

26(42)

КОМИТЕТ ПО ДЕЛАМ МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СНК СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ

**ИССЛЕДОВАНИЯ
В ОБЛАСТИ РАДИОЛОГИИ**

91.5817

ТРУДЫ ВНИИМ

Выпуск 26(42)

ИЗДАНИЕ ВНИИМ
ЛЕНИНГРАД — 1939

KO

BC

no 5877

КОМИТЕТ ПО ДЕЛАМ МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СНК СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ

ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ РАДИОЛОГИИ

ТРУДЫ ВНИИМ
Выпуск 26(42)

Под редакцией
проф. Л. Н. БОГОЯВЛЕНСКОГО

ПРЕДПОЯВИТЕЛЬ
Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии
имени Л. Н. Богоявленского

ИЗДАНИЕ ВНИИМ
ЛЕНИНГРАД — 1939

№ 587

СО ДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Л. Н. Богоявленский. Установление основного эталона радия СССР	3
А. Н. Пылков. Опыты изготовления образцового препарата зеленой окиси урана, укрепленного на металлическом диске	20
Э. Е. Берлович. Определение содержания радия и мезотория в ухтинских концентратах импульсным методом	26
Э. Е. Берлович. Опыт получения толстых металлических слоев бериллия	30
М. М. Соколов. О катодном распылении U_3O_8	34
Е. Н. Гаврилова. Определение коэффициента поглощения эманации радия в нефтях различного происхождения	39
А. Н. Пылков. Актиний из остатков ферганской радиоактивной руды	44
А. Н. Пылков. Торий и выделение радиоэлементов его ряда из эшшита	53

Отв. редактор проф. Л. Н. Богоявленский. Техн. редактор П. В. Дворников.
Корректор Н. П. Сарбаева

Сдано в набор 5/X 1939 г.	Подписано к печати 17/XII 1939 г.
Тираж 1000 экз.	Авторск. лист. 4 ¹ / ₂ Формат бумаги 62×88 ¹ / ₁₆
Печ. лист. 3 ¹ / ₂	Бум. лист. 1 ³ / ₄ Тип. знаков в бум. листе 78800
Ленинблгорант № 6063	Заказ № 7563

Типография артели „Советский Печатник“, Ленинград, Моховая, 40

Л. Н. БОГОЯВЛЕНСКИЙ

УСТАНОВЛЕНИЕ ОСНОВНОГО ЭТАЛОНА РАДИЯ СССР

В начале XX столетия на мировом рынке появилось много препаратов радия и, естественно, возник вопрос о необходимости его точного измерения, установления для него единицы и изготовления для него эталона. Этот вопрос был поставлен на Брюссельском международном конгрессе по электричеству в 1910 г., на котором было постановлено принять за единицу радия миллиграмм эквивалент радия элемента, определяемый по интенсивности его гамма излучения независимо от характера его химического соединения.

М. Кюри было поручено изготовление эталона радия. Для этой цели М. Кюри использовала препарат чистого радия, изготовленный из нохимстальской смоляной руды, который служил ей для определения атомного веса радия, т. е. 100-процентная соль безводного хлористого радия, отвечающая формуле RaCl_2 , чистота которой проверялась спектроскопически, при чем линии бария в ней совершенно отсутствовали. Из этого препарата была приготовлена навеска в 21,99 мг, которая была запаяна в ампулу из тюрингенского стекла с толщиной стенок 0,27 мм, диаметром 1,45 мм и длиной 32 мм. Одновременно, Генгшмидтом в Вене была приготовлена другая навеска безводного хлористого радия в 31,17 мг, отвечающая также формуле RaCl_2 . Эта навеска была запаяна в стеклянную ампулу с толщиной стенок 0,27 мм, диаметром 3,2 мм, и длиной 30 мм. Значения обоих эталонов радия были определены на основании атомных весов для: $\text{Ag} = 107,88$, $\text{Cl} = 35,457$, $\text{Br} = 79,916$ и $\text{Ra} = 225,97$. По произведенным в Париже и в Вене сравнениям этих двух препаратов ионизационным методом по испускаемым ими γ -лучам — получилось полное совпадение, что указывало на правильность их изготовления.

Международный конгресс по электричеству в 1912 г. постановил считать основным международным эталоном радия приготовленную М. Кюри навеску в 21,99 мг RaCl_2 , которая должна храниться в Международном бюро мер и весов в Севре в тех же условиях, в которых хранятся там все международные эталоны. Навеска, изготовленная венским химиком Генгшмидтом, признана копией международного эталона, которая должна храниться в Венской академии наук [1].

Тем же Международным конгрессом в 1912 г. была выделена специальная постоянная комиссия, в задачи которой входило наблюдение за первичным международным эталоном радия и его копией и снабжение различных государств, так называемыми, вторичными международными эталонами. Эти вторичные эталоны должны изготавливаться из материала, не содержащего изотопа радия мезотория и такого же химиче-

ского состава и концентрации, т. е. 100% $RaCl_2$. Толщина стенок стеклянных ампул и сорт стекла должны приближаться к тем же, из которых сделаны первичный эталон и его копия, т. е. необходимо брать трубки из тюрингенского или богемского стекла с толщиной стенки 0,27 мм. Вторичные эталоны подвергаются многократным сравнениям по методу γ -излучения с Парижским и Венским, получают свой номер и сертификат международной комиссии по эталонам радия.

До 1927 г. включительно распределение вторичных международных эталонов по государствам видно из табл. 1.

Таблица 1

$RaCl_2$, мг				
Страна	Время изготовления	Венские измерения	Парижские измерения	Данные сертификата
Франция	4 X 1912	22,47	22,42	22,45
Германия		19,73	19,74	19,73
Англия		21,10	21,16	21,13
США		20,29	20,28	20,28
Швеция	1 VII 1913	9,74	9,71	9,73
Япония		9,80	9,80	9,80
Португалия		9,07	9,11	9,09
Дания	9 VIII 1915	9,75	—	—
Бельгия	4 I 1924	28,46	28,40	28,43
Чехословакия	11 XI 1924	33,09	33,03	33,06

Приведенный список эталонов [2] является приблизительным и в нем не выдержана их международная нумерация. Так, эталон США имеет официальный международный номер VI, в то время как в списке он помечен на четвертом месте. Кроме того, эталон Дании был измерен только в Вене и не измерен в Париже, что указывает на то, что изготовление его не соответствовало нормам.

Одним из необходимейших условий для изготовления эталонов радия должна быть чистота препаратов радия. Обычно, находящимися в препаратах примесями радия являются соли бария, остающиеся после последнего фракционирования хлоридов или бромидов, если последнее не было доведено до получения 100-процентной соли радия, или примеси изотопа радия — мезотория. Примесь бария не оказывает никакого влияния на постоянство излучения ампулы, но она увеличивает массу препарата, производит разбавление его неактивным веществом и увеличивает поглощение излучения самой массой. Гораздо серьезнее примесь изотопа радия мезотория, который испускает γ -лучи почти такие же как и радий, но он обладает периодом полураспада в 6,7 лет [3], в то время как у радия этот период равен 1590 лет. [3] В результате ряда радиоактивных превращений из мезотория образуется также γ -излучающий торий С, вследствие чего γ -излучение ампулы, заключающей мезоторий, вначале постепенно растет, а затем начинает падать с периодом полураспада в 6,7 лет. Отсюда можно заключить, насколько непостоянным должно

быть излучение ампулы, содержащей хотя бы незначительные примеси мезотория. Отделить химическим путем мезоторий от радия невозможно, почему гарантией отсутствия мезотория в препарате радия может служить только происхождение этого препарата и характер рудного месторождения, его тщательное изучение с геологической, геохимической и минералогической точек зрения. Материалом, из которого были получены первые препараты радия, была нохимстальская смоляная урановая руда, практически совершенно не содержащая тория. Мощность этого месторождения невелика и его можно считать практически уже выработанным, почему препаратов радия, изготовленных из этого материала, в настоящее время уже почти не встречается. Из вновь открытых за последнее время месторождений урановых руд наибольшего внимания как по мощности, так и по чистоте добываемого из него радия, заслуживает месторождение урановой смолки в Бельгийском Конго в Африке. Как и все урановые месторождения — это месторождение имеет весьма сложный минералогический состав, но торий содержащих минералов в нем найдено не было. Union minière du Haut Katanga, эксплуатирующий это месторождение, поставляет в последние годы препараты радия также и для изготовления вторичных международных эталонов радия.

В середине 1926 г. Главной палатой мер и весов были получены от Международной комиссии по эталонам радия два вторичные международные эталона радия. Необходимый для этой цели радий, был доставлен Комиссии Union minière du Haut Katanga 26 марта 1928 г. Главная палата мер и весов получила два международных эталона № X и № XI, снабженные сертификатами Международной комиссии за подписями Резерфорда, М. Кюри и Ст. Мейера. Данные для этих эталонов, заимствованные из сертификатов, приведены в табл. 2. Содержание радия в эталонах определено с точностью в 0,2%.

Таблица 2

№	А м п у л а			Вес соли мг	Содержание мг RaCl ₂	Содержание мг Ra
	толщина стенок мм	диаметр мм	длина мм			
X	0,27	3,5	29	44	39,07	29,74
XI	0,27	3,2	28	22	19,98	14,45

Ампулы сделаны из богемского стекла со впаянными концами платиновой проволоки. Эталоны закрыты 4 июля 1927 г. Сертификаты подписаны членами комиссии 13 октября 1927 г. Как видно из цифр для веса соли и для содержания RaCl₂, определенного по интенсивности его γ -излучения, соль хлористого радия содержит около 10% хлористого бария. На сертификатах имеется примечание председателя комиссии Резерфорда, в котором он отмечает этот факт, но считает его не имеющим существенного значения, так как поглощение, вызываемое примесью 10% хлористого бария, лежит за пределами точности метрологического измерения.

В марте 1928 г. при Главной палате мер и весов был организован Комитет эталонов радия в составе президента Главной палаты мер и весов и двух членов академиков В. И. Вернадского и А. Ф. Иоффе. В первом своем заседании 5 июня 1928 г. Комитет постановил считать оба препарата радия официальными эталонами радия СССР, которые должны быть хранимы в надлежащих условиях.

Для выработки надлежащей инструкции по хранению и пользованию эталонами была организована комиссия из сотрудников Главной палаты мер и весов, Государственного радиового института и Физико-технического института. В заседании этой комиссии разбирались три равноценных пути для установления Основного эталона радия СССР.

1. Оба образца радия признаются основными эталонами радия СССР. В этом случае берутся цифры сертификатов для эталонов № X и № XI и их среднее значение. Оба сертификата Международной комиссии имеют официальную силу и оба образца участвуют в текущей работе и в одинаковой степени подвержены всем случайностям измерений. Этот путь может быть рекомендован в том случае, если уверенность в устойчивости образцов радия меньше, чем уверенность в надежности методов измерений.

2. Один из образцов радия (например № XI) признается основным эталоном радия СССР, другой — его эталоном-свидетелем.

В этом случае устанавливается только значение образца № XI согласно сертификата для него Международной комиссии. Другой образец № X служит только для контроля значения образца № XI путем сравнения обоих образцов, причем для образца № X принимается значение, указанное в его сертификате. Оба сертификата имеют официальную силу. В текущей работе участвует только образец № XI, его рабочим значением служит установленное значение и он подвержен всем случайностям измерений в большей степени, чем образец № X.

Этот путь по преимуществу может быть рекомендован в том случае, если уверенность в устойчивости образцов радия больше, чем уверенность в точности и надежности методов измерения. Результаты измерений получаются в этом случае более сравнимыми между собой.

3. Один из образцов радия (например № XI) признается основным эталоном радия СССР, другой — его основной копией.

В этом случае устанавливается также только значение образца № XI согласно сертификата для него, который и будет иметь официальную силу. Значение образца № X определяется каждый раз путем сравнения его с образцом № XI. Сертификат для образца № X официальной силы не имеет. Образец № XI применяется только для сравнения с ним образца № X.

Этот путь можно рекомендовать в том случае, если есть одинаковая уверенность в устойчивости образцов и в точности и надежности методов измерений. Комиссия постановила принять третий вариант и выбрать в качестве основного эталона препарат № XI, содержащий 14,45 мг радия элемента, как более близко подходящий к основному международному эталону, а препарат № X принять в качестве основной копии. Ежегодная поправка на распад в $0,4\%_{100}$ должна производиться, считая с момента заключения соли в стеклянную трубку, т. е. с 4 июля 1927 г.

30 июня 1928 г. оба эталона были помещены в свинцовый ящик с толщиной стенок 6 см, опломбированный и установленный в бронированной кладовой эталонной электрической лаборатории.

Второе заседание Комитета состоялось в ноябре 1929 г. На нем и на последующих было утверждено положение о Комитете и инструкция для пользования эталонами. Хранение их должно быть обставлено таким образом, чтобы была наибольшая гарантия отсутствия случайностей, которые могли бы привести их к порче. Эталоны были помещены в особый опломбированный ящик с двойными латунными стенками, пространство между которыми залито свинцом, вследствие чего γ -излучение их проходило через 6 см свинца и поглощалось на 94% от своей первоначальной величины.

Условия хранения и сравнения эталонов были установлены той же Комиссией, для чего была выработана специальная инструкция.

Работа по установлению основного эталона радия СССР состояла в сравнении эталонов № XI и № X и в сравнении с эталоном № XI рабочих эталонов радия Главной палаты мер и весов и рабочих эталонов Государственного радиового института.

Для этой цели были использованы два рабочие эталона ВНИИМ № 1 и № 2 и эталоны Государственного радиового института ГРИ № 2466, ГРИ № 2464 и ГРИ № 20-к.

Рабочие эталоны ВНИИМ были изготовлены из ампулы с радием, приобретенной в 1918 г. в Ленинграде. Ампула с серебряной оболочкой и с содержанием радия элемента около 25 мг. Из документов прилагаемых к ампуле, а также принимая во внимание ее историю и период времени, когда она была приобретена, можно было предположить, что материалом для ее изготовления служил иохимстальский радий. В начале 1923 г. после предварительной переписки Главная палата мер и весов переправила ампулу в Париж фирме *Materiel radiologique*, принадлежащей братьям Дани (Danpe), для расфасовки и изготовления из нее двух ампул, предназначенных быть рабочими эталонами Главной палаты мер и весов, причем было обусловлено, что габариты ампул и состав стекла должны по возможности приближаться к тем, которые применяются для изготовления вторичных международных эталонов радия. В 1924 г. эти ампулы были переданы в лабораторию Кюри, где они были сравнены с рабочим эталоном этой лаборатории. Данные для этих ампул, взятые из сертификатов № 4230 и № 4231 от 7 января 1924 г., приведены в табл. 3.

Таблица 3

№	А м п у л а				Содержание Ra мг
	длина	диаметр	вес	толщина стенки	
1	29,7 мм	3,4 мм	0,481 г	0,27 мм	19,46±0,19
2	30,1 "	3,5 "	0,489 "	0,27 "	5,755±0,057

Ампулы — из тюрингенского стекла со впаянными концами платиновой проволоки. Эталоны закрыты в ноябре 1923 г.

В 1929 г. эталон № 1 был в Вашингтоне сравнен со вторичным международным эталоном № VI, хранящимся в Bureau of Standards.

Таблица 4

№ по пор.	Наблюдатель	Дата	Значение
		Февраль	
1	T	19	19,48
2	T	19	19,46
3	T	20	19,41
4	T	20	19,38
5	C	20	19,38
6	C	20	19,38
7	S	20	19,31
8	S	20	19,41
9	M	20	19,33
10	M	20	19,47
11	T	21	19,38
12	T	21	19,48
13	C	21	19,48
14	C	21	19,37
15	S	28	19,50
16	S	28	19,39
		Март	
17	M	1	19,47
18	M	1	19,43
19	C	1	19,40
20	C	1	19,41
21	T	1	19,47
22	T	1	19,38
Среднее			19,42

Измерения производились в феврале и марте 1929 г. Результаты этих сравнений, для которых дается точность в $0,2^0/0$, видны из табл. 4.¹

Значение эталона № 1 Главной палаты: $19,42 \pm \pm 0,0075$ мг.

Как видно из табл. 4, американские данные очень близко подходят к данным М. Кюри.

Подвергавшиеся сравнению эталоны ГРИ изготовлены из тюрингенского радия, ампулы — из неизвестного стекла, с неизвестной толщиной стенок. Определение их габаритов затруднительно в виду того, что они во избежание несчастных случаев запаяны во вторые предохранительные ампулы. Содержание в них радия определялось раньше в Германии, но с точностью, не превышающей 1,5%. Содержание радия в ампулах, по сведениям, сообщенным

из ГРИ: для ГРИ 2466—1,473 мг, для ГРИ 2464—28,6 мг и для ГРИ 20-к—28,0 мг радия элемента.

* * *

Для сравнения эталонов применялась компенсационная установка по методу Таунсендта, схема которой приведена на рис. 1.

γ -излучение радия, прошедшее через известную толщину металла, гарантирующую полное поглощение β -лучей, попадает в ионизационную камеру К, представляющую собой конденсатор, одна обкладка которого присоединена к одному из полюсов батареи аккумуляторов на 600 В, В, другой полюс которой присоединен к земле. Вследствие образования в камере ионов происходит перенос зарядов к другой обкладке конденсатора, присоединенной к одной паре квадрантов электрометра Долеза-

¹ Сертификат от 12 марта 1929 г., выданный Bureau of Standards за № 56893.

лека K . Другая пара квадрантов электрометров заземлена. Вследствие образования разности потенциалов бисквит получает отклонение, которое компенсируется зарядом обратного знака. Этот компенсирующий заряд определяется переменным конденсатором K_1

устанавливаемым на емкость C , на одну обкладку которого накладывается напряжение U от небольшой батареи аккумуляторов B_1 , замкнутой на потенциометр Π . Заряд, образовавшийся на паре квадрантов электрометра, может сниматься при помощи заземлителя Z .

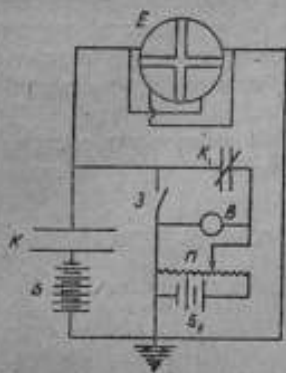


Рис. 1.

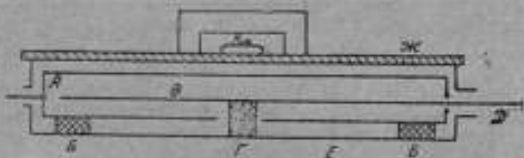


Рис. 2.

Измерения производились по методу Таунзендта.

В качестве ионизационной камеры при сравнении эталонов применялся плоский γ -конденсатор Кюри фирмы Materiel radiologique в Париже и шаровой γ -конденсатор, разработанный радиологической лабораторией ВНИИМ и построенный на заводе Эталон.

Плоский γ -конденсатор Кюри представляет собой камеру, в которой ионизационные процессы возникают только от γ -лучей, для чего излучение ампулы с радием должно отфильтроваться через толщину металла, достаточную для поглощения всех β -лучей. Для свинца эта толщина должна быть не менее 0,5 см. На рис. 2 схематически изображен этот конденсатор системы Кюри. Ионизационная камера представляет собой цилиндрическую коробку A из листового алюминия, высотой 55 мм и диаметром 480 мм, изолированную на эбонитовых пробках B , на которую подается высокое напряжение порядка нескольких сот вольт.

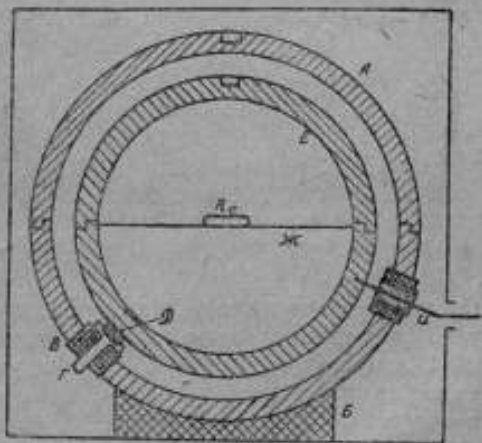


Рис. 3.

Внутри камеры помещается алюминиевый диск B диаметром 430 мм, изолированный на янтарной пробке G . При помощи вывода D этот диск

присоединяется к паре квадрантов электрометра. Коробка *A* помещена в предохраняющий кожух *E*, который заземлен. Сверху этот кожух покрыт свинцовым фильтром *Ж* толщиной 5 мм.

Измеряемая ампула с радием помещается в центре на поверхности свинцового фильтра и, во избежание эффекта вторичных излучений, возбуждаемых β -лучами от окружающих предметов, закрывается сверху свинцовой чашкой с толщиной стенок около 2 см. γ -лучи, проходя через свинцовый фильтр *Ж*, попадают в камеру *A*, в которой при подаемом напряжении возникает ионизационный ток.

Плоский конденсатор имеет недостатки, главный из которых состоит в том, что на величину ионизационного тока оказывает огромное влия-

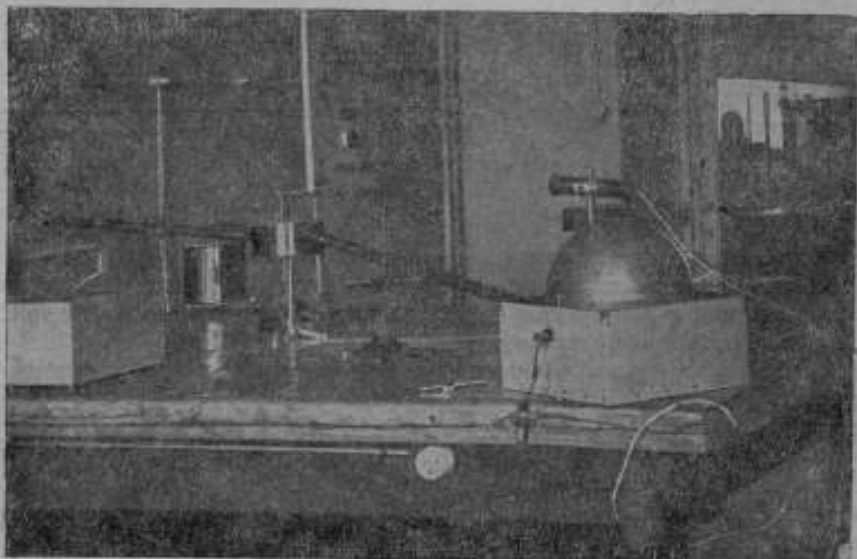


Рис. 4.

ние самое незначительное удаление препарата от поверхности конденсатора, т. е. изменение телесного угла γ -излучения ампулы с радием. Так, удаление на 1 мм дает изменение силы тока уже на 2%. Вследствие этого появляются значительные ошибки, если препараты радия не заключены в ампулы с одинаковой толщиной стенок и одинакового диаметра.

Устройство шарового γ -конденсатора видно на рис. 3. Отлитый из свинца, полый шар *A* с толщиной стенки 20 мм и наружным диаметром 240 мм, состоящий из двух полушарий, установлен на эбонитовом изоляторе *B*. В нижней части шара *A* имеются три эбонитовых изолятора *B*, через которые пропущены держатели из латуни *Г* с янтарными цилиндриками *Д*. Держатели *Г* заземлены и играют роль охраняющих колец. На янтарных изоляторах установлен второй состоящий из двух половинок шар *E* с наружным диаметром 157 мм и толщиной сте-

нок 20 мм. Внутри шара имеется алюминиевый диск Ж, в центре которого помещается измеряемая ампула с радием. Внутренний шар присоединяется к электрометру при помощи вывода И, проходящего через янтарный изолятор с охранным заземленным кольцом, помещенным в эбонитовом изоляторе. Оба шара помещены в предохраняющий латунный ящик.

На шар А подается напряжение в 600 V. Таким образом, ионизационные процессы протекают в пространстве между двумя шарами. γ -излучение ампулы, прежде чем попасть в это пространство — должно пройти слой свинца в 20 мм.

Из описанной конструкции конденсатора видно, что геометрическая форма ампулы не должна оказывать заметного влияния на величину ионизационного тока, в чем и заключается преимущество шарового конденсатора перед плоским. Установка с шаровым конденсатором изображена на рис. 4.

Конденсаторами для компенсации ионизационных токов К (см. рис. 1) служили конденсаторы фирмы Spindler und Hoyer. Эти конденсаторы поверялись в лаборатории токов высокой частоты ВНИИМ. Для измерения нормального рассеяния применялся малый цилиндрический конденсатор, для которого устанавливалась емкость порядка 80 μF . Для измерения токов от эталонов применялся большой конденсатор с пластинами, устанавливаемый на емкость порядка 3000 μF . Для измерения компенсирующего напряжения применялся вольтметр Вестона (Weston), поверенный в лаборатории постоянного тока. Напряжение, подаваемое на конденсатор K_1 , в зависимости от силы ионизационного тока, колебалось от 0,2 до 12 V. Компенсирующее напряжение подбиралось при помощи потенциометра П в 500 Ω , замыкающего батарею аккумуляторов на 19 V (см. рис. 1).

* * *

Величина ионизационного тока для нормального рассеяния и для каждого эталона несколько колебалась в зависимости, главным образом, от атмосферного давления. Нормальное рассеяние для шарового конденсатора имело колебания от $0,5 \times 10^{-13}$ до $4,0 \times 10^{-13}$ А.

Средняя величина ионизационного тока для каждого эталона помещена в табл. 5, где имеются данные для шарового и плоского конденсаторов. Ток от нормального рассеяния учитывался при всех измерениях.

Отсюда видно, что в самом худшем случае (для самого слабого эталона) нормальное рассеяние не превышало 1,5% измеряемого тока. Обыч-

Таблица 5

Наименование эталона	Ионизационный ток $\mu \times 10^{-13}$ А	
	Шаровой конденсатор	Плоский конденсатор
№ XI	2536	1601
№ X	5211	3292
ВНИИМ № 1	3396	2133
ВНИИМ № 2	980	617
ГРИ № 2466	258	158
ГРИ № 2464	5014	3113
ГРИ № 20-к	4928	3069

но же оно не превышало десятых долей процента. Так для основного эталона (№ XI) в худшем случае оно было равно 0,15%. Попутно можно отметить уже известный факт, что для γ -излучения имеет место линейная зависимость величины ионизационного тока от атмосферного давления, которая ясно видна из графиков для ионизационного тока от эталонов № XI и № I ВНИИМ (рис. 5). Внизу помещен график изменения атмосферного давления. На оси абсцисс нанесены в хроно-

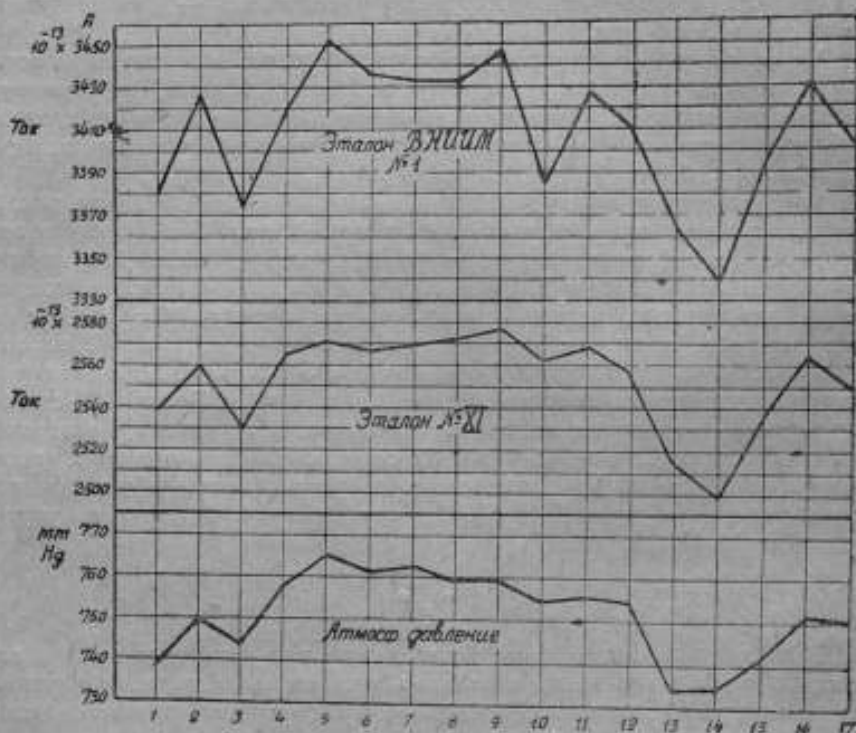


Рис. 5.

логическом порядке номера серий измерений. Отсюда можно заключить, что величина ионизационного тока находится в прямой зависимости от атмосферного давления и что это изменение происходит одинаково для всех измеряемых препаратов.

Сопоставляя величины ионизационного тока для шарового и плоского конденсаторов можно видеть, что для всех эталонов ток для плоского конденсатора представляет около 60% от тока для шарового конденсатора. В этом видно также преимущество установки с шаровым конденсатором, которая, как и следовало ожидать, обладает значительно большей чувствительностью, чем установка с плоским конденсатором.

После предварительного изучения установки с шаровым конденсатором было приступлено к сравнению эталонов. Первое сравнение производилось в декабре 1930 г.; в нем участвовали только два вторичных международных эталона № XI и № X, т. е. основной эталон радия и его копия. Эти измерения имели целью выяснить правильность соотношения между значениями эталонов. Для основного эталона принималось значение сертификата, т. е. 14,45 мз радия элемента. Измерения ионизационного тока производились в нижеследующем порядке: нормальное рассеяние, эталон № XI, эталон № X, нормальное рассеяние. Для каждого измерения бралось среднее из 10 отсчетов, причем компенсирующее напряжение подбиралось таким образом, чтобы время отсчета приближалось к 100 сек. Измерения производились двумя наблюдателями. Всего было сделано 11 измерений, результаты которых показаны в табл. 6.

Средняя квадратичная ошибка вычислялась по известной формуле:

$$\Delta = 0,6745 \pm \sqrt{\frac{\sum p^2}{n(n-1)}} = 0,03 \text{ мз.}$$

Следовательно, установленное значение для эталона № X будет

$$29,70 \pm 0,03 \text{ мз радия элемента.}$$

Это значение близко подходит к цифре сертификата и совпадает с ней в пределах погрешности измерений.

В феврале 1931 г. были произведены сравнения с основным эталоном эталонов ВНИИМ № 1 и № 2 и эталонов ГРИ № 2466, № 2464 и № 20-к. В сравнениях принимали участие три сотрудника радиологической лаборатории и один сотрудник Государственного радиевого института. Для каждого измерения делалось по 10 отсчетов. Порядок измерения ионизационных токов принимался нижеследующий: нормальное рассеяние, основной эталон, измеряемые эталоны, основной эталон, нормальное рассеяние. Для нормального рассеяния и для основного эталона брались средние значения из двух измерений. Сначала была сделана серия из 17 измерений с шаровым конденсатором. Результаты можно видеть в табл. 7. Основной эталон согласно международного сертификата принимался равным 14,45 мз радия элемента.

Таблица 6

Дата	Эталон № XI	Эталон № X
26 декабря . . .	14,45	29,67
27 " . . .	14,45	29,57
27 " . . .	14,45	29,59
28 " . . .	14,45	30,05
28 " . . .	14,45	29,78
29 " . . .	14,45	29,58
29 " . . .	14,45	29,60
29 " . . .	14,45	29,60
31 " . . .	14,45	29,71
31 " . . .	14,45	29,69
31 " . . .	14,45	29,89
Среднее значение для № X . .		29,70

Таблица 7

№ серии	Дата измерения	ВНИИМ № 1	ВНИИМ № 2	ГРИ 2465	ГРИ 2464	ГРИ 20-к
1	7 февраля	19,31	5,596	1,443	28,24	27,96
2	8 "	19,24	5,612	1,440	28,29	28,00
3	9 "	19,27	5,597	1,463	28,27	—
4	11 "	19,40	5,621	1,441	28,21	27,95
5	12 "	19,24	5,602	1,467	28,21	27,96
6	13 "	19,34	5,622	1,461	28,30	28,04
7	14 "	19,29	5,624	1,459	28,29	28,02
8	16 "	19,26	5,581	1,457	28,16	27,94
9	17 "	19,31	5,589	1,446	28,28	27,92
10	18 "	19,26	5,629	1,444	28,34	27,98
11	19 "	19,26	5,628	1,445	28,22	27,92
12	21 "	19,36	5,628	1,447	28,36	28,05
13	22 "	19,28	5,625	1,466	28,25	28,01
14	23 "	19,33	5,636	1,469	28,31	28,04
15	24 "	19,39	5,662	1,457	28,41	28,19
16	3 марта	—	—	1,451	28,41	28,17
17	4 "	19,30	5,599	1,448	28,30	27,92

Подсчитав погрешности измерений по формуле, приведенной выше, получаем найденные значения для этих эталонов (табл. 8):

Таблица 8

ВНИИМ № 1	19,30 ± 0,01
ВНИИМ № 2	5,615 ± 0,003
ГРИ № 2466	1,453 ± 0,002
ГРИ № 2464	28,28 ± 0,01
ГРИ № 20-к	28,00 ± 0,01

В марте 1931 г. было сделано по 4 измерения той же группы эталонов, к которой был присоединен эталон № X, с описанным выше плоским конденсатором типа Кюри. Препараты радия помещались в центре диска и прикрывались сверху свинцовой чашкой. Для каждого измерения бралось по 10 отсчетов. В табл. 9 помещены результаты измерения и в последнем столбце приведены для сопоставления результаты, полученные с шаровым конденсатором.

Таблица 9

Наименование эталона	Измерения				Среднее	Шаровой конденсатор
	1	2	3	4		
Эталон № X1	14,45	14,45	14,45	14,45	14,45	14,45
Эталон № X	29,70	29,70	29,69	29,68	29,69 ± 0,01	29,70
ВНИИМ № 1	19,25	19,28	19,30	19,23	19,27 ± 0,01	19,30
ВНИИМ № 2	5,568	5,540	5,567	5,551	5,556 ± 0,013	5,615
ГРИ № 2466	1,431	1,434	1,435	1,434	1,434 ± 0,002	1,453
ГРИ № 2464	28,09	28,17	28,10	28,07	28,11 ± 0,01	28,28
ГРИ № 20-к	27,69	27,81	27,71	27,73	27,73 ± 0,05	28,00

Из сопоставления результатов, полученных с шаровым и плоским конденсаторами, сразу видно, какое большое значение имеет при применении плоского конденсатора качество эталона, т. е. правильность его оформления. Результаты для всех эталонов ГРИ, имеющих предохранительные ампулы, определенно занижены, так как слой стекла предохранительной ампулы удаляет соль радия от поверхности диска. Правильно изготовленные эталоны, каковыми являются № X и ВНИИМ № 1, дали совпадения с обоими типами конденсаторов. Значительное сближение с плоским конденсатором дал также эталон ВНИИМ № 2. Это можно объяснить тем, что его значение в два слишком раза меньше значения основного эталона радия, что влечет всегда большую вероятность ошибки измерения.

После рассмотрения результатов, полученных с плоским и шаровым конденсаторами, Комитет постановил производить в дальнейшем сравнения только с шаровым конденсатором.

* * *

Второе сравнение производилось через год после первого в марте и апреле 1932 г. Измерения производились только с шаровым конденсатором. Было сделано по 17 измерений для каждого эталона тремя наблюдателями. Результаты второго сравнения приведены в табл. 10.

