



KfK 2987

Juli 1980

Eine radiochemische Methode zur Bestimmung von Po-210 in Umweltmaterialien

J. M. Godoy, H. Schüttelkopf
Hauptabteilung Sicherheit

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Hauptabteilung Sicherheit

KfK 2987

Eine radiochemische Methode zur Bestimmung von Po-210 in
Umweltmaterialien

J.M. Godoy, H. Schüttelkopf

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Inhalt

1. Einleitung
2. Experimenteller Teil
3. Die Entwicklung einer radiochemische Methode für Po-210
4. Anwendung der radiochemischen Methode zur Bestimmung von Po-210 in Umweltproben
5. Literatur

Anhang

Die radiochemische Methode zur Bestimmung von Po-210 in verschiedenen Probematerialien

1. Probenvorbereitung
 - 1.1 Wasser
 - 1.2 Pflanzen
 - 1.3 Fleisch, Fisch und Eier
 - 1.4 Wein und Bier
 - 1.5 Erde und Sedimente
 - 1.6 Glasfaserfilter
2. Poloniumdeposition

Zusammenfassung:

Eine radiochemische Methode zur Bestimmung von Po-210 in Umweltproben wurde entwickelt. Erde, Sedimente, Filter, Pflanzen, Wasser und Nahrungsmittel können auf Po-210 analysiert werden. Zur Naßveraschung wird $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ oder $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ verwendet. Zur Abtrennung von störenden Bestandteilen wird bei SiO_2 -haltigen Proben eine Te-Mitfällung verwendet. Aus allen anderen Proben wird Po-210 direkt aus HCl auf Ag-Plättchen abgeschieden. Die Messung erfolgt durch α -Spektrometrie. Die Bestimmung der chemischen Ausbeute durch zugesetztes Po-208. Die chemischen Ausbeuten liegen zwischen 60% und 100%. Die Nachweisgrenze beträgt ca. 0,002 pCi Po-210/Probe.

A radiochemical procedure for the determination of Po-210 in environmental samples.

Abstract:

A radiochemical procedure for the determination of Po-210 in environmental samples was developed. Soil, sediments, filter materials, plants, water and food samples can be analyzed for Po-210. Wet ashing is achieved with $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ or $\text{HCl} + \text{HNO}_3$. To separate disturbing substances, a coprecipitation with Te is used for sample materials containing silica. Po-210 deposition from HCl solution on Ag platelets with other sample materials is possible directly. Deposited Po-210 is counted by α -spectrometry. For chemical yield determination Po-208 is added. Chemical yields range between 60% and 100%. A lower detection limit of about 0,002 pCi Po-210/sample is achievable.

1. Einleitung

Das 30 mrem-Konzept bildet die Basis des Schutzes der Umgebungsbevölkerung kerntechnischer Anlagen in der Bundesrepublik. Ob im Umgebungsbereich anderer Industrieanlagen relevante Dosisbelastungen durch natürliche Radionuklide auftreten und dort das "30 mrem Konzept" unabhängig von der augenblicklichen Rechtslage einhaltbar wäre, sollte zu Vergleichszwecken überprüft werden. Diese Frage ergibt sich, da es bekannt ist, daß die Zementindustrie, die Düngemittelindustrie, die Gipsfabrikation und der Betrieb von Kohlekraftwerken zu nennenswerten Emissionen radioaktiver Stoffe führen. Neben den Radionukliden Ra-226 und Pb-210 ist wegen seiner hohen Flüchtigkeit, der Tatsache, daß es ein α -Strahler ist und daher eine hohe biologische Wirksamkeit hat und wegen seiner nennenswerten Anreicherung in Pflanzen der Umwelt, Po-210 das wichtigste Radionuklid. Eine Methode zur empfindlichen Bestimmung in Umweltproben wird in dieser Arbeit untersucht.

Die am häufigsten benützte Methode für die Polonium-Bestimmung ist die spontane Deposition dieses Elements auf Metallen wie Silber, Kupfer oder Nickel nach der Zerstörung des organischen Bestandteiles des Probenmaterials [2-7]. Das Hauptproblem im Zusammenhang mit der Polonium-Bestimmung ist seine hohe Flüchtigkeit; deshalb kann die Trockenveraschung zur Zerstörung des organischen Materials nicht verwendet werden. Viele Methoden für die Naßveraschung von poloniumhaltigen Proben sind berichtet worden [1-7], aber der größte Teil von ihnen arbeiten mit HClO_4 [2-6] und daher besteht ein potentiellcs Explosionsrisiko während der Probenvorbereitung. Eine geeignete Naßveraschung wird gebraucht.

2. Experimenteller Teil

Apparaturen. In dieser Untersuchung wurden zwei Arten von Depositionszellen geprüft (Abb. 1 und Abb. 2). Die Depositionsfläche betrug 4,5 cm² bzw. 3,1 cm². Es wurden polierte Silber- und Kupferplättchen, 0,05 mm dick, für die Deposition verwendet. Vor dem Gebrauch wurden die Plättchen mit kochendem RBS 35 gereinigt, mit deionisiertem Wasser, mit kon-

