

смеси компонентов концентрата, не содержащей  $Ta_2O_5$ , не превышала 0,5% активности образцов, содержащих  $Ta_2O_5$ . Поэтому работу по определению тантала в танталовых концентратах, если в них будут присутствовать упомянутые выше компоненты, можно проводить с помощью сцинтилляционного детектора с кристаллом NaJ(Tl) в счетном режиме. Однако необходимо проводить спектрометрический контроль исследуемых образцов для обнаружения в концентратах других элементов, которые могут внести постороннюю активность. Такой контроль наиболее целесообразно проводить с помощью германиевого детектора.

Разработанная методика в принципе может обеспечить точность определения содержания тантала в танталовых концентратах не хуже 1% и позволяет работать с образцами породы весом до 500 мг. При использовании образцов такого веса достаточную чувствительность анализа обеспечивает использование интегральных потоков тепловых нейтронов  $10^{12}$ — $10^{13}$  нейтр/см<sup>2</sup>.

#### Отработка методики определения содержания кислорода в арсениде галлия

Для определения содержания кислорода в различных материалах используется метод [5], основанный на активации изотопа  $O^{16}$  ионами  $He^3$ , в результате чего образуется позитронный излучатель  $F^{18}$  с периодом полураспада 112 мин. В большинстве случаев при облучении образцов ионами  $He^3$  активируется не только кислород, но и материал основы, причем многие из образовавшихся при этом радиоактивных изотопов являются позитронными излучателями и мешают выделению активности  $F^{18}$ .

Определение содержания кислорода в GaAs предполагалось проводить с использованием химического выделения  $F^{18}$ .

Проведенные в настоящей работе предварительные исследования имели целью выявить основные позитронные излучатели, образующиеся при активации GaAs ионами  $He^3$ , и оценить их вклад в общую позитронную активность анализируемого образца.

Образец GaAs облучали ионами  $He^3$  с энергией 10 Мэв на циклотроне Института атомной энергии. В спектре  $\gamma$ -лучей облученного образца были обнаружены  $\gamma$ -линии  $Ga^{67}$ ,  $As^{71}$ ,  $Br^{77}$ ,  $As^{76}$ ,  $As^{74}$ ,  $As^{72}$  и  $Ge^{69}$ .

Результаты этой работы использовались для разработки методики химического выделения  $F^{18}$  при определении кислорода в арсениде галлия.

В заключение следует отметить, что в настоящее время для активационного анализа наиболее рационально использовать германиевые детекторы при обработке методики анализа и проведенный анализ образцов со сложными  $\gamma$ -спектрами. Если  $\gamma$ -спектр образца простой, то использование спектрометра с кристаллом NaJ(Tl) обеспечивает большую чувствительность метода.

Поступила в Редакцию 16/II 1968 г.  
В окончательной редакции 13/VI 1968 г.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. S. G. Prussin, J. A. Harris, J. M. Hollander. *Analyt. Chem.*, **37**, 1127 (1965).
2. F. Girardi. *Radiochem. Acta*, **4**(2), 109 (1966).
3. *Analyt. Chem.*, **38**, 813 (1966).
4. Р. Мальвано. «Атомная техника за рубежом», № 2, 24 (1966).
5. Г. И. Александрова и др. «Атомная энергия», **23**, 106 (1967).

## Экспериментальное определение $p-v-t$ -зависимости для гелия

В. И. ЧЕРНЫШОВ, В. И. ПОПОВ, Н. В. ЦЕДЕРБЕРГ

УДК 621.039.534.36

Термические свойства гелия изучены экспериментально многими исследователями. Значения сжимаемости гелия до 107 бар и 400°С получены Холборном и Отто [1]. Для интервала температур 25—175°С и давлений до 127 бар имеются данные по сжимаемости, полученные Джигби, Таннером и Мэссоном [2], а для интервала температур от -70 до +200°С и давлений 100—1000 атм — данные Вибе, Гэдди и Гейнса [3]. Кеезом и Ван-Сантен [4] определили сжимаемость гелия на трех изотермах 0, 20 и 100°С в интервале давлений 11—

22 бар. Михелс и Ваутерс [5] исследовали  $p-v-t$ -зависимость гелия в пределах температур 0—150°С до плотности 200 единиц Амага. Шнейдер с сотрудниками [6—8] исследовали по методу Бернетта термические свойства гелия при низких давлениях до температур 1200°С. Эти свойства приводятся ими в виде зависимости вириальных коэффициентов от температуры. Из этого обзора следует, что для температур выше 200°С и давлений больше 200 бар экспериментальные данные по сжимаемости гелия отсутствуют.



