Gedruckt mit Unterstützung aus dem Jerome und Margaret Stonborough-Fonds

Mitteilungen des Institutes für Radiumforschung
Nr. 214

Eine Methode zur Herstellung von hochkonzentrierten Poloniumpräparaten

Von
Elisabeth Rona und Ewald A. W. Schmidt

(Mit 6 Textfiguren)

(Vorgelegt in der Sitzung am 2. Februar 1928)

Ziele der Untersuchung.

Der ständig wachsende Bedarf an Poloniumstrahlungsquellen höchster Konzentration insbesondere für die in den Wiener Instituten in Gang befindlichen Untersuchungen über Atomzertrümmerung haben es in den letzten Jahren notwendig gemacht, nach neuen Herstellungsverfahren für derartige Präparate zu suchen, welche sich einerseits dem gegebenen Ausgangsmaterial, anderseits den an die Qualität der Strahlungsquellen gestellten Anforderungen anpassen. Die früher angewandten Methoden zur Herstellung von Poloniumpräparaten haben durchwegs versagt. So gelingt es zwar durch Elektrolyse kathodisch aus einer schwach HNO_3-sauren Lösung einige tausend el. stat. Einheiten Polonium auszuscheiden, doch scheitert erfahrungsgemäß, aber aus bisher unbekannten Gründen, jeder Versuch, eine Konzentration von der Größenordnung 100 el. stat. E. pro Quadratmillimeter zu erreichen. Die geringe Ausbeute an Atomtrümmern im Verhältnis zur Zahl der wirkenden α-Teilchen bringt es aber mit sich, daß Konzentrationen der angegebenen Größe bloß einen Mindestwert darstellen, der für die meisten Methoden zum Nachweise der Atomtrümmer bedeutend überschritten werden muß, um brauchbare Resultate zu erzielen.

I. Curie[1] hat zum ersten Male über die Herstellung von Poloniumpräparaten so hoher Konzentration auf Silber oder Nickel berichtet.

Das von der Autorin verwendete Verfahren bestand in der Abscheidung des Poloniums auf kleine Scheibchen der genannten Metalle, welche in einer fast neutralen, sehr konzentrierten Poloniumlösung während ungefähr 20 Stunden rotiert werden. Das Aufkitten der Metallplättchen mit Mastix auf Glasscheibchen ermöglicht einseitige Aktivierung. Die Methode, die zu ausgezeichneten Resultaten führte, hat außerdem noch den Vorteil der leichten Rückgewinnbarkeit des Poloniums durch Lösen der Scheibchen in Säuren und

[1] I. Curie, Journ. chim. phys. *22*, 471, 1925.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

nachfolgende chemische Trennung vom Metall. Sie stellt jedoch sehr hohe Anforderungen an die Lösung, von der ausgegangen wird und die neben fast völliger Freiheit von Spuren anderer Substanzen außer Polonium einen sehr niedrigen Gehalt an Säure aufweisen muß, um einen Angriff auf die rotierenden Silber- oder Nickelscheibchen zu vermeiden. Die Bereitung einer solchen Lösung ist in hohem Grade vom vorhandenen poloniumhaltigen Ausgangsmaterial abhängig. Für die meisten Formen, in denen man solches Ausgangsmaterial besitzt, sind die Schwierigkeiten sehr groß und erfordern langwierige chemische Vorarbeiten. Zudem sind die auf diese Weise hergestellten Präparate unverstärkbar, sobald sie einmal aus der Lösung entfernt worden sind.

Nach Vorversuchen in verschiedener Richtung haben wir auf Anregung von Dr. H. Pettersson versucht, durch Destillation Poloniumpräparate herzustellen, ein Verfahren, das sich leichter den gegebenen Verhältnissen anzupassen schien. Wir hatten dabei im Auge, eine möglichst einfache Methode zu finden, um rasch Präparate von der gewünschten hohen Konzentration herzustellen mit einer angenähert vorher bestimmbaren Stärke. Die Möglichkeit einer Verstärkung, dem jeweiligen Materialzufluß entsprechend auch nach längerer Zeit, war dringend erforderlich. Außerdem waren neben möglichst großer Unbeschränktheit in der Form der Unterlage an die Qualität der Präparate noch eine Reihe von anderen Anforderungen zu stellen, worauf wir später noch näher zurückkommen werden.

Zu dem erwünschten Zwecke wurde eine Reihe von systematischen Versuchen angestellt, um die günstigsten Bedingungen für eine gute Ausbeute zu finden. Mangels genügender Materialmengen war es bisher nicht möglich, diese Untersuchungen im einzelnen abzuschließen. Im folgenden soll über den derzeitigen Stand der gewonnenen Erfahrungen berichtet sowie eine genaue Beschreibung der Anordnungen gegeben werden, mit denen es uns gelungen ist, sehr befriedigende Resultate zu erzielen.

Die Destillation des Poloniums.

