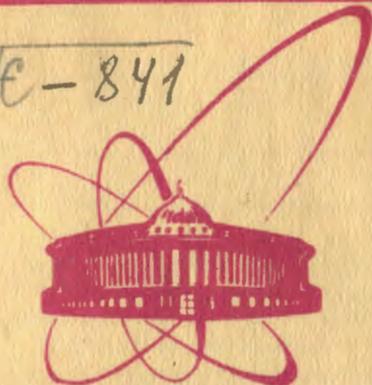


ЖЕ-841



e +
объединенный
институт
ядерных
исследований
дубна

2326 / 2-81

"/5-81

P12-81-41

Б.Л. Жуйков

ВЫДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ РАДИОЭЛЕМЕНТОВ
ИЗ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЦИКЛОТРОННЫХ МИШЕНЕЙ
ВОЗГОНКОЙ В ТОКЕ ВОЗДУХА
И РАЗДЕЛЕНИЕ СЕЛЕКТИВНЫМИ
ХИМИЧЕСКИМИ ФИЛЬТРАМИ. 1.

Направлено в журнал "Isotopenpraxis"

1981

1. ВВЕДЕНИЕ

Выделение из циклотронных мишеней радиоактивных изотопов в состоянии без носителя - важная радиохимическая задача, решаемая различными способами. Большую роль здесь играют методы, основанные на возгонке летучих элементов и соединений и их термохроматографическом разделении^{1/}.

В работах, проводимых в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ по синтезу и поиску новых элементов, в качестве радиоактивных метчиков требуются, в частности, ближайшие аналоги элементов 107-110: рений, осмий, иридий, платина в состоянии без носителя, а также их более легкие аналоги как, например, технеций. Все эти элементы летучи в виде окисных соединений, что нами положено в основу методики выделения из циклотронных мишеней.

Нейтрондефицитные изотопы рения, осмия, иридия получали ранее путем возгонки в токе воздуха из облученных ускоренными протонами мишеней вольфрама^{2/}, золота^{3/}, окислов свинца^{4 1/}, урана и тория^{5/}. Эти изотопы, а также изотопы платины, выделяли из ртути, облученной протонами, отгоняя ртуть в токе водорода^{6,7/}. Долгоживущий изотоп технеция (⁹⁵Tc) получали, сжигая металлический молибден, облученный протонами^{8/}.

Достаточно высокие активности различных радиоизотопов платиновых элементов, рения и технеция можно получить также в реакциях с α -частицами и тяжелыми ионами. Как показано в настоящей работе, газохимическое выделение изотопов из мишеней в токе воздуха при этом оказывается простым и эффективным.

Для разделения возогнанных элементов мы пропускали их в токе газа через химические фильтры при высокой температуре, избирательно поглощающие некоторые элементы. Предлагаемые по этому принципу методики проще и позволяют добиться лучшего разделения, чем при обычно используемой термохроматографии.

Другой принцип для разделения элементов, который использовался в этой работе, основан на том, что при сжигании металлической мишени в токе воздуха содержание кислорода в выходящем газе, а следовательно, и летучесть некоторых микроэлементов, сильно меняются со временем.

2. ЭКСПЕРИМЕНТ

2.1. Синтез радионуклидов Re, Os, Ir, Pt и Tc на циклотроне и γ -спектрометрические измерения

Мишени - металлические фольги тантала, вольфрама и ниобия толщиной от 15 до 220 мкм облучали на циклотроне У-200 ЛЯР ионами $^4\text{He}^{+1}$ и $^{12}\text{C}^{+3}$ различных энергий /ток до 15 мкА/. γ -спектрометрические измерения полученных изотопов осуществляли с помощью полупроводникового Ge(Li)-детектора с разрешением около 3 кэВ /для энергии 352 кэВ/ и анализаторов ВМ-96 Intertechnik и УНО-4096-90 /4096 каналов/.

При облучении мишеней тантала и ниобия ионами ^4He из долгоживущих γ -активных изотопов образуются практически только изотопы рения и технеция соответственно /см. табл. 1/.

