

Bestimmung von Aktiniden und Strontium in großen Bodenproben

SEITE 1

Tipps und Tricks: Kartuschen-Zubehör

SEITE 2

Agenda

SEITE 4



● Bestimmung von Aktiniden und Strontium in großen Bodenproben

Diese Ausgabe der TKI befasst sich mit Methoden zur Abtrennung und Bestimmung von Aktiniden und Strontium aus großen (>30g) Boden- und Sedimentproben. Ein sehr wichtiger, und meist sehr zeitaufwendiger, Teil der Analytik von Bodenproben ist die Probenvorbehandlung. Für eine akkurate Analytik ist es zumindest ebenso wichtig die Analyte vor deren Abtrennung und Messung vollständig in Lösung zu bringen, wie deren spätere Aufreinigung und die Entfernung störender Matrixelemente und Radionuklide.

Horwitz et al.^[1] haben eine Prozedur zur Aufkonzentrierung und sequentiellen Trennung von Pu und Am aus 100g Bodenproben vorgeschlagen. DGA,N wird zur Aufkonzentrierung verwendet, da es Aktinide, und insbesondere Am, auch in Gegenwart von hohen Mengen an Eisen sehr stark bindet, während der Großteil der Matrixelemente eliminiert wird. Die beschriebene Methode setzt sich aus vier Teilschritten zusammen:

- 1/ Trocknen und Veraschen der Bodenprobe;
- 2/ Auslaugen der Asche mit 6M HCl gefolgt von der Aufkonzentration des Am und Pu aus der Lösung auf DGA,N Resin bei erhöhten Flussraten.
- 3/ Am und Pu werden vom DGA,N Resin eluiert und anschließend über eine Kombination von TEVA und DGA Resin aufgetrennt. TEVA ermöglicht eine Abtrennung von Pu und Th, während DGA Am zusammen mit den Lanthaniden auftrennt;
- 4/ Am Aufreinigung auf TEVA Resin durch Entfernung der Lanthanide im SCN⁻ Medium.

Die von Horwitz et al. publizierte Methode erlaubt es Messproben innerhalb von rund 5 Stunden herzustellen, die chemischen Ausbeuten waren aber nicht optimal.

Tait et al.^[2] haben die Horwitz' Methode optimiert und verwenden diese als Routine-Methode zur Überwachung von Am und Pu (Abb. 1). Im Rahmen der Methodenoptimierung setzten die Autoren u.a. auf das mikrowellen-unterstützte Auslaugen der Probe.

(WEITER) SEITE 2

● LIEBE KUNDEN

Auch in diesem Jahr möchten wir uns wieder herzlich bei Ihnen für Ihr Vertrauen und Ihre Unterstützung bedanken. Ihre Anfragen und Anregungen haben uns sehr geholfen neue Produkte und Applikationen in unser Angebot aufzunehmen. Bitte zögern Sie nicht uns anzusprechen, wenn Sie spezifische Wünsche haben.

Zur Beantwortung technischer Fragen steht Ihnen unser Technischer Support per e-mail contact@triskem.fr oder per Telefon +33 2 99 05 00 09 jederzeit gerne zur Verfügung.

Sollten Sie selbst ein Verfahren, ein Harz oder ein anderes Produkt entwickelt haben, dass Sie gerne kommerzialisieren möchten, so zögern Sie nicht uns zu kontaktieren, wir testen gerne Ihre Entwicklungen und evaluieren das Marktpotential.

In letzter Zeit haben wir häufig Anfragen zur Bestimmung von Aktiniden und Strontium in großen Bodenproben erhalten haben, so dass wir dieses Thema noch einmal in einer Triskem Info aufnehmen möchten. Wünschen Sie, dass wir über ein bestimmtes Trennverfahren berichten? Bitte sprechen Sie uns an.

