

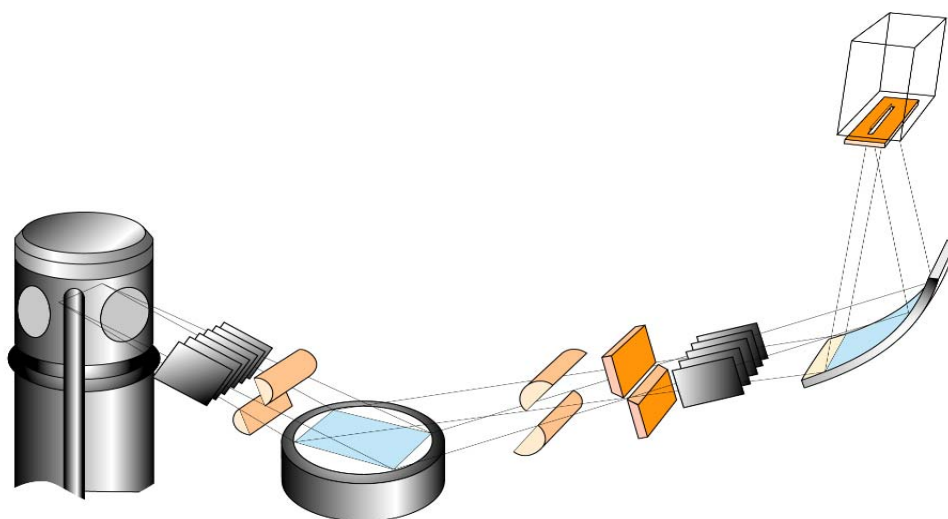


Кафедра общей физики

**СПЕЦИАЛЬНЫЙ
ФИЗИЧЕСКИЙ ПРАКТИКУМ**

РЕНТГЕНОВСКИЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

В.С. Русаков, Е.Н. Лукьянова



Москва - 2009

Специальный физический практикум. Рентгеновский флуоресцентный анализ. Учебное пособие / В.С. Русаков, Е.Н. Лукьянова. – М.: ООП Физ. фак-та МГУ, 2009. 59 с.

Настоящее пособие предназначено для студентов старших курсов высших учебных заведений и имеет целью помочь им овладеть основными методами рентгеновского флуоресцентного анализа на примере работы с современным универсальным портативным рентгеновским спектрометром СУР-01 "Реном".

РЕНТГЕНОВСКИЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

СОДЕРЖАНИЕ

I. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ВВЕДЕНИЕ	4
1. Рентгеновская флуоресценция	4
2. Рентгеновский флуоресцентный анализ	6
2.1. Качественный анализ	6
2.2. Количественный анализ	7
2.3. Полуколичественный анализ	8
2.4. Идентификация вещества	8
3. Рентгеновский флуоресцентный спектрометр	8
3.1. Кристалл-дифракционные спектрометры	9
3.2. Бескристалльные спектрометры	10
3.3. Подготовка проб к анализу	11
4. Методы расчета концентраций элементов	12
5. Основные особенности рентгеновского флуоресцентного анализа ..	13
II. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ	14
1. Спектрометр универсальный рентгеновский (СУР-01 "Реном")	14
1.1. Основные характеристики	14
1.2. Устройство и принцип работы	15
1.3. Юстировка спектрометра	20
2. Программа рентгеновского флуоресцентного анализа для энергодисперсионных спектрометров (SmartXRF)	21
2.1. Общий вид программы	22
2.2. Окно управления	27
2.3. Окно «Анализ»	29
III. ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА	34
1. Экспериментальные образцы	34
2. Подготовка установки к работе	34
2.1. Включение спектрометра	34
2.2. Юстировка образцов	37
2.3. Выбор участков поверхности образца для проведения РФА ...	39
3. Получение рентгенофлуоресцентного спектра исследуемых об- разцов	39

3.1. Условия проведения эксперимента	40
3.2. Порядок выполнения работы	40
IV. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	43
1. Описание программы SmartXRF	43
1.1. Работа со спектром	43
1.2. Методы анализа	46
1.2.1. Метод Регрессии	47
1.2.2. Метод Альфа-коррекции	47
1.2.3. Метод Фундаментальных параметров	47
1.2.4. Создание регрессионного метода расчета концентраций ..	48
1.2.5. Создание метода Альфа-коррекции	50
1.2.6. Создание метода Фундаментальных параметров	51
1.3. Энергетическая калибровка прибора	51
2. Обработка полученных спектров с помощью программы SmartXRF	52
3. Оформление результатов работы	53
4. Пример отчета	53
Используемые специальные термины	55
Принятые в тексте обозначения	58

I. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ВВЕДЕНИЕ

Наряду с определением атомной кристаллической структуры и фазового состава образца для его полной характеристики обязательным является определение химического (элементного) состава. Все чаще для этих целей на практике используются методы рентгеновского флуоресцентного анализа (**РФА**).

При облучении образца мощным потоком излучения рентгеновской трубки, проникающим в образец на глубину порядка нескольких микрометров, возникает характеристическое флуоресцентное излучение атомов. Метод рентгеновского флуоресцентного анализа основан на однозначном соответствии спектра рентгеновского флуоресцентного излучения излучающим его атомам (элементам), а также зависимости интенсивности рентгеновской флуоресценции от концентрации атомов в образце.

Спектральный анализ флуоресцентного излучения – измерение энергетического спектра, его расшифровка и идентификация, а также измерение относительных интенсивностей спектральных линий – позволяет обнаружить и оценить относительное содержание элементов, входящих в состав образцов, т.е. проводить качественный и количественный анализ их элементного состава.

Целью данной задачи является ознакомление студентов с основами методов качественного, полуколичественного и количественного рентгеновского флуоресцентного анализа и определение элементного состава многокомпонентных образцов.

1. Рентгеновская флуоресценция

Рентгеновская трубка испускает первичное излучение фотонов с высокой энергией, которое облучает атомы образца. Это вызывает испускание электронов атомами с поверхностного слоя образца. Как следствие, в одной или более электронных орбиталях образуются "дырки" – вакансии, благодаря чему атомы переходят в возбужденное состояние, т.е. становятся нестабильными. Через миллионные доли секунды атомы возвращаются к стабильному состоянию, когда вакансии во внутренних орбиталях заполняются электронами из внешних орбиталей (см. рис. 1.1). Такой переход сопровождается испусканием вторичного фотона – это явление и называется "**флуоресценция**". Энергия вторичного фотона находится в диапазоне энергий **рентгеновского** излучения, которое располагается в спектре электромагнитных колебаний между ультрафиолетом и гамма-излучением (рис. 1.1).

Различные электронные орбитали обозначаются К, L, М и т.д., где К-орбиталь – ближайшая к ядру (см. рис. 1.2). Каждой орбитали электрона в атоме каждого элемента соответствует собственный энергетический уровень. Энергия испускаемого вторичного фотона определяется разностью энергий, соответствующих начальной и конечной орбиталям, между которыми произошёл переход электрона.

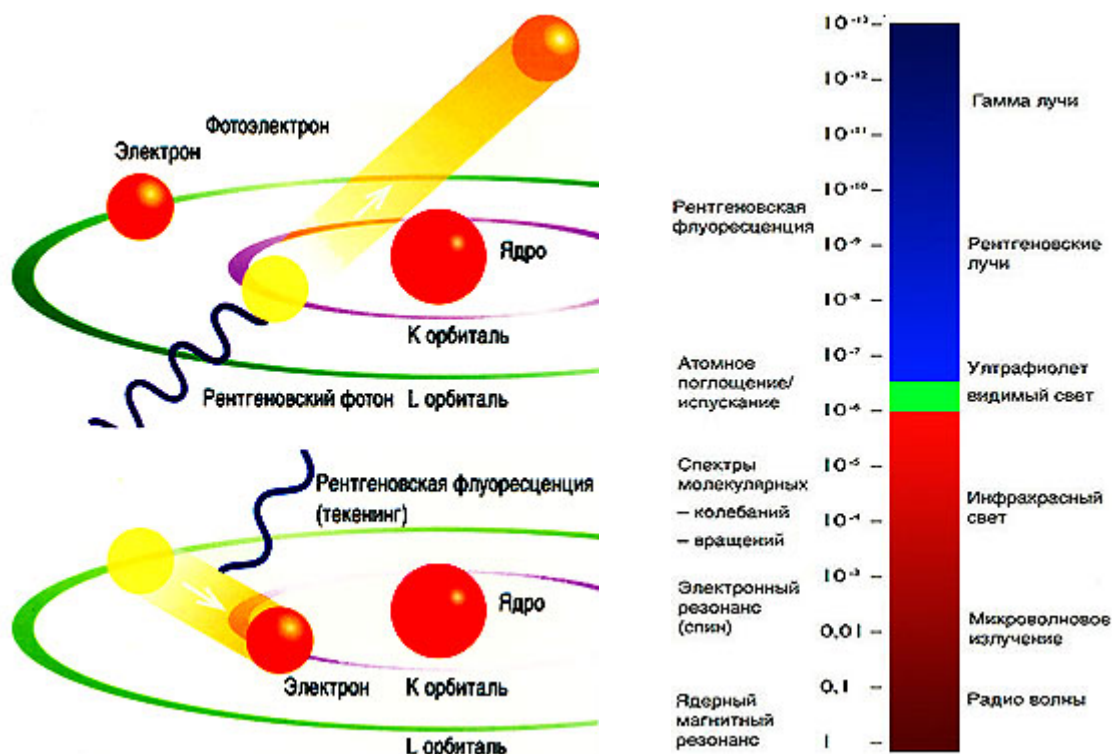


Рис. 1.1. Схематическое изображение процесса флуоресценции и характерных диапазонов длин волн электромагнитного излучения

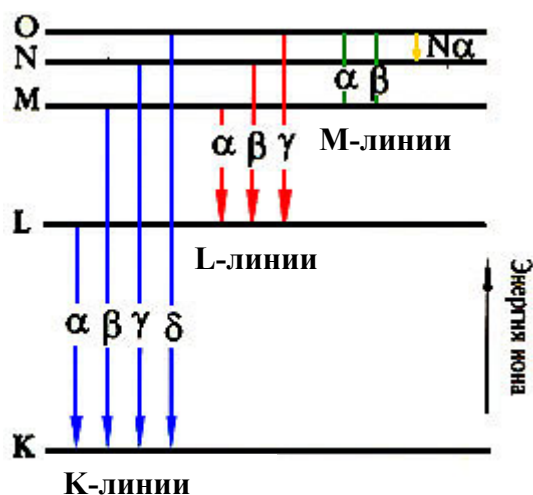


Рис. 1.2. Схема энергетических уровней атомных орбиталей и переходов при характеристическом излучении

Совокупность длин волн флуоресценции является индивидуальной характеристикой каждого элемента, поэтому она называется **характеристической флуоресценцией**. В то же время интенсивность (число фотонов, испускаемых за единицу времени) пропорциональна концентрации (количеству атомов) соответствующего элемента. Все это дает возможность элементного анализа вещества: обнаружение и идентификацию элементов, и определение количества атомов каждого элемента, входящего в состав образца.

Из рассмотрения механизма возбуждения характеристического рентгеновского излучения ясно, что излучения той или иной серии (K или L, M и т. д.) возникают одновременно (рис. 1.2), причем соотношения интенсивностей линий в

пределах серии всегда постоянно. Поэтому наличие того или иного элемента устанавливается не по отдельным линиям, а по серии линий в целом (кроме самых слабых, с учетом содержания данного элемента). Для сравнительно легких элементов используется, как правило, анализ линий К-серии, для тяжелых – анализ линий L-серии. В разных условиях (в зависимости от используемой аппаратуры и от анализируемых элементов) могут быть наиболее удобными разные области характеристического флуоресцентного спектра.

2. Рентгеновский флуоресцентный анализ

В зависимости от целей и задач исследования при анализе одного и того же вещества методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии могут быть получены результаты разного типа. Ниже рассмотрены основные **виды** рентгенофлуоресцентного анализа и **типы** получаемых при этом результатов.

2.1. Качественный анализ

(нахождение элементов, входящих в состав пробы)

Основой качественного анализа является присутствие или отсутствия линий характеристического излучения элемента в спектре пробы (см. рис. 1.3).

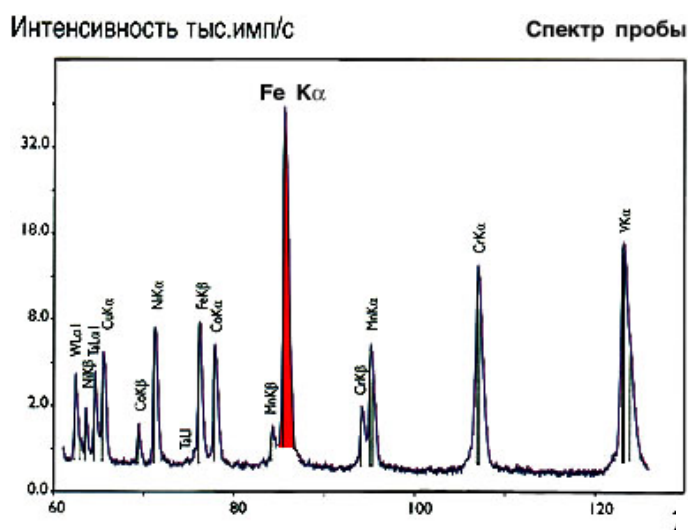


Рис. 1.3. Рентгенофлуоресцентный спектр пробы

Элемент обычно считается присутствующим в образце в том случае, когда в спектре обнаружены как минимум две линии его характеристического излучения. Обнаружение линий элементов проводится путем нахождения длин волн пиков спектра и поиска найденных значений в базе данных рентгеновских линий. Эта операция как правило осуществляется компьютером.

Результат качественного анализа выглядит как список элементов явно присутствующих в пробе и элементов, присутствующих в пробе в очень незначительных (следовых) количествах.

2.2. Количественный анализ

(определение концентрации заданного набора элементов)

Количественный рентгенофлуоресцентный анализ характеризуется высокой воспроизводимостью результатов при условии представительности пробы и очень хорошей чувствительностью. Стабильность современных инструментов исключает необходимость повторения измерений или частых калибровок. При этом гарантируется высокая точность при небольших временных затратах на проведение анализа.

В основе количественного анализа лежит зависимость интенсивности характеристического излучения от концентрации элемента. Характер этой зависимости устанавливается экспериментально на основании калибровки, т.е. измерения интенсивности I характеристической флуоресценции в нескольких стандартных (эталонных) образцах – образцах с точно известной концентрацией C определяемого элемента (см. рис. 1.4).

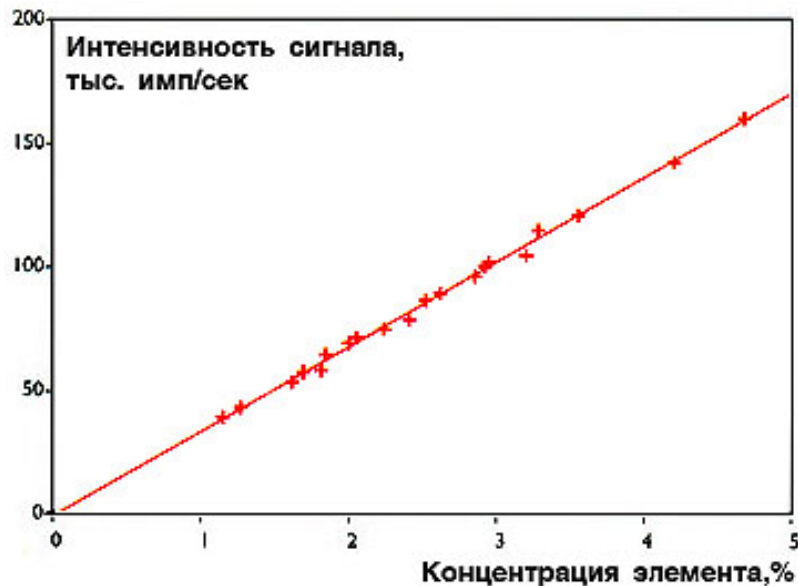


Рис. 1.3. Зависимость интенсивности характеристического излучения от концентрации соответствующего элемента

Пересчет измеренных интенсивностей характеристической флуоресценции для неизвестного образца в концентрации соответствующих элементов основан на проведенной калибровке, которая описывается математически с помощью калибровочной функции. Например: $I = a \cdot C + b$. При обработке результатов измерений задача калибровочной функции – ответить на вопрос: "какова концентрация элемента в образце, при которой возникает флуоресцентное излучение измеренной интенсивности?"

Результатом количественного рентгенофлуоресцентного анализа является значение концентрации элемента в образце, которое может быть выражено в %, ppm (одна миллионная часть объема), г/кг, мг/л или других единицах, производных от концентрации. Например, для силикатных горных пород обычно используется представление концентрации в виде % содержания оксидов элементов.

2.3. Полуколичественный анализ

(экспресс-определение качественного и количественного состава пробы)

Полуколичественный анализ проводится в случае неизвестного вещества, когда за короткое время требуется выяснить примерные концентрации всех элементов, присутствующих в пробе. Такой вид анализа полезен для планирования дальнейших исследований вещества, а также в тех случаях, когда элементы, присутствующие в образце не могут быть проанализированы в количественном режиме по причине очень большой или очень малой концентрации, которая не была предусмотрена при разработке методики количественного анализа. Отсутствие стандартных образцов для количественного анализа редких элементов тоже становится причиной проведения полуколичественного анализа.

Результат полуколичественного анализа – ориентировочные значения концентраций всех элементов.

2.4. Идентификация вещества

(сопоставление неизвестного вещества с эталоном)

Данный вид анализа проводится при необходимости отождествления состава и некоторых физических свойств двух образцов, один из которых является эталонным. Такой вид анализа важен при поиске любых отличий в составе двух образцов. В рентгенофлуоресцентной спектрометрии имеются возможности провести детальное сравнение образцов не только по характеристическим спектрам элементов, но и по интенсивности фонового (тормозного) излучения и по форме полос Комптоновского рассеяния. Это приобретает особый смысл в случае, когда химический состав двух проб одинаков по результатам количественного анализа, но пробы отличаются другими свойствами, такими, как зернистость, размер кристаллитов, шероховатость поверхности, пористость, влажность, присутствие кристаллизационной воды, качество полировки, толщина напыления и пр. Идентификация выполняется на основании детального сопоставления спектров. При этом нет необходимости знать химический состав пробы. Любое отличие сравниваемых спектров неопровержимо свидетельствует об отличии исследуемого образца от эталона.

Результат такого вида исследований – подтверждение или опровержение идентичности двух образцов.

3. Рентгеновский флуоресцентный спектрометр

Рентгеновский флуоресцентный спектрометр состоит из следующих основных частей (рис. 1.5): рентгеновская трубка (РТ), камера для установки анализируемых образцов, анализатор (А) и детектор (Д) (в бескристальных спектрометрах это один полупроводниковый детектор), электронно-вычислительное устройство (ЭВУ).