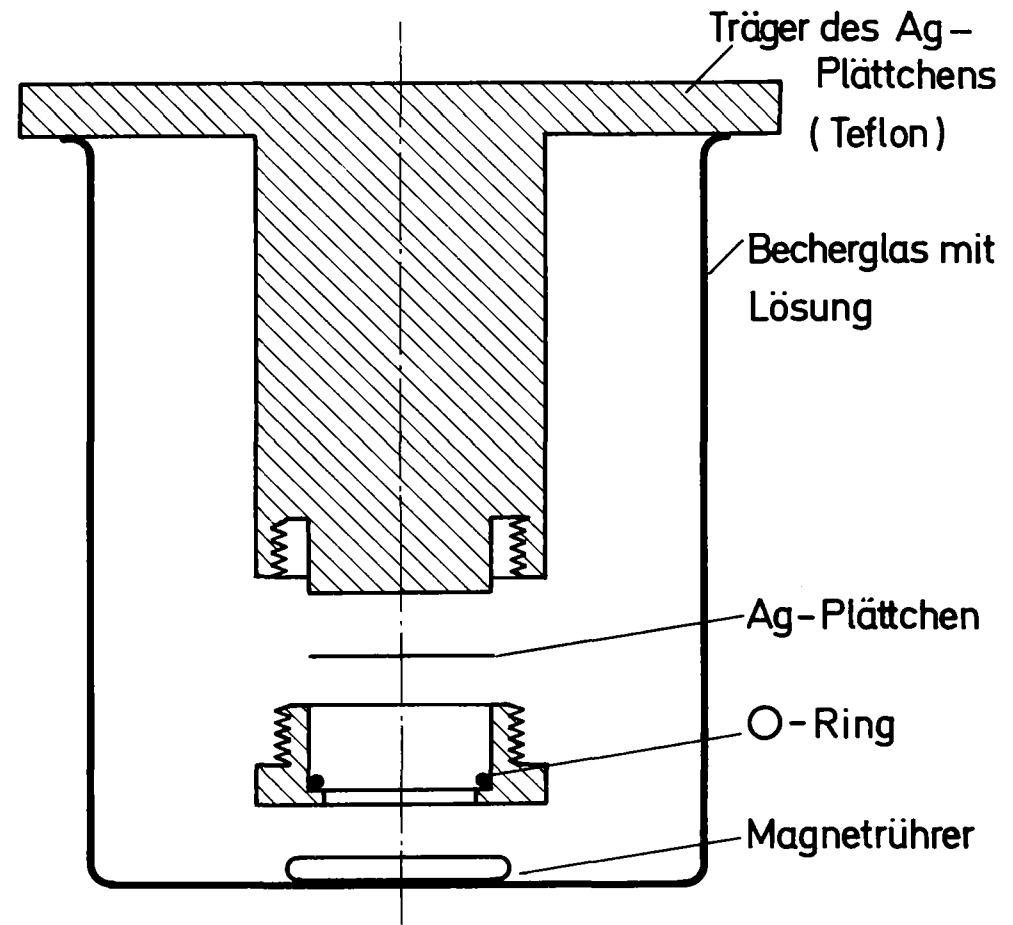
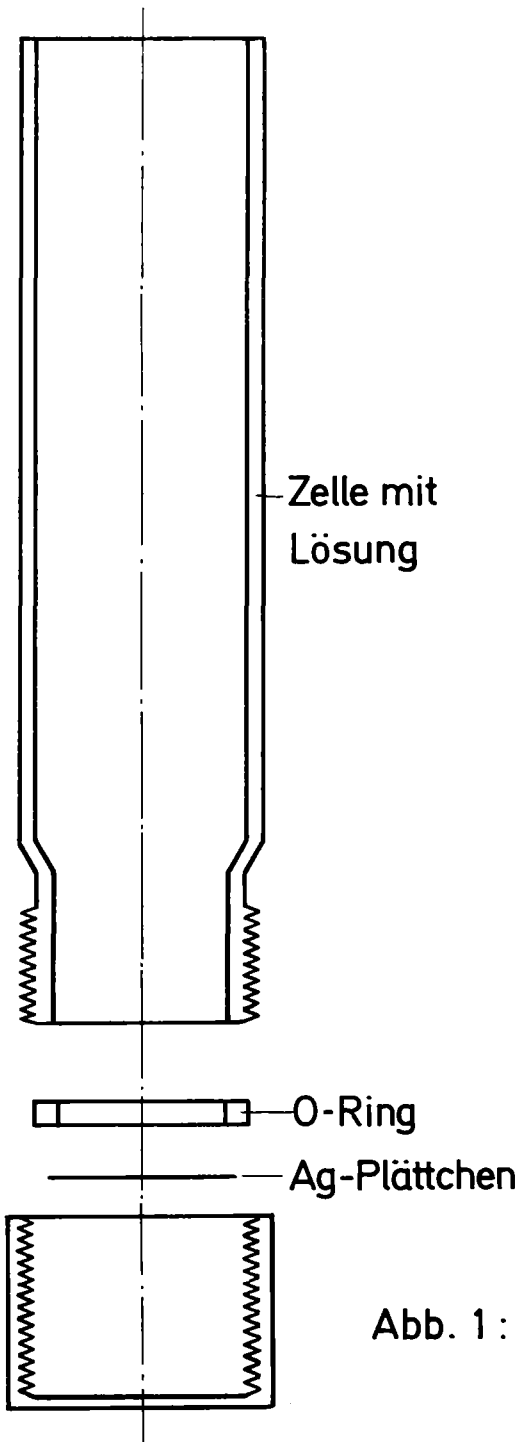


Abb. 2: Zelle B

zentrierter HCl und abermals mit deionisiertem Wasser gewaschen. Die Plättchen wurden bis zur Verwendung in Athanol gelagert.

Für die Messung des Poloniumgehalts wurde ein α -Spektrometer und ein Oberflächensperrschichtdetektor der Firma Canberra, Frankfurt, verwendet. Seine Zählausbeute betrug 30%. Wurden Experimente nur mit dem Po-208 Standard durchgeführt, wurde ein Proportionalzählrohr mit Antikoinzidenzabschirmung verwendet.

Reagenzien. Alle Reagenzien waren p.a. Qualität und von der Firma Merck, Darmstadt. Der Po-208-Standard wurde bei der Firma Amersham gekauft. Kalibriert wurde durch Eindampfen eines bekannten Volumens unter der Infrarotlampe und α -Aktivitätsmessung mit einem geeichten Zählrohr. Die verwendete Lösung enthielt $16,2 \pm 0,4$ pCi/ml.

3. Die Entwicklung einer radiochemischen Methode für Po-210

Ein erster Vergleich wurde zwischen der Deposition von Polonium auf Silberplättchen und der Deposition auf Kupferplättchen durchgeführt. Es wurde Zelle A verwendet. Aus den Ergebnissen, die in Tab. 1 wiedergegeben sind, wurde geschlossen, daß die chemische Ausbeute der Deposition für Silber- und Kupferplättchen gleich groß ist. Verwendet man Kupfer für die Abscheidung von Polonium, so wird bei diesem, wie bei Silberplättchen ein Teil des nichtgetragerten Bi-210 abgeschieden. Verwendet man einen Rückhalteträger für Wismut, dann scheidet sich auf Kupfer ein schwarzes Bi-Pulver ab, während auf Silber keine Abscheidung erfolgt (Tab. 2). Daher wurde entschieden, für diese Untersuchung Silberplättchen zu verwenden, um eine zusätzliche β -Messung zu vermeiden. Diese zusätzliche β -Messung wäre notwendig, um die Veränderung der Po-210-Aktivität am Plättchen durch zerfallendes Bi-210 zu berechnen.

Die Verwendung von Zelle A ohne Rühren der Lösung erwies sich als unvorteilhaft, da sehr lange Depositionszeiten notwendig waren, um eine quantitative Abscheidung von Polonium zu erreichen (Abb. 3). Das Rühren der Lösung mittels eines mechanischen Rührers erhöhte selbstverständlich die Depositionsgeschwindigkeit (Abb. 3). Wie später noch beschrieben

Tabelle 1: Chemische Ausbeute der Polonium-Deposition auf Kupfer- und Silberplättchen. Lösungstemperatur 66°C, Zelle A, Depositionsdauer 2 h, Lösungsvolumen 50 ml. Die Lösung bestand aus 1 g Hydroxylaminhydrochlorid in 1 M HCl (Kupfer) und 0,5 M HCl (Silber)

Experiment Nr.	Chemische Ausbeute in %	
	Kupfer	Silber
1	43,2	42,5
2	42,9	42,8
3	44,7	46,2
Mittelwert	43,6	43,8

Tabelle 2: Bi-210 Deposition auf Kupfer- und Silberplättchen. Lösungstemperatur 85-90°C, Zelle B, Lösungsvolumen 50 ml. Die Lösung bestand aus 1 g Hydroxylaminhydrochlorid in 1 M HCl (Kupfer) und 0,5 M HCl (Silber)

Parameter der Experimente			Chemische Ausbeute der Bi-210 Deposition in %
Metall	Depositionsdauer in h	Träger in mg	
Cu	1	0	40
Cu	2	0	63
Cu	3	0	81
Ag	2	0	28
Ag	2	10	0

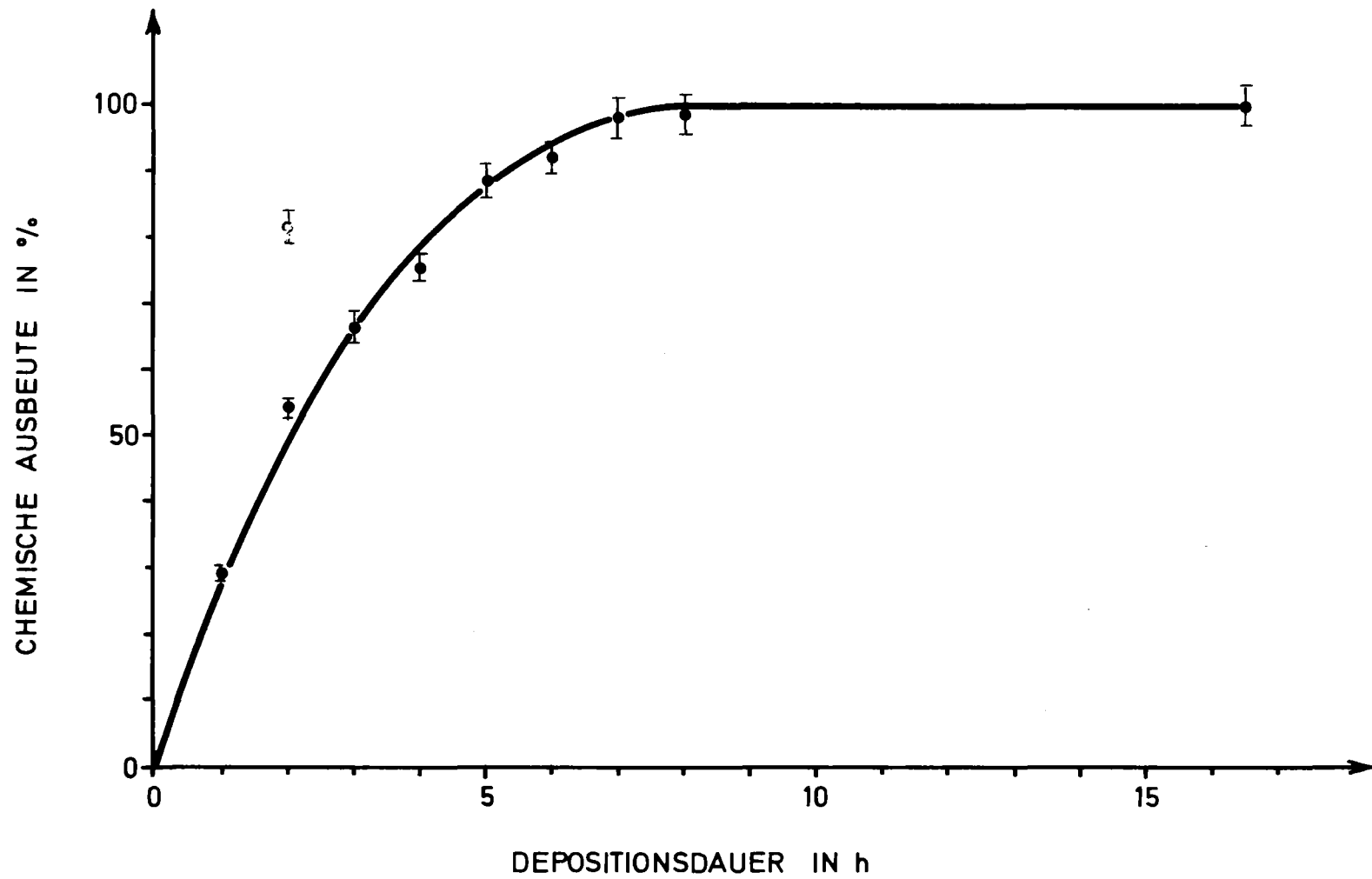


Abb. 3 : ZEITABHÄNGIGKEIT DER Po -DEPOSITION AUF Ag -PLÄTTCHEN. ZELLE A. •-OHNE RÜHREN. ◦- MIT RÜHREN.

wird, erwies sich die Deposition als besonders wirkungsvoll, wenn sie im Temperaturbereich von 90-95°C durchgeführt wurde. Die Einführung eines Rührers erlaubte keinen dichten Abschluß der heißen Lösung von der Umgebung. Daher mußten in regelmäßigen Abständen kleine Portionen von 0,5 M HCl zugesetzt werden, um die Verdampfungsverluste zu kompensieren.

Die Verwendung der Depositionszelle B (Abb. 2) vermeidet diesen Nachteil, da der Plättchenhalter selbst das Becherglas verschließt. Der Temperatureinfluß (Abb. 4), sowie der Einfluß des Lösungsvolumens (Abb. 5) und der Depositionszeit in Abhängigkeit von der HCl-Konzentration (Abb. 6) auf die Deposition von Polonium wurden studiert. Wie aus dem allgemeinen Mechanismus der spontanen Deposition zu erwarten war, wurde eine besonders wirksame Deposition von Polonium auf Silberplättchen bei höheren Temperaturen und kleinem Lösungsvolumen erreicht. Beim Gebrauch der Zelle B erwiesen sich 50 ml 0,5 M HCl Lösung bei 90-95°C als geeignete Depositionsbedingung, um eine quantitative Abscheidung von Polonium nach einer Stunde zu erhalten. Die Erhöhung der HCl-Konzentration scheint die Depositionsdauer etwas zu erhöhen.

Vor der Deposition von Polonium müssen oxidierende Substanzen wie Fe^{+3} durch Reduktion beseitigt werden [2-5]. Verschiedene Reduktionsmittel wurden untersucht (Tab. 3). Von den untersuchten Reduktionsmitteln erwies sich Hydroxylaminhydrochlorid und Ascorbinsäure als die am besten geeigneten. Die ungeeigneten Reduktionsmittel waren TiCl_3 und SnCl_2 , wahrscheinlich weil diese Reduktionsmittel Polonium bis zum metallischen Zustand reduzierten. Der benützte Rückhalteträger Bi^{+3} hat keinen Einfluß auf die Ausbeute der Polonium-Deposition, wenigstens bis zu Konzentrationen von 2 mg/ml (Abb. 7).

Zur Naßveraschung von Pflanzenproben wurden Königswasser, HCl, $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ und $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ untersucht. Die drei erstgenannten Methoden führten manchmal zu schwarzen Lösungen, die nicht entfärbt werden konnten; dies konnte nicht beobachtet werden bei der Verwendung der Mischung von $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$. Verschiedene Mengen von Kiefernadeln wurden mit HNO_3 und H_2O_2 naß verascht. Abgesehen von der Schwankung der chemischen Ausbeute der

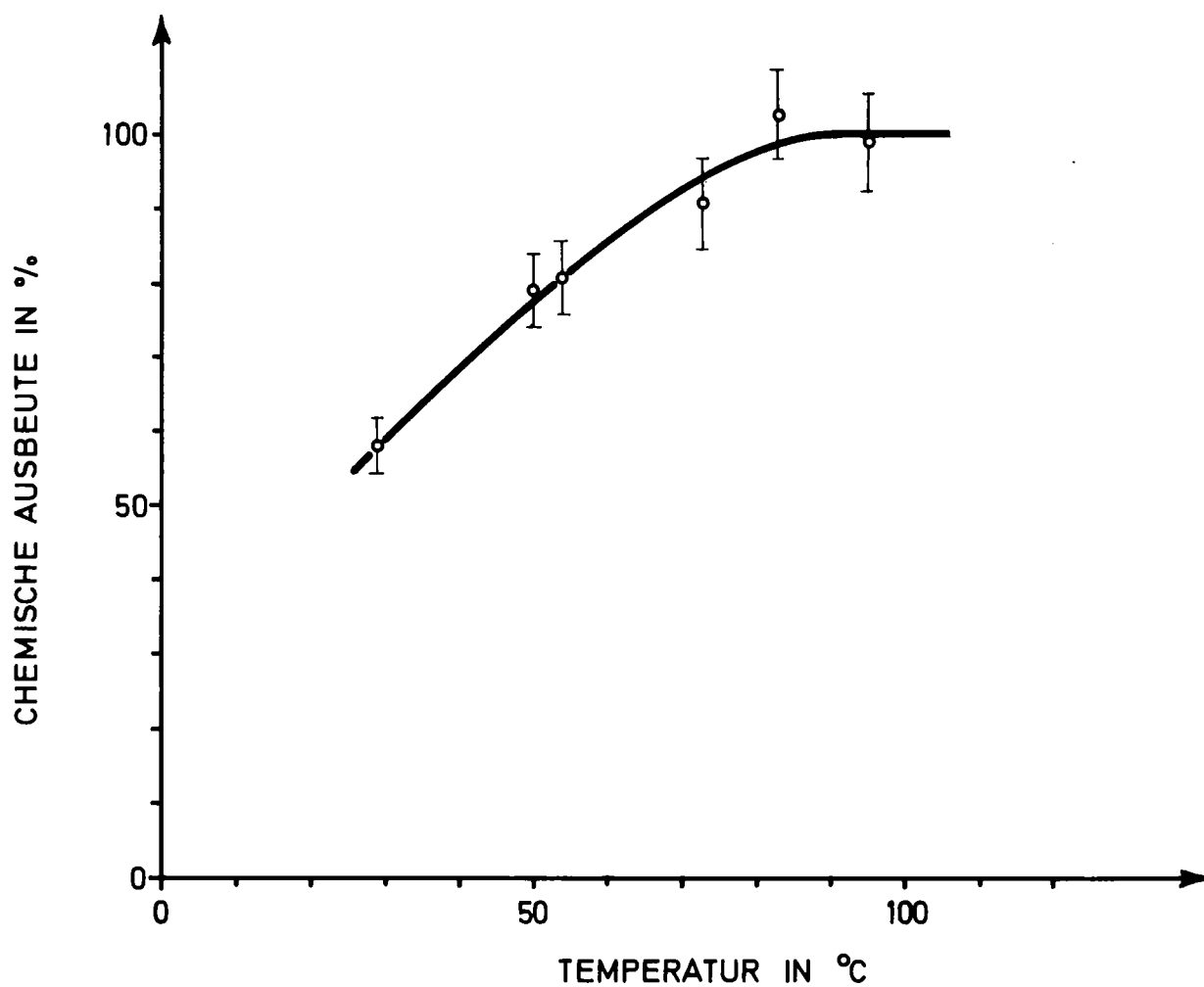


Abb. 4 : TEMPERATURABHÄNGIGKEIT DER Po -DEPOSITION AUF Ag-PLÄTTCHEN. ZELLE B. DEPOSITIONSDAUER 1h. 50ml 0,5M HCl UND 1g $NH_2OH \cdot HCl$.

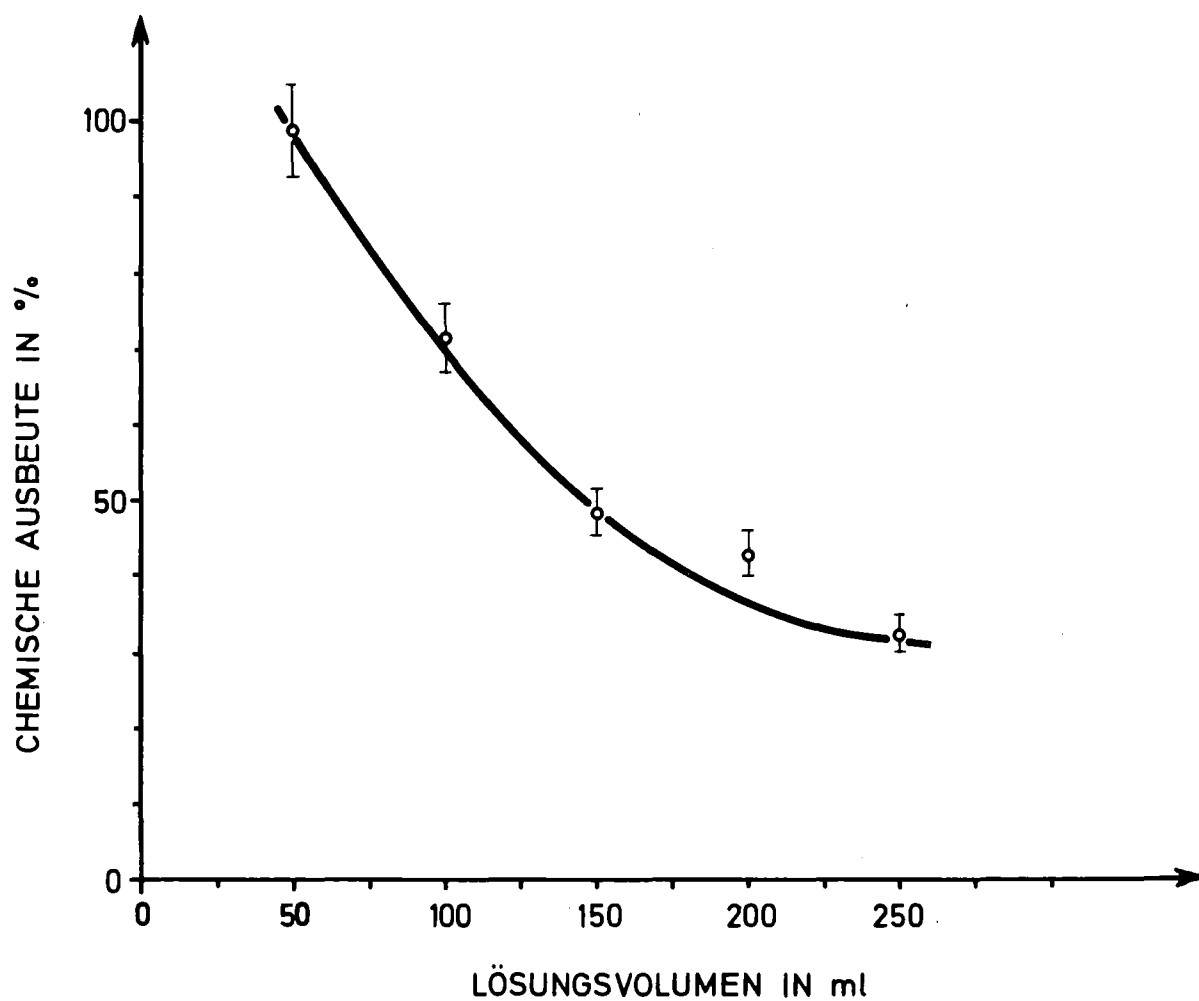


Abb. 5: ABHÄNGIGKEIT DER Po-DEPOSITION VOM VOLUMEN
0,5 M HCl (+1g NH₂OH · HCl) DEPOSITIONSDAUER 1h,
90-95 °C.

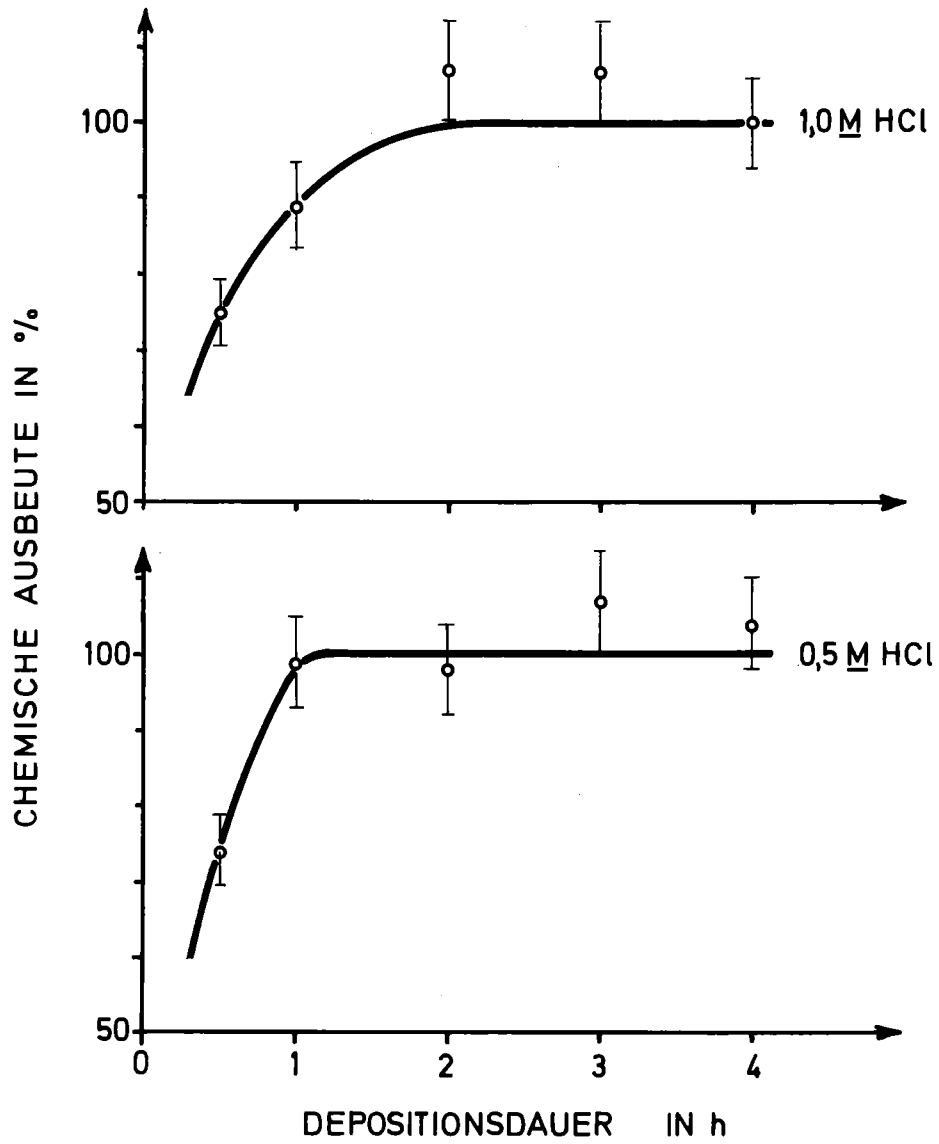


Abb. 6: Po-DEPOSITION IN ABHÄNGIGKEIT VON DER DEPOSITIONSDAUER UND DER HCl-KONZENTRATION

Tabelle 3: Einfluß des Reduktionsmittels auf die Deposition von Polonium. Lösungstemperatur 85-90°C, Depositionsdauer 1 h, Zelle B, Lösungsvolumen 50 ml 0,5 M HCl + 0,3 M am Reduktionsmittel

