

Determination of natural radioelements (uranium, ^{226}Ra , ^{210}Pb , and ^{210}Po) in the urine of exposed individuals. T. Zsoldos and S. Csövári

Precipitation by the same reagent and the determination of natural uranium, ^{226}Ra , ^{210}Po and ^{210}Pb in the presence of one another are described; the method is applicable to the analysis of the urine of exposed persons for these radioelements.

Uranium is quantitatively precipitated by tannic acid in the presence of calcium carrier, and it is determined, after having processed the precipitate, photometrically in the form of U(IV)-arsenazo-III complex. The accuracy of the method is $98 \pm 5\%$. The solubility product of $\text{UO}_2\text{-m-galloyl gallate}$ has been determined, the presumed structure of the compound is given, and the sta-

bility of U(IV)-arsenazo-III complex in time is reported. By the use of Ba, Te as well as Bi and Pb carriers, the precipitation of trace quantities of ^{226}Ra , ^{210}Po , ^{210}Bi and ^{210}Pb can also be achieved. The processes of pretreatment for these radio-nuclides are the same as those used for uranium. ^{226}Ra is determined by scintillation counting or by the measurement of radon in an ionization chamber; ^{210}Po is separated from the dissolved precipitate by spontaneous deposition; ^{210}Pb is determined by measuring the β -radiation of ^{210}Bi .

The analytical procedures described are used for estimation of the radioactive load of the body of exposed persons.

Pécs, Mecseki Ércbányászati Vállalat, Egészségügyi Szolgálat, Alacsonyaktivitásmérő Laboratórium.
Érkezett: 1966. VIII. 31.

Hordozómentes $^{115\text{m}}\text{In}$ adszorpciója platinafelületen vizes közegből és szerves oldószerekből

TÖRKŐ JÁNOS, TÓTH GÉZA és JAKAB ISTVÁN

Hordozómentes, illetve nagy fajlagos aktivitású radioaktív izotópok különböző fémfelületeken bekövetkező adszorpciója több szempontból tarthat számot érdeklődésre. Egyrészt, a nagy fajlagos aktivitású izotópokkal végzendő műveletek közben a kísérleti eszközök felületén fellépő adszorpció következtében tetemes aktivitásvesztések állnak elő, másrészt — és ez a fontosabb — a számottevő mértékű adszorpció alkalmas kísérleti körülmények mellett lehetőséget nyújthat izotópkeverékekből egyes komponensek szelektív leválasztására. Indokolja ilyen jellegű vizsgálatok jogosultságát az is, hogy az adszorpció sajátosságainak ismeretében következtetések vonhatók le a mikrokoncentrációban jelenlevő ionfajta elektrokémiai viselkedésére is (amely egyébként jelentős mértékben eltérhet a makromennyiségben jelenlevő ionfajta jellemző viselkedéstől) annak következtében, hogy a spontán leválás és az elektrolitikus leválasztás között sok esetben kifejezett hasonlóság van.

Az e témakörrel foglalkozó irodalmi anyag igen szerteágazó, a folyamat mechanizmusát illetően számos ellentmondást tartalmaz és nem látszik alkalmasnak arra, hogy általánosabb érvényű összefüggéseket állapíthassunk meg valamely ionfajta indifferens fémeken bekövetkező adszorpciójának mértéke és a kísérleti feltételek között.

Több megfigyelés szól amellett, hogy a hidrogénnél pozitívabb elemek ionjai és egyes anionok platinafelületen rendszerint elemi (atomos) alakban adszorbeálódnak. Az adszorpció igen gyakran a platinafelületen előzetesen adszorbeált hidrogénnel vagy oxigénnel történő kicserélődés révén következik be¹⁻³. Ilyen esetekben az adszorpció mértéke rendszerint mindaddig gyakorlatilag 100%-ot tesz ki, amíg az adszorbeált mennyiség egy adott

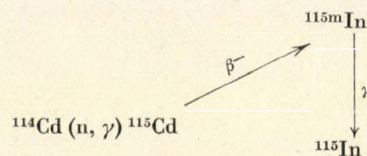
értéket el nem ér. Ez az érték gyakran meghaladja az egyatomos telített rétegnek megfelelő mennyiséget is, jöllehet autoradiográfiás felvételek szerint az adszorbátum nem egyenletesen oszlik el a felületen, és így egyatomos telített rétegről tulajdonképpen csak képletesen beszélhetünk.

