

Программа
краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных
работников высшей школы по направлению
«Методы диагностики и исследования наноструктур»
на базе учебного курса

«Определение элементного состава веществ методом рентгенофлуоресцентного анализа»

Цель: ознакомление с методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа вещества

Категория слушателей преподаватели и научные сотрудники высшей школы

Срок обучения 36 часов

Форма обучения с частичным отрывом от работы

Режим очных занятий 8 часов в день

Целью данного курса является изучение физических основ метода РФА и его применение в исследовании различных материалов, формирование навыков самостоятельного проведения рентгенофлуоресцентного анализа. Лабораторный практикум по развитию практических навыков работы на современном исследовательском оборудовании проводится с использованием различных экспериментальных образцов.

Требования к уровню освоения учебного курса

Преподаватели должны:

- Знать:
 - Теоретические основы метода рентгенофлуоресцентного анализа;
 - Способы подготовки образцов для исследования;
 - Нормативные документы, регламентирующие процесс проведения измерений;

- Иметь навыки:
 - Сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации о методе рентгеноспектрального флуоресцентного анализа вещества;
 - Включать приобретенные знания о методе РФА в уже имеющуюся систему знаний и применять полученные знания и навыки в самостоятельных методических разработках.

- Иметь представление:
 - О рентгеновском излучении и его свойствах, видах взаимодействия данного излучения с веществом;
 - О принципах построения рентгеновских флуоресцентных спектрометров;
 - Способах подготовки образцов к исследованию;
 - О границах применимости метода РФА;

Научные работники должны:

- Знать:
 - Теоретические основы метода рентгенофлуоресцентного анализа;
 - Теоретические основы процесса рассеяния рентгеновского излучения и протекание процессов ионизации и др.
 - Способы подготовки образцов для исследования;
 - Нормативные документы, регламентирующие процесс проведения измерений;

- Иметь навыки:
 - Сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации о методе рентгеноспектрального флуоресцентного анализа вещества;
 - Включать приобретенные знания о методе РФА в уже имеющуюся систему знаний и применять полученные знания и навыки в самостоятельных методических разработках.

- Иметь представление:
 - О рентгеновском излучении и его свойствах, видах взаимодействия данного излучения с веществом;
 - О принципах построения рентгеновских флуоресцентных спектров;
 - О работе в программах WinXRF и UniQuant;
 - Способах подготовки образцов к исследованию;
 - О границах применимости метода РФА;

Учебный курс «Определение элементного состава веществ методом рентгенофлуоресцентного анализа» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объемом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задачей изучения дистанционной части учебного курса является изучение физических основ флуоресцентного анализа, знакомство с устройством и принципами работы рентгенофлуоресцентных спектрометров. В дистанционной (теоретической) части курса рассмотрены физические основы РФА - спектры испускания лучей, характеристические рентгеновские спектры, закон Мозли, относительные интенсивности линий характеристического рентгеновского спектра, спектры поглощения рентгеновских лучей, взаимодействие рентгеновского излучения с веществом, процесс рассеяния рентгеновского излучения, ионизация, Оже – эффект и выход флуоресценции, флуоресценция; методы регистрации интенсивности рентгеновского спектра - фотографический и ионизационный методы, метод монитора, метод ширины стандартной линии, чувствительность современных методов флуоресцентного анализа, анализ спектров, аппаратура для спектрального анализа - принципы построения рентгеновского флуоресцентного спектрометра и основные узлы спектрометра, рентгеновская трубка, дисперсионное устройство и детекторы рентгеновского излучения на примере рентгенофлуоресцентного спектрометра ARL OPTIM'X. Рассмотрены основные моменты подготовки жидких, твердых, сыпучих проб для рентгенофлуоресцентного анализа, а так же факторы, влияющие на величину ошибки пробоподготовки. В данном курсе изложен принцип качественного анализа элементов и факторы, влияющие на интенсивность флуоресценции, дано краткое описание выполнения сканирования с помощью программы WinXRF и использование метода в исследовании элементного состава металлических, порошкообразных, жидких материалов.

