

в достаточном удалении от критической точки жидкость на левой пограничной кривой неожиданно можно записать

$$i_2 = i' + v'(p_2 - p'), \quad (12)$$

где  $i_2$ ,  $p_2$  — энталпия и давление жидкости в конце адиабатического сжатия;  $i'$ ,  $v'$ ,  $p'$  — параметры рабочего тела в начале адиабатического сжатия, взятые на линии насыщения.

По изложенной методике были рассчитаны термодинамические свойства  $\text{UF}_6$  (табл. 2 и 3).

Поскольку имеющиеся в литературе экспериментальные данные по  $\text{UF}_6$  использовались как основные, то совпадение параметров, приведенных в таблицах, с экспериментальными данными почти полное. Было проведено также сопоставление с диаграммой работы [6]. Тепловой перепад между точками  $p = 100$  бар,  $T = 655^\circ\text{K}$  и  $p = 2$  бар,  $T = 523^\circ\text{K}$  по диаграмме [6] и по рассчитанным нами данным составляет соответственно 52 и 47,3 кДж/кг. Расхождение между полученными значениями может быть объяснено различием принятых критических параметров, а также неточностью определения параметров по диаграмме работы [6] ввиду ее весьма малого масштаба.

Поступила в Редакцию 13/VI 1966 г.

## ЛИТЕРАТУРА

- Дж. Кац и Е. Рабинович. Химия урана. М., Изд-во иностр. лит., 1954.
- Н. А. Галкин и др. Химия и технология фтористых соединений урана. М., Госатомиздат, 1961.
- G. O l i v e r, H. M i l t o n, I. G r i s a g d. J. Amer. Chem. Soc., 75, 2827 (1953).
- C. A m p h e l l e t, L. M u l l i n g e r, L. T h o m a s. Trans. Faraday Soc., 44, 927 (1948).
- I. B i g e l e i s e n [et al. J. Chem. Phys., 16, 442 (1948).
- F. N a v l i c e k. Z. Naturforsch., 11a, 99 (1956).
- I. M a s i. J. Chem. Phys., 17, 755 (1949).
- G. N a g a g a j a n. Bull. Soc. Chim. Belgique, 71, 77 (1962).
- S. S u n d a g a m. Z. phys. Chem., 34, 225 (1962).
- И. И. Переильстейн. Исследование термодинамических свойств холодильных агентов. М., Госторгиздат, 1962.
- О. Д. Лагуткин, Г. П. Верхивкер. «Холодильн. техника», № 1, 24 (1962).
- П. М. Кессельман, П. А. Котляревский, М. М. Афанасьев. «Инж.-физ. ж.», IX, 4, 527 (1965).
- Н. Б. Варгафтик. Справочник по теплофизическими свойствам газов и жидкостей. М., Физматгиз, 1963.
- F. D i n. Thermodynamic Functions of Gases. Vol. 1. London, 1956.
- Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Т. II. Под ред. В. П. Глушко. М., Изд-во АН ССР, 1962.
- Л. Д. Воляк. «Ж. физ. хим.», 26, 321 (1952); «Ж. физ. хим.», 28, 1095 (1954).
- И. С. Бадылькеев. Рабочие вещества и процессы холодильных машин, М., Госторгиздат, 1962.
- Д. П. Гохштейн. «Холодильн. техника», № 1 (1941).

## Определение кислорода в металлическом цезии методом дистилляции в вакууме

Е. Д. МАЛИКОВА, И. Б. ДМИТРИЕВА, Э. Е. КОНОВАЛОВ, Е. А. ДЕСЯТКИНА

УДК 546.36:545:546.21

Металлический цезий, обладающий низким потенциалом ионизации, — наиболее перспективный материал для создания низкотемпературной плазмы в термоэмиссионных преобразователях энергии [1]. Примеси, присутствующие в цезии, могут изменять его физико-химические свойства и ухудшать работу электрогенерирующих элементов. Одной из наиболее отрицательных в этом отношении примесей является кислород. В связи с этим вопрос о глубокой очистке цезия от кислорода приобретает особую остроту, а отсутствие до настоящего времени достаточно надежных способов контроля за содержанием кислорода в металле сильно тормозит разработку и выбор эффективных методов рафинирования этого металла.