A hidrogénnél kevésbé nemes fémek ionjainak vizes közegből bekövetkező adszorpciója általában kisebb mértékű. Az adszorbeált mennyiség a formailag egyatomos telített rétegnek megfelelő mennyiségnek csak igen kis törtrészét teszi ki. Megfigyelhető a hidrogénnél kevésbé nemes fémek esetében is az egyatomos telített rétegnek megfelelő mennyiséget megközelítő adszorpció olyan esetben, amikor az adszorpció nem ionos alakban, hanem valamilyen rosszul oldódó vegyület formájában következik be. Az adszorbeált mennyiség és az egyensúlyi koncentráció közötti kapcsolat rendszerint a Langmuir-, Freundlich-izotermával, esetleg a Henry-törvénnyel írható le.

Mindezek a megfigyelések zömében vizes közegből bekövetkező adszorpcióra vonatkoznak. Lényegesen kevesebb adat található a szerves közegből bekövetkező adszorpcióra vonatkozóan. Jelen munkában a hordozómentes $^{115\text{m}}\text{In}$ platinafelületen vizes, valamint különböző szerves közegből történő adszorpciójával kapcsolatos kísérleteinkről számolunk be.

Kísérleti rész

A $^{115\text{m}}\text{In}$ -ot az Intézetünkben kidolgozott ^{115}Cd — $^{115\text{m}}\text{In}$ izotópgenerátor segítségével állítottuk elő a következő reakciólánc értelmében:



¹ K. Schwabe und Ch. Weissmantel: Z. Phys. Chem., 215. 48. 1960.

² Tóth G.: Magy. Kém. Folyóirat, 70. 361. 1964.

³ E. Herczynska: Nukleonika, V. 195. 1964.

A generátorból sósavas elúcióval nyert hordozómentes ^{115m}In radiokémiai tisztasága nagyobb volt, mint 99,99%⁴. A ^{115m}In legfontosabb fizikai jellemzőit az 1. táblázatban foglaltuk össze.

Az alkalmazott kísérleti berendezést az 1. ábra szemlélteti. Az adszorbensként szolgáló ~ 25 ml

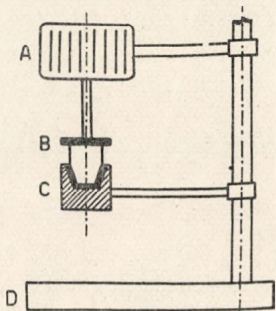
1. táblázat

 ^{115m}In fizikai jellemzői

Anyaelem	$T_{1/2}$ óra	Leányelem	$T_{1/2}$ óra	Bomlásmód	E keV
^{115}Cd	55	^{115m}In	4,5	izomer átm.	335

térfogatú platina tégelyt habszivaccsal bélelt plexitartóban helyeztük el. A tégelybe vitt oldat keverését a tégelyhez mereven csatlakozó vibrokeverő biztosította. Ily módon, vagyis az oldatba merülő üvegkeverő mellőzésével, kiküszöböltük azt a hibalehetőséget, amely egyébként az üvegkeverőn bekövetkező adszorpcióból származott volna.

Kísérleteinknél minden esetben $\sim 1 \mu\text{Ci/ml}$ fajlagos aktivitású oldatból 10 ml-t mértünk a tégelybe és 100 percen keresztül erőteljesen kevertük.



1. ábra

Kísérleti berendezés a ^{115m}In adszorpciójának tanulmányozására

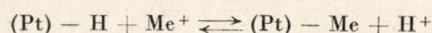
A: vibrokeverő, B: platina tégely, C: plexitartó, D: állvány

Az adszorpció előrehaladását időnként az oldatból vett 0,1 ml-es minták aktivitásának mérésével követtük nyomon. Az aktivitásméréshez Gamma gyártmányú NZ-111/A-S típusú üreges NaI(Tl) szcintillációs kristályt és NK-108 típusú számlálót használtunk. Az alkalmazott kísérleti elrendezés az áramlási viszonyok definiálatlan volta miatt nem alkalmas kifejezetten kinetikai vizsgálatokra, azonban jelen munkában ezt nem is tűztük ki célul. Az adszorbeált mennyiség időfüggését csupán azért vizsgáltuk, hogy az adszorpció telítési értékének eléréséhez szükséges időtartamot meghatározhassuk.