Ich wünsche Ihnen und Ihren Familien ein besinnliches Weihnachtsfest und

Michaela Langer
Präsidentin TRISKEM

N°11

Dezember
2013

TRISKEM INFOS

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



Tipps und Tricks

- **Vakuumbbox:**

AC-1000-TUBE-PE ersetzt AC-1000-IT



Abbildung 2: AC-1000-TUBE-PE

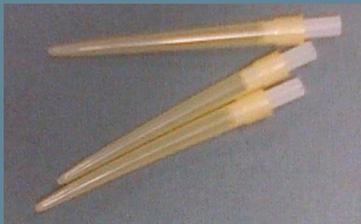


Abbildung 3: AC-1000-TUBE-PE in AC-1000-OT zur Verwendung mit Vakuumbbox



Abbildung 4: Verwendung von AC-1000-TUBE-PE mit AC-1000-OT

- **AMP-PAN Resin:**

AMP-PAN Resin ist nunmehr auf Anfrage auch in gepackten 2mL, 5mL, 8mL und 10mL Säulen erhältlich.

Folgen Sie uns auf

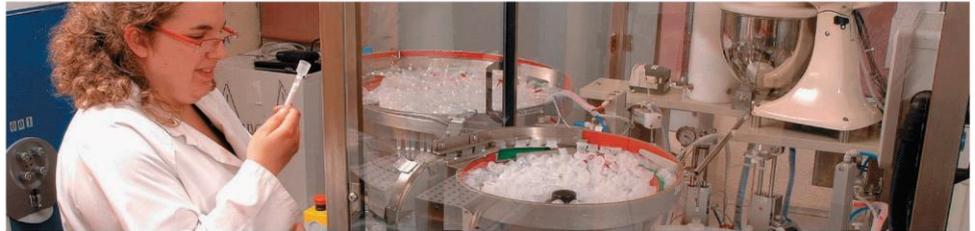
[LinkedIn](#)



und

[Environmental Expert](#)

Environmental Expert.com
Since 1999
The Environmental Industry Online



Die Autoren verwenden weiterhin eine zusätzliche TEVA Kartusche (Abb.1) um letzte Spuren von Th zu entfernen welche, gerade bei Bearbeitung sehr Th haltiger Boden/Sedimenten, durch die erste TEVA Kartusche durchgebrochen sein könnten.