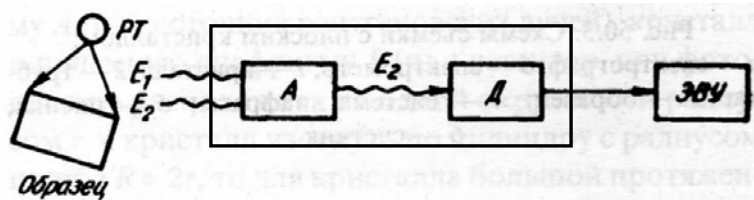


Рис. 1.5. Схема рентгеновского флуоресцентного спектрометра

Источником возбуждающего (первичного) излучения высокой энергии является рентгеновская трубка (РТ), питаемая высокостабильным генератором высокого напряжения. Механизм возникновения первичного характеристического излучения похож на механизм флуоресценции, за исключением того, что возбуждение материала анода трубки происходит при его бомбардировке электронами высоких энергий, а не рентгеновским излучением, как при флуоресценции. Спектральный состав излучения трубки зависит от выбора материала анода.

При проведении анализа все элементы, присутствующие в образце, одновременно излучают фотоны характеристической флуоресценции. Для изучения концентрации какого-либо элемента в образце необходимо из общего потока излучения, поступающего от образца, выделить излучение такой длины волны, которая является характеристической для исследуемого элемента. Это достигается разложением суммарного потока излучения, поступающего от пробы, по длинам волн и получением спектра – зависимости интенсивности излучения от длины волны.

По способу определения спектрального состава рентгеновского флуоресцентного излучения спектрометры разделяются на два типа: кристалл-дифракционные и бескристалльные.

3.1. Кристалл-дифракционные спектрометры (спектрометры волновой дисперсии – WDS).

В кристалл-дифракционных спектрометрах разложение рентгеновских лучей в спектр происходит с помощью естественной дифракционной решетки – кристалла. Рентгеновские лучи, падающие на кристалл, рассеиваются электронами атома. Каждый электрон атома становится источником сферической электромагнитной волны. Поскольку колебания электронов являются вынужденными колебаниями, частота вторичных волн равна частоте падающего рентгеновского излучения. Волны, рассеянные различными атомами, интерферируют между собой, в результате чего в одних направлениях они гасят друг друга, а в других усиливают – наблюдается дифракционная картина.

При дифракции рентгеновских лучей в кристаллах дифрагированный рентгеновский пучок можно рассматривать как результат отражения падающего пучка от некоторой системы параллельных кристаллографических плоскостей. Отраженные по законам зеркального отражения лучи будут интерферировать между собой и в зависимости от разности хода гасить или усиливать друг друга, формируя дифракционную картину. Легко показать, что отра-

женные лучи усилят друг друга, если их разность хода будет кратна длине волны λ :

$$2d \sin \vartheta = n\lambda, \quad (1)$$

где d – **межплоскостное расстояние**, ϑ – **угол скольжения** падающих на образец рентгеновских лучей, n – целое число, называемое **порядком отражения**.

Рентгеновский луч встречается на своем пути в кристалле множество семейств различных плоскостей с разными d_j и ϑ_j и от каждого семейства претерпевает отражение. Но из всей совокупности отраженных лучей лишь те, которые приобретают разность хода, кратную длине волны рентгеновского излучения, т.е. соответствующую **условию Вульфа-Брэггов (1)**, усиливают друг друга.

Для разложения рентгеновского флуоресцентного излучения в спектр (выделения различных длин волн) используются кристаллы-анализаторы с кристаллическими плоскостями, параллельными поверхности и имеющими межплоскостное расстояние d . Угловое положение (угол скольжения ϑ) кристалла-анализатора задается компьютером в зависимости от длины волны λ , которую нужно выделить из спектра для анализа требуемого элемента. Выделенное излучение поступает в детектор рентгеновского излучения для измерения его интенсивности.

Меняя угол скольжения ϑ путем поворота кристалла-анализатора, можно последовательно выделить и зарегистрировать различные волны характеристического излучения данного образца. Так как разделение пиков рентгеновской флуоресценции зависит от соотношения длины волны и межплоскостного расстояния d , для увеличения селективности и чувствительности аппаратуры, измерение спектра исследуемого образца в широком диапазоне энергий производят с помощью нескольких кристаллов-анализаторов из различных материалов. Монокристаллы, такие как германий, фторид лития, антимонид индия являются идеальными анализаторами для излучения многих элементов. В последнее время для увеличения чувствительности при анализе легких элементов используются многослойные синтетические покрытия.

3.2. Бескристальные спектрометры (энергодисперсионные спектрометры – EDS)

Существует ряд «бескристальных» способов выделения из спектра необходимых для анализа характеристических линий того или иного элемента. В основе этих способов лежит или избирательное (селективное) поглощение рентгеновских лучей, например «К-скачок» коэффициента поглощения, или зависимость амплитуды импульса на выходе детектора от энергии кванта рентгеновского излучения. В последнем случае используются полупроводниковые детекторы (например, кремниевые PIN-детекторы с термоэлектрическим охлаждением).

Детектирование флуоресцентного излучения основано на преобразовании энергии флуоресценции в импульсы напряжения определенной амплитуды. Существуют разные типы детекторов. Для относительно больших длин

волн при анализе легких элементов используются наполненные газом пропорциональные детекторы. Их действие основано на ионизации газа излучением и измерении числа электрических импульсов, прошедших через ионизированный газ. Для коротких длин волн (тяжелые элементы) применяются сцинтилляционные детекторы, в которых измеряется ток фотоэлемента, чувствительного к светимости специального вещества – сцинтиллятора (например NaI, легированный Tl) при попадании на него рентгеновского излучения. Кремниевые PIN-детекторы с термоэлектрическим охлаждением, основанным на эффекте Пельтье, регистрируют флуоресцентное рентгеновское излучение с разрешением ~ 200 эВ по линии FeK_{α} 5,9 кэВ. В ряде случаев это позволяет отказаться от использования в рентгенофлуоресцентных спектрометрах кристаллов-анализаторов.

Современное качество анализирующей техники (усилителей и анализаторов импульсов, поступающих от детекторов) позволяет во многих случаях получить удовлетворительную статистическую погрешность измерений за время всего в несколько секунд. Большее время счета требуется лишь для легких элементов, которые излучают относительно небольшое число фотонов с малыми энергиями, либо для анализа элементов с концентрациями, близкими к пределу обнаружения.

Анализ и обработка результатов измерений проводится, как правило, в автоматическом режиме. Для этого разработаны методики анализа многих элементов для различных типов веществ. Методики реализованы в виде компьютерных программ. Во время измерения компьютер управляет всеми узлами спектрометра в соответствии с заданной программой анализа. Современный уровень надежности оборудования и устройство автоматической подачи образцов позволяют выполнять анализ большого числа образцов непрерывно круглосуточно без участия оператора. По окончании измерений компьютер выполняет расчет концентраций. Результаты анализа накапливаются в базе данных измерений для дальнейшей обработки.

3.3. Подготовка проб к анализу

Обычно подготовка образцов ко всем видам рентгенофлуоресцентного анализа не представляет сложностей. Для проведения высоконадежного количественного анализа образец должен быть однородным и иметь массу и размер не менее требуемого методикой анализа.

Металлы шлифуются, порошки измельчаются до частиц заданного размера и прессуются в таблетки.

Горные породы сплавляются до стеклообразного состояния (это надежно избавляет от погрешностей, связанных с неоднородностью образца).

Жидкости и сыпучие вещества просто помещаются в специальные чашки.

Для проведения качественного и полуколичественного анализа требования подготовки образца минимальные. Часто образец может быть помещен в держатель спектрометра без какой-либо подготовки. При идентификации веществ предпочтительно не нарушать целостность образцов, чтобы не изме-

нить их свойств.

4. Методы расчета концентраций элементов

Интенсивность флуоресценции I_i изучаемого элемента i зависит не только от его концентрации C_i в образце, но и от концентраций других элементов C_j ($j \neq i$), поскольку они влияют как на поглощение, так и на возбуждение флуоресценции элемента i (так называемый "эффект матрицы"). Кроме того, на измеряемую величину I_i оказывают существенное влияние поверхность образца, распределение фаз по глубине, размеры зерен и т.д. Для учета этих эффектов применяют большое число приемов. Важнейшие из них – эмпирические методы внешнего и внутреннего стандарта, использование фона рассеянного первичного излучения и метод разбавления.

1. В методе внешнего стандарта неизвестную концентрацию элемента C_i определяют путем сравнения интенсивности I_i с аналогичными величинами $I_{ст}$ стандартных образцов, для которых известны значения концентраций $C_{ст}$ определяемого элемента. При этом: $C_i = C_{ст}I_i/I_{ст}$. Метод позволяет учесть поправки, связанные с аппаратурой, однако для точного учета влияния матрицы стандартный образец должен быть близок по составу к анализируемому образцу.

2. В методе внутреннего стандарта к анализируемому образцу добавляют некоторое количество ΔC_i определяемого элемента, что приводит к росту интенсивности флуоресценции ΔI_i излучаемого элемента. В этом случае: $C_i = \Delta C_i I_i / \Delta I_i$. Метод особенно эффективен при анализе материалов сложного состава, но предъявляет особые требования к подготовке образцов с добавкой.

3. Использование рассеянного первичного излучения основано на том, что в этом случае отношение интенсивности флуоресценции I_i определяемого элемента к интенсивности фона $I_{ф}$ зависит в основном от C_i и мало зависит от концентрации других элементов C_j .

4. В методе разбавления к изучаемому образцу добавляют большие количества слабого поглотителя или малые количества сильного поглотителя. Эти добавки должны уменьшить эффект матрицы. Метод разбавления эффективен при анализе водных растворов и сложных по составу образцов, когда метод внутреннего стандарта неприменим.

Существуют также модели корректировки измеренной интенсивности I_i на основе интенсивностей I_j или концентраций C_j других элементов. Например, величину C_i представляют в виде:

$$C_i = a_{i0} + a_{i1}I_i + a_{i2}I_i^2 + I \sum_{m,j} m_{ij}I_j + \sum_{m,j} b_{ij}I_j + \sum_{m,j} d_{ij}I_j^2 \quad (j \neq i) \quad (2).$$

Величины a , b и d находят методом наименьших квадратов на основе измеренных значений I_i и I_j в нескольких стандартных образцах с известными концентрациями определяемого элемента C_i . Модели такого типа широко применяют при серийных анализах на установках РФА, снабженных ЭВМ.

5. Основные особенности рентгеновского флуоресцентного анализа

1. Простота рентгеновских характеристических спектров элементов (малое число линий; подобие в их взаимном расположении; пропорциональность интенсивности спектральных линий концентрации соответствующего элемента), что существенно упрощает выполнение качественного и количественного элементного анализа.

2. Независимость длин волн характеристического излучения от состояния атомов анализируемого элемента (от характера и степени химических связей), поскольку это излучение соответствует возбуждению внутренних электронных уровней, которые практически не зависят от степени ионизации атомов.

3. Возможность разделения при анализе элементов (например, редкоземельных), которые имеют подобные электронные строения внешних электронных оболочек и очень мало различаются по своим химическим свойствам.

4. Метод рентгеновской флуоресцентной спектроскопии является «неразрушающим» методом элементного анализа вещества.

II. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

1. Спектрометр универсальный рентгеновский (СУР-01 "Реном")

СУР-01 "Реном" представляет собой дифрактометр со встроенным рентгенофлуоресцентным спектрометром, предназначенный для решения задач рентгеноструктурного и элементного анализа поликристаллов.

1.1. Основные характеристики

"Реном" обеспечивает измерение дифракционных спектров веществ, имеющих кристаллическую решетку, и определение массовой концентрации химических элементов в диапазоне от К (19) до U(92).

Пределы обнаружения элементов по критерию 3σ (в зависимости от элемента, матрицы пробы и методики анализа):

- для элементов с атомным номером от 19 до 20 – $1 \div 10^{-2}\%$,
- для элементов с атомным номером от 21 до 92 – $10^{-2} \div 3 \cdot 10^{-3}\%$.

Пределы допускаемой основной относительной погрешности определения концентрации (в зависимости от номера элемента, матрицы пробы и методики анализа):

- в диапазоне концентраций $10^{-2} \div 100\%$ – $\pm 12 \div 6\%$,
- в диапазоне концентраций $3 \cdot 10^{-3} \div 10^{-2}\%$ – $\pm 40 \div 12\%$.

Пределы допускаемой основной аппаратурной погрешности после 30 мин прогрева не более $\pm 1,5\%$.

Спектральное (энергетическое) разрешение по линии железа 6,4 кэВ не более 240 эВ при выходной загрузке не более 1000 имп·с⁻¹.

Напряжение на аноде рентгеновской трубки БСВ-33 не более 30 кВ.

Анодный ток рентгеновской трубки 0,2БСВ33-Сu не более 6 мА; 0,3БСВ33-Мо не более 10 мА; 0,15БСВ33-Сг не более 5 мА.

Время установления рабочего режима не более 30 мин.

Питание "Реном" осуществляется от сети переменного тока частотой 50 ± 1 Гц номинальным напряжением 220 ± 22 В. Потребляемая мощность при номинальном значении напряжения питания не более 0,5 кВА (не считая мощности потребления компьютера).

"Реном" имеет блокировочное устройство защиты, отключающее высоковольтный источник питания (ВИП) рентгеновской трубки при открывании дверок.

Источник рентгеновского излучения обеспечивает выключение напряжения на аноде рентгеновской трубки с включением световой индикации при уменьшении расхода воды, охлаждающей рентгеновскую трубку от установленной нормы.

Конструкция "Реном" обеспечивает снижение мощности эквивалентной дозы в рабочем положении в любой точке на расстоянии 0,1 м от поверхности защиты до значения, не превышающего 1,0 мкЗв/ч.

1.2. Устройство и принцип работы спектрометра

Спектрометр универсальный рентгеновский СУР-01 "Реном" представляет собой дифрактометр со встроенным рентгенофлуоресцентным спектрометром (см. рис. 2.1). Спектрометр предназначен для решения задач рентгеноструктурного (РСА) и рентгенофлуоресцентного (элементного) анализа (РФА).

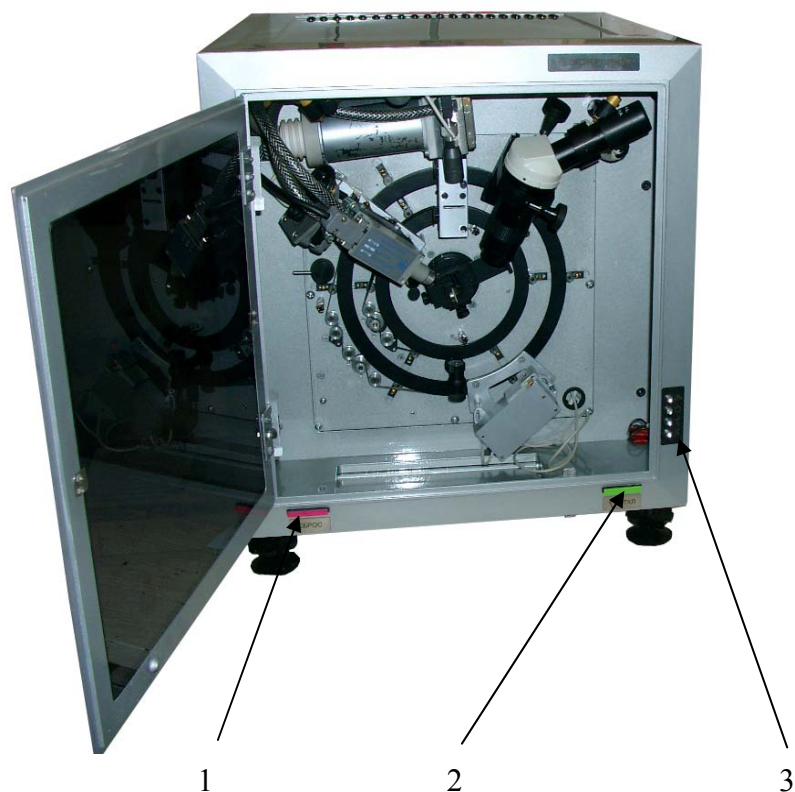


Рис. 2.1. Внешний вид СУР-01 "Реном";

- 1 – кнопка восстановления параметров по умолчанию платы управления,
- 2 – кнопка аварийного отключения высокого напряжения,
- 3 – блок световой индикации состояния прибора.

СУР-01 "Реном" обеспечивает измерение дифракционных спектров веществ, имеющих кристаллическую решетку, и определение массовой концентрации химических элементов в диапазоне от К (19) до U (92).

В состав спектрометра СУР-01 "Реном" входят (рис. 2.1):

- малогабаритный дифрактометр с системой сканирования по углу 2θ ,
- рентгенофлуоресцентный спектрометр,
- оперативный стол,
- высоковольтный источник питания рентгеновской трубки,
- рентгеновская трубка,
- оптическая видеосистема юстировки образцов,

Дифрактометр позволяет проводить измерения дифракционных спектров в геометрии Дебая-Шерера и Брэгга-Брентано, при этом обеспечивается

вращение цилиндрических образцов (геометрия Дебая-Шерера) или поворот плоского образца на угол ϑ (геометрия Брэгга-Брентано). Перемещение обеспечивается шаговыми двигателями SM 200-0.12, а угловые перемещения измеряются фотоэлектрическими датчиками инкрементного типа ЛИР-158. Для измерения, в качестве детектора дифрагировавшего излучения применяется сцинтилляционный детектор СЕР-06.

Спектр когерентного рассеяния рентгеновского излучения (дифрактограмма) регистрируется системой сканирования, блок-схема которой приведена на рис. 2.2.

