

Новая продукция: Смола CL	стр. 1
Картриджи	стр. 2
Смешиваемость жидких сцинтилляционных смесей с водными пробами	стр. 4
План мероприятий	стр. 4



## ● НОВАЯ ПРОДУКЦИЯ

# СМОЛА CL

Смола CL – один из первых продуктов, разработанных TrisKem R&D. Она используется для разделения хлоридов и иодидов и основана на экстракционной системе, специфичной в кислой среде к платиноидам, серебру и золоту. Для разделения Cl/I лучше всего подходит среда H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (табл. 1). Специфичность к галогенидам достигается за счет насыщения смолы серебром.

*Table 1 : Величины D<sub>w</sub> для некоторых катионов на смоле CL в серной кислоте (данные из [1]).*

Анализируемый элемент	Условия экстракции	D <sub>w</sub> , мл/г
Ag	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	650000
Ag	Серная кислота, pH=3	600000
Ag	Серная кислота, pH=5	350000
Cd	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Ce	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4
Co	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Cu	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Fe	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Mn	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Ni	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<1
Pd	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	87000
Zn	1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	25

Насыщение смолы катионами серебра позволяет получить хорошую специфичность к анионам, особенно к галогенидам, образуя нерастворимые соединения с Ag. Величины D<sub>w</sub> для хлоридов и иодидов на насыщенной серебром смоле CL в 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> составляют 1600 и 1980 соответственно. Таким образом, оба аниона хорошо поглощаются при таких условиях. Перед экстракционными экспериментами, в которых проявлялась типичная рабочая емкость, смолу CL...

продолжение на стр. 2

## ● EDITO

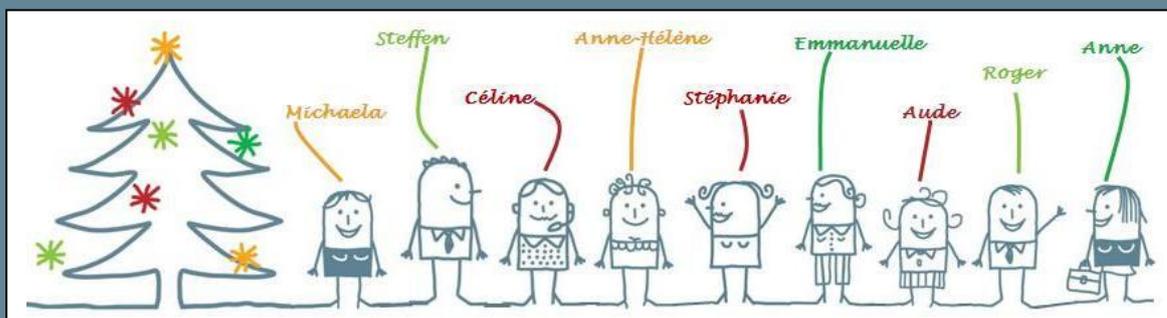
2010 год уже почти окончен, и вся команда TrisKem International желает Вам всего наилучшего в 2011 году.

С самого основания TrisKem придавало большое значение исследовательскому отделу R&D. Поэтому мы рады сообщить Вам о появлении в первом семестре 2011 года в нашем каталоге двух новых смол, разработанных нашей программой R&D. Одна из них (смола CL) применяется для выделения и разделения Cl-36 и I-129. Вторая (смола CU) – для селективного выделения Cu, в частности Cu-64 и Cu-67.

В этом издании мы привели некоторые характеристики смолы CL. Вы можете найти больше информации в технических описаниях и методиках, доступных для скачивания на нашем сайте: [www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com).

Также мы рады пригласить Вас на различные конференции и встречи в 2011 году (см. детали на с. 4).

Aude Bombard  
Product Manager



Мы желаем Вам счастливого Рождества, счастья, успехов и хороших начинаний в новом 2011 году!

TRISKEM INFOS

Publication Manager : Michaela Langer • Writing : Aude Bombard  
Graphic Designer : Essentiel – Rennes • ISSN 1968-9225



## Новости о картриджах

В первом семестре 2011 года, мы начнем поставлять новые 2мл картриджи нашего производства.

