

С413Г

Д-81

24/10 72

СООБЩЕНИЯ  
ОБЪЕДИНЕННОГО  
ИНСТИТУТА  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

974/2-72

12 - 6220



И. Дуда, И. В. Дудова

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКТИВАЦИИ  
ТЕПЛОВЫМИ НЕЙТРОНАМИ  
ДЛЯ  
ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕРМАНИЯ  
В ЕГО ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

1972

12 - 6220

И. Дуда, И.В. Дудова

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКТИВАЦИИ  
ТЕПЛОВЫМИ НЕЙТРОНАМИ  
ДЛЯ  
ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕРМАНИЯ  
В ЕГО ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

Объединенный институт  
ядерных исследований  
БИБЛИОТЕКА

## Введение

Анализ германийорганических соединений в настоящее время производится в большинстве случаев по методикам, включающим предварительную минерализацию, являющуюся трудоемкой операцией и основным источником ошибок определения.

Разработанные прямые методы определения германия в органических соединениях – спектральный /1/ и метод поглощения рентгеновских лучей /2/, – как и предлагаемые нами активационные методы с использованием быстрых нейтронов генератора /3/ и тепловых нейтронов реактора, позволяют исключить процесс минерализации.

Метод активационного анализа в деструктивном или инструментальном варианте из-за высокой чувствительности используется преимущественно при определениях микрокомпонентов в макронавеске. Обратная задача – определение макрокомпонента в микронавеске – решается с его помощью значительно реже, несмотря на то, что она в принципе более проста. На активность определяемого элемента не накладывается значительная иногда активность матрицы, часто нет необходимости в химических методах разделения и концентрирования элементов, в определении их выходов и в других вспомогательных операциях.

Среди значительного количества аналитических работ, выполненных активационным методом, лишь немногие были применены к решению проблем органического микроанализа, в частности, анализа элементоорганических

ких соединений, являющихся вполне подходящими объектами для исследования этим методом. Работ по нейтронно-активационному определению германия в микронавесках его органических соединений в литературе обнаружено не было. Достаточно сослаться хотя бы на библиографический справочник по этим вопросам<sup>/4/</sup>.

В данной работе исследована возможность чисто инструментального определения германия в германийорганических соединениях состава  $C, H, O, Ge$  по активности радиоизотопа  $^{77}Ge$ , возникающего по ядерной реакции  $^{76}Ge(n, \gamma)^{77}Ge$  при активации этих соединений тепловыми нейтронами реактора.

### Экспериментальная часть

#### 1. Выбор радиоизотопа и материала для контейнера

При определении элемента активацией тепловыми нейтронами в облучаемых объектах протекают преимущественно ядерные реакции одного типа  $(n, \gamma)$  с образованием более тяжелого изотопа определяемого элемента. Органическая основа германийорганических соединений из-за низких сечений этой реакции на стабильных изотопах  $C, H, N, O$  и больших периодов полураспада  $^3H$  и  $^{14}C$  при кратковременных облучениях фактически не активируется. Наведенная активность радиоизотопов  $^{16}N$  и  $^{19}O$  превышает активность  $^3H$  и  $^{14}C$  на несколько порядков, но вследствие малого значения периодов полураспада (7,3 и 29 сек) уже через короткое время после конца облучения (5-10 мин) активность германийорганического соединения является исключительно активностью радиоизотопов германия, которые тепловыми нейтронами активируются значительно сильнее легких элементов. Продукты активации германия приведены в табл. 1<sup>/5/</sup>. В последней графе таблицы даны расчетные значения наведенной активности образовавшегося радиоизотопа при облучении 1 мг элемента потоком тепловых нейтронов  $1 \cdot 10^{13}$  н/см<sup>2</sup>сек.

При определении германия активацией тепловыми нейтронами генератора НГ-200 по короткоживущим изомерам  $^{75m}Ge$  и  $^{77m}Ge$  интенсивность термализованного потока тепловых нейтронов оказалась недостаточной для получения необходимых для точных определений активностей. Анализ по

этим изомерам на тепловых нейтронах реактора требует специальных технических устройств, и, кроме того, измерения могут производиться только непосредственно в месте расположения реактора.

