилляционные счетчики.

Устройство управления спектрометром обеспечивает автоматическое проведение последовательного анализа по одной из заданных программ, а именно: проведение анализа в вакууме или в воздушной среде; вращение пробы во время анализа; автоматическую смену образцов при анализе любой выбранной пробы или ряда проб; однократное, двукратное или трехкратное повторение анализа; повторение программы анализа; установку фильтров поглотителей (максимальное число фильтров-8). Выбранная оператором программа задается вручную или от вычислительного комплекса.

Информация о результатах измерений представляется на электронном табло в десятичной системе счисления.

Характеристики основных составных частей спектрометра

Спектрометр состоит из следующих узлов: стойка аналитическая, система водяного охлаждения, система высоковольтного питания, система детектирования и регистрации рентгеновских спектров, газовый пост.

Принцип работы спектрометра

Под действием первичного излучения рентгеновской трубки возникает вторичное рентгеновское излучение элементов, которые составляют анализируемую пробу.

Это излучение попадает в спектрометрические каналы, число которых равно числу анализируемых элементов. В каждом канале излучение с помощью кристалл – анализатора разлагается в характеристический спектр и далее направляется на входное окно детектора рентгеновского излучения. Возникшие в детекторе сигналы, усиленные сначала предусилителем, затем линейными усилителями, проходят через амплитудный дискриминатор, который отсекает шумы и импульсы высоких амплитуд. Сумма импульсов, набранная за определенный промежуток времени, характеризует интенсивность аналитической линии (или аналитического сигнала). Спектрометр

обеспечивает проведение анализа по методу постоянного времени набора импульсов.

Работа аналитической стойки

Аналитическая стойка – главный функциональный узел спектрометра. Конструктивно стойка выполнена в виде двух соединенных между собой стоек с быстросъемными панелями. В стойке находятся следующие устройства: спектрометрические каналы с детекторами, спектрометрическое устройство с рентгеновской трубкой, поворотное устройство, которое осуществляет подачу образцов в зону анализа, панель управления, тепловентиляторы, откачной вакуумный пост.

Спектрометрическое устройство

Спектрометрическое устройство включает в себя основание, в которое вставляются спектрометрические каналы, рентгеновская трубка в защитном кожухе, вакуумные задвижки, выполненные в виде двух дисков, механизм вращения образцов. Устройство опирается на плиту аналитической стойки при помощи трех опор. К плите крепится основание, которое имеет 16 гнезд, расположенных в шахматном порядке. Угол между осью гнезда и поверхностью анализируемой пробы равен 44° или 30° соответственно для верхнего и нижнего уровней. Сверху спектрометрического устройства находится кожух, в который вставляется рентгеновская трубка. Кожух оснащен охлаждающим устройством.

Рабочий объем аналитического устройства разделен на две части: основной объем с 16 каналами и шлюзовой объем. Эти объемы разделены специальными задвижками, которые обеспечивают вакуумное соединение и перекрывают рентгеновское излучение при смене образца.

1. Спектрометрические каналы

Спектрометрические каналы используются для выделения из всего потока флуоресцентного излучения аналитической линии определяемого элемента. Всего каналов – 16 и каждый канал настроен только на одну линию. Каналы оснащены входными и выходными коллиматорами. Все каналы фокусирующие. Для фокусировки кристаллов применяются схемы Иоганна или Иоганссона.

2. Устройство поворотное

Устройство поворотное служит для автоматической подачи анализируемых проб в зону анализатора. Максимальное число

загружаемых образцов- 16. Устройство состоит из привода и механизма подъема пробы. В диске имеется 16 отверстий для установки кювет с пробами. Диск с кюветами вращается двигателем и фиксируется электромагнитом, который установлен на основании. Механизм подъема образца служит для транспортировки образца в зону анализатора. С помощью винта и движущейся планки «вверх-вниз» кювета захватывается, переносится под спектрометрическое устройство и поднимается вверх до нужного положения в шлюзовом объеме. Из шлюзового объема откачивается вакуум; при достижении заданной величины вакуума открывается задвижка основного объема и проба попадает под рентгеновское облучение. По окончании анализа винт вращается в противоположном направлении, планка двигается вниз и проба возвращается на прежнее место диска. Диск автоматически поворачивается для подъема следующей пробы, и цикл повторяется.

