

## Stanovenie niklu a železa vo feritových pamätiach aktivačnou analýzou

V. KLIMENT

*Fyzikálny ústav Slovenskej akadémie vied,  
Bratislava*

Obsah železa a niklu vo feritových pamätiach sa stanovil deštruktívnou aktivačnou analýzou. Zmerala sa  $\gamma$  aktivita  $^{56}\text{Fe}$  a  $^{58}\text{Co}$  po chemickej separácii. V analyzovaných vzorkách sa stanovilo rádove  $10^{-6}$  g niklu a  $10^{-6}$  g železa.

V matematických počítačoch strojoch sa pre pamäťové prvky používajú mikrometrové vrstvičky zliatiny NiFe na sklenej podložke. Pre dané účely sú vhodné iba vrstvičky s určitým, presne známym pomerom niklu a železa, pri inom pomere sa vrstvička NiFe vplyvom magnetického poľa narúša. Pri naparovaní vrstvičky sa pôvodné zloženie zliatiny nezachová. Preto treba stanoviť nikel a železo vo vrstvách naparených z rozličných zliatin, aby sa mohlo určiť potrebné zloženie východiskového materiálu.

Zistilo sa, že bežné analytické metódy nemožno použiť na analýzu vrstvičky NiFe, pretože obsah železa a niklu je asi  $10^{-6}$  g. Rádove rovnaké množstvá niklu a železa obsahovali aj potrebné chemikálie. Na zistenie obidvoch prvkov sa zvolila neutrónová aktivačná analýza, ktorou možno stanoviť uvedené množstvá bez ťažkostí.

Stanovením niklu a železa aktivačnou analýzou sa zaoberali viacerí autori. Mnohé práce sú zamerané na stanovenie obidvoch prvkov v polovodičových materiáloch a vo vysokočistých kovoch. M. Šimková, F. Kukula a F. Stejskal [1] stanovili stopy železa v antimóne deštruktívnou metódou. G. J. Atchinson a W. H. Beamer [2] dosiahli pri stanovení železa v horčíku citlivosť  $5 \cdot 10^{-8}$  g. M. J. Cambell, A. A. Smales [3] určili stopy železa v kremíku s citlivosťou 200 ppm. A. A. Smales a H. J. Wood [4] stanovili 0,1 ppm niklu v germánii. Nikel vo vysokočistom železe stanovili J. Gaitteta a P. Albert [5], pričom dosiahli citlivosť 1 ppm. B. A. Thompson [6] stanovil 9 prvkov vo vrstvičke NiFe, pričom zistil 20 % železa a 80 % niklu. Na chemické separácie používal zrážacie metódy.

Na stanovenie obsahu niklu sme v našej práci zvolili rádionuklid  $^{58}\text{Co}$ , vznikajúci jadrovou reakciou  $^{58}\text{Ni}(n,p)^{58}\text{Co}$ . Účinný prierez pre túto reakciu je 50 mb [7]. Vzhľadom na dlhú prepravnú dobu, potrebnú na prevezenie ožiarených vzoriek z Řeže do Bratislavy, nemohlo sa merať  $\gamma$  žiarenie  $^{65}\text{Ni}$  ( $T_{1/2} = 2 \frac{1}{2}$  hod.), ktoré vzniká jadrovou reakciou  $^{64}\text{Ni}(n,\gamma)^{65}\text{Ni}$ . Kobalt 58 je  $\gamma$  žiarič s dobou polovičného rozpadu 71 dní a energiou  $\gamma$  žiarenia 0,81 MeV vhodnou na meranie. Vo vzorke v merateľnom množstve môže  $^{58}\text{Co}$  vznikáť

len uvedenou reakciou. Inými reakciami sa tvorí iba zanedbateľné množstvo  $^{58}\text{Co}$ .

