

The background of the slide features a blurred image of laboratory glassware, including several graduated cylinders and pipettes, some containing colored liquids. The image is set against a light yellow and white background.

Neuentwicklungen Radioanalytik I & II

Anwendertreffen 2025

Steffen Happel

23.10.2025



Overview

- [TK200](#)
- [TK221](#)
- [Sr-90 in Meerwasser \(TK227\)](#)
- [TK100/1 \(Radium\)](#)
- [TK102](#)
- [Tc Abtrennung](#)
 - [TK201](#)
 - [TK202](#)
 - [TK-TcScint](#)
- [TK-SrScint](#)
- [TK400](#)
- [Calixarene basierte Harze](#)
- [‘Disks’ – neue imprägnierte Membranfilter](#)
- [F&E Projekte](#)



TrisKem International



- Basiert in Rennes (Frankreich)
- Eigenständig seit 2007 (davor Teil von Eichrom Europe)
- Hauptproduktlinie: Extraktionschromatographische Harze und andere Trennmaterialien + Zubehör
- 25 Personen
- F&E und TechSupport Gruppe:
 - 3 RadChem PhD, 2 Technikerinnen (+ 1 PhD Student)
- F&E: Entwicklung neuer Produkte und Methoden
- Produkte finden Anwendung in verschiedenen Domänen

Radiopharmacy
and
Nuclear Medicine

Environment and
Bioassay

Geochemistry
and
Metals Separation

Decommissioning



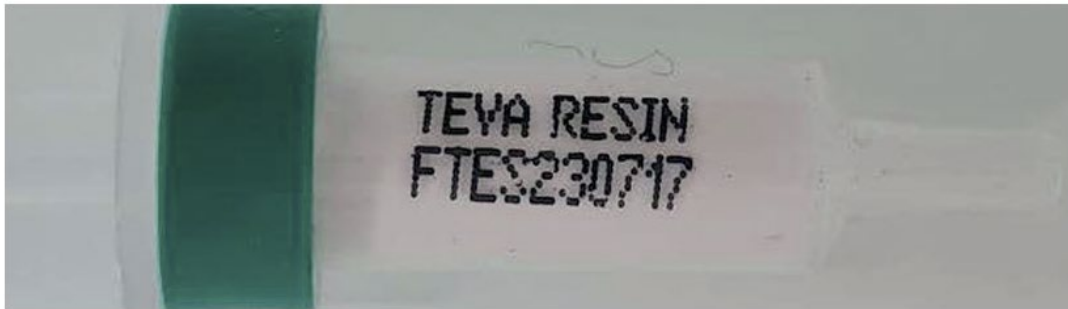
Updates

1mL und 2mL Kartuschen nun komplett maschinell gepackt

Druck auf dem Kartuschenkörper durch Laserdruck auf Deckel ersetzt

Mit der neuen Kartuschen-Füllmaschine :

Bisher :



Mit der neuen Kartuschen-Füllmaschine :



Resolvefilter Materialwechsel (PE statt PP):

Wichtig die Filter noch feucht auf das Plättchen zu kleben!



TK Resin Namen

Wie kommen die Namen der TK Harze zu Stande?

Hauptanwendungsgebiete

- TK1NN: Umweltanalytik
- TK2NN: Radiopharmazie
- TK3NN: Rückbau-Analytik
- TK4NN: Geochemie
- TK5NN: Hydrometallurgie
- TK6NN: 'custom resins'

Gruppierung nach funktionellen Gruppen:

- TK100/1/2 => Kronenether
- TK221/2/5/7 => DGA
- TK211/2/3 => « Organophosphor » Säuren



TK200 Resin

Basiert auf dem TOPO Extraktant
Starke retention der Actinide

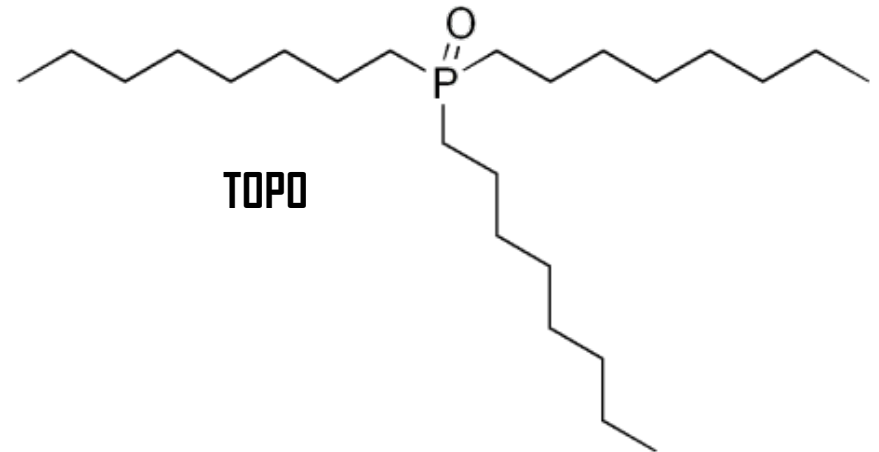
- Höher als UTEVA, TEVA

Anwendungen:

- Hoch-effiziente U Entfernung aus Pu (Wang et al., Hou et al.)
- Bestimmung von Pu in Wasserproben (Ni Yuan et al.)
- Ga-68 Produktion am Zyklotron (in Kombination mit ZR oder TK400 Resin)
- Aktinide Abtrennung aus Wasserproben

Extrahiert Aktinide auch bei pH 1 - 2 (HNO_3)

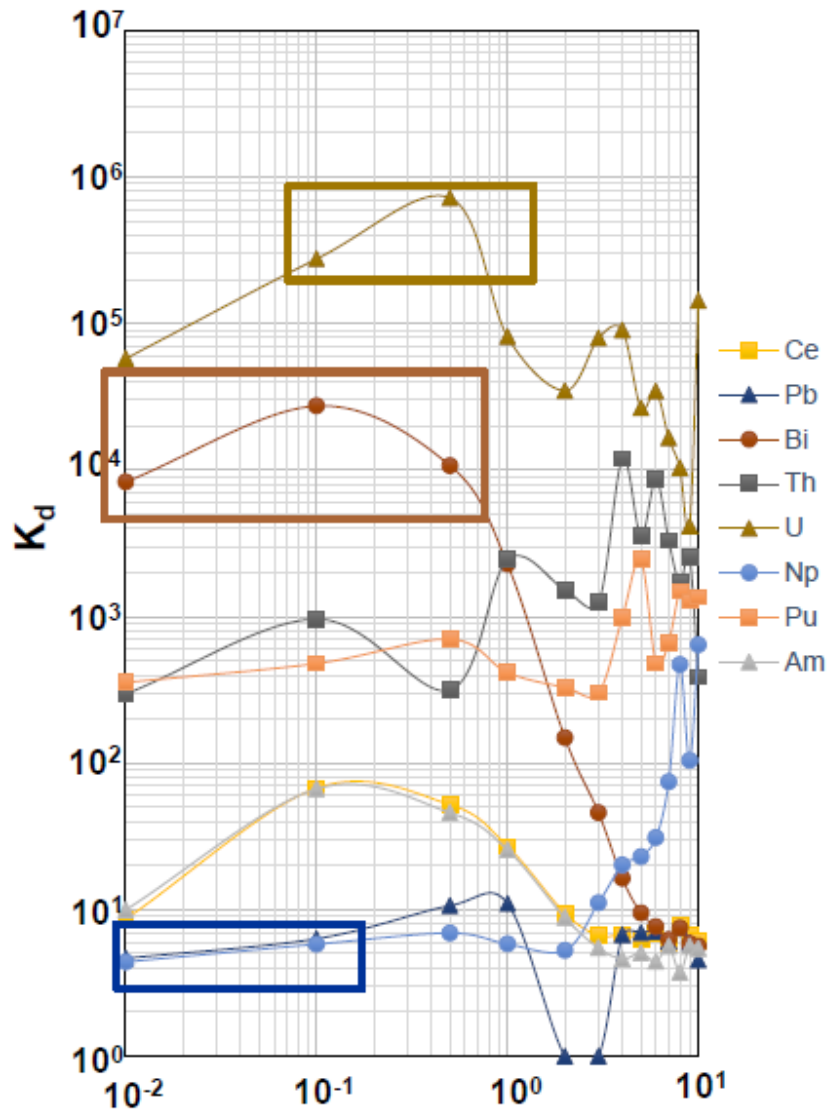
- Aufkonzentrierung und Abtrennung von Th, U und Pu auf derselben Säule
- 'In the field'?



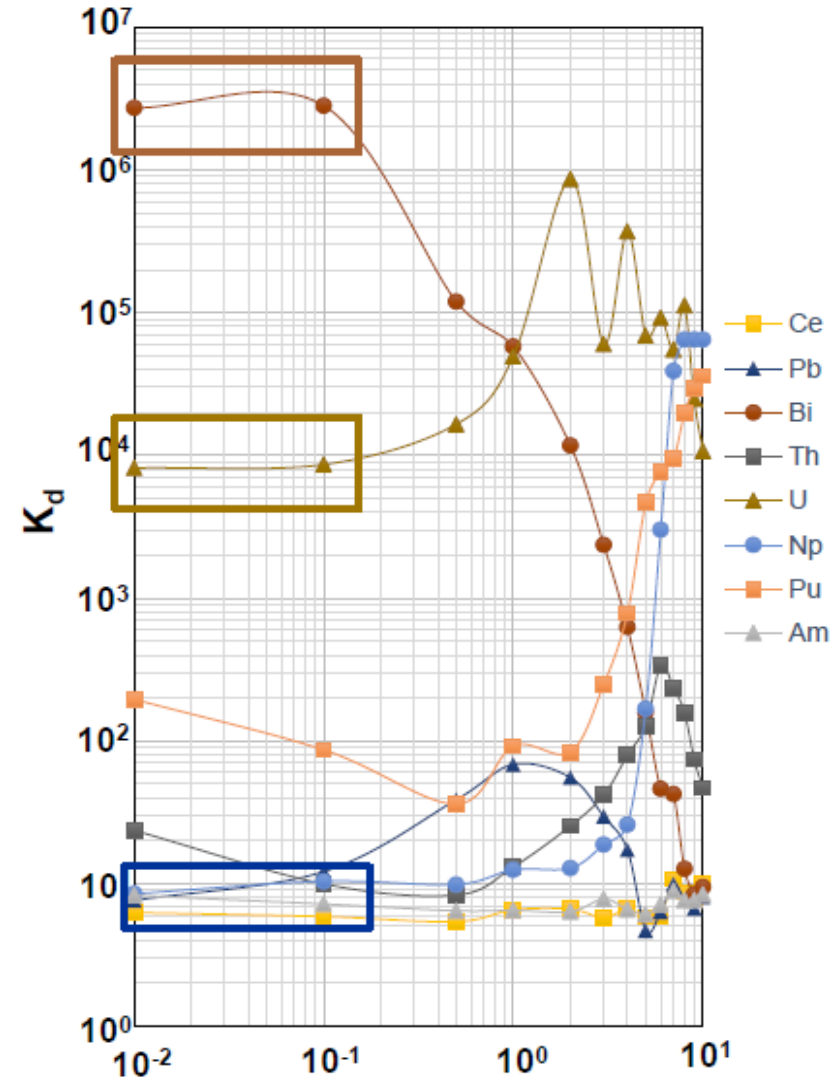


Aktinide auf TK200

(Daten: Van Es et al.)



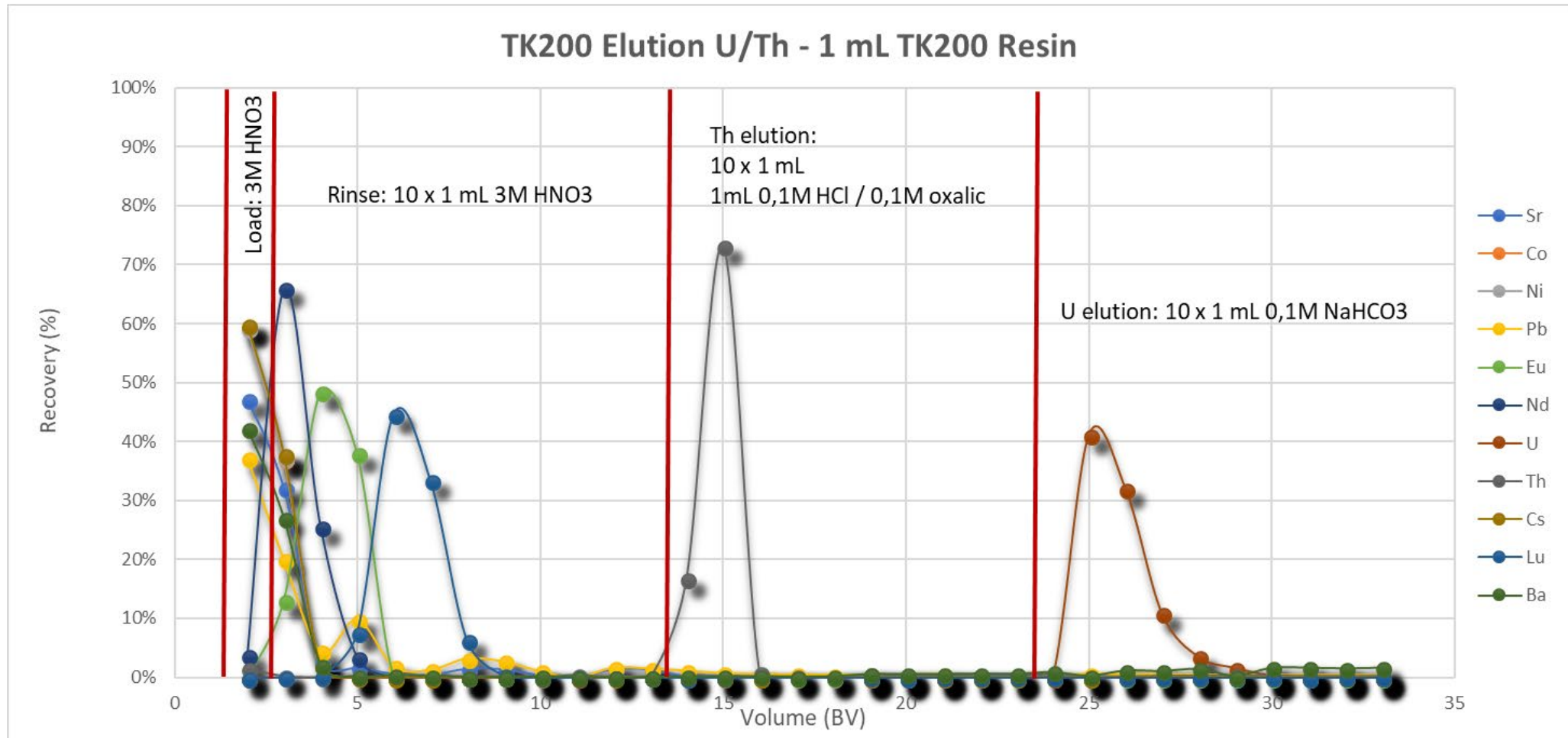
vanEs et al. $[HNO_3]$ M



VanEs et al. $[HCl]$ M



U/Th Trennung auf TK200



Probenaufgabe aus: 3M HNO₃ oder ≥ 1 L pH₂ (HNO₃)

Saubere U/Th Trennung

U Elution mit Carbonaten oder Oxalaten



TK200 Resin - U/Pu Trennung

Huang et al. 2023

Sehr hohe U Entfernung: $D_f(U) > 10^9$

Weitere U Entfernung via He+NH₃

Gesamt $D_f(U) > 10^{13}$

Pu Isotope inkl. Pu-238 via ICP-MS/MS

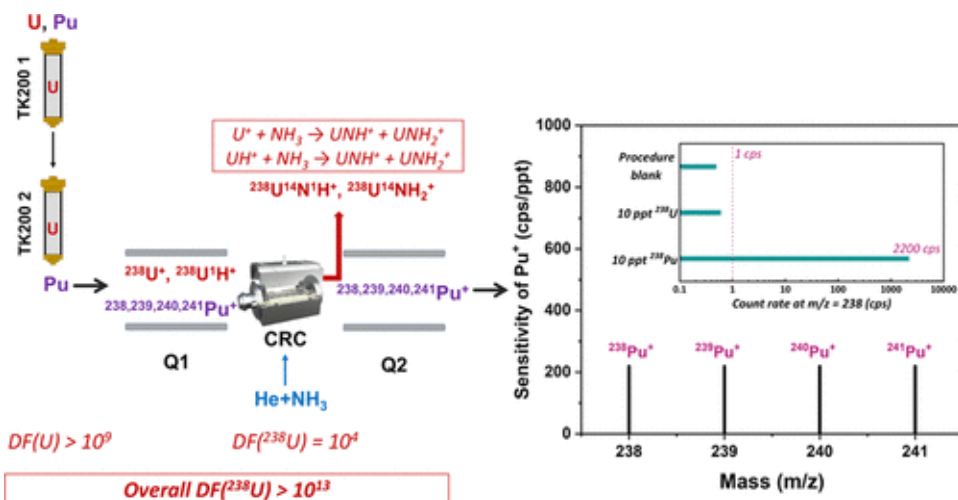
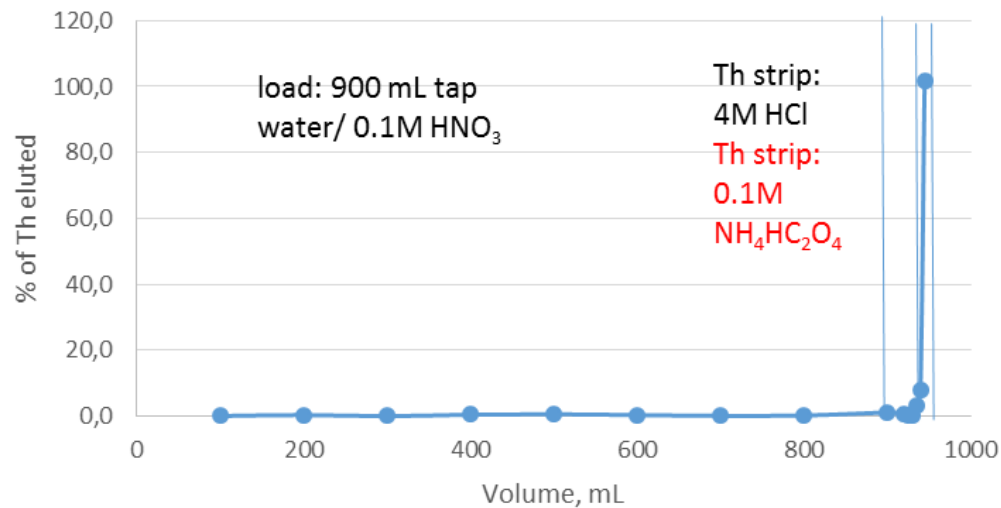


Figure S1. Analytical procedure for determination of plutonium isotopes (²³⁸Pu, ²³⁹Pu, ²⁴⁰Pu, ²⁴¹Pu)