3. Вакуумная система

Вакуумная система предназначена для создания необходимого разряжения воздуха в спектрометрическом устройстве. Вакуумная система включает в себя два форвакуумных насоса, электромагнитные клапаны и датчики вакуума. Блок автоматики обеспечивает работу всех элементов вакуумной системы в процессе измерений. Используются два вида клапанов – основной и напускной. Основные клапаны открывают вакуумные проводы в определенной последовательности для создания вакуума в обоих объемах спектрометрического устройства. Напускной клапан служит для напуска воздуха в шлюзовую камеру при смене проб.

Блок автоматизации

Блок автоматизации (БА) предназначен для обеспечения работы прибора в пределах одной загрузки диска как с вычислительного комплекса (ВК) по заданной программе, так и без него. С помощью ВК выдается информация о состоянии отдельных рабочих элементов спектрометра, а так же сведения об отключении высокого напряжения на рентгеновской трубке в случае аварийной ситуации. Блок автоматизации состоит из отдельных блоков: блок датчика вакуума; блок питания; блок ключей; блок автоматики; блок управления клапанами; блок управления дисками; блок управления фильтрами.

На передней панели БА установлены кнопочные переключатели: включения и выключения спектрометра (« I, O »); режимов работы («O», «ВК»); числа повторений анализа («1,2,3...»); использование вакуума (1,2); режима начала и конца работы («Н-К»); повторения анализа («ПО»); номера фильтров поглотителей («1,2,3...8»). На панели установлены так

же светодиоды (5v,-15v,+15v) и микроамперметр. На панели в верхней части, внутри каркаса БА установлены режимы работы с вакуумом: «ОР»- работа без вакуума; «Т»- напуск воздуха; «2О»- режим работы с двумя или одним насосами.

На передней панели прибора находится блок автоматического управления (САУ), который выполняет функции установки исходного состояния: начального и конечного этапов работы прибора. На начальном этапе устанавливается номер образца на кодовом переключателе «Н», закрывается задвижка, фиксируется нижнее положение образца, наличие кюветы и признака «сброса». Нажатием кнопки пуск «I» проба устанавливается под облучение после откачки вакуума, и начинается измерение интенсивностей аналитических линий определяемых элементов. Время измерения задается с панели управления или программно с вычислительного комплекса. После регистрации интенсивностей происходит возврат пробы в первоначальное положение и поворот диска со следующей пробой.

Блок детектирования

Блок детектирования предназначен для преобразования энергии квантов рентгеновского излучения в электрические импульсы. Используются сцинтилляционные (БДС) и проточные пропорциональные (БДП) счетчики. Сформированные импульсы передаются через усилители на вход блоков дискриминаторов.

Газовый пост

Газовый пост включает в себя баллон с газовой смесью (аргон - метановая), редуктор с натекателем и цилиндр. Редуктор соединяется с баллоном при помощи штуцера, и служит для уменьшения давления газа до необходимого значения. В совокупности с натекателем и дросселем он позволяет плавно регулировать подачу газа в детекторы. Расходомер позволяет контролировать протекание газа через детекторы, а так же создает масляную пробку, которая не позволяет воздуху проникать в детекторы. Из расходомера через трубку газ выводится за пределы аналитической стойки.

Система водяного охлаждения

Система водяного охлаждения выполнена в виде отдельной стойки. В нее вмонтированы деионизатор, насос и теплообменник. Деионизатор предназначен для получения деионизованной воды путем пропускания ее через фильтр, состоящий из ионообменных смол анионита и катионита. С

помощью насоса эта вода циркулирует в замкнутом контуре. Деионизованная вода служит для охлаждения анода рентгеновской трубки, который находится под высоким напряжением. Деионизованная вода охлаждается в теплообменнике водопроводной водой. Нагретая водопроводная вода через гидроблокировку поступает на слив.

