

FICHE TECHNIQUE

Résine Ni

Applications Majeures

- Séparation du nickel

Conditionnement

Références	Forme	Taille des particules
PB-B25-A, PB-B50-A	Bouteilles de 25g et 50g de résine Ni	100-150 µm
PB-C20-A, PB-C50-A , PB-C200-A	20, 50 et 200 colonnes de 2 mL de résine Ni	100-150 µm
PB-R50-A	50 cartouches de 2ml de résine Ni	100-150 µm

Propriétés physiques et chimiques

Densité : 0,25 g/ml

Capacité : 4 mg Ni/g résiné Ni

Conditions opératoires

Température d'utilisation conseillée : /

Débit : Grade A: 0,6 – 0,8 mL/min

Stockage : Dans un endroit sec et à l'abri de la lumière, T<30°C, Péréemption 1 an

Plus d'informations dans l'étude bibliographique ci-joint

Méthodes*

Référence	Description	Matrice	Analytes	Support
NIW01	Ni dans l'eau	eau	Ni	colonnes

*développées par Eichrom Technologies Inc.

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

RESINE NI

La résine Nickel permet de séparer le nickel des autres éléments par précipitation du nickel avec la diméthylglyoxime (abrégée en DMG, figure 1) à pH 8-9.

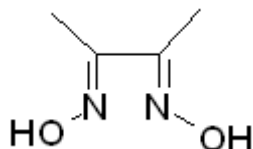


Figure 1 : diméthylglyoxime (DMG)

Durant la réaction de précipitation, deux molécules de diméthylglyoxime réagissent avec Ni^{2+} (1) :

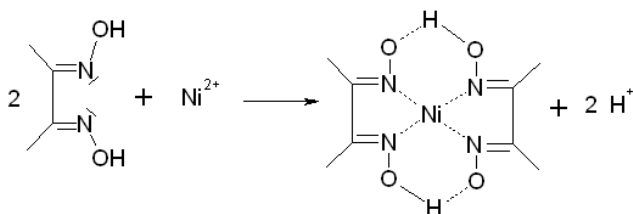


Figure 2 : Réaction de précipitation du complexe de nickel-diméthylglyoxime, $Ni(DMG)_2$.

Le complexe de nickel-diméthylglyoxime est insoluble dans l'eau et difficile à détruire. Sa constante de stabilité, $\log K_1$, est de 14,6 (3). L'échantillon est tracé avec une solution d'entraîneur de nickel ne dépassant pas les 3 mg Ni/g de résine sèche. L'échantillon est évaporé et repris en milieu HCl concentré dans un premier temps puis en milieu HCl 1M. Une solution de citrate d'ammonium 0,2M est ajoutée et l'échantillon est tamponné à pH 8-9 avec de l'ammoniaque. La résine est préconditionnée avec une solution de citrate d'ammonium 0,2M tamponnée à pH 8-9 avec NH_4OH . L'échantillon est chargé sur la résine. Il apparaît un précipité rouge au fur et à mesure que la solution percole dans la résine. Le complexe de nickel-diméthylglyoxime est dissous en milieu HNO_3 3M, ce qui permet son élution de la résine sous forme aqueuse (2,4). La résine redevient incolore. La solution éluee est également incolore. A ce stade, une grande partie de DMG initialement imprégnée sur le support inerte a été éluee de la résine.

Ni-63 et Ni-59 peuvent être mesurés directement par scintillation liquide et par spectrométrie X respectivement (2). Le complexe de $Ni(DMG)_2$ élué peut aussi être re-précipité et filtré. L'activité en Ni-59 est mesurée par comptage du dépôt sur filtre. Pour la mesure de Ni-63, le filtre contenant le précipité est minéralisé à 500°C dans un four.

Le résidu d'oxyde de nickel, NiO, obtenu est dissous dans un volume minimum d'eau régale. La matrice est convertie sous forme chlorure après plusieurs évaporations à sec successives avec HCl concentré. L'acide chlorhydrique est préféré à l'acide nitrique car $NiCl_2$ n'est pas volatile contrairement à $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, dont le point d'ébullition est 137°C. Le résidu de nickel est repris en milieu HCl 0,1M pour le comptage en scintillation liquide (2).

Le conditionnement peut aussi se faire en milieu tartrate. La présence de citrates ou de tartrates prévient la co-précipitation de métaux qui normalement précipiteraient sous forme d'hydroxydes insolubles dans ces conditions de pH. La présence d'agents oxydants en quantité non négligeable peut empêcher la précipitation du nickel par formation de complexes de nickel-diméthylglyoxime oxydés solubles (1).

