

Нгуен Конг Чанг, А.Ф.Новгородов, М.Каскевич, А.Колачковски, В.А.Халкин

ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ХЛОРИРОВАНИЯ УЛЬТРАМИКРОКОЛИЧЕСТВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И ТЕРМОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ИХ ТРИХЛОРИДОВ

Направлено в журнал "Радиохимия"

Метод газовой термохроматографии /ГТХ/ в настоящее время довольно широко используется в радиохимической практике^{/1-7/}. Наиболее успешно он применялся для разделения летучих соединений, значительно отличающихся по теплотам адсорбции (ΔH_a^o)^{/8/}. Из проведенных ранее^{/9/} теоретических рассмотрений следовало, что при оптимальных условиях селективность метода ГТХ можно существенно увеличить. Разделительная способность метода ГТХ характеризуется критерием разделения двух веществ:

$$R_{1,2} = \frac{T_{a_1} - T_{a_2}}{2(\sigma_1 + \sigma_2)}, \qquad (1/$$

где T_{a_1} и T_{a_2} - температуры центров тяжести адсорбции веществ 1 и 2 в термохроматографической колонке /ТХК/; σ_1 и σ_2 - стандартные отклонения их распределений в колонке. Уравнение дисперсии для распределения вещества в ГТХ имеет следующий вид:

$$\sigma^{2} = \frac{R\sqrt{T_{a}} \left[a \cdot T_{a} \left(3T_{a} - T_{H}\right) + b\left(T_{a} + T_{H}\right)\right]}{4 \cdot g \cdot \Delta H_{a}}, \qquad /2/$$

где

$$a = \frac{\pi D_{\Gamma 33}^{\circ} d^2}{2 V_0 \sqrt{T_0}} \qquad \qquad b = \frac{V_0 \sqrt{T_0}}{24 \pi D_{\Gamma 33}^{\circ}};$$

R – газовая постоянная /кал.моль. $^{-1}$ К $^{-1}$ /; $T_{\rm H}$ – стартовая температура /К/; g – градиент температуры в ТХК /К.см $^{-1}$ /; $\Delta H_{\rm a}$ – энтальпия адсорбций /кал.моль $^{-1}$ /; $D^{\rm o}_{\Gamma a 3}$ – коэффициент диффузии вещества в газе-носителе или в газе-реагенте/см 2 с $^{-1}$ / при стандартных условиях / T_0 = 298,15 К и р = 1 атм/; d – диаметр ТХК /см/; V_0 – объемная скорость газа-носителя или газа-реагента при стандартных условиях /см $^3.\,c^{-1}$ /.

Оптимальная скорость газа-носителя V₀ (опт) определяется по уравнению Ван-Димтера^{/10/}:

$$V_0 (\text{OHT}) = \pi D_{\Gamma a3}^{\circ} d \sqrt{\frac{6(T_H + T_a)}{T_0}}.$$
 /3/

Согласно оценке, сделанной на основании данных о корреляции T_a для микроколичеств и энтальпий сублимации макроколичеств хлоридов многих элементов $^{/11-13/}$, трихлориды La, Gd и Lu



должны адсорбироваться в кварцевой ТХК в зонах с T_a , равными 1060, 1020 и 915 К соответственно. Экспериментально определенное ΔT_a для трихлоридов La и Lu /11,12,14-17/ хорошо совпадало с такой оценкой и составляло 150-200 К. При мгновенном вводе вещества в колонку стандартное отклонение его распределения (σ) в зоне адсорбции для ТХК диаметром d = 1 мм, T_H = = 1373 K, D_{Pa3}^o = 0,1 см² с⁻¹ и ΔH_a = 57 кал.моль⁻¹, T_a = 1113 К /последние два значения относятся к LaCl₃/12// будет равно 2,5 К. Следовательно, если ΔT_a = 10-15 К, имеем R = 1÷1,5, что указывает на возможность разделения соседних редкоземельных элементов /РЗЭ/.

В настоящей работе предпринята попытка осуществить ГТХразделения смеси трихлоридов всех лантанидов. В литературе ранее сообщалось о разделении этим методом только двух пар соседних элементов La-Ce^{14,16/} и Nd-Pm^{18/}.

