

Cesium Resins

SEITE 1

Tipps und Tricks : Leerkartuschen

SEITE 2

Agenda

SEITE 4

In Kürze: neue Produkte, NPE -freie LS Cocktails SEITE 4



## Cesium Resins

Wir haben dieses Jahr unserem Katalog zwei neue Resins, AMP-PAN und KNiFC-PAN, hinzugefügt. Beide dienen der Aufkonzentrierung und Abtrennung von Cs aus neutralen und/oder sauren wässrigen Lösungen, und wurden von Dr. Šebesta an der Tschechischen Technischen Universität in Prag entwickelt. Wie auch das ebenfalls dort entwickelte MnO<sub>2</sub>-PAN Resin basieren die Resins auf der Verwendung von sehr feinen und selektiven anorganischen Materialien welche in eine organische Matrix (PolyAcrylNitril, PAN) eingebettet wurden um deren mechanische Charakteristika zu verbessern. Die aktiven Komponenten sind die weithin verwendeten Ammonium Phosphomolybdat (auch Ammonium MolybdoPhosphat, AMP) und Kalium Nickel Hexacyanoferrat(II) (auch Kalium Nickel FerroCyanat, KNiFC).

Das Ammonium Phosphomolybdat, auf welchem AMP-PAN basiert, ist ein anorganischen Ionenaustauscher der für seine hohe Cs Selektivität, gerade auch in höherer Säurekonzentration, schnelle Kinetik und Radiolysestabilität bekannt ist [1]. Einer der Haupthinderungsgründe für einen direkten Einsatz des AMP ist seine mikrokristalline Struktur, dementsprechend gibt es zahlreiche Arbeiten zur Anpassung seiner Partikelgrößenverteilung. Das Einbetten des AMP in eine organische Matrix erlaubt es Partikelgröße, Topographie, Porosität, Hydrophilie und Vernetzungsgrad der Resin-Matrix, sowie die Menge an eingebettetem AMP zu kontrollieren.

Šebesta und Štefula konnten zeigen, dass das Einbetten des AMP in eine PAN Matrix lediglich einen sehr geringen Einfluss auf die Cs Aufnahme-Kinetik, welche sehr schnell bleibt, und die Cs Kapazität des eingebetteten AMP hat [1]. Es konnte weiterhin gezeigt werden, dass das Resin auch unter sehr harschen Bedingungen wie 1M HNO<sub>3</sub> / 1M NaNO<sub>3</sub> oder 1M NaOH / 1M NaNO<sub>3</sub>, chemisch stabil ist, auch nach einer Lagerzeit von einem Monat unter den genannten Bedingungen konnten keine mechanischen Schäden am Resin festgestellt werden, auch K<sub>D</sub> Werte, Aufnahme-Kinetik und Kapazität änderten sich nicht [2]. Die Radiolysestabilität des Resins in saurer Lösung wurde ebenfalls überprüft, das Resin wurde...

(WEITER) SEITE 2



Abbildung 1 : a) bulk AMP-PAN Resin, b) bulk KNiFC-PAN Resin

## LIEBE KUNDEN,

Wie jedes Jahr nutzen wir die Ferienzeit zur Revision unserer Maschinen und Geräte, um die hohe Qualität unserer Produkte zu erhalten und die Ergonomie der Arbeitsplätze zu verbessern.

Dieses Jahr möchte ich Ihre Aufmerksamkeit besonders auf unsere Säulenproduktion lenken. Um eine homogene Säulenfüllung zu erhalten und um eine Muskel-Skelett-Erkrankung für unser Produktionsteam zu vermeiden, haben wir von Anfang an auf die Automatisierung unserer Säulenproduktion gesetzt. Vielleicht haben Sie schon einmal kleine Luftblasen unter der Säulenfritte bemerkt. Diese Blasen entstehen manchmal bei der Produktion, treten aber häufiger während des Transports auf. Bitte beachten Sie, dass diese Luftblasen keine Auswirkung auf die Performanz Ihre Analyse haben.

Sollten Sie den Wunsch haben, diese Luftblasen zu entfernen, bitten wir Sie die obere Fritte zu entfernen, die Luftblase entweichen zu lassen und die Fritte wieder einzusetzen oder durch Quarzwolle zu ersetzen. Sollten Sie es vorziehen, die Fritte auf das Harzbett zu drücken, bitten wir Sie dies vorsichtig zu tun, um das Harz nicht zusammen zu drücken, da dies die Flussrate beeinflussen würde. Zur Erinnerung finden Sie diese Informationen ebenfalls im Inneren jeder Säulenbox.

