

микронного уровня. При диспергировании незначительно (0,2 ат. %) увеличивается содержание железа без внесения иных примесей, что указывает на потенциальную перспективность метода при изготовлении плотных керамических изделий.

Использование метода оже-электронной спектроскопии дает возможность качественно и количественно оценить содержание примеси железа и общей концентрации углерода, критичной в технологии получения тугоплавких высокоплотных керамик.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Горский В.В. Технология изготовления и применения в реакторах PWR таблеток UO_2 с покрытием из ZrB_2 // Атомная техника за рубежом. – 1989. – № 9. – С. 7–14.
2. Кислый П.С., Кузенкова М.А. Спекание тугоплавких соединений. – Киев: Наукова думка, 1980. – 168 с.
3. Меерсон Г.А., Горбунов А.Е. Активированное спекание борид циркония. // Неорганические материалы. – 1968. – Т. 4. – № 3. – С. 320–324.
4. Андриец С.П., Дедов Н.В., Кутявин Э.М., Селиховкин А.М., Сенников Ю.Н., Соловьёв А.И. Фазовый состав синтезированных в плазме материалов и их термообработка для получения диборида циркония // Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы: получение, свойства, применение. IV Ставеровские чтения: Труды Всерос. научно-техн. конф. – Красноярск, 28–29 сентября 2006. – Красноярск: ИПЦ КГТУ, 2006. – С. 116–121.
5. Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов. – Новосибирск: Наука, 1986. – 305 с.
6. Карагедов Г.Р., Рыжиков Е.А., Шацкая С.С. Особенности нанозмельчения Al_2O_3 и ZrO_2 // Химия в интересах устойчивого развития. – 2002. – № 10. – С. 89–99.
7. Мацера В.Е., Пугин В.С., Добровольский А.Г. и др. Измельчение порошков в планетарной центробежной мельнице. Ч. 1. Определение оптимальных условий измельчения // Порошковая металлургия. – 1973. – № 6. – С. 11–15.
8. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. – М.: Мир, 1970. – 310 с.
9. Качаев А.А., Двилис Э.С., Мызь А.Л. Коллекторное прессование крупногабаритных мишеней из ZrB_2 для магнетронного распыления // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения: Матер. Междунар. научно-техн. конф. – МИРЭА, 24–28 октября 2006. – М.: МИРЭА, 2006. – Ч. 1. – С. 167–171.

Поступила 08.09.2010 г.

УДК 541.8–145.2

МЕТОД ДВУХЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ АБСОРБЦИОМЕТРИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ПЛОТНОСТИ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Н.А. Антропов, Д.А. Карпов, Ю.Ю. Крючков, Т.Н. Стрежнева

Томский политехнический университет
E-mail: kyu@tpu.ru

Экспериментально показана возможность использования двухэнергетической рентгеновской абсорбциометрии для определения плотности водно-солевых и водно-спиртовых растворов при вариации массового коэффициента ослабления проб до 80 %.

Ключевые слова:

Двухэнергетическое рентгеновское излучение, плотность, массовый коэффициент ослабления.

Key words:

Dual-energy X-ray radiation, density, mass attenuation coefficient.

Введение

Поглощение излучения веществом (абсорбция) является достаточно изученным разделом физики, результаты которого широко используются, например, для определения плотности веществ, которая играет важную роль при проведении аналитических исследований. При использовании абсорбции для измерения плотности многокомпонентных проб переменного состава на углеводородной основе, таких как костный осто́в животных, нефть, газ и других, возникает проблема определения массового коэффициента ослабления μ и плотности пробы ρ .

В последнее время в медицине для определения минеральной плотности кости широко использует-

ся метод двухэнергетической рентгеновской абсорбциометрии. Суть метода заключается в том, что исследуемый объект, например, кость человека, облучают рентгеновским излучением с энергией 35 и 68 кэВ.

Вычисление минеральной плотности кости проводится из системы уравнений [1]:

$$N_1 = N_{01} \exp(-\mu_{b1} t_b \rho_b - \mu_{s1} t_s \rho_s - \mu_{f1} t_f \rho_f),$$

$$N_2 = N_{02} \exp(-\mu_{b2} t_b \rho_b - \mu_{s2} t_s \rho_s - \mu_{f2} t_f \rho_f), \quad (1)$$

где N_1 , N_2 и N_{01} , N_{02} – количество импульсов, зарегистрированных детекторами после прохождения излучения через исследуемый участок и внутренний фантом (модель, воспроизводящая часть тела

человека, с известными параметрами, использованная как образец сравнения), соответственно; t_b , t_s , t_f – толщина кости, тощих и жировых тканей; μ_{b1} , μ_{s1} , μ_{f1} и μ_{b2} , μ_{s2} , μ_{f2} – коэффициенты ослабления рентгеновского излучения при энергии излучения 35 (1) и 68 кэВ (2), соответственно; ρ_s , ρ_f – плотности тощих и жировых тканей; ρ_b – неизвестная плотность кости, которую требуется определить.