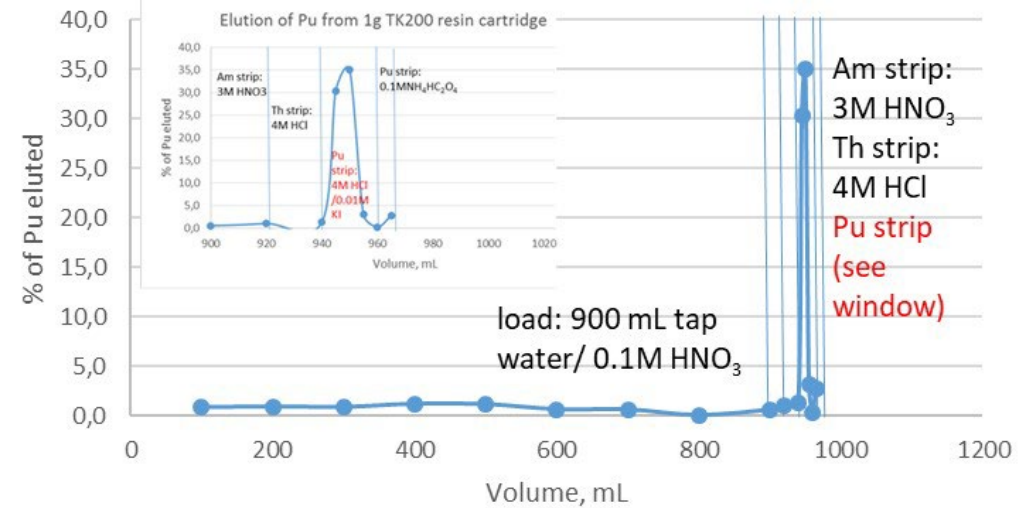


Actinides on TK200 – laufende Arbeiten

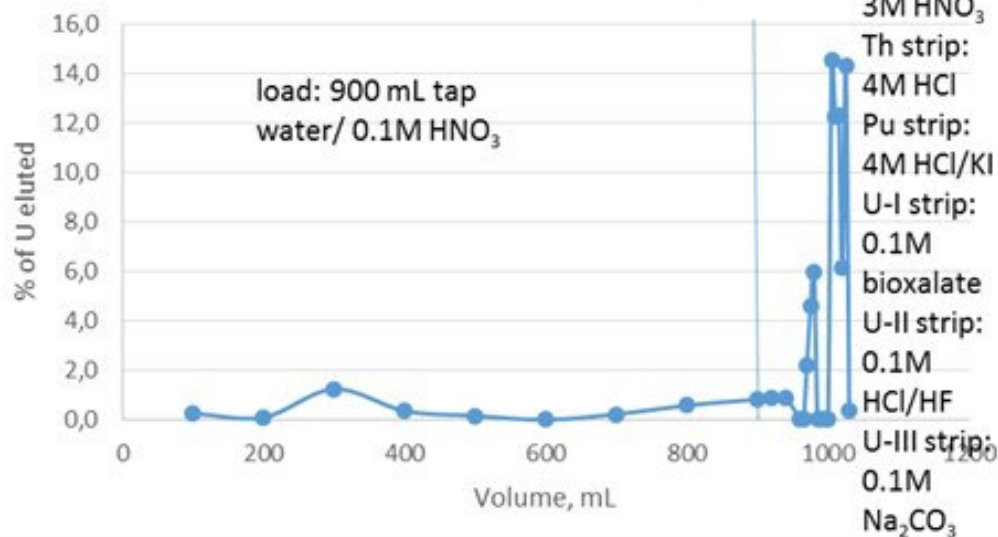
Elution of Th from 1g TK200 resin cartridge



Elution of Pu from 1g TK200 resin cartridge



Elution of U from 1g TK200 resin cartridge



- Daten von N. Vajda (RadAnal)
- Methodenoptimisierung in Arbeit
- Direktes Laden von U, Th and Pu aus angesäuerten Wasserproben (hier 900 mL auf 2 mL TK200)
- Sequentielle Trennung auf TK200
- Automatisierung & 'in the field' Aufkonzentrierung'?



TK200 – direktes Laden/Abtrennen von Pu

Eine TK200 Kartusche

- Aufkonzentrierung und Aufreinigung

Automatisierte Trennung

Angesäuerte Wasserproben (1 L)

Flussrate: 15 mL/min

$D_F(U)$: $10^4 - 10^5$

NWG:

- 0.32 $\mu\text{Bq/L}$ Pu-239
- 2.00 $\mu\text{Bq/L}$ Pu-240

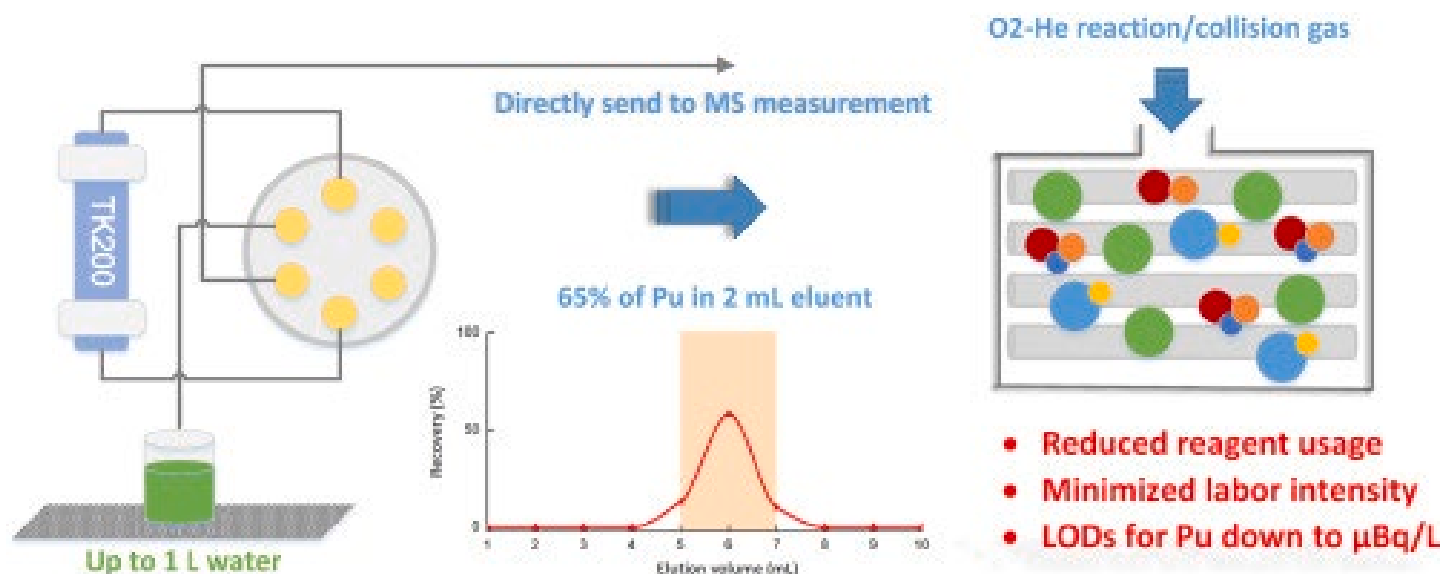


Talanta
Volume 262, 1 September 2023, 124710



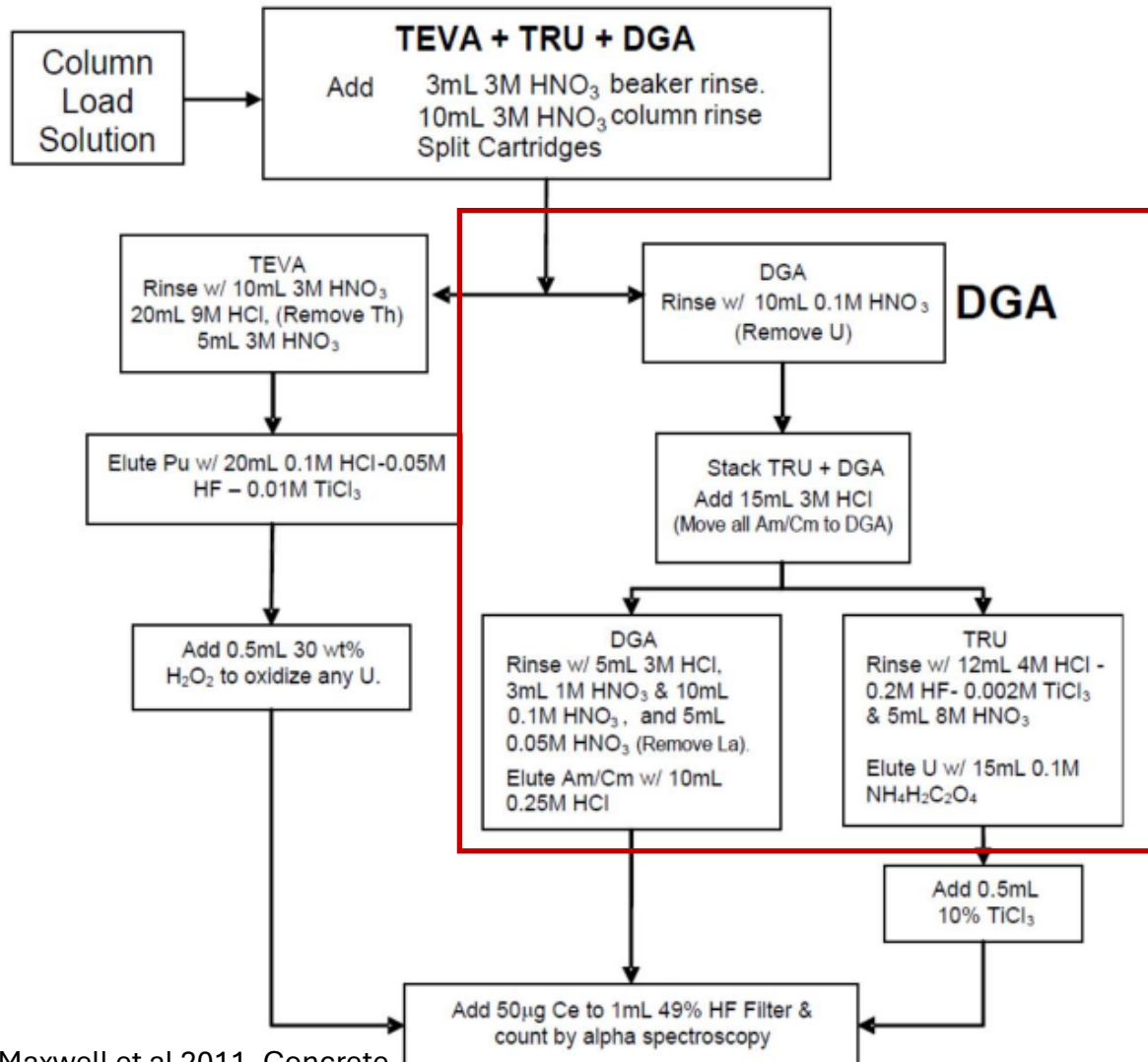
A novel strategy for Pu determination in water samples by automated separation in combination with direct ICP-MS/MS measurement