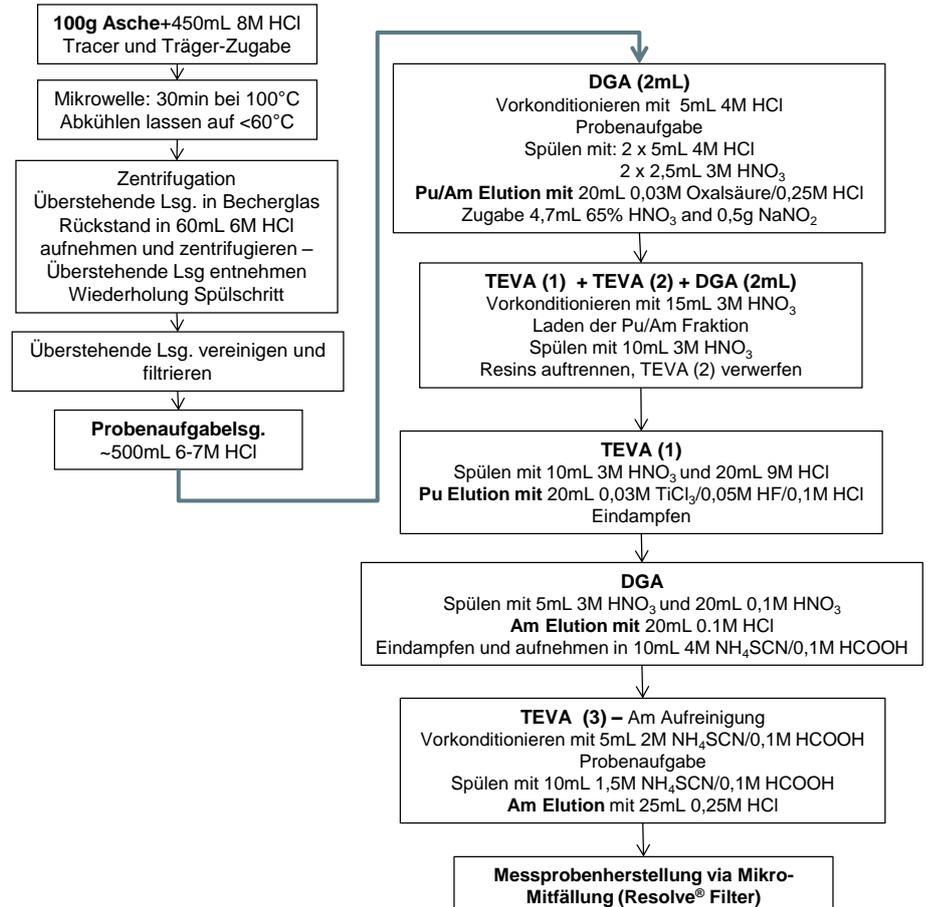


Abbildung 1: Schema zur Abtrennung und Bestimmung von Pu und Am in 100g Boden-/Sedimentproben^[2].

Die Ergebnisse welche mit der modifizierten Horwitz Methode erhalten wurden stimmen gut mit dem PTB Referenzwert und dem Mittelwert der Labormittelwerte (Tabelle 1) überein. Die erhaltenen chemischen Ausbeuten betragen 87% (s=11%) für Pu und 72% (s=14%) für Am.

	Anzahl berichtete Messwerte (ausreisserfrei)	PTB Referenzwert / Bq.kg ⁻¹ Trockenmasse	Messergebnisse / Bq.kg ⁻¹ Trockenmasse	Mittel der Labormittelwerte / Bq.kg ⁻¹ Trockenmasse
²³⁸ Pu	12	19.6 (s=1.3)	18.6 +/- 1	20 (s=1.4)
^{239/240} Pu	20	1.1 (s=0.1)	1.3 +/- 1	1.2 (s=0.3)
²⁴¹ Am	24	154 (s=5)	134 +/- 5	133 (s=12)

Tabelle 1: Vergleich Ergebnisse Ringvergleich Flusssedimente, modifizierte Methode, PTB Referenzwerte und Mittelwert der Labormittelwerte^[2].

Die Autoren untersuchten weiterhin 10 Weide- und 4 Moorproben mit hohem Organik-Gehalt. Die chemischen Ausbeuten betragen 69% (s=14%) bzw. 66% (s=11%) für Pu und 69% (s=8% bzw.14%) für Am.

Für weitere Informationen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung. Bitte schicken Sie uns ein E-Mail (contact@triskem.fr) oder besuchen Sie unsere Website www.triskem-international.com

