

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

**о диссертации М.С. Горбунова на тему «Физические основы процессов возникновения фона при возбуждении рентгеновской флуоресценции», представленной на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «физика конденсированного состояния»**

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) является одним из наиболее эффективных современных методов многоэлементного анализа различных материалов. Его отличают широкий диапазон возможностей: в настоящее время метод РФА используют для качественного и количественного определения содержаний большинства элементов с атомными номерами  $Z \geq 6С$  в монолитных, порошковых и жидких образцах. Благодаря уникальным возможностям полупроводниковых детекторов (ППД) их применение привело к существенному прогрессу в различных областях науки и техники и во многом определяет уровень научных исследований и экономическую эффективность современных промышленных технологий. Рентгеновские спектрометры с ППД широко используются, как аналитические приборы, в горнодобывающей промышленности, неразрушающем контроле, в медицине, в археологии, приборах для контроля окружающей среды, в космических исследованиях, в ядерной промышленности. Широкому их применению способствуют непрерывно улучшающиеся параметры детекторов и электронных устройств обработки сигналов с этих детекторов. Крупносерийное производство портативных спектрометров на основе ППД, опережающее развитие микроэлектронных компонент и конкуренция среди производителей и разработчиков приводит к снижению цен и в свою очередь способствует расширению областей применения. Однако реализация этих возможностей метода требует решения достаточно сложных задач оптимизации конструкций рентгеновских спектрометров и выбора оптимальных условий измерения аналитических сигналов. Вследствие этого задача разработки моделей для исследования взаимодействия излучения с веществом при формировании аналитического сигнала и фона в рентгенофлуоресцентной аппаратуре, решаемая в диссертационной работе **М.С. Горбунова**, представляется достаточно актуальной.

Диссертационная работа состоит из Введения, четырёх глав, Заключение, списка литературы (156 наименований), изложена на 125 страницах машинописного текста, содержит 49 рисунков и 9 таблиц.

В первой обзорной главе (37 стр.) представлен обзор существующих моделей формирования фонового сигнала для аппаратуры с волновой и энергетической дисперсией. За последнее десятилетие был сделан удиви-

тельный и впечатляющий прогресс в методических и инструментальных аспектах рентгеновской спектрометрии. Это включает значительные технологические усовершенствования процесса возбуждения рентгеновского излучения (микрофокусные трубки, источники синхротронного излучения третьего поколения), конструирование и производство новых детекторов, а также значительные успехи в рентгеновской оптике. Параллельно шло совершенствование компьютерных методов обработки результатов измерения. Всё это привело к резкому усилению потенциала аналитических методов на основе рентгеновского излучения. В обзорной главе обсуждены сведения об отдельных процессах взаимодействия электронов и рентгеновского излучения с веществом. Диссертант убедительно показал необходимость уточнения представлений о физических процессах, связанных с формированием рентгеновского фона.

Во второй главе (19 стр.) изложены результаты оценки вклада в интенсивность фона для волнодисперсионной аппаратуры тормозного излучения фото-, Оже- и Комптоновских электронов в области флуоресцентного излучения элементов с малыми атомными номерами ( $Z \leq 11$  Na). Теоретические оценки сравнены с экспериментальными данными, полученными на рентгеновском спектрометре СРМ-25 для аналитической линии  $\text{NaK}_\alpha$ , спектрометрический канал по Иоганссону. Отмечен существенный вклад как тормозного излучения рентгеновской трубки, рассеянного на образце во втором порядке отражения (до 60 %) и диффузного рассеяния излучения образца на атомах кристалл-анализатора (до 50 %), так и фотоэлектронов образца (до 32.6 %). К сожалению, в работе не сделано сопоставление полученных результатов с аналогичными данными, приведёнными в работе Е.В. Чупариной и др. (Е.В. Чупарина, А.Н. Смагунова, Л.А. Елисеева Исследование процессов образования фона в длинноволновой области рентгеновского спектра. Ж. аналит. химии. 2015. 70(8). С. 828–834), хотя на эту публикацию есть ссылка на стр. 11 диссертации.

В третьей главе (33 стр.) представлены физические модели для расчёта функции отклика полупроводникового детектора, которая является определяющим фактором формирования фона для спектрометров с дисперсией по энергии. Эти модели позволяют с использованием метода Монте Карло производить расчет функции отклика с учетом радиационных потерь при выходе фотонов из чувствительной области детектора после процесса фотопоглощения и комптоновского рассеяния, а также влияния «мертвого» слоя детектора. Сравнение расчётных и экспериментальных спектров выполнено для энергодисперсионного спектрометра с радиоизотопным источником  $\text{Am}^{241}$ . Получено удовлетворительное совпадение, что свидетельствует о приемлемом качестве предложенной М.С. Горбуновым модели расчёта. В заключительном разделе главы обоснована модель расчёта функции отклика для комбинированного двухслойного полупровод-

никового детектора. Показано, что его использование позволяет существенно снизить уровень интенсивности фона по сравнению с традиционным вариантом одиночного Si(Li)- или Ge- детекторов.

Четвёртая глава посвящена разработке модели учёта многократного рассеяния фотонов в системе источник-образец-детектор и её практическому применению для теоретических оценок в случае энергодисперсионной аппаратуры. Модель построена для варианта с использованием кольцевого радиоактивного источника первичного рентгеновского излучения. Как и в исследованиях, изложенных в предыдущей главе, модель основана на применении метода Монте-Карло. Учёт многократного рассеяния фотонов позволил улучшить согласие расчётных и экспериментальных данных в области энергий 40-60 кэВ, где этот вклад является существенным (область комптоновского рассеяния характеристического излучения источника  $\text{Am}^{241}$ ).