Yuyi Ni^a  , Wenting Bu^a, Ke Xiong^a, Sheng Hu^a, Chuting Yang^a, Liguao Cao^b





TK221 Resin



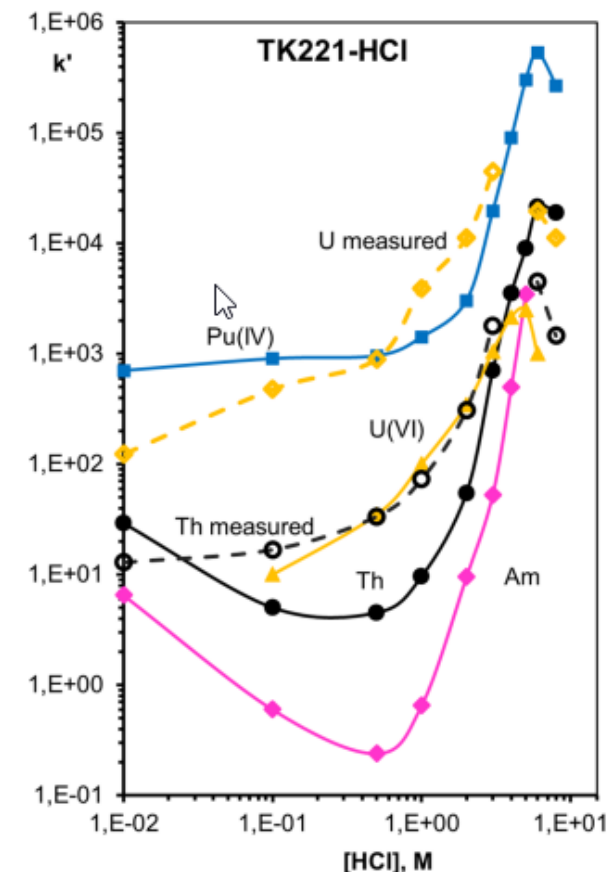
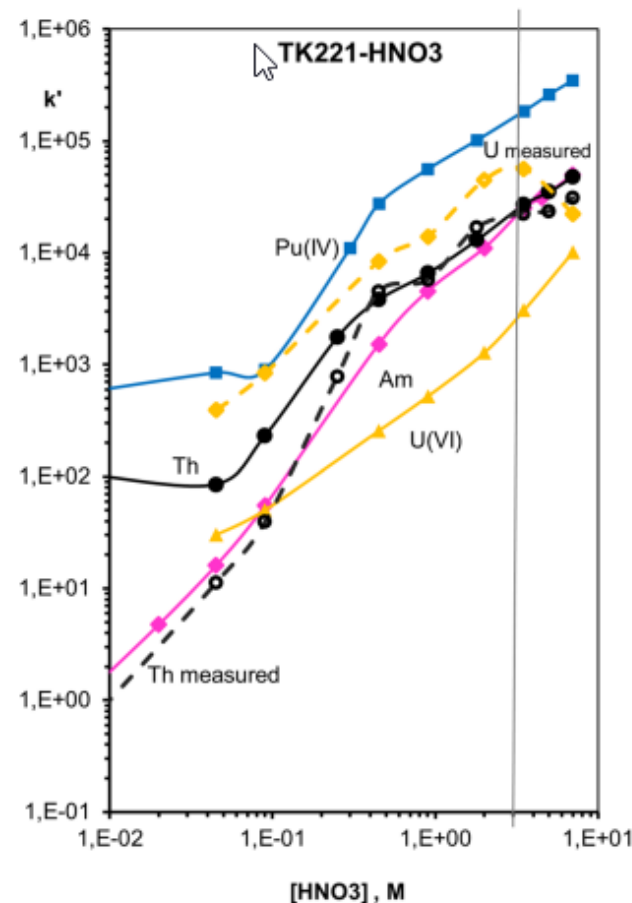
- DGA Resin:
 - Sehr gute Am Retention, weniger starke U Retention
- TRU Resin:
 - Eher schwache Am Retention, sehr gute U Retention
- Für Proben mit hoher Matrixlast werden oft beide benötigt



TK221 Resin

TK221 basiert auf einer Mischung von TO-DGA und ein einem Phosphinoxid

- Hauptanwendung
derzeit Radiopharmazie:
 - Lu, Tb Aufkonzentrierung
aus stark sauren Proben,
Elution in verd. HCl
 - Ac-225 Aufreinigung
- Laufende Arbeiten:
Aktiniden Trennungen
 - TEVA/TK221,
 - TK201/TK221,
 - TK200/TK221





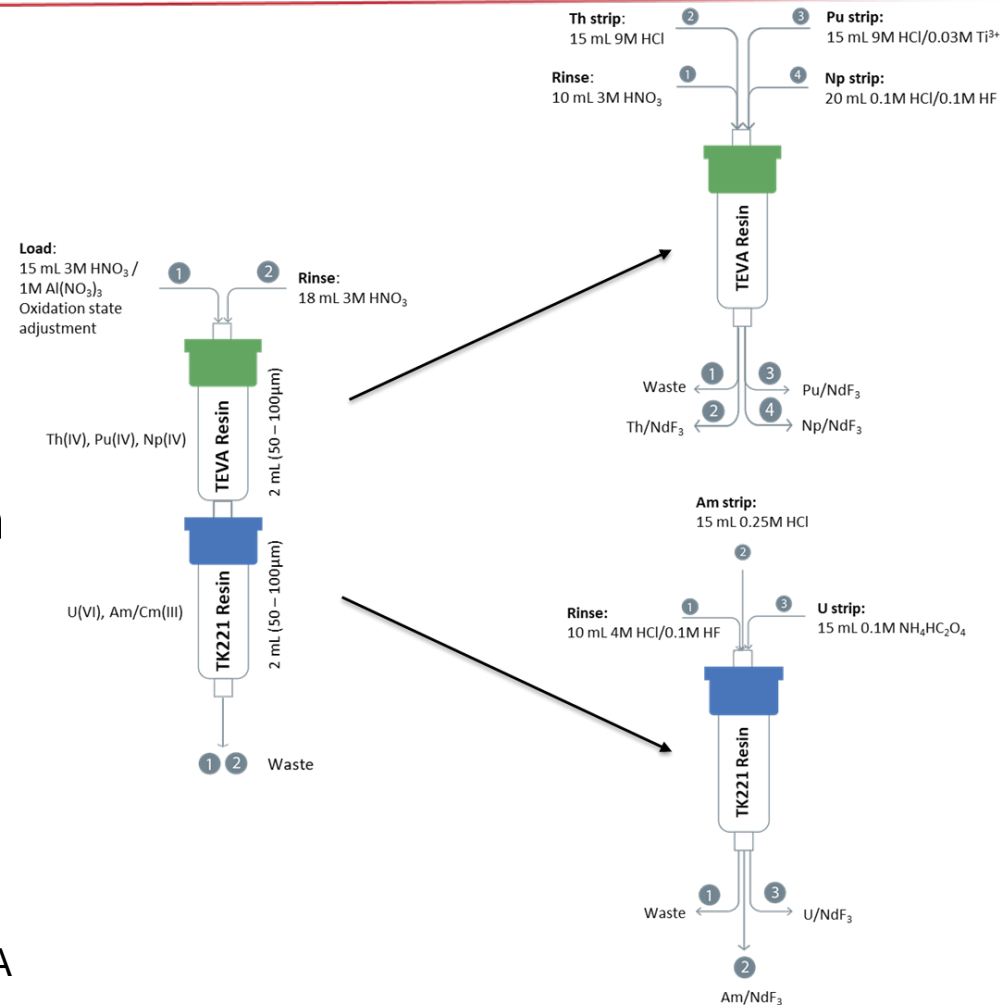
TK221 Resin – Aktiniden-Trennung

- Höhere U Retention als DGA
- Höhere Am Retention als TRU
 - Potentiell interessant für die Aktiniden Trennung

Zusammenarbeit mit Nora Vajda

Start: Methodenentwicklung für Wasserproben

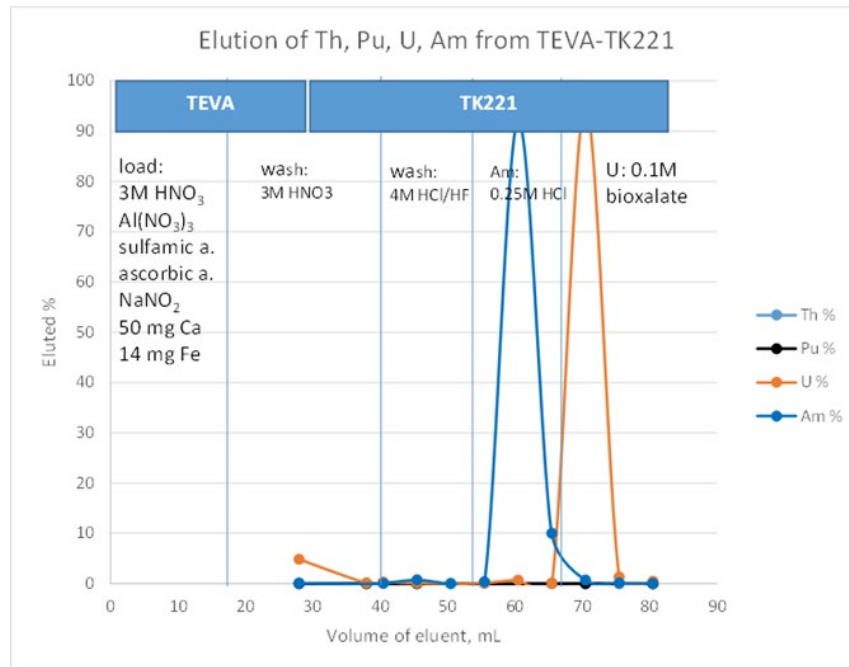
- TEVA/TK221 Methode
 - Derzeit: TK201/TK221 Methode
- Ziel Rückbau- und Bodenproben
- Einfluss von Fe und Ca
 - Ca führt zu späterer Am Elution => invers zur DGA