Таблица 10

Эталон № XI	14,45
Эталон № X	29,64 ± 0,01
ВНИИМ № 1	19,30 ± 0,01
ВНИИМ № 2	5,578 ± 0,003
ГРИ № 2466	1,449 ± 0,001
ГРИ № 2464	28,29 ± 0,01
ГРИ № 20-к	28,22 ± 0,00

Эталон ГРИ № 20-к в промежуток времени между первым и вторым сравнениями подвергся некоторым переделкам: вторая предохранительная его ампула была заменена новой, отчего получилось значительное расхождение для его значений, полученных при первом и втором измерениях. Так как этот эталон предназначался участвовать в последующих сравнениях, необходимо было пересчитать его значение, полученное при первом сравнении на новую оболочку.

Если толщина стенки старой ампулы была 1,18 мм, и толщина стенки новой 0,68 мм, то разница в 0,50 мм должна повысить γ -излучение препарата радия. Коэффициент поглощения γ -лучей радия для стекла $\mu = 0,142 \text{ см}^{-1}$. Отсюда можно вычислить по формуле:

$$q = q_0 \cdot e^{-\mu x} \quad \text{или} \quad q_0 = q \cdot e^{\mu x}$$

интенсивность γ -излучения ампулы. Если положить

$$q = 28,00 \quad \text{и} \quad x = 0,05 \text{ см,}$$

то

$$q_0 = 28,00 \times e^{0,142 \times 0,05} = 28,20 \text{ мг.}$$

Это перечисленное значение для эталона № 20-к будет приниматься во внимание в дальнейшем.

Третье сравнение производилось через 2 года после второго в июне 1934 г. Его производил с шаровым конденсатором, один наблюдатель, который сделал 16 серий измерений. Число эталонов было значительно сокращено, так как эталоны с малым содержанием радия — ВНИИМ № 2 и ГРИ № 2466 — не позволяли производить измерения с достаточной точностью. Значение их в несколько раз меньше значения основного эталона и сравнивать их имело бы смысл при посредничестве вспомогательных ампул с промежуточными значениями. На этом основании были взяты для сравнения только эталоны № 1, ВНИИМ № 1, ГРИ № 2464 и ГРИ № 20-к. Результаты их сравнений приведены в табл. 11.

Таблица 11

Эталон № XI	14,45
Эталон № X	29,54 ± 0,01
ВНИИМ № 1	19,29 ± 0,01
ГРИ № 2464	28,18 ± 0,01
ГРИ № 20-к	28,14 ± 0,01

Четвертое сравнение производилось в январе 1936 г. Измерения делались с шаровым конденсатором тремя наблюдателями. В нем принимали участие эталоны № X, ВНИИМ № 1 и ГРИ № 20-к. Эталон ГРИ № 2464 не был включен в эту серию, как очень близко приближающийся по своему значению к ГРИ № 20-к. Для каждого эталона было сделано по 19 измерений тремя наблюдателями. Результаты измерений приведены в табл. 12.

Таблица 12

Эталон № XI	14,45
Эталон № X	29,64 ± 0,01
ВНИИМ № 1	19,34 ± 0,01
ГРИ № 20-к	28,28 ± 0,02

Наконец, пятое и последнее сравнение было сделано в июне 1938 г. Участвовали в нем те же эталоны, что и в 1936 г. Всего было сделано для каждого эталона по 12 измерений тремя наблюдателями. Результаты приводятся в табл. 13.

Таблица 13

Эталон № XI	14,45
Эталон № X	29,72 ± 0,01
ВНИИМ № 1	19,37 ± 0,02
ГРИ № 20-к	28,33 ± 0,03

Итоги числа всех измерений эталонов произведенных в 1930, 1931, 1932, 1934, 1936, 1938 гг., из которых каждое состоит из 10 отсчетов, помещены в табл. 14.

Таблица 14

Эта ло ны	1930	1931	1932	1934	1936	1938	Всего
Эта ло н № XI	22	42	34	32	38	24	192
Эта ло н № X	11	4	17	16	19	12	79
ВНИИМ № 1	—	20	17	16	19	12	84
ВНИИМ № 2	—	20	17	—	—	—	37
ГРИ № 2466	—	20	17	—	—	—	38
ГРИ № 2464	—	21	17	16	—	—	54
ГРИ № 20-к	—	21	17	16	19	12	85

Результаты всех измерений приведены в сводной табл. 15. Результаты 1930 г., относящиеся к эталону X—отнесены к 1931 г., так как по существу они относятся к одной первой серии, начавшейся в конце 1930 г. и окончившейся в начале 1931 г.

Таблица 15

Год изме- рения	№ XI	№ X	ВНИИМ		ГРИ		
			№ 1	№ 2	№ 2466	№ 2464	№ 20-к
1931	14,45	29,70 ± 0,03	19,30 ± 0,01	5,615 ± 0,003	1,453 ± 0,002	28,28 ± 0,01	28,20 ± 0,01
1932	14,45	29,64 ± 0,01	19,31 ± 0,01	5,578 ± 0,003	1,449 ± 0,001	28,29 ± 0,01	28,22 ± 0,01
1934	14,45	29,54 ± 0,01	19,29 ± 0,01	—	—	28,18 ± 0,01	28,14 ± 0,01
1936	14,45	29,64 ± 0,01	19,34 ± 0,01	—	—	—	28,28 ± 0,02
1938	14,45	29,72 ± 0,01	19,37 ± 0,01	—	—	—	28,33 ± 0,03

В табл. 16 помещены средние и окончательные значения для всех эталонов.

Таблица 16

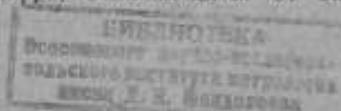
Эта ло н № XI	14,45
Эта ло н № X	29,65 ± 0,02
ВНИИМ № 1	19,32 ± 0,01
ВНИИМ № 2	5,596 ± 0,003
ГРИ № 2466	1,451 ± 0,001
ГРИ № 2464	28,25 ± 0,01
ГРИ № 20-к	28,23 ± 0,01

* *

Резюмируя все результаты измерений эталонов, можно вывести следующие заключения.

1. Окончательное установленное среднее значение для эталона № X было найдено $29,65 \pm 0,02$ мг — цифра, отличающаяся от значения

2. Исследования в области радиологии



международного сертификата на 0,3%. Имея в виду, что значение международного сертификата для эталона № X допускает погрешность в 0,2%, т. е. равно $29,74 \pm 0,05$ мкг и значение основного эталона (№ XI) также дается с погрешностью в 0,2%, то можно отметить вполне удовлетворительное совпадение результатов измерений со значением международного сертификата.

2. Рабочий эталон ВНИИМ № 1 получает значение $19,32 \pm 0,01$ мкг и на протяжении всех лет дает максимальное отклонение от средней величины всего на 0,15%. Сертификат лаборатории М. Кюри допускает погрешность в 1% т. е. значение этого эталона по данным этой лаборатории будет $19,46 \pm 0,19$ мкг. Исходя из этого, можно заключить, что результаты наших измерений вполне совпадают с результатами лаборатории М. Кюри. Но, с другой стороны, весьма солидные данные Bureau of Standards, приведенные в табл. 4, дают значения для этого эталона $19,42 \pm 0,04$ мкг, почему приходится допустить очень небольшое, правда, но, все же, расхождение в 0,05%, которое, придется объяснить, быть может, и большими расхождениями эталонов № X и № XI (США). В эталоне ВНИИМ № 1 соль радия, которая, конечно, не имеет 100-процентной концентрации, заполняет почти весь внутренний объем стеклянной ампулы. Устойчивость его значения при всех сравнениях подтверждает вышеприведенное соображение о том, что при изготовлении эталонов радия не следует добиваться высокой концентрации соли радия, так как значение эталона принимается не по содержанию в нем радия, но по интенсивности его γ -излучения, выраженного эквивалентом радия элемента. Малое количество соли, не заполняющее внутреннего объема ампулы, легко в ней перемещается, вследствие чего изменяется толщина слоя и, следовательно, изменяется поглощение самим веществом, что сказывается на величине ионизационного тока. Эталон ВНИИМ № 2, оформленный совершенно так же как и № 1, но содержащий почти втрое меньше радия, дает вследствие этого значительные отклонения от среднего значения и от цифры сертификата М. Кюри.

3. Сравнения эталонов, значение которых в несколько раз отличается от значения основного эталона, по вполне понятным причинам не могут быть произведены с желаемой точностью, если в этих сравнениях не принимали участие ампулы с промежуточными значениями: ампула ГРИ № 2466 в 10 раз слабее основного эталона, почему нельзя иметь полной уверенности в ее найденном значении $1,451 \pm 0,001$ мкг, которое отличается от германских измерений ($1,473 \pm 0,022$ мкг) как раз на 1,5%.

4. Найденные значения остальных двух эталонов Государственного радиологического института ГРИ № 2464 и ГРИ № 20-к, для которых германские измерения дают цифры 28,6 и 28,0 мкг радия элемента с точностью до 1,5%, оказались очень близкими друг к другу: для первого — $28,25 \pm 0,010$ и для второго $28,23 \pm 0,018$. Повышение значения ГРИ № 20-к произошло, как было сказано выше, за счет уменьшения толщины стенки предохранительной ампулы. Результаты наших измерений показывают, что ГРИ № 2464 расходится с германской цифрой на 1,25% и ГРИ № 20-к полностью совпадает.

В работах по сравнению эталонов принимали участие в качестве наблюдателей сотрудники радиологической лаборатории И. П. Ланге, Е. Н. Гаврилова, П. В. Жидолович, А. Н. Пылков, М. М. Соколов и сотрудник ГРИ Эвхельбергер.

ЛИТЕРАТУРА

1. M-me Curie. Les mesures en radioactivite et l'etalon de radium. J. de Phys. Octobre 1912 p. 795.
- O. Hahn, St. Meyer und Ev. Schweidler. Phys. Z. 13, 524, 1912.
- R. Whytlaw-Gray and W. Ramsay. Proc. Roy. Soc. (A), 86, 270, 1912.
- W. Marckwald. Phys. Z. 13, 732, 1912.
- O. Hönigschmidt. Wien. Ber. 121, 1973, 1912.
- E. Haschek und O. Hönigschmidt. Wien. Ber. 121, 2119, 1912.
- St. Meyer und Hess. Wien. Ber. 121, 603, 1912.
- E. Rutherford und H. Robinson. Wien. Ber. 121, 1491, 1912.
2. St. Meyer und Schweidler. Radioaktivität, 1927, s. 274.
3. Report of the International Radium-Standards Commission. Rev. mod. phys. 3, 427, 1931.

А. Н. ПЫЛКОВ

ОПЫТЫ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВОГО ПРЕПАРАТА ЗЕЛЕННОЙ ОКИСИ УРАНА, УКРЕПЛЕННОГО НА МЕТАЛЛИЧЕСКОМ ДИСКЕ

Обычно употребляемые для измерения радиоактивности руд урановые насыпные препараты чрезвычайно неудобны в условиях экспедиции вследствие того, что слой зеленой окиси урана U_3O_8 не закреплен в углублении диска и потому его поверхность легко может быть изменена, отчего, конечно, совершенно меняются и условия измерения. Такие препараты изготавливаются просто насыпанием в углубление диска окиси урана и разравниванием ее с помощью шпателя, или измельченная и просеянная зеленая окись урана взмучивается с какой-нибудь легко испаряющейся жидкостью, не действующей химически на урановую окись, всего лучше с хлороформом ($CHCl_3$ с температурой кипения 61°), затем выливается в углубление диска и предоставляется естественному испарению при температуре лаборатории в тяге. В этом случае образуется безукоризненно ровный слой урана и полученный препарат употребляется для измерения радиоактивности, но и он, конечно, непрочен.

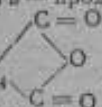
Для экспедиционных надобностей измельченная окись урана закреплялась на диске с помощью так называемого цапонового лака, т. е. раствора целлулоида в смеси органических растворителей. Обыкновенно для этой цели употреблялась смесь ацетона $(CH_3)_2CO$, амил-ацетата $C_5H_{11}O \cdot CO \cdot CH_3$ и этилацетата $C_2H_5O \cdot CO \cdot CH_3$. Лак наливался в углубление диска и запудривался сверху зеленой окисью урана, просеиваемой через сито. После высыхания лака частицы урана достаточно прочно связывались с поверхностью диска.

Таким образом, кроме одного органического закрепителя — целлулоида, другие вещества не были испробованы.

Настоящая работа была предпринята с целью испытать возможность закрепления слоя урана неорганическими закрепителями, именно глазуриями и органическими — коллодием, целлулоидом и глипталем¹.

Первым опытом было закрепление урановой окиси с помощью какой-нибудь глазури или эмали. С этой целью были рассмотрены

¹ Глипталь — продукт уплотнения глицерина $C_3H_5(OH)_3$ с фталевым

ангидридом C_6H_4  обладает свойством при нагревании до 200° стабилизироваться, т. е. становится нерастворимым.

различные сорта керамических смесей, чтобы подыскать наиболее подходящее вещество для закрепления. При изучении этих вопросов практически пришлось остановиться на наиболее легкоплавкой свинцовой глазури. Такая глазурь была изготовлена из 16,26% прокаленной буры ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), 63,41% — массикота (окись свинца PbO) и 20,33% отмученной чистой кремнекислоты (SiO_2).

Перед употреблением все составные части, тщательно измельченные и просеянные, хорошо перемешивались, углубление латунного диска очищалось от радиоактивных загрязнений погружением в HNO_3 , отмывкой водой и просушкой, заполнялось упомянутой смесью, после чего смесь сплавлялась в электрическом муфеле при 350° в стекловидную глазурь. Испытание прочности показало, что слой окиси урана закреплялся весьма неравномерно, при плавлении глазури с окисью урана образовывались силикаты урана, совершенно изменявшие химический состав зеленой окиси урана U_3O_8 . Сам латунный диск при повторном нагревании и, затем, при остывании глазури коробился, образуя обычно выпуклость в средней части, а глазурь приобретала вредные внутренние напряжения, отчего прочность ее становилась сомнительной, поглощение излучений урана было относительно очень велико и латунь диска сильно окислялась. Опыты смешения окиси урана с самым порошком глазури сплавления оказались совершенно не удачны, наиболее практичным было просеивание порошка урановой окиси на застывшую глазурь, нагревание после этого диска в электрическом муфеле до приплавления к поверхности слоя U_3O_8 и, по остывании, стряхивание избытка. В этом случае получался довольно ровный слой. Измерение активности эмалевых препаратов показало, что поглощение излучений глазурью велико и в этом случае получаемый ток составляет лишь 40% тока, получаемого от 100% насыпного образцового препарата.

Испытание стойкости образцового препарата путем сильного сотрясения совершенно разрушало его, при чем в препарате получались трещины и затем, в силу внутренних напряжений, начиналось отскакивание частиц эмали.

Из органических закрепителей был испытан 4-процентный коллодий (раствор коллоксилина в смеси спирта и эфира), разбавленный, ввиду его значительной вязкости, ацетоном в пропорции 1:1. Разбавленный коллодий наливался в углубление латунного диска, запудривался окисью урана и подвергался высушиванию при обыкновенной температуре. Полученный препарат был подвергнут измерениям активности, причем оказалось, что он давал ионизационный ток 97% от тока насыпного 100-процентного образцового препарата.

Испытание стойкости коллодионного препарата к повреждениям было произведено в тех же условиях, в каких испытывался урановый препарат с закрепителем из глазури, причем оказалось, что пленка коллодия с ураном отскакивала от латунного диска.

Вследствие этого было решено обратиться к целлулоидным препаратам, попутно испытывая: 1) степень поглощения излучений урана в зависимости от концентрации целлулоида в урановом слое препарата, 2) стойкость к ударам и повреждениям при различных концентрациях целлулоида в препаратах.

Эти испытания прочности производились в условиях обычной почтовой пересылки препаратов. Упакованные препараты были посланы в отдаленную местность, без указания о мерах предосторожности при пересылке, и оттуда были возвращены, без вскрытия, в Институт.

Для определения, какая концентрация целлулоида в препарате является достаточной для укрепления его на латунном диске, были изготовлены растворы целлулоида¹ в ацетоне, исходя из наиболее концент-

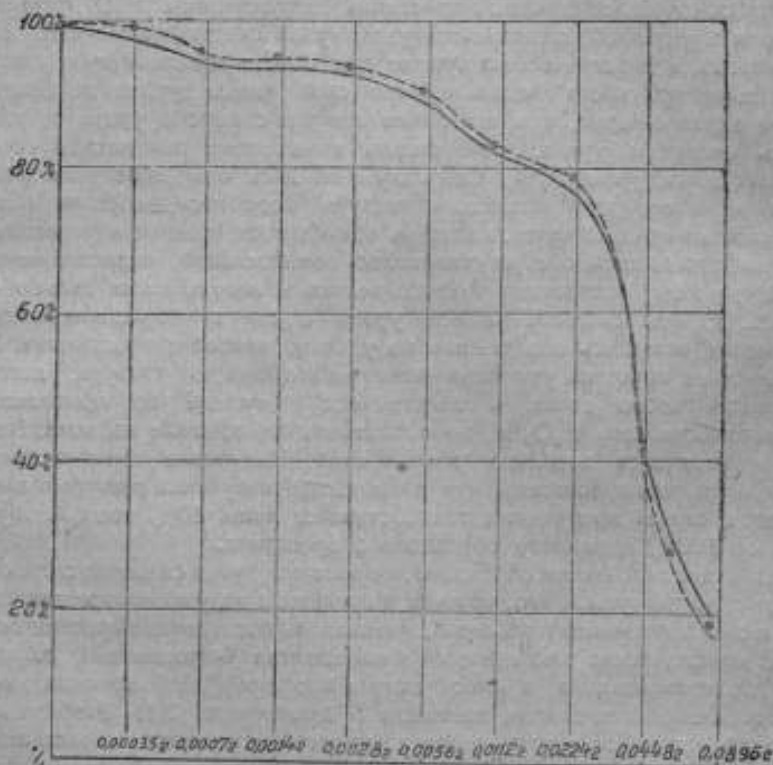


Рис. 1.

