

сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

Ф

5175 / 2-81

19/к-81
18-81-503

Э.Бразевич, Я.Бразевич, Лю Зай Ик,
Г.М.Осетинский, А.Пурэв

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ
ПРИ ВОЗБУЖДЕНИИ ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОГО
РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ
ПУЧКОМ ПРОТОНОВ С ЭНЕРГИЕЙ 1-3,5 МэВ

1981

1. ВВЕДЕНИЕ

В последнее время интенсивно развиваются методы определения элементного состава веществ, основывающиеся на детектировании вторичного излучения, образующегося при бомбардировке исследуемых образцов пучком электронов, протонов и тяжелых ионов. Это излучение может быть характеристическим рентгеновским излучением, упруго и неупруго рассеянными частицами, излучением, связанным с переходами Оже, продуктами ядерных реакций и т.д. Из указанных методов особенное развитие получил метод определения элементного состава по детектированию характеристического рентгеновского излучения на пучке протонов, поскольку эти же измерения при возбуждении образца пучком электронов сопровождаются фоном, в 10^3 - 10^4 раз большим, чем на пучке протонов, что резко снижает чувствительность метода. К достоинству метода с протонным возбуждением следует отнести быстроту получения информации об элементном составе, измерения не приводят к разрушению образцов и не вносят, практически, искажений в элементный состав многокомпонентной смеси. В настоящий момент имеется достаточно обширная литература, посвященная применению методики определения элементного состава с использованием характеристического рентгеновского излучения на пучках протонов в области геологии, металлургии, биологии, медицины, технологии изготовления полупроводниковых приборов, охраны окружающей среды, криминалистики, археологии и др. Основные особенности практического применения этого метода изложены в обзоре S. Johansson и T. Johansson ^{1/} и ряде весьма полных монографий ^{2,3/}.

Настоящая работа по существу является продолжением исследований в этом направлении с учетом экспериментальных возможностей, которые могут быть реализованы при выполнении ее на электростатическом ускорителе Ван-де-Граафа в лаборатории нейтронной физики ОИЯИ, ускоряющем ионы водорода, ^3He , ^4He в интервале 1-4,3 МэВ. В работе приводится описание камеры для исследования, детектирующей аппаратуры, методики определения эффективности детектора и методики определения элементного состава на тонкой и толстой мишенях. На толстых мишенях рассматривается случай, когда суммарная доля примесных элементов не превышает ~ 5%. В конце статьи приводится ряд примеров, иллюстрирующих возможности метода.

2. МЕТОДИКА

Схема опыта представлена на рис.1. Схема камеры - на рис.2. Как видно из рисунков, пучок протонов от ЭСУ, пройдя участок ионопровода, попадает на многопозиционную мишень, находящуюся в центре камеры реакции. На участке ионопровода от раздаточного магнита до камеры реакции, пучок ионов формируется четырьмя диафрагмами 3^a , 3^b , $3^в$, $3г$. Последние две диафрагмы - сменные, входящие в состав коллимационного блока, который состоит из графитового цилиндра с четырьмя парами отверстий /2 мм, 3 мм, 4 мм, 5 мм/ устанавливаемыми на пути пучка. Диаметр цилиндра - 80 мм. Расстояние от последней диафрагмы до мишени - 70 мм. Для равномерного распределения тока на поверхности мишени пучок ионов расфокусируется. Это осуществляется одним из двух методов. В одном из них пучок проходит через тонкую углеродную фольгу /50-100 мкг/см²/, укрепленную на кронштейне /5/ камеры /4/. Кронштейн может переключаться перпендикулярно пучку, обеспечивая возможность установки на пути пучка одной из пяти фольг. Другая возможность расфокусировки осуществляется модуляцией пучка двумя взаимно-перпендикулярными пластинами, установленными на пути пучка, на которые подается переменное напряжение 2 кВ частотой 50 и 500 Гц. Пластины имеют длину 100 мм и расположены между диафрагмами 3^a и 3^b в камере /4/. Расстояние между пластинами 20 мм. Напряжение к пластинам подается через вакуумно-изолированные вводы. Число частиц, падающих на мишень, определяется по измерению тока пучка /диапазон измеряемых токов 0,5-30 нА/. Для обеспечения этих измерений многопозиционная мишень изолирована от корпуса камеры и присоединена к интегратору тока. Интегратор тока изготовлен в отделе электроники ЛНФ ОИЯИ и обеспечивает измерение тока пучка в интервале токов $2 \cdot 10^{-10} - 10^{-8}$ А с линейностью не хуже 1%. Для подавления вторичной электронной эмиссии, возникающей при бомбардировке мишени током протонов, мишень окружена графитовым цилиндром /см. рис.2/, к которому подключено отрицательное напряжение - 600 В. При исследовании тонких мишеней, когда пучок проходит их толщину, ток пучка измеряется цилиндром Фарадея, который установлен за держателем образцов. Цилиндр Фарадея и держатель электрически соединены между собой. Для исключения ошибок в измерении тока, связанных с рассеянием протонов при прохождении этой мишени, держатель окружен цилиндром /3, рис.2/, собирающим эти протоны. Диаметр выходного отверстия цилиндра обеспечивает выход частиц строго в пределах телесного угла цилиндра Фарадея. Как видно из рис.1, рамка многопозиционной мишени наклонена по направлению пучка на $45^\circ \pm 0,2^\circ$ и конструктивно заканчивается /см. рис.2/ направляющим стержнем, входящим в центрирующий цилиндр из тефлона /6, рис.2/. Такая

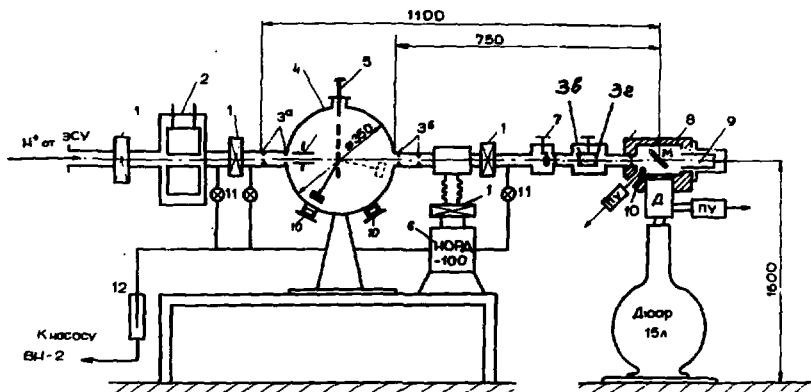


Рис.1. Схема опыта. 1 - вакуумные затворы, 2 - азотная ловушка, 3а-г - коллиматоры, 4 - промежуточная камера, 5 - держатель мишеней, 6 - насос высокого вакуума, 7 - прибор наблюдений за пучком, 8 - камера Х.Р.И., 9 - цилиндр Фарадея, 10 - Si(Li)-детекторы.

