

Nouveau produit : RESINE CL PAGE 1

Cartouches PAGE 2

Capacités en volume aqueux de Cocktail de scintillation liquide PAGE 4

Agenda PAGE 4



## ● NOUVEAU PRODUIT

# RESINE CL

La résine CL est le premier produit issu de notre travail R&D. Cette résine est basée sur un système d'extraction sélectif des métaux du groupe du platine, de l'or et de l'argent en milieu acide. Elle est plus particulièrement utilisée pour la séparation des chlorures et iodures pour lesquels le milieu acide sulfurique est le mieux adapté (tableau 1). La sélectivité de la résine pour les halogènes est générée par l'ajout d'une solution d'argent à la résine.

Tableau 1 : Coefficients de distribution  $D_w$  de la résine CL de différents cations en milieu  $H_2SO_4$  (données issues de [1]).

Analyte	Conditions d'extraction	$D_w, mL.g^{-1}$
Ag	$H_2SO_4$ 1M	650000
Ag	Acide sulfurique, pH 3	600000
Ag	Acide sulfurique, pH 5	350000
Cd	$H_2SO_4$ 1M	<1
Ce	$H_2SO_4$ 1M	4
Co	$H_2SO_4$ 1M	<1
Cu	$H_2SO_4$ 1M	<1
Fe	$H_2SO_4$ 1M	<1
Mn	$H_2SO_4$ 1M	<1
Ni	$H_2SO_4$ 1M	<1
Pd	$H_2SO_4$ 1M	87000
Zn	$H_2SO_4$ 1M	25

Le chargement de la résine avec des cations argent permet une bonne sélectivité pour les anions, particulièrement pour les halogènes, en formant des complexes argent peu ou pas solubles. Les coefficients de séparation du chlorure et de l'iodure sur la résine CL chargée en argent en milieu  $H_2SO_4$  1M ont été déterminés comme étant respectivement 1600 et 1980 indiquant une forte rétention pour ces deux éléments...

(Suite PAGE 2)

## ● EDITORIAL

Toute l'équipe de Triskem International profite de ce dernier N° de l'année 2010 pour vous souhaiter ses meilleurs vœux pour l'année 2011.

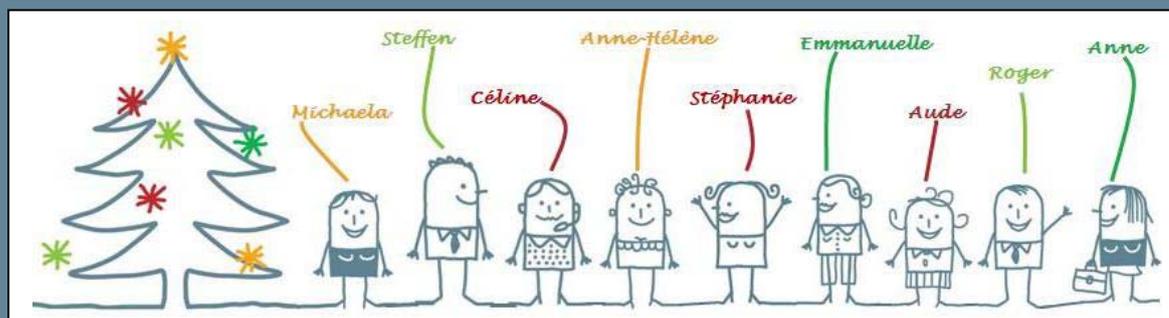
Depuis sa naissance, Triskem a donné beaucoup d'importance à son département R&D. Nous sommes donc fiers d'annoncer que 2 nouveaux produits issus de notre R&D vont compléter notre catalogue dans le courant du premier semestre 2011. Ces 2 produits sont des résines d'extraction. L'une est dédiée à la séparation de Cl-36 et I-129 et s'appelle résine CL. La deuxième résine est dédiée à la séparation du cuivre, notamment des radio-isotopes Cu-64 et Cu-67, et s'appelle résine CU.

Dans cette lettre, nous vous présentons les caractéristiques de la résine CL. Vous trouverez plus d'information sur les fiches techniques et les méthodes associées téléchargeables depuis notre site [www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com).

