

## Ausgewählte Geräte, Versuche und Methoden zur Demonstration radiochemischer Experimente in der reformierten Oberstufe (Kollegstufe) (II)

Von Robert Schwankner in Traunstein

### 7. Kurze Geschichte der Radiochemie

Mit der Entdeckung der Uranstrahlen durch *Henri Becquerel* 1896 [25] wurde ein neuer Abschnitt in der Geschichte der Naturwissenschaft eingeleitet, dessen Bedeutung auch in unserer Zeit wir angesichts der Kernkraft, der Radiomedizin und der Traceranalysen ermessen können. Das Miniaturlaboratorium der amerikanischen Marssonde „Viking I“ hat raffiniert ausgeklügelte Experimente an Bord, um den Stoffwechsel von im Marsboden möglicherweise vorhandenen Mikroorganismen mit Hilfe von radioaktivem Kohlenstoff nachzuweisen und somit evtl. einen eindeutigen Beweis für die Existenz extraterrestrischen Lebens zu erbringen [26]. Von der Armbanduhr bis zur Rauchwarnanlage und den Zündern von Neonröhren sind wir im Alltag von Radioisotopen umgeben.

Die zweifache Nebelpreisträgerin *Marie Skłodowska-Curie* (1867–1934) wird als Begründerin der Atomphysik einerseits und der Radiochemie andererseits aufgrund ihrer Arbeiten über das Radium angesehen. Nach der theoretischen Aufklärung des radioaktiven Zerfalls und der Entdeckung empfindlicher, zuverlässiger Strahlennachweismethoden blieb auch die 1. Traceranwendung durch *Hevesy* [27], der sich mit der heute angesichts der Benzinverbleiung immer noch hochaktuellen Frage der Wurzelbleiaufnahme von Pflan-

zen [28] bereits 1920 mit Hilfe von Bleiisotopen beschäftigte, nicht lange aus.

1910 wird der Begriff Radiochemie erstmals von *Cameron* und dann von *Soddy* für die Chemie der Radionuklide vorgeschlagen. Heute müßte man die Definition um die Tatsache erweitern, daß die fast ausschließlich in unwägbareren Mengen vorliegenden Isotope besondere, im Makroskopischen nie beobachtete Eigenschaften aufweisen: Radiokolloidbildung, Rückstoßeffekte, *Szilard-Chalmers*-Effekt, Adsorption etc.

Erste Höhepunkte, der damals hauptsächlich noch von Physikern betriebenen Radiochemie waren die Aufklärung der natürlichen Zerfallsreihen und die Isolierung der Isotope, die sie beinhalten. Auch fanden die von Radiochemikern für die nur in Mikromengen vorliegenden Nuklide speziell entwickelten Methoden in der Biochemie der Enzyme breite Anwendung, die sich ja ebenfalls mit geringen Stoffmengen befaßt. Eine Meisterleistung stellte zweifelsohne der Nachweis von Erdalkaliisotopen in Uranpräparaten nach vorhergegangener Neutronenbestrahlung dar (1938), mit dem die Kernspaltung indirekt durch *Otto Hahn* und *Fritz Strassmann* nachgewiesen wurde [29]. Abb. 11 zeigt die im Deutschen Museum in München ausgestellten Experimentiergeräte, mit denen *Hahn* und *Strassmann* dieser geniale Nachweis durch radio-

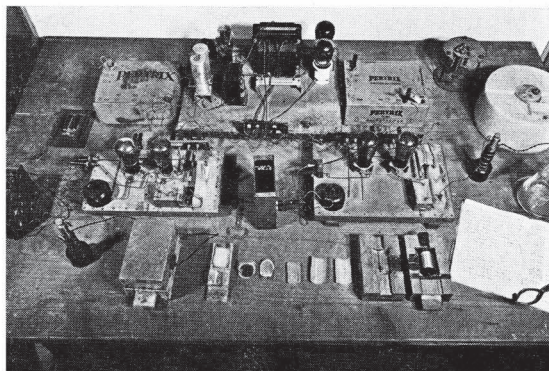


Abb. 11. Originalexperimentiertisch an dem Otto Hahn mit Fritz Strassmann 1938 die Atomkernspaltung nachgewiesen hat. Rechts im Hintergrund Paraffinblock und Radium-Berylliumquellen zur Erzeugung thermischer Neutronen. Davor Habn'sche Nutsche (teilweise erkennbar) — Photo: Deutsches Museum

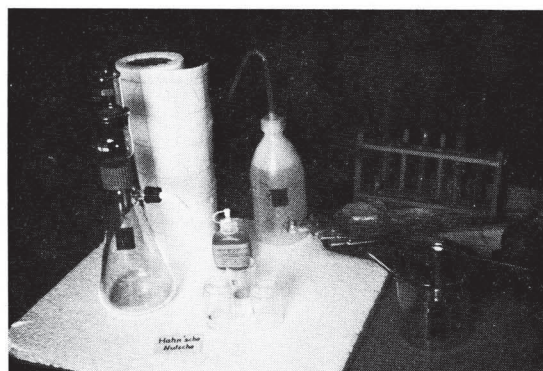


Abb. 12. Besondere Geräte für radiochemische Demonstrationsversuche: Filtergerät als Ersatz für Habn'sche Nutsche, Experimentierwanne, Styroporunterlage, Wischtücher, Pelusball ... (Photo Verfasser)

chemische Methoden gelang. Diese Methoden drangen immer weiter in alle Gebiete der Wissenschaft ein, insbesondere nach der Entdeckung der künstlichen Radioaktivität durch Irène und Frédéric Joliot-Curie (1934).

Die Geologie wurde um genaue Altersbestimmungen, die Medizin um Diagnostika und Strahlungsquellen, die Biochemie um markierte Verbindungen (Strukturaufklärung, Mechanismen von Reaktionen), die Materialkunde um genaue Verschleißmessungen bereichert ... Es gibt in der Tat kaum ein naturwissenschaftliches Gebiet in das die Radiochemie nicht indirekt Eingang gefunden und Fortschritte gebracht hätte.

Neuere Forschungsthemen sind in dem ausgezeichneten Buch von Cornelius Keller [17] kurz dargestellt. Hier soll lediglich auf die Transuranchemie um Seaborg [30], die Herstellung neuer Transurane, die Erforschung der Materiestruktur („Inseln der Stabilität“) und Themen wie z. B. die Beeinflussung der Halbwertszeit durch chemische Bindung des Nuklids verwiesen werden [31].

## 8. Radiochemische Praxis

### 8.1. Besondere Geräte und Vorrichtungen (Abb. 12)

In der Radiochemie stellt die saubere Abtrennung von Niederschlägen eine wichtige Operation dar. Besonders eignet sich hierfür eine Habn'sche Nutsche; für den Schulgebrauch genügt jedoch ein Filtriergerät mit Filtertiegeln<sup>1</sup>, die weit genug

sind, daß man mit einem Fensterzählrohr nahe an den Niederschlag heran kann (Abb. 12). Auch haben sich von den einschlägigen Firmen billige Blechmeßschälchen bewährt, mit denen man gut reproduzierbare Ergebnisse durch einheitliche Geometrie erzielt (Abb. 7).

### 8.2. Durchführung des Strahlenschutzes und Vorsichtsmaßnahmen

Grundsätzlich ist der Experimentiertisch mit Zellstoff zumindest jedoch saugfähigem Zeitungspapier zu bedecken, damit verspritzte Flüssigkeiten keinen Schaden anrichten und problemlos entfernt werden können. Besonders haben sich dabei Küchenwischtücher bewährt. Sie werden nach Gebrauch wie alle radioaktiven festen Abfälle in einen dafür bestimmten und gekennzeichneten Plastikeimer geworfen. Als Unterlage eignen sich Styroporplatten, die sehr billig sind, mehrfach benutzt und bei Kontamination leicht ausgetauscht werden können. Auch ist es von Vorteil, die Operationen in einem mit Zellstoff ausgelegten Tablett oder einer Wanne, wie sie für das Photolabor erhältlich ist, auszuführen. Das Arbeiten mit Handschuhen bereitet dem Ungeübten erfahrungsgemäß Schwierigkeiten und erhöht somit nur die Gefahr, weshalb darauf verzichtet werden sollte, da ja ohnehin nur mit geringen Mengen aktiven Materials hantiert wird.

<sup>1</sup> Filtriergerät 25 711 (Abb. 12) Jenaer Glaswerk, SCHOTT Mainz ca. 45,— DM BUCHLER & Co Braunschweig, FRIESEKE HOEPFNER, Erlangen Schließfach 1660 s. Abb. 7!

