

Ц-147

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна



P7 - 3855

Р.Цалетка, М.Р.Шалаевский

ОПЫТЫ ПО ХИМИИ
ЭЛЕМЕНТА 104 - КУРЧАТОВИЯ.

IV Химические и радиометрические методы анализа

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

1968

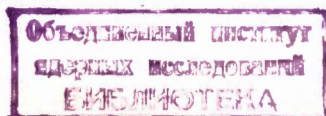
P7 - 3855

Р.Цалетка, М.Р.Шалаевский

ОПЫТЫ ПО ХИМИИ

ЭЛЕМЕНТА 104 - КУРЧАТОВИЯ.

IV Химические и радиометрические методы анализа



4438/3 нр

Цалетка Р., Шалаевский М.Р.,

P7-3855

Опыты по химии элемента 104-курчатовия., IV .. Химические и радиометрические методы анализа

В статье описываются методы радиометрического анализа, используемые в опытах по разработке быстрого и непрерывного метода разделения короткоживущих продуктов ядерных реакций. Изложен способ десорбции активности с аппаратуры (применявшейся для сравнения летучести хлоридов элемента 104, гафния, редкоземельных элементов и трансплутониевых элементов), способы химического выделения и радиометрической идентификации изотопов плутония, трансплутониевых элементов, $^{168,170,171}\text{Pu}$, $^{44,44\text{m}}\text{Sc}$ и ^{24}Na .

Препринт Объединенного института ядерных исследований.
Дубна, 1968.

Caletka R., Shalayevsky M.R.

P7-3855

Experiments on the Chemistry of the Element
104-Kurchatovium. IV. Chemical and Radiometric Methods
of Analysis

The methods of the radiometric analysis, used in the experiments on the development of the fast and continuous method of separation of short-lived products of nuclear reaction, are being described. The way of desorption of the activity from the equipment (which was used to compare the volatility of the element 104 chlorides, hafnium, rare-earth and transplutonium elements) and the ways of chemical separation and radiometric identification of the plutonium isotopes, transplutonium elements, $^{168,170,171}\text{Pu}$, $^{44,44\text{m}}\text{Sc}$ and ^{24}Na , have been presented.

Preprint. Joint Institute for Nuclear Research.
Dubna, 1968

В предыдущих статьях этой серии /1-3/ сообщалось о разработке метода экспрессного адсорбционного разделения хлористых соединений атомов - продуктов ядерных реакций, находящихся в газовой фазе, и об использовании этого метода для изучения химических свойств элемента 104 - курчатовия. Была описана аппаратура, предназначавшаяся для проведения опытов на ускорителе тяжелых ионов. Опыт состоял в хлорировании заторможенных в газе атомов отдачи с помощью газообразного хлорирующего агента и последующем адсорбционном отделении трансплутониевых элементов, возникающих одновременно с элементом 104.

Эта очистка осуществлялась пропусканием потока газа, содержащего разделяемые элементы, через специальные фильтры. Хлористые соединения трансплутониевых элементов (Am , Cm , Cf , Fm , 102, 103) осаждались на поверхности трубок и фильтров, в то время как 104 (Cl₄) транспортировался газом к детекторам спонтанного деления, которые представляли собой пластинки слюды. Как было показано ранее, особое значение имеет тщательное сравнение поведения 104-го элемента с гафнием, с одной стороны, и трехвалентными трансплутониевыми элементами - с другой. Осколки спонтанного деления элемента 104 регистрировались в процессе опыта на слюдяных детекторах. Поведение же других элементов прослеживалось по их долгоживущим изотопам. После длительного эксперимента аппаратура разбиралась, активность смывалась с отдельных частей и радиохимически анализировалась на содержание различных изотопов.

В настоящей работе описываются методики десорбции, радиохимических анализов и спектрометрических измерений, позволившие надежно идентифицировать изотопы Am , Cm , Cf , Fm , Nf , Sc и Na и сводить баланс их активности.

1.0. Десорбция активности с аппаратуры и подготовка растворов к химическому выделению

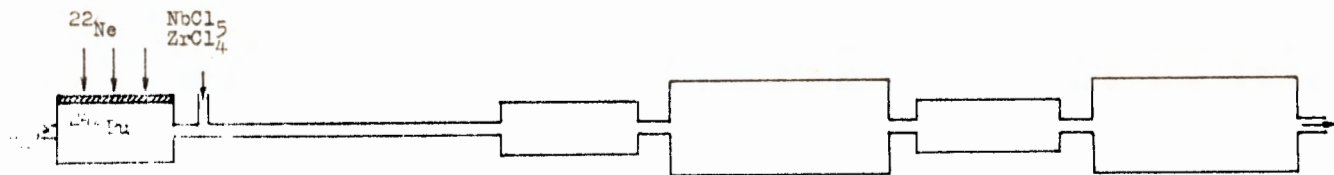
После окончания облучения проводился количественный смыв активности со всех частей газового тракта аппаратуры. Для смыва подводящей трубки (/1-3/, см. рис.1) из нержавеющей стали использовалась концентрированная азотная кислота и дистиллированная вода. Какого-либо заметного разрушения поверхности трубки в процессе обработки кислотой не наблюдалось.

Стеклоянные и тефлоновые вставные трубки обмывались азотной кислотой (1:5) с добавкой 2% плавиковой кислоты при нагревании. Присутствие плавиковой кислоты необходимо для растворения налета из соединений ниобия и циркония. Время контакта смывного раствора со стеклянной поверхностью сокращалось до необходимого минимума (1-2 минуты) для того, чтобы предотвратить загрязнение растворов кремниевой кислотой. Затем обмываемые трубки споласкивались водой и азотной кислотой (1:5), насыщенной борной кислотой, для перевода в раствор элементов, образующих нерастворимые фториды. Такая обработка имеет значительные преимущества по сравнению, например, с использованием для смыва концентрированной азотной кислоты, которая удаляет активность со стеклянной или тефлоновой поверхности весьма медленно и неполностью.

Аналогичным образом обмывались тефлоновые и стеклоянные насадки, используемые в качестве инертных фильтров, и слюдяные детекторы после обсчета их альфа-активности на ионизационной камере. Для лучшего смыва механических частиц, случайно попавших на детекторы в результате коррозии газового тракта, слюда, погруженная в раствор, осторожно протиралась ватным тампоном.

Как правило, в растворы добавлялись необходимые носители и индикаторные изотопы. В тех случаях, когда для смывов использовались растворы, содержащие плавиковую кислоту, носители редкоземельных элементов добавлялись в растворы борной кислоты. Количество недесорбированной активности проверялось радиометрически по гамма-активности и составляло не больше 5-7% общего количества активности.