Стойка регистрации

Стойка выполнена по блочно-модульному принципу, обеспечивающему свободный доступ ко всем составным частям и блокам для проведения осмотра, профилактического обслуживания, восстановления и ремонта. Все команды оперативного управления и индикация выведены на лицевые панели блоков. Электрические импульсы от блоков детектирования по всем каналам поступают на входы усилителей, где происходит их усиление, селекция и формирование. Далее импульсы, каждый по своему каналу, поступают в пересчетные блоки. Счет импульсов за заданное время экспозиции формируется в блоке таймера. Вывод результатов происходит по информационным шинам. В ручном режиме выводится информация на электронное табло, в режиме ЦПМ на печать, в режиме с вычислительным комплексом в соответствии с программой.

Блок усилителей-дискриминаторов

Блок усилителей-дискриминаторов состоит из четырех каналов. Каждый канал выполнен на отдельной плате и управляется выведенными на лицевую панель переключателями порог, окно и тумблер «0-50». Функционально блок усилителей-дискриминаторов состоит из усилителя импульсов, дискриминаторов нижнего и верхнего уровней (ДНУ, ДВУ), делителя напряжения, усилителя и схемы антисовпадений. Усилители импульсов обеспечивают усиление сигналов до необходимой амплитуды для нормальной работы дискриминаторов. На входе усилителя стоит повторитель, который обеспечивает плавное ослабление входного сигнала. Сигнал поступает на вход усилительного каскада и далее идет на вход ДВУ и ДНУ. С помощью цепи обратной связи обеспечивается линейность частотной характеристики и регулировка коэффициента усиления, который настроен на величину-200. Разность напряжений верхнего и нижнего уровней дискриминатора называется окном, а нижний уровень дискриминации – порогом. С выхода усилителей сигнал поступает в схему антисовпадений, на выходе которой формируется положительный импульс.

Блок регистрации

Блок регистрации предназначен для счета электрических импульсов, поступающих с усилителей-дискриминаторов, и вывода результатов счета на регистрирующие устройства. Суммарное количество импульсов выводится на табло в дискретной форме, а на встроенный внешний стрелочный прибор – в аналоговой. Блок индикации расположен на передней панели и имеет переключатели: «I 0 0»- кнопочные переключатели, которые соответствуют «Пуск», «Стоп», «Сброс»; «INF»- кнопочный переключатель соответствует команде «Регистрация»; «TS»- переключатель программный и соответствует «Экспозиции»; «Nok» - переключатель «Номер канала»; «I,S»- стрелочный прибор; «N»- светодиод -«Счет»; «->»- светодиод-«Регистрация»; «->»- светодиод-«Авария»

Сигналы с блока усилителей-дискриминаторов через разъемы 1-16 поступают на вход пересчетных блоков. При нажатии кнопки «Пуск» или при поступлении с «САУ» внешнего сигнала начинается счет импульсов в пересчетных блоках и загорается светодиод. По окончании счета светодиод гаснет и загорается светодиод вывода информации. Результаты выводятся на печать или по программе в выбранном режиме.

Порядок подготовки прибора к работе

1. Открыть вентиль водоснабжения и на манометре проверить давление воды.
2. Открыть вентиль на газовом баллоне и отрегулировать поступление газа по расходомеру в счетчике (1-2 пузырька в секунду).
3. Подать питание на блоки управления автоматике, пересчетного устройства и блоки питания рентгеновской трубки. При этом загораются светодиоды: 5,12,+15,-15 вольт.
4. Включить вакуумные насосы.
5. После прогрева прибора и получения определенного сопротивления деионизированной воды включить высокое напряжение на высоковольтном источнике питания.
6. становить рабочее напряжение и анодный ток на рентгеновской трубке.
7. Установить анализируемые образцы в гнезда пробного диска.
8. Выбрать порядок съемки образцов.
9. Установить на блоке регистрации режим работы с ЦПМ или с ВК.
10. Кнопкой пуск подать пробу в анализируемый объем.
11. Нажать на блоке регистрации кнопку «INF».
12. Установить с помощью переключателя «TS» требуемую величину экспозиции.

