

УДК 539.1.074.55

Элементный анализ карбида бора и исходных компонентов по рентгеновскому излучению, возбуждаемому протонами

СТРАШИНСКИЙ А. Г., ХОМЯКОВ Г. К., СФАКУН Н. А., СЕРЫХ Н. В., ОСТАПЕНКО И. Т.

Метод элементного анализа веществ по характеристическому рентгеновскому излучению, возбуждаемому тяжелыми ускоренными частицами, вызывает пристальное внимание многих исследователей. В работах [1—8] рассмотрена зависимость чувствительности метода от природы ускоренных частиц, их энергии и величины фона, обсуждена возможность количественного анализа толстых образцов, а также проведено сравнение с методами использования для анализа характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого γ -квантами.

Настоящая работа посвящена анализу карбида бора и исходных компонентов посредством характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого протонами с энергией 2,5 МэВ.

Материалы, содержащие бор, широко применяются в различных областях техники. Карбид бора, например, используется в качестве поглощающего материала в ядерных реакторах, а также для получения высоко-температурных полупроводниковых материалов.

Анализ карбида бора на примеси представляет довольно трудную задачу. Спектральные методы не обеспечивают необходимой точности, а анализ B_4C из растворов затруднен вследствие его устойчивости к действию кислот. Для перевода карбида бора в раствор обычно применяется сплавление, что приводит к значительному разбавлению проб и, как следствие, к понижению чувствительности анализа. Кроме того, при сплавлении вносятся посторонние примеси, и необходимо провести дополнительные анализы.

Чтобы обнаружить следы элементов в карбиде бора, предпочтительнее использовать метод активационного анализа или метод анализа по характеристическому рентгеновскому излучению, возбуждаемому в изучаемых образцах ускоренными заряженными частицами или γ -квантами различного происхождения. В качестве объектов анализа были использованы бор аморфный марки Б-99, порошок сажи ГОСТ 7885—68, порошок карбида бора и пластины карбида бора (см. таблицу).

Результаты анализа исследованных образцов

Вещество	Содержание примеси, масс.%									
	S	Cl	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Pb
Сажа	$7,8 \cdot 10^{-1}$	—	$2,8 \cdot 10^{-2}$	—	$1,9 \cdot 10^{-4}$	$6,5 \cdot 10^{-3}$	$3,8 \cdot 10^{-5}$	—	—	—
Порошок бора	—	$1,6 \cdot 10^{-1}$	$7,3 \cdot 10^{-3}$	—	—	$6,8 \cdot 10^{-4}$	—	—	—	—
Порошок B_4C	$3,6 \cdot 10^{-1}$	—	$4,9 \cdot 10^{-2}$	$7,7 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$3,7 \cdot 10^{-4}$	—	—
Пластины B_4C^*	$2,7 \cdot 10^{-1}$	—	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$7,6 \cdot 10^{-4}$	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$2,2 \cdot 10^{-3}$	$9,8 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-4}$	$4,8 \cdot 10^{-2}$
	$\pm 1\%$		$\pm 1\%$	$\pm 9\%$	$\pm 10\%$	$\pm 2\%$	$\pm 7\%$	$\pm 12\%$	$\pm 29\%$	$\pm 3\%$
				$< 1 \cdot 10^{-3}*$	$< 1 \cdot 10^{-4}*$	$1,8 \cdot 10^{-2}*$	$< 1 \cdot 10^{-3}*$	$5 \cdot 10^{-4}*$	$< 5 \cdot 10^{-3}*$	

× Изготовлены методом горячего прессования.
* Данные спектроскопического анализа.

Методика эксперимента аналогична описанной ранее [9]. Энергетическое разрешение спектрометра составляло 260 эВ по калибровочному импульсу генератора точной амплитуды и 290 эВ по линии 6,4 кэВ ^{57}Co . Ток пучка протонов, попадавших на образцы, составлял $\sim 3 \cdot 10^{-8}$ А. Время облучения каждого образца 15 мин. Заряд протонов, попавших на образец, контролировался поверхностно-барьерным детектором по протонам, упруго рассеянными на тонкий углеродной пленке, находившейся перед анализируемым образцом. Периодически калибровался монитор по заряду, попадающему в цилиндр Фарадея. Порошки бора, сажи и карбида бора помещались в пакеты из майларовой пленки толщиной 6 мкм. Поверхность пластин карбида бора шлифовалась на порошок карбида бора и промывалась этиловым спиртом. Все образцы монтировались в алюминиевом держателе. Фон от окна держателя практически отсутствовал.

Из таблицы видно, что в результате проведения технологических операций в порошок и пластины карбида бора появляются некоторые примеси, отсутствующие в исходных материалах.