Соединение Люэра осталось прежним (для совместимости с вакуумной системой и сопутствующими материалами), так же как геометрия и материалы картриджей. Тем не менее, изменен дизайн (см. фото 1 и 2 ниже): основное отличие в цветном кольце, позволяющем легче идентифицировать и герметизировать картридж..



**Фото 1:** Новый дизайн 2мл картриджа для смолы TRU с голубым кодовым кольцом.



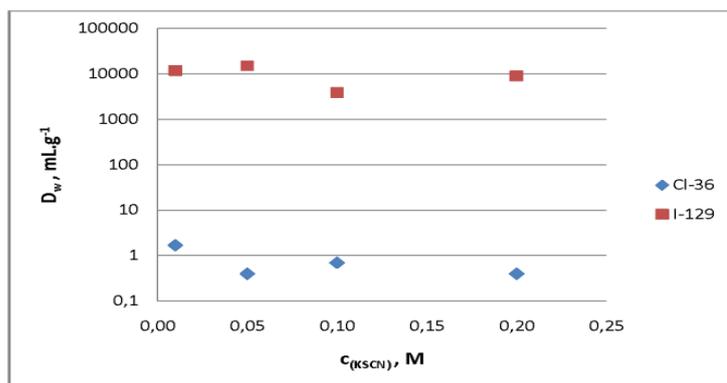
**Photo 2:** Новый дизайн 2мл картриджа для смолы DGA,N с серым кодовым кольцом.

**Для получения дополнительной информации свяжитесь с нами и/или загрузите информационные листы с нашего веб-сайта:**  
[www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com)

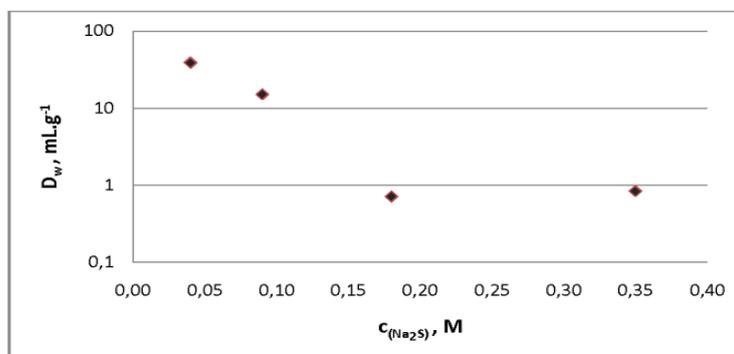


... насыщали 20 мг  $\text{Ag}^+$  на г смолы. При таких условиях емкости насыщенной серебром смолы по хлоридам и иодидам составляли порядка 25 мг иодида и 6.5 мг хлорида на г смолы CL, насыщенной  $\text{Ag}^+$ . Более высокие емкости к галогенидам могут быть получены при увеличении количества серебра в смоле CL.

Для определения наилучших условий для разделения хлоридов и иодидов для них были определены величины  $D_W$  на насыщенной серебром смоле CL в зависимости от концентрации  $\text{SCN}^-$  и  $\text{S}^{2-}$ . Результаты представлены на рис. 1 и 2.



**Рис. 1 :**  $D_W$  для Cl и I на смоле CL, насыщенной  $\text{Ag}^+$ , при  $\text{pH}=7$  в зависимости от концентрации  $\text{SCN}^-$  (1).



**Рис. 2 :**  $D_W$  для Cl и I на смоле CL, насыщенной  $\text{Ag}^+$ , при  $\text{pH}=7$  в зависимости от концентрации  $\text{Na}_2\text{S}$  [1].

Хлорид легко может быть вымыт со смолы с помощью растворов  $\text{SCN}^-$ , тогда как иодид остаётся на смоле. Затем иодид можно элюировать со смолы раствором с высоким содержанием  $\text{S}^{2-}$ . На основании этих свойств Zulauf и др. [1] разработали и оптимизировали метод разделения хлоридов и иодидов; данный метод схематично изображен на рис. 3. Для того, чтобы зафиксировать в растворе хлор и йод в виде хлоридов и иодидов, в пробу серную кислоту и 0.1M  $\text{SnSO}_4$  в качестве восстановителя. Это особенно важно в случае хлора, т.к. исходя из величин растворимости солей серебра, хлораты будут проходить через смолу, тогда как иодаты, напротив, будут экстрагироваться.