Дальнейший порядок работы определяется оператором или программой.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Рассчитать контрастность аналитической линии по формуле:

$$\gamma = (I - I_f) / I_f * 100\%;$$

где I - измеренная интенсивность линии и I_f -интенсивность фона. Фон измеряется на специально подготовленном образце.

Измерение линии вести при экспозиции 40 минут; число параллельных измерений –20.

Определить однородность полученной выборки.

Аналогично составляется выборка для определения фона..

2. Определить порог обнаружения по 3σ-критерию по формуле:

$$I_p = 3 * \sigma \sqrt{(\sum(I - I_i) * (I - I_i)) / (N - 1)}$$

где σ- средне квадратичное отклонение по N- измерениям фона.

3. Определить качественный состав пробы по условию: если интенсивность линии без фона по величине больше порога, то данный элемент присутствует в пробе.

4 Вычислить аппаратурную погрешность при измерении указанных линий.

План эксперимента

- выполнить 3 серии измерений по 11 измерений в каждой серии;
- рассчитать дисперсии в каждой серии;
- проверить однородность дисперсий измерений по критерию Кохрена (дисперсии считаются однородными, если отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий меньше табличного- 0.674);

- рассчитать аппаратурную погрешность по формуле:

- $A = 100 / N * \sqrt{(\sigma^2 - \phi)}$, где σ^2 -усредненная дисперсия; ϕ - дисперсия Пуассоновского распределения; N- среднее значение интенсивности. Если $\epsilon < \vartheta$, то A=0.

Примечание: Правила статистической обработки результатов измерений см. в Приложении.

Лабораторная работа №6

Рентгеноспектральное определение элементного состава многокомпонентного образца

Цель работы: изучить теоретические основы одного из распространенных способов определения состава многокомпонентных материалов - способа множественной линейной регрессии; проанализировать указанным способом предложенные пробы и рассчитать погрешности выполненного анализа.

Введение

Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ обладает рядом преимуществ по сравнению с анализом по первичным спектрам. Исследуемый образец может располагаться в воздушной среде вне вакуумного пространства либо вводится в вакуумный объем через шлюз. В обоих случаях смена образца происходит достаточно быстро. В ходе анализа образец не разогревается под действием пучка электронов и поэтому не подвержен каким-либо заметным изменениям, что часто бывает очень важно. Отсутствие непрерывного тормозного рентгеновского излучения существенно уменьшает фоновую составляющую аналитического сигнала, благодаря чему контрастность аналитических линий, а, следовательно, и чувствительность определения элементов значительно выше, чем при анализе по первичным спектрам. Отмеченные преимущества рентгеноспектрального флуоресцентного анализа привели в последние годы к широкому его применению в промышленности. При правильном выборе способа и условий выполнения анализа можно получить высокую точность результатов анализа

Модели для расчета содержаний элементов, используемые в рентгеноспектральном анализе

На интенсивность рентгеноспектрального аналитического сигнала влияют химический состав и физическое состояние анализируемого образца. Эти влияния называются матричным эффектом. К нему можно отнести такие процессы, как поглощение первичного излучения и аналитической линии материалом излучателя (матрицей); возбуждение аналитической линии излучением других элементов, присутствующих в образце (вторичная флуоресценция); возникновение третичной флуоресценции; возбуждение аналитической линии рассеянным излучением; возбуждение аналитических линий фото и Оже - электронами, возникающими в анализируемом образце; возможное влияние химической

связи на положения аналитической линии определяемого элемента. Проблема учета матричных эффектов, возникающая при анализе гомогенных образцов, резко усложняется при анализе гетерогенных материалов, когда эффекты микроабсорбционной неоднородности для первичного или вторичного излучения могут оказаться преобладающими. Кроме того, состав матрицы влияет на интенсивность рентгеновского фона, который при использовании многоканальной аппаратуры измеряется вместе с аналитическим сигналом.