Obsah železa sa stanovil meraním  $\gamma$  žiarenia  $^{59}\text{Fe}$ , vznikajúceho reakciou  $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$  (účinný prierez je 980 mb) [8]. Rádionuklid  $^{59}\text{Fe}$  má dobu poločiarného rozpadu 45,1 dní a energiu  $\gamma$  žiarenia 1,10 MeV a 1,29 MeV vhodnú na meranie. Rušivú reakciu  $^{59}\text{Co}(n,p)^{59}\text{Fe}$  môžeme zanedbať, pretože pomer Fe Co je väčší než  $10^5$ , a to vo vzorkách i v štandardoch. Rušivú reakciu  $^{62}\text{Ni}(n,\alpha)^{59}\text{Fe}$  nemôžeme zanedbať (účinný prierez je 5,7 mb [8]). Ožiarením 1 mg Ni a oddelením vzniknutého  $^{59}\text{Fe}$  sa zistila aktivita  $^{59}\text{Fe}$ , vzniknutá jeho ožiarením. Po zistení obsahu niklu vo vzorkách sa vypočítala aktivita  $^{59}\text{Fe}$ , ktorá vznikla ožiarením tohto množstva niklu, a potom sa odpočítala od celkovej aktivity  $^{59}\text{Fe}$  vo vzorke.

### Experimentálna časť

Analyzované vzorky tvorili niekoľkomikrometrovú vrstvičku zliatiny NiFe na podložnom sklíčku. Štandardy obsahovali 1 mg železa a 1 mg niklu v zatavených kremenných ampulkách. Štandard železa sa pripravil z Mohrovej soli a štandard niklu z dusičnanu nikelnatého (obidva p. a. čistoty). Vzorky a štandardy sa spolu ožarovali v jadrovom reaktore (ÚJV, Řež pri Prahe) tokom neutrónov  $3 \cdot 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  po dobu 80 hodín. Po 30 dňoch vymierania sa vzorky a štandardy spracovali.

### Chemická separácia

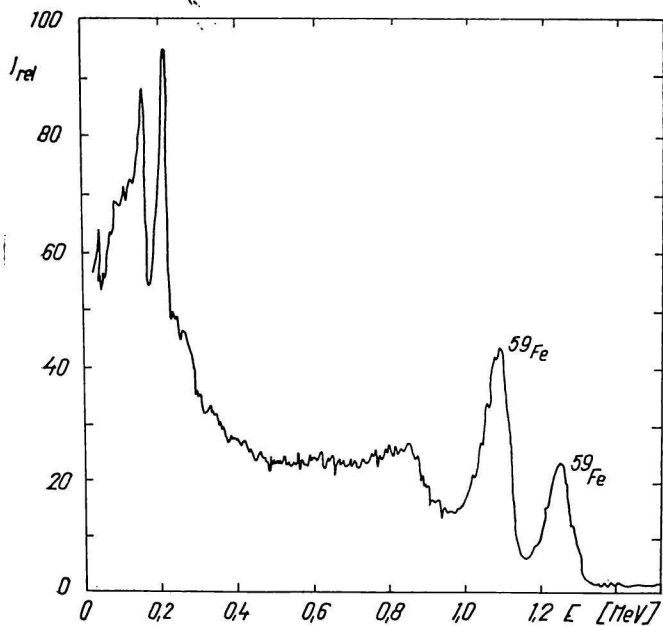
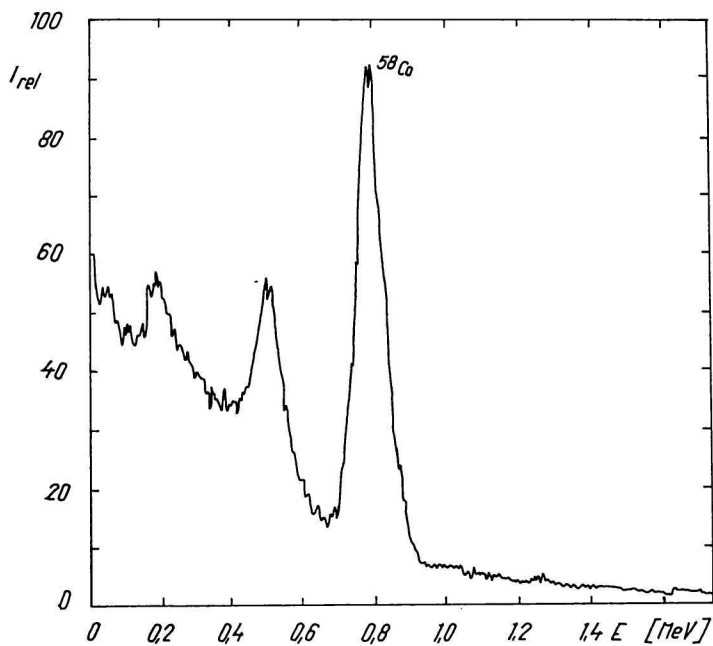
Vrstvička NiFe zo vzoriek sa po pridaní 1 mg železa a 1 mg kobaltu vo forme chloridov ako nosičov rozpustila v zmesi koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej a kyseliny dusičnej (1 : 1) a viacnásobne sa odparila do sucha s koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou, aby sa dosiahlo úplné prevedenie kobaltu a železa na chloridy.

