

УДК 543.53

Опыт использования низкоэнергетических ускорителей для активационного анализа

продуктов металлургического производства

НАВАЛИХИН Л. В., БЛИНКОВ Д. И., МУМИНОВ В. А.

Успешное решение технологических вопросов при производстве многих новых материалов, в частности тугоплавких, жаропрочных и твердых сплавов, невозможно без правильной оценки и учета влияния на их свойства других элементов, присутствующих либо в качестве легирующей добавки, либо в виде мешающих примесей.

Изучение этих вопросов нейтронно-активационным методом с использованием низкоэнергетического ускорителя заряженных частиц в качестве активатора (генератор быстрых нейтронов НГ-200) позволило установить определенные закономерности при производстве различного рода продукции на Узбекском комбинате тугоплавких и жаропрочных металлов (УзКТЖМ).

Были разработаны соответствующие методики определения содержания O, Si, Y, Fe, Mo в вольфраме и сплавах на его основе, а также в ряде других жаропрочных и тугоплавких материалах и исследованы такие важные характеристики, как производительность, точность, чувствительность.

При практическом использовании низковольтных ускорителей предъявляются особые требования к методике мониторинга нейтронного потока, форме, размерам образцов и эталонов и способам приготовления последних. При анализе по короткоживущим изотопам и использовании пневмотранспортирующего устройства повышаются требования и к системе, обеспечивающей контроль за соблюдением всех временных режимов, фиксации образцов в положении облучения и измерения [1—3].

Анализируя материалы с большим Z, необходимо учитывать также поглощение нейтронов и γ -квантов в результате их взаимодействия с веществом. Указанные эффекты могут быть устранены выбором соответствующего метода эталонирования. В использованном

способе в качестве эталонов служили искусственно приготовленные образцы, основой которых являлся исследуемый материал.

Как показывают результаты, полученные при определении содержания иттрия в вольфраме по изомеру ^{89m}Y ($T_{1/2} = 16,5$ с; $E_{\gamma} = 910$ кэВ), в случае использования в качестве эталона чистой Y_2O_3 данные анализа оказываются заниженными на 20—30% по сравнению с эталонами, приготовленными путем введения окиси иттрия в чистый вольфрам (табл. 1).

Увеличение навески повышает относительную погрешность. Увеличение погрешности для образцов 7 и 8 связано еще и с тем, что навески этих образцов малы, и на результаты может оказывать влияние большая разница в размерах образцов и эталонов.

Аналогичная методика была использована и при определении содержания кремния и алюминия в вольфрамовой продукции (двуокиси вольфрама, шихте и штабиках). Содержание кремния (на уровне 10^{-2} — $10^{-1}\%$) определялось по ^{28}Al ($T_{1/2} = 2,3$ мин; $E_{\gamma} = 1,78$ МэВ), образующемуся в результате ядерной реакции $^{28}\text{Si}(n, p)^{28}\text{Al}$ ($\sigma = 250$ мб), содержание алюминия — по долгоживущему изотопу ^{24}Na ($T_{1/2} = 15,05$ ч; $E_{\gamma} = 1,37; 2,75$ МэВ), образующемуся на быстрых нейтронах по реакции $^{27}\text{Al}(n, d)^{24}\text{Na}$ ($\sigma = 125$ мб) [4,5].

Такой метод эталонирования, когда эталоном служит искусственно приготовленный на исследуемой матрице в качестве основы образец, является разновидностью метода добавок, широко применяемого в химическом, спектральном и других видах анализа.

Важное значение при производстве вольфрама имеет содержание в технологических продуктах фтора, оказывающего большое влияние на свойства конечного продукта и на износостойкость технического оборудования. Несвершенство применяемых методов контроля привело к необходимости разработки методики с использованием быстрых нейтронов. Так как определение фтора ведется по измерению позитронной активности ^{18}F ($T_{1/2} = 112$ мин; $E_{\gamma} = 0,511$ МэВ), необходимо учесть возможное влияние радионуклидов ^{91}Mo ($T_{1/2} = 15,7$ мин); ^{62}Cu ($T_{1/2} = 9,8$ мин); ^{64}Cu (12,88 ч); ^{63}Zn (38,4 мин) и некоторых других элементов, являющихся позитронно-активными излучателями. Однако большая разница в периодах полураспада дает возможность выделить активность ^{18}F в чистом виде.

Этот способ эталонирования был использован и при определении содержания железа в титановых продуктах по ^{56}Mn ($T_{1/2} = 2,56$ ч; $E_{\gamma} = 0,846$ МэВ). При этом мониторинг, т. е. поправка на разницу нейтронного потока для образца и эталона, в этом случае проводится по величине активности ^{48}Sc ($T_{1/2} = 1,83$ сут; $E_{\gamma} = 1,314; 1,04; 0,988$ МэВ), образующегося в результате ядерной реакции $^{48}\text{Ti}(n, p)^{48}\text{Sc}$ ($\sigma = 60$ мб). Монитором нейтронного потока является анализируемый образец.