Химические фильтры (NaCl или KCl в количестве до 100г) и конденсат (NbCl_5 , ZrCl_4 или их смесь в количестве до 10г) раст-



пространство за мишенью	подводящая трубка /стекло,тефлон/	инертный фильтр /стекло, тефлон/	слояные детекторы	химический фильтр	конденсат
приблизительный состав и объём растворов перед химической обработкой +					
конц. HNO ₃ 1мг La, 10мг Ce 20мг Zr, ¹⁵⁵ Eu	3N-HNO ₃ , 0,5N-HF, H ₃ BO ₃ , следы Zr(Nb) ⁺⁺⁺ 1мг La, 10мг Ce, 20мг Zr, ¹⁵⁵ Eu, ⁹⁵ Zr			60г NaCl (до 2г ZrCl ₄) 1мг La 20мг Ce ¹⁵⁵ Eu, (⁹⁵ Zr)	до 10г ZrCl ₄ , NbCl ₅ 1мг La 20мг Ce ¹⁵⁵ Eu, (⁹⁵ Zr) ⁺⁺ /часть конденсата/
100мл	100мл	100мл	100мл	до 500мл	до 200мл

- + не показаны изотопы, образовавшиеся в ядерных реакциях
- ++ осаждение фторидов проводилось без предварительного осаждения гидроксидов
- +++ разложившийся ZrCl₄(NbCl₅)

Рис.1. Схема аппаратуры и приблизительный состав и объём растворов перед химической обработкой.

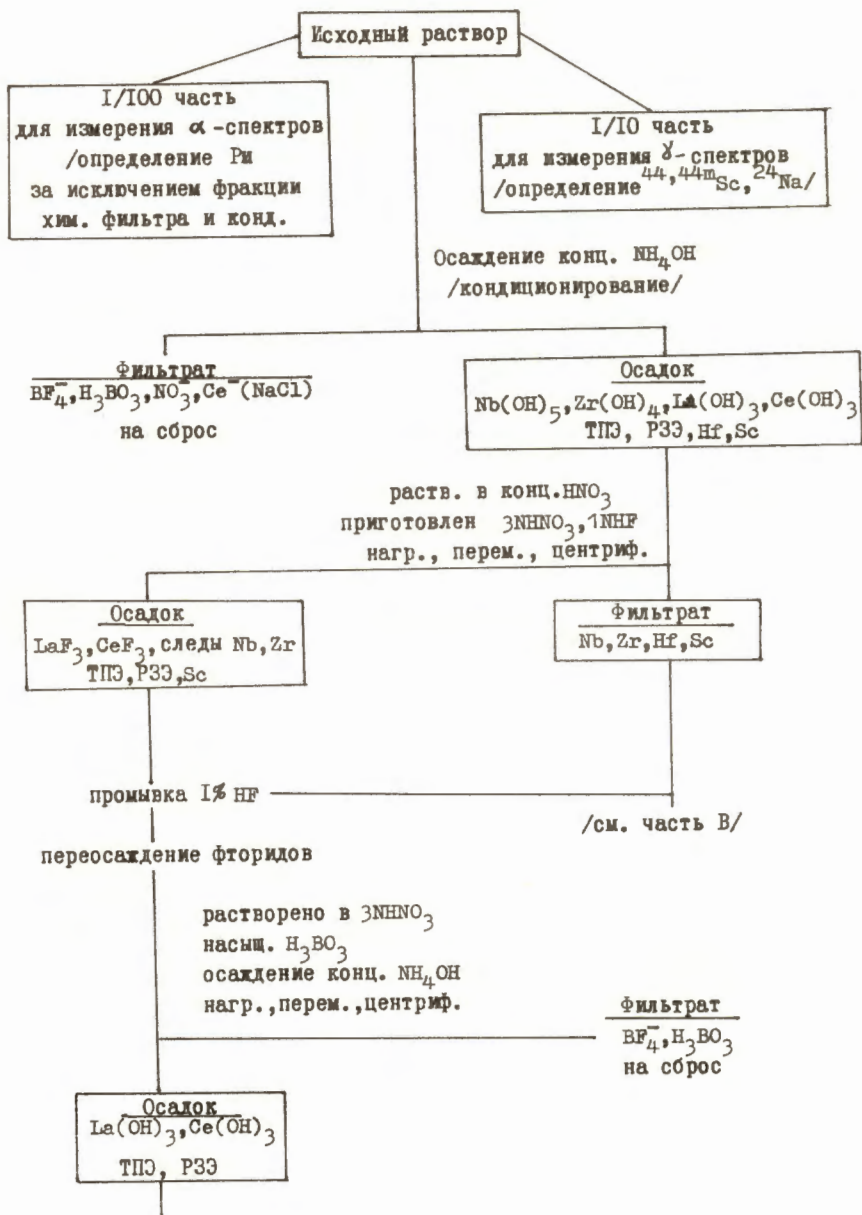
ворялись в разбавленной 1:5 соляной кислоте, в которую предварительно добавлялись необходимые носители. Растворение алюминиевых подложек проводилось в центрифужной пробирке в минимальном количестве концентрированной соляной кислоты при нагревании.

Приблизительный состав и объемы растворов перед началом химической обработки показаны на рис.1. Из-за того, что отдельные растворы весьма отличались по своей кислотности, содержанию примесей и объему, перед химическим выделением исследуемых изотопов проводилось их кондиционирование. Для этого добавлялись необходимые носители и индикаторные изотопы (если они не вносились в раствор для смылов), проводилось осаждение гидроокисей аммиаком, осадки декантировались и затем отделялись от раствора центрифугированием. Особенно тщательная промывка проводилась при обработке осадков, выпавших из растворов химических фильтров, из-за опасности образования в дальнейшем малорастворимых двойных фторидов щелочных металлов с фторидами циркония и ниобия.

2.0. Химической выделение

При кондиционировании проводилась очистка от солей, неосаждающихся аммиаком, и от кислот. Большинство других балластных элементов (прежде всего ниобий и цирконий) переходило в осадок гидроокисей. Несмотря на большую разницу в содержании балластных элементов, методики выделения, как правило, для всех фракций были одинаковыми. Во всех случаях использовались классические радиохимические методики выделения /4-6/, ниже приводится только их краткое описание. Более подробно изложены некоторые специфические приоблемы, относящиеся к данной теме. На рис.2 приводятся схемы последовательностей отдельных операций в опытах по химической идентификации элемента 104. Аналогичным образом проводились химические выделения и в модельных опытах /1/.

Для идентификации и измерения отдельных изотопов использовались гамма- и альфа-спектрометры (см. ниже), что упрощало проведение радиохимических анализов перед самим измерением, так как не нужно было добиваться высокой радиохимической чистоты препаратов. В некоторых случаях можно было вообще обходиться без предварительного радиохимического выделения отдельных изотопов.



(см.рис.2Б)

Рис.2А. Схема радиохимических методов анализа. Разделение РЗЭ и Zr(Nb).