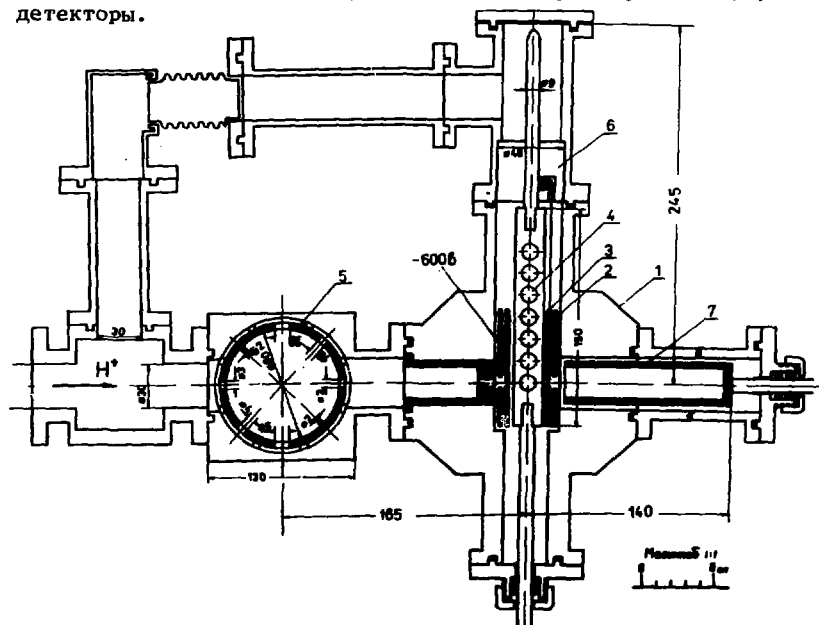


Рис.2. Схема камеры измерений характеристического рентгеновского излучения при протонном возбуждении. 1 - корпус камеры, 2,3 - цилиндрические экраны, 4 - рамка с мишенями, 5 - коллиматор, 6 - направляющий тefлоновый цилиндр, 7 - цилиндр Фарадея.

конструкция обеспечивает сохранение геометрического фактора мишени при ее перемещении или замене. Общая длина рабочей части многопозиционной мишени - 110 мм. Перемещение ее осуществляется через изоляционный вакуумный ввод, конструкция которого, так же как и конструкция других элементов камеры, представлена на рис.2. Под углом 90° по отношению к падающему пучку протонов $/45^\circ$ по направлению к плоскости мишени/, на расстоянии 50 мм от центра мишени, камера имеет отверстие, перекрываемое фольгой металлизированного майлара толщиной 10 мкм. Под этим же углом за отверстием устанавливается Si(Li) детектор рентгеновского излучения. Входное окошко камеры детектора уплотнено на вакуум фольгой ^9Be толщиной 25 мкм. Между выходным окошком камеры и детектором устанавливается подвижной кронштейн с двумя сменными фильтрами. Для уменьшения фона излучения вся внутренняя поверхность камеры, на которую могут попадать рассеянные протоны, электроны вторично-электронной эмиссии или γ -кванты тормозного излучения, покрыты графитом повышенной чистоты. Импульсы от детектора через предусилитель, усилитель направляются на многоканальный анализатор импульсов типа "Didac" или в измерительный центр Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ для последующего их измерения на многоканальном анализаторе импульсов АИ-4096, выводе на графикостроитель и записи на магнитную ленту - ЭВМ БЭСМ-4. Блок-схема включает также счетчик живого времени, который суммирует мертвое время детектирования в предусилителе, усилителе и многоканальном анализаторе импульсов и автоматически выдает "живое время" счета на световое табло этого прибора. Блоки разработаны в ЛЯР ОИЯИ^{4/}. Особенность схемы предварительного усилителя - использование импульсной световой обратной связи, причем основу входного, чувствительного к заряду, каскада составляет каскадная пара, состоящая из полевого (2N4418) и биполярного транзисторов. Усилитель обеспечивает стабильность нулевого уровня на выходе и индикацию импульсов самоналожений. Схема обеспечивает постоянство разрешения и сохранение положения энергетических спектров рентгеновского излучения на многоканальном анализаторе импульсов при скорости счета до 10^4 имп./с. Энергетическое разрешение спектрометра, измеренное на линии $6,54$ кэВ от ^{57}Co , составляет 215-220 эВ. Как видно из рис.1, в камере под углом 135° установлен кремниевый поверхностно-барьерный детектор для измерения упруго рассеянных ионов водорода, ^3He или ^4He на тех же мишенях, для которых измеряется выход рентгеновского излучения. В ряде случаев измерение упруго рассеянных протонов проводилось одновременно с измерением рентгеновского излучения, улучшая тем самым надежность проведения элементного анализа. Энергетическое разрешение спектрометрического канала упругого рассеяния составляет 25-30 кэВ от α -частиц

с энергией 5,49 МэВ. Геометрический фактор Ω при измерении
$$/\Omega = \frac{S}{R^2},$$
 S - площадь входной диафрагмы детектора, R - расстояние от мишени до детектора/ составляет $1,467 \cdot 10^{-3}$.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА НА ТОНКИХ МИШЕНЯХ

Для тонких образцов, в которых можно пренебречь как потерей энергии проходящих через них протонов, так и поглощением возникающего при этом рентгеновского излучения, выход $Y_{i,s}$ этого излучения для линии i, s -серии из образца определяется уравнением вида

$$Y_{i,s} = \sigma_{i,s} (E_0)_{\text{п}} N^M C_{\text{АВС}} \epsilon_{\lambda} \frac{\Delta\Omega}{4\pi}, \quad /1/$$

