

$E_n < 6$  Мэв. Данные по спектрам нейтронов для  $E_p = 11,5$  Мэв приведены в работе [2].

На рисунке представлены отношения выходов  $Y(0^\circ)/Y(90^\circ)$  как функции  $Z$  ядер мишеней.

Авторы благодарят В. А. Дулина и Н. Н. Пальчикова за помощь в измерениях, а также А. А. Огнева за измерение энергии протонов.

Поступило в Редакцию 30/VI 1970 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В. К. Даруга и др. Препринт ФЭИ, 1970 г.
2. В. К. Даруга и др. Бюллетень Информационного центра по ядерным данным. Вып. 6., М., Атомиздат, 1970.
3. В. С o h e n. Phys. Rev., 98, 49 (1955).

## Способ определения концентрации железа в отложениях продуктов коррозии

Б. А. АЛЕКСЕЕВ, Н. Н. КОЖЕНКОВ, Г. А. КОТЕЛЬНИКОВ

УДК 621.039.553.36

Применяемая в настоящее время методика анализа величины наносных продуктов коррозии, образующихся в контурах ядерных реакторов, на образцах из сплавов циркония основана на кипячении их в 6 н. соляной кислоте. Однако растворение происходит очень медленно, а при этом возможны систематические ошибки за счет неполного растворения этих продуктов, основным из которых являются окислы железа. Указанные

Ошибки в определении железа оценивались точностью спектрофотометрического метода. Таким образом, в эксперименте выяснялась зависимость активности  $Co^{60}$  в смыве от концентрации железа в нем.

В результате анализа экспериментальных данных установлено, что в отложениях продуктов коррозии активность  $Co^{60}$  пропорциональна концентрации железа с точностью  $\sim 10\%$  (см. таблицу). Этот факт может

Зависимость активности  $Co^{60}$  от концентрации наносного железа

| Fe, мг/л ( $\times 10^3$ ) | 11  | 12  | 18  | 19  | 22   | 27   | 29   | 32   | 34   | 42   | 44   | 54   | 57   | 58   | 69   |
|----------------------------|-----|-----|-----|-----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| $Co^{60}$ , имп/сек        | 4,0 | 6,5 | 8,5 | 8,0 | 10,0 | 12,0 | 13,0 | 10,5 | 14,5 | 19,0 | 16,5 | 21,0 | 17,0 | 23,0 | 27,0 |

затруднения можно устранить, если определять концентрацию наносных продуктов коррозии по их у-излучению.

Изучение отложений проводилось на образцах, установленных вне активной зоны, — в теплоносителе петли ПВЦ реактора МР Института атомной энергии им. И. В. Курчатова. Образцы были изготовлены из циркониевых сплавов. В спектре у-квантов, измеренных с помощью Ge(Li)-детектора, отчетливо просматривались изотопы  $Co^{60}$  и  $Cr^{51}$ . Определение концентрации железа проводилось с орто-фенантролином.

быть использован для экспрессных и дистанционных определений концентрации наносного железа на образцах, а также на трубопроводах для изучения кинетики смыва отложений и других аналогичных задач.

В заключение авторы выражают благодарность В. Ф. Козловой за помощь при монтаже спектрометра, В. А. Ермакову за ценные замечания, В. Ф. Леонову за обеспечение работы аппаратуры.

Поступило в Редакцию 17/VII 1969 г.  
В окончательной редакции 1/VI 1970 г.

## Групповое разделение продуктов деления хроматографическим методом

Л. Н. МОСКВИН, Н. Н. КАЛИНИН

УДК 543.544.6

Анализ радиоактивных элементов в воде первого контура реактора, независимо от применяемых осадительных, экстракционных или хроматографических методов [1—3], длителен и сложен. Появление Ge(Li)-детекторов в у-спектроскопии значительно упростило идентификацию радиоактивных элементов. Оказалось возможным оценивать содержание отдельных изотопов непосредственно по у-спектру воды первого контура реактора [4]. Однако из-за различных выходов при делении, сечений активации для примесей и спектральных особенностей некоторые из радиоактивных изотопов не могут быть обнаружены непосредственно на фоне у-спектра всей суммы активных продуктов в теплоносителе.