При пропускании пробы через насыщенную серебром смолу CL в пробе устанавливают предпочтительно среду 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (хотя возможна слабкокислая или даже нейтральная среда). При первой промывке (деионизованная вода) из колонки удаляются элементы матрицы и потенциально мешающие элементы. Хлорид затем элюируют малым объемом раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$  или  $\text{NaSCN}$ .

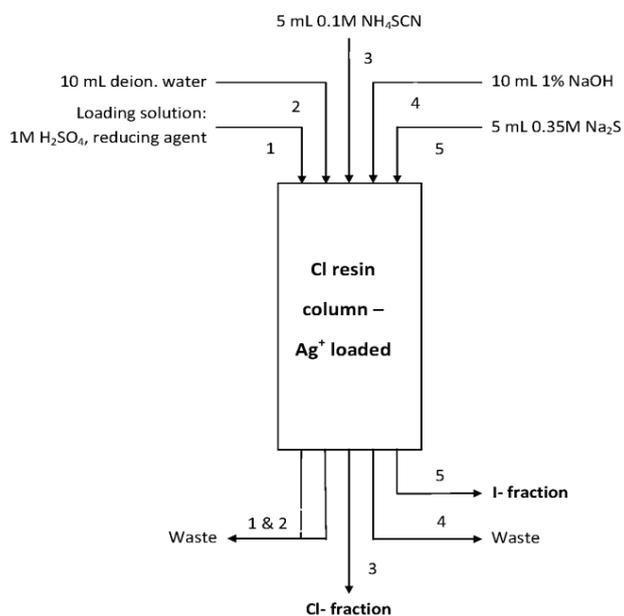


Рис. 3: Схема оптимизированного метода разделения Cl / I [1].

При оптимизации метода было показано, что промывка колонки разбавленным раствором щелочи до элюирования иодида позволяет резко увеличить химический выход йода. Поэтому непосредственно перед окончательным элюированием иодида малым объемом раствора  $\text{Na}_2\text{S}$  колонку со смолой CL промывают 1% раствором NaOH.

Малые объемы конечного элюента позволяют проводить непосредственное измерение полученных фракций методом жидкостной сцинтилляции. Некоторые жидкие сцинтилляторы могут восстанавливать следовые количества  $\text{Ag}^+$ , вымываемого из колонки, что приводит к «зачернению» и снижению прозрачности проб; таким образом, рекомендуется проверить вашу жидкую сцинтилляционную смесь перед использованием. Смесь ProSafe HC (Meridian Biotechnologies Ltd.) в данном плане является пригодной.

Для получения дополнительной информации о чистоте хлоридных и иодидных фракций были определены коэффициенты очистки ( $D_f$ ) посредством применения оптимизированного метода на нескольких многокомпонентных растворах и образцовых радиоактивных растворах; результаты приведены в табл. 2.

Также были определены химические выходы при разделении: 97.0 % ( $\pm 2.5\%$ ,  $k=1$ ,  $N=30$ ) для хлорида и 91.7% % ( $\pm 10.1\%$ ,  $k=1$ ,  $N=30$ ) для иодида [1]. Затем эти значения химических выходов были использованы в анализе проб меченой водопроводной воды. В таблице 3 сравнены полученные и заданные активности; видно, что они хорошо согласуются. Mokili и др. также успешно применяли этот метод на меченых пробах сточных вод [2].

Кроме водных проб, Zulauf и др.[3] тестировали метод на меченых пробах почвы, бетона и мембранных фильтров.

Элемент	$D_f$ в Cl-фракции	$D_f$ в I-фракции
Ba	>1000	>600
Cd	>6900	>7700
Co	>170	>1500
Cr	>29	>430
Cs	>200	>6200
Cu	>210	>190
Mn	>210	>370
Ni	>170	>320
Pb	>300	>720
Rb	>16	>2300
Sr	>180	>17000
U	>1900	>200
Zn	>32	>11
$^{60}\text{Co}$	>320	>320
$^{137}\text{Cs}$	>150	>150
$^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$	>180	>160
$^{36}\text{Cl}$	NA	>160
$^{129}\text{I}$	>420	NA

Таблица 1: Коэффициенты очистки  $D_f$  хлоридных и иодидных фракций от различных элементов.