В настоящей работе описан метод дистилляции в вакууме для определения содержания кислорода в цезии, заключающийся в отгонке металлического цезия в вакууме и определении кислорода в остатке после дистилляции ацидиметрическим титрованием раствора окисла. Этот метод основан на использовании значительной разницы в величинах упругости пара металлического цезия и упругости пара и давления диссоциации окиси цезия (рис. 1)\*. Аналогич-

\* Данные по упругости паров цезия и диссоциации гидрида цезия заимствованы из работы [2], данные по упругости паров окиси цезия — из работы [3]. Упругость диссоциации окиси цезия рассчитана на основании значений  $\Delta Z_T^0$ , взятых из работы [2].

Рис. 1. Зависимость давления  $P$  насыщенного пара цезия и окиси цезия и равновесного давления кислорода и водорода над окисью и гидридом цезия от температуры:

- 1 —  $[\text{CsH}] \rightleftharpoons (\text{Cs}) + \frac{1}{2}(\text{H}_2)$ ;
- 2 —  $[\text{Cs}] \rightleftharpoons (\text{Cs})$ ; 3 —  $[\text{Cs}_2\text{O}] \rightleftharpoons$
- $\rightleftharpoons 2(\text{Cs}) + \frac{1}{2}(\text{O}_2)$ ;
- 4 —  $[\text{Cs}_2\text{O}] \rightleftharpoons (\text{Cs}_2\text{O})$ .

ный метод применялся при определении кислорода в натрии [4—7], сплаве калий — натрий [5—7], литии [2] и некоторых щелочноземельных металлах [2, 8].

Оценка возможности использования других аналитических методов (вакуум-плавление, применение галоидного алкила), а также попытки практического применения метода амальгамирования для определения кислорода в цезии привели к заключению, что наиболее отвечающим поставленной задаче является описываемый метод дистилляции в вакууме. В ходе разработки метода было проведено исследование влияния содержащихся в металлическом цезии примесей на результаты анализа.

### Сравнение устойчивости окисных соединений цезия

Цезий образует с кислородом ряд окисных соединений: нормальную окись  $\text{Cs}_2\text{O}$ , перекись  $\text{Cs}_2\text{O}_2$  и  $\text{Cs}_2\text{O}_3$ , надперекись  $\text{CsO}_2$  и озонид  $\text{CsO}_3$  [9]. Сообщалось также об образовании при недостатке кислорода неустойчивых недокисей цезия [10], однако их состав и физико-химические свойства почти не изучены.

О превращении окисных соединений друг в друга можно судить по величинам их изобарно-изотермических потенциалов образования  $\Delta Z_T^0$  в расчете на 1 г-атом металла, если химическое превращение происходит в избытке кислорода (оксидация), или на 1 г-атом кислорода, если химическое превращение происходит в избытке металла (металлизация) [11]. Графики  $\Delta Z_T^0$  представлены на рис. 2. Из них

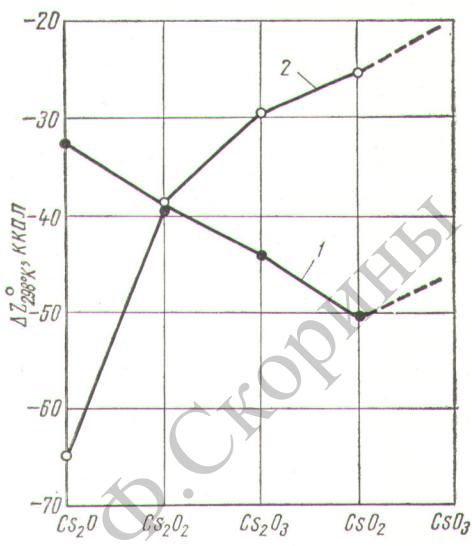
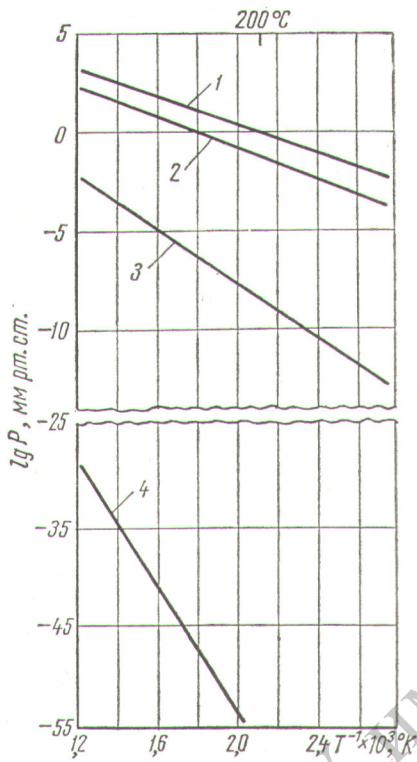


Рис. 2. Энергетические изменения в процессах оксидации (1) и металлизации (2) окисных соединений цезия.