Лекция №1. Введение. Общая характеристика рентгеновского излучения и его свойства. Спектры испускания лучей. Характеристические рентгеновские спектры. Возникновение характеристических спектров. Закон Мозли. Относительные интенсивности линий характеристического рентгеновского спектра. Спектры поглощения рентгеновских лучей. Рассеяние рентгеновских лучей. Рассеяние свободным электроном. Эффект Комптона. Фотоэффект. Явление дифракции.

Лекция №2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Процесс рассеяния рентгеновского излучения. Ионизация. Оже-эффект. Выход флуоресценции. Флуоресценция. Зависимость от энергии возбуждающего рентгеновского излучения относительного числа ионизации К-, L- и M-оболочек атомов.

Лекция №3. Методы рентгенофлуоресцентного анализа - метод монитора, метод ширины стандартной линии, метод адсорбционного анализа, микрорентгеноспектральный анализ. Чувствительность современных методов флуоресцентного анализа.

Лекция №4. Принцип построения рентгеновских флуоресцентных спектрометров. Основные узлы спектрометра. Рентгеновская трубка. Характеристические спектры и выбор анода рентгеновской трубки. Дисперсионное устройство. Выбор кристаллов-анализаторов. Детекторы рентгеновского излучения. Газонаполненные счетчики. Сцинтилляционные счетчики. Дискриминатор импульсов.

Лекция №5. Подготовка образцов для исследования: пробоподготовка твердых образцов, брикетирование и сплавление порошков, методы повышения концентрации жидких проб. Качественный анализ. Графическое сканирование и идентификация скана, пика. Обработка спектров. Знакомство с программой WinXRF, UniQuant.

В лабораторный практикум входит изучение принципа работы и устройства рентгеновского флуоресцентного спектрометра ARL OPTIM'X (Швейцария), подготовка жидких, твердых и сыпучих проб для анализа (измельчение, прессование, шлифование, полировка, фрезерование). В ходе практических занятий будут поставлены следующие задачи: качественное определение элементного состава вещества методом снятия сканов, условия оптимального выбора кристалла, детектора, коллиматора при выполнении сканирования, (определение среднеквадратичного отклонения), определение концентрации элементов в стандартных образцах и неизвестных пробах экспресс-методом.

Методические рекомендации по изучению курса

На дистанционную часть учебного курса отводится 20 часов, а на очную – 16 часов. Организация самостоятельной работы слушателей при работе над дистанционной частью курса предполагает:

- дистанционное общение с преподавателем;
- вопросы-ответы через e-mail, форум, чат и др.

Организация очной работы слушателей предполагает:

- проведение индивидуальных занятий под контролем преподавателя;
- консультации преподавателя;
- работу с дополнительной литературой.

Текущий контроль знаний слушателей осуществляется в форме опроса слушателей на практических занятиях.

Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса находится на сайте www.nanoobr.ru. Для контроля степени освоения теоретической части учебного курса (лекций) используются **тестовые вопросы** для самопроверки и **контрольные вопросы**.

**Тестовые вопросы к курсу
«Определение элементного состава веществ методом рентгенофлуоресцентного анализа»**

1. От каких физических величин зависит спектральная интенсивность тормозного излучения:
 - a) атомного номера материала анода Z ;
 - b) потенциала рентгеновской трубки U ;
 - c) атомного номера материала анода Z , потенциала рентгеновской трубки U , длины волны.
2. Каков диапазон длин волн рентгеновского излучения:
 - a) $0.1 - 100 \text{ \AA}$;
 - b) $100 - 200 \text{ \AA}$;
 - c) $0.01 - 0.1 \text{ \AA}$.
3. Каково соотношение относительных интенсивностей линий b и c на рис 1:
 - a) 100:50, K-серия;
 - b) 100:11, L-серия.