Nous serons heureux de vous rencontrer lors des différentes conférences auxquelles nous participerons en 2011 (Cf. page 4 pour le détail des conférences).

Aude Bombard  
Chef de Produits

Triskem sera fermé du 23 décembre au soir au 2 janvier 2011 inclus.



Nous vous souhaitons de très bonnes fêtes de fin d'année et une très bonne et heureuse année 2011!

TRISKEM INFOS

Directrice de Publication : Michaela Langer • Rédaction : Aude Bombard  
Conception graphique : Essentiel – Rennes • ISSN 1968-9209



## Nouveauté Cartouches

Dans le courant du premier semestre 2011, nous serons en mesure de vous fournir des cartouches de 2mL de notre production.

Ces cartouches gardent les mêmes systèmes de connexion (pour assurer la compatibilité avec les boîtes à vide et accessoires associés), ainsi que la même géométrie et matériau de fabrication. L'aspect de la cartouche change (Photos 1 et 2 ci-dessous):

- ajout d'une bague de couleur codée selon la résine permettant une identification rapide et
- fermeture hermétique de la cartouche.

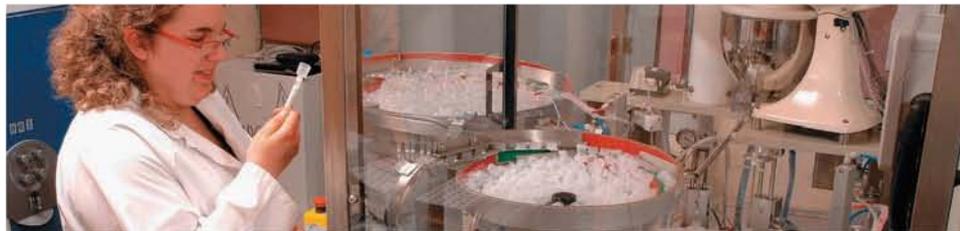


**Photo 1:** Nouvelle cartouche 2mL pour la résine TRU avec le code couleur bleu au niveau de la bague.



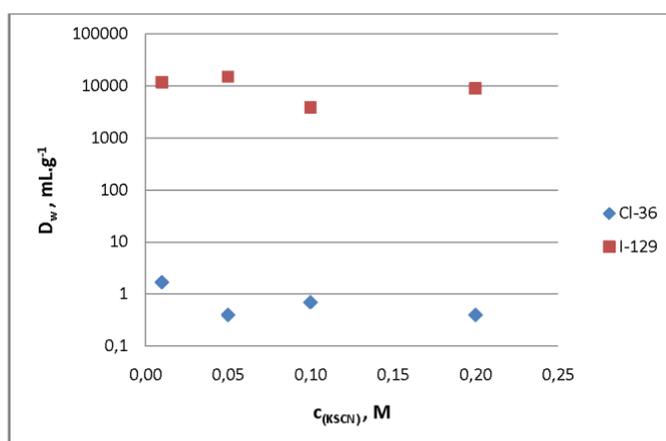
**Photo 2:** Nouvelle cartouche 2mL pour la résine DGA,N avec le code couleur gris au niveau de la bague.

**Pour plus d'information, n'hésitez pas à nous contacter et/ou à consulter les fiches techniques disponibles sur notre site web [www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com)**

