

# **Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung von Plutoniumisotopen im Klärschlamm**

H- $\alpha$ -SPEKT-KLAER-03

Bearbeiter:

Th. Bünger  
H. U. Fusban  
I. Gans  
H. Rühle

Leitstelle für Trinkwasser, Grundwasser, Abwasser, Klärschlamm,  
Reststoffe und Abfälle, Abwasser aus kerntechnischen Anlagen

ISSN 1865-8725

Version September 1992

Messanleitungen für die „Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung“

## 4 Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung von Plutoniumisotopen im Klärschlamm

### 1 Anwendbarkeit

Die Methode dient der Bestimmung der Plutoniumisotope Pu-238 und Pu-239 + Pu-240 nebeneinander im Klärschlamm. Sie ist anwendbar auf die verschiedenen Typen von Schlämmen, die bei der Abwasserbehandlung und der Entwässerung anfallen. Weitere Hinweise werden im Verfahren H- $\gamma$ -SPEKT-KLAER-01, Abschnitt 1, gegeben.

### 2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf die Vorschrift H- $\gamma$ -SPEKT-KLAER-01, Abschnitt 2, verwiesen.

### 3 Analytik

#### 3.1 Prinzip der Methode

Das Prinzip der Methode ist in Abb. 1 dargestellt.

Der Aufschluß des zuvor getrockneten Schlammes kann alternativ – je nach Schlammatrix – entweder durch nasse Veraschung mit einer Mischung von Salpetersäure und Schwefelsäure oder durch trockene Veraschung erfolgen. Die trockene Veraschung ist bei folgenden Schlämmen vorzuziehen: Kolloide bildende, sehr voluminöse und stark riechende Schlämme sowie Schlämme mit sehr hohem Grobanteil und bei Einwaagen über 20 g. Durch die trockene Veraschung werden erhebliche Mengen Säure eingespart. Werden nur kleinere Mengen Schlamm verarbeitet, ist der nasse Aufschluß zweckmäßiger.

#### Anmerkung

Bei sehr hohen Gehalten an Erdalkalien in der Schlammprobe (> 500 mg pro Probe) können sich die chemischen Ausbeuten der Plutoniumisotope infolge von Mitfällungseffekten in den Erdalkalisulfaten verringern. In diesen Fällen ist die trockene Veraschung und eine Aufschließung der Asche mit Salpetersäure/Flußsäure unumgänglich (vgl. H- $\alpha$ -SPEKT-KLAER-01).

Aus der nach der restlosen Zerstörung der organischen Matrix erhaltenen salpetersauren Lösung wird das Plutonium zusammen mit dem Uran mittels Methyl-trioctyl-ammoniumnitrat extrahiert und anschließend durch Anionenaustausch als Hexanitratokomplex isoliert und von Begleitelementen (z. B. Uran, Thorium, Eisen) getrennt. Die Aktivität wird durch alphaspektrometrische Messung von Dünnschichtpräparaten bestimmt, die durch kathodische elektrochemische Abscheidung des Plutoniums in hydroxidischer Form auf Edelstahlplättchen erhalten werden. Zur Bestimmung der chemischen Ausbeute an Plutonium wird als Tracer Pu-236 bekannter Aktivität zugesetzt.