При облучении же тантала ионами ^{12}C могут образовываться радионуклиды нескольких элементов, в основном это изотопы ^{188}Pt и ^{188}Ir /табл. 1/. Последний изотоп является дочерним более долгоживущего ^{188}Pt , поэтому для изучения поведения иридия в химических опытах контроль осуществлялся либо за изотопом ^{188}Ir /в первые дни после облучения/, образующимся при больших энергиях ионов ^{12}C /около 110 МэВ/, либо за изотопом ^{189}Ir /свыше 5 дней после облучения/, образующимся при

Таблица 1

Основные изотопы, образующиеся при облучении мишеней Ta, W и Nb ускоренными ионами ^4He и ^{12}C

Мишень	Частица	Нуклид	$T_{1/2}$ (дни)	Энергии γ -квантов (кэВ) и квантовый выход (%)
Ta	^{12}C	^{188}Pt	10,2	187,6(19), 195,1(18), ...
		^{191}Pt	2,8	538,9(14)...
		^{186}Ir	0,66	296,9(65), 137,2(41), ...
		^{188}Ir	1,7	155,0(32), ...
		^{189}Ir	13,3	244,8(18), ...
Ta	^4He	^{183}Re	70	162,3(22), 291,7(10), ...
W	^4He	^{185}Os	94	646,1(81), 162,8(1), ...
		^{183}Re	70	162,3(22), 291,7(10), ...
Nb	^4He	^{95}Tc	60	562,1(33), ...

меньших энергиях /60-80 МэВ/. Кроме изотопов иридия и платины /табл. 1/ при больших энергиях ^{12}C образовывались в значительно меньших количествах изотопы ^{182}mRe , ^{183}Re и ^{182}Ta , продукты деления компаунд-ядра ^{82}Br , ^{120}Sb , ^{99}Tc -Mo и др. В некоторых случаях были замечены ^{97}Ru и $^{101\text{m}}\text{Rh}$ /по-видимому, из ниобия, содержащегося в танталовой фольге/.

2.2. Постановка экспериментов по выделению радиоактивных нуклидов из мишеней

Облученную мишень, разрезанную на полоски, помещали в кварцевую трубку, внутренним диаметром 2,5-4 мм. В трубку с помощью мембранного или перестатического насоса подавали атмосферный воздух /содержащий обычно пары воды около 10 мм рт. ст./ с объемным расходом 10-20 мл/мин. В случае вольфрамовой мишени использовали осушенный воздух, так как вольфрам образует летучую гидроокись^{11/}.

Нагревание производили печами накаливания. Температуру измеряли с помощью Pt-PtRh термопар с точностью $\pm 10^\circ$.

Возогнанные из мишеней элементы осаждали на внутренней поверхности кварцевой трубки на выходе из печи или непосредственно на порошке образца, в который требовалось внести метки. При срывании метчиков с кварцевой трубки в раствор переходит около 90% всех изотопов. Осмий, образующий легколетучую четырехокись, вносили в раствор также путем барботажа газа, выходящего из трубки. Заметная часть активности при этом оставалась на подводящей трубке.

При изучении зависимости выделения элементов из мишеней в токе воздуха от времени использовали длинные печь и трубку. Трубку периодически сдвигали в направлении тока газа и сразу отрезали ее конец с возогнанными продуктами. Для улавливания легколетучих элементов в конец трубки, охлаждаемый водой, каждый раз помещали гранулы активированного угля. Вместо сдвигаемой трубки использовали также периодически сменяемые платиновые фольги - сборники летучих элементов.

2.3. Измерение концентрации кислорода в газе

При сжигании тантала практически весь кислород сначала реагирует с металлом, и возгоняются только элементы, летучие в элементарном состоянии. По окончании окисления возгоняются уже летучие окислы.

Для контроля за концентрацией кислорода в газе использовали твердотельную электрохимическую ячейку^{9,10/}, представляющую собой трубку из керамики на основе ZrO_2 с платиновыми контактами внутри и снаружи трубки, нагреваемой до 700°C .

Между контактами возникает э.д.с., которая зависит от разности концентраций кислорода внутри трубки и вне ее /формула Нернста/, измеряемая ламповым вольтметром.