Сплошная линия — общий эффект излучения, пунктир — чистое альфа-излучение.

рированного к менее концентрированному, путем последовательного разбавления основного 12,8% раствора чистым свежеперегнанным ацетоном.

Таким образом было получено 9 растворов следующих концентраций: № 1 — 0,05% целлулоида, № 2 — 0,1%, № 3 — 0,2%, № 4 — 0,4%, № 5 — 0,8%, № 6 — 1,6%, № 7 — 3,2%, № 8 — 6,4%, № 9 — 12,8%.

¹ Целлулоид был взят для опытов чистый, употребляемый для киноленток, плотностью 1,55.

Для изготовления закрепленного уранового препарата сначала было взято минимальное количество просеянной окиси урана U_3O_8 , потребное для образования альфа-насыщенного слоя (считается достаточным 20 мг/см^2). Ввиду того, что поверхность углубления диска S имела радиус $r = 2 \text{ см}$, то на каждый диск надо было нанести круглым числом $0,3 \text{ г } U_3O_8$, но, так как при малых концентрациях целлулоида в закрепителе, пленка целлулоида, высыхая, стягивала в некоторых местах диска частицы окиси урана, оставляя, таким образом, заметные глазом непокрытые места, то количество окиси урана было увеличено до $0,5 \text{ г}$.

Вместе с этим был определен и минимальный объем целлулоидного лака для образования смеси с окисью урана. Опыты в этом направлении показали, что для образования смеси с окисью урана достаточно всего $0,7 \text{ мл}$ (миллилитра) лака. Отвешенное количество окиси урана (каждый раз $0,5 \text{ г}$) располагалось в углублении диска, заливалось $0,7 \text{ мл}$ лака, смешивалось с ним тонкой стеклянной палочкой и тщательно разравнивалось по диску. Для окончательного выравнивания поверхности окиси урана сверху наливалось небольшое количество ацетона и, до испарения, диском наносились легкие удары плашмя об стол. После этого, через $10 - 15 \text{ мин.}$ по высыхании лака, слой урановой окиси был зафиксирован целлулоидом.

Испытание поглощения излучений урана в зависимости от содержания целлулоида в препаратах представлено на рис. 1.

Так как объем лака, выливаемого на диск, каждый раз был одинаков, то из процентного содержания в нем целлулоида легко можно было вычислить абсолютную массу целлулоида в каждом из препаратов:

Таблица 1

Содержание целлулоида в выливаемом на диск лаке в %	Масса целлулоида в препарате в граммах
0,05	0,0035
0,1	0,007
0,2	0,014
0,4	0,028
0,8	0,056
1,6	0,112
3,2	0,224
6,4	0,448
12,8	0,896

Для испытания на прочность к ударам, диски, после определения поглощения, были подвергнуты легкому поколачиванию об стол. Оказалось, что в препаратах с концентрацией целлулоида $0,05\%$, $0,1\%$, $0,2\%$, $0,4\%$ частицы окиси урана пристаю к пальцам, а в препарате $0,8\%$ — отпадают при поколачивании кусочками. Препараты с концентрацией целлулоида $6,4\%$ и $12,8\%$, помимо большого поглощения излу-

чений, отстают от диска, так как видимая в них на глаз пленка целлулоида стягивает урановый слой при высыхании с краев углубления. Наиболее совершенными в смысле закрепления, а также минимума поглощения излучений урана, оказались лишь препараты с концентрацией целлулоида 1,6% и 3,2%, так как они обладали надлежащей прочностью, почему из целлулоидных препаратов только они одни и были отправлены по почте.

Наконец, в качестве закрепителя был испытан глиптал. Свежеприготовленный глиптал хорошо растворяется в смеси равных объемов

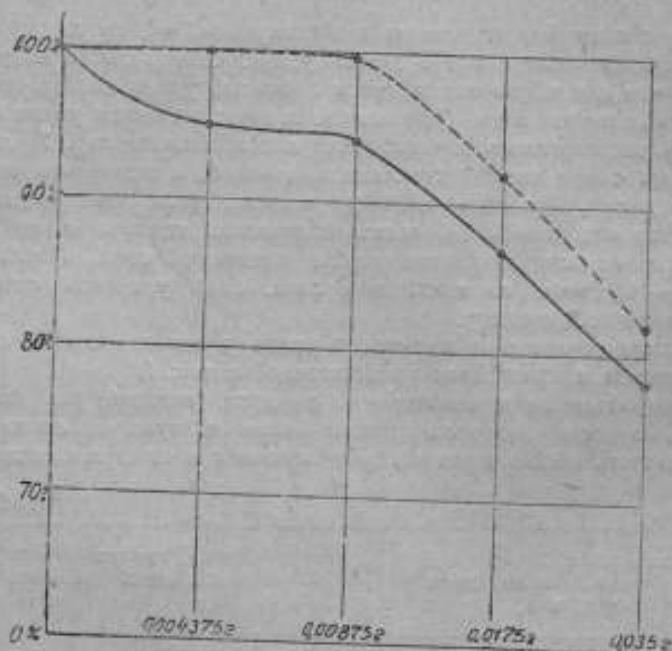


Рис. 2.

этилового спирта C_2H_5OH , ацетона $(CH_3)_2CO$ и бензола C_6H_6 . Поэтому был приготовлен из смеси этих растворителей 10-процентный глипталевый лак № 1, из которого разбавлением были получены растворы:

№ 2 — с 5% глиптала, № 3 — с 2,5%, № 4 — с 1,25% и № 5 — с 0,625% глиптала.

Изготовление глипталевых препаратов было проведено в совершенно одинаковых условиях с предыдущими, т. е. для образования альфа-насыщенного слоя урана было взято 0,5 г урановой окиси на каждый препарат и фиксировано на диске 0,7 мл глипталевого лака упомянутых концентраций. Массы глиптала в каждом препарате были следующие:

Таблица 2

Содержания глипталла в выливаемом на диск лаке, в %	Масса глипталла в препарате, в граммах
0,625	0,004375
1,250	0,00875
2,50	0,0175
5,0	0,035

Активность препаратов была измерена для определения поглощения излучений урана в зависимости от процентного содержания глипталла. Уменьшение ионизационного тока в процентах от тока нормального уранового образцового препарата в зависимости от увеличения концентрации глипталла в препаратах до стабилизации представлена на рис. 2 сплошной линией.

После этого все препараты были стабилизированы нагреванием в течение 8 час. при температуре 180° в открытом электрическом муфеле.

Стабилизированный глипталл отличается прекрасными связывающими свойствами, вследствие чего чрезвычайно пригоден для фиксации урановой окиси на металлических дисках.

Но, кроме того, наблюдалось и весьма интересное явление, которое мы воспроизвели два раза подряд: препараты стабилизированные дали значительное увеличение тока, что показано на рис. 2 пунктирной линией. Причина этого явления, по видимому, лежит в полимеризации молекул глипталла, т. е. в уменьшении количества молекул, действующих на излучения урана поглощающим образом.

Все глипталевые препараты выдержали испытание на механические повреждения при поколачивании в перевернутом состоянии о стол.

После этого, для окончательного испытания 2 целлулоидных и 4 глипталевых препарата были запакованы в ящик и отправлены посылкой в г. Свердловск, почта в который идет не менее 6 суток. Никаких предупреждений об осторожности обращения с посылкой не было сделано. При заколачивании гвоздями ящик был подвергнут основательным ударам молотка. Посланный в Свердловск 13 декабря 1937 г. он был получен обратно 29 декабря того же года. По распечатании посылки все посланные препараты оказались в полной исправности, активности в пределах точности измерений дали те же самые кривые поглощения, что приведены на рис. 1 и 2.

В заключение можно констатировать, что из всех опытов закрепления уранового слоя на металлических дисках способ закрепления глипталем с последующей затем стабилизацией является самым надежным при изготовлении урановых препаратов для экспедиционных целей.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РАДИЯ И МЕЗОТОРИЯ В УХТИНСКИХ КОНЦЕНТРАТАХ ИМПУЛЬСНЫМ МЕТОДОМ

Особенностью радиевых препаратов, изготовленных из материалов, разрабатываемых в настоящее время в СССР ухтинских месторождений радия, является богатство их содержанием мезотория.

Это ставит задачу создания смешанного эталона радия-мезотория, в отличие от имеющихся эталонов чистого радия. Существенным поэтому является, прежде всего, изучение вопроса о том, как общая γ -активность препарата распределяется между радием и мезоторием.

С целью получения первого ответа на этот вопрос был взят изготовленный химическим отделением Радиологической лаборатории ВНИИМ из ухтинских минералов концентрат № 114 в виде сульфата бария с радием и мезоторием. Идея опыта состояла в том, чтобы получить сначала препарат, обладающий γ -активностью, обязанной лишь мезоторию (для чего эманацию радия необходимо удалить), чтобы затем по нарастанию γ -активности, по мере накопления эманации радия, можно было судить о соотношении между γ -активностями радия и мезотория.

Так как эманация радия легче удаляется из хлоридов радия, то имеющийся сульфат переводился в хлорид, который кристаллизовался на паровой бане и там же тщательно просушивался для удаления гигроскопической воды. Для окончательного удаления эманации из препарата, последний прогревался в печи до температуры выше 900° в течение нескольких часов. Согласно данным Коловрат-Червинского [1] это гарантирует отсутствие эманации. Из полученного порошка было взято 2,162 г, которые запаивались в стеклянную ампулу длиной в 40 мм и диаметром в 5 мм.

Измерения производились на γ -счетчике Гейгера-Мюллера [2] и [3], изготовленном из красной меди со стенками толщиной в 0,5 мм, диаметром в 18 мм и длиной в 55 мм. Импульсы с нити счетчика подавались на усилительную схему и затем регистрировались при помощи электромагнитного реле с нумератором. Во время измерений поддерживалось напряжение около 1650 В, подаваемое батареями аккумуляторов. Давление в счетчике во время работы было 7,5 см ртутного столба. Для уменьшения фона счетчик помещался внутри свинцового цилиндра со стенками толщиной в 60 мм, в который параллельно счетчику на фиксированном расстоянии от него помещалась также исследуемая ампула. Для устранения действия β -частиц (прямых и вторичных) на счетчик надевался футляр из свинца толщиной в 6 мм. Расположение деталей показано на рис. 1.

Порядок измерений был таков. Сначала, в течение 40 мин. измерялись спонтанные отбросы счетчика. Затем, тоже 40 мин., измерялся эффект от исследуемой ампулы. Наконец, каждый раз в течение 40 минут производились контрольные измерения с источником постоянной интенсивности, установленном на таком расстоянии, чтобы число импульсов на счетчике было по порядку величины сравнимо с числом импульсов от измеряемой ампулы. Контрольный источник представлял ампулу в 1 мг эквивалент радия и располагался вне свинцового цилиндра на расстоянии 17 см от него, внутри закрытой свинцовой коробки со стенками толщиной в 2 см. Число импульсов от исследуемой ампулы (за вычетом фона счетчика) всегда относилось к числу импульсов (без фона) от контрольного источника. При таком относительном способе измерений устранялось влияние на результаты измерений возможных случайных изменений режима работы счетчика (например давления в счетчике и т. д.). Таким образом, интенсивность вычислялась по следующей формуле:

$$j = \frac{N - n}{K - n}$$

где N — число импульсов на эффекте за 40 мин.,

n — число спонтанных импульсов за 40 мин.,

K — число импульсов с контрольной ампулой за 40 мин.

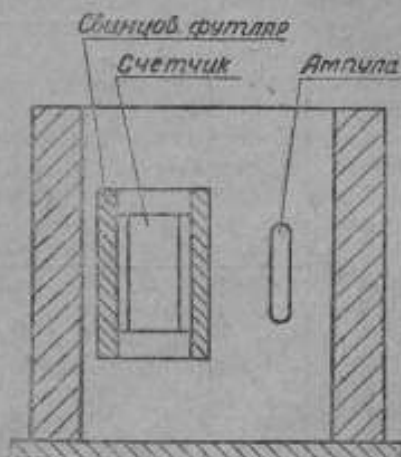


Рис. 1.

Изменение определенной таким способом интенсивности характеризуется следующими данными:

По этим числам построена кривая нарастания интенсивности γ -излучения препарата (рис. 2): по оси абсцисс отложено время, по оси ординат — интенсивность.

Первая точка кривой получена через $1\frac{1}{2}$ часа после конца прокаливания

препарата, когда эманация могла накопиться в самых малых количествах. Начальную активность препарата (при отсутствии эманации) можно получить экстраполированием кривой вниз, до значения абсциссы, соответствующего моменту конца прокаливания (21 ч. 45 м., 10 декабря 1938 г.).

Эту активность мы можем целиком отнести за счет излучения продуктов распада мезотория. В самом деле, открытое в 1914 г. Ресселем и Чадвиком [4] γ -излучение самого радия содержит три компоненты

с массовыми коэффициентами поглощения $\left(\frac{\mu}{d}\right)$ в алюминии равными 130, 6 и 0,1 соответственно. Общая интенсивность этого излучения по данным авторов, после прохождения 1 мм алюминия не превышает 1—1,5% от интенсивности γ -излучения продуктов распада радия ($RaB + RaC$), находящихся с ним в равновесии. Две мягкие компоненты после прохождения 6 мм свинца, окружающего счетчик, конечно, не

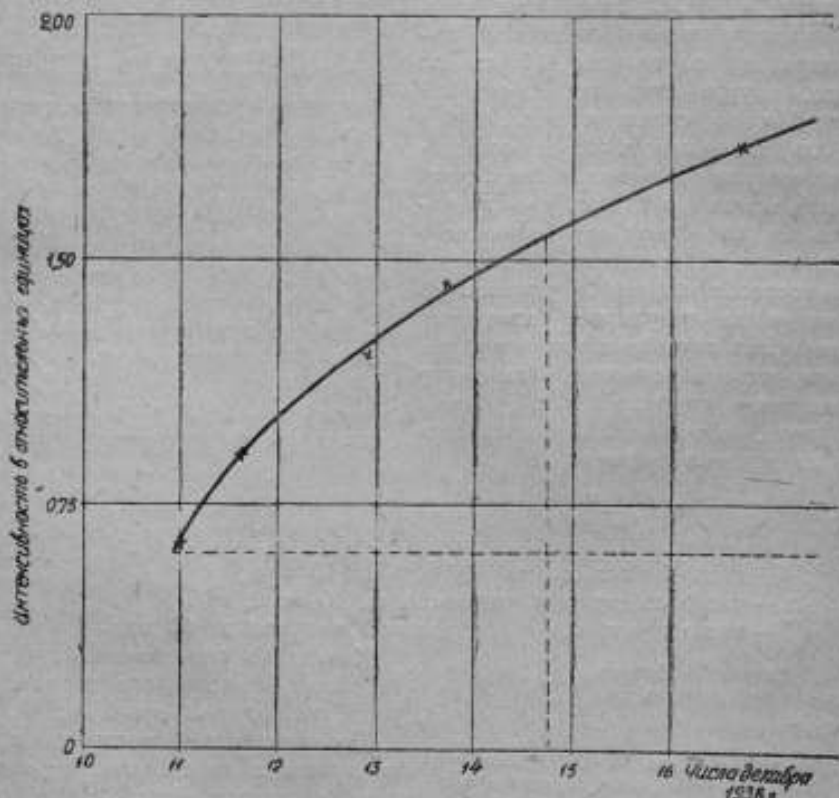


Рис. 2.

дадут никакого эффекта. Что касается жесткой компоненты, то, сравнивая ее массовый коэффициент поглощения в алюминии с таковым же для наиболее активной компоненты γ -излучения RaC , для которого $\frac{\mu}{d} = 0,047$, видим, что после прохождения 6 мм свинца, окружающего счетчик, соотношение между интенсивностями обеих компонент изменится в сторону еще большего уменьшения удельного веса излучения радия. Учти еще поглощение мягких компонент радия и, приняв во внимание, что в излучении ($RaB + RaC$) большая доля активности

падает на жесткую часть излучения,¹ приходим к выводу, что интенсивность излучения радия после прохождения 6 мм свинца будет составлять не больше нескольких десятых долей процента от излучения (RaB + RaC).

На нашем графике ордината, соответствующая начальной активности препарата, которую мы, таким образом, целиком относим за счет γ -излучения продуктов распада мезотория, отсекается пунктирной прямой. Через 3,82 суток после конца прокаливания γ -активность, обязанная γ -излучающим продуктам распада радия (RaB + RaC) должна достичь половины максимального значения. Поэтому нет необходимости ждать нарастания активности препарата до максимальной величины. Помножив на 2 часть ординаты над пунктирной прямой в точке, соответствующей абсциссе 3,82 суток, получаем окончательную активность продуктов радиевого ряда. Сравнивая ее со значением начальной активности, видим, что 78% активности препарата приходится на продукты радиевого ряда и 22% на продукты распада мезотория. Если учесть, что период полураспада мезотория равен 6,7 лет и что применявшийся в данных измерениях препарат был изготовлен пять лет назад, получим, что интенсивность излучения мезотория упала за это время на 40,2%. Вследствие этого, окончательное соотношение между γ -эквивалентами радия и мезотория в ухтинских концентратах будет 36,8% для мезотория и 63,2% для радия.

Эти числа вполне согласуются с данными Государственного радиевого института, полученными другими методами.

ЛИТЕРАТУРА

- 1) Л. С. Коловрат-Червинский. О выделении эманации из твердых или расплавленных солей, содержащих радий. Труды радиевой экспедиции Академии наук. 1918.
- 2) H. Geiger und W. Müller. Phys. Zs. 29, 839, 1928, № 22.
- 3) H. Geiger und W. Müller. Phys. Zs. 30, 489, 1929, № 16.
- 4) A. S. Russel und I. Chadwick. Phil. Mag. (6) 27, 112, 1914.
- 5) Moseley and Robinson. Phil. Mag. 28, 327, 1914.
- 6) Skobelz in. Zeit. f. Phys. 43, 354, 1927.

