

3-426

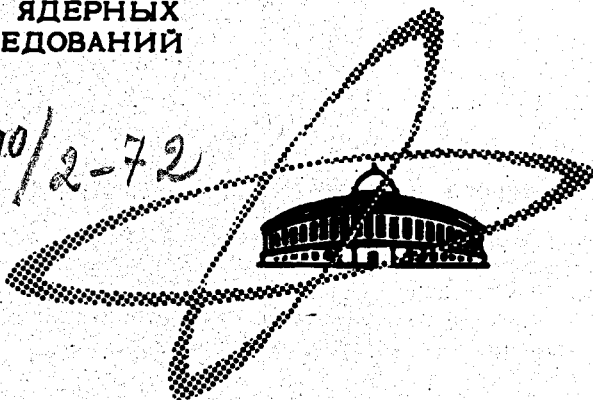
12/vii-72

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

2410/2-72

P6 - 6477



Т.С.Зварова

ГАЗОАДСОРБЦИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ  
КОМПЛЕКСОВ ХЛОРИДОВ ЛАНТАНОИДНЫХ  
ЭЛЕМЕНТОВ С ХЛОРИСТЫМ АЛЮМИНИЕМ

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

1972

P6 - 6477

Т.С.Зварова

ГАЗОАДСОРБЦИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ  
КОМПЛЕКСОВ ХЛОРИДОВ ЛАНТАНОИДНЫХ  
ЭЛЕМЕНТОВ С ХЛОРИСТЫМ АЛЮМИНИЕМ

Направлено в журнал "Radiochemical and  
Radioanalytical Letters"

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
БИБЛИОТЕКА

В нашей работе <sup>/1/</sup> было впервые осуществлено газохроматографическое разделение лантаноидов в виде неорганических соединений. Благодаря введению паров  $Al_2Cl_6$  в газ-носитель удалось использовать малостойкие газообразные продукты взаимодействия хлоридов лантаноидов с хлористым алюминием <sup>/1,2/</sup>. Хроматографирование можно проводить при невысоких температурах (200-300°).

Применяемая нами аппаратура позволяет синтезировать исходные соединения непосредственно в опыте и транспортировать их в хроматографическую колонку <sup>/1/</sup>. Лодочка с хлоридами разделяемых радиоактивных элементов помещается в зоне перед колонкой при 180°С. Хроматографическая аппаратура продувается сначала гелием с парами  $SOCl_2$ , а потом гелием, насыщенным до определенного парциального давления парами  $Al_2Cl_6$  (обычно до 200 мм рт.ст.). Затем газовый поток останавливается и температура в зоне лодочки быстро поднимается до 500°С. После этого снова подается гелий с  $Al_2Cl_6$  и образовавшиеся комплексы лантаноидов отгоняются с лодочки. Скорость и количественность ввода пробы контролируются сцинтилляционным счетчиком. Время введения пробы, как правило, составляет  $\leq 2$  минут. Расход гелия - 70 мл/мин.

Концентрация паров  $Al_2Cl_6$  в газе-носителе поддерживается постоянной. Избыток хлористого алюминия препятствует диссоциации нестойких комплексных молекул, а также обеспечивает динамическое модифицирование поверхности хроматографической колонки.

Первые наши исследования были выполнены на капиллярной стеклянной колонке длиной до 10 м. В настоящей работе хроматографическая колонка представляет собой пирексовую трубку с внутренним диаметром 3 мм, заполненную стеклянными шариками диаметром 0,17 мм. Длина слоя насадки 50 см. Колонка обогревается трубчатой печью с возможностью программирования температуры.

Газообразные комплексные соединения лантаноидов конденсируются после выхода из колонки вместе с хлоридом алюминия. В отличие от предыдущих работ конденсат отбирается непрерывно. Для снятия хроматограммы измерялась скорость счета  $\gamma$ - и  $\beta$ -излучения порций, собранных за 0,5 мин., что позволяет оценить истинное разрешение, достигнутое в хроматографическом процессе.

Использовались изотопы редких земель, полученные при облучении танталовой и гадолиниевой мишеней протонами с энергией 660 мэв в результате реакций (  $p$ ,  $xруп$  ):  $^{170, 172}Lu$ ,  $^{166, 169}Yb$ ,  $^{165, 167, 168}Tm$ ,  $^{160}Er$ ,  $^{160m}Ho$ ,  $^{151, 152}Tb$ ,  $^{147, 149}Gd$ ,  $^{153, 156}Sm$ ,  $^{148, 149, 151}Pm$ ,  $^{139m, 140}Nd$ ,  $^{142, 143, 145}Pr$ ,  $^{134, 135, 137m, 143}Ce$ ,  $^{132}La$ .

Изотопы не содержали носителей.

Смесь элементов  $Lu$ ,  $Yb$ ,  $Tm$ ,  $Er$ ,  $Ho$ ,  $Tb$ ,  $Gd$  (рис.1) была разделена при равномерном повышении температуры на колонке от 180 до 280°, давление паров хлористого алюминия составляло 290 мм рт.ст.

