

数字化海底原位 X 荧光探测系统研制

王广西, 葛良全, 赖万昌, 李丹, 曾国强, 郭成, 毛伟, 曾明岗

成都理工大学核技术与自动化工程学院, 成都, 610059

在海底矿产资源勘查过程中, 迫切需要了解和掌握海底沉积物中元素的种类及其含量等数据。传统的方法是利用海底取样方法采集海底沉积物样品, 在船上进行现场分析或运输到陆地上在实验室内进行物理或化学分析, 经历采集样品、样品加工制备以及样品保存运输等步骤, 一般周期需要几天甚至几个月。在采集沉积物样品过程中会对海底沉积物的干扰, 在样品储藏或运输过程中样品的特性会发生变化, 同时实验室分析也将滞后几天甚至一个月的时间, 因此所分析的样品已经与往往不能真实地反映样品原出处的实际情况。

海底原位 X 荧光探测技术是基于能量色散 X 射线荧光分析原理, 将海底 X 射线荧光探管置于海底沉积物上, 采用拖曳方式实现对海底沉积物成分进行原位、实时测量, 快速获取海底沉积物中多元素含量数据。这不仅可实时指导海洋矿产资源调查工作, 有利于提高调查评价的效果; 而且可以节约调查成本, 提高海洋矿产资源调查的效率, 是一种有效的海洋矿产资源调查新技术。

数字化海底原位 X 荧光探测系统设计工作水深 1000m, 系统主要由海底探管、船上测量控制系统和铠装传输线缆三部分组成。具体研究内容包括: ①海底探管外壳的研制; ②激发探测装置的研究; ③数字化核脉冲处理器的研制; ④方法技术研究; ⑤测量分析软件开发等几部分。

1 海底探管外壳

海底探管在几百米乃至上千米的深水高压环境下工作, 要求海底探管具有耐水压和防渗漏性能, 以及 X 射线能自由出入。本文采用 2A12 硬铝合金做海底探管外壳的材料 2A12 硬铝合金的屈服极限为 325MPa, 在安全系数取 2.5 的情况下, 可计算其许用应力为 130MPa。本文设计的圆柱形海底

探管外壳型壁厚为 5mm, 内径为 90mm, 根据海底受力分析和第四强度理论可以求得在 1000m 水深时, 海底探管材料承受的应力为 77.94MPa, 远小于其许用应力 130MPa。同时, 采用厚度为 1.5mm, 面积为 2cm² 的瓦状硬态金属铍片做 X 射线的探测窗, 可实现原子序数大于 22 (钛) 的元素特征 X 射线自由出入探测窗。探测窗在真空环境中与硬铝合金外壳粘接, 结合海底探管两端的双层 O 型圈结构, 可确保 X 射线探测窗在 10MPa 水压环境下无渗漏, 密封性能良好。海底探管在重庆地质仪器厂压力实验舱内实验表明, 在 12Mpa 水压下 (相当于水深 1200 米), 连续保压 2 小时, 无变形和渗漏现象。此外, 设计了偏心加重装置, 在硬件上保证了海底探管探测窗在探测时始终与海底沉积物紧密接触。

2 激发探测装置

本文首次采用微型 X 射线管和高分辨率电致冷 Si-PIN 半导体探测器研究设计了海底原位 X 荧光探测系统的激发探测装置, 通过对原级 X 射线散射理论的分析 and 试验验证, 确定了在 X 射线管与样品之间的夹角为 70°~75°, 且探测器与样品之间的夹角为 70°~75° 时可获得最佳的峰背比。根据 X 射线管原级 X 射线的谱强度分布以及靶物质特征 X 射线的强度分布特征, 研究了在分别测量 Ti、Cr、Co、Cu、Mo 等五种元素时 X 射线管的最佳工作电压和工作电流, 考虑对海底原位 X 荧光测量元素范围内的所有元素均应有一定的激发效率和较高的峰背比, 确定了 X 射线管的工作电压为 30kV, 工作电流为 3uA, 实现了对海底沉积物样品的高效激发和探测。

3 数字化核脉冲处理器的研制

通过对探测器电荷灵敏前置放大器输出信号的分析, 在海底原位 X 荧光探测系统中采用基于数

字脉冲成形滤波、数字基线估计与恢复、数字脉冲抗堆积及计数率校正、数字脉冲波形甄别的低噪声数字化核脉冲处理器,在保证系统能量分辨率的基础上,计数通过率可达 40kcps。研制了基于 CAN 总线技术的长距离高保真数据传输通信接口电路,理论上数据传输距离可达 10km,实现了船上控制系统对海底探管测量的控制和数据获取。为实现海底原位 X 荧光测量提供了硬件保证。

4 方法技术研究

海底原位 X 荧光探测中,船上测量控制系统从海底探管获取的数字信号实际上是海底沉积物样品中元素的特征 X 射线仪器谱。而海底原位 X 荧光探测系统要求输出的最终结果是海底沉积物中目标元素的种类和含量。受海底原位 X 荧光探测系统工作的特殊水环境条件,海底沉积物样品成分的复杂性,以及系统的探测窗的吸收与散射、激发源原级 X 射线的散射、系统探测效率、能量分辨率和元素间的谱峰干扰等多种因素的影响,必须采取有效的方法消除或降低上述因素的影响,建立目标元素特征 X 射线谱峰计数率与海底沉积物中目标元素含量之间的定量分析模型。

本文首先研究了基于傅里叶变换法的原级谱散射本底扣除技术和极大似然估计法的特征 X 射线微分谱线解析技术,对配制的 Cu、Ni、Pb、Zn 等沉积物样品的实测微分谱线的试验结果表明,该方法能有效扣除散射本底,解析能量差为 $2/3\text{FWHM}$ 的重叠谱峰并提取特征信息。在此基础上,进一步研究了水份效应的数学模型,建立了海底沉积物中水份的校正方程,对 Fe、Cu 两种元素的饱和水影响校正试验结果表明,校正后样品含量

的相对误差不超过 5%。通过对海底沉积物样品基体效应的研究,建立了基于计数率权因子法和特散比权因子法的“分类-特散比-多参数-非线性校正”的基体效应校正定量分析模型,通过对低含量($10\mu\text{g/g}$)、高含量(100g/g)的地球化学标准物质和 Cu、Ni、Pb、Zn、Ti、Fe 矿石样品进行检验对比,得到了很好的校正效果。此外,论文还研究了水介质与沉积物样品对原级 X 射线散射峰计数率的差异,在实验室水槽内对不同基体的模拟沉积物样品进行试验,根据散射峰计数率的不同,实现了对海底探管探测窗姿态的动态监测。

5 测量分析软件开发

在上述硬件研制和方法技术研究的基础上,开发了基于 LabWindows/CVI 平台的智能化海底原位 X 荧光探测系统测量控制及数据处理软件。

6 结论

研制的数字化海底原位 X 荧光探测系统分别在成都理工大学砚湖湖底和广西北海浅海海底开展了原位 X 荧光定点测量和连续拖动测量试验,通过对湖底沉积物样品的取样分析以及定点测量和连续拖动测量的对比分析,表明海底原位 X 荧光探测系统在定点测量和连续拖动测量时均能够实现定性与定量分析。论文研究与试验结果表明,研制的数字化海底 X 荧光探测系统能在 1000 米水深环境下采用定点测量或连续测量的方式同时对海底沉积物中 Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Pb、Sr、Mo 等 10 余种元素进行原位测定。