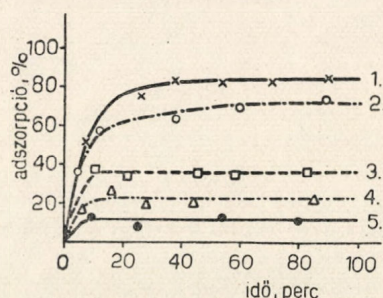
Az adszorbens előkezelésének hatása

Számos olyan megfigyelés ismeretes, amely szerint a platina adszorbens felületi előkezelése jelentős mértékben befolyásolja különböző ionok

adszorpciójának mértékét és sebességét. Az előkezelés hatása a felületi oxidréteg kialakulására, illetve bomlására vezethető vissza. Levegőn a platinafelületen közel PtO összetételű oxidréteg alakul ki, amely még magas hőmérsékleten sem bomlik meg⁵. Reduktív behatásra bekövetkező bomlás viszont elkerülhetetlenül hidrogénadszorpcióval jár együtt. Következésképpen a vizes oldatokkal érintkező, levegőtől gondosan el nem zárt platinafelület vagy oxidréteggel borított, vagy pedig adszorbeált atomos hidrogént tartalmaz. A vákuumpárologtatással előállított és oxidréteggel borított platinafelület eltérő adszorpcióképességére Schwabe mutatott rá¹. Jelentős különbség figyelhető meg az oxidréteggel borított és a redukált, tehát adszorbeált hidrogént tartalmazó platinafelület adszorpcióképessége között is². A különbség elsősorban azon esetekben jelentős, amikor az adszorbeálódó ionok a platinán előzetesen adszorbeált hidrogénnel kicserélődésben vesznek részt és elemi alakban adszorbeálódnak. Ilyen kicserélődés megy végbe hidrogénnél nemesebb fémek ionjainak redukált platinafelületen bekövetkező kiválásánál az alábbi egyenlet értelmében:



A hidrogénnél kevésbé nemes indium esetében vizes oldatban nem áll fenn a semlegesítődés lehetősége, így kérdésesnek látszik, hogy ez esetben a felület oxidatív vagy redukív kezelésének lehet-e szerepe. Ezért elsőként azt a kérdést tettük vizsgálat tárgyává, hogy a felületi előkezelés mennyire befolyásolja az adszorpció mértékét. Az adszorbens előkezelésére koncentrált savakban történő főzést és katódos, illetve anódos polarizációt alkalmaztunk. Az előkezelésnek az adszorpcióra gyakorolt hatását a 2. ábra görbéi szemléltetik. Itt az adszorbeált mennyiséget a kezdeti aktivitás százalékában kifejezve, az adszorbeált mennyiség—idő görbéket vettük fel öt, különböző módon előkezelt platina adszorbens esetében. A görbék közül egyértelműen



2. ábra

Az adszorbens előkezelésének hatása. 1. Kénsavas, 2. sósavas, 3. salétromsavas előkezelés, 4. katódos polarizáció, 5. anódos polarizáció

megállapítható, hogy a különbözőképpen előkezelt felületek adszorpcióképessége között jelentős különbség mutatkozik. Nem tapasztaltunk azonban lényeges eltérést az oxidáló és a redukáló kezelésnek kitett adszorbensek adszorpcióképessége kö-

⁴ J. Török: Atompraxis, 2. 97. 1966.

⁵ Erdey-Grúz T. és Schay G.: Elméleti Fizikai Kémia, I. 437. o. Tankönyvkiadó, Budapest, 1952.

zött. Mivel maximális adszorpciót eredményező felületet, valamint a legjobb reprodukálhatóságot is, a kénsavas előkezeléssel kaptuk, a további vizsgálatoknál ezt az előkezelést alkalmaztuk, ami egyidejűleg a felület dekontaminációját is biztosította.

^{115m}In adszorpciója vizes közegből

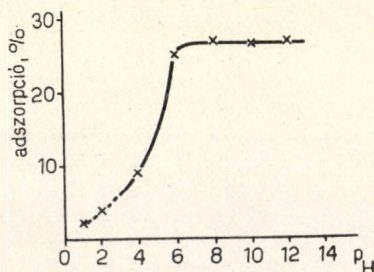
Hordozómentes ^{115m}In vizes közegből különböző anyagokon (Pyrex-üveg, Millipor szűrő, Whatman papír, valamint kvarc, paraffin, polietilén) bekövetkező adszorpcióját Lawson és Kahn vizsgálta^{6, 7}. Vizsgálataik eredményét a 2. táblázatban foglaltuk össze.

