

УДК 552.08

**М. С. Хозяинов, О. А. Якушина, Р. В. Сотенский, А. О. Гридин,
А. В. Лапкин**

Возможности рентгеновской микротомографии для изучения природных образцов

Показаны возможности использования рентгеновской томографии для изучения образцов природных объектов, в том числе образцов горных пород и руд. Приведены физические основы для изучения минерального состава геологических образцов. Показана важность применения стандартных образцов, измеряемых вместе с исследуемым объектом.

Приведены примеры применения рентгеновской томографии: разделение по минеральному составу марганцевых руд, что позволило сделать заключение о возможностях их технологической обработки; разделение видов жемчуга; разделение природных и искусственных алмазов. Намечены основные пути развития метода.

Ключевые слова: рентгеновская томография, изучение минерального состава, природные и искусственные алмазы и жемчуг.

Об авторах

Хозяинов Михаил Самойлович – доктор технических наук, профессор, кафедры общей и прикладной геофизики государственного университета «Дубна». *E-mail: mkhoz@mail.ru.*

Якушина Ольга Александровна – доктор технических наук, кафедра общей и прикладной геофизики государственного университета «Дубна». *E-mail: yak_oa@mail.ru.*

Сотенский Ростислав Владиславович – аспирант кафедры общей и прикладной геофизики государственного университета «Дубна». *E-mail: sot.rostislav@gmail.com.*

Гридин Андрей Олегович – аспирант кафедры общей и прикладной геофизики государственного университета «Дубна». *E-mail: andrew.26@mail.ru.*

Лапкин Александр Викторович – аспирант кафедры общей и прикладной геофизики государственного университета «Дубна». *E-mail: lapkin299792458@inbox.ru.*

Метод рентгеновской (вычислительной) томографии заключается в реконструкции (восстановлении) и визуализации пространственного распределения величины линейного коэффициента ослабления (ЛКО) рентгеновского излучения в плоском слое исследуемого объекта (ИО) в результате компьютерной математической обработки серии теневых проекций, получаемых при просвечивании ИО тонким рентгеновским лучом по различным направлениям вдоль исследуемого слоя (рис. 1). Предварительная подготовка образца для рентгенотомографического анализа не требуется.

При томографировании ИО располагается в одной плоскости с источником излучения и зондируется проникающим (рентгеновским) излучением по различным направлениям в одной плоскости ($z = \text{const}$).

Прошедшее излучение регистрируется детекторами, значения интенсивностей излучения позволяют оценить величины интегральных теневых проекций ЛКО исследуемого вещества вдоль каждого направления распространения излучения и с помощью специальных алгоритмов провести реконструкцию двумерного распределения величин ЛКО $\mu(x, y)$ в изучаемом слое (рис. 1).

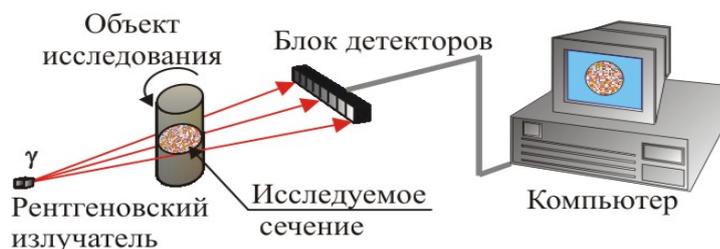


Рис. 1. Принципиальная схема рентгеновского томографа

Известно, что величина ЛКО μ (см^{-1}) любого вещества определяется химическим составом и плотностью вещества для данной энергии гамма-излучения. Для фиксированной энергии гамма-излучения величина ЛКО может быть вычислена по формуле:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (1)$$

где μ_m – массовый коэффициент ослабления гамма-излучения рассматриваемого вещества при той же энергии, $\text{см}^2/\text{г}$; ρ – плотность вещества, $\text{г}/\text{см}^3$.