Использование двух энергий излучения позволяет существенно снизить погрешность по сравнению с методами однофотонной и моноэнергетической рентгеновской абсорбциометрии до 0,5 %. Для решения системы уравнений (1) принимается допущение, что коэффициенты ослабления для энергий излучения 35 и 68 кэВ постоянны. Допущение о постоянстве массового коэффициента ослабления для многокомпонентных сред переменного состава не является корректным и приводит к увеличению погрешности при измерениях *in vivo*.

Постановка задачи

На кафедре общей физики ФТИ ТПУ разработан общий подход к решению задачи определения плотности многокомпонентных сред с переменным составом с использованием рентгеновского излучения двух и более энергий. Для прохождения излучения через многокомпонентную среду с переменным составом можно записать систему уравнений [1, 2]:

$$\begin{aligned} J' &= J'_0 e^{-\mu' \rho x}, \\ J'' &= J''_0 e^{-\mu'' \rho x}, \end{aligned} \quad (2)$$

где J' , J'' и J'_0 , J''_0 – интенсивность прошедшего/падающего излучения; μ' , μ'' – массовые коэффициенты ослабления излучения; ρ и x – плотность и толщина слоя анализируемой пробы. В выражении (2) и далее по тексту индексы в виде одного и двух штрихов различают излучение с низкой и высокой энергией, соответственно. В системе уравнений (2) три неизвестных: ρ , μ' , μ'' . Для решения системы уравнений (2) авторами работы [1, 2] предложено уравнение связи:

$$\mu' = a + b\mu'', \quad (3)$$

где μ' , μ'' – массовые коэффициенты ослабления для двух энергий.

Решая систему уравнений (2) с учетом выражения (3), получаем следующую формулу для определения плотности многокомпонентной среды с переменным составом:

$$\rho = K_1 \ln \frac{N'_0 - N'_\phi}{N' - N'_\phi} - K_2 \ln \frac{N''_0 - N''_\phi}{N'' - N''_\phi}, \quad (4)$$

где N'_0 , N' и N'_ϕ , N''_0 , N'' – число импульсов в отсутствии и присутствии пробы в измерительной кювете при её облучении характеристическим рентгеновским излучением выбранных энергий, соответственно; N'_ϕ , N''_ϕ – число импульсов фона; K_1 и K_2 – калибровочные коэффициенты, значение которых определяют из измерений стандартных образцов с известной плотностью.

Целью данной работы являлось экспериментальное подтверждение возможности использования предложенного уравнения связи для определения плотности многокомпонентных сред с переменным составом.

В качестве таких сред были выбраны водно-спиртовые и водно-солевые растворы, для которых диапазоны изменения плотности и массового коэффициента ослабления перекрывали диапазоны вариаций названных величин для большого круга практических задач от рентгеновской томографии человека до определения плотности нефти. А также обладали простотой приготовления.

Экспериментальная установка и методика измерений

Исследования проводились на лабораторной установке «РЕТРАН», схема которой представлена на рис. 1. В ее состав входила стандартная аппаратура. Получение рентгеновского излучения осуществляется с помощью рентгеновской трубки типа БХ-10 – 1 (максимальное напряжение – 50 кВ, максимальный ток – 1 мА). Трубка подключена к блоку питания – 2 рентгеновской трубки БХ-10-БПУ.

Пучок первичного рентгеновского излучения выходит через бериллиевое окно рентгеновской трубки и проходит коллиматор – 3, диаметр которого равен 5 мм, далее попадает на вторичную мишень – 4, которая представляла собой диск диаметром 15 мм состоящий из 6-и равных секторов: 3 сектора из серебряной фольги и 3 сектора из циркониевой. Мишень центровалась так, что ось пучка из трубки и ось коллиматора – 5 были нацелены в центр мишени. Основными по интенсивности линиями пучка являлись K_α линии серебра (22 кэВ) и циркония (15,8 кэВ). Затем пучок, состоящий из двух моноэнергетических линий, проходит через коллиматор – 5 с диаметром 2 мм, попадает на изучаемый образец – 6 и затем на бериллиевое окно блока детектирования пропорционального БДП-2 – 7, состоящего из счетчика СИ12-Р и предусилителя импульсов.