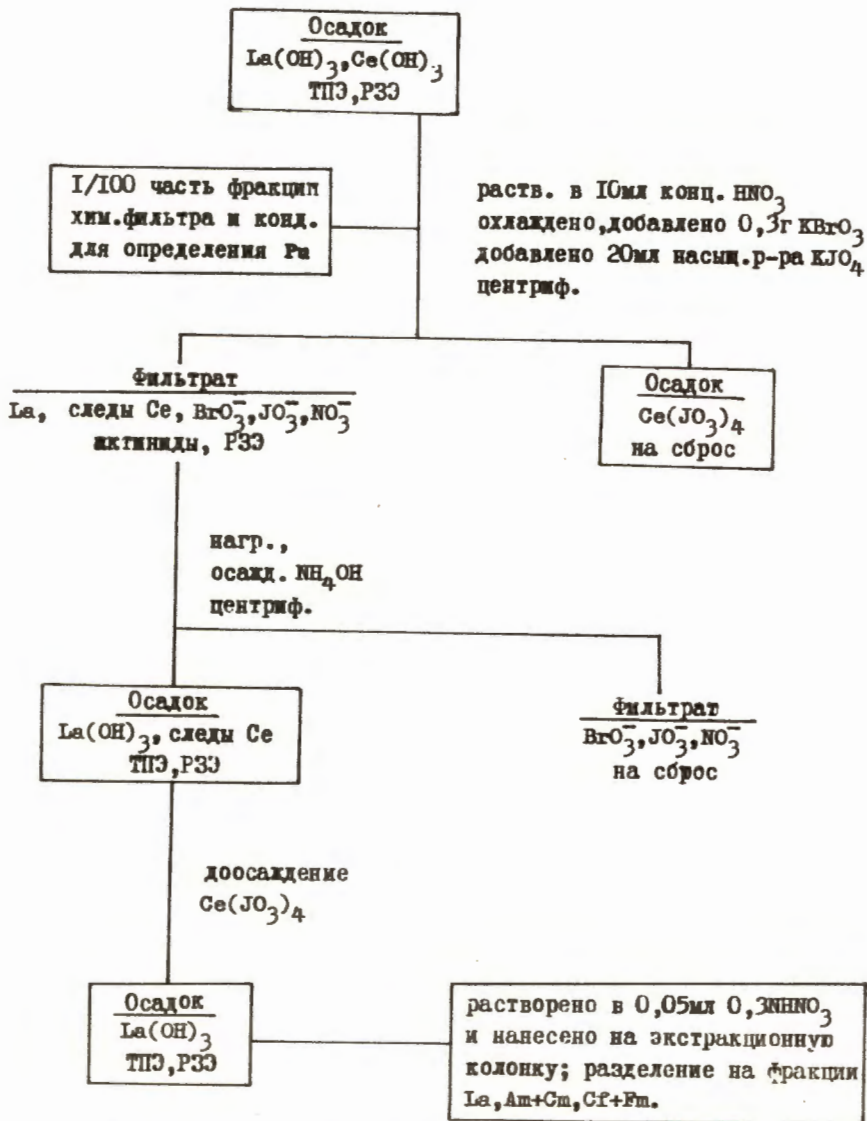


Рис.2Б. Схема радиохимических методов анализа. Очистка и разделение РЗЭ (ТПЭ).

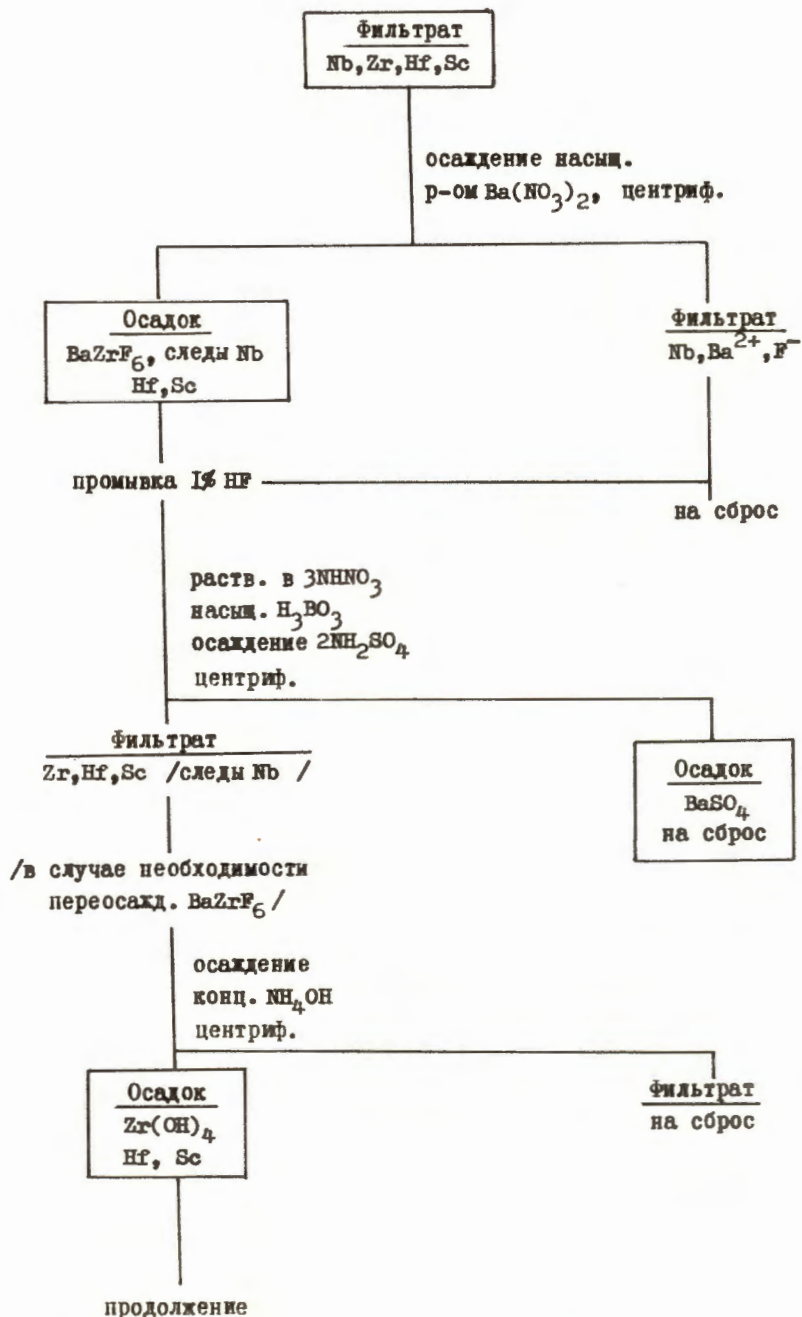


Рис.2В.Схема радиохимических методов анализа. Очистка Zr(Hf).