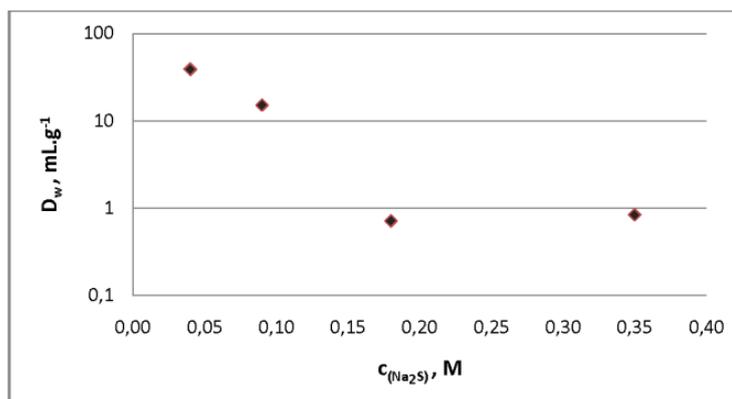


La résine CL utilisée pour la détermination des coefficients de séparation a été chargée avec 20mg  $\text{Ag}^+$  par gramme de résine CL avant les expériences d'extraction, ce qui correspond à une capacité de travail standard. Les capacités en chlorure et iodure sur une résine CL chargée en  $\text{Ag}^+$  dans ces conditions sont respectivement d'environ 6,5mg de chlorure et 25mg d'iodure/g  $\text{Ag}^+$  chargé. La capacité pour les halogènes peut être augmentée en accroissant la charge en argent sur la résine.

L'évaluation des meilleures conditions pour séparer le chlorure et l'iodure a été effectuée en déterminant les coefficients de séparation  $D_w$  sur la résine CL chargée en  $\text{Ag}^+$  pour des concentrations variables de  $\text{SCN}^-$  et  $\text{S}^{2-}$ . Les résultats obtenus sont présentés dans les figures 1 et 2.



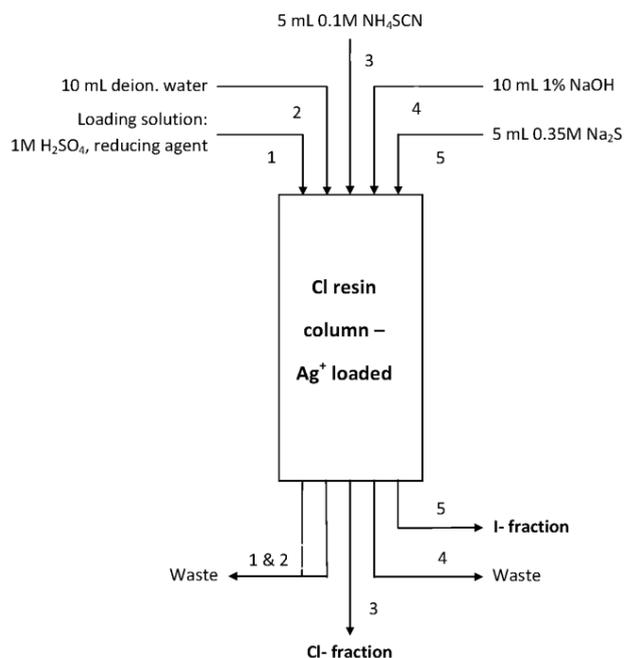
**Figure 1 :** Coefficients de séparation  $D_w$  de Cl et I sur la résine CL chargée en  $\text{Ag}^+$  à pH7 en fonction de la concentration en  $\text{SCN}^-$  [1].



**Figure 2:** Coefficients de séparation  $D_w$  de Cl et I sur la résine CL chargée en  $\text{Ag}^+$  à pH7 en fonction de la concentration en  $\text{S}^{2-}$ . [1].

Le chlorure peut être facilement élué de la résine avec des solutions de  $\text{SCN}^-$  alors que l'iodure reste fixé. L'iodure peut à son tour être élué en utilisant une solution de  $\text{S}^{2-}$  de concentration élevée. Une méthode de séparation a été développée et optimisée par Zulauf et al. à partir de ces résultats [1]. Cette méthode est schématiquement représentée figure 3. Il faut s'assurer avant de charger l'échantillon sur la résine CL chargée en  $\text{Ag}^+$  que le chlore et l'iode sont bien présents sous forme de chlorures et iodures. Pour cela l'échantillon est conditionné en milieu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  contenant  $\text{SnSO}_4$  0.1M comme réducteur. Ce point est important notamment dans le cas du chlore car la forme chlorate n'est pas fixée sur la résine, alors que l'iodate l'est.

