

# ДОСЛІДЖЕННЯ ДОМІШКОВОГО ТА МІКРОЕЛЕМЕНТНОГО СКЛАДУ СТАЛЕЙ НЕЙТРОННО-АКТИВАЦІЙНИМ МЕТОДОМ

**Т.О. Окунєва**

Інститут електронної фізики НАН України, вул. Університетська, 21, Ужгород  
*e-mail: nuclear@email.uz.ua*

Представлено дані нейтронно-активаційного аналізу вмісту основних легуючих домішок, зокрема Mn, Cu, V, Al, Mo, W, у складі сталі марки Ст.3, еталонних сталей марок 55X7BCMF та P6M5K5, а також двох еталонних сумішей з відомою концентрацією даних хімічних елементів. За результатами аналітичних експериментів оцінена межа виявлення вказаних хімічних елементів, що входять до складу даних сталей.

## **Вступ**

Особливе місце в сучасних дослідженнях з ідентифікації та встановлення вмісту хімічних елементів у речовині займає активаційний аналіз, який базується на збудженні атомних ядер пучками інтенсивного гамма- чи нейтронного випромінювання та їх послідуючій ідентифікації за характеристичним випромінюванням. Активаційний аналіз належить до числа найбільш чутливих аналітичних методів. Так, межа визначення для більшості хімічних елементів знаходиться в інтервалі  $10^{-4} - 10^{-10}\%$  [1]. Крім високої чутливості до вмісту мікроелементів, безсумнівними перевагами активаційного аналізу є висока селективність, яка основана на характерних властивостях радіоактивних ізотопів – періоді напіврозпаду та енергії випромінювання; можливості експресного проведення аналізу без руйнування зразка, одночасного визначення великого числа домішок при одному вимірюванні; можливість застосування методики для зразків малих і великих мас. Всі ці особливості активаційного аналізу дозволяють віднести його до дуже надійних методів визначення вмісту хімічних елементів у

різноманітних об'єктах органічного та неорганічного походження.

В даній роботі представлено дані нейтронно-активаційного дослідження складу легуючих домішок для різних марок сталей, використовуючи як джерело нейтронів мікротрон. З елементів, що входять до складу сталей як основні легуючі домішки, для визначення по активації тепловими нейтронами зручні Mn, Cu, V, Al, Mo, W. Перевага активаційного аналізу на теплових нейтронах ґрунтується на тому, що при опроміненні більшості елементів протікає тільки одна ядерна реакція ( $n, \gamma$ ), в результаті якої утворюється радіоізоотоп вихідного елемента.

## **Експериментальна частина та методика визначення концентрації легованих сталей**

Як джерело нейтронів для аналізу сталей використовувався прискорювач електронів – мікротрон - з енергією прискорених електронів – 10 МеВ, максимальним імпульсним струмом – 15-20 мА.

Для реєстрації наведеної активності використовувався напівпровідниковий спектрометр ДГДК-80 з попереднім

підсилювачем [2,3]. Як підсилювач використовувався стандартний блок БУС2-47, на якому були встановлені наступні параметри: коефіцієнт підсилення – 32; RC-інтегрування – 1,6; диференціювання – 1,6.

Для калібрування спектрометра по енергії використовувались стандартні джерела ОСГИ. Калібровка проводилась з метою встановлення залежності між енергією гамма-опромінення і номером каналу спектрометричної установки. Ними використовувались ізотопи: Cs<sup>137</sup> (E<sub>γ</sub> = 0,661 МеВ), Co<sup>60</sup> (E<sub>γ</sub> = 1,17; 1,30 МеВ), Na<sup>22</sup> (E<sub>γ</sub> = 1,28 МеВ) і Ce<sup>139</sup> (E<sub>γ</sub> = 0,165 МеВ).

Для розробки методики аналізу складу сталей були виготовлені 2 модельні суміші, які склалися з подрібненої сталі марки Ст.3 і різних добавок: 1 – Cu (0,32%), V (0,32%), Мо (1,03%), Al (0,32%), 2 – Cu (2,67%), V (1,0%), W (2,5%), Мо (5,7%), Al (1,7%). Основа сталі – залізо – тепловими нейтронами не активується. В Ст.3 попередньою

активацією виявлені Cu і Mn. При t<sub>опр.</sub> = 15 хв, t<sub>охол.</sub> = 1 хв, t<sub>вим.</sub> = 10 хв виділяється інтенсивний пік Mn<sup>56</sup> 847 кеВ, лінія Cu<sup>64</sup> 511 кеВ мала. При t<sub>охол.</sub> = 17 год 30 хв, t<sub>вим.</sub> = 30 хв інтенсивність лінії Mn<sup>56</sup> 847 кеВ зменшилася, що поліпшує реєстрацію лінії 511 кеВ Cu<sup>64</sup>.

