

## ИСТОЧНИК МОНОХРОМАТИЧЕСКОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ ДВУХСТУПЕНЧАТОГО ВТОРИЧНОГО ИЗЛУЧАТЕЛЯ

*А.А. Мамалуй, А.А. Батулин, А.И. Михайлов*  
*Национальный технический университет*  
*«Харьковский политехнический институт», Харьков, Украина*  
*E-mail: m\_if@ukr.net, тел. +38(057)707-68-61*

Теоретически рассчитан и экспериментально разработан источник монохроматического рентгеновского излучения на основе двухступенчатого вторичного излучателя Mo-Cu (secondary target) для трубок с анодом прострельного типа. Экспериментально исследованы диаграмма направленности и контрастность спектра выходящего излучения. Установлено, что двухступенчатый вторичный излучатель позволяет получить 20...50-кратный выигрыш в контрастности выходящего спектра по сравнению с одноступенчатым. Спектры рентгеновской флуоресценции стандартного образца алюминиевого сплава (CO1 AL), полученные с помощью двухступенчатого вторичного излучателя, по контрастности в 6 раз превосходят схему с фильтрацией первичного излучения и в 2 раза – схему с одноступенчатым вторичным излучателем.

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Вторичные флуоресцентные излучатели (переизлучатели) широко используются в портативных энергодисперсионных приборах для повышения контрастности спектров [1], что, в свою очередь, улучшает чувствительность анализа. Особенно они эффективны при исследовании образцов, обладающих способностью сильно рассеивать рентгеновское излучение, когда из-за высокого фона измерение в обычной схеме рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) затруднительно. В первую очередь речь идет о применении РФА в области биологии, экологии, медицины, а также для анализа «следовых» примесей в особо чистых материалах.

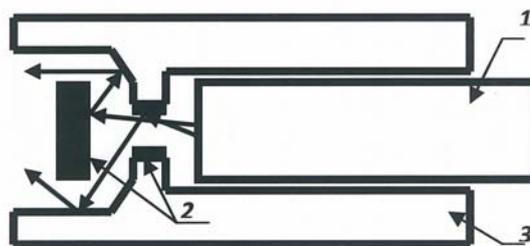
Простой переизлучатель не устраняет полностью фон рассеяния сплошного спектра, но уменьшает его пропорционально отношению коэффициента рассеяния и коэффициента поглощения  $\sigma/\mu$  материала, из которого он изготовлен [2, 3]. Дальнейшее существенное повышение контрастности спектров может быть обеспечено либо многослойным переизлучателем [4], либо второй ступенью переизлучателя, хотя при этом значительно теряется светосила устройства.

Целью работы является разработка двухступенчатого переизлучателя для рентгеновской трубки с анодом прострельного типа и исследование его спектральных характеристик.

### 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение спектров проведено на энергодисперсионном спектрометре СПРУТ (АО «Укррентген», Украина). Для регистрации спектров в диапазоне длин волн 0,35...11 Å использовался Si-PIN-детектор фирмы Amptek, США. Электронная схема управления детектором и его программное обеспечение – фирмы «Elvax Adjuster», Украина. Полнопрофильный анализ спектров проводился с помощью базового программного пакета спектрометра СПРУТ.

Схема исследуемого устройства приведена на рис. 1. Первичное излучение трубки (БС-22 прострельного типа с серебряным анодом), попадая на первую ступень излучателя (материал Mo), вызывает в нем флуоресцентное излучение; при этом часть энергии спектра рассеивается, создавая широкополосный фон. Флуоресцентное излучение (рассматривается Mo-K $\alpha$ ) и фон попадают на корпус устройства (материал Cu), который служит второй ступенью излучателя. Таким образом, спектр исследуемого двухступенчатого переизлучателя представляет собой суперпозицию линий флуоресценции меди, линий флуоресценции молибдена, рассеянных на второй ступени излучателя, а также дважды рассеянного сплошного спектра трубки, создающего фон.