Для вещества со сложным химическим составом величина μ_m определяется соотношением:

$$\mu_m = \sum_i p_i \mu_{mi}, \quad (2)$$

где p_i – относительное весовое содержание в сложной среде i -го компонента, имеющего массовый коэффициент ослабления μ_{mi} .

В процессе взаимодействия с веществом рентгеновского излучения, при невысоких, до 100 кэВ энергиях, преобладает явление фотоэффекта, когда амплитуда ЛКО монохроматического рентгеновского излучения в каждой точке ИО в общем случае зависит только от плотности и элементного состава вещества в данной точке. В этом случае метод РТ дает возможность проводить неразрушающее изучение внутренней микронеоднородности геологических образцов (минерального вещества) – выделение фаз и определение их морфоструктурных характеристик; наличие пустот, каверн, трещиноватости и т.п. Условиями, при которых метод решает поставленную задачу, являются соблюдение габаритных размеров ИО, использование образцов сравнения (ОС), отсутствие в составе ИО значительного количества (более 60% в объеме образца от размеров площади зоны сканирования при

заданном режиме) сильнопоглощающих или сильномагнитных фаз.

Основным соотношением, описывающим процесс просвечивания ИО рентгеновским излучением (γ -квантами), является экспоненциальный закон ослабления интенсивности гамма-излучения при прохождении поглощающей среды, который в случае распространения луча по прямой от точки 0 до точки x имеет вид:

$$I(x) = I_0(x) \exp \left[\int_0^x \mu(l) dl \right], \quad (3)$$

где $I_0(x)$, $I(x)$ – интенсивности излучения соответственно в отсутствие и при наличии поглощающей среды; $\mu(l)$ – ЛКО среды по пути распространения луча.

Для исключения влияния изменения интенсивности первичного излучения и линеаризации решаемой задачи соотношение (3) нормируют и логарифмируют, так что информация об объекте представляется в виде линейной теневой проекции $p(x)$:

$$\ln \left[\frac{I(x)}{I_0(x)} \right] = \int_0^x \mu(l) dl, \quad (4)$$

В приближении экспоненциального закона ослабления рентгеновского излучения веществом ОИ величину интегральных линейных теневых проекций ЛКО $p(\gamma, \phi)$ оценивают экспериментально через измеряемые значения интенсивностей излучения, прошедшего через ИО. Для восстановления (реконструкции) значений ЛКО в исследуемом сечении используется $p(\gamma, \phi)$, геометрия просвечивания считается идеальной:

$$p(\gamma, \phi) = \ln \left[\frac{I_0(\gamma, \phi)}{I(\gamma, \phi)} \right] =$$

$$= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \mu(x, y) \cdot \alpha(\gamma - x \cdot \cos \phi - y \cdot \sin \phi) \times \\ \times dx \cdot dy, (5)$$

где $I_0(\gamma, \phi)$ и $I(\gamma, \phi)$ – интенсивности излучения соответственно в отсутствие и при наличии объекта исследований; $\mu(x, y)$ – ЛКО в точке (x, y) томограммы; $\alpha(\gamma, \phi)$ – проецирующая функция, характеризующая некоторую нерезкость, обусловленную конечными размерами фокусного пятна источника излучения и апертуры детектора и некоторыми другими факторами; γ и ϕ в системе координат томограммы (x, y) задают пространственное положение проецирующей прямой, описываемой уравнением $\gamma = x \cdot \cos \phi + y \cdot \sin \phi$.

В реальных условиях, при конечных размерах фокусного пятна источника излучения и апертур детекторов, а также наличии иных параметров, приводящих к отличию условий сканирования от идеальных, принимается ряд допущений, связанных с физическими процессами сбора измерительных данных об ИО. Обратная задача томографии математически сводится к решению интегрального уравнения первого рода с приближенным восстановлением ограниченного по протяженности двумерного распределения $\mu(\gamma, \phi)$ по измеренным с конечной точностью линейным проекциям $p(\gamma, \phi)$. Такого рода задача характерна для целого ряда прикладных наук, таких как радиоастрономия, электронная микроскопия, медицинская диагностика, геофизика и др.