Суміші опромінювались протягом 15 хв, виходячи з необхідності експресності аналізу. Режими охолодження і вимірювання вибрані на основі періоду напіврозпаду:

1. t<sub>охол.</sub> = 1 хв, t<sub>вим.</sub> = 5 хв. – це оптимальний час для виявлення Al<sup>28</sup> і V<sup>52</sup> (T<sub>1/2</sub> = 2,38 хв. і 3,76 хв.).
2. t<sub>охол.</sub> = 6 хв., t<sub>вим.</sub> = 10 хв. – виявляються лінії 320 кеВ (Mo<sup>101</sup>) і лінії 1039 кеВ (Cu<sup>66</sup>) з T<sub>1/2</sub> = 14,61 хв. і 5,1 хв., відповідно.
3. t<sub>охол.</sub> = 18-20 год, t<sub>вим.</sub> = 30-45 хв – виділяються низькоенергетичні піки 135, 480 і 686 кеВ (W<sup>187</sup>) і 511 кеВ (Cu<sup>64</sup>).

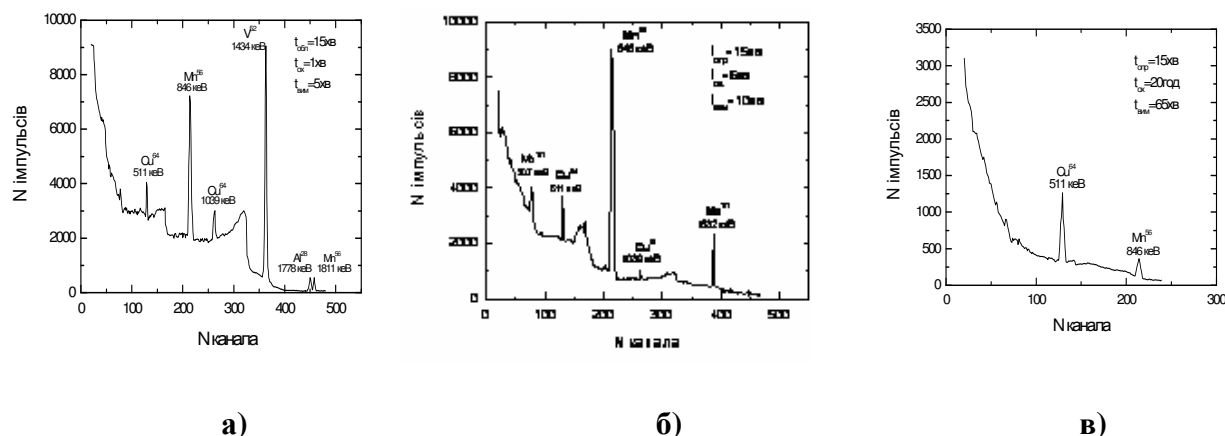


Рис.1 Амплітудний спектр суміші, яка містить 0,43% Mn, 0,32% Al, 1,7% Cu, 0,32% V, 1,03% Мо, при:

- a) t<sub>опр.</sub> = 15 хв, t<sub>охол.</sub> = 1 хв, t<sub>вим.</sub> = 5 хв;
- б) t<sub>опр.</sub> = 15 хв, t<sub>охол.</sub> = 6 хв, t<sub>вим.</sub> = 10 хв;
- в) t<sub>опр.</sub> = 15 хв, t<sub>охол.</sub> = 20 год, t<sub>вим.</sub> = 65 хв.

На рис.1а наведено амплітудний спектр суміші 1, яка містить 0,43% Mn, 0,32% Al, 1,7% Cu, 0,32% V, 1,03% Мо, час охолодження 1 хв., час вимірювання 5 хв. Як видно зі спектру, виділяються піки 511 кеВ (Cu<sup>64</sup>), 846 і 1811 кеВ (Mn<sup>56</sup>), 1039 кеВ (Cu<sup>66</sup>), 1434,4 кеВ (V<sup>52</sup>) і 1778,8

кеВ (Al<sup>28</sup>). При охолодженні суміші протягом 6 хв., t<sub>вим.</sub> = 10 хв. (рис.1б) зменшилась активність лінії 1434 кеВ (V<sup>52</sup>) і 1039 кеВ (Cu<sup>66</sup>), повністю розпався Al<sup>28</sup> (1778,8 кеВ), що поліпшило умову реєстрації лінії 320 кеВ (Mo<sup>101</sup>). Час охолодження 20 год.; t<sub>вим.</sub> = 65 хв. (рис.1в) – Mn<sup>56</sup>, який утворює

найбільш інтенсивну лінію 846 кеВ, розпався майже повністю і чітко виділився низькоенергетичний пік 511 кеВ ( $\text{Cu}^{64}$ ).

