

БЕЗДИСПЕРСИОННЫЙ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА ПРИ ПОМОЩИ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ПОГЛОТИТЕЛЯ

П.М. Косьянов

В работе приведены результаты исследований бездисперсионного рентгенорадиометрического метода анализа элементного состава вещества сложного химического состава при помощи дополнительного поглотителя из вещества анализируемой пробы. Для полного учета матричного эффекта в каждом отдельном случае рассчитывается оптимальная поверхностная плотность дополнительного поглотителя и выбирается спектральная область рассеянного первичного излучения.

В работах [1–4] приведены результаты исследования способа учета матричного эффекта при рентгенофлуоресцентном анализе (РФА) с использованием дополнительного поглотителя из вещества анализируемой пробы, помещаемого между образцом и детектором излучений (рис. 1), и регистрацией некогерентно рассеянного пробой первичного излучения прошедшего через дополнительный поглотитель.

В качестве аналитического параметра берется отношение интенсивности аналитической линии определяемого элемента в прямом измерении (без поглотителя) к интенсивности некогерентно рассеянного пробой первичного излучения прошедшего через дополнительный поглотитель.

Для бездисперсионных видов РФА, в которых используются сцинтилляционные детекторы и пропорциональные счётчики, непосредственное использование данного способа проблематично, так как возникает трудность разрешения аналитических линий различных элементов и некогерентно рассеянного первичного излучения.

В данной работе показан путь решения указанной проблемы путём выбора для каждого конкретного случая оптимальной спектральной области рассеянного первичного излучения.

Экспериментальную оценку возможностей способа проводили на искусственных смесях (см. таблицу) с помощью сцинтилляционного спектрометра с источником гамма-излучения Se-75.

На рис. 2 а и б показаны спектры излучений проб 1 и 3 серии I, иллюстрирующие влияние матричного эффекта на интенсивность К-серии излучения вольфрама, снятые соответственно на кремний-литиевом и сцинтилляционном детекторах.

На рис. 3 показаны значения этих же интенсивностей проб серии I, пронормированных к интенсивности прошедшего через поглотитель излучения I_3 в зависимости от спектральной области. Регистрацию проводили при поверхностной плотности поглотителя $d = 2 \text{ г/см}^2$, изменяя уровень дискриминации E_g с 20 кэВ с шагом 2 кэВ при ширине окна спектрометра, равной энергетическому интервалу $\Delta E = 40 \text{ кэВ}$.

Зависимости, представленные на рис. 3, имеют общую точку пересечения при уровне дискриминации $E_g = 70 \text{ кэВ}$, являющейся в данном случае нижней границей спектральной области с шириной $\Delta E = 40 \text{ кэВ}$. Энергетический интервал от 70 кэВ до 110 кэВ являлся в данном случае той оптимальной спектральной областью, при которой учет матричного эффекта в пробах 1, 2 и 3 серии I происходил полностью.

Зависимость аналитического параметра от содержания вольфрама в пробах серии I – III (табл. 1) при оптимальной спектральной области от 70 кэВ до 110 кэВ, является линейной и прак-

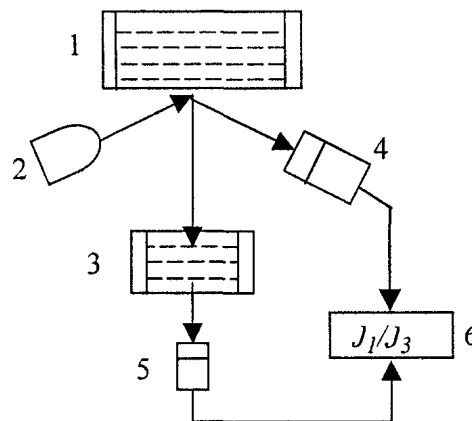


Рис. 1. Схема измерений с использованием дополнительного поглотителя: 1 – образец, 2 – источник излучения, 3 – поглотитель из анализируемого вещества, 4, 5 – детекторы излучения, 6 – блок регистрации

тически не зависит от эффективного атомного номера и соответственно от массового коэффициента поглощения наполнителя пробы, что показано на рис. 4.