Авторы данной работы попытались совместить групповое экспрессное хроматографическое разделение про-

дуктов деления с последующей идентификацией на Ge(Li)-спектрометре, предусматривающее выделение наиболее высокоактивных примесей в контурной воде (иода и щелочных металлов) в отдельные группы.

Для количественного выделения радиоактивных элементов необходима их стабилизация в одной химической форме. Создание условий для хроматографического разделения продуктов деления обеспечивалось введением муравьиной кислоты. Будучи сильным восстановителем, она способствует переводу различных форм иода и брома в одну восстановленную форму  $I^-$  и  $Br^-$ , что позволяет количественно выделить эти элементы на колонке с сильноосновным анионитом (в нашем случае АВ-17) в формиатной форме. При этом одновременно легко обеспечить необходимую кислотность раствора для отделения редкоземельных элементов

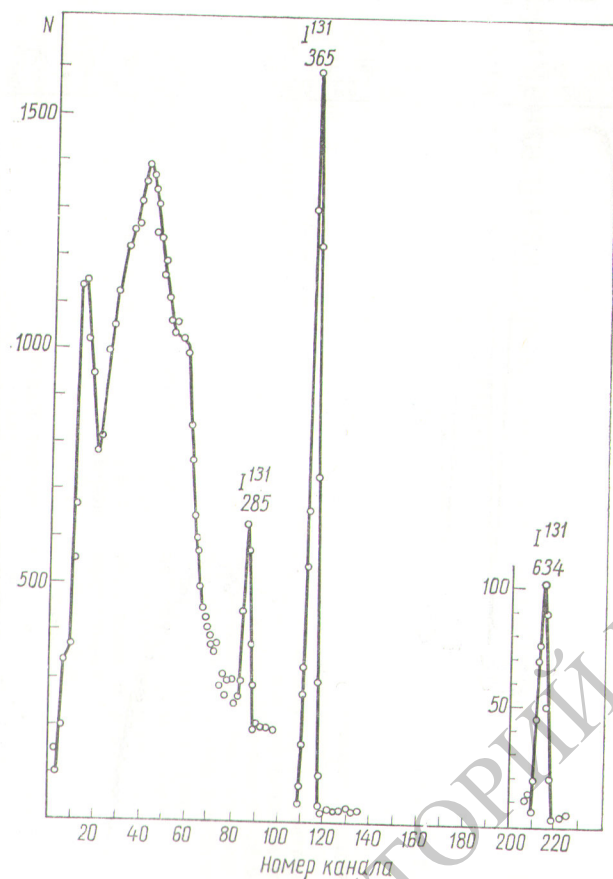


Рис. 1. Гамма-спектр фракции, выделенной на колонке с анио-  
нитом АВ-17.