С целью оптимизации ГТХ-разделения резкоземельных элементов мы исследовали влияние стартовой температуры ($T_{\rm H}$), состава и расхода различных хлорирующих газов-реагентов на процесс термо-хроматографирования, причем в соответствии с выводами работы ⁹⁷ мы полагали, что селективность метода будет наибольшей, если:

а/ при хлорировании образцов будет образовываться лишь одно соединение РЗЭ, а именно: трихлорид, не превращающийся в ТХК в какое-либо другое летучее или тем более нелетучее соединение;

б/ поверхность ТХК будет как можно более чистой и однородной;

в/ хлорирование образцов и улетучивание трихлоридов будет происходить настолько быстро, что профиль ввода пробы в ТХК будет приближаться в δ-функции;

г/ расход газа-реагента будет оптимальным и, следовательно, будет минимальной высота, эквивалентная теоретической тарелке.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исследование проводилось с радиоактивными изотопами РЗЭ: ^{140}La , ^{144}Ce , ^{147}Nd , ^{153}Sm , ^{156}Eu , $^{151.153}Gd$, ^{169}Yb и ^{172}Lu , которые очищались на хроматографической колонке, заполненной катионитом, с помощью растворов a - оксиизобутирата аммония. Затем их переводили на катионообменной колонке малого объема в хлоридную форму. Солянокислые растворы лантанидов упаривали в микропробирках / ϕ = 2 мм, ℓ = 10 мм/ под инфракрасной лампой и осадки сушили при 520+10 К в вакууме.

Большинство экспериментов было выполнено с лантаном-140 / $T_{\frac{1}{2}}$ = 40 часов/. Выбор элемента определялся прежде всего тем, что у лантана значительно выше, чем у других РЗЭ, энергия

связи с кислородом, тогда как энергия связи с хлором практически такая же, как и у других лантанидов $^{/13,19,20/}$. Следовательно, примеси кислорода и воды в газах-реагентах должны наиболее заметно влиять на его поведение в процессах хлорирования и термохроматографирования. Очевидно, что если найдены условия, в которых получаются хорошо воспроизводимые результаты с LaCl₃, то они полностью подходят и для экспериментов с другими лантанидами. Кроме того, 140 La удобно получать генераторным методом, используя 140 Ba / T₁₀ = 12,8 дня/.

На <u>рис.1</u> показана схема экспериментальной установки. Газами-реагентами служили хлористый водород и хлор. Они получались в результате взаимодействия концентрированной соляной кислоты /1/ с H_2SO_4 и KMnO₄ /2/ соответственно. Водород, который добавляли к HCl, получали электролизом раствора КОН/9/.Азот /99,99%/ и кислород /99,98%/ были техническими и отбирались из баллонов /6 и 19/.

Все газы перед подачей в ГТХ-колонку тщательно сушили. Для этого HCl пропускали сначала через серную кислоту /3/, а затем через трубку, заполненную молибденовой жестью или проволокой и нагретую до 670+10 К электропечью /4/. Следы присутствовавших в HCl влаги и кислорода связывались, образуя с молибденом оксихлориды, которые удалялись из газового потока в ловушке /5/, заполненной кварцевой ватой. Расход газа измерялся реометром /7/. В смесителе /8/ при необходимости HCl мог смешиваться с каким-либо другим газом. При использовании хлора в качестве газа-реагента его сушили только серной кислотой.

Водород очищали от основных количеств воды в трубке /10/, заполненной гранулированной КОН. Остатки влаги вымораживались в ловушках /11-13/ при 77 К. Ловушки соединялись нагретыми до 600 К трубками /14 и 15/, заполненными активированным медью силикагелем. Образующаяся из следов кислорода над этим катализатором вода вымораживалась. Для окончательной очистки водород проходил через серную кислоту /17/ и азотную ловушку /18/. После измерения реометром /20/ расхода H_2 его подавали в смеситель /8/.

При работе со смесями HCl+O₂ или Cl₂+O₂ кислород из баллона /19/ поступал через систему, состоящую из редуктора и вентилей, в реометр /20/ и далее в смеситель /8/. Для при-готовления Cl₂+ C₂Cl₆ или N₂+ SOCl₂ хлорирующие агенты C₂Cl₆ или SOCl₂ помещались в смеситель /8'/, в котором происходило насыщение или хлора или, соответственно, азота.