В лабораториях, не расположенных на территории реактора, для активационного определения германия используют более долгоживущие радиоизотопы -  $^{75}\text{Ge}$ ,  $^{77}\text{Ge}$  и  $^{71}\text{Ge}$ . Анализы, как правило, ведутся радиохимическими методами<sup>/6,7/</sup> с измерением К-захватного ( $^{71}\text{Ge}$ ) или гамма ( $^{75}\text{Ge}$ ,  $^{77}\text{Ge}$ ) - излучения образцов. Аналитическое использование мягкого характеристического рентгеновского излучения в инструментальном варианте активационного анализа было для наших целей практически исключено. Измерение наведенной активности образцов после облучения на ядерном реакторе могло быть нами начато не раньше, чем через 12 час после конца облучения. Это практически исключало также возможность проведения анализа по активности радиоизотопа  $^{75}\text{Ge}$  ( $T_{1/2} = 82$  мин). По этим причинам для исследования возможности определения германия чисто инструментальным методом после активации тепловыми нейтронами реактора нами был использован изотоп  $^{77}\text{Ge}$  с периодом полураспада  $T_{1/2} = 11,3$  часа и энергиями гамма-излучения 195, 210, 215, 265 кэВ и др.<sup>/8,9/</sup>.

Особое внимание было уделено вопросу выбора материала контейнера для облучения образцов, который должен удовлетворять ряду требований, вытекающих из основного соображения, что образец после облучения должен радиометрически измеряться без переноса, т.е. в облученной упаковке, так как количественное извлечение и перенос образца в необлученный контейнер для измерения связаны с трудно контролируруемыми потерями или вообще невозможны.

Облучение многих органических, в том числе германийорганических соединений в условиях повышенной температуры, мощных нейтронных потоков и гамма-излучения реактора может сопровождаться процессами полимеризации, деструкции, газовыделения и т.д. При облучениях возникает опасность адгезии продуктов этих процессов на стенки контейнеров, диффузии в микропоры материала и внешнее пространство, а также опасность повреждения контейнера в результате повышенного давления за счет газовыделения.

В качестве материала для контейнера был выбран фторопласт-4, который сочетает многие нужные свойства используемых в настоящее время для упаковок материалов (кварц, графит, полиэтилен, алюминий), но в то же время лишен некоторых их недостатков с точки зрения инструментального определения без извлечения образца из упаковки. Расчет конструкции контейнера, проводившийся по  $10^4$ , определялся двумя требованиями: обеспечением достаточного запаса прочности и стремлением к возможно меньшему весу контейнера.

Конструкция примененного в данной работе контейнера из фторопласта-4 приведена на рис. 1.

Для исключения ошибки взвешивания при отборе образца (навеска около 5 мг, вес контейнеров 5 г) навески отбирались в полиэтиленовые ампулы весом около 150 мг, которые после запаивания помещались во фторопластовый контейнер.

Вес 25 контейнеров, изготовленных из одной заводской партии фторопласта, находился в интервале  $4,933 \pm 0,085$  г, т.е.  $100 \pm 1,7\%$ . С учетом веса полиэтиленовых ампул максимальное отклонение веса упаковки от среднего значения не превышало  $\pm 1,5\%$ . По этим причинам в последующих определениях поправки на вес упаковки не вводились.

Проверка на герметичность и устойчивость к давлению при повышенных температурах производилась выдерживанием запаянных полиэтиленовых ампул с диизопропиловым эфиром, помещенных во фторопластовые контейнеры, при температуре  $120^{\circ}\text{C}$  в течение часа. Изменения веса контейнера при этом не наблюдалось. В этих же условиях потеря в весе для запаянных полиэтиленовых ампул с диизопропиловым эфиром, помещенных в контейнеры, составляла 5-10% от весового количества растворителя. По этой причине извлечение полиэтиленовых ампул, содержащих германийорганические соединения, из контейнеров после облучения было исключено из-за возможных потерь вещества.