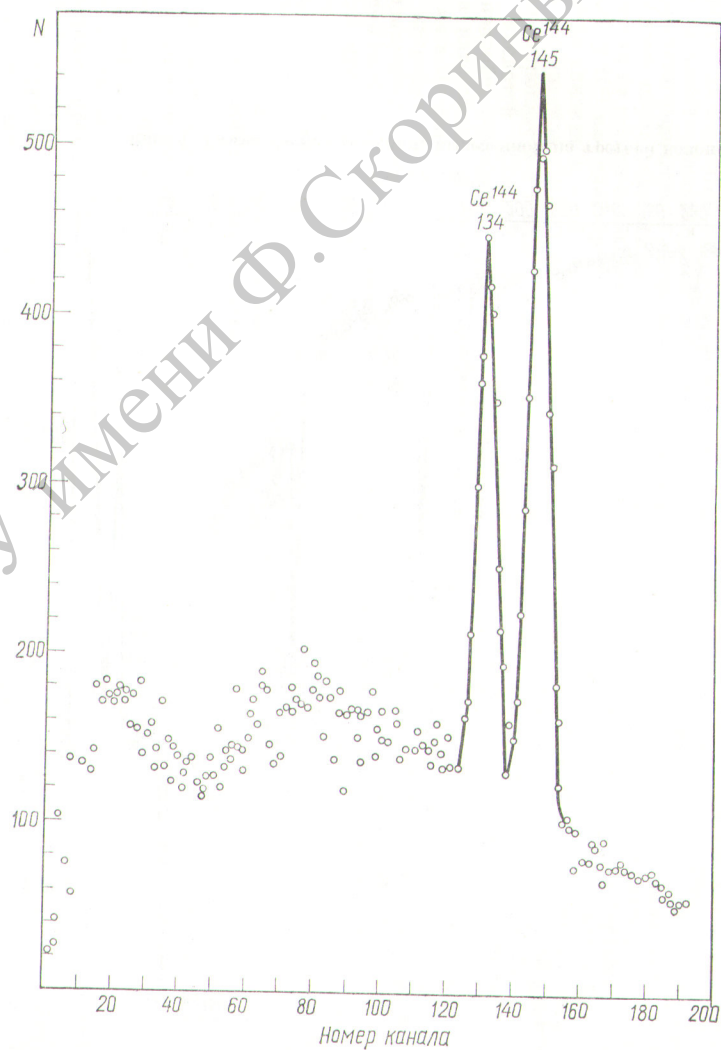


Рис. 2. Гамма-спектр фракции, выделенной на колонке с кислотой  
Д2ЭГФК.

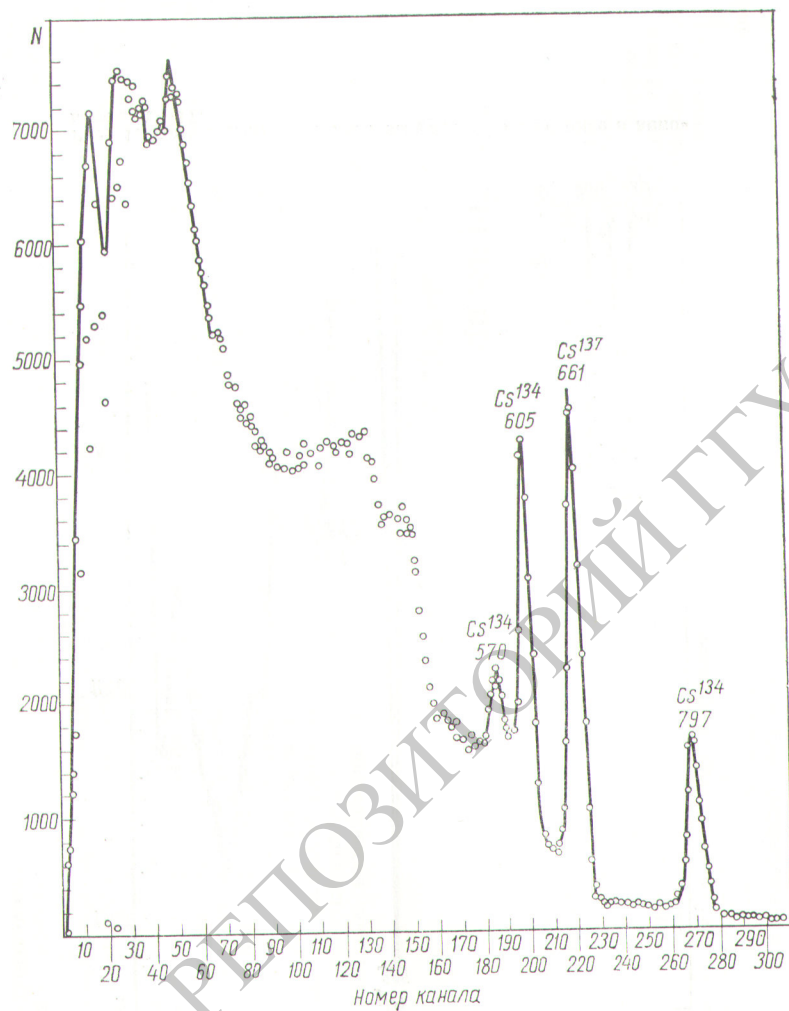


Рис. 3. Гамма-спектр фракции, выделенной на третьей колонке в первых двух свободных объемах элюата.