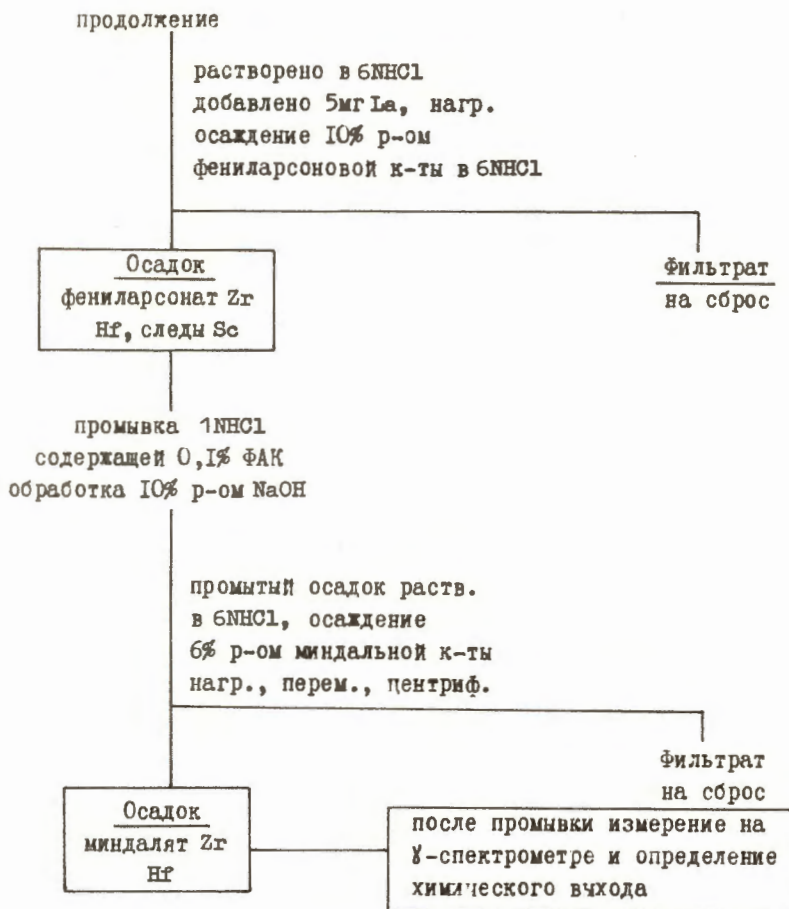


Рис.2В (продолжение).

2.1. Выделение и разделение редкоземельных (РЗЭ) и трансплутониевых (ТПЭ) элементов

Первой стадией при химической обработке явилось выделение РЗЭ и ТПЭ. Для этого осажденные из смывных растворов и промытые осадки гидроокисей растворялись в концентрированной азотной кислоте и добавлением плавиковой кислоты и воды раствор доводился до $2-3N HNO_3$ и $1N HF$. Отделенные от фильтрата нерастворимые фториды после 10-минутной выдержки промывались 1% раствором плавиковой кислоты, водой и затем растворялись в $3N HNO_3$ в присутствии борной кислоты. После предварительного осаждения гидроокисей проводилось переосаждение фторидов. Это требовалось особенно в тех случаях, когда первоначально присутствовали большие количества ниобия и циркония. Из объединенных фторидных фильтратов изолировались элементы, образующие растворимые фториды (гафний).

В качестве носителя РЗЭ и ТПЭ, образующихся в ядерных реакциях, использовался лантан, количество которого определялось дальнейшей обработкой. Когда предполагалось проводить индивидуальное разделение РЗЭ или ТПЭ на хроматографической колонке, количество носителя колебалось от 0,5 до 1 мг. В остальных случаях использовалось 10-20 мг лантана. При выделении сотен микрограммов лантана (особенно в присутствии макроколичеств циркония или ниобия) в качестве вспомогательного носителя использовался церий в количестве 10-20 мг.

После очистки фторидов проводилось отделение церия окислением $KBrO_3$ и осаждением нерастворимого $Ce(JO_3)_4$ насыщенным раствором KJO_3 в кислой среде.

Для разделения суммы РЗЭ или ТПЭ использовалась экстракционная хроматография в системе ди-2-этилгексилфосфорная кислота (Д2ЭГФК) - $-HNO_3$. Колонки для экстракционной хроматографии готовились следующим образом: к необходимому количеству фторопласта-3 (в виде порошка, величина зерен 3 мк) добавлялись Д2ЭГФК из расчета 1:4 (мл/г), небольшое количество бензола и смесь тщательно перемешивалась в открытом сосуде. После испарения бензола фторопласт с нанесенной Д2ЭГФК суспензировался в $0,1N HNO_3$. Для удаления воздуха суспензия центрифугировалась и затем пипеткой наносилась в хроматографическую колонку.

Размеры используемых колонок 0,3 - (4-8) см, элюирование проводилось при комнатной температуре со скоростью 0,3 - 0,4 мл/см² мин. Каждая колонка использовалась только один раз, так как не исключалась возможность их загрязнения сорбировавшимися изотопами мешающих альфа-активных элементов, образующихся в процессе облучения.

Гидроокись лантана (вместе со следовыми количествами ТПЭ), полученная осаждением раствора после отделения церия, растворялась в 0,1 N HNO₃ и раствор пипеткой наносился в колонку. Элюирование проводилось растворами азотной кислоты, концентрация которой подбиралась на основании калибровки. В качестве отметчиков служили индикаторные количества ¹⁴⁴Ce^x) и ¹⁵⁵Eu^{хх}, которые одновременно использовались для определения химического выхода. Местоположение пиков отдельных трансплутониевых элементов находится в согласии с результатами работы /7/хх).

В опытах по идентификации 104-го элемента, как правило, проводилось только разделение по фракциям, так как спектры альфа-распада отдельных ТПЭ и их периоды полураспада позволяли проводить надежную идентификацию отдельных изотопов в смеси. Раствором 0,3N HNO₃ проводилось элюирование лантана и легких ТПЭ (до кюрия), затем 3N HNO₃ десорбировались тяжелые ТПЭ (калифорний, фермий). Разделение проводилось при комнатной температуре, причем удовлетворительные результаты были получены в одной стадии. На рис.3 приводится альфа-спектр фракции Cf и Fm со следами изотопов Am и Sm. Попадание последних во фракцию тяжелых ТПЭ вполне естественно, если учесть высокие сечения их образования.

2.2. Выделение гафния (циркония)

Большинство модельных опытов, описанных в предыдущих наших работах /1,10/, проводилось с нейтронодефицитными изотопами ^{170,171}Hf, образующимися в ядерных реакциях Sm (естеств) (²²Ne, xn)^A Hf. С учетом изотопного состава естественного самария и энергетической зависи-

^x) Изотоп ¹⁴⁴Ce добавлялся к раствору после удаления весовых количеств церия.

^{хх}) Недавно в периодической литературе появились работы, в которых также описывается применение экстракционных хроматографических колонок для разделения ТПЭ /8,9/.

