

热释光断代中的温度控制

赵建兴 唐开勇 肖无云 朱红英 李元方

(中国防化研究院 北京 102205)

摘要 本文简述了热释光断代对温度控制的要求,介绍了温度控制的基本原理及应用设计中实现高精度所采取的具体措施。以RGD3B型热释光剂量仪的温度控制为应用实例,通过实测温控曲线,结果表明达到了较高的精度和很好的重复性。

关键词 热释光, 断代, 温度控制

中图分类号 TL824

1 热释光断代对温度控制的要求

热释光(TL)技术已成功用于考古学中测定年代,也可用于地质学中的地层断代研究^[1],甚至可以推测陨石落入地球的时间。由于用来测试分析的样品种类繁多,所含矿物质成份各不相同,样品随温度的变化而释放的光强(发光曲线)以及光波长(光谱特性)变化均有差异,而这又恰恰是热释光测年用来分析和判定的关键。因此,对热释光测试设备的温度控制提出了严格的要求。

首先,温度范围应尽可能宽,最高温度 600℃(超过此温度一般材料均会发出较强的光辐射而影响测量结果)。其次,为分析和研究各种材料的热释光特性,需要获得标准的发光曲线,因此要求温度的升高必须是线性的并且升温速率可在 1—40℃/s 之间视需要而定。另外,为充分释放和展示某一局部温度的发光峰,在室温~600℃范围内可设置两段恒温区间,恒温时间 0—99 s 可调。如图 1 所示。室温 $U_1 < U_2 \leq 600^\circ\text{C}$;当 $T_2 - T_1 = T_4 - T_3 = 0$ 时,即为标准的线性升温。

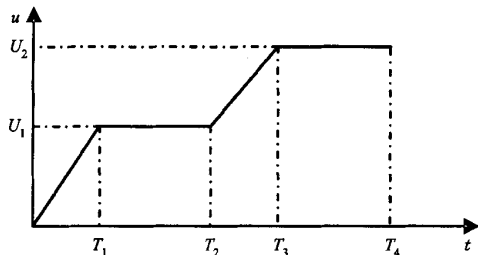


图1 标准升温曲线示意图

Fig. 1 Standard heating control curve

2 温度控制原理及实现高精度的措施

鉴于 TL 测年对温度控制的要求,宜选用反馈式(即闭环)控制系统来实现,其控制模型如图 2 所示。

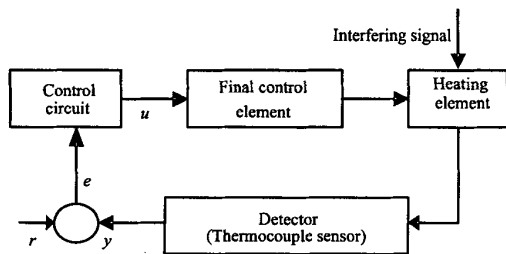


图2 反馈(闭环)式控制系统框图

Fig. 2 Block diagram of feedback type heating control system

启动升温测量程序后,设定值 r 与检测装置的输出信号 y 进行差分、放大,其偏差信号 e 用来控制执行装置诸如固态继电器的通断,从而使被控对象即加热器进行升温;外部干扰等因素造成的误差都将通过负反馈方式加以修正。

由于温度传递的滞后性,快速升温将带来不同程度的温度过冲现象,从而使温控系统产生振荡及不稳定。如图 3 所示。

为克服温控系统的滞后或出现的过冲及振荡、使系统达到准确、快速、稳定的高品质,我们在RGD3B型热释光剂量仪^[2]的设计中采取了以下有效措施:

(1)针对测试样品多为片状或小颗粒状、因而热容量相对较小的特点,采用 Ni-Cr 不锈钢电阻带作为加热盘,通过加热器提供的大电流可实现快速升温。点焊在加热盘背面几何中心位置的 NiCr-NiAl

