

Intensität bei (1070 ± 20) keV. Bei einer weiteren schwachen Linie von (775 ± 20) keV läßt sich eine Verunreinigung noch nicht mit Sicherheit ausschließen.

Nach Mallmanns Messungen² sollten etwa 90% der β -Zerfälle des Te^{129} zu einem niedrig liegenden Niveau des J^{129} gehen, für das er als obere Grenze etwa 70 keV angibt. Wir haben ebenfalls bis herunter zu etwa 150 keV keine weitere Linie beobachtet. Die in der zitierten Arbeit² offen gelassene Alternative des β -Zerfalls zum Grundzustand des J^{129} scheidet sicher aus, wenn man nicht die vom Schalenmodell³ nahegelegte $d_{3/2}$ -Zuordnung zum 72-min-Zustand des Tellur anzweifeln will. Der Übergang von $d_{3/2}$ zum

$g_{7/2}$ -Grundzustand gehört zur Klasse $\Delta I=2$ ohne Paritätsänderung und ist somit hoch verboten.

Weitere Untersuchungen zur Aufklärung des Zerfallschemas des Te^{129} und insbesondere zur Auffindung des erwähnten niedrigliegenden Niveaus sind im Gang.

Herrn Prof. Dr. E. Schopper danke ich für sein Interesse an dieser Untersuchung, welche durch Mittel des Schwerpunktsprogramms über die Deutsche Forschungsgemeinschaft in dankenswerter Weise unterstützt wird.

³ M. G. Mayer u. S. A. Moszkowski, Rev. Mod. Phys. **23**, 315 [1951].

Die kurzlebigen Molybdän- und Technetium-Isobare der Massenzahl 105

Von J. Flegenheimer, G. B. Baró und A. Medina
Laboratorios de Radioquímica de la Comisión Nacional de la Energía Atómica, Buenos Aires

(Z. Naturforschg. **10a**, 798—799 [1955]; eingegangen am 12. Juli 1955)

Die Halbwertszeiten der Isobaren Tc-105 und Mo-105 werden in der Isotopentabelle von Hollander, Perlman und Seaborg¹ mit kurz bzw. ~ 5 Min. bezeichnet, in der Zusammenstellung von Seelmann-Eggebert und Strassmann² werden für sie die Halbwertszeiten ~ 5 und ~ 15 Min. angegeben, und ihr Vorhandensein wird erstmalig von Born und Seelmann-Eggebert³ erwähnt.

Da ihre Halbwertszeiten wegen des sehr komplexen Gemisches der kurzlebigen Spalt-Molybdän- und Technetium-Isotope und der relativ sehr starken Spaltausbeuteunterschiede zwischen den Massenzahlen 100 und 105 nicht durch Kurvenanalyse der β -Aktivitäten ermittelt werden können, werden sie durch Abtrennung ihrer Tochtersubstanz (Ru-105) in bestimmten Zeitabständen indirekt bestimmt.

Tc-105

Zur Erzeugung der Spaltprodukte wurde Ammoniumdiuranat 15 Min. lang schnellen Neutronen ausgesetzt. Das bestrahlte Uranat wurde in Salzsäure gelöst, 10 mg Cu(2)-Ionen als Träger hinzugegeben und mit Schwefelwasserstoff gefällt und vom Uran und den anderen Spaltprodukten abfiltriert. Der Sulfidniederschlag wurde darauf in Salzsäure unter Bromzusatz gelöst, je 10 mg Molybdat-, Perrhenat- und Eisen(3)-Ionen hinzugegeben und das Eisen mit Ammoniak als Hydroxyd gefällt. Das Filtrat wurde essigsauer gemacht und das Mo als Bleimolybdat gefällt und abfiltriert. Zu diesem Filtrat wurde eine bekannte Aktivität des Ru-106 zugesetzt und die auch das Tc enthaltende Lösung in sieben gleiche Teile geteilt. Nun wurde im Abstand von jeweils 10 Min. Phenylarsoniumchlorid zugesetzt und mit dem ausfallenden Re auch das Tc abgeschieden. Die erste Tc-Fällung konnte 11 Min. nach Bestrahlungsende vorgenommen werden. Die Tc enthaltenden Niederschläge wurden sofort gemessen, um an Hand der stets vorhandenen

Aktivität des Tc-101 festzustellen, ob jedesmal die gleiche prozentuale Menge des in der Lösung befindlichen Tc ausgefällt wurde. Die auf diese Weise ermittelten Korrekturen waren jedoch so klein, daß sie nicht berücksichtigt werden mußten.

Nach dem Zerfall der Tc-Aktivitäten wurde die in den Tc-Präparaten nach ihrer Fällung gebildete Aktivität des Ru-105 gemessen.