Für weitere Informationen oder eventuelle Fragen stehen wir Ihnen jederzeit gerne zur Verfügung. Sie erreichen uns unter [contact@triskem.fr](mailto:contact@triskem.fr).

Michaela Langer  
Präsidentin TRISKEM

TRISKEM INFOS

Redaktionsleitung: Michaela Langer • Redaktion : Aude Bombard  
Graphic Designer : Essentiel – Rennes • ISSN 2116-6773



## Tipps und Tricks

### • Leerkartuschen

Wir bieten nunmehr auch leere 2 und 12mL Kartuschen zum Selbstbefüllen an



Abbildung 3: Leerkartusche

### • CL Resin

Bitte beachten Sie, dass unser CL Resin vor seiner Verwendung durch Zugabe einer Ag<sup>+</sup> Lösung aktiviert werden muss. Zur Erinnerung finden Sie diese Information jetzt ebenfalls als Etikett auf unseren CL Resin Verpackungen und in der CL Resin Methode (TKL\_CL01\_V14), die Ihnen auch online zur Verfügung steht.

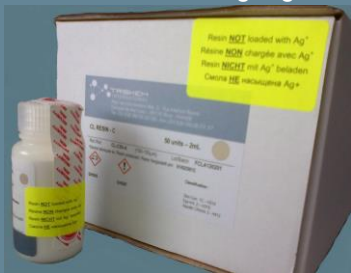
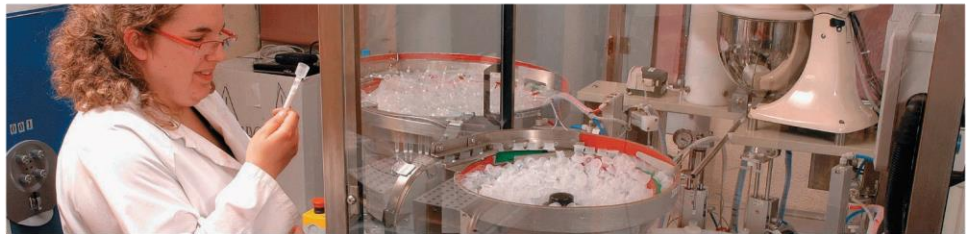


Abbildung 4: Zusatzinformation CL Resin.



...hierzu Dosen von bis zu  $10^6$  Gy ausgesetzt, es wurden erneut keine Änderungen der  $K_D$  Werte oder der Kapazität beobachtet.

Eine Elution des Cs ist nur unter Verwendung konzentrierter Ammonium-Lösungen, 10 Säulenvolumen einer 5M  $NH_4Cl$  Lösung z.B. eluieren 92% des Cs von einer Säule [1] (alternativ kann auch  $NH_4NO_3$  verwendet werden [3]) oder durch Zerstörung des AMP mittels stark basischer Lösungen (z.B. 5M NaOH) möglich.

Seine hohe Cs Selektivität unter harschen chemischen Bedingungen und seine Strahlungsresistenz machen das AMP-PAN zu einem geeigneten Kandidaten für die Behandlung von flüssigen radioaktiven Abfällen. Brewer et al. [3] testeten die Eignung des Resins zur Cs-137 Eliminierung aus realen und simulierten hoch-aktiven sauren flüssigen radioaktiven Abfällen welche hohe Mengen an Natrium und Kalium enthielten. Die Tests wurden zunächst im Labormaßstab unter Verwendung von 1.5 mL Säulen und zwei Beladungslösungen durchgeführt, einer simulierten Abfalltank-Lösung (mit  $100 \text{ Bq.mL}^{-1}$  Cs-137 gespickt) und einer realen Abfalltank-Lösung. Beide Lösungen wurden filtriert und unter Verwendung eines Pumpensystems mit einer Flussrate von 26 – 27 Säulenvolumen pro Stunde durch die Säulen gepumpt. Es wurden regelmäßig Probenaliquote entnommen und deren Cs-137 Aktivitätskonzentration bestimmt. Im Anschluss an das Beladungsexperiment wurden die AMP-PAN Säulen unter Verwendung von 30 Säulenvolumen 5M  $NH_4NO_3$  eluiert und erneut konditioniert. Die Abfalllösungen wurden ein zweites Mal über die Säulen gegeben. Für das reale Abwasser ergab sich beim ersten Beladungszyklus ein Cs Durchbruch von 0,15% nach der Aufgabe von 1000 Säulenvolumen des Abwassers (entsprechend einem Cs Dekontaminationsfaktors  $> 3000$ ) und 0,53% nach dem Beladen mit 830 Säulenvolumen im zweiten Beladungszyklus. Die mittlere Cs Wiederfindung in den Eluaten betrug 87%.

