



PRODUKTBLATT

NI Resin

Hauptanwendungsgebiete

- Nickel Abtrennung

Verpackung

Bestellnummer	Form	Partikelgrösse
NI-B25-A, NI-B50-A	25g und 50g Flaschen NI Resin	100-150 µm
NI-C20-A, NI-C50-A , NI-C200-A	20, 50 und 200 2 mL NI Resin Säulen	100-150 µm
NI-R50-A	50 2ml Kartuschen NI Resin	100-150 µm

Physikalische und chemische Eigenschaften

Dichte : 0,25 g/ml

Kapazität : 4 mg Ni/g Resin NI

Verwendungsbedingungen

Empfohlene T bei Verwendung: /

Flussrate : Für A grade: 0,6 – 0,8 mL/min

Lagerung : Trocken und Dunkel lagern, T<30°C, Haltbarkeit 1 Jahr

Zusätzliche Informationen finden Sie in beigefügter Literaturstudie

Methoden*

Referenz	Titel	Matrix	Analyten	Support
NIW01	Nickel in Wasser	Wasser	Ni	Säulen

*entwickelt von Eichrom Technologies Inc.

LITERATURSTUDIE

NI RESIN

Das Nickel Resin erlaubt die Abtrennung von Nickel von anderen Elementen über eine Fällung mit Dimethylglyoxim (abgekürzt als DMG, Abb.1) bei pH 8-9 auf der Säule.

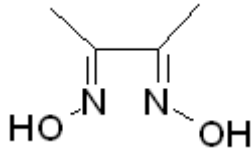


Abb. 1 : Dimethylglyoxim (DMG)

Während der Fällungsreaktion werden Wasserstoffatome durch ein Äquivalent der Metallionen ersetzt. Entsprechend reagieren zwei Moleküle Dimethylglyoxim ⁽¹⁾ mit einem Ni²⁺ Kation:

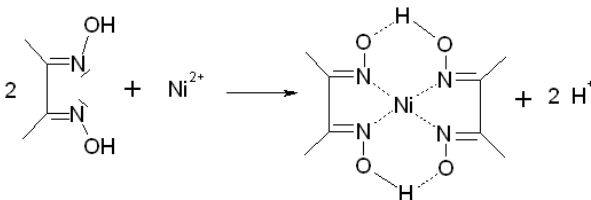


Abb. 2 : Fällungsreaktion

Der gebildete rötliche Nickel-Dimethylglyoxim Komplex ist wasserunlöslich und sehr stabil (Die Komplexbildungskonstante, log K₁ beträgt 14,6 ⁽³⁾).

Die Ni Trennung unter Verwendung des Ni Resins lässt sich wie folgt zusammenfassen.

Die Probe wird mit einer Ni-Trägerlösung versetzt, wobei die Probe nicht mehr 3 mg Ni/g trockenes Resin enthalten darf. Danach wird sie zunächst mehrfach mit konzentrierter HCl eingedampft und abschließend in 1M HCl wieder aufgenommen. Zur salzsauren Probelösung wird eine 0,2M Ammoniumcitratlösung hinzugefügt und mit Ammoniak auf pH 8-9 eingestellt. Das Ni Resin wird zunächst mit einer auf pH 8-9 eingestellten 0,2M Ammoniumcitratlösung konditioniert, im Anschluss wird die Probe auf das Resin gegeben. Beim Durchlaufen der Probe durch die Säule tritt ein pinkfarbender Niederschlag auf. Der Nickel-dimethylglyoximkomplex wird mit 3M HNO₃ dissoziiert und kann so in wässriger Form vom Resin eluiert werden ^(2,3). Das Resin und das Eluat sind unter diesen Bedingungen beide farblos. In diesem Schritt wird ein großer Teil des auf dem Resin adsorbierten DMG co-eluiert.

Ni-63 und Ni-59 können direkt über und Flüssigkeitsszintillations-

Gammaspektrometrie gemessen werden ⁽²⁾. Der eluierte Ni-DMG Komplex kann auch erneut gefällt und filtriert werden. Die Ni-59 Aktivität kann durch Messung des Niederschlags auf dem Filter bestimmt werden. Für die Ni-63 Messung wird der den Niederschlag enthaltende Filter bei 500°C im Ofen mineralisiert. Das entstandene Nickeloxid NiO, wird in einem Minimum an Königswasser aufgelöst und durch wiederholtes Eindampfen mit konz. HCl bis zur Trockene in NiCl₂ überführt. Salzsäure ist Salpetersäure vorzuziehen, da NiCl₂ im Gegensatz zu Ni(NO₃)₂·6H₂O nicht flüchtig ist (der Siedepunkt der Nitratverbindung liegt bei 137°C). Der Nickelrückstand wird abschließend in 0,1M HCl aufgenommen und im Flüssigszintillationszähler gemessen ⁽²⁾.

Die Konditionierung der Säule kann ebenfalls mit Ammoniumtartrat erfolgen. Die Anwesenheit von Citrat oder Tartrat verhindert die Fällung von Metallionen, welche in Ihrer Hydroxid-Form unlöslich sind. Die Gegenwart von Oxidationsmitteln in höherer Konzentration verhindert die Fällung des Ni als DMG-Komplex, da die Bildung des löslichen oxidierten Nickel-Dimethylglyoximoxidkomplexes bevorzugt wird ⁽¹⁾.