*Рис. 1. Схема двухступенчатого вторичного излучателя Mo-Cu: 1 – анодный узел рентгеновской трубки прострельного типа с мишенью из серебра; 2 – первая ступень переизлучателя, материал – молибден; 3 – вторая ступень переизлучателя, материал – медь*

Перед проведением измерений спектра была исследована диаграмма направленности излучателя (рис. 2). Интенсивность аналитической линии Cu K $\alpha$  измерялась через каждые 5 град, в диапазоне углов -70...70 град, расстояние до детектора – 40 мм.

Измеряли спектр переизлучателя без образца (устройство направлено непосредственно на детектор). Регистрация спектра проводилась при экспозиции 300 с и напряжении на трубке 30 кВ.

Экспериментальные данные сравниваются с фоном двухступенчатого Mo-Cu и одинарного Cu вторичных излучателей, которые были рассчитаны теоретически. Нормировка осуществлялась по пиковой интенсивности линии Cu.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ

#### 3.1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ

При попадании потока первичного излучения на вторичный часть энергии поглощается, а часть – рассеивается (обсуждение других процессов, которыми сопровождается воздействие рентгеновского излучения на материал, выходит за рамки настоящей работы). При поглощении первичного излучения в веществе энергия поглощенного излучения переходит в энергию ионизации вещества. Если энергия характеристической линии материала анода больше энергии края поглощения материала излучателя  $E_q$ , то наблюдается возбуждение флуоресценции характеристической линией материала анода, интенсивность которого согласно [2] записывается в следующем виде:

$$I_{\phi n}(\lambda_0) = \Phi_{01} \times \frac{S}{4\pi r^2} \times \left(1 - \frac{1}{S_{q2}}\right) \times \omega_2 \times p_2 \times \frac{\tau_2(\lambda_0)}{\frac{\mu_2(\lambda_0)}{\sin \phi} + \frac{\mu_2(\lambda_2)}{\sin \psi}}, \quad (1)$$

где  $\Phi_{01}$  – поток характеристического излучения трубки;  $\frac{S}{4\pi r^2}$  – телесный угол засветки образца;

$S_{q2}$ ,  $\omega_2$  и  $p_2$  – соответственно величина скачка поглощения, выхода флуоресценции и доля интенсивности линии излучателя в спектральной серии;  $\tau_2(\lambda_0)$  – поглощение первичного излучения материалом излучателя;  $\mu_2(\lambda_0)$  и  $\mu_2(\lambda_2)$  – массовые коэффициенты ослабления первичного и вторичного излучений материалом излучателя.

В отличие от флуоресценции, вызванной характеристической линией анода, флуоресценция, возникающая под воздействием тормозного спектра, присутствует для всех элементов, у которых  $E_q < E_0$  (где  $E_0$  – энергия границы сплошного спектра). Каждый узкий участок непрерывного тормозного спектра можно рассматривать как монохроматическое излучение, воздействие которого рассмотрено выше. Поэтому при возбуждении материала излучателя тормозным спектром поток флуоресценции можно представить в виде интеграла:

$$I_{\phi n}(\lambda) = \frac{S}{4\pi r^2} \times \left(1 - \frac{1}{S_{q2}}\right) \times \omega_2 \times p_2 \times \int_{\lambda_{kp}}^{\lambda_{2q}} \frac{\tau_2(\lambda)}{\frac{\mu_2(\lambda)}{\sin \phi} + \frac{\mu_2(\lambda_2)}{\sin \psi}} \times \frac{\partial \Phi}{\partial \lambda} \times d\lambda, \quad (2)$$

поскольку  $\frac{\partial \Phi}{\partial \lambda} = \frac{1}{\lambda^2} \times \left(\frac{\lambda}{\lambda_{kp}} - 1\right)$  (см. [2]),

$$I_{\phi n}(\lambda) = const \times \int_{\lambda_{kp}}^{\lambda_{2q}} \frac{\tau_2(\lambda)}{\frac{\mu_2(\lambda)}{\sin \phi} + \frac{\mu_2(\lambda_2)}{\sin \psi}} \times \frac{1}{\lambda^2} \times \left(\frac{\lambda}{\lambda_{kp}} - 1\right) \times d\lambda, \quad (3)$$

$$const = -109,0 \times 10^8 \times Z_a \times i_a \times \frac{S}{4\pi r^2} \times \left(1 - \frac{1}{S_{q2}}\right) \times \omega_2 \times p_2.$$

Для расчета интегральной интенсивности по формуле (3) необходимо знать явный вид зависимостей  $\tau_2(\lambda)$  и  $\mu_2(\lambda)$  от длины волны  $\lambda$ . В общем случае согласно [5]

$$\mu_i = b_i \times Z_i^{\beta_i} \times \lambda^\alpha,$$

где  $Z_i$  – атомный номер  $i$ -го элемента, а  $b_i$ ,  $\beta_i$  и  $\alpha$  – константы, причем  $\alpha \approx 3$ .