Для отсечения излучения трубки, рассеянного на мишени, использована стандартная геометрия: где угол между пучком, падающим на мишень, и осью коллиматора – 5 равен $\pi/2$. Коллиматор – 5 формирует параллельный пучок излучения, состоящий из характеристического рентгеновского излучения элементов мишени, проходящий через анализируемый образец. На рис. 2 показан энергетический спектр мишени.

Источник питания предусилителя находится в корпусе спектрометрического устройства – 8 СУ-05П и состоит из блоков высоковольтного напряжения БНВ-07 и низковольтного – БНН-03. Сигнал с предусилителя передается на широкополосный усилитель – 9 СУ-4К, а затем на спектрометрический аналого-цифровой преобразователь АЦП-8К-2М (далее АЦП) в корпусе персонального компьютера – 10.

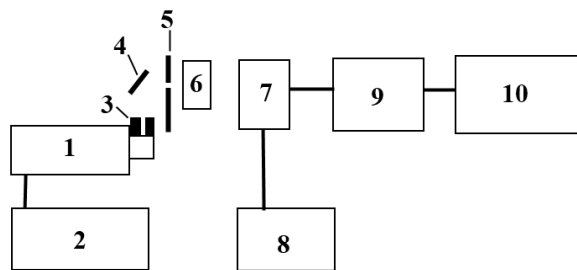


Рис. 1. Схема установки «РЕТРАН»: 1) рентгеновская трубка; 2) блок питания рентгеновской трубки; 3) коллиматор рентгеновской трубки; 4) вторичная мишень; 5) коллиматор вторичного излучения; 6) анализируемая проба; 7) блок детектирования пропорциональный; 8) источник питания предусилителя; 9) спектрометрический усилитель; 10) персональный компьютер со встроенным АЦП

Оценка нестабильности оборудования

На первом этапе была проведена оценка нестабильности работы установки, которая складывается из:

- согласованного быстродействия предусилителя и усилителя импульсов, АЦП;
- согласованной работы АЦП с ЭВМ;
- стабильности свойств пучка рентгеновских квантов, излучаемых рентгеновской трубкой.

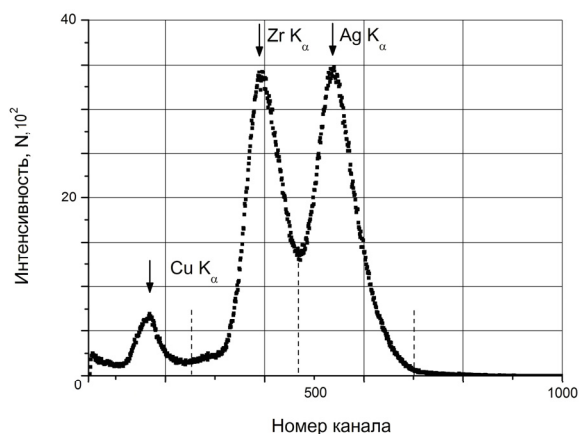


Рис. 2. Энергетический спектр характеристического рентгеновского излучения мишени

Оценить вклад каждого элемента спектрометрического тракта в нестабильность всей установки довольно сложно, но достаточно оценить общую нестабильность, чтобы сделать вывод о возможности использования данного лабораторного макета для оценки работоспособности метода, рассматриваемого в данной работе.

Как следует из формулы (2) при неизменных условиях измерений, а именно плотности пробы, массового коэффициента ослабления и геометрических размеров пробы, стабильность пучка, прошедшего через пробу J , будет зависеть от стабильности пучка J_0 , падающего на пробу, и согласованной работы спектрометрического тракта. Стабильность пучка J_0 будет зависеть от стабильности параметров рентгеновской трубки и источника её питания. Следовательно, оценивая зависимость интен-

сивности пучка, прошедшего через пробу, от времени, можно судить о стабильности работы всей аппаратуры, т. е. оценить аппаратурную погрешность.

Для оценки стабильности аппаратуры достаточно провести измерения для одной энергетической линии, т. к. работа спектрометрического тракта должна быть одинаково стабильной в рабочем диапазоне энергий. В измерениях использовалась энергетическая линия серебра с энергией 22 кэВ, для которой проводились серии по 12 измерений. Для каждой серии рассчитывалось среднее значение площади пика характеристического излучения серебра по формуле:

$$N_{cp} = \left(\sum_{i=1}^n N_i \right) / n,$$

где n – количество измерений в серии; N_i – измеренная i -я площадь пика.