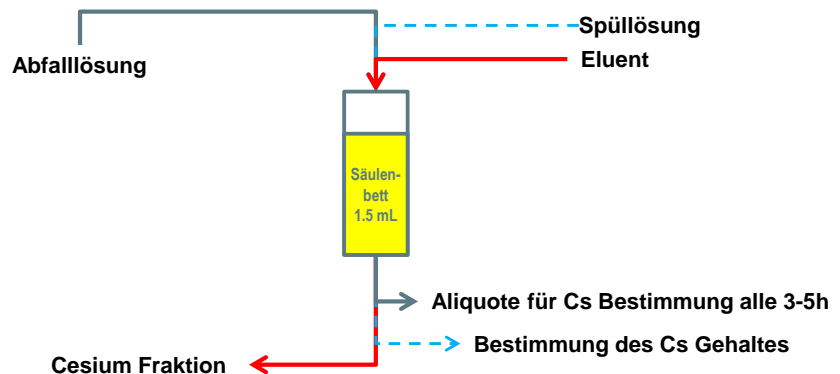
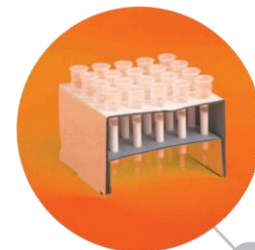


Abbildung 2: Schema Cs Abtrennung aus radioaktiven Abfalllösungen [3].

Die Robustheit des AMP-PAN Resins gegen hohe Salzfrachten macht es auch für eine Verwendung im Rahmen der Umweltanalytik, insbesondere der Bestimmung von Cs-134/7 in Meerwasser, interessant.

Pike et al. [4] verwendeten das AMP-PAN Resin zur Aufkonzentrierung und Aufreinigung von Cs aus 20L Meerwasser-Proben welche auf pH 1 – 2 angesäuert wurden, und welchen inaktives Cs zur Ausbeutebestimmung via ICP-MS hinzugefügt wurde. Die Autoren setzten 5 mL AMP-PAN Säulen ein und arbeiteten bei Flussraten von  $35 \text{ mL.min}^{-1}$ . Das Resin wurde nach der Extraktion mit 0,1M  $HNO_3$  aus der Säule gespült und mittels Gammaskopmetrie untersucht. Die mittlere chemische Ausbeute betrug  $93,5\% \pm 5,0\%$  ( $n=55$ ).

**Für weitere Informationen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung. Bitte schicken Sie uns ein e-Mail ([contact@triskem.fr](mailto:contact@triskem.fr)) oder besuchen Sie unsere Webseite**



Die Autoren untersuchten weiterhin einen internen Laborstandard (WHOI) in Dreifachbestimmung und ein IAEA Meerwasser Referenzmaterial, die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Probenreferenz	Referenzwert / Bq.m <sup>-3</sup>	Ermittelter Wert / Bq.m <sup>-3</sup>
WHOI	3,4 +/- 0,4	3,7 +/- 0,2
IAEA-443	340 - 370	369 +/- 8

**Tabelle 1: Vergleich ermittelte Werte und Referenzwerte, Meerwasserproben [4]**

Meerwasser-Proben noch größeren Volumens wurden von Kamenik et al. untersucht [5]. Die Autoren testeten zusätzlich zum AMP-PAN Resin, auch das Kalium Nickel Hexacyanoferrat(II) basierte KNiFC-PAN Resin.

