

Neue Produkte : CL RESIN

SEITE 1

Kartuschen

SEITE 2

Flüssigszintillationscocktails : Kapazitäten SEITE 4

Termine SEITE 4



● NEUE PRODUKTE

CL RESIN

Das CL Resin ist eines der ersten Produkte aus TrisKem's F&E Programm. Es wird für die Trennung von Chlorid und Iodid verwendet und basiert auf einem Extraktionssystem, welches insbesondere unter sauren Bedingungen selektiv für Platingruppenelemente, Gold und Silber ist. Aus praktischen Gründen ist H_2SO_4 am besten für die Verwendung im Rahmen der Cl^-/I^- Trennung geeignet (Tabelle 1). Die Selektivität für die Halogenide wird durch Laden des Resins mit Silber erreicht.

Tabelle 1 : D_w Werte ausgesuchter Kationen auf CL Resin in Schwefelsäure (Daten übernommen aus [1]).

Element	Extraktionsbedingung	$D_w, mL.g^{-1}$
Ag	1M H_2SO_4	650000
Ag	Schwefelsäure, pH 3	600000
Ag	Schwefelsäure, pH 5	350000
Cd	1M H_2SO_4	<1
Ce	1M H_2SO_4	4
Co	1M H_2SO_4	<1
Cu	1M H_2SO_4	<1
Fe	1M H_2SO_4	<1
Mn	1M H_2SO_4	<1
Ni	1M H_2SO_4	<1
Pd	1M H_2SO_4	87000
Zn	1M H_2SO_4	25

Durch das Beladen mit Ag^+ erhält das Resin eine hohe Selektivität für Anionen, insbesondere Halogenide, welche mit Silber schwer- oder nichtlösliche Komplexe bilden. Die D_w Werte für Cl^- and I^- des Ag^+ geladenen CL Resins in 1M H_2SO_4 betragen 1600 bzw. 1980. Beide werden somit sehr gut unter diesen Bedingungen zurückgehalten. Das für die D_w Wert Bestimmungen verwendete CL Resin wurde vorab mit 20 mg Ag^+ pro g CL Resin geladen...

(WEITER) SEITE 2

● EDITORIAL

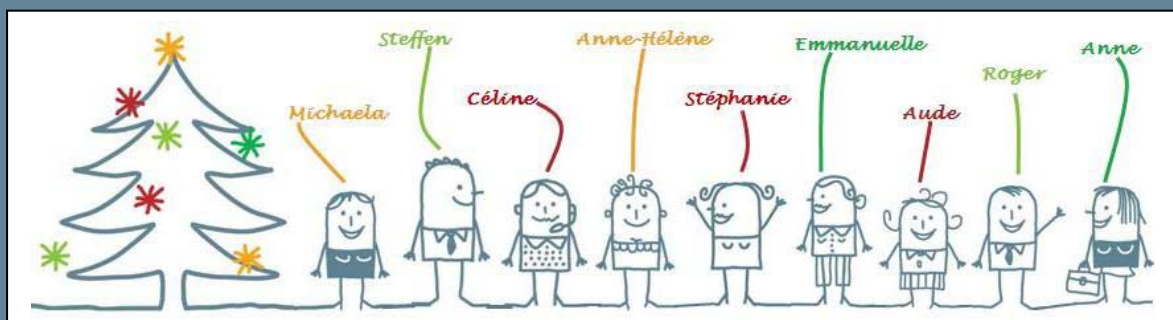
Zunächst möchten wir, das Team von Triskem International, Ihnen alles Gute und viel Erfolg für das kommende Jahr 2011 wünschen.

Forschung und Entwicklung ist eine Priorität für uns und deshalb freuen wir uns, Ihnen mitteilen zu dürfen, dass wir im Laufe des ersten Halbjahres 2011 zwei neu-entwickelte Resins in unseren Katalog aufnehmen werden. Das CL Resin findet Anwendung im Rahmen der selektiven Abtrennung und Bestimmung von Cl-36 und I-129. Das CU Resin ist geeignet für die selektive Abtrennung von Cu, beispielsweise bei der Herstellung von Cu-64 und Cu-67. In dieser Ausgabe stellen wir Ihnen die Eigenschaften des CL Resins vor. Sie finden weitere Informationen zum Herunterladen auf unserer Webseite www.triskem-international.com in Form der Produktblätter und Methoden.

