

460/2-80



сообщения  
объединенного  
института  
ядерных  
исследований  
дубна

4/2-80  
18 - 12853

Д.Рубио

ВЫБОР ОПТИМАЛЬНЫХ ДЕРЖАТЕЛЕЙ  
ДЛЯ ИСТОЧНИКОВ <sup>241</sup>Am,  
ИСПОЛЬЗУЕМЫХ  
ПРИ РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНЫХ МЕТОДАХ  
АНАЛИЗА С ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ ДЕТЕКТОРАМИ

1979

Д.Рубио

**ВЫБОР ОПТИМАЛЬНЫХ ДЕРЖАТЕЛЕЙ  
ДЛЯ ИСТОЧНИКОВ <sup>241</sup>Am,  
ИСПОЛЬЗУЕМЫХ  
ПРИ РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНЫХ МЕТОДАХ  
АНАЛИЗА С ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ ДЕТЕКТОРАМИ**

Рубио Д.

18 - 12853

Выбор оптимальных держателей для источников  $^{241}\text{Am}$ , используемых при рентгенофлуоресцентных методах анализа с полупроводниковыми детекторами

Выполненные исследования позволяют делать выбор оптимальных держателей для кольцевого и некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$ , используемых в рентгенофлуоресцентных методах анализа с полупроводниковыми детекторами. Кроме того, полученные результаты позволяют сделать сравнительную оценку эффективности использования этих источников. Получена чувствительность анализа серебра при 30-минутных измерениях  $5 \cdot 10^{-4} \%$ .

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1979

Rubio D.

18 - 12853

Selecting Optimum Source Holders for  $^{241}\text{Am}$  Sources Used in XRF Analysis by Means of Semiconductor Detectors

The experimental results obtained in selecting optimum source holder for both point and ring shaped radioactive  $^{241}\text{Am}$  exciting sources, when using semiconductor detectors for XRF analysis are discussed. A comparative evaluation of the effectivity of radioactive sources is presented. An analysis sensitivity down to  $5 \cdot 10^{-4}$  per cent for silver in 30 min measurements has been achieved.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1979

В настоящее время широко внедряются в разные области науки, техники и экономики рентгено-флюоресцентные методы анализа с применением полупроводниковых детекторов /ППД/ и изотопных источников возбуждения. Одно из преимуществ этого метода состоит в том, что для возбуждения вторичного рентгеновского излучения используются малоактивные и низкоэнергетические изотопные источники. Это преимущество позволяет создать практически безопасные установки с малогабаритной защитой при хорошей чувствительности анализа.

При выборе изотопных источников для возбуждения вторичного излучения надо учитывать, что геометрические параметры системы "Источник - держатель источника - проба - детектор /ИДПД/" должны подбираться в зависимости от энергии излучения, активности, размеров, формы и конструктивных материалов этих источников возбуждения для более эффективного использования их излучения.

В настоящей работе выполнены исследования, которые позволяют сделать выбор оптимальных держателей для кольцевого и некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$ , и, кроме того, сравнительную оценку эффективности этих источников.

#### СИСТЕМА ИСТОЧНИК - ДЕРЖАТЕЛЬ - ПРОБА - ДЕТЕКТОР

Схематически система ИДПД представлена на рис. 1. Из всех указанных на этом рисунке параметров  $(\Phi_1, H_1)$  мы поставили задачу найти экспериментальную зависимость между значениями:  $I_{п/ф}$  - соотношение сигнал/шум /пик/фон/,  $I_{п}$  - количество импульсов в пике, и тремя параметрами  $\Phi_2, H_2, H_5$  для двух групп держателей /по 12 и 20 для кольцевого и некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$  соответственно/. Эти параметры  $/\Phi_2, H_2, H_5/$  имеют решающее значение для оптимального использования источников возбуждения вторичного излучения. Все остальные параметры /рис. 1/ были зафиксированы при удовлетворительных значениях.