Таблица

| Серия | Номер пробы | Содержание, % по массе | | | Эффективный атомный номер наполнителя |
|-------|-------------|------------------------|-------------|------|---------------------------------------|
| | | Определяемый элемент | Наполнитель | | |
| | | | W | Mo | |
| I | 1 | 8 | — | 92,0 | 9,9 |
| | 2 | 8 | 7,5 | 84,5 | 12,1 |
| | 3 | 8 | 15,0 | 77,0 | 14,6 |
| II | 1 | 15 | — | 85,0 | 9,2 |
| | 2 | 15 | 7,5 | 77,5 | 11,5 |
| | 3 | 15 | 15,0 | 70,0 | 13,9 |
| III | 1 | 25 | — | 75,0 | 8,1 |
| | 2 | 25 | 7,5 | 67,5 | 10,4 |
| | 3 | 25 | 15,0 | 60,0 | 12,8 |

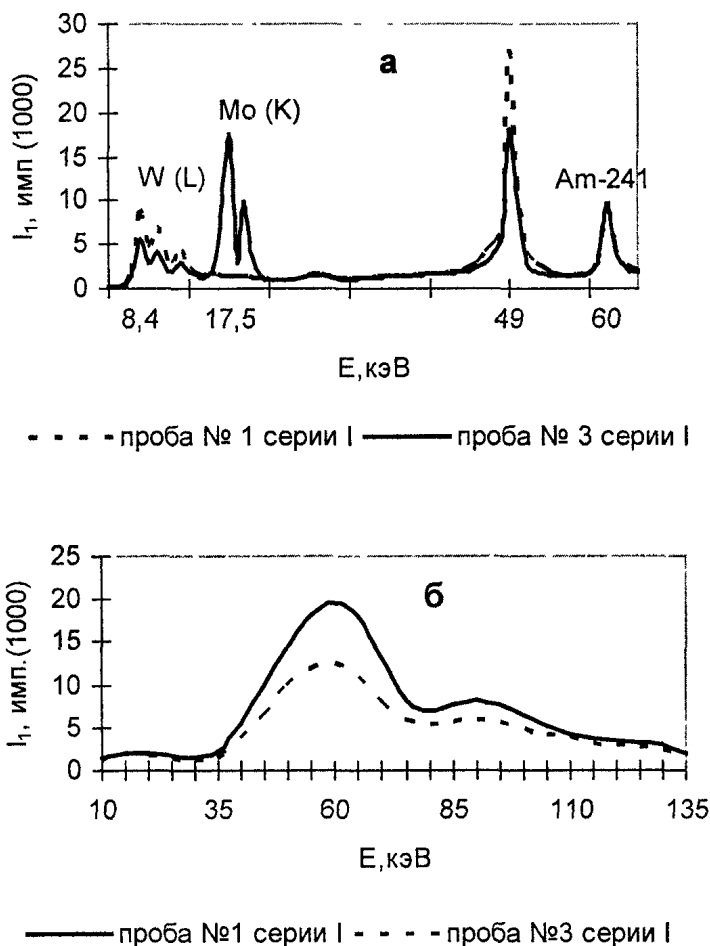


Рис. 2. Спектр излучения синтетических проб, снятый на кремний литиевом (а) и сцинтилляционном (б) детекторах

Данные, представленные на рис. 4, показывают, что найденная спектральная область действительно явилась оптимальной для всего исследуемого диапазона содержания вольфрама в котором практически полностью устранен эффект матрицы.

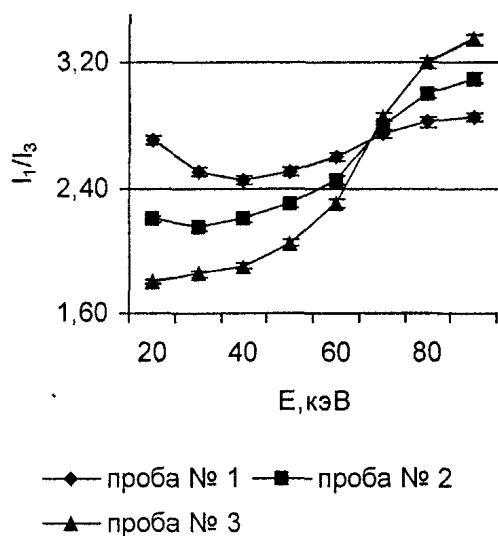


Рис. 3. Зависимость аналитического параметра I_1/I_3 от спектральной области излучения I_3

