

СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

**Решетняк Максим Вячеславович**

УДК 539.315

**РОЗРОБКА МЕТОДИКИ ПОВНОПРОФІЛЬНОГО АНАЛІЗУ СПЕКТРІВ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ  
ФЛУОРЕСЦЕНЦІЇ**

01.04.01-фізика приладів, елементів і систем

**АВТОРЕФЕРАТ**

дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата фізико-математичних наук

Суми - 2001

Дисертацією є рукопис

Робота виконана в Національному технічному університеті “Харківський політехнічний інститут” Міністерства освіти і науки України

Науковий керівник- доктор фізико-математичних наук, старший

науковий співробітник Михайлов Ігор

Федорович, Національний технічний університет “ХПІ”,

головний науковий співробітник кафедри  
фізики металів та напівпровідників

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук,  
професор Цвик Олексій Іванович,  
Інститут радіофізики та електроніки НАН України,  
старший науковий співробітник відділу №2

доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник Прокопенко Ігор Васильович, Інститут фізики напівпровідників НАН України, завідувач відділу №2

Провідна установа - Харківський національний університет імені

В.Н. Каразіна, кафедра фізики твердого тіла,

Міністерство освіти і науки України, м.Харків

Захист відбудеться "26" червня 2001 р. о 14 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради К55.051.02 у Сумському державному університеті за адресою: 40007, м.Суми, вул. Римського-Корсакова, 2, ауд.216, електротехнічний корпус.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Сумського державного університету

Автореферат розісланий “26” травня 2001 р.

Вчений секретар  
спеціалізованої вченої ради \_\_\_\_\_ Опанасюк А.С.

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми** зумовлена тим, що сучасний світовий рівень розвитку виробництва вимагає розробки способів аналізу хімічного складу матеріалів, які забезпечують мінімальні відхилення результатів від дійсного вмісту елементів у зразку. До найбільш перспективних способів належить рентгеноспектральний аналіз, який має високу експресність, достовірність і точність. Одним із резервів підвищення продуктивності і точності аналітичних робіт є застосування рентгеноспектрального аналізу в сполученні з електронно-обчислювальними машинами (ЕОМ). Проте, до останнього часу комп'ютерні алгоритми розшифрування спектрів рентгенівської флуоресценції імітували послідовність дій людини-експерта і не дозволяли достовірно розпізнати складні спектри з накладеними одна на одну лініями. Наприкінці 90-х років з'явилися спроби використання методів нечіткої логіки у задачах якісного аналізу. При цьому були введені числові критерії ймовірності виявлення спектральних ліній. Однак, спрощений аналітичний опис елементів спектра не дозволяє повністю використовувати наявну інформацію стосовно "слабких" і накладених ліній.

Одним із результатів даної роботи є обґрунтування того, що тільки поєднання якісного і кількісного етапів у межах єдиної задачі повнопрофільного аналізу дозволяє достовірно розшифрувати спектри без застосування додаткової апріорної інформації. Крім того, розробка сучасних методів повнопрофільного аналізу спектрів рентгенівської флуоресценції сприяє повній автоматизації аналітичних робіт шляхом використання ЕОМ не тільки для обробки результатів вимірювань, але й для керування усім процесом аналізу.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дисертаційна робота виконана на кафедрі фізики металів і напівпровідників Національного технічного університету "ХПІ" у рамках науково-дослідницької роботи кафедри за темами "Розробка фундаментальних проблем фізики тонких плівок і створення стабільних в екстремальних умовах нових матеріалів" (затверджена наказом Міносвіти та науки України № 37 від 13.02.1997, № держреєстрації 0196V014669); "Структура і властивості тонкопліткових конденсованих систем з екстремальними параметрами" (затверджена наказом Міносвіти та науки України № 6-П від 4.01.2000, № держреєстрації 0100V001688).

**Мета і основні задачі дослідження.** Метою дисертаційної роботи є розробка методики повнопрофільного рентгенофлуоресцентного аналізу для пошуку спектральних ліній і визначення їх параметрів.