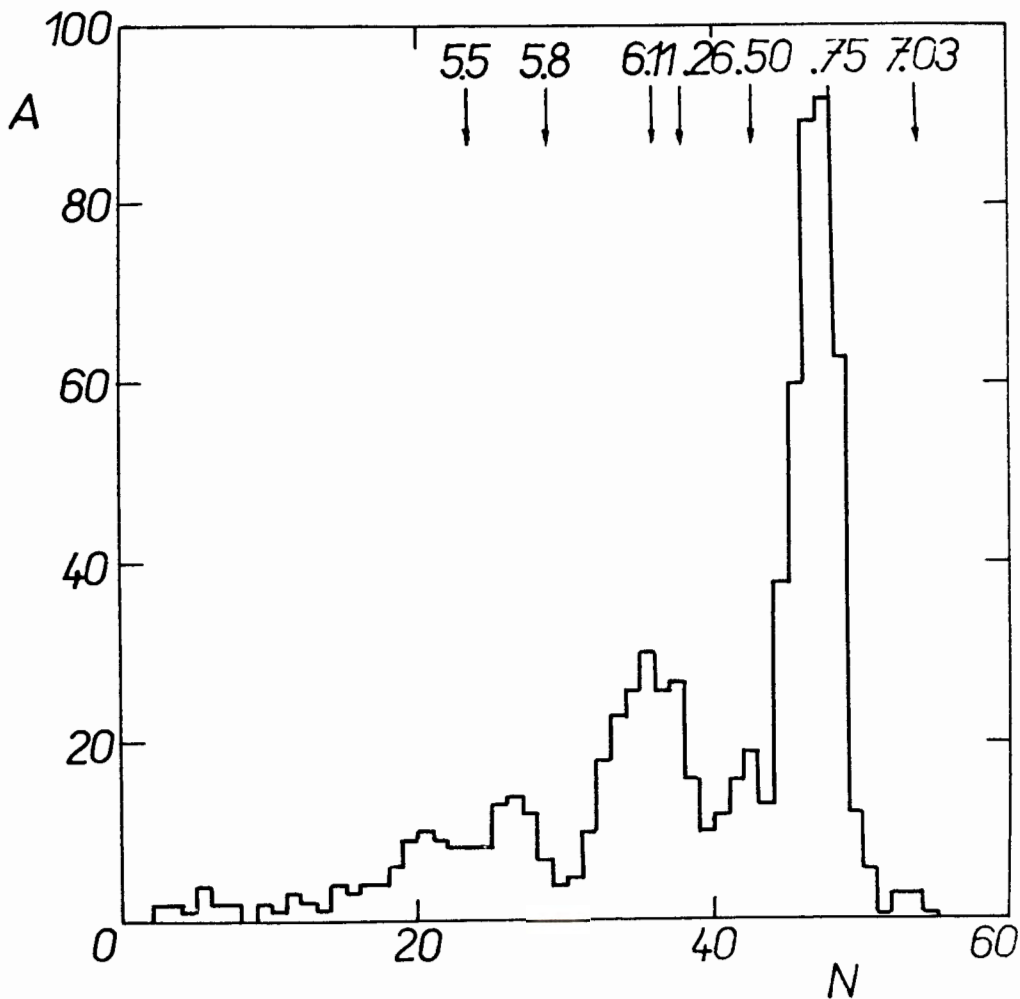


Рис.3. Альфа-спектр фракции Cf и Fm . A - относительная скорость счета. N - номер канала. Цифры на рисунке обозначают энергию в МэВ. 5,50 - ^{241}Am ; 5,80 - ^{244}Cm ; 6,11 - ^{242}Cm ; 6,26 - ^{240}Cm ; 6,75 - ^{246}Cf ; 7,03 - ^{252}Fm . Коэффициент очистки (Cf , Fm) от (Am , Cm) $> 10^2$.

Таблица I.

Зависимость относительных выходов (%) изотопов ${}^A\text{Hf}$
 в ядерных реакциях $S_{\text{м}}^{\text{естеств.}} ({}^{22}\text{Ne}, \text{xm}) {}^A\text{Hf}$.

$X \backslash A$	172	171	170	169	168
4	17,1	6,4	20,1	3,4	8,2
5	4,3	16,0	6,9	18,8	3,6
6	0,4	4,5	14,8	8,8	17,2
$T_{1/2}^A$	5 лет	11 час	12 час	≤ 8 мин.	25 мин
$T_{1/2}^A$	6,7 дн.	8,5 дня	1,9 дня	1,5 дня	7 мин.

Примечание: Расчет выходов проводился для максимумов на кривой возбуждения с вылетом данного числа нейтронов. Периоды полураспада приводятся в соответствии с работой [11].

мости выходов реакций с испусканием данного числа нейтронов были рассчитаны выходы отдельных образующихся изотопов гафния, которые в процентах от общего выхода приведены в табл.1. Большая часть приходится на долю относительно легких изотопов с коротким периодом полураспада и неидентифицированных к настоящему времени. Их выход возрастает с увеличением энергии бомбардирующей частицы. Последняя подбиралась с расчетом на максимальный выход изотопов с массой 170 и 171, обладающих наиболее выгодными с точки зрения настоящей работы свойствами: достаточно большим периодом полураспада, отсутствием мешающего влияния дочерних изотопов и характерным видом гамма-спектра (см. рис.5). Идентификация проводилась по периоду полураспада и по спектрам, полученным с помощью Ge(Li) - спектрометра. Оптимальная энергия бомбардирующей частицы 115–130 Мэв. На рис.4 и 5 приведены низкоэнергетические части гамма-спектров фракции гафния, полученной при облучении самария ионами ^{22}Ne с энергией 125 Мэв. Измерения проводились в разное время после конца облучения. Гамма-линии, наблюдаемые на рис.4, следует целиком отнести к распаду относительно короткоживущей цепочки $^{188}\text{Hf} \rightarrow ^{188}\text{Lu} \rightarrow ^{188}\text{Yb}$, как это вытекает из сравнения с данными работы /11/. После их распада основным излучателем является изотоп ^{170}Hf (см. рис.5) /11,12/.

Химическое выделение гафния проводилось, как правило, из фильтра-та после отделения LaF_3 соосаждением с BaZrF_6 (см.рис. 2В). Осадок промывался 1% раствором плавиковой кислоты и водой, затем растворялся в смеси $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{BO}_3$ и добавлением H_2SO_4 отделялся барий. Дополнительная очистка проводилась осаждением в виде фениларсоната из 6N HCl и после перевода последнего в гидроксид цирконий осаждался миндальной кислотой. В качестве антиносителя использовался лантан.

