

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

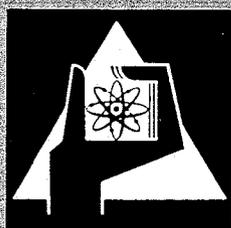
Februar 1971

KFK 1283

Institut für Heiße Chemie

**Dampfdruckmessungen von Cyclopentadienylkomplexen des Urans
und einiger Lanthaniden nach der Effusionsmethode**

H. O. Haug



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Februar 1971

KFK 1283

Institut für Heiße Chemie

Dampfdruckmessungen von Cyclopentadienylkom-
plexen des Urans und einiger Lanthaniden nach
der Effusionsmethode

H.O. HAUG

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Zusammenfassung

Mit Hilfe der Effusionsmethode wurden die Dampfdrucke von Uran-tricyclopentadienyl-chlorid, der Tricyclopentadienyl-Verbindungen von Pr, Nd, Ho und Tm, sowie Gadolinium-dicyclopentadienyl-chlorid im Druckbereich 10^{-2} bis 10^{-5} Torr und Temperaturen zwischen 65 und 190°C gemessen. Die Sublimationsenthalpien dieser Verbindungen sind 27,7; 31,3; 32,2; 28,6; 26,1 und 33,7 kcal/Mol (Fehler ca. $\pm 0,5$ kcal/Mol).

In der Reihe der Tricyclopentadienylverbindungen der Seltenen Erden nimmt die Flüchtigkeit mit steigender Ordnungszahl des Metalls zu.

Abstract

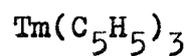
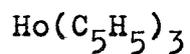
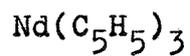
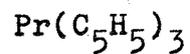
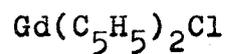
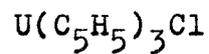
Vapour pressures of uranium-tricyclopentadienyl-chloride, the tricyclopentadienyl compounds of Pr, Nd, Ho and Tm and gadolinium-dicyclopentadienylchloride were measured by the effusion method in the pressure range 10^{-2} to 10^{-5} Torr and temperatures between 65 and 190°C .

The enthalpies of sublimation of these compounds were found to be 27.7; 31.3; 32.2; 28.6; 26.1; and 33.7 kcal/mole, respectively (approximate error ± 0.5 kcal/mole). Within the rare earth series the volatility of the tricyclopentadienyl compounds increases with higher atomic number of the metal.

Inhaltsverzeichnis:

1. Einleitung
2. Experimenteller Teil
3. Ergebnisse
4. Diskussion der Ergebnisse
5. Literaturverzeichnis
6. Anhang:

Meßergebnisse der Verbindungen:



Röntgenpulveraufnahme von $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$

1. Einleitung

Die Reindarstellung der Cyclopentadienylkomplexe der Lanthaniden und Actiniden erfolgt gewöhnlich durch Sublimation im Feinvakuum.

Die bemerkenswerte Flüchtigkeit bei niedrigen Temperaturen ($<200^{\circ}\text{C}$) gab Anlaß, die Dampfdruckkurven solcher Verbindungen zu messen⁺). J.F. DUNCAN und F.G. THOMAS¹⁾ berichteten über Dampfdruckmessungen von Neodymiumtricyclopentadienyl, erhielten jedoch stark streuende, wenig reproduzierbare Werte.

2. Experimenteller Teil

Zur Bestimmung kleiner Dampfdrucke nach der Effusionsmethode befindet sich die Substanz in einem isothermen Behälter und strömt durch eine kleine Öffnung an einer dünnwandigen Stelle ins Hochvakuum. Innerhalb des Tiegels wird sich ein Gleichgewicht zwischen Dampf und kondensierter Phase einstellen. Die Zahl der Moleküle, die pro Sekunde durch das kleine Loch ins Vakuum strömt, ist nach der kinetischen Gastheorie durch den Dampfdruck, die Temperatur, das Molekulargewicht des ausströmenden Dampfes und die Geometrie von Öffnung und Tiegel bestimmt.

Darstellung der Präparate

Die Substanzen wurden von Dr. B. KANELLAKOPULOS nach den in der Literatur beschriebenen Methoden (im einzelnen: $\text{U}(\text{C}_5\text{H}_5)_3\text{Cl}$ ⁸⁾, $\text{Gd}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$ ⁹⁾, $\text{Pr}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ ¹⁰⁾, $\text{Nd}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ ¹⁰⁾, $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ ¹¹⁾ und $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ ¹¹⁾) synthetisiert. Die Verfahren wurden dahingehend modifiziert, daß in allen Fällen KC_5H_5 in Benzol verwendet wurde¹²⁾.