Polonium ist bei etwa 700° flüchtig und verdampft in Luft bei zirka 900° in kurzer Zeit quantitativ. Als ein Verfahren, um durch mehrmalige Destillation Polonium vollständig von Verunreinigungen zu befreien, haben F. Paneth und G. v. Hevesy[1] folgende Versuchsanordnung angegeben. Platin- oder Kupferelektroden, von denen sich das Polonium durch Kochen in Säuren im ersten Falle nur unvollständig, von Kupfer wegen der Löslichkeit desselben überhaupt nicht trennen läßt, werden in einem Quarzrohr auf etwa 1000° erhitzt. Die Autoren fanden, daß sich das entweichende Polonium, von einem Gasstrom mitgeführt, auf einem in den kälteren

[1] F. Paneth und G. v. Hevesy, Mitt. Ra.-Inst. Nr. 45; diese Berichte IIa, *122*, 1049, 1913.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Teil des Rohres gehängten Blech abscheidet. Sie haben dabei eine deutliche Selektivität in der Aufnahmsfähigkeit für das Polonium durch verschiedene Metalle festgestellt. Eine beobachtete Vorzugsstellung des Platins und Palladiums soll möglicherweise mit der Bildung eines Poloniumwasserstoffes in Zusammenhang stehen. A. S. Russel und J. Chadwick[1] verwendeten ein ähnliches Verfahren, um Polonium von Radium E zu trennen. In neuerer Zeit hat P. Bonet-Maury[2] die Verdampfung des Poloniums im Vakuum untersucht und konnte nachweisen, daß die Verteilung des aufgefangenen Poloniums dem Lambert'schen Gesetze folgt.

Die Anordnungen zur Destillation.

Wir haben bei unseren Versuchen an die Methode von Paneth und Hevesy angeknüpft, doch war diese in der beschriebenen Form zur Erzielung hoher Präparatstärken offenbar

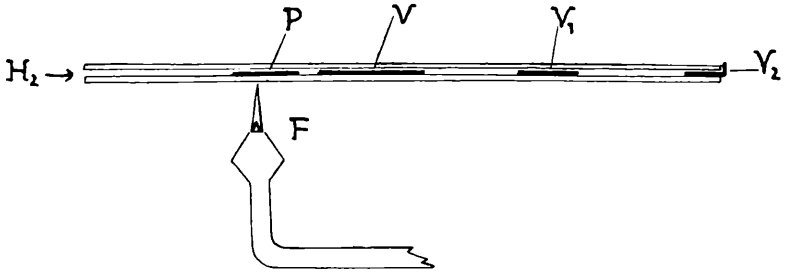

Fig. 1.

nicht geeignet. Daher modifizierten wir sie zunächst in der Weise, daß wir statt eines weiten ein enges Quarzrohr von nur 1 *mm* lichter Weite und zirka 1 *mm* Wandstärke verwendeten. In diesem wurde, wie in Fig. 1 ersichtlich, ein zusammengefalteter Streifen *P* einer mit Polonium elektrolytisch bedeckten Folie und in einigen Millimetern Entfernung ein gleicher inaktiver Streifen, beziehungsweise ein Draht *V* als Vorlage angebracht. Hinter diesem, nahe dem einen Ende des Röhrchens befand sich noch eine oder zwei weitere Vorlagen ($V_{1,2}$), um das Vordringen des eventuell vorbeistreichenden Poloniums zu kontrollieren.

Durch das andere Ende wurde Wasserstoff in variierter Geschwindigkeit eingeleitet. Hauptsächlich wurden Platin- oder Palladiumfolien als Vorlagen benützt. Die Palladiumfolien wurden in mehreren Fällen vorher durch Glühen und Erkaltenlassen im Wasserstoff mit diesem Gas beladen. Außerdem machten wir eine Reihe von Versuchen mit anderen Metallen als Vorlage, wie auch in Luft und Kohlendioxyd, worüber später noch ausführlich berichtet werden soll.

---

[1] A. S. Russel und J. Chadwick, Phil. Mag. *27*, 112, 1914.
P. Bonet-Maury, C. R. *184*, 1376, 1927.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Die Erhitzung auf helle Rotglut geschah durch eine kleine Sauerstoffgebläseflamme *F*. Die günstigsten Resultate wurden erhalten, wenn sich die Vorlage etwa 3 bis 4 *mm* vom Präparat entfernt befand. Dabei war der betreffende Rohrteil vor direktem Bestreichen mit der Flamme durch eine Asbestplatte geschützt. Im allgemeinen zeigten sich schlechte Reproduzierbarkeit der Resultate und rasch abnehmende Ausbeuten, sobald auf ein und dieselbe Vorlage weiterdestilliert wurde. Der Grund dafür lag in dem Umstande, daß sich die Vorlagen rasch mit einer dunklen Schichte überzogen, die einerseits früher destillierte Poloniummengen bedeckte, anderseits augenscheinlich die Aufnahmsfähigkeit für weiteres Polonium verringerte. Das restliche Polonium konnte nur zum Teil an den Rohrwandungen oder den weiter entfernten Vorlagen gefunden werden. Ein Entweichen aus dem Rohre war unwahrscheinlich, da eine am Ende desselben angebrachte Folie keine Aktivität aufwies. Es wurde bald klar, daß dem Quarzrohr selbst bei dieser Erscheinung eine Bedeutung zukommt. An den Stellen größter Erhitzung wird der anfänglich ganz klare Quarz bald trüb. Diese Trübung spielt nun eine doppelte Rolle. Zunächst zeigte sich, daß der graue Beschlag der Vorlagen besonders in trüb gewordenen Rohren auftrat. Außerdem ließ sich später nachweisen, daß das verdampfende Polonium in die vielen feinen Risse und Sprünge, welche das trübe Quarzrohr durchziehen, eindringt und weder durch starkes Glühen noch durch lange dauerndes Auswaschen mit Säuren wiederzugewinnen ist. Versuche mit schon ursprünglich undurchsichtigem Quarz bestätigten diese Auffassung. Ein Nachteil der beschriebenen Anordnung bestand in der mangelhaften Kühlung der Vorlage, die eine gute Konzentration des Poloniums verhinderte, und in der Unmöglichkeit, andere als punktförmige Strahlungsquellen homogen mit Polonium zu bedecken.

Zur Behebung des ersterwähnten Nachteiles und um das an der Vorlage vorbeistreichende Polonium gleich wieder rückdestillieren zu können, wurde die Anordnung (Fig. 2) versucht.

Sie besteht aus einem **v**-förmig gebogenen Quarzrohr von 1 *mm* Lichte, das an der Knickstelle verdickt und bei *C* plangeschliffen ist. Durch das Zentrum des Planschliffs ist ein Kanal von 1 *mm* Weite gebohrt, der an der Biegung bei *D* den Rohrkanal in einer kleinen Erweiterung trifft. Auf *C* ist ein Kupferzylinder *K* aufgeschliffen mit einem zentrisch eingesetzten Metallstift *V*, der Vorlage, die bei *D* endigt. In den Schenkel *A* wird die zu destillierende aktivierte Folie bis nahe an die Knickstelle geschoben, ein gleicher inaktiver Streifen an dieselbe Stelle in *B*. Die Enden der Schenkel werden mit Platin- oder Palladiumdrähten verschlossen, doch so, daß ein Gasstrom durchgeleitet werden kann. Die Destillation wird zunächst mit Erhitzung von *A* und Durchleitung des Gases von *A* nach *B* durchgeführt, dann der Gasstrom gewendet und die erste Vorlage in *B* erhitzt. Da es nicht möglich war, den Apparat aus ganz klarem Quarz zu erhalten, ist eine Aussage

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

über die erreichbare Ausbeute nicht angängig, doch werden erfahrungsgemäß die Resultate in klarem Quarz günstig sein, solange der Hohlraum bei *D* nicht zu groß ist und die Erhitzung nahe genug an die Knickstelle vorgerückt werden kann. In der beschriebenen Form ist die Anordnung nur für sogenannte »Spitzenpräparate« verwendbar, eine Modifikation für größere Scheibchen ist jedoch leicht möglich, nur wäre dafür zu sorgen, daß diese schräg gestellt dem jeweiligen Gasstrom die ganze Fläche bieten, um gleichförmige Verteilung zu erzielen.

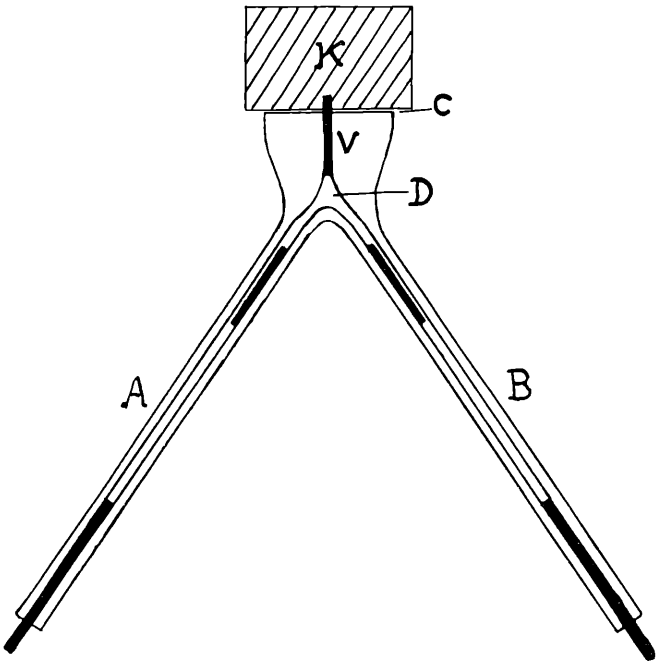

Fig.

In der weiteren Ausnützung der gemachten Erfahrungen wurde eine Zahl anderer Anordnungen erprobt, von ihnen einige für spezielle Zwecke.[1]

Soweit es nur auf die äußeren Umstände, unter denen die Destillation vorgenommen wird, ankommt, also unabhängig z. B. vom Material der Vorlage, haben sich folgende Vorbedingungen für ein gutes Resultat ergeben. Die Destillation ist nur in klarem Quarz[2] vorzunehmen. Die Erhitzung des Präparates geschieht am besten mit

[1] Ein Verfahren zur einseitigen Destillation auf dünnste Metallfolien wurde von den Verfassern schon früher beschrieben (Mitt. Ra.-Inst. Nr. 198, diese Ber. II a, *136*, 65, 1927).