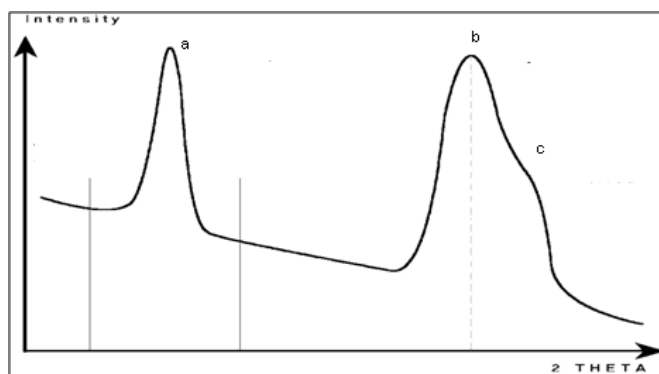


Рис.1.

4. Условие возникновения дифракционного эффекта:
 - a) $d \sin \Theta = n \lambda$
 - b) $2 d \sin \Theta = n \lambda$
5. В каком случае интенсивность когерентного рассеяния преобладает над некогерентной составляющей?
 - a) рассеяние коротковолнового рентгеновского излучения на материале, состоящем из элементов с малыми атомными номерами;
 - b) рассеяния длинноволнового рентгеновского излучения на материале из элементов с высокими Z .
6. Какими процессами обусловлено ослабление пучка фотонов?
 - a) только рассеянием;
 - b) только поглощением;
 - c) двумя процессами - рассеянием и поглощением.
7. Выход флуоресценции w_q – это ...

- a) физический параметр, который характеризует долю переходов атома из нормального состояния в ионизированное, сопровождаемых испускаемых электронами;
 - b) физический параметр, который характеризует долю переходов атома из ионизированного в нормальное состояние, сопровождаемых испускаемых фотонов.
8. Что означает запись: $K \rightarrow L_I L_{III}$?
- a) вакансия на K-уровне заполняется электроном с L_I -уровня, а оже-электрон выбрасывается с L_{III} -уровня;
 - b) вакансия на K-уровне заполняется электроном с L_{III} -уровня, а оже-электрон выбрасывается с L_I -уровня.
9. С ростом Z величина выхода флуоресценции для всех подуровней:
- a) возрастает;
 - b) уменьшится;
 - c) не изменяется.
10. Для каких целей используют более тонкие окна рентгеновской трубки?
- a) для более эффективного возбуждения легких элементов, т. к. интенсивность мягкого рентгеновского излучения в континууме зависит строго от толщины окна.
 - b) для более эффективного возбуждения тяжелых элементов, т. к. интенсивность мягкого рентгеновского излучения в континууме зависит строго от толщины окна.
11. В спектрометрах с одновременной регистрацией используется:
- a) «геометрия фокусирующегося пучка»;
 - b) «параллельная геометрия пучка».
12. Каким образом можно улучшить разрешающую способность спектра?
- a) выбирая тонкий коллиматор, при этом интенсивность спектра уменьшается;
 - b) выбирая широкий коллиматор, при этом интенсивность спектра увеличится.
13. Как зависит сила дисперсии кристалла от межплоскостного расстояния?
- a) чем больше межплоскостное расстояние, тем лучше дисперсия;
 - b) чем меньше межплоскостное расстояние, тем лучше дисперсия;
 - c) сила дисперсии не зависит от межплоскостного расстояния, а зависит от угла дифракции.
14. Мертвое время детектора – это ...
- a) время, в течение которого детектор после того, как фотон произвел ионизацию, может обрабатывать следующий случай.
 - b) время, в течение которого детектор после того, как фотон произвел ионизацию, не может обрабатывать следующий случай.
15. Факторами, влияющими на величину ошибки пробоподготовки являются:
- a) механическая неоднородность;
 - b) остаточная неоднородность;
 - c) оба варианта.
16. Факторами, влияющими на величину ошибки пробоподготовки являются:
- d) механическая неоднородность;
 - e) остаточная неоднородность;
 - f) оба варианта.

