

ОЦЕНКА НЕОРЕДЕЛЕННОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА

¹Образовский Е.Г., ^{1,2}Сен Н.И.

¹НГУ, Новосибирск, Россия

²ООО «Центр технологий Лантан», Бердск, Россия

e_obrazovskii@ngs.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_23

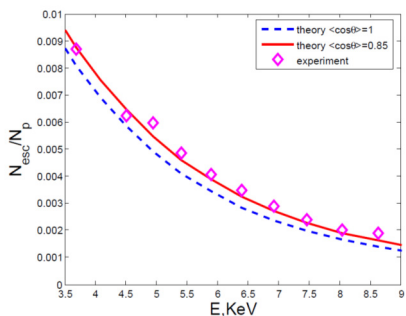
Энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный метод анализа находит широкое применение благодаря высокой экспрессности, многоэлементности и неdestructивности процесса анализа. Аналитическим сигналом служит характеристическое рентгеновское излучение, регистрируемое полупроводниковыми **Si(Li)**- или **Ge**-детекторами. В настоящей работе рассмотрены специфические для данного метода факторы, влияющие на неопределенность результатов анализа.

При регистрации рентгеновского излучения возникают специфические аппаратные эффекты появления дополнительных пиков (пиков вылета), связанных с вылетом из чувствительной области детектора характеристического рентгеновского излучения материала детектора. Пики вылета налагаются на аналитические линии определяемых элементов, что может внести заметный вклад в погрешность анализа. Для конечного расстояния от источника излучения до детектора относительные величины пика вылета характеристического излучения из детектора с высокой точностью аппроксимируется выражением (1), где M – отношение коэффициентов поглощения материалом детектора рентгеновского излучения материала детектора и регистрируемого излучения, а $\langle \cos(\Phi) \rangle$ – среднее значение косинуса угла падения регистрируемого излучения на поверхность детектора.

$$N_{esc}/N_p = A(1 - \langle \cos(\Phi) \rangle \log(1 + M/\langle \cos(\Phi) \rangle) / M) \quad (1)$$

На рисунке приведено сопоставления теоретических и экспериментальных значений пиков вылета для **Si(Li)** полупроводникового детектора, полученных на спектрометре QUANTX (Thermo Electron Corporation).

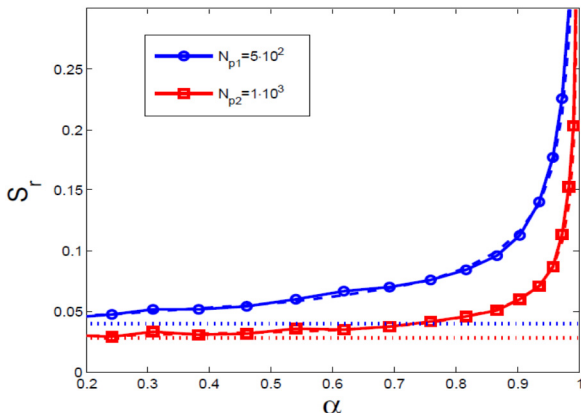
Конечное значение энергетического разрешения (R) спектрометра приводит к перекрытию пиков определяемых и мешающих элементов, что может внести заметный вклад в общую погрешность анализа. Рассмотрены ограничения на точность определения площадей перекрывающихся пиков, обусловленные статистическим характером регистрируемого аналитического сигнала. Относительное стандартное отклонение (S_r) погрешности определения площади одного пика (N_1), перекрывающегося



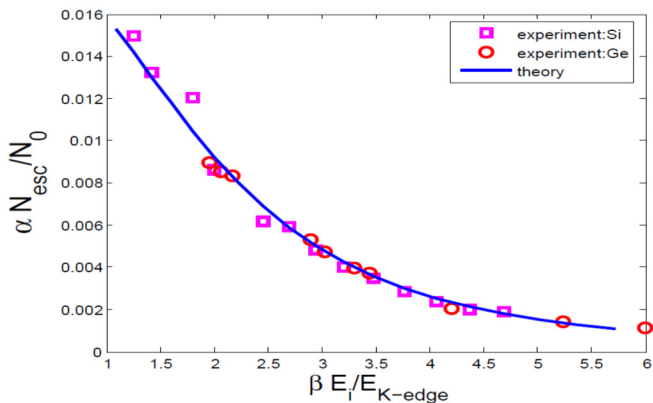
с другим пиком площади (N_2), определяется соотношением (2), где величина a ($0 < a < 1$) – степень перекрытия пиков (доля площади одного пика, попадающая область определения площади другого пика).

$$S_r = [(1+a-a^2) + N_2/N_1]^{(1/2)} / (1+a) [(1-a)N_1]^{(1/2)} \quad (2)$$

На рисунке приведено сопоставления теоретического значения с данными моделирования. Для моделирования использовались аппаратные спектры полупроводникового германиевого детектора, модифицированные путем добавления пуассоновского шума. Приведенные данные иллюстрируют существенное увеличение погрешности определения площадей пиков при увеличении степени их перекрытия.



Сравнение характеристик детекторов из разных материалов (не только **Si(Li)** и **Ge**-детекторов, но и перспективных детекторов – **CdTe**, **HgI₂**), может быть проведено на основе анализа зависимости коэффициентов фотоэлектрического поглощения от энергии рентгеновского излучения. Эти данные могут быть представлены универсальной зависимостью после соответствующего преобразования масштаба. В качестве примера на рисунке приведен единый теоретический график для сравнения пиков вылета для **Si**- и **Ge**-детекторов и экспериментальные результаты. Исходные данные отличаются более чем на порядок, однако после масштабного преобразования (коэффициенты a , b на осях) хорошо согласуются друг с другом и с универсальной теоретической зависимостью.



Таким образом, проведенный учет специфических источников погрешностей позволяет оценить неопределенность энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного метода анализа.

ЭКСПРЕСС-ТЕСТЫ С ТЕТРАДЕНТАТНЫМ ХЕЛАТИРУЮЩИМ АГЕНТОМ ДЛЯ ИЗБИРАТЕЛЬНОЙ ИНДИКАЦИИ СОЕДИНЕНИЙ

Островская В.М.

*ФАУ «25 Государственный научно-исследовательский институт химмотологии Министерства обороны РФ», Москва, Россия
ostrigic@mail.ru*

DOI: 10.26902/UDL2020_24

Реагентные индикаторные бумаги с тетрадентатным хелатирующим агентом получены взаимодействием эпоксицированной целлюлозной бумаги с 1,5-бис(2-амино-5-нитрофенил)-1,5-диоксапентаном, с последующим диазотированием [1]. Изготовлены реагентные индикаторные полосы (РИП) на основе 1-[2-(целлюлозо-2-гидроксипропиламино)-5-нитрофенил]-5-(2-диазо-5-нитрофенил)-1,5-диоксапентана (Диазореагент), РИП имели светло-желтую окраску и вступали в реакцию азосочетания с арилсоединениями, содержащими amino- и гидроксигруппы, с образованием тетрадентатных азосоединений, как это показано на примере 2-нафтола на схеме:

