

Die Isotopenzusammensetzung von Uranproben haben D. CVJETIĆANIN, V. BU-LOVIĆ und K. ZMBOV [1] durch α -Spektrometrie bestimmt. Als Meßgerät wurde eine Ionisationskammer nach FRISCH (Tracerlab RLD-1, Arbeitsgas 90% Argon—10% Methan, Druck 1,33 atm., Strömungsgeschwindigkeit 30—50 ml/min) und ein 256-Kanal-Impulshöhenanalysator (RCL, Modell 20623) verwandt; die Halbwertsbreite des ^{234}U -Peaks in dieser Anordnung beträgt 67 keV. Zur Abtrennung störender anderer α -Strahler wird Uran nach Auflösen der Probe in Salpetersäure mit Äther extrahiert; nach Rückextraktion werden Th und Pa durch Zugabe von Fe^{3+} und $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lösung ausgefällt. Aus dem Filtrat fällt man Uran mit Ammoniaklösung aus und reinigt es durch nochmalige Ätherextraktion sowie durch Papierchromatographie. Unmittelbar anschließend wird das Uran (etwa 300 μg) aus einer 0,15 m NH_4NO_3 enthaltenden 0,1 n salpetersauren Lösung auf eine Stahlkathode von 45 mm Durchmesser elektrolysiert; die Stromstärke beträgt dabei 80—100 mA/cm², als Anode wird eine Platinscheibe von 33 mm Durchmesser in 2—2,5 cm Abstand von der Kathode eingesetzt, eine Elektrolysendauer von 3 Std reicht zur quantitativen Abscheidung des Urans aus. Bei der Bestimmung von ^{235}U -Gehalten zwischen 0,27 und 1,92% betragen die Standardabweichungen 0,025—0,050%; ein Vergleich mit den Ergebnissen der massenspektrometrischen Analyse zeigt nicht in allen Fällen Übereinstimmung innerhalb der Fehlergrenzen.

[1] Bull. Inst. Nucl. Sci., „Boris Kidrič“ **16**, 233—244 (1965). Hot Lab. Dept. a. Dept. Analysis and Measurements. K. H. NEEB

Mit den Möglichkeiten zur Bestimmung der Uranisotope durch Atomabsorptionsspektrometrie hat sich J. A. GOLEB [1] befaßt. Wegen der unzureichenden Verdampfbarkeit der Uranverbindungen in den konventionellen Flammen ist es notwendig, sowohl als Emissions- als auch als Absorptionsquelle Hohlkathodenentladungsröhren zu verwenden; dabei kann die zu analysierende Substanz entweder in die Emissionsröhre oder in die Absorptionsröhre eingesetzt werden. In beiden Fällen wird in die zweite Röhre eine Uranverbindung bekannter isotopischer Zusammensetzung eingebracht. Bei Auswertung der Resonanzlinie bei 5027 Å (deren Isotopenshift $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ etwa 0,10 Å beträgt) stört die Anwesenheit kleinerer Gehalte an ^{234}U und ^{236}U nicht; soll die Gesamtkonzentration an Uran auf diesem Wege bestimmt werden, so ist zu beachten, daß der Isotopenshift bei dieser Linie wesentlich größer als die Linienbreite ist. Die Eichkurve verläuft bei Einbringen der Analysesubstanz in die Emissionsröhre für ^{238}U -Gehalte von 0—100% geradlinig; die Übereinstimmung mit der Massenspektrometrie ist sowohl für Proben in der Emissionsröhre als auch in der Absorptionsröhre gut.

[1] Anal. Chim. Acta **34**, 135—145 (1966). Argonne Nat. Lab., Argonne, Ill. (USA). K. H. NEEB

Die Abtrennung des Urans von anderen Metallionen und Phosphat kann nach J. KORKISCH und S. S. AHLUWALIA [1] durch Kombination von *Kationenaustausch und Solventextraktion* erfolgen. — *Ausführung.* Zur Trennung verwendet man Säulen für 1 g Harz (0,5 cm \varnothing) und 10 g Harz (1 cm \varnothing). Das Harz (Dowex 50, X8; 100 bis 200 mesh, H-Form) wird in der Elutionslösung, bestehend aus 9 Teilen Tetrahydrofuran und 1 Teil 6 n Salpetersäure, aufgeschlämmt, in die Säule gefüllt und mit weiteren 20 ml Elutionslösung vorbehandelt. 5 ml der Probelösung (90%ig an THF, 10%ig an 6 n Salpetersäure) werden ohne Anwendung von Druck durch die Säule geschickt, die anschließend mit 100 ml Elutionslösung nachgewaschen wird. Das Uran, das sich in den vereinigten Eluaten befindet, wird fluorimetrisch bestimmt. — Arbeitet man mit einer 10-g-Säule, sind sowohl das erste Eluat als auch die folgenden 50 ml Elutionslösung uranfrei (wenn die Gesamtmenge Uran 10 mg nicht übersteigt),