17. Какими способами можно подготовить излучатель из сплава на основе алюминия для анализа?
- Обрезание, шлифовка поверхности ленточным шлифовальным станком для получения гладкой поверхности.
 - Обрезание, фрезерование поверхности для получения гладкой поверхности.
18. Перечислите возможные варианты прессования таблеток-излучателей.
- таблетка готовится непосредственно из порошка;
 - порошок запрессовывается в металлическое кольцо или чашечку для предотвращения разрушения краев таблетки;
 - таблетка прессуется в подложку из связующего материала;
 - таблетка получается из материала пробы после добавления связующего материала;
 - таблетка получается из материала пробы после добавления флюса и нагревании при высокой температуре (800° - 1200°).
19. Какие эффекты можно устранить подбором кристалла, детектора или за счет использования фильтра первичного пучка?
- Линейные наложения линий того же порядка дифракции.
 - Эффекты межэлементных взаимодействий.
 - Эффекты морфологии образца (Эффекты между частицами и внутри них).
 - Линейные наложения линий более высокого порядка дифракции.
 - Линейные наложения линий рентгеновской трубки.
20. Какой тип интерференций более всего мешает определению легких элементов в многокомпонентных образцах с множеством средних и тяжелых элементов?
- Наложение линий первого порядка различных серий.
 - Наложение L линий первого порядка и K линий более высокого порядка элементов низкого атомного номера.
 - Наложение K линий первого порядка и линий более высокого порядка элементов более высокого атомного номера.

Контрольный вопросы для проверки материала в количестве 25 вопросов

- Каков процесс возникновения характеристических рентгеновских спектров?
- Практические следствия из закона Мозли?
- Каковы возможные ошибки при экспериментальном определении интенсивности?
- Почему для материалов с малыми атомными номерами используют полные массовые коэффициенты ослабления?
- Какой физический процесс называется ионизацией атома?
- Что такое Оже-эффект?
- От каких факторов зависит величина выхода флуоресценции?
- Какие факторы влияют на интенсивность флуоресцентного рентгеновского излучения?
- Какова чувствительность методов флуоресцентного анализа?
- В чем сущность метода монитора?
- В чем заключается метод ширины стандартной линии?
- Объясните принцип действия рентгеновского флуоресцентного спектрометра.
- Какие типы рентгеновских трубок применяют в РФА спектрометрах?
- Какие факторы учитывают при выборе материала анода рентгеновской трубки?

15. Для чего используют первичные фильтры?
16. Какую роль играет толщина и материал окна рентгеновской трубки?
17. Какие элементы включает в себя дисперсионное устройство рентгеновского спектрометра и каковы их функции?
18. Чем отличаются газонаполненные счетчики от сцинтилляционных?
19. Каковы свойства детекторов рентгеновского излучения?
20. Перечислите факторы, влияющие на величину ошибки пробоподготовки.
21. Чем сухое измельчение отличается от измельчения образца в виде суспензии?
22. Какие вещества используются в качестве связующих?
23. Каковы типы рентгеновских спектральных наложений?
24. Какими способами можно снизить волновые наложения линий?
25. Как влияет морфология образца на интенсивность излучения линии анализируемого элемента?

В конце очной части учебного курса слушатели предоставляют рефераты, которые используются для контроля степени усвоения всего учебного курса на базе экспериментальных данных и их обработки с использованием знаний, полученных в дистанционной части курса.

Темы рефератов по курсу

«Определение элементного состава веществ методом рентгенофлуоресцентного анализа»

1. Кристалл-дифракционные спектрометрические каналы (типы фокусировки).
2. Возможности совершенствования аппаратуры для рентгеноспектрального анализа.
3. Рентгеновский фон и способы его учета.