ТХК представляла собой кварцевую трубку с внутренним диаметром 1,25 мм и длиной 650 мм, к которой со стороны ввода образца была припаяна кварцевая трубка с внутренним диаметром 4 мм и длиной 200 мм. Для очистки ТХК выдерживали в течение суток в концентрированной HNO₃. затем тщательно промывали

2



дистиллированной водой, этиловым спиртом и, наконец, сушили при 520+10 К в вакууме. ТХК вставлялась в электропечь /21/, где поддерживалась температура в диапазоне 670~1370 К. Для получения постоянного температурного градиента обмотка электропечи длиной 600 мм выполнялась нихромовой проволокой с переменным шагом витков.

Перед опытом печь с введенной в нее ТХК устанавливалась горизонтально, микропробирка с образцом вводилась в участок колонки, находящийся вне печи, и через ТХК в течение 20-30 мин для удаления воздуха пропускали газ-реагент. Затем для получения однородной поверхности кварцевую колонку равномерно протягивали, не прекращая пропускания газа-реагента, через зону максимальной температуры со скоростью 0,3 мм/с, после чего она возвращалась в исходное положение. Быстрым наклоном печи микропробирка вводилась в зону максимальной температуры, где она задерживалась специально сделанным уступом /рис.1/. С помощью датчика /22/ /сцинтилляционный счетчик с кристаллом Na(TI)J по спаду активности, который регистрировался на пересчетном, печатающем или записывающем устройствах /23/, определялась скорость улетучивания лантанидов. После опыта ТХК извлекалась из печи со стороны низких температур и разрезалась на части длиной по 5-10 мм, активность которых измеряли сцинтилляционным или полупроводниковым детекторами.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

1. Хлорирование и испарение ультрамикроколичеств хлоридов РЗЭ

Ультрамикроколичества хлоридов лантанидов улетучивались в потоке HCl тем быстрее, чем выше была температура процесса /<u>рис.2</u>/. При $T_{\rm H}$ = 1370+10 К за 120 с переходило в газовую фазу более 95% изучаемых элементов. Результаты, практически аналогичные показанным на рис.2, были получены при использовании в качестве газов-реагентов хлора, насыщенного парами CCl₄, C_2Cl_6 , и азота, насыщенного SOCl₂. Скорость процесса замедлялась, если хлорирование проводилось смесью 30%HCl + 70%H₂: при 1370+10 К за 300 с улетучивалось немногим более 90% хлоридов лантанидов. Максимальная температура хлорирования в наших опытах ограничивалась температурой размягчения кварца.

Скорость улетучивания ультрамикроколичеств РЗЭ резко падала,если в газах- реагентах был кислород /<u>рис.3</u>/. Очевидно, это связано с процессами, приводившими к образованию нелетучих окислов и трудно летучих оксихлоридов.



Рис.2. Зависимости скоростей хлорирования и улетучивания ¹⁴⁰La в потоке HC1, 20 см³/мин, от температуры: 1/ 980 K; 2/ 1070 K; 3/ 1170 K; 4/ 1270 K; 5/ 1370 K.



Рис.3. Зависимости скоростей хлорирования и улетучивания ¹⁴⁰La при 1370 К от скорости потока HCl и от содержания кислорода в газовой смеси HCl + O_2 : 1/4 см³/мин; 2/10 см³/мин; 3/20 см³/мин, HCl+ O_2 , 20 см³/мин; 4/85 $^{\circ}O_2$; 5/50 $^{\circ}O_2$: 6/15 $^{\circ}O_2$.

2. <u>Термохроматография ультрамикроколичеств РЗЭ</u> в потоках Cl₂ и HCl

При термохроматографировании ультрамикроколичеств лантанидов в потоках Cl_2 и HCl /20 мл/мин/ исследуемый элемент,например лантан, практически полностью адсорбировался в температурной зоне 845+10 К /рис.4 и 5/. Очевидно, что в этом температурном интервале на кварце адсорбировался LaCl₃. Такие же результаты были получены и для других лантанидов.

