TK 155.359

1.1

KFKI-1982-15

ГРИФФИТ Х. НАДЬ А.З. ЗЭМПЛЭН-ПАПП Э. БАКОШ Л.

> ПРИМЕНЕНИЕ НЕЙТРОННОГО ГЕНЕРАТОРА Для определения содержания фосфора в стекловидных металлах

Hungarian Academy of Sciences

CENTRAL RESEARCH INSTITUTE FOR PHYSICS

BUDAPEST



KFKI-1982-15

ПРИМЕНЕНИЕ НЕЙТРОННОГО ГЕНЕРАТОРА Для определения содержания фосфора в стекловидных металлах

Гриффит Х. ** Надь А.З. *** Зэмплэн-Папп Э.; Бакош Л.*

- * Центральный институт физических исследований ВАН, Будапешт, ВНР
- ** Институт ядерных исследований Академии наук Кубы, Гавана
- *** Агротехнический университет, кафедра физики, Гёдёллё, ВНР

HU ISSN 0368 5330 ISNB 963 371 897 X

АННОТАЦИЯ

Был проведен анализ стекловидных металлов с составом $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ и $Fe_{32}Ni_{36}Cr_{14}P_{12}B_6$ при помощи генератора нейтронов с энергией 14 МэВ. В работе описана возможность определения фосфора в этих материалах на основе ядерной реакции $^{31}P(n,\alpha)^{28}A1$, вызванной быстрыми нейтронами. Помехи, вызванные железом, обычно следует принимать во внимание, но после оптимизации условий измерений этим можно пренебречь. Полученные результаты могут быть с успехом применены в целях контроля промышленной продукции.

KIVONAT

Fe $_{40}$ Ni $_{40}$ P $_{14}$ B $_6$ és Fe $_{32}$ Ni $_{36}$ Cr $_{14}$ P $_{12}$ B $_6$ összetételű féműveg minták elemzését végeztük el 14 MeV-es neutronokat termelő generátor segitségével. Munkánkban ismertetjük a szalag foszfortartalmának meghatározását ³¹P(n, α)²⁸Al magreakció segitségével. A nagy koncentrációban jelenlévő vas zavaró hatását figyelembe kell venni a mérési körülmények optimalizálásával. A kapott eredmények felhasználhatók a termék előállításának ellenőrzésére.

ABSTRACT

 $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ and $Fe_{32}Ni_{36}Cr_{14}P_{12}B_6$ metallic glass ribbons were measured by the help of neutron generator with 14 MeV neutrons. In this paper the determination of phosphorous concentration in ribbon samples was shortly described using the $^{31}P(n,\alpha)^{28}A1$ nuclear reaction. The impact of the high ferrous content should be take into account by the optimalization of the irradiation, cooling and measuring times. The results obtained could be useful for the control of the ribbon products.

Введение

В последнее время большой интерес проявляется к новому типу материалов, известных под названием стекловидных или аморфных металлов [1]. Состав таких материалов соответствует общей формуле M_{100-x}N_x, где M - переходные металлы типа Ni; Fe; Cr и т.д. и N -- металлоиды типа P; B; Si и т.д. [2].

Определение точного состава таких материалов является очень важной задачей, поскольку уже известно, что присущие им физические свойства сильно зависят от содержания металлоидов [2].

Содержание бора в подобный материалах определялось методом активации нейтронами [3], получаемыми в реакторе. Что касается фосфора, его определение методом химического анализа всегда связано с некоторыми трудностями, в частности, с трудоемкостью и длительностью этой работы [4]. Принимая во внимание это обстоятельство, мы поставили перед собой задачу доказать возможность определения содержания фосфора в исследуемых материалах методом активации нейтронами с энергией 14 МэВ, получаемых при помощи нейтронного генератора.

Описание эксперимента и методика

Облучение образцов проводилось нейтронным генератором типа NA-3 с выходом 10¹⁰ нейтрон/сек [5]. Образцы толщиной ~0,04 мм разрезали на три части таким образом, чтобы они занимали всю площадь поверхности полиэтиленовой капсулы (ПК), имеющей в свою очередь, диаметр, близкий к размеру мишени (Ø~28 мм). Для фиксирования образца применялся поливинилхлоридовый диск, занимающей весь объем ПК (~1,3 см³). Общий вид ПК с образцом приведен на рис. 1.

В качестве стандарта использовался препарат фосфора, упакованный в целлофан и помещенный в такие же ПК. Образцы и стандарт облучались отдельно. Мониторирование потока быстрых нейтронов осуцествлялось в основном в помощью данамидовых дисков, но кроме того, в первых опытах был применен предложенный в работе [6] метод, основанный на измерении ү-излучения, возникающего во время облучения в материалах, окружающих нейтронный генератор. При сопоставлении обоих методов мониторирования оказалось, что разность поглощения потока стандартом и образцом можно не учитывать.