Для учета перечисленных эффектов в практике рентгеноспектрального анализа применяются различные в той или иной степени обоснованные модели, связывающие интенсивности аналитических линий с содержанием определяемого элемента (уравнения связи). Большинство продуктов, анализируемых в промышленности, негомогенны и поэтому физически обоснованные модели, справедливые для однородных сред, могут оказаться непригодными при решении аналитических задач для неоднородных сред. В этих случаях целесообразно применять математические модели, описывающие зависимость величины аналитического сигнала от химического, фазового и гранулометрического состава образца с помощью формального математического аппарата.

При построении математических моделей выражение для интенсивностей рентгеновской флуоресценции рассматривается как ограниченная непрерывная функция состава анализируемого образца. Такую функцию по теореме Вейерштрасса можно представить с любой заданной точностью в виде степенного ряда:

$$C_i = A_i + \sum_j A_j \times I_j + \sum_{j,k} A_{j,k} \times I_j \times I_k + \dots$$

где C_i - содержания определяемого элемента;

$A_{j,k}$ - коэффициенты модели, которые рассчитываются по пробам известного состава;

$I_{j,k}$ - интенсивности аналитических линий элементов, составляющих анализируемую пробу.

Такое уравнение в литературе называют регрессионным или статистическим.

Построение математических моделей разбивается на два этапа:

n выбор уравнения связи, адекватно отражающего совокупность физических процессов при анализе конкретных материалов в конкретных условиях;

n расчет численных значений коэффициентов в выбранных уравнениях.

При выборе уравнений связи пользуются методами исключения или включения факторов. Смысл метода включения состоит в последовательном включении в уравнение связи различных факторов с

последующим контролем их статистической значимости. При этом может быть использована шаговая процедура поиска. Для проведения отсеивающих экспериментов применяются массивы проб известного состава. При этом массив проб должен обеспечить невырожденный план эксперимента для всех используемых уравнений системы.

Для расчета численных значений коэффициентов в уравнениях связи чаще всего применяется линейный метод наименьших квадратов с минимизацией отклонений рассчитанных значений концентраций от их истинных величин.

Для обеспечения минимальной погрешности анализа и устойчивости уравнений связи к экспериментальным ошибкам необходимо, чтобы матрица параметров уравнений связи была ортогональной и система для определения этих параметров также имела ортогональную матрицу концентраций калибровочных проб.

К недостаткам математических моделей следует отнести необходимость в очень большом количестве стандартных образцов для определения коэффициентов, а также трудности в получении устойчивых значений коэффициентов уравнений вследствие имеющейся корреляции между содержанием элементов в пробе. Поэтому математические модели можно рекомендовать только при анализе существенно гетерогенных образцов, когда физические модели неприемлемы.

Основные метрологические характеристики

Основными метрологическими характеристиками методик анализа принято считать воспроизводимость, правильность, предел обнаружения, диапазон определяемых элементов.

Воспроизводимость - это метрологический параметр, характеризующий разброс результатов анализа относительно среднего значения. Воспроизводимость определяется случайными ошибками, обусловленными действием многих неконтролируемых факторов. Численно воспроизводимость характеризуется либо выборочной дисперсией, либо стандартным отклонением, либо относительным стандартным отклонением: $S_r = S / X * 100\%$.

Выборочная дисперсия может быть рассчитана по формуле:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n - 1}$$

Воспроизводимость различна в разных диапазонах определяемых содержаний. Поэтому в ряде случаев рационально использовать относительное стандартное отклонение.

Правильность характеризует отклонение среднего результата от надежно установленного содержания элемента в пробе. Правильность- это

качество анализа, отражающее близость к нулю систематических погрешностей. Распространены следующие способы определения правильности анализа:

n оценка результатов определений в представительном наборе стандартных образцов;

n сравнение с результатами определений, выполненных другими контрольными методами;

n введение контрольных добавок и их определение.