В экспериментах с хлором всегда наблюдалась небольшая адсорбция элементов - порядка десятых долей процента - при



<u>Рис.4</u>. Термохроматограммы хлоридов лантана в кварцевых колонках Ø 1,25 мм в потоке $Cl_2 + O_2$, 20 см ³/мин, $T_{\rm H} = 1370$ К, $\tau = 30$ мин: 1/ 100% Cl_2 ; 2/ 80% Cl_2 ; 3/ 67% Cl_2 ; 4/ 50% Cl_2 .

1040+10 К и 1173+10 К /рис.4/. Соединения, сорбировавшиеся при этих температурах, вероятно, образовались из-за примеси кислорода в хлоре. Действительно, добавка кислорода к хлору /хлористому водороду/ увеличивала их выход, а при 50/80/% содержания О₂ в газовой смеси лантаниды полностью адсорбировались в высокотемпературной зоне /рис.4,5/. Чтобы устранить влияние неконтролируемых примесей кислорода, мы добавляли $\mathrm{C_2Cl}_6$ к Cl_2 , и H₂ к HCl. Добавки позволили устранить адсорбцию лантанидов при высоких температурах, однако пики на хроматограммах оставались неправильной формы /рис.6/. Этот эффект, по нашему мнению, был связан с неоднородностью поверхности кварца. Для его устранения мы проводили отжиг колонок при 1370 К и непрерывном пропускании газа-реагента. Такая обработка оказалась очень эффективной: хроматографические пики стали в 3÷4 раза уже, имели форму, близкую к симметричной, их стандартное отклонение σ составляло 5÷6,5 К, что совпадало с величиной, рассчитанной по уравнению /2/, для LaCl₃ при $D_{\Gamma a3}^{\circ} = 0,65$ см² с⁻¹ в смеси H₂/HCl=1:1 , V₀= 20 см³/мин, T_H=1373 К, T_a=853 К.





<u>Рис.5</u>. Термохроматограмы хлоридов лантана в кварцевых колонках Ø 1,25 мм в потоке $\dot{H}Cl_{+}O_{2}$, 20 см³/мин, T_{H} = = 1370 K, τ =30 мин: 1/ 100% HCl; 2/ 50% HCl; 3/ 20% HCl.

Рис.6. Влияние высокотемпературной подготовки кварцевых колонок Ø 1,25 мм на форму зоны адсорбции¹⁴⁰LaCl₃, T_H = = 1370 K, τ = 30 мин, HCl+H₂ /1:1/, 20 см³/мин: 1/ неподготовленная колонка; 2/ подготовленная колонка.

В условиях, тождественных тем, в которых проводились эксперименты с лантаном, были определены температуры центров тяжести зон адсорбции ультрамикроколичеств трихлоридов некоторых других лантанидов. Результаты, приведенные в таблице, показывают, что трихлориды всех изученных РЗЭ адсорбируются в узком температурном интервале. Для лантана и лютеция, крайних элементов редкоземельной группы, ΔT_a =10+1 К /рис.7/. Эта величина в 10÷15 раз меньше приведенной в литературе /10,11,13-16/. Мы не нашли объяснения столь существенной разнице наших и опубликованных данных. Она, вероятно, связана с подготовкой газовреагентов и колонок, стартовой температурой и продолжительностью хлорирования. Одна из возможных причин - разница в абсолютных количествах трихлоридов элементов, введенных в ТХК. В наших экспериментах количества лантанидов всегда были меньше 0,1 мкг. Увеличение их количества, например до 1 мкг, приводило к сдвигу ${\rm T}_a$ в область высоких температур примерно на 50 К

Таблица

Температуры центров тяжести зон адсорбции трихлоридов лантанидов на кварце /К/ в потоках различных газовреагентов. $V_0 = 20 \text{ см}^3$ /мин, $T_H = 1370 \text{ K}$, r = 1 час, количества редкоземельных элементов $\leq 0,1 \text{ мкг}$.