Период полураспада ^{48}Sc значительно отличается от периода полураспада ^{56}Mn , однако результаты иссле-

Таблица 1

Сравнение различных способов эталонирования при определении содержания иттрия в вольфраме

Номер образца	Масса, г	Содержание Y_2O_3 , %		Относительная погрешность, %
		по $\text{W} + \text{Y}_2\text{O}_3$	по Y_2O_3	
1	3,3	2,52	2,08	21,1
2	4,3	2,96	2,4	23,3
3	4,7	2,92	2,34	24,3
4	4,9	2,82	2,24	26,0
5	7,2	3,45	2,6	32,7
6	9,2	2,1	1,4	42,7
7	0,61	2,61	2,02	29,2
8	0,8	2,50	1,94	28,8

Основные характеристики активационного анализа тугоплавких материалов ($f \approx 10^{10}$ нейтр./с)

Таблица 2

Анализируемый материал	Примеси	Определяемое содержание, %	Точность анализа, отн. %	Чувствительность, %	Время определения, мин
Вольфрам и вольфрамовая продукция	O	$10^{-3} - 10^{-1}$	5-15	$(3-5) \cdot 10^{-4}$	≤ 5
	Si	$10^{-3} - 10^{-1}$	10-20	10^{-3}	5-8
	Al	$n \cdot 10^{-2}$	10-20	$5 \cdot 10^{-3}$	25-30
	Mo	$10^{-2} - 1,0$	5-10	10^{-3}	15-20
	Y	1,0-3,0	3-7	$5 \cdot 10^{-4}$	≤ 5
Молибденовые [продукты	F	$10^{-2} - 1,0$	15-20	$5 \cdot 10^{-3}$	25-30
	O	$10^{-3} - 1,0$	5-15	$(3-5) \cdot 10^{-4}$	≤ 5
	Fe	$10^{-2} - 10^{-1}$	10-20	10^{-2}	20-30
	W	$10^{-1} - 1,0$	10-20	10^{-1}	5-10
Титановая продукция	O	$10^{-2} - 1,0$	5-15	10^{-3}	≤ 5
	Fe	$10^{-2} - 1,0$	10-20	10^{-2}	20-30
	Co	$10^{-2} - 1,0$	10-20	10^{-2}	20-30
	Mo	$n \cdot 10^{-1}$	10-20	10^{-2}	25-30
	Al	$n \cdot 10^{-2}$	25-30	$5 \cdot 10^{-3}$	25-30

дований показывают возможность достижения достаточной точности. Следует заметить, что аналогичные выводы о применимости подобного метода мониторинга сделаны в работах [6, 7].

При анализе γ -спектров облученных образцов с помощью полупроводникового детектора (в частности, в титановой продукции) появляется возможность определить такие элементы, как Co, Mo, Fe, Al и др. В табл. 2 приведены основные характеристики методик, разработанных на базе нейтронного генератора НГ-200 (ИЯФ АН УзССР) и опробованных при анализе технологических продуктов, выпускаемых УзКТЖМ.

В заключение следует отметить, что в настоящее время основное применение подобного рода установок в промышленных условиях ограничивается определением содержания кислорода в различных объектах. Однако совместные работы Института ядерной физики АН УзССР, Чирчикского филиала ВНИИТС и УзКТЖМ в течение последних лет показывают перспективность активационных методов анализа с использованием нейтронного генератора и необходимость внедрения их в производство. Одним из основных преимуществ активационных методов по сравнению с используемыми в ЦЗЛ обычными химическими и химико-спектральными методами является их высокая экспрессность, так как анализ ведется, как правило, по короткоживущим изотопам.

Освоение и выпуск нейтронных генераторов типа НГ-150И и НГ-150М с потоком нейтронов на уровне $5 \cdot 10^{10} - 10^{11}$ нейтр./с и анализирующей аппаратуры для активационного анализа, позволяющих получать достаточно высокую чувствительность при удовлетворительной точности и высокой селективности, способ-

ствует более широкому внедрению методов активационного анализа на быстрых нейтронах в производственную практику промышленных предприятий.

Поступило в Редакцию 13/1 1976 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Зевакин А. А. и др. Автоматическая установка для определения содержания кислорода в металлических образцах активационным методом на быстрых нейтронах. М., изд. ГОСИНТИ, 1968, № 14-68-761/99.
- Пронман И. М., Андреев А. В. В сб.: Ядерно-физические методы анализа вещества. М., Атомиздат, 1971, с. 100.
- Mott W., Orange J. «Anal. Chem.», 1965, v. 37, № 11, p. 1338.
- Алиев А. И. и др. Ядерно-физические константы для нейтронного активационного анализа. Справочник. М., Атомиздат, 1969.
- Маслов И. А., Лукницкий В. А. Справочник по нейтронному активационному анализу. Л., «Наука», 1974.
- Лисовский И. Т., Смахтин Л. А. «Журн. аналит. химии», 1973, т. XXVIII, вып. 2, с. 231.
- Вайдвас Я. К., Пелекис Л. Л. «Изв. АН ЛатвССР. Сер. физ.-тех. наук», 1974, № 5, с. 8.