2. táblázat

^{115m}In adszorpciója különböző anyagokon Lawson és Kahn szerint

Adsorbens	Közeg	Adszorpció %
Pyrex-üveg por (200 mesh)	5,33 M NH_4OH	94–99
Millipor szűrő	5,33 M NH_4OH	15–30
Whatman papír	5,33 M NH_4OH	4
Kvarc	pH = 6	75
Paraffin	pH = 8	25
Polietilén	pH = 8	40

Kísérleteinkben a fentebb ismertetett módon különböző p_H -jú oldatokban platinán adszorbeált hordozómentes ^{115m}In mennyiségét határoztuk meg és ezt ábrázoltuk az oldat p_H -jének függvényében. (Az oldatok p_H -ját sósavval és ammónium-hid-



3. ábra

^{115m}In adszorpciójának függése a közeg p_H -jától

roxiddal állítottuk be és Merck-gyártmányú univerzális indikátopapírral ellenőriztük.) Az így kapott eredményeket mutatja 3. ábra.

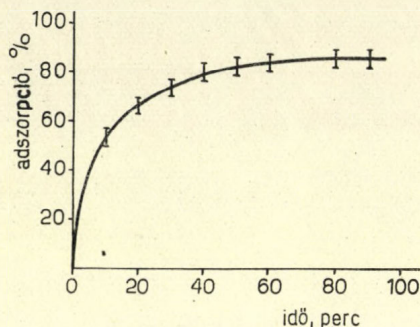
Az a körülmény, hogy $\text{p}_\text{H} = 4$ -nél savasabb közegben nem észlelhető számottevő adszorpció, arra enged következtetni, hogy a platinafelületen nem indiumionok, hanem feltehetően indium-hidroxid-molekulák vagy ezekből képződött kolloid részecskék adszorbeálódnak.

Nagy hígítású vizes oldatokban $\text{p}_\text{H} = 4$ fölött bekövetkező ^{115m}In -hidroxid-kolloid képződését valószínűsítették közvetve más jellegű vizsgálata-

taink is⁸. Ezt látszik alátámasztani továbbá az is, hogy az adszorpciót irreverzibilisnek találtuk; azonos összetételű, de ^{115m}In -ot nem tartalmazó oldattal cserélve ki a vizsgált oldatot, a platinafelületről nem észleltünk számottevő deszorpciót.

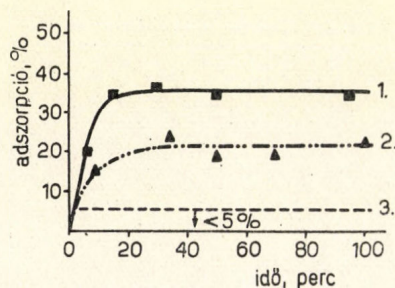
^{115m}In adszorpciója szerves közegből

A ^{115m}In -ot tartalmazó szerves oldatokat úgy készítettük, hogy a generátorból nyert aktív sósavas oldatot óvatosan szárazra pároltuk, majd a hordozómentes ^{115m}In -ot a megfelelő szerves oldószerral felvettük. Kísérleteinket az előző pontban



4. ábra

^{115m}In adszorpciója platinán benzol, o-diklór-benzol, ciklohexán és kloroform esetében (A különböző oldószereknél mért adszorpciósértékek a feltüntetett határon belül egybeestek)



5. ábra

^{115m}In adszorpciója 1. ciklohexanolban, 2. ciklohexanonban, valamint 3. n-butanol, benzilalkohol és aceton esetében

ismertetett módon a következő oldószerekkel végeztük el: benzol, o-diklór-benzol, ciklohexán, kloroform, ciklohexanol, ciklohexanon, n-butanol, benzilalkohol és aceton. A kísérleti eredményeket a 4. és 5. ábra tünteti fel. Az ábrákból kitűnik, hogy az alkalmazott oldószerek az adszorpció mértéke szerint három csoportba sorolhatók: legnagyobb az adszorpció (80–90%) benzol, o-diklór-benzol, ciklohexán és kloroformban; közepes (15–30%) ciklohexanol, illetve ciklohexanon esetén; nincs számottevő adszorpció n-butanol, benzilalkohol és aceton esetében. Visszaoldódási kísérletekből szerves oldószerek esetében is — hasonlóan a vizes közegből bekövetkező adszorpcióhoz — a folyamat irreverzibilis voltára lehetett követ-

⁶ K. L. Lawson and M. Kahn: J. Inorg. Nucl. Chem., 5. 87. 1957.