Досягнення поставленої мети передбачало послідовне вирішення таких задач:

1. Експериментальне доведення математичної коректності розкладення спектральної функції за незмінною базисною системою функцій.
2. Встановлення адекватного математичного способу опису форми аналітичних ліній.
3. Дослідження дисперсії експериментальних рентгеноспектрометричних даних. Розроблення методики оцінки межі виявлення ліній, що накладаються.
4. Дослідження характеристики шуму для його відсіву при визначенні оригіналу.

5. Визначення найбільш ефективного способу оптимізації для вирішення задачі повнопрофільного аналізу.
6. Розроблення алгоритму повнопрофільного аналізу рентгенофлуоресцентних спектрів із використанням елементів штучного інтелекту.
7. Проведення експериментальних досліджень, що підтверджують можливість застосування отриманого алгоритму у задачах визначення слідів хімічних елементів, які не мають рішення традиційними способами.

**Наукова новизна отриманих результатів.** У процесі розробки методики повнопрофільного аналізу спектрів рентгенівської флуоресценції:

- експериментально обґрунтовано правомірність розкладення спектра рентгенівської флуоресценції в діапазоні довжин хвиль 0,035 – 0,300 нм за незмінною системою базисних функцій;
- доведено математичну коректність повнопрофільної обробки шляхом дослідження форми функціонала нев'язки експериментального спектра та його модельного опису;
- вперше вимірювання рентгенівського спектра подані як процес сумісних статистичних вимірювань швидкості лічби імпульсів і довжини хвилі. Експериментально доведений суттєвий внесок похибки установа довжини хвилі в зведену похибку;
- запропоновано критерій вибору модельних функцій для опису форми профілю аналітичних ліній;
- застосовано аналіз різницевого масиву для визначення нев'язки, зниження межі виявлення і контролю якості експериментальних даних;
- застосовано елементи штучного інтелекту для формування системи базисних функцій і поліпшення розшифровки спектрів.

**Практичне значення отриманих результатів.** Створено вітчизняний програмно-аналітичний комплекс "СПРУТ" для рентгенофлуоресцентного аналізу багатокомпонентних твердих матеріалів.

**Особистий внесок автора.** Результати, подані в дисертаційній роботі, є підсумком досліджень, виконаних автором у співпраці з науковим керівником. При розробці методики повнопрофільного аналізу спектрів рентгенівської флуоресценції більшість експериментів були виконані автором самостійно. Дисертант особисто розробив алгоритми і склав програми. Йому належить суттєва роль в інтерпретації одержаних результатів, написанні та оформленні наукових праць [1-8], які перелічені наприкінці автореферату.

**Апробація результатів дисертації.** Результати роботи доповідались та обговорювались на Міжнародній науково-технічній конференції "Комп'ютер: наука, техніка, технологія, здоров'я" (22-27 червня 1993 р., м. Харків); на IV Українській науково-технічній конференції "Розвиток аналітичного контролю в металургії та машинобудуванні" (16-18 листопада 1999 р., м. Дніпропетровськ); Міжнародній науковій конференції "Фізика тонких плівок. Формування, структура та фізичні властивості" (23-25 червня 1999 р., м. Харків); VII Міжнародному симпозіумі "Чисті метали" (20-23 квітня 2001р., м. Харків).

**Публікації.** Основні наукові результати роботи опубліковано у 8 друкованих роботах, у тому числі в 6 статтях і 2 тезах доповідей на конференціях національного і міжнародного рівнів.

**Структура й обсяг роботи.** Дисертація складається зі вступу, чотирьох розділів, загальних висновків, трьох додатків та списку використаних джерел і має обсяг 166 сторінок, у тому числі 57 рисунків, 6 таблиць, 3 додатків, 150 найменувань використаних джерел.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

**Вступ** містить обґрунтування актуальності теми, визначення мети і задач роботи, обговорення наукової новизни одержаних результатів та їх практичне значення, формулювання основних наукових результатів.