Таким образом, если рассматривать наиболее простой случай, то справедливо следующее равенство:

$$\frac{\tau_2(\lambda)}{\frac{\mu_2(\lambda)}{\sin \phi} + \frac{\mu_2(\lambda_2)}{\sin \psi}} = \frac{\lambda^3}{\frac{\lambda^3}{\sin \phi} + \frac{\lambda_2^3}{\sin \psi}}.$$

При наличии скачка поглощения, о котором говорилось выше, необходимо рассматривать каждый диапазон волн отдельно. Подставляя в (3) значения  $\tau_2(\lambda)$  и  $\mu_2(\lambda)$ , получаем:

$$Int = \sin \phi \times \int_{\lambda_{kp}}^{\lambda_{2q}} \frac{\lambda^3}{\lambda^3 + \lambda_2^3 \times \frac{\sin \phi}{\sin \psi}} \times \frac{1}{\lambda^2} \times \left(\frac{\lambda}{\lambda_{kp}} - 1\right) \times d\lambda. \quad (4)$$

Замена  $\left[ a = \lambda_2 \times \sqrt[3]{\frac{\sin \phi}{\sin \psi}} \right]$  приводит интеграл к

двум табличным:

$$\frac{Int}{\sin \phi} = \frac{1}{\lambda_{kp}} \int_{\lambda_{kp}}^{\lambda_{2q}} \frac{\lambda^3}{\lambda^3 + a^3} \times d\lambda - \int_{\lambda_{kp}}^{\lambda_{2q}} \frac{\lambda}{\lambda^3 + a^3} \times d\lambda.$$

Согласно [6]

$$Int = \sin \phi \times \frac{1}{3\lambda_0} \times \ln \frac{a^3 + \lambda_{2q}^3}{a^3 + \lambda_{kp}^3} + \sin \phi \times \frac{1}{3a} \left\{ \frac{1}{2} \times \ln \left[ \frac{(\lambda_{2q} + a)^2}{(\lambda_{kp} + a)^2} \right] \times \frac{\lambda_{kp}^2 - \lambda_{kp} a + a^2}{\lambda_{2q}^2 - \lambda_{2q} a + a^2} - \right.$$

$$-\sqrt{3} \left\{ \arctg \left( \frac{2\lambda_{2q} - a}{a\sqrt{3}} \right) - \arctg \left( \frac{2\lambda_{kp} - a}{a\sqrt{3}} \right) \right\}. \quad (5)$$

Расчет величины потока рассеянного излучения на излучателе аналогичен расчету потока флуоресценции при монохроматическом возбуждении. Различие заключается в том, что доля флуоресценции

$$\left( 1 - \frac{1}{S_{q2}} \right) \times \omega_2 \times p_2 \times \tau_2(\lambda_0)$$

заменяется долей рассеяния, равной  $\sigma_2(\lambda_0)$  [2], а также учитывается, что рассеянное излучение имеет ту же длину волны, что и падающее (при когерентном рассеянии), т. е.  $\frac{\mu_2(\lambda_0)}{\sin \varphi} = \frac{\mu_2(\lambda_2)}{\sin \psi}$ .

Таким образом, спектральная плотность потока, рассеянного на излучателе

$$I_{рас} = \frac{\partial \Phi}{\partial \lambda} \times \frac{S}{4\pi r^2} \times \frac{\sigma_2(\lambda_0)}{\mu_2(\lambda_0) \times \left( \frac{1}{\sin \varphi} + \frac{1}{\sin \psi} \right)}.$$

Расчет рассеяния характеристической линии анода производится аналогично.