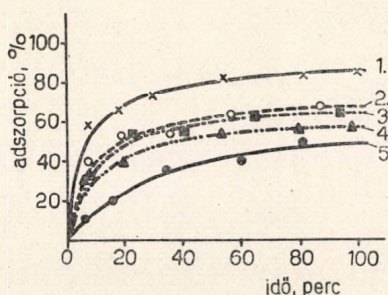
⁷ K. L. Lawson and M. Kahn: J. Inorg. Nucl. Chem., 1. 75. 1959.

⁸ I. Pál, J. Gács, J. Törkő und Gy. Farkas: Klinische Erfahrungen bei Verwendung von ^{115m}In . 1966. jan. 6–10. „Radioaktive Isotope in Klinik und Forschung” címmel Bad-Gastein-ben rendezett 7. Nemzetközi Szimpozionum elhangzott előadás.

keztetni. Benzolos oldatban különböző indium-koncentrációknál meghatározva az adszorpció maximális értékét (1. a 6. ábrát), az adszorbeált és az oldatban levő indium mennyisége közötti kapcsolatot a Freundlich-féle izotermaegyenlettel tudtuk leírni.

$$\Gamma = k c^{1/n}$$

ahol Γ a felületegységen adszorbeált InCl_3 mennyisége g-mól/cm² egységben, c az oldatban maradt InCl_3 koncentrációja mól/l-ben, k és n állandók.



6. ábra

^{115m}In adszorpciójának függése az indiumkoncentrációtól benzolos közegben

1. Hordozómentes, 2. 10^{-7} mól InCl_3/l , 3. 10^{-6} mól InCl_3/l , 4. $5 \cdot 10^{-6}$ mól InCl_3/l , 5. 10^{-5} mól InCl_3/l

A 7. ábrán feltüntetett izoterma segítségével a Freundlich-egyenlet konstansaira $n = 1,1$, illetve $k = 3,2 \cdot 10^{-6}$ adódott. Figyelembe véve a mérések $\sim 10\%$ reprodukálhatóságát, a Freundlich-egyenlet exponense egységnyinek vehető, ami azt jelenti, hogy az adszorbeált és az oldatban maradt indium mennyisége között egyszerű arányosság áll fenn, vagyis a vizsgált koncentrációtartományban a folyamat a Henry-törvénnyel jellemezhető. A felület borítottsága 10^{-5} mól/l koncentrációnál makroszkópos felületre számolva és az irodalomban általánosan elfogadott 1,5 „durvasági faktort” figyelembe véve,⁹ egyatomos rétegnek felel meg. Hasonló eredményeket kapott Belloni is ^{106}Ru salétromsavas és sósavas közegben bekövetkező adszorpciójára¹⁰. Megjegyzendő azonban, hogy az izotermaegyenlet alkalmazása az adszorpció kvantitatív leírására ez esetben a folyamat irreverzibilis volta miatt teljesen formai, ezért az izoterma sem az adszorbens felületének szerkezetére, sem az adszorbeált részecskék közötti kölcsönhatások jellegére nem nyújt közelebbi felvilágosítást.

Figyelemreméltó következtetés vonható le azonban, ha a különböző oldószerekben észlelt adszorpciót összehasonlítjuk az illető oldószer dielektromos állandójával (3. táblázat).

A táblázat adataiból kitűnik az a tendencia, hogy az oldószer dielektromos állandójának csökkenésével, más szóval az apoláris jelleg erősödésével, nő az adszorbeált mennyiség. Mivel apoláris oldószerben nem tetelezhetünk fel ionos disszociációt, a ^{115m}In adszorpciója szerves közegből is molekuláris, illetve kolloid részecskék formájában történik.

⁹ N. A. Balaschowa: Z. Phys. Chem., 207. 340. 1957.

¹⁰ J. Belloni, M. Haissinsky and H. N. Salama: J. Phys. Chem., 63. 881. 1959.