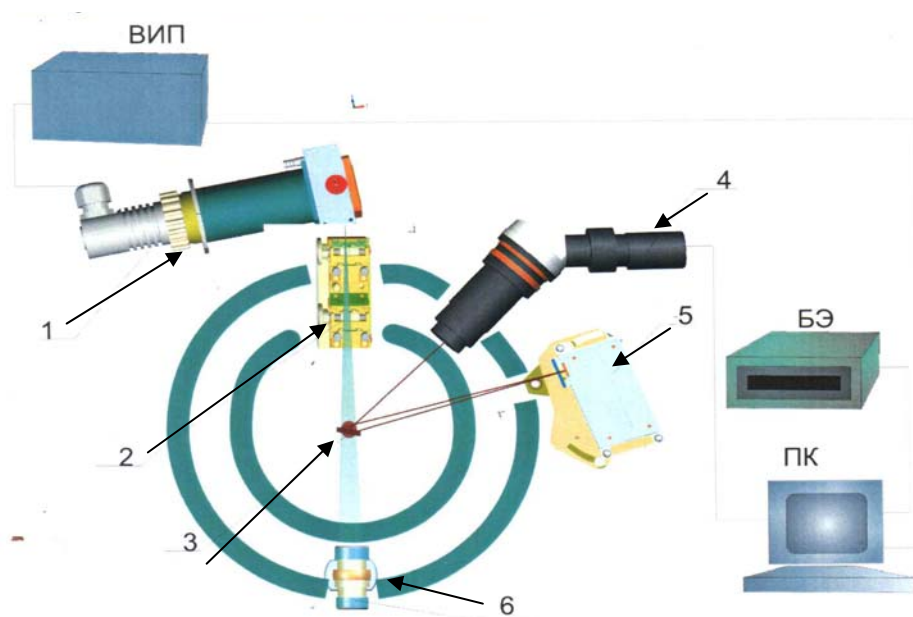


Рис. 2.2. Блок-схема системы сканирования для РФА;

- 1 – рентгеновская трубка,
- 2 – блок коллимации,
- 3 – держатель с исследуемым веществом,
- 4 – оптическая система выбора микроучастков,
- 5 – детектор РСА СЕР-06,
- 6 – ловушка рентгеновского пучка.

Рентгенофлуоресцентный спектрометр выполнен на базе кремниевого PIN-детектора с разрешением 150 – 250 эВ по линии 5,9 кэВ. Плата РФА комплектуется программным обеспечением SmartXRF, которое позволяет выполнять качественный, полуколичественный и количественный анализ элементного состава.

Принцип работы рентгенофлуоресцентного спектрометра (рис. 2.3) основан на возбуждении рентгеновской трубкой характеристического излучения атомов определяемых элементов и регистрации этого вторичного флуоресцентного излучения полупроводниковым детектором. Регистрируемый спектр образца обрабатывается спектрометрическим многоканальным анализатором. Программа обработки позволяет автоматически идентифицировать линии излучения элементов и подсчитывать площади этих линий.

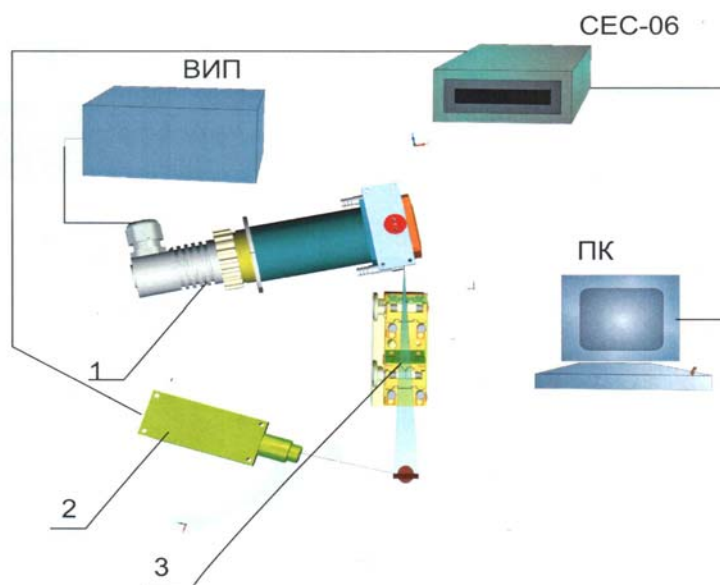


Рис. 2.3. Блок-схема спектрометра РФА;
 1 – рентгеновская трубка,
 2 – детектор РФА,
 3 – блок коллимации.

Площадь аналитической линии пропорциональна концентрации определяемого элемента, содержащегося в анализируемом образце. В конечном итоге результаты анализа состава образца могут быть получены в виде таблицы значений концентраций определяемых элементов и выведены на экран компьютера или распечатаны на принтере.

Оперативный стол (рис. 2.4) представляет собой вертикальную плиту (1), на которой размещены: блок рентгеновского излучения (БРИ), система коллимации (общие для всего комплекса), видеосистема выбора микроучастков, система сканирования для измерения дифракционных спектров с трактом регистрации и полупроводниковый блок детектирования с трактом регистрации рентгенофлуоресцентного излучения.

СУР-01 "Реном" комплектуется **рентгеновской трубкой** БСВ33 III с медным, железным или молибденовым анодами.

Высоковольтный источник питания (ВИП) рентгеновской трубки DXM фирмы Spellman или ВИП 30-10 – малогабаритный источник, обеспечивающий высокое напряжение (10-30 кВ) и анодный ток (0,1-10 мА) со стабильностью не хуже 0,01% и низкой пульсацией.

Оптическая видеосистема юстировки образцов и выбора микроучастков выполнена на базе микроскопа фирмы "Edmund Optics", у которого при изменении увеличения расстояние до образца остается неизменным. Для установки образца на оси вращения системы сканирования используются осветитель и лазерные указатели.

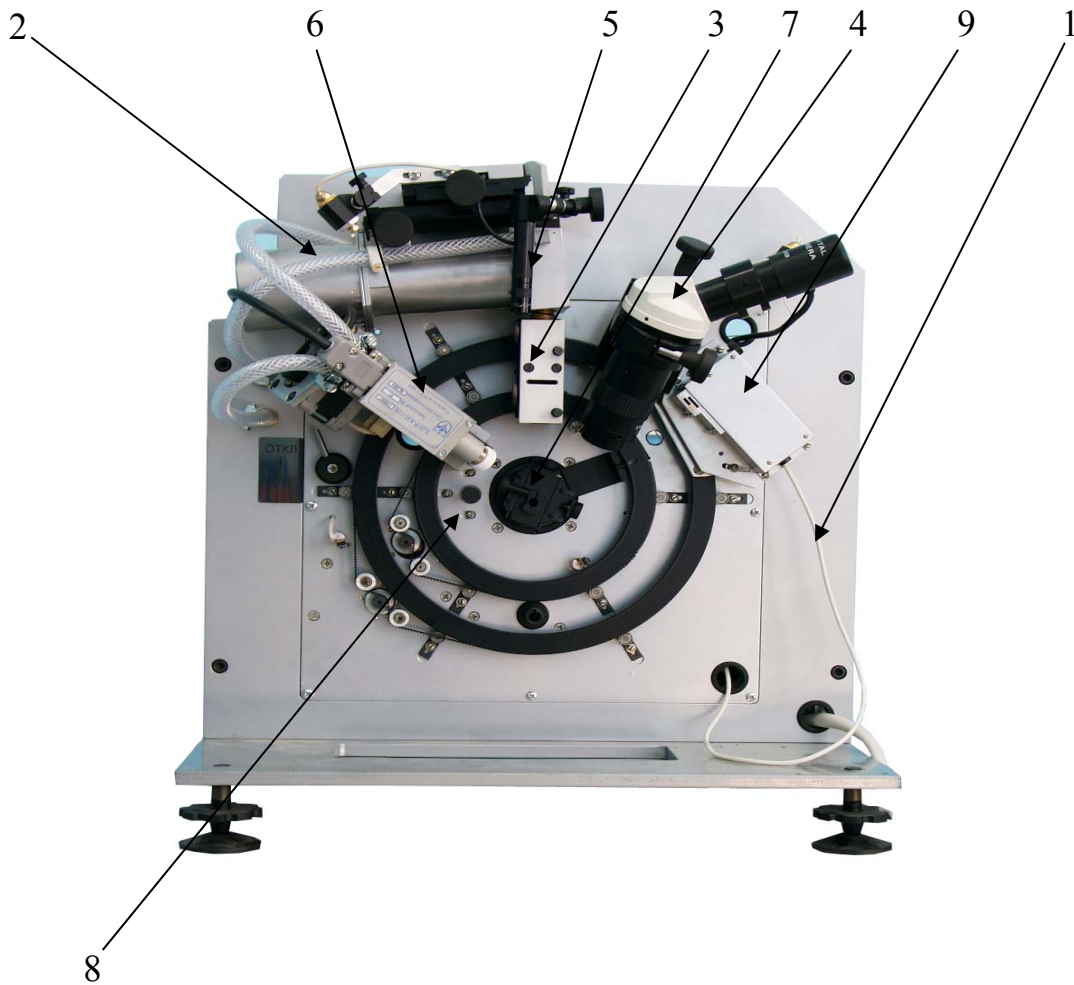


Рис. 2.4. Вид оперативного стола без корпуса;

- 1 – вертикальная плита,
- 2 – рентгеновская трубка,
- 3 – система коллимации,
- 4 – микроскоп с видеосистемой,
- 5 – осветитель,
- 6 – детектор РФА,
- 7 – юстировочный столик,
- 8 – винт перемещения юстировочного столика
перпендикулярно плоскости рассеяния,
- 9 – детектор РСА.

Блок коллимации задает оптическую ось рентгеновского пучка и включает в себя четыре попарно взаимно перпендикулярные щели. Каждая половина щели имеет свой механизм перемещения. Предварительная юстировка производится на этапе изготовления. Окончательная юстировка производится при пуско-наладочных работах.

Рентгеновская трубка крепится на вертикальной плите под углом 6° к оптической оси блока коллимации и имеет возможность юстировки относительно блока коллимации в трех координатах. Эта возможность может быть использована при юстировке после замены рентгеновской трубки.

Система выбора микроучастков поверхности образцов состоит из юстировочного столика, который обеспечивает перемещение в трех координатах в диапазоне ± 10 мм, оптического микроскопа выбора микроучастков и цифровой камеры вывода изображений микроучастков.

Оптические оси рентгеновского пучка, оптического микроскопа и полупроводникового детектора пересекаются в центре окружности плоскости когерентного рассеяния рентгеновского излучения.

Юстировочный столик позволяет устанавливать держатели цилиндрических или плоских (сыпучих) образцов (см. рис. 2.5). При этом держатели цилиндрических образцов могут вращаться с заданной скоростью вокруг оси цилиндра, а держатели плоских образцов могут поворачиваться на заданный угол относительно падающего пучка рентгеновского излучения.

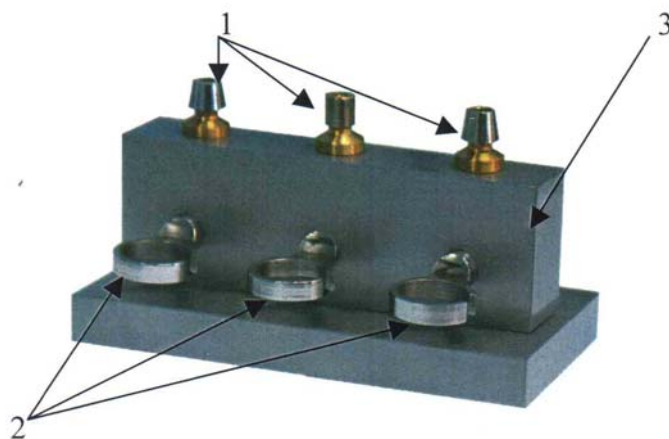






Рис. 2.5. Держатели цилиндрических (1) и плоских (2) образцов, 3 – подставка для держателей.

Корпус "РЕНОМ" полностью защищает оператора от рентгеновского излучения. При открывании любой из панелей автоматически отключается высокое напряжение на рентгеновской трубке БРИ.

На передней панели спектрометра находится **блок световой индикации состояния прибора**, состоящий из четырех цветных светодиодов:

-  – отсутствие водяного охлаждения (красный светодиод);
-  – открыта дверца прибора (красный светодиод);
-  – световая сигнализация высокого напряжения (красный светодиод);
-  – наличие питающего напряжения на приборе (зеленый светодиод).

ВНИМАНИЕ! С открытой дверцей корпуса работать запрещается.

1.3. Юстировка спектрометра (выполняется сотрудником лаборатории)

Задачей юстировки спектрометра является совмещение оптических осей микроскопа, лазерных указателей, рентгеновского пучка и оси вращения юстировочного столика в плоскости дифракции излучения, которая находится на расстоянии 50 мм от вертикальной панели прибора. Для этого следует выполнить следующие операции.

1. Установить вместо столика юстировочный конус.
2. С помощью микроскопа получить резкое изображение конуса на экране монитора.
3. Отрегулировать лазерные указатели таким образом, чтобы половина каждого луча лазера была видна на острие конуса. Точка, в которой сведены лучи, располагается в плоскости дифракции и на оси вращения.
4. Убрать конус и установить юстировочный столик с держателем цилиндрических образцов.
5. Включить вращение образца. Если ось цилиндрического образца совпадает с осью вращения, то на экране монитора наблюдается вращение образца без биений (если биения наблюдаются необходимо регулировочными винтами столика совместить оси образца и вращения), при этом образец перекрывает лучи лазерных указателей (проверяется с помощью листа бумаги, устанавливая его перпендикулярно каждому лучу за образцом).
6. Убрать держатель цилиндрических образцов, вместо него установить держатель плоских образцов с кюветой, в которую поместить флуоресцентный экран, таким образом, чтобы плоскость экрана была горизонтальна, а винты подвижек юстировочного столика располагались снизу и справа относительно оси вращения.
7. Установить флуоресцентный экран в ловушку прошедшего рентгеновского пучка.
8. Винтом вертикальной подвижки добиться наилучшего совмещения лучей лазерных указателей на поверхности экрана.
9. Винтами перемещения щелей установить их максимальный размер.
10. Отрегулировать верхние (первые по ходу рентгеновского пучка) щели таким образом, чтобы центр пучка совпадал с точкой лазерных указателей и был симметричен относительно центра экрана в ловушке прошедшего пучка. При этом допускается также использовать винты перемещений рентгеновской трубки.

Выше описанная методика юстировки прибора является общей для различных видов анализа – РСА и РФА.

2. Программа рентгеновского флуоресцентного анализа для энергодисперсионных спектрометров (SmartXRF)

Программа SmartXRF разработана для энергодисперсионных рентгеноспектральных анализаторов. Программа позволяет проводить качественный и количественный анализ химических элементов от Na до U⁹² в диапазоне концентраций от ppm до 100%. Для вычисления концентрации используются методы регрессии, фундаментальных параметров и альфа-коррекции.

Для работы программы необходима следующая минимальная конфигурация компьютера: процессор Pentium II-600, 256 Мб оперативной памяти. Программа работает в операционных системах Windows 98/2000. Программа SmartXRF написана на языке Visual C++. Интерфейс пользователя соответствует сложившимся стандартам Windows, что дает возможность пользователям легко и быстро освоить работу с программой.

Программа SmartXRF включает в себя три структурных модуля: Интерфейсный модуль, Модуль управления прибором, Математический модуль (рис. 2.6).

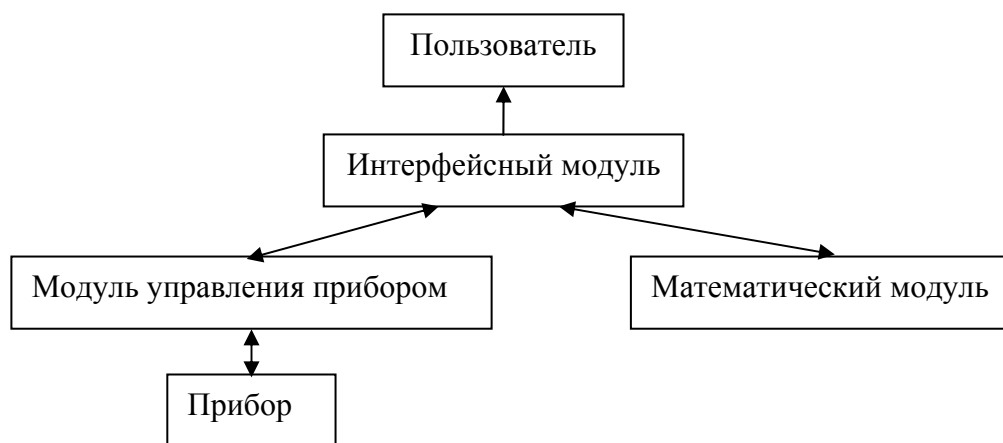


Рис. 2.6. Структурные модули Программы SmartXRF.

Интерфейсный модуль дает пользователю возможность устанавливать режимы измерений, следить за текущим состоянием прибора, получать спектры проб, проводить качественный и количественный элементный анализ проб. Модуль обеспечивает сохранение режимов измерений, калибровок, спектров и результатов в базе данных и выводит их на печать. Интерфейсный модуль программы отображает калибровочные кривые в графическом виде и результаты калибровки в виде таблиц. Возможности интерфейсного модуля позволяют выполнять рутинный количественный анализ по заранее подготовленным методам.

Модуль управления прибором служит для связи интерфейсного модуля с аппаратной частью прибора. Модуль управления получает режимы измерений от интерфейсного модуля, управляет прибором и устанавливает режимы измерений. Этот модуль считывает состояние прибора, передает данные о его текущем состоянии на интерфейсный модуль, получает спектр и передает его интерфейсному модулю.

Математический модуль производит обработку данных. Входными данными для этого модуля являются режимы измерений и спектры. При обработке данных в математическом модуле вычисляются интенсивности аналитических линий и концентрации элементов в пробе, калибровочные коэффициенты. Результаты вычислений передаются в интерфейсный модуль.

2.1. Общий вид программы

При запуске программы SmartXRF отображается экран, приведенный на рисунке 2.7. Окно программы содержит следующие элементы: заголовок, главное меню, панели управления, рабочие окна и строку состояния.