Учебно-тематический план

№	Название учебного курса и лекций	Всего, час.	в том числе			Форма контроля
			Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение с преподавателем, вопросы-ответы через email, форум, чат и др.)	Самостоятельная работа. Подготовка ответов на контрольные вопросы	Очный практикум	
	Определение элементного состава веществ методом рентгенофлуоресцентного анализа	36	14	2	16	4
	Лекция №1. Общая характеристика рентгеновского излучения и его свойства. Спектры испускания лучей. Характеристические рентгеновские спектры. Закон Мозли. Относительные интенсивности линий характеристического рентгеновского спектра. Спектры поглощения рентгеновских лучей. Эффект Комптона. Явление дифракции.		4			
	Лекция №2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Процесс рассеяния рентгеновского излучения. Ионизация. Оже-эффект. Выход флуоресценции. Флуоресценция.		2			
	Лекция №3. Методы регистрации интенсивности рентгеновского спектра - метод монитора, метод ширины стандартной линии, метод адсорбционного анализа, микрорентгеноспектральный анализ. Чувствительность современных методов флуоресцентного анализа.		2			

Лекция №4. Аппаратура для спектрального анализа. Принцип построения рентгеновских флуоресцентных спектрометров. Основные узлы спектрометра. Рентгеновская трубка. Дисперсионное устройство. Детекторы рентгеновского излучения.		2			2	
Лекция №5. Подготовка объектов для исследования. Качественный анализ. Методы обработки спектров и идентификация сканов.		4			4	
Итоговый контроль		Тесты для самотестирования	Контрольные вопросы (электронная зачетка)	Реферат		Реферат

Учебные пособия по изучению курса:

1. Лабораторный практикум: Физика рентгеновского излучения. Под ред. проф. А. Д. Афанасьева - Иркутск.: Иркутский ун-т, 2001. - 44 с

Список основной литературы

1. Ревенко А. Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. - Н.: ВО Наука. Сибирская издательская фирма, 1994. – 264 с.
2. Лосев Н. Ф. Рентгенофлуоресцентный анализ. - Н.: ВО Наука. Сибирская издательская фирма, 1991.
3. Боровский И. Б. Рентгеноспектральный анализ. УФН. Т. LXVIII, вып. 1, 1959.
4. Ковба Л. М., Трунов В. К. Рентгенофазовый анализ. Изд-е 2-е доп. и перераб. - М.: МГУ, 1976.
5. Лосев Н. Ф., Смагунова А. Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. - М.: Химия, 1982. - 206 с
6. Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. - М.: Наука, 1969. - 336 с.
7. Афонин В. П., Гуничева Т. Н., Пискунова Л. Ф. Рентгенофлуоресцентный силикатный анализ. - Н.: Наука, 1984.
8. Верховодов П. А. Рентгеноспектральный анализ. – Киев: Наукова думка, 1984.
9. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ./ Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эллин П. и др. М.: Мир, 1984. – 303 с.
10. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. - М.: Металлургия, 1982. – 632 с.
11. P. Brouwer. Theory of XRF. PANalytical B.V., Almelo, The Netherlands, 2006. ISBN: 90-9016758-7.

Список дополнительной литературы

1. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей.- М.: ГИТТЛ, 1957 – 518 с.
2. Блохин М. А., Швейцер И. Г. Рентгеноспектральный справочник. - М.: Наука, 1982.
3. Муминов В. А., Хайдаров Р. А. Справочник по рентгеноспектральному анализу. - Ташкент: ФАН, 1981.

3. Методические рекомендации по изучению курса

Организация самостоятельной работы слушателей при работе над дистанционной частью курса предполагает:

- дистанционное общение с преподавателем;
- вопросы-ответы через e-mail, форум, чат и др.

Организация очной работы слушателей предполагает:

- проведение индивидуальных занятий под контролем преподавателя;
- консультации преподавателя;
- работу с дополнительной литературой.

Текущий контроль знаний слушателей осуществляется в форме опроса слушателей на практических занятиях.

Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса на сайте www.nanoobr.ru

Программу разработала: Даньшина Е.П., научный сотрудник Центра коллективного пользования научным оборудованием "Диагностика структуры и свойств наноматериалов Белгородского государственного университета