⁺) Die hier berichteten Messungen wurden im Juni 1969 abgeschlossen.

Effusionsapparatur

Der Gewichtsverlust des Effusionstiegels wurde durch Verwendung einer Elektro-Mikrowaage im Vakuum kontinuierlich gemessen. Die Versuchsanordnung ist schematisch in Fig. 1 dargestellt. Die Waage wurde im Hinblick auf Messungen mit radioaktiven Actinidenelementen in einem eigenen Plexiglaskasten über einer Glovebox für Arbeiten mit α -Strahlern untergebracht und auf einem an der Wand des Labors befestigten Arm erschütterungsfrei aufgestellt.

Effusionstiegel

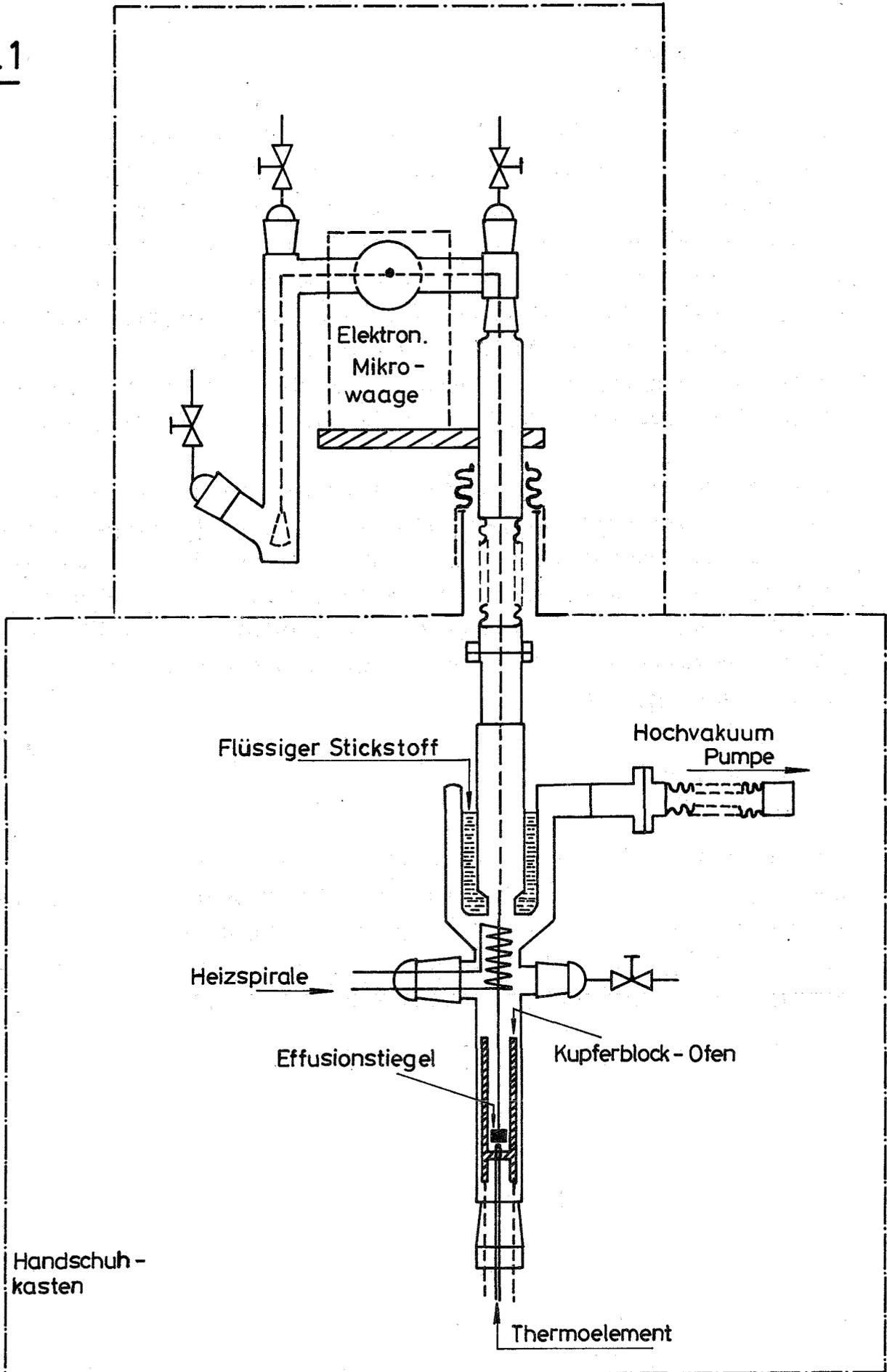
Da die zulässige Gesamtbelastung der Elektrowaage nur 1 Gramm war, mußten die Effusionstiegel so gebaut werden, daß ihr Gewicht ≤ 800 mg war. Als Material für Tiegel mit 8 mm Innendurchmesser und 10 mm Höhe eignete sich Aluminium, das auf Wandstärken von 0,2 bis 0,4 mm abgedreht worden war.

