

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

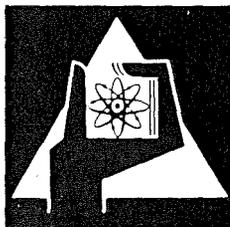
November 1972

KFK 1703

Institut für Radiochemie

Bestimmung von Uran in wässrigen Lösungen mittels γ -Absorptio-
metrie

O. Cristallini, E. Gantner, A. von Baeckmann



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 1703

Institut für Radiochemie

BESTIMMUNG VON URAN IN WÄSSRIGEN LÖSUNGEN MITTELS
 γ -ABSORPTIOMETRIE

von

O. Cristallini⁺⁾ , E. Gantner und A. von Baeckmann

⁺⁾ Comision Nacional de Energia Atomica, Buenos Aires

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Zusammenfassung

Es wurde ein Verfahren zur Bestimmung von Uran in salpetersauren wässrigen Lösungen verschiedener Dichte und mit unterschiedlichem Aluminiumnitratgehalt entwickelt, welches auf dem Prinzip der γ -Absorptometrie unter Verwendung von zwei monoenergetischen γ -Strahlungen beruht, deren Energien der K-Absorptionskante des Urans einschließen.

Bei jeder der beiden γ -Energien sind zwei Messungen auszuführen, nämlich erstens die Messung der Intensität der durchgehenden Strahlung für die mit Wasser gefüllte Zelle und zweitens die Messung der Intensität der durchgehenden Strahlung für die mit der Probelösung gefüllte Zelle. Außerdem ist der k-Faktor für die verwendete Anordnung mit Hilfe eines Korrekturstandards vorher zu bestimmen. Aus diesen Messungen und aus den Daten der Eichkurve können damit die Urankonzentrationen in den Probelösungen errechnet werden. Matrixeffekte spielen unter den angewandten Meßbedingungen keine Rolle.

Das Verfahren wurde für Lösungen mit Urankonzentrationen im Bereich von 1-20 g Uran/l untersucht, wobei die Konzentration der Salpetersäure und des Aluminiumnitrats variiert wurden. Im untersuchten Konzentrationsbereich betrug die relative Standardabweichung der Einzelmessung 0,71%.

Determination of Uranium in Aqueous Solutions by Means of Gamma Absorptiometry

Abstract

A method was developed for the determination of uranium in aqueous solutions acidified with nitric acid which were of various densities and had various contents of aluminum nitrate. The method is based on the principle of gamma absorptiometry using two monoenergetic gamma radiations whose energies include the K-absorption edge of uranium.

Two measurements must be carried out for each of the two gamma energies, i.e., first the measurement of the intensity of the penetrating radiation for the cell filled with water and, secondly, the measurement of the intensity of the penetrating radiation for the cell filled with the sample solution. Moreover, the k-factor for the arrangement used must be determined in advance by means of a correction standard. These measurements and the data from the calibration curve can then be used to determine the uranium concentrations in the sample solutions. Matrix effects play no role under the conditions of measurement applied.

The method was studied for solutions with uranium concentrations in the range of 1 - 20 g of uranium/l, the concentration of nitric acid and of aluminum nitrate being varied. In the range of concentrations investigated, the relative standard deviation of an individual measurement was 0.71%.

1. Einführung

In Wiederaufbereitungsanlagen für bestrahlte Kernbrennstoffe wird die γ -Absorptiometrie häufig zur Bestimmung von Uran- und Plutoniumkonzentrationen in Lösungen angewandt. Dabei wird das Verfahren sowohl in-line zur Überwachung von Prozeßströmen /3,4,5,6,7,9,10,13,17,19/ als auch im analytischen Laboratorium /1,2,11,14,16,18,20/ eingesetzt. γ -Absorptiometer sind einfach herzustellen. Sie sind während des Betriebes stabil, robust und betriebssicher. Darüberhinaus brauchen keine Probelösungen dem Prozeß entnommen werden, was gerade bei der Analyse radioaktiver Lösungen in der Kernbrennstoffindustrie von großem Vorteil ist.

Die γ -Absorptiometrie ist für die Bestimmung von schweren Elementen in Lösungen besonders geeignet. Die Massenabsorptionskoeffizienten der schweren Elemente für γ -Strahlungen mit niedriger Energie sind groß, sodaß kleine Änderungen in den Konzentrationen relativ leicht gemessen werden können. Andererseits sind die Massenabsorptionskoeffizienten der Lösungsmittel (normalerweise Salpetersäure oder Tributylphosphat-Kerosin-Lösungen) im Vergleich dazu klein, sodaß größere Veränderungen der Lösungsmittelzusammensetzung oder in der Konzentration von Matrix-Elementen niedriger Ordnungszahl nur geringe Effekte zeigen. Die Methode ist geeignet genaue und richtige Resultate zu liefern, aber wenn man versucht sie auf die Bestimmung kleiner Konzentrationen von Uran oder Plutonium anzuwenden, dann stellt sich heraus, daß Störungen aufgrund von Veränderungen der Lösungsmittelzusammensetzung oder aufgrund der Veränderung der Konzentrationen von Matrix-Elementen nicht länger vernachlässigbar sind. Diese Störungen werden um so deutlicher je niedriger die Konzentration der schweren Elemente ist. So entspricht z.B. der positive Gang bei einem Anstieg der Salpetersäurekonzentration um 2 M einer scheinbaren Urankonzentration von 1 g Uran/l. Das bedeutet, daß für

Lösungen mit weniger als 10 g Uran/l der resultierende Fehler mehr als 10% beträgt, was normalerweise nicht mehr als annehmbar erscheint.