следует, что в нормальных условиях в избытке кислорода надперекись цезия — наиболее термодинамически устойчивая форма, т. е. при горении цезия образуется  $\text{CsO}_2$ . С другой стороны, в избытке металла термодинамическая устойчивость окислов повышается с уменьшением доли кислорода в окислах. При избытке металла кислород образует с цезием нормальный окисел  $\text{Cs}_2\text{O}$ . Присутствие других окисных форм маловероятно, так как ступенчатая деметаллизация от  $\text{Cs}_2\text{O}$  до перекисных соединений связана со значительным эндоэффектом.

Таким образом, при дистилляции металла в вакууме из пересыщенного расплава должна выкристаллизовываться твердая фаза состава  $\text{Cs}_2\text{O}^*$ . Для экспериментальной проверки этого вывода были проведены специальные опыты, которые показали, что после медленного окисления цезия кислородом в вакууме и удалении избытка металла дистилляцией стехиометрический состав окиси в остатке был близок к  $\text{Cs}_2\text{O}$ .

\* Выводы о наиболее устойчивых формах соединений кислорода с цезием в процессах оксидации и металлизации справедливы не только для нормальных температурных условий, но, как показал термодинамический расчет, и для широкого температурного интервала.

### Влияние примесей на результаты анализа

**Гидрид.** При температуре дистилляции упругость диссоциации гидрида цезия составляет величину порядка 1 мм рт. ст. [2] (см. рис. 1). Поэтому в ходе дистилляции, особенно в конце процесса, реакция диссоциации гидрида необратимо смещается вправо вследствие постоянного удаления водорода при вакуумировании системы:



**Гидроокись.** Взаимодействие гидроокиси с избытком металлического цезия по реакции  $\text{CsOH} + 2\text{Cs} \rightleftharpoons \text{Cs}_2\text{O} + \text{CsH}$  ( $\Delta Z_{600^\circ\text{K}}^0 = +13$  ккал) термодинамически невыгодно \*. Однако вследствие удаления при диссоциации одного из продуктов реакции (гидрида) равновесие этого химического процесса, характеризующегося сравнительно небольшой положительной величиной изобарно-изотермического потенциала, должно необратимо смещаться вправо с образованием окиси цезия, кислород которой полностью определяется при титровании.

**Металлические примеси.** Щелочные и щелочноземельные металлы — наиболее распространенные металлические примеси в цезии. Многие из них, обладая значительным сродством к кислороду, могут восстанавливать окись цезия. Однако присутствие окислов этих элементов в остатке после дистилляции не вносит значительной ошибки в результаты анализа из-за незначительного содержания их в цезии и большой разницы в атомных весах цезия и этих примесей, если расчет кислорода проводится на  $\text{Cs}_2\text{O}$ .

**Хлорид цезия.** Существует большая вероятность присутствия в цезии хлористого цезия, так как он используется в качестве исходного продукта в большинстве технологических процессов получения металлического цезия. Будучи устойчивым соединением ( $\Delta Z_{600^\circ\text{K}}^0$  образования составляет  $-90$  ккал/моль), хлорид должен оставаться в остатке после дистилляции, но он не влияет на результаты ацидиметрического титрования и, следовательно, не учитывается при расчете содержания кислорода.

Краткое рассмотрение химических свойств примесей и их поведения в избытке металлического цезия позволяет считать, что основные примеси, которые могут присутствовать в цезии,

практически не должны влиять на результаты определения кислорода в цезии.

Проведение анализа цезия можно разбить на три основные стадии: 1) отбор проб цезия; 2) дистилляция; 3) анализ остатка после дистилляции.