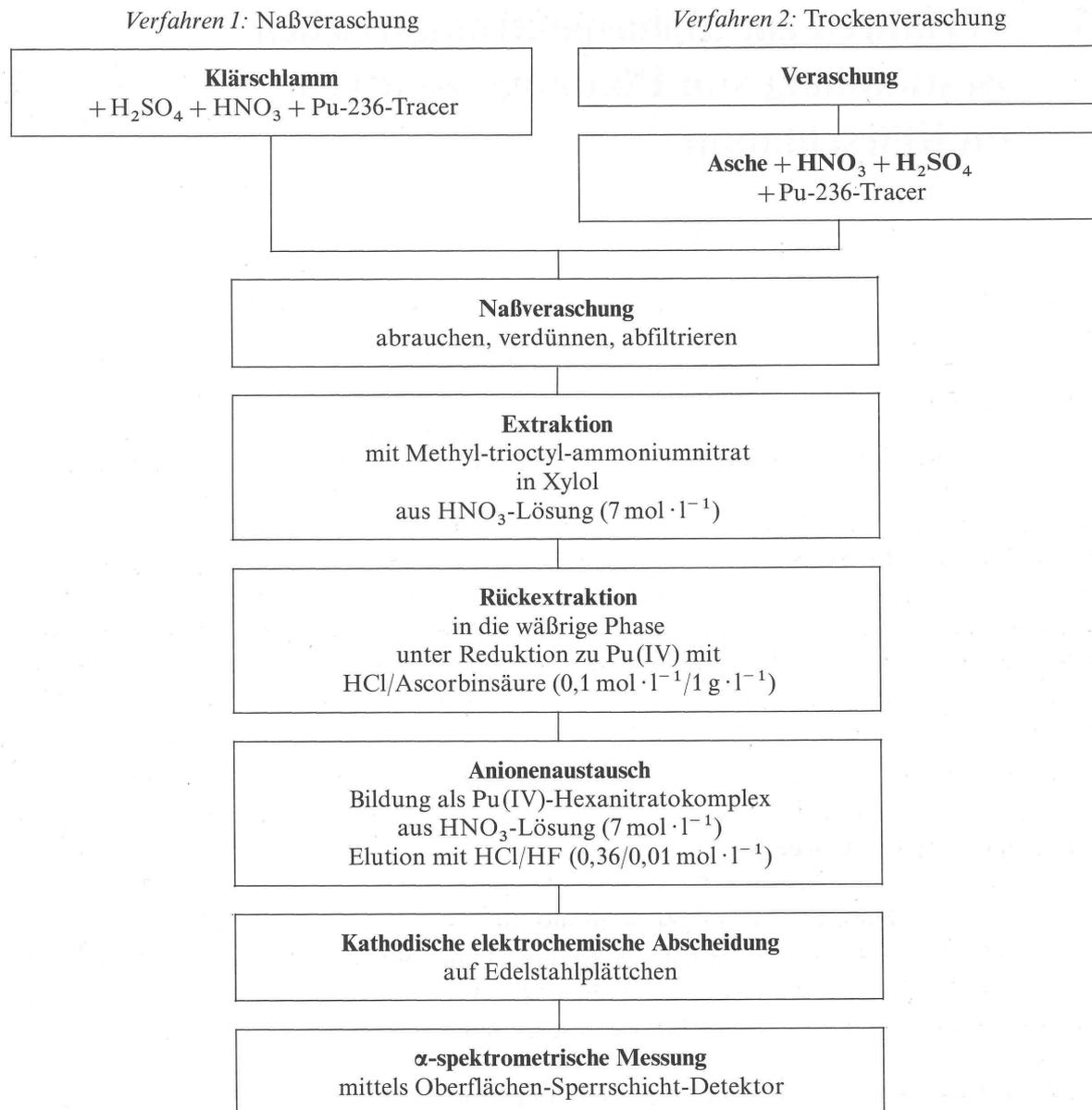


Abb. 1: Prinzip der Bestimmung von Plutoniumisotopen im Klärschlamm

### Anmerkungen

Aufgrund des begrenzten Energieauflösungsvermögens der bei der  $\alpha$ -Spektroskopie eingesetzten Oberflächensperrschichtdetektoren (Halbwertsbreite ca. 50 keV) ist es nicht möglich, die Peaks der Plutoniumisotope Pu-239 ( $E_\alpha = 5,157$  MeV) und Pu-240 ( $E_\alpha = 5,168$  MeV) getrennt auszuwerten. Angegeben wird deshalb stets die Summe aus Pu-239 und Pu-240. Steht Pu-242 als Tracer zur Verfügung, so ist dieses dem Pu-236 vorzuziehen, da der Pu-242-Peak bei niedrigerer Energie als die Pu-238- bzw. Pu-239/Pu-240-Peaks liegt und somit ein störender Einfluß des Pu-236-Peaks infolge von Tailing-Effekten ausgeschlossen werden kann.