Научная новизна и наиболее важные, на мой взгляд, достижения диссертанта заключаются в следующем:

1. Установлено, что тормозное излучение фото-, Оже- и комптоновских электронов вносит существенный вклад в интенсивность фонового сигнала для длинноволновой области рентгеновского спектра ( $\lambda > 1$  нм). Величина вклада существенно зависит от химического состава проб, условий возбуждения и характеристик кристалл-анализатора. Учёт этого вклада позволяет уточнить способы снижения интенсивности фона при решении задач повышения чувствительности рентгенофлуоресцентных определений.
2. Функция отклика некоторых типов рентгеновских детекторов промоделирована с использованием метода Монте-Карло. В предложенной модели учтены радиационные потери энергии в детекторе после фотопоглощения и комптоновского рассеяния, а также потери энергии вследствие выхода электронов за пределы рабочей области детектора. Применение разработанной модели позволило исследовать и объяснить ряд особенностей отклика детектора. Несомненной заслугой автора представляется детальное исследование составляющей фона, обусловленной рассеянием первичного излучения на атомах исследуемого образца и последующим его комптоновским рассеянием в рабочем объёме детектора с образованием "горба потерь".
3. Предложена и апробирована модель энергодисперсионного спектрометра, учитывающая многократное рассеяние излучения в образце и геометрические особенности системы источник-образец-детектор, что позволило существенно улучшить согласие расчётных и экспериментальных данных в области энергий многократного комптоновского рассеяния.

4. Предложена модель двухслойного комбинированного полупроводникового детектора (Si-Ge), которая уменьшает вероятность регистрации высокоэнергетического излучения в «горбе потерь», обусловленном комптоновским рассеянием, уменьшает вероятность регистрации фотона в пиках фотопотерь по сравнению с германиевым детектором (Ge) и отличается большей эффективностью регистрации в области высоких энергий.

Основные результаты исследований достаточно полно изложены в опубликованных работах автора ("X-Ray Spectrometry" (3), "Журнал аналитической химии" (4), "Научное приборостроение" (4)) и докладах на конференциях, автореферат соответствует содержанию диссертации. Научная новизна и практическая значимость проведённых исследований не вызывают сомнения. Представляется, что внедрение разработанных в диссертации методик расчёта в практику лабораторий, разрабатывающих новые модели детекторов, а также использующих детекторы на практике принесёт существенный экономический эффект.

**В работе необходимо отметить следующие недостатки:**

1. Автор в весьма широких пределах использует понятие "В настоящее время ...". Примеры:
  - "Изучена в настоящее время достаточно хорошо ..." – 1994 г. (стр. 11).
  - "В современных работах ..." – 2001 г. (стр. 21).
  - "В настоящее время ..." – 1982 г. (стр. 21).
  - "Современные данные расчёта ..." – 2003 г. (стр. 24).
  - "в данный момент аппроксимации Филиберта в настоящий момент ..." – 2004 г. (стр. 27). Здесь и на стр. 26 надо бы "Филибера".
  - "Согласно последним исследованиям ..." - 2002 г. (стр. 30).
  - "По современным оценкам ..." – 1995 г. (стр. 42).С учётом темпа обновления научной информации такой подход не представляется корректным.
2. На стр. 10, подпись к рис. 1.2 вместо "F – фокусное расстояние" должно быть "F – фокус".
3. В некоторых случаях автор ограничивается представлением полученных данных без детального их обсуждения.
4. На стр. 64 вместо «на аппаратуре с фокусировкой по методу Иоганна» должно быть «на аппаратуре с фокусировкой по методу Иоганссона».
5. На стр. 88 вместо: "...входным бериллиевым окном рентгеновской трубки" надо бы "...выходным бериллиевым окном рентгеновской трубки", так как входного для рентгеновской трубки не предусматривается.
6. Для рис. 4.4 не совсем удачны обозначения угловых единиц (0.25 п и т.д.) – возможно, это 0.25π.
7. В работе встречаются досадные "оговорки" типа: "интенсивность первичного излучения ... поглощается (стр. 5), "анализирующего детектора" (стр. 14), "соотношение для интенсивности второго порядка" (с. 17),

“рассеиваемой длины волны ...” (стр. 58), “влияние порядков отражения” (стр. 61) и “вклад комптоновского процесса становится равным вероятности поглощения ...” (стр. 81) и т.д.

Указанные недостатки, безусловно, снижают общее положительное впечатление, но всё-таки они имеют второстепенный характер, а работа **Горбунова М.С.** в целом выполнена на высоком экспериментальном и теоретическом уровне. Считаю, что работа **М.С. Горбунова** удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор заслуживает присуждения учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – “физика конденсированного состояния”.

Главный научный сотрудник

ЦКП «Геодинамика и геохронология»

Институт земной коры СО РАН,

д.т.н., снс

Анатолий Григорьевич Ревенко

Россия, 664033, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 128. тел.: (3952)426156, моб.: 89148777107, e-mail xray@crust.irk.ru

02-00-02 – аналитическая химия

Согласен на обработку персональных данных.

5.12.2016

Подпись	<i>Ревенко</i>	
	<i>А. Г.</i>	заверяю
Зав. канцелярией Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института земной коры Сибирского отделения Российской академии наук		
« 05 »	12	20 16 г.