В настоящее время имеется несколько стандартных ПО, позволяющих восстанавливать томографические изображения и строить, в том числе трехмерные, изображения. Однако для решения некоторых задач, например построения системы пустот образцов нефтяного керна, требуется создание отдельного специализированного ПО, которое планируется разработать на кафедре общей и прикладной геофизики.

Различие в значениях ЛКО минералов позволяет изучать внутреннее строение (фазовый состав, структурно-текстурные характеристики) геообъектов. Идентификация фаз осуществляется путем сопоставления отношений амплитуд рассматриваемых элементов микро неоднородности (индивидов) и используемого образца сравнения с теоретически рассчитанными применительно к условиям сканирования ИО отношениями величин ЛКО для этих

элементов и образца сравнения – однородного материала с известным составом и плотностью. Полученное отношение ($\alpha = \text{ЛКО фазы}/\text{ЛКО ОС}$) сравнивается с теоретически рассчитанным для данного вещества. При этом расчет проводится в предположении, что известны химический состав и плотность минеральной фазы (вещества). Впервые подобная методика предложена М.С. Хозяиновым и Е.В. Козорезовым [1; 2] и доработана О.А. Якушиной [3].

В общем случае при моноэнергетическом приближении в качестве эффективной энергии спектра рентгеновской трубки выбирается значение, лежащее в интервале 40–70 кэВ (при напряжении на трубке 100 кВ). Для большинства геологических образцов наиболее часто удовлетворительный результат получается при 50 или 60 кэВ. В этом случае для веществ с известным химическим составом и плотностью оценка величин ЛКО и их отношений для идентифицируемой фазы (ИФ) и ОС проводится по формулам (1), (2). Однако спектральный состав нефилтрованного первичного рентгеновского излучения томографа, как правило, немонотонен. Это обуславливает зависимость величины амплитуды в данной точке томограммы ИО не только от свойств среды, но и взаимного расположения индивидов в плоскости томограммы. Фрагменты одного и того же вещества (например, индивиды одного минерала) различных размеров или расположенные на разном расстоянии от центра плотной вмещающей среды могут воспроизводиться на томограммах в некотором диапазоне значений амплитуды.

Учет влияния спектрального состава рентгеновского излучения томографа на величину амплитуды осуществляется путем вычисления усредненной по спектру величины эффективного ЛКО $\mu_{эфф}$ для идентифицируемой фазы (ИФ). В целях упрощения считают, что сечения ИО, ИФ и ОС представляют собой в томографической плоскости круги. В случае отличия реальной формы сечения от круга при расчетах за эффективный диаметр соответствующей структуры берут диаметр круга, равновеликого рассматриваемому сечению по площади. Принимаем, что ИФ представляет собой однородную изолированную структуру в слабопоглощающей среде (например, в воздухе), величина $\mu_{эфф}$ вычисляется по формуле:

$$\mu_{\text{эфф}}^x = \frac{1}{d} \ln \frac{100}{\sum_j f_j \exp(-\mu_j^x d)}, \quad (6)$$

где μ_j – величина ЛКО вещества объекта для j -го интервала энергии, см^{-1} ; f_j – вклад j -го интервала в суммарную интенсивность энергии первичного излучения, %; d – диаметр объекта в плоскости сечения. Суммирование в (6) осуществляется по всем интервалам спектра энергии.

Учет влияния вмещающей среды. В случае, когда ИФ находится в заметно поглощающей рентгеновские лучи среде (например, в горной породе), при расчетах $\mu_{\text{эфф}}^x$ для П необходимо учитывать влияние вмещающей породы на трансформацию спектра энергии. Считаем, что сечение ИО в плоскости сканирования имеет форму круга диаметром $d_{\text{об}}$, а на расстоянии r от центра круга находится ИФ, также имеющий сечение в виде круга диаметром d_x ($d_{\text{об}}$, d_x , $d_{\text{ос}}$ – диаметры ИО, ИФ и ОС соответственно). При этом $d_{\text{об}} \geq d_x$; $\mu_j^{\text{об}}$, μ_j^x , $\mu_j^{\text{ос}}$ – величины ЛКО матрицы ИО, ИФ и ОС для j -го интервала спектра энергии рентгеновского излучения (рис. 2).