Приведенный математический аппарат использовался для расчета фона одинарного и двойного вторичных излучателей в различных участках спектра, а также для расчета интенсивностей аналитических линий, используемых для нормировки. Интегральные интенсивности аналитических линий приводились к пиковым значениям с учетом ширины линии, равной 0,035 Å.

### 3.2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Для удобства одновременного отображения аналитической линии и фона полученный спектр приводится в логарифмическом масштабе (рис. 3). На этом же рисунке показаны результаты теоретических расчетов. Как и предполагалось, основными линиями являются аналитическая линия меди – 148 имп./с и рассеянная линия молибдена. Численные значения фона и расчет контрастности экспериментального спектра в области энергий, меньших, чем энергия аналитической линии меди, приведены в таблице.

Сравнение результатов теоретических расчетов спектра одинарного (Cu) и двухступенчатого (Mo-Cu) излучателей с экспериментальными данными

Элемент	Cr	Cl	Si	Mg
Энергия, кэВ	5,39	2,63	1,73	1,24
Результаты расчетов				
Двухступенчатый переизлучатель	0,0128	0,0027	0,001	0,0004
Одноступенчатый переизлучатель	0,4094	0,0871	0,0326	0,0141
Экспериментальные данные				
Двухступенчатый переизлучатель	0,0399	0,0169	0,0202	0,0155
Контрастность	3726	8800	7367	9599

## 4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

### 4.1. ДИАГРАММА НАПРАВЛЕННОСТИ

Диаграмма направленности (см. рис. 2) двухступенчатого переизлучателя имеет полуширину около 70 град, что меньше, чем у используемого источника первичного излучения (трубки БС-22). Смещение на 5 град оси диаграммы относительно геометрической оси устройства может быть связано с неидеальной сборкой миниатюрных узлов устройства и в дальнейшем рассмотрении не учитывается. Недостатком является сложная юстировка, осуществляемая путем микрометрических подач первого переизлучателя (см. рис 1, поз. 2), которая обеспечивает чистоту и контрастность выходящего спектра.

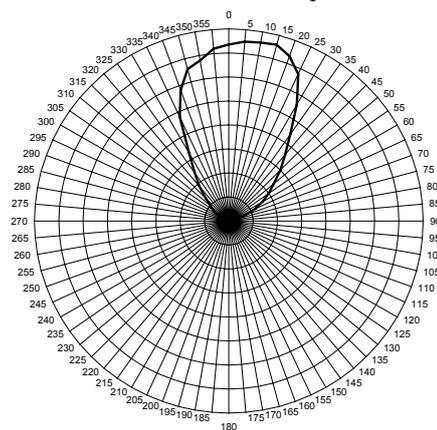


Рис. 2. Диаграмма направленности двухступенчатого вторичного излучателя

### 4.2. ФОНОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ И КОНТРАСТНОСТЬ СПЕКТРА

Разработанный двухступенчатый переизлучатель дает спектр высокой контрастности (рис. 3) (см. таблицу). В спектре наблюдаются линии Ка- и Кβ-флуоресценции молибдена (первая ступень), рассеянные на второй ступени излучателя, линии Ка и Кβ второй ступени (медь), суммарный артефактный пик меди [1] и дважды рассеянный фон сплошного спектра рентгеновской трубки. Контрастность спектра двухступенчатого вторичного излучателя в 20...50 раз выше, чем у обычного одноступенчатого. Экспериментально полученные фоновые характеристики близки к расчетным для модели двухступенчатого излучателя (см. рис. 3, кривая 3) и значительно лучше, чем у одноступенчатого (см. рис. 3, кривая 2). Это означает, что чувствительность анализа состава образцов с помощью двухступенчатого излучателя может быть на полтора порядка выше.

### 4.3. ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ АНАЛИЗА СЛЕДОВЫХ ПРИМЕСЕЙ

Преимущества двухступенчатого излучателя при измерении следовых примесей видны на фрагменте спектра стандартного образца алюминиевого сплава с содержанием хрома 13 ppm (рис. 4). Схема с фильтрацией первичного излучения [7, 8] обеспечивает контрастность линии Cr менее двух (см. рис. 4, кривая 1), с одноступенчатым излуча-

телом из Cu – около семи (на рисунке не приведено), а с двухступенчатым излучателем более – двенадцати (см. рис. 4, кривая 2). Следовательно,

чувствительность анализа Cr в алюминиевых сплавах в схеме с двухступенчатым излучателем, по крайней мере, в 6 раз выше, чем в стандартной.