Для всех держателей определены: соотношение пик/фон при найденных оптимальных расстояниях  $H_5$

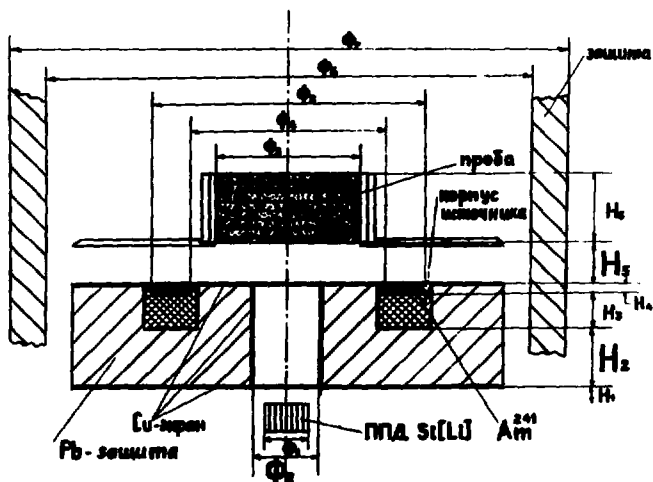


Рис. 1. Система источник - держатель - проба - детектор /ИДПД/.

$$I_{п/\phi} = f(H_2) \quad \text{при} \quad \Phi_2 = \text{const.} \quad /1/$$

количество импульсов в пике при оптимальных соотношениях пик/фон

$$I_{п} = f(H_2) \quad \text{при} \quad \Phi_2 = \text{const.} \quad /2/$$

Кроме того, для определенных держателей были сняты зависимости

$$I'_{п/\phi} = f(H_5) \quad /3/$$

и

$$I'_{п} = f(H_5). \quad /4/$$

Для группы держателей некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$  построены зависимости

$$I_{II} = f(\Phi_2), \quad /5/$$

$$I_{II}/\psi = f(\Phi_2). \quad /6/$$

Все измерения проводились на Si(Li) - ППД фирмы Ortec с диаметром чувствительной площади 5,12 мм и расстоянием между детектором и Ве-окном 2 мм. Разрешение детектора для  $K_{\alpha}$  линии Mn равно 190 эВ. Измерения были сделаны на 800-канальном анализаторе фирмы NOKIA тип LP 4840.

#### ИСТОЧНИКИ $^{241}\text{Am}$

В работе были использованы 3 некольцевых источника /НКИ/  $^{241}\text{Am}$  с общей активностью 600 мкюри /рис. 2а/ <sup>1/</sup>, и один кольцевой источник /КИ/ -  $^{241}\text{Am}$  активностью 100 мкюри /рис. 2б/ <sup>2/</sup>. НКИ -  $^{241}\text{Am}$  смонтированы в кап-

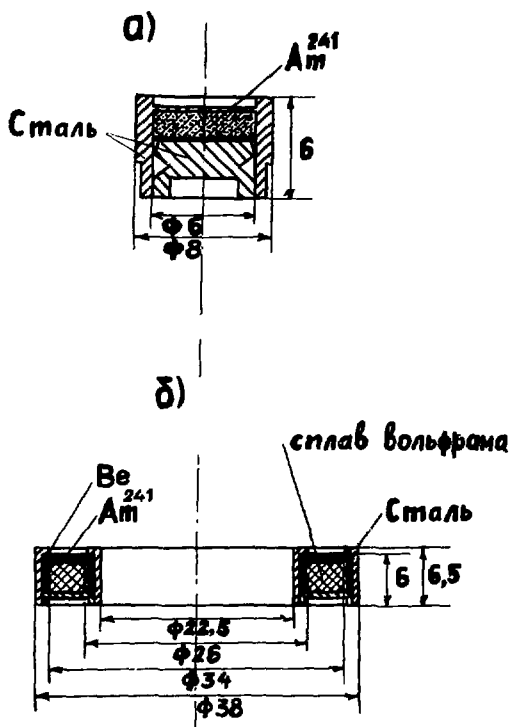


Рис. 2. Изотопные источники  $^{241}\text{Am}$ .  
 а/ НКИ <sup>1/</sup> ;  
 б/ КИ <sup>2/</sup>.