**Перший розділ** присвячено огляду публікацій щодо фізико-математичних аспектів рентгенофлуоресцентного аналізу (РФА). Розглянуто традиційні способи обробки спектрів. Показано, що основна проблема РФА полягає в тому, що розшифровка складного зашумленого спектра в умовах статистичної невизначеності без наявності апріорної інформації має ймовірнісний характер.

Зроблено висновок, що, незважаючи на значну кількість робіт у цій галузі, задача якісного аналізу на сьогоднішній день не має задовільного рішення. Доводиться доцільність використання можливостей сучасних комп'ютерів і математичних методів, які не можливо було застосовувати раніше через низький рівень обчислювальної техніки. Зроблено висновок, що дослідження хімічного складу методом РФА пов'язане з необхідністю проведення повнопрофільного аналізу для пошуку спектральних ліній і визначення їх параметрів. Показано, що модельний опис складного спектра є досить трудомісткою задачею, при цьому принциповим є доведення математичної коректності задачі.

**Другий розділ** присвячено опису рентгенофлуоресцентного спектрометра "СПРУТ", з використанням якого в дисертації проведено всі експериментальні дослідження. Розроблені методики дослідження зразків з відомим і невідомим хімічним складом. Апаратура спектрометра дозволяє проводити зйомку як у режимі сканування, так і в режимі заданих точок. Час накопичення, розмір порогів дискримінатора, довжина хвилі та інші параметри можуть бути виставлені для кожної точки сканування незалежно один від одного. Проводиться порівняння характеристик оригінальної рентгенооптичної схеми "СПРУТ" із класичними схемами Брегга-Соллера та Юганссона.

Об'єктами досліджень у роботі були:

1. Державні стандартні багатокомпонентні зразки сталей, латуней, бронз і алюмінієвих сплавів.
2. Однокомпонентні матеріали технічної чистоти.
3. Тонкі плівки нікелю і ніобію на підкладках монокристалічного кремнію з орієнтацією (001) (отримані радіочастотним розпиленням на установці фірми Baltzers у Фізичному інституті РАН) у діапазоні товщин 0,3 – 10 нм.

Для дослідження хімічного складу зразків і товщини тонких плівок було розроблено декілька методик зйомки та обробки результатів:

- дослідження зразка з невідомим хімічним складом;
- прецизійного дослідження зразка з відомим хімічним складом;
- зйомки розподілу амплітуд імпульсів детектора при реєстрації монохроматичного випромінювання;
- вимірювання товщини тонких плівок.

Технічний опис приладу, що використовується, і аналіз матеріалу, викладеного в цьому розділі, дозволяють зробити такі висновки: технічні характеристики спектрометра "СПРУТ" за більшістю показників відповідають закордонним аналогам; отримані експериментальні дані на спектрометрі "СПРУТ" і принципи фізико-математичного моделювання спектрів рентгенівської флуоресценції можна вважати типовими для більшості кристал-дифракційних спектрометрів.

**Третій розділ** присвячено опису та аналізу способів математичної обробки спектрометричних даних. Відзначено, що спектри рентгенівської флуоресценції багатоконпонентних систем досить складні і містять багато ліній. З математичної точки зору задача розшифровки зашумленого спектра носить ймовірнісний характер стосовно ліній, що накладаються. Для розв'язання цієї задачі необхідно витягти із зашумленого спектра інформацію про можливі "слабкі" лінії і відповідно визначити ймовірність існування тих або інших домішок. Для цього слід правильно розділити лінії, що накладаються, і визначити їх інтенсивність. Показано, що така задача може бути розв'язана при повнопрофільному аналізі спектра, коли складний експериментальний спектр розкладається за базисною системою функцій. Базисом при повнопрофільному аналізі слугують форми профілів аналітичних ліній технічно чистих хімічних елементів. Якщо форма лінії помітно змінюється при зміні складу проби, як у оптичних спектрах, то розкладання спектральної функції за незмінним базисом неможливе, і в цьому розумінні задача стає математично некоректною.