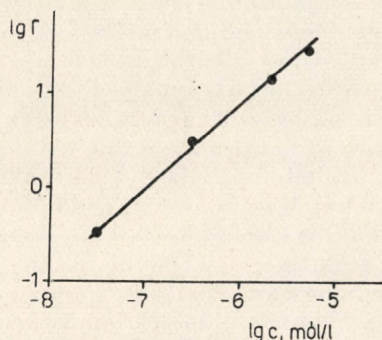
3. táblázat

^{115m}In adszorpciójának függése a közeg dielektromos állandójától

Közeg	Adszorpció %	Dielektromos áll. ndó
Benzol	80–90	2,27
o-Diklór-benzol	80–90	4,81
Ciklohexán	80–90	2,02
Kloroform	80–90	9,93
Ciklohexanol	15	15,0
Ciklohexanon	35	18,3
n-Butanol	5	13,1
Benzilalkohol	5	17,1
Aceton	5	20,7

Radiokolloid létezését támasztják alá Hahn vizsgálatai is, aki hordozómentes ólom és bizmut esetében szerves oldószerekben (metanol, etanol, benzol, éter) figyelt meg radiokolloidképződést¹¹. Ennek a kérdésnek a tisztázására természetesen még további vizsgálatokra lenne szükség, a ^{115m}In rövid felezési ideje miatt ilyen vizsgálatok elvégzése azonban szinte leküzdhetetlen nehézségekbe ütközik.

Összegezve a ^{115m}In adszorpciójával kapcsolatos kísérleti eredményeket úgy tűnik, hogy az apoláris oldószerekben észlelt 80–90%-os adszorpció alkal-



7. ábra

^{115m}In adszorpcióját leíró Freundlich-izoterma benzol esetén
 $\Gamma = \text{g-mól cm}^{-2} \cdot 10^{10}$

mas kísérleti feltételek mellett olyan egyszerű elválasztási módszer alapját képezheti, amely a ^{115m}In -ot hordozómentes formában szolgáltatja. Felhasználható ez a jelenség extrakciós elválasztásoknál indiumnak a szerves fázisból való gyors és egyszerű visszanyerésére is.

Összefoglalás

Vizsgáltuk hordozómentes ^{115m}In adszorpcióját platinafelületen vizes közegből és különböző szerves oldószerekből.

Az adszorpció p_{H} -függése arra engedett következtetni, hogy a platinafelületen nem indiumionok, hanem feltehetően semleges indium-hidroxid-molekulák vagy ezekből képződött kolloid részecskék adszorbeálódnak.

¹¹ O. Hahn: Z. Elektrochem., 38. 511. 1932.

A vizsgált szerves oldószerek közül a maximális, 80–90%-os adszorpciót a kifejezetten apoláris jellegűeknél észleltük, poláris közeg esetén ezzel szemben az adszorpció mértéke nem haladta meg az 5%-ot. Benzolos oldatban különböző koncentrációknál meghatározva az adszorpció mértékét, 10^{-7} – 10^{-5} mól/l koncentrációtartományban *formailag* a Langmuir-izotermaegyenletet találtuk érvényesnek.

Adsorption of carrier-free ^{115m}In on a platinum surface from aqueous and organic solutions.
J. Törkő, G. Tóth and I. Jakab

The adsorption of ^{115m}In to a platinum surface has been investigated from aqueous and various organic solutions.

The p_{H} -dependence of adsorption indicates that the species adsorbed on the platinum are not indium ions, but presumably neutral indium hydroxide molecules or colloidal particles formed from the latter.

Maximum (80–90%) adsorption has been observed when using non-polar organic solvents; with polar solvents the extent of adsorption did not exceed 5%.

Determination of the extent of adsorption in benzene solution at different concentrations has shown that the Langmuir isotherm is *formally* valid in the concentration range of 10^{-7} – 10^{-5} M.

Budapest, Országos Atomenergia Bizottság Izotóp Intézete.

Érkezett: 1966. VIII. 31.

Oldószerek hatása az etilénpolimerizáció kinetikájára

CZÁJLIK ISTVÁN, VÁRADI JÓZSEF és BAÁN ATTILA

Az ionos reakciók sebessége nagymértékben függ attól, hogy milyen oldószerekben megy végbe a folyamat. Az oldószerek fajtájától függően különféle ionok, ionpárok és ionaggregátumok jöhetnek létre, s ezek befolyásolhatják a reakció sebességét. Várható volt, hogy polimerizációs reakciókban pl. Ziegler–Natta-típusú katalizátorok esetében, az oldószerek jelentős hatást gyakorolnak a polimerizáció kinetikájára, mivel ezek a katalizátorok ionos – koordinációs mechanizmus szerint polimerizálnak.