Образцы транспортировались пневмопочтой к детекторам излучения, состоящим из двух сцинтилляционных кристаллов NaI(Tl) с размером 3"х3" с энергетическим разрешением 9%, расположенных друг против друга. Параллельно другим детектором, в состав которого входил сцинтилляционный кристалл NaI(Tl) с разрешением 8%, для данамидовых дисков была измерена гамма-линия 0,511 МэВ изотопа ¹³N по реакции ¹⁴N(n,2n)¹³N.

Спектр ү-излучения снимался 1024-канальным анализатором типа ICA-70. Интегральный счет импульсов ү-линии, выделенной дифференциальным дискриминатором, регистрировался счетчиком типа NK 214.

Фосфор определяется по реакции 31 P(n,a) 28 Al [7]. При этом единственную возможную интерференцию дает излучение изотопа 56 Mn из реакции 56 Fe(n,p) 56 Mn, т.к. его ү-линия (1,81 МэВ) близка к основному излучению изотопа 28 Al (1,78 МэВ) /см. табл. №1/. Поэтому с целью выявления этой интерференции образцы подвергались облучению различной продолжительности (30, 60 и 240 сек) и измерению. Для этого после первого измерения образец "охлаждался" в течение 20 минут для полного распада изотопа 28 Al (см. типичный ү-спектр одного из образцов состава ${\rm Fe}_{40}{\rm Ni}_{40}{}^{\rm P}_{14}{}^{\rm B}_{6}$ на рис. 2) и осуществлялось второе измерение активности, принадлежащей, в основном, изотопу 56 Mn; оказалось, что наибольшее значение отношения активностей 28 Al к 56 Mn достигается при облучении продолжительностью 30 сек, и при этом активность от изотопа 56 Mn составляла меньше 1% общей активности.

Учитывая последнее обстоятельство и принимая во внимание значительную разность периодов полураспада ²⁸Al и ⁵⁶Mn (см. таблицу №1), для устранения возможной интерференции от железа, присутствующего в образцах, был использован метод, предложенный в работе [8], который основан на проведении двух последующих быстрых измерений. Согласно [8], разность между этими измерениями дает почти "чистый счет" самого короткоживущего изотопа (в нашем случае ²⁸Al).

- 2 -

Методика

Образцы облучались в течение 30 сек в потоке быстрых нейтронов. После 30 сек охлаждения в целях распада изотопа ¹⁶N, образующегося из кислорода, присутствующего в капсулах, проводилось двухминутное измерение с помощью пересчетного прибора (окно дискриминации между 1,6-1,9 МэВ отрегулировано по стандарту чистого фосфора). Далее требовалось 2 сек для отпечатки результатов, и снова проводилось двухминутное измерение. В некоторых случаях после распада ²⁸A1 проводилось еще и третье измерение для определения возможного наложения импульсов ⁵⁶Mn.

Результаты

В таблице №2 приведены результаты определения содержания фосфора в исследуемых образцах по методу, основанному на сравнении разницы двух измерений. Приведены также результаты по первому и второму измерениям.

Совпадение результатов доказывает, что в этих случаях наложение импульсов ⁵⁶Mn незначительно, им можно пренебречь. Но повторное облучение образца не должно проводиться больее 4-х раз, т.к. из-за увеличения остаточной активности ⁵⁶Mn значение отношения ²⁸Al/⁵⁶Mn постоянно уменьшается и наложение импульсов ⁵⁶Mn становится значительным.

При сравнении полученных результатов с предполагаемым для образца с составом $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ достигается хорошее совпадение (см. таблицу №3), что же касается образца ЗА, наши результаты во всех случаях (см. таблицу №3) были выше предполагаемых. Возможно, что в этом случае накапливается некоторый счет от ^{52}V (E_{γ} =1,43 МэВ) за счет "пайл-оп" эффекта в энергетическом диапазоне измерения ²⁸A1. ^{52}V образуется в этом образце из хрома по реакции $^{52}Cr(n,p)^{52}V$. Очевидно, что при такой интерференции метод, примененный в этой работе, на дает правильных результатов, поскольку периоды полураспада ^{52}V и 28 A1 близки (см. таблицу №1). Дальнейшая проверка этого предположения не проводилась.

- 3 -

Выводы

В настоящей работе содержание фосфора в стекловидных материалах определено с относительной ошибкой, не превышающей 10%.

Наложение импульсов ⁵⁶Mn незначительно, поэтому анализ можно проводить согласно результатам первого измерения.