Reduktionsmittel	Chemische Ausbeute in %
Ascorbinsäure	100,0
Hydroxylamin-hydrochlorid	99,1
Hydrazin	92,3
Ameisensäure	91,9
Formaldehyd	84,7
SnCl ₂	37,2
TiCl ₃	13,8

Tabelle 4: Chemische Ausbeute und Po-210-Gehalt einer Kiefernadelprobe bei Verwendung verschiedener Mengen Probematerial zur Polonium-Analyse

Probenmenge in g trocken	Chemische Ausbeute in %	Po-210-Konzentration in pCi/g trocken
1	87,8	0,153 ± 0,017
5	102,3	0,150 ± 0,009
10	60,0	0,156 ± 0,008
20	84,2	0,147 ± 0,006
Mittelwert		0,152 ± 0,004

Tabelle 5: Poloniumausbeute nach einer Probenbehandlung mit HF+HNO₃ in einer Platinschale. Probematerial: Luftstaubfilter

Auskochmethode	Chemische Ausbeute in %
25 ml 0,5 M HCl	93,3
25 ml 0,5 M HCl	5,6
50 ml 0,5 M HCl+Al ³⁺	1,1
Summe	100,0

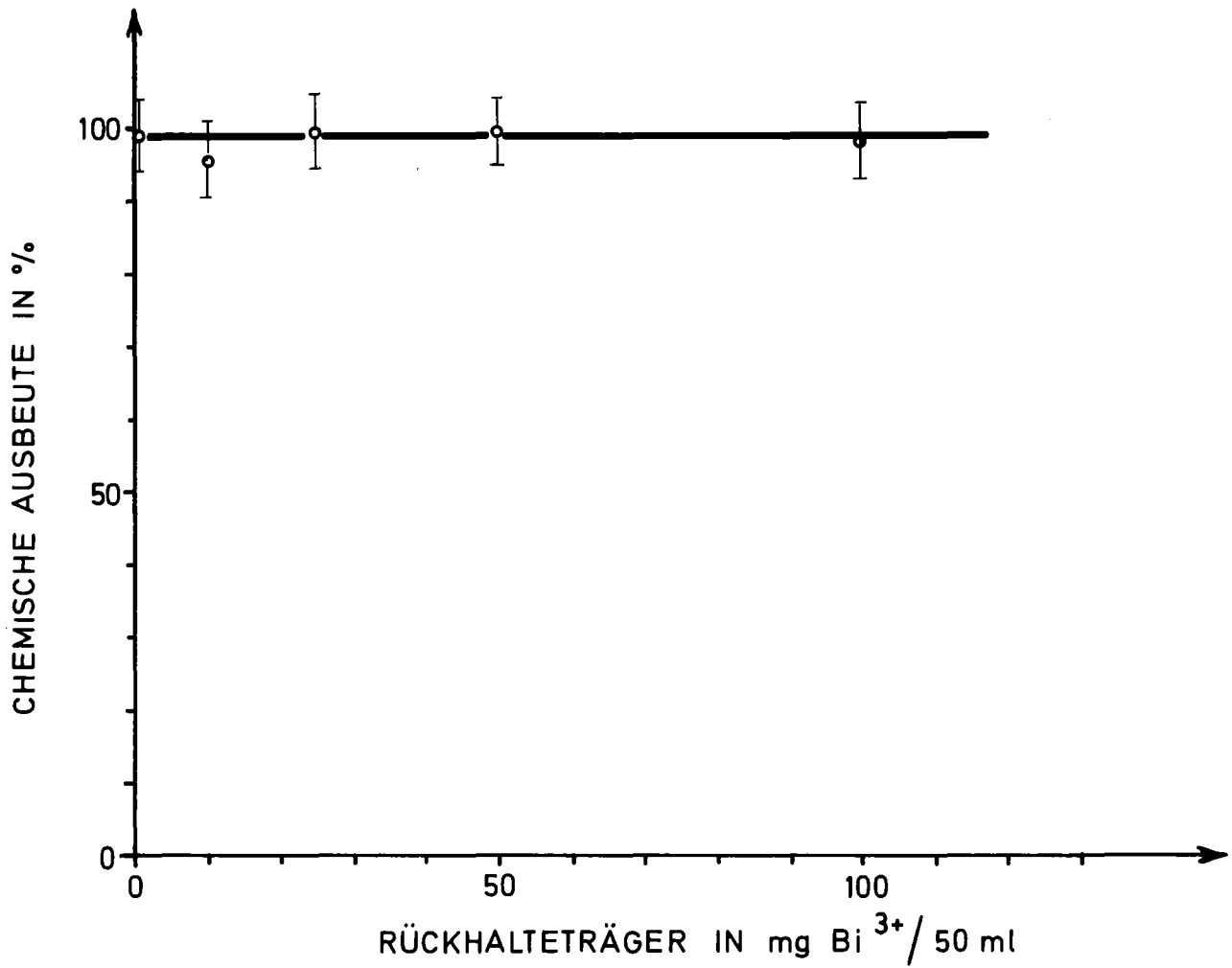


Abb: 7: AUSBEUTE DER Po-DEPOSITION IN ABHÄNGIGKEIT VON DER KONZENTRATION DES RÜCKHALTETRÄGERS Bi³⁺ FÜR Bi-210. ZELLE B. DEPOSITIONSDAUER 1h. 50ml 0,5 M HCl (+ 1g NH₂ 6H·HCl), 90-90 °C.

Poloniumdeposition (Tab. 4), ist zu bemerken, daß reproduzierbare Ergebnisse wenigstens bis zu Probemengen von 20 g getrockneter Substanz erhalten werden können.