Untersuchungen über die Störungen durch leichte Elemente bei der Bestimmung von Uran- und Plutoniumkonzentrationen durch γ -Absorptiometrie sind in der Literatur beschrieben worden /1,2,14/, teilweise auch Untersuchungen über die Störungen, die durch Veränderung der Salpetersäurekonzentration hervorgerufen werden (Woodman et al./9/). Um die Matrixeffekte des Lösungsmittels und der leichten Elemente auszuschalten, haben Windacker et al /15/ vorgeschlagen 4π γ -Absorptiometer zu verwenden. Sie konnten zeigen, daß die Störungen durch die leichten Elemente weit stärker unterdrückt werden, wenn alle gestreuten γ -Quanten mit einer 4π -Ionisationskammer gemessen werden. Stutheit /20/ erweiterte die Anwendbarkeit der γ -Absorptiometrie indem er ein Zweistrahl- γ -Absorptiometer für die Bestimmung von Uran-Konzentrationen im Bereich von 2 bis 8 g Uran/l einführte. E. Gantner und A. v. Baeckmann /21/ verwendeten die Absorptionskantenmethode indem sie die L_{III} -Absorptionskante des Urans bei 17,16 keV ausnutzten. Sie benutzten die Elektroneneinfangstrahler Y-88 und Tc-95^m als radioaktive γ -Quellen. Die Ergebnisse, die diese Autoren erhielten, zeigen für eine große Anzahl von Elementen keinen Einfluß der Matrix ausgenommen für die Elemente, deren K-Absorptionskanten zwischen 14,2 und 17,5 keV liegen (Strontium, Rubidium und Yttrium). Für Urankonzentrationen zwischen 4 und 30 g Uran/l fanden sie relative Standardabweichungen von etwa 6% und für Urankonzentrationen zwischen 24 und 240 g Uran/l Standardabweichungen von etwa 2%.

Dieser Bericht beschreibt eine Anwendung der Absorptionskantenmethode für die Bestimmung von Urankonzentrationen im Bereich von 2-20 g Uran/l, welche die K-Absorptionskante des Urans bei 116 keV ausnutzt.

2. Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip der Röntgenabsorptionskantenspektrometrie ist in der Literatur mehrfach beschrieben worden /22-31/. Die grundlegende Absorptionsgleichung für monochromatische und kollimierte Röntgen- oder γ -Strahlung in der üblichen logarithmischen Schreibweise ist:

$$\text{Gl. 1:} \quad 2,303 \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \mu \cdot \rho \cdot L$$

μ = Massenabsorptionskoeffizient (cm^2/g)

ρ = Dichte (g/cm^3)

L = Schichtdicke (cm)

I_0 = Ausgangsintensität der γ -Strahlung

I = Intensität der γ -Strahlung nachdem sie die Probe passiert hat.

Für die Lösung eines Elementes X in einer Matrix M gilt die folgende Gleichung:

$$\text{Gl. 2:} \quad 2,303 \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \mu_X W_X L + \mu_M W_M L$$

μ_X und μ_M sind die Massenabsorptionskoeffizienten für das Element X und die Matrix.

W_X und W_M sind die Konzentrationen des Elements X und der Matrix in g/cm^3 .

Wenn wir uns vorstellen, daß eine Uranlösung nacheinander von zwei γ -Strahlungen mit den Energien E (122 keV) und E' (103 keV) durchstrahlt werden, welche die K-Absorptionskante des Urans (116 keV) wie in Figur 1 dargestellt einschließen, dann kann die Gleichung 2 für jede Seite der Absorptionskante wie folgt geschrieben werden:

$$\text{Gl. 3:} \quad 2,303 \cdot \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \mu_U W_U L + \mu_M W_M L \quad \text{und}$$

$$\text{Gl. 4:} \quad 2,303 \cdot \log\left(\frac{I_0'}{I'}\right) = \mu_U' W_U L + \mu_M' W_M L$$

wobei die Indices U und M für Uran bzw. für das Matrixelement verwendet werden. Es wird angenommen, daß nur Uran eine Diskontinuität in der Absorption zwischen den beiden verwendeten Energien aufweist, und daß die Massenabsorptionskoeffizienten für alle anderen Elemente