Для определения относительной ошибки экспериментальные спектры анализировались графическим методом, учитывающим аппаратную форму линии. Зависимость ширины линии от энергии рентгеновских квантов не учитывалась. Так как фон и сигнал являются статистически независимыми величинами, суммарная дисперсия сигнала и фона составит

$$\sigma_{c+\phi}^2 = \sigma_c^2 + \sigma_\phi^2,$$

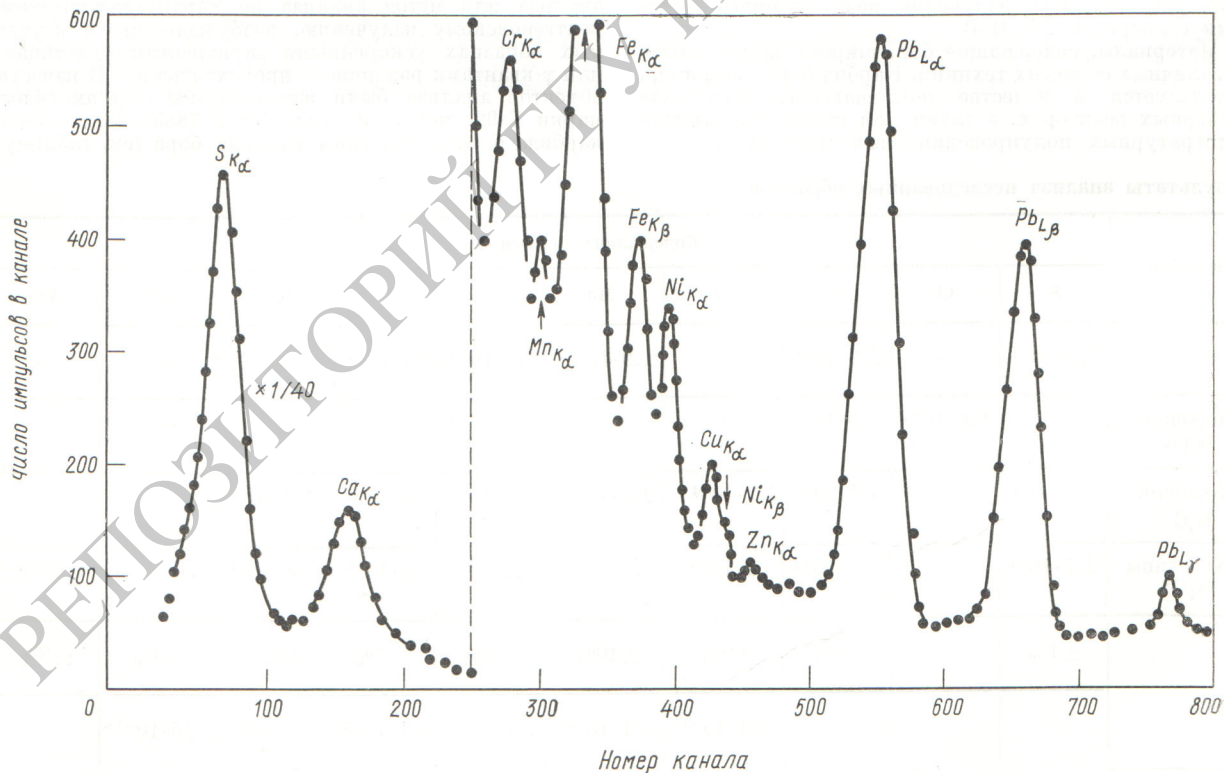
где σ_c и σ_ϕ — стандартные ошибки числа импульсов сигнала и фона соответственно. Доверительный интервал выбран равным удвоенной среднеквадратической ошибке (доверительная вероятность 95%).

Для перевода в массовые проценты использовался эталонный спектр меди, нанесенной испарением в вакууме на слюду. Количество меди в эталоне определялось методом взвешивания и по обратному рассеянию протонов [10]. При изготовлении эталона использовалась гранулированная электролитическая медь марки ЧДА (чистая для анализа).

На рисунке показан спектр рентгеновского излучения от элементов, обнаруженных в пластинах карбида бора. Примесь свинца могла появиться на поверхности пластин в процессе их шлифования на стекле. Однако это предположение требует проверки. Следует отметить, что порошок бора в данном эксперименте не анализировался на элементы с $Z > 26$.

При изучении толстых образцов учитывалось изменение сечения образования характеристического рентгеновского излучения по мере торможения ускоренных протонов, а также поглощение этого излучения в матрице. Число квантов характеристического излучения (n), образующихся от примесного элемента в толстом образце, может быть оценено в расчете на один протон из выражения