Wir freuen uns, Sie auf einer der Konferenzen oder Tagungen in 2011 zu treffen (siehe Seite 4).

Aude Bombard
Produktmanagerin

! Unsere Büros sind vom 24. Dezember bis einschliesslich 2. Januar geschlossen !



Wir wünschen Ihnen ein Fröhliches Weihnachtsfest und einen guten Rutsch ins Neue Jahr 2011!

TRISKEM INFOS

Redaktionsleitung : Michaela Langer • Redaktion : Aude Bombard
Graphic Designer : Essentiel – Rennes • ISSN 1968-9233

SOFTWATER



Neue Kartuschen

Im Laufe des ersten Semesters 2011 werden wir beginnen 2 mL Kartuschen eigener Herstellung zuzuliefern.

Die Kartuschen besitzen dieselben Luer-Lock Verbindungen wie zuvor um sicherzustellen, dass sie weiterhin mit der Vakuumbbox und dessen Zubehör kompatibel sind. Die Geometrie des chromatographischen Bettes und die verwendeten Rohmaterialien bleiben ebenfalls gleich, lediglich das Design ist unterschiedlich (siehe Photos 1 und 2) wobei der Hauptunterschied der farb-kodierte Ring ist, welcher die Identifizierung des Resins vereinfacht und einen hermetischen Verschluss der Kartuschen sicherstellt..

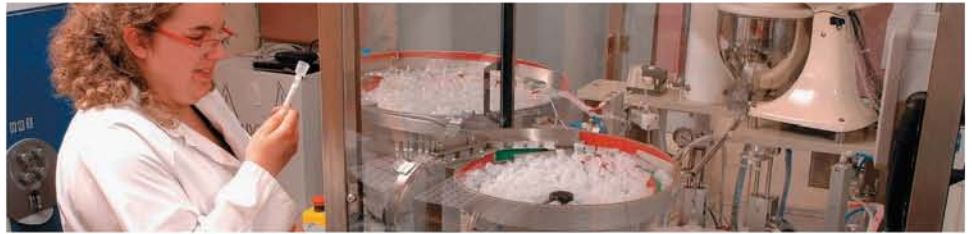


Photo 1: Neue 2mL TRU Resin Kartusche mit blauem Ring.



Photo 2: Neue 2mL DGA Resin Kartusche mit grauem Ring.

Für weitergehende technische Information zögern Sie bitte nicht uns zu kontaktieren und/oder das Produktblatt von unserer Webseite www.triskem-international.com herunterzuladen



...welches einer typischen Arbeitskapazität entspricht. Die Kapazitäten für Cl^- und I^- unter diesen Bedingungen betragen rund 25 mg I^- pro g Ag^+ geladenem CL Resin und rund 6.5 mg Cl^- pro g Ag^+ geladenem CL Resin. Höhere Kapazitäten für die Halogenide können durch Beladen des CL Resins mit größeren Mengen Ag^+ erreicht werden.

Um die für die Trennung von Cl^- und I^- am besten geeigneten Bedingungen zu identifizieren, wurden D_w Werte für Cl^- und I^- auf dem Ag^+ geladenem CL Resin bei verschiedenen SCN^- und S^{2-} Konzentrationen bestimmt: Abb. 1 und 2 zeigen die erhaltenen Ergebnisse.