Erd- und Glasfaserfilterproben wurden mit HF+HNO₃ in einer Platinschale behandelt. Die Benützung von Platinschalen führte nicht zu niedrigeren chemischen Ausbeuten, wie sie in [6] beschrieben werden. In Tab. 5 werden die Ergebnisse einer wiederholten Auskochung eines Rückstandes eines mit HF und HNO₃ aufgeschlossenen Luftstaubfilters mit zweimal 25 ml 0,5 M HCl und einmal mit 50 ml 0,5 M HCl+3 ml gesättigter AlCl₃-Lösung wiedergegeben. Die Verwendung solcher Lösungen für die direkte Deposition von Polonium auf Silberplättchen kann in einzelnen Fällen bei Erd-, Sediment- und Glasfaserfilterproben zu α -Spektren schlechter Qualität führen. Die Mitfällung von Polonium mit Tellur als erste Abtrennung des Poloniums aus der Lösung wurde verwendet, um die genannten Schwierigkeiten zu beseitigen. Nach dieser Vorreinigung des Poloniums wurden beim α -Spektrum Auflösungen von ca. 60 keV erreicht. Blindproben mit und ohne Te- Mitfällung wurden durchgeführt; auf den so erhaltenen Präparaten konnte keine α -Aktivität gemessen werden.

Bestimmte Arten von Probematerial wie z.B. Fisch enthalten große Mengen Salz. Um diese Salzengen aufzulösen, waren mehr als 50 ml der 0,5 M HCl notwendig. In diesem Fall ist es sinnvoll, das Gesamtvolumen für die Deposition zu verwenden, auch dann, wenn keine quantitative Deposition mehr erreicht werden kann. Eine Verlängerung der Depositionsdauer führt auch hier zu einer Erhöhung der chemischen Ausbeute der Poloniumdeposition.

4. Anwendung der radiochemischen Methode zur Bestimmung von Po-210 in Umweltproben

Um die Konzentration von Po-210 in Umgebungsproben zu messen, wurden eine Reihe von Analysen durchgeführt (Tab. 6-10). Die Po-210-Aktivitäten, welche in den Probematerialien gefunden wurden, sind vergleichbar mit den Werten, die in der Literatur genannt werden [8]. Bei der Durchführung der Analysen traten keinerlei Schwierigkeiten auf, so daß die hier

Tabelle 6: Ergebnisse der Polonium-Analyse von Oberflächenwässern

Probe	Po-210-Konzentration in pCi/l
Baggersee Leopoldshafen	0,046 ± 0,003
Baggersee Blankenloch	0,032 ± 0,002
Pfinz	0,035 ± 0,003
Altrhein	0,011 ± 0,001
Murg	0,032 ± 0,003
Oos	0,033 ± 0,003
Alb	0,039 ± 0,004
Rhein	1,68 ± 0,06

Tabelle 7: Ergebnisse der Polonium-Analysen von Erdproben

Probe	Po-210-Konzentration in pCi/g trocken
H2D	1,39 ± 0,04
H2E	0,73 ± 0,02
M69	0,97 ± 0,03
H3C	0,68 ± 0,02
H3D	0,75 ± 0,02
H3E	0,59 ± 0,02

Tabelle 8: Ergebnisse der Polonium-Bestimmung in verschiedenen Pflanzenproben

Probe	Po-210-Konzentration in pCi/kg naß
Gras	39,3 ± 1,5
Schafgarbe	29,1 ± 2,0
Eichenlaub	51,7 ± 3,0
Kiefernnadeln	254 ± 15 ¹⁾
Akazie	24,7 ± 3,8
Huflattich	145 ± 8

¹⁾ Diese Konzentration wurde auf kg Trockgewicht bezogen

Tabelle 9: Ergebnisse der Polonium-Bestimmung in Lebensmitteln

Probe	Po-210-Konzentration in pCi/kg frisch
Pilze	16,9 ± 1,0
Eiweiß	≤ 2 ¹⁾
Wein	0,4 ± 0,1
Leitungswasser	0,003 ± 0,001
Bier	≤ 0,002
Brot	2,2 ± 0,8
Fleisch	1,5 ± 0,2
Fisch	3,2 ± 0,2
Paranüsse	26,0 ± 3,0
Kohl	3,9 ± 0,3
Kopfsalat	3,9 ± 0,2

¹⁾ Dieser Wert ist auf ein Ei bezogen

Tabelle 10: Ergebnisse der Polonium-Bestimmung in Proben der Umgebungsluft

Probe	Po-210-Konzentration in fCi/m ³
Forsthaus-Juni	2,12 ± 0,07
M-NO- Juni ¹⁾	2,50 ± 0,08
Forsthaus - Juli	3,07 ± 0,07
M-NO - Juli	2,52 ± 0,05
M-W - Juli	3,35 ± 0,08
M-W - August	9,4 ± 0,4
Forsthaus-August	2,0 ± 0,3

¹⁾ M-NO = Meßhütte Nordost, M-W = Meßhütte West

beschriebene Methodik für alle genannten Umweltmaterialien voll verwendbar ist. Die chemischen Ausbeuten liegen im allgemeinen bei 60-80%. Die Nachweisgrenze pro Probe liegt im Bereich von 0,002 pCi. Eine relativ große Zahl von Proben kann gleichzeitig von einem Assistenten verarbeitet werden. Damit sind die Voraussetzungen für das Studium des Verhaltens von Polonium in der Umwelt und speziell für die Bestimmung wichtiger Transferfaktoren für das Element Polonium in der Biosphäre geschaffen.

Besonderen Dank schulden wir der Gruppe Spektrometrie der HS/R unter Leitung von Herrn Dipl.-Phys. H. Fessler für die Durchführung von α -spektrometrischen Messungen.

5. Literatur

- [1] MOORE H.E., MARTELL E.A. und POET S.E. "Sources of Polonium-210 in Atmosphere", Environmental Science and Technology, 10 (6), 586-591, 1976
- [2] FLYNN W.W. "The Determination of Low Levels of Polonium-210 in Environmental Samples", Analytica Chimica Acta 43, 221-227, 1968
- [3] BLANCHARD R.L. "Rapid Determination of Lead-210 and Polonium-210 in Environmental Samples by Deposition on Nickel", Analytical Chemistry 38 (2), 189-192, 1966
- [4] FIGGINS p.E. "The Radiochemistry of Polonium", NAS-NS-3037
- [5] KOLTHOFF I.M. und ELVING P.J. "Treatise on Analytical Chemistry" Part II, Vol. 6, Interscience Publishers, USA, 1961
- [6] RUSHING D.R., GARCIA-W.J. und CLARK D.A. "The Analysis of Effluents and Environmental Samples from Uranium Mills and of Biological Samples for Radium, Polonium and Uranium", Proceedings of the Symposium on Radiological Health and Safety in Mining and Milling of Nuclear Materials - Volume II, pages 184-230, Vienna, IAEA, 1964
- [7] LADINSKAYA L.A., PARFENOV Y.D., POPOV D.K. und FEDOROVA A.V. " ^{210}Pb and ^{210}Po Content in Air, Water, Foodstuffs and the Human Body", Arch. Environ. Health 27, 254-258, 1973
- [8] PARFENOV Y.D. "Polonium-210 in the Environment and in the Human Organism", Atomic Energy Review 12(1), 75-144, 1974