суде /рис. 3а/, удобной для перестановки в разные держатели. Внутренний диаметр капсулы выбран оптимальным для обеспечения минимального расстояния проба - детектор. КИ -  $^{241}\text{Am}$  был также смонтирован в капсуле /рис. 3б/.

### ДЕРЖАТЕЛИ

На основе предварительных расчетных и экспериментальных данных были изготовлены два комплекта держателей /по 12 и 20 в каждом комплекте/, чтобы найти для них зависимости /1/, /2/ и сделать выбор наиболее подходящих решений. Исследование держателей НКИ -  $^{241}\text{Am}$  проведено для диаметров коллиматоров  $\Phi_2$ , равных 4,6,8 и 10 мм. Толщина защиты детектора от источников  $\text{H}_2$  менялась, принимая значения 8,9,

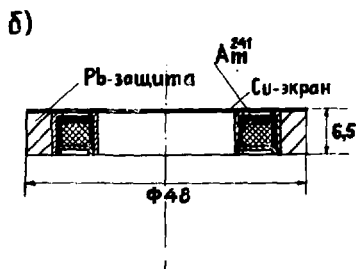
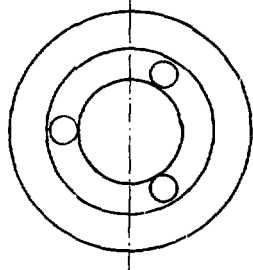
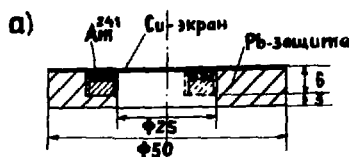


Рис. 3. Капсулы для изотопных источников  $^{241}\text{Am}$ : а/ для НКИ, б/ для КИ.

10 и 11 мм для каждого диаметра  $\Phi_2$ . Значения 7 и 12 мм для  $H_2$  были взяты в отдельных случаях. Для держателей КИ -  $^{241}\text{Am}$  взяты значения 7,9 и 11 мм для  $\Phi_2$  и 4,5,6 и 7 мм - для  $H_2$ .

Все зависимости получены при измерении пробы с содержанием серебра 0,19%.

#### ИССЛЕДОВАНИЯ И ВЫБОР ДЕРЖАТЕЛЕЙ ДЛЯ ИСТОЧНИКОВ $^{241}\text{Am}$

а/ Для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ . Экспериментально были получены зависимости /1/ и /2/. На рис. 4а приведены полученные графики для зависимости /1/. Видно, что наилучшие соотношения пик/фон для держателей с коллиматорами  $\Phi$  10,8,6 мм достигаются примерно при  $H_2 = 9, 10, 11$  мм соответственно. Для дер-

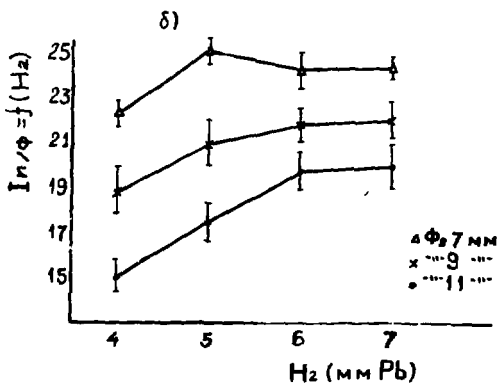
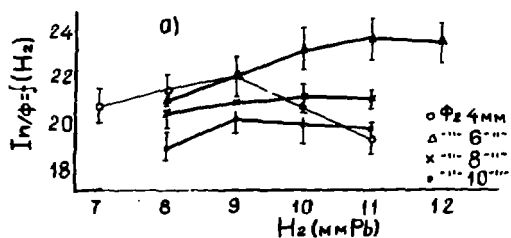


Рис. 4. Зависимость  $I_{п/ф} = f(H_2)$  при разных диаметрах коллиматоров  $\Phi_2$ : а/ для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ ; б/ для КИ -  $^{241}\text{Am}$ .