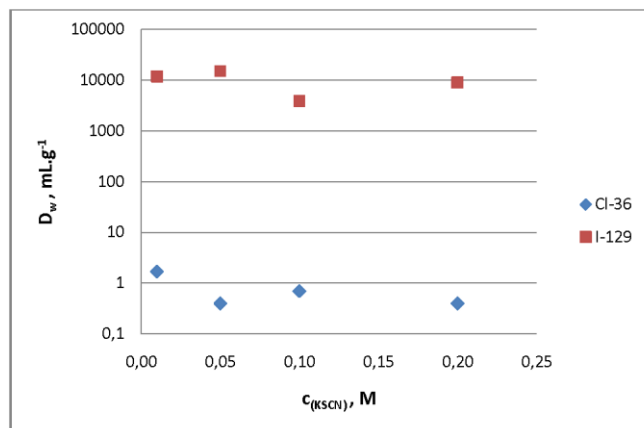


Abb. 1 : D_w Werte für Cl^- und I^- auf Ag^+ beladenem CL Resin bei pH 7 und variierenden SCN^- Konzentrationen [1].

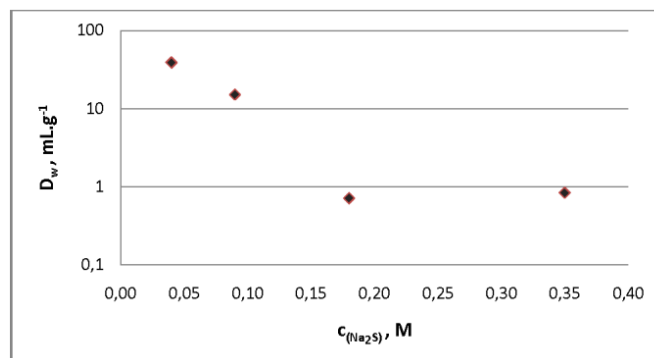


Abb. 2: D_w Werte für I^- auf Ag^+ beladenem CL Resin bei pH 7 und variierenden Na_2S Konzentrationen [1].

Cl^- kann leicht unter Verwendung einer SCN^- Lösung vom Resin eluiert werden, während I^- zurückgehalten wird. I^- kann dann mit einer S^{2-} Lösung höherer Konzentration eluiert werden. Von diesen Ergebnissen ausgehend wurde von Zulauf et al. eine Methode zur Trennung von Cl^- und I^- entwickelt und optimiert [1]. Abb. 3 zeigt schematisch diese Methode. Um sicher zu stellen, dass Chlor und Iod als Halogenide vorliegen, kann die Probe aus schwefelsaurer Lösung, in Gegenwart von 0.1M SnSO_4 als Reduktionsmittel, auf die Säule geladen werden. Dies kann insbesondere im Falle des Chlors eine Rolle spielen, da z.B. Chlorat im Gegensatz zu Iodat nicht von dem mit Ag^+ beladenem Resin zurückgehalten wird, wie auch anhand der Löslichkeit der Silbersalze zu erwarten war.

Die Probenaufgabe erfolgt vorzugsweise aus 1M H_2SO_4 (schwach saure oder neutrale Bedingungen sind ebenfalls akzeptabel). Im ersten Spülschritt (deion. Wasser) werden Matrixelemente und potentielle Interferenzen von der Säule gewaschen. Cl^- wird dann

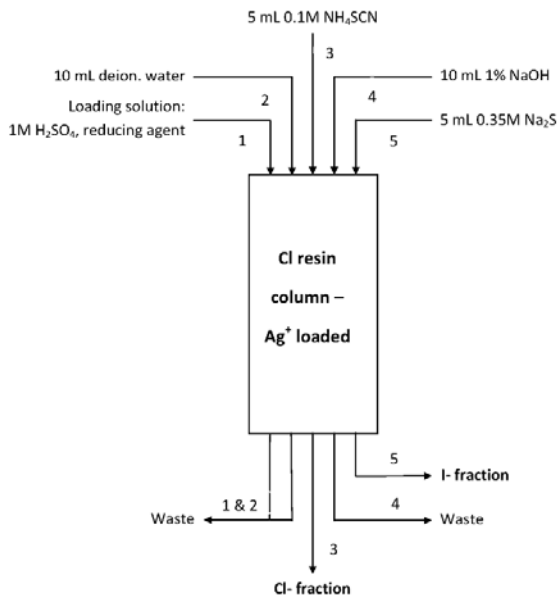


Abb. 3: Schema der optimierten Cl⁻ / I⁻ Trennmethode [1].

in einem kleinen Volumen NH₄SCN oder NaSCN eluiert.

