

Quantitative Isolierung geringer Mengen auf elektromagnetischem Wege angereicherter Silber-, Zink- und Cadmiumisotope

VON URSULA DREHMANN und KURT KÖNIG

Inhaltsübersicht

Bei der Isolierung der angereicherten Isotope ^{107}Ag , ^{109}Ag , ^{64}Zn , ^{70}Zn und ^{110}Cd , die vom Isotopentrenner in legierungsähnlicher Vermischung mit sehr viel Taschenmaterial geliefert wurden, konnten nach den beschriebenen Methoden Mengen erhalten werden, die den physikalisch vorausgerechneten entsprachen.

Bei der elektromagnetischen Isotopentrennung erfolgt die Abscheidung der Isotope durch Aufprall eines Ionenstrahles von unter Umständen vielen Milliampères bei 20–40 Kiloelektronvolt. Um die hierbei freiwerdende beträchtliche Leistung sicher abfangen zu können, muß die Tasche aus gut wärmeleitendem Material wie z. B. Kupfer, Graphit, Silber oder Aluminium bestehen. Außer der Erwärmung findet infolge des intensiven Ionenbombardements eine sehr erhebliche Zerstäubung des Taschenmaterials statt, das sich auf den nicht vom Ionenstrahl getroffenen Wänden der Taschen in größerer Menge niederschlägt. Dadurch wird im aufgeschossenen Belag das Verhältnis gewünschtes angereichertes Isotop/Taschenmaterial oft sehr klein, und es entstehen bei der Isolierung des elektromagnetisch angereicherten Isotops Schwierigkeiten. Wir haben deshalb für Silber, Zink und Cadmium Trennverfahren ausgearbeitet, die es gestatten, die elektromagnetisch angereicherten Isotope quantitativ zu isolieren.

1. Isolierung der elektromagnetisch angereicherten Silberisotope

^{107}Ag und ^{109}Ag

Da bei Ablösungsversuchen zur mechanischen Trennung des aufgeschossenen Silberbelags von Aluminiumtaschen durch Kochen mit verdünnter Schwefelsäure erhebliche Mengen Silber nicht erfaßt wurden, behandelten wir die beschossenen Taschen mit 30proz. Salpetersäure, wobei neben dem Silberisotop viel Aluminium in Lösung ging. Die Isolierung der Silberisotope erfolgte durch quantitative Bestimmung als AgSCN nach VOLLHARD und Überführung in Silbersulfat.

2. Isolierung der auf elektromagnetischem Wege angereicherten Zinkisotope ^{64}Zn und ^{70}Zn

Versuche, die auf Kupfertaschen aufgeschossenen Zinkisotope nach den bekannten Kupfer/Zink-Trennungsv erfahren zu isolieren, führten zunächst zu keinem Erfolg. Die komplexometrische Titration mit AeDTE (Äthylendiamintetraessigsäure) in der Modifikation nach KINNUNEN¹), bei der kleine Mengen Zink als Thiocyanat durch Extraktion mit Methylisobutylketon von viel Kupfer abgetrennt werden können, versuchten wir auf unser Problem anzuwenden. Wir stellten dabei fest, daß die sehr kleinen Zinkwerte von einem Verhältnis Cu:Zn wie 50:1 an entweder wegen des schwer zu erkennenden Farbumschlages bei der Titration oder durch andere Störungen nicht mehr quantitativ bestimmt werden konnten (Tab. 1).

Tabelle 1

Quantitative Isolierung von Zink aus Lösungen von sehr wenig Zink und viel Kupfer

Verhältnis Cu:Zn	Extraktion des Zinks als $\text{Zn}(\text{SCN})_2$ mit Methylisobutylketon		Bestimmung des Zinks nach Entfernung des Kupfers durch Elektrolyse	
	gefunden	Theorie	gefunden	Theorie
1:1	10,10	10,05	10,02	10,05
	10,10		10,04	
	10,07		10,10	
5:1	10,03	10,16	10,20	10,16
	10,04		10,03	
	10,10		10,10	
10:1	10,10	10,14	10,05	10,14
	10,20		10,10	
	10,12		10,20	
30:1	10,25	10,30	10,20	10,30
	10,20		10,30	
	10,35		10,40	
50:1	9,15	10,24	10,10	10,24
	9,94		10,24	
	9,80		10,30	
100:1	8,90	10,05	10,08	10,05
	9,10		10,10	
	9,12		10,15	

¹ J. KINNUNEN u. B. WENNERSTRAND, Chem. Anal. **42**, 80 (1953).

