

сообщения  
объединенного  
института  
ядерных  
исследований  
дубна

5176 / 2-81

19/x-81

18-81-502

Е.Л.Журавлева, Д.Рубио

СИСТЕМА С ГЕЛИЕВОЙ АТМОСФЕРОЙ  
ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА  
ЛЕГКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

1981

Рентгенофлуоресцентный метод анализа с помощью Si(Li) детектора и изотопных источников излучения позволяет определять содержание в образце элементов от магния до урана<sup>1-3/</sup>. При этом наиболее широко используются изотопные источники  $^{55}\text{Fe}$ ,  $^{109}\text{Cd}$  и  $^{241}\text{Am}$ . Источники  $^{109}\text{Cd}$  и  $^{241}\text{Am}$  эффективно применяются при анализе элементов от калия до урана. Для анализа более легких элементов /магний-титан/ выгоднее применять источники  $^{55}\text{Fe}$ , так как их энергия излучения /5,9 кэВ/ более близка к энергиям края возбуждения этих элементов /1,3-4,9 кэВ/. Однако надо учитывать, что в данном интервале значительная часть характеристического излучения указанных элементов поглощается в воздухе. Особенно сильно это поглощение для характеристического излучения магния-хлора с энергиями 1,3-2,6 кэВ.

Поглощение характеристического излучения легких элементов в воздухе можно устранить или уменьшить до удовлетворительного уровня, помещая систему источник-проба в вакуум или в гелиевую атмосферу<sup>1,2/</sup>.

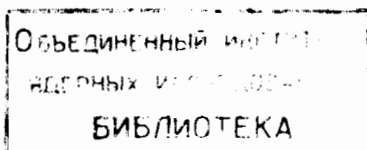
В данной работе предложена система "источники -  $^{55}\text{Fe}$  - проба", в которой воздушная атмосфера заменяется гелиевой.

## АППАРАТУРА

При выполнении работы использовался Si(Li) детектор с разрешением 230 эВ на  $K_{\alpha}$ -линии Mn /5,9 кэВ/ с бериллиевым окном толщиной 25 мкм, 800-канальный анализатор фирмы "NOKIA" типа LP-4840. Для возбуждения характеристического излучения элементов пробы применялись пять источников  $^{55}\text{Fe}$  фирмы "Изотоп" типа ИРИЖ-1 общей активностью 10 мКи и пять источников  $^{109}\text{Cd}$  общей активностью 6 мКи. Пробы помещались в кюветы из оргстекла размером  $\phi=20 \times 10 \text{ мм}^2$  с лавсановым дном толщиной 3,5 мкм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Разработанная система показана на рис.1. Подача гелия в объем между источниками  $^{55}\text{Fe}$ , пробой и бериллиевым окном производилась через три капилляра с внутренним диаметром 1 мм. Гелий подавался в систему под давлением, близким к атмосферному.



Таблица

Регистрация характеристического излучения элементов при измерении проб в воздушной и гелиевой атмосфере

	Количество импульсов в пике /имп./ 5 мин/		Отношение (2)/(1)
	В воздушной атмосфере	В гелиевой атмосфере	
Mg*	не видны	1570	-
Al*	2130	9680	4,5
Si*	10300	29800	2,9
S*	42900	82000	1,9
Ar**	180	не видны	-
K***	1900	2270	1,2
Ca***	12800	14700	1,1
Ti***	3970	4100	1,0

\* - чистые элементы, \*\* - из воздуха, \*\*\* - элементы в геологической пробе.

Система работала как проточная с расходом гелия  $\approx 0,01 \text{ м}^3/\text{ч}$ .

На рис.2 приведены кривые чувствительности определения Al÷Ti в образце почвы, полученные при измерении характеристического излучения элементов образца в гелиевой и воздушной атмосфере. Из рисунка видно, что чувствительность анализа /по критерию  $3\sqrt{I_{\text{фон}}}$  / Al, Si и K улучшается при измерении в гелиевой атмосфере в ~4, ~3 и ~1,2 раза соответственно по сравнению с чувствительностью, полученной при измерении в воздушной атмосфере. Чувствительность анализа Ti в том и другом случае примерно одинакова. На этом рисунке также показана кривая чувствительности, полученная при возбуждении характеристического излучения элементов того же образца источниками  $^{109}\text{Cd}$ . Из сравнения видно, что чувствительность анализа для K, Ca и Ti в 6÷7 раз хуже, чем при использовании источников  $^{55}\text{Fe}$ . Данные, приведенные в таблице, подтверждают преимущество применения гелиевой атмосферы при анализе легких элементов (Mg÷K) с использованием источников  $^{55}\text{Fe}$ .

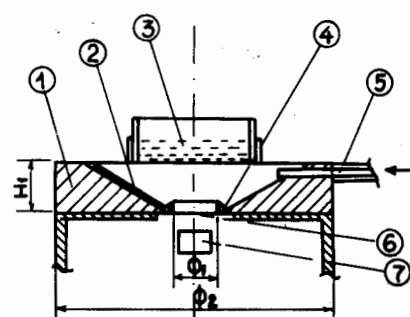


Рис.1. Схема системы "источники  $^{55}\text{Fe}$  - проба" в гелиевой атмосфере. 1 - оргстекло,  $\Phi_2 = 50 \text{ мм}$ ,  $H_1 = 8 \text{ мм}$ ; 2 - источники  $^{55}\text{Fe}$  размерами  $\phi = 14 \times 1 \text{ мм}^2$ ; 3 - кювета с пробой; 4 - коллиматор из Cu÷Mo с  $\Phi_1 = 8 \text{ мм}$ ; 5 - капилляры для подачи гелия; 6 - бериллиевое окно; 7 - Si(Li)-детектор.