У роботі проведені прецизійні дослідження форми аналітичних ліній у діапазоні довжин хвиль 0,035 – 0,300 нм. При досягнутій дисперсії відтворюваності 1- 2% у діапазоні зміни концентрацій від 0,1% до 100% зміни форми ліній не виявлено. Таким чином, доводиться коректність розкладання спектральної функції за незмінним базисом.

Показано, що у зв'язку з непередбаченим виглядом апаратної функції спектрометра форма експериментальної кривої виявляється досить складною, причому вона помітно змінюється при переюстированні приладу. Традиційно при обробці рентгенограм для опису експериментальної кривої використовували модельні функції Гауса, Коші та ін. Нами проведено апроксимацію реальних профілів  $K_{\alpha}$  ліній ряду хімічних елементів за допомогою п'ятнадцятьох найбільш поширених аналітичних функцій. Точність модельного опису оцінювали за формулою

$$\bar{\varepsilon} = \sqrt{\frac{\sum (I_c - I_s)^2}{\sum I_s^2}} \times 100\%, \quad (1)$$

де  $I_s$  - величина експериментальної інтенсивності;

$I_c$  - величина обчисленої інтенсивності.

Відзначається, що для "незадовільних" спектрометричних даних усі подані функції дають подібні результати апроксимації (5-8%), сумірні з експериментальним розкидом (3-5%). Показано, що при обробці експериментальних даних, отриманих із досить високим ступенем розрізнення, найкраще наближення забезпечується використанням функції Пірсона. Це пояснюється більшою гнучкістю при виборі коефіцієнтів і врахуванням можливої асиметрії профілю. Незважаючи на те, що апроксимація однією аналітичною функцією приваблює простотою автоматизації процесу припасування спектра: у процедурі оптимізації обчислюють по одному значенню коефіцієнта для кожної лінії, вона може приводити до виявлення дуже інтенсивних "зайвих" ліній. Інтенсивність цих "зайвих" ліній відносно основних ліній спектра, що на них накладаються, визначається величиною  $\varepsilon_i^j$  і може досягати декількох відсотків. Розпізнати такі лінії, не володіючи додатковою інформацією, не можливо. Таким чином, доведено, що традиційні способи не дозволяють досягти достатньої точності опису.

Показано, що застосування для опису базисних функцій поліномів і сплайнів дозволяє знизити середньоквадратичну похибку апроксимування. Похибка опису сплайнами форми експериментальної лінії однокомпонентного еталона легко може бути знижена до 0,5 - 1,0%. Для складних спектрів величина середньоквадратичної похибки апроксимування звичайно вище і складає 1 - 3%. Зазначена величина похибки апроксимації слугує фактичною межею виявлення ліній спектра, що накладаються. Доведено, що використання поліномів для апроксимації спектра дозволяє частково розв'язати задачу згладжування експериментальних даних і забезпечити більш компактне збереження уявлення про форму профілю лінії. Крім того, аналіз експериментально отриманої залежності нев'язки від ступеня апроксимуючого полінома для різного часу накопичення імпульсів (рис.1) дозволяє виявити оптимальний ступінь полінома, величину дисперсії шуму, необхідний час накопичення.

Для вирішення проблеми виявлення "слабких" ліній і підвищення точності опису спектрів при

Рис.1. Залежність нев'язки від ступеня апроксимуючого полінома для різного часу накопичення.

повнопрофільному аналізі запропоновано проводити спеціальний аналіз різниці між експериментальним і апроксимуючим масивами – різницеvim масивом. Віднімання масиву, що описує форму лінії, при цьому цілком аналогічно звичайному відніманню фону і дозволяє принаймні на порядок підвищити контрастність прихованої лінії і знизити межу її виявлення. Можливості аналізу різницевого

Рис.2. Форма реального різницевого масиву при відніманні із суми ліній  $CrK_{\beta}$  і  $MnK_{\alpha}$ , що накладаються, лінії  $CrK_{\beta}$ .

