

用低能 X 射线反散射法测定泥炭的灰分含量

刘守铮

韩文鑫

(黑龙江省技术物理研究所)

(哈尔滨科学技术大学)

关键词: X射线反散射 泥炭 光电效应 能谱 松紧度

泥炭的一个重要指标是灰分含量。目前化验室分析灰分含量采用烧灰方法,这种方法耗时费力,测一个样品需 8 小时左右。本文介绍用低能 X 射线反散射方法测定泥炭的灰分含量。这种方法简单、快速、测一个样品仅需 1 分钟。测量结果与化学常规分析比较,平均标准偏差约为 3%。

一、工作原理

首先假定泥炭同煤炭一样,也是一种混合物,它是由两种不同 Z 的组分所构成^[1]。一种组分是可燃部分,包括碳、氢、硫等元素,有效原子序数 $Z_{\text{有效}} \approx 6$ 。另一种组分是不可燃部分(矿物质),包括硅、钙、铝、镁、铁等元素,有效原子序数 $Z_{\text{有效}} \approx 12$ 。灰分含量不同,即两种组分含量不同,由于光电效应截面的差异,散射 X 射线强度也不同。因此,根据 X 射线强度的变化可以判定出矿物质的含量。

另外,假定矿物质含量与燃烧后剩余的灰分相关。这一假定虽然不是十分正确,但对很多应用工作它已具有足够好的准确度。影响测量准确度的因素很多,最终准确度主要决定于入射 X 射线能量的选择。实验证明了入射能量为 15keV 时灵敏度最高,选用 ^{238}Pu 源是适宜的。

如果泥炭中含有 i 元素,浓度为 γ_i ,样品的总反散射强度为^[2]

$$I = KI_0 \left[\frac{\sum_i (\sigma_{\text{coh}} + \sigma_c)_i \gamma_i}{2 \sum_i \mu_i \gamma_i} \right] \quad (1)$$

式中, I_0 是入射辐射强度, K 是决定于几何条件的常数, σ_{coh} 和 σ_c 分别是相干和康普顿散射系数, μ 是入射和散射辐射能量的总质量减弱系数。

在小于 50keV 的低能区域 σ_{coh} 和 σ_c 随 Z 的变化不大,且均接近常数。 μ_i 主要由光电效应截面 σ_p 所决定。 $\sigma_p \propto Z^4$ ^[3]。

综上所述,在低能区域 μ_i 随 Z 有剧烈的变化。光电效应截面大的元素(高 $Z_{\text{有效}}$ 的矿物质)散射的光子数目少。反之,散射的光子数目多,这样根据散射光子数目的多少,即可判定二种组分的浓度,即测出灰分含量值。

二、测量方法

图 1 是实验测量装置示意图。

实验使用了 $7.4 \times 10^8 \text{Bq}$ 左右的 ^{238}Pu 源。探测器是由 GDB44D 光电倍增管和 ST-102C ($\phi 50 \times 3$) NaI (Tl) 晶体组成的闪烁计数器。256 道脉冲幅度分析器用于放大探测器的脉冲信号和显示能谱。定标器用于记录总计数。泥炭样品重 42.5g,样品容器高 5cm。每次测量时间为 60s。

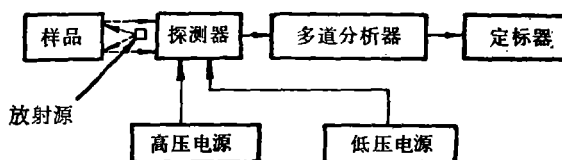


图 1 测量装置示意图

三、测量结果

由于使用了薄晶体,且在高计数率条件下工作,整个测量装置的能量分辨率如下: ^{238}Pu 准直谱为 69%, 宽束谱为 84%; Fe 的 K_{α} 线为 85%; Cu 的 K_{α} 线为 78%。图 2 给出了不同灰分值样品的能谱图。

图 3 和图 4 给出了不同几何条件下的计数率 n 和灰分值 A' 的关系。图 3 中源和探测器间距离为 1.5cm,

图2 不同灰分
值样品的能谱图

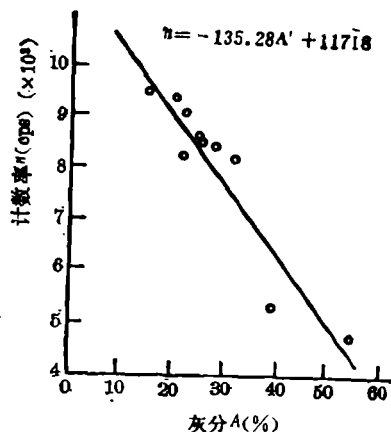
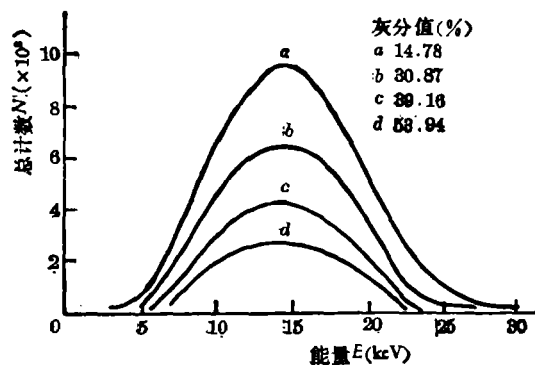


