

# Análise de materiais de referência certificados de ligas metálicas pelo método de ativação com nêutrons

Beatriz Nascimento Silva, Mitiko Saiki e Jesualdo Luiz Rossi  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

## INTRODUÇÃO

As ligas metálicas apresentam inúmeras aplicações nas diversas áreas tecnológicas. Conseqüentemente as determinações de seus elementos são de grande interesse visto que a sua composição elementar pode afetar nas suas propriedades mecânicas, físicas e químicas da liga. Além disso, as análises de ligas são muito requeridas para certificar se o material atende as exigências normativas e suas especificações.

Para o controle da qualidade nas análises de ligas, neste estudo foram analisadas materiais de referência certificados (MRCs) de ligas metálicas para avaliar a precisão e exatidão dos resultados. O método utilizado foi a análise por ativação com nêutrons (NAA) que apresenta vantagens para análise deste tipo de matriz. Dentre estas vantagens estão, principalmente, sua capacidade de análise multielementar e a não necessidade da dissolução das amostras.

## OBJETIVO

O objetivo deste estudo foi determinar a composição elementar nos materiais de referência certificados (MRCs) de ligas metálicas pelo método de análise por ativação com nêutrons.

## METODOLOGIA

**Materiais:** Os dois MRCs analisados foram; MRC 363 Chromium-Vanadium Steel (Modified) adquirido do National Institute of Standards and Technology (NIST) e MRC BCS/SS No. 464 Austenitic Stainless Steel adquirido da British Chemical Standards ambos na forma de lascas.

**Procedimento da NAA:** Alíquotas de 25 a 40 mg de cada uma das amostras pesados em invólucros de polietileno foram irradiadas junto com os padrões sintéticos de elementos por 8 h e sob fluxo de nêutrons térmicos da ordem de  $4,3 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  do reator nuclear IEA-R1. Para medir a atividade gama induzida nos padrões e amostras foi utilizado um espectrômetro de raios gama constituído de um detector HGe acoplado ao analisador digital de espectros ambos da marca Canberra. Foram realizadas pelo menos duas séries de medidas para diferentes tempos de decaimento. Nos espectros gama, os radionuclídeos foram identificados pelas energias dos raios gama e meias vidas e as frações mássicas de elementos foram calculadas pelo método comparativo [1].

## RESULTADOS

Os resultados da TABELA 1 do MRC 363 indicam boa precisão com desvios padrão relativos entre 3,3 a 8,9 %, com exceção do Ni. O resultado menos reprodutível foi obtido para Ni, devido este elemento não apresentar características favoráveis para NAA. No caso, o Ni foi determinado pela medida da atividade do  $^{58}\text{Co}$  formado na reação nuclear  $^{58}\text{Ni}(n,p)^{58}\text{Co}$ . A comparação dos resultados obtidos com os valores do certificado mostra uma boa concordância dos resultados com erros relativos (ER) variando de 2,0 a 12,6% com exceção do Sb que apresentou ER de 15,4 % devido ao seu baixo teor na amostra.

Na TABELA 2 estão os resultados das análises do MRC BCS/SS No. 464 Austenitic Stainless Steel. de duas determinações

TABELA 1. Frações Mássicas de Elementos Obtidos no MRC 363 Chromium-Vanadium Steel (Modified) e Valores do Certificado

Elementos	F± DP	DPR, %	ER, %	Valores do Certificado [2]
As, mg kg <sup>-1</sup>	102,0 ± 7,3	7,1	2,0	100 ± 10
Co, mg kg <sup>-1</sup>	419,4 ± 13,8	3,3	12,6	480 ± 10
Cr, %	1,238 ± 0,056	4,6	5,5	1,31 ± 0,01
Fe, %	91,9 ± 3,2	3,5	-	(94,4)
Ni, mg kg <sup>-1</sup>	3104 ± 795	25,6	3,5	3000 ± 100
Sb, mg kg <sup>-1</sup>	16,9 ± 1,5	8,9	15,4	20 ± 10
Zn, mg kg <sup>-1</sup>	230,2 ± 19,6	8,5	-	(4)

F± DP = Fração mássica média e desvio padrão de quatro determinações; DPR = Desvio padrão relativo; ER= Erro relativo. Valores entre parênteses indicam dados informativos.

TABELA 2. Frações Mássicas de Elementos Obtidos no MRC BCS/SS No. 464 Austenitic Stainless Steel e Valores do Certificado

Elementos	F± DP	DPR, %	ER, %	Valores do Certificado [3]
As, mg kg <sup>-1</sup>	31,5 ± 4,9	15,6	5,0	30 (4,5) (a)
Co, mg kg <sup>-1</sup>	538,9 ± 11,9	2,2	2,0	540(14,1)
Cr, %	24,5 ± 0,3	1,1	4,5	25,7 (0,067)
Fe, %	50,8 ± 1,9	3,7	-	-
Ni, %	20,67 ± 0,14	0,7	0,14	20,7 (0,045)
Sb, mg kg <sup>-1</sup>	4,30 ± 0,33	7,7	-	-
Zn, mg kg <sup>-1</sup>	157,0 ± 9,1	5,8	-	-

F± DP = Fração mássica média e desvio padrão de duas determinações. (a)- Valores entre parênteses são de desvios padrão calculados usando resultados individuais do certificado.

Na TABELA 2, verifica-se uma boa reprodutibilidade dos resultados obtidos com desvios padrão variando de 0,7 a 15,6 %. Com relação à exatidão os dados indicam também uma boa concordância com os valores do certificado com percentagens de erros relativos inferiores a 0,14%.

## CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nos MRCs apresentaram, de maneira geral, uma boa exatidão e precisão indicando a viabilidade da aplicação do procedimento utilizado neste trabalho na análise de ligas metálicas.

Os resultados menos exatos obtidos para Co e Sb no MRC 363, se deve

provavelmente aos seus baixos teores na amostra.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] De Soete, D; Gijbels, R; Hoste, J. Neutron activation analysis, Wiley-Interscience, 1972.
- [2] National Institute of Standards and Technology. Certificate of Analysis. SRM 363 Chromium-Vanadium Steel (Modified), 2012.
- [3] British Chemical Standards. Certificate of Analyses BCS/SS No. 464 Austenitic Stainless Steel, (s.d).

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq e IPEN.