масиву наведені на прикладі фрагмента експериментального спектра від нержавіючої сталі (див. рис. 2). Показана можливість виявлення "слабкої" лінії Mn, яку не вдається візуалізувати при традиційному підході, оскільки досить невелика зміна інтенсивності маскується на фоні "сильної" лінії. Таким чином, без використання різницевого масиву цілком ймовірна ситуація "утрати" 1% Mn, коли концентрація Cr складає більше 15%.

Проведено аналіз достовірності виявлення "слабкої" лінії, виходячи з величини межі виявлення. Традиційно рентгенівські спектри розглядали як результат однофакторних вимірювань, тобто вважалося, що довжина хвилі (або кут) установлюється точно, а статистика виявляється лише при реєстрації імпульсів. При цьому межа виявлення на плоскому фоні обчислюється при умові, що дисперсія експериментальних даних підкоряється статистиці Пуассона. Нами було розроблено методику рентгенозйомок і комп'ютерна програма, що дозволяють багаторазово повторювати зйомки профілю однієї і тієї самої лінії з установленням початкової довжини хвилі. З'ясовано, що реальний вигляд дисперсії експериментальних даних істотно відрізняється від статистики Пуассона (рис. 3). Показано, що реальний об'єкт не сумісний з однофакторною моделлю (яка традиційно використовується), у той час як двофакторна модель добре пояснює отримані експериментальні результати. Дисперсія результатів розраховується за формулою

$$S_{ok}^2 = S_{xk}^2 \cdot \sum_{j=1}^{m_k} \left( \frac{\partial n}{\partial \lambda} \right)^2 + F_k \cdot \sum_{j=1}^{m_k} \frac{\partial n}{\partial \lambda} + S_{yk}^2, \quad (2)$$

де  $S_{yk}^2$  - дисперсія похибки лічби імпульсів;

$S_{xk}^2$  - дисперсія похибки установлення довжини хвилі;

$F_k$  – кореляційний множник.

При класичному підході розглядається тільки доданок  $S_{yk}^2$  для крутих схилів аналітичних ліній (де перша похідна велика), в той же час не враховується зростання дисперсії, і оцінні дані стосовно експериментального розкиду (інтервали 1,2,3) виявляються заниженими в декілька разів. Новий критерій межі виявлення, що враховує внесок похибки позиціонування в загальну похибку, є більш об'єктивним для випадку накладання ліній. Такий підхід з урахуванням зведеної похибки дає підтвердження того, що при обробці різницевого спектра дійсно виявлена "слабка" лінія, а не артефакт позиціонування.

Рис. 3. Експериментальна залежність швидкості лічби  $n(\lambda)$  (крива I) і похибки  $S_{ok}^2$  (крива II) від довжини хвилі, для аналітичної лінії CrK $\beta$ .



Запропоновано математичну модель спектра, що дозволяє реалізувати повнопрофільний аналіз:

$$y_{\lambda_i} = y_0_{\lambda_i} + \sum_{j=1}^n k_j f_j(\lambda_i) + \xi_i, \quad (3)$$

де  $y_0_{\lambda_i}$  - рівень фону для довжини хвилі  $\lambda_i$ ;

$\sum_{j=1}^n k_j f_j(\lambda_i)$  - сума одиничних функцій форми  $f_j$ , що описують окремі лінії, помножених на

коефіцієнти інтенсивності  $k_j$ ;

$\xi_i$  - випадковий шум.