Для исследования  $p-v-t$ -зависимости гелия применена методика, в которой использован безбалластный пьезометр постоянного объема с «горячим вентилям». После измерения параметров опыта  $p$  и  $T$  в пьезометре с помощью горячего вентиля отделялось определенное количество гелия. Затем гелий, находящийся в пьезометре при температуре и давлении опыта, выпускался в «газовые весы», с помощью которых определялась масса ввущенного гелия. Методика эксперимента, газовые весы и экспериментальная установка описаны в работах [9, 10].

Удельный объем гелия при измеренных в опыте параметрах  $p$  и  $T$  равен

$$v = \frac{V_{\Pi}}{m}, \quad (1)$$

где  $V_{\Pi}$ ,  $m$  — объем пьезометра и масса гелия в пьезометре при параметрах опыта  $p$  и  $T$ . После закрытия горячего вентиля гелий выпускался из пьезометра в предварительно откачанные газовые весы. При этом в пьезометре, в объеме горячего вентиля и в объеме газовых весов устанавливалось общее давление  $p_v$ . Масса гелия  $m$  в пьезометре равна

$$m = m_v + m_{\Pi} + m_{ГВ}, \quad (2)$$

где  $m_v$ ,  $m_{\Pi}$ ,  $m_{ГВ}$  — масса гелия, находящаяся в объеме газовых весов, в пьезометре и в объеме горячего вентиля соответственно. Поскольку данная методика разработана применительно к исследованию газовых смесей, то  $m_v$  может быть определена двумя способами. Первым способом, описанным в работе [10], масса определяется по изменению плавучести подвесной системы весов. Но вследствие малой плотности исследуемого газа этот способ дает большую погрешность, чем примененный в данной работе второй способ. По этому способу  $m_v$  находится по формуле

$$m_v = \frac{p_v V_v}{z_1 R T_v}, \quad (3)$$

где  $z_1$ ,  $V_v$  — коэффициент сжимаемости гелия и объем весов при параметрах  $p_v$ ,  $T_v$ . Объем газовых весов определяли по формуле

$$V_v = V_{20} k, \quad (4)$$

где  $V_{20} = 18784,1 \text{ см}^3$  — объем газовых весов при  $t = 20^\circ \text{C}$ ;  $k$  — коэффициент, учитывающий изменение объема весов в зависимости от температуры и разности давлений в весах и в атмосфере. Объем весов  $V_{20}$  определяли абсолютным методом, применяя взвешивание на аналитических весах с привлечением данных по

плотности воды. Методика определения  $V_{20}$ , а также вычисление масс гелия  $m_{\Pi}$  и  $m_{ГВ}$ , оставшихся после выпуска в пьезометре и в объеме горячего вентиля соответственно, подробно описаны в работах [9, 10].

Для измерения давления в весах использовался образцовый грузопоршневой манометр абсолютного давления типа МАД с пределами измерения  $0,01-3 \text{ кгс/см}^2$ , разработанный и аттестованный лабораторией грузопоршневых манометров Всесоюзного научно-исследовательского института Комитета стандартов, мер и измерительных приборов (ВНИИКСМИП). Манометр имеет предельную погрешность  $\pm 0,08 \text{ мм рт. ст.}$  в интервале давлений  $0,01-0,2 \text{ кгс/см}^2$  и  $\pm 0,05\%$  измеряемой величины в интервале  $0,2-3 \text{ кгс/см}^2$ . Газовые весы термостатировались с помощью жидкостного термостата. Погрешность измерения температуры в объеме весов равна  $0,01^\circ \text{C}$ .

Измерения проводились с двумя пьезометрами: верхним и правым нижним. Объемы пьезометров  $V_{20}$  при атмосферном давлении и температуре  $20^\circ \text{C}$  определены в результате нескольких калибровок по воде известным методом [11] и оказались равными:  $374,44 \text{ см}^3$  (верхний);  $120,32 \text{ см}^3$  (правый нижний). Средняя квадратичная ошибка проведенных калибровок объемов пьезометров равна  $0,03\%$ . Все пьезометры изготовлены из жаропрочного сплава ЭИ-607. Изменение объемов пьезометров в зависимости от температуры и давления определяли расчетным путем. Термический коэффициент линейного расширения  $\alpha$  сплава ЭИ-607 взят из работы [12], а коэффициент Пуассона  $\mu$  и модуль нормальной упругости  $E$  — из работы [13].