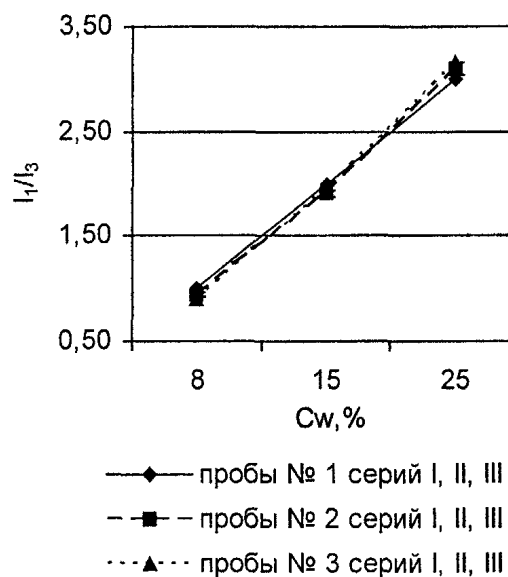


Рис. 4. Зависимость аналитического параметра от содержания вольфрама в пробах с различным эффективным атомным номером наполнителя

Использование вспомогательного поглотителя при анализе систем, характеризующихся условием $m_a/m_m > 1$, позволяет одновременно с устранением влияния матричного эффекта, повысить коэффициент чувствительности рентгенорадиометрического определения, что показано на рис. 5, где приведены зависимости аналитических сигналов от содержания вольфрама в пробах 1 серии I, II и III, измеренных предлагаемым способом при $d = 2 \text{ г/см}^2$ и спектральной области 70 – 110 кэВ и традиционным способом стандарта-фона, когда в качестве стандарта использовано рассеяное излучение этой же спектральной области в прямом измерении (без дополнительного поглотителя). Значения аналитических сигналов, отложенных по оси ординат нормированы относительно показания пробы, не содержащей определяемого элемента.

Выигрыш в чувствительности при использовании вспомогательного поглотителя, в данном случае в 2 раза, объясняется тем, что приращение интенсивности рентгеновской флуоресценции при увеличении содержания определяемого элемента, находящегося в более легком наполнителе, дополняется уменьшением интенсивности излучения, проходящего через поглотитель. Аналогичные исследования проведены для систем с $m_a/m_m < 1$.

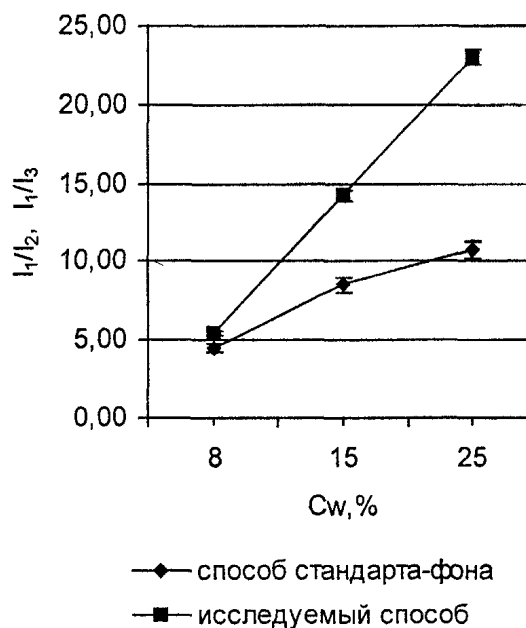


Рис. 5. Зависимость нормированных значений аналитического параметра от содержания вольфрама

Повышение точности анализа по предлагаемому способу подтверждено экспериментально на искусственных растворах, содержащих молибден и вольфрам: установлено, что изменение содержания вольфрама от 0 до 20 г/л не оказывает практического влияния на результаты определения молибдена.

Литература

1. А. с. 171482 СССР / Майер В.А., Нахабцев В.С. // Бюллетень «Открытия. Изобретения» – 1965. – № 11.
2. Мамиконян С.В. Аппаратура и методы флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа – М.: Атомиздат, 1976.
3. А. с. 1040389 СССР / Ким А. Ч., Фариков Э.Н. // Бюллетень «Открытия. Изобретения» – 1983. – № 33.
4. Патент 4242 29/11/1995 СССР / Косьянов П.М., Ким А.Ч. // Бюллетень «Новости науки». – Ташкент, 1997. – №1.
5. Косьянов П.М. Исследование и разработка способа учета матричного эффекта при рентгенофлуоресцентном анализе вещества в продуктах вольфрамового и молибденового производства: Дисс. канд. техн. наук. – Ташкент, 1997.
6. Косьянов П.М. Учет матричного эффекта при рентгенофлуоресцентном анализе // Контроль. Диагностика. – М.: Машиностроение. – №7. – 2001. – С. 8–10.

Поступила в редакцию 3 апреля 2003 г.