Ячейку устанавливали на выходе из реакционной трубки. С помощью этого прибора точно фиксировался момент окончания окисления. Время полного окончания окисления совпадало с рассчитанным по реакции $4\text{Ta} + 5\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Ta}_2\text{O}_5$ исходя из веса тантала и расхода газа.

В момент окончания либо сдвигали трубку, как описывалось выше, либо пускали ток газа в обратную сторону, что позволяло возогнать летучие элементы отдельно от летучих окислов.

2.4. Селективные фильтры из металлического золота, окисей кальция и магния

Для разделения платины и иридия, выделенных из тантала, использовали фильтр из металлического золота в виде фольги площадью около 2 см и толщиной 5 мкм или более, помещенной в кварцевую трубку. Возогнанные изотопы платины и иридия пропускали в токе воздуха через этот фильтр, нагретый до температуры $1000 \pm 50^\circ\text{C}$, который поглощал платину.

Разделение осмия и рения, выделенных из вольфрама, производили с помощью фильтров из окисей кальция и магния, поглощающих рений. Порошок окисей марки "XЧ", помещали слоем в кварцевую трубку и удерживали там тампонами из кварцевой ваты. При длине слоя 2-3 см в системе возникало избыточное давление 0,2-0,3 атм. Для уменьшения сопротивления фильтру большой длины придавали пористость, перемешивая окись кальция с кварцевой ватой. Перед тем как использовать фильтры при высокой температуре, их осторожно прогревали в токе газа при более низких температурах, чтобы удалить влагу.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Влияние температуры на выделение элементов из окисляющихся мишеней

В ходе сжигания тантала, вольфрама и ниобия в токе воздуха возможно образование различных окислов и нитридов. Возможно также образование интерметаллических соединений и двойных окислов выделяемых элементов с веществом мишени. На возгонку радионуклидов сложным образом влияют процессы диффузии и спекания. Не задаваясь целью изучить весь процесс всесторонне, мы определяли общие оптимальные условия для быстрого и полного выделения радиоэлементов.

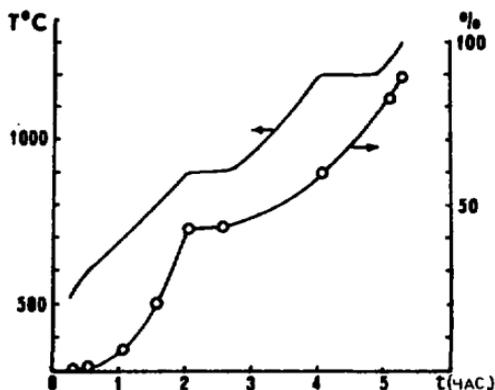


Рис. 1. Влияние температуры на процесс выделения ^{95}Tc из фольги металлического ниобия /50 мкм/, нагреваемой в токе воздуха.

Влияние температуры можно проследить на примере возгонки ^{95}Tc из облученного ниобия.

На рис. 1 представлен суммарный процент выделения технеция в зависимости от времени и температуры нагревания. Выделение технеция

начинается с началом окисления ниобия выше 600°C . Повышение температуры до 900°C приводит к интенсивному улетучиванию ^{95}Tc , но дальнейшее выделение изотопа в ходе нагревания при той же температуре прекращается. Дальнейшее повышение температуры вновь сопровождается интенсивным улетучиванием, которое уже не прекращается со стабилизацией температуры при 1200°C . При этой температуре достигается высокий процентный выход ^{95}Tc из мишени / > 90% /.

Такие же высокие температуры /1200-1250°C/ необходимы для полного выделения платиновых элементов и рения из тантала и вольфрама /табл. 2/. Этот результат соответствует данным

Таблица 2

Процент выделения платиновых металлов и рения из облученных мишеней при нагревании в токе воздуха

Мишень	Температура, °C	Время нагревания (мин.)	% выделения			
			Re	Os	Ir	Pt
W (200мкм)	900	60	30,6	62,6	-	-
	1190	60	85,3	93,8	-	-
Ta (220мкм)	1250	170	-	-	81	87
	1250	160	75	-	-	-
Ta (15мкм)	1220	420	-	-	99,6	99,97

работ^{/2,11/}, в которых проводили выделение рения из вольфрама и вольфрама из тантала при более низких температурах, и даже значительное увеличение времени нагревания не привело к полному выделению изотопов.