Для образца с составом Fe₃₂Ni₃₆Cr₁₄P₁₂B₆ результаты выше предполагаемых.

Авторы выражают благодарность сотруднику Ш.Б.Надь за помощь, оказанную в ходе проведения работы.

Таблица №1

Возможные	pea	акции	при	0	блуче	ении
нейтронами	C	энери	гией	14	МэВ	[9]

Иротоп	Dagunoguna	(Iropuad	Coucius	Duranauta	
изотоп	ненность в %	реакция	(мБ)	(МэВ)	^н ^т 1/2
в ¹¹	81,5	B ¹¹ (n,α) Li ⁸	30	-	0,89 сек
P ³¹	100	p ³¹ (n, 2n) p ³⁰	11	0,511	2,6 мин
		$P^{31}(n, \alpha) A1^{28}$	150	1,78	2,3 мин
		P ³¹ (n,p)Si ³¹	85	1,26	2,6 час
Fe ⁵⁶	91,68	$Fe^{56}(n,p)Mn^{56}$	110	0,84	2,56 час
				1,81	
				2,1	
Fe ⁵⁴	5,81	Fe^{54} (n, 2n) Fe^{53}	15	0,511	8,9 мин
Ni ⁶⁰	26,16	Ni ⁶⁰ (n,p)Co ^{60m}	150	0,059	10 мин
Cr ⁵⁰	4,31	$Cr^{50}(n,2n)Cr^{49}$	27	0,15	41,9 мин
Cr ⁵²	83,76	$Cr^{52}(n,p)V^{52}$	78	1,43	3,76 мин
Cr ⁵³	9,55	$Cr^{53}(n,p)v^{53}$	48	1,00	2,0 мин

- 5 -

100

2

Таблица №2

Содержание фосфора (в %)

Образец	по первому измерению	по второму измерению	по разности измерений	
IB	8,66 <u>+</u> 0,58	8,85 <u>+</u> 0,61	8,46 <u>+</u> 0,68	
IIB	8,59 <u>+</u> 0,48	8,54 <u>+</u> 0,48	8,64 + 0,71	
3A	8,87 <u>+</u> 0,73	8,87 <u>+</u> 0,66	8,87 + 0,85	

Таблица №3

Сравнение результатов

Образец	Предполагаемый состав	Предполагаемое содерж.фосфора (в %)	В настоящей работе (в %)	
IB	Fe40 ^{Ni} 40 ^P 14 ^B 6	8,53	8,46 + 0,68	
IIB	Fe40 ^{Ni} 40 ^P 14 ^B 6	8,71	8,64 + 0,71	
3A	Fe ₃₂ Ni ₃₆ Cr ₁₄ P ₁₂ B ₆	7,26	8,87 <u>+</u> 0,85	



1

4

2





Вид снизу
Вид сбоку
Образец заштрихован





- 7 -

Литература:

- [1] Cahn R.W.: Contemp. Phys., 21, 43 (1980)
- [2] Nagy A.Z., Vasvári B., Duwez P., Bakos L., Seres Z., Bogáncs I., Nazarov V.M.: Phys. stat. sol.(a), 61, 689 (1980)
- [3] Nagy A.Z., Bogáncs I., Gyulai I., Csöke A., Nazarov V.M., Seres Z., Szabó A., Jasvitsky Yu.: I. Radioanal. Chem., <u>38</u>, 19-27 (1977)
- [4] Vogel A.I.: "A Text Book of Quantitative Irorganic Analysis", Longmans 3rd Edition (1967)
- [5] Neutron Generator for Activation Analytical Laboratories, KFKI publication, 1972
- [6] Гриффит Х., Надь А.З., Бакош Л., Надь Ш.Б.: Определение содержания кислорода и алюминия в стали методом активации быстрыми нейтронами, КFKI-1978-55
- [7] Nargolwalla S.S., Przybylowicz E.P.: "Activation analysis with neutron generators", John Wiley and Sons
- [8] Nagy A.Z., Csöke A., Bakos L., Szabó E.: Radiochem. Radioanal. Letters, 11, 5, 321 (1972)
- [9] Lederer M.C., Hollander I.M., Perlman I.: "Table of Isotopes", 6th Edition, John Wiley and Sons, 1967







Kiadja a Központi Fizikai Kutató Intézet Felelős kiadó: Gyimesi Zoltán Szakmai lektor: Elek Antal Nyelvi lektor: Vandlik Jánosné Példányszám: 345 Törzsszám: 82-73 Készült a KFKI sokszorositó üzemében Felelős vezető: Nagy Károly Budapest, 1982. február hó

63.223