Štandardy sa rozpustili vo vode. Na meranie aktivity sa odpipetoval objem obsahujúci 10  $\mu\text{g}$  štandardu. K štandardu železa sa pridal 1 mg železa, k štandardu niklu 1 mg kobaltu a 1 mg železa a spracovali sa rovnako ako vzorky. Odparky vzoriek aj štandardov sa nakoniec rozpustili v 8 N kyseline chlorovodíkovej. Vo vzorkách i v štandardoch sa oddeľovalo železo od kobaltu.

Na oddelenie železa od kobaltu sa použila ionexová metóda na stĺpci ( $\varnothing$  7 mm, l 200 mm) silne zásaditého anexu Dowex 2X8 v chloridovom cykle. V prostredí 8 N kyseliny chlorovodíkovej je chloridový komplex kobaltu a železa stály, obidva prvky sa zadržujú na ionexe. Kobalt sa uvoľní eluovaním 4 N kyselinou chlorovodíkovou. Po vymytí kobaltu sa železo eluuje 0,4 N kyselinou chlorovodíkovou [9]. Oddelenie obidvoch prvkov je úplné.

### Meranie

Aktivita frakcie kobaltu a železa sa merala na 400 kanálovom scintilačnom spektrometri, čím sa súčasne kontrolovala aj chemická separácia. Obsah niklu vo vzorkách sa počítal porovnaním plochy píku 0,81 MeV  $^{58}\text{Co}$  vzorky s plochou píku štandardu. Obsah železa sa určil porovnaním plochy  $\gamma$  píku 1,10 MeV  $^{59}\text{Fe}$ .

Obr. 1. Spektrum  $^{59}Fe$  vo frakcii železa.Obr. 2. Spektrum  $^{58}Co$  vo frakcii kobaltu.

## Výsledky

Meranie spektier ukázalo, že frakcia železa obsahuje iba  $^{59}\text{Fe}$  (obr. 1) a frakcia kobaltu iba  $^{58}\text{Co}$  (obr. 2). Zistené množstvá niklu a železa sú uvedené v tab. 1.

Citlivosť metódy sa počítala za predpokladu, že aktivita v píku musí byť aspoň dvakrát väčšia než pozadie v píku. Pre obidva prvky vyšla citlivosť asi  $10^{-7}$  g.

Tabuľka 1  
Výsledky analýzy štyroch vzoriek

Vzorka	Obsah Ni (mg)	Obsah Fe (mg)
1	$1,85 \cdot 10^{-3}$	$6,88 \cdot 10^{-4}$
2	$6,88 \cdot 10^{-3}$	$6,70 \cdot 10^{-3}$
3	$6,93 \cdot 10^{-2}$	$4,05 \cdot 10^{-2}$
4	$2,52 \cdot 10^{-2}$	$1,89 \cdot 10^{-2}$

