

## Результаты измерений давления пара тетрафторида америция

Температура, °C	Давление, мм рт. ст.	Температура, °C	Давление, мм рт. ст.	Температура, °C	Давление, мм рт. ст.
456 *	$1,011 \cdot 10^{-7}$	678	$1,301 \cdot 10^{-4}$	538	$5,212 \cdot 10^{-6}$
474	$2,612 \cdot 10^{-7}$	688	$9,767 \cdot 10^{-5}$	548,5	$6,422 \cdot 10^{-6}$
496	$7,825 \cdot 10^{-7}$	698	$7,358 \cdot 10^{-5}$	560	$9,528 \cdot 10^{-6}$
507	$1,114 \cdot 10^{-6}$	708	$5,232 \cdot 10^{-5}$	572,5	$1,739 \cdot 10^{-6}$
521	$2,424 \cdot 10^{-6}$	718	$5,474 \cdot 10^{-5}$	591	$3,695 \cdot 10^{-5}$
532	$3,197 \cdot 10^{-6}$	728	$7,024 \cdot 10^{-5}$	606,5	$6,785 \cdot 10^{-5}$
553,5	$6,829 \cdot 10^{-6}$	738	$7,163 \cdot 10^{-5}$	620	$9,970 \cdot 10^{-5}$
569	$1,015 \cdot 10^{-5}$	748	$6,772 \cdot 10^{-5}$	535	$1,672 \cdot 10^{-4}$
579	$1,289 \cdot 10^{-5}$	758	$5,120 \cdot 10^{-5}$	650	$2,326 \cdot 10^{-4}$
592	$1,796 \cdot 10^{-5}$	770	$5,062 \cdot 10^{-5}$	665	$2,338 \cdot 10^{-4}$
598	$2,433 \cdot 10^{-5}$	385 **	$6,642 \cdot 10^{-9}$	680	$9,572 \cdot 10^{-5}$
609,5	$2,953 \cdot 10^{-5}$	405	$1,374 \cdot 10^{-8}$	695	$9,569 \cdot 10^{-5}$
618	$3,752 \cdot 10^{-5}$	436,5	$4,915 \cdot 10^{-8}$	710	$1,438 \cdot 10^{-4}$
629	$4,748 \cdot 10^{-5}$	451	$9,434 \cdot 10^{-8}$	725	$2,234 \cdot 10^{-4}$
638	$5,931 \cdot 10^{-5}$	464	$1,628 \cdot 10^{-7}$	740	$1,736 \cdot 10^{-4}$
648	$8,165 \cdot 10^{-5}$	494,5	$5,427 \cdot 10^{-7}$	755	$1,427 \cdot 10^{-4}$
658	$1,039 \cdot 10^{-4}$	509,5	$1,277 \cdot 10^{-6}$	770	$1,360 \cdot 10^{-4}$
668	$1,227 \cdot 10^{-4}$	525	$3,002 \cdot 10^{-6}$	790	$1,334 \cdot 10^{-4}$

\* Начало первой серии измерений.

\*\* Начало второй серии измерений.

щее к повышению давления. Однако наблюдаемую форму кривых трудно объяснить действием только кинетических факторов, поскольку положение максимумов не зависит от скорости нагрева  $-1,5^{\circ}\text{C}$  в 1 мин в первой и  $3^{\circ}\text{C}$  в 1 мин во второй серии. Сходство поведения тетрафторидов америция и плутония свидетельствует о том, что разложение этих соединений происходит по одинаковому механизму.

Поступило в Редакцию 26/V 1969 г.  
В окончательной редакции 28/VI 1969 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Э. Г. Чудинов, Д. Я. Чопоров. См. в кн. «Пр. Второй международной конференции по мирному использованию атомной энергии» (Женева,

1958). Докл. советских ученых». Т. 4, М., Атомиздат, 1959, стр. 147.

- H. Schadel, C. Birchenal. J. Metals, 18, 1134 (1950).
- T. Phipps et al. J. Chem. Phys., 18, 71 (1950).
- Д. Я. Чопоров, Э. Г. Чудинов. «Радиометрия», 10, № 2, 221 (1968).
- M. Rand et al. Editor O. Kubaschewski. «Plutonium: Physico-Chemical properties of its Compounds and Alloys.» Atomic Energy Review. V. 4. Special issue, N 1. Vienna, IAEA, 1966.
- Э. Г. Чудинов, Д. Я. Чопоров. «Атомная энергия», 28, вып. 2 (1970).

## Выделение и очистка изотопов галлия экстракционно-хроматографическим методом после электромагнитного разделения

И. К. АДЬЯСЕВИЧ, Е. П. БЕЛЬСКАЯ

Современное развитие нейтронной физики, ядерной спектроскопии и физики твердого тела требует выделения химически чистых изотопов.

При электромагнитном методе разделения основными и неизбежными примесями в изотопических материалах являются медь и элементы группы железа. Поэтому основная цель нашей работы — разработка такой методики выделения, которая обеспечивала бы максимальные коэффициенты очистки по вышеуказанным элементам.

Для этой цели был применен экстракционно-хроматографический метод, являющийся одним из перспек-

тивных методов аналитической химии, позволяющие решить сложные задачи, связанные с разделением и очисткой элементов. Указания на успешное применение экстракционно-хроматографического метода для выделения и очистки изотопов, разделенных электромагнитным методом, в литературе отсутствуют.

Преимущество этого метода перед классическими методами осаждения заключается в быстроте и простоте проведения процессов очистки, в высокой чистоте получаемого конечного продукта, в минимальных потерях изотопического материала.