## 2. Аппаратура, реактивы

Образцы германийорганических соединений и стандартов - металлического германия полупроводниковой чистоты (Тесла Рожнов, ЧССР) -

в описанной упаковке облучались в двух алюминиевых пенах в канале ядерного реактора потоком тепловых нейтронов  $1,2 \cdot 10^{13}$  н/см<sup>2</sup>сек. В качестве мониторов потока тепловых нейтронов использовались кусочки тонкой золотой фольги.

Измерения наведенной активности производились с помощью сцинтилляционного гамма-спектрометра, основными частями которого являлись детектор - кристалл  $NaI/Tl$  40x40 мм с фотоумножителем  $RCA - 6342A$  и 128-канальный анализатор импульсов АИ-128, снабженный цифропечатающим устройством. Детектор с фотоумножителем находился в защитном свинцовом домике внешними размерами 25x30x35 см и толщиной стенок 5 см, облицованном с внутренней стороны листовым кадмием (1 мм) и медью (0,2 мм).

Калибровка прибора производилась с помощью спектрометрических стандартов  $^{241}Am$ ,  $^{144}Ce$ ,  $^{133}Ba$ ,  $^{22}Na$ ,  $^{137}Cs$  и  $^{60}Co$ . Разрешающая способность прибора по линии 662 кэВ  $^{137}Cs$  составила  $\approx 12\%$ .

Очистка упаковки производилась последовательной промывкой ацетоном, теплым раствором азотной кислоты (1 : 1), дистиллированной водой и ацетоном.

Для облучения использовались навески германийорганических соединений 3,0 - 7,8 мг, содержащие от 0,5 до 3,0 мг германия и навески металлического германия в виде тонких пластинок (0,3 мм) весом 0,5 - 3,0 мг. Пластинки очищались легким поверхностным травлением раствором щелочи, содержащим перекись водорода и последующей промывкой водой, раствором азотной кислоты (1 : 1), водой и ацетоном.

### 3. Методика эксперимента

Облучение образцов, стандартов, мониторов и пустых упаковок производилось в течение 60 минут.

Активность образцов германийорганических соединений измерялась без извлечения их из упаковки, активность стандартов - в упаковке и без нее. Постоянство геометрии кристалл-образец строго соблюдалось. Временной интервал измерений образцов, стандартов и пустых упаковок - 40 мин, время набора информации от одного образца - 1 минута. Измерения проводились многократно, в течение нескольких дней.

Определение содержания германия производилось методом калибровочного графика по площади фотопиков 195, 210, 215, 265 кэв радиоизотопа  $^{77}\text{Ge}$ , которые кристаллом при данном уровне наведенной активности не разрешались и в спектрах проявлялись как суммарный фотопик. Построение графика не обязательно. Определение с использованием облучения одного стандарта, путем сравнения площади его фотопика с площадями фотопиков образцов, также возможно.

Площадь выражалась суммой импульсов, набранных за время измерения в каналах анализатора, соответствующих энергетическому участку спектра 170–300 кэв.

За фоновую активность принималось среднее значение активности пустых упаковок на том же участке спектра в момент измерения образца, найденное по кривой распада этого участка спектра.

После вычета фона значения величин активностей приводились к одинаковому времени измерения с использованием уравнения радиоактивного распада и табличного значения  $T_{1/2}^{77}\text{Ge} = 11,3$  часа.

На рис. 2 представлена энергетическая область 50–550 кэв типичных гамма-спектров пустой упаковки (нижняя кривая) и образца германийорганического соединения в упаковке (верхняя кривая), снятых через 16 часов после конца облучения при времени набора 1 мин. Спектры стандартов германия и образцов германийорганических соединений по форме идентичны.

На рис. 3 приведены калибровочные графики, построенные для шести различных времен после конца облучения (13; 15; 16,5; 23; 27 и 43 час), представляющие собой семейство прямых с уменьшающимся углом наклона, проходящих через начало координат.