где $\sigma_{i,s} = \sigma_s P_{i,s}$ - сечение выхода характеристического рентгеновского излучения для линий i, s -серии исследуемого элемента, σ_s - сечение выхода характеристического излучения s -серии исследуемого элемента, $P_{i,s}$ - относительная вероятность испускания i -го излучения при заполнении вакансий в S -оболочке. $\sigma_s = \sigma_{\text{ИОН}} \omega_s$, где $\sigma_{\text{ИОН}}$ - сечение ионизации S -оболочки, ω_s - выход флуоресценции в S -оболочке, p_p - число протонов, падающих на мишень, N^M - число атомов исследуемого элемента /ат./см²/, $C_{\text{АВС}}$ - коэффициент, учитывающий поглощение излучения на пути от мишени к детектору /поглощение в окошках камеры и детектора в воздухе, в фильтрах/, ϵ_{λ} - эффективность регистрации детектором излучения с длиной волны λ , $\Delta\Omega$ - телесный угол от мишени к детектору. При неизменной геометрии эксперимента произведение $C_{\text{АВС}} \frac{\Delta\Omega}{4\pi} \epsilon_{\lambda}$ - величина постоянная, определяемая калибровочными измерениями.

Согласно уравнению /1/, для определения N^M необходимо знание величин $Y_{i,s}$, $\sigma_{i,s}$, p_p и величины $C_{\text{АВС}} \epsilon_{\lambda} \frac{\Delta\Omega}{4\pi} = \epsilon$. Величина $Y_{i,s}$ определялась по измерению площади пика в спектре для i -линии s -серии энергетического спектра рентгеновского излучения, получаемого на многоканальном анализаторе импульсов. Величина этой площади определялась по специальной программе ОИЯИ "АСТIV" на ЭВМ БЭСМ-6. При проведении расчета в программу вводятся: а/ форма пика, которая определяется из экспериментальных спектров характеристического рентгеновского излучения; б/ экспериментальный спектр рентгеновского излучения; в/ величина фона. В программе он аппроксимируется полиномом n степени, где n может принимать значения 1,2,3; г/ калибровочные данные "энергия-канал" энергетической шкалы; д/ эффективность регистрации детектором излучения /при неизменной геометрии де-

тектора/ в зависимости от энергии этого излучения. В результате расчета программа выдает: а/ площадь пика и ошибку определения площади, б/ положение пика на энергетической шкале, в/ проводит нормировку определяемой площади пиков в соответствии с эффективностью регистрации ϵ для излучения данной энергии. Окончательная идентификация пиков в соответствии с отношением их вероятностей перехода /отношений K_α/K_β , L_α/L_β и т.д./, и последующее вычисление концентрации элементов в матрице проводятся путем дополнительных вычислений. Величина n_p , входящая в формулу /1/, определялась по измерению тока пучка, падающего на мишень, интегратором тока. Величина σ_s считывалась из таблиц $\sigma_s = f(E)|_z$, $\sigma_s = f(z)|_E$, составленных нами в результате усреднения опубликованных данных по этим зависимостям^{5/}. Необходимость составления таких таблиц имела ряд оснований. Согласно опубликованным данным, σ_s для одних и тех же элементов и энергий, но определенных различными авторами, иногда имеют расхождения, превышающие в 2-3 раза и более экспериментальные ошибки измерения, и трудно отдать предпочтение тому или иному методу их определения. Кроме того, при обработке энергетических спектров рентгеновского излучения на ЭВМ, возникает необходимость введения в программу расчета зависимости сечения выхода от заряда ядра Z при заданном значении энергии возбуждения E_p . Естественно, что эти величины могут быть определены из экспериментальных данных $\sigma_s = f(E)|_z$. Однако составление зависимостей имеет смысл проводить, имея плавные величины $\sigma_s = f(E)|_z$ для того, чтобы исключить влияние имеющихся расхождений в экспериментальных данных.

Эффективность детектирования ϵ , $\epsilon = C_{ABC} \epsilon \frac{\lambda}{4\pi}$ /знание которой необходимо для расчета N^M /определялось по измерению выхода Y_{cm} характеристического рентгеновского излучения от стандартных мишеней, число атомов которых известно. Для определения кривой эффективности использовались мишени Ca, Ti, Cr, Ni, Fe, Cu, Ge, Mo, Ag, Sn, Pb, Cl, S, Ru. энергия рентгеновского излучения которых перекрывает интересующий нас интервал энергии /1,5 кэВ - 30 кэВ/. Расчет ϵ проводился по формуле /1/, где σ_s для стандартной мишени бралось из определяемых ранее таблиц $\sigma_s = f(Z)|_E$ ^{5/}. Число атомов стандартных мишеней в ат./см² определялось по упругому рассеянию ионов ^3He или ^4He с энергией 2-3 МэВ в той же геометрии, при которой проводились измерения выхода характеристического рентгеновского излучения. Принимается, что рассеяние резерфордовское. Это заключение основывается на выполненных нами экспериментальных исследованиях, показавших, что уже для Si, элемента с наименьшим Z из используемых в качестве эталонов, функция $NE^2 = f(E)$ до энергий ^3He - 3,5 МэВ является постоянной.

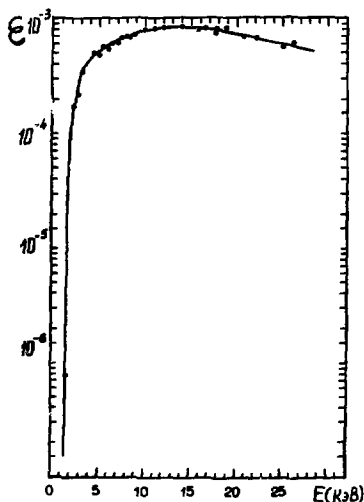


Рис. 3. Эффективность детектирования характеристического рентгеновского излучения для детектора ЛНФ ОИЯИ. На оси абсцисс - энергия рентгеновского излучения. На оси ординат - величина $\epsilon = C_{ABC} \epsilon \lambda \times \Delta\Omega/4\pi$.