### Отбор проб металлического цезия

Отбор проб цезия должен проводиться при той же температуре, при которой он находится в основной емкости, чтобы исключить потери кислорода за счет выкристаллизования окисной фазы из расплава. Отбор проб цезия из различных систем осуществлялся в стеклянные ампулы. Вес пробы составлял 0,3—3,0 г.

При отработке методики анализа для расфасовки цезия из больших ампул, а также для рафинирования цезия были сконструированы два прибора из молибденового стекла. При помощи прибора, изображенного на рис. 3, проводилась расфасовка цезия в маленькие ампулы. Для рафинирования цезия применялся прибор (рис. 4), позволяющий дистиллировать цезий и заполнять им рабочие ампулы. Дистиллятор предварительно обогревался электропечью до температуры  $400^\circ\text{C}$  для дегазации. Дистилляция цезия осуществлялась в высоком вакууме при температуре  $200^\circ\text{C}$ .

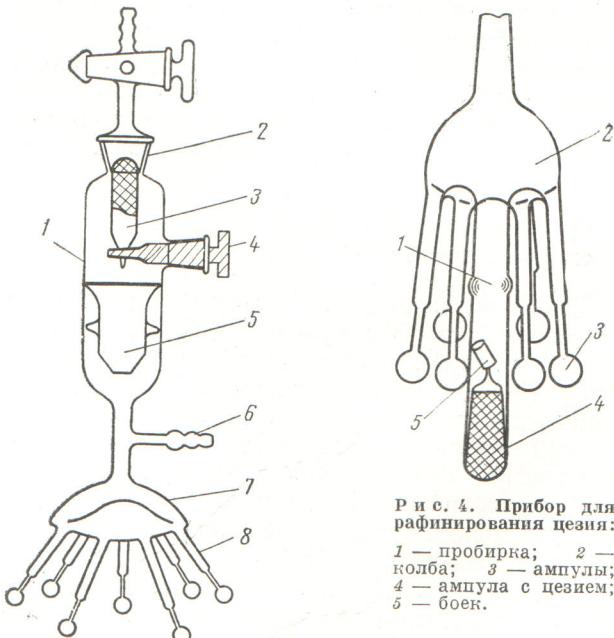


Рис. 4. Прибор для рафинирования цезия:  
1 — пробирка; 2 — загрузочное отверстие; 3 — ампулы;  
4 — ампула с цезием; 5 — боек.

Рис. 3. Прибор для расфасовки цезия:

1 — колба; 2 — загрузочное отверстие; 3 — ампула с цезием;  
4 — стальной кран — вилка; 5 — воронка; 6 — отросток для откачки прибора; 7 — колба «паук»; 8 — ампулы.

\* Исходные данные для расчета  $\Delta Z_T^0$  заимствованы из работ [12, 2].

## Дистилляция цезия

Поскольку известно, что стекло и плавленый кварц устойчивы по отношению к цезию лишь до  $200^{\circ}\text{C}$  [13], эта температура и была принята за верхний предел при дистилляции цезия из стеклянных ампул. При этой температуре окись цезия достаточно устойчива и обладает незначительной упругостью паров, отличающейся на несколько порядков от упругости паров металлического цезия (см. рис. 1). Нижний предел температуры был выбран с таким расчетом, чтобы испарение цезия не было слишком длительным. Было установлено, что в условиях опыта при температуре  $100^{\circ}\text{C}$  начинается лишь слабое испарение цезия. Оптимальной температурой испарения оказалась температура  $180\text{--}190^{\circ}\text{C}$ . Время дистилляции было установлено экспериментально для различных навесок цезия. Оно составило при дистилляции из закрытых тиглей: для навесок до  $600\text{ мг}$  —  $3\text{--}4$  ч, до  $1000\text{ мг}$  — 5 ч. Контроль полноты испарения осуществлялся путем наблюдения за давлением водорода, выделяющегося при растворении в воде остатка после дистилляции, если в нем присутствует неиспарившийся металл.

Так, 1 мг цезия при растворении в воде создает давление водорода  $0,1\text{ мм рт. ст.}$  (при объеме установки 720 мл). В рассматриваемых условиях количество цезия в остатке не превышало 0,7 мг, а связанная с этим ошибка определения кислорода составляла не более 5%.