Для доведення можливості використання методів оптимізації параметрів моделі при повнопрофільній обробці спектрів був проведений аналіз форми функціонала нев'язкі. Показано, що вигляд цього функціонала сприяє застосуванню методів оптимізації для даного класу задач. Для вибору найкращого способу оптимізації були досліджені такі методи: покоординатного спуску, випадкового пошуку, Хука-Дживса, Нелдера-Міда, сполучених напрямків Пауелла. Для підвищення ефективності оптимізаційної процедури запропоновано такий підхід: при припасуванні параметрів модельного уявлення необхідно розраховувати не просто загальну нев'язку моделі і оригіналу, а формувати масив нев'язок, що враховує можливий внесок у загальну нев'язку кожного з параметрів. Це дозволяє прямими методами визначати величину і напрямок зміни параметрів для досягнення мінімуму функціонала.

Проведено аналіз ефективності застосування елементів штучного інтелекту (нейронних сіток і експертних систем) для формування системи базисних функцій і поліпшення розшифрування спектрів. Запропоновано критерій упевненості визначення хімічних елементів:

$$U = \sum_j \left( \frac{\sum_i I_{ji} > k S_0 I_{ij}}{\sum_i I_{ji}} \right), \quad (4)$$

де  $j$  - номер аналітичної лінії;

$i$  - номер точки (у межах півширини ліній);

$k$  - коефіцієнт надійності;

$I_{ij}$  – інтенсивність.

У четвертому розділі розглянуто приклади практичного використання запропонованих в третьому розділі методик. Показано, що вони забезпечують достовірні результати аналізу для широкого класу матеріалів. Доведена можливість використання повнопрофільного аналізу рентгенофлуоресцентних спектрів для спектрометрів із малим числом каналів або для спектрометрів, що сканують, із низьким ступенем розрізнення. За допомогою модельних експериментів отримані розрахункові залежності залишкової нев'язки від часу накопичення імпульсів і числа точок вимірювання на кожну лінію. Зроблено висновок, що за однаковий час зйомок краще проводити вимірювання при меншому числі точок, але більш тривалому часу накопичення в кожній із них.

Експериментально доведена можливість кількісного визначення ефективної товщини надтонких плівок нікелю і ніобію за інтенсивністю рентгенівської флуоресценції. Наведено залежності інтенсивності від товщини плівок у діапазоні 0,3 – 1,5 нм для плівок ніобію і 0,3 - 10 нм для плівок нікелю, нанесених на поверхню (001) кремнію (рис. 4).

**Рис. 4. Пікова інтенсивність (I) лінії  $NiK_{\alpha}$  залежно від ефективної товщини (t) плівок нікелю.**

Чутливість аналізу товщини надтонких плівок нікелю дозволяє за 100 с визначати товщину моноатомної плівки з відносною помилкою  $\pm 10\%$ .

Для надтонких плівок ніобію (рис. 5) було виявлено латентний період на залежності інтенсивності від товщини, що вимагає спеціального прецизійного дослідження, яке виходить за межі даної роботи. Встановлено, що для плівок Nb у діапазоні товщин 0,7 – 1,5 нм чутливість методу приблизно така сама, як і для плівок нікелю.

**Рис. 5. Пікова інтенсивність (I) лінії  $NbK_{\alpha}$  залежно від ефективної товщини (t) плівок ніобію.**

Досягнута точність визначення товщини дозволяє широко використовувати запропоновану методику для вимірів надмалої товщини тонких плівок.

## ВИСНОВКИ

1. Класичні задачі якісного і кількісного рентгенофлуоресцентного аналізу розв'язані у рамках єдиної задачі повнопрофільного аналізу спектра. Прецизійні дослідження форми аналітичних ліній у діапазоні 0,035 – 0,300 нм залежно від складу проби дозволили експериментально обґрунтувати розкладання спектра за незмінною базисною системою функцій. Дослідження форми функціонала нев'язки експериментального спектра та його модельного опису дозволило довести математичну

коректність запропонованої повнопрофільної обробки. Ця формалізація дала можливість установити зворотні зв'язки і використати елементи штучного інтелекту в програмах керування та обробки.