жателей с коллиматорами  $\phi = 4$  мм лучшее соотношение получается при  $H_2 = 9$  мм. Для этих держателей  $\phi 4$  мм заметно, как быстро падает соотношение пик/фон при толщине защиты  $H_2 = 10$  и 11 мм. Это связано с ухудшением геометрии измерения за счет увеличения расстояния проба - детектор и маленьких размеров коллиматоров. На рис. 5а приведены полученные зависимости /2/. Наблюдается увеличение количества импульсов в пике при увеличении диаметра коллиматоров и уменьшении толщины защиты держателей. На рис. 6 показана зависимость количества импульсов в пике от диаметра коллиматора /5/, а также зависимость /6/ между лучшими соотношениями пик/фон

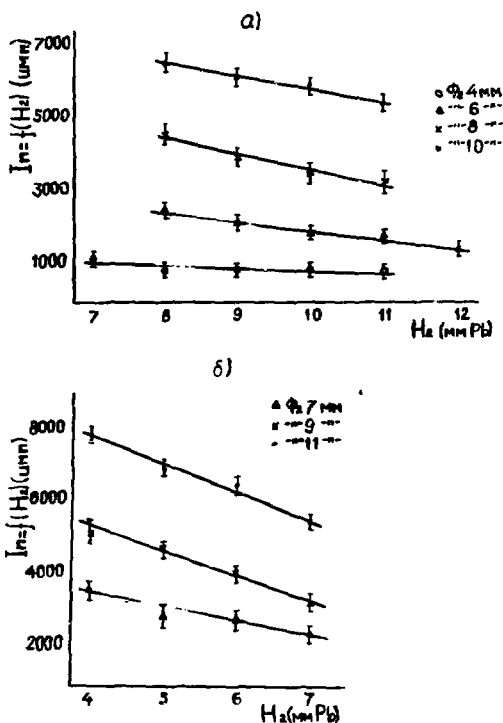


Рис. 5. Зависимость  $I_p = f(H_2)$  при разных диаметрах коллиматоров  $\phi_2$  и при  $H_5$ , для которых  $I_p/\phi$  наилучшее: а/ для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ ; б/ для КИ -  $^{241}\text{Am}$ .

/при оптимальных  $H_2$  и  $H_5$  / и соответствующими диаметрами коллиматоров. На основе графиков рис. 4а, 5а и 6 можно сделать выбор подходящего держателя для определенных аналитических целей. Если требуется иметь хорошее соотношение пик/фон, то из рис. 6 видно, что коллиматор держателя должен иметь  $\phi$  6 мм, а толщина защиты при таком коллиматоре должна быть  $H_2 \approx 11$  мм, что следует из рис. 4а. Если необходимо иметь хорошее количество импульсов в пике /рис. 5а/ и удовлетворительное соотношение пик/фон, можно взять диаметр коллиматора  $\phi$  10 и толщину защиты  $H_2 \approx 9$  мм /рис. 4а/. Выигрыш в количестве импульсов в пике в этом случае по сравнению с держателем  $\phi$  6 мм примерно должен быть