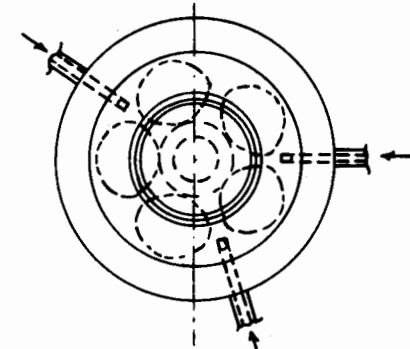
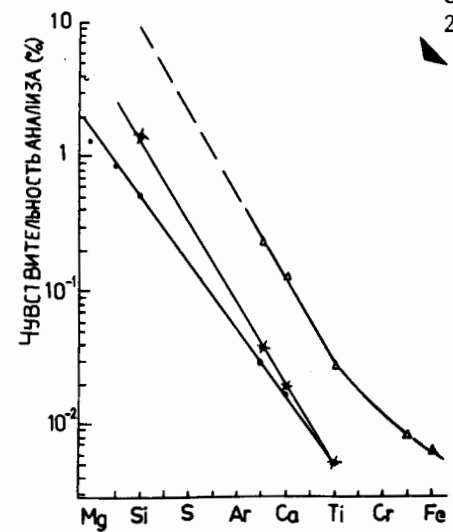


Рис.2. Чувствительность определения содержания легких элементов в образце почвы при возбуждении вторичного излучения элементов пробы источниками  $^{109}\text{Cd}$  и  $^{55}\text{Fe}$  в разных условиях: а/ при использовании источников  $^{109}\text{Cd}$  активностью 6 мКи (—Δ—Δ—Δ); б/ при использовании источников  $^{55}\text{Fe}$  активностью 10 мКи в воздушной атмосфере (—x—x—x—), в/ при использовании тех же источников  $^{55}\text{Fe}$  в гелиевой атмосфере (—●—●—●—). Время измерения - 20 мин.



На рис.3 показаны спектры характеристического излучения геологического образца, снятые в воздушной и гелиевой атмосфере. Видно, что пики Al и Si не разделены. Это является следствием недостаточного для данной задачи разрешения детектора. Дальнейшего улучшения чувствительности анализа можно достигнуть при использовании

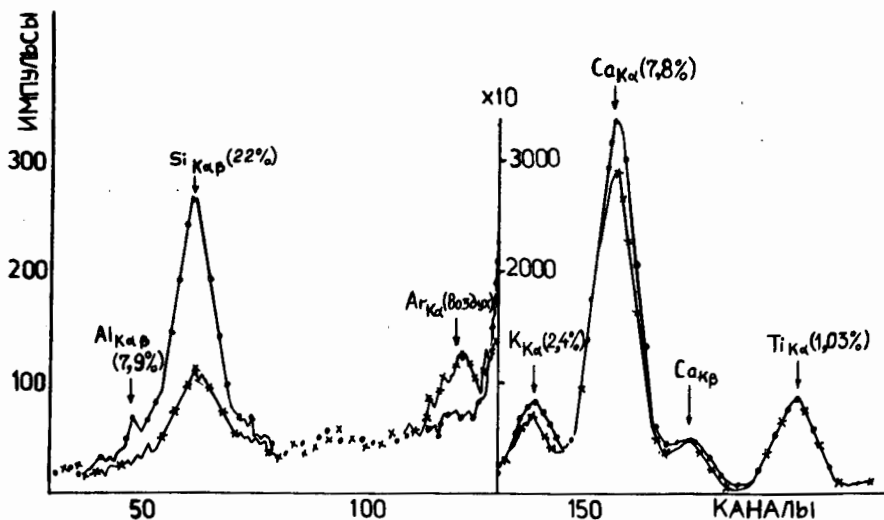


Рис.3. Спектры геологического образца, снятые при возбуждении характеристического излучения элементов источниками  $^{55}\text{Fe}$  в гелиевой (—o—o—o) и воздушной (—x—x—x) атмосфере. Время измерения - 10 мин.

более тонкого бериллиевого окна. Эффективность использования активности источников  $^{55}\text{Fe}$  и геометрии измерения может также быть улучшена путем применения кольцевого источника  $^{55}\text{Fe}$ .

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Предлагается конструкция системы источников  $^{55}\text{Fe}$  и проб для проведения рентгенофлуоресцентного анализа легких элементов в гелиевой атмосфере.
2. Использование гелиевой атмосферы позволяет увеличить чувствительность анализа Al, Si и K в  $\sim 4$ ,  $\sim 3$  и  $\sim 1,2$  раза соответственно по сравнению с чувствительностью, полученной в воздушной атмосфере.

Авторы выражают глубокую признательность Ю.С.Замятину за обсуждение результатов и ценные замечания.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения. Атомиздат, М., 1977.
2. Плотников Р.И., Пшеничный Г.А. Флуоресцентный рентгено-радиометрический анализ. Атомиздат, М., 1973.
3. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, М., 1973.

Рукопись поступила в издательский отдел  
22 июля 1981 года.