[2] Wir sind der Firma Vertex, Wien, Herrn Dir. Dr. A. Geiger für die Herstellung der hochwertigen Quarzgeräte sowie für die Überlassung der verwendeten Gase zu Dank verpflichtet.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

der Stichflamme eines Mikrogebläses von außen. Jede Erhitzung im Innern des Rohres, etwa durch einen kleinen Widerstandsofen, ist unzulässig. Im Rohre soll sich nur das möglichst reine Präparat und die Vorlage befinden. Eine Wandstärke des Rohres von 0·5 *mm* ist am geeignetsten. Zur Mitführung des verdampfenden Poloniums ist ein langsamer, gleichmäßiger Strom eines gut gereinigten und getrockneten Gases zu verwenden, das mit dem Folien- und Vorlagenmaterial keine chemische Verbindung eingeht. Der mit Polonium beladene Gasstrom soll, wie aus einer Düse austretend, die Vorlage gleichmäßig treffen. Gute Kühlung derselben ist notwendig, um möglichst nahe heran erhitzen zu können.

Die Figuren 3 und 4 zeigen die endgültige Anordnung, mit der es gelungen ist, Präparate von der gewünschten Stärke und Qualität herzustellen.

Das aus klarem Quarz bestehende Rohr *Q* von zirka 15 *cm* Länge, 1 *cm* lichter Weite und 0·5 *mm* Wandstärke ist in der Mitte in einer Länge von ungefähr 2 *cm* auf 3 bis 4 *mm* Lichte verengt. Der als Kühler dienende Kupferstab *C* trägt an einem

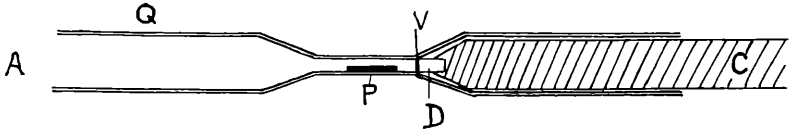

Fig. 3.

Ende einen massiven Platinzylinder *D* von 6 *mm* Länge, dessen Frontfläche in dem konisch zulaufenden Teil des Quarzrohres knapp vor der Verengung möglichst dicht eingepaßt ist. Diese Frontfläche ist mit einer flachen Vertiefung versehen, in welcher die Vorlage *V*, ein Metallplättchen von zirka $^1/_{10}$ *mm* Stärke und 3 *mm* Durchmesser, eingelegt ist. Das zur Destillation bestimmte Polonium wird auf große Platinfolien in geringer Dichte elektrolytisch niedergeschlagen und diese dann in Streifen von zirka 3 *mm* Breite und 10 *mm* Länge geschnitten. Ein solcher Streifen wird in den verengten Teil des Rohres geschoben, bis in eine Entfernung von 3 *mm* von der Vorlage. Die Destillation wurde gewöhnlich in einem langsamen Wasserstoffstrom ausgeführt. Das einer Bombe entnommene Gas wird zunächst mit einer Lösung von Kaliumpermanganat, verdünnter Silbernitratlösung und konzentrierter Schwefelsäure gereinigt, respektive getrocknet, und sodann in eine Quecksilberhandpumpe gefüllt. Durch Steigenlassen des Quecksilberniveaus wird es von da zuerst in schnellerem Tempo durch ein mit Goldschaum gefülltes Rohr in die Destillationsanordnung bei *A* eingelassen, um die vorhandene Luft vollständig zu verdrängen. Während der Destillation muß die Strömungsgeschwindigkeit auf etwa 0·2 cm^3 pro Sekunde gedrosselt werden. Die Gaszufuhr wird so lange fortgesetzt, bis alle Teile im Rohre wieder erkaltet sind.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Der Platinstreifen wird mit der Flammenspitze während zirka 3 bis 5 Sekunden bestrichen, bis alle Teile auf heller Rotglut waren, dann noch das freie Rohrstück vor der Vorlage kurze Zeit vorsichtig von allen Seiten erhitzt. Die erreichte Temperatur (nach Messungen mit dem Platin-Platinrhodium-Thermoelement 900 bis 1000°) genügt vollkommen, um in der angegebenen Zeit praktisch alles Polonium aus der Folie auszutreiben. Nach Erkalten und Entfernen des alten Platinstreifens wird ein neuer eingelegt und so lange weiterdestilliert, bis das Präparat die gewünschte Stärke erreicht hat. Da man dazwischen jederzeit das gewonnene Präparat messen kann, ist es leicht, eine bestimmte Präparatstärke einzuhalten. Die Verstärkung der Präparate, sofern sie rein erhalten blieben, gelingt aber ebenso nach Tagen oder Wochen, wenn nicht gleich die nötige Poloniummenge zur Verfügung steht.