L'échantillon est préférentiellement chargé sur la résine CL/ $\text{Ag}^+$  en milieu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1M



**Figure 3:** Schéma de la méthode optimisée de séparation Cl-/I- [1].

(des conditions peu acides voire neutres sont également possibles). Un premier rinçage à l'eau déionisée permet d'éluer les éléments de la matrice et les interférents potentiels de la résine. Le chlorure est alors élué avec un faible volume de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ou  $\text{NaSCN}$ .

Lors de l'optimisation de la méthode, il a été montré que le rinçage de la résine avec une solution alcaline de faible concentration avant l'élution de l'iode augmentait de façon importante le rendement en iode. Après l'élution des chlorures, la résine est rincée avec une solution  $\text{NaOH}$  1% puis les iodures sont élués avec un faible volume de solution  $\text{Na}_2\text{S}$ .

Les faibles volumes d'élution permettent la mesure directe des fractions par scintillation liquide. Certains cocktails de scintillation liquide réduisent les traces de  $\text{Ag}^+$  co-élué de la résine donnant une coloration noire au mélange SL. Il est donc nécessaire de tester au préalable le cocktail de liquide scintillant envisagé pour les mesures. Le cocktail ProSafe (fourni par Meridian Biotechnologies Ltd.) a été utilisé lors des expériences.

La pureté des fractions chlorure et iode a été évaluée en utilisant la méthode de séparation optimisée appliquée à des solutions multi-éléments et des solutions standards radioactives (tableau 2).

Les rendements chimiques moyens de séparation déterminés sont de 97% ( $\pm 2.5\%$ ,  $k=1$ ,  $N=30$ ) pour les chlorures et de 91,7% ( $\pm 10.1\%$ ,  $k=1$ ,  $N=30$ ) pour les iodures [1]. Ces rendements ont été appliqués à l'analyse d'échantillons d'eau du robinet. La comparaison des activités obtenues à celles dopées montre une bonne concordance (tableau 3). Mokili et al. ont également appliqué cette méthode avec succès pour des échantillons d'effluents dopés [2].

Outre les matrices eaux, Zulauf et al. ont aussi testé la méthode sur des échantillons de sols, de béton et de filtres membrane.

Analyte	$D_f$ in $\text{Cl}^-$ fraction	$D_f$ in $\text{I}^-$ fraction
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

**Tableau 2:** Facteurs de décontamination  $D_f$  de différents éléments dans les fractions chlorure et iode.

	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		
I-129						
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						
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

**Tableau 3:** Comparaison des activités mesurées et ajoutées, échantillons d'eau du robinet dopés, 3 répliques, biais et  $E_n$  :  $k=2$ .

Dans une première étape, les rendements de lixiviation des chlorures et iodures ont été déterminés comme supérieurs à 90% pour les 3 matrices. Des échantillons de chaque type de matrice sont alors préparés par dopage avec des quantités connues de  $\text{Cl-36}$  et  $\text{I-129}$ . Les échantillons sont séchés puis lixiviés et séparés selon la méthode optimisée décrite plus haut. Les activités déterminées correspondent bien aux activités de référence (voir la fiche technique de la résine CL).



## EN BREF

Vous pouvez retrouver les précédents numéros de notre newsletter sur notre site web.

Si vous ne souhaitez plus recevoir notre lettre d'information, merci de nous en informer soit en contactant [contact@triskem.fr](mailto:contact@triskem.fr) soit en appelant au +33 (0)2 99 05 00 09.

## AGENDA

° Winter Plasma Zaragoza 2011 – 30/01-04/02/2011, Zaragoza (Espagne)  
<http://www.winterplasmazaragoza2011.es/>

° International Symposium on isotopes in Hydrology, Marine Ecosystems, and Climate Changes Studies – 27/03-01/04/2011, MONACO  
<http://www-pub.iaea.org/mtcd/meetings/Announcements.asp?ConfID=38297>

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

° 19th International Symposium on Radiopharmaceutical Sciences – 28/08-02/09/2011, Amsterdam (Pays-Bas)  
<http://www.isrs2011.org/>

° 7th International Conference on Isotopes – 4-8/09/2011, Moscou (Russie)  
<http://www.isotop.ru/en/events/information-for-participants/information-for-participants-2/>