Таблиця 1. Залежність межі виявлення  $M_{\text{мін}}$  в % для Mn, Cu, V, Al, Mo, W при однократному опроміненні зразків протягом 15 хв. потоком нейтронів  $1,5 \cdot 10^6$  н/см<sup>2</sup>·с від різних часів охолодження і вимірювання.

№ суміш	Елементи										Час охолодження, час вимірювання
	Al	Cu		V	Mo	W			Mn		
	Енергія $\gamma$ -квантів, кеВ										
	1778	511	1039	1434	307	135	480	686	846	1811	
1	0,07	0,34	0,36	0,003	-	-	-	-	0,013	0,07	$t_{\text{ох}} = 1\text{хв.}$ $t_{\text{вим}} = 5\text{хв.}$ $t_{\text{ох}} = 6\text{хв.}$ $t_{\text{вим}} = 10\text{хв.}$ $t_{\text{ох}} = 20\text{год.}$ $t_{\text{вим}} = 65\text{хв.}$
	-	-	0,43	0,009	0,14	-	-	-	0,004	-	
	-	0,08	-	-	-	-	-	-	-	-	
2	0,055	-	0,17	0,004	0,44	-	-	-	0,009	-	$t_{\text{ох}} = 1\text{хв.}$ $t_{\text{вим}} = 5\text{хв.}$ $t_{\text{ох}} = 6\text{хв.}$ $t_{\text{вим}} = 10\text{хв.}$ $t_{\text{ох}} = 20\text{хв.}$ $t_{\text{вим}} = 65\text{хв.}$
	-	-	0,21	0,007	0,17	0,33	0,32	-	0,003	-	
	-	0,04	-	-	-	0,15	0,11	0,09	0,11	-	
Вміст у сталі, %	0,08÷1,8	0,15÷0,8		0,005÷2,5	0,15÷3,0	0,4÷5,5			0,15÷2,3		

Для модельної суміші 2, яка містить 0,36% Mn, 1,7% Al, 2,67% Cu, 1,0% V, 2,5% W, 5,7% Mo, з  $t_{\text{охол.}} = 1$  хв,  $t_{\text{вим.}} = 5$  хв і  $t_{\text{охол.}} = 6$  хв,  $t_{\text{вим.}} = 10$  хв відповідно, також отримали амплітудні спектри, на яких виявили лінії 320 кеВ ( $\text{Mo}^{101}$ ), 511 кеВ ( $\text{Cu}^{64}$ ), 847 кеВ ( $\text{Mn}^{56}$ ), 1434 кеВ ( $\text{V}^{52}$ ), 1778 кеВ ( $\text{Al}^{28}$ ), 196 кеВ ( $\text{Mo}^{101}$ ) і спостерігали невеликі піки 134,3; 479,5 і 685,7 кеВ ( $\text{W}^{187}$ ). Визначення міді за фотопіком 511 кеВ і вольфраму – за фотопіком 135, 480 686 кеВ більш зручне після охолодження зразка протягом 20 годин.

Суттєвою характеристикою нейтронно-активаційного методу аналізу є межа виявлення  $M_{\text{мін}}$  – мінімальна кількість речовини, яку можна визначити даною методикою для конкретних умов аналізу [4]. Була розрахована межа виявлення  $M_{\text{мін}}$  для Mn, Cu, V, Al, Mo, W. В таблиці 1

наведені межі виявлення елементів для двох сумішей при однократному опроміненні протягом 15 хвилин в залежності від часу охолодження і вимірювання. Там же вказані інтервали концентрацій легуючих добавок, що визначаються, для найбільш поширених марок сталей [5].

Для оцінки кількісного аналізу вмісту елементів були опромінені зразки промислових сталей 55X7B3CMФ, що використовується для виготовлення ріжучого та вимірювального інструменту, та P6M5K5 – сталь інструментальна, швидкоріжуча з підвищеною твердістю для обробки в умовах високої температури, в тих самих умовах, що і модельні суміші. Вдалося визначити більшість елементів, що входять до складу цих сталей згідно ДСТУ.