Температуру измеряли с помощью двух образцовых платиновых термометров сопротивления, постоянные которых определены во ВНИИКСМИПе и равны для термометра № 1038:  $R_0 = 9,9735 \text{ абс. ом}$ ,  $\alpha = 0,003923_7$ ,  $\delta = 1,495$ ,  $\beta = 0,11_0$ , для термометра № 1065:  $R_0 = 9,9355 \text{ абс. ом}$ ,  $\alpha = 0,003924_0$ ,  $\delta = 1,493$ ,  $\beta = 0,11_2$ . Сопротивление термометров измеряли с помощью потенциометра ПМС-48 класса 0,015 и образцовой катушки сопротивления, помещенной в масляную ванну. Погрешность измерения температуры не превосходит  $0,02\%$  измеряемой температуры.

Давление исследуемого газа в пьезометрах измеряли с помощью поршневого манометра типа МП-600 с пределами измерения  $60-600 \text{ кгс/см}^2$ . Постоянные манометра определены во ВНИИКСМИПе, точность манометра равна  $0,05\%$  измеряемого давления.



Сравнение экспериментальных значений коэффициента сжимаемости гелия с данными работ [5] и [3]

Таблица 1

Данные работы [5]				Настоящая работа			$\delta, \%$
$p, \text{кгс/см}^2$	$t, ^\circ\text{C}$	$\frac{pv}{pv_0}$	$z$	$p, \text{кгс/см}^2$	$t, ^\circ\text{C}$	$z$	
187,909	150	1,63967	1,05897	187,913	150,00	1,05850	-0,04
292,153	150	1,68792	1,09014	292,147	150,00	1,09039	+0,02
Данные работы [3]				Настоящая работа			$\delta, \%$
206,646	$100 \pm 0,1$	1,4660	1,07370	206,651	100,01	1,07477	+0,10
413,292	$100 \pm 0,1$	1,5635	1,14510	413,297	99,98	1,14682	+0,15
206,646	$200 \pm 0,15$	1,8283	1,0560	206,653	200,03	1,05750	+0,14
413,292	$200 \pm 0,15$	1,9179	1,10780	413,296	200,00	1,11267	+0,44

Экспериментальные значения удельного объема и коэффициента сжимаемости гелия

Таблица 2

$t, ^\circ\text{C}$	$p, \text{кгс/см}^2$	$v, \times 10^3 \text{ м}^3/\text{кг}$	$z$	$z [14]$	$\delta, \%$
100,01	206,651	41,1085	1,07477	1,07333	+0,13
99,98	413,297	21,9312	1,14682	1,14420	+0,20
200,03	206,653	51,2919	1,05750	1,05596	+0,15
200,00	413,296	26,9818	1,11267	1,11060	+0,19
300,03	100,006	124,156	1,02268	1,02174	+0,09
300,03	199,994	63,4055	1,04446	1,04330	+0,11
300,03	300,002	43,1387	1,06595	1,06468	+0,12
300,01	399,970	33,0470	1,08773	1,08581	+0,18
400,00	100,007	145,261	1,01884	1,01793	+0,09
400,00	199,998	73,9411	1,03713	1,03572	+0,14
400,00	299,999	50,1128	1,05437	1,05344	+0,09
400,00	400,000	38,2032	1,07173	1,07102	+0,07
500,03	99,9953	166,317	1,01548	1,01513	+0,03
500,03	200,007	84,4564	1,03141	1,03017	+0,12
500,02	299,998	57,0928	1,04583	1,04516	+0,06
500,00	400,012	43,4338	1,06089	1,06003	+0,08

При определении удельного объема гелия необходимо вводить поправку на оставшуюся после выпуска из пьезометра массу гелия в объемах пьезометра и горячего вентиля. Так, при давлении в весах  $p_v = 1,2 \text{ кгс/см}^2$  (плотность гелия  $0,1915 \text{ кг/м}^3$ ) масса оставшегося газа в правом нижнем пьезометре ( $V_{20} = 120,32 \text{ см}^3$ ) составляла  $0,01618 \text{ г}$ , а в объеме горячего вентиля —  $0,00338 \text{ г}$ . Масса газа, находящаяся в объеме газовых весов, равня-

лась  $3,59763 \text{ г}$ . Максимальная погрешность определения удельного объема гелия складывается из погрешностей определения массы в пьезометре, объема пьезометра при параметрах опыта  $p$  и  $T$ , ошибок отнесения к давлению и температуре и равна  $0,2\%$ .

Для исследования применялся гелий высокой чистоты, содержащий  $99,9972\%$  гелия и следующие примеси:  $\text{H}_2$  —  $0,0001\%$ ,  $\text{N}_2$  —  $0,0011\%$ ,  $\text{O}_2$  —  $0,0003\%$ , углеводороды —  $0,0001\%$ ,  $\text{Ne}$  —



0,0012%, небольшое содержание воды (точка росы равна  $-60^{\circ}\text{C}$ ).