图3 计数率与灰分含量的关系

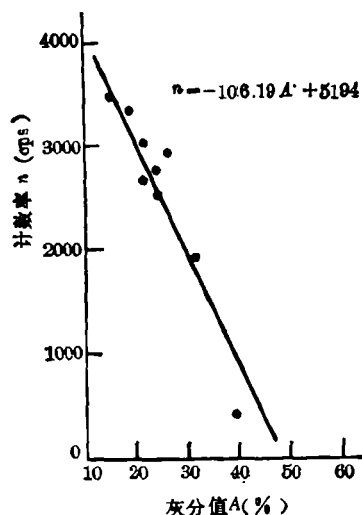


图4 计数率与灰分含量的关系

源和样品间距离为 1.5cm; 图 4 中源和探测器间距离为 6cm, 源和样品间距离为 0.8cm。

由最小二乘法求出图 3 和图 4 的回归方程分别为:

$$n = -135.38A' + 11718 \quad (2)$$

$$n = -106.19A' + 5194 \quad (3)$$

下表给出了三次结果的计算值与标准值(化学分析值)的比较。平均标准偏差如下: A 组为 3.43, B 组为 3.58, C 组为 2.78。

四、讨 论

低能 X 射线反散射方法测定泥炭的灰分含量, 不能做绝对测量, 它要以常规的化学分析方法作为标准。但它有突出的优点, 即简单、快速和方便。平均标准偏差为 3% 左右。

表 计算值与标准值的比较

泥 炭 样 品 号	采样深度 (cm)	标准灰分值 (%)	A 组*		B 组*		C 组**	
			计算灰分值 (%)	偏差 (%)	计算灰分值 (%)	偏差 (%)	计算灰分值 (%)	偏差 (%)
A-I-2	0—50	26.13	23.19	+2.94	24.21	+1.92	20.87	+5.26
A-I-2	50—100	18.49	17.77	+0.72	18.01	+0.48	17.17	+1.32
A-I-2	100—140	14.78	15.86	-1.08	14.94	-0.16	15.62	-0.84
A-I-6	0—30	21.27	24.80	-3.53	25.04	-3.77	23.95	-2.68
A-I-6	30—100	20.97	19.84	+1.13	20.27	+0.70	20.56	+0.41
A-I-6	100—120	30.87	26.38	+4.49	25.35	+5.52	30.83	+0.04
A-II-3	0—70	23.36	23.01	+0.35	23.07	+0.29	22.57	+0.79
A-II-3	70—100	24.08	23.06	+1.02	23.07	+1.01	25.28	-1.2
A-I-7	0—25	39.16	46.82	-7.66	46.90	-7.74	44.27	-5.11
A-I-7	25—50	53.94	51.55	+2.39	51.62	+2.32	51.93	+2.01

*源—窗距1.5cm 源—样品距 1.5cm **源—窗距 6cm 源—样品距0.8cm

A、B组由方程(2)得出 C 组由方程(3)得出

(下转 37 页)

—核技术—

② I_1 的确定: 胶片的前后增感屏均为 0.8mm 的铅箔, 用 5cm 厚钢锭阻挡射线, 射线剂量率 $P=25$ R/min·m。共照 30 秒, 结果胶片黑度 $S=1.74$ 。则该胶片所受剂量为 1.58R。根据实验结果, 东方红 X 光胶片的最佳剂量为 1.45~1.09R。因此, 我们选择 $I_1=1.5\sim 1R$ 。

三种不同规格的钻头估算曝光时间及实际采用的时间表如表 4。

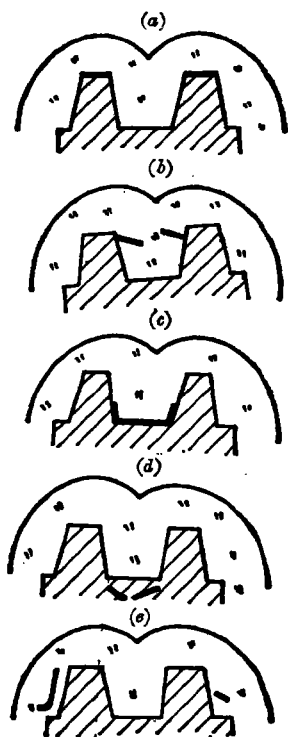


图 4 钻头内部缺陷类型

三、钻头内部缺陷的辨认

缺陷的存在使胶片产生相应的斑痕。为了判断这些缺陷, 必须消除各种类似缺陷的假象。产生假象的原因有: (1) 工件内部不均匀引起的假象。对可疑部位采用选择不同照射角度和照射时间的方法, 突出不同等效厚度部分, 以反复验证缺陷的存在。(2) 胶片本身局部不均匀或冲洗不当等原因引起的假象, 这些假象经重复照射几次可以消除。