Значимость расхождений проверяется статистическими критериями Стьюдента, Фишера, Кохрена и др.

Критерий Стьюдента широко используется в статистике малых выборок.

При равенстве числа измерений его можно рассчитывать по формуле:

$$T = \frac{\left(\text{abs}(\bar{C}_2 - \bar{C}_1) \times \frac{n}{2} \right)}{S}$$

где

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n \left((C_{i,1} - \bar{C}_1)^2 + (C_{i,2} - \bar{C}_2)^2 \right)}{2 \times (n - 1)}$$

Если рассчитанное значение Т больше табличного, то содержания C_1 и C_2 значимо различаются между собой, и результаты определения имеют систематическую ошибку. В противном случае эти различия носят случайный характер.

Если необходимо сравнить несколько выборочных дисперсий, то проверку гипотезы об их принадлежности к одной генеральной совокупности проводят по критериям Кохрена.

При одинаковом объеме выборок:

$$G = \frac{S_{\max}^2}{(S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + \dots)}$$

Знаменатель выражения содержит все выборочные дисперсии, включая и максимальную. Если рассчитанное значение окажется меньше табличного, то гипотеза об однородности может быть принята.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Подготовить прибор к работе согласно рабочей инструкции к прибору.
2. Ознакомится с химическим составом анализируемого материала.
3. Проверить настройку необходимых аналитических каналов рентгеновского спектрометра.

4. Выбрать оптимальные условия возбуждения аналитических линий рентгеновских спектров.

5. Установить пробы с известным химическим составом (градуировочные) на рабочий диск.

6. Провести по три параллельных измерений интенсивностей аналитических сигналов каждой градуировочной пробы. Контрольную пробу рекомендуется измерять через каждые 4-5 рабочих проб.

7. Усреднить проведенные измерения по каждому измеренному аналитическому сигналу.

8. Найти относительные интенсивности каждого аналитического сигнала.

9. Составить данные для поиска оптимальных математических моделей.

10. Ознакомится с программой регрессионного анализа и выполнить расчеты коэффициентов математических моделей по этой программе.

11. Поставить на рабочий диск пробы с неизвестным химическим составом и провести измерения интенсивностей в соответствии с пунктами 5-8.

12. Провести анализ проб несколько раз в разные моменты времени для определения метрологических параметров (воспроизводимость и правильность).

Состав градуировочных образцов

Оксиды	Шифры проб и содержания оксидов в масс.%				
	СП-1	СП-2	СП-3	СЧТ-3	СКР-3
Si O ₂	69.530	78.330	65.720	71.490	59.180
Ti O ₂	0.750	0.840	0.730	0.740	2.560
Al ₂ O ₃	10.370	9.570	12.610	9.810	17.010
Fe ₂ O ₃	3.810	2.980	4.910	3.480	7.860
Mn O	0.077	0.070	0.092	0.079	0.051
Mg O	1.020	0.770	1.950	1.600	0.170
Ca O	1.630	0.810	2.860	0.950	0.920
K ₂ O	2.290	2.430	2.510	2.420	0.980
Na ₂ O	0.800	1.150	1.160	0.810	0.150
P ₂ O ₅	0.170	0.075	0.210	0.180	0.100
п.п.п.	9.170	2.590	6.700	8.260	11.860

Приложение

Статистические основы измерения аналитических сигналов на рентгеновских спектрометрах

Квантовый характер рентгеновского излучения оказывает существенное влияние на точность измерений его интенсивностей. При многократном измерении интенсивности аналитической линии полученный ряд целых чисел подчиняется статистическому закону распределения Пуассона. Параметры этого распределения и характеризуют точность измерений аналитических сигналов, используемых в дальнейшем для проведения экспериментальных исследований.