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ И ЖЕЛЕЗА В ФЕРРИТНЫХ ПАМЯТЯХ АКТИВАЦИОННЫМ АНАЛИЗОМ

В. Климент

Физический институт Словацкой академии наук,  
Братислава

Содержание никеля и железа в ферритных памятьях было определено деструкционным активационным анализом. Железо было определено измерением гамма излучения  $^{59}\text{Fe}$ , никель измерением гамма излучения  $^{58}\text{Co}$ . Образцы облучались вместе с стандартами в течение 80-ти часов током нейтронов  $3 \cdot 10^{12}$  н.см $^{-2}$ сек $^{-1}$ . Железо от кобальта отделилось на колонке сильно щелочного анионита Dowex 2X8 в хлоридном цикле. Активность измерялась 400 каналовым сцинтилляционным спектрометром, чем одновременно контролировалась и полнота химической сепарации. Содержание железа вычислялось сравнением площади пика 1,10 MeV  $^{59}\text{Fe}$  образца с площадью пика стандарта, содержание никеля сравнением площади пика 0,81 MeV  $^{58}\text{Co}$ . В образцах обнаружались никель и железо порядка  $10^{-6}$  г. Метод позволяет определить приблизительно  $10^{-7}$  г никеля и железа.

*Preložil M. Fedoroňko*

BESTIMMUNG VON NICKEL UND EISEN IN FERRITSPEICHERN DURCH  
DIE AKTIVIERUNGSANALYSE

V. Kliment

Physikalisches Institut der Slowakischen Akademie der Wissenschaften,  
Bratislava

Der Gehalt an Nickel und Eisen in Ferritspeichern wurde durch die Destruktions-Aktivierungsanalyse bestimmt. Eisen wurde durch Messung der Gammastrahlung des  $^{59}\text{Fe}$ , Nickel durch Messung der Gammastrahlung des  $^{58}\text{Co}$  ermittelt. Gemeinsam mit den Standards wurden die Proben 80 Std. mit einem Neutronenfluß  $3 \cdot 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  bestrahlt. Eisen und Kobalt wurden auf einer Säule des stark basischen Anionenaustauschers Dowex 2X8 im Chloridzyklus getrennt. Die Aktivität wurde mit einem 400-Kanal-Szintillationsspektrometer gemessen, womit zugleich auch die Vollständigkeit der chemischen Separation kontrolliert wurde. Der Eisengehalt wurde durch einen Vergleich der Fläche des Peaks 1,10 MeV der  $^{59}\text{Fe}$ -Probe mit der Fläche des Peaks des Standards berechnet, der Nickelgehalt durch einen Vergleich der Fläche des Peaks 0,81 MeV des  $^{58}\text{Co}$ . In den Proben wurden der Größenordnung nach  $10^{-6}$  g Nickel und Eisen festgestellt. Diese Methode ermöglicht es, etwa  $10^{-7}$  g Nickel und Eisen zu bestimmen.

*Preložil K. Ullrich*

## LITERATÚRA

1. Šimková M., Kukula F., Stejskal F., *Jaderná energie* **9**, 5 (1963).
2. Atchison G. J., Beamer W. H., *Anal. Chem.* **24**, 1812 (1952).
3. Cambell M. J., Smales A. A., *Analyst* **82**, 390 (1957).
4. Smales A. A., Wood H. J., *Materialy meždunarodnoj konferencii v Ženeve*, 1955, 770.
5. Gaittet J., Albert P., *Compt. rend.* **247**, 1861 (1958).
6. Thompson B. A., *Anal. Chem.* **31**, 1492 (1959).
7. Mellish C. E., *Report AERE I/M-39*.
8. *Jaderné chemické tabulky*. Státní nakladatelství technické literatury, Praha 1964.
9. Kalinin A. I., *Radiochimičeskije metody opredelenija mikroelementov*, 171. Izdatelstvo Nauka, Moskva 1965.

Do redakcie došlo 20. 1. 1966

*Adresa autora:**Inž. Vladimír Kliment, Fyzikálny ústav SAV, Bratislava, Dúbravská cesta.*