Folgende Grundsätze sollte sich jeder aneignen, der radiochemische Experimente vor hat:

- a) Alle radioaktiven Stoffe sind mit dafür erhältlichen Etiketten<sup>2</sup> zu kennzeichnen, ebenso die Reaktionsgefäße!
- b) Für radiochemische Experimente sollte ein eigener Gerätesatz zur Verfügung stehen, der sonst nicht zum Einsatz kommt!
- c) Nur mit Peleusball pipettieren!
- d) Immer mit minimaler Aktivität arbeiten
- e) Flüssigen Abfall durch starkes Verdünnen „unschädlich machen“ und in den Ausguß leiten. Feste Abfälle sind nach Möglichkeit in flüssige überzuführen.
- f) Mit emanierenden Präparaten wird in Mengen von 2 g und mehr unter dem Abzug zur Vermeidung der Kontaminationsgefahr gearbeitet (gilt vor allem für die in 9.2.1. beschriebene „Thoriumkuh“).
- g) Kontaminierte Stellen sofort mit Wasser, verdünnten Säuren und Dekontaminationsmitteln reinigen (mehr darüber in 9.4.).
- h) Kontaminationen auf der Haut sind mit viel Wasser abzuwaschen, evtl. Dekontaminationsmittel Lewasorb® auftragen (s. 9.4.). Hände grundsätzlich nach allen Experimenten waschen, jedoch nur milde Seife (Ärzteseife) verwenden, damit die schützende Fettschicht der Haut nicht zerstört wird. Auch Dekontaminationslotion<sup>3</sup>, die speziell für diesen Zweck hergestellt wird, sei empfohlen.
- i) Nach der Waschung sind die Hände kurz unter einem Geigerzähler auf Kontaminationen zu prüfen.
- k) Rauchen, Trinken, Kaugummi und jegliche Nahrungsaufnahme während der Experimente ist bei Strafe verboten; ebenso muß das Protokoll durch einen am Experiment nicht beteiligten Assistenten oder erst später angefertigt werden, damit die Gefahr, Nuklide durch Schreib- und Rechengert zu verschleppen, herabgesetzt wird.
- l) Wischt man mit einem Stück Zellstoff über den Arbeitstisch, hält es unter das Zählgerät und steigt der Nulleffekt über das 1,5fache, so ist eine Dekontamination erforderlich! (s. 9.4.) [32].

<sup>2</sup> CARL ROTH, 75 Karlsruhe 21 (Abb. 5, Teil I).

<sup>3</sup> Dekontaminationslotion MC SENZACON MC 206 N (s. Abb. 20, Teil II) Rohstoffefuhr-GmbH, Faunastr. 61, Düsseldorf.

Man soll sich immer vor Augen führen, daß diese Maßnahmen ausschließlich der eigenen und der Sicherheit der Schüler dienen, weshalb man ruhig einige Unbequemlichkeiten in Kauf nehmen sollte, die manchem aufgrund der geringen Aktivitäten im Freigrenzenbereich übertrieben erscheinen. Führt man sie aus, so ist die Wahrscheinlichkeit, daß etwas passiert, sehr gering. Jedenfalls sollte sich dadurch niemand abschrecken lassen, Experimente mit offenen radioaktiven Stoffen durchzuführen, da ja die Freigrenzen absichtlich so niedrig festgelegt wurden, daß die Gefahr auf ein Minimum sinkt. Die radioaktiven Stoffe müssen gesondert und verschlossen aufbewahrt werden (nicht im Giftschrank!). Der ermächtigte Lehrer muß Buch über Ab- und Zugänge und Verwendungszweck führen, wobei er stets im Auge haben muß, daß die Summe der Bruchteile aller Freigrenzen den Wert eins niemals überschreitet (s. 2.2., Teil I).

## 9. Ausgewählte radiochemische Demonstrationsversuche

### 9.1. Thoriumreihe

#### 9.1.1. Die Theorie und der Aufbau einer „Thoriumkuh“

Abb. 13 zeigt die Thoriumzerfallsreihe. Bei einer Isotopenkuh benützt man den Rückstoßeffect, den ein Atom eines radioaktiven Gases bei der Emission eines Alphateilchens erleidet. Gemäß der Impulserhaltung der klassischen Physik erleidet der Folgekern einen Rückstoß, wobei er kurzfristig einige Valenzelektronen verliert. Diese somit entstandenen „Quasikationen“ kann man nun mit einem starken elektrischen Feld absaugen, auf einer auswechselbaren Kathode niederschlagen und hat damit eine saubere Isotopentrennung erreicht.

In der Thoriumzerfallsreihe bietet sich hierfür das ständig nachgebildete Radon-220 (= Thoriumemanation = Thoron) an, das unter Alphazerfall in den Folgekern Polonium-216 übergeht, der jetzt ein „Kation auf Zeit“ darstellt und im Gasraum unter Einfluß des elektrischen Feldes zur Kathode wandert. Da Polonium-216 nur eine Halbwertszeit von 0,16 sec. besitzt, trägt die Kathode nach genügend langer Exposition ausschließlich Blei-212 (und seine Folgeprodukte), das mit seinen 10,6 Stunden Halbwertszeit einen *idealen Schulstrahler* darstellt. Verwendet man eine auswechselbare Kathode aus

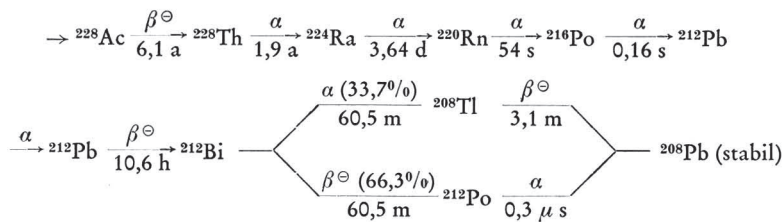


Abb. 13. Thoriumzerfallsreihe (zugehörige Energien sind Tabelle 1 zu entnehmen)

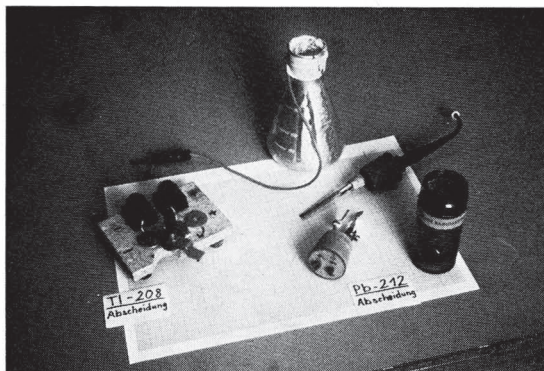


Abb. 14. Abscheideanlagen für elektrostatische Deposition von Pb-212; Thallium-208 Abscheideanlage: umgebauter Lufttrimmer (Photo Verfasser)

Platin, so kann man das Blei-212 leicht mit 2 M HNO<sub>3</sub> ablösen und hat damit einen praktischen Strahler für Tracer-Experimente zur Verfügung. Somit kann man ständig über einer ausreichenden Menge Thorium Blei-212 „abmelken“, weshalb sich die Bezeichnung „Kuh“ eingebürgert hat. Abb. 14 zeigt zwei solcher selbst gebauten „Kühe“. Man kann z. B. einen Kolben mit Aluminiumfolie ausschlagen (Anode) oder der Kathode ein gleich großes Blech in geringem Abstand gegenüberstellen. In beiden Fällen jedoch wird die Platinkathode (evtl. V-2A-Stahlplättchen) gegen die Anode zentral gut isoliert und auswechselbar angebracht. So kann als Kathodenhalter auch eine in einen durchbohrten Gummistopfen eingeklebte Krokodilklemme dienen [1, 3]. Die Hochspannung wird über einen in Serie geschalteten hochohmigen Schutzwiderstand, damit die Anordnung berührungssicher wird, angelegt. Sie kann zwischen 0,5 und 1,5 Kilovolt betragen und den üblichen Schulspannungsgeschichten ohne weiteres entnommen werden. Auch eignet sich der Zählrohrversorgungsteil eines Geigerzählers oder man kann sich mit einer der im Handel befindlichen Transistormultivibratorschaltungen

gen<sup>4</sup> behelfen, die man in kurzer Zeit und mit wenig Geld zusammenbauen kann.

Die Abscheidungszeit beträgt bei einer eingefüllten Thoriumoxidmenge von 10 g (wird wegen seiner großen Oberfläche verwendet und kann durch Erhitzen von Thoriumnitrat unter dem Abzug gewonnen werden; 10 g = Freigrenze nach 1. SSVO) etwa 24 Stunden, und man läuft nicht Gefahr, mehr als eine Freigrenze Blei-212 zu erhalten (1 Mikrocurie). Man kann natürlich auch, wie *Bernard Heinrich* vorschlägt, einen Kreislauf mit Aquarienpumpe, Abscheideanlage und bauartgeprüftem Thoriumpräparat vornehmen, wogegen spricht, daß geeignete Pumpen schwer zu erhalten sind und der Preis einer derartigen Anlage verhältnismäßig hoch liegt [1]. Die Elektrodengröße beträgt etwa 1,5 × 3 cm<sup>2</sup>; es eignet sich die Elektrode eines ausgedienten *Hofmannschen* Zersetzungsapparates. Wichtig ist, daß der Elektrodenwechsel nur unter dem Abzug vorgenommen wird, um ein Einatmen der Emanation zu verhindern. Damit steht jetzt ein trägerfreier Strahler mit Folgeprodukten zur Verfügung, der eine kurze Halbwertszeit aufweist, weshalb er sich wegen der damit verbundenen Unbedenklichkeit als idealer Schulstrahler erweist. Die nächsten Versuche werden alle mit Blei-212 bzw. seinen Folgeprodukten

Tab. 1. Emissionsenergien im radiochemischen System Pb-212, Bi-212, Tl-208

Radiochemisches System <sup>212</sup>Pb; <sup>212</sup>Bi; <sup>208</sup>Tl

Nuklid	T <sub>1/2</sub>	Art	E <sub>α</sub>	E <sub>β</sub> max. [MeV]
<sup>212</sup> Pb	10,6 h	β <sup>-</sup>	—	0,34; 0,58
<sup>212</sup> Bi	60,5 min	α (33,7%/0)	6,09	—
	60,5 min	β <sup>-</sup> (66,3%/0)	—	2,35; 1,55
<sup>212</sup> Po	0,3 μs	α	8,8	—
<sup>208</sup> Tl	3,1 min	β <sup>-</sup>	—	1,80; 1,25; 1,62

<sup>4</sup> Z. B. Spannungswandler (von 3 auf 550 V) Nr. 9 314 400, Bausatz ca. 11,— DM, Technikerversand Straubing, Imhoffstr. 10.