2.3. Определение и химическое поведение скандия

В качестве подложек для мишеней и фильтров (понижающих энергию ускоренных тяжелых ионов) использовались Al - фольги. В продуктах

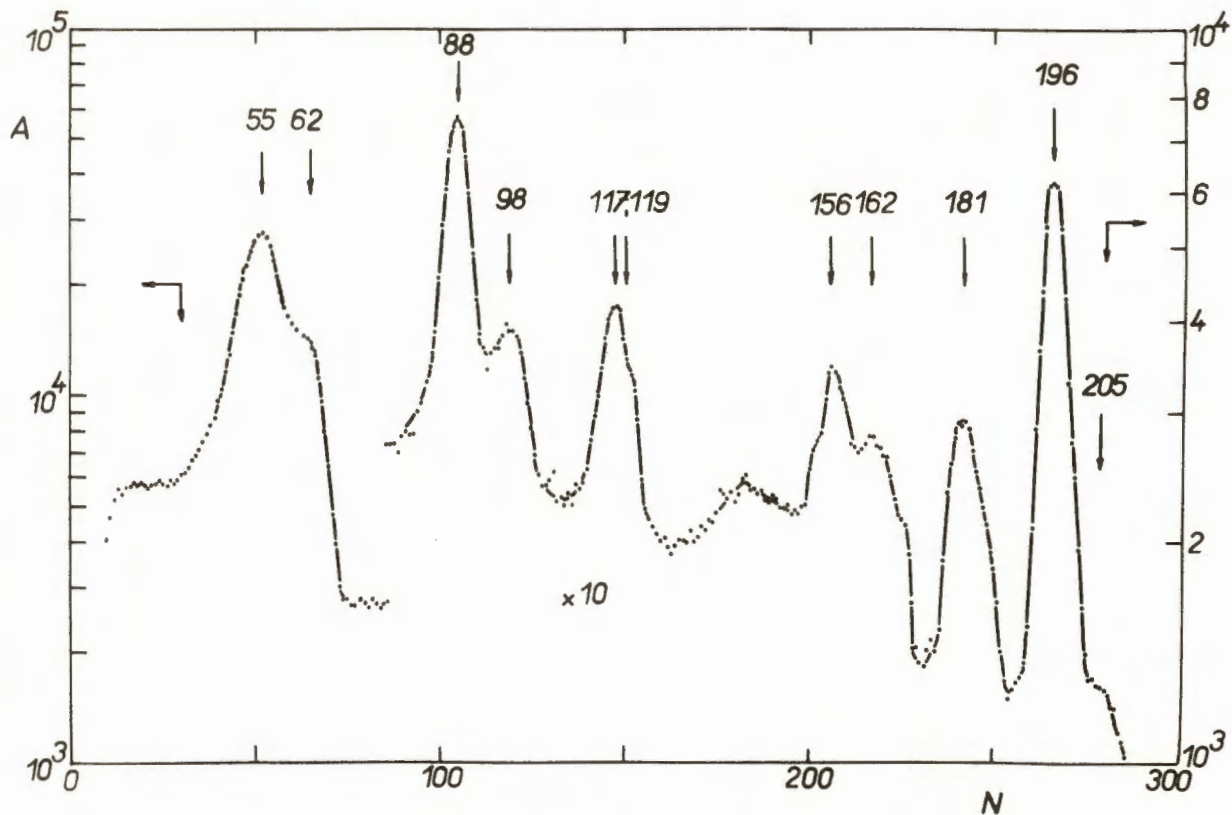


Рис.4. Гамма-спектр изотопов гафния, образующихся при облучении природного самария ионами ^{22}Ne с энергией 125 Мэв. А - скорость счета, N - номер канала. Измерение проводилось на Ge(Li) -детекторе спустя 1 час после конца облучения.

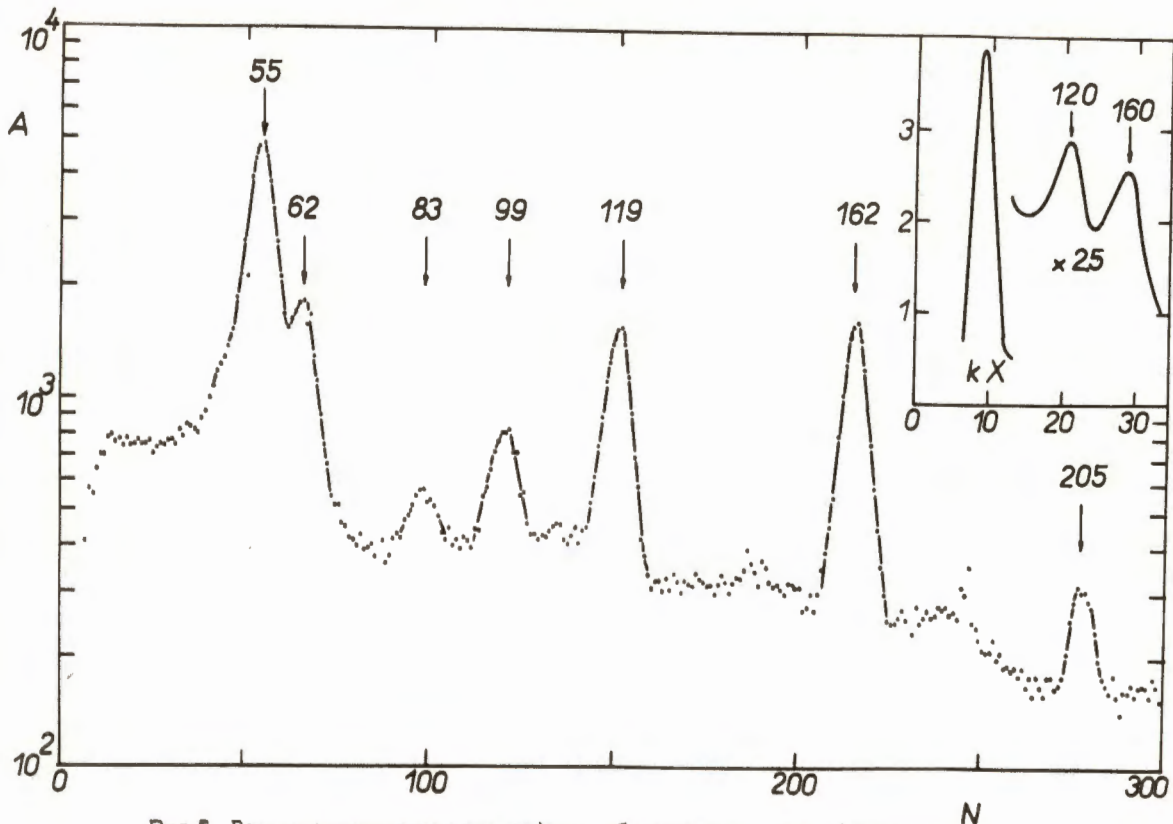


Рис.5. Гамма-спектр изотопов галлия, образующихся при облучении природного самария ионами ^{21}Ne с энергией 125 Мэв. Измерение проводилось спустя 18 часов после конца облучения. В верхнем углу показан спектр, полученный на сцинтилляционном спектрометре с кристаллом $\text{NaI}(\text{Tl})$ 40 x 40 мм.

облучения поэтому находились изотопы скандия $^{44, 44m} \text{Sc}$, образовавшиеся в результате реакций $^{27} \text{Al} (^{22} \text{Ne}, \alpha n)$ и $^{27} \text{Al} (^{22} \text{Ne}, 2p, 3 n)$. Большое сечение этих реакций /13/ и характеристический гамма-спектр $^{44, 44m} \text{Sc}$ позволяли проводить измерение на гамма-спектрометре распределения скандия вдоль газового тракта без химического анализа непосредственно в растворах смывов.