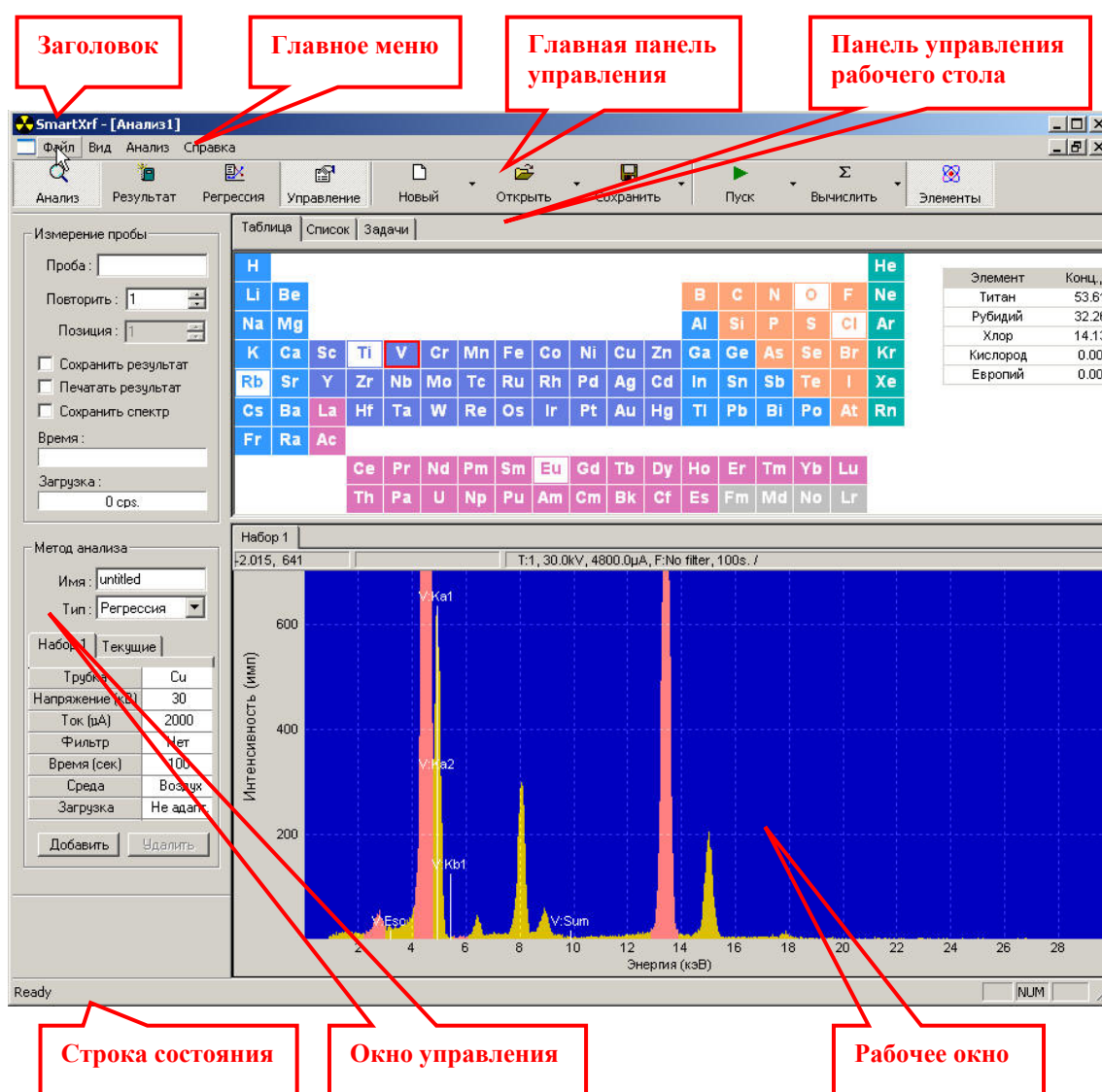


Рис.2.7. Элементы пользовательского интерфейса программы SmartXRF.

Заголовок

В верхней части окна программы проходит строка заголовка. В этой строке всегда отображается значок программы, идентичный пиктограмме для запуска программы SmartXRF в окне Windows, имя программы и имя актив-

ного окна. Справа в строке заголовка расположены кнопки изменения размеров и закрытия окна. Это стандартные управляющие кнопки для окон Windows.

Главное меню

Под заголовком находится главное меню – строка, содержащая меню: «Файл», «Вид», «Анализ/Результат/Регрессия», «Справка». Каждое меню открывается щелчком мыши.

Меню «Файл»

Меню «Файл» позволяет распечатывать результаты, осуществлять предварительный просмотр текущего отчета перед печатью, проводить настройку параметров печатаемых страниц и выходить из программы (рис. 2.8).

Меню «Файл» содержит следующие пункты:

- *Печать* – вызывает стандартное диалоговое окно для настройки принтера;
- *Предварительный просмотр* – вызывает окно, в котором можно просмотреть данные, которые будут распечатаны;
- *Параметры страницы* – вызывает стандартное диалоговое окно для настройки параметров печати;
- *Сохранить метод* – сохраняет метод с именем указанным в окне управления;
- *Открыть метод* – вызывает диалоговое окно для выбора и загрузки метода анализа созданного и сохраненного ранее;
- *Экспорт* – экспортирование полученного спектра по нужному адресу;
- *Импорт* – импортирование спектра в рабочее окно;
- *Выход* – осуществляет выход из программы.

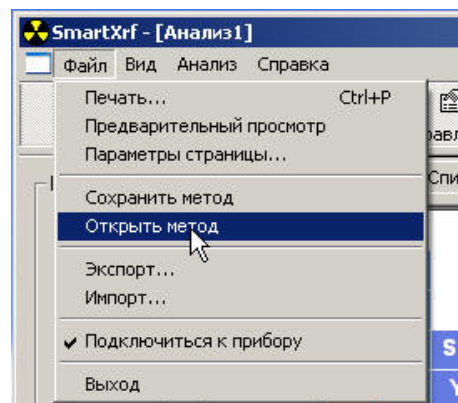


Рис. 2.8. Меню «Файл»

Меню «Вид»

Меню «Вид» – содержит пункты, которые позволяют показывать/скрывать окно управления «Измерение пробы/Метод анализа», графики и таблицы программы. Активные пункты помечены галочкой (рис. 2.9).

Меню «Вид» содержит следующие пункты:

- *Анализ, Результат, Регрессия* – дают возможность выбора активного окна. Например, для выбора активного окна «Анализ»

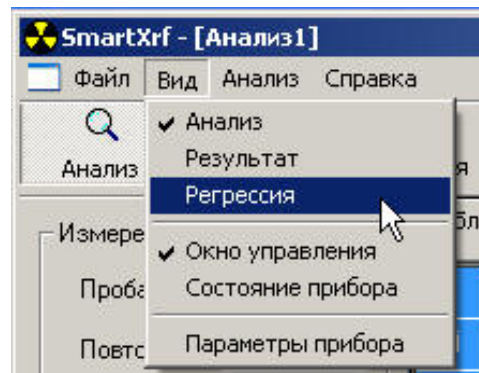


Рис. 2.9. Меню «Вид».

дается команда Вид/Анализ. В результате в рабочем окне программы будет отображено окно «Анализ»;

- *Окно управления* – показывает/скрывает на экране окно управления;
- *Состояние прибора* – показывает/скрывает таблицу режимов измерения;
- *Параметры прибора* – открывает диалоговое окно настройки параметров прибора.

Меню «Анализ/Результат/Регрессия»

Это меню может иметь три вида: «Анализ», «Результат», «Регрессия», если в рабочем окне меню «Вид» будет сделан соответствующий выбор.

Каждое активное окно устанавливает свой набор пунктов в меню «Анализ/Результат/Регрессия». Рис.2.10-2.12.

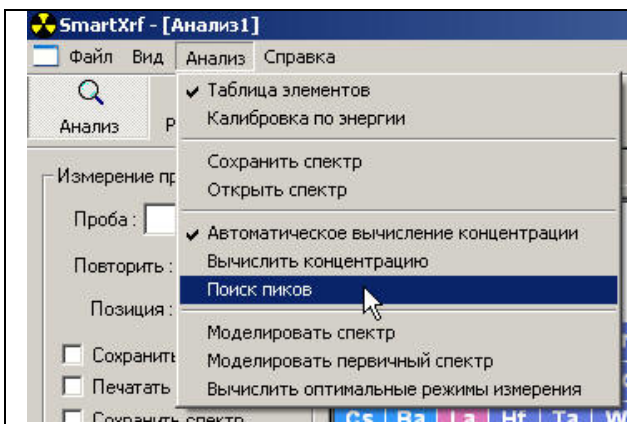


Рис.2.10. Меню «Анализ».

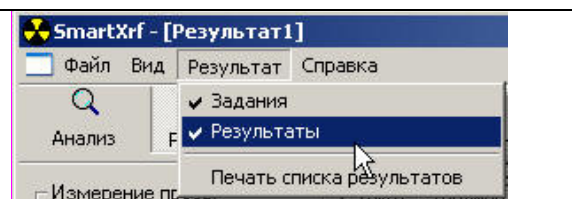


Рис. 2.11. Меню «Результат».

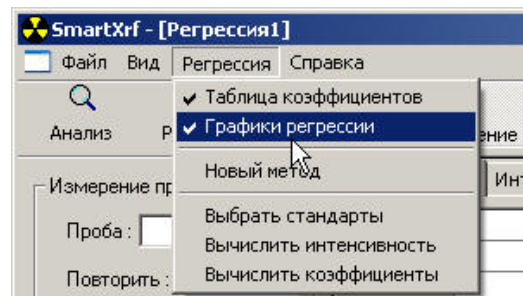


Рис.2.12. Меню «Регрессия».

Функции меню «Анализ» дублируются кнопками панели управления окна «Анализ». Функции пунктов меню и кнопок панели представлены ниже:

- *таблица элементов* (кнопка *Элементы*) – показывает/скрывает таблицу элементов. Таблица элементов содержит информацию о концентрации определяемых элементов, параметрах области измерения, расчете интенсивности. Если в данный момент для работы не нужна информация из таблицы элементов, её можно скрыть, щелкнув мышью по кнопке *Элементы*. При отсутствии таблицы элементов область спектра занимает весь экран.
- *калибровка по энергии* (кнопка *Калибровка по энергии*) – для выполнения калибровки прибора по энергии на спектре должны быть указаны, как минимум, две области, соответствующие пикам элементов, содержащихся в пробе. Для калибровки используются только линии К-серии.

- *сохранить спектр* (кнопка *Сохранить спектр*) – кнопка *Сохранить спектр* – спектр сохраняется с тем именем, которое указал оператор в поле «Проба» окна управления.
- *открыть спектр* (кнопка *Открыть спектр*) – делает доступным для работы список спектров, ранее сохраненных в базе данных (см. рис.2.1.1). При перемещении по списку соответствующий спектр будет отображаться в графическом окне. Из списка можно выбрать нужное имя спектра и загрузить его в программу двумя способами: кнопкой «Спектр» или «Оверлей». Кнопка «Спектр» загружает данные как обычный спектр, кнопка «Оверлей» загружает данные как оверлей.
- *автоматическое вычисление концентрации* – включает/выключает автоматическое вычисление концентрации элементов в пробе во время набора спектра. Если функция включена, расчет концентрации выполняется после каждого обновления спектра. Если функция выключена, расчет концентрации выполняется только после завершения набора спектра.
- *вычислить концентрацию* (кнопка *Вычисление результатов*) – вычисляются интенсивность линий в спектре и концентрацию элементов в пробе. Результаты расчета выводятся в таблицу элементов. Если установлен флажок *Сохранить результат* – результаты сохраняются в базе данных. Если установлен флажок *Печатать результат* – результаты выводятся на принтер. Для расчета используется метод, имя которого было задано в окне управления.
- *поиск пиков* (кнопка *Поиск пиков*) – производится поиск пиков элементов в спектре. Найденные элементы выводятся в таблицу элементов.

Меню «Справка»

Меню «Справка» – содержит справочную информацию о программе SmartXRF. Рис. 2.13.

Меню «Справка» содержит следующие пункты:

- *Вызов справки* – дает справку о тех окнах, которые в данный момент открыты.
- *Содержание* – вызывает стандартное окно помощи.
- *О программе* – вызывает окно с данными о программе и разработчиках.

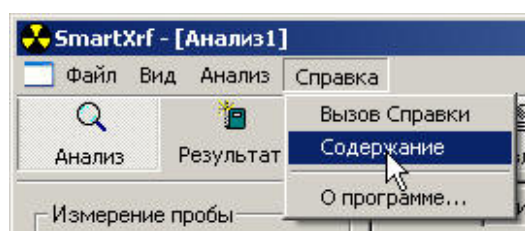


Рис. 2.13. Меню «Справка»

Главная панель управления

Ниже строки меню находится главная панель управления рис. 2.14. Ее вид зависит от выбора пункта в меню «Вид» (рис. 2.9) «Анализ (а) / Результат (б) / Регрессия (в)».

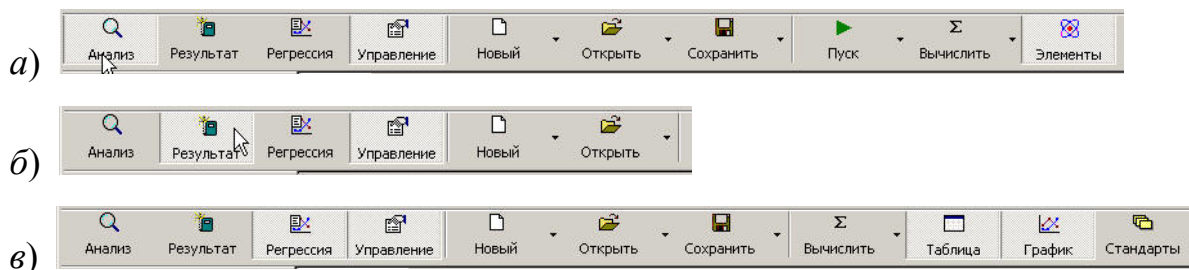


Рис. 2.14. Главная панель управления.

Главная панель управления представляет собой набор кнопок, дублирующих все функции меню и предоставляющих ускоренный доступ к командам меню. Чтобы выполнить с панели какую-либо команду, достаточно щелкнуть мышью по нужной кнопке.

Функции каждой из кнопок главной панели представлены ниже:

- кнопка *Анализ* делает активным окно «Анализ»;
- кнопка *Результаты* делает активным окно «Результаты»;
- кнопка *Регрессия* делает активным окно «Регрессия»;
- кнопка *Управление* показывает/скрывает окно управления;
- кнопка *Новый* стрелочкой «вниз» предлагает (а) стереть *Спектр*, *Оверлей*, *Список элементов* при нажатой кнопке *Анализ* (рис.2.14,а); (б) удалить все результаты из таблицы при нажатой кнопке *Результат* (рис.2.14,б); (в) удалить текущую калибровку данных при выборе стрелочкой «Метод», стереть список стандартов и коэффициентов при нажатой кнопке *Регрессия* (рис.2.14,в);
- кнопка *Открыть* стрелочкой «вниз» предлагает открыть (а) *Спектр*, *Режимы*, *Метод*, *Пакет* при нажатой кнопке *Анализ*; (б) *Результат* при нажатой кнопке *Результат*; *Метод* при нажатой кнопке *Регрессия*;
- кнопка *Сохранить* стрелочкой «вниз» предлагает сохранить (а) *Спектр*, *Режимы*, *Метод*, *Пакет* при нажатой кнопке *Анализ*; (б) *Метод* при нажатой кнопке *Регрессия*;
- кнопка *Пуск* предлагает начать измерения, стрелочкой «вниз» еще и начать выполнение списка задач рис.2.14,а;
- кнопка *Вычислить* предлагает (а) *Вычислить концентрацию*, *Моделировать спектр*, *Моделировать первичный спектр*, *Вычислить оптимальные режимы измерения*, *Удалить фон* при нажатой кнопке *Анализ*; (б) вычислить *Коэффициенты регрессии* и *Интенсивность* при нажатой кнопке *Регрессия*;
- кнопка *Элементы* показывает/скрывает окна *Таблица*, *Список*, *Задачи*;
- кнопка *Таблица* показывает/скрывает таблицы *Концентрация*, *Интенсивность*, *Вес*, *Линейный коэффициент*, *Квадратичный коэффициент*;
- кнопка *График* показывает/скрывает графики *Регрессия*, *Концентрации*, *Отклонение*;
- кнопка *Стандарты* предлагает *Открыть стандарты*.

Рабочее окно

Область экрана под главной панелью управления может занимать одно из трех окон:

- «Анализ» – предназначено для ввода элементов, набора спектра;
- «Результаты» – содержит таблицы с заданиями и результатами анализа;
- «Регрессия» – предназначено для расчета коэффициентов регрессии.

Изменив размер активного окна с помощью управляющей кнопки «Восстановить», можно увидеть на экране сразу три окна. В этом случае активное окно можно выбирать щелчком мыши в поле окна.

Строка состояния

Строка состояния расположена у нижнего края окна программы. Она предназначена для вывода информации о работе программы и подсказки оператору. Например, при задержке курсора на пункте *Результат* раздела «Вид» строки меню в строке состояния появляется информация: «показать страницу результатов анализа».

2.2. Окно управления

Окно управления состоит из двух областей (рис. 2.15):

- измерение пробы;
- метод анализа.

Окно управления обеспечивает удобный и быстрый доступ к наиболее часто используемым функциям программы:

- выбор метода анализа и режимов проведения измерений;
- выбор действий после набора спектра.

Окно управления можно скрыть. При этом график спектра и таблица элементов занимают весь экран.

Измерение пробы

- *Проба* – поле для ввода имени пробы. Можно ввести не более 30 символов. Имя пробы будет сохранено в результатах анализа и в базе данных.
- *Повторить* – поле, в котором на специальном счетчике выбирается или задается с клавиатуры количество измерений данной пробы. Число может принимать значение от 0 до 1000000. Если это число отлично от единицы, то к име-

Измерение пробы

Проба :

Повторить :

Позиция :

Сохранить результат

Печатать результат

Сохранить спектр

Время :

Загрузка :

Метод анализа

Имя :

Тип :

Набор 1 | Текущие

Трубка	Cu
Напряжение (кВ)	30
Ток (µА)	2000
Фильтр	Нет
Время (сек)	100
Среда	Воздух
Загрузка	Не адапт.

Рис. 2.15. Окно управления.

ни пробы автоматически добавляется трехзначный номер измерения. Если число измерений равно нулю, то это означает бесконечное число измерений. В процессе измерения идет обратный отсчет, то есть показывает, сколько повторов еще осталось.

- *Позиция* – поле, в котором на счетчике выбирается или задается с клавиатуры положение измеряемой пробы на пробоподающем устройстве (если пробоподающее устройство установлено в приборе). Число может принимать значение от 1 до 16 (если пробоподающее устройство имеет от 1 до 16 позиций).
- *Сохранить результат* – флажок, при установке которого результат сохраняется в базе данных после набора и обработки спектра.
- *Печатать результат* – флажок, при установке которого после вычисления содержаний определяемых элементов результат выводится на печать.
- *Сохранить спектр* – флажок, при установке которого после окончания измерения спектр сохраняется в базе данных.
- *Время* – показывает текущее время каждого повтора.
- *Загрузка* – строка, в которой указывается максимальное значение интегральной скорости счета.

Метод анализа

- *Имя* – поле для ввода имени метода. Можно ввести не более 30 символов. С этим именем метод будет сохраняться в базе данных. Если выбрать ранее созданный метод из базы данных (кнопка «Выбор метода» на главной панели управления), то по заданному методу можно проанализировать текущий спектр.
- *Тип* – поле выбора метода расчета содержания определяемого элемента. Выбор метода проводится из списка: регрессия, альфа коррекция, фундаментальные параметры.
- *Таблица режимов измерения* – закладки Набор 1, Набор 2, ... Набор 10 позволяют задать режимы измерения спектра пробы. Измерения будут проводиться последовательно по всем созданным режимам. Возможно использование до 10 режимов.
- *Закладка Текущие* – используется для того, чтобы просмотреть текущие режимы измерения, установленные в данный момент на приборе.
- *Трубка* – в этой строке задается номер рентгеновской трубки, которая будет использоваться при измерении на данном режиме.
- *Напряжение* – в этой строке задается высокое напряжение на рентгеновской трубке в киловольтах.
- *Ток* – в этой строке задается значение анодного тока рентгеновской трубки в микроамперах.
- *Фильтр* – в этой строке из предложенного набора выбирается номер фильтра первичного излучения. Применяется для оптимального возбуждения исследуемых элементов пробы.