$$\frac{I_{II}(\phi - 10)}{I_{II}(\phi - 6)} \approx \frac{6100}{1760} = 3,5.$$

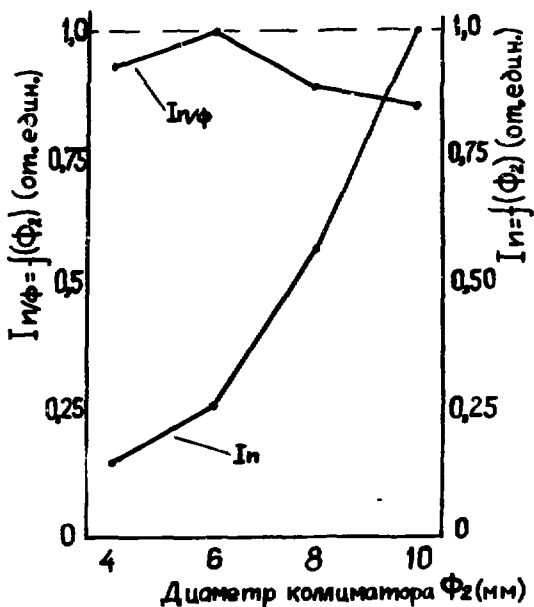


Рис. 6. Зависимости  $I_{II/\Phi} = f(\Phi_2)$  и  $I_{II} = f(\Phi_2)$  при лучшем соотношении  $I_{II/\Phi}$  для разных коллиматоров.

при лучшем

Уменьшение соотношения пик/фон будет

$$\frac{I_{п/ф}(\phi-10)}{I_{п/ф}(\phi-6)} \approx \frac{20}{23,5} = 0,85.$$

Если необходимо иметь один держатель со средними характеристиками, удовлетворяющими большинству задач, можно выбрать держатель с диаметром коллиматора  $\phi = 8$  мм и толщиной защиты  $H_2 \approx 10$  мм.

б/ Для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ . Были определены наилучшие соотношения  $I_{п/ф}$  /рис. 46/ для всех держателей кольцевого источника. Из графика видно, что максимальные значения  $I_{п/ф}$  для коллиматоров  $\phi$  7,9 и 11 мм соответствуют толщине защиты  $H = 5$  и 6 мм. Количество импульсов в пике /2/ при измерениях с исследуемыми держателями при наилучших соотношениях пик/фон приведены на рис. 56.

На основе данных рис. 46 и 56 и рассуждений, аналогичных при выборе держателей для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ , можно найти подходящие варианты среди исследуемых конструкций.

#### НЕКОТОРЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕРЖАТЕЛЕЙ

Из 32 разработанных держателей для продолжения исследований выбраны 4 /рис. 7/. Для этих держателей были сняты

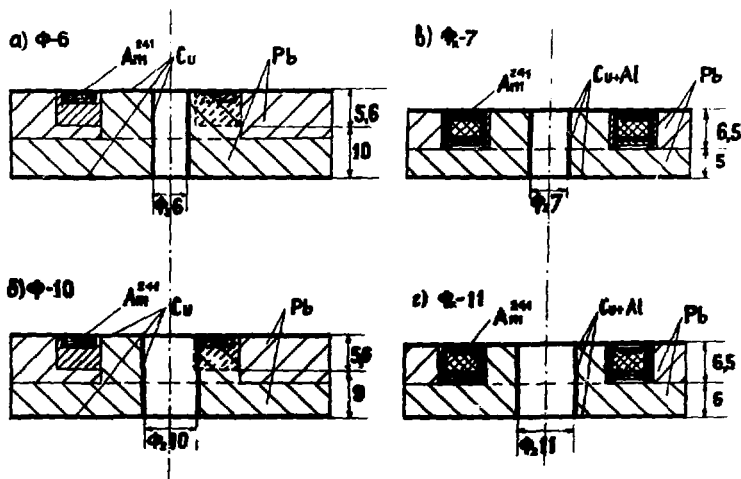


Рис. 7. Держатели источников  $^{241}\text{Am}$ , для исследования и сравнения: а/ и б/ для НКИ; в/ и г/ для КИ.