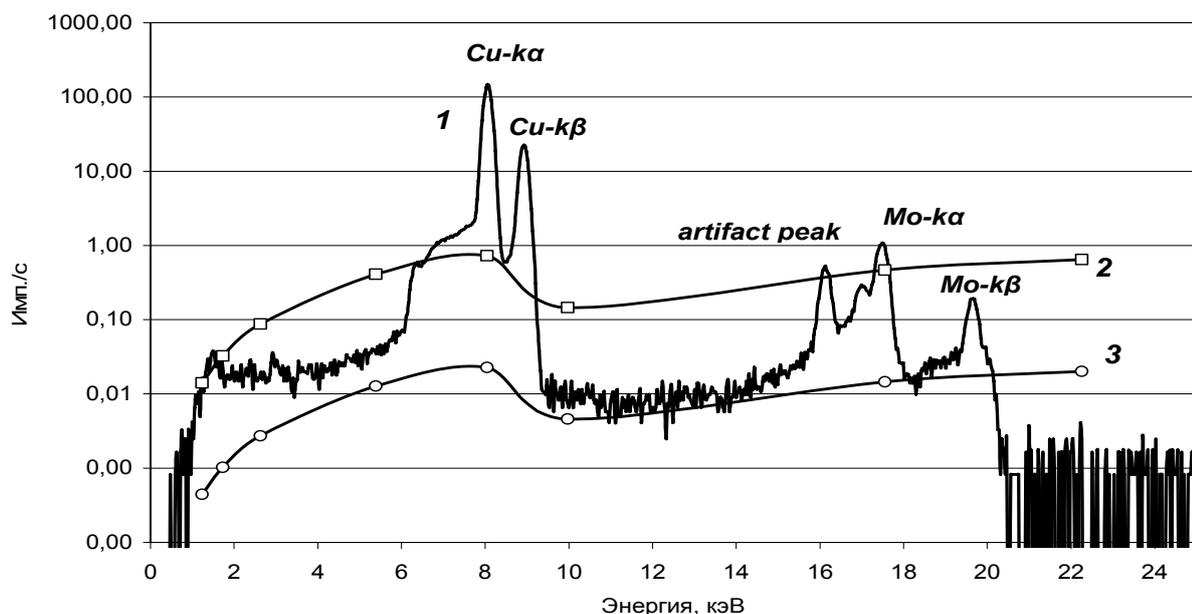


Рис. 3. Спектр рентгеновской флуоресценции двойного вторичного излучателя:  
1 – расчетный фон одинарного излучателя Cu; 2 – расчетный фон двухступенчатого излучателя Mo–Cu;  
3 – экспериментальный спектр двухступенчатого излучателя Mo–Cu

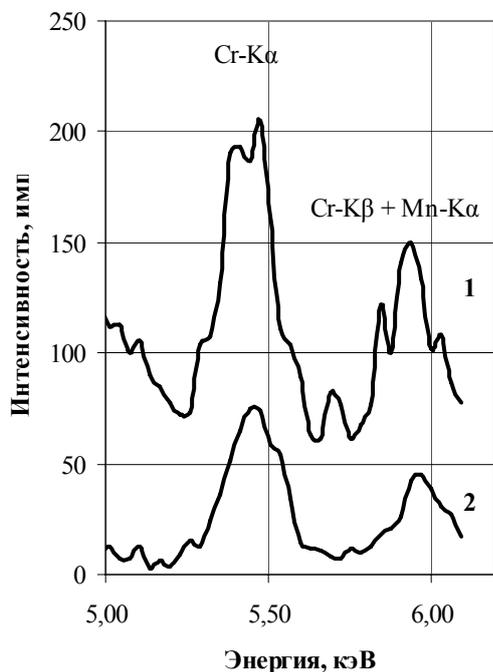


Рис. 4. Фрагмент спектра стандартного образца алюминиевого сплава (CO1 AL) вблизи линий хрома и марганца, снятый по схеме фильтрации первичного излучения [1] (кривая 1) и с помощью двухступенчатого переизлучателя Mo–Cu (кривая 2)