2. Вимірювання рентгенівського спектра вперше подані як процес сумісних статистичних вимірювань швидкості лічби імпульсів і довжини хвилі. Теоретично та експериментально доведено суттєвий внесок похибки установлення довжини хвилі в зведену похибку. Визначено кількісний критерій межі виявлення ліній, що накладаються. Розроблено методику математичної обробки спектрів, яка дозволяє визначити оптимальний ступінь апроксимуючого полінома, величину шуму експериментальних даних і мінімально необхідний час сканування.
3. Розроблено методики вимірювання та обробки рентгенофлуоресцентних спектрів зразків із невідомим і відомим хімічним складом, які дозволяють мінімізувати вплив апаратної функції спектрометра. Експериментально доведено що застосування оригінальних алгоритмів зйомок із використанням робастних методів і статистичного контролю одержуваних даних дозволяє ефективно боротися з випадковими викидами і статистичним розкидом результатів, не збільшуючи загальний час проведення експерименту.
4. Розроблено структурну організацію програмної частини комплексу у вигляді багаторівневої системи, що забезпечило високу ефективність керування приладом і обробки результатів вимірювань, а також можливість гнучкого настроювання і модернізації. Створено спеціальну програму для реалізації принципів автоматичного настроювання і конфігурування спектрометра.
5. Експериментально доведено можливість кількісного визначення ефективної товщини надтонких плівок за інтенсивністю ліній рентгенівської флуоресценції. Наведено залежності інтенсивності ліній рентгенівської флуоресценції від товщини плівок у діапазоні 0,3 – 1,5 нм для плівок ніобію та 0,3 – 10 нм для плівок нікелю, нанесених на поверхню (001) кремнію.
6. Створено вітчизняний програмно - аналітичний комплекс “СПРУТ” для рентгенофлуоресцентного аналізу багатокомпонентних твердих матеріалів. Керування приладом і обробка експериментальних даних цілком автоматизовані.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ РОБІТ ЗДОБУВАЧА

1. Решетняк М.В., Михайлов И.Ф. Некоторые вопросы обработки рентгеновских дифракционных профилей // Вестник ХГПУ: Новые решения в современных технологиях. –1998. -Вып. 17. - С. 78-81.
2. Мамон В.В, Михайлов И.Ф, Решетняк М.В. Фомина Л.П. Рентгенофлуоресцентный спектрометр “СПРУТ” // Материалы IV Украинской научно-технической конференции “Развитие аналитического контроля в металлургии и машиностроении”. –Днепропетровск: ОАО “Днепркнига”.–1999. -С. 5-6.

3. Mikhailov I.F., Reshetnyak M.V., Fomina L.P. Effective thickness determination of nikel and niobium films from X-ray fluorescence intensity // Functional materials. –1999. –V.6, №5. –P.980-981.
4. Reshetnyak M.V., Mikhailov I.F. X-ray fluorescent analysis of multi-component system compositions // Functional materials. –2000. –V.7, №2. –P.311-314.
5. Михайлов И.Ф., Решетняк М.В., Решетняк Е.Н. Вклад ошибок измерения длины волны и интенсивности в дисперсию приведенной погрешности для линий рентгеновского спектра // Вісник Сумського державного університету. –2000, №17. –С. 47-53.
6. Решетняк М.В. Разработка алгоритма полнопрофильного анализа спектра рентгеновской флуоресценции // Науковий вісник будівництва. –Харків: ХДТУБА, ХОТВ АБУ, 2000. -Вип.11. -С.268-274.
7. Решетняк М.В. Использование элементов искусственного интеллекта в полнопрофильном РФА // Науковий вісник будівництва. –Харків: ХДТУБА, ХОТВ АБУ, 2001. -Вип.12. -С.170-172.
8. Михайлов И.Ф., Решетняк М.В., Определение следов примесей путем полнопрофильного анализа рентгенофлуоресцентных спектров // Труды VII международного симпозиума “Чистые металлы” (МСЧМ-7).–Харьков.–2001.–С.66-68.