Присутствие скандия вызывало некоторые затруднения при радиохимической очистке РЗЭ и гафния. В безносительном состоянии скандий при осаждении LaF_3 из слабокислой среды преимущественно переходит в осадок, в сильноокислой среде ($\geq 5 \text{N HNO}_3$) в присутствии избытка плавиковой кислоты остается в растворе. Аналогично действует присутствие аммонийных солей. Выбор конкретных условий зависел от предстоящих задач радиохимического анализа. Для очистки лантана от скандия при осаждении фторидов более эффективно использовать цирконий в качестве антиносителя, чем изотопный носитель.

2.4. Определение натрия

При облучении алюминия ускоренными ионами $^{22} \text{Ne}$ наряду со скандием образуется также изотоп $^{24} \text{Na}$. Это обстоятельство, так же как и в случае скандия, позволяло изучать распределение этого изотопа при хлорировании и транспорте и получать дополнительные сведения о происходящих процессах.

Большой выход изотопа $^{2224} \text{Na}$, его высокая энергия гамма-лучей и 15-часовой период полураспада создавали все необходимые условия для его определения непосредственно в смывных растворах подобно скандию. На рис.6 приведена высокоэнергетичная часть гамма-спектра $^{44, 44m} \text{Sc}$ и суммы $^{44, 44m} \text{Sc} + ^{24} \text{Na}$.

2.5. Определение плутония

Как было показано в работе /2/, попадание на слюдяные детекторы 0,005 мкг плутония, т.е. $3 \cdot 10^{-6}$ доли его общего количества на мишени,

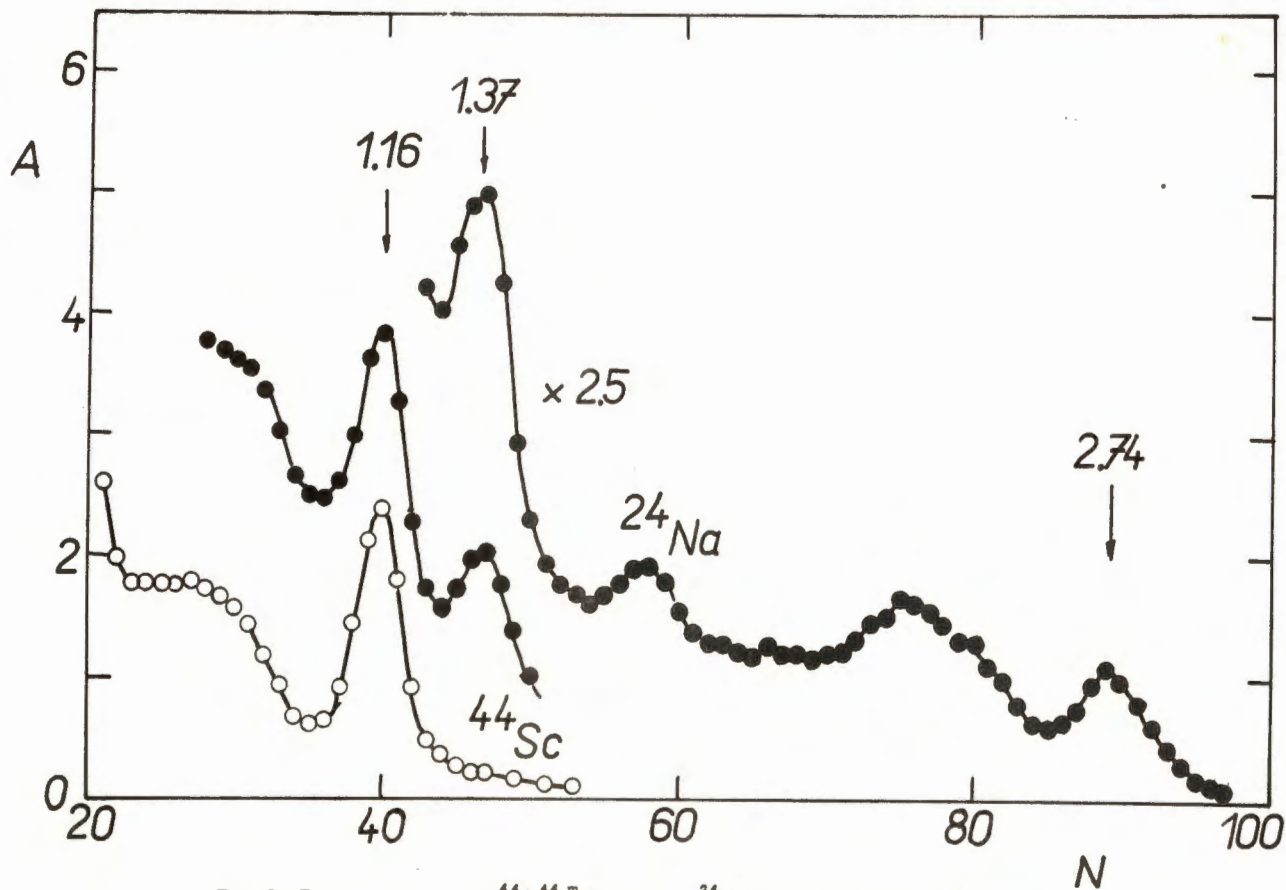


Рис.8. Гамма-спектр $^{44,44\text{m}}\text{Sc}$ и ^{24}Na . Цифры на рисунке обозначают энергию фотопиков в Мэв. \circ - $^{44,44\text{m}}\text{Sc}$, \bullet - $^{44,44\text{m}}\text{Sc} + ^{24}\text{Na}$.

приводило бы к заметному увеличению фона спонтанного деления.

Ввиду этого в каждом опыте проводилось тщательное исследование распределения по газовому тракту плутония, попадающего в газовый поток из-за частичного разрушения мишени под действием пучка ускоренных тяжелых ионов. Как следует из изотопного состава плутония мишени ^{2/}, альфа-активность вышеуказанного количества плутония равна 2.10^3 распадов/мин. Поэтому даже значительно меньшее загрязнение плутонием легко обнаруживалось с помощью измерения его альфа-активности. В виду того, что самым опасным являлось загрязнение плутонием слюдяных детекторов, в каждом опыте их альфа-активность проверялась на альфа-ионизационной камере до проведения смывов.

При малых концентрациях нелетучих соединений в смывных растворах определение плутония проводилось нанесением аликвотной части ($\approx 1/100$) данного раствора на подложку, упариванием растворителя и измерением на альфа-спектрометре. Высокая удельная альфа-активность плутония мишени позволяла определить опасные концентрации в присутствии других альфа-активных изотопов ^{x)} даже при плохом разрешении из-за относительно толстого слоя.