Die Effusionsöffnung im Deckel (für die meisten Messungen 0,2011 mm Durchmesser) wurde in ein 0,1 mm starkes Bronzeplättchen gebohrt. Sie wurde kegelförmig erweitert, bis eine restliche Kanallänge von ca. 0,01 mm verblieb. Die Plättchen wurden mit Silberlot in einen dünnen Gewinderring aus Messing eingelötet.

Einfüllen der Substanz

Tiegel und Schraubdeckel waren so gebaut, daß der Deckel in einem Glasrohr unter ständiger Spülung mit trockenem Argon geöffnet, die Substanz aus einem Schlenkrohr eingefüllt und der Deckel wieder aufgeschraubt werden konnte.

Fig. 1



Temperaturmessung

Die Forderung der Theorie, daß der Dampf in den weiten freien Raum ausströmen kann, bringt die Gefahr mit sich, daß die Effusionszelle auf der Seite des Lochs durch Verlust an Strahlungswärme abkühlt, wenn dies nicht durch geeignete Maßnahmen ausgeglichen wird. Der frei an der Waage hängende Tiegel wurde aus gut wärmeleitendem Material (Aluminium) gefertigt und der Verlust an Strahlungswärme durch eine Heizspirale um den Aufhängefaden kompensiert. Dadurch wurde gleichzeitig die Kondensation des ausströmenden Dampfes am Aufhängefaden vermieden.

In allen Fällen, bei denen die Temperatur des Effusionstiegels mit einem Thermoelement gemessen wird, muß berücksichtigt werden, daß ein Thermoelement im Hochvakuum auch in unmittelbarer Nachbarschaft des Tiegels nur die Temperatur seiner eigenen Meßstelle und nicht diejenige des Tiegels mißt. Es wurde daher gegen ein zweites Thermoelement, das im Effusionstiegel eingesetzt war, geeicht.

Röntgenbeugungsaufnahmen

Um festzustellen, welche Modifikationen vorlagen, wurden von den Substanzen DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung in 114,6 mm Pulverkammern angefertigt. Starke Untergrundschwärzung im Falle von $\text{Pr}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ und $\text{Nd}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ konnte durch Abdecken des Films mit dünner Aluminiumfolie weitgehend reduziert werden.

3. Ergebnisse

Die Daten wurden mit einem Rechenprogramm, das für das IBM System/360 geschrieben war, nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate gerechnet.

Die Berechnung der Dampfdrucke erfolgte nach der bekannten Effusionsgleichung (1), die auf M. KNUDSEN²⁾ zurückgeht und von P. CLAUSING³⁾ für endliche Kanallängen der Effusionsöffnung modifiziert wurde

$$p = \frac{2.85726 \cdot 10^{-4}}{f \cdot A \cdot \sqrt{M}} \cdot \frac{G}{t} \sqrt{T} \quad (1)$$

Hierbei ist p [Torr] der Dampfdruck im Tiegel, G [mg] der Gewichtsverlust durch Effusion in der Zeit t [min] durch die Öffnung mit der Fläche A [cm²]. T [°K] ist die absolute Temperatur, M [g·Mol⁻¹] das Molekulargewicht des Dampfes und f ein Korrekturfaktor nach CLAUSING³⁾ für die Geometrie der Öffnung. Für das Molekulargewicht wurde der Wert eingesetzt, der der monomolekularen chemischen Formel entspricht. Bei molekularer Strömung durch kreisförmige Öffnungen vom Radius r , der klein gegen die freie Weglänge des Gases ist, erfolgen praktisch nur Stöße mit der Wand. Durch Stöße von Molekülen an der Wand der kurzen aber nicht vernachlässigbaren Kanallänge der Öffnung wird ein Teil der Moleküle in den Tiegel zurückreflektiert. Dem wird durch den "CLAUSING-Faktor" f , der für verschiedene Verhältnisse von Länge zu Radius des Lochs L/r tabelliert ist, Rechnung getragen.

Durch die Öffnung im Tiegel wird das Gleichgewicht zwischen kondensierter Phase und gesättigtem Dampf gestört. Um diese Störung klein zu halten, muß die Verdampfungsrate viel größer als die Effusionsrate sein, d.h. die effektive Verdampfungsfläche im Tiegel muß sehr viel größer als die effektive Fläche des Lochs sein.