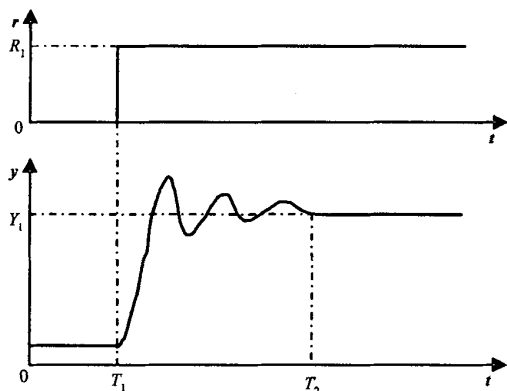


图3 温度的激励与响应

Fig. 3 Input control signal and its temperature response

(k型)热电偶能够准确反映测试样品的加热温度,同时使温度传递滞后的影响降至最小。

(2) 采用 PID 调节技术是提升温控系统品质的有效途径,在图2所示的控制器中,可以根据偏差 $e=r-y$ 给出控制作用 u 的数学表达式:

$$u = K_c \left(e + \frac{1}{T_i} \int_0^t e dt + T_d \frac{de}{dt} \right)$$

式中, K_c 为控制器比例增益,决定系统的响应速度; T_i 为积分时间,用以消除静态误差; T_d 为微分时间,用以改善动态特性。

一般情况下, K_c 越大响应速度就越快,但太大则会产生超调、振荡甚至不稳定; T_i 越小静态精度越高,消除静差越快,但太小会使其积分控制作用过强而导致系统动态特性变差;增大 T_d 可以降低超调、增强系统响应,但同时也会降低系统的抗干扰能力。由此看出,以上3个参数是密切关联、相互制约的,其取值要由具体实验来确定。

(3) 利用单片机控制高精度的数字-模拟量转换器 DAC1210 及其相应电路,可以产生重复性极佳的标准曲线(如图1所示),升温速率及恒温等参数设置方便,能够满足作为控制系统输入信号 r 的上述要求。

(4) 为实现快速、高精度的温度控制,应用中采取了相位角控制技术,即根据系统控制量 u 的大小,移相触发器(KJ006)可以给加热部件(固态继电器等)提供不同相位的脉冲控制信号,以产生强度不同的加热电流。这样,既可以使升温过程具有很快的速度,又能够在恒温时减小温度过冲,具有足够的控制灵敏度。

3 应用实例

3.1 温度重复性

使用 TLPS3.0 软件^[3],将实验中相同升温程序、不同时刻采集的升温曲线及发光曲线调至同一界面进行比较,可以看出图4所示的10条温度曲线几乎重合,温度波动仅在 $\pm 1^\circ\text{C}$,其中起始温度变化取决于两次测量间隔的差异(导致加热盘温度不同),结束时刻则是与微机进行下一次数据通信的开始(即中断了数据采集)。

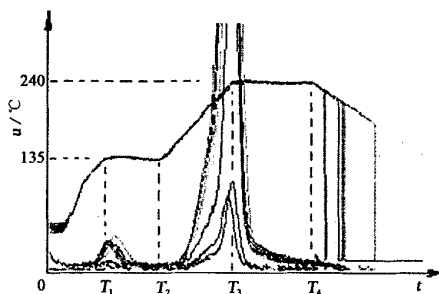


图4 10条升温曲线重复性示意图

Fig. 4 Repeatability of ten heating curves

由于测试样品(此处为 GR-200 型 LiF(Mg,Cu,P) 热释光探测器)与加热盘的接触不尽相同,导致其发光峰的位置略有差异。因此,热释光测量中测试样品以及加热盘的接触面光洁度及摆放位置等因素对测试结果也会产生一定的影响。