УДК 546.02-1

Выбор экстракционного метода очистки объясняется исключительно высокой избирательной способностью хлоридного комплекса галлия извлекаться диэтиловым эфиром [1]. При этом хлорид меди остается в водно-кислотном слое. Степень извлечения галлия после трех последовательно проведенных циклов экстракции составляет в среднем 96% [2]. По данным спектрального анализа, после проведенной экстракции в эфирном слое содержалось минимальное количество меди ~1%.

Для более глубокой очистки галлия от меди и железа применялся метод ионного обмена. Основываясь на избирательном поглощении отрицательно заряженного хлоридного комплекса галлия анионитом, переводя примеси в положительно заряженное состояние, можно отделить галлий от меди и железа [3]. Десорбция галлия соляной кислотой с анионита показала, что галлий вымывается количественно, что существенно важно при работе с изотопами.

Задача перевода трехвалентного железа в двухвалентное оказалась непростой, так как такие восстановители, как аскорбиновая кислота, гидроксиламин, гидразин солянокислый, хлористое олово, не дали положительных результатов. И лишь применение порошка металлического серебра в среде соляной кислоты позволило восстановить железо до двухвалентного состояния, тем самым отделив его от галлия на ионообменной смоле. Разделенные изотопы принимались на графитовые и медные мишени приемника. Съем галлия с медных и графитовых пластин осуществлялся механическим способом.

В результате проведенной экспериментальной работы было установлено, что графит является более выгодным материалом приемных пластин по сравнению с медными и обеспечивает возможность экспрессного контроля коэффициента улавливания изотопов, напоминающее загрязнение изотопа медью и простоту операций при химическом выделении. Кроме того, прием разделенного изотопа галлия на медь затрудняет снятие изотопов вследствие образования очень твердого сплава галлия с материалом приемника. Снятый с графита слой изотопа галлия в количестве 3–5 г, содержащий 10% меди и ~1% железа (другие элементы, входящие в состав конструкции материалов приемника и разделительной камеры, содержались в количестве на порядок меньше), помещался в фарфоровую чашку и сжигался в муфельной печи с доддувом кислорода при температуре 600–650° С. При этом происходит окисление металлического галлия с образованием устойчивой формы окиси  $Ga_2O_3$ .

Для отделения галлия от меди полученную окись растворяли в 6 н. соляной кислоте при медленном нагревании. Раствор отфильтровывали от механических примесей. Фильтрат переносили в делительную воронку и охлаждали. К фильтру добавляли равный объем насыщенного соляной кислотой диэтилового эфира и проводили экстракцию галлия. Эфирный экстракт переносили в фарфоровую чашку, после чего эфир отгоняли на водянной бане. Сухой остаток обрабатывали небольшими порциями 6 н. соляной кислоты до полного растворения и отфильтровывали.

Раствор галлия (6 н. по соляной кислоте) передавали на ионообменную очистку. Восстановление железа проводили взбалтыванием раствора с 3–5 г металлического серебра, пока последний не изменял цвет до светло-зеленого. Затем смесь пропускали через колонку с анионитом АВ-17 в СК форме. Галлий полностью адсорбировался смолой, а медь и железо проскачивали в фильтрат. Десорбцию галлия проводили 500 мл 0,6 н. соляной кислоты.

Из собранного и очищенного от примесей фильтрата галлий выделяли осаждением аммиаком [4]. Выделенную окись анализировали спектральным методом на содержание примесей меди и железа.

Данные спектрального анализа показали, что образцы галлия, выделенные экстракционно-хроматографическим методом, содержат примесь меди до 0,05%, железа 0,05–0,1%. Повторная ионообменная очистка образцов снижает примесь меди до 0,001%, а железа до 0,01%.

Из полученного можно сделать следующие выводы:

- 1) разработан метод выделения и очистки изотопов галлия с применением экстракции и ионного обмена;
- 2) метод дает возможность получить окись галлия с примесью меди 0,001% и железа 0,01%;
- 3) показана возможность применения экстракционного метода в химии электромагнитного метода разделения изотопов.

Поступило в Редакцию 28/II 1969 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Т. Шарло. Методы аналитической химии. М., «Химия», 1966.
2. Д. Моррисон, Г. Фрейзер. Экстракция в аналитической химии. М., Госхимиздат, 1960.
3. F. Miner, R. De Grazio. Anal. Chem., 37, No. 8, Cart 1, 1071 (1965).
4. И. А. Шека, И. С. Чauc, Т. Т. Митюрова. Галлий. Киев, Гостехиздат, 1963.

## Анализ изотопного состава европия и иридия методом поглощения тепловых нейтронов

С. С. ВАСИЛЬЕВ, Л. М. ВЕЛЮС, П. Д. КОРЖ, В. Т. ФОМЕНКО

УДК 539.172.4:53.08:543.52

В работе предлагается метод анализа обогащенных изотопов европия и иридия, основанный на поглощении тепловых нейтронов.

Установка (рис. 1) состоит из ампульного источника нейтронов ( $Ra - \alpha - Be$ ) с выходом  $10^7$  нейтр./сек. Толщина парафинового блока замедлителя, равная 9,5 см, выбрана экспериментально с целью получения максимального кадмиевого отношения [1] и согласуется

с результатами работы [2]. Коллимирование нейтронного потока осуществляется с помощью двух кадмиевых диафрагм диаметрами 14 мм на кадмиевом защитном диске и кадмиевой «рубашке» счетчика. Детектором нейтронов служит счетчик типа СНМ-9 с низкой чувствительностью к  $\gamma$ -фону.

В этих условиях доля надкадмиевых нейтронов не превышает  $1/13$ , и сечение поглощения этих нейтро-