Den Einfluß von Grundfläche und Höhe des Tiegels hat zuerst C. WHITMAN⁴⁾ berechnet. Für eine praktische Anwendung besser geeignet ist die von K. MOTZFELDT⁵⁾ angegebene Formel.

Danach ist der Gleichgewichtsdruck des gesättigten Dampfes p_{eq}

$$p_{eq} = p \left[1 + \frac{f_A \cdot A}{B} \left(\frac{1}{\alpha} + \frac{1}{f_B} - 2 \right) \right] \quad (2)$$

wobei p der Dampfdruck aus der Effusionsgleichung (1), f_A und f_B die CLAUSING-Faktoren der Lochfläche A und Tiegelfläche B und α der (LANGMUIR'sche) Verdampfungs- bzw. Kondensationskoeffizient sind.

Wenn das Verhältnis von effektiver Lochfläche zur Verdampfungsfläche

$$\frac{f_A \cdot A}{B}$$

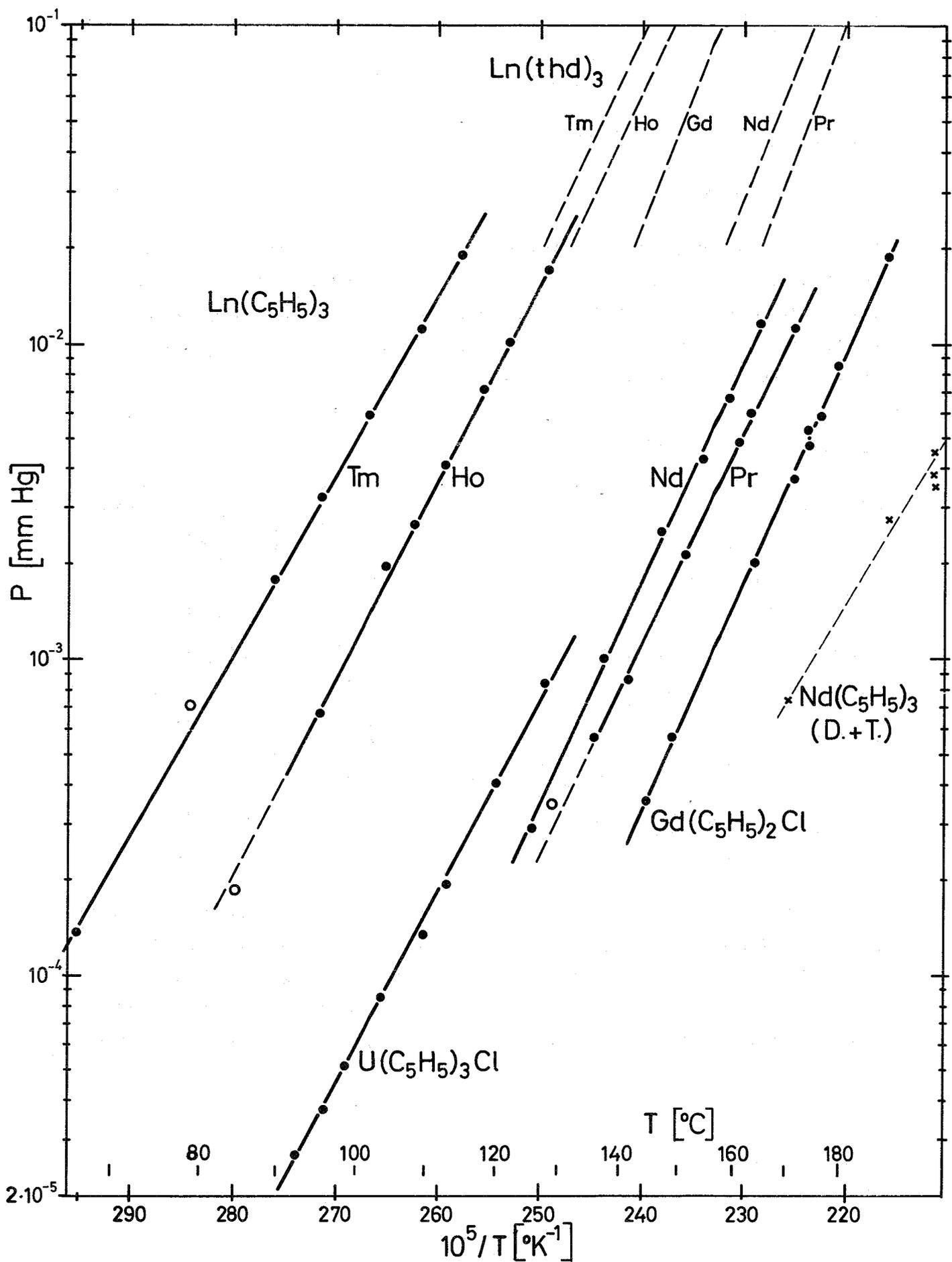
sehr klein wird, nähert p_{eq} sich p entsprechend Gleichung (1), und zwar weitgehend unabhängig von α , wenn dieses nicht extrem stark von 1 abweicht.

