

1 Aufgabenstellung

- 1.1 Aufnahme der Zählrohrcharakteristik eines Geiger-Müller-Zählrohrs
- 1.2 Radiometrische Bestimmung der Konzentration einer K_2CO_3 -Lösung
- 1.3 (Physiker) Abtrennung des Radionuklids $^{234\text{m}}\text{Pa}$ aus einer Uran/Uranfolgeproduktlösung und Bestimmung seiner Halbwertszeit

2 Versuchsdurchführung

Reihenfolge: Zur Optimierung des Versuchsablaufs sollte unmittelbar nach einer kurzen Einweisung mit der ersten Zählmessung für die 4-molare Standardlösung begonnen werden. Dazu muss zuvor eine vorläufige Arbeitsspannung festgelegt werden. Während dieser 1000 s langen Messung kann das Eingangstestat erfolgen. Die Bestimmung der Zählrohrcharakteristik erfolgt direkt im Anschluss mit derselben Lösung.

Da es vorteilhaft ist, mit abnehmender Konzentration zu messen, wird danach zuerst die Messung für die unbekannte Lösung durchgeführt und zuletzt die Messung der Nulllösung. Zwischendurch werden Zählrohr und Probenbecher jeweils zweimal mit Leitungswasser und destilliertem Wasser gespült. Für die abschließende Messung des Nulleffekts befindet sich dann nur noch sauberes Wasser im Messbecher – was eine abschließende Reinigung erübrigt.

Zur Bestimmung der Halbwertszeit von $^{234\text{m}}\text{Pa}$ (nur Studierende mit Physik im Hauptfach) finden Messung und deren Auswertung parallel statt.

2.1 Vorbereitung

Der Probenbehälter wird mit 25 ml Standardlösung (4 Mol/l K_2CO_3) gefüllt und mit dem Bajonettverschluss arretiert. Zur Bestimmung der Einsatzspannung U_E wird die Zählrohrspannung U am PC – beginnend mit dem Wert $U=300$ V – vorsichtig erhöht, bis erste Impulse auftreten. Liegt diese oberhalb von 330 V, ist von einem defekten Zählrohr auszugehen und der Betreuer zu benachrichtigen. Nach der Ermittlung von U_E wird eine vorläufige Arbeitsspannung U_A gemäß $U_A = U_E + 100$ V festgelegt. Dieser Wert wird später durch die Aufnahme der Zählrohrcharakteristik verifiziert (siehe 2.3).

2.2 Radiometrische Kaliumbestimmung (Standardlösung)

Für die radiometrische Kaliumbestimmung wird von einem linearen Zusammenhang zwischen Konzentration (und damit spezifischer Aktivität) und gemessener Zählrate ausgegangen. Bei gleicher Messzeit für Standardlösung, unbekannte Lösung und Nulleffekt sind die jeweils gemessenen Impulszahlen N_I , N und N_0 und die Konzentration c_I der Standardlösung für die Bestimmung der Konzentration der unbekanntes Lösung ausreichend.

Das Messprogramm sollte selbsterklärend sein. Für alle drei Messungen zur radiometrischen Bestimmung der Kaliumkonzentration wählen Sie Messzeit/Zyklus = 1s und Zyklenzahl = 1000 vor und starten die Messung. Für die statistische Auswertung der Messreihen sollten Sie die auf dem PC vorhandenen Tabellenkalkulationsprogramme bzw. ORIGIN[®] nutzen. Sollten Sie damit Schwierigkeiten haben, steht notfalls ein vorgefertigtes Programm AuswFZ.exe (ggf. suchen und in eigenes Verzeichnis kopieren) zur Verfügung. Zwischen den Messserien für die Standardkonzentration und die unbekannte Lösung wird mit der Standardlösung die Zählrohrcharakteristik aufgenommen. Nach Messung der Zählrohrcharakteristik bitte nicht vergessen, die Arbeitsspannung erneut richtig einzustellen. Nach dem Ende der Messungen ist das Wasser auszugießen.