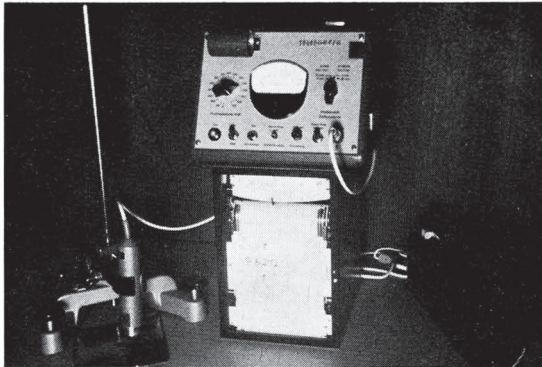


Abb. 15. Anlage zur Bestimmung von Halbwertszeiten: Zählgerät mit Integrationsausgang, Fallbügelschreiber und mit Hostaphan B<sup>®</sup> fixierte Probe

ausgeführt, wobei entweder die exponierte Elektrode direkt oder die mit  $2\text{ M HNO}_3$  abgelösten Isotope verwendet werden. Über die Eigenschaften der Folgeprodukte sind Tabelle I und Abb. 13 zu Rate zu ziehen.

#### 9.1.2. Die Bestimmung der Halbwertszeit von Blei-212

Die Platinkathode, die mindestens 24 Stunden in der Abscheidevorrichtung war und Blei-212 mit seinen ständig im Gleichgewicht stehenden Folgeprodukten trägt, wird unter einer Endfensterzählrohr über eine Woche hinweg alle 12 Stunden einmal (mindestens 5 Minuten lang) unter gleichen Bedingungen gemessen. Man subtrahiert den nach 1 Woche verbliebenen mittleren Untergrund, der von Verunreinigungen der Elektrode mit Thoriumoxid herrührt und zeichnet das Aktivitäts-Zeit-Diagramm, aus dem sich die Halbwertszeit zu 10,6 Stunden ermitteln läßt. Einfacher ist es, eine Halbwertszeitbestimmungsanlage zu bauen. Dabei wird der Integrationsausgang eines Geigerzählers an die Enden eines Potentiometers von mindestens einigen Kiloohm Widerstand gelegt. Von dort kann nun die Schreiberspannung abgegriffen werden. Man stellt das Potentiometer und ggf. den Abstand Zählrohr — Präparat so ein, daß der Schreiber bei Meßbeginn gerade Vollausschlag zeigt. Besonders bewährt haben sich dabei sogenannte Fallbügelschreiber<sup>5</sup>, das sind Meßschreiber, die wie bei einer Schreibmaschine z. B. alle 15 sec. den Zeiger eines Meßinstruments auf ein Farbband mittels

<sup>5</sup> Fallbügelschreiber: FPM-D006-HONEYWELL GmbH, Kaiserleistr. 55, Offenbach/Main.

eines Fallbügels drücken, was auf dem sich darunter langsam vorbeibewegenden Papier aufgezeichnet wird. Die Apparatur ist in Abb. 15 zu sehen, auch sei darauf verwiesen, daß ein Fallbügelschreiber im Schulunterricht vielfach eingesetzt werden könnte (Klimauntersuchungen und Langzeitmessungen s. 9.2.2.). Die so gealterte Elektrode eignet sich hervorragend, um die verschiedenen Teilchenenergien der darauf deponierten Isotope durch Bestimmung der unterschiedlichen Alpha- und Beta-Reichweiten in einer kontinuierlichen Nebelkammer zu bestimmen, deren Selbstbau in [21] beschrieben ist.

Auch sei auf weitere zur Radiochemie passende Nebelkammerexperimente aufmerksam gemacht, wie sie in [34] dargestellt werden.

#### 9.1.3. Isotopentrennung durch Alpharückstoß am Beispiel des Thallium-208

Diese Methode findet zur Abtrennung und Identifizierung von einzelnen Atomen in der Radiochemie eine breite Anwendung [17].

Bei der Emission eines Gammaquants bzw. eines Teilchens erfährt der betreffende Nuklidkern einen Rückstoß gemäß dem Gesetz der Impulserhaltung, wodurch Änderungen der Bindungsverhältnisse oder gar der Wertigkeitsstufen auftreten können.

Es gilt:

$$E_R = \frac{M_T}{M_R} \cdot E_T \quad (14)$$

$E_R$  ist die Energie des Rückstoßkerns;  $M_R$  stellt seine Masse dar;  $E_T$  ist die Energie des emittierten Teilchens;  $M_T$  die Teilchenmasse

Bei Alphazerfällen erhält  $E_R$  einen wohldefinierten Betrag, bei Betaemissionen ist diese unterschiedlich und von dem Energieverhältnis Betateilchen/Antineutrino und Beta (+) Teilchen/Neutrino abhängig.

Für das Beispiel der Abtrennung von Wismut-212 (s. Abb. 13). Mit diesem Effekt gilt:

$$E_R = \frac{4}{208} \cdot 6\text{ MeV} = 0,115\text{ MeV (s. Tabelle 1)}$$

Die Reichweite eines derartigen Rückstoßkerns, der durch den kurzzeitigen Verlust wieder ein „Kation“ darstellt, kann in der Luft bis zu 0,2 mm betragen [1].

*Versuch:* Eine ebene Platinkathode wird nach 24-stündiger Expositionsdauer der Abscheideanlage unter dem Abzug entnommen und rasch in ein Stück Aluminium-Haushaltsfolie eingewickelt.

Nach 10 Minuten wird diese wieder entfernt und rasch unter ein Endfensterzählrohr gebracht. Auch hier kann man sich den Vorteil des kleinen LEYBOLD-Zählgerätes zunutze machen, das eine kontinuierliche Aufzeichnung der Aktivitätsabnahme erlaubt; oder man liest auf Kommando alle 10 sec. wenigstens auf die 10-Stelle genau die Anzeige des Zählgerätes fortlaufend ab. Nach Subtraktion dieser Werte untereinander wird noch der nach 20 Minuten verbliebene Strahlungsuntergrund abgezogen und aus dem Aktivitäts-Zeitdiagramm die Halbwertszeit zu etwa 3 Minuten bestimmt (s. 3.1.4. und Abb. 13).

Mit besserer Ausbeute kann das gleiche Experiment wiederholt werden, wenn man die exponierte Platinelektrode 10 Minuten auf ein Klebeband legt. Man kann sich natürlich auch der Tatsache bedienen, daß der Tochterkern infolge des Rückstoßes einen Elektronenmangel aufweist:

Ein kleiner Zweiplattenkondensator (Lufttrimmer), wie er in Radio- und Bastelgeschäften noch erhältlich ist, eignet sich hierfür am besten. Natürlich steht auch dem Selbstbau nichts im Wege. Am besten montiert man ihn samt Zuleitungen und Buchsen auf einem Brettchen, wie das in Abb. 14 gezeigt wird. Die exponierte Elektrode wird nun auf die Anode gelegt und die Entfernung zwischen den Elektroden so eingestellt, daß bei einer über einen hochohmigen, in Serie geschalteten Schutzwiderstand bei etwa 250 Volt gerade kein Überschlag mehr erfolgt. Nach 30 Minuten wird die Anordnung auseinandergenommen und die Kathode rasch, wie oben beschrieben, gemessen.

Bei Keller [17] kann man nachlesen, welche Bedeutung dieser Methode auch in neuerer Forschung zukommt: Bei Transfermiumelementen stehen für die Untersuchung gewöhnlich nur einzelne Atome zur Verfügung. Das über eine Kernreaktion mittels Beschleuniger aus Curium gewonnene Nobelium-252 wurde auf einem Förderband mit geeigneter Geschwindigkeit unter einer Kathode vorbeitransportiert. Aufgrund des Rückstoßes, den der Nobeliumkern bei seinem Alphazerfall erfährt, wird der positiv geladene Folgekern, der einen Teil seiner Valenzelektronen abgestreift hat, aus dem Metallband herausgeschleudert und, unterstützt durch das starke elektrische Feld, auf der Kathode niedergeschlagen. Dort waren die entstandenen Fermium-248-Kerne der Untersuchung zugänglich. Durch Analyse ihrer Häufigkeitsverteilung entlang der

Kathode konnte bei geeigneter Bandgeschwindigkeit die Halbwertszeit von Nobelium-252 über das Fermium-248 zu 3 sec. bestimmt werden (heutiger Wert ca. 2,3 s). Durch Verbindung von Theorie und Praxis kann man in diesem Fall nicht nur einen Effekt demonstrieren, sondern die Kollegiaten mit einem „Forschungsproblem“, nämlich der Halbwertszeit von Nobelium-252, konfrontieren, das sie mit Hilfe der erworbenen Kenntnisse und geeigneter Hinweise des Lehrers lösen sollen.

