

Так, для водного раствора с концентрацией ДЭГФК 0,25 моль/л и ТЭА 2,0 моль/л извлечение ТБФ равняется 74,70 и 65% для концентрации его в декане соответственно 0,09; 0,24 и 0,48 моль/л.

Увеличение свободной концентрации ТЭА в водной фазе оказывает положительное влияние на величину степени извлечения ТБФ в органический раствор, что хорошо согласуется с ранее полученными результатами [19].

Замена алифатического разбавителя (*n*-декан) на ароматический (*o*-ксилол) приводит к заметному увеличению степени извлечения ТБФ (на 30—40%).

Полученные данные о распределении ТБФ в системе декан — ДЭГФК — водный раствор триэаноламина подтверждают предположение о возможности отделения ДЭГФК от сопутствующих органических соединений нейтрального характера с помощью триэаноламина [19].

Поступило в Редакцию 27/VI 1968 г.

### ЛИТЕРАТУРА

1. D. Horner et al. Nucl. Sci. and Engng, 17, 234 (1963).
2. R. Burns, W. Schulz, L. Brooy. Ibid., p. 566.
3. R. Burns et al. Chem. Engng Progr. Sympos. Series, 60, 1 (1964).
4. C. Cooley, G. Richardson. Chem. Engng Progr. Sympos. Series, 60, 22 (1964).
5. T. Healy. Патент № 1047232, кл. G6R,

6. CIA(G 21), Англия, 1967.
7. C. Coleman. Патент № 3243257, кл. 23—14,5, США, 1967.
8. F. Kappelmann, B. Weaver. Патент № 3230036, кл. 23—14,5, США, 1967.
9. J. Bosholm, H. Grosse-Ruyken. J. prakt. Chem., 25, 79 (1964).
10. H. Grosse-Ruyken, J. Bosholm. J. prakt. Chem., 26, 83 (1964).
11. H. Grosse-Ruyken, J. Bosholm. J. prakt. Chem., 30, 77 (1965).
12. Е. С. Гуреев и др. Доклад № 347, представленный СССР на Третью международную конференцию по мирному использованию атомной энергии (Женева, 1964 г.).
13. S. Nair, M. Schmutz. J. Inorg. and Nucl. Chem., 29, 1787 (1967).
14. E. Hylet. Kjeller Rept. No. 56, 10 (1963).
15. I. Kooi, R. Boden, J. Wijkstra. J. Inorg. and Nucl. Chem., 26, 2300 (1964).
16. D. Horner, R. Wischow. Патент № 3122414, кл. 23—102, США, 1965.
17. F. Butler. Analyt. Chem., 35, 2069 (1963).
18. W. Schulz, J. Mendel, G. Richardson. Industr. and Engng Chem. Process Design and Develop., 2, 134 (1963).
19. В. С. Смелов, В. П. Ланин. «Атомная энергия», 25, 157 (1968).
20. D. Peppard. J. Inorg. and Nucl. Chem., 4, 334 (1954).

## Ge(Li)-детекторы большого объема для $\gamma$ -спектроскопии

Э. З. Рындин

УДК 539.1.074.55

Появление коаксиальных структур Ge(Li)-детекторов [1] вызвано необходимостью получения детекторов с большими чувствительными объемами для повышения эффективности регистрации  $\gamma$ -излучения высоких энергий. Коаксиальный детектор с одним открытым торцом представляет собой структуру, в которой *n*-слой создается нанесением и диффузией лития со всех поверхностей, кроме одной (открытого торца), и дрейф ведется со всех сторон к центру слитка.

В настоящей работе описано изготовление [2] и испытание детекторов такой структуры с чувствительным объемом порядка 30 см<sup>3</sup>. Детекторы были изготовлены из бельгийского материала фирмы «Хобокен» с параметрами: удельное сопротивление 18—26 ом·см, плотность дислокаций 1100—2700 см<sup>-2</sup>, время жизни неосновных носителей 360—550 мксек, материал выращен по Чохральскому в ориентации (111), легирующей добавки — индий и галлий.