На рис. 3 представлено изменение со временем средних значений площади пика из каждой серии измерений для 10 серий. Измерения проводились при напряжении на рентгеновской трубке 36 кВ и токе 0,2 мА. Время одного измерения в серии 3 мин, время измерений одной серии 36 мин. Общее время измерений составило 6 ч. Обработка результатов измерений осуществлялась линейной интерполяцией в программе OriginPro 7.5. Результаты представлены сплошными линиями на рис. 3. Длительные измерения (3-е суток) по приведенной выше схеме выявили максимальную амплитуду временной флуктуации, которая, как видно из рис. 3, не превышала 0,25 %. Поскольку за время наблюдения временная флуктуация не стабилизировалась, то она вошла в аппаратурную погрешность. Для стандартной аппаратуры полученную погрешность можно считать хорошей.

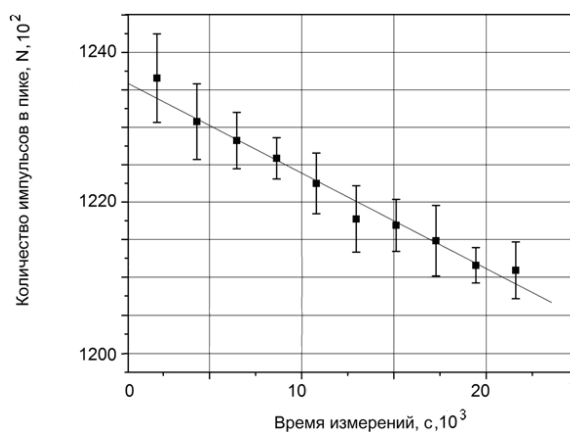


Рис. 3. Средние значения площади пика из каждой серии измерений

На рис. 4 представлена зависимость наибольшего отклонения площади пика от среднего значения в серии от времени. Наибольшее отклонение от среднего значения в серии вычислялось по формуле:

$$\Delta_{max} = \frac{|N_{cp} - N_{max}|}{N_{cp}} \cdot 100 \%,$$

где N_{\max} — значение площади пика в серии, максимально отличающееся от среднего значения площади пика в серии.

Значения наибольшего отклонения в серии измерений отмечены также на рис. 3 в виде погрешностей измерений (вертикальные «ворота»).

Из рис. 4 видно, что наибольшее отклонение площади пика не превышает 0,5 %. Наибольшее отклонение площади пика от среднего значения характеризует нестабильность аппаратуры, т. е. аппаратурную погрешность. Можно утверждать, что существенный вклад в данную погрешность вносит зависимость площади пика от времени, составляющая 0,25 % за время одной серии измерений.

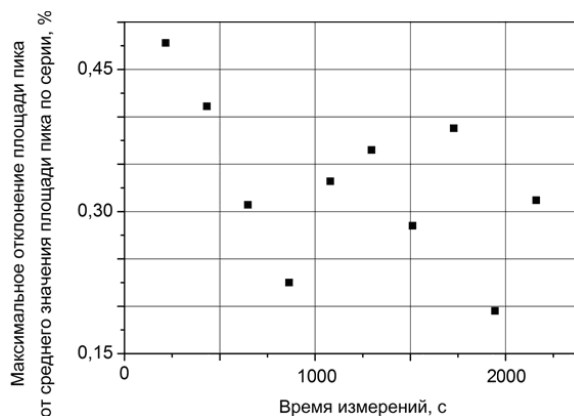


Рис. 4. Зависимость наибольшего отклонения площади пика от среднего значения площади пика по серии от времени

Оценка возможностей двухэнергетического метода определения плотности с использованием уравнения связи

На установке «РЕТРАН» были проведены измерения проб с переменным составом. Для анализа было приготовлено три водно-солевых ($H_2O+NaCl$) и пять водно-спиртовых ($H_2O+C_2H_5OH$) проб с плотностью в диапазоне от 853 до 1030 $кг/м^3$. Плотности растворов определялись с помощью ареометров АН с ценой деления 0,5 $кг/м^3$ [3].

Приготовленные растворы являются многокомпонентными, и поэтому представляется возможным показать главную особенность метода, а именно, его независимость от вариации массового коэффициента ослабления. Для многокомпонентных проб переменного состава массовый коэффициент ослабления для моноэнергетического излучения будет определяться как [8]:

$$\mu = \sum \mu_i c_i,$$

где μ_i — массовый коэффициент ослабления каждого элемента, входящего в состав пробы; c_i — массовая доля i -го элемента в смеси.