- *Время* – строка, в которой указывается время анализа в секундах (от 1 сек. до 1000000 сек.).
- *Загрузка* – строка, в которой указывается максимальное значение интегральной скорости счета. Если реально получаемое в процессе проведения измерения значение загрузки превышает указанное ограничение, программа самостоятельно понижает анодный ток вплоть до минимального значения.
- *Добавить* – кнопка, которая добавляет следующую закладку для ввода режима измерения.
- *Удалить* – кнопка, которая удаляет выбранную закладку с режимом измерения.

2.3. Окно «Анализ»

Окно «Анализ» предназначено для работы со спектром, создания списка химических элементов, их аналитических линий и расчета содержания этих элементов в текущей пробе. Вызывается кнопкой – *Анализ* – на главной панели управления. Это приводит к отображению экрана, представленного на рис. 2.16.

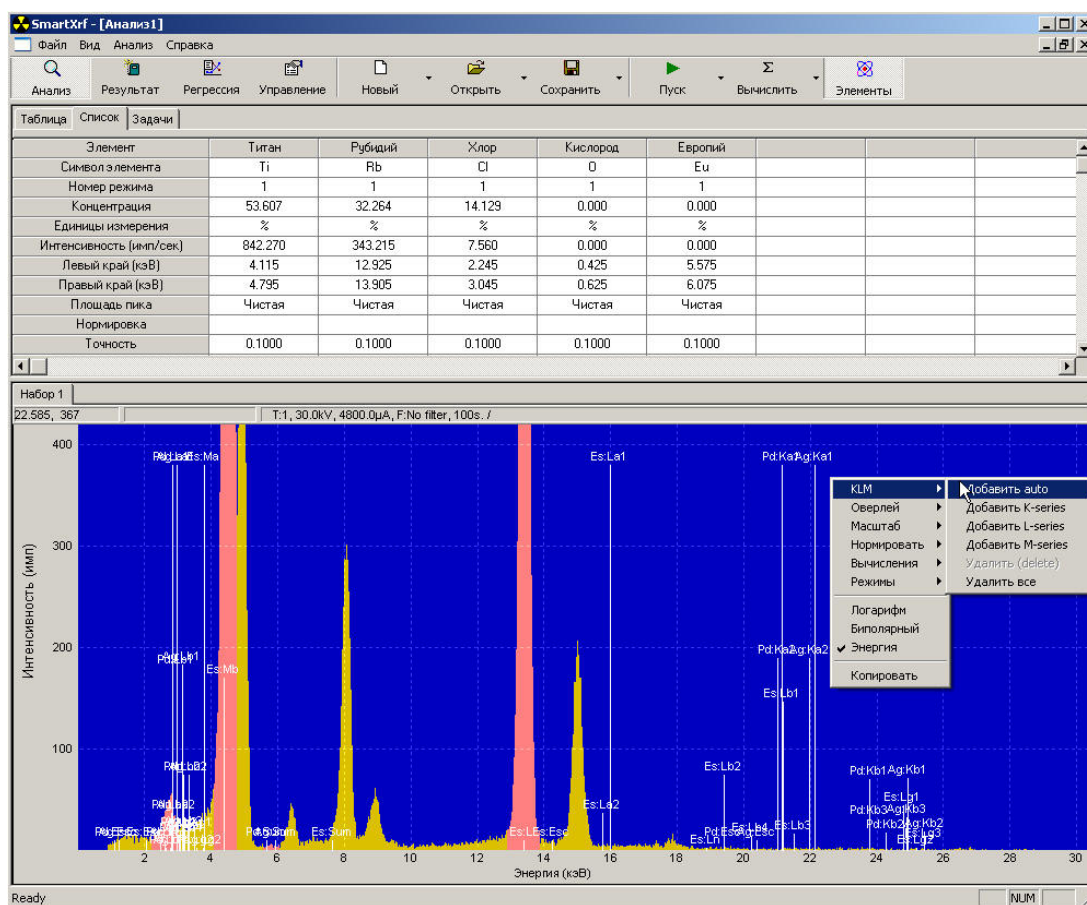


Рис.2.16. Вид открытого окна «Анализ» при активной кнопке «Элементы».

Открытое окно «Анализ» состоит из двух частей: верхняя часть – окно таблицы элементов, нижняя часть – окно графика спектра. В процессе работы

можно изменять размер окон. Для этого курсор мыши нужно подвести к линии, разделяющей верхнее и нижнее окна (курсor при этом изменит свой вид), нажать левую кнопку мыши и переместить эту линию, изменяя размер окон. При работе со спектром удобно увеличивать окно спектра на весь экран. Для этого надо скрыть таблицу элементов с помощью кнопки *Элементы* панели управления окна «Анализ» и скрыть Окно управления с помощью кнопки *Окно управления* главной панели управления.

Область спектра

Спектр представляет собой графическую зависимость интенсивности и энергии. Он может быть представлен в виде закрашенного графика, как на рис. 2.16, или в виде контура.

Весь спектр, полученный при измерении пробы, представлен на графике желтым цветом. График содержит линии элементов и фон. Можно выделить область спектра, соответствующую линии элемента и получить информацию о её интенсивности для дальнейшего расчета. Для этого в таблицу элементов надо внести название элемента. В результате область спектра, соответствующая максимально интенсивной линии данного элемента, закрашивается розовым цветом. Границы этой области можно изменять. Для этого курсор надо подвести к границе выделенной области, нажать левую кнопку и перенести границу. Если курсор пересекает границу выделенной области, линия границы отмечается голубой вертикальной линией, а область закрашивается красным цветом.

KLM-маркер на спектре представлен в виде набора белых вертикальных линий. Высота этих линий определяется интенсивностью данной линии в серии. Каждая линия KLM-маркера в верхней точке имеет обозначение элемента и линии спектра.

Строка закладок используется для переключения между частями спектра, измеренными на одной пробе, но по разным режимам. Информационная строка содержит следующие данные:

- координаты курсора мыши в энергии (кэВ) и интенсивности (имп. или имп./сек.);
- информация о выделенной области (интегральная интенсивность, разрешение – ширина пика на половине высоты), при этом область на спектре выделяется красным цветом;
- информация по выделенному KLM-маркеру, если курсор мыши указывает на линию KLM-маркера. При этом линия становится ярче;
- имя спектра/оверлея и режимы измерения.

Меню спектра

Меню спектра представляет набор функций для работы с графиком спектра: добавление или удаление объектов, изменение вида и масштаба представления спектра, сохранение и копирование спектра для использования в других программах. Меню открывается щелчком правой клавиши мыши в любой области спектра.

Меню содержит следующие пункты:

KLM ►

- Добавить – на спектре добавляется новый KLM-маркер характеристических линий, наиболее близких по энергии к координатам курсора мыши;
- Удалить – удаляется предварительно указанный курсором мыши KLM-маркер;
- Удалить все – со спектра удаляются все KLM-маркеры.

Оверлей ►

- Копировать спектр в оверлей – копирует график спектра в оверлей, график спектра при этом остается неизменным;
- Переключить спектр/оверлей – меняет графики спектра и оверлея местами;
- Удалить все – со спектра удаляются все оверлеи.

Масштаб ►

- *Автомасштаб (0)* – устанавливает максимальный масштаб по осям координат для полного изображения спектра;
- *Автомасштаб X (X)* – устанавливает максимальный масштаб только по энергии;
- *Автомасштаб Y (Y)* – устанавливает максимальный масштаб только по интенсивности;
- *Растянуть по X* – растягивает спектр по оси Энергия для подробного изучения спектра;
- *Растянуть по Y* – растягивает спектр по оси Интенсивность в два раза;
- *Сжать по X* – сжимает спектр по оси Энергия;
- *Сжать по Y* – сжимает спектр по оси Интенсивность.

Логарифм ►

Включает/выключает на графике спектра логарифмическую шкалу по интенсивности. При этом пункт меню отмечается маркером. Если выбрать этот пункт меню еще раз, график спектра переключается на линейную шкалу по интенсивности.

Биполярный ►

Включает/выключает возможность отображать отрицательные значения интенсивности. Используется при операциях вычитания спектров.

Энергия ►

Когда стоит метка, координаты курсора мыши в информационной строке выводятся в кэВ; когда метки нет, в информационной строке выводится номер канала. Используется при ручной энергетической калибровке.

Копировать ►

Копирует график спектра в буфер обмена (Clipboard). В дальнейшем из буфера график можно вставить в другие программы (Word, Excel...).

Таблица элементов

Таблица элементов содержит список химических элементов, для которых необходимо измерить интенсивности аналитических линий и вычислить концентрацию. На рис. 2.17 это калий K и бром Br. Для каждого элемента доступна информация о концентрации, интенсивности аналитической линии, параметрах области измерения интенсивности, единицах измерения. Она содержится в соответствующих строчках в столбце под ячейкой с указанием его символа или названия.

Таблица	Список	Задачи	
Элемент	Калий	Бром	
Символ элемента	K	Br	
Номер режима	1	1	
Концентрация	33.309	66.691	
Единицы измерения	%	%	
Интенсивность (имп/сек)	137.056	1709.739	
Левый край (кэВ)	2.906	11.276	
Правый край (кэВ)	3.726	12.356	
Площадь пика	Чистая	Чистая	
Нормировка	Нормировка	Общая	
Точность	0.1000	Чистая	

Рис. 2.17. Вид таблицы элементов

Показать/скрыть таблицу элементов можно кнопкой – *Элементы* – на панели управления окна «Анализ».

Для создания списка элементов в ячейку строки «*Элемент*» должен быть введен символ или название химического элемента в соответствии с таблицей Менделеева: например, *K* или *калий*. Ввод элемента подтверждается нажатием кнопки *Enter* или *щелчком мыши* в другой ячейке таблицы.

После того, как элемент внесен в таблицу, на графике спектра автоматически задается область, соответствующая наиболее интенсивной линии характеристического излучения (аналитической линии). Эта область выделяется на графике спектра розовым цветом. Границы области при пересечении их курсором отмечаются яркими голубыми линиями. Энергии начала и конца области выводятся в таблице элементов в строках «*Левый край*» и «*Правый край*». Границы области можно изменить на графике спектра или в таблице. Изменение числовых значений границ области в строках «*Левый край*» и «*Правый край*» изменяет границы области на спектре. При изменении области на графике спектра с помощью мыши автоматически изменяются числовые значения границы области в строках таблицы элементов «*Левый край*» и «*Правый край*».

В строке «*Площадь*» для каждого элемента оператором выбирается вариант расчета интенсивности: общая или чистая. Это соответствует интенсивности аналитической линии без вычета фона или с вычетом фона. При этом фон рассчитывается как площадь трапеции, образуемой границами выделенной области.

В строке «*Нормировка*» можно задать элемент, на интенсивность которого будут делиться интенсивности всех элементов. Для этого нужно ввести в соответствующую ячейку символ '+'. Для отмены нормировки сотрите текст в ячейке. Нормировка используется для уменьшения влияния на результат анализа размера анализируемой пробы.

В строке «*Единицы измерения*» можно выбрать единицы, в которых будет выводиться результат: % или ppm.

После набора и обработки спектра в таблице выводятся:

в строке «*Интенсивность*» – значение интенсивности аналитической линии в импульсах или импульсах в секунду.

в строке «*Концентрация*» – содержание элемента в пробе. Расчет концентрации производится по методу, заданному в поле «*Метод*» окна управления.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

1. Экспериментальные образцы

Студент получает несколько образцов для проведения рентгенофлуоресцентного анализа, помещенные в специальные кюветы. Образцы – спрессованные многокомпонентные порошки.

При приготовлении образцов кристаллики исследуемых веществ растирались в яшмовой ступке под слоем спирта с растворенной в нем каплей клея. Полученную смесь (кашицу) расфасовывали по кюветам. После подсыхания образца, его поверхность делалась плоской и выравнивалась с краем кюветы.

Главная задача подготовки исследуемого образца состоит в том, чтобы все факторы, влияющие на интенсивность спектральной линии, кроме концентрации анализируемых элементов, были устранены или приведены к постоянному значению. При исследовании порошковых объектов надо учитывать, что простая зависимость интенсивности аналитической линии от концентрации может искажаться вследствие влияния крупности частиц в гетерогенной смеси. В тех случаях, когда применяется прессование порошка, надо также иметь в виду возможное влияние давления прессования на интенсивность. Это влияние практически отсутствует при достаточно высокой степени измельчения.

Точность количественного анализа ограничивается точностью измерения интенсивности аналитической линии, в лучших современных спектрометрах аппаратная ошибка не превосходит 0,2...0,3% при кратковременной работе, однако и при длительной работе (например, 24 ч) ошибка не должна превосходить 1 %.




Перед студентом ставится конкретная задача проведения рентгенофлуоресцентного анализа и определения элементного состава исследуемых образцов.

2. Подготовка установки к работе

Настройка и подключение портов управления прибором производится автоматически. Поэтому необходимо **вначале включить прибор, а затем произвести загрузку программы Renom.exe**, с помощью которой производится подача высокого напряжения на рентгеновскую трубку и управление образцом. Затем производится запуск программы SmartXRF для проведения рентгенофлуоресцентного анализа.

2.1. Включение рентгенофлуоресцентного спектрометра

1. Включить блок бесперебойного питания POWERWARE, удерживая кнопку включения питания, пока на дисплее блока не появится сообщение «On Delay»; при включении блока на дисплее появляется сообщение «On Line».

2. Включить компьютер, нажав его кнопку включения.
3. Включить сетевой тумблер спектрометра СУР-01 «Реном», который расположен на боковой поверхности прибора справа от блока светодиодов индикации состояния прибора. При этом на блоке световой индикации состояния загорается зеленый светодиод индикации подачи напряжения на прибор и красный светодиод отсутствия водяного охлаждения.
4. Включить водяное охлаждение рентгеновской трубки. Откройте водопроводный кран до срабатывания гидроблокировки (расход воды не менее 3 л/мин при давлении не менее $3,92 \cdot 10^5$ Па (3,87 атм)). При этом включится световая сигнализация отсутствия подачи воды.
5. Проверить работу датчика давления охлаждающей воды, для этого необходимо:
 - подать воду (красный светодиод  должен погаснуть);
 - отключить воду (светодиод  должен светиться);
 - подать воду (светодиод  должен погаснуть);
6. Открыть фронтальную дверцу. При этом на блоке световой индикации состояния прибора загорится соответствующий красный светодиод. Убедиться, что на пути рентгеновского пучка находится свинцовая заглушка. Если она отсутствует, то вставить ее в систему коллимации рентгеновского пучка.
7. Используя подставку держателей образцов, закрепить объект исследования на выбранном держателе, не дотрагиваясь пальцами до поверхности образца.
8. Установить держатель с образцом на юстировочном столике с помощью пружинного захвата.
9. Закрыть дверцу. При этом на блоке световой индикации состояния прибора погаснет соответствующий красный светодиод.
10. Запустить программу **Renom.exe**, расположенную на рабочем столе компьютера (**программа должна быть запущена после включения прибора**). При этом на экране компьютера появится основное окно «Сканер» программы **Renom.exe** (рис. 3.1) и окно «DXM» (рис. 3.2).
11. Включить высоковольтный источник питания. Для этого необходимо в окне «DXM» (рис. 3.2.) (в случае отсутствия этого окна на экране его можно вызвать из основного окна программы в меню «Управление») проверить состояние прибора, нажав кнопку «Сброс». Если все нормально (горят желтые индикаторы), то приступить к постепенной пошаговой подаче высокого напряжения и тока на рентгеновскую трубку. Сначала подать напряжение на рентгеновскую трубку: в окне «DXM» установить начальное значение напряжения 10 кВ (заменив запятую точкой) и шаг изменения напряжения 5 кВ; нажать кнопки «U» и «I»; включить тумблер «Выключатель» (загорятся красный светодиод, расположенный на передней панели прибора, и красная индикаторная лампа, стоящая на блоке бесперебойного питания); менять напряжение от 10 до 25 кВ с шагом 5 кВ, нажимать последовательно кнопку «U»; перейти на

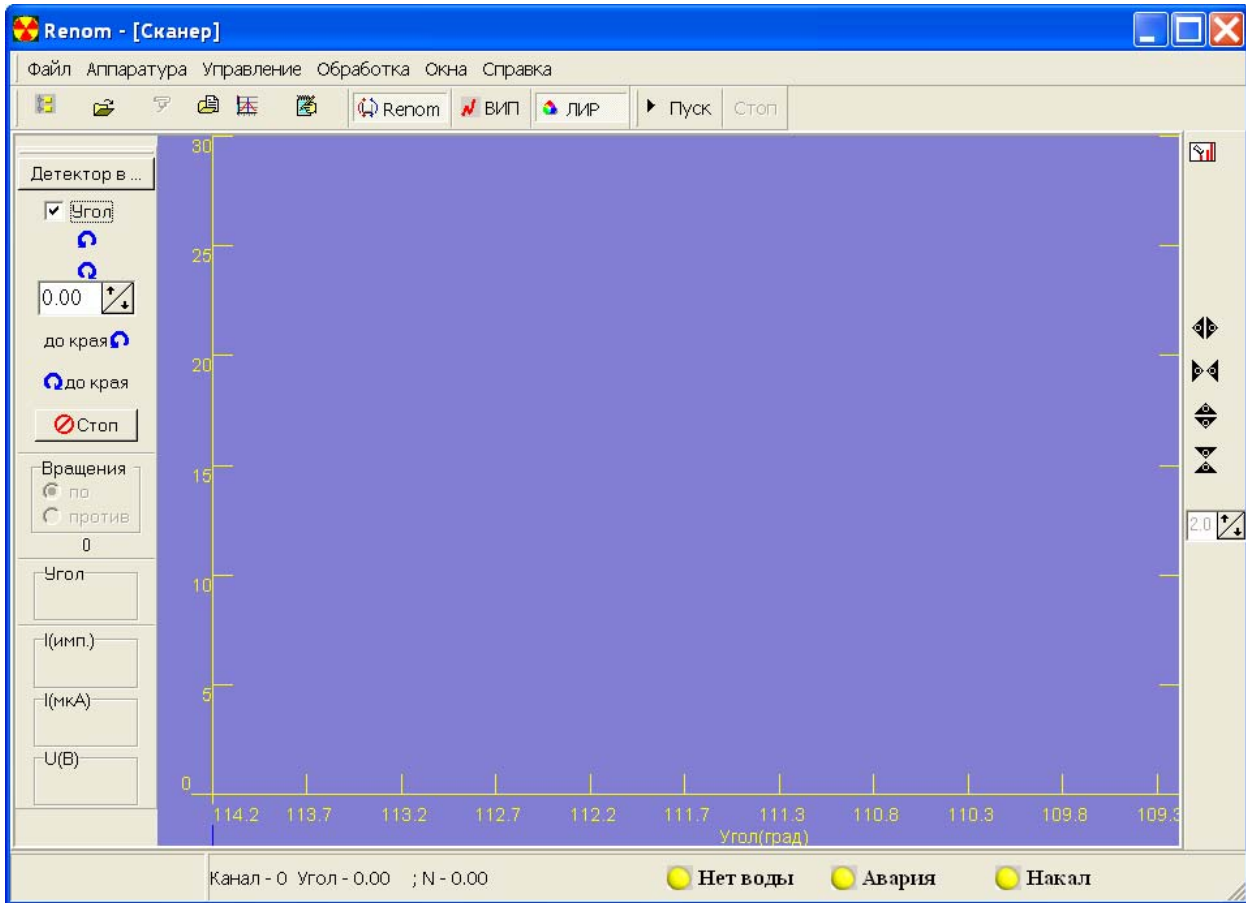


Рис. 3.1. основное окно «Сканер» программы Renom.exe.