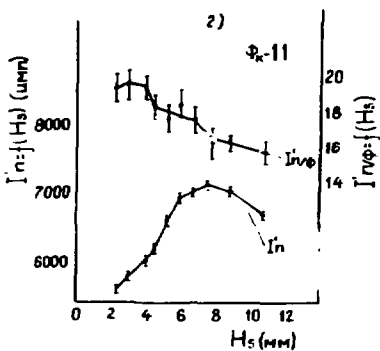
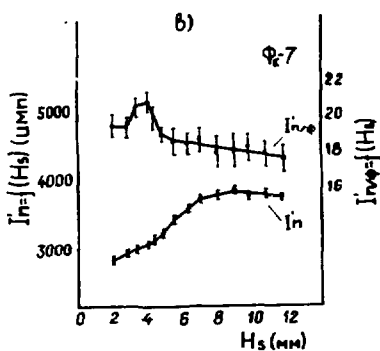
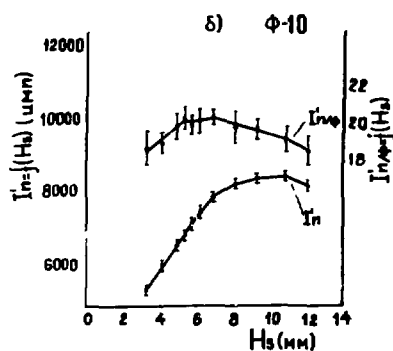
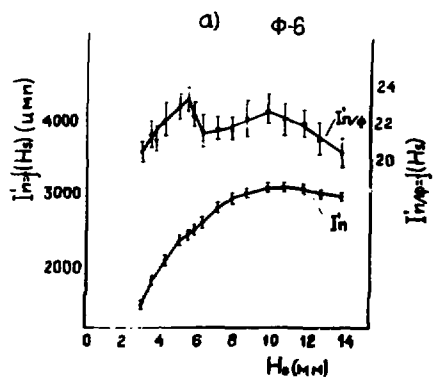


Рис. 8. Зависимости  $I'_{II}(\psi) = f(H_s)$  и  $I'_{II} = f(H_s)$  для держателей  $\Phi-6$ ,  $\Phi-10$ ,  $\Phi-7$  и  $\Phi-11$ , представленных на рис. 7.

зависимости /3/ и /4/ /рис. 8/. На графиках а и б наблюдаются максимумы  $I_{II/\Phi}$  при  $H_5 = 5 \div 7$  мм. На графиках в и г максимумы наблюдаются при  $H_5 = 4$  мм. Эти максимумы связаны с телесными углами облучения пробы источниками и телесными углами собирания вторичного и рассеянного излучения детектором. При указанных  $H_5$  и соответствующих телесных углах для наблюдаемых максимумов, рассеянное и другие фоновые излучения, регистрируемые детектором  $^{235}\text{U}$ , имеют относительно минимальные значения по сравнению с регистрируемыми полезными сигналами.

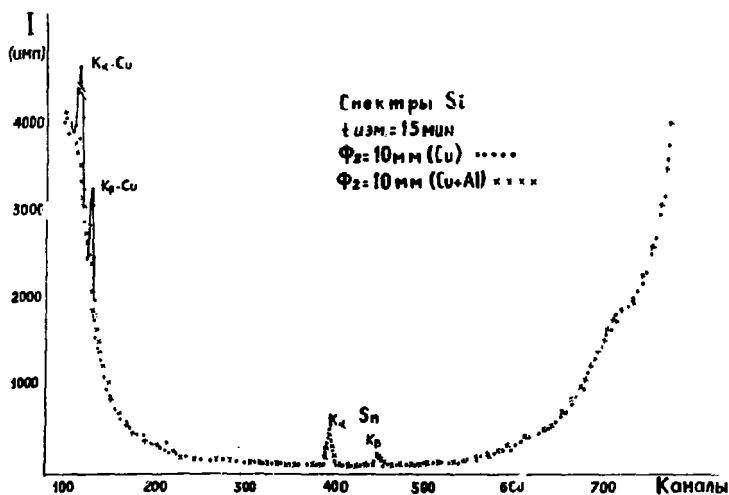
При выборе расстояния  $H_5$  надо иметь в виду поставленную аналитическую задачу. Если анализируемый элемент дает хорошо разрешенный пик и допустимо некоторое ухудшение соотношения пик/фон, более целесообразно работать в области, где эффективность регистрации выше, так как с увеличением эффективности в  $n$  раз погрешность анализа уменьшается в  $\sqrt{n}$  раз /4/.