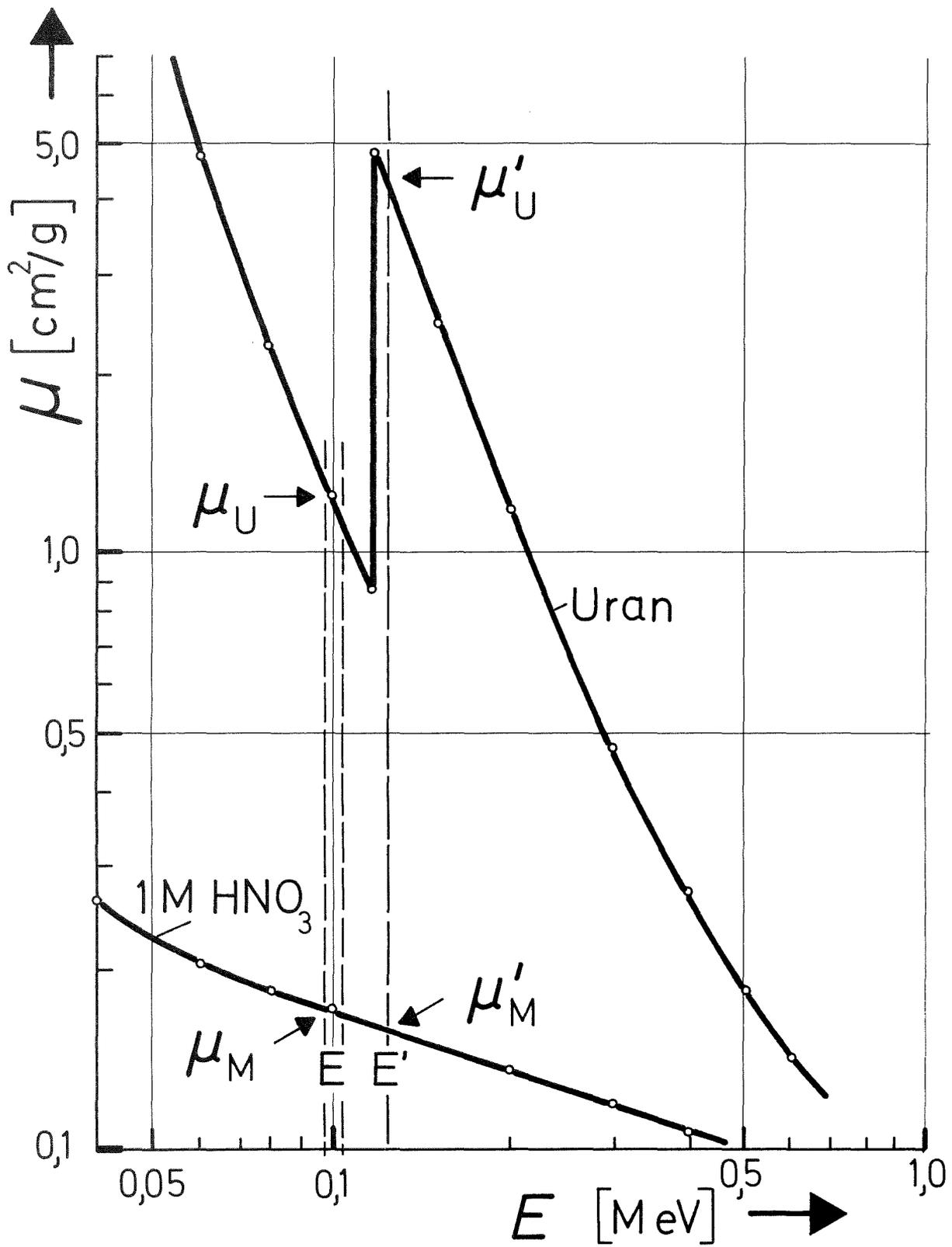


Fig.1: Absorptionskoeffizient μ für Uran und 1 M HNO_3 im Bereich der K-Absorptionskante des Urans.

sich um den konstanten Faktor k verändern, d.h. es wird angenommen, daß

$$\text{Gl. 5: } \mu_1/\mu^{\dagger}_1 = \mu_2/\mu^{\dagger}_2 = \dots = \mu_M/\mu^{\dagger}_M = k$$

Durch Multiplikation der Gleichung 4 mit dem Faktor k und Subtraktion der Gleichung 3 ergibt sich:

$$\text{Gl. 6: } k \cdot \log\left(\frac{I^{\dagger}}{I^{\circ}}\right) - \log\left(\frac{I^{\circ}}{I}\right) = \frac{(k\mu^{\dagger}_U - \mu_U) L \cdot W_U}{2,303}$$

oder mit $C_U = W_U \cdot 1000$ ($C_U =$ Konzentration des Urans in g/Liter)

$$\text{Gl. 7: } C_U = \frac{2303}{(k\mu^{\dagger}_U - \mu_U) L} \cdot \left[k \log\left(\frac{I^{\dagger}}{I^{\circ}}\right) - \log\left(\frac{I^{\circ}}{I}\right) \right] \text{ und}$$

$$\text{Gl. 8: } \frac{C_U}{k \log\left(\frac{I^{\dagger}}{I^{\circ}}\right) - \log\left(\frac{I^{\circ}}{I}\right)} = \frac{2303}{(k\mu^{\dagger}_U - \mu_U) L} = \alpha$$

Die Bestimmung der Konzentration C_U ist somit unabhängig von der Zusammensetzung der Matrix (Gl. 7).

Der Parameter k kann durch die Messung bei den beiden Energien E und E^{\dagger} unter Verwendung eines Korrekturstandards, der kein Uran enthält, experimentell bestimmt werden. Aus Gleichung 7 ergibt sich dann mit $C_U = 0$

$$\text{Gl. 9: } k \cdot \log\left(\frac{I^{\dagger}}{I^{\circ}}\right) - \log\left(\frac{I^{\circ}}{I}\right) = 0 \quad \text{und}$$

$$\text{Gl. 10: } k = \frac{\log\left(\frac{I^{\circ}}{I}\right)}{\log\left(\frac{I^{\circ}}{I^{\dagger}}\right)}$$

3. Experimentelles

3.1 Quellen:

Als radioaktive Quellen wurden in diesem Experiment benutzt: Gd-153 (70 μCi), $E_\gamma = 0,098$ und $0,103$ MeV, $t_{1/2} = 200$ d, hergestellt durch Bestrahlung von angereichertem Gd-152: nach Gd-152 (n,γ) Gd-153.

Co-57 (0,5 mCi), $E_\gamma = 0,122$ MeV (92%), $t_{1/2} = 267$ d, hergestellt aus Fe-56 über Fe-56 (d,n) Co-57.

Die γ -Spektren des Gd-153 und des Co-57 sind in den Figuren 2 und 3 wiedergegeben.

3.2 Quellen- und Probenzellenhalterungen

Der Quellen- und Probenzellenhalter ist in der Figur 4 wiedergegeben. Er besteht aus zwei Bleikollimatoren von 1 cm Dicke und 1 cm Durchmesser und einer Einrichtung für die Befestigung der Zelle und der Quellen. Diese Anordnung ist mit Hilfe eines PVC-Ringes an einen Ge(Li)-Detektor adaptiert. Die ganze Anordnung einschließlich des Detektors ist mit einer Bleiabschirmung umgeben.

3.3 Probenzellen

Die beiden verwendeten Zellen waren aus Glas und hatten eine Wandstärke von 2 mm und eine Weglänge von 10 bzw. 15 cm. Sie sind in Abb. 4 dargestellt.

3.4 Detektor

Für dieses Experiment wurde ein Ge(Li)-Detektor verwendet, der eine Energieauflösung von besser als 4 keV im 100-keV-Bereich hatte. Die Impulse wurden mit einem 512-Kanal-Analysator (Nuclear-Data Nd 130 AT) gemessen, wobei die Meßzeiten jeweils 10 Minuten betragen. Die Bereiche der Peaks wurden integriert und in jedem Falle der Untergrund abgezogen. Ein Beispiel für die Messungen und Rechnungen ist in Tabelle IX gegeben.