Enthält die Probe eine größere Menge Eisen, so ist eine vorherige Abtrennung des Eisens notwendig ⁽³⁾. Ist die Menge des Rückstandes nach dem Eindampfen klein, so kann die Abtrennung des Eisens unter Verwendung des TRU Resins erfolgen:

- 1/ Auflösen des Niederschlags in 8M HNO₃
- 2/ Zugabe einer Fe-Trägerlösung (1,5 mg Fe/g trockenes TRU Resin)
- 3/ Aufgabe der Probe auf das TRU Resin
- 4/ Spülen des TRU Resins mit 8M HNO₃

Handelt es sich um eine größere Menge Niederschlag so erfolgt die Abtrennung des Eisens mit Hilfe eines Anionenaustauschers des Typs 1x8 :

- 1/ Auflösen des Niederschlags in 12 M HCl
- 2/ Zugabe einer Fe-Trägerlösung
- 3/ Aufgabe der Probe auf den Anionenaustauscher
- 4/ Spülen des Ionenaustauschers mit 12M HCl

In beiden Fällen wird das Eisen auf der Säule zurückgehalten, während das Nickel eluiert wird. Die Eluate werden bis fast zur Trockene eingedampft und mit HCl aufgenommen. Danach wird die Probe mit 0,2M Ammoniumcitratlösung versetzt und mit Ammoniak auf pH 8-9 eingestellt.

LITERATURSTUDIE

Eine Studie der Dekontaminationsfaktoren des Nickels im Bezug auf andere Radionuklide wurde von D.F. Cahill et L. M. Peedin realisiert⁽⁴⁾. Die Resultate sind in Tabelle 1 dargestellt. Die gleichen Autoren haben auch ihre Standardmethode zur Abtrennung und Bestimmung von Ni-59/63 mit der Nickel Resin Methode verglichen. Ihre Standardmethode bestand aus den nachfolgenden Etappen:

- 1/ Zugabe der Trägerlösung zur Probe
- 2/ Ansäuern/Eindampfen
- 3/ Fällung von $Fe(OH)_3$
- 4/ Zentrifugieren/Filtrieren
- 5/ Einstellung des pH auf 8-9
- 6/ Fällung des Ni mit DMG
- 7/ Zentrifugieren/ Waschen des Niederschlags
- 8/ Auflösen des Niederschlags
- 9/ Zweite Fällung des Ni-DMG
- 10/ Zentrifugieren/ Waschen des Niederschlags
- 11/ Auflösen des Ni-DMG
- 12/ Zerstörung des Ni-DMG Komplexes/ Überführung in NiO
- 13/ Auflösen und Messung durch Flüssigkeitsszintillation

Der Vergleich wurde mit den verschiedenen, in ihrem Labor analysierten, Probenarten durchgeführt. Tabelle 2 zeigt, dass die mit beiden Methoden erhaltenen Ergebnisse vergleichbar sind. Der Vorteile der Nickel Resin Methode besteht jedoch darin, dass die Analysezeit von 2-2,5 Tagen auf 1-1,5 Tagen gesenkt und dass die Menge an verwendeten Chemikalien verringert werden konnte.

Radionuklide	Dekontaminationsfaktor
Cr-51	3,5E+02
Mn-54	8E+03
Fe-55	4E+02
Co-58	1E+03
Co-60	1,1E+03
Nb-95	1,3E+02
Cs-134	2,8E+03
Cs-137	3E+03

Tab. 1 : Dekontaminationsfaktoren unter Verwendung des Ni Resins für unterschiedliche Radionuklide mit Bezug auf Nickel⁽⁴⁾.

Nickel Resin existiert in der Korngrösse 100-150µm. Es wird entweder als loses Material oder in 2ml Säulen geliefert. In den 2ml Säulen ist das Resin in Ammoniumcitratlösung pH 9 aufgeschwemmt.

Probentyp	Standardmethode	Nickel Resin
TL/HS Tank	8,510E-02	8,810E-02
Laborabfalltank	9,842E-02	9,213E-02
WECT Tank	1,595E-01	1,543E-01
Ni-63 Standard	1,876E+01	1,980E+01
Ni-59 Standard	3,700E+02	3,396E+02
DAW Wischproben	1,547E+03	1,713E+03
Rad. Abfallfilter	2,738E+04	2,882E+04
RWCU Resin	6,771E+04	7,585E+04

Tab 2 : Vergleich der Standardmethode und der Ni Resin Methode. ⁽⁴⁾. Die erhaltenen Ni-63 Aktivitäten sind in Bq/Probe angegeben.

Literatur

- (1) Kirby L. J.; The Radiochemistry of Nickel, November 1961, NAS-NS 305
- (2) Rajkovich S., Cahill D., Peedin L., Wheland S., Lardy M., Eichrom Cincinnati Users' Seminar, OH - USA (1996); Quellenangabe Eichrom RS196.
- (3) Strebin R., Orr R., Kaye J., Fadeff S., *Nickel-59 and Nickel-63 Determination in Aqueous Samples*. Pacific Northwest Laboratory, Richland, WA – DOE Methods Compendium RP300; Quellenangabe Eichrom RP300.
- (4) Cahill D. F., Peedin L. M., *A comparison of Standard and Extraction Chromatography Methods of Analysis for Nickel-59/63 and Tritium*; 41st Annual Conference on Bioassay, Analytical and Environmental Chemistry, Eichrom workshop, Boston, MA – USA, (1995); Quellenangabe Eichrom CD195.