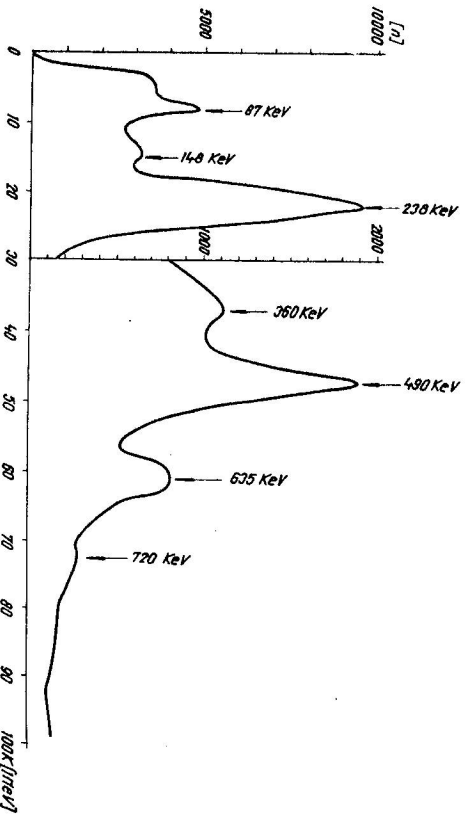


URČENIE A STANOVENIE STOPOVÝCH PRIMIEŠANÍN V KREMÍKU AKTÍVAČNOU ANALÝZOU

II. URČENIE NEZNÁMEJ ZNEČISTENINY

JURAJ ŠÁCHA, Bratislava

Pri stanovovaní bežných znečistenín v kremíku aktivačnou analýzou [1] sa na spektre gama žiarenia v oblasti asi 200 keV objavovala nejaká nepravidelnosť. Spochiátku sa nedalo vôbec hovoriť o nejakom vrchole, skôr sme mali podzretie, že ide o nejakú poruchu v činnosti scintilačného spektrometra alebo o „štatistickú chybu“. Až po opakovaní merania po určitom čase dostala táto nepravidelnosť zreteľnejší tvar, takže sme si ju začali podrobnejšie vyšmaľ. Po meraní s časovým odstupom asi 50 hodín už sme nemali vôbec pochybnosti o tom, že je to vrchol, ktorého energia je asi 200 keV a ktorý sa nedá pripísať žiadnemu zo stanovovaných prvkov. Preto sme premerali gama spektrom všetkých súčasne vyšetrovaných vzoriek, pričom sme pozornosť venovali najmä „nepravidlostiam“, ktoré by sa vyskytli v nameraných



Obr. 1. Spektrogram neznámeho žiarivca.

spektrách. Po tomto prešetrení sme spomínanú „nepravidelnosť“ objavili vo viacerých chemicky nespracovaných vzorkách. Pretože neznámy vrchol postupom času „rástol“ (t. j. žiariv, ktorému patrili, sa rozpadal pomalšie ako ostatné v spektre prítomné žiarivce), bolo zrejme, že má pomene dlhý polčas rozpadu. Dlhý polčas rozpadu neznámeho žiarivca zapríčinil, že neznámy žiariv sa zreteľne prejavoval najmä vo vzorkách, ktoré sme ožarovali dlhší čas (100 hod.). Najlepšie sa dal pozorovať pri troch vzorkách, ktoré sme odrezali z troch rôznych miest toho istého monokryštálu.

Na najvhodnejšej vzorke — ktorá zrejme obsahovala najviac neznámej znečisteniny — sa dalo úplne bezpečne identifikovať dokonca niekoľko „neznámych“ peakov (obr. 1). V prvej etape práce sme sa pokúsili stanoviť čo najpresnejšie ich energiu a polčas rozpadu. Pri stanovovaní polčasu rozpadu jednotlivých čiar sme zistili, že keď sa opierame o merania v rôznych časových intervaloch, dostávame pre polčas rozpadu rôzne hodnoty. Pri prvých meraniach sme zistili polčas rozpadu okolo 20 hodín, z meraní, ktoré sme urobili asi o 5 dní neskôr, hodnotu asi 36 hodín. Pretože polčas rozpadu sa nemôže meniť a taký rozptyl nameraných hodnôt rozhodne nemohli zapríčiniť nepresnosti merania, došli sme k presvedčeniu, že vo vzorke sú najmenej dva žiarivce. Tento predpoklad sme si overili, keď sme zistili, že nielen polčas rozpadu sa „mení“ s postupom času, ale že aj pre rôzne peaky dostávame rôzne polčasy rozpadu. Ako sme aj na prvý pohľad videli, postupom času sa menil aj tvar spektra, čo bol ďalší dôkaz, ktorý podporoval našu domnienku.