3.2 空盘时的热辐射

为直观地了解加热盘的热辐射对仪器测量结果的影响,特进行了程序升温(图5)和线性升温(图6)等的空盘测试实验。结果表明,当温度高于 450°C

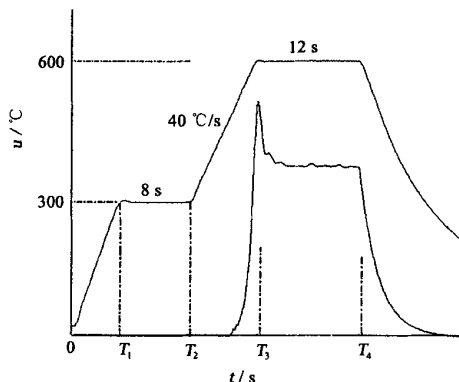


图5 空盘热辐射与温度的关系

Fig. 5 Relationship between temperature and thermal radiation from the empty tray

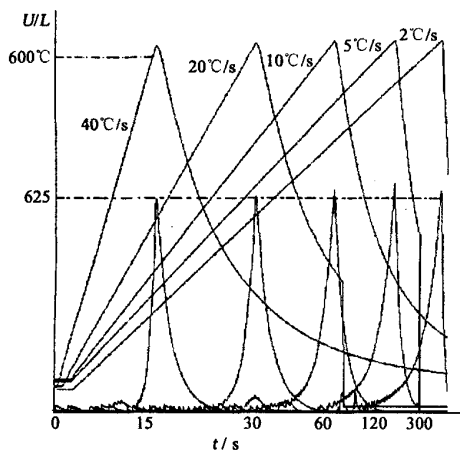


图 6 不同升温速率下的加热盘辐射光强
Fig. 6 Light intensity radiated from empty tray at different heating rates

时加热盘辐射产生的光子计数开始增长，高于 520℃后则呈指数增长。采取扣除本底值或通入氮气等措施，可以减小其影响。

图 6 分别给出了不同升温速率的 5 组线性升温的温度与其空盘热辐射的关系曲线。可以看出，加热盘辐射强度与升温速率几乎没有关系(由于加热盘未能达到绝对清洁的程度，因此在图 5 中当温度首次升至 604℃最大值时，空盘热辐射曲线对应地产生了一个尖峰)，而仅依赖于加热盘的实际温度（详见表 1）。

3.3 温控效果分析

图 5 给出的升温程序应属比较苛刻且具有代表

性的一例，在升温速率为最大值 40℃/s 时，升至第一恒温温度 300℃和第二恒温温度 600℃仅分别过冲 2℃和 4℃，并且调整时间少于 2 s；恒温时的控制精度可达 ±1℃。

表 1 空盘热辐射产生的光子计数
Table 1 Photon counts of thermal radiation from empty tray

温度 T/℃	光强 Photon counts	温度 T/℃	光强 Photon counts
< 460	0	540	75
480	3	550	97
490	11	560	135
500	18	570	195
510	30	580	280
520	46	590	430
530	60	600	625

参考文献

1 李虎侯. 热释光断代. 香港: 科学家出版社, 1999. 118—125
LI Huhou. Thermoluminescence dating. Surrey: Scientist Press International, Inc., 1999. 118—125

2 赵建兴, 李元方, 王家祺, 等. 核技术, 2003, 26(1): 76—77
ZHAO Jianxing, LI Yuanfang, WANG Jiaqi, *et al.* Nucl Tech, 2003, 26(1): 76—77

3 肖无云, 谌汉娥, 赵建兴, 等. 防化研究, 1999,(2): 69—75
XIAO Wuyun, CHEN Hane, ZHAO Jianxing, *et al.* Research for Chemical Defense, 1999, (2): 69—75

Study of temperature control for thermoluminescence dating

ZHAO Jianxing TANG Kaiyong XIAO Wuyun ZHU Hongying LI Yuanfang

(Research Institute for Chemical Defense of China, Beijing 102205, China)

Abstract The requirements of the temperature control in thermoluminescence(TL) dating were described briefly. The basic principles of heating control and application design to achieve high accuracy were introduced. Heating curves of RGD-3B TL reader are measured as an applied example, and the results show that high accuracy and good repeatability can be acquired.

Key words Thermoluminescence, Dating, Temperature control

CLC TL824