Papp, I., Vajda, N. & Happel, S. *J Radioanal Nucl Chem* (2022). <https://doi.org/10.1007/s10967-022-08389-9>



TK221 Resin



Th und Pu Entfernung via TEVA.
Am und U Trennung via TK221 - Am Elution vor U

Table 3 Recovery of actinide tracers from spiked water samples

	Actinides determination	
	Without Np separation	With Np separation
	Yield %	Yield %
TAP water		
²³⁰ Th	90 ± 8	86 ± 7
²³⁹ Pu	108 ± 7	95 ± 7
²³⁷ Np	–	91 ± 9
²⁴¹ Am	103 ± 7	97 ± 6
²³³ U	103 ± 7	70 ± 7
SEA water		
²³⁰ Th	71 ± 7	61 ± 6
²³⁹ Pu	91 ± 7	87 ± 6
²³⁷ Np	–	93 ± 8
²⁴¹ Am	89 ± 7	92 ± 6
²³³ U	88 ± 7	59 ± 6

- Methode an gespiketen Trink- und Meerwasserproben getestet
- Hohe Ausbeuten (88+ for U und Am)
- Erfolgreiche Analyse IAEA-TEL-2021-03 WWOPT
- Laufende Arbeiten: feste Proben

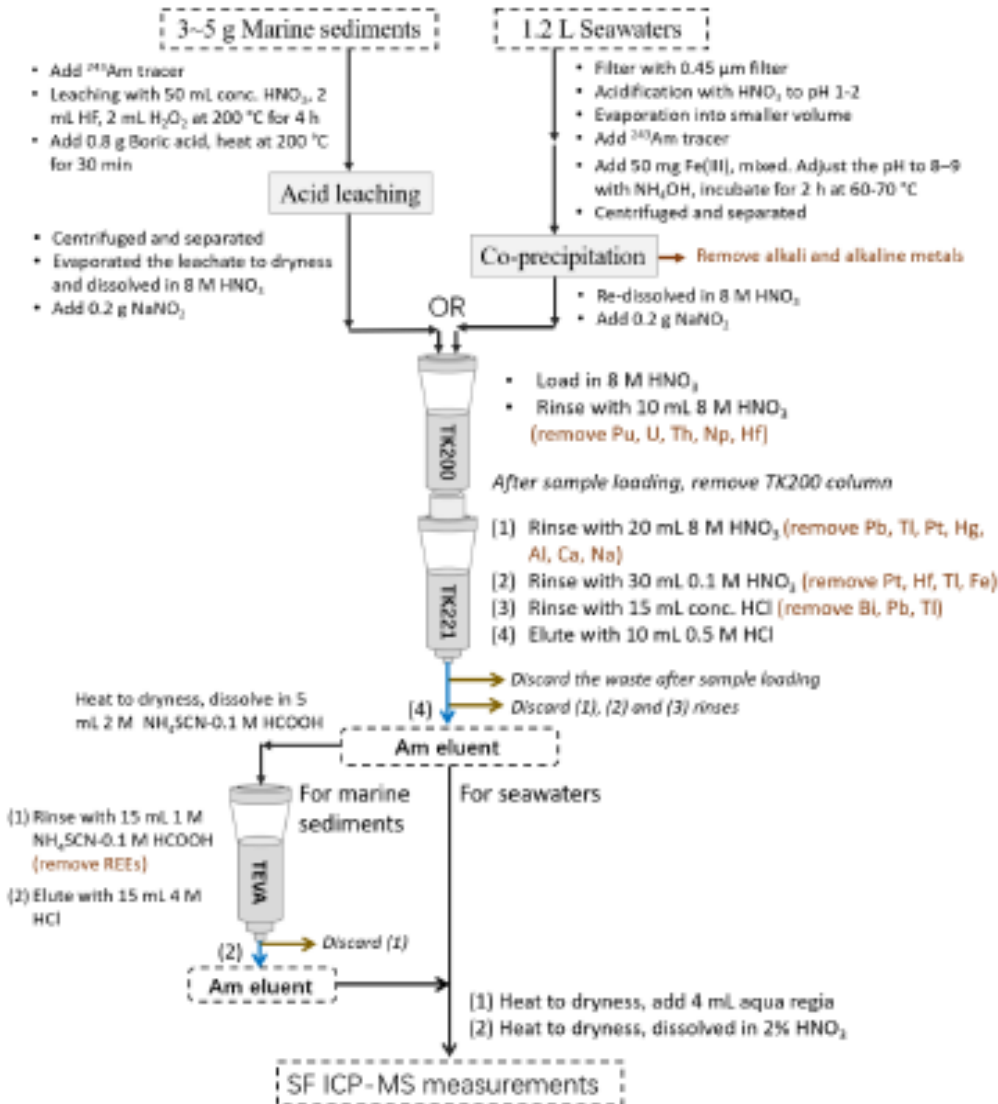
Analyte	Target values		Measured values			Relative bias	MARB ^a	Z-score ^b	Test evaluation
	Mean activity concentration	Standard deviation (sd)	Activity concentration	Standard uncertainty	Relative standard uncertainty				
	Bq/kg	Bq/kg	Bq/kg	Bq/kg	%				
²³⁹ Pu	5.93	2.27	5.09	0.24	4.7	14	25	0.37	Accepted
²⁴¹ Am	4.85	0.57	4.73	0.15	3.2	2.5	30	0.21	Accepted
²⁴⁴ Cm	7.02	2	7.19	0.34	4.7	2.4	25	0.09	Accepted

^aMaximum Acceptable Relative Bias

^bZ = |X_{reported} - X_{target}| / s_{dtarget}



Tandem TK200/TK221



- Ling Zhang, Emilia Vassileva, Determination of ultra-trace level ^{241}Am in marine sediment and seawater by combining TK200-TK221 tandem-column extraction chromatography and SF ICP-MS, Talanta, 271, 2024, 125724, <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2024.125724>

Conclusion:

For DGA separation, the decontamination factors (DFs) for Pu, U, and Th were calculated to be $(1.8 \pm 0.4) \times 10^3$, $(3.0 \pm 1.0) \times 10^4$, and 24 ± 6 , respectively.

For TK221 separation, the DFs for Pu, U, and Th were $(1.5 \pm 0.2) \times 10^4$, $(2.1 \pm 0.3) \times 10^4$, and $(1.2 \pm 0.1) \times 10^3$, respectively.

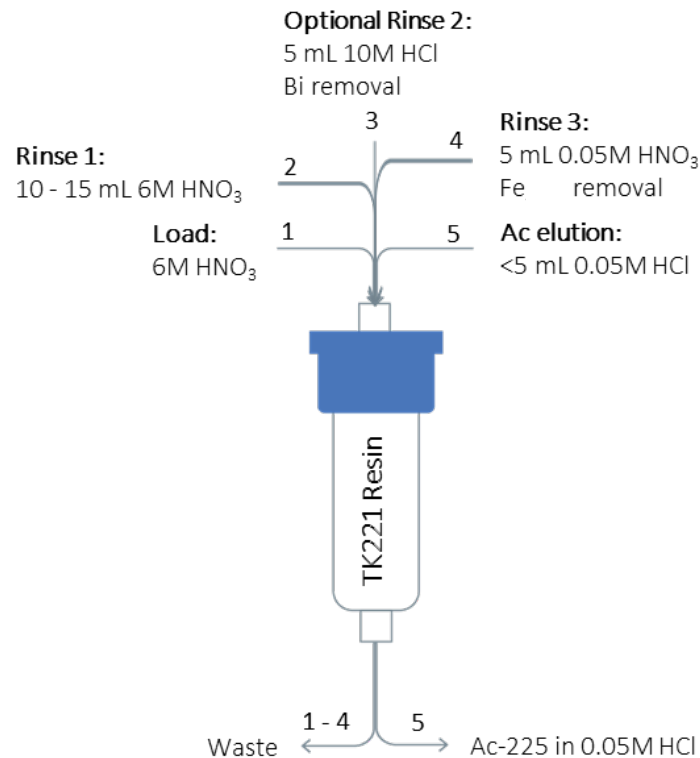
It can be seen that the TK221 resin displayed remarkably better performance for the removal of Pu and Th than DGA resin, while with an excellent decontamination ability of U, close to DGA.