Wir isolierten die elektromagnetisch angereicherten Isotope ^{64}Zn und ^{70}Zn aus der Lösung des aufgeschossenen Belages in 30proz. Salpetersäure nach quantitativer elektrolytischer Entfernung der erheblichen Mengen Kupfer bei 2 Volt, 75°C , pH 1 und 4 Stunden Dauer (Tab. 1). In zahlreichen Kontrollversuchen stellten wir fest, daß unter den genannten Bedingungen das gesamte Kupfer ausgeschieden wird, ohne irgendwelche Zinkmengen einzuschließen. ^{64}Zn und ^{70}Zn wurden als Sulfate isoliert.

3. Isolierung des elektromagnetisch angereicherten Cadmiumisotops ^{110}Cd

Versuche, Cadmium durch Extraktion seines Thiocyanats mit Methylisobutylketon von viel Kupfer zu trennen und komplexometrisch

Tabelle 2

Quantitative Isolierung von Cadmium aus Lösungen von sehr wenig Cadmium und viel Kupfer

Verhältnis Cu: Cd	Extraktion des Cadmiums als $\text{Cd}(\text{SCN})_2$ mit Methylisobutylketon		Bestimmung des Cadmiums als CdS nach Maskierung des Kupfers als Cyanokomplex	
	mg Cadmium gefunden	Theorie	mg Cadmium gefunden	Theorie
1:1	16,00	16,34	16,25	16,34
	16,10		16,40	
	16,20		16,40	
5:1	15,40	15,70	15,80	15,70
	15,60		15,70	
	15,55		15,60	
10:1	14,60	16,20	16,25	16,20
	14,90		16,15	
	15,20		16,20	
30:1	15,60	16,20	16,30	16,20
	14,90		16,10	
	15,80		16,20	
50:1	kein Farbumschlag	16,35	16,45	16,35
			16,20	
			16,40	
100:1	kein Farbumschlag	16,62	16,70	16,62
			16,50	
			16,55	

zu bestimmen²⁾, waren durch den schlecht zu erkennenden Farbumschlag bei der Titration sehr erschwert. Die Trennung der sehr kleinen Cadmiummengen von Kupfer konnte bis zu einem Verhältnis Cu:Cd wie 5:1 durchgeführt werden (Tab. 2). Bei unseren Trennungen Cu:Cd wie 100:1 wurde ^{110}Cd quantitativ isoliert, wenn wir es aus der Lösung der Kupfer- und Cadmiumcyanokomplexe als Sulfid fällten und von zunächst mitausgeschiedenen geringen Mengen Kupfer durch zweimaliges Umfällen befreiten (Tab. 2). ^{110}Cd wurde als Sulfat isoliert. Bei allen beschriebenen Methoden gelang es uns, die aus der Stromstärke des Ionenstrahls berechneten Mengen von ^{107}Ag , ^{109}Ag , ^{64}Zn , ^{70}Zn und ^{110}Cd quantitativ zu isolieren.

Wir danken unseren Mitarbeiterinnen, Fräulein RENATE KÖPERNICK und Fräulein INGE POHL, für ihre Unterstützung bei der Durchführung der Analysen.

²⁾ G. SCHWARZENBACH: „Die komplexometrische Titration“ in „Die chemische Analyse“ Bd. 45, 1955, Encke, Stuttgart.

Zeuthen, Kernphysikalisches Institut der Forschungsgemeinschaft der naturwiss., techn. u. med. Institute, Deutsche Akademie der Wissenschaften zu Berlin.

Bei der Redaktion eingegangen am 12. November 1959.