Массовый коэффициент ослабления для водно-солевого раствора будет складываться из массового коэффициента ослабления натрия, хлора, водорода и кислорода, а массовый коэффициент ослабления для водно-спиртового раствора будет складываться из массового коэффициента ослабления углерода,

водорода и воды. Значения массовых коэффициентов ослабления различны для различных энергий. На основе табличных данных массовых коэффициентов поглощения элементов [4], вычислены значения массовых коэффициентов ослабления проб.

Наибольший разброс коэффициента ослабления для энергии циркония для крайних точек: $\mu_{спирт,1}=1,13$ $см^2/г$ для спирта с плотностью 853 $кг/м^3$ и для водно-солевого раствора с плотностью 1030 $кг/м^3$ составил $\mu_{сол,2}=1,91$ $см^2/г$.

Таким образом, для приготовленных растворов вариация коэффициента ослабления достигала 70 % что значительно превышало вариации коэффициента ослабления для живых тканей (3...5 %).

По крайним точкам со значениями плотности 853 и 1030 $кг/м^3$ проведена калибровка прибора и определены калибровочные коэффициенты K_1 и K_2 для ур. (4). Для приготовленных растворов были проведены измерения количества импульсов в пиках и рассчитана плотность. Результаты измерений представлены в таблице.

Таблица. Результаты измерения плотности растворов

Плотность приготовленного раствора, ρ , $кг/м^3$	1015	1000	937	917	902	883
Плотность раствора измеренная, $\rho_{изм}$, $кг/м^3$	1016,7	995,5	935,8	912,7	904,4	878,1
Отклонение измеренной плотности от ареометрической, %	0,17	0,45	0,18	0,47	0,26	0,55

Из таблицы видно, что наибольшее отклонение плотности измеренной на установке отличается от ареометрической плотности на 0,55 %. Как было сказано выше, в данной работе применялась стандартная аппаратура, при этом полученные результаты сопоставимы с результатами измерений полученных на широко известных мировых медицинских денситометрах [5–7].

Выводы

Экспериментально показана возможность использования двухэнергетической рентгеновской абсорбциометрии для определения плотности водно-солевых и водно-спиртовых растворов при вариации массового коэффициента ослабления проб до 70 % с максимальной погрешностью определения не более 0,55 %.

Предложено уравнение связи, позволяющее определять плотность образцов при варьировании в широких пределах массовых коэффициентов ослабления его составляющих. Это позволяет расширить сферу применения метода (от медицины до определения плотности нефти и нефтепродуктов), а также исключить методическую составляющую из общей погрешности, свести погрешность определения плотности до уровня аппаратурной.

Работа выполнена при финансовой поддержке конкурса «У.М.Н.И.К.» и администрации г. Томска.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Стрежнева Т.Н., Лобова А.А., Антропов Н.А., Крючков Ю.Ю. Оценка порога обнаружения рентгеновского метода определения серы в нефти и нефтепродуктах // Известия Томского политехнического университета. – 2009. – Т. 315. – № 2. – С. 72–74.
2. Способ определения концентрации серы в нефти и нефтепродуктах: пат. 2367933 Рос. Федерация. № 2008122744/28; заявл. 04.06.08; опубл. 20.09.09, Бюл. № 26. – С. 9.
3. ГОСТ 28947–91. Ареометры стеклянные. Стандартное значение коэффициента объемного термического расширения (для использования при подготовке поправочных таблиц для жидкостей). – М.: Изд-во стандартов, 1991. – 5 с.
4. Рентгенотехника / под ред. В.В. Клюева. Справочник: в 2 кн. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 1992. – 479 с.
5. Cameron J.R., Sorenson J.A. Measurement of bone mineral in vivo an improved method // Science. – 1963. – V. 142. – № 11. – P. 230–232.
6. Webber C.E. Photon absorptiometry, bone densitometry and the challenge of osteoporosis // Phys. Med. Biol. – 2006. – V. 51. – P. 169–185.
7. Moure L., Reichmann P., Gamba H. R. Dual photon absorptiometry using a gadolinium-153 source applied to measure equine bone mineral content // Phys. Med. Biol. – 2003. – V. 48. – P. 3851–3863.
8. Немец О.Ф., Гофман Ю.В. Справочник по ядерной физике. – Киев.: Наукова думка, 1975. – 416 с.

Поступила 01.09.2010 г.