Fig. 4 zeigt eine Abänderung der beschriebenen Anordnung zum Zwecke der Herstellung von fast punktförmigen oder Spitzenpräparaten. Der Mittelteil des Quarzrohres ist hier bis auf 1 bis $1^1/_2$ *mm* lichte Weite verengt, die Verengung etwas weniger steil. Die Vorlage,

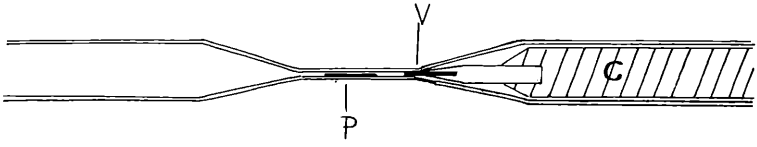

Fig. 4.

ein ungefähr millimeterstarker Draht mit flach-konisch oder glatt gefeiltem Ende ist in den konischen Teil des Kühlstabes *C* festgeklemmt und ragt nur etwa $^1/_2$ *mm* vor. Die übrigen Einzelheiten, wie der Vorgang bei der Destillation, bleiben dieselben.

Ausbeute und erreichbare Präparatstärke.

Mit der beschriebenen Anordnung konnten wir bedeutend bessere und vor allem besser reproduzierbare Resultate erzielen als bei früheren Versuchen. Die Ausbeute an Polonium beträgt bei der ersten Destillation etwa 60 bis 80% der verdampften Menge und nimmt oft bei weiterer Destillation auf dieselbe Vorlage ab. Die Ursache dieser Abnahme ist noch nicht ganz geklärt, sie dürfte aber mit der Bildung des meist kaum sichtbaren grauen Belages zusammenhängen, mit dem sich die Vorlagen nach einigen Destillationen überziehen. Da dieser Belag selbst bei Verwendung von extrem reinen Präparaten auftritt, dürfte er zum Teil vom Quarz selbst, zum Teil auch von einer Oxydation herrühren, welche die Vorlagen durch die beim Wechseln der Präparate unvermeidlich eintretende Luft erleiden. Neben der leichten Verstärkbarkeit haben die auf diese Weise hergestellten Strahlungsquellen noch den Vorteil der einseitigen Belegung mit Polonium. Auch wenn die Scheibchen nicht ganz dicht an den Kühlzylinder passen, sind auf der Rückseite höchstens einige Prozent der Aktivität zu finden. Der nicht

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

auf der Vorlage abgesetzte Rest von Polonium ist, solange in ganz klarem Quarz gearbeitet wird, stets fast zur Gänze wiedergewinnbar. Von den Wänden in nächster Nähe von Präparat und Vorlage durch Leerversuche (glühen des betreffenden Rohrteiles ohne Einbringung eines Präparats), zum größten Teil sitzt er aber auf den ersten Millimetern des Platinzylinders. Es wird eben deshalb Platin gewählt, um dieses Polonium durch Ablösen wieder der Verwendung zuführen zu können.

Bisher wurden mit dieser Methode Präparatstärken bis zu 20.000 stat. E. = zirka 14 *mg* Äqu. auf Scheibchen von 7 mm^2 Fläche erreicht; doch liegt kein Hinderungsgrund vor, bei genügend Ausgangsmaterial beliebig stärkere Präparate herzustellen. Spitzenpräparate, nach dem Destillationsverfahren hergestellt, mit etwa 1400 stat. E./mm^2 haben bei den Versuchen zum photographischen Nachweis der Atomtrümmer Verwendung gefunden.[1]

Die Wahl der Metalle für Präparate und Vorlage.

Versuche mit verschiedenen Metallen und verschiedenen Gasen.

Bei der Wahl des Metalles für die Vorlage kommen zwei Gesichtspunkte in Betracht. Der erste schließt die praktische Forderung in sich, jenes Metall als Unterlage zu wählen, welches den an das Präparat gerichteten Anforderungen am besten entspricht, während der zweite, der ein mehr theoretisches Interesse hat, die Frage stellt, ob eine selektive Aufnahmsfähigkeit für Polonium besteht und welche Metalle sie besitzen. Dem ursprünglichen Ziele der Arbeit entsprechend sind wir von dem ersten Standpunkt ausgegangen. Nach diesem wird man ein Metall wählen, das sich nicht leicht mit einer Oxyd- oder wie Aluminium mit Hydroxydschichte bedeckt, das rein zu erhalten ist, das einen hohen Schmelzpunkt besitzt und in das schließlich kein Eindringen des Poloniums stattfindet. Über die Erfüllung der letzten Forderung durch die gewählten Metalle wird später noch berichtet.

Wir haben Platin oder Palladium am geeignetsten gefunden, die in Form von Drähten oder Folien benutzt werden. Aus Gründen der effektiven Kühlung wären allerdings massive Metallstücke günstiger, doch kamen solche für die Verwendung nicht in Betracht. Gold besitzt einen zu niedrigen Schmelzpunkt und ist deshalb besser zu vermeiden, um das Destillationsprodukt seinerseits gegebenenfalls wieder als Präparat für eine neue Destillation verwenden zu können. Für die Metalle, von denen das Polonium abdestilliert wird, kommen im allgemeinen dieselben Gesichtspunkte in Frage. Hiefür ist Platin das einzig gegebene Material. Gold scheidet, wie erwähnt, aus, da es besonders als dünne Folie leicht zusammenschmilzt und Polonium dabei einschließt. Auch haben wir bemerkt, daß sich die Vorlage bei Benutzung von Gold

[1] M. Blau, Mitt. Ra.-Inst. Nr. 208; diese Ber. IIa, *136*, 469, 1927.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

als Präparatunterlage schwärzt, was wohl in kolloidalem Gold seine Ursache hat.

