

ОСОБЕННОСТИ ФОТОАКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА КРУПНОГАБАРИТНЫХ ИЗДЕЛИЙ

*В.А.Гурин, С.В.Гоженко
ННЦ ХФТИ, г.Харьков, Украина*

Розглянуто доцільність профільованого опромінення при контролі великогабаритних зразків інструментальним варіантом фотоактиваційного аналізу. Показано можливість компенсації впливу геометричних факторів і ефекту самоекранування випромінювання активованого елемента на точність контролю на прикладі визначення змісту домішки натрію в зразках з вуглецевого волокна. Досліджено міграцію домішки натрію при динамічному термоградієнтному нагріванні і вплив на неї осадження піроуглецю.

Рассмотрена целесообразность профилированного облучения при контроле крупногабаритных образцов инструментальным вариантом фотоактивационного анализа. На примере определения содержания примеси натрия в образцах из углеродного волокна показана возможность компенсации влияния геометрических факторов и эффекта самоэкранирования излучения активированного элемента на точность контроля. Исследована миграция примеси натрия при динамическом термоградиентном нагреве и влияние на неё осаждения пироуглерода.

Irradiation practicability when checking large size samples by instrumental photoactive analysis is described. It is possible to compensate the geometric factors influence and the effect of radiation shield of the activated element on accuracy of checking by example of determination of the sodium impurity in the carbon fibril sample. The migration of sodium impurity under dynamic thermogradient heating and pyrolyzed carbon deposition influence upon it is explored.

ВВЕДЕНИЕ

При неразрушающем контроле состава больших по объему образцов инструментальный вариант фотоактивационного анализа [1] наиболее предпочтителен. Активационный анализ таких образцов имеет ряд методологических особенностей. Это, во-первых, использование для активации контролируемых элементов излучений повышенной проникаемости. Во-вторых, в результате активации контролируемых элементов должны образовываться позитронно или γ -излучающие радионуклиды. Чувствительность и точность анализа в значительной степени определяется правильным выбором формы образцов [2-5], выбором оптимального размера эталона [6] и тщательным учетом самоэкранирования излучения наведенной активности [7,8].

Наиболее совершенный до настоящего времени вариант активационного анализа образцов большого объема [9] предполагает использование образцов цилиндрической формы, диаметр основания которых существенно больше их высоты. Ось цилиндра во время облучения потоком активирующего излучения располагают перпендикулярно оси пучка. Для обеспечения равномерности активации всего материала образец в процессе облучения вращают вокруг своей оси. Наведенную радиоактивность регистрируют двумя блоками детектирования, расстояние между кристаллами которых равно высоте цилиндрических образцов.

По сравнению с применявшимися ранее для данной цели вариантами активационного анализа предложенная геометрия измерений обладает рядом преимуществ: реализуется возможность равномерной активации образцов большой массы, наведенная активность измеряется в условиях "хорошей" геометрии. Принципиально вариант позволяет контро-

лировать образцы, размеры которых значительно превосходят размер потока активирующего излучения и размер детектора излучения. Однако точность анализа с увеличением размеров резко падает. Обусловлено это ростом влияния неравномерности распределения элементов по объему, невозможностью изготовления полностью идентичных с образцом эталонов. Существенным недостатком является необходимость контроля изделий только строго определенной формы.

В настоящей работе предложен в значительной мере свободный от перечисленных выше недостатков способ активационного анализа и результаты его применения при контроле углеродных заготовок.

ВЫБОР ОБЪЕКТА И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования взята изготовленная методом плетения из углеродного волокна [10] десятигранная призма высотой 200 и диаметром основания 120 мм. На её плетение расходуется примерно 500 м нити, по длине которой концентрация примесей может варьироваться в широком диапазоне значений. В качестве контролируемого элемента выбран натрий, влияние примесей которого на характеристики волокна при эксплуатации заготовок неоднозначно [11,12].

При облучении и измерении наведенной активности контролируемый образец постоянно вращался вокруг оси и циклически перемещался вдоль неё. Во время облучения ось вращения образца проходила через пучок γ -квантов тормозного спектра перпендикулярно к его оси. После завершения цикла облучения датчики наведенной активности располагались вдоль боковых граней образца. Использованная

схема позволила связать воедино условия активации контролируемых элементов и регистрации наведенной активности. Повышенная проникающая способность и специальное профилирование интенсивности активирующего излучения позволили в значительной степени компенсировать влияние геометрических факторов и эффект самоэкранирования регистрируемого излучения [13].