Здесь N - выход упруго рассеянных ионов ${}^4\text{He}$, E - энергия падающих ионов. Стандартная относительная ошибка в определении числа атомов мишени составляла 3-4%. Заметим, что это число можно определить, используя пучок упруго рассеянных ионов водорода. В случае, когда рассеяние нельзя считать Резерфордским, погрешность определения числа атомов мишени возрастает до 5-6% за счет погрешности

в определении дифференциального сечения упругого рассеяния протонов на исследуемом ядре. Стандартные мишени изготавливались методом распыления в вакууме на толстую /0,2 мм/ подложку монокристалла кремния или на толстую /~1 мм/ или тонкую /20-30 мкг/см²/ подложку графита. Для распыления использовались материалы и реактивы спектральной и высокой чистоты, а сам процесс распыления образцов проводился электронным пучком в вакууме при давлении 10^{-6} Торр. На рис. 3 представлен график зависимости эффективности детектирования характеристического рентгеновского излучения в зависимости от энергии этого излучения. График справедлив при заданной и неизменной геометрии системы "камера-детектор" /тип детектора, расстояние между мишенью и детектором, толщина выходного окошка камеры и входного окошка детектора - неизменны/. Сплошная кривая на рисунке получена путем аппроксимации экспериментальных точек по методу наименьших квадратов /по программе FUMILI / функцией вида $\ln \epsilon = \sum_{I=1}^M A(I) E^{I-1}$, где M - число параметров, A - коэффициенты полинома, E - энергия рентгеновского излучения. Коридор ожидаемых ошибок вокруг аппроксимирующей кривой находится в пределах $\pm 5\%$.

Укажем еще на один, используемый в настоящей работе, метод определения элементного состава тонких мишеней, основывающийся на сравнении выхода характеристического рентгеновского излучения исследуемых элементов с выходом от внутреннего или внешнего стандарта. В случае, когда атомные номера исследуемого элемента

и внешнего стандарта совпадают, число атомов N^M элемента может быть определено формулой вида:

$$N^M = (Y_i^M / Y_i^{cm}) \cdot (n_p^{cm} / n_p^M) \cdot N^{cm},$$

где индексы M и cm относятся к характеристическому рентгеновскому излучению i линий, s -серии искомого элемента и стандарта соответственно. При таком расчете отпадает необходимость определения эффективности и σ_s . При использовании внутреннего стандарта /естественно отличающегося по Z от исследуемых элементов/ расчет ведется по формуле:

$$N^M = \frac{Y_i^M}{Y_i^{cm}} \frac{\sigma_i^{cm}}{\sigma_i^M} \frac{\epsilon^{cm}}{\epsilon^M} N^{cm}.$$

В этом случае не требуется знания числа частиц, падающих на мишень, определяемых интегратором тока. Известно, что при измерении характеристического рентгеновского излучения существен вклад тормозного излучения протонов и электронов. Для его уменьшения или поглощения низкоэнергетической части рентгеновского излучения, не представляющего интереса в данном конкретном эксперименте, используются фильтры из различных материалов. В настоящей работе в качестве фильтров использовались тонкие пленки майлара толщиной 100-600 мкм, а также пластинки монокристалла кремния толщиной 250 мкм. Применение майлара потребовало составления таблиц массовых коэффициентов ослабления μ при прохождении через него рентгеновского излучения k_α , k_β линий от элементов с порядковым номером Z , находящимся в интервале $11 \leq Z \leq 50$ и для L_α , L_β , L_γ линий от элементов $37 \leq Z \leq 94$. Таблицы содержат также величины пропускания рентгеновского излучения, рассчитанные для определенных толщин майлара: 55 мкм, 75 мкм и от 100 мкм до 4000 мкм с шагом по толщине 100 мкм. Подробное описание методики составления таблиц представлено в нашей работе /6/.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ИЗ ТОЛСТОЙ МИШЕНИ

Принято мишень относить к толстой в тех случаях, когда для определения ее элементного состава необходимо учитывать как изменение энергии в ней возбуждающих протонов, так и поглощение в мишени рентгеновского излучения, образующегося при возбуждении. Выход характеристического рентгеновского излучения i -ой линии s -серии /например, k_α или k_β и т.д./ l -ого элемента с концентрацией p^l [2/2] в толстой мишени может быть записано уравнением вида:

$$Y_{i,s}^l = C_{ABC} n_p \frac{p^l L}{A^l} \epsilon_\lambda \frac{\Delta \Omega}{4\pi} \int_0^R \sigma_{i,s}^l [E_p(x)] e^{\mu_i^l x \frac{\cos \theta}{\cos \phi}} dx, \quad /2/$$

где $\sigma_{i,s}^{\ell}$ [Е (x)] - сечение выхода рентгеновского излучения i -ой линии ℓ -ого элемента, возбуждаемого энергией E_p , $C_{ABC} \epsilon \lambda \Delta\Omega/4\pi$, определены ранее. L, A^{ℓ} - число Авогадро и атомный вес элемента, R - максимальный пробег протонов в мишени, μ_i^{ℓ} - массовый коэффициент ослабления рентгеновского излучения i -ой линии ℓ -ого элемента элементами, входящими в состав мишени /см²/г, $\mu_i^{\ell} = \sum_k \mu_i^{\ell,k} p^k$, где $\mu_i^{\ell,k}$ - поглощение излучения i -ой линии

ℓ -ого элемента элементом k , входящим в состав мишени с определенным процентным составом p^k ; θ, ϕ - углы между нормалью к облучаемой поверхности и направлением к оси пучка и детектору, соответственно. Напомним, что в формуле /2/ x имеет размерность г/см².