¹ Массовые коэффициенты поглощения $\left(\frac{\mu}{d}\right)$ в алюминии для γ -лучей RaB суть: 85, 15 и 0,21; для γ -лучей RaB — 0,085 и 0,047. Согласно данным Мозелея и Робинсона [5], отношение энергии γ -лучей RaB к энергии γ -лучей RaC равно 0,075. Согласно данным Скобелевича, это отношение равно 0,15.

Э. Е. БЕРЛОВИЧ

ОПЫТ ПОЛУЧЕНИЯ ТОЛСТЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОЕВ БЕРИЛЛИЯ

Введение

Целью настоящей работы являлось получение сравнительно толстых (до нескольких микрон) металлических слоев бериллия, необходимых для исследования свойств нейтронов, возникающих при бомбардировке этого элемента. Указание на возможность получения таких слоев имеется в работе Чэдвика [1].

Особенности бериллия, влекущие за собой большие затруднения при выполнении указанной задачи, состоят, во-первых, в сильной окислительности и, во-вторых, в чрезвычайной исподатливости к механической обработке. Попытки получения таких слоев химическим путем не увенчались успехом. К отрицательным результатам привели также опыты с катодным распылением при имевшихся в нашем распоряжении высоких напряжениях до 2000 В. На большую техническую сложность электролиза бериллия имеются указания в литературе, например, в Трудях Сименс-Концерна [2].

Описание прибора

После ряда предварительных исследований мы остановились на методе возгонки в вакууме. С этой целью был сконструирован прибор, схематически изображенный на рис. 1.

Стекло́нная колба *A* имела горловину *B*, оканчивающуюся шлифом *C*. К муфте шлифа снизу подходят две трубки *D* для ввода электродов *E*. Между электродами на латунных гайках (снабженных шайбами) укреплялась лодочка *F* из тугоплавкого металла (тантал, молибден), в которую помещался кусочек кристаллического бериллия. Лодочка накалялась током порядка 100—150А от низковольтного трансформатора, в первичную обмотку которого включен реостат. В наших опытах бериллий конденсировался на

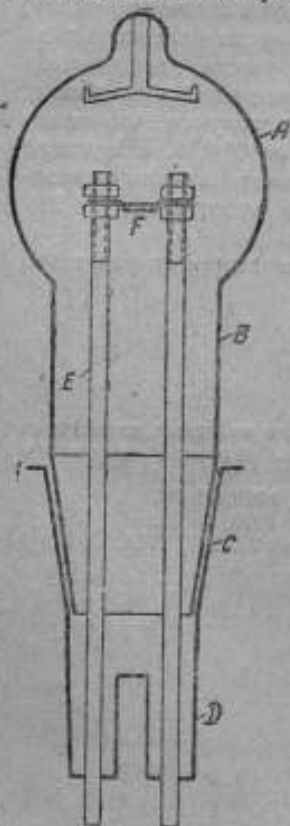


Рис. 1.

латунных дисках диаметром в 6—8 мм и толщиной в 0,5—1 мм, укреплявшихся над лодочкой на расстоянии 70—80 мм. Диаметр колбы—180 мм, диаметр шлифа—60 мм.

В первых конструкциях электроды крепились в стекле пидеином, вследствие чего охлаждались изнутри проточной водой. Устройство их ясно из рис. 2. Вода поступала снизу в трубку (А) и поднималась между стенками двух коаксиально расположенных вертикальных медных трубок (В и С), после чего по внутренней трубке возвращалась из прибора. Верхняя часть электрода представляла медный стержень.

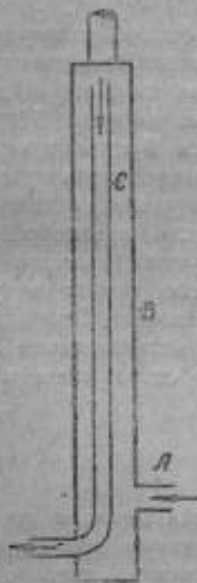


Рис. 2.

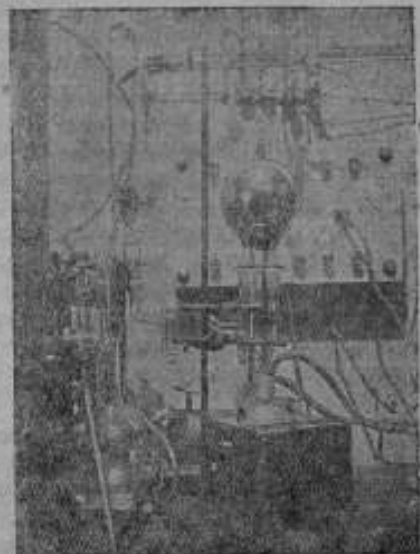


Рис. 2.

диаметром в 8 мм. В дальнейшем электроды делались в виде молибденовых стержней, диаметром в 8 мм, которые на газовом пламени в струе кислорода вваривались в стекло. Общий вид установки дан на фотографии (рис. 3).

Тонкие слои

Тонкие слои (до десятых долей микрона) можно было получить сравнительно просто. Латунные диски перед помещением в прибор полировались мелкими сортами наждака и обезжиривались эфиром или алкоголем. Прибор откачивался при помощи двух насосов Лангмюра до давления порядка 10^{-5} мм ртутного столба. Ртутные пары неизменно вымораживались при помощи ловушки с жидким воздухом. Перед возгонкой, обычно при помощи контрольного опыта, устанавли-

валось, что металл лодочки не возгоняется при применявшихся температурах. Для этого лодочка в отсутствии бериллия прокаливалась до ослепительно-белого каления в течение 5—10 мин.: стекло колбы оставалось совершенно прозрачным.

Возгонка велась кратковременным нагреванием лодочки с бериллием до температуры 1100—1200° — несколько ниже температуры плавления бериллия (1280°)

Бериллий начинает возгоняться значительно ниже точки плавления, и выгоднее вести возгонку, не доводя его температуры до этой точки: во время плавления процесс испарения идет слишком бурно, бериллий часто вылетает целыми кусочками, латунный диск быстро разогревается и слой получается шероховатым, легко осыпающимся. Вследствие сильной окисляемости бериллия, необходимо следить за тем, чтобы давление в приборе не повышалось. Уже при давлениях порядка 10^{-4} мм ртутного столба получить хороший слой не удается. В целях предосторожности, перед началом возгонки лодочка с бериллием разогревалась до 600—700°C в течение 10—15 мин. для удаления газов из вещества лодочки. Процесс возгонки выгоднее вести кратковременно, чтобы диск не успевал разогреваться. Если требуемая толщина слоя невелика (менее десятой доли микрона), то его можно получить однократным мгновенным нагреванием до точки плавления. При удачном ведении процесса можно получить зеркальные металлические слои настолько прочные, что удалить их можно только сдиранием при помощи металлического острья.

Толстые слои

Гораздо труднее получить толстые слои (порядка целых микронов). В этом случае приходится вести процесс многократным накалыванием лодочки. При этом нагревание до плавления совершенно недопустимо. Лучше повторить процесс большее число раз, но нагревать не сильно. Отдельные нагревы приходится производить через определенные интервалы времени, чтобы не дать диску разогреться.

Обычно порядок работы при получении толстых слоев был таков. После откачки интенсиным нагреванием бериллий вплавлялся в лодочку (конечно, при отсутствии латунных дисков, так как невплавленный бериллий прогревается медленно, процесс сильно затягивается и диски могут нагреться). Затем, после остывания металла, при помощи трехходового крана, отделяющего откачивающую систему от колбы, последняя сообщалась с атмосферой и, на специальных стеклянных крючках внутри колбы подвешивались проволочки, держащие в нужном положении диски. После вторичной откачки лодочки прогревались (при 600—700°) для обезгаживания. Затем, после установления предельного вакуума, контролируемого манометром Мак-Леода производилось нагревание до хорошей возгонки (но ниже плавления) в течение 10 сек., далее следовал перерыв на 30—40 сек., после чего снова нагревание в течение 10 сек. и т. д. Процесс, конечно, затягивался. Однако, таким способом нам удавалось получить хорошие слои толщиной до

5 микрон, что значительно превышало наши потребности. Для ускорения процесса необходимо, очевидно, специальное охлаждение дисков, на которых конденсируется бериллий. Однако, это удобно, лишь, при больших размерах покрываемых пластин.

Однородность получаемых слоев определяется величиной испаряющейся поверхности и (для плоских дисков) телесным углом, под которым видна пластина из лодочки. При наших условиях (пластина диаметром до 6—8 мм на расстоянии 70—80 мм от лодки) однородность в центре пластины и на краю не может отличаться больше, чем на 0,1%. При необходимости получить однородные слои больших размеров покрываемую поверхность можно делать сферической. Толщина слоя определялась в наших опытах взвешиванием. Так как навеска бериллия в этих случаях невелика (порядка десятых долей миллиграмма), то обычные аналитические весы не могут дать сколько нибудь точного представления о толщине слоя (особенно при толщинах менее одного—двух микрон). Взвешивание производилось на весах лаборатории мер массы ВНИИМ дающих точность до сотых долей миллиграмма.

ЛИТЕРАТУРА

- 1) Chadwick. Proc. Roy. Soc. 142, 1, 1933.
- 2) Wissenschaftliche Veröffentlichungen aus dem Siemens-Konzern, VIII Band, 1929.

М. М. СОКОЛОВ

О КАТОДНОМ РАСПЫЛЕНИИ U_2O_5

Практика работы с зеленой окисью урана показала, что важно научиться получать достаточно механически прочные слои этого окисла. Это необходимо, с одной стороны, для использования радиоактивных свойств урана (урановые препараты), а с другой — для использования фотоэлектрических свойств (урановые фотоэлементы).

Для получения препаратов урана, обычно, насыпают порошок окислов урана на металлическую поверхность, уплотняя при помощи хлороформа или связывая с поверхностью различными лаками.

Первый способ не дает гарантии в отношении постоянства количества порошка из-за потери механическим путем (встряска, дуновение и др.). Второй способ изготовления, если даст надежность в неизменности количества порошка, то появляются недостатки другого рода — поглощение α -частиц в слое лака. Оба эти способа получения слоев окислов урана пригодны в некоторой степени для изготовления препаратов, работающих в обычных условиях атмосферного воздуха, но совсем непригодны в условиях вакуума.

Рентшлер (Rentschler) [1] впервые предложивший урановый фотоэлемент, а также и другие авторы, исследовавшие фотоэффект урановых слоев, не дают методов их изготовления, хотя и указывают на интерес получения этих слоев. Особенностью уранового фотоэлемента является то, что он обладает наибольшей чувствительностью к ультрафиолетовым лучам в достаточно широком интервале (3200 — 2800 Å) по сравнению с другими фотоэлементами. При изготовлении урановых слоев, естественно, возникает вопрос — нельзя ли изготовить урановый слой при помощи катодного распыления?

Если по катодному распылению чистых металлов имеется обширная литература, то по распылению металлических окислов опыт совсем незначителен.

В работе Куэк и Бревэр (Kueck a. Brewer) [2] имеются некоторые указания на трудность распыления Ве и Al в связи с наличием окислов на поверхности этих металлов.

Гюнтершульце и Бетц (Güntherschulze und Betz) [3] опубликовали работу по катодному распылению MgO , в которой указывают на особенности распыления этого окисла по сравнению с чистыми металлами, причем не только качественно, но и количественно. По катодному распылению окислов урана в литературе указаний вообще нет.

Окислы урана представляют собой порошкообразное вещество, поэтому укреплять его на катоде нужно каким-то специальным образом. Первые опыты по установлению, распыляются ли окислы урана, произ-

водились в разрядной трубке со шлифом. Анодом служила алюминиевая пластинка диаметром 2,5 см и катодом — алюминиевая или танталовая чашечка с окислом урана.

В качестве окисла применялась только стойкая урановая окись — U_2O_5 .

Распыление производилось в атмосфере водорода при давлении порядка 10^{-3} мм Hg при 2000 В. При длительных выключениях убыль в весе катода доходила до 20 мг.

Для химического анализа тампоном, смоченным азотной кислотой, бралась проба со слоев образованных на внутренней поверхности разрядной трубки. Проба испытывалась на уран обычным способом с помощью желтой кровяной соли. Реакция показала присутствие урана.

Затем были получены слои на поверхностях различных материалов (медь, никель, стекло, бумага).

Исследование этих слоев на уран производилось путем измерения активности их по α -частицам.

Несмотря на весьма слабую активность тонких слоев окиси урана, препараты показали вполне отчетливое наличие радиоактивности.

Таким образом тремя совершенно не связанными между собой методами (убыль в весе катода, химическая реакция на уран и измерение активности по α -лучам) было установлено, что полученные катодным распылением окиси урана слои содержат уран.

В дальнейшем распыление производилось в разрядной трубке, улучшенной конструкции показанной на рис. 1. Круглая колба — диаметром 5,5 см шлифом сообщалась с вакуумной системой, дающей разрежение до 10^{-6} мм Hg. Внутренняя поверхность колбы, посеребренная химическим путем, являлась анодом и в то же время служила приемной поверхностью для распыленного урана. Для подвода тока к аноду, через стекло была выведена платиновая проволочка. В центре колбы на миллиметровой, молибденовой проволоке помещался шарообразный катод. Эта проволока тщательно закрывалась стеклом для того, чтобы не происходило разряда между ней и анодом. Катод представлял собой латунный шарик, диаметром 10 мм с шероховатой поверхностью. Затем эта поверхность покрывалась электролитическим слоем платины для того, чтобы не происходило окисления поверхности шарика при нагревании.

В приготовленный таким образом шарик впрессовывалась окись урана — прокатыванием между двумя гладкими поверхностями. Водород, в котором производилось распыление, получался электролитическим путем или прогреванием палладия, насыщенного водородом при электролизе. Питание разрядной трубки электрическим током осу-

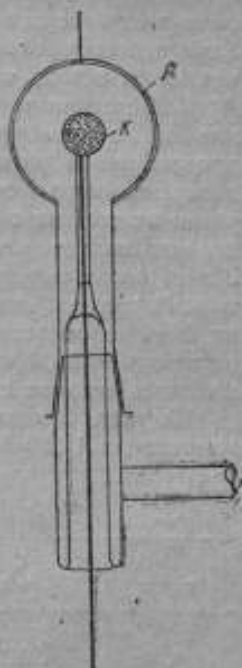


Рис. 1.

шестивалилось от двухполупериодного выпрямителя на 2500 В на газотродах ВГ — 129.

Выбор разрядной трубки в виде шарового конденсатора был сделан по ряду причин.

Во-первых, в этом случае исключалось влияние стекла сосуда на разряд, что можно наблюдать у других исследователей; во-вторых, здесь мы имеем радиальное симметричное электрическое поле, следовательно, бомбардировка катода положительными ионами будет равномерной по всей поверхности катода, а отсюда и равномерный слой по толщине на приемной сферической поверхности, что очень важно для получения фотоэлектрического слоя; в третьих, потому, что шарообразный катод легче защитить от паразитной бомбардировки положительными ионами, чем катод в виде чашечки.

Недостатком такой разрядной трубки является то, что обезгаживание катода произвести затруднительно. Слой серебра на колбе, при прогревании в высокой частоте, слетает. Порошок урана содержит довольно много газа. После нескольких минут разряда давление в трубке увеличивается за счет газа, вышедшего из окисла, благодаря бомбардировке положительными ионами и затем через некоторое время (порядка 5 мин. после выключения) давление уменьшается и становится постоянным. В среднем давление за все время разряда (15 мин.) повышается на 20% по отношению к начальному. Распыление производилось только после длительной откачки. Пары ртути от насосов Лангмюра вымораживались жидким воздухом.

На табл. 1 показаны результаты распыления U_3O_8 в водороде при напряжении 1200 В в течение 15 мин. при трех различных начальных давлениях.

Таблица 1

p в мм	Q в г	q в г	q_1 в г	% распыления	$Q - q$
0,14	0,0318	0,0064	0,0008	33	0,0154
0,21	0,0210	0,0068	0,0010	37	0,0142
0,25	0,0188	0,0058	0,0005	33	0,0130

В первой графе помещены значения начальных давлений водорода в миллиметрах ртутного столба; во второй — количество U_3O_8 , впresoванного в шарик; в третьей — убыль в весе катода q после 15 мин. распыления; в четвертой — q_1 — увеличение в весе катода при прокалке его после распыления до температуры 700—800° С. При прокаливании происходит окисление урана до U_5O_8 , если имеются окислы на катоде низшего порядка. В следующей колонке помещены значения распыления в процентах с учетом окисленного остатка катода до U_3O_8 , и в последней колонке — остаток катода после распыления.

Из этой таблицы видно, что катодное распыление U_3O_8 в водороде того-же порядка, что и катодное распыление чистых металлов по коли-

часту распыленного вещества [4]. Но здесь происходят изменения химического характера. Цвет катода после распыления переходит в черный, что не соответствует U_3O_8 (зеленый). После прокатки остатка катода до постоянного веса цвет его становится зеленым и вместе с этим происходит увеличение в весе обозначенного в таблице через q_1 урана. После бомбардировки подородными положительными ионами зеленая окись урана переходит в более низшие окислы или восстанавливается до чистого урана. Это происходит за счет кислорода, который был поглощен из воздуха остатком катода при прокатке. Если предположить, что весь остаток является металлическим ураном, то должно соблюдаться

$$\frac{Q - q}{q_1} \sim 7,$$

как это следует из соотношения веса урана и кислорода в молекуле U_3O_8 . По таблице это отношение для первых двух значений вдвое больше. Следовательно, остаток катода не представляет собой чистого урана. По цвету различных слоев остатка (верхние слои черного цвета и более глубокие переходят в зеленый) следует предположить, что здесь мы имеем в верхних слоях — чистый уран (металлический уран в порошке имеет черный цвет), более глубокие — низшие окислы и самые глубокие — U_3O_8 .