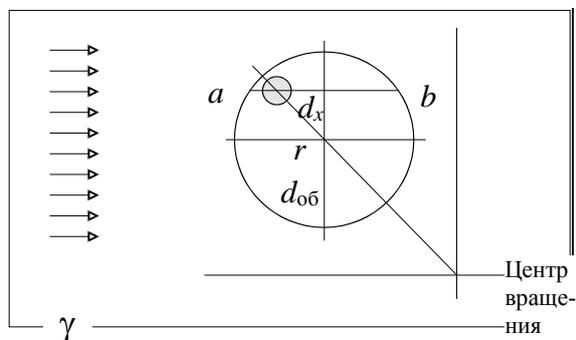


Рис. 2. Геометрия сканирования

Матрица ИО состоит из вещества, имеющего в j -м интервале энергии излучения ЛКО $\mu_j^{\text{об}}$, а вещество ИФ – ЛКО μ_j^x в этом же интервале энергии. В этом случае эффективная для всего спектра излучения величина ЛКО $\mu_{\text{эфф}}^x$ этого ИФ вычисляется с помощью выражения:

$$\begin{aligned} \mu_{\text{эфф}}^x &= \\ &= \frac{1}{d_x} \ln \frac{\sum_j f_j \exp(-\mu_j^{\text{об}} l)}{\sum_j f_j \exp(-\mu_j^{\text{об}} l - \mu_j^x d_x)}, \quad (7) \end{aligned}$$

где l представляет собой усредненную величину пути ab рентгеновских лучей в объекте

при сканировании, лежащую в интервале от $d_{\text{об}} - d_x$ до $\sqrt{d_{\text{об}}^2 - 4r^2} - d_x$ (поток рентгеновских лучей считают плоскопараллельным). Указанный интервал изменения l определяет диапазон, в котором находится величина $\mu_{\text{эфф}}^x$ при произвольном расположении ИФ внутри ИО. Если ИФ расположен в центре объекта ($r=0$), то $l = d_{\text{об}} - d_x$.

Отношение эффективных величин ЛКО ИФ и ОС:

$$\alpha = \mu_{\text{эфф}}^x / \mu_{\text{эфф}}^{\text{ос}}. \quad (8)$$

На основании формул (7), (8) получены приближенные расчетные соотношения для оценки отношений величин ЛКО применительно к наиболее типичным случаям взаиморасположения ИФ и ОС. При выводе соотношений принималось, что влияние ОС на ИФ при сканировании пренебрежимо мало. Это справедливо либо при достаточном удалении ОС от ИФ, либо при выполнении условия $d_{\text{ос}} \ll d_x$.

Дальнейшее развитие метода РТ для изучения геобъектов связано с использованием измерительных систем, обеспечивающих более точное определение места попадания гамма-кванта в часть детектора и определение энергии зарегистрированного кванта. Эти возможности не столь важны для промышленной томографии, нацеленной на выявление дефектов в изделиях, т.е. для решения структурных задач, и для медицинской томографии, т.к. в ней нет такого различия по плотностям изучаемых объектов. Только при изучении геологических и природных объектов различие в плотностях отдельных частей изучаемого объекта может составлять от 1 до 15 г/см³. Это также одно из направлений исследований кафедры общей и прикладной геофизики.

Покажем некоторые характерные примеры успешного применения РТ для изучения природных образцов.