Основные величины, входящие в формулу /2/, $n_p, C_{ABC}, \epsilon, \lambda, \sigma_{i,s}^{\ell}$ определялись так же, как и для тонкой мишени. Некоторые дополнения по сравнению с литературными данными сделаны для массовых коэффициентов поглощения в элементах с Z , находящихся в интервале: $33 \leq Z \leq 92$, где были составлены новые таблицы этих коэффициентов. Дело в том, что в настоящий момент имеются таблицы μ для рентгеновского излучения k, L серий, опубликованные Монтенегро и др.^{7/}, а также таблицы ЛНПО "Буревестник"^{8/}. В таблицах ЛНПО "Буревестник" приведены значения μ для $k_{\alpha_1}, k_{\alpha_2}, k_{\beta_1}$ и т.д. излучений от элементов с порядковым номером Z , находящимся в интервале $11 \leq Z \leq 94$; для L_{α}, L_{β} излучений, для интервала $30 \leq Z \leq 92$ и M_{α}, M_{β} излучений для интервала $62 \leq Z \leq 92$. Несмотря на полноту этих таблиц, использование их при проведении расчетов выхода рентгеновского излучения при протонном возбуждении не всегда удобно, поскольку традиционная методика детектирования Si(Li) и Ge(Li) детекторами не разделяет линии k_{α_1} и $k_{\alpha_2}, L_{\alpha_1}$ и L_{α_2} и т.д. Поэтому при пользовании ими необходимо проводить дополнительные расчеты μ связанные с усреднением табличных значений энергий для $k_{\alpha_1}, k_{\alpha_2}$ и $L_{\alpha_1}, L_{\alpha_2}$ и других излучений с учетом их вероятности. В таблицах Монтенегро и др. хотя и приведены данные для k_{α} и k_{β} излучений, но они содержат данные лишь для элементов от углерода до мышьяка, что для ряда задач, связанных с определением элементного состава вещества более тяжелых, чем As, недостаточно. Таблицы, составленные нами, устраняют этот пробел^{9/}. Базируясь на данных Storm и Israel^{10/} аналогично методике расчета, принятой Montenegro и др., составлены таблицы значений μ при прохождении k_{α}, k_{β} излучений от элементов $11 \leq Z \leq 50$ и $L_{\alpha}, L_{\beta}, L_{\gamma}$ излучений от элементов $37 \leq Z \leq 92$ в элементах от As до Pu. Определение элементного состава по формуле /2/ для толстых мишеней весьма сложно. Однако для частного случая, когда суммарная концентрация всех примесных элементов в основной матрице не превышает ~ 5% и концентрация основного элемента матрицы извест-

на - приведение расчета упрощается. В этом случае отпадает необходимость учета поглощения рентгеновского излучения в элементах примесей и под интегралом уравнения /2/ остаются величины, зависящие от основного состава матрицы. Причем определение концентрации примесных элементов не усложняется и для случая, когда в основной состав матрицы входит несколько элементов. Расчеты этого варианта проводились по специальной программе на ЭВМ БЭСМ-6. Эти же расчеты могут быть выполнены и без использования ЭВМ. Для этого указанный интеграл может быть заменен конечной суммой, как это рекомендовано в работе /11/.

5. ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ МЕТОДА

Как известно, пределы определения элементного состава в образце зависят от конкретных условий проведения анализа /конструкции камеры, разрешения детектора, толщины мишени и ее элементного состава, состояния поверхности и ряда других/. Детально этот вопрос обсуждается в ряде экспериментальных работ /1,2/. В условиях наших возможностей достижимые пределы определения элементного состава на тонких мишенях составляют $3 \div 5 \cdot 10^{-9}$ г/г. На толстых мишенях эта величина в самых благоприятных условиях не превышает $5 \cdot 10^{-7}$ г/г / $5 \cdot 10^{-5}$ %, что полностью согласуется с выводами работы /2/.

В заключение приведем несколько примеров, взятых из прикладных работ, выполненных в ЛНФ ОИЯИ совместно с учреждениями СССР и других стран-участниц ОИЯИ. Некоторые из них были опубликованы ранее /12/. На рис. 4 приведены спектры рентгеновского излучения от пленки макрофоля /d - 3,5 мкм/ и тонкой пленки графита /-30 мкг/см²/.

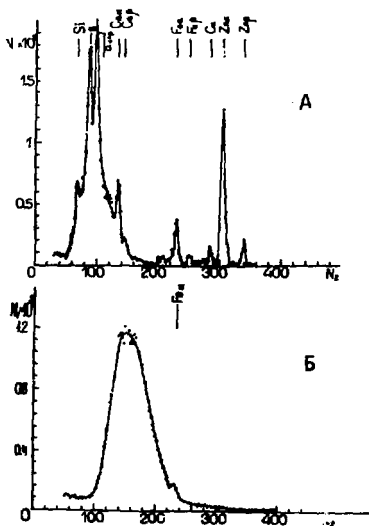


Рис. 4. Спектры характеристического рентгеновского излучения при возбуждении тонкой пленки графита /А/ и макрофоля /Б/. Здесь и в последующих рисунках на оси абсцисс - каналы анализатора импульсов (N_2). На оси ординат - число отсчетов в канале (N_1). $E_p = 2,4$ МэВ.

Таблица I

Тип мицелия	Концентрация в г/см ²					
	Cl	K	Ca	Si	Fe	Zn
Макрофил		$3,6 \cdot 10^{-8}$	$4,1 \cdot 10^{-8}$	-	$1,6 \cdot 10^{-8}$	$1,3 \cdot 10^{-9}$
Грефит	$0,334 \cdot 10^{-7}$		$0,093 \cdot 10^{-7}$	$0,588 \cdot 10^{-7}$	$0,0217 \cdot 10^{-7}$	$0,0147 \cdot 10^{-7}$

Таблица II

Элемент	Стандарт 0			Стандарт I		
	$C^{изм} [\frac{1}{2}]$	$C^{станд} [\frac{1}{2}]$	$\frac{C^{изм} - C^{станд}}{C^{станд}} [\%]$	$C^{изм} [\frac{1}{2}]$	$C^{станд} [\frac{1}{2}]$	$\frac{C^{изм} - C^{станд}}{C^{станд}} [\%]$
Fe	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$2,92 \cdot 10^{-4}$	4,1	$2,98 \cdot 10^{-4}$	$2,99 \cdot 10^{-4}$	0,2
Zn	$0,85 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	15,0	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	2,0
Se	$4,89 \cdot 10^{-6}$	$4,87 \cdot 10^{-6}$	0,4	$5,49 \cdot 10^{-6}$	$4,98 \cdot 10^{-6}$	10,4
Rb	$3,16 \cdot 10^{-5}$	$2,92 \cdot 10^{-5}$	7,5	$2,36 \cdot 10^{-5}$	$2,99 \cdot 10^{-5}$	21,0
Br	$2,25 \cdot 10^{-5}$	$1,96 \cdot 10^{-5}$	13,0	-	-	-
Cr	-	-	-	$9,58 \cdot 10^{-6}$	$9,97 \cdot 10^{-6}$	3,9
Ba	$3,72 \cdot 10^{-4}$	$4,86 \cdot 10^{-4}$	23	-	-	-