Концентрація елементів визначалась за формулою:

$$\frac{m_x}{m_{em.}} = \frac{A_x D_{em.}}{A_{em.} D_x}, \quad (1)$$

де  $m_x$ ,  $m_{em.}$  – маси досліджуваного елемента в пробі і еталоні;  $A_x$ ,  $A_{em.}$  – активності зразка і еталона, які у зв'язку

зі сталою геометрією вимірювань прямо пропорційні площі під піком відповідного елемента [6],  $D_x$ ,  $D_{em.}$  – дози опромінення еталона і зразка, які були однакові для експерименту.

Результати розрахунків наведені в таблиці 2.

Таблиця 2. Результати розрахунків концентрацій елементів Mn, Cu, V, Mo, W в легованих сталях марки 55X7B3CMФ та P6M5K5.

	Mo <sup>101</sup>	W <sup>187</sup>	Cu <sup>64</sup>	Mn <sup>56</sup>	V <sup>52</sup>
Розрахований вміст у сталі марки 55X7B3CMФ, %	0,78	2,92	0,27	0,4	0,51
Вміст елемента в сталі марки 55X7B3CMФ згідно ГОСТу, %	0,15 – 0,40	2,5 – 3,2	0,2 – 0,25	0,15 – 0,4	0,5 – 0,8
Розрахований вміст у сталі марки P6M5K5, %	5,25	5,8	0,87	0,49	1,89
Вміст елемента в сталі марки P6M5K5 згідно ГОСТу, %	4,8 – 5,3	5,7 – 6,7	0,84 – 0,92	0,5	1,7 – 2,1

### Висновки

В даній роботі досліджені можливості інструментального нейтронно-активаційного визначення складу легованих сталей, використовуючи як джерело нейтронів мікротрон М-10. Було підготовлено спектрометричну установку та проведено калібровку спектрометра.

Показана можливість визначення вмісту Mn, Cu, V, Al, Mo, W у сталях при однократному опроміненні і вимірюванні з  $t_{охол.} = 1$  хв., 6 хв., 20 год. за фотопіками Mn – 846 кеВ, Cu – 511 і 1039 кеВ, V – 1434 кеВ, Al – 1778 кеВ, Mo – 320 кеВ, W – 135, 480 і 686 кеВ. Вибрано тривалість

охолодження для Mn, V, Mo – 6 хв., Al – 1хв., Cu, W – 20 годин.

Була оцінена межа виявлення елементів, яка при нейтронному потоці  $2,6 \cdot 10^6$  н/см<sup>2</sup>·с складає для Al – 0,07%, Mn – 0,003 %, Cu – 0,044%, V – 0,0035, Mo – 0,14%, W – 0,09%, що суттєво нижче ніж мінімальний вміст цих легуючих добавок у найбільш поширених марках сталей. Була розроблена методика для визначення концентрації легуючих елементів Mn, Cu, V, Al, Mo, W та перевірена на зразках сталей 55X7B3CMФ та P6M5K5, які мали їх визначену концентрацію згідно ДСТУ.

### Література

1. Z.V. Alfassi, Chemical Analysis by Nuclear Methods (John Wiley and Sons, Inc., 1994).
2. В.О. "ИЗОТОП". Полупроводниковые детекторы ионизирующих излучений. (М., 1974).
3. В.И. Калашникова, М.С. Козодаев. Детекторы элементарных частиц. (М., Наука, 1966).
4. Р.А. Кузнецов. Активационный анализ. (М.; Атомиздат, 1974).

5. Машиностроительные материалы. Краткий справочник под редакцией В.М. Раскатова. (М., Машиностроение, 1980). магнии высокой чистоты и стандартных образцах хромоникелевых сталей. (М.; Знание, 1983), с. 99-102.
1. И.П.Харламов, Ю.К.Шаззо. Фотокинетическое определение примеси меди в

## **INVESTIGATION OF THE DOPANT AND MICROELEMENT COMPOSITION OF STEELS BY NEUTRON ACTIVATION TECHNIQUE**

**T.O. Okuneva**

Institute of Electron Physics of NAS of Ukraine, Universytetska str., 21,  
Uzhhorod, e-mail: [nuclear@email.uz.ua](mailto:nuclear@email.uz.ua)

Data on alloy additions content (e.g. Mn, Cu, V, Al, Mo, W) in steel St.3, steels standards - 55X7VSMF and R6M5K5, and two standard compositions with known concentration of chemical elements have been obtained from neutron activation analysis. The limit of detection of the chemical elements under investigation in steels has been estimated from the results of analytical experiments.