Um einen gewissen Einblick in die Frage nach dem Einfluß der Metalle der Vorlage auf die Ausbeute an Polonium zu bekommen, wurden gelegentlich Versuche mit anderen Metallen gemacht. Untersucht wurden neben den bereits erwähnten (Platin, Gold und Palladium, letzteres auch in wasserstoffbeladenem Zustand, siehe p. 105); Aluminium, Eisen, Nickel, Kupfer, Silber. Die Versuche wurden mit verschiedenen Metallen in allen drei zuvor beschriebenen Anordnungen ausgeführt. In der ersterwähnten zum Teil so, daß sich das Präparat in der Mitte von zwei Folien oder Drähten verschiedener Metalle befand, die von beiden Seiten herangeschoben waren. Destilliert wurde dann sowohl im Gasstrom verschiedener Richtung als im ruhenden Gas. Bei der zuletzt beschriebenen Anordnung bestand die Vorlage aus zwei halbkreisförmigen Scheibchen der zu vergleichenden Metalle, die nebeneinander auf dem Kühlzylinder durch eine schmalrandige Kapsel befestigt waren. Bei keinem dieser Versuche konnte ein Anzeichen für eine selektive Aufnahmsfähigkeit nachgewiesen werden, wie sie von Paneth und Hevesy[1] angegeben wird. Die Versuche sind jedoch insofern nicht ganz mit denen der genannten Autoren vergleichbar, als bei diesen die Folien in einem viel heißeren Teil des Rohres angebracht waren; letzteres war, wie wir uns überzeugten, für den Zweck der Erreichung hoher Konzentrationen aber ausgeschlossen. Es ist beabsichtigt, diese Frage näher zu untersuchen, sobald größere Poloniummengen zur Verfügung stehen. Auch die Destillation in anderen Gasen — Luft und Kohlendioxyd — führten nur zu der bereits erwähnten Feststellung, daß vor allem in einem Gas zu arbeiten ist, welches bei der erreichten Temperatur und starken Ionisation keine Verbindung mit den Metallen eingeht. Im übrigen haben Versuche in reinem CO_2 keinen wesentlichen Unterschied gegenüber den H_2-Versuchen ergeben.

Qualität der gewonnenen Präparate.

Für die Zwecke, für welche die Präparate in Wien benützt werden, sind an sie, wie erwähnt, neben hoher Konzentration noch einige andere Anforderungen zu stellen. Das Polonium soll möglichst wenig β-Strahlung aussenden, d. h. frei von RaD sein. Messungen mit Abbremsung der α-Strahlen im Wulf'schen Elektrometer ausgeführt, ergaben eine Ionisation von der Größenordnung $^1/_{10}$ Promille der gemessenen α-Aktivität; wofür zum Teil auch wohl die in der Glimmerabsorption erzeugten H-Strahlen verantwortlich zu machen sind. Das Polonium soll ferner gleichmäßig auf der Oberfläche verteilt, eine homogene Strahlung aussenden und deshalb auch von jeder verunreinigenden Deckschicht frei sein. Es ist uns gelungen, bei allen Vorsichtsmaßregeln Präparate bis zu einigen tausend stat.

---

[1] L.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Einheiten auf 7 mm^2 Fläche mit blanker Oberfläche herzustellen. Bei den stärksten Präparaten ist eine braunschwarze Schicht bemerkbar. Ob diese Schicht von einem Oxyd der Unterlage herrührt, welches unter der Wirkung der stark ionisierenden Strahlen entsteht oder ob das Polonium selbst, welches bei diesen Präparaten in mehreren molekularen Schichten vorhanden ist, sichtbar wird (eine Vermutung, die I. Curie[1] aufgestellt hat) soll hier nicht näher erörtet werden. Die uns in erster Linie interessierende Frage war, ob diese Schicht eine störende Verminderung der Reichweite der Strahlen verursacht. Eine solche wäre aber, auch bei ganz blanken Präparaten denkbar, wenn das Polonium in die Unterlage langsam hineindiffundiert.[2] Eine Reihe von Präparaten von verschiedener Stärke und auf verschiedener Unterlage wurde deshalb auf Homogenität ihrer Strahlung untersucht. Fig. 5 zeigt den für diesen Zweck benutzten Apparat.