Восстановление урана из окисла в газовом разряде водорода происходит, по-видимому, потому, что энергия связи кислорода с ураном невелика, при столь высоких температурах (по термической теории Гиппеля [5], достигающей десятков тысяч градусов) в участках, бомбардируемых водородными ионами.

Ион водорода нарушает эту связь, атом кислорода удаляется из катода. Таким образом давление в разрядной трубке увеличивается, не только за счет адсорбированного окисью урана газа, но и за счет выделенного кислорода. В газовом разряде водород, по-видимому, соединяется с кислородом и дает пары воды. Ловушка с жидким воздухом вымораживает эти пары, давление понижается, что и наблюдается на опыте.

После испарения жидкого воздуха в ловушке давление вновь увеличивается, по-видимому, за счет паров воды, ранее вымороженных ловушкой.

В табл. 2 помещены результаты распыления при давлении водорода 0,18 мм Hg при трех разных напряжениях, при длительности распыления 15 мин.

Из табл. 2 видно, что распыление сильно растет с увеличением напряжения.

Распыление в кислороде дало незначительные результаты. Установлено, что оно меньше, чем в водороде, приблизительно в 20 раз.

Таблица 2

Напряжение в В	Q в г	q в г
1200	0,0207	0,0060
1400	0,0197	0,0084
1600	0,0195	0,0185

Сравнение данных распыления окислов урана в водороде и кислороде может дать интересные результаты по расширению наших знаний о механизме катодного распыления.

Для этого необходимы более строгие условия эксперимента. Автор не ставил перед собой этой задачи. Настоящая работа является лишь технологической частью получения фотоактивных слоев урана.

ЛИТЕРАТУРА

1. Reutschler. Journ. of the A.I.E.E. V. XLIX, 2, 113, 1930.
2. Kueck и Brewer. Rev. Scienc. Inst. V. 3, 8, 427, 1932.
3. Güntherschulze и Betz. Zeit. f. Phys. B. 106, 5-6, 365, 1937.
4. Маслаковен Ю. П. Катодное распыление. ГТИИ. 1934.
5. Hirpel. Ann. d. Phys. 81, 1043. 1926; 86, 1006, 1928.

Е. Н. ГАВРИЛОВА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФИЦИЕНТА ПОГЛОЩЕНИЯ ЭМАНАЦИИ РАДИЯ В НЕФТЯХ РАЗЛИЧНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Определением коэффициента растворимости эманации радия в воде и нефти занимался Роберт Гофман (Robert Hofmann) в 1905 г. Считая, что эманация, как и всякий другой газ, подчиняется закону Генри (Henry), он дал метод определения коэффициента ее адсорбции в воде и нефти и установил зависимость этого коэффициента от температуры. Для нефти он считал, что коэффициент растворимости зависит от плотности (с увеличением плотности коэффициент растворимости

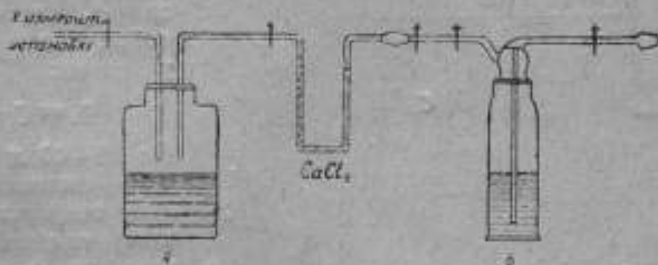


Рис. 1.

уменьшается и наоборот). В 1928 г. Халфин определял коэффициент растворимости эманации радия в воде и в водных растворах спирта при различных концентрациях.

Предметом нашего исследования было определение коэффициента растворимости эманации радия в нефтях различного происхождения. И так как определение коэффициента растворимости эманации радия в нефти может иметь значение при разведке нефтяных месторождений, то мы определяли коэффициент поглощения не методом взбалтывания, как это делали вышеупомянутые исследователи, а при стационарном положении обеих фаз, полагая, что в природе поглощение эманации радия нефтяной залежью происходит не бурно перемещающимися частицами, а более спокойной поверхностью.

Большую часть образцов нефти мы получали от С. И. Миронова из музея ЦНИИГРИ, и часть от лаборатории мер массы ВНИИМ.

Источником emanации радия нам служили растворы, содержащие количество радия порядка 10^{-7} г, изготовленные в Радиологической лаборатории.

Опыт производился при следующих условиях. Нефть в количестве 200 мл помещалась в стеклянной бутылки А (рис. 1) с объемом в 900 мл. Бутылку плотно закрывалась каучуковой пробкой, в которую были вставлены две стеклянные трубки с кранами. Перед впуском emanации в бутылку производилось разряжение при помощи водоструйного насоса. Накопление emanации радия в растворе мы брали 1—2 дня. Emanация прогонялась в сосуд в течение 5—7 мин. из барботера с раствором радия В, после чего давление в сосуде уравнивалось до атмосферного и он оставался в покое 20—40 мин., в течение которых часть emanации растворялась в нефти и часть оставалась в воздухе (и измерялась).

Зная количество накопившейся emanации q , которое вычисляется по таблицам, и количество emanации, оставшейся непоглощенной нефтью в сосуде А, — q_1 , количество emanации q_2 , растворенной в нефти, определим из уравнения:

$$q_2 = q - q_1$$

(на 20—40 м стационарного состояния вводилась поправка на распад emanации радия); коэффициент растворимости α определялся по формуле,

$$\alpha = \frac{q_2 \cdot v_1}{q_1 \cdot v_2}$$

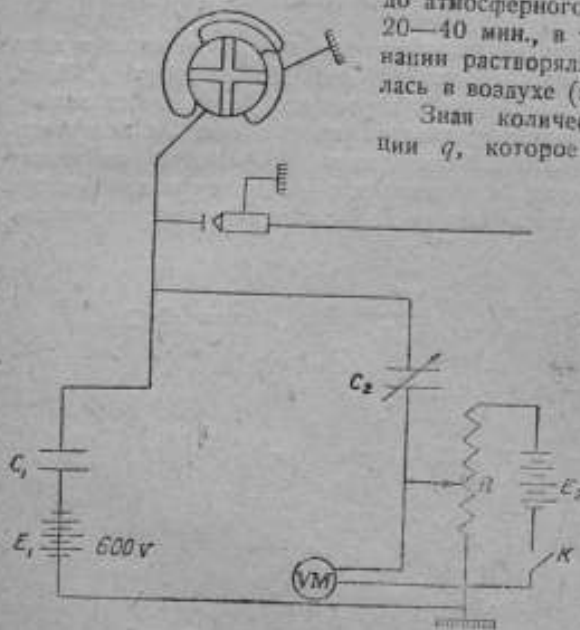


Рис. 2.

Здесь q_2 и q_1 — количества emanации в жидкой и газообразной фазе; v_1 и v_2 — объемы фаз. Для измерения тока ионизации мы пользовались компенсационной установкой по методу Таунзента (рис. 2).

В начале измерений тщательно определялось нормальное рассеяние emanационного конденсатора, потом нормальное рассеяние emanационного конденсатора, соединенного с бутылкой А, в которой уже находилась порция нефти для опыта. Затем при помощи водоструйного насоса в бутылку производилось разряжение, после чего впускалась emanация из барботера В. Через 3 часа измерялся ток от emanации в состоянии равновесия с продуктами ее распада.

Предварительно были проделаны опыты с дистиллированной водой.

Определение коэффициента поглощения эманации радия в дистиллированной воде методом взбалтывания

В бутылку А объемом в 900 мл наливалось 200 мл дистиллированной воды, затем при помощи водоструйного насоса в бутылку производилось разрежение, достаточное, чтобы можно было впустить эманацию в течение 5—7 мин., затем давление в бутылку уравнивалось до атмосферного и производилось взбалтывание жидкой и газообразной фазы в течение 20—40 мин., после чего эманация впускалась в измерительный конденсатор и, через 3 часа измерялся ионизационный ток, α определялось по вышеуказанной формуле.

Мы проделали 5 измерений и получили для α следующие величины:

$$\left. \begin{array}{l} 0,268 \\ 0,270 \\ 0,272 \\ 0,260 \\ 0,260 \\ 0,260 \end{array} \right\} \alpha = 0,265.$$

Измерения производились при 20°.

Найденная нами величина отличается от опубликованной на 0,010 ($\alpha = 0,255$); ошибка в 4% лежит в пределах точности измерения. Попутно была изучена зависимость коэффициента растворимости эманации радия от различных концентраций водных растворов хлористого натрия. Были взяты три концентрации и получены для α следующие значения:

$$\begin{array}{l} 1\% \dots 0,29 \\ 3\% \dots 0,28 \\ 5\% \dots 0,28 \end{array}$$

при температуре 20°.

Из этих данных видно, что по видимому α от изменения содержания поваренной соли в воде не изменяется.

Затем были сделаны 4 измерения для определения α в дистиллированной воде при стационарном состоянии и получили следующие значения:

$$\left. \begin{array}{l} 0,048 \\ 0,050 \\ 0,049 \\ 0,052 \end{array} \right\} \alpha = 0,050$$

при температуре 20°.

Результаты аналогичных опытов, проделанных с 11 сортами нефтей различного происхождения, помещены в табл. 1. Из этих результатов видно, что коэффициент поглощения зависит от месторождения и химического состава нефти. Все измерения производились при одной и той же температуре 20°.

Количество измерений для каждого образца нефти, несмотря на то, что одно измерение занимало 5—6 час., зависело только от количества нефти, имевшегося в нашем распоряжении. После каждого измерения

Наименование месторождения	Плотность	α	$\alpha_{ср}$
Грозненское нефть фонтанной бур. скважин. 2/14 глуб. 299 м	0,834	1,822	1,863
	0,834	1,904	
Парафинистое бур. скважин. 25/23 глуб. 353 м	0,838	2,200	2,173
		2,146	
„Эмба нефть“ Дессорская	0,867	1,902	1,843
		1,784	
Чусовское	0,962	2,291	2,305
		2,300	
		2,330	
		2,300	
Биби-Эйбатское	0,863	1,342	1,351
	0,863	1,361	
Керчинское	0,918	2,658	2,670
		2,655	
		2,687	
Балаханы	0,909	1,290	1,316
		1,342	
Район „Эмба нефть“ Махатская	0,898	0,500	0,439
		0,478	
„Эмба нефть“	0,875	0,852	0,837
		0,823	
		0,825	
		0,847	
Грозненское	0,836	2,821	2,797
	0,834	2,774	
Сахлинское	0,825	4,300	4,423
		4,452	
		4,451	

эманационный цилиндр тщательно продувался (в течение 2—3 час.) и оставался под вакуумом до следующего дня. Перед новым измерением, он снова продувался, и через 10 мин., после продувания, измерялось нормальное рассеяние. Бутыль А после каждой порции нефти тщательно вымывалась бензином, горячей водой и просушивалась в сушильном шкафу. Для двух нефтей мы определили коэффициент растворимости при встряхивании и при этом получили для α значение, близкое к опубликованному Гофманом.

Плотность	α
0,834	10,45
0,838	8,86

Из коллекции нефтей С. И. Миронова были взяты Эмбинская нефть и ее 11 погонов, и были найдены следующие значения α для нефти и ее погонов (табл. 2):

Таблица 2

Название нефти	Плотность	α	$\sigma_{\text{ср}}$
Эмшиевская нефть	0,876	0,852	0,837
		0,823	
		0,825	
		0,847	
Машинное масло	0,896	0,279	0,288
		0,298	
		0,553	
Трансформаторн. дестилл.	0,897	0,445	0,434
		0,428	
		0,585	
Машинное „5“	0,896	0,573	0,589
		0,609	
		0,423	
Турбинное	0,8905	0,484	0,443
		0,441	
		1,164	
Вазелинов. дестилл.	0,880	1,202	1,202
		1,241	
		0,631	
Трансформаторн. специальное	0,871	0,596	0,615
		0,963	
		0,967	
Соляровое масло	0,867	0,981	0,970
		0,641	
		0,626	
Вазелиновое масло	0,866	0,638	0,635
		3,027	
		3,095	
Керосиновый дестиллат	0,826	3,052	3,058
		2,390	
		2,242	
Керосин очищенный	0,825	2,243	2,258
		2,941	
		3,077	
Бензин	0,747	2,941	3,009
		3,077	

Все измерения производились при температуре 20°.

Из всех полученных нами значений для коэффициента поглощения эманации радия нефтями различного происхождения видно, что коэффициент поглощения нефтью α зависит не только от плотности, но и от химического состава нефти, который, в свою очередь, зависит от месторождения нефти.

Описанный метод может служить указанием на возможность применения радиометрического метода разведки на нефтяном месторождении.

А. Н. ПЫЛКОВ

АКТИНИЙ ИЗ ОСТАТКОВ ФЕРГАНСКОЙ РАДИОАКТИВНОЙ РУДЫ

Актиний (от греческого слова *ακτινός* — „актинос“ — луч) является самым малоисследованным из радиоактивных элементов. Открыт в 1889 г. Дебьерном и Гизелем¹, он оставался мало изученным, так как в препаратах актиния выделяемые им β -лучи невозможно было наблюдать вследствие их мягкости, и первое время его считали даже не излучающим радиоэлементом; его присутствие открывали лишь по первым продуктам его распада, обнаруживающим себя α -излучениями. Вместе с этим было совершенно неясно, каким образом актиний, находясь постоянно в ряду урана, связан с самим ураном в различных минералах и породах. Открытие протактиния (Pa) в 1918 г., обнаруженного Ганом, Мейтнер, Содди и Крестоном, получение его в 1928 г. Гроссе в химически изолированном соединении, в виде хлористого протактиния, в количестве 2 мг и определения атомного веса, установление связи с продуктами дезинтеграции урана для всего актинового ряда, благодаря открытию Г. Н. Антоновым урана итрек (Uy), а затем рядом ученых актино-урана (AcU) пролило, наконец, свет на положение актиния среди урановых радиоэлементов, но лишь в общих чертах разрешило проблему актиния. Трудность этой проблемы заключалась еще в крайне незначительном накоплении актиния в урановых минералах. Лишь М. Кюри в последних ее исследованиях удалось установить чрезвычайно сложными способами, что в 500 мг урана, находящегося в натуральной руде из Бельгийского Конго в Африке, содержится 160 мг радия и лишь 0,06 мг актиния².

Вследствие столь малого его количества, ни выделение его в чистом виде, ни определение с точностью его атомного веса невозможно. Актиний, β -излучающий радиоэлемент, образует следующий ряд продуктов его дезинтеграции:³

Образующиеся от актиния первые 4 продукта — все α -излучающие и лишь второй продукт радиоактивного налета — AcB излучает β -лучи. Актиний является полным аналогом лантана La, с которым вместе выделяется и до настоящего времени чистым от него не отделен. Таким образом, его можно получить лишь в виде препарата на лантане, если

¹ Гизель назвал его „эманием“, но название это не удержалось, за ним осталось название, данное Дебьерном — „актиний“.

² M. Curie. Sur l'actinium. *Boum. Chim. phys.*, 27, p. 5 (1930).

³ Предлагаемая схема принята в настоящее время благодаря многочисленным работам Пиккарда, Астона, М. Кюри, И. Кюри-Жолло, Генингсмида и др.

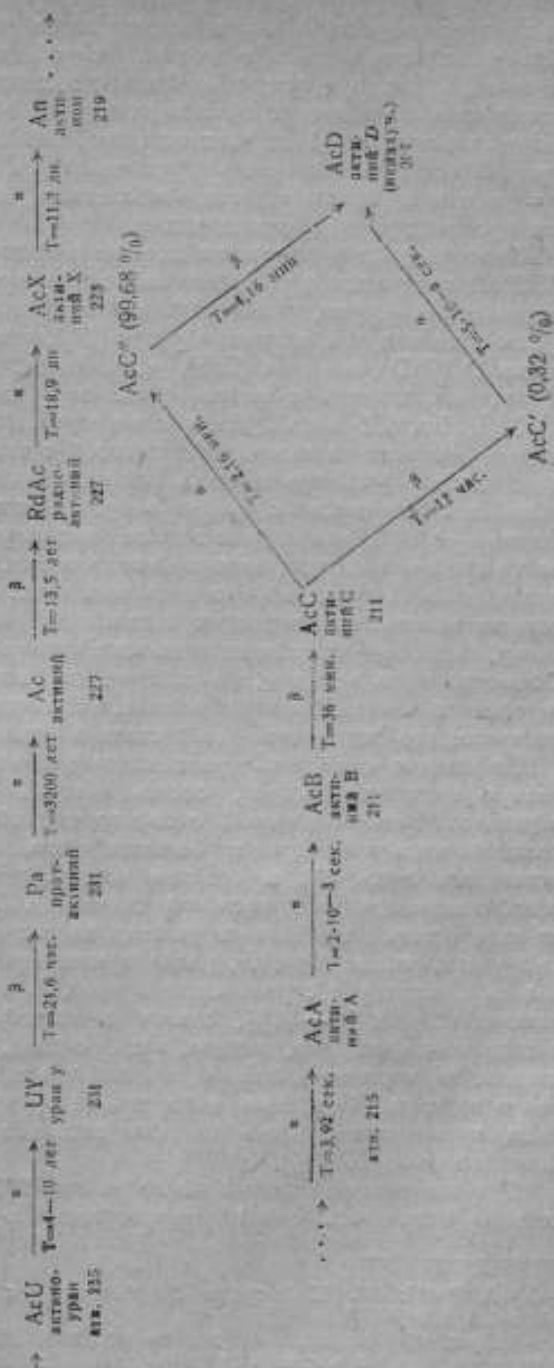
последнего в руде достаточное количество, чтобы отделить и взвесить его. В случае, если в руде лантана лишь следы, то при разработке ее, следует прибавить надлежащее весовое количество его.