Поскольку проба цезия для испарения помещалась в тигель, вопрос о выборе материала тигля являлся одним из наиболее важных при разработке методики анализа. Материал тигля не должен содержать окислов, которые восстанавливаются металлическим цезием, что привело бы к завышению результатов.

Из всех металлов для этих условий наиболее подходит молибден. Реакция  $\text{MoO}_3 + 6\text{Cs} \rightarrow 3\text{Cs}_2\text{O} + \text{Mo}$  может быть легко исключена предварительным прокаливанием тигля в вакууме, что приводит к удалению летучей окиси молибдена с поверхности тигля. Согласно термодинамическим данным в качестве материала тигля при температуре  $200^{\circ}\text{C}$  можно также рекомендовать никель, алунд и плавленый кварц. В настоящей работе применялись тигли из молибдена и никеля. Предварительно они очищались от поверхностных загрязнений и обезгаживались при нагревании в вакууме.

В ходе разработки методики анализа были сконструированы два прибора для проведения анализа. Один из них (рис. 5) служил для дистилляции проб цезия от 1 до 3 г, другой (рис. 6) — от 0,3 до 1 г. Оба прибора состоят из трех основных частей: крана для вскрытия ампул, дистилляционной колбы и цилиндрической камеры, в которую помещается тигель с ампулой. Описываемая методика предназначена для анализа проб цезия, отобранных в стеклянные ампулы из цезиевых систем.

Ампула с цезием помещается в кран 2 или 3 (см. рис. 5 или 6 соответственно). После откачки прибора до давления  $1 \cdot 10^{-5}\text{ мм рт. ст.}$  и обезгаживания тиглей она вскрывается при повороте крана и падает в тигель, который затем закрывается крышкой. В крышке имеется несколько отверстий диаметром  $\sim 0,5\text{ мм}$ . Дистилляция цезия из закрытых тиглей через отверстия в крышке не увеличивает значительно времени испарения, но уменьшает возможность уноса окислов с парами металла, что наблюдается при дистилляции из открытых

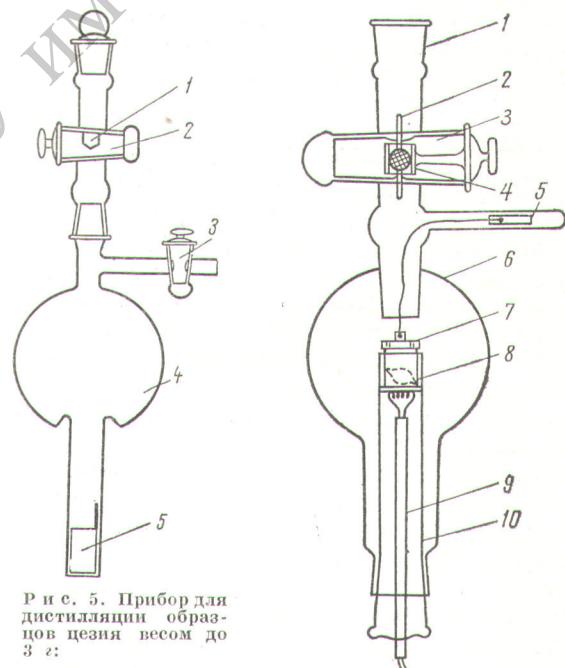


Рис. 5. Прибор для дистилляции образцов цезия весом до 3 г:

1 — шлиф для соединения с вакуумной системой; 2 — ампула; 3 — загрузочный кран; 4 — направляющий цилиндр для ампулы; 5 — железный стержень; 6 — дистилляционная колба; 7 — крышка; 8 — тигель; 9 — спираль сопротивления; 10 — кварцевая подставка.

Рис. 6. Прибор для дистилляции образцов цезия весом до 1 г:

1 — шлиф для соединения с вакуумной системой; 2 — ампула; 3 — загрузочный кран; 4 — направляющий цилиндр для ампулы; 5 — железный стержень; 6 — дистилляционная колба; 7 — крышка; 8 — тигель; 9 — спираль сопротивления; 10 — кварцевая подставка.

тиглей (эти потери по данным настоящей работы могут достигать 20%). Дистилляция ведется при температуре 180—190° С. Температура контролируется либо термопарой (при использовании прибора, изображенного на рис. 5), либо по силе тока в спирале сопротивления (см. рис. 6), измеряемой амперметром, который предварительно градуируется.