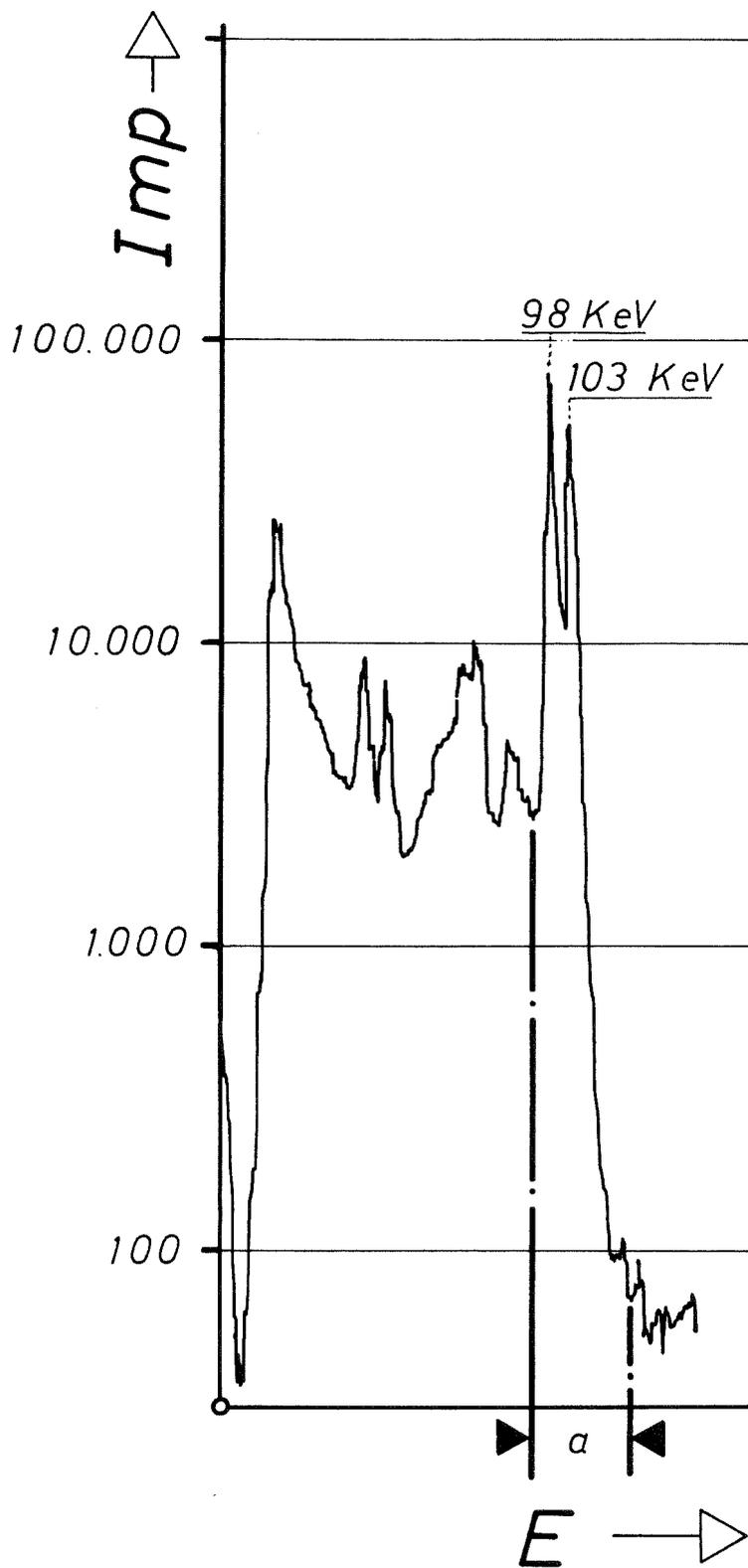


Fig.: 2

γ -Spektrum der verwendeten Gd-153 Quelle

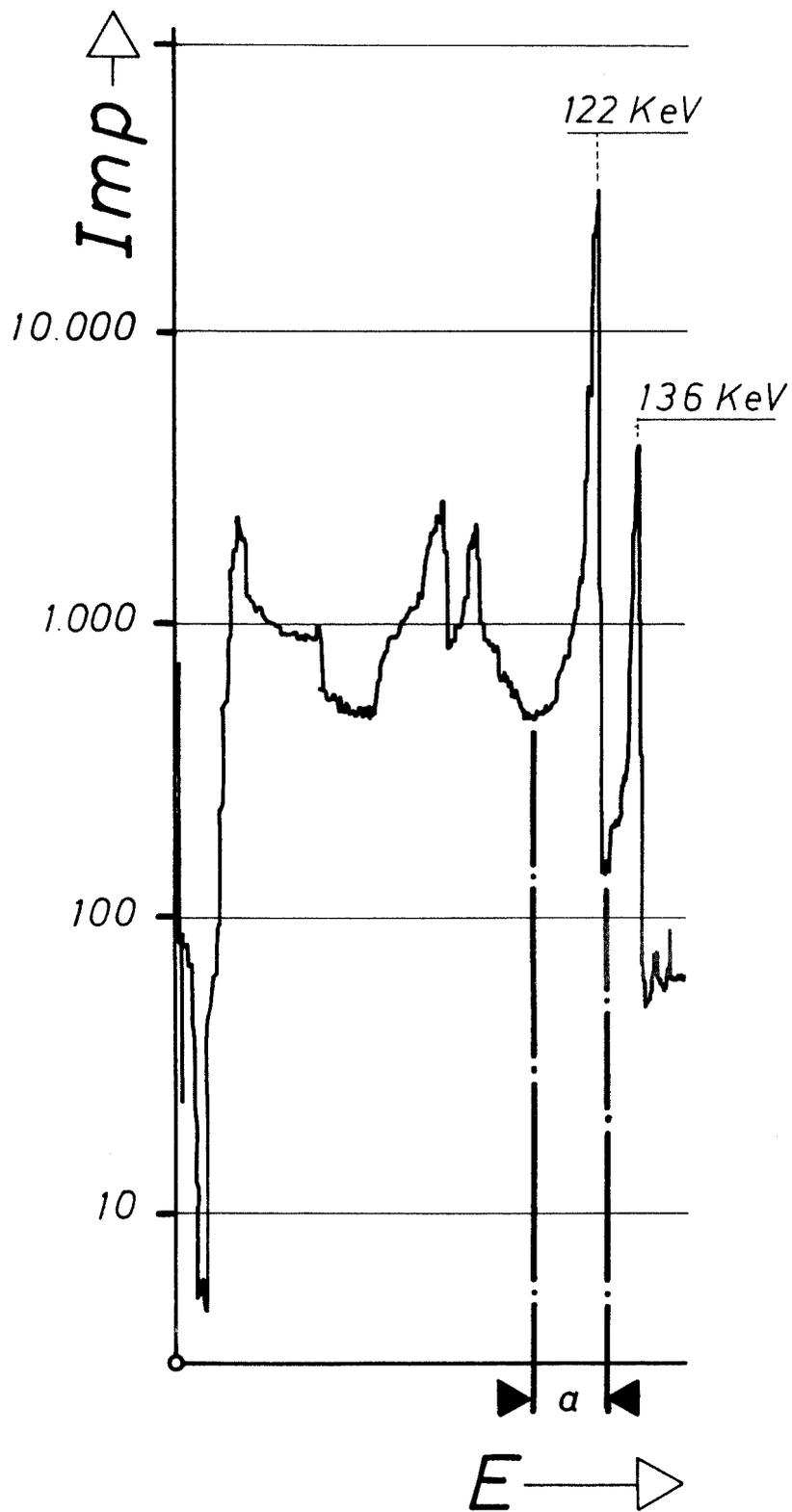


Fig.: 3

γ -Spektrum der verwendeten Co-57 Quelle

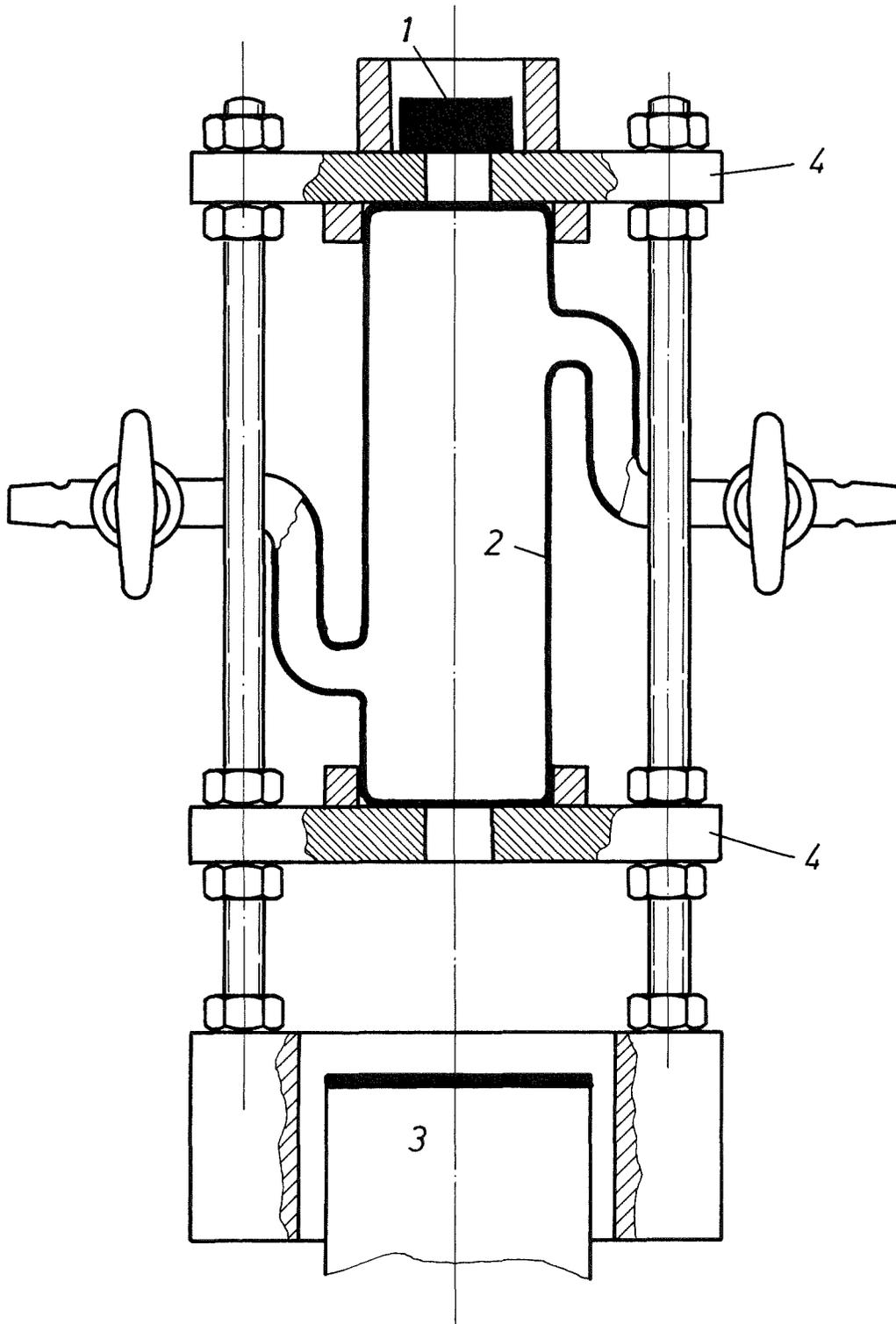


Fig.: 4

Meßanordnung.

1: Quelle; 2: Flüssigkeitsküvette; 3: Ge(Li)-
Detektor; 4: Probenzellenhalterung.

3.5 Experimentelle Ergebnisse

Die k-Werte wurden aufgrund der Messungen der Absorption für reine Lösungen von Salpetersäure und Aluminiumnitrat verschiedener Dichte unter Benutzung von Gleichung 10 berechnet. Die Resultate wurden mit denen, die unter Verwendung von Massenabsorptionskoeffizienten aus der Literatur /32/ und der folgenden Gleichung erhalten wurden, verglichen:

$$\text{Gl. 11: } \mu_M = \mu_{M1}W_1 + \mu_{M2}W_2 + \dots + \mu_{Mn}W_n$$

W_n = Konzentration der Einzelkomponente

Der Vergleich der Werte für k ist in Tabelle 1 dargestellt.