Die Präparate *P* befinden sich am Boden des kleinen evakuierbaren Messingzylinders *M*, in welchem ein System von kleinen Lochblenden *B* aus Zelluloid angebracht ist. Ein beinahe paralleles Bündel von α-Strahlen von einigen Hundertstel Quadratmillimeter Querschnitt, entsprechend der Präparatstärke gewählt, tritt durch ein dünnes Glimmerfenster *G* aus. In das Rähmchen *R* werden Glimmer von verschiedenem Absorptionsvermögen eingeschoben, um die Strahlen entlang ihrer restlichen Reichweite auf Homogenität zu prüfen. Die Untersuchung wird entweder nach der Szintillationsmethode oder besser mit der akustischen Methode zum Nachweis von α- und H-Strahlen von G. Ortner und G. Stetter[3] vorgenommen, da hier die große Kammeröffnung auch das fast vollständige Erfassen der wenigen am Glimmerfenster oder der Absorption unter größeren Winkeln gestreuten Teilchen erlaubt. Durch Verschieben der Präparate werden so eine Zahl von Punkten auf demselben untersucht. Da zu den meisten Untersuchungen Präparate mit Palladiumunterlage benutzt wurden, sind diese am eingehendsten untersucht worden, und zwar in Stärken von 1200 bis 12.000 el. stat. E. auf 7 mm^2 Bei keinem dieser Präparate ist eine Abnahme der Teilchenzahl bis zu dem letzten Millimeter, wo der Effekt der Kleinwinkelstreuung eintritt, bemerkt worden. Da zwischen diesen Präparaten auch solche waren, die vor Monaten hergestellt worden sind, scheint ein langsames Hineindiffundieren oder Bedecktwerden durch Oxydschichten merkbaren Absorptionsvermögens[4] ausgeschlossen. Dieselben Resultate erhielten wir mit Präparaten auf Platinunterlage. Hingegen ergab ein auf Gold destilliertes Präparat von zirka 3000 el. stat. E.

---

[1] L. c.

[2] In einer früheren Veröffentlichung der Verfasser (l. c.) ist diese Frage für schwache Präparate von einigen stat. E. pro Quadratmillimeter eingehend untersucht worden. Die Präparate auf verschiedenen Unterlagen wurden monatelang nach der Szintillationsmethode untersucht und durchwegs negative Resultate gefunden.

[3] G. Ortner und G. Stetter, Phys. Z., *28*, 70, 1927.

[4] Die Absorption durch das mehrere molekulare Schichten ausmachende Polonium bei den allerstärksten Präparaten kann ebenfalls in der Verkürzung der Strahlen nur Bruchteile eines Millimeters ausmachen.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

bei zunehmender Glimmerabsorption eine stetig abnehmende Zahl von Teilchen. Ob es sich hier um eine zufällige Verunreinigung oder eine durch die hohe Präparatstärke begünstigte Eindringung handelt, muß, da uns bisher nur ein Präparat dieser Stärke auf Goldunterlage zur Verfügung stand, noch näher untersucht werden. Zum Vergleich wurden auch nach der Rotationsmethode von I. Curie zu verschiedenen Zeiten auf Silber hergestellte Präparate in der Stärke von 700 bis 2500 stat. E. untersucht und verhielten sich ebenfalls in dieser Hinsicht normal.

Viel mehr Schwierigkeiten verursachte das »Seuchen« der Präparate, welches sich in Apparaten, die evakuiert werden, besonders

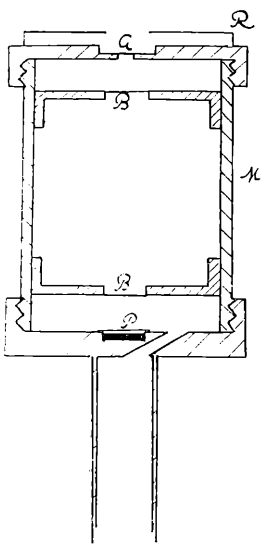

Fig. 5.

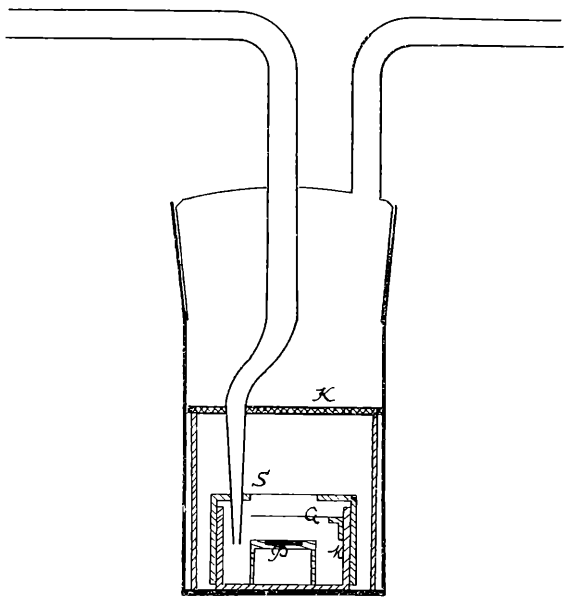

Fig. 6.

unangenehm bemerkbar macht. Es war darum von großer Wichtigkeit, die verschiedenen Präparate auf diese Eigenschaft hin zu untersuchen. Das geschah in kleinen evakuierbaren Fläschchen, in denen sich eine Kupferfolie 10 *mm* über dem Präparat befand. Die Flasche wird sehr langsam evakuiert und durch 24 Stunden im Vakuum gehalten, hierauf vorsichtig mit Luft gefüllt. Die Kupferfolie wird sodann in einem Wulf'schen Elektrometer mit Topfanordnung sorgfältig auf beiden Seiten gemessen. Die folgende Tabelle gibt die Resultate dieser Messungen wieder, aus denen hervorgeht, daß das Seuchen der Präparate ganz beträchtlich werden kann, besonders bei frisch hergestellten Präparaten.