Для держателей  $\Phi_K - 7$  и  $\Phi_K - 11$  соотношение  $I'_{II/\Phi}$  получилось более низким /рис. 8в и г/, так как коллиматоры и источники были облицованы  $\text{Cu} + \text{Al}$   $^{235}\text{U}$  для подавления низкоэнергетических линий от  $\text{Am}$  и вторичного излучения конструктивных материалов. Характеристики для  $\Phi-6$  и  $\Phi-10$  были сняты при облицовке  $\text{Cu}$ , что вполне достаточно в ряде случаев для держателей источников  $^{241}\text{Am}$ .

На рис. 9 показан спектр чистого  $\text{Si}$ , измеренного в держателе  $\Phi-10$  с коллиматором, облицованным  $\text{Cu} + \text{Al}$  и  $\text{Cu}$ . Заметно, что фон получается практически одинаковым для держателя с  $\text{Al}$  и без него, исключая область  $K_\alpha$  и  $K_\beta$  линий  $\text{Cu}$ . Учитывая конкретные условия измерения, надо оценивать, необходимо ли устранить эти линии, чтобы облегчить загрузку системы. Наблюдаемые пики от  $\text{Sn}$  на рис. 9 принадлежат конструктивным материалам детектора. На рис. 10 приведены спектры пиков серебра, полученные с держателем  $\Phi-10$  при измерении трех проб с содержанием серебра 0,0129; 0,0022 и 0,001%. Чувствительность установки для  $\text{Ag}$ , рассчитанная по критерию 3б при 30 минутах измерения, получилась  $5 \cdot 10^{-4} \%$ .

#### КОЛЬЦЕВЫЕ И НЕКОЛЬЦЕВЫЕ ИСТОЧНИКИ $^{241}\text{Am}$ . СРАВНЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

На рис. 4 и 5 приведены зависимости  $I_{II/\Phi} = f(H_2)$  и  $I_{II} = f(H_2)$  для кольцевых и не кольцевых источников при разных диаметрах коллиматоров  $\Phi_2$ . Хотя сравнение графиков а и б на этих рисунках не вполне справедливо из-за некоторой раз-



**Рис. 9.** Спектры чистого Si, измеренного в течение 15 мин в держателе  $\Phi$ -10 с облицовкой Cu и Cu + Al.

ницы в диаметрах коллиматоров в одном и в другом случаях, а также из-за ошибки определения  $I_{п/ф}$ , при некоторых допущениях попытаемся это сделать. Наилучшее отношение пик/фон для КИ -  $^{241}\text{Am}$  /рис. 4б/ с держателем  $\Phi_2 = 9$  мм равно  $I_{п/ф}(\Phi_{К-9}) = 21,9$ . Для НКИ -  $^{241}\text{Am}$  с держателем  $\Phi_2 = 9$  мм отношение пик/фон /рис. 4а/ равно  $I_{п/ф}(\Phi_{-9}) = 20,5$ . Тогда

$$\frac{I_{п/ф}(\Phi_{К-9})}{I_{п/ф}(\Phi_{-9})} = \frac{21,9}{20,5} = 1,07.$$

т.е. заметной разницы в  $I_{п/ф}$  нет, что можно видеть и при сравнении результатов для других диаметров коллиматоров кольцевых и некольцевых источников. Из графика рис. 5а видно, что для НКИ -  $^{241}\text{Am}$ , количество импульсов в пике, соответствующее держателю с диаметром коллиматора  $\Phi$  10 мм, при наилучших соотношениях пик/фон ( $I_{п/ф}(\Phi_{-10}) = 20$  для  $N_2 = 9$  и 10 мм - рис. 4а/ имеет значение  $I_{п}(\Phi_{-10}) = 6100 \div 5800$  имп/м. На рис. 5б для держателя КИ -  $^{241}\text{Am}$  с коллиматором  $\Phi$  10 мм при наилучших соотношениях пик/фон ( $I_{п/ф}(\Phi_{К-10}) = 20,6$  для 5,5