#### 9.1.4. Die Fällung in der Radiochemie

##### 9.1.4.1. Theorie der Fällung von Nukliden

Eine in der Thoriumkuh gut exponierte Platinkathode kann bis zu 0,5 Mikrocurie Blei-212 tragen. Wollte man diese winzige Menge in Form von Bleisulfat fällen, so wird man auf beträchtliche Schwierigkeiten stoßen, denn es gilt:

$$0,5 \mu\text{Ci Pb-212} \cong \frac{3,7 \cdot 10^4}{2} \text{ Kernen/s ;}$$

$$A = - \frac{dN}{dt} = N_0 \frac{\ln 2}{T_{1/2}} ; \Rightarrow$$

$$N = \frac{A \cdot T_{1/2}}{\ln 2} ; \text{ für } 0,5 \mu\text{Ci Pb-212:}$$

$$N = \frac{3,7 \cdot 10^4 \cdot 10,6 \cdot 3600}{2 \cdot 0,693} = 1 \cdot 10^9 \quad (15)$$

$$1 \cdot 10^9 \text{ Kerne} \cong 1,7 \cdot 10^{-15} \text{ Mol Pb-212}$$

$$L_{\text{PbSO}_4} = [\text{Pb}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = 1,8 \cdot 10^{-8} \quad [\text{aus 33}]$$

Zur Fällung von 0,5  $\mu\text{Ci}$  nötige  $\text{SO}_4^{2-}$ -Menge:

$$[\text{SO}_4^{2-}] = \frac{1,8 \cdot 10^{-8}}{1,7 \cdot 10^{-15}} = 1,1 \cdot 10^7 \frac{\text{Mol}}{l}$$

Es zeigt sich, daß man herkömmliche chemische Methoden nicht unbedenken auf Radionuklide übertragen darf. Es ist deshalb vor der Fällung notwendig, der Mikrokomponente (Blei-212) eine Makrokomponente (= Träger = carrier) zuzusetzen, damit das Löslichkeitsprodukt überschritten werden kann. Letztere kann dem Nuklid isoton oder auch nicht isoton sein, nur muß sich im 2. Fall ein Kristall bilden, der den zur Fällung notwendigen Isomorphiebedingungen genügt (gleicher Formel-, Gittertyp, ähnlicher Ionenradius). Liegen mehrere Nuklide in einer Lösung vor, und will man nur eines isolieren, so ist es notwendig, zur Vermeidung unkontrollierter Mitfällung und Adsorption einen Rückhalteträger (hold-back carrier; isoton bzw. nichtisoton) zuzusetzen.

Das Nuklid kann nun durch Substitutionsmischkristallbildung (homogener oder inhomogener Natur) isomorph in den Kristall eingebaut werden. Diese Methode zur Fällungstrennung hat jedoch geringere Bedeutung, als die Fällung durch Adsorption, bzw. die Adsorption an frischgefällten Niederschlägen.

Diese Erscheinung macht dem Radiochemiker oft schwer zu schaffen, wenn unkontrolliert Nuklide an Laborgeräte oder Filterpapier adsorbiert werden. Für die Adsorption gilt der *Hahn'sche Fällungssatz*, den man noch durch die Bedingungen großer Oberflächen und leichter Polarisierbarkeit des anlagernden Ions erweitern kann [4, 36]:

„Ein in beliebiger Verdünnung vorliegendes Ion wird an einem Niederschlag dann stark adsorbiert, wenn dieser eine dem Ion entgegengesetzte Ladung trägt und die nach der Adsorption entstandene Verbindung in dem gegebenen Lösungsmittel schwer löslich bzw. wenig dissoziiert ist“; [entnommen: 38].

#### 9.1.4.2. Theorie und Experiment zur Adsorption von Kationen an Silberhalogenidniederschlägen

Gleich vorweg soll nicht verschwiegen werden, daß das Phänomen der Adsorption durch viele andere Effekte überlagert, stark beeinflusst, ja sogar umgekehrt und verdeckt werden kann.

Man unterscheidet zwischen primärer und sekundärer Adsorption. Unter der ersteren versteht man Anlagerung während oder nach der Fällung an die Kristalloberfläche, aufgrund deren Ladung. Unter sekundärer Adsorption schließlich die Tatsache, daß die der Kristalloberfläche anhaftenden Ionen (primäre Adsorption) durch Bildung von isomorphen Einlagerungen in den Kristall eindringen können, dies jedoch erst nach längerer Zeit (innere Adsorption, Mischkristallbildung).

Ein Ladungsüberschuß der Kristalloberfläche verstärkt diese Adsorptionsbereitschaft von Ionen des anderen Vorzeichens!

*Lottermoser* hatte herausgefunden [39], daß die Oberfläche von Silberhalogenidniederschlägen das Ladungsvorzeichen des im Überschuß zugesetzten Fällungssions annehmen.

Dies bestätigten Versuche von *Fajans* und *Beckerath* [40], die nachwiesen, daß mit Halogenidüberschuß gefällte Silberniederschläge Thorium-B (= Blei-212) stärker adsorbieren, als mit Silberüberschuß gefällte.

Die theoretische Erklärung liefert die von *Helmholtz* [41] entwickelte Theorie der Diffusionsschicht an geladenen Kristalloberflächen, was für das Beispiel des Silberchlorids in Abb. 16 dargestellt ist:

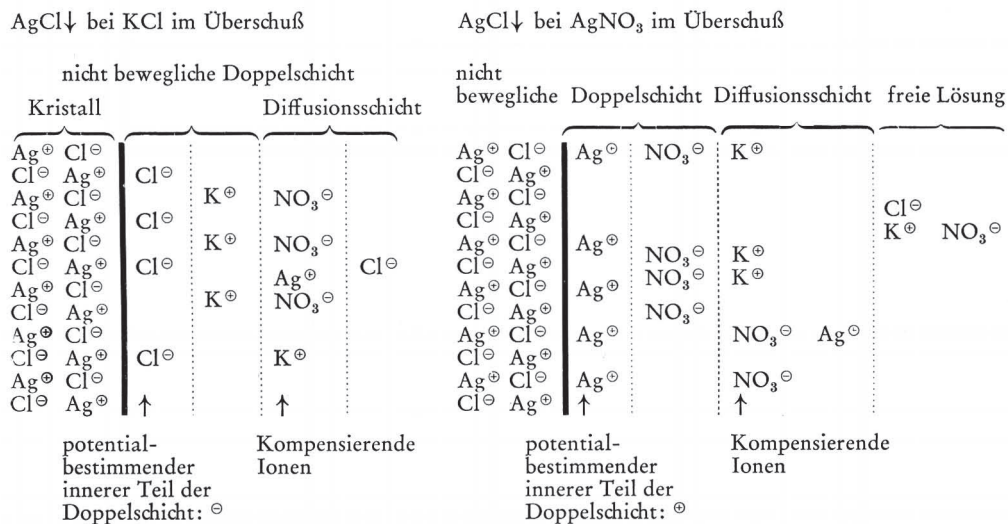


Abb. 16. Zur Erklärung des Adsorptionsverhaltens geladener Kristalle am Beispiel des AgCl (nach [4] verändert)

Nur ein kleiner Teil der Ionen ist im nicht beweglichen Teil der Doppelschicht anzutreffen. Die im inneren Teil der Doppelschicht angelagerten Ionen sind potentialbestimmend. Auf sie folgt eine ebenfalls unbewegliche äußere Doppelschicht der Kompensationsionen, die sich auch in der beweglichen äußeren Phase der Doppelschicht befinden (s. Abb. 16).

*Versuch:* Tabelle 2 zeigt die möglichen Versuchsansätze, um die oben ausgeführten Theorien einfach zu belegen, hingewiesen sei hier vor allem auf die leichte Reproduzierbarkeit der Ergebnisse und auf den geringen Aufwand, mit dem sowohl die Theorie der Adsorptionsfällung, als auch die Doppelschichttheorie bewiesen werden können! Man löst mit 2 M Salpetersäure von der mindestens 24 Stunden exponierten Elektrode unter gelindem Erwärmen ab. Darauf füllt man mit destilliertem Wasser auf 10 ml auf und schüttelt gut durch. In jeweils 2 ml dieser Lösung ist nun genau 1/5 der Gesamtaktivität enthalten. Nun werden die vorbereiteten Lösungen der Reihenfolge nach zusammenschüttet (Tabelle 2; römische Ziffern bedeuten die Reihenfolge des Zusammenebens!).

Tab. 2. Versuchsansätze zur Untersuchung des Adsorptionsverhaltens von Blei-212 an Silberchlorid gemäß 9.1.4.2.

Ansatz	AgNO <sub>3</sub> 0,2 M	KCl 0,2 M	Pb-212 in 2 M HNO <sub>3</sub>	Impulse	Oberflächen- ladung des Kristalls
A	6 (I)	6 (III)	2 (II)	68	± 0
B	10 (I)	2 (III)	2 (II)	75	⊕
C	2 (I)	10 (III)	2 (II)	687	⊖
D	10 (I)	2 (III)	2 (III)	45	⊕
E	2 (I)	10 (III)	2 (III)	423	⊖

Die in () nachgestellten röm. Ziffern geben die Reihenfolge des Zusammenschüttens an!

Es wird über einem Filtertiegel filtriert (s. Abb. 12) und mit jeweils 10 ml destilliertem Wasser nachgespült. Gemessen wird mit einem Endfensterzählrohr, das praktisch direkt in den Tiegel eingeführt wird.