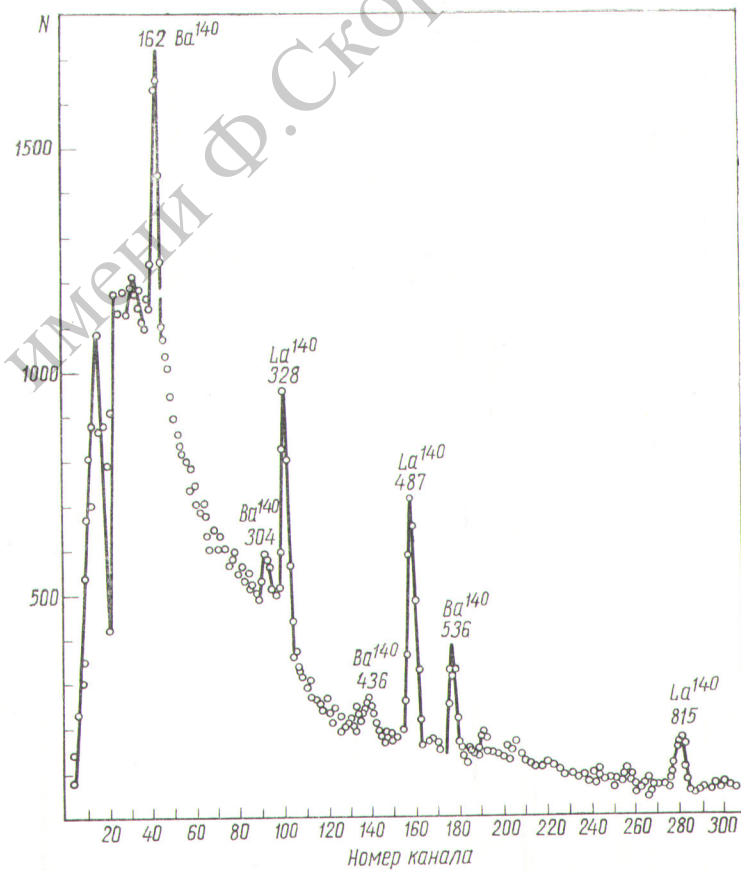


Рис. 4. Гамма-спектр фракции, выделенной на третьей колонке.

от щелочных и щелочноземельных на распределительно-хроматографической колонке из фторопласта-4 с нанесенной ди-2-этилгексилортофосфорной кислоты (Д2ЭГФК) в качестве неподвижной органической фазы.

Для хроматографического разделения была использована система последовательно соединенных колонок, изготовленных из стекла и имеющих один и тот же размер — высоту 100 мм, диаметр 12,5 мм. Первая колонка заполнена анионитом АВ-17 с размером зерен 100—250 мк в форматиной ( $\text{HCO}_2^-$ ) форме. Вторая колонка состоит из фторопласта-4 в виде таблеток с нанесенной на него кислотой Д2ЭГФК. Приготовление такой колонки подробно описано в работе [5]. Третья колонка заполнена катионитом дауэкс-50Х8 с размером зерен 100—250 мк в  $\text{H}^+$ -форме. В равной мере можно использовать и катионит КУ-2.

Анализируемый водный раствор (объем 100—250 мл), содержащий следы иода, цезия, бария, лантана и церия, подкисляли муравьиной кислотой до  $\text{pH}=2$  и со скоростью 8—10 мл/мин пропускали под давлением через систему колонок. Элюат собирали в приемник и проверяли на активность. Вся активность, содержащаяся в анализируемом растворе, задерживалась в системе колонок после однократного пропускания раствора.

Колонки вместе с сосудом для исходного рабочего раствора промывали 10—20 мл 0,01 М раствора муравьиной кислоты. В промывных водах активность отсутствовала. Операция нанесения и промывки занимает 15—20 мин. После промывки систему разбирали. Третью колонку промывали 10 мл (1,5—2 свободных объема) 6 н. соляной кислотой. Каждую колонку и пробирку с элюатом из третьей колонки закрывали пробками и измеряли на гамма-спектрометре с 512-канальным анализатором.