Результаты определения германия в германийорганических соединениях представлены в табл. 2. Квадратичная ошибка единичного определения не превышает 0,84. Обработка результатов методом математической статистики проводилась для  $n = 6$  (5) и  $(1 - \alpha) = 0,95$ . Исключение грубых ошибок производилось согласно критерию Дина и Диксона<sup>/11/</sup>.



## Обсуждение результатов

Использованный для определения германия изотоп  $^{77}\text{Ge}$ , возникающий по реакции  $^{76}\text{Ge}(n, \gamma)^{77}\text{Ge}$ , образуется также в результате интерферирующих реакций  $^{80}\text{Se}(n, a)^{77}\text{Ge}$  и  $^{235}\text{U}(n, f)^{77}\text{Ge}$ . Вклад этих реакций по сравнению с основной реакцией пренебрежимо мал из-за низкого содержания  $\text{Se}$  и  $\text{U}$  в облучаемых объектах, невысоких значений сечения реакции  $(n, a)$  и величины потока быстрых нейтронов с энергией, превышающей порог этой реакции.  $^{77}\text{Ge}$  как продукт деления  $^{235}\text{U}$  (0,7% в естественной смеси) тепловыми нейтронами, образуется с кумулятивным выходом всего лишь  $3 \cdot 10^{-3}\%$  /12/. Определение урана во фторопласте-4 проводилось методом счета осколков деления с помощью стеклянных и пластиковых диэлектрических детекторов и привело к значению  $10^{-8}$  г/г для поверхностного слоя. В объеме фторопласта-4 содержание урана будет, по всей вероятности, еще более низким.

Выбор фторопласта-4 для изготовления контейнеров был основан на том, что используемые в настоящее время материалы для изготовления контейнеров, такие, как кварц и алюминий, удовлетворительные с точки зрения прочностных свойств, имеют активирующуюся основу и содержат значительные количества микропримесей /13,14/, которые образуют при облучении радиоизотопы, мешающие своим гамма-излучением количественному определению искомого элемента.

Основа фторопласта-4, если не считать короткоживущий изотоп  $^{20}\text{F}$  ( $T_{1/2} = 11,4$  сек), практически не активируется. Материал является для тепловых нейтронов практически прозрачным. Элементный состав делает из него более эффективный замедлитель нейтронов, чем кварц и алюминий. Контейнер из фторопласта-4 должен улучшать отношение потоков тепловых и надтепловых нейтронов в месте облучения образца и тем самым уменьшать интерференции за счет реакций быстрых нейтронов. Катализатором полимеризации при получении этого материала служат органические перекиси, не содержащие активирующихся компонентов. Этот факт выгодно отличает его от многих полимерных материалов, полученных с использованием катализаторов, содержащих металл /15,16/.

Физические свойства фторопласта-4 постоянны при температуре от  $-80$  до  $+200^{\circ}\text{C}$ . Размягчение наступает при  $\approx 200^{\circ}\text{C}$ . Более низкое значение плотности, чем у алюминия и кварца, является причиной меньшего поглощения гамма-излучения изотопа, по которому производится определение. Значение предела прочности фторопласта на разрыв и практическое постоянство его при различных температурах позволяют изготавливать из этого материала емкости, которые можно использовать в условиях повышенных температур и давления.

Фторопласт является одним из наиболее газонепроницаемых полимерных материалов; он часто применяется в качестве уплотнителя в различных вакуумных системах.

Его химическая стойкость превышает химическую стойкость кварца и благородных металлов. В отличие от других полимерных материалов фторопласт-4 не набухает, в нем можно хранить самые эффективные органические растворители и самые агрессивные жидкости.

Недостатком фторопласта является его низкая радиационная устойчивость. При поглощении больших доз происходит его полная деструкция. Связанное с деструкцией понижение содержания фтора, однако, наблюдалось лишь после поглощения материалом интегральных доз  $1,2 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup> и  $5,3 \cdot 10^8$  р/17/. Поэтому использование контейнеров из фторопласта-4 для кратковременных облучений является вполне возможным. В некоторых случаях этим способом можно достигнуть таких же результатов при анализах летучих соединений и элементов в водных растворах, органических и биологических объектах, как и с помощью применяющейся для этих целей техники глубокого замораживания образцов/18/. В настоящее время фторопласт-4 является предметом нашего более детального исследования.