Тигель нагревается постепенно от комнатной температуры до 180—190° С в течение ~1,5 ч. Выдержка при этой температуре колеблется в зависимости от величины навески от 1,5 до 3,5 ч. Для нагревания тигля служит трубчатая печь или спираль сопротивления (при работе на приборах, показанных на рис. 5 и 6 соответственно).

Поскольку в приборе, изображенном на рис. 5, дистилируются большие навески цезия, то в нижней части колбы предусмотрена кольцевая канавка для сконденсированного цезия.

По окончании дистилляции прибор охлаждается до комнатной температуры, отсоединяется от вакуумной системы и заполняется инертным газом. Тигель извлекается при помощи специального захвата или вместе с кварцевой подставкой.

#### Анализ остатка после дистилляции

Для определения содержания кислорода в цезии необходимо знать величину навески цезия и количество цезия, соединенного с кислородом в остатке после дистилляции. Величину навески цезия находят либо по разности весов ампулы с цезием и пустой ампулы после дистилляции, либо титрованием водного раствора гидроокиси цезия, эквивалентной количеству отогнанного цезия. Количество цезия в остатке после дистилляции определяется титрованием его водного раствора. Гидроокись цезия энергично взаимодействует с углекислотой воздуха, поэтому при титровании следует принимать меры для защиты раствора от CO<sub>2</sub>. Если же титрование проводится на воздухе, то необходимо пользоваться таким индикатором, при помощи которого оттитровываются и все углекислые соли цезия. По количеству щелочи, эквивалентной количеству кислорода, и навеске цезия рассчитывается концентрация кислорода в цезии.

Из полученных данных вычитается значение содержания кислорода, найденное при проведении холостого опыта и отнесенное к навеске цезия.

#### Оценка чувствительности, правильности и воспроизводимости метода

Несмотря на тщательную подготовку аппаратуры к анализу (очистка поверхности и обезгазивание всех деталей прибора), нельзя не учитывать взаимодействия цезия с остаточными газами, материалом тигля и стеклянной ампулой. Это взаимодействие может внести систематическую ошибку в результаты анализа и поэтому должно учитываться в виде поправки холостого опыта. Величина поправки холостого опыта определяет и чувствительность метода. Для вычисления этой поправки следовало бы осуществить анализ весьма чистого цезия, практически не содержащего кислорода. Однако ввиду отсутствия такого металла для оценки чувствительности метода (величины поправки холостого опыта) был использован косвенный прием. Анализировались малые навески (в основном не больше 0,3 г) дистилированного цезия. В такой навеске собственное содержание кислорода ничтожно, но этого количества цезия достаточно для того, чтобы пары его прореагировали с остаточными газами, материалом тигля и стеклянной ампулой. Для вычисления поправки холостого опыта количество найденного в этих опытах кислорода было отнесено к весу анализируемой обычно пробы (1 и 3 г).

Некоторые из этих результатов приведены в табл. 1. Как видно из этой таблицы, стан-

Значения величины поправки  
холостого опыта

Таблица 1

Навеска цеzия, г	Количество кислорода в остатке $\times 10^{-5}$ , г	Значение поправки холо- стого опыта (%), отне- сенное к	
		1 г	3 г
0,153	4,2	0,0042	0,0013
0,250	3,4	0,0034	0,0011
0,270	8,1	0,0081	0,0026
0,272	4,1	0,0041	0,0013
0,312	9,0	0,0090	0,0030
0,380	6,4	0,0064	0,0020
0,470	5,3	0,0053	0,0016
0,532	3,0	0,0030	0,0010
Среднее		0,0058	0,0017
Стандартное отклоне- ние, %		0,0022	0,0007

Примечание. Температура опыта 180—190° С; время дистилляции 3 ч.

Результаты определения кислорода в наиболее чистых образцах цезия

Таблица 2

Навеска цезия, мг	Содержание кислорода, %	Навеска цезия, мг	Содержание кислорода, %
1730	0,0029	2520	0,0024
1810	0,0027	2550	0,0026
1830	0,0014	2620	0,0035
1920	0,0039	3400	0,0021
2200	0,0027		

дартное отклонение холостого опыта составляет  $7 \cdot 10^{-4}$  и  $2,2 \cdot 10^{-3}\%$  для навесок в 3 и 1 г, а чувствительность определения  $\sim 2 \cdot 10^{-3}$  и  $\sim 6 \cdot 10^{-3}$  вес. % соответственно, если исходить из Зб-критерия.