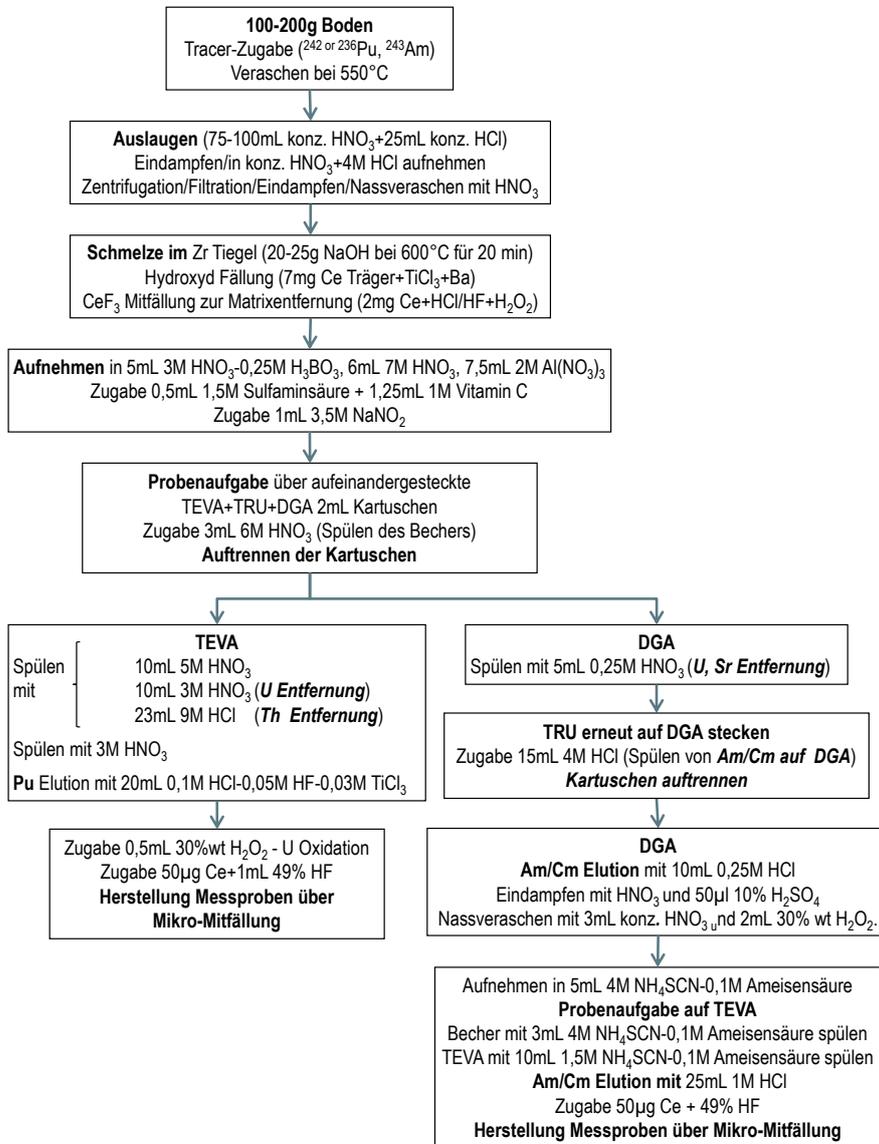
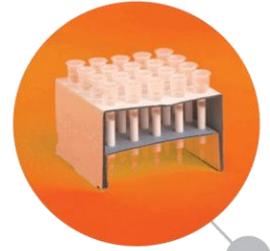


Abbildung 5: Schema Probenvorbereitung/Trennung von Pu und Am aus 100 - 200g Boden-/Sedimentproben^[4].

Eine ähnliche Methode wird zurzeit von Maya Jaeggi am PSI (Schweiz) für 30g Proben entwickelt. Die Methode basiert auf Anionenaustausch (Pu Abtrennung) und UTEVA Resin zur Entfernung von Thorium Resten vor Beladen der DGA Kartusche^[3]. Die chemischen Ausbeuten sind in der Regel hoch, lediglich Proben mit sehr hohem Ca Gehalt weisen etwas geringere Ausbeuten auf. Darüber hinaus wird die Einbindung von Sr in das Trennschema diskutiert.

Maxwell et al.^[4] schlagen einen anderen Ansatz für die Vorbehandlung von Bodenproben von bis zu 200g vor. Die Autoren verwenden zwei aufeinanderfolgende Mitfällungen zur Matrixentfernung (Fe(OH)₃ gefolgt von CeF₃). Die CeF₃ Mitfällung wird unter oxidierenden Bedingungen durchgeführt, sie verringert somit nicht nur sehr stark den Gehalt an Matrixelementen und Silikaten, sondern auch den Gehalt an U(VI), da dieses unter den gewählten Bedingungen nicht mitfällt. Die Trennung wird dann über aufeinander gesteckte TEVA / TRU / DGA Kartuschen durchgeführt, gefolgt von einer Am Aufreinigung über SCN⁻ / TEVA (siehe Abb. 5). Die Autoren erzielten chemische Ausbeuten von 80 – 90% für Pu und Am, und Nachweisgrenzen von bis zu 1 mBq.kg⁻¹ (16h Messzeit).