Da das Phenylarsoniumperrhenat nicht völlig frei von Fremdaktivitäten ist, ist eine Ruthentrennung vorteilhaft. Allerdings war die Destillation des Ru unter den gewählten Bedingungen nicht quantitativ, so daß die chemische Ausbeute durch Wägung oder Verwendung eines Indikators (Ru-103) bestimmt werden mußte.

Die Aktivität des Ru-105 wurde auf die Zeit der Tc-Fällung extrapoliert und so die Abnahme der Aktivität des Tc-105 bestimmt. Auf Grund mehrerer Versuchsreihen wurde für die Halbwertszeit des Tc-105 ein Wert von 10 ± 1 Min. ermittelt.

Nach dem Zerfall der Isobaren Ru-105 und Rh-105 wurden die Präparate erneut gemessen, wobei sich in keinem Präparat eine wesentliche Aktivität des Ru-106 feststellen ließ, was bedeutet, daß praktisch keine Ru-Aktivität mit dem Tc ausgefällt worden war.

Zur Kontrolle wurde noch aus einem Teil des bestrahlten Urans Ru direkt abdestilliert und gemessen. Weniger als 2% der Ru-105-Aktivität, die sich durch Zerfall des Tc-105 in der Lösung nachgebildet hat, war durch die Fällung des Phenylarsoniumperrhenats mit abgeschieden worden.

Mo-105

Durch mehrere Versuche wurde festgestellt, daß das Mo-105, im Gegensatz zu älteren Veröffentlichungen^{2,3}, eine wesentlich kürzere Halbwertszeit besitzt als ~ 5 Min.

Auf Grund unserer Versuche muß seine Halbwertszeit kürzer sein als 2 Min.

Mo- und Tc-107 und 108

In einer ähnlichen Versuchsreihe wurde festgestellt, daß Mo- und Tc-107 und 108 (die Muttersubstanzen der beiden 4-Min.-Ru-Isotope⁴) kurzlebiger sein müssen als 1 Minute.

¹ J. M. Hollander, I. Perlman u. G. T. Seaborg, Rev. Mod. Phys. **25**, 523 u. 525 [1953].

² W. Seelmann-Eggebert u. F. Strassmann, Z. Naturforschg. **2a**, 83 [1947].

³ H. J. Born u. W. Seelmann-Eggebert, Naturwiss. **31**, 420 [1943].

⁴ G. B. Baró, P. Rey u. W. Seelmann-Eggebert, Z. Naturforschg. **10a**, 81 [1955].

Wir möchten Herrn W. Seelmann-Eggebert für die Anregung zu dieser Arbeit und seine Mithilfe danken, wie auch den Herren Ing. E. Galloni und W. Scheuer und ihren Mitarbeitern für die Durchführung der Neutronenbestrahlungen mit dem Zyklotron und dem Kaskadengenerator.

Die Dichte von schwerem Wasser zwischen 95° C und 160° C

Von U. Grossmann-Doerth

Max-Planck-Institut für Physik, Göttingen

(Z. Naturforschg. **10 a**, 799—800 [1955]; eingeg. am 5. September 1955)

Während die Dichte von schwerem Wasser bis zum Siedepunkt von Chang und Tung¹ und von Schrader und Wirtz² mit einer Genauigkeit von einigen Einheiten der 5. Dezimale gemessen worden ist, liegen keine veröffentlichten Arbeiten vor, in denen die Dichte des flüssigen D₂O oberhalb des Siedepunktes mit entsprechender Genauigkeit bestimmt wurde. Von Heiks und Mitarbeitern³ ist die Dichte des Deuteriumoxyds zwischen 30° C und 250° C mit einem Quarzschwimmer, von Hardy und Mitarbeitern⁴ zwischen 90° C und 125° C mit einem Dilatometer gemessen worden; beide Autorengruppen erreichten Genauigkeiten von einigen Einheiten der 3. Dezimale.

In der vorliegenden Arbeit wurde das Dichteverhältnis von schwerem zu normalem Wasser derselben Temperatur mit Pyknometern zwischen 95° C und 160° C gemessen, bei einem Fehler von $\pm 3 \cdot 10^{-5}$.

Die verwendeten (Überlauf-)Pyknometer aus Quarz oder Duranglas waren im wesentlichen die gleichen, die z. B. Wirtz bei der genauen Bestimmung der Dichte von D₂O unterhalb des Siedepunktes benutzte und beschrieben hat⁵. Das mit der Flüssigkeitsprobe bei Zimmertemperatur ganz gefüllte Pyknometer wurde in ein Aluminiumdruckgefäß eingeschlossen und im Thermostaten auf die gewünschte Temperatur gebracht. Nach etwa 40 min ist der Temperatureausgleich zwischen der Thermostatenflüssigkeit (Paraffinöl) und dem Wasser im Pyknometer bis auf einige 0,001° C erreicht. Die Flüssigkeitsprobe im Pyknometer dehnt sich während der Erwärmung aus und tritt teilweise oben aus der engen Kapillaröffnung heraus. Der nach dem Temperatureausgleich auf dem Pyknometerschliff stehende Tropfen wurde von der das Pyknometer bei dieser Temperatur vollständig ausfüllenden Flüssigkeitsmenge durch einen Stift aus Gold oder Platin getrennt. Dieser von außerhalb bewegte Stift wird von oben in die durch einen 1 mm-Kugelschliff erweiterte Kapillarenöffnung eingepreßt und schließt diese wasser- und luftdicht ab. Dann wurde das Druckgefäß abgekühlt, geöffnet und das Pyknometer mit Inhalt gewogen. Dieses Verfahren wurde mit normalem Wasser ebenso wie mit den Proben