Si l'échantillon contient une quantité non négligeable de fer, il est préférable de séparer le fer avant de précipiter le nickel (4). Si la quantité de résidu lors de l'évaporation de l'échantillon avec l'entraîneur est faible, la séparation du fer peut être effectuée sur une résine TRU :

- 1/ dissolution du résidu dans HNO_3 8M
- 2/ ajout d'un entraîneur de $Fe \leq 1,5$ mg Fe/g de résine TRU sèche)
- 3/ ajout de l'échantillon à la résine TRU
- 4/ rinçage de la résine TRU avec HNO_3 8M

En revanche, si la quantité de résidu est importante, la séparation du fer est réalisée sur une résine échangeuse d'anions de type 1x8 :

- 1/ dissolution du résidu dans HCl 12M
- 2/ ajout d'un entraîneur de $Fe \leq 1,5$ mg Fe/g de résine)
- 3/ ajout de l'échantillon sur la résine échangeuse d'anions
- 4/ rinçage de la résine avec HCl 12M

Dans les 2 cas, le fer reste fixé sur la résine tandis que le nickel est élué. Les éluats sont évaporés presque à sec et repris en milieu HCl pour la préparation de l'échantillon avant passage sur la résine Nickel.

Une étude sur les facteurs de décontamination de Ni par rapport à d'autres radionucléides a été réalisée par D.F. Cahill et L. M. Peedin (5). Ces résultats sont donnés dans le tableau 1.

Les mêmes auteurs ont comparé leur méthode standard de séparation du nickel, pour la mesure de Ni-59/63, avec la méthode utilisant la résine

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Nickel ⁽⁵⁾. Les étapes de la méthode standard sont décrites ci-après :

- 1/ ajout de l'entraîneur à l'échantillon
- 2/ acidification/évaporation
- 3/ précipitation avec $Fe(OH)_3$
- 4/ centrifugation/filtration
- 5/ ajustement du pH à 8-9
- 6/ précipitation de Ni avec DMG
- 7/ centrifugation/lavage du précipité
- 8/ dissolution du précipité
- 9/ 2^{ème} précipitation de $Ni(DMG)_2$
- 10/ centrifugation/lavage du précipité
- 11/ dissolution $Ni(DMG)_2$
- 12/ destruction de $Ni(DMG)_2$ / Conversion en NiO
- 13/ dissolution et comptage en scintillation liquide

Les comparaisons ont été effectuées sur les différents types d'échantillons qui sont mesurés dans leur laboratoire. Les résultats donnés dans le tableau 2 montrent que la résine Nickel donne des résultats similaires à ceux obtenus avec la méthode standard, et ce pour des temps de manipulation réduits (1-1,5 jours au lieu de 2-2,5 jours).

Radionucléides	Facteurs de décontamination
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

Tableau 1 : Facteurs de décontamination sur la résine Nickel pour différents radionucléides par rapport au nickel ⁽⁴⁾.

La résine Nickel existe en taille de particule 100-150µm. La résine Nickel en colonnes préconditionnées de 2mL est livrée dans une solution de citrate d'ammonium de 0,15M tamponnée à pH 9 avec de l'ammoniaque.

Type d'échantillon	Méthode standard	Résine Nickel
TL/HS tank	8,510E-02	8,810E-02
Lab waste tank	9,842E-02	9,213E-02
WECT tank	1,595E-01	1,543E-01
Ni-63 spike	1,876E+01	1,980E+01
Ni-59 spike	3,700E+02	3,396E+02
DAW Smears	1,547E+03	1,713E+03
Radwaste filter	2,738E+04	2,882E+04
RWCU Resin	6,771E+04	7,585E+04

Tableau 2 : Comparaison des résultats en Ni-63 obtenus à partir de deux méthodes de séparation du nickel ⁽⁵⁾. Les activités sont en Bq/unité.

Bibliographie

- (1) Kirby L. J.; *The Radiochemistry of Nickel*, November 1961, NAS-NS 3051.
- (2) Rajkovich S., Cahill D., Peedin L., Wheland S., Lardy M., *Eichrom Cincinnati Users' Seminar*, OH - USA (1996); Référence Eichrom RS196.
- (3) Furia T. E., *CRC Handbook of Food Additives; Chapter 6 – Sequestrants in Foods*, 2nd ed. (1972).
- (4) 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; Référence Eichrom RP300.
- (5) 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); Référence Eichrom CD195.