=> Verwendung für Ra-226/8 anstelle von DGA? => Ines

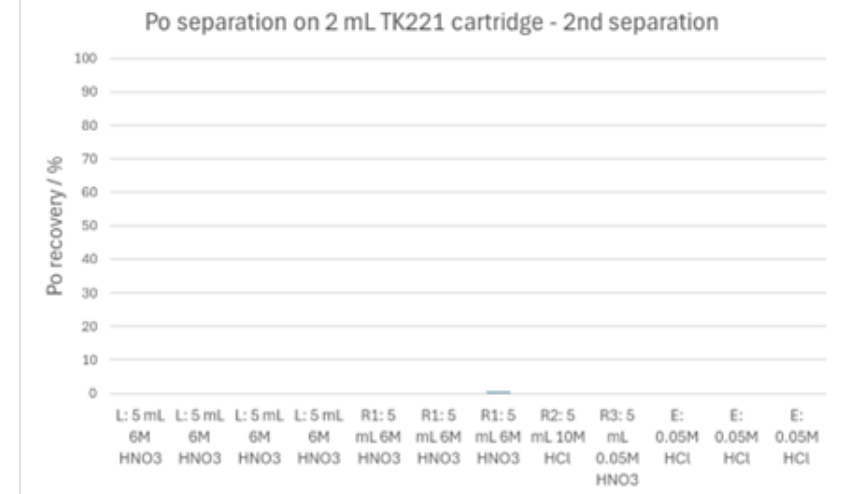
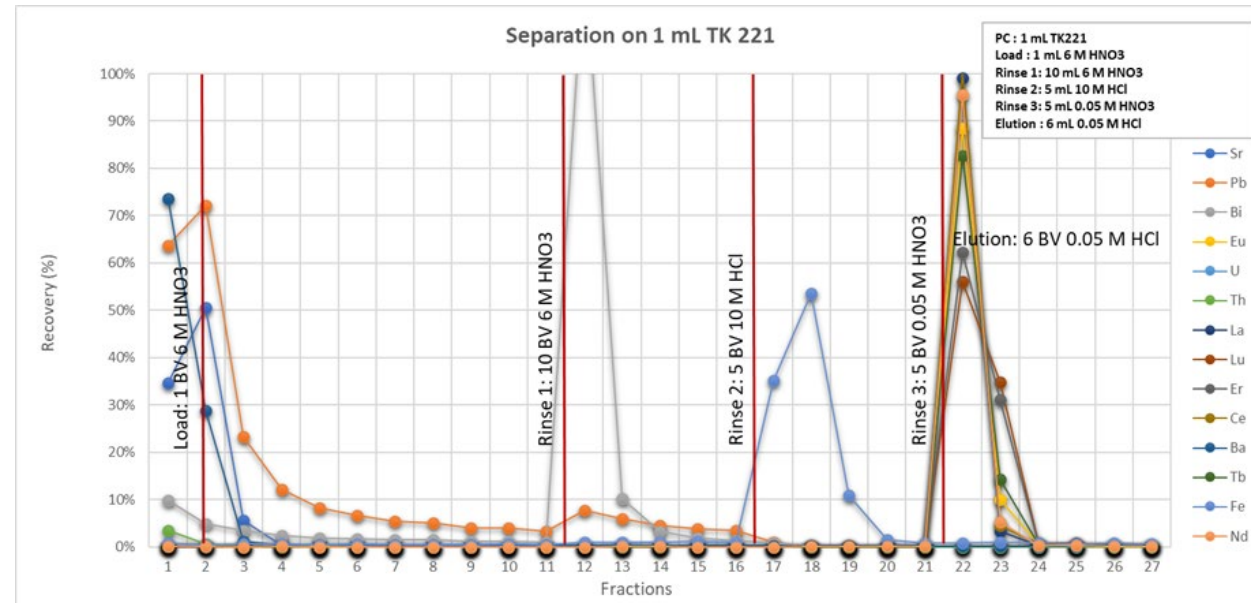


Ac Abtrennung

=> RP Präsentation + Präsentation S. Hartmann



Beladen aus 2 – 6M HNO_3
 Spülen mit 6M HNO_3
 10M HCl => Bi Entfernung und
 0.05M HNO_3 (Fe Entfernung)
 Ac Elution in 0.05M HCl
 Po verbleibt auf TK221





Sr-90 in seawater via DGA – KAERI method & TK227 Resin

LSC 2024
Raddec/Trsikem Jointworkshop, 18th Apr 2024, Porstmouth

A simple and straightforward technique for analyzing radionuclides in seawater



18 Apr, 2024

Hyuncheol Kim (hckim3@kaeri.re.kr), Gahyun Kim (ghkim97@kaeri.re.kr)



한국원자력연구원
Korea Atomic Energy Research Institute



Sr-90 in Meerwasser via DGA – KAERI Methode

Materials and Apparatus



AMP-PAN (or KNiFC-PAN)

DGA resin

2 mL column



SALT-100 (*WITTECH Ltd. ; South Korea*)

Eight peristaltic pump
Flow rate: 10 – 100 mL min⁻¹
Applicable with 2 mL / 5 mL column

https://www.wittech.co.kr/en/busi/new_busiList_5.php



Hidex **Q-ARE**

Automated Radionuclide Extraction System

The most advanced automated radionuclide extraction chromatography system dedicated to radionuclide separation from environmental, food and decommissioning samples.

Quick and easy-to-use unattended radionuclide extraction
User friendly, intuitive and hassle free.

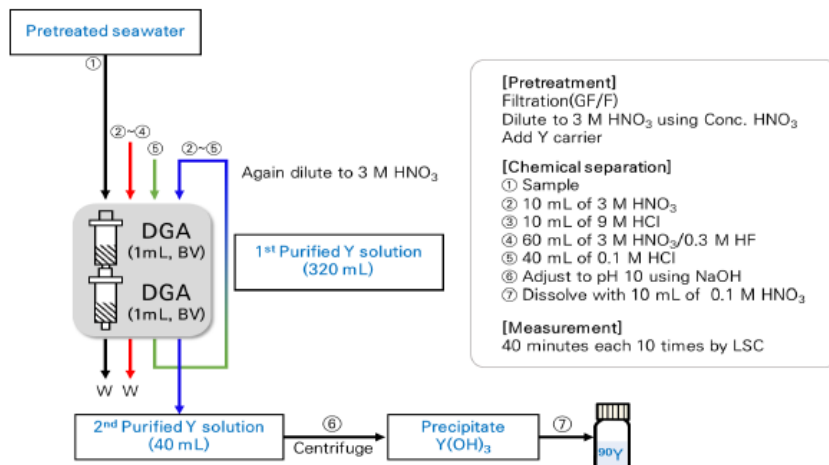
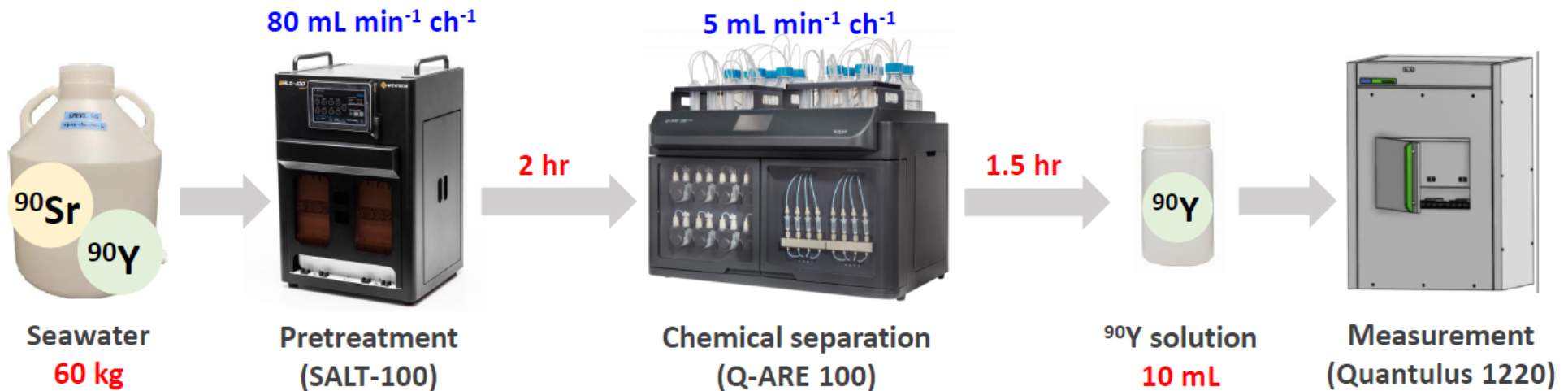
<https://www.hidex.com/>

Q uick
A utomated
R adionuclide
E xtraction



Sr-90 in Meerwasser via DGA – KAERI Methode

^{90}Sr in seawater; procedure



Präsentation von Hyuncheol Kim auf
dem TrisKem / Raddec Workshop,
18.04.2024
Zugänglich via unsere Webseite (inkl.
Videos)



Sr-90 in Meerwasser via DGA – KAERI Methode

- Schnellmethode zur Bestimmung von Sr-90 in Meerwasser via Y-90 (60 kg Proben)
- Ergebnis in wenigen Tagen, Trennchemie wenige Stunden
 - z.B. Aufkonzentrierung via SALT mit 8x 80mL/min
- Potentieller Nachteil: Proben müssen auf 3M HNO₃ eingestellt werden
=> hohe Mengen an konz. HNO₃
- Laufende Arbeiten: Modifizierung des DGA Resin um ein Beladen aus niedrigeren HNO₃ Konzentrationen zu erlauben
=> TK227 Resin
 - Ähnliche Methode für Am möglich?
- SALT / Q-ARE Ansatz auch zur Bestimmung von Cs-134/7 via AMP-PAN eingesetzt.
- Laufende Arbeiten (KAERI) Sr und Cs aus derselben Probe via stacked Kartuschen (TK227 / AMP-PAN)