### 3.2 Probenvorbereitung

Etwa 500 g Schlamm werden in Porzellanschalen bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, bei Wassergehalten > 90 % ggf. auch größere Mengen. Die getrocknete Probe

wird mittels Mörser oder geeigneter Mühle zerkleinert und gesiebt. Vom Siebrückstand sind nur größere Steine, Metallteile u. ä. zu entfernen. Pflanzen- und Wurzelreste, Holz, Papier usw. sind, soweit sie nicht zerkleinert werden können, dem gesiebten Material anteilig hinzuzufügen. Von dem homogenisierten Material werden mindestens 5 g eingewogen.

### 3.3 Radiochemische Trennung

Wahlweise ist eines der folgenden unter 3.3.1 und 3.3.2 beschriebenen Aufschlußverfahren anzuwenden:

#### 3.3.1 Naßaufschluß

**3.3.1.1** Die Probe wird in einem 2l-Becherglas mit 1 ml Pu-236-Tracerlösung ( $300 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ) sowie vorsichtig mit 100 ml Salpetersäure ( $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) versetzt (schäumt stark!). Die der Probe als Tracer zugesetzte Menge Pu-236 sollte so bemessen sein, daß die Pu-236-Linie im  $\alpha$ -Spektrum etwa die zu erwartende Größe der Linien der gesuchten Plutoniumisotope hat (z. B. ca.  $0,3 \text{ Bq}$ ). Die Mischung wird anschließend mit 20 ml konz. Schwefelsäure ( $18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) versetzt und einige Stunden auf dem Sandbad erhitzt und schließlich bis zur Trockene abgeraucht; ggf. ist dieser Schritt nach Zugabe weiterer Schwefelsäure und Salpetersäure mehrfach zu wiederholen, bis der Rückstand keine organischen Bestandteile mehr enthält.

**3.3.1.2** Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur wird vorsichtig mit etwa 100 ml Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) aufgefüllt, einige Stunden erwärmt und dabei gerührt (das Becherglas wird dabei abgedeckt, Verdampfungsverluste sind mit dest. Wasser zu ergänzen). Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur werden die ungelösten Rückstände (Sulfate und Silikate) über eine Nutsche mit aufgelegtem Membranfilter (Porenweite  $0,45 \mu\text{m}$ ) abfiltriert, mehrfach mit einigen ml Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gewaschen und verworfen. Filtrat und Waschlösung werden vereinigt.

Die Weiterverarbeitung der Probe erfolgt nach 3.3.3.

#### 3.3.2 Veraschung

**3.3.2.1** Die Veraschung der Schlammprobe erfolgt unter reichlichem Luftzutritt im Muffelofen bei ca.  $400^\circ\text{C}$ . Feinkörnige Proben mit hohem organischen Anteil werden mit wenig dest. Wasser angeteigt, um ein Zerstäuben während des Veraschungsprozesses zu unterbinden. Zur Veraschung besonders geeignet sind flache Porzellanschalen mit Füllhöhen bis zu 1 cm. Aus Gründen der Arbeitersparnis, bzw. um eine größere Probenzahl gleichzeitig verarbeiten zu können, kann die Veraschung auch in 600 ml-Bechergläsern (breite Form) erfolgen. Wegen des dann schlechteren Luftzutritts werden hierbei jedoch wesentlich längere Veraschungszeiten benötigt. Um den Kohlenstoffanteil des Schlammes restlos zu oxidieren, ist in einem Ofen mit katalytischer Nachverbrennung der Pyrolysegase beispielsweise eine Veraschungszeit von über 24 Stunden erforderlich.

**3.3.2.2** Zur Asche werden 1 ml Pu-236-Lösung ( $300 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ), 100 ml Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) und 20 ml konz. Schwefelsäure ( $18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gegeben. Die weitere Verarbeitung der Probe erfolgt entsprechend den Abschnitten 3.3.1.1 und 3.3.1.2.