Такая оценка чувствительности была подтверждена в дальнейшем при анализе различных образцов цезия. В наиболее чистых по кислороду образцах цезия, содержание кислорода в которых было близко к указанному выше пределу чувствительности метода, результаты количественного определения кислорода оказались независимыми от величины навески и определялись в основном только величиной поправки холостого опыта (табл. 2).

Для проверки правильности метода анализа была проведена серия опытов на образцах с дозированным количеством кислорода (опыты «введено — найдено»). Первоначальное содержание кислорода в этих образцах составляло  $0,021 \pm 0,002$  вес. %. Опыты проводились в приборе, изображенном на рис. 6, в соответствии с описанной методикой. Ампула с цезием помещалась в кран прибора, вскрывалась и сбрасывалась в тигель. Затем в прибор вводился чистый кислород, который реагировал с цезием на холоду. Кислород вводился медленно и малыми порциями, чтобы избежать разогревания цезия и образования перекисных соединений. По разности давлений до и после поглощения кислорода определялось количество введенного кислорода. Количество вводимого кислорода в описываемых опытах было соизмеримо с содержанием его в пробе, превышая его в два — четыре раза. Результаты опытов представлены в табл. 3. Как видно из этой таблицы, данные анализа весьма удовлетворительно согласуются с количеством введенного кислорода и средний возврат кислорода составляет 97%.

Представление о воспроизводимости определений можно получить из табл. 4. В ней приведены результаты анализа различных пар-

Результаты анализа образцов цезия \* Таблица 3  
с дозированным количеством кислорода  
(опыты «введено — найдено»)

Навеска цезия, мг	Введено кислорода, %	Должно быть кислорода, %	Найдено кислорода, %	Ошибка определения, %
585	0,083	0,104	0,100	-4
468	0,072	0,093	0,095	+2,1
462	0,050	0,071	0,070	-1,4
649	0,036	0,057	0,055	-3,5
703	0,047	0,068	0,061	-10,3
368	0,070	0,091	0,093	+2,2
511	0,050	0,071	0,066	-7,0
358	0,062	0,083	0,078	-6,0
419	0,054	0,075	0,074	-1,3

\* Собственное содержание кислорода в цезии составляло  $0,021 \pm 0,002$  вес. %.

Результаты анализа партий металлического цезия

Таблица 4

Партия 1		Партия 2	
навеска цезия, мг	содержание кислорода, %	навеска цезия, мг	содержание кислорода, %
328	0,023	2660	0,026
647	0,024	1620	0,029
474	0,020	1560	0,031
600	0,015	3210	0,033
436	0,023	770	0,027
584	0,022	1860	0,028
572	0,021		
719	0,023		
466	0,016		
372	0,024		
Среднее 0,021 Стандартное отклонение, % 0,0011		Среднее 0,029 Стандартное отклонение, % 0,0011	

тий металлического цезия. Как видно из таблицы, стандартное отклонение составляет  $\sim 1 \cdot 10^{-3}\%$  для содержаний кислорода порядка  $2 \cdot 10^{-2}$ — $3 \cdot 10^{-2}$  вес. %.

На основании изложенного выше можно сделать следующие выводы:

1. Предложена и разработана методика определения кислорода в металлическом цезии, основанная на отделении окиси от металла путем дистилляции последнего в вакууме. Рассмотрены термодинамические основы метода и экспериментально установлен оптимальный режим дистилляции (температура, время, величина навески, материал тигля).

2. Разработана и испытана аппаратура для проведения анализа и вспомогательные приспособления для расфасовки и рафинирования цезия.

3. В соответствии с различными запросами практики предложены два варианта такой аппаратуры.

4. Показано, что чувствительность предложенного метода определения кислорода в металлическом цезии равна  $\sim 2 \cdot 10^{-3}$  и  $6 \cdot 10^{-3}$  вес. % при навеске 3 и 1 г соответственно.