Unter Verwendung von Zellen mit zwei verschiedenen Weglängen (10 und 15 cm) wurden Uranlösungen mit Konzentrationen zwischen 2 und 20 g/l gemessen. In jedem Falle waren die Ausgangslösungen gravimetrisch analysiert und mit Matrixlösungen verschiedener Dichte unter Gewichtskontrolle verdünnt worden. Die endgültigen Dichten wurden ebenfalls genau bestimmt. Einige der Lösungen wurden unter Verwendung der Röntgenfluoreszenzanalyse /34/ und der potentiometrischen Titration in Phosphorsäure /35/ gegenkontrolliert. Aus den Meßergebnissen wurde für jede Uranlösung ein Wert für α berechnet nach:

$$\text{Gl. 12: } \alpha = \frac{C_U}{k \log\left(\frac{I}{I_0}\right) - \log\left(\frac{I}{I_0}\right)} = \frac{2303}{(K\mu^*_U - \mu_U) L}$$

mit $k = 1,06$. Die erhaltenen Ergebnisse sind in den Tabellen 2 bis 7 wiedergegeben. Die Werte für α , die aus den Meßergebnissen der einzelnen Lösungen errechnet wurden, sind nach den Urangehalten geordnet. Ihre Mittelwerte waren 89,07 für die 10 cm-Zelle und 60,11 für die 15 cm-Zelle, wobei die Matrixzusammensetzung nicht berücksichtigt wurde.

Unter Verwendung dieser Werte wurden die folgenden Eichgeraden erhalten:

$$\text{Gl. 13: (10 cm-Zelle) } C_U = 94,41 \cdot \log\left(\frac{I^*}{I^* - I^0}\right) - 89,97 \cdot \log\left(\frac{I_0}{I}\right) \text{ und}$$

$$\text{Gl. 14: (15 cm-Zelle) } C_U = 63,72 \cdot \log\left(\frac{I^*}{I^* - I^0}\right) - 60,11 \cdot \log\left(\frac{I_0}{I}\right).$$

Die beobachteten und berechneten Werte für die Eichkurven sind in Tabelle IX miteinander verglichen.

Die Resultate in Tabelle IX lassen erkennen, daß Uran im Konzentrationsbereich von 2-20 g Uran/l in Gegenwart einer Matrix verschiedener Dichte mit einer Genauigkeit von besser als 2% bestimmt werden kann. In der Tabelle X sind die Daten für die relativen Fehler zusammengefaßt.

Nachdem die Uraneichkurve aufgenommen worden war, wurden die Massenabsorptionskoeffizienten von Uran für die beiden einschließenden Energien unter Verwendung einer 0,1 mm dicken Uranfolie auf einer Fläche von 4 cm² bestimmt. Die Massenbelegung in g/cm² wurden aus dem Gewicht und der gemessenen Oberfläche ermittelt. Die Intensitäten der Strahlungen nach dem Passieren der Folie und ohne Folie wurden einige Male unter Verwendung von Co-57- und Gd-153-Quellen gemessen. Die Massenabsorptionskoeffizienten, die so erhalten wurden, sind in Tabelle XI angegeben.

Durch Einsetzen der Werte für μ_U aus Tabelle XI in die Gleichung 11 und bei Verwendung des Wertes $k = 1,06$ ergibt sich

$$\frac{2303}{(k\mu^* - \mu)L} = 87,17 \text{ für die 10 cm-Zelle bzw. } 58,11 \text{ für die 15 cm-Zelle,}$$

was zu vergleichen ist mit den Werten 89,07 und 60,11, die auf den Messungen mit den Standarduranlösungen bei verschiedenen Konzentrationen basieren.

4. Schlußfolgerungen

Die γ -Absorptiometrie, im Bereich der K-Absorptionskante, ist eine einfache und nützliche Analysenmethode für die Bestimmung von Uran innerhalb des Konzentrationsbereiches von 2-20 g Uran/l auch in Gegenwart einer Matrix leichter Elemente. Eine Veränderung der Dichte beeinflusst die Resultate innerhalb der Grenzen der statistischen Fehler der Messungen nicht.

Die relative Standardabweichung der Methode im Bereich von 2-20 g Uran/l ist 0.713%. Die Methode ist geeignet für die Messung an Einzelproben. Sie kann aber auch als "on-line" Analysenmethode zur Kontrolle eingesetzt werden.

Tabelle I

Vergleich der gemessenen und errechneten Werte für k
(15 cm Zelle)

HNO ₃ M	Al(NO ₃) ₃ M	Dichte g/ml	k	
			berechnet	gemessen
1	-	1.0300	1.058	1.063
1	1.0	1.1784	1.060	1.050
1	1.5	1.2544	1.062	1.057
2	-	1.0625	1.058	1.057
3	-	1.1026	1.058	1.049
5	-	1.160	-	1.056
8	-	1.250	-	1.050
10	-	1.305	-	1.064
15	-	1.402	-	1.062

Tabelle II

Experimentelle Bestimmung von α für die 15 cm-ZelleMatrix: 1 M HNO₃

Dichte g/ml	C _U		$k \log\left(\frac{I^t}{I^0}\right) - \log\left(\frac{I_0}{I}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,0335	1,959	2,025	0,03384	59,84
			0,03339	60,65
1,0364	3,896	4,038	0,06687	60,39
			0,06718	60,10
1,0390	5,978	6,211	0,1024	60,65
			0,1038	59,83
1,0414	7,815	8,139	0,1354	60,12
			0,1349	60,34
1,0439	9,634	10,06	0,1658	60,66
			0,1679	59,90
1,0504	14,34	15,06	0,2516	59,90
			0,2473	60,89
1,0568	18,81	19,88	0,3320	59,90
			0,3315	60,05
Mittelwert:				<u>60,23</u>

Tabelle III

Experimentelle Bestimmung von α für die 15 cm-ZelleMatrix: 2 M HNO₃

Dichte g/ml	C _U		$k \log\left(\frac{I^f}{I^o}\right) - \log\left(\frac{I}{I^o}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,0650	1,986	2,116	0,0352	60,06
			0,0353	59,83
1,0676	3,744	3,997	0,0670	59,65
			0,0658	60,73
1,0699	5,643	6,038	0,1020	59,20
			0,0998	60,52
1,0719	7,394	7,925	0,1329	59,63
			0,1321	60,00
1,0754	9,646	10,37	0,1749	59,31
			0,1719	60,32
1,0808	13,86	14,97	0,2479	60,40
			0,2500	59,90
1,0878	19,07	20,74	0,3470	59,80
			0,3410	60,83
Mittelwert				<u>59,88</u>