Präparat Nr. II, welches geraume Zeit in einem evakuierten Apparat benutzt wurde, zeigt eine sehr auffallende Abnahme dieser

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Eigenschaft. Lang dauerndes Aufbewahren der Präparate im Vakuum wäre demnach ein praktisches Mittel, um das Seuchen zu vermindern.

Da aus früheren Versuchen (siehe Tabelle) hervorging, daß beide Seiten der Auffangfolie aktiv waren, lag die Vermutung nahe, daß dieses »Seuchen« bei unseren Präparaten nicht allein durch Aggregatrückstoß zu erklären ist,[1] sondern durch irgendeine aktive, gasartige Poloniumverbindung. Wir benützten zur Aufklärung dieser Frage die in Fig. 6 ersichtliche Anordnung. Am Boden einer Messingkapsel *M*, wenige Millimeter von dem zum Zweck der Absorption der Rückstoßaggregate mit Seidenpapier *S* verschlossenen

Tabelle.

Präp.	I		II		III		IV		V	
	Pd; 1126 st. E.		Pd; 7392 st. E.		Pd; 10913 st. E.		Au; 2700 st. E.		Pt; 578 st. E.	
Seite	*A*	*B*	*A*	*B*	*A*	*B*	*A*	*B*	*A*	*B*
Skalenteile/Min.	113	152	4·5	9·4	352	414	132	229	44	120
el. stat. E.	0·21	0·29	0·008	0·017	0·67	0·78	0·25	0 44	0·084	0·22

Seite *A* vom Präparat abgekehrt; Seite *B* dem Präparat zugekehrt.

Deckel befindet sich das Präparat *P*. Zwischen beiden ist ein Glimmerblatt *G* lose eingelegt, um die zerstörende Wirkung der α-Teilchen vom Seidenpapier fernzuhalten. Ein mit dem Glasrohr der Flasche verbundenes Röhrchen ist in dem Deckel eingekittet. Über dem Seidenpapier ist als Auffangfläche in 10 *mm* Entfernung ein gut gereinigtes Kupferblech *K* angebracht. Kapsel und Flasche werden gleichzeitig langsam evakuiert und 24 Stunden im Vakuum gehalten; dann das Kupferblech auf beiden Seiten auf Aktivität geprüft. Es zeigte sich, daß diese überall gleichmäßig verteilt war. Dieses Resultat weist darauf hin, daß es sich entweder um Teilchen handelt, die von der Unterlage losgerissen, sich frei schwebend, wie ein Gas verhalten, also durch das Filter durchdiffundieren, oder um eine gasförmige Verbindung des Poloniums. Ein solches Gas wurde in Poloniumwasserstoff schon früher vermutet[2], von F. Paneth[3] auf chemischem Weg, allerdings mit sehr geringer Ausbeute hergestellt. Es ist noch aufzuklären, ob bei unseren Präparaten eine solche Verbindung in Luft, unter der starken ionisierenden Wirkung der Strahlen, bestehen kann.

---

[1] Eine Erscheinung, welche an schwachen, elektrolytisch hergestellten Präparaten, von R. W. Lawson bereits sehr gründlich untersucht worden ist. Mitt. Ra.-Inst. Nr. 118, Wiener Ber., IIa, *128*, 715, 1919.

[2] R. W. Lawson, Mitt. Ra.-Inst. Nr. 80, Wiener Ber., IIa, *124*, 509, 1915.

[3] Ber. d. chem. Ges., *51*, 1708, 1918.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Zusammenfassung.

Es wird eine neue Methode zur Herstellung von hochkonzentrierten Poloniumpräparaten durch Destillation beschrieben. Systematische Versuche zur Erzielung guter Ausbeuten wurden gemacht. Die erhaltenen Präparate haben neben der hohen Flächendichte (größer als 2000 stat. E./mm^2) des homogenen Poloniumbelages den Vorteil, jederzeit beliebig verstärkt werden zu können. Messungen zur Feststellung, inwiefern die Präparate den Anforderungen genügen, die an sie speziell bei Versuchen über Atomzertrümmerung zu stellen sind, ergaben befriedigende Resultate. Weitere Untersuchungen spezielleren Charakters über die Bedeutung des das Polonium auffangenden Metalle und die Einwirkung einer gasförmigen Poloniumverbindung sind in Aussicht genommen.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse

Jahr/Year: 1928

Band/Volume: 137_2a

Autor(en)/Author(s): Rona Elisabeth, Schmidt Ewald A. W.

Artikel/Article: Mitteilungen des Institutes für Radiumforschung Nr. 214. Eine Methode zur Herstellung von hochkonzentrierten Poloniumpräparaten. 103-115