Слитки германия высотой 50—65 мм шлифовались со всех сторон и травились целиком 20 мин в смеси азотной и плавиковой кислот в соотношении 3:1. Литий наносился со всех сторон, кроме одной, которая была защищена аквадагом. Нанесение велось в вакууме 10<sup>-5</sup> мм рт. ст. с четырех спиралей на подогретый до 400°С образец. Диффузия продолжалась около 10 мин. Образец остывал в вакууме до температуры 200°С, а затем вынимался на воздух. Наряду с нанесением в вакууме использовался и более простой способ создания *n*-слоя нанесением литиевой пасты (30% лития, 70% минерального масла и 1,7% олеиновой кислоты) с последующей диффузией в печи при 400°С

в атмосфере азота. Глубина диффузии контролировалась электролитическим осаждением меди и составляла 500—800 мк. Полученный *p* — *n*-переход шлифовался и травился до получения хорошей вольт-амперной характеристики (ток насыщения около 10 ма). Для проведения дрейфа образец помещался во фреон-113 (C<sub>2</sub>F<sub>3</sub>Cl<sub>3</sub>), кипящий при температуре 47,5°С, и напряжение на образце поднимали очень медленно в течение суток, чтобы избежать теплового пробоя. На одном из образцов дрейф продолжался около 22 суток при напряжении, менявшемся в течение дрейфа от 200 до 100 в при токах от 0,1 а в начале дрейфа до 0,365 а в конце. Глубина дрейфа по осажденной меди составляла 8 мм. В другом образце для дрейфа лития на глубину 9 мм потребовалось около двух месяцев и два добавочных подпыления.

Низкотемпературный дрейф проводился во фреоне, охлаждаемом льдом, около 6 ч и затем еще двое суток в холодильнике при температуре — 10°С и напряжении 200—250 в (ток несколько миллиампер), после чего образец травился целиком несколько минут, а затем только переход в течение 15—30 мин. Для травления перехода травитель капался прямо на открытый торец детектора полиэтиленовой пипеткой, через несколько минут снимался и заменялся новой порцией травителя. Такая смена производилась 4—6 раз. По окончании травления образец тщательно промывался деионизованной водой и сушился дважды перегнанным ацетоном.

Для окончательного выравнивания градиента концентрации лития детектор помещали в камеру, которая

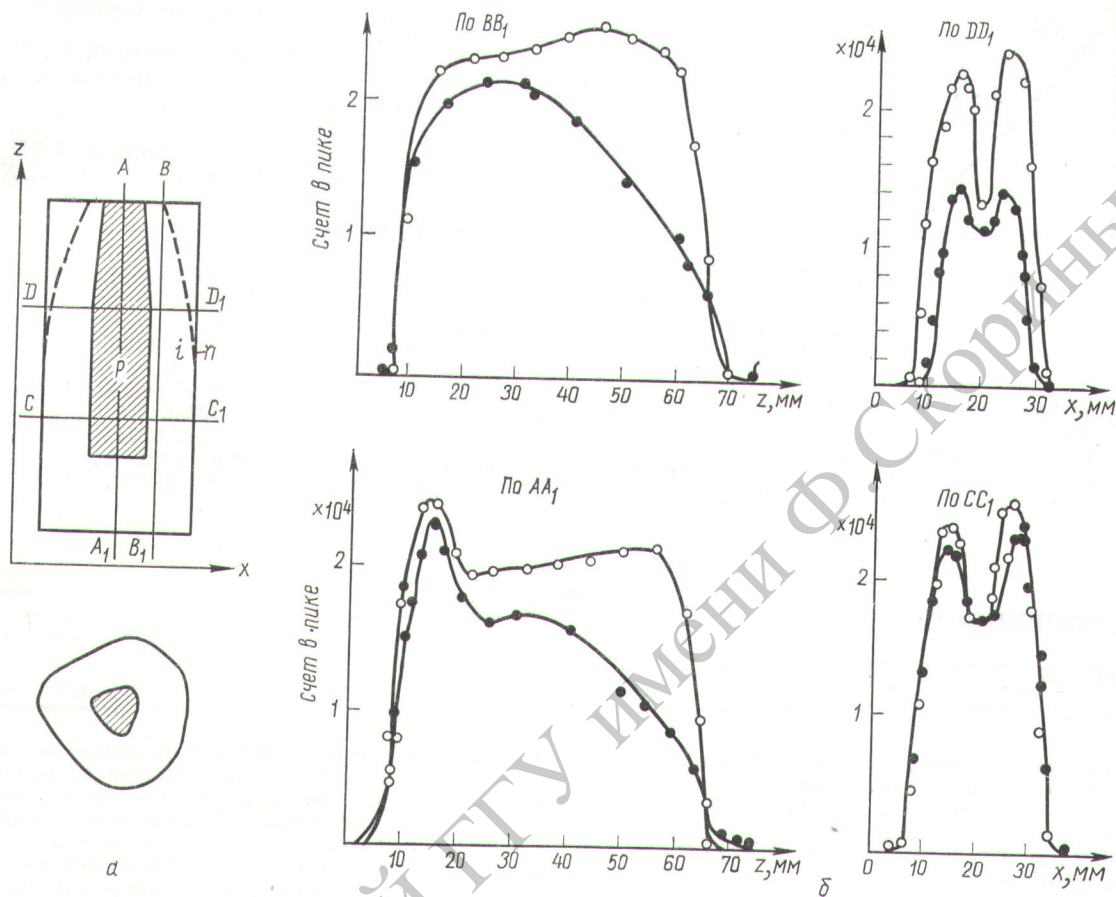


Рис. 1. Схема опыта и результаты измерений с узкоколлимированным пучком при движении коллиматора вдоль различных сечений детектора:

а — разрез детектора; б — скорость счета в фотопике в различных сечениях детектора.

герметически закрывалась, чтобы избежать конденсации влаги на поверхности детектора. Температура регулировалась по глубине погружения естержня, служащего теплопроводом в азот. Выравнивание производилось при температуре  $-22 \pm 25^\circ \text{C}$ , токе  $0,3-0,5 \text{ ма}$ , напряжении  $1000-2000 \text{ в}$ . Контроль за процессом выравнивания велся по изменению вольт-емкостных характеристик. После окончания выравнивания детектор согревался до комнатной температуры, травился, как описано выше, и монтировался в камеру с сорбентом (смесь цеолита NaX, активированного угля СКТ-2 и палладированного силикагеля СШ-45П) [3], которая сразу откачивалась сорбционными насосами до вакуума  $10^{-5} \text{ мм рт. ст.}$  и опускалась в жидкий азот.

Токи утечки детектора составляли несколько наноампер при смещении до  $1000-1200 \text{ в}$ .

Разрешающая способность детектора объемом  $30 \text{ см}^3$  при смещении  $900 \text{ в}$  без вычета шумов аппаратуры составляла:  $3,43 \text{ кэв}$  на энергии  $0,352 \text{ Мэв}$ ,  $3,95 \text{ кэв}$  на энергии  $1,333 \text{ Мэв}$  и  $7,05 \text{ кэв}$  на энергии  $6,621 \text{ Мэв}$ . Шумы аппаратуры составляли  $2,0 \text{ кэв} + 0,022 \text{ кэв/пф}$   $C_{\text{дет}}$ , где  $C_{\text{дет}} = 50 \text{ пф}$ .

Для определения формы и размеров p-слоя были предприняты измерения с узкоколлимированным пуч-

ком  $\gamma$ -квантов  $\text{Cs}^{137}$ . По относительной эффективности регистрации можно судить о размерах и форме p- и i-слоев [4]. На одном из детекторов, на котором диффузия лития проводилась всего один раз и который долгое время хранился погруженным в жидкий азот, наблюдался эффект, представленный на рис. 1 пунктирными кривыми на разрезе детектора и кривыми с темными кружками на всех измеренных сечениях детектора. Размеры верхней части детектора, вблизи открытого торца, полученные с помощью коллиматора, оказались меньше истинных размеров детектора. Этот эффект следует приписать диффузии лития к поверхности и выпадению там в электрически нейтральное состояние [5] и сделать вывод о необходимости повторной диффузии лития после длительного дрейфа, даже когда вольт-амперные характеристики детектора остаются хорошими к моменту окончания дрейфа. Действительно, результаты измерений с узкоколлимированным пучком, проведенные на том же детекторе после добавочного подпыления и диффузии лития, соответствуют реальным размерам детектора (кривые со светлыми кружками на рис. 1).

Эффективность детектора измеряли с помощью калиброванных источников  $\text{Ce}^{144}$ ,  $\text{Hg}^{203}$ ,  $\text{Cs}^{137}$ ,  $\text{Zn}^{65}$ ,

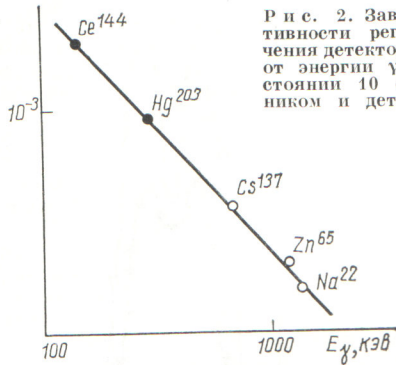


Рис. 2. Зависимость эффективности регистрации  $\gamma$ -излучения детектора объемом 33 см<sup>3</sup> от энергии  $\gamma$ -квантов при расстоянии 10 см между источником и детектором.

Na<sup>22</sup> на расстоянии 10 см от открытого торца детектора (рис. 2). В период между измерениями детекторы хранились непосредственно в вакуумных камерах при температуре жидкого азота под смещением 600—700 в. За восемь месяцев хранения детекторы не ухудшили

разрешения, а вольт-амперные характеристики даже улучшились.