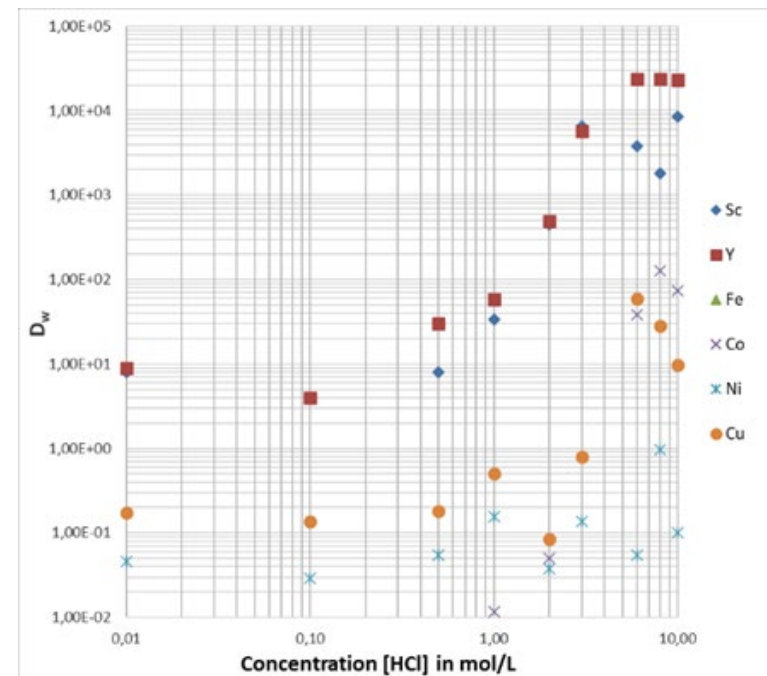
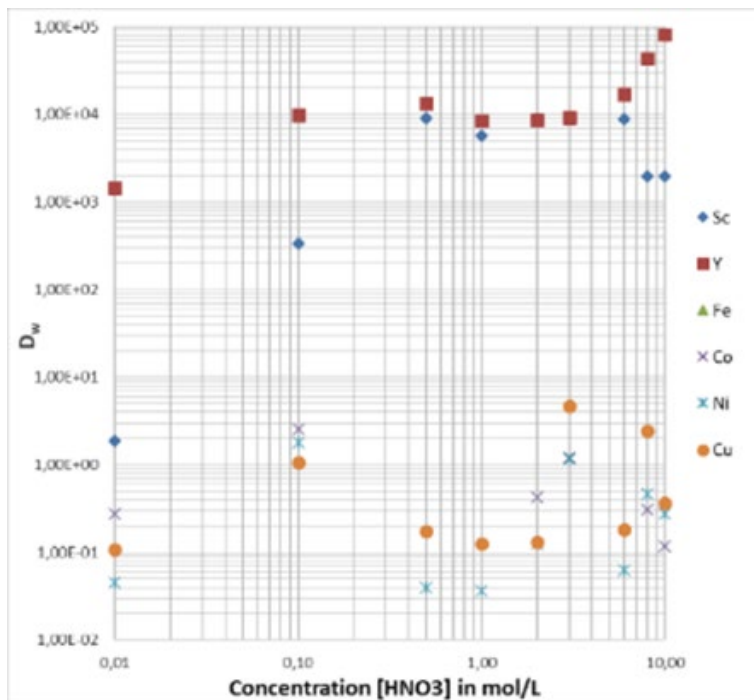


TK227 Resin

Beigabe von ionischen Flüssigkeiten (IL) erhöht Y (idem Lanthanide, insbesondere schwere) Rückhalt bei niedrigeren Säurekonzentrationen, insbesondere in HNO_3

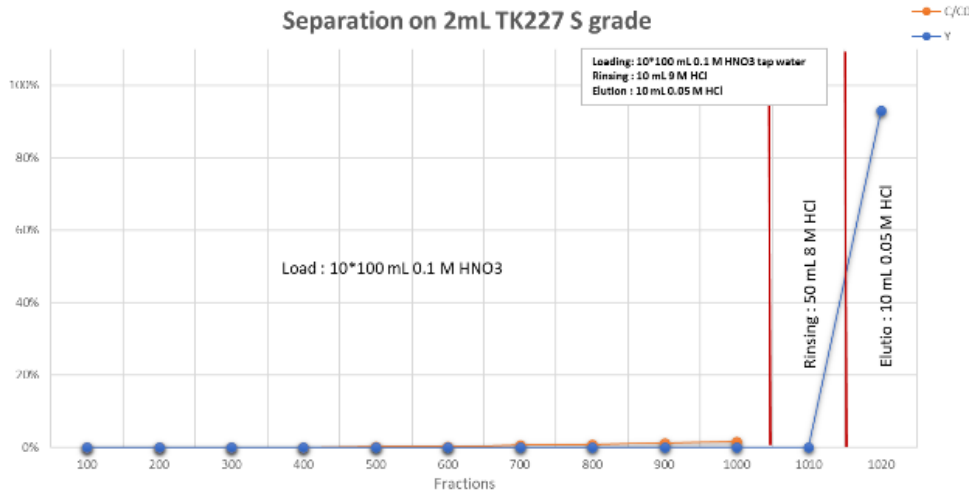
Vorsicht: Zu hohe Dosierung führt zu Problemen bei der Elution ($\Rightarrow$ TK225 – hohe Mengen an IL – Einsatz zur Dekontaminierung von Radiolanthaniden).

Vorsicht: Die Trennung auf TK227 auf mg Mengen an Y als Träger ausgelegt.

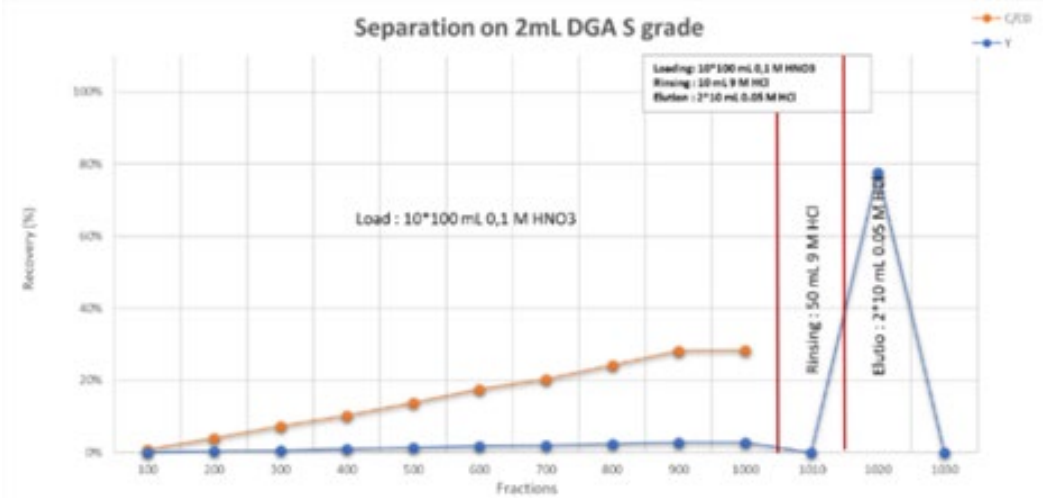




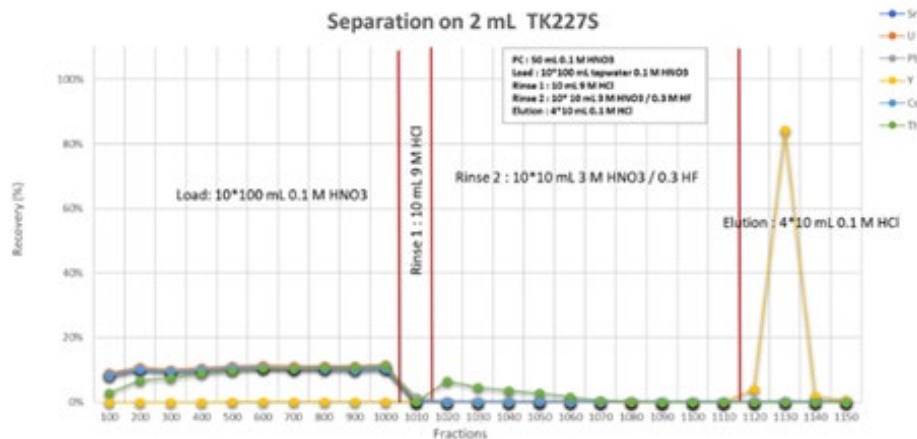
TK227 Resin - Trinkwasserproben



Elutionsstudie, 1L Trinkwasser, Laden aus 0.1M HNO₃, Y Abtrennung, 2mL TK227 Resin cartridge



Elutionsstudie, 1L Trinkwasser, Laden aus 0.1M HNO₃, Y Abtrennung, 2mL DGA,N Resin cartridge



Elutionsstudie, 1L Trinkwasser, Laden aus 0.1M HNO₃, Y Abtrennung, 2mL TK227 Resin cartridge, ausgewählte Elemente

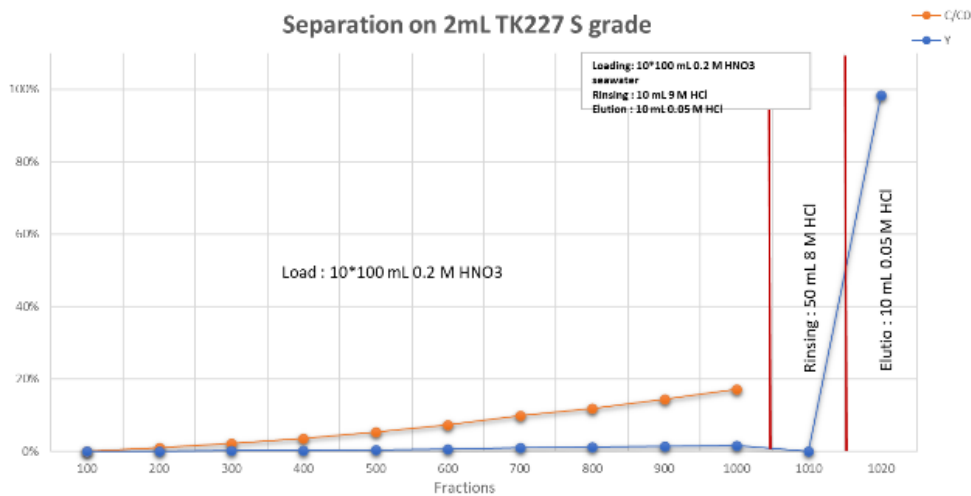
Y Retention auf TK227 aus 1L 0.1M HNO₃

Abtrennung von Interferenzen
gemäss Kim et al.