Für $\alpha \approx 1$ und einer Zelle, der Durchmesser und Höhe annähernd gleich groß sind, ist f_B ca. 0,5 und $(1/\alpha + 1/f_B - 2)$ geht gegen 1.

Wenn α kleiner 1 (aber nicht extrem klein) ist, so kann man dies dann vernachlässigen, wenn das Verhältnis von Tiegelfläche zu Lochfläche groß (100 bis 1000) wird. Bei einem Wert von $1 \geq \alpha \geq 0,06$ und einem Verhältnis von ca. 1600 (wie für unseren Tiegel) ist der Fehler $\leq 1\%$.

Die Meßergebnisse sind in den Tabellen im Anhang zusammengefaßt. In Fig. 2 wurden die Logarithmen der Dampfdrucke gegen die reziproke Temperatur aufgetragen. Das Diagramm enthält zum Vergleich noch die extrapolierten Dampfdruckkurven der Chelate der gleichen Lanthanidenelemente mit 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5-heptandion (abgekürzt thd), die von SICRE, DUBOIS, EISENTRAUT und SIEVERS⁶⁾ publiziert wurden.

Fig. 2



Die Sublimationsenthalpien wurden nach der CLAUSIUS-CLAPEYRON-Gleichung (3)

$$\log p = - \frac{\Delta H_{\text{sub}}}{2,303 \cdot R \cdot T} + \text{const.} \quad (3)$$

bzw. nach Zusammenfassung der Konstanten

$$\log p = A - \frac{B}{T} \quad (4)$$

aus der Steigung der Dampfdruckkurven, die innerhalb des untersuchten Temperaturbereichs linear verliefen, berechnet. Sie sind zusammen mit den Parametern A und B der Dampfdruckgleichung (4), in der p in Torr und T in °K gesetzt wurde, in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1: Sublimationswärmen ΔH_{sub}

Substanz	A	B	Temp.-Ber. (°C)	Mittl. Temp. (°C)	ΔH_{sub} [$\frac{\text{kcal}}{\text{Mol}}$]	Abweichung %
$\text{U}(\text{C}_5\text{H}_5)_3\text{Cl}$	11,98	6048	91,8-127,6	109,7	27,7	$\pm 0,01$
$\text{Gd}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$	14,16	7361	144,6-289,6	167,1	33,7	$\pm 0,02$
$\text{Pr}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$	13,47	6843	135,5-170,7	153,1	31,3	$\pm 0,01$
$\text{Nd}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$	14,17	7053	125,7-164,5	145,1	32,3	$\pm 0,02$
$\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$	13,80	6243	95,0-127,9	111,5	28,6	$\pm 0,01$
$\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$	12,96	5695	65,6-114,8	90,2	26,1	$\pm 0,01$

Die angegebenen Fehler sind nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate errechnet, wobei der Temperaturwert für die rechnerische Ermittlung von ΔH_{sub} als fehlerfrei angesehen wurde. Der Fehler in der Temperaturmessung betrug jedoch $\pm 1,5^\circ$. Dementsprechend liegt der Fehler von ΔH_{sub} bei ca. $\pm 0,5$ kcal/Mol.

4. Diskussion der Ergebnisse

Fig. 2 zeigt, daß die Tricyclopentadienyl-Verbindungen der Seltenen Erden einen Dampfdruck von 0,01 Torr im Temperaturbereich von 95 und 185°C besitzen. Die Messungen mit Tricyclopentadienyl-neodymium unterscheiden sich deutlich von den Werten, die DUNCAN und THOMAS¹⁾ berichteten. Die Werte dieser Autoren streuen stärker und scheinen mit einer systematischen Abweichung behaftet zu sein.