В результате многократных измерений активности 5 упаковок в интервале времени 12-48 часов после конца облучения было найдено, что их гамма-спектры имеют идентичную форму и обнаруживают 4 пика, расположенные в энергетической области 100-110 кэв, 130-140 кэв, 500-510 кэв и 1350-1370 кэв, распадающиеся с кажущимися периодами полураспада  $23 \pm 2$ ,  $17 \pm 0,5$ ,  $15,3 \pm 0,3$  и  $15 \pm 2$  часа соответственно.

Область спектров упаковок 170–300 кэв, в которой проявляется активность германия, представляет собой плато без выразительных фотопиков. Кривые распада этой области спектров, снятые в том же интервале времени после конца облучения, обнаруживают кажущийся период полураспада  $12 \pm 1$  час.

Отклонения величин активности в области 170–300 кэв гамма-спектров отдельных упаковок находились в пределах  $\pm 5\%$  от среднего значения, что свидетельствует об относительно равномерном распределении микропримесей в материале упаковки. Активность образцов и стандартов германия в зависимости от навески превышала активность упаковки в 2–10 раз в течение всего исследованного интервала времени после конца облучения. Для данного уровня наведенной активности условие 1%-ной относительной ошибки измерения за счет статистического характера радиоактивного распада соблюдалось и для наименьшего использованного количества германия уже при времени набора 1 мин. Влияние других активностей ко времени начала измерения  $^{77}\text{Ge}$  незначительно:  $^{75}\text{Ge}$  практически полностью распался до стабильного  $^{75}\text{As}$ , а гамма-активность дочернего  $^{77}\text{As}$  ( $T_{1/2} = 38,7$  час) даже в конце исследованного интервала времени после конца облучения ниже активности  $^{77}\text{Ge}$  почти на 2 порядка, так как по схеме распада  $^{77}\text{As}$  97%  $\beta^-$ -распадов идет непосредственно на основной уровень стабильного  $^{77}\text{Se}$  и только 2,5%  $\beta^-$ -распадов сопровождается эмиссией гамма-квантов энергии 240 кэв. Активность  $^{77}\text{As}$ , генетически связанного с изотопом  $^{77}\text{Ge}$ , является также мерой содержания германия в веществе и в определении по данной относительной методике вносит лишь незначительную ошибку, так как временной интервал измерения серии стандартов и образцов (40 мин) значительно меньше периода полураспада  $^{77}\text{As}$ .

График зависимости активности в фотопике  $^{77}\text{Ge}$  от количества германия для германийорганических соединений и металлического германия представляет собой прямую, проходящую через начало координат. Отсутствие изгиба в области больших навесок указывает на отсутствие для количеств германия  $\leq 3$  мг эффекта самоэкранирования. Расположение экспериментальных точек на одной прямой свидетельствует о незначительной величине градиента потока нейтронов в месте облучения. Наведенная

удельная активность золотых мониторов, помещенных в два алюминиевых пенала длиной 12 см, в которых производилось облучение, одинакова.

Высокое значение кадмиевого отношения в месте облучения и дополнительная термализация надтепловых нейтронов материалами упаковки позволяют пренебречь влиянием реакций на быстрых нейтронах, что подтверждается формой гамма-спектра одного из стандартов, снятого с помощью полупроводникового *Ge/Li* детектора с чувствительным объемом 10 см<sup>3</sup> и разрешающей способностью 4 кэв (рис. 4). Через 36 часов после конца облучения гамма-спектр стандарта является чистым спектром радионуклида <sup>77</sup>Ge и дочернего <sup>77</sup>As, других заметных линий в спектре обнаружено не было.

Найденное значение периода полураспада <sup>77</sup>Ge (12,5 ± 1 час) по отношению к табличному значению несколько завышено, что свидетельствует о некотором влиянии на его величину дочернего <sup>77</sup>As, фотопик которого расположен в области суммарного фотопика <sup>77</sup>Ge.