A. Es wurde mit äquivalenter Silber- und Halogenidkonzentration in Gegenwart von Blei-212 gefällt. Der Kristall bleibt neutral, es wird fast nichts adsorbiert, die Impulsrate ist gering.

B. Hier wird in Gegenwart von Blei-212 mit Silberüberschuß gefällt, der Kristall wird positiv geladen, kann also positive Kationen nicht binden

(die leichte Erhöhung der Zählrate gegenüber 1 ist auf zufällige Einschlüsse zurückzuführen).

C. Fällt man in Halogenidüberschuß bei Blei-212-Gegenwart, so wird der Kristall negativ aufgeladen, d. h. er besitzt gegenüber dem Blei-212-Kation, eine große Adsorptionskraft, die Impulsrate ist sehr hoch.

D, E. Bei den Ansätzen D, E, die in der quantitativen Zusammensetzung B und C entsprechen, wird das Blei-212 erst *nach* der Fällung zugesetzt und bis zum Filtrieren 5 Minuten gewartet. Hier zeigt sich, daß der reine Adsorptionseffekt prinzipiell die gleichen Ergebnisse zeigt wie die Adsorptionsfällung, nur daß bei letzterer bei der Fällung noch zusätzlich Blei-212-Kationen von vorne herein in den Kristall eingebaut werden.

Diese Versuche lassen sich nach den verschiedensten Gesichtspunkten ausbauen und sind wegen der geringen Aktivität, Toxizität und der mit der kurzen Halbwertszeit verbundenen Strahlenbelastung durch den Tracer für Kollegiatenarbeiten unter Lehreraufsicht sehr zu empfehlen!

So kann man untersuchen, in welchem Maß bei der Adsorption Hydroniumionen in Konkurrenz zu Blei-Niederschlägen treten.

Auch ist es interessant festzustellen, ob bei den Adsorptionsansätzen D, E (Tabelle 2) die Aktivität des Kristalls in Abhängigkeit der Zeit immer weiter steigt oder einem Sättigungswert zustrebt [36]. Hier liegt wieder der Fall eines Experimentes vor, bei dem man die Schüler „kollegiatenwürdig“ sowohl in theoretischer wie auch praktischer Hinsicht beschäftigen kann.

#### 9.1.5. Die Isotopentrennung durch elektrochemische Methoden am Beispiel des Wismut-212

Eine weitere Möglichkeit soll vorgestellt werden, mit deren Hilfe der Radiochemiker die oft schwierigen Trennungen innerhalb eines Systems aus mehreren Nukliden vornimmt. Dabei zeigt sich, wie so oft in der Radiochemie, daß bei den winzigen Nuklidmengen die üblichen Methoden und Theorien versagen und deshalb erweitert werden müssen [42].

So treten bei der Elektrolyse eines ungetragerten Radionuklids zahlreiche Phänomene auf, z. B.: Spontane Abscheidung, *van der Waalssche* Kräfte, Adsorption, Mischkristallbildung, Ionenaustausch, besondere Oberflächenreaktionen, Bildung von Lo-



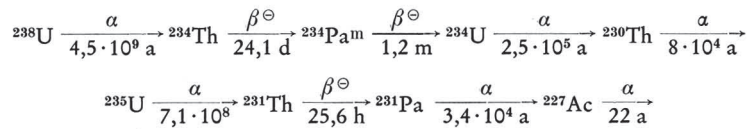


Abb. 17. Uranzerfallsreihe ausschnittweise, Energien sind [46, 47] zu entnehmen

kalelementen atomarer Dimensionen an der Elektrodenoberfläche usw.

Man stellt fest, daß sich praktisch jedes Kation auf *jedem* Metall ein wenig niederschlägt, da eben die Potentialschwelle endlicher und nicht unendlicher Natur ist, wie es die Theorie für den Fall einer völligen gegenseitigen Indifferenz fordert. Nur ein Beispiel sei genannt [37]:

Thorium-232 scheidet sich in salzsaurer Lösung kaum auf Nickelblech ab. Thorium-234 unter den gleichen Bedingungen schon! (Wieder ein Phänomen, das einer Facharbeit würdig wäre.)

Sind die Störmechanismen bekannt, wie das bei einigen Reaktionen der Fall ist, so kann man diese schrittweise ausschalten und somit ein vernünftiges Ergebnis erzielen.

*Versuch:* Eine 48 Stunden lang exponierte Platin-kathode wird mit 5 ml 2 M HNO<sub>3</sub> behandelt. Aus dem abgelösten Nuklidgemisch (Blei-212, Wismut-212, Thallium-208: s. Abb. 13) gilt es, allein Wismut-212 (Halbwertszeit 60,5 Minuten) zu isolieren (s. auch 9.2.1.).

Es gilt:

$$\begin{array}{l}
\text{Ni/Ni}^{2+} = -0,25 \text{ V} \\
\text{Pb/Pb}^{2+} = -0,13 \text{ V}
\end{array}$$

$$\begin{array}{l}
\text{Tl/Tl}^{3+} = +0,72 \text{ V} \quad (\text{entnommen aus [35]}) \\
\text{Bi/Bi}^{3+} = +0,28 \text{ V}
\end{array}$$

Wismut ist mit dem Normalpotential +0,28 Volt wesentlich edler als Nickel und schlägt sich deshalb auf einem Nickelblech mit dem Normalpotential -0,25 Volt freiwillig nieder. Das mit abge-schiedene noch edlere Thallium-208 fällt mit seinen ca. 3 Minuten Halbwertszeit nicht ins Gewicht. Um die Abscheidung von Blei-212 zu verhindern, wird ein Bleirückhalteträger zugesetzt.

Ein etwa 1 cm<sup>2</sup> großes Nickelblech (Bezugsquelle s. Teil I) wird ca. 1/2 Minute zum Anätzen in konzentrierte Salpetersäure getaucht. Nach dem Herausnehmen wird es vorsichtig abgetupft und in die oben erhaltene Isotopenlösung der vorher noch ein Bleirückhalteträger (1 ml Blei(II)-nitrat-

lösung; 110 mg Pb<sup>2+</sup>/ml) zugesetzt wurde, getaucht. Nach 2—3 Minuten entnimmt man es, tupft es vorsichtig ab, damit durch anhaftende Flüssigkeitsreste keine Zählverluste entstehen und mißt unter dem Fensterzählrohr alle 15 Minuten über 3 Stunden hinweg bei minimaler Distanz.

Auch kann man es unter die in 9.2.1. beschriebene Halbwertszeitbestimmungsapparatur legen, was zweifelsohne weniger Arbeit verursacht. Aus dem Zeit-Aktivitätsdiagramm bestimmt man die Halbwertszeit zu ca. 1 Stunde (genau 60,5 Minuten, s. Abb. 13 und 15).

## 9.2. Die Uranreihe

Abb. 17 zeigt ausschnittweise die Uranzerfallsreihe. Die üblichen Laborreagenzien Uranyl-nitrat, -acetat, enthalten nur so viele Folgeprodukte, wie sich seit der letzten radiochemischen Trennung bei ihrer Herstellung nachbilden konnten. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, daß von Uran-238 aus die Tochter Thorium-234 in 240 Tagen zu 99,9% ihres Maximalwertes nachwächst und damit auch die Tochter von Thorium-234 das kurzlebige Protactinium-234 m [1].

Die Freigrenze an unangereichertem Uran liegt mit 300 g (= 100 Mikrocurie) [12] sehr hoch, jedoch sollte ausdrücklich auf die geringe Strahlenbelastung, aber auf die hohe physiologische Toxizität der Uransalze hingewiesen werden.

### 9.2.1. Bau eines Isotopengenerators am Beispiel des Protactinium-234 m

Neben der Bestrahlung von bösartigen Geschwülsten mit Kobaltkanonen, Neutronenstrahlen oder dem Einpflanzen von radioaktiven Strahlern tritt die Radiochemie im Bereich der nuklearmedizinischen Diagnostik hervor und ist somit schon in vielen Arztlaboratorien zu finden. Bei der Verwendung radioaktiver Substanzen in der Medizin stehen sich viele Gesichtspunkte gegenüber: So zum Beispiel die geringe Strahlenbelastung des Patienten einerseits und die Schwierigkeit, einen Strahler mit möglichst geringer Halbwertszeit für dieses

Problem anwenden zu können andererseits. Auch ist die Lagerung, der Transport und die Beschaffung eines kurzlebigen Isotops sehr problematisch. Als Beispiel eines immer häufiger eingesetzten radioaktiven Diagnostikums sei das Technetium-99m genannt, das ein großes Anwendungsspektrum hat, sei es nun bei Nierenuntersuchungen in Form eines Eisen-Ascorbinsäurekomplexes, oder als trägerfreies Pertechnat bei der Lokalisierung von Gehirntumoren. Als *Segré* das Technetium im Jahre 1937 entdeckte, hat er wohl nicht geahnt, welche Bedeutung seinem in der Natur nicht vorkommenden Element einmal in der modernen Diagnostik zukommen würde. Man verabreicht Technetium-99m in der für die Untersuchung geeigneten Form und tastet nach gewisser Zeit die Körperoberfläche in der Gegend des betreffenden Organs mit großflächigen Detektoren ab. So gewinnt man ein Bild der Aktivitätsverteilung, das genaue Aufschlüsse über ein Organ und dessen Funktionszustand gibt (Szintigramm).