Воспроизведимость метода, оцениваемая величиной стандартного отклонения, составляет  $\sim 1 \cdot 10^{-3}\%$  при содержании кислорода порядка  $2 \cdot 10^{-2}$ — $3 \cdot 10^{-2}$  вес. %.

Поступила в Редакцию 13/III 1967 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Прямое преобразование тепловой энергии в электрическую. Сборник. М., Госатомиздат, 1961.
2. З. М. Туровцева, Л. Л. Купин. Анализ газов в металлах. М.—Л., Изд-во АН СССР, 1959.

3. У. Д. Верятин и др. Термодинамические свойства неорганических веществ. Справочник. Под ред. А. П. Зефирова. М., Атомиздат, 1965, стр. 303.
4. J. Humpheys. AICLE Preprint, 67, 1955.
5. Н. Ф. Литвинова, В. И. Малышев, З. М. Туровцева. В сб. «Анализ газов в металлах» (Труды Комиссии по аналитической химии). Т. 10. М., Изд-во АН СССР, 1960, стр. 97.
6. И. Б. Дмитриева, Ф. А. Козлов, Э. К. Кузнецов. В сб. «Жидкие металлы». М., Атомиздат, 1967, стр. 318.
7. И. Б. Дмитриева, Э. Е. Коновалов. В сб. «Методы определения и исследования состояния газов в металлах». М., «Наука», 1968, стр. 195.
8. Е. Д. Маликова, З. М. Туровцева. В сб. «Анализ газов в металлах» (Труды Комиссии по аналитической химии). Т. 10. М., Изд-во АН СССР, 1960, стр. 103.
9. И. И. Волнов. Перекиси, надперекиси и озониды щелочных и щелочноземельных металлов. М., «Наука», 1964.
10. Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie. Sist., № 25, 1938.
11. С. А. Щукарев. «Уч. зап. ЛГУ. Сер. хим. наук», 79, 197 (1945).
12. R. Makission. Advanced Energy Com., 3, 137 (1963).
13. T. Grotherton, A. Cole, R. Davis. Trans. Metalurg. Soc., 224, 287 (1962).

## Экспериментальное исследование микроволнового излучения

Н. А. ГОРОХОВ

УДК 533.9

Работа посвящена экспериментальному исследованию высокочастотных колебаний в плазме, получаемой на установках типа «Токамак» [1—3]. Особенности конструкций и режимов работы установок «Токамак» влияют на характеристики изучаемых процессов, однако некоторые различия в поведении излучения на разных установках, по-видимому, не имеют принципиального значения. Наиболее тщательно излучение было исследовано на установках Т-5 и ТМ-1 [2]. Отдельные измерения были выполнены на установке Т-3 [3].

Типичные режимы работы указанных установок таковы, что наиболее интересная область для исследования приходится на миллиметровый и субмиллиметровый диапазоны длин волн. При концентрации плазмы  $n \approx 10^{13} \text{ см}^{-3}$ , напряженности продольного стабилизирующего магнитного поля  $H_z \approx 10 \text{ кэ}$  и температуре плазмы  $T \approx 40 \text{ эв}$  именно в этом спектральном интервале находятся характерные плазменные частоты (электронная плазменная  $f_p \approx 2,8 \cdot 10^{10} \text{ гц}$ , электронная циклотронная  $f_b \approx 2,5 \cdot 10^{10} \text{ гц}$  и верхняя гибридная частота  $f_h \approx 3,8 \cdot 10^{10} \text{ гц}$ ), вблизи которых можно ожи-

дать проявления некоторых аномалий излучения, что в свою очередь может быть следствием развития неустойчивостей.

Подробное описание используемой аппаратуры и методики измерений приведено в работе [4]. Здесь излагаются и обсуждаются только окончательные результаты выполненных исследований.

### Интегральные микроволновые измерения

Блок-схема экспериментальной измерительной установки изображена на рис. 1.

В качестве приемника электромагнитного сигнала использовался охлаждаемый чувствительный элемент из антимонида индия [4] либо обычный кристаллический детектор. Излучение плазмы одновременно наблюдалось по нескольким каналам и в различных участках торoidalной камеры.

В результате первой серии измерений было установлено, что плазма на установках типа «Токамак» является источником интенсивного электромагнитного излучения в диапазоне миллиметровых длин волн. На рис. 2, а, б при-