Aus Fig. 2 ist zu ersehen, daß die Tricyclopentadienylkomplexe der Lanthaniden mit steigender Ordnungszahl des Metalls zunehmend leichter flüchtig werden. Steigende Flüchtigkeit (hier verstanden als niedrigere Temperatur zur Erreichung eines bestimmten Dampfdruckes) eines π - oder Chelatkomplexes mit zunehmender Ordnungszahl des Metalls scheint eine allgemeine Regel in der Lanthanidenreihe zu sein. SICRE et al.⁶⁾ führen als Erklärung an, daß mit abnehmendem Metallionenradius (als Folge der Lanthanidenkontraktion lokale und induzierte Dipolkräfte und die Anziehungskräfte zwischen Nachbarmolekülen kleiner werden.

LAUBEREAU und BURNS⁷⁾ beobachteten für $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ eine andere orthorhombische Kristallstruktur als sie bei den Tricyclopentadienyl-Verbindungen der leichten Seltenen Erden auftritt. DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen der in dieser Arbeit verwendeten Verbindungen $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ und $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ zeigen, daß der Holmiumkomplex noch die orthorhombische Kristallstruktur der leichteren Lanthanidetricyclopentadienyle, $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ jedoch eine andere Struktur besitzt. Der Übergang zwischen den beiden Strukturtypen der Tricyclopentadienyl-Komplexe der Seltenen Erden findet somit beim Erbium oder Thulium statt. Ein auffallender Unterschied in der Tendenz der Flüchtigkeit ist zwischen Holmium- und Thuliumtricyclopentadienyl nicht zu sehen.

Bei der Darstellung und Sublimation von Tricyclopentadienyl-Samarium beobachteten LAUBEREAU und BURNS⁷⁾ die Bildung zweier Substanzen, von denen röntgenographisch die leichter flüchtige als $\text{Sm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$, die schwerer flüchtige Fraktion als $\text{Sm}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$

identifiziert werden konnte.

Übereinstimmend damit sind die Dampfdruckmessungen des Gadolinium-dicyclopentadienyl-chlorids. Während das $\text{Gd}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ leichter flüchtig als $\text{Nd}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ sein müßte, ist nach den Dampfdruckmessungen das $\text{Gd}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$ schwerer flüchtig als die Tricyclopentadienylverbindungen der leichten Seltenen Erden Praseodymium und Neodymium. Auch im Falle des $\text{Gd}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$ wurde für die verdampften Moleküle das Molekulargewicht der monomeren Spezies angenommen, da keine massenspektrometrischen Analysen in diesem Temperaturbereich vorlagen, die auf den Grad einer möglichen Dimerisation, wie sie für $\text{Yb}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}$ ¹³⁾ gefunden wurde, anzugeben gestatten.

Für eine Interpretation des DEBYE-SCHERRER-Diagramms von $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ wurden bisher keine MILLER'schen Indizes angegeben. Es gelang jedoch mit den von LAUBEREAU und BURNS⁷⁾ angegebenen Gitterkonstanten das Pulverdiagramm unseres $\text{Tm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ zu indizieren und damit einen deutlichen Hinweis für die gleiche Struktur zu erhalten.

Die Röntgenbeugungsaufnahme des $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$, deren Wertetabelle im Anhang aufgeführt ist, konnte mit den an Einkristallen von $\text{Sm}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$ gewonnenen Indizes⁷⁾ interpretiert werden. Für die Gitterkonstanten wurden folgende Werte errechnet:

$$a = 14,02 \pm 0,08 \quad b = 17,30 \pm 0,10 \quad c = 9,65 \pm 0,06 \text{ \AA}$$
$$\text{Volumen der Elementarzelle} = 2340 \text{ \AA}^3$$

Die Sublimationsenthalpien der Tricyclopentadienylverbindungen der Lanthaniden nehmen mit steigender Ordnungszahl und damit fallendem Ionenradius des Metalls ab. Die gleiche Tendenz war bei den 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5-heptandionchelaten⁶⁾ festzustellen. Die Sublimationswärmen der Tricyclopentadienylkomplexe liegen jedoch um ca. 8 bis 3 kcal/Mol niedriger als bei jenen Chelatkomplexen.

Das Tricyclopentadienyl-uran(IV)-chlorid besitzt im Vergleich zu den Tricyclopentadienylverbindungen der Lanthaniden im gleichen Temperaturbereich für das erheblich höhere Molekulargewicht relativ hohe Dampfdrucke. Massenspektren des verwendeten $U(C_5H_5)_3Cl$ -Präparats¹²⁾ ergaben in Übereinstimmung mit der Literatur¹⁴⁾, daß gasförmiges $U(C_5H_5)_3Cl$ als monomere Spezies vorliegt.

Die hohe Flüchtigkeit im Zusammenhang mit der großen thermischen Stabilität des $U(C_5H_5)_3Cl$ läßt diese Verbindung für die Anwendung in der Ionenquelle eines Schwerionenbeschleunigers geeignet erscheinen.