Автор выражает благодарность Э. В. Васильевой за помощь в изготовлении детекторов и В. Г. Тишину за помощь в проведении измерений.

Поступило в Редакцию 1/VII 1968 г.  
В окончательной редакции 12/XI 1968 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. H. Malm, A. Tavendale, L. Fowler. *Canad. J.* 43, 1173 (1965).
2. Э. В. Васильева, Э. З. Рындина. Препринт ОИЯИ, 13-3566 (1967).
3. А. В. Арефьев, В. Я. Лисицын, С. П. Максимов. «Приборы и техника эксперимента», № 3, 148 (1968).
4. H. Malm. *IEEE Trans.* NS-13, № 3, 285 (1966).
5. H. Reiss, C. Fuller, F. Morin. *Bell. Syst. Techn. J.*, 35, 535 (1956).

### Эффективность собирания Rb<sup>88</sup> в камерах для радиометрии Kr<sup>88</sup> по Rb<sup>88</sup>

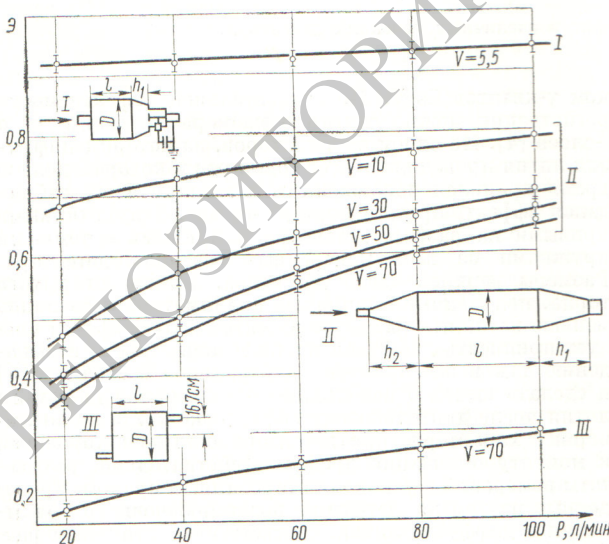
А. Л. БОЧКОВ, И. И. КОРНИЛЕНКО, Г. М. ОБАТУРОВ

УДК 541.182.2:546.294

Градуировка камер, предназначенных для радиометрии газов по их радиоактивным продуктам распада (аэрозоленакопительных камер), заключается в определении отношения между равновесной активностью  $A_1$  фильтра на выходе камеры по первому продукту распада газа и удельной активностью  $a_0$  газа на входе в камеру. Отношение между  $A_1$  и  $a_0$  в конечном счете зависит от объема камеры  $V_a$  и эффективности  $\mathcal{E}$  собирания

на фильтре радиоактивного аэрозоля, если  $\mathcal{E}$  определить как отношение скорости собирания на фильтре атомов продукта распада газа, равной, очевидно, величине  $A_1$ , к скорости образования его во всем объеме камеры, т. е. к  $a_0 V_a$ . Из определения следует, что  $\mathcal{E} = A_1 / a_0 V_a$ . Так как период полураспада Kr<sup>88</sup> значительно превышает время задержки газа в камере для используемого в данной работе диапазона объемных скоростей  $P$  прокачки воздуха, то  $a_0 V$  практически совпадает с истинной скоростью образования в камере Rb<sup>88</sup>, что облегчает задачу градуировки камер. В работах [1, 2] описаны результаты исследований и методы, которые можно использовать для измерений величины  $\mathcal{E}$ .

В данной работе эффективность камер определяли путем сравнения ее с независимо измеренной эффективностью электрической ионособирательной камеры. На рисунке схематически представлены все типы исследованных камер (I, II, III), а в таблице — их основные размеры.



Эффективности камер типа I, II и III (соответственно кривые I, II, III) в зависимости от расхода воздуха  $P$ . Масштаб  $P$ : одно деление равно  $\frac{1}{3} \cdot 10^{-3}$  л<sup>3</sup>/сек (20 л в 1 мин).

Размеры исследованных камер

Тип камеры	Объем, л	$D$ , см	$l$ , см	$h_1$ , см	$h_2$ , см
I	5,5	20,0	15,0	3,8	—
II	10	13,4	53,6	16,8	21,8
	30	19,3	77,2	28,6	33,6
	50	22,9	91,6	35,8	40,8
III	70	25,6	102,4	41,2	46,2
	70	40,5	55,0	—	—