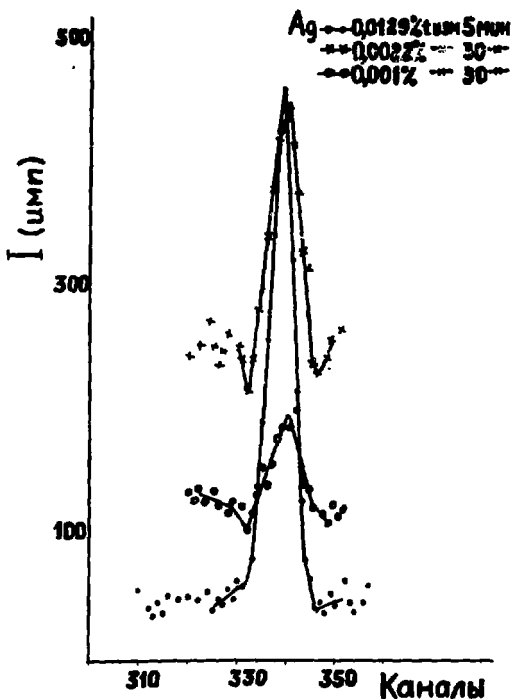


Рис. 10. Пики серебра в спектрах, измеренных при помощи держателя  $\phi$ -10.

и 6,5 - рис. 4б/ количество импульсов в пике принимает значения  $I_{\text{п}}(\phi_{\text{к}}-10) = 5500 \div 4800$  имп/м. Отношение между этими значениями  $I_{\text{п}}(\phi(\phi-10)) / I_{\text{п}}(\phi(\phi_{\text{к}}-10))$  в указанных интервалах  $H_2$  примерно равно  $\approx 1,2$ . Соответствующие отношения для держателей с диаметрами  $\phi$  7,8 и 9 мм равны  $\approx 0,9$ ; 1,0; 1,3. Среднее значение получается  $\approx 1,1 \pm 0,2$ .

Изложенное выше позволяет констатировать, что результаты /по  $I_{\text{п}}/\phi$  и  $I_{\text{п}}$  /, полученные с НКИ -  $^{241}\text{Am}$  активностью 600 мкюри относительно мало отличаются от результатов, полученных с КИ -  $^{241}\text{Am}$  активностью 100 мкюри в исследуемых конструкциях.

## ВЫВОДЫ

1. Избранный экспериментальный подход позволяет получить данные, с помощью которых можно сделать выбор подходящих держателей для кольцевых и некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$  с учетом поставленной задачи.

2. С кольцевым источником  $^{241}\text{Am}$  активностью 100 мкюри были получены по соотношению пик/фон и количеству импульсов в пике примерно такие же результаты, как при использовании трех некольцевых источников  $^{241}\text{Am}$  активностью 600 мкюри.

3. Была получена чувствительность анализа серебра при 30 мин измерениях  $5 \cdot 10^{-4} \%$  в одном из исследуемых держателей с некольцевыми источниками  $^{241}\text{Am}$ .

Автор глубоко признателен О.Д.Маслову, Е.Л.Журавлевой и В.Я.Выропаеву за поддержку, постоянный интерес к работе и обсуждение результатов, а также А.Г.Белову и А.Е.Ушкову за помощь в изготовлении держателей.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Источники  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$  и нейтронного излучений. Каталог. Изд. В/О "Изотоп", М., 1973.
2. Radioactive Low Energy Photon Sources. TB 72/6. The Radiochemical Centre. Amersham, England, 1972.
3. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения. Атомиздат, М., 1977.
4. Якубович А.Л. и др. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, М., 1973.
5. Плотников Р.И., Пшеничный Г.А. Флуоресцентный рентгено-радиометрический анализ. Атомиздат, М., 1973.
6. Guicque R.D. Analytical Chemistry, November 1968, vol. 40, No.13.

Рукопись поступила в издательский отдел  
10 октября 1979 года.