Im Gegensatz zu dem „klassischen Isotop“ der Nuklearmedizin, dem zur Schilddrüsenuntersuchung verwendeten Jod-131 mit ca. 8 Tagen Halbwertszeit treten bei der Verwendung anderer Isotope wie Indium-113m (Halbwertszeit 0,07 Tage) und Technetium-99m (0,25 Tage) Probleme mit der kurzen, andererseits wegen der verminderten Strahlenbelastung erwünschten Halbwertszeit bei Transport, Lagerung und termingerechter Verwendung auf, da ja nicht jede Klinik neben einem Reaktor liegt. Die Schwierigkeit versucht man durch Verwendung von sogenannten Radioisotopengeneratoren zu umgehen, bei welchen das möglichst langlebige Mutternuklid an einen Ionenaustauscher gebunden ist und die damit im Gleichgewicht stehende Tochter mit isotonischer Kochsalzlösung eluiert wird. Somit steht es sofort in gewünschter Menge zur Verfügung und man ist nicht mehr dem Wettlauf mit der Zeit wie bei anderen Radiopharmaka ausgesetzt. Nicht zuletzt die einfache Bedienung und die Regenerierfähigkeit beim Hersteller im Austauschverfahren haben für die weite Verbreitung in Forschung und Praxis gesorgt und so werden nach Schätzungen [43] in der Bundesrepublik mehr als 10 000 dieser Geräte jährlich allein in den Krankenhäusern benötigt.

*Versuch:* Bau eines Protactinium-234m-Generators. Auf einen mit  $\text{Na}^+$  beladenen Kationenaustauscher wird Uranylнитratlösung aufgegeben, wobei Uran

mit Folgeprodukten gebunden wird. Da Uran mit Salzsäure einen löslichen Chlorokomplex bildet, läßt es sich leicht auswaschen. Thorium-234 mit seinen Folgeprodukten bleibt gebunden und man kann seine Tochter (Protactinium-234m; Abb. 17) mit Citronensäurelösung selektiv eluieren. Es ist dabei darauf zu achten, daß seit der letzten Trennung etwa 10 Minuten vergangen, Mutter und Tochter also wieder im Gleichgewicht sind. Dieses Gerät ist wegen der relativ langen Halbwertszeit der Mutter von etwa 24 Tagen nach einmaligem Aufbau etwa 2 Monate betriebsbereit. Der Aufbau erfordert ca. 2 Stunden und geht wie folgt vor sich:

A. DOWEX-Ionenaustauscher<sup>6</sup> (Comm. grade 50W-X8) läßt man über Nacht in 1 M NaOH quellen, und füllt ihn schließlich in eine Bürette ca. 10 bis 12 cm hoch ein; deren Ausfluß ist mit einem Glaswollpfropf versehen.

B. Es wird so lange Wasser auf die Säule gegeben, bis die ablaufende Flüssigkeit einen pH von etwa 7 erreicht.

C. Darauf werden etwa 3 g Uranylнитrat MERCK, Reagenz Nr. 8476) in 10 ml dest. Wasser gelöst. Dann läßt man die Lösung innerhalb von 1/2 Stunde durch die Säule laufen, wobei etwas Wasser nachgegossen wird.

D. Das gebundene Uran wird mit 200 ml 2 M Salzsäure selektiv eluiert. Die Uranprobe muß negativ ausfallen, d. h. 5 ml des mit Na-acetat auf pH 3,5 gebrachten Eluats darf mit 1 ml 5%ige Kalium-hexacyanoferrat(II)-Lösung keine Braunfärbung zeigen.

E. Nach negativem Ausfall dieser Probe wird mit 20 ml dest. Wasser nachgewaschen.

F. Das Protactinium-234m wird mit ca. 20 ml 5%ige Citronensäurelösung (mit  $\text{NH}_4\text{OH}$  auf pH 3,5 eingestellt; 0,1 mg Salicylsäure/ml) rasch eluiert. Dabei hat sich ein mit Gummistopfen auf die Bürette gesetzter Kolbenprober bewährt.

G. Das Eluat wurde direkt in das Flüssigkeitszählrohr gedrückt, mit Wasser aufgefüllt, umgerührt und dann alle 10 sec. gemessen.

Man liest fortlaufend auf Kommando die Zehnerstelle genau ab, subtrahiert nach 10 Minuten Meßzeit die erhaltenen Werte voneinander, zieht den verbliebenen Untergrund ab und kann so die Halb-

<sup>6</sup> DOWEX I Comm. Grade 50 W—X 8: Bio-Red Laboratories, Limesstr. 71, 8 München 66.

wertszeit zu 1,2 Minuten (s. Abb. 13) leicht ermitteln.

Wieder bewährt sich hier besonders das kleine LEYBOLD-Zählgerät, bei dem man Zwischenergebnisse abfragen kann, das jedoch fortlaufend zählt (s. 3.1.4.).

H. Da die Säule niemals längere Zeit trocken gelassen werden darf, wird jetzt sofort Citronensäurelösung nachgegossen und die Bürette mit Gummistopfen zwecks Verdunstungsschutz verschlossen.

Auch dieser Versuch bietet sich geradezu an, die radiochemische Theorie der Thoriumreihe und der Ionenaustauschertrennung mit etwas „Praxis“ aus der Nuklearmedizin zu ergänzen, wofür auch viele Beispiele angegeben sind [44]. Diese Methode ist wesentlich demonstrativer und billiger als der von Firmen angebotene Cäsium-137/Barium-137 Modellgenerator.

### 9.2.2. Bestimmung einer „langen“ Halbwertszeit

Zunächst muß ein Isotop mit „langer“ Halbwertszeit trägerfrei durch Isotopentrennung gewonnen werden:

Dafür eignet sich das Thorium-234 mit seiner Halbwertszeit von etwa 24 Tagen (s. Abb. 13).

Abtrennung des Thorium-234 nach [1]: Kristallwasserhaltiges Uranylнитrat,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (weniger geeignet:  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{UO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), wird in wassergesättigtem Äther gelöst, wobei das Kristallwasser durch Äthermoleküle verdrängt wird. In der sich ausscheidenden wäßrigen Phase ist hauptsächlich Thorium-234 enthalten.

Im Schütteltrichter werden 5 g Uranylнитrat mit 30 ml wassergesättigtem Diäthyläther ausgeschüttelt (entlüften nicht vergessen). Das sich absetzende Wasservolumen wird vorsichtig abgetrennt und auf einem Probeschälchen eingedampft. Damit hat man einige Zehntel Microcurie eines Strahlers zur Hand, mit dem sich sehr interessante Experimente anstellen lassen [1].

Zur Bestimmung der Halbwertszeit wird das Präparat an einem ungestörten Ort unverrückbar festgeklebt, und mit Hostaphanfolie bedeckt, welche mit Klebstreifen luftdicht fixiert wird. Dies geschieht, damit das Präparat sich während der langen Meßzeit nicht durch äußere Einflüsse verändert.

Man verwendet die schon mehrfach beschriebene Apparatur zur Bestimmung von Halbwertszeiten

(Abb. 15), die aus Schreiber, Potentiometer und Zählgerät mit Integrationsausgang besteht. Da es nun Verschwendung wäre, die Aktivität kontinuierlich über mehrere Halbwertszeiten (Halbwertszeit = 24,1 Tage) auch mit der langsamsten Schreibergeschwindigkeit aufzuzeichnen und in einem solchen Papierberg auch die Übersicht verloren geht, wird die ganze Anlage mit einer Zeitschaltuhr verbunden, die sie jeden Tag für etwa 1 Stunde einschaltet. Damit erhält man eine Treppenkurve mit sehr niedrigen Stufen, die der e-Funktion des radioaktiven Zerfalls sehr nahe kommt und man hat sich das lästige tägliche Messen erspart.

### 9.3. Die Radiochromatographie

Da die Radiochromatographie Gegenstand einer späteren, in dieser Zeitschrift erscheinenden Arbeit sein wird, sei hier stellvertretend nur ein Experiment genannt. Anders als bei normalen Substanzen ist bei markierten Verbindungen kein Anfärben mehr nötig, da sie sich durch ihre Strahlung veratmen. Es soll hier die Trennung von Wismut-212 und Blei-212 in einer salpetersauren Lösung beschrieben werden, wie sie durch Ablösen mit 2 M  $\text{HNO}_3$  mit einer exponierten Platinelektrode hergestellt werden kann (9.1.1.).

Um unerwünschte Adsorptionen am Papier<sup>7</sup> zu vermeiden, werden Bi und Pb in Form ihrer Ni-

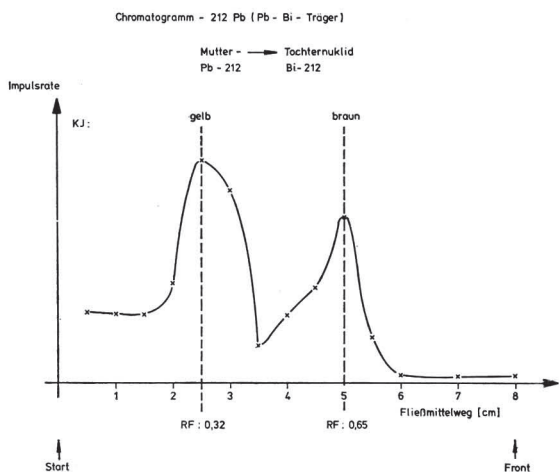


Abb. 18. Aktivitätsverteilung entlang eines Chromatogramms zur Trennung von Pb-212 und Bi-212

<sup>7</sup> Papier: Nr. 202, J. C. BINZER, 3559 Hatzfeld Eder; Nr. 3354 SCHLEICHER und SCHÜLL, Dassel. Muster auf Anfrage, ebenso Filtrierpapierlexikon.