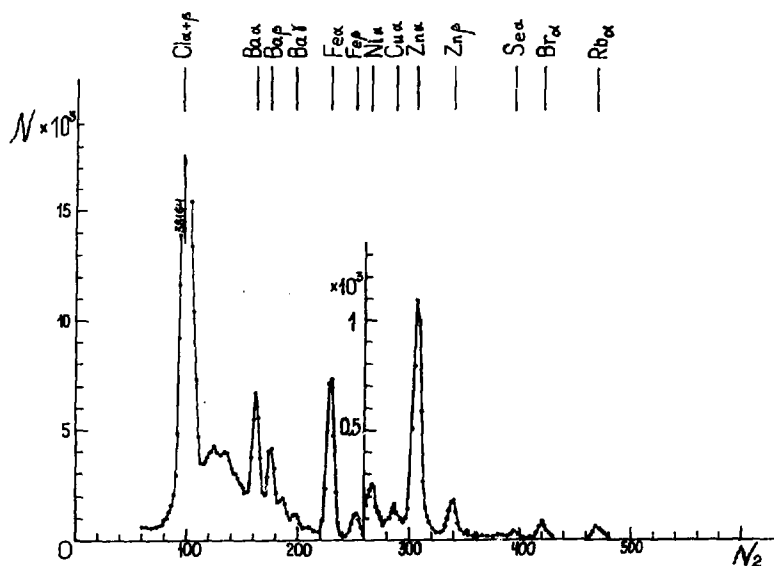


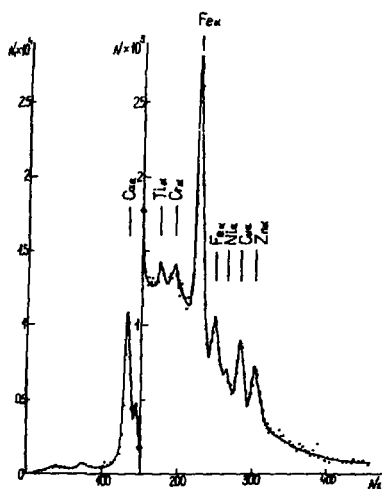
Рис. 5. Спектр характеристического рентгеновского излучения от биологического стандарта, изготовленного в Институте физики Грузинской ССР. Мишень - многоэлементный раствор в феноло-формальдегидной смоле, сформированный в виде таблеток. $E_p = 2,4$ МэВ. Измерения проведены с фильтром майлара 100 мкм.

представление о наличии примесных элементов, что весьма важно при использовании их в качестве подложек мишеней. В табл. 1 приведены количественный состав примесных элементов в этих пленках, определенных с точностью $\sim 10\%$.

На рис. 5, 6 приведены рентгеновские спектры некоторых биологических мишеней. На рис. 5 приведен спектр мультиэлементного стандарта, изготовленного для нейтронно-активационного анализа биологических материалов, представляющих собой многоэлементные растворы в феноло-формальдегидной смоле, сформированных в виде таблеток весом 3-50 мг/ $^{18}В$. В табл. 2 приведены концентрации элементов, входящих в этот стандарт, и результаты, полученные нами с использованием методики расчета, указанной ранее.

Как видно из таблиц, для большинства наблюдаемых нами элементов величины концентраций в пределах ошибок измерений /10-15%/ согласуются между собой, что подтверждает правильность принятого метода расчета. Наблюдаемое расхождение для Ва /23%/

Рис.6. Спектр характеристического рентгеновского излучения при возбуждении протонами с энергией 2,4 МэВ костной ткани зуба человека.



можно отнести к ошибкам в определении вероятности радиационного перехода $P_{L\alpha}$, которое из-за отсутствия экспериментальных данных приводилось расчетным путем по работе /14/.

На рис.6 приведен спектр микроэлементов, входящих в состав костной ткани зуба человека. На рис.7 - один из рентгеновских спектров волос человека. Все эти исследования биологических объектов прово-

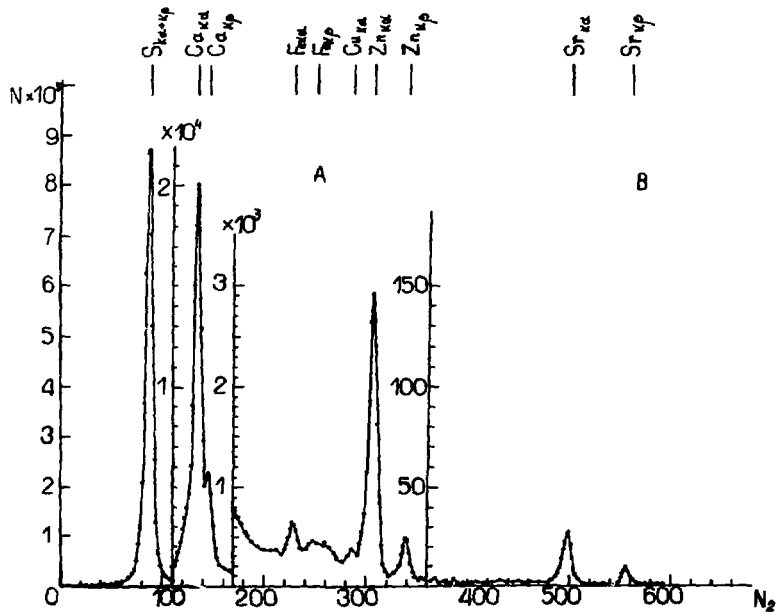


Рис.7. Спектр рентгеновского излучения волос человека. $E_p = 3,0$ МэВ.