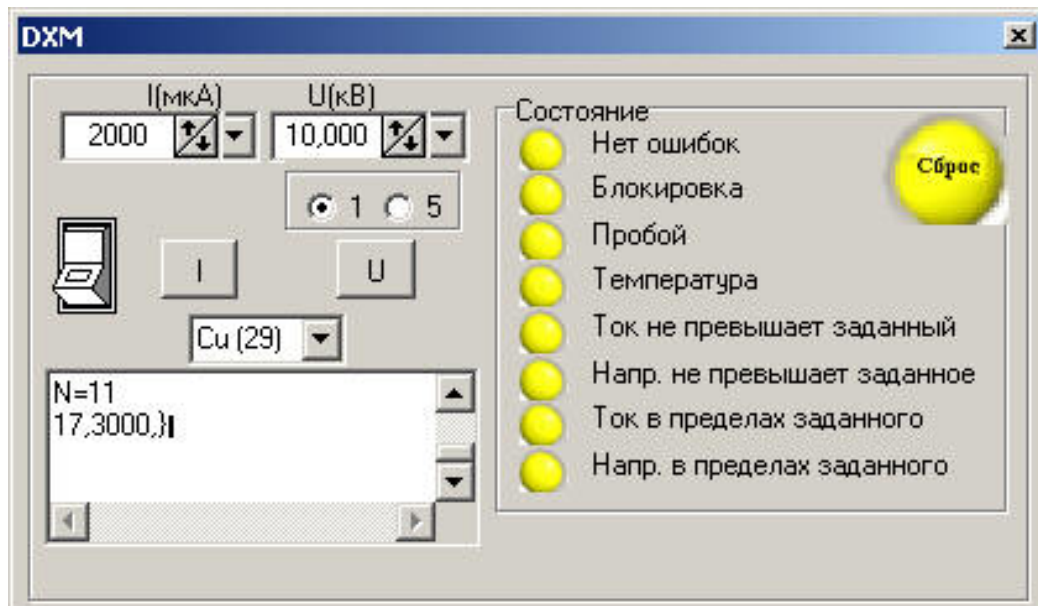


Рис. 3.2. Меню «DXM».

шаг 1 кВ; далее поднимать напряжение последовательно от 25 до 30 кВ с шагом 1 кВ; при этом в каждом из последовательных режимов выдерживать прибор не менее 1 мин. Затем увеличить ток рентгеновской трубки

до 2000 мкА (для работы без фильтра) или до 4800 мкА (для работы с фильтром), набирая значение тока и нажимая кнопку «I». На каждом из этапов изменения напряжения и тока в информационном окне состояния ВИП в меню «DXM» контролировать правильность вносимых параметров.

12. В меню «Управление» программы **Renom.exe** (рис. 3.3) нажать кнопку «Инициализация». **Далее не производить никаких действий, пока не закончится операция инициализации!**

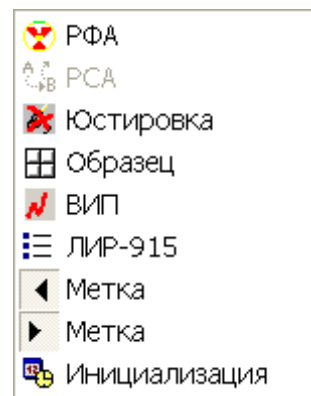


Рис. 3.3. Меню «Управление».

13. Вызвать подменю «РФА» (рис. 3.4). Нажимая на кнопку «Вниз» подвести детектор РФА на максимально близкое положение от исследуемого образца.

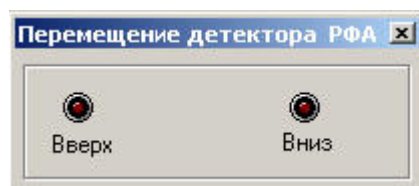


Рис. 3.4. Подменю РФА.

14. Произвести юстировку образца в соответствии с выбранной задачей.

2.2. Юстировка образцов

Юстировка образца заключается в следующем.

1. Исследуемый образец необходимо установить так, чтобы его плоскость лежала перпендикулярно оптической оси рентгеновского пучка (см. рис. 3.5). Для этого необходимо вызвать из меню «Управление» окно «Образец» (см. рис. 3.6). С помощью кнопок этого окна повернуть юстировочный столик так, чтобы поверхность образца была направлена перпендикулярно навстречу рентгеновскому пучку. В окне ввести малый угол, выбрать направление поворота (по или против часовой стрелки). Нажать кнопку «Пуск». При этом образец повернется на этот угол в заданном направлении. Для завершения операции нажать кнопку «Стоп».
2. Вызвать из меню «Управление» окно «Юстировка» (рис. 3.7). Включить тумблер «Указатель» и убедиться, что лазерные лучи попадают в центр образца. Включить микроскоп на панели основного окна программы, в результате чего появится окно микроскопа, в котором видна поверхность

образца со светящимися лазерными указателями (см. рис. 3.8). Можно подсветить поверхность образца, включив в окне «Микроскоп» тумблер «Подсветка» или в окне «Юстировка» тумблер «Осветитель». Винтом вертикальной подвижки добиться наилучшего совмещения лучей лазерных указателей на поверхности образца.

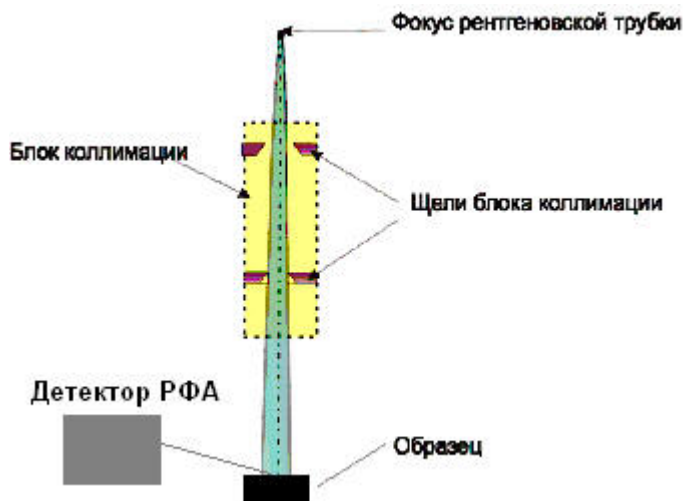


Рис. 3.5. Взаимное расположение образца, пучка рентгеновского излучения и детектора РФА.

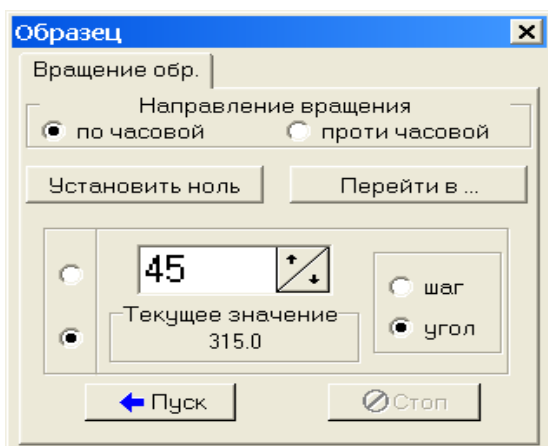


Рис. 3.6. Окно «Образец».

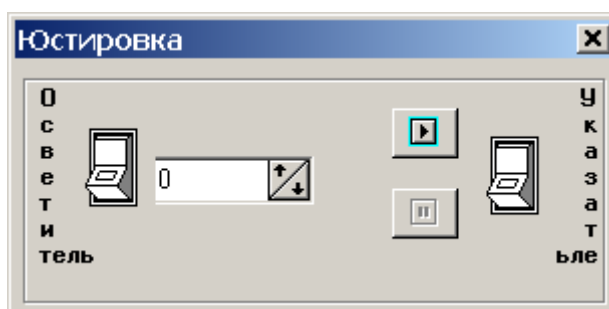


Рис. 3.7. Окно «Юстировка».

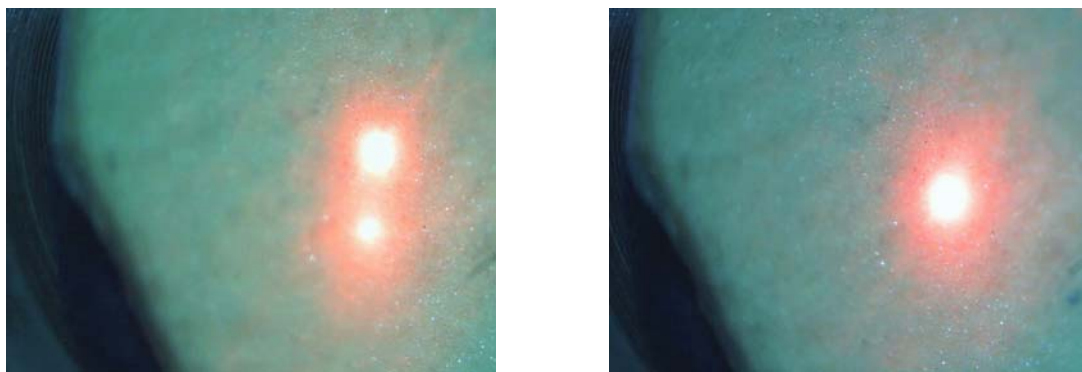


Рис. 3.8. Плоскость образца (слева) выше или ниже оси вращения; (справа) на оси вращения.

2.3. Выбор участков поверхности образца для проведения РФА

1. Вместе с преподавателем осторожно вынуть свинцовую заглушку из системы коллимации рентгеновского пучка. С помощью люминофора убедиться, что пучок рентгеновского излучения попадает на поверхность образца. Винтами перемещения щелей установить их максимальный размер. Отрегулировать верхние (первые по ходу рентгеновского пучка) щели таким образом, чтобы центр пучка совпадал с точкой лазерных указателей (Рис. 3.9.) и был симметричен относительно центра экрана в ловушке прошедшего пучка. При этом допускается также использовать винты перемещений рентгеновской трубки.



Рис. 3.9. Включен генератор рентгеновского излучения.

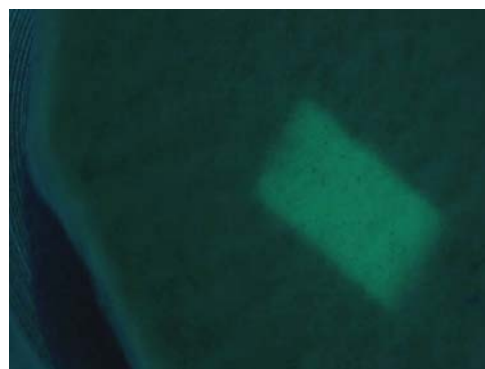


Рис. 3.10. Выбор участка.

2. Выбор участков для проведения РФА. Нижними щелями блока коллимации выбрать оптимальный (зависит от поставленной задачи) для измерений размер засвечиваемой области на флуоресцентном экране. Винтами перемещений юстировочного столика можно выбрать участок, анализ которого нужно произвести, рис. 3.10. Размер участка выбирается предварительно, проекцией на люминофоре относительно пятна лазерных указателей, затем выбор происходит только с помощью указателей.
3. Тумблером «Указатель» в окне «Юстировка» выключить юстировочные лазеры. Погасить окно «Юстировка». Погасить «Микроскоп». На этом юстировка образца считается законченной.
4. Произвести регистрацию спектра вторичного флуоресцентного излучения полупроводниковым детектором.

3. Получение рентгенофлуоресцентного спектра (спектра вторичного флуоресцентного излучения) исследуемых образцов

Задача исследования – рентгенофлуоресцентный анализ многокомпонентных образцов и определение их химического состава. Для этого производится запуск программы SmartXRF. Общий вид появившегося окна показан на рис. 3.11.

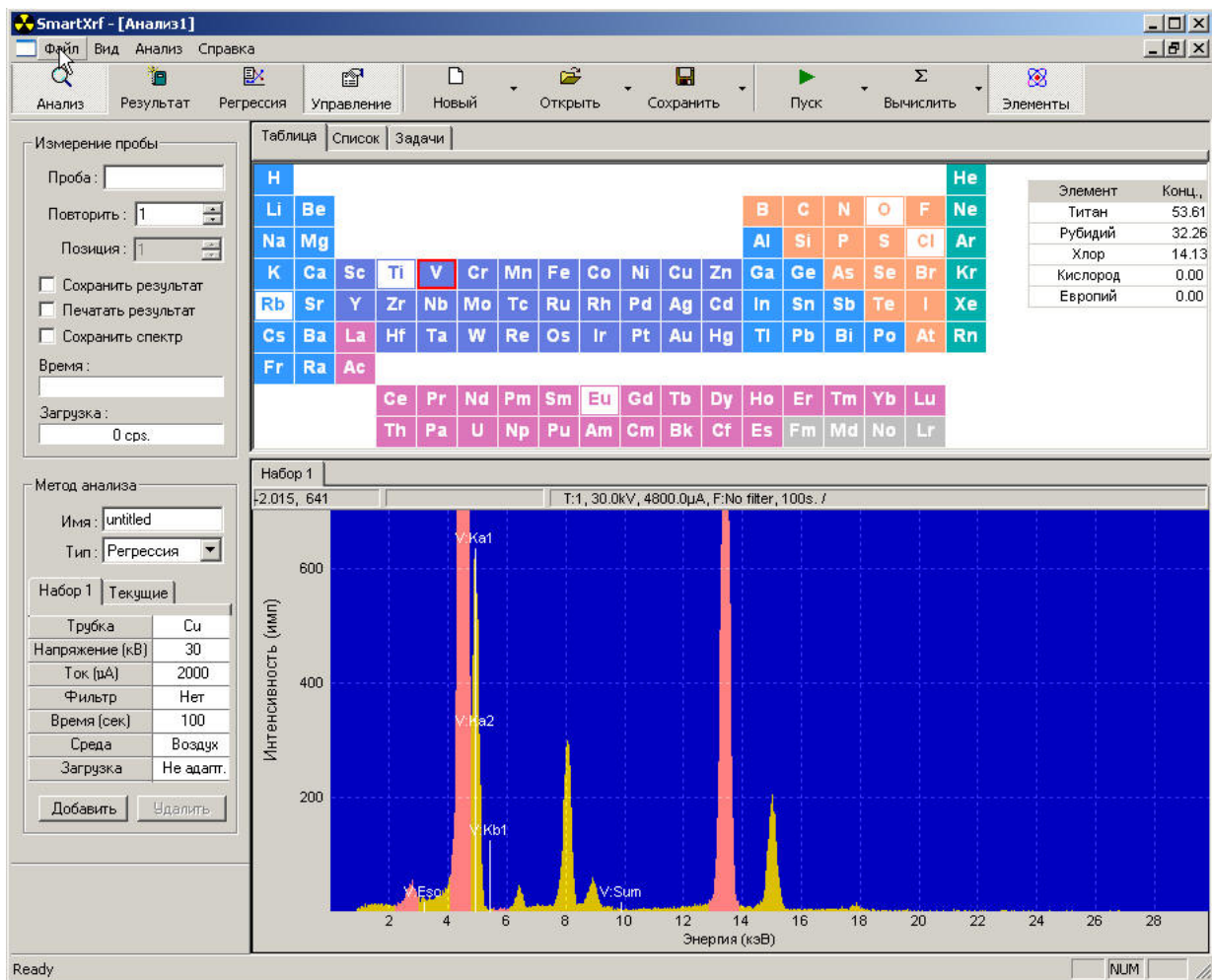


Рис. 3.11. Общий вид программы SmartXRF.

3.1. Условия проведения эксперимента

1. Установить значение силы тока 2000 мкА.
2. Установить значение напряжения на рентгеновской трубке 30 кэВ.
3. Задать время измерения.

3.2. Порядок выполнения работы

1. В программе SmartXRF задать параметры проведения эксперимента.
 - а) Кнопкой «Новый» главной панели управления стереть предыдущий спектр.
 - б) В окне «Управление» в верхней части «Измерение пробы» ввести имя спектра, количество повторов, поставить галочки в позициях «Сохранить результат», «Сохранить спектр».
 - в) В нижней части «Метод анализа» окна «Управление» ввести имя спектра, тип, параметры работы прибора: напряжение 30 кэВ, силу тока 2000 мкА, информацию о наличии фильтра, время измерения, среду.
2. Кнопкой «Пуск» на главной панели управления запустить процесс измерения спектра.

3. В процессе измерения на экране в окне программы SmartXRF наблюдается формирование рентгенофлуоресцентного спектра (см. рис. 3.12).

В строке *Время* можно контролировать, сколько прошло времени от начала измерения текущего повтора. В строке *Повторить* – сколько осталось повторов. Лево́й кнопкой мыши и колесиком можно менять графический масштаб спектра на экране. Цифры в верхней части рабочего окна под надписью «набор» показывают точное значение установленного положения курсора (белая стрелочка) и соответствующее этому положению энергию и интенсивность счета. В этой же строке указано имя спектра.