Tabelle IV

Experimentelle Bestimmung von α für die 15 cm-ZelleMatrix: 3 M HNO₃

Dichte g/ml	Cu		$k \log\left(\frac{I^*_o}{I^*}\right) - \log\left(\frac{I_o}{I}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,0973	1,800	1,975	0,0333	59,27
			0,0328	60,30
1,1000	3,640	4,004	0,0669	59,85
			0,0666	60,09
1,1026	5,959	6,571	0,1080	60,84
			0,1102	59,73
1,1045	7,446	8,224	0,1357	60,60
			0,1362	60,38
1,1064	9,020	9,980	0,1639	60,28
			0,1667	59,85
1,1124	13,47	14,99	0,2492	60,15
			0,2468	60,72
Mittelwert <u>60,17</u>				

Tabelle V

Experimentelle Bestimmung von α für die 15 cm-ZelleMatrix: $\text{Al}(\text{NO}_3)$ 0,98 M, HNO_3 1 M

Dichte g/ml	C_U		$k \log\left(\frac{I_o}{I}\right) - \log\left(\frac{I_o}{I}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,1890	3,920	4,66	0,0790	59,00
			0,0778	59,89
1,1925	8,160	9,73	0,1620	60,04
			0,1603	60,70
1,1991	12,11	14,52	0,2428	59,80
			0,2430	59,75
1,2050	15,74	18,97	0,3156	60,10
			0,3167	59,59
Mittelwert				<u><u>59,97</u></u>

Tabelle VI

Experimentelle Bestimmung von α für die 15 cm-ZelleMatrix: $\text{Al}(\text{NO}_3)$ 1,5 M, HNO_3 1 M

Dichte g/ml	Cu		$k \log\left(\frac{I^*}{I^0}\right) - \log\left(\frac{I^0}{I}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,2600	3,825	4,82	0,0803	60,02
			0,0799	60,32
1,2632	6,452	8,15	0,1361	59,90
			0,1357	60,05
1,2700	10,69	13,57	0,2245	60,44
			0,2265	59,92
1,2780	16,73	21,38	0,3556	60,12
			0,3543	60,35
Mittelwert				<u><u>60,14</u></u>

Tabelle VII

Experimentelle Bestimmung von α für die 10 cm-ZelleMatrix: HNO_3 1 M (1), (2), (3), (4) HNO_3 1 M, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 1,5 M (5)

Dichte g/ml	C_{U}		$k \log\left(\frac{I'}{I''^0}\right) - \log\left(\frac{I_0}{I}\right)$	α mg/ml
	mg/g	mg/ml		
1,0390	5,978	6,211	0,0695	89,37 (1)
			0,0700	88,69
1,0439	9,634	10,06	0,1130	89,00 (2)
			0,1127	89,25
1,0504	14,34	15,06	0,1693	88,96 (3)
			0,1689	89,14
-	-	15,51	0,1744	88,93 (4)
			0,1735	89,40
1,2700	10,69	13,57	0,1530	88,70 (5)
			0,1520	89,28
Mittelwert				<u>89,07</u>

Tabelle VIII

Experimentelle Bestimmung der Parameter k und α

(15 cm Zelle)

	Einheit		
<u>Einfassungsenergiepaar ($E^{\#}$ und E)</u>	-	Co-57	Gd-153
Energie	MeV	0,122	0,100
Massenabsorptionskoeffizient $\mu^{\#}$ und μ	cm^2/g	4,102	1,706
 <u>Berechnung von k (Gleichung 9)</u>			
Intensitäten der Strahlungen, die durch die mit Wasser gefüllten Zellen hindurchgetreten sind $I^{\#}_o$ und I_o	ipm	6117	21186
Intensitäten der Strahlungen, die durch die mit 1 M HNO_3 gefüllten Zellen hindurchgetreten sind ($I^{\#}$ und I)	ipm	5736	19786
$I^{\#}_o/I^{\#}$ und I_o/I	-	1,0664	1,0708
$\log(I^{\#}_o/I^{\#})$ und $\log(I_o/I)$	-	0,02794	0,02970
$k = \log(I_o/I) / \log(I^{\#}_o/I^{\#})$			<u>1,063</u>
 C_U			
Berechnung von $\frac{C_U}{k \log(I^{\#}_o/I^{\#}) - \log(I_o/I)} = \alpha$			
<hr/>			
Uranstandardlösung Konzentration C_U	g/l	8,139	
Intensitäten der Strahlungen, die durch die mit Wasser gefüllten Zellen hindurchgetreten sind $I^{\#}_o$ und I_o	ipm	6264	27769
Intensitäten der Strahlungen, die durch die mit Uranstandardlösung gefüllten Zellen hindurchgetreten sind $I^{\#}$ und I	ipm	3566	16365
$I^{\#}_o/I^{\#}$ und I_o/I		1,7566	1,3302
$\log(I^{\#}_o/I^{\#})$ und $\log(I_o/I)$		0,24466	0,12396
$k \log(I^{\#}_o/I^{\#})$ ($k = 1,06$)		0,25934	
$k \log(I^{\#}_o/I^{\#}) - \log(I_o/I)$			0,1354
$\frac{C_U}{k \log(I^{\#}_o/I^{\#}) - \log(I_o/I)}$	g/l		<u><u>60,12</u></u>

Tabelle IX

Bestimmung von Uran durch γ -Absorptiometrie
(15 cm Zelle)

