



РОСАТОМ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»



ПРИМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ПОРОШКООБРАЗНОГО ОБРАЗЦА ДЛЯ ЕГО ИДЕНТИФИКАЦИИ

*А.Х. Рудина, О.В. Костицын, Н.П. Тайбинов, И В. Чемагина,
А.В. Станкевич, А.В. Соболевская, А.Н. Грецова*

ФГУП «РФЯЦ – ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина»

Цель данной работы:

Изучение химического состава и микроструктуры порошкообразного образца неизвестного химического состава на наличие в нем ВВ.

Задачи работы:

1. Анализ элементного состава образца энергодисперсионным методом;
2. Анализ химического состава образца методом ИК-Фурье спектроскопии;
3. Анализ фазового состава и степени кристалличности образца методом рентгеновской дифрактометрии;
4. Анализ термических свойств образца;
5. Оценка количественного химического состава образца на основе данных спектроскопии, термоанализа и дифрактометрии.

1. Анализ элементного состава образца энергодисперсионным методом

Локальный элементный анализ образца выполнялся с помощью энергодисперсионного спектрометра. На рисунке 1 показана электронная фотография исследуемого образца. На рисунке 2 представлен спектр элементов по выделенной области образца.



a

б

Рисунок 1 –
Электронные
фотографии образца:
а – микроструктура, б –
зоны локального
энергодисперсионного
анализа.

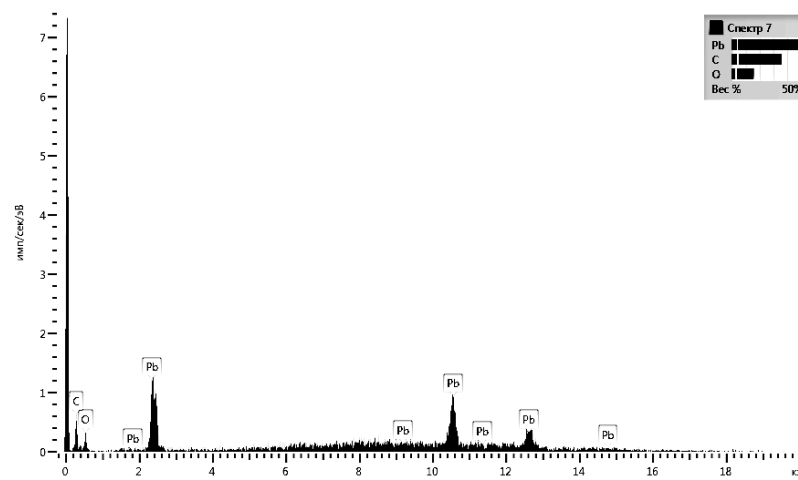
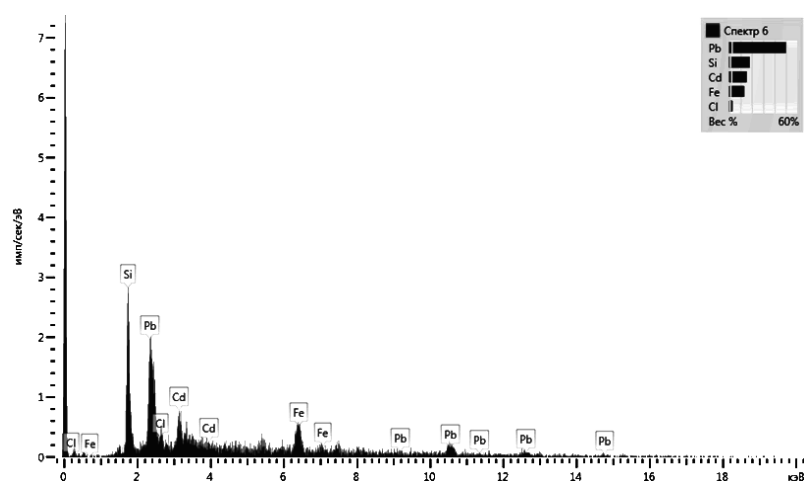


Рисунок 2 – Энергодисперсионный спектр области 6 и 7

2. Анализ химического состава методом ИК-Фурье спектроскопии

ИК-Фурье спектры образца были получены в диапазоне волновых чисел 4000-515 см^{-1} с погрешностью не более 4 см^{-1} .