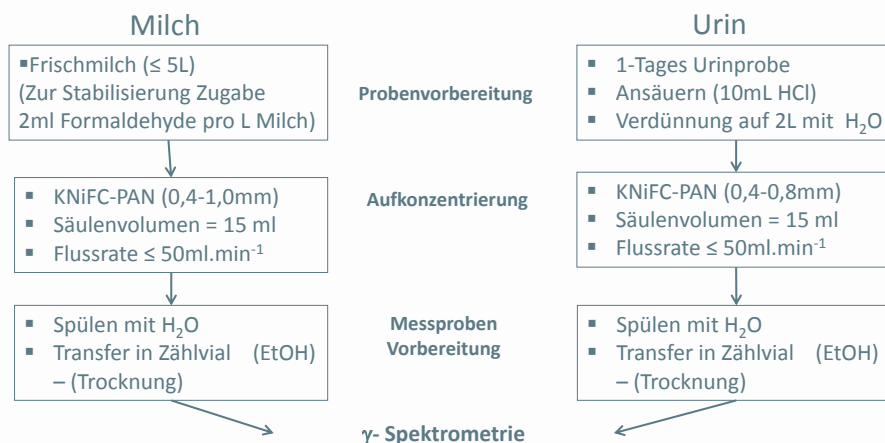
100L angesäuerten Meerwassers (KNiFC-PAN wurde auch an nicht-angesäuertem Meerwasser getestet) wurden mit einer Flussrate von bis zu 300 mL.min<sup>-1</sup> durch 25 mL Säulen des jeweiligen Resins gepumpt, 100L Proben konnten somit in weniger als 6h bearbeitet werden. Wie auch zuvor wurde den Proben inaktives Cs zur Ausbeute-Bestimmung via ICP-MS zugegeben. Nach dem Beladen der Resins wurden diese getrocknet und gammaspektrometrisch unter Verwendung eines koaxialen HPGe Detektors mit 43% rel. Nachweiswahrscheinlichkeit in Petrischalen-Geometrie untersucht. Die erhaltenen mittleren chemischen Ausbeuten sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Ausbeuten sind im Allgemeinen hoch, wobei KNiFC-PAN etwas höhere mittlere Ausbeuten aufweist als AMP-PAN. Die chemischen Ausbeuten von angesäuertem und nicht angesäuertem Meerwasser sind auf dem KNiFC-PAN Resin sehr ähnlich.

Resin	Matrix	Ausbeute / %
AMP-PAN	Meerwasser (pH 1)	88,1 +/- 3,3
KNiFC-PAN	Meerwasser (pH 1)	92,9 +/- 1,1
KNiFC-PAN	Meerwasserr	90,2 +/- 2,7

**Tabelle 2: Vergleich chemische Ausbeuten, ICP-MS, 100 L Meerwasserproben, AMP-PAN und KNiFC-PAN [5]**

Noch höhere Flussraten wurden an nicht-angesäuerten Meerwasser Proben auf KNiFC-PAN getestet; auch bei Flussraten von bis zu 470 mL.min<sup>-1</sup> wurden noch Cs Ausbeuten von mehr als 85% gefunden. Die Autoren berechneten die jeweiligen Nachweisgrenzen ('minimum detectable activity', MDA) für 100L Proben, eine Messzeit von 50 – 70 h und durchschnittliche chemische Ausbeuten: für Cs-137 erhielten sie MDAs von 0,15 Bq.m<sup>-3</sup> und 0,18 Bq.m<sup>-3</sup> für Cs-134.

KNiFC-PAN Resin wurde darüber hinaus auch zur Bestimmung von Cs Isotopen in Milch [6] und Urin [7] verwendet. Die chemische Cs Ausbeute betrug für beide Matrices rund 95%. Für 5L Milchproben erreichten die Autoren MDAs von 2mBq.L<sup>-1</sup> (HPGe Detektor, relative Nachweiswahrscheinlichkeit 140%, Messzeit 600000 s, ρ = 1g.cm<sup>-3</sup>).



**Abbildung 5: Schema Cs Abtrennung aus Milch und Urinproben.**

Neben Cs wurden AMP basiert Ionenaustauscher auch zur Rb Abtrennung verwendet [8, 9].

**Für weitere Informationen kontaktieren Sie uns bitte  
oder besuchen Sie unsere Web-Seite**



## AGENDA

Wir werden unter anderem an den folgenden Konferenzen teilnehmen und freuen uns darauf Sie dort zu treffen.

Wir stehen Ihnen für Fragen und Auskünfte jederzeit sehr gerne zur Verfügung!!