## АНОТАЦІЯ

**Решетняк М.В. Розробка методики повнопрофільного аналізу спектрів рентгенівської флуоресценції. -Рукопис.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.01 – фізика приладів, елементів та систем. – Сумський державний університет, Суми , 2001.

Дисертацію присвячено розробці методики повнопрофільного рентгенофлуоресцентного аналізу для пошуку спектральних ліній хімічних елементів та визначення їх параметрів. У роботі доводиться математична коректність розкладу спектральної функції за незмінним базисом. Встановлено адекватний опис форми аналітичних ліній. Доведено істотність внеску похибки установлення довжини хвилі в зведену похибку. Встановлено кількісний критерій межі виявлення ліній, які накладаються. Розроблено пакет програм з елементами штучного інтелекту, який використаний у вітчизняному програмно-аналітичному комплексі для рентгенофлуоресцентного аналізу матеріалів “СПРУТ”.

**Ключові слова:** рентгенофлуоресцентний аналіз, спектрометр "СПРУТ", математичне моделювання, рентгенооптична схема, розкладання спектра, оптимізація, нейроні сітки.

## ABSTRACT

**Reshetnyak M.V. Strategy Development of full-profile analysis of spectrums x-ray fluorescence. - Manuscript.**

Thesis for candidate's degree of physical and mathematical sciences by speciality 01.04.01 - physics of devices, elements and systems. -Sumy State University, Sumy, 2001.

Thesis is devoted to strategy development of full-profile X-ray fluorescent analysis for searching spectral chemical element lines and determination of their parameters. In the work, mathematical correctness of spectrum dissolution functions by the unchangeable basis was proved. Adequate description of analytical line form was found. A quantitative criterion of discovery limit for superimposing lines was determined. Algorithm of full-profile analysis of X-ray fluorescence spectra using machine intelligence elements was developed. The main results of the work were applied for development of native analytical software complex "SPRUT" for X-ray fluorescent analysis of materials.

**Keywords:** X-ray fluorescence analysis, spectrometer "SPRUT", mathematical modeling, x-ray optic scheme, dissolution of spectrum, optimization, neural network.

## **АННОТАЦИЯ**

**Решетняк М.В. Разработка методики полнопрофильного анализа спектров рентгеновской флуоресценции. – Рукопись.**

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.01 – физика приборов, элементов и систем. –Сумской государственной университет, Сумы, 2001.

Диссертация посвящена разработке методики полнопрофильного рентгенофлуоресцентного анализа для поиска спектральных линий химических элементов и определения их параметров. В работе экспериментально доказывается математическая корректность разложения сложной спектральной функции по неизменной базисной системе функций. Установлено адекватное математическое описание формы аналитических линий. Теоретически обоснована и экспериментально доказана возможность повышения разрешающей способности полнопрофильного анализа спектров при обработке разностного массива. Предложен способ определения величины экспериментального шума

Экспериментально доказан существенный вклад погрешности установки длины волны в приведенную погрешность. Установлено что, реальный вид дисперсии экспериментальных данных существенно отличается от статистики Пуассона, и только двухфакторная модель хорошо объясняет полученные экспериментальные результаты. Определен количественный критерий предела обнаружения накладывающихся линий. Разработан алгоритм полнопрофильного анализа рентгенофлуоресцентных спектров с элементами искусственного интеллекта. Обоснована возможность использования полнопрофильного анализа спектров, полученных с плохим разрешением. Экспериментально дока-

зана возможность количественного определения толщины сверхтонких пленок по интенсивности линий рентгеновской флуоресценции. Основные результаты работы нашли практическое применение при разработке отечественного программно - аналитического комплекса "СПРУТ" для рентгенофлуоресцентного анализа многокомпонентных твердых материалов.

**Ключевые слова:** рентгенофлуоресцентный анализ, спектрометр "СПРУТ", математическое моделирование, рентгенооптическая схема, разложение спектра, оптимизация, нейронные сети.