Ďalším opakovaním meraní, ktoré mali za cieľ stanoviť čo najpresnejšie energiu a polčas rozpadu jednotlivých čiar, stanoviv, či niektoré v spektre sa vyskytujúce peaky nevznikajú ako súčet dvoch rôznych energií atď., sa nám podarilo určiť energie čiar, ako sú uvedené v tab. 1.

Tabuľka 1.

Nami určené energie

Vrchol	E_1	E_2	E_3	E_4	E_5	E_6	E_7	E_8	$E_9?$
Energia [keV]	28	80	148	238	360	400	490	635	720

Na základe týchto meraní a určenia polčasu rozpadu sme nakoniec došli k záveru, že vzorka kremíka obsahuje germanium. Z neho po ožarení neutrónmi reakciou



vzniklo ${}^{76}\text{Ge}$, ktoré je beta žiarivcom a z neho vzniká ${}^{77}\text{As}$ reakciou

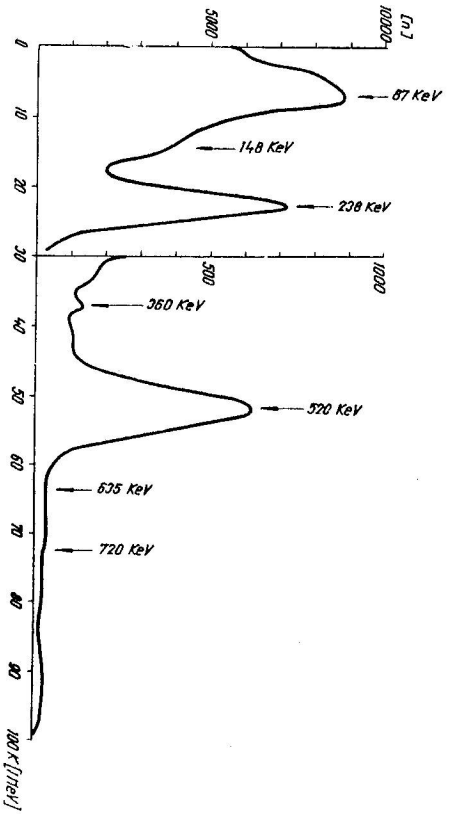


^{77}Ge aj ^{77}As sú gama žiariče. Energie ich gama žiarení sú uvedené v tab. 2, kde sú na porovnanie uvedené aj energie určené nami. Polčas rozpadu ^{77}Ge je asi 11,3 hod. polčas rozpadu ^{77}As je asi 38,4 hod. To vysvetľuje, prečo sme na začiatku, keď sa uplatňovalo najmä žiarenie ^{77}Ge , namerali menšiu hodnotu (asi 20 hod.) polčasu rozpadu a len ku koncu merania, keď vzorka obsahovala najmä ^{77}As , sme namerali polčas rozpadu asi 36 hod.

Tabuľka 2
Porovnanie energií

Nami nájdené energie [keV]	28	80	148	238	360	400	490	635	720
^{77}Ge	10,5				368	418	564	630	710
^{77}As	11,2	87	160	247			2517	520	

Ako vidieť z tab. 2, súhlas je dobrý, najmä pri intenzívnych čiarach (energie 87, 247, 368 a 630 keV). Prvá čiara, ktorej energiu sme stanovili na 28 keV, môže vzniknúť ako súčet röntgenového žiarenia obidvoch izotopov ($\Sigma = 21,7$ keV — určenie energie v tejto oblasti je veľmi nepresné). V nami zistenom spektre chýba iba čiara o energii 270 keV, ktorá patrí ^{77}As . Avšak jej intenzita je len asi 1 % celkovej intenzity, takže pravdepodobne preto zanikla medzi ostatným žiarením.



Obr. 2. Spektrom neznámeho žiarivca, meraného o 187 hodín neskoršie ako spektrom na obr. 1.