В скобках дано число определений величины Т_а для каждого элемента

Элемент	50%HCl+50%H ₂	$Cl_{2+}C_2Cl_6$	HCl	N ₂ +SOCl ₂
La	846+9/8/	858+10/8/	849+9/3/	855+11/3/
Ce	843+13/5/	-	-	
Nd	838+10/5/	-		-
Sm	843+12/5/	-	_	-
Eu	-	858+10/5/	_	-
Gd	843+14/5/	853+10/5/	-	-
Yb	838+10/5/	-	_	-
Lu	835 <u>+</u> 10/8/	849 <u>+</u> 10/8/	840+8/3/	844+9/3/

/<u>рис.8</u>/. Экспериментальные данные, представленные на рис.8, позволили рассчитать емкость поверхности кварцевой ТХК для LaCl₃, которая составила /4,05+0,08/ \cdot 10¹⁴ молекул/см².

Проведейные исследования позволяют нам сделать следующие выводы:

А. Показана принципиальная возможность термохроматографического разделения летучих веществ, незначительно отличающихся по температуре центров тяжести зоны адсорбции на колонке/ΔT_a = = 15÷20 К/.

Б. Методом газовой ТХ без использования комплексообразующих агентов $^{/21,22/}$ нельзя разделить ультрамикроколичества трихлоридов лантанидов из-за близости их $T_{a}\left(\Delta T_{a\,L\,aC\,l_{3}/L\,uC\,l_{3}}=10+1$ К/.

В. Для оценки T_a ультрамикроколичеств трихлоридов редкоземельных элементов, очевидно, не применима наблюдающаяся для хлоридов ряда элементов корреляция T_a и $\Delta H^{\circ}_{\rm Cyбл.\,298\,K}$ /11/. Известно, что T_a зависят не только от $\Delta H_a \sim \Delta H_{\rm Cyбл.\,298\,K}$, но и от ΔS_a /9.23/ Если $\Delta S_a \sim |\Delta S_{\rm Cyбл.\,298\,K}|$, то существенные изменения последней величины /12/могут компенсировать влияние ΔH_a и приводить, в конечном итоге, к близким величинам T_a трихлоридов всех лантанидов.



<u>Рис.7</u>. Термохроматограммы 140_{LaCl_3} и 172_{LuCl_3} в кварцевой колонке Ø 1,25 мм, HCl+H₂ /1:1/, 20 см³/мин, T_H = 1370 К, τ = 30 мин.

<u>Рис.8</u>. Распределение LaCl₃ в зависимости от количества введенного в кварцевую колонку \emptyset 1,25 мм лантана, T_H=1370 K, $\tau = 30$ мин, HCl + H₂ /1:1/, 20 см³/мин: 1/¹⁴⁰La без носителя; 2/ 0,1 мкг; 3/ 0,5 мкг; 4/ 1 мкг.

1000

1

Авторы благодарят Г.Ю.Байера и В.И.Соболева за большую техническую помощь при выполнении этой работы.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Merinis J.Bouissieres G. Anal.Chim.Acta, 1961, 25,5, p.498.
- 2. Айхлер Б. ОИЯИ, Р12-6662, Дубна, 1971.
- 3. Rudstam G., Grapengiesser B. Radiochim.Acta, 1973, 20, 3. p.97.
- 4. Davidov A.V., Travnikov S.S., Myasoedov B.F. J.Radioanal. Chem., 1973, 14, p.285.
- 5. Звара И. и др. Радиохимия, 1976, 18, 3, с.371.
- 6. Новгородов А.Ф. и др. Радиохимия, 1980, 22,5, с.763.
- 7. Саттаров Г., Кист А.А., Хаттимов Ш. Радиохимия, 1980, 22, 6, с.899.