2.3 Bestimmung der Zählrohrcharakteristik des GEIGER-MÜLLER-Zählrohrs (GMZ)

Zur genauen Aufnahme der Zählrohrcharakteristik wird die Zählrate $Z = N / \Delta t$ eines GMZ in Abhängigkeit von der Detektorspannung U_D im Bereich zwischen Einsatzspannung U_E und dem Plateau-Ende bzw. einer Maximalspannung von 500 V gemessen. Die Schrittweite der Spannungserhöhung sollte am Anfang 4 V betragen. Nach Erreichen des Plateaus kann in größeren Schritten (z.B. 20 V) vorgegangen werden. Hier ist die Messzeit so zu wählen, dass lediglich eine relative, zufällige Messabweichung von $\sigma_N / N \leq 0,05$ nach dem Erreichen des Plateaus auftritt. Für eine feste Messzeit Δt empfiehlt sich eine Darstellung von $N = f(U_D)$. Dabei sollte die zufällige Messunsicherheit für die Messpunkte eingezeichnet werden. Auf die Darstellung einer systematischen Messabweichung für die Spannung kann verzichtet werden, da diese kleiner als ± 1 V ist und somit infolge des relativ geringen Plateauanstieges keine Bedeutung für die Genauigkeit der Messung hat.

Aus der graphischen Darstellung $N = f(U_D)$ sind ablesbar:

die Einsatzspannung U_E ,

die Arbeitsspannung U_A (Überprüfung der Regel: $U_A \approx U_E + 50 \dots 100$ V),

die Länge und die Steigung des Plateaus.

2.4 Radiometrische Kaliumbestimmung (Analysenprobe und Nulllösung)

Mit dem Ergebnis der drei Messungen sind die Konzentration der Analysenprobe und die Messabweichung gemäß Praktikumsanleitung zu berechnen. Systematische und zufällige Messabweichung sind in getrennten Rechnungen zu bestimmen.

Ein Tabellenkalkulationsprogramm ist dabei hilfreich – eine geschriebene Tabelle im Protokoll natürlich genauso möglich.

2.5 Abtrennung des Radionuklids ^{234m}Pa aus einer Uran-/Uranfolgeproduktlösung und Bestimmung seiner Halbwertszeit

Die Messapparatur wird durch den Betreuer in Betrieb genommen. Die Einstellparameter sind bereits optimiert und dürfen nicht verändert werden. Das Glockenzählrohr reagiert empfindlich auf Änderung der Hochspannung! Messung und Auswertung sollen parallel zur Kaliumbestimmung erfolgen.

Der Isotopengenerator für das Nuklid ^{234m}Pa besteht aus einem zylindrischen Kunststoffbehälter, der hermetisch verschlossen ist. Im Inneren befindet sich eine saure, wässrige Lösung mit abgereichertem Uran (^{238}U als Uranylнитrat) und seinen unmittelbaren Folgeprodukten. Weiterhin befindet sich im Behälter eine organische Phase (Isobutylmethylketon). Diese ist mit Wasser nicht mischbar und schwimmt daher auf der wässrigen Lösung. Bei einem etwa zweiminütigen heftigen Schütteln wird das Protaktinium aus der wässrigen in die organische Phase extrahiert. Dort substituiert es Wasserstoffatome. Dies ist chemisch aber nur dem Element Protaktinium möglich. Alle anderen Zerfallsprodukte der Uran-Radium-Reihe (Ausgangspunkt ^{238}U) werden von der organischen Phase nicht aufgenommen. Der Tochterkern von ^{234m}Pa ist ^{234}U und hat bei 160.000 Jahren Halbwertszeit eine vernachlässigbare Aktivität. Durch einen aufgesetzten β -Detektor kann nun die Strahlung bei der Kernumwandlung des ^{234m}Pa separat gemessen werden. Die Photonenstrahlung aus der wässrigen Phase bildet nur einen geringen, konstanten Untergrund. Es wird in Intervallen von jeweils 6 s gemessen. Zunächst wird die Zählrate kurz ansteigen bis sich wässrige und organische Lösung getrennt haben. Die Messung wird fortgesetzt, bis ein konstanter Endwert erreicht ist.

Aus dem zeitlichen Verlauf der Messwerte ist die Halbwertszeit rechnerisch zu bestimmen. Es bietet sich an, die Kurve in halblogarithmischer Darstellung zu plotten. Mit Hilfe des Fitfunktionsassistenten (ORIGIN® → Analyse → nichtlinearer Fit) lässt sich die Kurve durch eine einfach exponentielle Abnahme mit konstantem Untergrund approximieren. Die mittlere Lebensdauer τ ergibt sich direkt aus dem Parameter im Exponenten. In der halblogarithmischen Darstellung der Zählrate kann man leicht erkennen, wann sich beide Phasen vollständig entmischt haben. Erst ab diesem Zeitpunkt sollen Datenpunkte für die exponentielle Approximation berücksichtigt werden.