Накопление значительного количества остатков нашей радиоактивной ферганской руды позволило Радиологической лаборатории ВНИИМ сделать попытку получения препарата актиния. Эта попытка имеет значение, как опыт получения образцового препарата для метрологических целей и как опыт установления способа химической переработки ферганской руды на актиний.

В своих операциях мы руководствовались последней очень ценной работой М. Кюри, которая также сделала попытку получить несколько возможно концентрированный препарат актиния.

Материалом для работы М. Кюри послужили остатки от получения радия, добываемого в значительном количестве в Бельгийском Конго.¹ Остатки эти — продукт дробной кристаллизации радия и

¹ В настоящее время центр разработки радионосных руд в восточном полушарии находится в Африке, так как урановые руды Богемии и Корнуэльса уже все выработаны.



состоит из хлористого бария, содержащего радий с главнейшими примесями кальция, железа и редких земель, концентрирующихся в маточном растворе (la queue de fractionnement), в то время, как радий находится в выпадающих кристаллах бария (la tête de fractionnement). Кюри располагала 22 кг этих остатков, в 300 раз более активных, чем уран. В остатках активность обуславливалась, с одной стороны, ионием с торием и продуктами распада последнего, а с другой, — актинием и его производными радиоэлементами.

Материалом для получения актиния в Радиологической лаборатории ВНИИМ послужили нерастворимые остатки пустой породы ферганской радиоактивной руды, служившей не специально для извлечения радия, а как материал для получения урана (U_1), препаратов урана икс (Ux_1), радия D (RaD), полония (RaF) и, наконец, для работ по извлечению иония, протактиния и кратковременно существующих радиоэлементов (RaE , $RaEm$, Uy и пр.). Так как операции химической разработки руды были возложены на автора предлагаемой статьи, то ему неоднократно в процессе работы приходилось искать, где базируется актиний, находящийся в равновесии с ураном и руде. Как известно, Дебиери выделил актиний из металлов группы железа, поэтому и автор пробовал также найти его в том железе, которое в виде хлористого переходило в раствор при обработке руды, но оно оказалось неактивным, тогда как незначительные количества хлористых соединений тория, церия и, как нашел автор, марганца¹ сопровождалась всегда ионием и находились в растворе. Остальная часть иония и, по заключению автора, актиний должны были находиться в нерастворимом остатке. Последующее выделение актиния показало, что заключение было сделано правильно.

Необходимо объяснить происхождение и состав этого остатка. Намеченную ферганскую руду, состав которой приводился неоднократно в работах Радиологической лаборатории, обрабатывали разбавленной соляной кислотой, причем большая часть ее переходила в раствор, оставалось лишь 5% в среднем нерастворимого остатка — преимущественно неразлагаемых кислотой силикатов. К раствору, без отделения от него остатка, прибавляли раствор хлористого бария и затем серной кислоты и, таким образом, радий и мезоторий увлекались и присоединялись к остатку с серноокислым барием. Благодаря этому, все остатка увеличивался на 13—14%, считая на илвеску сырой руды. В остатке находились: кремнезем, железо, медь, свинец, висмут, барий, кальций, магний, церий, торий, лантан, неодим, празеодим,² следы урана, ванадия и марганца. При этом надо добавить, что редкоземельная группа была также представлена следами металлов (за исключением церия, которого было 0,17%).

Для извлечения актиния было взято 205 г остатков. Они существенно отличались своей нерастворимостью от материала, которым

¹ A. Pytkoff. L'adsorption de l'ionium par le manganèse. Journ. Chim. phys. 29, 430 (1932).

² Празеодим является спутником неодима. При работах автору удалось констатировать лишь следы неодима, давшие характерную реакцию.

пользовалась М. Кюри. В среднем активность этих остатков была в 3,9 раза больше активности урана и, следовательно, общая граммактивность остатков выражалась круглым числом 800 урановыми единицами.

Для перевода в раствор этого остатка он был подвергнут продолжительному кипячению с избытком раствора соды, причем из него были извлечены следы урана в виде растворимой двойной соли $UO_2CO_3 \cdot 2Na_2CO_3$ и следы ванадия в виде $NaVO_3$. Этим мы освободили остаток от урана и ванадия и, вместе с тем, все остальные элементы перевели в их углекислые соли. После этого хорошо промытый остаток углекислых солей и кремниевой кислоты был обработан горячим раствором хлорноводородной кислоты, отфильтрован и снова прокипячен с содовым раствором для более полного извлечения последних следов урана и ванадия и для лучшего превращения прочих компонентов в углекислые соли, опять промыт горячей дистиллированной водой и обработан разбавленной соляной кислотой. В общем, первый раз обработка содой была произведена 10 раз и второй — 5 раз. Оба солянокислых раствора были соединены вместе и представляли собой исходный материал для выделения препарата актиния.

Для краткости ход операций извлечения актиния представим такой схемой (см. стр. 48).

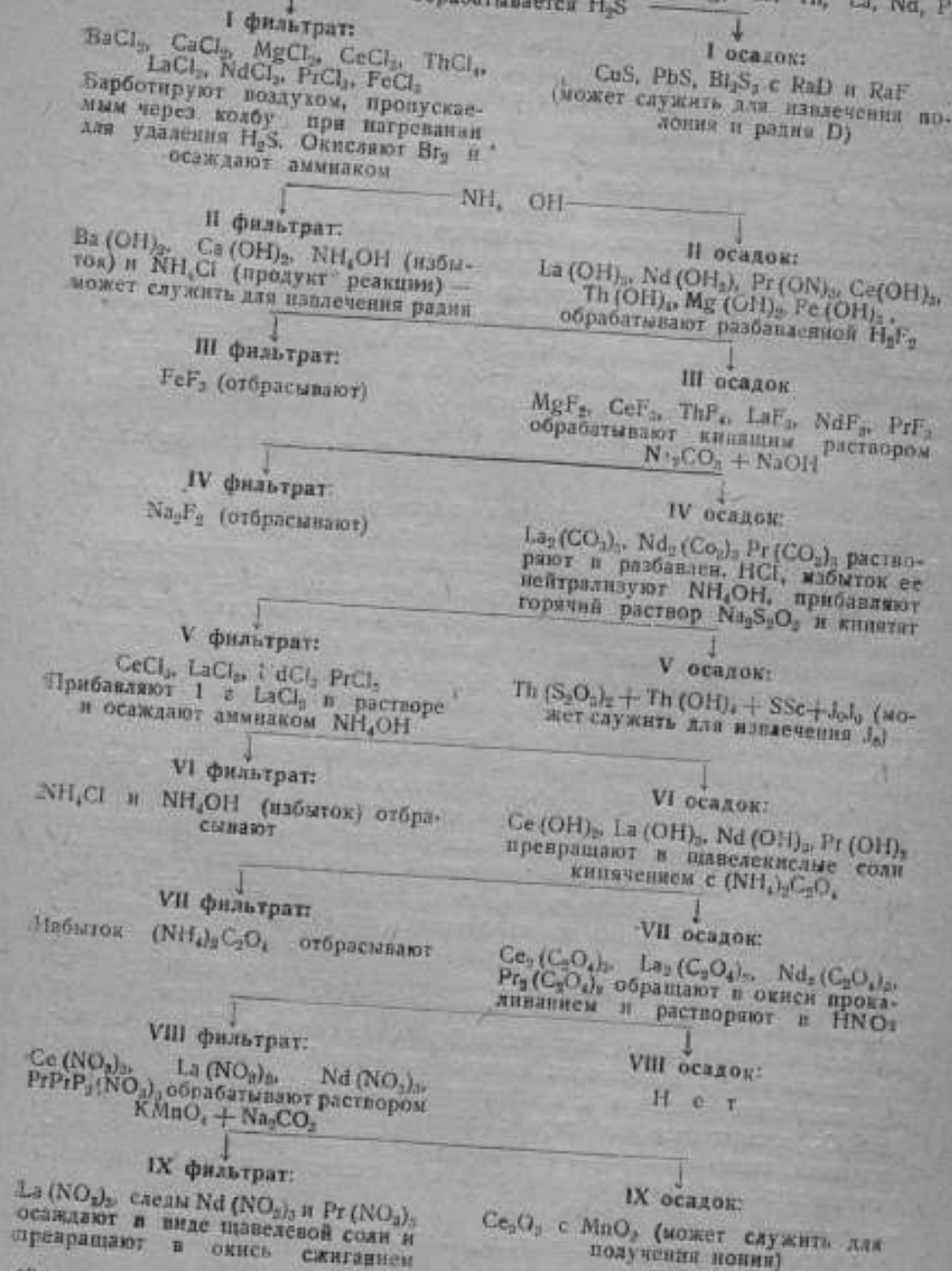
В таком виде был приспособлен к нашим условиям путь отделения актиния, разработанный М. Кюри для африканской руды.

В процессе работы мы считаем нужным отметить некоторые подробности. При осаждении сероводородом получилось 2,5 г сернистых соединений тяжелых металлов довольно высокой активности. Для освобождения от сероводорода через раствор при нагревании пропускали воздух до исчезновения реакции с уксусносвинцовой бумажкой, подвешенной к отводной трубке колбы, на что потребовалось 5 час. По охлаждению, в колбу прибавлено 10 мл чистого брома, раствор изобилан для растворения брома и через него снова пропущен ток воздуха при нагревании, пока жидкость не пожелтела от перехода Fe^{2+} в Fe^{3+} , и пока избыток брома не был удален током воздуха.

Из других подробностей разработки следует обратить внимание на то, что, ввиду недостаточного количества лантана в рудных остатках, он был прибавлен к раствору в виде хлористой соли (см. схему, V фильтр). Весьма важно также обратить внимание на отделение Th в виде основной сериоватистоториевой соли вместе с мелкодисперсной серой¹, адсорбирующей ионий. Солянокислый раствор редких земель должен быть нейтрализован от избытка HCl, но при этом реакция раствора остается кислой, так как нейтральные соли Ce, Th и др. редких земель имеют в растворах кислую реакцию (см. схему, IV осадок). При кипячении раствора с прибавлением сериоватистонатриевой соли $Na_2S_2O_3$ мелкодисперсная сера с торием приходит в более плотное состояние, после чего раствор фильтруют. Ионий, как известно, выпадает не весь, весьма небольшая часть его остается в растворе с торием.

¹ Hantz und Weber, Bestimmung der Thorerde im Thorit. Zentr. f. anal. Chemie. 36 (1897).

Схема обработки остатков Ферганской руды для извлечения актиния
 Раствор в HCl содержит: Fe, Cu, Pb, Bi, Ca, Ba, Mg, Ce, Th, La, Nd, Pr
 обрабатывается H₂S



Поэтому очень важно обратить внимание на отделение лантана от церия, чтобы получить хороший активный препарат на лантане. С этой целью окислы редких земель, полученные от сжигания их оксалатов (схема, VII осадок), растворяют в азотной кислоте и окисляют перманганатом $KMnO_4$ в присутствии соли Na_2CO_3 , с расчетом, чтобы в растворе этих двух солей на 1 моль $KMnO_4$ приходилось 4 моля Na_2CO_3 . При окислении окраска раствора исчезает, оседает $Ce(OH)_3$ вместе с MnO_2 . Окисление ведут до появления очень слабо-розовой окраски раствора, иначе при избытке $KMnO_4$ из фильтрата начнет оседать La. Фильтрат, содержащий лантан, после отделения $Ce_2(C_2O_4)_3$, осаждают щавелевокислым аммонием в виде $La_2(C_2O_4)_3$, высушивают на взвешенном фильтре и после этого исследуют радиоактивные свойства препарата.

Актиний имеет период полураспада $T = 13,5$ л, откуда средняя продолжительность его жизни $1/\lambda = 19,5$ л. Обе эти константы опре-

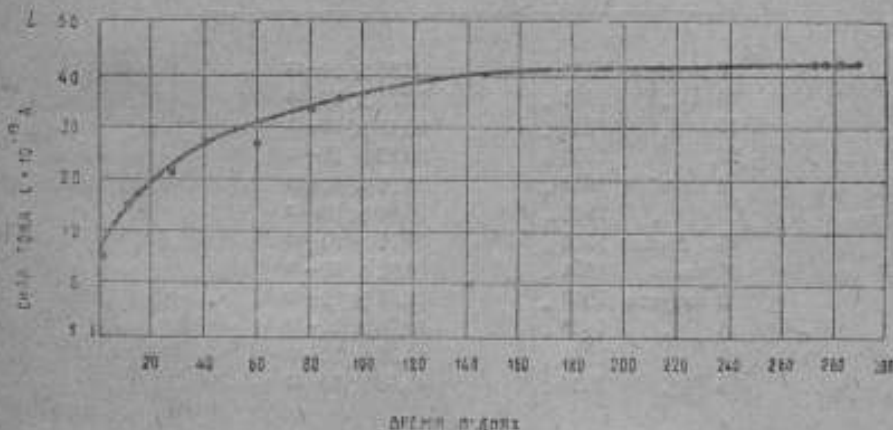


Рис. 1.

делены лишь с некоторой степенью достоверности, так как мы говорили, что непосредственное наблюдение его излучений затруднено вследствие мягкости его β -излучений. Его первые продукты распада: радиоактивный $RdAc$ — изотоп тория и актиний ixc — AcX — изотоп радия, оба — α -излучающие продукты, за ними образуется актинон — Ap или эманация актиния ($AcEm$), имеющая очень малый период существования. Она распадается в $3,92''$, поэтому легко отличима и от эманации радия и от эманации тория. Эманация актиния — газ, но вследствие быстроты ее распада она никогда не может быть получена в чистом виде, а всегда смешана с гелием. Если препарат актиния экранировать листиком алюминия толщиной в $0,1$ мм, то можно наблюдать $\beta + \gamma$ -излучения, которые, главным образом, растут благодаря дезинтеграции эманации Ac и принадлежат в значительной мере AcB .

Вообще, первое время по получении препарата актиния излучения продуктов распада актиния варьируют довольно сложно, и лишь через

3 месяца восстанавливается равновесие между самим актинием и двумя первыми продуктами его распада.

В дальнейшем наша задача была проверить радиоактивные свойства препарата во времени и, главным образом, получить кривую восстановления нарушенного радиоактивного равновесия. Для изучения общей активности препарата мы определяли ток от препарата приблизительно 9 мес., причем в дни определенных ток наблюдался 5 раз, но в течение дня не было замечено расхождения в наблюдениях. В табл. 1 каждая цифра тока подтверждена пятью наблюдениями.

Таблица 1

Дата измерения	Средний ионизационный ток от препарата актиния в амперах для $\alpha + \beta + \gamma$ -излучений
6 ноября 1933 г.	$8,95 \times 10^{-13}$
10 . . . 1933 .	$12,71 \times 10^{-13}$
17 . . . 1933 .	$16,11 \times 10^{-13}$
27 . . . 1933 .	$20,23 \times 10^{-13}$
9 декабря 1933 .	$25,99 \times 10^{-13}$
29 . . . 1933 .	$26,88 \times 10^{-13}$
5 февраля 1934 .	$32,71 \times 10^{-13}$
31 июля 1934 .	$40,92 \times 10^{-13}$
5 августа 1934 .	$41,11 \times 10^{-13}$
8 . . . 1934 .	$40,95 \times 10^{-13}$
11 . . . 1934 .	$41,08 \times 10^{-13}$
15 . . . 1934 .	$41,16 \times 10^{-13}$

Если изобразить ток от препарата в зависимости от времени наблюдений, то получится кривая, которая достаточно хорошо показывает восстановление радиоактивного равновесия (рис. 1).

Если прикрыть препарат алюминиевым листиком толщиной 0,1 мм, то будут устранены α -излучения и в первый момент можно наблюдать $\beta + \gamma$ -излучения. Но так как в ионизационную камеру α -электроскопа проникает эманация актиния, то активность начинает расти от распада эманации и образования не только проникающих излучений, но и α -частиц. При удалении эманации активность падает до наблюдаемой в начале измерения и опять начинает расти. В те же сроки, когда наблюдалась общая активность препарата, сделаны наблюдения и над эманационной способностью препарата, причем большая скорость восстановления эманации, именно 5,6 сек., дала возможность следить за ней без особой потери времени. Для наблюдения за эманацией актиния мы производили также по 5 измерений в день и получили 5 точек для кривых. Первые три соответствовали накоплению эманации, четвертая — уменьшению тока при удалении эманации, и пятая — началу нарастания

активности от образования нового количества эманации. Между каждым из 5 наблюдений протекало не больше 3—5 мин. Наблюдения эти приведены в табл. 2.