При больших концентрациях нелетучих соединений плутоний определялся в растворе гидроокисей РЗЭ (перед отделением церия в виде иодата) измерением альфа-активности аликвотной части (1/100) раствора. В модельных опытах было установлено, что химический выход плутония не меньше 80% при количественном выделении фторидов РЗЭ.

2.6. Определение химического выхода

Химический выход определялся взвешиванием соответствующих соединений в весовой форме. Выход невесомых количества РЗЭ и ТПЭ определялся с помощью радиоактивного индикатора ¹⁵⁵Еа. Радиоактивный индикатор ⁹⁵Zr (после предварительной очистки от ⁹⁵Nb экстракцией ТТА) использовался для определения химического выхода циркония в тех случаях, когда его весовые количества уже присутствовали в исходном растворе. Их источником являлся хлорирующий носитель ($ZrCl_4$). Опре-

^{x)} Определение плутония проводилось спустя несколько дней после конца облучения, так что основная часть других короткоживущих альфа-активных изотопов к этому времени уже распадалась.

деление химического выхода плутония, как уже отмечалось выше, проводилось на основании модельных опытов.

3.1. Измерение гамма-спектров

Для идентификации гамма-активных радиоизотопов и их количественного измерения использовался сцинтилляционный гамма-спектрометр с кристаллом NaJ(Tl) 40x40 мм и 100-канальный анализатор импульсов АИ-100. Измерения проводились в одинаковых геометрических условиях. В случаях, когда невозможно было выполнить эти условия, проводились соответствующие пересчеты на поглощение, форму источника и расстояние от детектора. Коэффициенты для пересчетов определялись опытным путем для данной энергии гамма-лучей. Количественные определения проводились графическим измерением площади под соответствующими фотопиками. По спаду интенсивности отдельных линий в гамма-спектре измерялись также периоды полураспадов. Идентификация изотопов $^{170,171}\text{Hf}$, а также некоторых нейтронодефицитных изотопов РЗЭ (см. работу /10/) проводилась на гамма-спектрометре, состоящем из полупроводникового Ge(Li) -детектора и 2048-канального анализатора импульсов x).

3.2. Измерение альфа-спектров

Измерения альфа-активных ТПЭ проводились на альфа-спектрометрических установках, соединенных с амплитудными анализаторами импульсов типа АИ-100.

Одна из установок состояла из альфа-ионизационной камеры с сеткой. Перед измерением камера откачивалась до форвакуума, промывалась аргоном и наполнялась смесью метана (3%) и аргона (97%) до давления 2 ати. Альфа-ионизационная камера оборудована шлюзом, при помощи которого производилась смена образцов без перенаполнения камеры смесью газов. Эффективность счета камеры 50% от 4π , максимальная площадь

x) Авторы выражают благодарность Я.Урбанцу, Я.Липтаку и Я.Врзалу за предоставление аппаратуры и помощь при измерениях.

альфа-активного образца 20 см^2 , разрешающая способность по энергии 35–40 кэв, фон в области энергий 6–9 Мэв 1–2 имп/час. Мэв, нестабильность коэффициента усиления установки 1% за сутки непрерывной работы.

Две другие установки состояли из камер с полупроводниковыми детекторами. Площадь чувствительного слоя детектора $2,5 \text{ см}^2$, разрешающая способность по энергии 50 кэв, эффективность регистрации 20% от 4π , фон в области энергий 6 Мэв за время измерений (≈ 2 суток) равен нулю, что особенно важно при измерении очень малых интенсивностей альфа-излучающих образцов.

На рис.3 приводится спектр фракции калифорния и фермия, полученный на альфа-спектрометре с полупроводниковым детектором.

Измерения альфа-активности слюдяных пластинок-детекторов элемента 104 проводилось на второй альфа-ионизационной камере с сеткой, основное отличие которой от вышеописанной заключается в возможности измерять образцы с площадью до 50 см^2 .

3.3. Контроль за плутониевыми мишенями

Под действием пучка ускоренных тяжелых ионов возможно частичное разрушение плутониевого слоя мишени и загрязнение ее поверхности продуктами разложения носителей. Поэтому особое внимание уделялось состоянию мишеней до и после непрерывного облучения в течение 2–3 суток – времени, необходимого для проведения одного эксперимента.

Контроль осуществлялся визуально и на альфа-спектрометрической установке с полупроводниковым детектором, заколлимированным так, что считались только альфа-частицы, вылетающие перпендикулярно к слою мишени. Перед измерением плутониевой мишени установка калибровалась по эталонной плутониевой мишени с невесомым слоем. По величине смещения альфа-пика плутония мишени по сравнению с альфа-пиком эталонной Pu – мишени определялось наличие запыления плутониевого слоя. Общее количество плутония на мишени определялось и контролировалось по интенсивности альфа-излучения ^{238}Pu и спонтанного деления ^{242}Pu .

Настоящая работа проводилась в сотрудничестве с И.Зварой и Ю.Т.Чубурковым. Авторы выражают свою благодарность Т.Д.Зайцевой за помощь в проведении химических анализов, а также Б.В.Фефилову, Л.Кумпф и М.С.Бирулеву за налаживание электронно-счетной аппаратуры.

Л и т е р а т у р а

1. И.Звара, Ю.Т.Чубурков, Т.С.Зварова, Р.Цалетка, Препринт ОИЯИ Д6-3281 Дубна 1967.
2. И.Звара, Ю.Т.Чубурков, Р.Цалетка, М.Р.Шалаевский. Препринт ОИЯИ Р7-3783, Дубна 1968.
3. Ю.Т.Чубурков, И.Звара, Б.В.Шялов. Препринт ОИЯИ 13-4021, Дубна 1968.
4. Radichemical Studies: The Fission Products. I, II, III. New York(1951).
5. Г.Т.Сяборг, Д.Д.Кац. Активные элементы, ИИЛ-М, 1955.
6. Э.А.Москолькова, Д.К.Попов, Ю.М.Толмачев. Радиохимический анализ продуктов деления. Сборник статей, Изд. АН СССР М.Л.1960, стр.58.
7. K.A.Gavrilov, E.Gvuzdz, J.Stary, Wang Tung Seng; Talanta 13, 471(1966).
8. J.Kooi, R.Boden, J.Wijkstra, J. Inorg. Nucl. Chem., 26, 2300 (1964).
9. F.L.Moore, A.Jurriane, J. Inorg. Nucl. Chem., 39, 733 (1967).
10. И.Звара, Т.С.Зварова, Р.Цалетка, Ю.Т.Чубурков, М.Р.Шалаевский. Радиохимия 9, 231 (1967).
11. В.Harmatz, T.H.Handley. Nuclear Physics, 81, 481 (1966).
12. J.Valentin, J.L.Sarrouy, L.Chavet. Compt. Rend., 255, 887 (1967).
13. В.В.Бредель, Б.А.Гвоздев, В.А.Фомичев. Препринт ОИЯИ Р-1277, Дубна 1963.

Рукопись поступила в издательский отдел

5 мая 1968 года