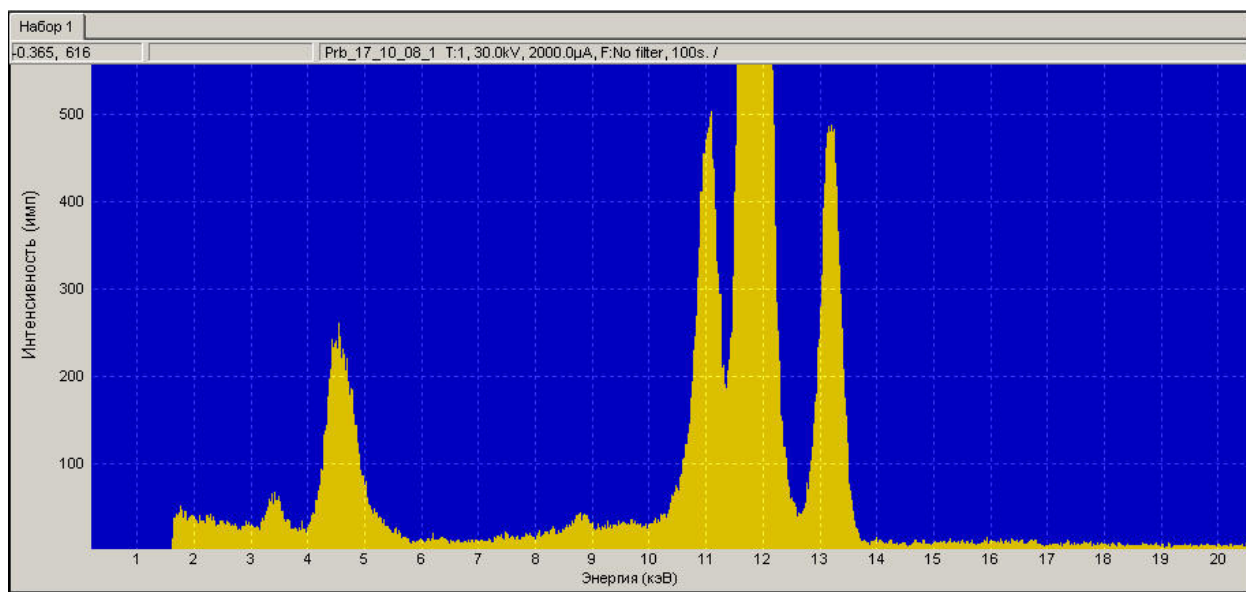


Рис. 3.12. Окно программы SmartXRF во время набора рентгенофлуоресцентного спектра.

4. По окончании измерения строка *Время* перестает меняться.
5. Запись спектра в базу данных программы SmartXRF происходит автоматически, если в окне «Управление» в позициях «Сохранить результат», «Сохранить спектр» стоят галочки.
6. Запись спектра в нужную папку производится с помощью пункта «Файл» главного меню, в котором надо выбрать пункт «Экспорт». В результате полученный спектр будет экспортирован по нужному адресу.
7. Для извлечения спектра не из базы данных программы SmartXRF необходимо выбрать пункт «Импорт» в меню «Файл». Далее выбрать нужный спектр и открыть его. В результате произойдет импортирование спектра в рабочее окно программы.
8. По окончании съемки рентгенофлуоресцентного спектра либо перейти к установке и юстировке другого образца (см. п. III.2), либо выключить прибор СУР-01 «Реном». В случае выключения прибора сначала выключить высоковольтный источник питания с помощью тумблера в окне «DXM» в программе «Реном», при этом погаснет красный светодиод блока индикации на передней панели прибора и красная лампа индика-

ции высокого напряжения, стоящая на блоке бесперебойного питания. Затем отключить охлаждение, в результате на блоке индикации загорится красный светодиод отсутствия водяного охлаждения. И, наконец, выключить прибор тумблером на правой панели прибора. Открыть переднюю дверцу и поставить свинцовую заглушку в блок коллимации. Снять держатель с образцом, вытащить образец из держателя и убрать его. Выйти из программы **Renom.exe** и перейти к обработке полученных спектров в программе **SmartXRF**.

IV. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработка результатов, полученных в процессе съемки рентгенофлуоресцентных спектров исследуемых образцов (см. п. III.3) с целью проведения рентгенофлуоресцентного анализа и определения элементного состава исследуемых образцов, проводится с помощью программы SmartXRF.

Программа SmartXRF разработана для энергодисперсионных рентгеноспектральных анализаторов. Программа позволяет проводить качественный и количественный анализ химических элементов от Na до U⁹² в диапазоне концентраций от ppm до 100%. Для вычисления концентрации используются методы регрессии, фундаментальных параметров и альфа-коррекции.

1. Описание программы SmartXRF

1.1. Работа со спектром

Включите для исследования спектров окно «Анализ» кнопкой *Анализ* на главной панели управления. Со спектром можно производить следующие операции:

- Набор спектра.
- Загрузка спектра.
- Сохранение спектра.
- Изменение масштаба.
- Идентификация пиков. (Качественный анализ)
- Выделение области.
- Удаление дополнительных объектов на спектре.
- Копирование спектров в другие программы.

Загрузить спектр

Откройте диалоговое окно «Выбор спектра» на панели управления окна «Анализ» кнопкой «Открыть спектр». В этом окне поле спектра аналогично области спектра окна «Анализ». Вы можете найти в базе данных нужный спектр, предварительно его просмотреть и загрузить в главную программу.

В нижней части диалогового окна находится список спектров, ранее сохраненных в базе данных. При перемещении по списку соответствующий спектр отображается в графическом окне.

- Выберите имя нужного спектра из списка щелчком мыши. Выбранный спектр отобразится в поле спектра диалогового окна.
- Загрузите спектр в окно «Анализ» кнопкой «Спектр», если Вам нужен спектр в виде закрашенного графика, окно «Открыть спектр» закроется.
- Загрузите спектр в окно «Анализ» кнопкой «Оверлей», если Вам нужен спектр в виде контура, окно «Открыть спектр» закроется.

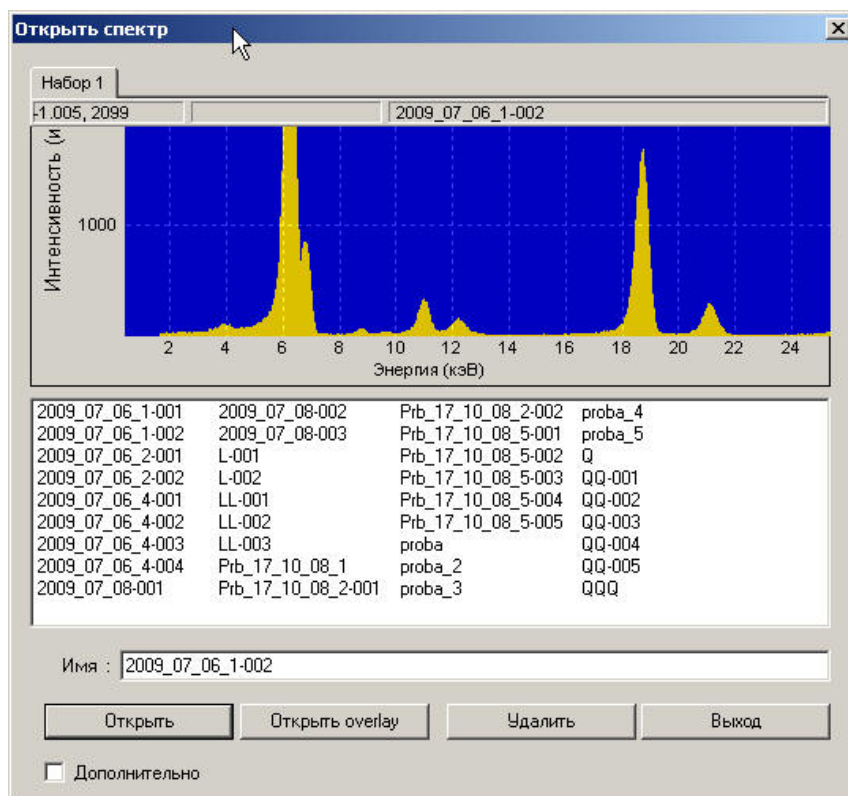


Рис.4.1. Диалоговое окно «Выбор спектра».

- Нажмите кнопку «Удалить», если Вам нужно удалить спектр из списка и базы данных, окно «Открыть спектр» закроется.
- Нажмите кнопку «Выход», если Вам нужно закрыть окно.

Сохранить спектр

Сохраните набранный спектр в базе данных кнопкой *Сохранить спектр* на панели управления окна «Анализ». Спектр сохраняется с именем, указанным в поле *Проба* Окна управления. Если имя не задано, программа выдаст предупреждение. Введите имя и вновь нажмите кнопку.

Установите в Окне управления флажок *Сохранить спектр* для автоматического сохранения спектра после набора. Спектр сохраняется с именем, указанным в поле *Проба* Окна управления.

Изменить масштаб

Изменить масштаб по вертикали - в любой точке спектра нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши вверх или вниз.

Изменить масштаб по горизонтали – подведите курсор мыши к интересующей Вас области спектра, щелкните левой клавишей мыши и вращайте колесико мыши. При вращении колеса к себе спектр растягивается, при вращении от себя – сжимается.

Операции по изменению масштаба можно провести, воспользовавшись контекстным меню спектра. Оно вызывается щелчком правой кнопки мыши в любой области спектра и имеет вид:

- *Авто масштаб (0)* – устанавливает оптимальный масштаб по осям координат для наилучшего и полного его изображения;
- *Авто масштаб X* – устанавливает оптимальный масштаб только по энергии;
- *Авто масштаб Y* – устанавливает оптимальный масштаб только по интенсивности;
- *Растянуть по X* – уменьшает масштаб по энергии для подробного изучения спектра;
- *Растянуть по Y* – уменьшает масштаб по интенсивности в два раза;
- *Сжать по X* – увеличивает масштаб по оси энергии;
- *Сжать по Y* – увеличивает масштаб по оси интенсивности.
- *Логарифм* – спектр изображается в логарифмическом масштабе.
- *Биполярный* – разбивает область спектра на два симметричных поля.

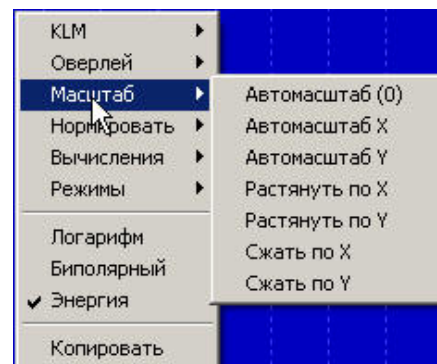


Рис. 4.2.

Идентификация элементов. Качественный анализ

Программа предоставляет возможность автоматической идентификации элементов, характеристические рентгеновские линии которых содержатся в текущем спектре.

Кнопка *Поиск пиков* автоматически определяет пики и передает список найденных элементов в таблицу элементов.

Некоторым пикам могут соответствовать несколько элементов. Чтобы сделать вывод, какому элементу принадлежит данный пик, надо воспользоваться KLM-маркером.

Далее:

- Вызовите контекстное меню спектра правой клавишей мыши и выберите пункт «Добавить» с подпунктом «KLM». На спектре появятся KLM-маркеры.
- Перемещайте KLM-маркеры до совмещения с интересующим пиком. При совпадении маркера с пиком можно судить о наличии соответствующего элемента в пробе. При этом должны совпасть с пиками все линии серии и относительные интенсивности пиков должны быть приблизительно такими же, как у KLM-маркеров.

Переместить KLM-маркер можно следующим образом:

- Совместите курсор мыши на спектре с линией KLM-маркера (при этом линия становится голубой).
- Нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши влево или вправо.

Выделение области

Для расчета интенсивности какой-либо аналитической линии или произвольной области спектра нужно установить границы этой области.

Для этого в таблице элементов введите символ соответствующего элемента. На спектре появится область, соответствующая аналитической линии данного элемента. Оператор может перемещать эту область на спектре и изменять положение ее границ.

Переместить выделенную область на спектре можно следующим образом:

- Укажите на выделенную область курсором мыши – область станет ярче.
- Нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши влево или вправо.

Для перемещения границы области:

- Совместите курсор мыши с границей области – появится голубая черта.
- Нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши влево или вправо.

Изменение оператором границ области на спектре отображается в таблице «Элементы» в полях «Левый край» и «Правый край». Соответственно, изменение данных в полях «Левый край» и «Правый край» отображается на графике спектра – границы области перемещаются.

Удаление дополнительных объектов на спектре

Для удаления объекта (KLM-маркеры, оверлеи, области):

- укажите объект курсором мыши – он станет ярче;
- вызовите контекстное меню спектра щелчком правой клавиши мыши в любой области спектра и выберите пункт «Удалить» или «Удалить все»;
- или: нажмите клавишу *Delete* на клавиатуре.

Копирование спектра в другие программы

Включите контекстное меню спектра и выберите пункт «Копировать». Изображение спектра копируется в буфер обмена (Clipboard). Из буфера обмена изображение спектра можно вставить в другие программы (Word, Excel и т. д.).

1.2. Методы анализа

Вы можете использовать один из трех методов анализа. Это Регрессия, Альфа-коррекция и Фундаментальные параметры.

1.2.1. Метод Регрессии

Метод регрессии состоит в вычислении зависимости между интенсивностью аналитической линии и концентрацией определяемого элемента. В общем виде зависимость можно представить в виде уравнения:

$$C_i = A_{0i} + \sum_{j=1}^n A_{1j} * I_j + I_i * \sum_{j=1}^n A_{2j} * I_j,$$

где

- C_i – концентрация определяемого элемента,
- A_{0i} – фон для определяемого элемента,
- A_{1i} – линейные коэффициенты для влияющих элементов,
- A_{2i} – квадратичные коэффициенты для влияющих элементов,
- I_i – интенсивность определяемого элемента,
- I_j – интенсивность влияющего элемента,
- n – количество элементов.

При этом учитывается воздействие других элементов, находящихся в пробе и оказывающих какое-либо влияние на эту интенсивность. Метод подразумевает наличие достаточного количества стандартных образцов, имеющих аттестованные значения элементов, которые могут присутствовать в пробе. Число стандартных образцов должно быть не менее $(2k+1)$, где k – количество коэффициентов регрессии для определяемого элемента.

1.2.2. Метод Альфа-коррекции

Метод Альфа-коррекции – это разновидность метода фундаментальных параметров, но для повышения точности анализа используется один или несколько стандартных образцов. Коэффициенты межэлементного влияния вычисляются теоретически. Для создания *метода Альфа-коррекции* необходимо измерить хотя бы один стандартный образец и провести для него вычисление интенсивностей характеристических рентгеновских линий определяемых элементов.

1.2.3. Метод Фундаментальных параметров

Метод фундаментальных параметров не требует предварительной градуировки и, соответственно, совсем не нужны стандартные образцы. Для анализа этим методом нужно указать:

- режимы измерений,
- перечислить все элементы, присутствующие в пробе,
- задать области расчета интенсивностей для них.

Расчет концентраций проводится после измерения спектра согласно общим (фундаментальным) принципам рентгеноспектрального анализа. Для получения лучших результатов рекомендуется установить в таблице элементов способ вычисления площади «Чистая». Особое внимание нужно обратить на то, чтобы расчет проводился только по элементам, пики которых присутствуют в спектре. Поэтому, если режимы измерения выбраны неверно, результат анализа будет вычислен с очень большой ошибкой.

1.2.4. Создание регрессионного метода расчета концентраций

Порядок создания регрессионного метода расчета концентраций.

1. Откройте окно «Анализ» (кнопка *Анализ* на главной панели управления).
2. Подберите режимы проведения измерения стандартных образцов, охватывающие весь диапазон концентраций определяемых элементов.
3. Наберите спектр одного стандартного образца.
4. В таблице «Элементы» окна «Анализ» введите определяемые и влияющие элементы. Программа определит для них аналитические линии. Автоматически задается область, соответствующая $K\alpha_1$ - или $L\alpha_1$ -линии, но для анализа может быть использована любая другая линия характеристического спектра. При необходимости отредактируйте области аналитических линий. Рекомендуется выбирать линию, достаточно интенсивную и на которую не накладываются линий других элементов. Ширину области рекомендуется устанавливать равной ширине пика на полувысоте.
5. Проведите измерения стандартных образцов с сохранением их спектров.
6. Кнопкой *Регрессия* на главной панели управления переключитесь на окно «Регрессия».
7. На панели управления окна «Регрессия» нажмите кнопку *Новый метод*.
8. Занесите имена стандартных образцов в таблицу «Стандарты». Это можно сделать вручную или с помощью кнопки *Выбрать стандарты* на панели управления окна «Регрессия». Откроется окно «Выбор спектров». Отметьте имена спектров стандартных образцов и нажмите кнопку «Спектр». Можно отметить несколько спектров за один раз, используя клавиши Ctrl и Shift и нажимая их одновременно с левой клавишей мыши.
9. В таблице «Стандарты» введите концентрации химических элементов для каждого образца. Для этого установите вид данных «Концентрация» на панели управления окна «Регрессия».
10. Вычислите интенсивности аналитических линий элементов, нажав кнопку *Вычислить интенсивности* на панели управления окна «Регрессия». Они автоматически заносятся в таблицу «Стандарты». Их можно просмотреть, выбрав вид данных «Интенсивность». Можно внести значение интенсивности вручную.
11. Выберите с помощью переключателя данных вид «Вес» и введите в таблицу стандартов весовой коэффициент достоверности значения концентраций элементов для каждого образца. Весовой коэффициент может от 0 до 1.

12. В таблице «*Коэффициенты*» автоматически отмечены линейные коэффициенты для всех элементов. Дополнительные линейные коэффициенты и квадратичные коэффициенты, если это необходимо, отмечает оператор. Для этого в таблице поместите курсор мыши в соответствующую графу и нажмите правую клавишу мыши. В этой графе появятся нули красного цвета. Для отмены коэффициента еще раз щелкните на нем правой клавишей мыши.

Как правило, линейный коэффициент влияющих элементов используют для учета наложения пиков и изменения фона, квадратичный – для учета поглощения и межэлементного возбуждения.

Например:

Вы определяете в пробе Ni и Cu, при этом линия Ni накладывается на линию Cu.

В таблице «*Линейный коэффициент*» Вы должны отметить коэффициент, который будет учитывать наложение Ni на Cu. Это графа, которая находится на пересечении строки Cu (определяемый элемент) и колонки Ni (влияющий элемент).

Вы определяете небольшое количество Cr в Fe, при этом характеристическое излучение Fe дополнительно возбуждает Cr.

В таблице «*Линейный коэффициент*» Вы должны отметить коэффициент, который будет учитывать этот фактор. Это графа, которая находится на пересечении строки Cr (определяемый элемент) и колонки Fe (влияющий элемент).

Вы определяете Cu в Al в большом диапазоне концентраций. При резком увеличении концентрации Cu в образце интенсивность увеличивается незначительно, так как сказывается поглощение характеристического излучения Cu самой Cu (самопоглощение).

В таблице «*Квадратичный коэффициент*» Вы должны отметить коэффициент, который будет учитывать этот фактор. Это графа, которая находится на пересечении строки Cu (определяемый элемент) и колонки Cu (влияющий элемент).

Можно отметить все коэффициенты, а после расчета отменить коэффициенты, значения которых близки к нулю. После этого необходимо сделать еще раз расчет коэффициентов.