В табл. 1 сравниваются наши опытные данные с результатами работ [3, 5]. Из таблицы следует, что расхождение  $\delta$  не превышает 0,15%, за исключением одной точки.

Экспериментальные значения удельного объема и коэффициенты сжимаемости гелия, полученные в данной работе, приведены в табл. 2. Там же дано сравнение экспериментальных значений коэффициента сжимаемости гелия со значениями, рассчитанными по уравнению, взятому из работы [14], рекомендованному до  $p = 200 \text{ кгс/см}^2$ . Как видно из сравнения, даже при давлениях до  $400 \text{ кгс/см}^2$  расхождение не превышает указанного [14] допуска 0,2%.

Поступила в Редакцию 24/XI 1967 г.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. L. Holborn, J. Otto. Z. Phys., Bd. 33, 1 (1925).
2. C. Gibby, C. Tanner, E. Masson. Proc. Royal Soc., 122, 283 (1929).

3. R. Wiebe, V. Gaddy, C. Heins. J. Amer. Chem. Soc., 53, 1721 (1931).
4. W. Keesom, J. Van-Santen. Amsterdam p. of the Section of Sciences, 36, 813 (1933).
5. A. Michels, U. Wouters. Physica, 8, 923 (1941).
6. W. Schneider. Canad. J. Res., 27, 4 (1949).
7. W. Schneider, Duffie. J. Chem. Phys., 17, 751 (1949).
8. J. Yntema, W. Schneider. J. Chem. Phys., 18, 641 (1950).
9. В. Н. Попов, В. И. Чернышов. Доклады научно-технической конференции по итогам научно-исследовательских работ за 1966—1967 годы. М., Изд. МЭИ, 1967, стр. 81.
10. В. Н. Попов, В. И. Чернышов. «Энергетика и транспорт», № 4, 148 (1968).
11. М. П. Вукалович, В. В. Алтунин. Теплофизические свойства двуокиси углерода. М., Атомиздат, 1965.
12. Е. Е. Топкий. «Теплофизика высоких температур», 2, 205 (1964).
13. Справочник по свойствам сталей, применяемых в котлотурбостроении. Книга 32. М., Машгиз, 1958.
14. Н. В. Цедерберг, В. Н. Попов, Н. А. Морозова. Теплофизические свойства гелия. М., Госэнергоиздат, 1961.

## Исследование радиационных нарушений монокристалла вольфрама, облученного дейтронами с энергией 12 Мэв, при помощи ионного проектора

В. А. КУЗНЕЦОВ, Г. М. КУКАВАДЗЕ, Б. М. СТАСЕВИЧ, А. Л. СУВОРОВ

УДК 621.039.531:537.534.5:669.27

Возможность применения ионного проектора для наблюдения на атомарном уровне дефектов, возникающих при облучении кристаллической решетки твердого тела, была показана ранее [1—8]. Однако до сих пор не исследовались дефекты кристаллических структур, вызванные бомбардировкой заряженными частицами с энергией несколько мегаэлектронвольт. Изучение характера нарушений при таком облучении и явилось целью настоящей работы.

**Методика эксперимента.** Эксперименты по облучению вольфрама дейтронами с энергией 12 Мэв проводились в гелиевом ионном проекторе (рис. 1)\*, конструкция которого позволяла быстро менять исследуемые образцы и использовать для охлаждения образцов жидкий азот, водород, гелий и твердый азот. В данной работе образцы охлаждались жидким ( $78^{\circ}\text{K}$ ) и твердым ( $53-63^{\circ}\text{K}$ ) азотом. Исследовались монокристаллические вольфрамовые образцы в виде острия, приготовленные путем электрохимического травления из промышленной проволоки

диаметром 0,05 мм, предварительно отожженной в вакууме при температуре  $2400^{\circ}\text{K}$ . Средний радиус закругления получаемого острия составлял 400—500 Å. Образцы облучались потоком дейтронов с энергией 12 Мэв, направленным перпендикулярно к центральной оси [011], при комнатной температуре на специальной экспериментальной мишени в ионопроводе циклотрона Института теоретической и экспериментальной физики. В каждый образец попадало от 10 до 25 дейтронов. Все острия до облучения просматривались в проекторе. Типичное ионное изображение необлученного острия приведено на рис. 2.

В качестве рабочего газа использовался гелий при давлении  $10^{-3} \text{ мм рт. ст.}$ . Перед напуском газа вакуумная система откачивалась до давления  $10^{-7} \text{ мм рт. ст.}$ , причем ее не прогревали во избежание отжига возникших при облучении дефектов. Отжиг точечных дефектов при комнатной температуре незначителен [9]. Исследование образцов в проекторе заключалось

\* См. рисунки на вклейке.