Maxwell et al.^[5] haben auch die am Savannah River Site Laboratory verwendete Methode zur Bestimmung von ^{89,90}Sr in 50g oder größeren Bodenproben weiterentwickelt (Abb. 5). Die Fe(OH)₃ Mitfällung nutzt das bereits in den Proben vorhandene Fe. Die Fluorid Mitfällung erlaubt eine Entfernung von Silikaten und anderen Matrixbestandteilen, dies verbessert den Fluss der Probenaufgabelösung durch die Sr Kartuschen sehr stark. Ein weiterer Vorteil dieser Methode ist, dass die Menge an Sr Resin niedriger ist, als z.B. in der ISO Norm 18589-5:2000 angegeben (2.8g). Die Methode wurde an Bodenproben getestet welche mit unterschiedlichen ⁹⁰Sr Aktivitäten gespiket wurden, Tabelle 2 fasst die Ergebnisse zusammen.

⁹⁰ Sr Referenzwert (mBq.g ⁻¹)	Anzahl Analysen	Mittelwert ⁹⁰ Sr Messung (mBq.g ⁻¹)	Mittelwert Sr Ausbeute (%)
59.2	7	57.8 +/- 1.7	89.3 +/- 4.7
11.84	7	11.5 +/- 0.7	89.6 +/- 2.7
5.92	7	5.95 +/- 0.22	94.0 +/- 2.6

Tabelle 2: Ergebnisse ⁹⁰Sr Bestimmung an ≥ 50g Bodenproben; Messwerte wurden um den Blindwert von 1,35mBq ⁹⁰Sr pro g Boden korrigiert^[5].

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!

° **International Conference on Radiopharmacy and Radiopharmaceuticals**,
27-28.03.2014, Madrid (Spanien)
<http://www.waset.org/flyers/2014/03/madrid/ICRR>

° **17th Radiochemical Conference**,
11-16.05.14, Marianske Lazne
(Tschechische Republik)
<http://www.radchem.cz/>

° **TrisKem Anwendertreffen**,
20.05.2014, Frankreich (Ort wird später bekannt gegeben)

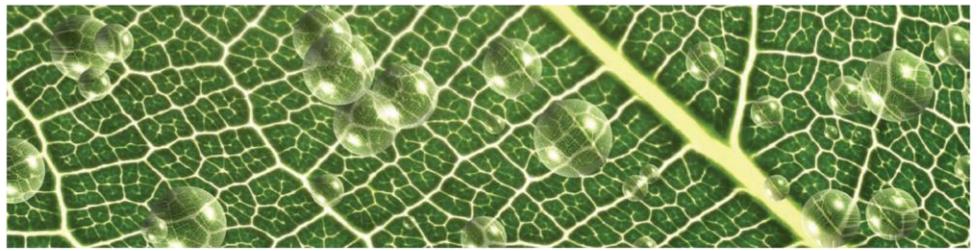
° **TrisKem Anwendertreffen**,
22.05.2014, Manchester (GB)

° **PROCORAD**
18-20.06.14, Cherbourg (Frankreich)
<http://www.procorad.org/en/annual-meeting/Next-Meeting>

° **ILSEPT: 2nd International Conference on Ionic Liquids in Separation and Purification Technology**,
28.06-02.07.2014, Toronto (Kanada)
<http://www.ilsept.com/>

° **ERA12 - Nuclear & Environmental Radiochemical Analysis**,
17-19.09.2014, Bath (GB)
<http://www.rsc.org/Membership/Networking/InterestGroups/Radiochemistry/ERA12/?CFID=636621&CFTOKEN=66f83f173b853bb4-BD0FEFBC-063C-0FE8-99DFE8BF86289728>

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



Die erhaltenen Ergebnisse stimmten gut mit den Referenzwerten überein, die Sr Ausbeuten lagen im Mittel bei sehr guten >84%. Dies zeigt, dass die gewählten Matrixeliminierungsschritte sehr effizient waren. Die Autoren konnten (bei Verwendung von Kartuschen) Ergebnisse innerhalb von lediglich 16h liefern.