## 3.3.3 Trennungsgang (Fortsetzung)

**3.3.3.1** Man läßt das Filtrat auf ca. 20 °C abkühlen. Anschließend wird 2mal mit je 50 ml Methyltrioctyl-ammoniumnitrat in Xylol mittels Schüttelapparatur mindestens 5 Minuten lang extrahiert (zur Vorbehandlung des Extraktionsmittels wird auf Abschnitt 7.1.1 verwiesen). Die beiden organischen Phasen werden vereinigt und einmal mit 50 ml Salpetersäure (7 mol · l<sup>-1</sup>) gewaschen.

**3.3.3.2** Das Plutonium wird aus der gewaschenen organischen Phase 5mal mit je 50 ml ca. 60 °C warmer Salzsäure (0,1 mol · l<sup>-1</sup>), die 1 g Ascorbinsäure pro Liter enthält, mittels Schüttelapparatur rückextrahiert (Schüttelzeit je 5 Minuten). Die wäßrigen Phasen werden vereinigt und zur Trockene eingedampft. Die organische Phase wird verworfen (Sammlung in Lösungsmittelabfallbehältern).

**3.3.3.3** Der schwarze Eindampfrückstand wird mit 5 ml Salpetersäure (14 mol · l<sup>-1</sup>) und 2 ml konz. Schwefelsäure (18 mol · l<sup>-1</sup>) bis zur Trockene abgeraucht. Das Abrauchen ist zu wiederholen, bis ein eventuell noch vorhandener Rückstand hell gefärbt ist.

**3.3.3.4** Der Rückstand wird in der Wärme in 50 ml Salpetersäure (7 mol · l<sup>-1</sup>) gelöst, auf 20 °C abgekühlt und mit 1 ml Natriumnitrit-Lösung (2,9 mol · l<sup>-1</sup>) oder mit einer Spatelspitze festem Natriumnitrit (schäumt stark) versetzt, um Pu<sup>VI</sup> zu Pu<sup>IV</sup> zu reduzieren. Anschließend wird die Lösung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von 1 bis 2 ml pro Minute über eine vorbehandelte Anionenaustauscher-Säule gegeben (Nitratform, s. Abschnitt 7.2.1). Danach wird nacheinander mit 120 ml Salpetersäure (7 mol · l<sup>-1</sup>) und 100 ml Salzsäure (9 mol · l<sup>-1</sup>) gewaschen. Auslauf und Waschlösungen werden verworfen.

### Anmerkung

Die vereinigten Eluate können zur Uranbestimmung benutzt werden.

**3.3.3.5** Die Elution des Plutoniums erfolgt mit 100 ml einer Salzsäure/Flußsäure-Waschlösung (0,36 mol · l<sup>-1</sup> bzw. 0,01 mol · l<sup>-1</sup>). Das Eluat wird mit 1 ml Natriumhydrogensulfat-Lösung (0,1 mol · l<sup>-1</sup>) versetzt und auf dem Sandbad zur Trockene eingedampft. Falls noch wesentliche Ionenaustauscherreste vorhanden sind, müssen diese durch wiederholtes Abrauchen mit 2 ml konz. Schwefelsäure und mit 5 ml Salpetersäure (14 mol · l<sup>-1</sup>) zerstört werden.

**3.3.3.6** Der Trockenrückstand wird in 5 ml Schwefelsäure (1,5 mol · l<sup>-1</sup>) aufgenommen, auf 2 ml eingengt, abgekühlt und in die vorbereitete Elektrolysezelle (vgl. Abschnitt 7 der Meßanleitung H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-03) überführt. Das Becherglas wird dreimal mit je ca. 2 ml Schwefelsäure (0,5 mol · l<sup>-1</sup>) nachgespült und die einzelnen Portionen werden ebenfalls in die Elektrolysezelle überführt. Die Lösung wird in der Zelle mit 1 Tropfen Methylrot versetzt. Anschließend wird bis zum Farbumschlag Ammoniaklösung (13 mol · l<sup>-1</sup>) zugefügt. Durch Zugabe einiger Tropfen Schwefelsäure (1,5 mol · l<sup>-1</sup>) wird ein pH-Wert von 2,4 bis 2,5 (Kontrolle durch Acilitpapier) eingestellt.