Таблица 2

Последовательные измерения ионизационного тока от эманации $I \times 10^{-13}$ А	10/XI-1933	17/XI-1933	27/XI-1933	9/XII-1933	29/XII-1933
I измерение .	$0,23 \times 10^{-13}$	$0,31 \times 10^{-13}$	$0,32 \times 10^{-13}$	$0,54 \times 10^{-13}$	$0,56 \times 10^{-13}$
II " .	$0,28 \times 10^{-13}$	$0,36 \times 10^{-13}$	$0,36 \times 10^{-13}$	$0,55 \times 10^{-13}$	$0,57 \times 10^{-13}$
III " .	$0,32 \times 10^{-13}$	$0,40 \times 10^{-13}$	$0,42 \times 10^{-13}$	$0,59 \times 10^{-13}$	$0,60 \times 10^{-13}$
IV " .					
удаление эманации .	$0,28 \times 10^{-13}$	$0,31 \times 10^{-13}$	$0,27 \times 10^{-13}$	$0,47 \times 10^{-13}$	$0,46 \times 10^{-13}$
V измерение накоплен. эманации .	$0,32 \times 10^{-13}$		$0,31 \times 10^{-13}$	$0,61 \times 10^{-13}$	$0,47 \times 10^{-13}$

Продолжение

Последовательные измерения ионизационного тока от эманации $I \times 10^{-13}$ А	31/VII-1934	5/VIII-1934	8/VIII-1934	11/VIII-1934	15/VIII-1934
I измерение .	$0,68 \times 10^{-13}$	$0,55 \times 10^{-13}$	$0,57 \times 10^{-13}$	$0,57 \times 10^{-13}$	$0,53 \times 10^{-13}$
II " .	$0,71 \times 10^{-13}$	$0,57 \times 10^{-13}$	$0,60 \times 10^{-13}$	$0,58 \times 10^{-13}$	$0,54 \times 10^{-13}$
III " .	$0,73 \times 10^{-13}$	$0,64 \times 10^{-13}$	$0,62 \times 10^{-13}$	$0,65 \times 10^{-13}$	$0,60 \times 10^{-13}$
IV " .					
удаление эманации .	$0,65 \times 10^{-13}$	$0,56 \times 10^{-13}$	$0,61 \times 10^{-13}$	$0,62 \times 10^{-13}$	$0,51 \times 10^{-13}$
V измерение накоплен. эманации .	$0,70 \times 10^{-13}$	$0,64 \times 10^{-13}$	$0,61 \times 10^{-13}$	$0,57 \times 10^{-13}$	$0,52 \times 10^{-13}$

Кривые, изображающие накопление и распад эманации актиния, приведены на рис. 2. Все они одинакового характера с небольшими отклонениями, зависящими от разниц во времени накопления. Часть кривых (10, 17 и 27 ноября) соответствует ранним наблюдениям над

препаратом, другая часть более поздним, соответствующим возрастанию активности (9—29 декабря 1933 г., 5, 8, 11 и 15 августа 1934 г.). Одна из кривых—31 августа 1934—соответствует несколько повышенной активности, что, по-видимому, является просто ошибкой наблюдения или вызывается неправильностью в действии измерительной аппаратуры. Большинство кривых, соответствующих времени наступления радиоактивного равновесия препарата, изображает ток в пределах от $0,50 \times 10^{-13}$ до $0,60 \times 10^{-13}$ А.

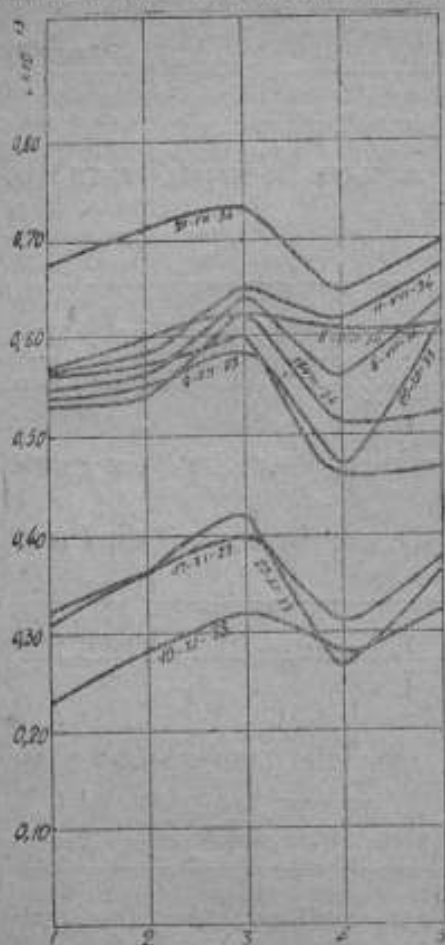


Рис. 2.

препарата актиния, так и сопутствующих ему радиоэлементов, мы можем заключить, что нам удалось отделить актиний в виде чистого препарата на лантане.

Для контроля над правильностью хода радиохимических операций нами определены общие активности и других препаратов, на которых адсорбированы сопутствующие активности радиоэлементы в радиоактивных остатках руды.

Так, общая грамм-активность:

$$\text{BaSO}_4 (\text{с Ra и MeSTh}_1) = 1,9 \times 10^{-10} \text{ А.}$$

$$\text{CuS} + \text{Bi}_2\text{S}_3 + \text{PbS} (\text{с RaD и P}_0) = 1,1 \times 10^{-13} \text{ А.}$$

$$\text{Th}(\text{OH})_4 + \text{S} (\text{с J}_0 \text{ и J}_n) = 0,016 \times 10^{-10} \text{ А.}$$

Проследив ход химических операций и сопоставив их с данными предварительных измерений активности как пре-

А. Н. ПЫЛКОВ

ТОРИЙ И ВЫДЕЛЕНИЕ РАДИОЭЛЕМЕНТОВ ЕГО РЯДА ИЗ ЭШИНИТА

Настоящая работа произведена с целью получения из ториевого минерала эшинита препаратов радиоэлементов ториевого ряда.

Ториевые минералы Радиологическая лаборатория ВНИИМ употребляет для получения образцовых растворов тория. С этой целью употребляются наши ортиты (Слюдянский, Кольванский, Ильменьский и пр.), количество тория в которых колеблется от 1 до 2% и которые имеют преимущество для радио-метрических целей, так как не содержат в себе ощутительных примесей урана, но заключают все продукты распада тория в радиоактивном равновесии. Для получения более сильных препаратов ториевых радиоэлементов мы применили эшинит¹. Эшинит был отобран от пустой породы. Его кристаллы имеют форму гексагональных призм, и эти призмы находятся среди другого материала — гадолинита, от которого мы его отобрали. Одна часть превращенного в порошок эшинита была сплавлена с 8 частями кислого сернокислого натрия NaHSO_4 . Было взято в общем 5 г эшинита с содержанием 1,7% Th. Для сплавления мы предпочли натриевую соль калиевой ввиду трудной растворимости двойных сернокислых солей калия и тория.

Сплавление эшинита с кислым сернокислым натрием производилось в муфельной электрической печи при температуре 900° , причем через $1/2$ часа сплав получился жидкий и почти прозрачный.

¹ Состав эшинита (по акад. В. И. Вернадскому):

ThO_2 —15,5 до 17,5, Nb_2O_5 —32,5, Ta_2O_5 —6,9, TiO_2 —22,5,
 Ce_2O_3 —18,5, $(\text{LaDi})_2\text{O}_3$ / YEr_2O_3 —до 4,6, FeO —до 4,2, CaO —до 2,8.

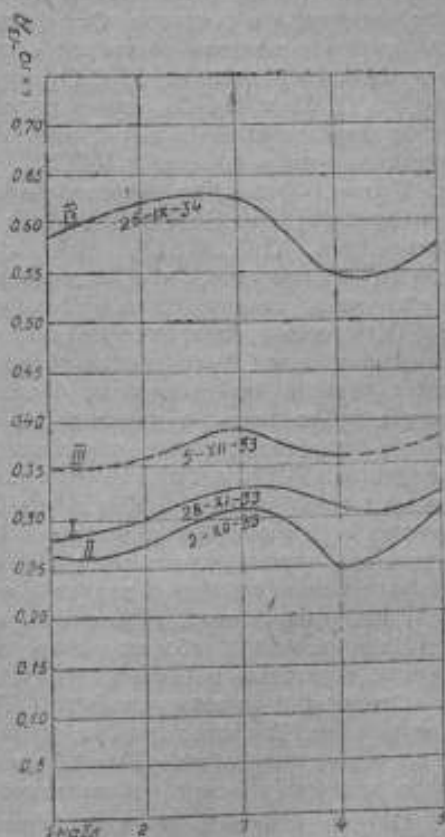


Рис. 1.

Сплав был растворен в горячей воде, к нему прибавлено при нагревании 3 г хлористого бария в растворе и затем отфильтрован весь осадок $BaSO_4$ с $MesTh$ и ThX . После этого фильтрат был выпарен досуха, смочен крепкой HCl , разбавлен горячей водой и отфильтрована SiO_2 . К фильтрату прибавлено небольшое количество азотнокислых висмута и свинца (10 мл пятипроцентного раствора их), а затем металлы 4 и 5 группы осаждены сероводородом. В осадке с Bi_2S_3 и PbS отделились радиоэлементы номера 82, 83 и 84— ThC , ThC' , ThA и ThB . После этого, по удалении кипячением H_2S , прибавлением водного раствора аммиака осаждены редкие земли и железо, причем Ca и Mg таким образом задержаны в растворе. Отфильтрованный и промытый осадок редких земель с железом растворен в слабой HCl , затем осажден раствором щавелевой кислоты $H_2C_2O_4$, причем для лучшего освобождения его от Ti , Zr и H_2PO_4 , снова растворен в HCl и вторично осажден в виде щавелекислой соли. С щавелекислыми солями тория $Th(C_2O_4)_2$ и редких земель отделился $RdTh$.

Таким образом, из радиоэлементов ториевого ряда были получены три препарата: 1) $BaSO_4$ с $MesTh$ и Th , 2) $Bi_2S_3 + PbS$ с короткоживущими ThC , ThC' ; ThA и ThB и 3) $Th(C_2O_4)_2$ с $RdTh$. Нечего и говорить, что активность свинцово-висмутового препарата была очень незначительна. Большую активность показал препарат $BaSO_4$ с мезоторием, где преобладали α -излучения, тогда как проникающие лучи были настоящим ничтожны, что наблюдения их уже после первого измерения и не производились. Общая активность препарата наблюдалась в течение 10 месяцев, и нарастание активности можно объяснить за счет образования от $MesTh$, двух α -излучающих продуктов: $RdTh$ и ThX , из которых ThX , как изотоп $MesTh$, был отделен сразу из эшникита, а дальнейшее увеличение его происходило за счет образующегося радиотория. Распад ThX с выделением эманации тория или торона испытывался в дни наблюдений (табл. 1 и рис. 1) накоплением и удалением эманации в камере электроскопа, причем были получены данные тока, выраженные в амперах.

Из приведенной таблицы можно усмотреть, что общая активность препарата, вследствие нарастания $RdTh$ и ThX увеличилась за 10 мес. вдвое.

Следующий за этим препарат $Th(C_2O_4)_2$ с $RdTh$ показал обратное явление. Так как здесь находится главным образом радиоторий с периодом полураспада $T=1,9$ лет, то в течение 15 мес. наблюдений было замечено падение радиоактивности.

Общая активность препарата, выражаемая током в $4,7 \times 10^{-13}$ А, за указанное время упала до $2,5 \times 10^{-12}$ А. Препарат также эманировал, что обусловлено образованием из материнского вещества ThX и последующим его распадом.

Наблюдение активности велось с помощью электроскопа, и активность препарата сравнивалась с активностью эталона из зеленой окиси урана. Таким образом устранялась необходимость градуировки электроскопа и определение его емкости. При наблюдении препарат радиотория показал способность сильно эманировать. Поэтому каждое из наблюдений при закрытой камере давало возрастание активности независимо от

Препарат BaSO₄ с MesTh, и ThX P = 4,36 %

Ряд последоват. наблюдений, количество, тока $I \times 10^{-13} \text{A}$ для $\alpha + \beta + \gamma$ -лучей	28/XI 1933	2/XII 1933	9/XII 1933	9/XII 1933	29/XII 1933	22/IX 1934	25/IX 1934
I } Накопление эманиции	$0,284 \times 10^{-13}$	$0,264 \times 10^{-13}$	—	—	$0,364 \times 10^{-13}$	$0,425 \times 10^{-13}$	$0,578 \times 10^{-13}$
II }	$0,303 \times 10^{-13}$	$0,272 \times 10^{-13}$	$0,361 \times 10^{-13}$	—	$0,352 \times 10^{-13}$	$0,475 \times 10^{-13}$	$0,618 \times 10^{-13}$
III }	$0,333 \times 10^{-13}$	$0,310 \times 10^{-13}$	$0,375 \times 10^{-13}$	—	—	—	$0,618 \times 10^{-13}$
IV Удаление эманиции	$0,314 \times 10^{-13}$	$0,254 \times 10^{-13}$	$0,364 \times 10^{-13}$	—	$0,334 \times 10^{-13}$	—	$0,540 \times 10^{-13}$
V Новое накопление эманиции	—	$0,292 \times 10^{-13}$	—	—	$0,362 \times 10^{-13}$	—	$0,573 \times 10^{-13}$

Таблица 2

Препарат Th(C₂O₄)₂ с RdTh P = 0,42 %

Ряд последних наблюдений $I \times 10^{-13} \text{A}$ для $\alpha + \beta + \gamma$ -лучей	3/XII 1933	9/XII 1933	22/IX 1934	26/IX 1934	20/XI 1934	11/III 1935
I } Накопление эманиции	$3,08 \times 10^{-13}$	$4,72 \times 10^{-13}$	$3,79 \times 10^{-13}$	$4,01 \times 10^{-13}$	$3,93 \times 10^{-13}$	$2,5 \times 10^{-13}$
II }	$3,48 \times 10^{-13}$	$6,19 \times 10^{-13}$	$4,44 \times 10^{-13}$	$5,02 \times 10^{-13}$	$4,45 \times 10^{-13}$	$4,2 \times 10^{-13}$
III }	$3,82 \times 10^{-13}$	$6,19 \times 10^{-13}$	$4,71 \times 10^{-13}$	$5,36 \times 10^{-13}$	$4,71 \times 10^{-13}$	$4,6 \times 10^{-13}$
IV Удаление эманиции	$3,33 \times 10^{-13}$	$4,72 \times 10^{-13}$	$3,61 \times 10^{-13}$	$4,01 \times 10^{-13}$	$3,61 \times 10^{-13}$	$3,2 \times 10^{-13}$
V Новое накопление эманиции	$3,48 \times 10^{-13}$	$5,02 \times 10^{-13}$	$4,44 \times 10^{-13}$	$4,78 \times 10^{-13}$	$3,98 \times 10^{-13}$	$4,7 \times 10^{-13}$
Ряд послед. наблюдений $I \times 10^{-13} \text{A}$ для $\beta + \gamma$ -лучей	—	$1,52 \times 10^{-13}$	$0,46 \times 10^{-13}$	$1,73 \times 10^{-13}$	$0,51 \times 10^{-13}$	$0,76 \times 10^{-13}$
I } Накопление эманиции	—	$1,46 \times 10^{-13}$	$1,63 \times 10^{-13}$	$2,09 \times 10^{-13}$	$1,05 \times 10^{-13}$	$1,08 \times 10^{-13}$
II }	—	$1,46 \times 10^{-13}$	$1,40 \times 10^{-13}$	$2,21 \times 10^{-13}$	$1,05 \times 10^{-13}$	$1,28 \times 10^{-13}$
III }	—	$1,02 \times 10^{-13}$	$0,93 \times 10^{-13}$	$1,81 \times 10^{-13}$	$0,46 \times 10^{-13}$	$0,67 \times 10^{-13}$
IV Удаление эманиции	—	$1,74 \times 10^{-13}$	$1,25 \times 10^{-13}$	$1,84 \times 10^{-13}$	$1,07 \times 10^{-13}$	$0,90 \times 10^{-13}$
V Новое накопление эманиции	—	—	—	—	—	—

того, был ли препарат открытым или же закрывался алюминиевым листиком. За норму было взято 5 определений, следующих непосредственно одно за другим. Три соответствовали накоплению эманации, перед четвертым наблюдением камера освобождалась от эманации, а на пятом наблюдалось повторное ее накопление. Таким образом мы получили следующие цифры ионизационного тока в амперах, приводимые в табл. 2 и на рис. 2 и 3.

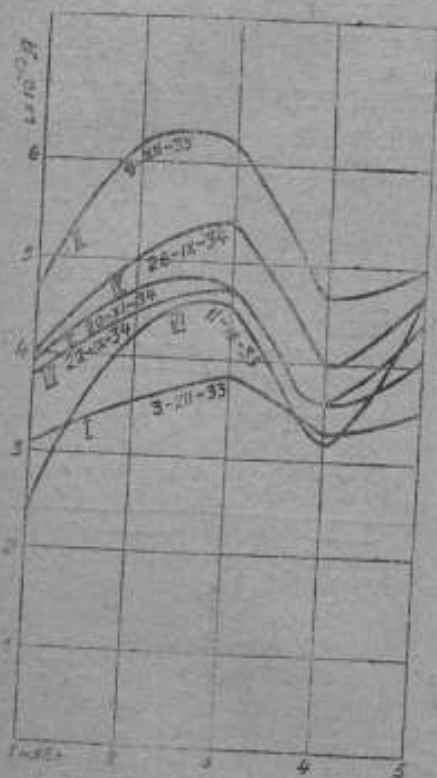


Рис. 2.

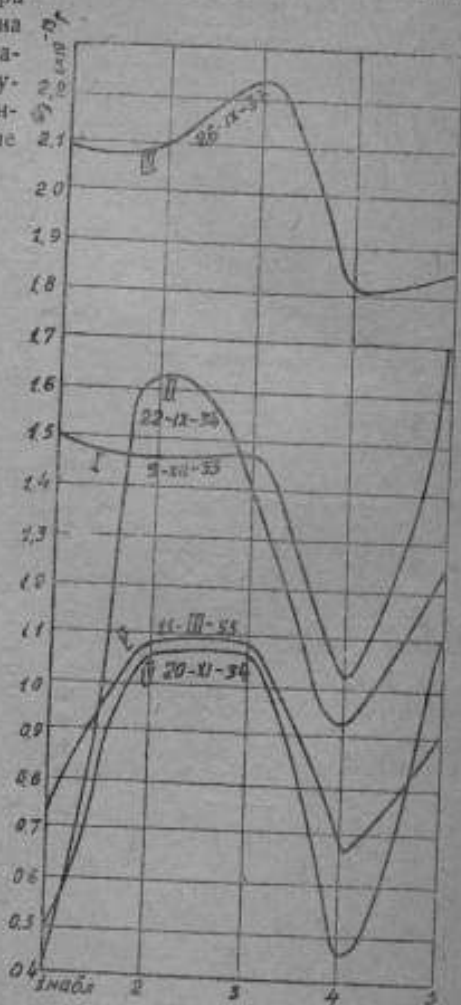


Рис. 3.

Общим свойством кривых накопления и распада эманации является сначала возрастание тока, а затем более или менее крутое падение в момент удаления эманации.

Цена 4 руб. 50 коп.

СКЛАД ИЗДАНИЯ:

Ленинград. 5. Международный проспект, д. № 19. ВНИИМ