Danksagung

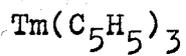
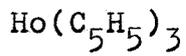
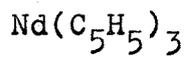
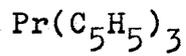
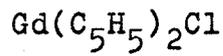
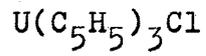
Herrn Prof. Dr. F. BAUMGÄRTNER sei für die Anregung zu dieser Arbeit gedankt. Herrn K. HANSMANN danke ich für die Ausführung der Messungen und Herrn Dr. B. KANELAKOPULOS und seinen Mitarbeitern für die Überlassung der Präparate und die wertvollen Hinweise für den Umgang mit den stark luftempfindlichen Substanzen. Den Herren KRUMREY und LENITSCHKA sei für präzise Ausführung der Effusionstiegel gedankt.

5. Literaturverzeichnis:

1. J.F. DUNCAN, F.G. THOMAS, J.Chem. Soc. 1964, 360-4
2. M. KNUDSEN, Ann. Phys. 28 (1909) 999
3. P. CLAUSING, Ann. Phys. 12 (1932) 961
4. C.I. WHITMAN, J. Chem. Phys. 20 (1952) 161
5. K. MOTZFELDT, J. Phys. Chem. 59 (1955) 139
6. J.E. SICRE, J.T. DUBOIS, K.J. EISENTRAUT, R.E. SIEVERS,
J.Am.Chem.Soc. 91 (1969) 3476
7. P.G. LAUBEREAU, J.H. BURNS, Inorg.Chem. 9 (1970) 1091-5
8. L.T. REYNOLDS, G. WILKINSON, J.Inorg. Nucl.Chem. 2 (1956) 246
9. R.E. MAGINN, S. MANASTYRSKYJ, M. DUBECK, J.Am.Ch.Soc.
85 (1963) 672
10. J.M. BIRMINGHAM, G. WILKINSON, J.Am.Ch.Soc. 78 (1956) 42
11. E.O. FISCHER, H. FISCHER, J.Organomet. Chem. 3 (1965) 181
12. B. KANELLAKOPULOS, private Mitteilung
13. J. MÜLLER, Chem. Ber. 102 (1969) 152-60
14. M.L. ANDERSON, L.R. CRISLER, J. Organomet. Chem. 17 (1969) 345

6. Anhang:

Meßergebnisse der Verbindungen:



Röntgenpulveraufnahme von $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$

URAN-TRICYCLCPENTADIENYL-CHLORID

MOLEKULARGEWICHT = 468.77

LOCHDURCHMESSER = 0.03210 CM CLAUSING FAKTOR = 0.680

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
104.9	0.002645	0.000128	0.000111
106.7	0.002633	0.000114	0.000131
108.4	0.002621	0.000151	0.000152
114.2	0.002582	0.000219	0.000256
118.1	0.002556	0.000365	0.000360
120.8	0.002538	0.000511	0.000454
125.9	0.002506	0.000602	0.000697
128.3	0.002491	0.000926	0.000849
135.3	0.002448	0.00183	0.00149
139.5	0.002423	0.00207	0.00208
141.9	0.002409	0.00242	0.00250
152.8	0.002348	0.00488	0.00565
153.3	0.002345	0.00617	0.00586

A = 11.234 ± 0.002 (± 0.02 PROZENT)

B = -5742.73 ± 0.77 (± 0.01 PROZENT)

LOG P = -5742.7 / T + 11.234

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -26277.0 ± 3.5 (± 0.01 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 104.9 BIS 153.3 GRAD C

GADOLINIUM-DICYCLOPENTADIENYL-CHLORID

MOLEKULARGEWICHT = 322.90

LOCHDURCHMESSER = 0.02011 CM CLAUSING FAKTOR = 0.928

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
144.6	0.002394	0.000357	0.000357
148.8	0.002370	0.000559	0.000535
164.0	0.002288	0.00202	0.00216
171.0	0.002251	0.00373	0.00398
173.0	0.002241	0.00543	0.00473
173.8	0.002237	0.00484	0.00506
176.3	0.002225	0.00580	0.00625
179.2	0.002211	0.00841	0.00796
189.6	0.002161	0.0188	0.0185

A = 14.174 +- 0.004 (+- 0.03 PROZENT)

B = -7361.29 +- 1.92 (+- 0.03 PROZENT)

LOG P = -7361.3 / T + 14.174

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -33683.0 +- 8.8 (+- 0.03 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 144.6 BIS 189.6 GRAD C