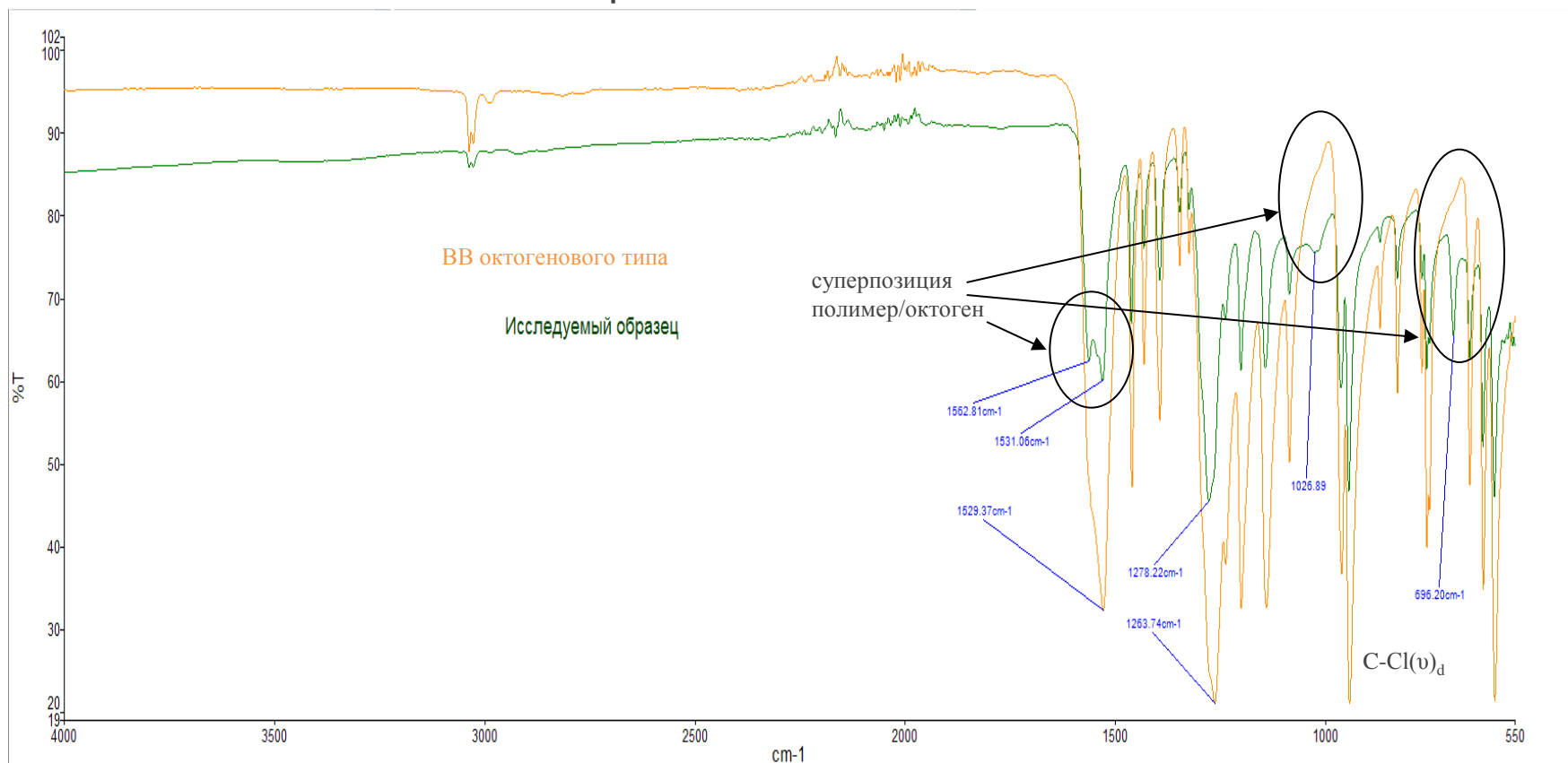


Рисунок 3 – ИК-Фурье спектр исследуемого образца

3. Анализ термических свойств образца

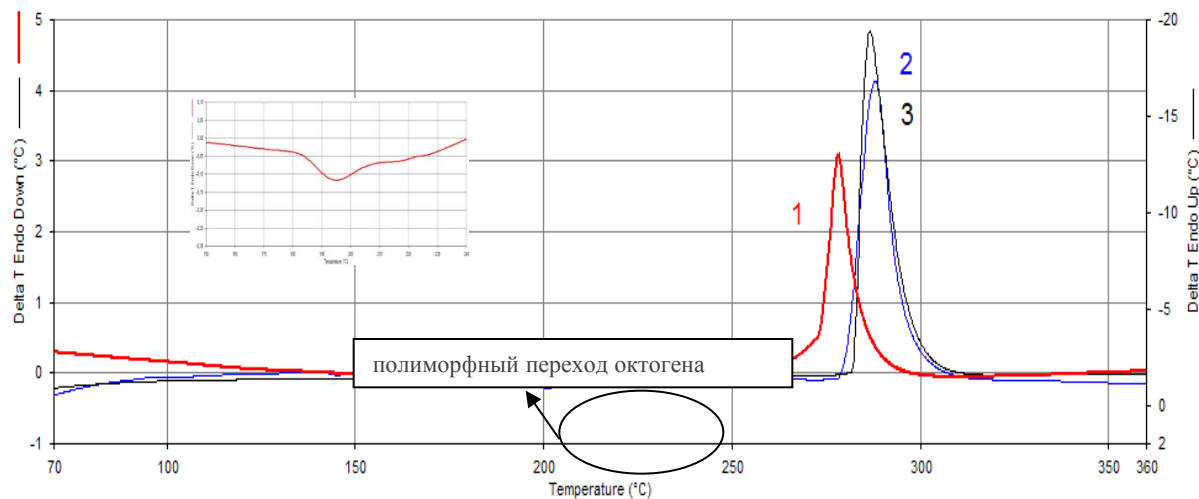


Таблица 1 – Результаты термического анализа при скорости нагрева 10 °C/мин в среде аргона

ВВ	$T_{НП}, ^\circ\text{C}$	$T_{ФП}, ^\circ\text{C}$	$T_{НИР}, ^\circ\text{C}$
Образец порошка	~200	185	272
ВВ октогенового типа	265...270	190...194	278...282

Примечание: - погрешность определения: $T_{НИР}$
 $T_{Ф.П.} = \pm 2^\circ\text{C}$, $T_{НП} = \pm 5^\circ\text{C}$

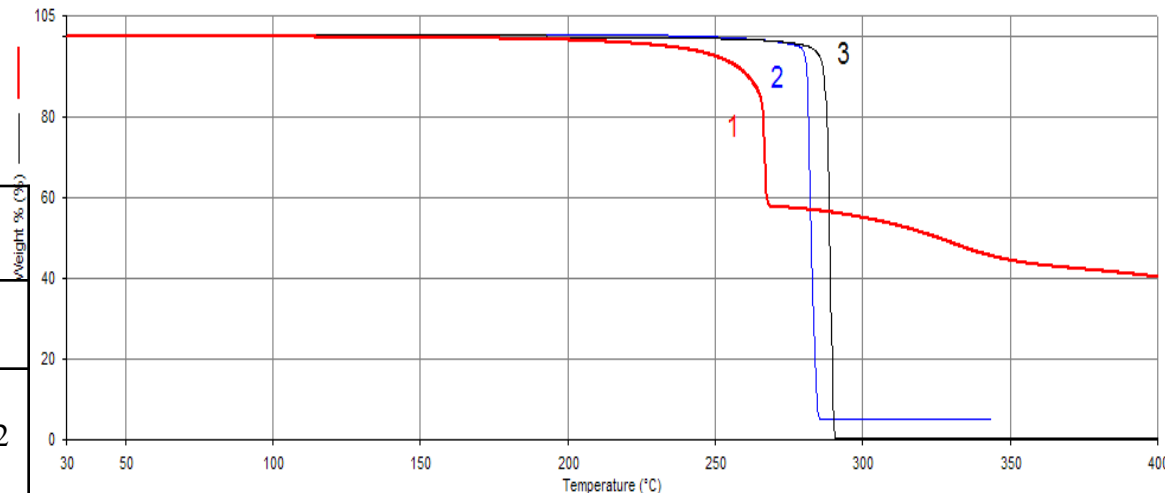


Рисунок 5 – ТГА – кривые при скорости нагрева 10°C/мин в среде аргона

1 – образец порошка;
2 – ВВ октогенового типа;
3 – октоген

1. Выполнен анализ элементного состава энергодисперсионными методами, зарегистрировано наличие элементов общей группы: Pb (свинец); Fe (железо); Cl (хлор); Ca (кальций); Cr (хром); Cu (медь); Ti (титан); Ni (никель); Zn (цинк); O (кислород); C (углерод); и следовое количество: Al (алюминий); Si (кремний); Cd (кадмия). Элементов группы лантаноидов и актиноидов не обнаружено.
2. Выполнен анализ химического состава методами ИК-Фурье спектроскопии, зарегистрировано присутствие октогена и хлорсодержащих веществ, предположительно органических.
3. Выполнен анализ фазового состава и степени кристалличности методами рентгеновской дифрактометрии, зарегистрировано присутствие кристаллических фаз: β -октоген (P21/n), бор (R-3m), свинец (Fm-3m), сплавы (Fe, Ni, Cr, Ti, Cu, Zn), а также аморфно-кристаллических. Степень кристалличности образцов 81,3 %.
4. По результатам термического анализа установлено уменьшение температуры начала термического разложения по сравнению с ВВ октогенового типа на 65-70 градусов, что свидетельствует о наличии большого количества металлических примесей.