**3.3.3.7** Anschließend wird das Plutonium 4 Stunden bei 300 mA kathodisch elektrochemisch abgeschieden. Eine Minute vor Beendigung der Elektrolyse wird 1 ml Ammoniaklösung (13 mol · l<sup>-1</sup>) hinzugesetzt. Die Zelle wird demontiert. Das Stahlplättchen wird mit dest. Wasser gespült und mit Aceton getrocknet; Zelle, Dichtung und Bodenplatte werden mit dest. Wasser gespült, das Zellenoberteil und ein frisches Stahlplättchen (für die nächste Bestimmung) werden in RBS-Lösung aufbewahrt.

## 4 Messung der Aktivität

### 4.1 Kalibrierung

Zur Durchführung der Kalibrierung wird auf die Vorschrift H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 und auf das Kapitel IV.2 dieser Meßanleitung verwiesen.

### 4.2 Messung der Probe

Mit Hilfe eines Meßplatzes für Alpha-Spektrometrie wird das Alpha-Spektrum des elektrochemisch abgeschiedenen Plutoniums aufgenommen. Dies geschieht mittels eines im Vakuum (ca.  $10^3$  Pa Restdruck) betriebenen Oberflächen-Sperrschichtdetektors in Verbindung mit einem Vielkanalanalysator und entsprechender Datenausgabereinheit. Übliche Meßzeiten sind 10 Stunden und mehr.

#### Anmerkung

Infolge unsauberer, d. h. amorpher oder grobkristalliner Abscheidung des Plutoniums auf dem Stahlplättchen oder durch Verunreinigungen des Präparates kann es bei der alphaspektrometrischen Messung zu einer starken Linienverbreiterung kommen. In solchen Fällen ist durch nochmalige Reinigung des Präparates eine Verbesserung möglich. Zu diesem Zweck wird das Plutonium mit wenig Salzsäure ( $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) etwa eine Sekunde lang vom Stahlplättchen abgelöst und mit Wasser abgespült. Die Lösung wird bis zur Trockene eingedampft. Anschließend wird erneut nach Abschnitt 3.3.3.4 und folgenden verfahren.

Weitere Anmerkungen werden im Kapitel IV.2 dieser Meßanleitungen gemacht.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

Die Berechnung der Spezifischen Aktivitäten  $a_r$  der einzelnen Plutoniumisotope erfolgt nach der Gleichung:

$$a_r = \frac{\varphi_A}{m_T \cdot \eta} (R_b - R_o) \quad (1)$$

Darin bedeuten:

$a_r$  = Spezifische Aktivität in  $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$

$\varphi_A$  = Kalibrierfaktor in  $\text{Bq} \cdot \text{s}$

$m_T$  = Masse der Probe in kg (Trockenmasse)

$\eta$  = chemische Ausbeute; Zahl  $< 1$

$R_b$  = Bruttozählrate im Bereich bei  $E_\alpha$  in  $\text{s}^{-1}$

$R_o$  = Mittlere Nulleffektzählrate im Bereich bei  $E_\alpha$  in  $\text{s}^{-1}$

## 5.1 Rechenbeispiel

Bei der Bestimmung des Plutoniumgehaltes einer Klärschlammprobe liegen folgende Daten vor:

$$\varphi_A = 5,64 \text{ Bq} \cdot \text{s}$$

$$\eta = 0,248$$

$$m_T = 76,92 \text{ g (Trockenmasse), entsprechend } m_A = 20 \text{ g (Asche)}$$

$$t_m = 60\,000 \text{ s}$$

$$R_o = 1,9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-238-Linie}$$

$$R_o = 8,0 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-239/Pu-240-Linie}$$

$$R_b = 8,0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-238-Linie}$$

$$R_b = 8,0 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-239/Pu-240-Linie}$$

$$R_n = 6,10 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-238-Linie}$$

$$R_n < 10^{-6} \text{ s}^{-1} \text{ im Bereich der Pu-239/Pu-240-Linie}$$

Damit ergeben sich für die Pu-Isotope nach Gleichung 1 folgende Werte der spezifischen Aktivität:

$$a_{\text{Pu-238}} = 0,18 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$$

$$a_{\text{Pu-239} + \text{Pu-240}} < 0,12 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Der Wert für  $a_{\text{Pu-239} + \text{Pu-240}}$  liegt unterhalb der erreichten Nachweisgrenze von  $0,12 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ .

## 5.2 Fehlerbetrachtung

Zur Abschätzung des Gesamtfehlers der berechneten spezifischen Aktivität  $a_r$  ist neben dem statistischen Zählfehler  $s$  der Fehler bei der Zählausbeutebestimmung (Kalibrierfehler) und der Fehler bei der Bestimmung der chemischen Ausbeute zu berücksichtigen, während der Fehler bei der Bestimmung der eingesetzten Probenmasse zu vernachlässigen ist. Der relative Fehler der Zählausbeute liegt im allgemeinen bei 5%, der relative Fehler der chemischen Ausbeute schwankt in Abhängigkeit von der jeweils erzielten chemischen Ausbeute im Mittel zwischen 5 und 10%.

Bei spezifischen Aktivitäten, die in der Größenordnung des o.g. Beispiels liegen ( $0,18 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ ), d. h. in der Größenordnung der Nachweisgrenze, ist mit relativen Gesamtunsicherheiten von 100% zu rechnen.

## 6 Nachweisgrenze des Verfahrens

Zur Abschätzung von Nachweisgrenzen wird auf das Kapitel IV.5, Abschnitt 2.1, 2.3 und 4.8 dieser Meßanleitungen verwiesen. Der Ansatz zur Bestimmung der Nachweisgrenze besteht hierbei darin, daß man die Auswertung einer  $\alpha$ -Linie mit der Linienfußbreite  $b$  als integrale Messung mit einem Einkanalanalysator auffaßt. In der Praxis ist die Untergrundzählrate  $R_o$  an Blindproben zu bestimmen, die unter den gleichen Bedingungen hergestellt werden, wie die zu untersuchenden Proben. Die dabei ermittelten Untergrundzählraten können höher sein, als bei der Nulleffektzählmessung einer Leerprobe, z. B. einem unbehandelten Stahlplättchen.

Die Größenordnung der erreichbaren Nachweisgrenzen wird im folgenden Beispiel abgeschätzt:

Durch Langzeitmessungen wurden an den Stellen der Linien von Pu-238 und Pu-239 + Pu-240 die folgenden mittleren Nulleffektzählraten für die benutzte Meßanordnung ermittelt:

| Isotop             | E (MeV) | Peakfußbreite<br>b (Kanäle) | $R_0$ in $s^{-1}$<br>im Bereich b | $R_0$ in $s^{-1}$<br>pro Kanal |
|--------------------|---------|-----------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| Pu-238             | 5,49    | 14                          | $1,9 \cdot 10^{-4}$               | $1 \cdot 10^{-5}$              |
| Pu-239 +<br>Pu-240 | 5,15    | 10                          | $8,0 \cdot 10^{-5}$               | $1 \cdot 10^{-5}$              |

Nach Gl. 2.4 im Abschnitt 2.1.2 des Kapitels IV.5 dieser Meßanleitungen ergeben sich für Meßzeiten  $t_m$  (Probe) und  $t_0$  (Nulleffekt) von z. B. 60 000 s (16,7 h), einem Kalibrierfaktor  $\varphi_A = 5,64 \text{ Bq} \cdot \text{s}$  und einem Wert von  $k_{1-\alpha} + k_{1-\beta} = 4,65$  als Nachweisgrenzen G der Aktivität für Pu-238 etwa 3,1 mBq und für Pu-239 + Pu-240 etwa 2,4 mBq. Die Nachweisgrenzen der spezifischen Aktivität werden aus den Nachweisgrenzen der Aktivität nach Gl. 2 berechnet.

$$g = \frac{G}{m_T \cdot \eta} \quad (2)$$

Bei einer Probenmasse  $m_T$  von 76,9 g Klärschlamm und einer radiochemischen Ausbeute  $\eta$  von 25 % errechnen sich die Nachweisgrenzen der spezifischen Aktivitäten zu  $0,16 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$  für Pu-238 und zu  $0,12 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$  für Pu-239 + Pu-240.