Такой характер зависимости выделения от температуры можно объяснить, по-видимому, образованием при повышении температуры двойных окислов, разлагающихся при 1200 °С. Так, все платиновые металлы, технеций, рений способны, по-видимому, образовывать ниобаты и танталаты^{/12/}. Известны такие соединения для родия^{/13/} и марганца^{/14/} - аналога технеция.

Следует отметить, что процент выделение рения в осушенном воздухе, как и в работе^{/2/}, был значительно меньше, чем во влажном. Это связано с тем, что рений /как и технеций/ может образовывать гидроксид HReO_4 , обладающую высокой летучестью^{/15/}.

Коэффициент очистки выделяемых нуклидов от вещества мишени в случае возгонки из тантала и ниобия чрезвычайно высок, и его трудно оценить. Вольфрам же должен возгоняться в наших условиях в виде $(\text{WO}_3)_3$ в количестве $5 \cdot 10^{-5}$ мкг /900 °С^{/16/} и 10 мкг /1190 °С/ /рассчитано по данным о давлении пара^{/16/}, так что коэффициенты очистки будут соответственно 10^{10} и 10^5 . При использовании фильтров из окисей кальция или магния /см. ниже/ значения коэффициентов очистки от вольфрама должны сильно возрасти.

4.2. Зависимость выделения элементов от времени и состава отходящих газов

Кинетика выделения элементов при 1200-1300 °С существенно зависит от толщины и массы мишеней. Так, при нагревании тонкой танталовой мишени с массой, например, 20 мг /рис. 2/ весь металл сразу окисляется, и уже за 30 мин. выход Pt и Ir составляет более 90%. При более длительном нагревании достигается практически полное выделение /до 99,97% Pt, 99,6% Ir, > 99% Ru, 81% Rh/. Несколько меньший процент выделения родия можно объяснить тем, что известное соединение этого элемента RhTaO_4 начинает разлагаться лишь при 1220 °С^{/13/}.

Если нагревать в токе воздуха толстую танталовую мишень значительно большей массы /0,5-1г/, то в начале выделение платиновых элементов, рения, технеция не происходит вовсе, так как концентрация свободного кислорода в выходящем газе чрезвычайно мала /рис. 3/ /концентрация равновесная, обусловленная, по-видимому, примесями $\text{H}_2\text{O}/\text{H}_2$ или CO_2/CO в газе/. В первые 30 мин. все элементы, летучие в элементарном состоянии, возгоняются полностью /кроме индия, который может образовывать интерметаллические соединения с танталом^{/17/}/

Рис. 2. Процент выделения Pt и Ir из тонкой /15мкм/ танталовой фольги в зависимости от времени нагрева /1240°С/ в токе воздуха.

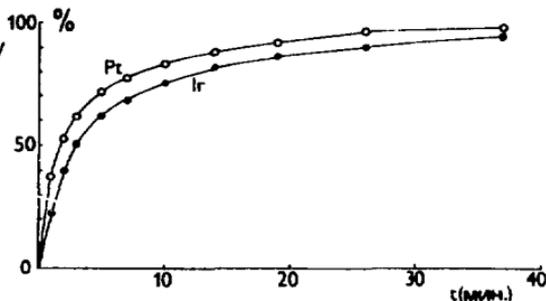


Таблица 3

Процент выделения изотопов из толстой /220 мкм/ танталовой мишени при нагревании ее в токе воздуха при температуре 1250°С

Изотоп	Энергия γ -квантов (кэВ)	Время от начала нагрева (мин.)					Остаток после нагрева
		15	30	60	90	170	
^{120}Sb	89,8	56	44	-	-	-	-
^{62}Br	554,7	60	40	-	-	-	-
^{111}Ag	342,1	87	13	-	-	-	-
^{126}I	388,6	52	48	-	-	-	-
^{123m}Tc	159,0	23	77	-	-	-	-
^{72}Zn	144,7	81	19	-	-	-	-
^{111}In	171,3	7	10	40	38	5	-
^{188}Pt	187,6	-	-	37	38	12	13
^{189}Ir	245,0	-	-	58	15	8	19 ^x
^{103}Ru	496,9	-	-	53	20	12	15 ^x
^{182}Ta	222,1	-	-	-	-	-	100
^{95}Nb	765,8	-	-	-	-	-	100

^x Процент элемента в остатке может быть завышен, а во фракциях возгонов соответственно занижен, т.к. возможно присутствие изотопов нелетучих элементов с той же энергией γ -излучения.