Облучение образцов проводилось на ускорителе электронов ЛУЭ-40 ННЦ ХФТИ. Ускоритель обеспечивал средний ток электронного пучка 55 мкА при энергии электронов 30 МэВ, вольфрамовый конвертор имел толщину 1,8 мм. Измерение наведенной радиоактивности ^{24}Na (энергия γ -квантов 1274 кэВ) проводили Ge(Li)-детектором типа ДГДК-50В.

Влияние геометрического положения примеси на точность контроля исследовали облучением образцов с внедренными ампулами. Ампулы содержали по 2 г натрия. Разброс величин регистрируемого потока γ -квантов не превышал 10 % (рис.1) при различии радиоактивности ампул после облучения более чем в 10 раз.

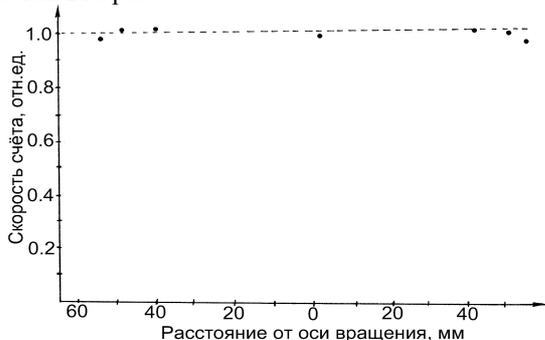


Рис. 1. Зависимость регистрируемого потока γ -квантов от места расположения примеси натрия в образце

Одним из вариантов использования приведенных выше образцов является изготовление углерод-углеродных композиционных материалов на пироуглеродной связке [14]. Термоградиентный нагрев образцов приводил к повышению уровня регистрируемого излучения, что потребовало дополнительных исследований. При моделировании температурных режимов насыщения пироуглеродом нагрев осуществляли расположенным по центру образца молибденовым нагревателем. Результат такого моделирования представлен на рис.2 (отжиг проводили в аргоне).

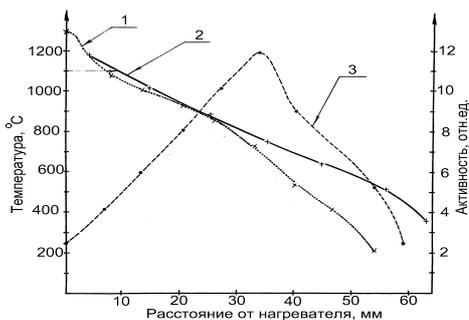


Рис. 2. Миграция примеси натрия в образце при термоградиентном отжиге в аргоне:

1 – наведенная активность до отжига, 2 – распределение температуры при отжиге, 3 – наведенная активность после отжига

Для измерений из образцов вырезались перпендикулярно нагревателю пластины, плотность материала контролировалась γ -адсорбционным методом.

Наибольшая концентрация натрия наблюдается в области, нагретой до температуры $\sim 770^\circ\text{C}$. Определенное методом пламенной фотометрии распределение концентрации примеси натрия в отдельных нитях на этом же участке контроля приведено на рис.3.

Наибольшее накопление примеси наблюдается в нитях, расположенных по радиусу и по касательным. Наименьшее – в нитях, расположенных параллельно нагревателю. Такое дифференциальное накопление примесей указывает на миграцию натрия вдоль поверхности волокон и через газовую фазу. О наличии миграции через газовую фазу указывает также отложение части примесей в виде кристаллов на волокна (рис.4).

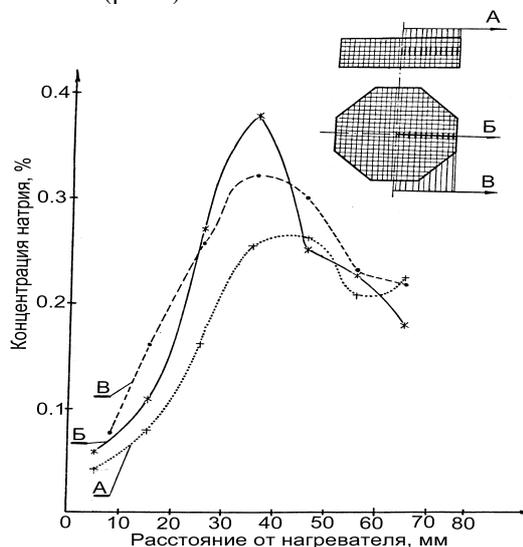


Рис. 3. Распределение примеси натрия по волокнам вдоль радиуса термообработанного образца: А – нить, расположенная параллельно нагревателю, Б – нить, расположенная по радиусу, В – нить, расположенная по касательной

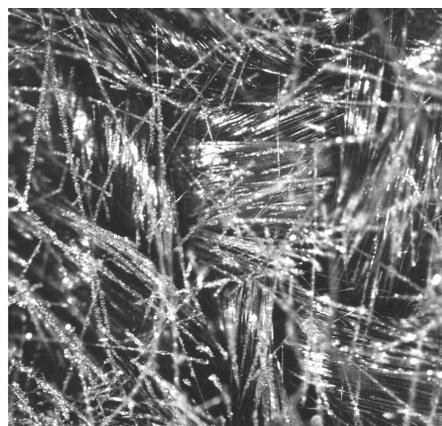


Рис. 4. Углеродные волокна в зоне накопления примесей.