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

Es sollten nach Möglichkeit analysenreine Chemikalien verwendet werden:

- Aceton
- Acilit-Papier, pH 0,5–5,0
- Ammoniaklösung ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Anionenaustauscher: DOWEX  $1 \times 2$ , 100–200 mesh, Cl-Form
- Ascorbinsäure
- Flußsäure ( $0,9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Methylrot ( $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  Ethanol)
- Natriumnitrit-Lösung ( $2,9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Natriumhydrogensulfat-Lösung ( $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Pu-236-Tracerlösung ( $300 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ) (z. B. Amersham/Buchler)
- RBS-50-Konzentrat: 10 % (z. B. Fa. Roth, Karlsruhe)
- Salzsäure ( $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ;  $9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ;  $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Schwefelsäure ( $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ;  $1,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ;  $18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Seesand, mit Säure gereinigt und gegläht
- Methyltrioctyl-ammoniumchlorid (10 % in Xylol)
- Waschlösung HCl/HF ( $0,36 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  bzw.  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Xylol (Isomerengemisch)
- Pu-236- oder Pu-242-Tracerlösung, ca.  $300 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$  (z. B. Amersham-Buchler)

## 7.1.1 Vorbehandlung des Anionenaustauschers

Der in die Säule eingeschlammte Anionenaustauscher wird mit 100 ml Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) unmittelbar vor der Aufgabe der vorbereiteten Probenlösung konditioniert.

## 7.1.2 Vorbehandlung des Extraktionsmittels

100 ml Methyltrioctyl-ammoniumchlorid (10 % in Xylol) werden unmittelbar vor der Extraktion  $2 \times$  mit je 50 ml Salpetersäure ( $7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gewaschen. Die wäßrigen Phasen werden verworfen. Die organische Phase wird zur Extraktion verwendet.

## 7.2 Geräte

- Edelstahlplättchen (V2A-Stahl, austenitisch,  $\varnothing = 25 \text{ mm}$ , Dicke 0,3 mm)
- Elektrolysezelle: s. Abb. 1 in H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01
- Gleichstromquelle mit Stromkonstanthaltung
- Ionenaustauschersäulen: Länge 20 cm,  $\varnothing = 1,5 \text{ cm}$ , Fritte G0
- Meßplatz für die Alphaspektrometrie  
Oberflächensperrschichtzähler (z. B.  $400 \text{ mm}^2$  aktive Fläche,  $100 \mu\text{m}$  Tiefe der Verarmungszone, 25 keV Auflösung), Vakuummeßkammer, Vakuumpumpe, Spannungsversorgung, Verstärker, Analog-Digital-Konverter (ADC), Vielkanal-Impulshöhenanalysator, Datenausgabegerät/Rechner
- Schlag- bzw. Kreuzkopfmühle
- Übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors
- Schüttelmaschine
- Veraschungsöfen mit katalytischer Nachverbrennung
- U-233- und Am-241-Standardpräparate (z. B. Commissariat a l'Energie Atomique, Laboratoire de Metrologie des Rayonnements Ionisants)

### 7.2.1 Vorbereitung der Elektrolysezelle

Die Elektrolysezelle und das Edelstahlplättchen werden in ca. 10%iger RBS-50-Lösung aufbewahrt. Vor der Elektrolyse ist die Zelle in der RBS-50-Lösung etwa 10 min zu erwärmen, danach ist mit dest. Wasser gründlich zu spülen. Das Edelstahlplättchen ist nach der RBS-50-Behandlung mit Schwefelsäure ( $0,5 \text{ mol/l}$ ) und anschließend mit dest. Wasser zu spülen.

## Literatur

s. H- $\alpha$ -SPEKT-KLAER-01 und H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-03.