° 8. LSC Anwendertreffen, 30/09 – 01/10/13, Tübingen (Deutschland)  
[www.uni-tuebingen.de/einrichtungen/zentrale-einrichtungen/isotopenlabor-strahlenschutz/veranstaltungen.html](http://www.uni-tuebingen.de/einrichtungen/zentrale-einrichtungen/isotopenlabor-strahlenschutz/veranstaltungen.html)

° NKS Workshop on Radioanalytical Chemistry, 02/09 – 06/09/13, Roskilde (Dänemark)  
[http://www.nks.org/en/seminars/upcoming\\_seminars/nks-b\\_radioanalysis.htm](http://www.nks.org/en/seminars/upcoming_seminars/nks-b_radioanalysis.htm)

° Asia-Pacific Symposium on Radiochemistry - APSORC 2013 22/09-27/09/13, Kanazawa (Japan)  
[www.radiochem.org/apsorc13/](http://www.radiochem.org/apsorc13/)

° 1. Russian-Nordic Symposium on Radiochemistry, 21/10 – 24/10/13, Moskau (Russland), <http://rnsr.org/>

Sie finden eine aktualisierte Liste der Konferenzen an welchen wir teilnehmen auf unserer Webseite

[www.triskem-international.com](http://www.triskem-international.com)



Abbildung 6: Vakuumbbox mit Filtrationseinheit und Resolve® Filtern



### Literatur

- (1) [Sebesta F, Stefula V (1990) Composite ion exchanger with ammonium molybdophosphate and its properties. J Radioanal Nucl Chem 140(1):15 - 21
- (2) John et al. (1999) Application of new inorganic-organic composite absorbers with polyacrylonitril binding matrix for separation of radionuclides from liquid radioactive wastes. Choppin and Khankhasayev (eds.) Chemical separation technologies and related methods of nuclear waste management, 155 - 168
- (3) Brewer et al. (1999) AMP-PAN column tests for the removal of Cs-137 from actual and simulated INEEL high-activity wastes. Czechoslov J Phys 49(S1):959-964
- (4) Pike et al. (2012) Extraction of cesium in seawater off Japan using AMP-PAN resin and quantification via gamma spectroscopy and inductively coupled mass spectrometry. Radioanal Nucl Chem. DOI 10.1007/s10967-012-2014-5
- (5) Kamenik et al. (2012) Fast concentration of dissolved forms of cesium radioisotopes from large seawater samples. J Radioanal Nucl Chem. DOI 10.1007/s10967-012-2007-4
- (6) Kamenik J et al. (2009) Long term monitoring of Cs-137 in foodstuffs in the Czech Republic. Appl Radiat Isot 67(5):974-977
- (7) Bartuskova et al. (2007) Ingestion doses for a group with higher intake of Cs-137. In: IRPA regional congress for Central and Eastern Europe, Brasov, Romania
- (8) Coetze CJ : The separation of a sodium-rubidium mixture on an ion exchanger. (1972) J Chem Edu 49(1): 33
- (9) Smit, J van R, Robb W, Jacobs JJ: Cation exchange on ammonium molybdophosphate—I: The alkali metals (1959) J Inorg Nucl Chem, 12(1-2): 104-112

### InKürze:

#### Neue Produkte

Ab diesem Sommer bieten wir Ihnen ein neues Zubehör an, welches Ihnen erlaubt Messproben für die Alphaspektrometrie via Mikromitfällung unter Verwendung der Vakuumbbox herzustellen. Die Filtrationseinheiten werden bereits mit einem Resolve® Filter beladen geliefert.

Die Filtrationseinheiten wurden im Hinblick auf maximale Ausbeute und Auflösung entwickelt. Die Filterauflage weist eine Einkerbung auf, welche das Entnehmen des Filters nach der Filtration erleichtert.

#### NPE-freie LSC Cocktails

NPEs und APE werden weiterhin als oberflächenaktive Stoffe verwendet, nicht nur in LSC Cocktails, sondern z.B. auch in der Waschmittel/Textil Industrie. Die Europäische Richtlinie XXXX untersagt die Verwendung dieser Verbindungen in der Textilindustrie, da diese umweltgefährdend wirken (Abbau zu endokrinen Disruptoren). Obwohl die Verwendung der NPEs/APEs in LSC Cocktails nicht durch die Richtlinie untersagt wird so kann deren Verbot in anderen Industrien doch in naher Zukunft zu Lieferschwierigkeiten führen.

Der Hersteller der von TrisKem vertriebenen LSC Cocktails **Meridian Biotechnologies Ltd** hat hierauf bereits reagiert und mit den ProSafe Cocktails eine neue Generation NPE freier LSC Cocktails entwickelt.

**BITTE ZÖGERN SIE NICHT UNS FÜR WEITERE INFORMATIONEN ODER DIE ZUSENDUNG UNSERER NEUEN PREISLISTE ZU KONTAKTIEREN**