Im Verlaufe der Methodenoptimierung zeigte sich, dass die Ausbeute der I⁻ Elution durch vorheriges Spülen der Säule mit verdünnter basischer Lösung stark erhöht werden kann. Dementsprechend wird das CL Resin vor der I⁻ Elution mit 1% NaOH gespült. Anschließend kann das I⁻ dann in einem kleinen Volumen einer Na₂S Lösung eluiert werden.

Die geringen Elutionsvolumina erlauben es, die Eluate direkt im LSC zu messen. Es zeigte sich allerdings, dass einige LSC Cocktails durch Spuren von Ag⁺ welche von der Säule gespült wurden, reduzieren werden, was zu dunkelgefärbten Messproben und somit erhöhtem Quench führt. Es ist daher notwendig den zu eingesetzten Cocktail vor der Verwendung daraufhin zu prüfen. ProSafe HC (Meridian Ltd.) ist z.B. für die Messungen gut geeignet.

Um weitere Informationen zur Reinheit der Cl⁻ und I⁻ Fraktionen zu bekommen, wurden Dekontaminationsfaktoren bestimmt. Dazu wurde die Methode auf verschiedene Multielement- und radioaktive Standardlösung angewandt. Tabelle 2 zeigt die erhaltenen Ergebnisse.

Die durchschnittlichen chemischen Ausbeuten der Trennung wurden mit 97,0 % (± 2,5%, k=1, N=30) für Cl⁻ und 91,7% (± 10,1%, k=1, N=30) für I⁻ bestimmt [1]. Die so bestimmten Ausbeuten wurden zur Berechnung der Aktivität von untersuchten Trinkwasserproben eingesetzt. Tabelle 3 vergleicht gespikte und bestimmte Aktivitäten, beide stimmen gut überein. Mokili et al. testeten die Methode ebenfalls erfolgreich an gespikten Abwasserproben [2].

Zusätzlich zu wässrigen Proben haben Zulauf et al. [3] die

Methode auch an ausgelaugten Boden, Beton- und Filterproben getestet.

Analyte	D _f in Cl ⁻ Fraktion	D _f in I ⁻ Fraktion
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 Co	>320	>320
¹³⁷ Cs	>150	>150
⁹⁰ Sr/ ⁹⁰ Y	>180	>160
³⁶ Cl	NA	>160
¹²⁹ I	>420	NA

Tabelle 2: Dekontaminationsfaktoren D_f verschiedener Elemente in den Cl⁻ und I⁻ Fraktionen.

	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

Tabelle 3: Vergleich gespikte und gefundene Aktivitäten, gespikte Trinkwasserproben, 3 Replikate, Bias und E_n, k=2.

Sie bestimmten dazu zunächst für die drei Matrices die jeweiligen Auslaugausbeuten (1M NaOH, 70°C) für Cl⁻ und I⁻. Es wurden dabei jeweils Ausbeuten > 90% gefunden. Sie stellten dann frische Sätze von mit Cl-36 und I-129 gespikten und getrockneten Proben her, welche ausgelaugt und wie zuvor beschrieben analysiert wurden. Bestimmte und zugegebene Aktivitäten stimmten sehr gut überein (siehe Produktblatt CL Resin).



IN KÜRZE

Sie finden ältere Ausgaben unserer TrisKem Info auf unserer Webseite.

Falls Sie unsere TrisKem Info nicht mehr erhalten möchten, informieren Sie uns bitte per e-mail (contact@triskem.fr) oder per Telefon +33 (0)2 99 05 00 09.