На рис. 2 показано разделение смеси элементов  $Sm$ ,  $Pm$ ,  $Nd$ ,  $Pr$ ,  $Ce$ ,  $La$  в тех же условиях, но при повышении температуры на колонке в течение опыта от 290 до 330°C. Измерение  $\gamma$ -спектров разделенных элементов на  $Ge(Li)$  спектрометре подтвердило хорошее

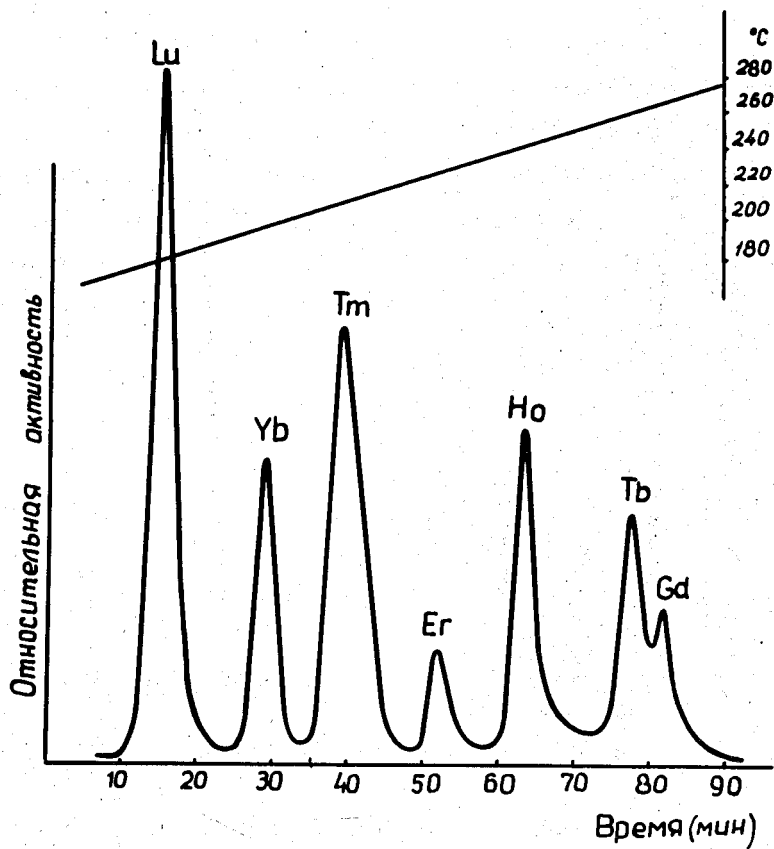


Рис. 1.

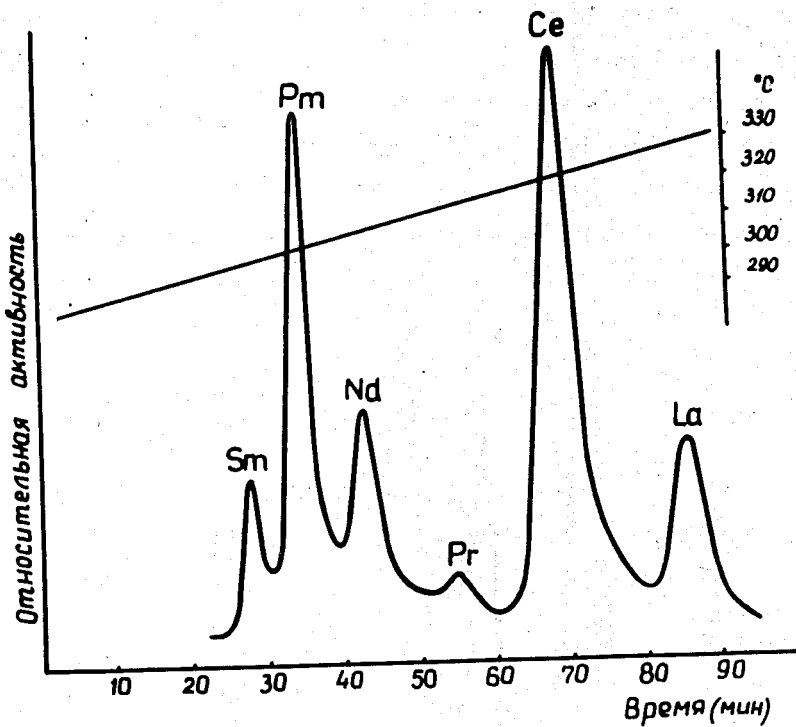


Рис. 2.

качество разделения. Повторные опыты показали хорошую воспроизводимость результатов.

Таким образом, в настоящее время газохроматографический метод разделения лантанов в виде комплексов их хлоридов с хлористым алюмином удовлетворяет требованиям многих задач радиохимического анализа. По качеству разделения, скорости приготовления исходных соединений и скорости выполнения анализа достигнутые результаты намного превосходят данные, полученные при попытках хроматографирования различных летучих дикетонатов редкоземельных элементов /3,4,5/.

В заключение автор считает своим приятным долгом выразить благодарность академику Г.Н.Флерову за внимание к этой работе, а также Н.П.Лебедеву и М.Р.Шалаевскому за помощь при проведении экспериментов.

#### Литература

1. T.S.Zvarova, I.Zvara. J.Chromatog., 44, 604 (1969).
2. D.M.Gruen, H.A.Øye. Inorg.Nucl.Chem.Lett., 3, 453 (1967).
3. K.J.Eisentraut, R.E.Sievers. J.Am.Chem.Soc., 87, 5254 (1965).
4. T.Shigematsu, M.Matsui, K.Utsunomiya. Bull.Ch.Soc.Jap., 42, 1278 (1969).
5. W.C.Butts, C.V.Banks. Anal.Chem., 42, 133 (1970).

Рукопись поступила в издательский отдел  
29 мая 1972 года.