Марганцевые руды. Методом РТ были определены фазовый состав, морфометрические и гранулярные характеристики главных рудных минералов карбонатных руд Усинского месторождения. Данные значений ЛКО для выделенных фаз приведены в табл. 1. По диапазонам значений ЛКО (α/Δ_1) в образцах установлено от 5 до 8 фаз (см. табл. 1, рис. 3):

- сильнопоглощающие зерна оксидов и гидроксидов марганца и железа размером 180–220 мкм со значениями α_3 2,85–3,10;
- прожилки со значением α_3 1,14–1,28;
- главная рудная минеральная фаза с α_3 от 1,34–1,80 (родохрозит II генерации);

- сравнительно плотная рудная фаза с α_3 от 1,40–1,85 (родохрозит I генерации), присутствующая в виде реликтов (размеры до 100 мкм) в родохрозите II генерации;
- нерудные (породообразующие) минералы с α_3 ср, равным 0,8–1,0 и 1,60–1,90.

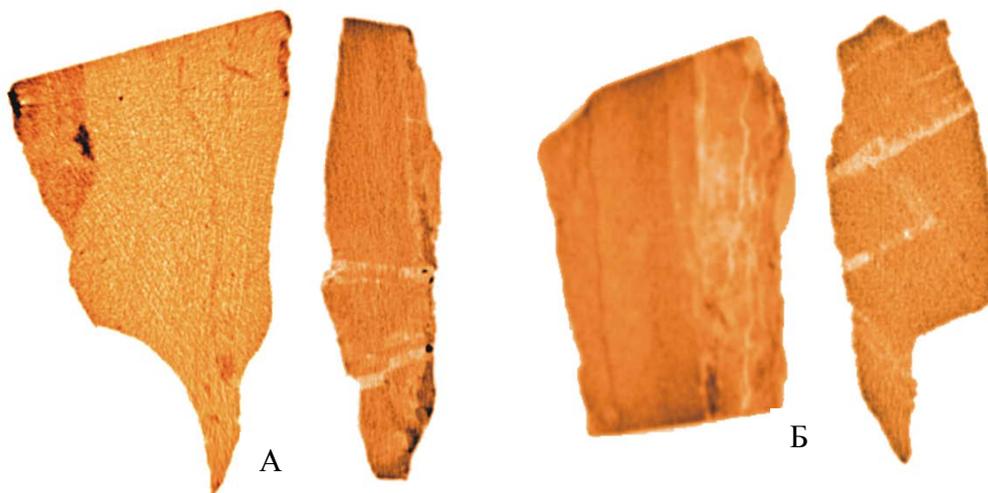


Рис. 3. Томограммы марганцевых руд Усинского месторождения: А – родохрозитовая руда и Б – манганокальцитовая руда; родохрозит I генерации темно-рыжее, родохрозит II генерации – рыжее, прожилки манганокальцита – белое, гидроксиды марганца – черное

Таблица 1. Данные РТ-исследования карбонатных марганцевых руд Усинского месторождения

Кл. круп., мм	Выделяемые фазы и их α_3 (Al-ос)							
	0,60–0,76	1,10–1,25	1,41–1,45	1,78–1,92	2,11–1,30	2,35–2,44	2,80–2,87	3,02–3,06
–15 ÷ +10	0,60–0,76	1,10–1,25	1,41–1,45	1,78–1,92	2,11–1,30	2,35–2,44	2,80–2,87	3,02–3,06
–10 ÷ +6	0,96–1,03	1,14–1,28	1,34–1,44	1,60 1,76–1,81	2,16–2,22	2,30–2,49	2,62–3,00	3,07; 3,70; 3,93; 4,31–4,72
–3,2 ÷ +1				1,62, 1,86–1,97	2,03–2,22		3,11	3,30–3,54
Минералы	слоистые алюмо-силикаты	кальцит, марганцовистый кальцит	манганокальцит-1	манганокальцит-2	родохрозит III генерации	родохрозит II генерации	родохрозит I генерации	оксиды и гидроксиды Mn (зерна)

Данные РТ позволили решить вопрос о характере распределения силикатов марганца, присутствие которых ухудшает качество руды – в карбонатных рудах вулканогенно-осадочного генезиса обычно их количество достаточно значительно, а в рудах Усинского месторождения по данным РФА достигает 20%. Таким образом, применение метода РТ с целью экспрессной минералого-технологической оценки для исследования низкокачественных труднообогатимых карбонатных марганцевых руд Усин-

ского месторождения дало прогноз – тесные структурные взаимоотношения силикатов марганца с родохрозитом и манганокальцитом, а также сходство их физических свойств не благоприятны для освобождения карбонатов марганца от сростаний в процессе дезинтеграции руды и не позволят селективно выделить в отдельные продукты карбонатные марганцевые минералы, свободные от примеси силикатов, физическими методами сепарации.