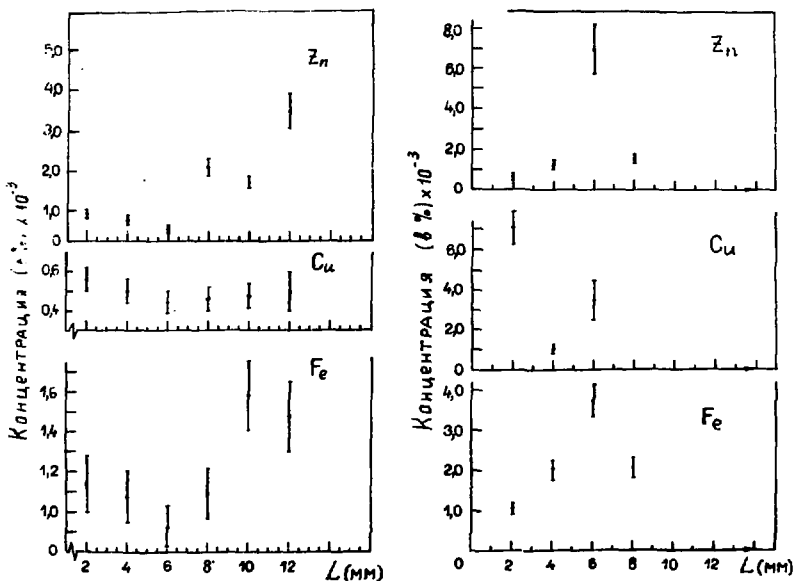


Рис. 8. Изменение концентрации примесных элементов в Al и графите вдоль поверхности. На оси абсцисс - смещение вдоль поверхности. На оси ординат - концентрация примесных элементов в %.

дильсь с целью выяснения соотношения между микроэлементами в организме здорового и больного человека и их роли в диагностике некоторых заболеваний.

На рис. 8 приведены данные по измерению примесных элементов в толстых образцах Al и графита вдоль их поверхности. Измерения проводились на пучке протонов диаметром 1,5 мм. / $E_p = 2,4$ МэВ/. На оси абсцисс - смещение образца в мм. По оси ординат - концентрация примесных элементов в %. Как видно из рисунка, распределение примесей неоднородно. В табл. 3 приведены данные по определению отношения концентрации висмута и германия в образце вдоль его поверхности. Согласно технологии изготовления ожидается, что стехиометрический состав исследуемого образца имеет структурную формулу $Bi_{12}GeO_{20}$, что соответствует отношению концентраций висмута к германию - 34,5. Измерения, как это видно из табл. 3, в пределах ошибок измерения $\pm 3\%$ подтвердили эти предположения.

Таблица III

От- нош. концен- траций С	мм поверх- ности	Экспериментальные данные						Расчетные значения			
		0	3	6	9	12	15	\bar{C}_z	$\Delta \bar{C}_z$	C_p	$\delta C_p = \frac{\bar{C}_z - C_p}{C_p} [\%]$
$C_z = \frac{P^{Ni}}{P^{Fe}}$		34,6	35,6	35,9	35,5	34,9	36,6	35,64	0,8	34,5	3

Таблица IV

Элемент	СВТ-13			Элемент	СП-2		
	$P^{Ni} [\frac{1}{2}]$	$P^{Ni} [\frac{1}{2}]$	$\delta = \frac{ P^{Ni}_{СВТ-13} - P^{Ni}_{СП-2} }{P^{Ni}_{СП-2}} [\%]$		$P^{Ni} [\frac{1}{2}]$	$P^{Ni} [\frac{1}{2}]$	$\delta = \frac{ P^{Ni}_{СВТ-13} - P^{Ni}_{СП-2} }{P^{Ni}_{СП-2}} [\%]$
Ca	$4,8 \cdot 10^{-4}$	$4,2 \cdot 10^{-4}$	5	Fe	$1,58 \cdot 10^{-2}$	$2,08 \cdot 10^{-2}$	24
V	$4,8 \cdot 10^{-4}$	-		Zn	$4,6 \cdot 10^{-5}$	$4,5 \cdot 10^{-5}$	1,3
Mn	$2,94 \cdot 10^{-3}$	-		Ga	$9,8 \cdot 10^{-6}$	$8,5 \cdot 10^{-6}$	15
Fe	$4,8 \cdot 10^{-3}$	$5,6 \cdot 10^{-3}$	14	Rb	$7,1 \cdot 10^{-5}$	$7,5 \cdot 10^{-5}$	1,4
Zn	$1,06 \cdot 10^{-5}$			Sr	$8,6 \cdot 10^{-5}$	$1,20 \cdot 10^{-4}$	28
Rb	$1,57 \cdot 10^{-3}$	$1,83 \cdot 10^{-3}$	14				
Cs	$6,4 \cdot 10^{-3}$	$7,7 \cdot 10^{-3}$					
Hf	$7,1 \cdot 10^{-5}$						
Ta	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$2,6 \cdot 10^{-4}$	40				

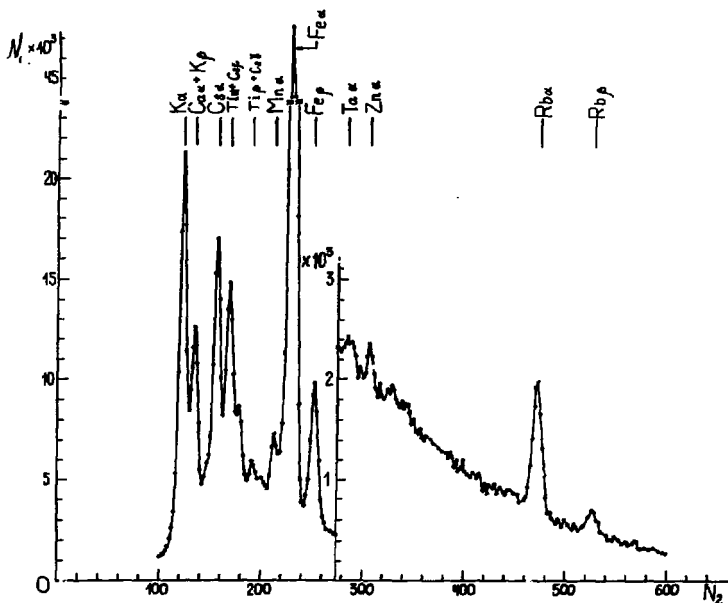


Рис.9. Рентгеновский спектр от элементов, входящих в состав стандартных образцов горных пород СВТ-13. На оси абсцисс - каналы анализатора (N_2). На оси ординат - число отсчетов в канале.