Найденная чувствительность определения германия по данной методике при условии 3-кратного превышения суммой импульсов в фотопике <sup>77</sup>Ge квадратичной ошибки измерения фона на том же участке спектра за одинаковое время измерения равна 10 мкг.

Повышения чувствительности определения при данном потоке тепловых нейтронов можно достичь увеличением времени облучения и сокращением времени охлаждения объектов, а также использованием для регистрации гамма-излучения кристаллов с более высокой эффективностью.

При более продолжительном облучении, однако, можно ожидать снижения точности определения из-за более сильной активации упаковки и заключенного в ее объеме воздуха (<sup>41</sup>Ar). В этом случае желательно использовать для регистрации гамма-излучения *Ge/Li* детекторы высокого разрешения, применение которых вместе с оптимальной комбинацией времен облучения, охлаждения и измерения образцов могло бы позволить одновременное с германием определение галоидов (за исключением фтора), а также некоторых других гетероэлементов. К настоящему времени из-

вестно несколько десятков элементов, которые входят в состав германий-органического соединения в качестве второго гетероатома. Известны соединения, содержащие три гетероэлемента<sup>/19/</sup>.

Более простым и рациональным путем является сокращение времени охлаждения объектов, что дает возможность производить определение по активности практически одного радионуклида  $^{75}\text{Ge}$ , образующегося при кратковременных облучениях со значительно более высоким выходом, чем изотоп  $^{77}\text{Ge}$ , либо по суммарной активности изотопов  $^{75}\text{Ge}$  и  $^{77}\text{Ge}$ .

### В ы в о д ы

Исследована возможность инструментального определения германия в германийорганических соединениях состава  $\text{C}, \text{H}, \text{O}, \text{Ge}$  активацией тепловыми нейтронами реактора. В качестве материала для контейнера был использован фторопласт-4. Определение производилось по изотопу  $^{77}\text{Ge}$  ( $T_{1/2} = 11,3$  час). Чувствительность определения - 10 мкг германия при условии 3-кратного превышения суммой импульсов в фотопике квадратичной ошибки измерения фона на том же участке спектра за одинаковое время измерения. Квадратичная ошибка единичного определения не превышает 0,64.

Авторы выражают признательность доктору химических наук Н.П. Руденко (НИИЯФ МГУ) за содействие в работе и доктору химических наук Ю.И. Баукову (МГУ) за любезно предоставленные вещества.

### Л и т е р а т у р а

1. А.П. Крешков, В.А. Кучкарев. Заводская лаборатория, **32**, 558 (1966).
2. Х. Оикава, Т. Окуда. J. Chem. Soc. Japan, Industr. Chem. Sec., **64**, 34-37A (1961). Р.Ж. Хим., 24Д 42 (1961).
3. И. Дуда, И.В. Дудова. ОИЯИ, 12-6221, Дубна, 1972.
4. Activation Analysis: A bibliography. NBS Technical Note 467. US Department of Commerce, NBS, 1968. Addendum I to NBS TN 467 /Dec. 1969/. NBS TN 428, 458, 508, 519, 524, 548 /Nov. 1967-Dec. 1970/.
5. Jaderně-chemické tabulky. SNTL Praha, 1964.

6. J. Marinsky. The Radiochemistry of Germanium. Nucl. Science Series US AEC, NAS-NS 3043, 1961.
7. Н.П. Руденко, Л.В. Ковтун. Радиоактивные изотопы германия. Атомиздат, Москва, 1964.
8. C.M. Lederer, J.M. Hollander, I. Perlman. Table of Isotopes, Sixth Ed. John Willey and Sons, Inc., New York, London, Sydney, 1967.
9. F. Adams, R. Dams. J. Radioanal Chem., 3, 99 (1969).
10. Детали машин, расчет и конструирование. Справочник, т. 1. Изд-во "Машиностроение", Москва, 1968.
11. K.Eckschlager. Chyby chemických rozborů. SNTL Praha, 1961.
12. Н.Г. Гусев. Защита от гамма-излучения продуктов деления. Атомиздат, Москва, 1968.
13. J.F. Shedlovsky, W.E. Mott. Inter.J.Appl.Radiation Isotopes, 13, 97 (1962).
14. A. Sutherland. Inter.J.Appl.Radiation Isotopes, 20, 604 (1969).
15. H. Sorantin, P. Patek. Z.anal.Chem., 211, 19 (1965).
16. W.W. Meinke. In "Chemistry Research and Chemical Techniques based on Research Reactors", p.17. IAEA Vienna, 1963.
17. B. van Zanten, D. Decat, G. Leliaert. Inter.J.Appl.Radiation Isotopes, 14, 105 (1963).
18. D. Brune. In "Modern Trends in Activation Analysis", v. I, p. 203. NBS Spec. Publ. 312, 1970.
19. В.Ф. Миронов, Т.К. Гар. Органические соединения германия. Изд-во "Наука", Москва, 1967.