A n h a n g =====

Die radiochemische Methode zur Bestimmung von Po-210 in verschiedenen Probematerialien

1. Probenvorbereitung

1.1 Wasser

Dampfe 10 l Probe in einem Umlaufverdampfer auf 200 ml ein. Überführe die 200 ml in einen 500 ml Becher, gebe 1 ml Po-208 zur Bestimmung der chemischen Ausbeute hinzu und versetze mit 10 ml konzentrierter HNO_3 . Dampfe ein zur Trockene am Wasserbad. Der Rückstand wird mit 20 ml Königswasser und nachfolgend mit 5 ml konzentrierter HCl abgeraucht. Löse den Rückstand mit 50 ml 0,5 M HCl und überführe ihn in ein 150 ml Becherglas für die Poloniumdeposition.

1.2 Pflanzen

Die Probe wird bei 80°C getrocknet und gemahlen. 10 g werden in einen 250 ml Erlenmeyer-Kolben überführt, 1 ml Po-208-Lösung zugesetzt, 60 ml konzentrierte HNO_3 zugesetzt und über Nacht stehen gelassen. Setze langsam 10 ml 30%iges H_2O_2 hinzu, bedecke den Becher nachdem die Reaktion weitgehend abgeklungen ist und erhitze langsam zum Sieden. Nach zwei Stunden kochen, kühle und filtriere. Die Lösung wird am Wasserbad zur Trockene eingedampft. Mit 5 ml konzentrierter HCl wird aufgenommen und abermals zur Trockene eingedampft. Löse den Rückstand in 50 ml 0,5 M HCl und überführe in ein 150 ml Becherglas für die Poloniumdeposition.

1.3 Fleisch, Fisch und Eier

Zur Probe in einem Erlenmeyer-Kolben gebe 1 ml Po-208-Lösung, 2 ml konzentrierte HNO_3 /g Probe bis 50 g und 1 ml konzentrierte HNO_3 /g Probe

über 50 g; lasse über Nacht stehen. Erhitze langsam bis zum Kochen und lasse kochen bis eine klare Lösung erhalten wird. Wenn notwendig extrahiere das Fett mit CCl_4 . Dampfe die Lösung ein bis zur Trockene am Wasserbad, gebe 60 ml Königswasser zu und dampfe abermals am Wasserbad bis zur Trockene ein. Es wird mit 10 ml konzentrierter HCl abgeraucht und der trockene Rückstand mit 0,5 M HCl aufgenommen. Für 200 g-Proben Fisch sind 250 ml 0,5 M HCl notwendig. Um die Nachweisgrenze der Methodik zu senken, verwendet man die gesamte Lösung für die Poloniumdeposition und erhöht die Depositionsdauer.

1.4 Wein und Bier

Zu 1 l Probe gebe 1 ml Po-208-Lösung, 10 ml konzentrierte HNO_3 und dampfe ein zur Trockene am Wasserbad. Behandle den Rückstand mit 60 ml Königswasser und setze fort wie unter 1.3.

1.5 Erde und Sedimente

Wiege 10 g getrocknete Probe in einer Platinschale ein, füge 1 ml Po-208-Lösung zu und dampfe 3 mal mit 10 ml 40%-iger HF und 10 ml konzentrierter HNO_3 am Wasserbad zur Trockene ein. Überführe den Rückstand in ein 250 ml-Becherglas mit 10 ml konzentrierter HNO_3 , füge 30 ml konzentrierte HCl zu und dampfe zur Trockene am Wasserbad ein. Füge 5 ml konzentrierte HCl zu und rauche zur Trockene ab. Lauge den Rückstand mit 25 ml heißer 1 M HCl aus, zentrifugiere und überführe die Lösung in ein 150 ml-Becherglas. Wiederhole diese Auslaugung und vereinige die beiden Lösungen.

Füge 5 ml 20%-iger Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung in 1 M HCl zu, gebe 1 ml Te-Trägerlösung zu (10 mg Te als $\text{H}_2\text{TeO}_4/\text{ml}$) und erhitze bis zum Kochen. Füge 25 ml 1 M HCl mit 100 mg SnCl_2/ml zu und lasse 10 Minuten kochen. Kühle. Es wird über ein Blaubandfilter filtriert. Wasche den Niederschlag mit 10 ml 1 M HCl + 1 Tropfen SnCl_2 -Lösung. Reserviere den Niederschlag und zur Lösung füge 1 ml der Te-Trägerlösung zu. Koche 10 Minuten, filtriere und wasche wie beim ersten Mal. Die Lösung wird verworfen. Löse den Niederschlag am Filterpapier mit 25 ml 1%-iger Br_2 -Lösung in

1 M HCl. Vereinige die beiden Lösungen, koche um das Br₂ zu vertreiben, füge 5 ml 24%-iges N₂H₅OH zu und lasse 10 Minuten kochen, kühle und filtriere in ein 150 ml-Becherglas. Wasche mit 5 ml deionisiertem Wasser. Wiederhole das Kochen für weitere 10 Minuten, wenn abermals ein Niederschlag entsteht wird ein zweites Mal filtriert. Die Lösung wird für die Poloniumdeposition verwendet.

1.6 Glasfaserfilter

Schneide die Probe in kleine Stücke und gebe sie in eine Platinschale. Füge 1 ml Po-208-Lösung zu, versetze mit 40 ml 40%-iger HF und 10 ml konzentrierter HNO₃. Dampfe ein zur Trockene am Wasserbad und überführe den Rückstand in ein 250 ml-Becherglas mit 10 ml konzentrierter HNO₃. Setze fort wie bei den Erd- und Sedimentproben.

2. Die Poloniumdeposition

Das Becherglas mit der von der Probenvorbereitung erhaltenen Lösung wird auf eine Heizplatte mit Magnetrührer gesetzt. Füge 1 g Hydroxylaminhydrochlorid zu (außer bei Erd-, Sediment- und Glasfaserfilterproben) und erhitze auf 85-90°C. Bringe den Träger des Silberplättchens entsprechend Abb. 2 in das Becherglas, wobei darauf geachtet werden muß, daß keine Luft an der Silberplatte eingeschlossen wird. Rühre 1½ Stunden, entferne das Plättchen, wasche mit deionisiertem Wasser und Äthanol, trockne bei Raumtemperatur und bringe das Plättchen zu α-Spektrometrie.