Расчет основных параметров, характеризующих интенсивность линий рентгеновских спектров

Допустим, что для регистрации рентгеновского излучения неизменной интенсивности используется счетчик. За одинаковые промежутки времени получили ряд сравнительно близких чисел:

$$N_1, N_2, N_3, N_t, \dots, N_n$$

Среднее значение N_{cp} ряда будет пропорционально соответствующим интенсивностям.

Отдельные интенсивности N_i отличаются от среднего на $\Delta N = N_{cp} - N_i$ и среднее квадратичное отклонение отдельного измерения равно:

$$\vartheta = \pm \sqrt{\sum \Delta N^2 / (n-1)} \quad (1)$$

или по закону Пуассона

$$\vartheta = \pm \sqrt{N_{cp}} \quad (2)$$

Вероятное отклонение r отдельного измерения меньше среднего квадратичного отклонения и составляет две трети от него.

По распределению Пуассона отдельные отклонения ΔN_i могут превышать ϑ в 31.7% случаев, 2ϑ в 4.5% и 3ϑ в 0.3% случаев. Поэтому обычно принимают в качестве предельно возможного отклонения μ отдельного измерения утроенное среднее квадратичное отклонение:

$$\mu = 3 * \vartheta \approx 4.5 * r \quad (r = 2 * \vartheta / 3 \text{ или } r = (2 * \sqrt{N_{cp}}) / 3) \quad (3)$$

С увеличением интенсивности I или времени счета t число сосчитанных импульсов растет. При этом растет и среднее квадратичное. Относительное среднее квадратичное отклонение ϑ/N – убывает. Поэтому за погрешность измерений принимается относительное среднее квадратичное, которое в меньшей степени зависит от абсолютного значения средней величины.

Погрешности измерений интенсивностей линий рентгеновских спектров с учетом фона

Если щель счетчика наведена на максимум линии, то за время t будет зарегистрировано N импульсов, обусловленных совместным действием линии и фона. За то же время t рядом с линией будет зарегистрировано N_{ϕ} импульсов, обусловленных только фоном. Обычно фон определяется как среднее значение по обе стороны от линии. Число импульсов линии $N_{л}$, соответствующее самой линии будет равной:

$$N_{л} = N - N_{\phi} \quad (5)$$

Если средние квадратичные ошибки чисел N и N_{ϕ} обозначим за ϑ и ϑ_{ϕ} , то средняя квадратичная погрешность по закону сложения ошибок будет равна:

$$\vartheta = \pm \sqrt{\vartheta^2 + \vartheta_{\phi}^2} = \pm \sqrt{N + N_{\phi}} \quad (6)$$

Относительная средне квадратичная ошибка измерения линии будет равна:

$$\delta_{л}/N_{л} = (\sqrt{(N + N_{\phi})}) / (N - N_{\phi}) = ((\sqrt{\beta}) * (\beta + 1) * 100) / ((\sqrt{N}) * (\beta - 1)) \%, \quad (7)$$

где $\beta = N/N_{\phi}$ т.е. отношение общего счета на линии к фону.

Относительное вероятностное отклонение измерения скорости счета по формуле (3) равно:

$$r/N_{л} = 2/3 * ((\sqrt{(N + N_{\phi})}) / (N - N_{\phi})) \quad (8)$$

Погрешности измерений относительных интенсивностей линий рентгеновских спектров.

Для учета аппаратного дрейфа часто используются не абсолютные интенсивности, а их отношения. Для этого используется дополнительный образец, в котором измеряются скорости счета линий интересующих нас элементов. Измеренные интенсивности линий элементов в образцах относят к соответствующим интенсивностям линий элементов дополнительного образца. Средняя квадратичная ошибка отношения интенсивностей (по закону суммирования дисперсий) равна:

$$\varphi / (I_1/I_2) = \sqrt{((\varphi_{л}/N_{л})^2_1 * (\varphi_{л}/N_{л})^2_2)} \quad (9)$$

индекс «1» относится к измеряемому образцу, индекс «2» - к дополнительному образцу; φ_1, φ_2 – среднеквадратичные ошибки измерений линий; N_1, N_2 соответствующие скорости счета; I_1, I_2 – соответствующие интенсивности линий элементов измеряемого образца и дополнительного.