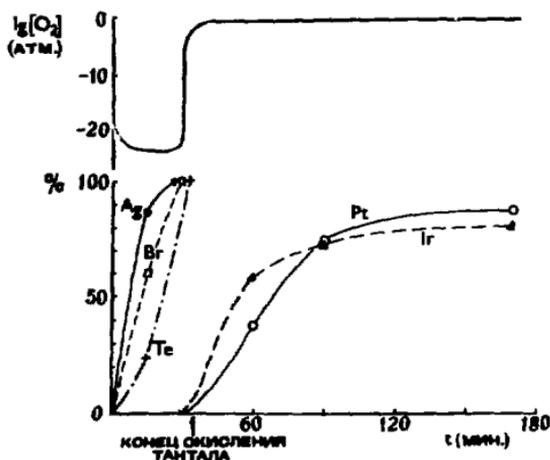


Рис. 3. Концентрация кислорода в газе на выходе из трубки и процент выделения элементов из толстой /220 мкм/ танталовой фольги в зависимости от времени нагревания /1250 °С/ в токе воздуха.

а также ^{99}Mo — Tc начинают возгоняться только тогда, когда кончается окисление тантала и концентрация кислорода в отходящем газе резко возрастает /рис. 3/.

Таким образом, за счет самопроизвольного изменения состава газа достигается групповое разделение элементов. Коэффициент очистки летучих элементов от летучих окислов здесь очень высок.

Процентный выход платины и иридия из толстой фольги /220 мкм/ составляет соответственно 87 и $\geq 81\%$ за 3 часа нагревания, что существенно меньше, чем при возгонке из тонкой фольги /15 мкм/.

4.3. Разделение платины и иридия с помощью фильтра металлического золота

При облучении тантала ионами ^{12}C одновременно образуются изотопы иридия и платины /табл. 1/. Термохроматография этих элементов на кварцевых колонках не приводит к хорошему разделению: осаждение PtO_2 , обусловленное, по-видимому, разложением этого окисла /18/, происходит в той же температурной зоне, что и осаждение окислов IrO_2 и IrO_3 /8,7/.

Если же возогнанные элементы пропускать в токе воздуха через фильтр золота /табл. 4/, то платина полностью поглощается золотом при 1000°, а иридий проходит через фильтр. Аналогично платине ведет себя родий, а аналогично иридию — рутений, если изотопы родия и рутения образовались в мишени. Коэффициент очистки платины и родия от иридия — более 60, иридия и рутения от платины — более 500.

Таблица 4

Выделение изотопов из тонкой танталовой мишени с использованием фильтра из золотой фольги

Изотоп	Энергия λ -квантов (кэВ)	Возгон на кварце	Золотая фольга (100%)	Остаток в $T_{\alpha}, \sigma_{\gamma}$
^{188}Pt	187,6	-	99,97	0,03
^{101m}Rh	306,6	-	61	19
^{188}Ir	155,0	98,1	1,0 ^x	0,4
^{189}Ir	245,0	100	-	-
^{97}Ru	215,7	100	-	-

^x Этот процент обусловлен распадом ^{188}Pt в ^{188}Ir .

Действие фильтра металлического золота можно объяснить усилением разложения PtO_2 за счет образования твердого раствора или интерметаллических соединений золота с платиной, которые известны для систем макрокомпонентов ^{17/}. Иридий же образует более устойчивые окислы и, кроме того, растворяется в золоте гораздо хуже, чем платина.