На рис.5 представлены результаты отжига в метане. Осаждение пироуглерода на углеродные волокна тормозит процесс миграции примеси, наи-

большая концентрация натрия наблюдается при температуре $\sim 950^\circ\text{C}$.

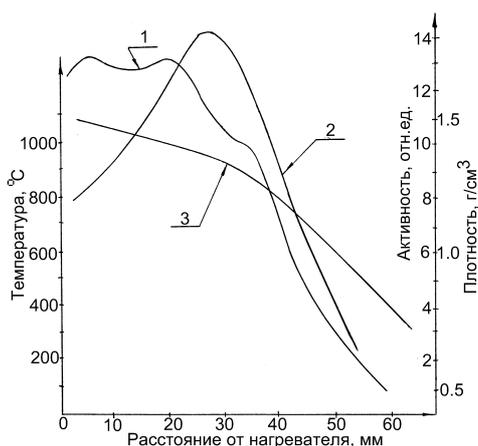


Рис.5. Миграция примеси натрия в образце при термоградиентном отжиге в метане: 1 – плотность материала, 2 – наведенная активность после отжига, 3 – распределение температуры в конце отжига

Описанная методология контроля примеси натрия может быть без существенных изменений применена для измерения содержания других элементов.

ВЫВОДЫ

1. Предложена новая методика облучения образцов и регистрации наведенной активности для инструментального варианта фотоактивационного анализа крупногабаритных образцов. Показана повышенная точность метода при анализе изделий с неравномерным распределением примеси по объёму.

2. Исследовано поведение примеси натрия при термоградиентном отжиге изделий из углеродных волокон. Показано, что при отжиге в аргоне наибольшая концентрация примеси натрия наблюдается в области, находящейся при температуре $\sim 770^\circ\text{C}$, при отжиге в метане – в области, находящейся при температуре $\sim 750^\circ\text{C}$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р.А.Кузнецов. *Активационный анализ*. М.: «Атомиздат», 1974.
2. Ю.Н.Бурмистенко, Ю.В.Феоктистов // *Вопросы атомной науки и техники, серия: Радиационная техника*, вып.14. М.: «Атомиздат», 1977, с.166.
3. Ю.Н.Бурмистенко, Б.Н.Рывкин, Ю.В.Феоктистов // *Вопросы атомной науки и техники, серия: Радиационная техника*, вып. 16. М.: «Атомиздат», 1978, с.175.
4. Ю.Н.Бурмистенко и др. // *Вопросы атомной науки и техники, серия: Радиационная техника*, вып.20. М.: «Атомиздат», 1980, с.94-105.
5. Ю.Н.Бурмистенко. *Фото-ядерный анализ состава вещества*. М.: «Энергоиздат», 1986, с. 39-48.
6. А.С. № 534 124, МКИ 01 23/221.
7. Л.И.Бурмагин // *Измерительная техника*, 1978, №1, с.76.
8. Л.И.Бурмагин // *Вопросы атомной науки и техники, серия: Радиационная техника*, вып.20. М.: «Атомиздат», 1980, с.106-110.
9. Ю.Н.Бурмистенко. *Фото-ядерный анализ состава вещества*, М.: «Энергоиздат», 1986, с.39-48.
10. А.С.Фиалков. *Углеродные материалы*. М.: «Энергия», 1979, с.151.
11. А.А.Конкин. *Углеродные и другие жаростойкие волокнистые материалы*. М.: «Химия», 1974, с.174.
12. М.Х.Торторов. *Волокнистые и дисперсно упрочненные композиционные материалы*. М.: «Наука», 1976, с. 11.
13. С.В.Гоженко, В.А.Гурин, Ю.Ф.Конотоп, А.П.Омельник. А. С. №1 151 080.
14. В.А.Гурин, В.Ф.Зеленский. Газофазные методы получения углеродных и углерод-углеродных материалов // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1998, вып.3(69), 4(70), с.83-85.