Учет «мертвого» времени счетчиков

Число импульсов счетчика на практике не равно и даже не пропорционально числу влетевших в него электронов. Нарушает эту

пропорциональность «мертвое» время счетчика, которое характеризует любой счетчик. «Мертвое» время – это время, в течении которого счетчик, регистрирующий квант, остается нечувствительным к следующим квантам. «Мертвое время» (обозначим его τ) приводит к потерям счета.

$$N - N_0 = N * N_0 * \tau / T \quad (10)$$

где N , N_0 , T , τ - истинное число квантов, число квантов, зарегистрированное за время T , и «мертвое» время соответственно. Через интенсивности «мертвое» время выразится формулой:

$$I = I_0 / (1 - I_0 * \tau) \quad (11)$$

τ , I_0 , I - «мертвое» время, измеренная и исправленная интенсивность соответственно.

Величина $(1 - I_0 * \tau)$ представляет собой активное время работы счетчика. Мертвое» время может значительно увеличиваться за счет неактивного времени работы регистрирующей схемы, работающей в комплексе с детектором. Усилитель, как правило, не обладает мертвым временем, но работающий с ним в схеме амплитудный дискриминатор обладает неактивным временем, равным длительности выходного импульса. «Мертвое» время электронной схемы может быть удлиняемым. В таких условиях импульс, поступающий в неактивный период, увеличивает его и импульс, пришедший вслед за временем τ , не будет зарегистрирован. «Мертвое» время может увеличиваться при высокой загрузке детектора из-за уменьшения амплитуды импульсов и выхода их за пределы окна дискриминатора. Поэтому следует избегать выбора слишком узких окон дискриминатора и высоких загрузок детектора. Величину «мертвого» времени можно найти из зависимости интенсивности линий вторичного спектра от силы тока на рентгеновской трубке. Если измерить интенсивности I_1 , I_2 какой либо линии спектра при силе тока i_1 и i_2 , то на основании выражения (11) соотношение для расчета «мертвого» времени можно записать в виде:

$$\tau = (1 / (i_2 - i_1)) * (i_2 / I_2 - i_1 / I_1) \quad (12)$$

Литература

1. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей// М.: ГИТТЛ, 1957, с.-518.
2. Боровский И.Б. Физические основы рентгеноспектральных исследований// М.: Издательство Московского университета, 1956, с.-463.
3. Павлинский Г.В. Основы физики рентгеновского излучения (учебное пособие)// Иркутск: РИО Иркутского госуниверситета, 1999, с.-168.
4. Афонин В.П., Гуничева Т.Н. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ горных пород и минералов// Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1977, с.-256.
5. Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. Наука. Москва 1969.
6. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа// М.: Химия, 1982, с.-282.
7. Афонин В.П., Гуничева Т.Н., Пискунова Л.Ф. Рентгенофлуоресцентный силикатный анализ// Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1984, с.-227
8. Бахтиаров А.В. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ в геологии и геохимии// М.: Недра, 1985, с.-144.
9. Афонин В.П., Комяк Н.И., Николаев В.П., Плотников Р.И. Рентгенофлуоресцентный анализ// Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1991, с.-173.
10. Ревенко А.Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. ВО. Наука. Новосибирск, 1994.
11. Верховодов П.А. Рентгеноспектральный анализ. Вопросы теории и способы унификации. Киев. 1984.

Физика рентгеновского излучения

Лабораторный практикум

Составители:

Владими́рова Людмила Иосифовна
Китов Борис Иванович
Павлинский Гелий Вениаминович

Редактор профессор Афанасьев А.Д.
Технический редактор Владимиров Л.И.

Редакционно-издательский отдел
Иркутского государственного университета
664003, Иркутск, бульвар Гагарина, 36