PRASEODYMIUM-TRICYCLOPENTADIENYL

MOLEKULARGEWICHT = 336.19

ROHRDURCHMESSER = 0.02011 CM CLAUSING FAKTOR = 0.928

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
135.5	0.002447	0.000568	0.000534
141.4	0.002412	0.000854	0.000924
151.0	0.002358	0.00217	0.00218
160.4	0.002307	0.00486	0.00489
162.5	0.002295	0.00601	0.00583
170.7	0.002253	0.0114	0.0114

A = 13.474 ± 0.001 (± 0.01 PROZENT)

B = -6843.39 ± 0.60 (± 0.01 PROZENT)

LOG P = -6843.4 / T + 13.474

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -31313.3 ± 2.8 (± 0.01 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 135.5 BIS 170.7 GRAD C

NEODYMIUM-TRICYCLOPENTADIENYL

MOLEKULARGEWICHT = 339.53

ROHRENDURCHMESSER = 0.02011 CM CLAUSING FAKTOR = 0.928

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
125.7	0.002507	0.000290	0.000303
137.2	0.002437	0.000999	0.000948
147.0	0.002380	0.00253	0.00239
154.2	0.002340	0.00427	0.00458
158.8	0.002315	0.00667	0.00686
164.5	0.002285	0.0114	0.0112

A = 14.165 +- 0.003 (+- 0.02 PROZENT)

B = -7053.25 +- 1.24 (+- 0.02 PROZENT)

LOG P = -7053.3 / T + 14.165

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -32273.5 +- 5.7 (+- 0.02 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 125.7 BIS 164.5 GRAD C

HCLMIUM-TRICYCLOPENTADIENYL

MOLEKULARGEWICHT = 360.22

LECHDURCHMESSER = 0.02011 CM CLAUSING FAKTOR = 0.928

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
95.0	0.002716	0.000665	0.000700
104.4	0.002649	0.00196	0.00185
108.1	0.002623	0.00267	0.00268
112.4	0.002594	0.00410	0.00408
118.3	0.002555	0.00707	0.00716
122.0	0.002531	0.00999	0.01009
127.9	0.002493	0.0171	0.0172

A = 13.803 +- 0.002 (+- 0.01 PROZENT)

B = -6243.14 +- 0.62 (+- 0.01 PROZENT)

LOG P = -6243.1 / T + 13.803

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -28566.7 +- 2.8 (+- 0.01 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 95.0 BIS 127.9 GRAD C

THULIUM-TRICYCLOPENTADIENYL

MOLEKULARGEWICHT = 364.22

LOCHDURCHMESSER = 0.02011 CM CLAUSING FAKTOR = 0.928

T (C)	1/T (K)	P GEM (TORR)	P BER (TORR)
65.6	0.002952	0.000139	0.000141
89.1	0.002761	0.00179	0.00174
95.3	0.002714	0.00325	0.00319
101.7	0.002668	0.00593	0.00586
108.9	0.002617	0.0110	0.0113
114.8	0.002578	0.0190	0.0191

A = 12.962 ± 0.002 (± 0.01 PROZENT)

B = -5695.38 ± 0.56 (± 0.01 PROZENT)

LOG P = -5695.4 / T + 12.962

SUBLIMATIONSWAERME CAL/MOL

L = -26060.3 ± 2.6 (± 0.01 PROZENT)

IM TEMPERATURBEREICH 65.6 BIS 114.8 GRAD C

Röntgenpulveraufnahme von $\text{Ho}(\text{C}_5\text{H}_5)_3$

h k l	I	d_{gem}	d_{ber}
120	5	7.422	7.363
200	6	6.940	7.008
021	1	6.512	6.441
121	10	5.857	5.853
002	6	4.813	4.825
102	1	4.607	4.561
040	2	4.363	4.326
320	3	4.105	4.111
202	3	3.954	3.974
041			3.946
400	2	3.450	3.504
042	3	3.230	3.220
322	1	3.122	3.129
250			3.103
123	4	2.942	2.947
242			2.927
160	3	2.821	2.824
441	2	2.635	2.635
521	3	2.581	2.570
143	3	2.531	2.538
360	5	2.441	2.454

weitere 12 Linien, die nicht indiziert wurden

Symmetrieklasse: orthorhombisch; Raumgruppe: Pbcm

Elementarzelle:

$$a = 14,02 \pm 0,08 \text{ \AA}; \quad b = 17,30 \pm 0,10 \text{ \AA}; \quad c = 9,65 \pm 0,06 \text{ \AA}$$

$$\text{Volumen: } 2340 \text{ \AA}^3$$