$$n = K \int_{E_0}^0 \sigma_o(E) \frac{e^{-\sigma(x\rho)}}{dE/d(x\rho)} dE,$$



Спектр рентгеновского излучения от элементов, обнаруженных в карбиде бора

где K — количество атомов примеси в 1 г матрицы, $г^{-1}$; σ_0 — сечение испускания характеристического излучения, $см^2$; σ_1 — коэффициент поглощения характеристического излучения в матрице, $см^2/г$; E — начальная энергия ускоренных протонов, МэВ; $dE/d(x\rho)$ — тормозная способность материала матрицы, МэВ· $см^2/г$; ρ — плотность матрицы, $г/см^3$; x — пробег протонов в матрице до образования характеристического излучения и путь, проходимый рентгеновским квантом в матрице. Это выражение использовалось при обработке результатов эксперимента на ЭВМ. Описание процедуры вычисления поправок представляет самостоятельный интерес и будет опубликовано позднее. Здесь целесообразно лишь отметить, что поправки играют существенную роль при анализе всех элементов. Если сечение образования рентгеновского излучения (с уменьшением энергии протонов от 2,5 МэВ до 250 кэВ) для элементов с $Z \approx 15$ уменьшается примерно в 25 раз, то для элементов с $Z \approx 30$ — в 600 раз. С другой стороны, поглощение испускаемого рентгеновского излучения для средних элементов составляет всего несколько процентов, в то время как для легких элементов поглощение достигает 30–40% и более.

При использовании метода определения следов элементов в толстых матрицах отпадает трудоемкий процесс изготовления тонких однородных образцов и можно найти абсолютное количество примесных элементов без разрушения образцов (например, в ми-

шенях для ядерных исследований, в различных монокристаллах и т. п.). Более высокая чувствительность анализа достигается при определении следов элементов в относительно легких матрицах, слабо поглощающих рентгеновское излучение. Отрицательной стороной анализа в толстых слоях является понижение чувствительности примерно на порядок по сравнению с чувствительностью, достигаемой при анализе тонких слоев [7].

Поступило в Редакцию 30/XII 1974 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Deconninck G. «J. Radioanal. Chem.», 1972, v. 12, p. 157.
2. Verba J. e. a. Ibid., p. 171.
3. Gordon B., Kraner H. Ibid., p. 181.
4. Shabason L. e. a. «J. Appl. Phys.», 1973, v. 44, p. 4747.
5. Cooper J. «Nucl. Instrum. and Methods», 1973, v. 106, p. 525.
6. Perry S. Brady F. Ibid., v. 108, p. 389.
7. Folkmann F. e. a. Ibid., 1974, v. 116, p. 487.
8. Folkmann F. Borggreen J., Kjeldgaard A. Ibid., 1974, v. 119, p. 117.
9. Страшинский А. Г. и др. «Атомная энергия», 1974, т. 36, вып. 5, с. 401.
10. Скакун Н. А. и др. «Физика твердого тела», 1973, т. 15, с. 2954.

УДК 539. 172. 4

Сечения и резонансные интегралы деления изотопов ²³⁹Pu, Am, Cm и ²⁴⁹Cf

ЖУРАВЛЕВ К. Д., КРОШКИН Н. И., ЧЕТВЕРИКОВ А. П.

В настоящей работе сообщаются результаты измерений методом кадмиевой разности сечений деления тепловыми нейтронами и резонансных интегралов деления [1, 2], которые представляют значительный интерес для физики ядра и ряда практических задач, например для оптимизации накопления тяжелых изотопов в реакторах.

Измерения проводились на горизонтальном канале высокотемпературного реактора СМ-2 относительно ²³⁵U, сечение деления тепловыми нейтронами которого принималось равным $582,2 \pm 1,3$ б, а резонансный интеграл деления 275 ± 5 б [3]. Кадмиевое отношение для ²³⁵U при толщине кадмия 1 мм составляло ~40. Предполагается, что спектр эпитепловых нейтронов следует зависимости $1/E$, поскольку в формировании спектра нейтронов на выходе горизонтального канала участвует водяная прослойка толщиной ~40 мм [4, 5].

Мишени из исследуемых изотопов и эталона были нанесены на алюминиевые подложки диаметром 75 и толщиной 0,1 мм. Количество вещества в мишенях не превышало 10 мкг, за исключением ²⁴³Am, вес которого составлял ~300 мкг. Число ядер в мишенях урана и плутония определялось по α -счету в геометрии 2л с использованием ионизационной камеры с сеткой. Число ядер в америциевых мишенях определялось сравнением площади фотопика γ -линии 59,6 кэВ с площадью фотопика той же γ -линии от образцового спектретрического источника (ОСГИ), калиброванного с точностью 3%, и по α -счету счетчика с малым телесным углом $\sim 10^{-4}$. Результаты определения числа ядер

Изотопный состав мишеней

Таблица 1

Мишень	Массовое число	Содержание массового числа, %
²³⁵ U	244	1,19±0,03
	235	89,11±0,18
	236	0,61±0,05
	238	9,09±0,16
²³⁹ Pu	239	99,891±0,005
	240	0,109±0,005
²⁴¹ Am	241	100
^{242m} Am	241	88,97±0,09
	242m	1,03±0,05
	243	10,00±0,09
²⁴³ Am	241	0,524±0,019
	243	99,476±0,019
²⁴⁹ Cf	249	100