Ak sú naše predpoklady správne, potom v spektrách, ktoré sme namerali na začiatku, by sa mali výrazne prejavovať peaky patriace ^{77}Ge (energie 368, 418, 564, 630 a 720 keV) a v spektrách, ktoré sme namerali po dlhšom čase po skončení ožarovania, by sa mali uplatňovať najmä peaky ^{77}As (energie 87, 160, 247 a 520 keV — pozri obr. 2). Porovnaním obrázkov 1 a 2 vidíme, že to tak skutočne aj je, čo tiež potvrdzuje našu domnienku, že neznámy žiarič je zmes ^{77}Ge a ^{77}As .

Na obrázkoch 1 a 2 vidieť, čo najmä zapríčinovalo ťažkosť pri určení presného, resp. presných polčasov rozpadu. V oblasti 500—600 keV je stále pomerne veľmi intenzívny vrchol, lebo je daný jednak energiou 564 keV od ^{77}Ge , jednak energiou 520 keV od ^{77}As . Len na základe meraní pomocou scintilačného spektrometra s pomerne malou rozlišovacou schopnosťou sa nedá zistiť, že v spomínanej oblasti sú vlastne dva vrcholy. Preto, keď sme sa pri určovaní polčasu rozpadu opierali o „vrcholy“ v oblasti 500—600 keV, mohli sme určiť len nejakú „strednú hodnotu“ polčasu rozpadu obidvoch žiarivcov (musí ležať v hraniciach 11,3 až 38,4 hodín).

Keď sa nám podarilo identifikovať neznámu prímiesaninu, a to, čo z nej vzniká, pokúsili sme sa aspoň zhruba odhadnúť jej množstvo, pretože poznáme účinný prierez germánia pre aktíváciu tepelnými neutrónmi a pre vznik ^{77}Ge , môžeme vypočítať, akú aktivitu by mal 1 g germánia. Porovnaním s nami nameranými hodnotami sme zistili, že najviac znečistená vzorka obsahovala asi 5,6 ppm germánia. Ďalšia obsahovala asi 1,1 ppm a tretia už len asi 4,2 · 10⁻³ ppm germánia.

Znečistenie kremíka germánium je nezvyklé a nevedeli sme si vysvetliť, odkiaľ sa v kremíku vzalo také pomerne veľké množstvo germánia. U dodávateľa sme zistili, že monokryštál, z ktorého sme odrezali merané vzorky, sa síce čistil zónovou tavbou v čistej lodičke, ale pravdepodobne v tom istom zariadení, kde sa predtým zónovalo germánium. Odtiaľ mohlo germánium vniknúť do kremíka a pri zónovaní zhromažďovalo sa na jednom konci lodičky. Z tohto miesta bola pravdepodobne odrezaná vzorka, ktorá obsahovala maximálne množstvo germánia. Táto skutočnosť by mohla vysvetliť aj veľmi nerovnomerné rozdelenie germánia v meraných vzorkách.

LITERATÚRA

- [1] Šácha J., Fyz. čas. SAV 17 (1967), 148.
- [2] Сидор Г., Перлман И., Голлендер Дж., Таблица изотопов. Издательство иностранной литературы, Москва 1956.
- [3] Дженепов В. С., Пекер Л. К., Десять летизис of radioactive nuclei. Издательство академии наук СССР, Москва 1958.

- [4] Baumgärtner F., *Tabelle zur Neutronenaktivierung*. Kerntechnik 1961, Nr. 8, 356.
[5] Koch R. C., *Activation Analysis Handbook*. Academic Press, New York—London 1960.
[6] Crouthamel G. E., *Applied Gamma Ray Spectrometry*. Pergamon Press, London 1960.

Došlo 23. 11. 1966

*Fyzikálny ústav SAV,
Bratislava*

AKTIVIERUNGSANALYTISCHE QUALITATIVE UND QUANTITATIVE
BESTIMMUNG VON SPURENBEIMENGENGEN IM SILIZIUM

II. BESTIMMUNG EINER UNBEKANNTEN BEIMENGENUNG

Juraj Šácha

ZUSAMMENFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wird auf die bei der Bestimmung einer unbekanntem Beimengung im Silizium benutzte Methode eingegangen. Diese Beimengung (ein Gemisch von zwei Strahlern — Mutter- und Tochtersubstanz) wurde anhand der Halbwertszeitbestimmung sowie der Ermittlung der Gammastrahlungsenergie beider Anteile identifiziert.