Золотую фольгу, поглотившую изотоп ^{188}Pt , использовали в качестве генератора чистого изотопа ^{188}Ir . Для этого золото нагревали в токе воздуха при более высоких температурах. За 30 мин. нагревания при 1100°C в токе воздуха выделялось 97% активности изотопа ^{188}Ir . Улетучивание материнского изотопа платины при этом, как и в работах ^{3,20/}, не наблюдалось / < 0,02%/. Лишь при 1150° улетучивалось 0,025%, при 1200° - 0,05%, а при 1250° - 0,10% изотопа ^{188}Pt , что, как минимум, в 5-10 раз превосходит расчетное улетучивание самого золота *.

4.4. Разделение осмия и рения с помощью фильтров из окисей кальция и магния

Разделение осмия и рения, выделенных из облученного вольфрама /табл. 2/ в токе воздуха, возможно путем термохроматографии на кварце и керамике /19, 20, 6/ за счет большей летучести четырехоксида осмия по сравнению с окислами рения.

* Энергия активации испарения платины из жидкого золота, оцененная по этим данным, составляет 60 ± 3 ккал/моль.

Однако в препаративных целях этот метод использовать не совсем удобно, из-за того, что осаждение микроколичеств рения и осмия на кварце сильно зависит от загрязнений в составе газа и характера поверхности колонки. Так, температура осаждения рения в присутствии небольших количеств воды /6,21/ или хлора /22/ может понижаться до комнатной и даже ниже, а осмий иногда /в зависимости от обработки и природы поверхности/ дает широкий термохроматографический пик, налагающийся на пик рения /21/. Лучшее разделение достигается, по-видимому, с использованием фильтра из K_2CrO_4 /20/.

Методически еще более просто и надежно отделение осмия от рения осуществляется с помощью фильтров из окиси кальция или окиси магния.

В табл. 5 показан процент поглощения рения и осмия, прошедших в токе воздуха последовательно участками фильтра CaO длиной 1 см при различных температурах.

Известно, что рений образует устойчивые соединения $Ca(ReO_4)_2$, $Ca_5(ReO_6)_2$ и при $1000^\circ C$ Ca_3ReO_8 /23,24/, в то время как соединения осмия ($CaOsO_3$, Ca_2OsO_5) менее устойчивы и разлагаются при температурах ниже $1000^\circ C$ с образованием OsO_4 и частично Os /25/. Этим можно объяснить тот факт, что осмий, в отличие от рения, в основном проходит через фильтр окиси кальция. Таким образом, при температуре $950-1000^\circ$ достигается полная очистка Os от Re /коэффициент очистки >500 / с выходом осмия около 85%. Однако в этом случае коэффициент очистки Re от Os негасок.

Мы предположили, что более эффективным будет разделение осмия и рения с помощью фильтра из окиси магния в связи с тем, что осмий не образует соединений с окисью магния, аналогичных соединениям с окисью кальция /26/, в то время как для рения известен, например, устойчивый перренат магния /24/. Наш эксперимент показал, что уже первый слой MgO /0,3 см/ полностью

Таблица 5

Поглощение ^{183}Re и ^{185}Os фильтром из CaO .

Температура участка фильтра $^\circ C$	% поглощения Re		% поглощения Os		Коэффициент очистки Os от Re на участке фильтра
	на участке	сумма	на участке	сумма	
1120-1070	8,8	8,8	2,0	2,0	1,1
1070-1030	86,7	96,5	5,1	7,1	20
1030-1000	4,5	100,0	5,4	12,5	>500
1000-970	-	100,0	1,5	14,5	"-
970-950	-	100,0	1,6	15,6	"-

поглощает весь возогнанный в токе воздуха рений при температуре около 930°. При этом даже доли процента Os не поглощались фильтром 3 см MgO и при 870°C. Коэффициенты очистки Os от Re и Re от Os выше 1000. Re не десорбируется с фильтра в токе воздуха вплоть до 1150°C / < 0,2%/. Но уже при 1250° возгонка рения происходит достаточно быстро /за 1 час нагревания на 66%/, и рений может быть выделен из фильтра MgO.

Таким образом, фильтры из окиси кальция и, особенно, из окиси магния применимы для разделения осмия и рения. В то же время фильтр из окиси кальция, например, не обеспечивает хорошего разделения иридия и платины: и платина, и большая часть иридия поглощаются фильтром при 1200-1000°C, по-видимому, вследствие образования при этих температурах двойных окислов с окисью кальция /27,28/.