Рукопись поступила в издательский отдел  
7 января 1972 года.

Таблица I

I	2	3	4	5	6	7	
Стаб. изотоп	Распр. стгр. $\phi$ (%)	Сечение активации $\sigma_{акт.}$ мб	Продукт реакции (n, $\gamma$ )	Т и П распада и $T_{1/2}$	Энергия и интенсивность $\gamma$ -излучения, кэВ - %	$A_s \lambda$ , мкюри/мг. мин облучения	$A_s$ , мкюри/мг (при облучении до насыщения)
70	20,52	280 3200	$Ge^{71m}$ $Ge^{71}$	ИП; 0,02 сек. 33; 11,4 дн.	23; 175; 198 33 100%	$A_s$ 78,7 · 10 <sup>-5</sup>	0,129 1,8
72	27,37	1000	$Ge^{73}$	ИП; 0,53 сек.	Ge-X-лучи 54	$A_s$	0,615
74	36,70	300 200	$Ge^{75m}$ $Ge^{75}$	ИП; 48 сек. $\beta^-$ ; 82 мин.	Ge-X-лучи; 139 66(0,3) 199(1,3) 265(10)	27,6 · 10 <sup>-3</sup> 1,45 · 10 <sup>-3</sup>	32,8 · 10 <sup>-3</sup> 0,172
76	7,67	100 100	$Ge^{77m}$ $Ge^{77}$	ИП; 53 сек. $\beta^-$ ; 11,3 час.	159(14) 215(1,8) 210 (34) 215 (29) 265 (59) 417 (27) 561 (19) и др.	10,8 · 10 <sup>-3</sup> 13,15 · 10 <sup>-6</sup>	14,0 · 10 <sup>-3</sup> 15,0 · 10 <sup>-3</sup>

Таблица 2

№ пп	Вещество	Навеска, мг	n	$\bar{x}$	$S_x$	$\bar{S}_x$	$ \mu - \bar{x} $	$\bar{x} \pm t \cdot \bar{S}_x$	% вычисл.
1.	$(C_6H_5)_3GeCH=CHOC_2H_5$	5,534	6	19,18	0,14	0,06	0,04	$19,19 \pm 0,15$	19,22
		7,886	6	19,25	0,26	0,11	0,03	$19,25 \pm 0,28$	
		5,163	6	19,37	0,36	0,15	0,15	$19,37 \pm 0,38$	
2.	$(C_2H_5)_3GeOC(CH_3)=CH_2$	3,067	5	33,97	0,53	0,34	0,49	$33,97 \pm 0,67$	33,48
		4,492	6	33,32	0,29	0,12	0,16	$33,32 \pm 0,31$	
		3,523	5	34,46	0,27	0,12	0,98	$34,46 \pm 0,33$	
3.	$(CH_3)_2CCH_2COCH_3$ $Ge(CH_3)_3$	4,591	6	31,26	0,36	0,14	0,09	$31,26 \pm 0,36$	31,17
4.	$(CH_3)_3GeCH_2CH=$ $=CHCH_2Ge(CH_3)_3$	4,057	6	50,49	0,57	0,23	0,34	$50,49 \pm 0,59$	50,15
		3,094	5	50,10	0,64	0,29	0,05	$50,10 \pm 0,81$	