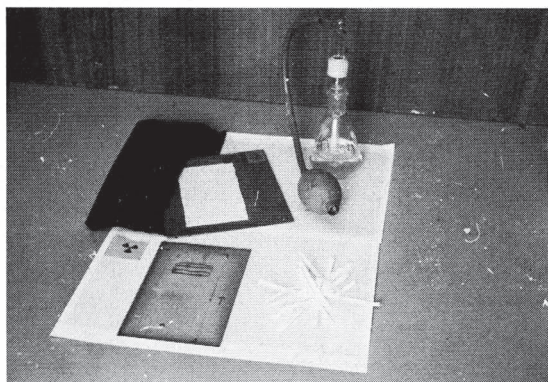


Abb. 19. In Meßstreifen geschnittenes Chromatogramm; auf Klebstreifen nach Messung wieder zusammengefügt Chromatogramm zwecks Entwicklung und Autoradiographie; Autoradiographie eines Cs-137-Chromatogramms

trate als Rückhalteträger zugesetzt (je 1,5 ml Lösung, die 5 mg Ion/ml enthält). Man engt in einer Porzellanschale auf 0,5 ml ein und trägt strichförmig auf (Trocknen mit FÖN). Als Laufmittel kommt ein Gemisch aus 4 Teilen 1 M HCl und 3 Teilen n-Butanol zur Anwendung (Rf Blei: 0,32; Rf Bi: 0,65). Das fertige Chromatogramm wird in Streifen von 0,5 cm Breite geschnitten und diese einzeln unter einem Fensterzählrohr gemessen. Die Aktivitätsverteilung entlang eines derartigen Chromatogramms gibt Abb. 18 wieder. Anschließend kann man die Streifen auf mit Doppelklebefolie beschichtete Unterlage kleben (Abb. 19) und mit 0,2%iger KJ-Lösung zur Entwicklung besprühen (Blei: gelb, Wismut: braun).

Das so wieder zusammengefügte Chromatogramm wird nun im Dunkeln auf eine Photoplatte gelegt, diese gibt nach der Entwicklung die Lage der Aktivitätsmaxima an. Für genauere Fragen und zur Einarbeitung in die Autoradiographie sei auf die vorzügliche Broschüre [45] verwiesen (s. Abb. 19).

#### 9.4. Dekontaminationsmittel

Dekontaminationsmittel sind in großer Zahl auf dem Markt, von vielen Firmen sind dabei kostenlose Muster<sup>8</sup> erhältlich, mit denen viele interessante Experimente ausgeführt werden können:

<sup>8</sup> LEWASORB N1 OC 1805: Muster auf Anfrage. HÖLZE & CHELIUS KG, 6078 Neu-Isenburg, Postfach 49. DECONEX 21 alkal. Universalreiniger, DECONEX 11 NS flüssiger Univ.-Reiniger. Muster auf Anfrage: BOHRER CHEMIE, CH-8040 Zürich, Friedaust. 23.

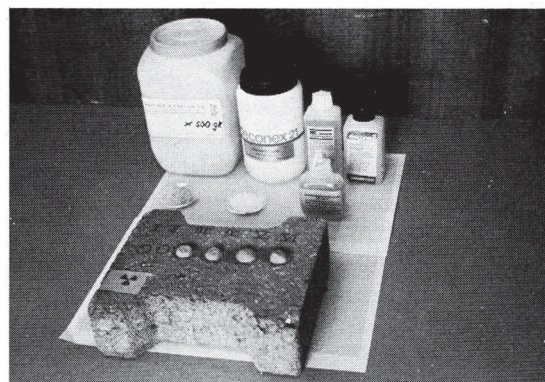


Abb. 20. Dekontaminationsmittel und -lotion; davor Baustein zu Untersuchungen seines Adsorptionsverhaltens gegenüber Thorium- und Uranyl-nitrat

LEWASORB, ein Kunststoffpulver mit großer Salzbindekraft (max. 0,7 mval/g) das man zur Anwendung mit Wasser zu einem dicken Brei verührt, diesen aufträgt und ca. 2 Stunden einwirken läßt. Wegen seiner physiologischen Reaktion ist es in gleicher Weise zur schonenden Kontamination von Haut geeignet. Man kann damit jedoch nicht nur kleinere Laborunfälle beheben, sondern auch interessante Versuche durchführen (Abb. 20).

An vorbezeichneten Stellen eines porösen Bausteins trägt man gleiche Mengen einer Uranyl-Thorium-nitratlösung auf und läßt 3 Tage eintrocknen. Danach wird die Aktivität bestimmt und gleiche Mengen LEWASORB aufgetragen, das während der ganzen Versuchsdauer über feucht gehalten wird. Nach vorbestimmten Zeiten kratzt man es ab, wischt nach und bestimmt die verbliebene Aktivität. Aus der prozentualen Aktivitätsabnahme lassen sich Aussagen über die Reinigungskapazität und das Adsorptionsvermögen der Oberfläche machen. Auch eignet sich LEWASORB zur Anreicherung von Nukliden beim Ausschütteln mit kontaminierten Flüssigkeiten. Ein weites Feld für unter Lehreraufsicht durchgeführte Kollegatenexperimente (Abb. 20)!

#### 10. Schlußbemerkung

Diese Arbeit hat das Ziel, möglichst viele Lehrer und Kollegaten mit dem Wesen und der Verbreitung der Radiochemie vertraut zu machen. Führt man die in Teil II beschriebenen Versuche wenigstens teilweise vor und erarbeitet im Praktikum die meßtechnische Praxis gemäß Teil I, so sind die

Grundlagen für eine ganze Reihe von Facharbeiten geschaffen (s. Anhang).

Durch das Verständnis der Radiochemie erwirbt der Kollegiat wertvolles Wissen, welches er in jedem Studiengang der Naturwissenschaften weiterverwerten kann. Außerdem wird die genauere experimentelle Behandlung der Atomphysik und Radiochemie zu einer rationaleren Betrachtungsweise derselben beitragen, um somit eine zukünftige nukleare „Umwelthysterie“ zu verhindern. Auch ist es wünschenswert, dem Kollegiaten, der den Chemieleistungskurs gewählt hat und Physik nur im Grundkurs oder gar nicht betreibt, die Kern- und Radiochemie näher zu bringen.

Dieser Aufsatz kann nur eine beschränkte Auswahl an Experimenten bieten, mit denen der Lehrer für erste in der Sekundarstufe II auskommt. Dem Lehrer und dem Kollegiaten seien neben der Literatur [2—7] vor allem die vorzüglichen Bücher von *Cornelius Keller* [17] und *Bernard Heinrich* [1] empfohlen, die sich hervorragend in Theorie und Praxis ergänzen. Auch wurden Versuche mit künstlichen radioaktiven Isotopen (Cs-137; Sr-90; Co-60) ebenso ausgeklammert, wie das Arbeiten mit natürlichem Kalium. Es sei deshalb auf den Anhang verwiesen, der einige Anregungen für Facharbeiten zusätzlich zu denen im Text gegebenen Hinweisen bieten soll, jedoch sei ausdrücklich davor gewarnt, Schüler unter 18 Jahren und ohne Aufsicht eines ermächtigten Lehrers experimentieren zu lassen.

Möge diese Arbeit zum besseren Verständnis und der Verbreitung der Radiochemie ein wenig beitragen.

Zum Abschluß ist es mir noch ein Bedürfnis allen denen zu danken, die in besonderem Maße am Zustandekommen dieser Arbeit beteiligt waren: Dr. *Kurt Bunzl*, Herrn *Murr* von der Gesellschaft für Strahlenschutz und Umweltforschung Neuherberg, Dr. *Bernard Heinrich*, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Herrn *Kreß* von der Firma LEYBOLD-HERAEUS, *Gerhard SEXTL* und *Stefan Zierer*; sowie Fa. SERAL, Ransbach; Fa. HONEYWELL GmbH; Fa. K. RIEDEL, Würzburg; Fa. JANKE & KUNDEL KG sowie IBM-München für die großzügigen apparativen Unterstützungen, ebenso allen schon im Text genannten Herstellern AMERSHAM BUCHLER GmbH & Co KG, Braunschweig, NEN CHEMICALS GmbH, Siemensstr. 1, 6072 Dreieichenhain.