## 5. ВЫВОДЫ

Двухступенчатый вторичный излучатель позволяет получить 20...50-кратный выигрыш в контрастности выходящего спектра по сравнению с одноступенчатым. Это позволяет на порядок повысить чувствительность при анализе следовых примесей в легкой матрице.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. A.T. Ellis. "Energy-Dispersive x-ray Fluorescence Analysis Using x-ray Tube Excitation", ch. 3 in "Handbook of x-Ray Spectrometry" Second Edition, Revised and Expanded / editors Van Grieken E., Markowicz A., 2001.
2. К.В. Анисович. Флуоресцентный рентгено-спектральный анализ // Рентгенотехника: Справочник / Под ред. В.В. Клюева. М.: «Машиностроение», 1980, с. 129-184.
3. I.F. Mikhailov, A.A. Baturin, L.P. Fomina. IX-Ray Fluorescence Determination of Impurity Traces Using the Secondary Irradiator and the Solid-State Detector // *Functional Materials*. 2010, v. 17, N 1, p. 127-130.
4. I.F. Mikhailov, A.A. Baturin, A.I. Mikhailov, S.S. Borisova. Contrast Enhancement of X-Ray Fluorescence Spectra Using a Secondary Two-Layer Radiator // *Functional Materials*. 2011, v. 18, N 2.
5. П.А. Верховодов. Рентгеноспектральный анализ. Вопросы теории и способы унификации. Киев: «Наукова думка», 1984.

6. И.С. Градштейн, И.М. Рыжик. *Таблицы интегралов, сумм, рядов и произведений*. М., 1971.

7. Е.М. Лукьянченко, Р.И. Плотников. *Заводская лаборатория*. 2007, т. 73, №12, с. 16.

8. А.Ю. Грязнов, Е.М. Лукьянченко. *XVII Уральская международная научно-техническая конференция по спектроскопии*: Тезисы докладов. Екатеринбург, 2005.

*Статья поступила в редакцию 02.11.2011 г.*

## **ДЖЕРЕЛО МОНОХРОМАТИЧНОГО РЕНТГЕНІВСЬКОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ НА ОСНОВІ ДВОСТУПІНЧАСТОГО ВТОРИННОГО ВИПРОМІНЮВАЧА**

*А.А. Мамалуй, О.А. Батурін, А.І. Михайлов*

Теоретично розраховано та експериментально розроблено джерело монохроматичного рентгенівського випромінювання на основі двоступінчастого вторинного випромінювача Мо-Сu для трубок з анодом прострільного типу. Експериментально досліджена діаграма спрямованості та контрастність спектра вихідного випромінювання. Встановлено, що двоступінчастий вторинний випромінювач дозволяє отримати 20...50-кратний вигравш у контрастності вихідного спектра в порівнянні з одноступеневим. Спектри рентгенівської флуоресценції стандартного зразка алюмінієвого сплаву (CO1 AL), одержані за допомогою двоступінчастого вторинного випромінювача, в 6 разів перевищують за контрастністю схему з фільтрацією первинного випромінювання та в 2 рази – схему з одноступеневим вторинним випромінювачем.

## **THE MONOCHROMATIC X-RAY SOURCE BASED ON A DOUBLE-STAGE SECONDARY TARGET**

*A.A. Mamaluy, A.A. Baturin, A.I. Mikhailov*

The monochromatic X-ray source based on a Mo-Cu double-stage secondary target was theoretically calculated and experimentally developed for X-ray tubes with the shoot-through type anode. The directional pattern and the contrast of the exit spectrum were studied experimentally. It was found that the double-stage secondary target allowed the exit spectrum contrast gain by a factor of 20...50 comparing to single-stage ones. The aluminium alloy (CO1 AL) standard X-ray fluorescence spectra obtained using the double-stage secondary target showed the contrast by a factor of 6 higher in comparison to the primary radiation filtration scheme, and twice as much as in the scheme with a single-stage secondary target.