Számos irodalmi utalást találtunk, melyek igazolták a feltételezésünket^{1–9}. Különböző szerzők különféle katalizátor-rendszereket vizsgáltak és megállapították, hogy a polimerizáció sebessége (egy-egy szerzőknél az előállított polimer mennyisége) függ a használt oldószerek minőségétől. A legérdekesebb *Yuguchi* és *Ivamoto* közleménye,⁶ mely szerint vanádium(IV)-klorid–ferri-triacetil-acetonát – trietil-alumínium katalizátor-rendszer segítségével propilénből n-heptánban polipropilént, benzolban és származékaiban etilén–propilén-kopolimert, 1,2-diklór-etánban pedig polietilént sikerült előállítaniuk.

A rendelkezésünkre álló irodalomban azonban nem találtunk olyan munkát, mely részletesen foglalkozott volna az oldószerek hatásával a katali-

zator képzésénél, illetve vizsgálta volna, hogy milyen hatást gyakorol az oldószerek a polimerizációs kinetikára. Véleményünk szerint az ilyen irányú vizsgálatok igen fontosak, mivel ezek újabb adatokat szolgáltathatnak a Ziegler–Natta-katalizátorok polimerizációs mechanizmusának megismeréséhez.

Előző munkánkban¹⁰ az etilénpolimerizáció kinetikáját tanulmányoztuk n-heptánban TiCl_4 – Et_2AlCl katalizátor-rendszerben. Összefüggést állapítottunk meg a maximális polimerizációs sebesség értéke, időpontja és a polimerizáció különböző paraméterei (katalizátorkoncentráció, etilénkoncentráció, a polimerizáció hőmérséklete) között. Megállapítottuk, hogy a maximális polimerizációs sebesség eléréséhez szükséges idő csökken a hőmérséklet, a katalizátorkoncentráció, valamint az etilénkoncentráció növelésével. Bizonyos esetben a maximális polimerizációs aktivitás kialakulhat pillanatszerűen is, azonban ekkor a polimerizáció sebessége az idő előrehaladtával monoton csökken.

Kísérleti rész

Anyagok:

TiCl_4 purum minőségű terméket visszafolyó hűtő alatt rézforgácson 8 órán keresztül forraltunk, majd vákuumban ledesztilláltuk. A kapott termék színtelen víz-tiszta folyadék.

Et_2AlCl , az L. Light and Co. Ltd. angol cég gyártmánya. Felhasználás előtt vákuumban ledesztilláltuk. Víz-tiszta színtelen folyadék. Fp. 67–69 °C/2 torr.

Etilén, nyugatnémet termék, harmatpontja –35 °C. Argon, a Péti Nitrogénművek terméke. Kényesebb műveletek esetén NaEt_2Al -mal töltött mosótornyon vezették át. Harmatpontja –45 °C.

n-Heptán, a puriss minőségű terméket szilikagéllal és 4 Å-ös molekulaszitával töltött tornyokon szárítottuk. Víz-tartalma 2–3 p. p. m.

¹⁰ Czajlik I., Váradi J. és Baán A.: Magyar Kém. Folyóirat, 72. 49. 1966

¹ C. D. Nenitzescu, C. Huck, A. Huck, N. Oumitzescu, M. Gavai: Rev. Chim. (Bucharest), 8. 395. 1957.

² G. A. Razuvajev, K. Sz. Minszker i J. Z. Szapiro: Viszokomol. Szoed., 4. 1833. 1962.

³ R. Vilim: Chem. Przumysl, 9. 101. 1959.

⁴ G. A. Razuvajev, K. Sz. Minszker i G. T. Fedoszejeva: Neftehimija, 4. 572. 1964.

⁵ S. Yuguchi and M. Ivamoto: J. Poly. Sci., 2B 1035. 1964.

⁶ W. Marconi, S. Cesca, G. Della Fortum: Chim. Ital., 46. 1287. 1964.

⁷ A. Zambelli, G. Natta, I. Pasquon, R. Sigrorini: Intn. Symp. Macromol., Prága, 1965. 350. o.

⁸ F. S. Dyachkovsky, A. K. Shilov, A. E. Shilova: Intn. Symp. Macromol., Prága, 1965. 275. o.