I-129	determined activities		added activities		Bias / %	$E_n$
	A(I-129) / Bq	$U_{A(I-129)}$ / Bq	A(I-129) / Bq	$U_{A(I-129)}$ / Bq		
Repl. 1	8,24	1,98	8,22	1,31	0,3%	0,01
Repl. 2	8,17	1,97	8,22	1,31	-0,5%	0,02
Repl. 3	7,86	1,89	8,22	1,31	-4,4%	0,16
Cl-36	determined activities		added activities		Bias / %	$E_n$
	A(Cl-36) / Bq	$U_{A(Cl-36)}$ / Bq	A(Cl-36) / Bq	$U_{A(Cl-36)}$ / Bq		
Repl. 1	8,97	1,05	9,44	0,94	-5,1%	0,34
Repl. 2	9,11	1,06	9,44	0,94	-3,5%	0,23
Repl. 3	9,12	1,06	9,44	0,94	-3,5%	0,23

Таблица 2: Сравнение заданных и измеренных активностей; пробы меченой водопроводной воды, 3 параллели, систематическая погрешность,  $E_n$ ,  $k=2$ .

В первой операции определяли степень выщелачивания хлорида и иодида из трех матриц, которая составила > 90%. Затем готовили новые наборы меченых проб путем добавления в соответствующие матрицы известных количеств Cl-36 и I-129 с последующей сушкой. После этого высушенные пробы выщелачивали и проводили разделение, как описано выше. В целом, сходимость между измеренными и заданными значениями активностей оказалась весьма хорошей. (см. техническое описание смолы CL).



## КРАТКО

Вы можете найти версии изданий в электронном виде на нашем сайте.

Если Вы хотите отказаться от рассылки TrisKem Infos, сообщите нам по почте [contact@triskem.fr](mailto:contact@triskem.fr) или по тел. +33 (0)2 99 05 00 09.

## АНОНС МЕРОПРИЯТИЙ

° Winter Plasma Zaragoza 2011 – 30 01-04.02.2011, Сарагоса (Испания)  
<http://www.winterplasmazaragoza2011.es/>

° Международный симпозиум по применению изотопов в гидрологии и изучении морских экосистем и изменения климата – 27/03-01/04/2011, Монако  
<http://www-pub.iaea.org/mtcd/meetings/Announcements.asp?ConfID=38297>

° PROCORAD 2011 – 22-24/06/2011, Родос (Греция)  
[http://www.procorad.org/fr/avenir\\_reunion/](http://www.procorad.org/fr/avenir_reunion/)

° 19-й Международный симпозиум по радиофармацевтике – 28/08-02/09/2011, Амстердам (Нидерланды)  
<http://www.isrs2011.org/>

° 7-я Международная конференция по изотопам – 4-8/09/2011, Москва (РФ)  
<http://www.isotop.ru/en/events/information-for-participants/information-for-participants-2/>

° 3-й Международный конгресс по ядерной химии – 18-23/09/2011, Палермо (Италия)  
<http://3rdincc.mi.infn.it/>

Всю информацию о нашем участии в конференциях Вы можете найти на нашем сайте

**НЕ СТЕСНЯЙТЕСЬ  
КОНТАКТИРОВАТЬ С НАМИ  
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НОВОЙ  
ИНФОРМАЦИИ**



Warwick и др. [4] предложили метод анализа проб материалов, образующихся при снятии АЭС с эксплуатации (например, отработанные смолы), основанный на термическом разложении анализируемой пробы в печи 'Пиролизер'. Летучие изотопы хлора подаются потоком влажного воздуха в барботер, содержащий раствор 6 ммоль/л  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , где они и поглощаются. Раствор из барботера затем сразу пропускают через насыщенную серебром смолу CL. Авторы пришли к выводу, что поскольку среда в пробе, пропускаемой через колонку, не сильноокислая, необходима стадия дополнительной промывки ('модифицирующая промывка') с целью увеличения очистки от C-14.

В таблице 4 приведены коэффициенты очистки при использовании данного разработанного и оптимизированного метода.

Вычисленный суммарный химический выход в данном методе (пиролизер плюс разделение на колонке) оказался близким к 86%, что позволяет получить предел обнаружения на уровне 20 мБк/г ( $m_{\text{пробы}}=1\text{г}$ ,  $\varepsilon = 98\%$ ,  $t_{\text{изм}}=180$  мин). Метод был успешно испытан в определении  $^{36}\text{Cl}$  образцах отработанной смолы.