## Anhang

Themen für Facharbeiten und Kollegiatenreferate zur Radiochemie (unter Anleitung einer, gemäß § 14 der 2. SSVÖ ermächtigten Lehrkraft)

1. Verdünnungsanalytische Volumbestimmung mit Kaliumchlorid.
2. Bestimmung des Selbstabsorptionsfaktors von Kaliumsalzen.
3. Einfluß von beigemengten Fremdionen (Blei, Zink, Kupfer) auf die Aktivität von Kaliumsalzlösungen.
4. Versuch der Aktivitätsanreicherung eines Kernkraftwerkabwassers mit Hilfe von Dekontaminationsionenaustauschern. Bestimmung der umweltbelastenden Aktivität unter Berücksichtigung des natürlichen Kaliumgehalts.
5. Versuch der Identifizierung radioaktiver Schwebstoffe.
6. Bestimmung des Löslichkeitsprodukts von  $\text{CsClO}_4$  mit Hilfe von Cs-137.
7. Bau des Modells einer Rauchwarnanlage mit Hilfe radioaktiver Strahler.
8. Bestimmung des Absorptionskoeffizienten von Metallsalzlösungen verschiedener Konzentration.
9. Untersuchung der Rückstreuung von Betateilchen an verschiedenen Reagenzien.
10. Untersuchungen über das Abscheideverhalten von Th-232 und Th-234 an Nickelblech (s. 9.1.5.).
11. Versuch der radiochromatographischen Trennung und Identifizierung von Pb-212/Cs-137/U-238.
12. Untersuchungen zum Gültigkeitsbereich des *Habnschen* Fällungssatzes an Bariumsulfat.
13. Untersuchungen zum Adsorptionsverhalten verschiedener Laborglassorten gegenüber Blei-212 und Th-234 (trägerfrei).
14. Versuch der energetischen Identifizierung von Strahlern (z. B. exponierte, schwach aktive Platinelektrode) in der kontinuierlichen Nebelkammer [21].
15. Untersuchung der Radioaktivität natürlicher Rubidiums Salze.
16. Radiochemische Aufarbeitung von radioaktiven Mineralien.
17. Entwurf eines Modellversuchs zur Abtrennung des Radiums-226 (aus der Aufarbeitung von Pechblende) von begleitendem Barium mit Hilfe der fraktionierten Kristallisation nach *Marie Curie*.
18. Untersuchungen über die Eignung von Titriplex III<sup>®</sup> bzw. Komplexon III<sup>®</sup> als Dekontaminationsmittel.

## Literatur

- [1] *Bernard Heinrich*, Radiochemische Demonstrationsversuche. Praxis-Schriftenreihe (Chemie), Band 18. Aulis Verlag, Köln 1968
- [2] *Nikola Getoff*, Kurzes Radiochemisches Praktikum, Franz Deuticke, Wien (1961)
- [3] *W. Seelmann-Eggebert, C. Keller, G. Zundel*, Radiochemische Demonstrationsversuche. Abtrennung kurzlebiger Isotope nach verschiedenen Methoden. Institut für Radiochemie, Kernforschungszentrum Karlsruhe, KFK 41, Januar 1961
- [4] *Herforth, Koch*, Radiophysikalisches und radiochemisches Grundpraktikum. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, 2. Auflage 1962
- [5] basic experiments in nuclear physics (kostenlose Broschüre: elscint-GmbH, Wiesbaden, Freudenbergstr. 27)
- [6] *G. Goldsmith und E. Bleuler*, Experimental nucleonics. Sir Isaac Pitman & Sons, LTD London 1952
- [7] *G. Böhler*, Elementare Übungen zur Kernstrahlungsmessung. Karl-Thiemig KG, München 1962
- [8] *G. R. Choppin* (Florida State Univ.), Experimental Nuclear Chemistry. Prentice-Hall, Inc. Englewood Cliffs, N. J. 1961
- [9] *Ludwig-Goetze*, Lehrbuch der Chemie: Biochemie-Kernchemie. C. C. Buchners Verlag, Bamberg 1966
- [10] *Anton Hammer*, Physik Oberstufe: Atomphysik. R. Oldenburg Verlag, München 1967
- [11] Amtsblatt des Bayerischen Staatsministeriums für Unterricht und Kultus Nr. 4, März 1975, B 1234 A, S. 405 ff.
- [12] Dipl.-Ing. *E. Witt*, 1. und 2. Strahlenschutzverordnung, mit Anmerkungen. Carl Heymanns Verlag KG, Köln
- [13] Privatmitteilung: Institut für Radiochemie der Gesellschaft für Strahlenschutz und Umweltforschung Neuherberg bei München: Institut für Radiochemie
- [14] *Erich Schulze*, Die Bestimmung von Reaktionsmechanismen mit Hilfe von Leitisotopen? Chemiepraxis 9, 171 (1971)
- [15] *Siegfried Balke*, Die Nutzung der Kernenergie in geschichtlicher Darstellung. Berichte des Deutschen Museums, 28. Jahrg. (1960) Heft 3. VDI-Verlag, Düsseldorf
- [16] *H. Geiger und W. Müller*, Das Elektronenzählrohr. Physik. Zeitschr. XXIX 1928, 839 ff.
- [17] *Cornelius Keller*, Radiochemie (Chemie Studienbücher). Diesterweg-Sauerländer-Salle 1975
- [18] *Heinz Richter*, Atomstrahlen und Geigerzähler. Franckh'sche Verlagshandlung, Stuttgart 1958
- [19] *Gunter Lind*, Der Sekundärelektronenvervielfacher im experimentellen Physikunterricht. Praxis Schriftenreihe (Physik), Band 22. Aulis Verlag Deubner & Co., Köln 1969, S. 50 ff.
- [20] *W. Finkelburg*, Einführung in die Atomphysik, 11. u. 12. Auflage. Springer Verlag, Berlin 1967, 217 ff., 493 ff.
- [21] *Robert Schwankner*, Die kontinuierliche Nebelkammer. Wir experimentieren 15, 99—102 (1975)
- [22] *G. Gottschalk und R. Kaiser*, Elementare Tests zur Beurteilung von Meßdaten. BI-Hochschultaschenbücher, Band 774
- [23] *D. Bender und E. Pippig*, Einheiten, Maßsysteme SI. Wissenschaftliche Taschenbücher Band 97, 43 ff. (1973)
- [24] *J. Hoppe-Blank*, Vom metrischen System zum internationalen Einheitensystem. Braunschweig 1975. Kostenlos erhältlich bei: Physikalisch-technische Bundesanstalt, Bundesallee 100, 33 Braunschweig
- [25] *Henri Becquerel*, Comptes rendus Acad. Sci. (Paris) 122 (1896) 420 f., 501 f., 698 f.
- [26] STERN Magazin Nr. 38 (1976) 48—50
- [27] *G. v. Hevesy*, Über die Anwendung von radioaktiven Indikatoren in der Biologie. Biochem. Z. 173, 175 ff. (1926)
- [28] *Robert Schwankner*, Die Wurzelbleiaufnahme von Weizen, deren Herabsetzung durch besondere Dünge-maßnahmen und Einfluß auf den Ertrag im Hinblick auf den Umweltschutz. Praxis (Chemie) 25, 40—47 (1976)
- [29] *Otto Hahn und F. Strassmann*, Über den Nachweis und das Verhalten der bei der Bestrahlung des Urans mittels Neutronen entstehenden Erdalkalimetalle. Die Naturwissenschaften 1, 11—15 (1939)
- [30] *Glenn T. Seaborg*, Das Periodensystem der Zukunft. Chemie in unserer Zeit 3, 131 ff. (1969)
- [31] *Cornelius Keller*, Zum Einfluß der chem. Bindung auf die Halbwertszeit von Radionukliden. Chemiker Zeitung 95, Nr. 8/9, 364—369 (1975)
- [32] *Faires, Parks*, Arbeitsmethoden im Radioisotopenlaboratorium. Friedrich Vieweg & Sohn, Braunschweig 1961
- [33] Autorenkollektiv, Anorganikum. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1974
- [34] *Werz*, Eine selbständig arbeitende dauernd empfindliche Nebelkammer. Praxis 4, 121 ff. (1953)
- [35] Tabellenbuch Chemie. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 7. Auflage 1975
- [36] *Roland Lindner*, Kern- und Reaktorchemie. Springer-Verlag, Berlin 1961, 163 ff.
- [37] *J. Starik*, Grundlagen der Radiochemie. Akademie-Verlag, Berlin 1963
- [38] *Otto Hahn*, Z. phys. Chem. (alte A.) 144, 161 (1929)
- [39] *A. Lottermoser*, J. prakt. Chem. 72, 39 (1905) und 73, 374 (1906)
- [40] *K. Fajans und K. Beckerath*, Z. Physik. Chem. 97, 478 (1921)
- [41] *H. Helmholtz*, Ann. der Physik und Chemie 89, 211 (1853)
- [42] Autorenkollektiv, Handbuch Mikrochemischer Methoden, Band II: Verwendung der Radioaktivität in der Mikrochemie. Springer Verlag, Wien 1955
- [43] *Hans Götte und Gerhard Kloss*, Nuklearmedizin und Radiochemie. Angew. Chem. 85, Nr. 18, 793—802 (1973)
- [44] *Robert Brenner*, Atom im Dienste der Menschheit. Ehapo Verlag, Stetten 1969
- [45] *Manfred Gläser*, Was ist Radiographie. Kleine naturw. Bibliothek, Reihe Physik, Band 13. BSB B. G. Teubner Verlagsgesellschaft 1971
- [46] *W. Seelmann-Eggebert, G. Pfennig, H. Münzel*, Nuklidkarte, Gesellschaft für Kernforschung m.b.H. Karlsruhe. Zu beziehen: Verlag Gersbach & Sohn, Barerstr. 32, 8000 München 34
- [47] *W. Seelmann-Eggebert und G. Pfennig*, Radionuklidtabelle, 2. Auflage. Kostenlos bei: Firma TELEFUNKEN, Fachbereich: Hochfrequenz, Ulm, Elisabethenstr. 3