经反复实验发现这批钻头缺陷有以下类型:

(1) 由于膨胀系数不同, 热加工冷却后碳化钨硬质合金胎体和钢芯顶部粘合不紧, 胶片上出现黑线如图 4(a) 所示。有这一类的钻头共有 6 个, 其中两个最严重。

(2) 由于收缩应力而产生的裂纹。此类缺陷共有 3 个, 其中一个最严重, 如图 4(b) 所示。

(3) 由于膨胀系数不同, 冷缩后在钢芯根部及凹部出现因粘合不紧的裂缝, 在胶片上呈现粗黑线如图 4(c) 所示, 此类缺陷在很多钻头上都有, 尤以头号钻头($\phi 212$)中的一个最严重。

(4) 钢体本身的缺陷, 在根部出现粗黑线如图 4(d) 所示, 此类缺陷发现不多, 仅有 3 个钻头, 其中一个最严重。

(5) 沿钢芯与胎体接触面外缘出现形状比较规则的黑线, 共有 4 个钻头有这样的缺陷, 其中 1 个最严重, 如图 4(e) 所示。

(1983 年 9 月 6 日收到)

(上接 32 页)

主要偏差来源:

1. 电磁辐射与物质相互作用的吸收曲线是指数函数。在低灰分值区域, 计数率与灰分值的关系近似于直线。灰分值小于 30% 时, 偏差较小。灰分值愈高, 二者关系与直线离歧愈大。当灰分值高于 30% 时, 偏差较大。

2. X 射线反散射方法测量泥炭灰分的主要偏差来源是松紧度(散比重)。泥炭的物理性质不尽相同, 有的含有絮状纤维质成分多, 样品之间的松紧度差异较大, 会造成测量误差。

3. 由于放射性同位素方法和化学分析方法原理不同, 两者结果也有差异。例如, 化学分析的灰分中不含有硫(被烧掉), 放射性同位素方法却把硫计入到灰分中, 因为硫的原子序数为 16。

本文承蒙哈尔滨科技大学陶仲侃教授、宋茜萍副教授, 黑龙江省技术物理研究所副研究员肖度元进行审阅并做了修改, 谨致谢忱。

参 考 文 献

- [1] C. G. Clayton and M. R. Wormald, *Int. J. Appl. Radiat. Isotopes*, 34, 6 (1983).
- [2] J. R. Rhodes et al., *Radioisotope Instruments in Industry and Geophysics (Proc. Symp. Warsaw, 1965)*, Vol.1, 453, IAEA, Vienne (1966).
- [3] H. P. Schätzler, *Int. J. Appl. Radiat. Isotopes*, 30, 115 (1979).

(1984 年 3 月 6 日收到)

Keywords: MWPC curved crystal spectrometer

Fitting efficiency curve of Gamma-ray spectrometric instrument by spline

Liu Chengan Tang Naixun Feng Xizhang

(General Research Institute for Non-ferrous Metals)

The cubic spline has been used as the efficiency curve model of Ge(Li) gamma-ray spectrometric instrument and improved the algorithm of stepwise regression. Methods such as AIC test etc have also been employed to majorize the model. Thus the problems of the numbers of the partition points, the locations of the best points and the continuity of fitting function at these points are solved. This model contains fewer parameters and better precision than those old ones.

We have used this method to do efficiency calibration for our 185 cm³ Ge(Li) coaxial detector. The every model obtained contains only three parameters and the precision is about 2.5% in the region from 59 keV to 1408 keV. The deviation of ¹⁵²Eu emission-rate measured by our calibrated system from the international comparision at 1978 is equal to or less than 3%.

Keywords: fitting a curve efficiency calibration γ -spectrum spline stepwise regression minimum information theoretic criterion

A broad window Mobley type magnet for compressing pulsed beam

Yuan Suoxiang Yang Shaoyu Shi Weidong Lin Xigang

(The Institute of Nuclear Science and Technology, Sichuan University)

This Mobley type magnet is installed on the 2.5MV Van de Graaff machine in our institute. It is a main facility for obtaining about 1 ns pulsed beam. The 10—15 ns pulsed beam can be compressed into 0.9—1.1 ns and 1.3—1.5 ns for H⁺ and D⁺, respectively. The observed optimum beam spot size is about 3×4 mm² at the target. The energy both for H⁺ and D⁺ ions ranges from 1.5 to 2.3 MeV with the energy resolution about $\pm 0.5\%$.

Keywords: broad window magnet Van de Graaff accelerator

Determination of the content of ash in peat by using low energy X-ray backscattering method

Liu Shouzheng

Han Wenxin

(Heilongjiang Institute of Technical Physics) (University of Science and Technology of Harbin)

The content of ash in peat is determined by using the X-ray backscattering method. The radioactive source used is ²³⁸Pu. The average standard error is about 3% compared with those of chemical methods, and the causes of the error are discussed.

Keywords: X-ray backscattering peat photoelectric effect spectrum bulk density