TERMINE

° Winter Plasma Zaragoza 2011 – 30/01-04/02/2011, Zaragoza (Spanien)
<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/Announcement.asp?ConfID=38297>

° PROCORAD 2011 – 22-24/06/2011, Rhodos (Griechenland)
http://www.procorad.org/fr/avenir_reunion/

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

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

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

Wir aktualisieren regelmäßig unsere Webseite, um Ihnen mitzuteilen, wo sie uns antreffen können.

**FÜR WEITERE
INFORMATIONEN STEHEN
WIR IHNEN GERNE ZUR
VERFÜGUNG**



Warwick et al. [4] entwickelten eine Methode zur Bestimmung von Cl-36 in Rückbau-Proben (z.B. gebrauchte Austauschharze) welche auf der thermischen Zersetzung der Probe in einem 'Pyrolyser' Ofen beruht. Die flüchtigen Chlor-Spezies werden mittels befeuchteter Luft in einen Blasen-zähler gespült und dort in einer 6 M Na₂CO₃ Lösung absorbiert. Diese Lösung wird dann direkt auf das Ag⁺ beladene CL Resin geladen. Es zeigte sich, dass, da die Probenaufgabe nicht aus stark saurer Lösung erfolgt, es notwendig ist einen zusätzlichen Waschschriff („modified wash“) mit 0.1M H₂SO₄ zur

Verbesserung der C-14 Dekontamination einzufügen. Tabelle 4 zeigt die von den Autoren bestimmten Dekontaminationsfaktoren.

Die totale chemische Ausbeute (Pyrolyser und Trennung auf der Säule) der Methode betrug rund 86%, so dass Nachweisgrenzen von etwa 20 mBq.g⁻¹ ($m_{Probe}=1g$, $\epsilon_{(LSC)}=98\%$, $t_{Mess}=180$ min) erhalten werden konnten. Die Methode wurde von den Autoren erfolgreich zur Bestimmung von Cl-36 in gebrauchtem Austauschharz verwendet.

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

Tabelle 4 : Dekontaminationsfaktor der Pyrolyser / CL Resin basierten Methode [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 ³⁶Cl and ¹²⁹I. *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. Präsentation auf der LSC 2010 Konferenz, 07/09/2010, Paris (Frankreich), online erhältlich unter: <http://www.nucleide.org/LSC2010/presentations/O-56.pdf>.
- [3] A. Zulauf, S. Happel: Characterisation of a Cl- and I- selective resin. Präsentation auf dem TrisKem International Anwendertreffen, 14/09/2010, Chester (GB); online erhältlich unter: 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 ³⁶Cl in decommissioning samples using a Pyrolyser furnace and extraction chromatographic separations. Präsentation auf dem 11. ERA Symposium, 16/09/2010, Chester (GB); online erhältlich unter: http://www.triskem-international.com/iso_album/11_era_chester_warwick_determination_of_36cl_in_decommissioning_samples_using_a_pyrolyser.pdf.

Flüssigszintillationscocktail Kapazitäten

Wir bieten seit nunmehr einem Jahr auch Flüssigszintillationscocktails an (siehe TKI N°3). James Thomson (Meridian Biotechnologies) hat die maximale Aufnahme der standardmäßig zur Elution unserer Resins verwendeter Reagenzien in den vier wesentlichen Cocktails bestimmt. Diese sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

Kapazität @20° C	Gold Star	Gold Star LT2	ProSafe+	ProSafe HC+
0.1M Zitronensäure	10.0 ml	0.75 - 10.0 ml	3.25 ml	7.5 ml
0.1M Ammonium citrate	10.0 ml	1.25 - 7.5 ml	2.75 ml	5.5 ml
0.1M EDTA	10.0 ml	2.25 - 4.5 ml	3.40 ml	5.25 ml
0.05M HNO ₃	10.0 ml	10.0 ml	3.75 ml	10.0 ml
0.35M HNO ₃	10.0 ml	10.0 ml	5.75 ml	10.0 ml
2M HNO ₃	4.25 ml	2.75 ml	2.75 ml	4.5 ml
3M HNO ₃	3.25 ml	2.25 ml	2.25 ml	4.25 ml
4M HNO ₃	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 • email : contact@triskem.fr