16

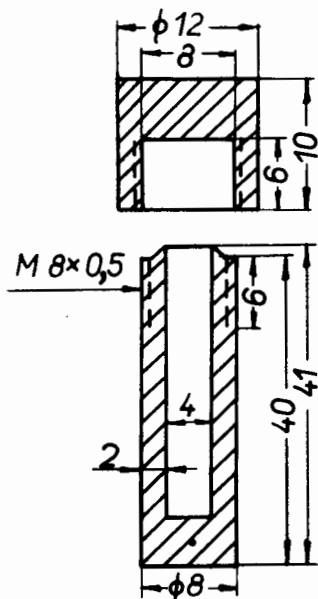


Рис. 1. Контейнер для облучения.

17

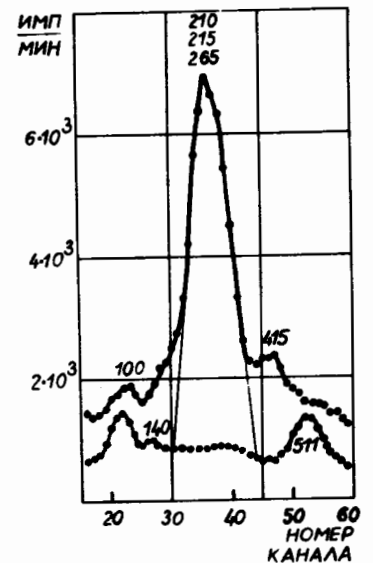


Рис. 2. Часть гамма-спектров Ge-органического соединения в упаковке (верхняя кривая) и пустой упаковки (нижняя кривая). Время охлаждения - 16 часов, кристалл NaI/Tl 40x40 мм, время измерения - 1 минута.

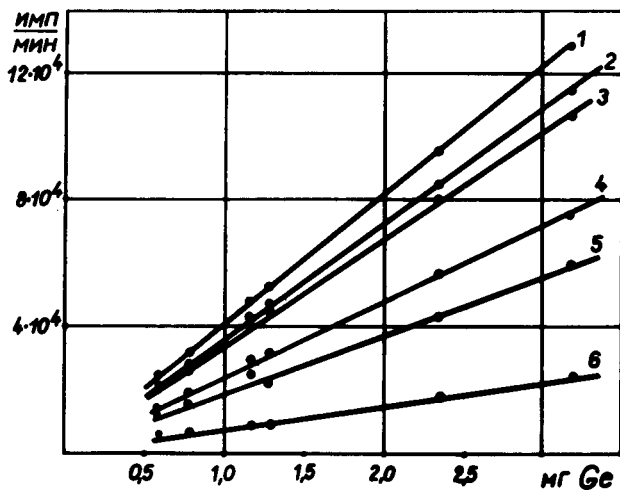


Рис. 3. Калибровочный график определения германия через 13, 15, 16,5, 23, 27, 43 час после конца облучения (прямые 1, 2, 3, 4, 5, 6).

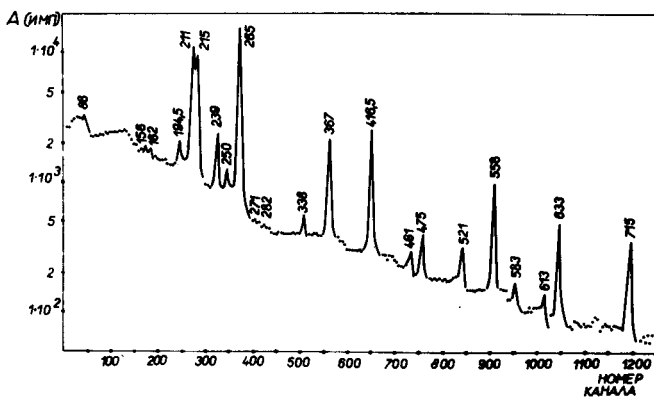


Рис. 4. Часть гамма-спектра стандарта. Время охлаждения 36 часов,  $Ge/Li$  детектор  $10\text{ см}^3$ , время измерения - 1 час.