Matrix	C_U		Fehler	Matrix	C_U		Fehler
	gegeben mg/ml	gefunden mg/ml	%		gegeben mg/ml	gefunden mg/ml	%
1	2,025	2,034 2,007	+ 0,45 - 0,90	3	1,975	2,002 1,972	+ 1,35 - 0,15
1	4,038	4,020 4,038	- 0,45 0,00	3	4,004	4,021 4,003	+ 0,42 - 0,03
1	6,211	6,155 6,239	- 0,90 + 0,45	3	6,571	6,492 6,624	- 1,20 + 0,81
1	8,139	8,109 8,139	- 0,39 0,00	3	8,224	8,157 8,187	- 0,84 - 0,47
1	10,06	10,07 10,09	+ 0,09 + 0,35	3	9,980	9,852 10,02	- 1,30 + 0,40
1	15,06	15,12 14,87	+ 0,41 - 1,26	3	14,99	14,98 14,84	- 0,06 - 1,02
1	19,88	19,95 19,92	+ 0,34 + 0,19	4	4,660	4,749 4,677	+ 1,90 + 0,36
1	4,930	4,917 4,983	- 0,26 + 1,06	4	9,730	9,738 9,636	+ 0,08 - 0,97
2	2,116	2,116 2,122	0,00 + 0,30	4	14,52	14,60 14,61	+ 0,52 + 0,60
2	3,997	4,027 3,955	+ 0,75 - 1,40	4	18,97	18,97 19,04	0,00 + 0,35
2	6,038	6,131 5,999	+ 1,55 - 0,65	5	4,820	4,827 4,803	+ 0,15 - 0,35
2	7,925	7,989 7,941	+ 0,81 + 0,20	5	8,150	8,181 8,157	+ 0,40 + 0,09
2	10,37	10,51 10,33	+ 1,40 - 0,40	5	13,57	13,50 13,61	- 0,55 + 0,32
2	14,97	14,90 15,03	- 0,49 + 0,36	5	21,38	21,37 21,30	- 0,02 - 0,50
2	20,74	20,86 20,50	+ 0,57 - 1,23				

Matrix 1: HNO_3 1 M; 2: HNO_3 2 M; 3: HNO_3 3 M;

4: HNO_3 1 M, $Al(NO_3)_3$ 0,98 M; 5: HNO_3 1 M, $Al(NO_3)_3$ 1,50 M;

Tabelle X

Zusammenstellung der Fehler aus den Daten von Tabelle IX

Zahl der Bestimmungen:	58
Zahl der Überwerte:	30
Zahl der Unterwerte:	24
Größter Fehler:	1,9%
Kleinster Fehler:	0%
Mittlerer Fehler:	0,55%
Fehlerbereich:	1,9%
Relative Standardabweichung:	$\sigma = 0,713\%$

Tabelle XI

Experimentelle Massenabsorptionskoeffizienten von Uran

Energie (MeV)	Quelle	Massenabsorptionskoeffizienten $\mu_U(\text{cm}^2/\text{g})$
0,100	Gd-153	1,706
0,122	Co-57	4,102

Literatur

1. Bartlett T.W., Anal.Chem. 23, 705-07, (1951)
2. Lambert M.C., USAEC Rep. HW-24717, (1952)
3. Miller D.G., Connally R.W., USAEC Rep. HW-36788 (1955)
4. Miller D.G., USAEC Rep. HW-39971 (1955)
5. Ryle B.G., Chem.Eng.Progr. 53, 551-55, (1957)
6. Thurnau D.H., Herold T.R., USAEC Rep. DP-249 (1957)
7. Seymour F.D., U.K.A.E.A. Rep. AERE-EL/R-2269 (1957)
8. Whittaker A., U.K.A.E.A. Symp. on Instrum. in Chemical Analysis Canenhurst (1958)
9. Woodman F.J., Clinton T.G., Fletcher W., Welch G.A., Proc. 2nd UN int. Conf. PUAE, 28, 423-35 (1958)
10. Fisher D.J., Kelly M.I., Landry J.W., Mackey T.S., Stelzner R.W., USAEC Rep. ORNL 2662 (1958)
11. Connally R.W., Upson U.L., Brown P.E., Brauner F.P., HW-54438 (1958)
12. Dozer B.E., USAEC Rep. HW-60898 (1959)
13. Bisby H., Progress in Nuclear Energy Series IV, 5, 251-81 Pergamon Press, Oxford (1963)
14. Broderick S.J., Whitmer J.C., Analyt. Chem. 33, 1314-16 (1961)
15. Whittaker A., et al Sm-68/15 (1964) IAEA
16. Wilburn N.P., Nicholson W.L., Talanta 12, 305-25 (1965)
17. Lavaud M., CEA-R-3708, (1969)
18. Yates P.B., May J.R., AAEC/TM-557 (1970)
19. Jean Claude E., et al CEA-N-1287 (1970)
20. Stuttheit J.S., DPSPU 68-30-9 (1969)
21. Gantner E., von Baeckmann A., Radiochemical Conference Sary Smokovec CSR 24.4.1968
22. Barieau R.W., Anal. Chem. 29, 348-52 (1957)
23. Liebafsky H.A., Windslow E.H., Pfeiffer H.G., Anal.Chem. 34, 282R-294R (1962)
24. Dunn H.W., Anal. Chem. 34, 116-21, (1962)
25. Hakkila E.A., Waterbury G.R., Develop.Appl.Spectry 2, 297-307 (1963)
26. Dodd C.G., Kamp D.J., Anal.Chem. 36, 2325-9 (1964)
27. Hakkila E.A., Hurley R.G., Waterbury G.R., Anal. Chem. 36, 2094-7 (1964)

28. Bertin E.P., Longobuco R.J., Carver R.J., Anal.Chem. 36, 641-55 (1964)
29. Knapp K.T., Lindahl R.H., Mabis A.J., Advan.X-Ray Anal. 7, 318-24 (1964)
30. Cullen T.J., Anal. Chem. 37, 711-13 (1965)
31. Liebhafsky E.H., Pfeiffer H.G., Winslow E.H., Zemaný P.D.,
X-Ray Absorption and Emission in Analytical Chemistry pp 313-17.
Wiley, New York, 1960
32. Bertin E.P., Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis,
Plenum Press, London (1970)
33. Siegbahn K., Beta and Gamma Ray Spectroscopy, North-Holland Co (1955)
34. von Baeckmann A., Siemens Review XXXVIII, 22 (1971)
35. Lindner L., von Baeckmann A., KFK 701 (EUR 3714d) (1967) AK-92-1