Die Bestimmung der Halbwertszeit des Tc-105 wurde als Dissertation von J. Fleggenheimer der „Facultad de Ciencias Exactas y Naturales der Universidad Nacional de Buenos Aires“ vorgelegt. Die vollständige Arbeit erscheint in den „Publicaciones de la Comisión Nacional de la Energía Atómica de la República Argentina, Serie Química“.

schweren Wassers bei genau denselben Temperaturen mit demselben Pyknometer durchgeführt. Division der so bestimmten Massen der das Pyknometervolumen bei der fraglichen Temperatur genau ausfüllenden Flüssigkeitsmengen lieferte S_T^T , das Verhältnis der Dichte der Schwerwasserprobe zu der von normalem Wasser derselben Temperatur. Ein Satz entsprechend eingestellter Beckmann-Thermometer gestattete zusammen mit dem (elektronisch regulierten) Thermostaten die Meßtemperaturen auf wenige 0,001° C genau zu reproduzieren. Dabei genügte es wegen der relativ geringen Abhängigkeit des Dichteverhältnisses von der Temperatur, die letztere absolut nur auf etwa 0,1° C genau zu kennen. Da das Druckgefäß mit dem Pyknometer bei Zimmertemperatur unter normalem Luftdruck verschlossen wurde, standen die Flüssigkeitsproben zusätzlich zu dem Sättigungsdampfdruck unter etwa 1,4 Atm. Luftdruck. Die Meßresultate wurden jedoch auf den jeweiligen Sättigungsdampfdruck korrigiert.

Die Bestimmung der Masse der das Pyknometervolumen ausfüllenden Wassermenge wurde zunächst mehrmals bei allen interessierenden Temperaturen (zwischen 95° C und 160° C in Abständen von je 5° C) mit normalem Wasser durchgeführt. An diese „Eichmessungen“ schlossen sich die Meßreihen mit den Schwerwasserproben an. Vier derartige Meßreihen mit Proben, deren Konzentrationen 96,80, 99,54, 99,55 und 99,87 Molprozent betragen, wurden durchgeführt und die Ergebnisse auf 100 Molprozent extrapoliert. Das angewandte Extrapolationsverfahren ist z. B. in der oben genannten Arbeit von Schrader und Wirtz² erklärt; es beruht darauf, daß die Größe $p(T) = S_T^T / S_{30}^{30}$ (wobei S_T^T das Dichteverhältnis einer Probe bei der Temperatur T , S_{30}^{30} dieselbe Größe bei 30° C genommen, bedeutet) bei den hier verlangten Genauigkeiten unabhängig von der Konzentration der Probe ist, solange 99,0 Molprozent nicht unterschritten werden. Eine demnach weiterhin notwendige, geringe Korrektur für die Ergebnisse der Meßreihe mit der Probe von 96,8 Molprozent wurde ausgerechnet und angebracht.

Die erforderliche Messung bei 30° C ist in demselben Pyknometer vor Beginn der eigentlichen Meßreihe vorgenommen worden.

Dem Verfahren muß der Dichtewert des reinen Deuteriumoxyds bei 30° C zugrundegelegt werden. Dieser Bezugswert, $S_{30}^{30} = 1,10804$ (Dichteverhältnis von reinem Deuteriumoxyd zu normalem Wasser derselben Temperatur bei normaler Zusammensetzung der O-Isotopen), wurde der Arbeit von Isberg und Lundberg⁶ entnommen.

¹ T. L. Chang u. L. H. Tung, Nature, Lond. **163**, 737 [1949].

² R. Schrader u. K. Wirtz, Z. Naturforschg. **6a**, 220 [1951].

³ J. R. Heiks, M. K. Barnett, L. v. Jones u. E. Orban, J. Phys. Chem. **58**, 488 [1954].

⁴ R. C. Hardy u. R. L. Cottingham, J. Res. Nat. Bur. Stand. **42**, 573 [1949].

⁵ K. Wirtz, Phys. Z. **43**, 465 [1942].

⁶ P. Isberg u. L. Lundberg, Z. Naturforschg. **9a**, 472 [1954].