На рис.9 и 10 приведен спектр от элементов, входящих в состав стандартных образцов горных пород /СВТ-13, СП-2/, изготовленных в соответствии с ГОСТ 14263 и внесенных в Государственный реестр мер и измерительных приборов. Измерения проводились на толстых мишенях, выполненных в виде таблеток диаметром 14 мм /порошок СВТ-13, СП-2 после тщательного перемешивания с добавкой 0,1 грамма полиэтиленгликоля и 0,1 грамма аспирина на 10 граммов образца, прессовался давлением 50 тонн/. В табл.4 приведены данные стандарта и результаты наших определений. Как видно, эти результаты для большинства из наблюдаемых элементов в пределах ошибок согласуются между собой. Отдельные элементы в свидетельстве не указаны и определены нами. Имеющиеся расхождения по некоторым из них требуют дополнительного рассмотрения. При этом нельзя не учитывать, что паспортные данные стандартов для одного элемента или их группы получались одним методом, для другой группы - другим, и име-

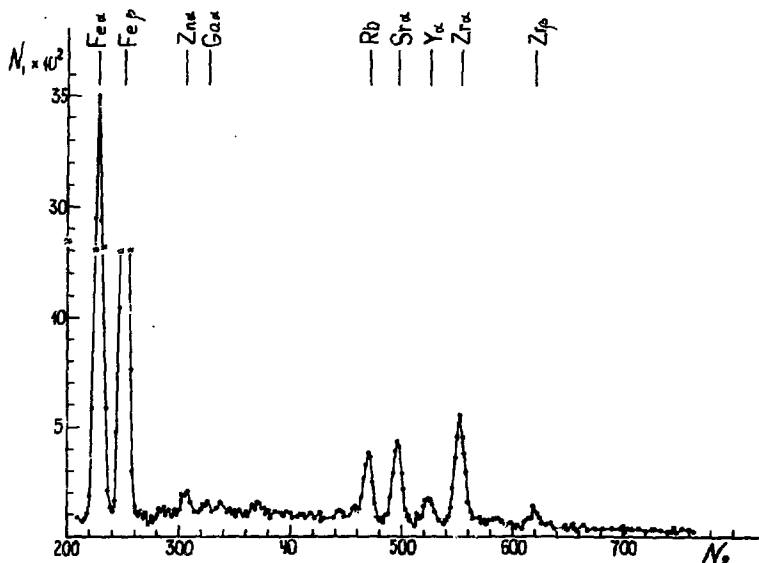


Рис. 10. Рентгеновский спектр от элементов, входящих в состав стандартных образцов горных пород СП-2. Обозначения на координатных осях аналогичны предыдущим.

ется определенная вероятность появления неучитываемых ошибок при их паспортизации. В настоящей работе эти определения ведутся одновременно одним методом и трудно, в связи с этим, объяснить, почему результаты для одних элементов согласуются с эталонными, а для других нет /например, для Та, Sr и т.д./.

Примечание: При проведении расчета за основной состав / 95%/ приняты данные по паспорту:

Для СП-2	SiO ₂ - 78,33%,	Al ₂ O ₃ - 9,57%,	Fe ₂ O ₃ - 2,98%,
	K ₂ O - 2,47%,	Na ₂ O - 1,15%,	
Для СВТ-13	SiO ₂ - 70,5%,	Al ₂ O ₃ - 18%,	Na ₂ O - 4,8%.
	K ₂ O - 1,71%,	Li ₂ O - 1,3%	

Приведенные примеры, естественно, не охватывают всего многообразия возможностей использования характеристического рентгеновского излучения при протонном возбуждении для прикладных исследований. Они лишь кратко иллюстрируют те направления исследований, которые проводились и будут проводиться в ЛНФ ОИЯИ.

Авторы выражают глубокую благодарность В.Г.Субботину, А.Н.Кузнецову, В.Г.Тишину, Г.Ф.Жеронкину за помощь в создании спектрометрического тракта измерений рентгеновского излучения. Авторы благодарят Т.С.Зварову, Э.В.Васильеву за помощь в работе на начальном ее этапе, а также группу эксплуатации электростатического генератора во главе с И.А.Чепурченко за хорошую бесперебойную работу ускорителя.

ЛИТЕРАТУРА

1. Johansson S.A.E., Johansson T.B. Nucl. Instr. and Meth., 1976, 139, p. 473.
2. Муминов В.А., Хайдаров Р.А. Рентгенофлуоресцентный анализ возбуждением ускоренными легкими ионами. Изд-во "ФАН" УзССР, Ташкент, 1980.
3. Коляда В.М., Зайченко А.К., Дмитренко Р.В. Рентгеноспектральный анализ с ионным возбуждением. "Атомиздат", М., 1978.
4. Зубарева А.М. и др. ОИЯИ, Р13-10430, Дубна, 1977; Кузнецов А.Н. и др. В кн.: Международный симпозиум по ядерной электронике /сб. аннотаций/. Дрезден, ZfK 413, 1980, с.26; Зубарева А.М. и др. В кн.: X Международный симпозиум по ядерной электронике /сб. аннотаций/, Дрезден, ZfK-413, 1980, с.42.
5. Бразевич Э. и др. ОИЯИ, Б1-18-81-320, Дубна, 1981.
6. Бразевич Э. и др. ОИЯИ, Б1-18-81-438, Дубна, 1981.
7. Montegro E.C., Baptista C.V., Duarte P.W.E.P. Atomic Data and Nuclear Data Tables, 1978, 22, p.131.
8. Комяк Н.И. Таблицы полных массовых коэффициентов ослабления характеристического рентгеновского излучения. ЛНПО "Буревестник", Л., 1978.
9. Бразевич Э. и др. ОИЯИ, Б1-18-81-319, Дубна, 1981.
10. Storm E., Israel H. Nuclear Data Tables, 1980, 7, p.565.
11. Bijoy K.B., Patnaik, Neelkanth G.Theve. Nucl. Instr. and Meth., 1975, 131, p.503.
12. Васильева Е.В. и др. Труды III-го совещания по использованию ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. ОИЯИ, Р18-12147, Дубна, 1978, с.503.
13. Мосулишвили Л.М. и др. Препринт ИФ АН ГССР, 20-БФ, Тбилиси, 1974.
14. Choi V.-H., Merzbacher E., Khandelwal G.S. Atomic Data, 1973, 5, p. 291.

Рукопись поступила в издательский отдел
22 июля 1981 года.