5. ВЫВОДЫ

1. Быстрое и полное выделение платиновых элементов, Re, Tc из металлических мишеней тантала, вольфрама, ниобия достигается при их нагревании в токе воздуха до температуры 1200-1250°C.

2. При сжигании тантала в токе воздуха осуществимо эффективное разделение летучих элементов от летучих окислов за счет самопроизвольного изменения состава отходящих газов.

3. Отделение Ir и Ru от Pt и Rh достигается с помощью фильтра из металлического золота /1000°C/, поглощающего в токе воздуха Pt и Rh. Коэффициенты очистки - более 500.

4. Эффективную очистку Os от Re можно осуществить, используя фильтр окиси кальция, поглощающий Re при 1000°C и ниже. Коэффициент очистки > 500, выход Os - около 85%.

5. Полное разделение Os и Re достигается с помощью фильтра окиси магния /850-1150°/. Коэффициенты очистки > 1000, выходы - 100%. Re может быть возогнан с фильтра при температуре 1250°.

Автор благодарен члену-корреспонденту АН ЧССР И.Зваре и Б.Айхлеру за ценные замечания, а также С.Тимохину за помощь в экспериментах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Халкин В.А., Новгородов А.Ф., Колачковски А. IFJ, 1073/C, Кракow, 1979.
2. Баяр Б. и др. Радиохимия 1974, 16, с. 894.
3. Баяр Б. и др. Радиохимия 1974, 16, с. 329.

4. Баяр Б. и др. Радиохимия 1974, 16, с. 901.
5. Eichler В. Radiochem. Radioanal. Lett., 1975, 22, p. 147.
6. Eichler В., Доманов V.P. J. Radioanal. Chem., 1975, 28 p. 143.
7. Доманов В.П., Айхлер Б. Авт. свид. СССР №580000 от 15.11.77 г. Бюлл. ОИПОТЗ, 1977, №42, с. 13.
8. Novgorodov A.F., Reinhard H.G. ZfK-294, Rossendorf, 1975, p. 68.
9. Matsushita Y., Goto K. Thermodynamics, 1966, 1, p. 111.
10. Tare V.B., Schmalzried H. Transactions of the Metallurgical Soc. of Aime, 1966, p. 444.
11. Баяр Б. и др. Радиохимия 1974, 16, с. 336.
12. Горощенко Я.Г. Химия ниобия и тантала. "Наукова думка", Киев, 1965, с. 175.
13. Шаплыгин И.С. и др. ЖНХ, 1978, 23, с. 1404.
14. Химия и технология редких и рассеянных элементов /ч. 3/. /Под ред. Большакова К.А./, "Высшая школа", М., 1976.
15. Семенов Г.А., Шалкова Е.К. Вестн. ЛГУ, Физика-химия, 1969, 3, с. 111.
16. Куликов И.С. Термическая диссоциация соединений. "Металлургия", М., 1969, с. 294.
17. Вол А.Е., Каган И.К. Строение и свойства двойных металлических систем. "Наука", М., 1976, т. 3.
18. Аналитическая химия платиновых металлов /Под. ред. Виноградова А.П./, "Наука", М., 1972, с. 88, 97.
19. Адилбиш М. и др. Радиохимия, 1979, 21, с. 296.
20. Steffen A., Vächmann K. Talanta, 1978, 25, p. 677.
21. Адилбиш М. и др. Радиохимия, 1978, 20, с. 761.
22. Merinis J., Bouissieres G. Anal. Chim. Acta, 1961, 25, p. 498.
23. Scholder R., Happert K.L. Z. Anorg. Allg. Chem., 1965, 334, p. 209.
24. Борисова Л.В., Ермаков А.М. Аналитическая химия рения. "Наука", М., 1974.
25. Лазарев В.Б., Шаплыгин И.С. ЖНХ, 1978, 23, с. 1744.
26. Шаплыгин И.С., Лазарев В.Б. ЖНХ, 1976, 21, с. 2326.
27. Lugowska M. et al. Przem. Chem., 1974, 53, p. 44.
28. Mc Daniel C.L., Schneider S.J. J. Solid State Chem., 1972, 4, p. 275.