- ,8. Белов В.З. и др. ОИЯИ, Р12-8216, Дубна, 1974.
- 9. Новгодоров А.Ф., Колачковски А. ОИЯИ, Р6-12457, Дубна, 1979.
- Van Deemter J.J., Zuiderweg F.J., Klinkenberg A. Chem. Engng.Sci., 1956, 5, p.271.
- 11. Айхлер Б., Доманов В.П. ОИЯИ, Р12-7775, Дубна, 1974.
- 12. Айхлер Б. и др. ОИЯИ, Р12-9454, Дубна, 1976.
- Термические константы веществ, вып.VIII, часть 1 /под ред. В.П.Глушко/. Изд-во АН СССР, М., 1978.
- 14. Merinis J., Bouissieres G. Radiochim.Acta, 1969, 12, 3, p.140.
- 15. Давыдов А.В., Травников С.С., Мясоедов Б.Ф. ЖАХ, 1971, 26, 10, с.1936.
- Travnikov S.S., Davydov A.V., Myasoedov B.F. J.Radioanal. Chem., 1975, 25, p.17.
- 17. Давыдов А.В., Травников С.С., Мясоедов Б.Ф. Chemia analityczna, 1976, 21,1, p.41.
- 18. Merinis J. Theses, A21, Orsay, 1965.
- Молекулярные постоянные неорганических соединений /под ред. К.С.Краснова/. "Химия", Л., 1979.
- Энергия разрыва химических связей. Потенциалы ионизации и сродство к электрону /под ред. В.М.Кондратьева/. "Наука", М., 1974.
- 21. Зварова Т.С., Звара И. ОИЯИ, Р12-4504, Дубна, 1969.
- Bachmann K. et al. GSI, Jahresbericht 1977, GSI-J-I-78, Darmstadt, 1978, p.183.
- 23. Айхлер Б., Звара И. ОИЯИ, Р12-8943, Дубна, 1975.

Рукопись поступила в издательский отдел 27 апреля 1982 года.

ι1

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги,

если они не были заказаны ранее.

Д13-11182	Труды IX Международного симпозиума по ядерной элект- ронике. Варна, 1977.	5 р. 00 к.
Д17-11 490	Труды Международного симпозиума по избранным пробле- мам статистической механики. Дубна, 1977.	6 р. 00 к.
д6-11574	Сборник аннотаций XV совещания по ядерной спектроско- пии и теории ядра. Дубна, 1978.	2 р. 50 к.
Д3-11787	Труды III Международной школы по нейтронной физике. Алушта, 1978.	3 р. 00 к.
Д13-11807	Труды III Международного совещания по пропорциональ- ным и дрейфовым камерам. Дубна, 1978.	6 р. 00 к.
	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заря- женных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
Д1,2-12036 I	Труды V Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1978	5 р. 00 к.
Д1,2-12450	Труды XII Международной школы молодых ученых по физике высоких энергий. Приморско, НРБ, 1978.	3 р. 00 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заря- женных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
Д11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЗВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
д4-80-271	Труды Международной конференции по проблемам нескольких тел в ядерной физике. Дубна, 1979.	3 р. 00 к.
д4-80-385	Труды Международной школы по структуре ядра. Алушта, 1980.	5 р. 00 к.
Д2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам кван- товой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
Д10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математи- ческого моделирования в ядерно-физических исследова- ниях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
Д1,2-81-728	Труды VI Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1981.	х 3 р. 60 к.
Д17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
Д1,2-82-27	Труды Международного симпозиума по поляризационным явлениям в физике высоких энергий. Дубна, 1981.	3 р. 20 к.
P18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно- физических методов для решения научно-технических	3 D 80 K

101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

Нгуен Конг Чанг и др. 6-82-307 Исследования высокотемпературного хлорирования ультрамикроколичеств редкоземельных элементов и термохроматографического поведения их трихлоридов В открытых кварцевых ГТХ-колонках диаметром 1,25 мм получены четкие зоны адсорбции трихлоридов отдельных редкоземельных элементов, характеризующиеся значением среднеквадратичного отклонения распределения адсорбата в=5К. Доказано, что температуры центров тяжести зон адсорбции трихлоридов всех редкоземельных элементов практически одинаковы и, следовательно, нельзя провести газотермохроматографического разделения их ультрамикроколичеств. Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ. Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1982 Nguyen Cong Trang et al. 6-82-307 Investigations of High-Temperature Chlorination of Ultramicroamounts of Rare-Earth Elements and Study of Thermochromatographic Behaviours of Their Trichlorides For trichlorides of some rare-earth elements, clear adsorption zones, being characterized by standard deviation of adsorbat distribution ($\sigma=5K$) have been obtained in open quartz columns with diameter of 1.25 mm. It has been proved that the temperatures of the centers of gravity of adsorption zones were practically the same for trichlorides of all the rare-earth elements, therefore, it follows that thermochromatographic method cannot be performed for separation of their ultramicroamounts. The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1982

Перевод авторов.

Γ