	$^{36}\text{Cl}$ fraction	$^{129}\text{I}$ fraction
$^3\text{HTO}$	> 500	> 2000
$^{14}\text{CO}_2$	7	5000
$^{14}\text{C}$ modified wash	700	
$^{36}\text{S}$ modified wash	1500	1000
$^{36}\text{Cl}$		> 2000
$^{129}\text{I}$	1300	

Таблица 6: Коэффициенты очистки при использовании метода с Пиролизером и смолы CL [4].

### Библиография

- [1] A. Zulauf, S. Happel, M. B. Mokili, A. Bombard, H. Junglas: Characterization of an extraction chromatographic resin for the separation and determination of  $^{36}\text{Cl}$  and  $^{129}\text{I}$ . *J. Radanal Nucl Chem*, 286(2), 539-546 (DOI: 10.1007/s10967-010-0772-5).
- [2] A. Zulauf, S. Happel, M. B. Mokili, P. Warwick, A. Bombard, H. Junglas: Determination of Cl-36 and I-129 by LSC after separation on an extraction chromatographic resin. Presentation at the LSC 2010 conference, 07/09/2010, Paris (France), доступно он-лайн: <http://www.nucleide.org/LSC2010/presentations/O-56.pdf>.
- [3] A. Zulauf, S. Happel: Characterisation of a Cl- and I- selective resin. Presentation at the TrisKem International users group meeting, 14/09/2010, Chester (UK); доступно он-лайн: [http://www.triskem-international.com/iso\\_album/ugm\\_chester\\_06\\_zulauf\\_happel\\_cl\\_resin.pdf](http://www.triskem-international.com/iso_album/ugm_chester_06_zulauf_happel_cl_resin.pdf).
- [4] P E Warwick, A Zulauf, S Happel, I W Croudace: Determination of  $^{36}\text{Cl}$  in decommissioning samples using a Pyrolyser furnace and extraction chromatographic separations. Presentation at the 11th ERA Symposium, 16/09/2010, Chester (UK); доступно он-лайн: [http://www.triskem-international.com/iso\\_album/11\\_era\\_chester\\_warwick\\_determination\\_of\\_36cl\\_in\\_decommissioning\\_samples\\_using\\_a\\_pyrolyser.pdf](http://www.triskem-international.com/iso_album/11_era_chester_warwick_determination_of_36cl_in_decommissioning_samples_using_a_pyrolyser.pdf).

## Емкости жидких сцинтилляторов

Уже в течение года мы поставляем различные жидкие сцинтилляционные смеси (см. TKI №3). Для 4-х основных жидких сцинтилляционных смесей James Thomson (Meridian Biotechnologies Ltd.) проводил эксперименты по определению максимального поглощаемого жидким сцинтиллятором объема стандартного водного раствора, используемого для вымывания радионуклидов из экстракционно-хроматографической колонки.

Емкости при 20° C	Gold Star	Gold Star LT2	ProSafe+	ProSafe HC+
0.1M лимонная кислота	10.0 мл	0.75 - 10.0 мл	3.25 мл	7.5 мл
0.1M цитрат аммония	10.0 мл	1.25 - 7.5 мл	2.75 мл	5.5 мл
0.1M ЭДТА	10.0 мл	2.25 - 4.5 мл	3.40 мл	5.25 мл
0.05M $\text{HNO}_3$	10.0 мл	10.0 мл	3.75 мл	10.0 мл
0.35M $\text{HNO}_3$	10.0 мл	10.0 мл	5.75 мл	10.0 мл
2M $\text{HNO}_3$	4.25 мл	2.75 мл	2.75 мл	4.5 мл
3M $\text{HNO}_3$	3.25 мл	2.25 мл	2.25 мл	4.25 мл
4M $\text{HNO}_3$	2.75 мл	2.25 мл	2.50 мл	4.0 мл

### TRISKEM INTERNATIONAL

Parc de Lormandière Bât. C • Rue Maryse Bastié • Campus de Ker Lann • 35170 Bruz • FRANCE  
Tel +33 (0)2.99.05.00.09 • Fax +33 (0)2.99.05.07.27  
[www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com) • email : [contact@triskem.fr](mailto:contact@triskem.fr)