Проведено изучение алмазоносных горных пород месторождений в Архангельской области (трубка им. В. Гриба) и в республике Саха-Якутия. С целью сравнения рентгеномографических характеристик алмаза и его имитаций, выявления внутренней структуры кристаллов, присутствия включений твердых фаз и идентификации их состава выполнено РТ-исследование ряда образцов (кристаллов, обломков и ограненных бриллиантов) природных, синтетических алмазов, их имитаций, в том числе эталонной коллекции синтетических аналогов алмаза GIA (Геммологического института США), которая включает самые распространенные имитации алмаза, используемые мировой ювелирной промышленностью (рис. 4).

Установленные значения ЛКО природных и синтетических алмазов значимо отличаются от ЛКО основных видов имитаций (табл. 2), даже от муассонита, являющегося на сегодняшний день наиболее близкой к алмазу имитацией, т.е. алмаз легко и однозначно диагностируется методом РТ.

В исследованных алмазах по значениям ЛКО было выделено 5–8 главных групп включений. Исследование характера расположения включений в природных и синтетических алмазах показало, что они распределяются в кристаллах неравномерно и, скорее всего, приурочены к зонам роста. При этом в зонах

разного цвета (соответственно, с разным содержанием и характеристикой дефектов) количество включений различно, это позволяет говорить о наличии различных генераций включений. Для синтетических алмазов было установлено, что включения представляют собой чешуйки вещества, иногда с кристаллографическими очертаниями, и ориентированы по зонам роста, преимущественно октаэдра.

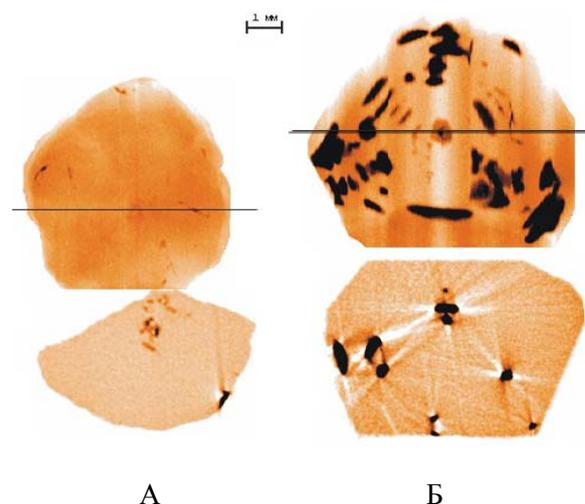


Рис. 4. Природный (1) и синтетический (2) алмаз: рентгенограмма (А) и томограмма (Б), указана линия сечения

Таблица 2. Данные РТ-исследования алмаза и его имитаций

Объект	Формула	α_3 (Cu-oc)	α_3 (Al-oc)
Алмаз природный	C	0.04	0.55
Алмаз синтетический	C	0.04	0.55
Муассонит	α -SiC	0.098	1.40
Фианит (кубич. цирконий)	(Zr, Hf)O ₂	0.87	12.44
Гадолиний-галиевый гранат (ГГГ)	Gd ₃ Ga ₅ O ₁₂	1.23	17.85
Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ)	(TR) ₃ Al ₂ [AlO ₄]	0.46	6.57
Титанат стронция	SrTiO ₃	0.53	7.58
Рутил (синт.)	TiO ₂	0.20	2.86
Шпинель (синт.)	MgAl ₂ O ₄	0.07	1.01
Корунд (синт., лейкосапфир)	Al ₂ O ₃	0.08	1.14

Очень интересные результаты получены при изучении коллекции жемчугов, любезно предоставленных известным геммологом гос-

пожой Э. Штрак [4]. Часть результатов приведена на рис. 5.