13. Нажмите кнопку *Вычислить коэффициенты* на панели управления окна «*Регрессия*». Производится расчет коэффициентов. Таблица коэффициентов заполняется полученными значениями. В поле графиков выводятся графики регрессии, корреляции и отклонений. Графики представлены для элемента выбранного в таблице «*Стандарты*». Для выбора элемента дважды щелкните левой клавишей мыши в соответствующей графе.

14. В таблицу «*Стандарты*» окна «*Регрессия*» выводятся, рассчитанные по полученным регрессионным уравнениям, концентрации химических элементов и разности между заданными и расчетными концентрациями. Их можно просмотреть, используя переключатель «*Данные*» на панели управления окна «*Регрессия*».

15. Проанализируйте полученные результаты: среднее квадратичное отклонение, разность между заданной концентрацией и расчетной, графики регрессии, корреляции и отклонения. Если результаты не удовлетворительные, можно отредактировать данные по стандартным образцам или сами коэффициенты. Сделайте расчет еще раз, нажав кнопку *Вычислить коэффициенты*.
16. Для повторного использования сохраните метод анализа. Для этого в окне управления введите имя метода в поле *«Имя»* и выберите тип расчета *Регрессия*. На главной панели управления нажмите кнопку *Сохранить метод*.

1.2.5. Создание метода Альфа-коррекции

В том случае, когда нет достаточного количества стандартных образцов и невозможно провести градуировку регрессионным методом, можно использовать метод Альфа-коррекции.

Порядок создания метода Альфа-коррекции следующий.

1. Откройте окно *«Анализ»* (кнопка *Анализ* на главной панели управления).
2. Подберите и наберите спектр стандартного образца, химический состав которого наиболее соответствует химическому составу пробы.
3. Сохраните спектр в базе.
4. Введите в таблицу *«Элементы»* обозначения всех химических элементов, пики которых есть на спектре. Программа определит для них аналитические линии. Автоматически задается область, соответствующая $K\alpha_1$ - или $L\alpha_1$ -линии, но для анализа может быть использована любая другая линия характеристического спектра. При необходимости отредактируйте области аналитических линий. Рекомендуется выбирать линию, достаточно интенсивную и на которую не накладываются линии других элементов. Ширину области рекомендуется устанавливать равной ширине пика у основания. Для всех элементов в таблице установите способ вычисления площади *«Чистая»*.
5. Откройте окно *«Регрессия»* (кнопка *Регрессия* на главной панели управления).
6. Нажмите кнопку *Новый метод* на панели управления окна *«Регрессия»*. Таблицы готовы к разработке нового метода.
7. В таблицу *«Стандарты»* занесите имя измеренного стандартного образца. Это можно сделать вручную или другим способом: нажмите кнопку *Выбрать стандарты* на панели управления окна *«Регрессия»*, загрузите из открывающегося окна *«Выбор спектра»* набранный ранее спектр стандартного образца.
8. Введите в таблицу *«Стандарты»* значения концентраций определяемых элементов в стандартном образце. Для этого переключите вид данных на панели управления окна *«Регрессия»* в положение *«Концентрация»* и введите данные в таблицу.

9. Нажмите кнопку *Вычисление интенсивностей* на панели управления окна «Регрессия». Рассчитанные значения интенсивностей можно посмотреть в таблице «Стандарты», установив вид данных в положение «Интенсивность».
10. Для повторного использования сохраните метод анализа. Для этого в окне управления введите имя метода в поле «Имя» и выберите тип расчета *Альфа-коррекция*. На главной панели управления нажмите кнопку *Сохранить метод*.

1.2.6. Создание метода Фундаментальных параметров

При отсутствии стандартных образцов, идентичных по своей структуре и химическому составу исследуемым образцам, можно использовать метод Фундаментальных параметров. Погрешность расчета концентраций определяемых элементов этим методом находится на уровне 10 % относительных.

Порядок создания метода Фундаментальных параметров.

1. Откройте окно «Анализ» (кнопка *Анализ* на главной панели управления).
2. Подберите режимы проведения измерения исследуемого образца. При этом важно, чтобы в спектре присутствовали пики характеристического излучения всех химических элементов, входящих в состав пробы.
3. Наберите спектр.
4. Введите в таблицу «Элементы» обозначения всех химических элементов, пики которых есть на спектре. Программа определит для них аналитические линии. Автоматически задается область, соответствующая $K_{\alpha 1}$ - или $L_{\alpha 1}$ -линии, но для анализа может быть использована любая другая линия характеристического спектра. При необходимости отредактируйте области аналитических линий. Рекомендуется выбирать линию, достаточно интенсивную и на которую не накладываются линии других элементов. Ширину области рекомендуется устанавливать равную ширине пика у основания. Для всех элементов в таблице установите способ вычисления площади «Чистая».
5. Для повторного использования сохраните метод анализа. Для этого в окне управления введите имя метода в поле «Имя» и выберите тип расчета *Фунд. парам.* На главной панели управления нажмите кнопку *Сохранить метод*.

1.3. Энергетическая калибровка прибора

Для проведения калибровки энергетической шкалы прибора необходимо набрать спектр образца с известным составом химических элементов. Ввести два элемента, линии К-серий которых видны на спектре, в таблицу элементов. На спектре отредактировать области (переместить их на аналитические линии элементов). После этого нажать кнопку *Калибровка по энергии* на дополнительной панели управления окна «Анализ».

2. Обработка полученных спектров с помощью программы SmartXRF

Для выполнения работы в специальном физическом практикуме рекомендуется производить обработку полученных спектров методом Фундаментальных параметров.

Порядок выполнения работы.

1. Загрузите программу SmartXRF.
2. Включите для исследования спектров окно «Анализ» кнопкой *Анализ* на главной панели управления.
3. Извлеките спектр. Для этого необходимо выбрать пункт «Импорт» в меню «Файл». Далее выбрать нужный спектр и открыть его. В результате произойдет импортирование спектра в рабочее окно программы.
4. Введите в таблицу «Элементы» обозначения всех химических элементов, пики которых есть на спектре. Для этого 2 раза щелкнете левой кнопкой мыши на соответствующих элементах. Программа определит для них аналитические линии. На спектре розовым цветом выделяются области, соответствующие этому элементу и появляются KLM-маркеры этого элемента. Таким образом, автоматически задается область, соответствующая $K_{\alpha 1}$ -или $L_{\alpha 1}$ -линии.
5. Если нет предварительной информации о том, какие элементы находятся в образце, то в меню «Анализ» выберете пункт «Поиск пиков». Программа автоматически найдет пики и внесет в таблицу «Элементы» названия соответствующих элементов.
6. Некоторым пикам могут соответствовать несколько элементов. Чтобы сделать вывод, какому элементу принадлежит данный пик, надо воспользоваться KLM-маркером. Вызовите контекстное меню спектра правой клавишей мыши и выберите пункт «Добавить» с подпунктом «KLM». На спектре появятся KLM-маркеры. Перемещайте KLM-маркеры до совмещения с интересующим пиком. При совпадении маркера с пиком можно судить о наличии соответствующего элемента в пробе. При этом должны совпасть с пиками все линии серии и относительные интенсивности пиков должны быть приблизительно такими же, как у KLM-маркеров.
7. Для анализа может быть использована любая другая линия характеристического спектра. При необходимости отредактируйте области аналитических линий. Для этого нужно установить границы области.

В таблице элементов введите символ соответствующего элемента. На спектре появится область, соответствующая аналитической линии данного элемента. Оператор может перемещать эту область на спектре и изменять положение ее границ. Для этого нужно 2 раза щелкнуть левой клавишей мыши на выделенной области, она станет ярче. Нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши влево или вправо. Или можно отдельно перемещать левую и правую границы области. Совместите курсор мыши с границей области – появится голубая черта. Нажмите левую клавишу мыши и, удерживая ее, переместите курсор мыши влево или вправо.

Рекомендуется выбирать линию, достаточно интенсивную и на которую не накладываются линии других элементов. Ширину области рекомендуется устанавливать равную ширине пика у основания.

Для анализа в таблицу «Элементы» необходимо внести все элементы, пики которых есть в спектре. Области анализируемых линий должны быть отредактированы для каждого элемента.

8. Для всех элементов в таблице установите способ вычисления площади «Чистая».
9. Для вычисления концентраций на главной панели управления нажмите кнопку «Вычислить». В результате в таблице «Элементы» появится информация о концентрации соответствующих элементах в образце (Рис.4.3.).

Элемент	Конц., %	Инт., cps
Калий	34.57	82.74
Бром	65.43	1089.41

Рис.4.3. Рассчитанные концентрации элементов.

10. Составьте отчет о проделанной работе.

3. Оформление результатов работы

Оформление результатов работы необходимо проводить в текстовом редакторе Microsoft Word, который желательно запустить с началом обработки рентгенофлуоресцентного спектра программой **SmartXRF**.

Создаваемый файл отчета должен содержать в себе фамилию, имя и отчество студента, название задачи, название основных этапов работы. В процессе работы на каждом из этапов необходимо перенести содержимое графических и текстовых окон, содержащих значимую информацию в файл отчета: спектр, таблицу элементов с рассчитанными концентрациями.

В конце работы сформулировать основной результат.

4. Пример отчета

Отчет по специальному физическому практикуму:
«Рентгеновский флуоресцентный анализ»

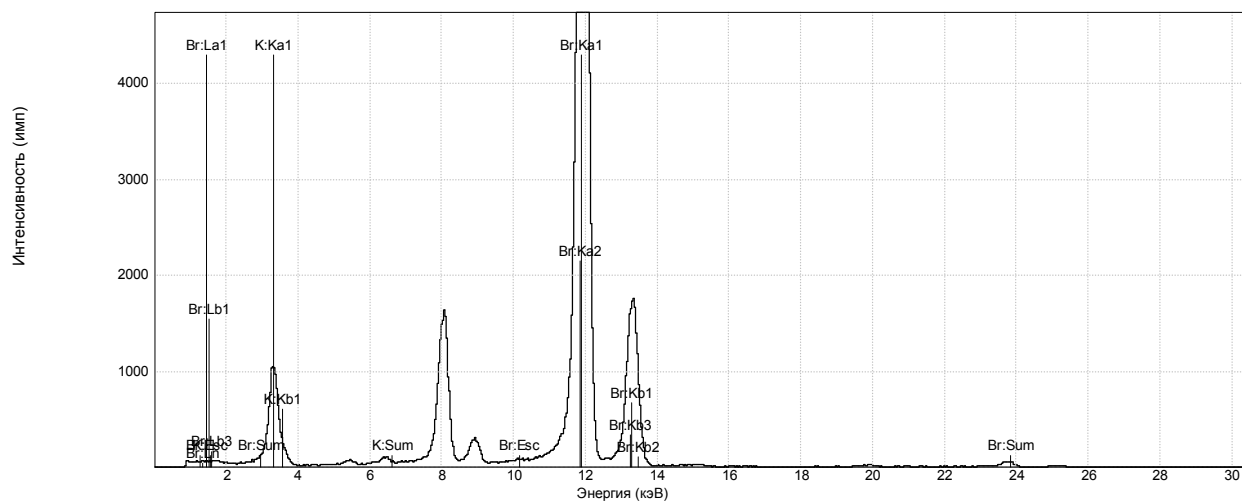
Иванов Федор Степанович
Группа 408

Образец №1

Таблица элементов

Элемент	Концентрация, %	Интенсивность, cps
Калий	33,31	137.06
Бром	66,69	1709.74

Спектр



ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ ТЕРМИНЫ

В данном разделе приводится объяснение специальных терминов, применяемых при работе с рентгеноспектральными анализаторами и используемых в настоящем описании задачи.

Качественный анализ – обнаружение (идентификация) элементов в анализируемом образце.

Количественный анализ – определение содержания элементов в анализируемом образце.

Полуколичественный анализ – приблизительное определение содержания элементов в анализируемом образце. Относительная погрешность анализа составляет 10–20%. Программы полуколичественного (приближенного количественного) анализа позволяют выполнять исследования полностью неизвестных образцов без предварительной калибровки прибора. Это может быть полезно в случаях, когда соответствующая калибровка трудна или невозможна. Эти программы могут также служить средствами быстрого исследования анализируемого образца.

Проба – часть исследуемого образца, которая помещается в рентгеноспектральный прибор для проведения анализа химического состава. Проба должна быть правильно отобрана, чтобы наиболее точно отражать состав исследуемого образца. Может потребоваться предварительная подготовка пробы по специальным методикам для уменьшения эффекта влияния матрицы и геометрии пробы.

Содержание элемента – значение массовой доли определяемого элемента, выраженное в % или производных от них единицах (ppm–0.0001%). Термин принят для обозначения химического состава твердых и порошковых проб.

Концентрация элемента – значение массовой доли определяемого элемента в объеме раствора: г/литр, г/см³ и др. Термин принят для обозначения химического состава жидких проб и пульпы.

Метод анализа – набор команд прибору и программе расчета. Метод анализа содержит режимы измерения, калибровочные кривые и список действий по сохранению и печати результатов измерения пробы. Метод анализа создается квалифицированным специалистом. В дальнейшем этот метод может использоваться любым оператором для автоматического проведения измерений и вычислений и сохранения результатов анализа.

Режимы набора спектра – это набор параметров измерения спектра пробы: номер рентгеновской трубки, значения высокого напряжения и анодного тока рентгеновской трубки, при необходимости – фильтр первичного излучения и время проведения измерения. Режимы набора спектра устанавливаются оператором.

Рентгеновская трубка – вакуумный прибор для генерации рентгеновского излучения. Характеристиками рентгеновской трубки являются: материал, из которого сделан анод, напряжение на аноде, ток анода (ток эмиссии) и толщина окна, через которое выходит рентгеновское излучение.

Фильтр первичного излучения – это тонкая пластинка из определенного элемента определенной толщины. Используется для изменения формы первичного спектра рентгеновской трубки и оптимизации возбуждения характеристического излучения элементов в пробе.

Вторичная мишень – вариант облучения пробы не напрямую, а через промежуточную мишень. При использовании вторичной мишени на пробу попадает излучение не от рентгеновской трубки, а характеристическое излучение элементов, присутствующих во вторичной мишени. При этом уменьшается диапазон исследуемых элементов, но значительно возрастает контрастность пиков. Эта особенность использования вторичной мишени позволяет проводить определение малого содержания исследуемых элементов.

Градуировка – установление зависимости между концентрациями и интенсивностями при заданных режимах измерения, или установление зависимости содержания определяемого элемента от интенсивности его аналитической линии и линий других элементов в пробе.

Градуировочный образец – образец, используемый для проведения градуировки. По структуре и химическому составу градуировочный образец близок к возможным исследуемым образцам и имеет аттестованные значения определяемых элементов.

Задание – набор параметров, которые должен указать оператор для проведения измерений и расчетов: имя пробы, метода анализа, положение пробы на пробоподающем устройстве, количество повторений измерений данной пробы. В задании указывается необходимость проведения расчета или сохранения результата, сохранения спектра, печати результатов.

Спектр – графическое представление зависимости количества набранных импульсов от энергии зарегистрированных рентгеновских квантов. Изображается в виде гистограммы.

Оверлей – спектр, нарисованный в виде контура по внешним его границам.

KLM-маркер – идентификатор энергии К, L, М серий элемента на графике спектра. Он состоит из набора вертикальных линий различной высоты. Высота линий соответствует относительным интенсивностям линий характеристического излучения в К, L или М серии данного элемента. *KLM*-маркер содержит информацию о том, какому элементу принадлежит данная энергия и какой спектральной линии она соответствует ($K\alpha_1$, $K\beta_1$, $L\alpha_1$, $M\alpha_1$ и т.д.). Если *KLM*-маркер совпадает с пиком на графике спектра то можно, как правило, говорить о наличии данного элемента в пробе (качественный анализ).

ROI (region of interest) – область спектра, которая выделяется по шкале энергии. Эта часть спектра предназначается для расчета интенсивности аналитических линий.

Интенсивность – количество импульсов в выделенной области на графике спектра.

Скорость счета – количество импульсов в секунду для какой-либо точки спектра.

Интегральная скорость счета – количество импульсов в секунду для всей области спектра.

Первичное излучение – излучение, производимое рентгеновской трубкой. Оно предназначено для возбуждения излучения от пробы. Первичное излучение имеет сплошной непрерывный спектр и состоит из тормозного и характеристического излучений.

Характеристическое рентгеновское излучение (ХРИ) – излучение, которое возбуждается в пробе первичным излучением и направляется на детектор для регистрации и анализа. ХРИ имеет линейчатый спектр. Энергии линий этого спектра строго определены для каждого элемента. Относительные интенсивности линий спектра постоянны и приблизительно одинаковы для всех элементов. Например, для К-серии $K\alpha_1 \approx 1$; $K\alpha_2 \approx 0.5$; $K\beta \approx 0.25$.

Тормозное излучение – электромагнитное излучение, которое возникает в рентгеновской трубке при торможении электрона в электромагнитном поле материала анода. Тормозное излучение имеет сплошной спектр с энергией от 0 до энергии, равной напряжению, поданному на трубку. Максимальная интенсивность соответствует энергии, равной 1/3 энергии трубки.

Определяемый элемент – химический элемент, содержание которого определяется в процессе проведения анализа.

Влияющий элемент – химический элемент, содержание которого определять не нужно, но изменение содержания этого элемента в пробе влияет на интенсивность определяемого элемента (эффект матрицы). Это влияние надо учитывать в расчетах. С этой целью влияющие элементы вводятся в градуировки в методе регрессии или в список элементов в методе Фундаментальных Параметров.

Эффект матрицы – процесс избирательного возбуждения и ослабления характеристического рентгеновского излучения исследуемого элемента другими элементами, присутствующими в пробе. Влияние других элементов на интенсивности анализируемого элемента обычно называется **матричными эффектами**. Учитываются следующие эффекты:

- наложения линий других элементов, присутствующих в пробе, с близкой энергией,
- наложения линий рентгеновской трубки,
- эффекты межэлементных взаимодействий,
- эффекты влияния неоднородности образца.

Эффект геометрии пробы – влияние на результат анализа формы образца и его положения относительно рентгеновской трубки и детектора.

База данных – файл, отдельный для каждого типа данных (спектр, метод, результаты и др.), в котором эти данные сохраняются и из которого могут быть извлечены.

ПРИНЯТЫЕ В ТЕКСТЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

КРФА – количественный рентгенофазовый анализ,

РФА – рентгенфлуоресцентный анализ,

РСА – рентгеноструктурный анализ,

СУР – спектрометр универсальный рентгеновский,

БВ – блокировка по воде,

БД – база данных,

БДР – блок детектирования рентгеновский,

БК – блок коллимации,

IBM PC – персональный компьютер,

ПК – программный комплекс,

ЮС – юстировочный стол.