° 3rd International Nuclear Chemistry Congress – 18-23/09/2011, Palerm (Italie)  
<http://3rdincc.mi.infn.it/>

Visitez notre site web pour la mise à jour des conférences auxquelles nous allons participer

**N'HESITEZ PAS A NOUS  
CONTACTER POUR PLUS  
D'INFORMATION**



Warwick et al. [4] ont développé une méthode d'analyse pour les échantillons issus du démantèlement (ex. résines...) basée sur la décomposition thermique de l'échantillon via un four « pyrolyseur ». Les espèces chlorées volatiles sont entraînées dans un flux d'air humide et piégées dans un bulleur contenant une solution Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 6nM. La solution du bulleur est directement chargée sur la résine CL/Ag+. Les auteurs ont montré que puisque l'échantillon n'était pas chargé à partir d'un milieu acide concentré, une étape additionnelle de rinçage est réalisée pour améliorer la décontamination en C-14 de la fraction chlorure. Le tableau 4 montre les facteurs de décontamination utilisant la méthode « standard » et celle optimisée par Warwick et al.

Le rendement global de la méthode (étape de pyrolyse et séparation sur résine) est d'environ 86%, permettant d'obtenir une limite de détection de 20mBq.L<sup>-1</sup> de ( $m_{\text{échant}}=1g$ ,  $\epsilon_{\text{LSC}}=98\%$ ,  $t_{\text{comptage}}=180 \text{ min}$ ). Cette méthode a été appliquée avec succès pour la mesure de Cl-36 à un échantillon de résine irradié.

	<sup>36</sup> Cl fraction	<sup>129</sup> I fraction
<sup>3</sup> HTO	> 500	> 2000
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	7	5000
<sup>14</sup> C modified wash	700	
<sup>35</sup> S modified wash	1500	1000
<sup>36</sup> Cl		> 2000
<sup>129</sup> I	1300	

**Tableau 4 : Facteurs de décontamination pour la méthode Pyrolyseur/Résine CL [4].**

### Bibliographie

- [1] A. Zulauf, S. Happel, M. B. Mokili, A. Bombard, H. Jungclas: Characterization of an extraction chromatographic resin for the separation and determination of <sup>36</sup>Cl and <sup>129</sup>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. Jungclas: 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), accessible en ligne à l'adresse: <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); accessible en ligne à l'adresse: [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 <sup>36</sup>Cl in decommissioning samples using a Pyrolyser furnace and extraction chromatographic separations. Presentation at the 11th ERA Symposium, 16/09/2010, Chester (UK); accessible en ligne à l'adresse: [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).

## Capacité des Cocktails de Scintillation Liquide

Nous vous proposons depuis un an des cocktails de scintillation liquide (TKI N°3). Différentes expériences ont été réalisées par James Thomson (Meridian Biotechnologies Ltd.) pour déterminer le volume maximum de différentes solutions aqueuses (utilisées dans les étapes d'éluion de nos résines d'extraction chromatographiques) acceptables par 4 des principaux cocktails de scintillation utilisés :

Capacités @20° C	Gold Star	Gold Star LT2	ProSafe+	ProSafe HC+
Acide citrique 0.1M	10.0 ml	0.75 - 10.0 ml	3.25 ml	7.5 ml
Citrate d'ammonium 0.1M	10.0 ml	1.25 - 7.5 ml	2.75 ml	5.5 ml
EDTA 0.1M	10.0 ml	2.25 - 4.5 ml	3.40 ml	5.25 ml
HNO <sub>3</sub> 0.05M	10.0 ml	10.0 ml	3.75 ml	10.0 ml
HNO <sub>3</sub> 0.35M	10.0 ml	10.0 ml	5.75 ml	10.0 ml
HNO <sub>3</sub> 2M	4.25 ml	2.75 ml	2.75 ml	4.5 ml
HNO <sub>3</sub> 3M	3.25 ml	2.25 ml	2.25 ml	4.25 ml
HNO <sub>3</sub> 4M	2.75 ml	2.25 ml	2.50 ml	4.0 ml

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)