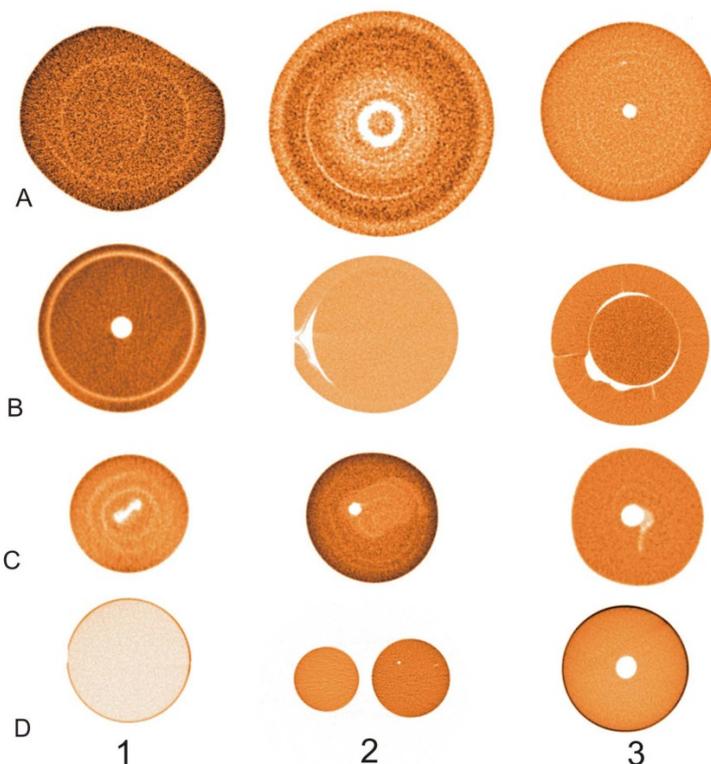


Рис. 5. Томограммы жемчуга и его имитаций:

A – натуральный; *B* – культивируемый «ядерный»; *C* – культивируемый «безъядерный»; *D* – имитации жемчуга: 1 – пластмасса; 2 – «Майорка», стекло, видны пузырьки воздуха; 3 – «Шелл» (*shell-pearl*), когда на ядро, выточенное из створки моллюска, нанесен слой лака жемчужной эссенции (внешний тонкий слой, отличающийся высокими значениями ЛКО)

Приведенные в статье примеры, небольшая часть из имеющегося материала, успешного применения метода РТ для изучения природных образцов показывают перспективность этого направления. Дальнейшее развитие этого метода планируется на кафедре общей и прикладной геофизики совместно с ЛЯП ОИЯИ.

Библиографический список

1. Хозяинов, М. С. Использование рентгеновской вычислительной микротомографии в прикладной минералогии / М.С. Хозяинов, Е.В. Козорезов, А.К. Руб // Доклады Академии наук. – 1995. – Т. 344, № 4. – С. 516–519.

2. Хозяинов, М. С. Неразрушающий анализ структуры минеральных образований с использованием рентгеновского компьютерного микротомографа / М.С. Хозяинов, Е.В. Козорезов. – М. : ВНИИгеосистем, 1966. – 71 с.

3. Якушина, О. А. Рентгенотомография карбонатных марганцевых руд Тынынского месторождения / О.А. Якушина, Е.Г. Ожогина, Е.В. Бронницкая, Е.В. Козорезов, М.С. Хозяинов // Руды и металлы. – 2001. – № 4. – С. 53–60.

4. Strack, E. Perlen (in German). – Hamburg: Rühle-Diebener-Verlag, GmbH & Co. KG, 2001. – 696 p.; English edition: Pearls. – Stuttgart : Rumlhle-Diebener-Verlag, 2006. – 678 p.

Поступила в редакцию
06.12.2018