Как и следовало ожидать, в первой колонке происходит количественное поглощение иода;  $\gamma$ -спектр (рис. 1) указывает на присутствие изотопа  $\text{I}^{131}$ . Других элементов в первой колонке не обнаружено. Гамма-

спектр второй колонки (рис. 2) указывает на присутствие изотопов  $\text{Ce}^{141}$  и  $\text{Ce}^{144}$ , т. е. во второй колонке наблюдается поглощение редкоземельных элементов. Изотопов других элементов не обнаружено. Изотоп  $\text{La}^{140}$  отсутствует, так как измерения производились через 19 суток после химического разделения. В элюате из третьей колонки были обнаружены изотопы  $\text{Cs}^{137}$  и  $\text{Cs}^{134}$  (рис. 3). В колонке остались  $\text{Ba}^{140}$  и его дочерний изотоп  $\text{La}^{140}$  (рис. 4). Полнота выделения каждой группы элементов в соответствующей фракции подтверждается отсутствием активности в фильтрате из системы колонок и отсутствием взаимного загрязнения отдельных фракций.

Таким образом, предлагается схема экспрессного хроматографического группового разделения продуктов деления, содержащихся в контурных водах, с последующей идентификацией изотопного состава на полупроводниковом гамма-спектрометре.

Авторы выражают глубокую благодарность Ю. Е. Логинову за предоставленную возможность провести измерения на  $\text{Ge}(\text{Li})$ -гамма-спектрометре и оказанную при этом помощь.

Поступило в Редакцию 4/I 1970 г.  
В окончательной редакции 2/IV 1970 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Radiochemical Studies the Fission Products. Vol. I—III, N.Y., 1951.
2. В сб. «Радиохимический анализ продуктов деления». Под ред. Ю. М. Толмачева. Л., Изд-во АН СССР, 1960.
3. Ю. П. Сайков. «Атомная энергия», 20, 123 (1966).
4. О. А. Миллер и др. Там же, 25, 524 (1968).
5. Б. К. Преображенский и др. «Радиохимия», 10, 377 (1968).

## Экспериментальная проверка радиационного метода получения тетрахлоралканов

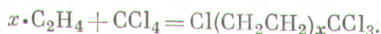
А. А. БЕЭР, П. А. ЗАГОРЕЦ, В. Ф. ИНОЗЕМЦЕВ, Л. С. МАЙОРОВ, В. И. СЛАВЯНОВ, Г. А. АРТЮШОВ, И. Ф. СПРЯГАЕВ, В. А. НОВОЖИЛОВ

УДК 541.15

В конце 1967 г. на Грозненском химическом комбинате была введена в эксплуатацию опытно-промышленная установка, предназначенная для получения радиационным путем новых продуктов — тетрахлоралканов. В настоящее время опытные работы в основном завершены и предполагается расширение этой установки до масштабов промышленного агрегата.

Тетрахлоралканы представляют большой интерес для химической промышленности, являясь полупродуктами для синтеза полимерных материалов, присадок, масел, пестицидов, стабилизаторов, пластификаторов и т. д. [1]. Особенное значение приобретают тетрахлорпропан и тетрахлорпентан.

Тетрахлоралканы получают по реакции теломеризации из этилена и четыреххлористого углерода:



Обычно эта реакция инициируется свободными радикалами, получаемыми при термическом разложении перекисей или азосоединений. В работах [2—4] было показано, что эта реакция инициируется  $\gamma$ -излучением  $\text{Co}^{60}$ , причем радиационный метод инициирования имеет преимущества. Впоследствии радиационно-химический процесс был описан и другими исследователями [5,6].

На основании результатов исследований авторов настоящей работы была спроектирована и сооружена опытная установка, имеющая два отделения — теломеризации и ректификации тетрахлоралканов. Принципиальная схема отделения теломеризации представлена на рис. 1.

Четыреххлористый углерод подается насосом в абсорбер 1 для поглощения непрореагировавшего этилена. Раствор поступает в реактор 2, туда же барботируется сжатый этилен. Источники (общей активностью ~18 кг-экв радия) поднимаются из хранилища в центральную облучательную трубу реактора при