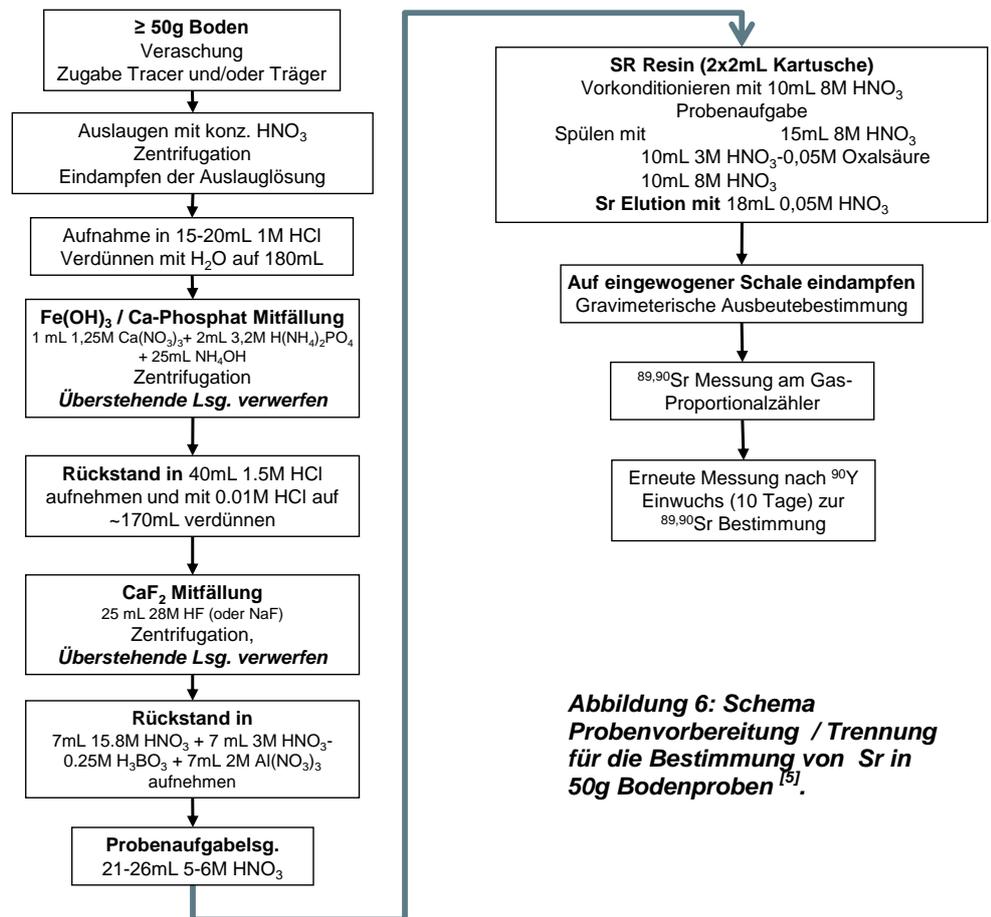


Abbildung 6: Schema Probenvorbereitung / Trennung für die Bestimmung von Sr in 50g Bodenproben^[5].

Literatur

- [1] Horwitz E.P., Thakkar A.H., McAlister D.R., "A Rapid Method for the Preconcentration of Non-Refractory Am and Pu from 100g Soil Samples". 10th International Symposium on Environmental Radiochemical Analysis, Oxford – UK – September 2006, pp 77 - 85
- [2] Tait D. and Koch B., "Further Development of a Fast Method for Determining plutonium and Americium in Soils in Germany", 11th International Symposium on Environmental Radiochemical Analysis, Chester –UK –September 2010, pp 9-20
- [3] Jäggi M.: "DGA als Vorkonzentration von Aktiniden zur späteren Trennung und Bestimmung von ^{238,239,240}Pu, ²⁴¹Am und ⁹⁰Sr in Boden- und Sedimentproben", German Users Group Meeting, 12.11.12, Munich - Germany
- [4] Maxwell S.L., "Rapid Method for Plutonium, Americium and Curium in Very Large Soil Samples", Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, February 2008, 275(2): pp 395-402
- [5] Maxwell S.L., Culligan B.K., Shaw P.J., "Rapid Determination of Radiostrontium in Large Soil Samples". J. Radioanal. Nuc. Chem. 295(2): pp 965-971(2013)

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

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