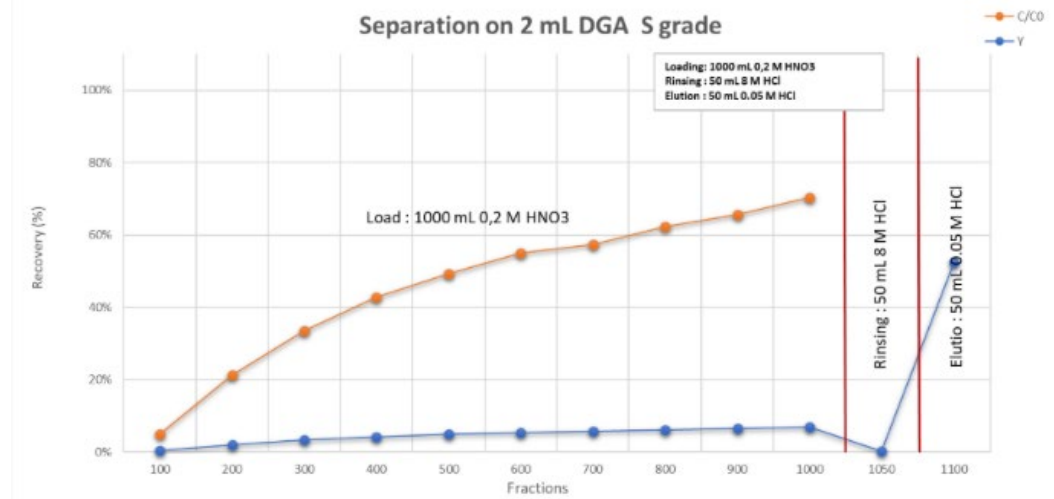
Mögliche Schnellmethode für Sr-90
in Wasser



TK227 Resin - Meerwasserproben



Elutionsstudie, 1L Meerwasser, Beladen aus 0.2M HNO₃, Y Abtrennung, 2mL TK227 Resin Kartusche



Elutionsstudie, 1L Meerwasser, Beladen aus 0.2M HNO₃, Y Abtrennung, 2mL DGA,N Resin Kartusche

Meerwasser benötigt höhere HNO₃ Konzentrationen zur effizienten Y Retention

Auch auf TK227 Resin zeigt sich ein Y Durchbruch nach 1L (etwas weniger als 20%) aber deutlich weniger als auf DGA,N (nahezu 70%)

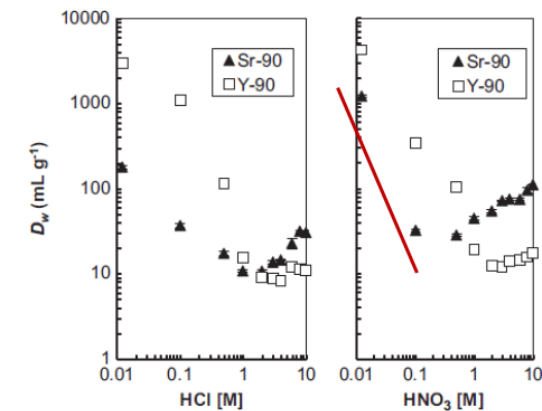
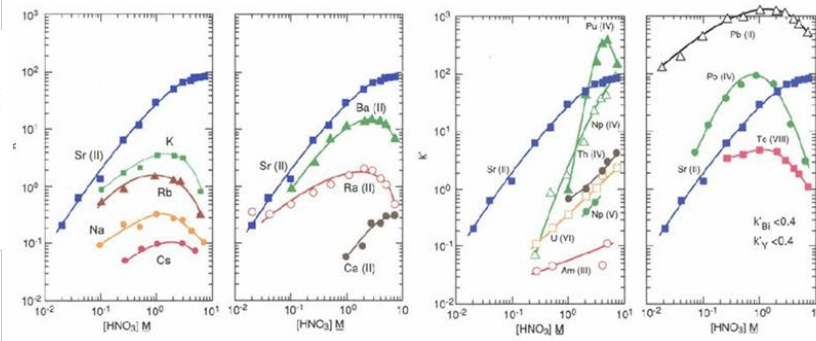
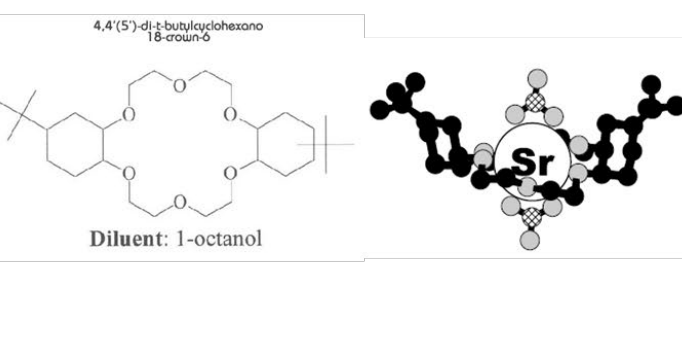
TK227 Resin zeigte für Realproben gemäss der KAERI Methode bessere Ausbeuten als DGA,N es muss aber weiter auf 2M HNO₃ angesäuert werden.



TK100/1 Resins

Beide Harze basieren auf dem selben Kronenether der auch im SR Harz Verwendung findet

- Unterschiedliche Diluenten, Sr und Pb Retention auch zwischen pH 2 und pH7
- Aufkonzentrierung und Abtrennung auf der selben Säule



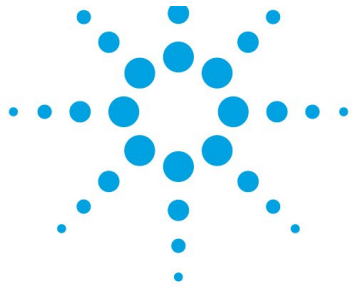
Anwendungen:

- Pb-210 in Wasserproben
- Sr-90 via ICP-MS (sehr hohe Zr-90 Entfernung) => NPL
- Ra-226 via ICP-MS => NPL & Agilent application note



TK100 Resin

^{90}Sr und ^{226}Ra Bestimmung via ICP-MS: Russel and Van Es (NPL)



Rapid Analysis of Radium-226 in Water Samples by ICP-QQQ

Application Note
Nuclear, environmental

https://www.agilent.com/cs/library/applications/8800_ICP-MS_5991-8324EN_radium_analysis.pdf

Applied Radiation and Isotopes 126 (2017) 35–39

Authors

Ben Russell¹, Elsje May van Es^{1,2},
Glenn Woods³, David Read^{1,2}

1. National Physical Laboratory,
Teddington, UK

2. Chemistry Department, University
of Surrey, Guildford, Surrey, UK



Contents lists available at ScienceDirect

Applied Radiation and Isotopes

journal homepage: www.elsevier.com/locate/apradiso



Development of an optimised method for analysis of ^{90}Sr in decommissioning wastes by triple quadrupole inductively coupled plasma mass spectrometry

B. Russell*, M. García-Miranda, P. Ivanov

National Physical Laboratory, Hampton Road, Teddington, TW11 0LW, UK



TK100 enthält HDEHP

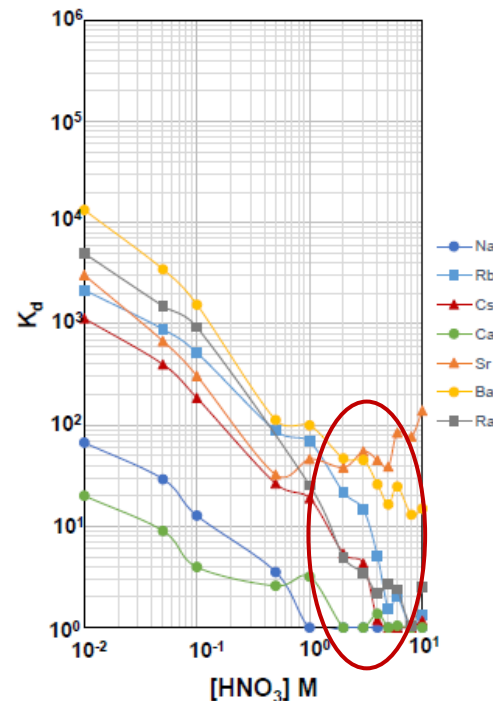
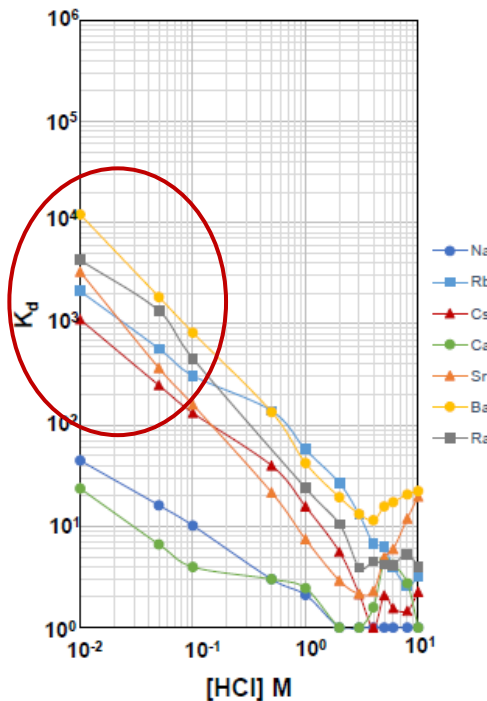
⇒ sehr hohe Zr Retention/Dekontamination

⇒ Sr Elution in $\geq 0.5\text{M HCl}$



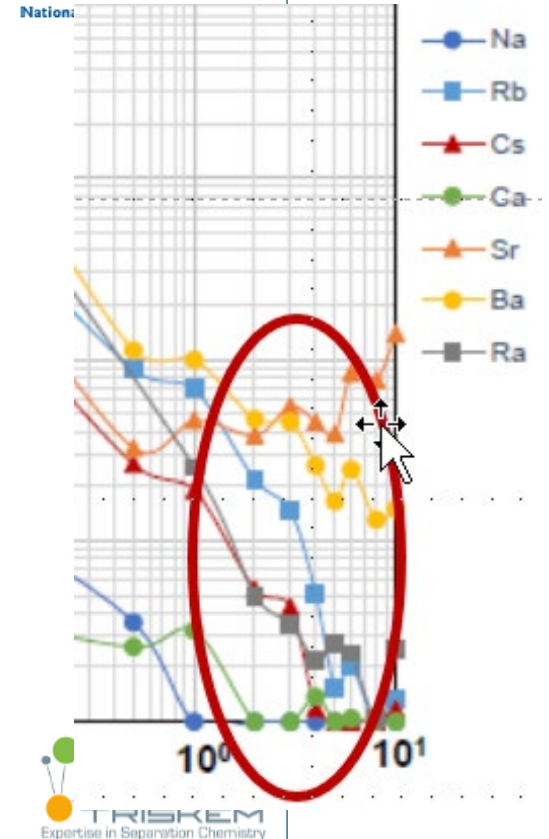
TK101 - Radium

TK101 Group 1 and 2



NPL

Nation:

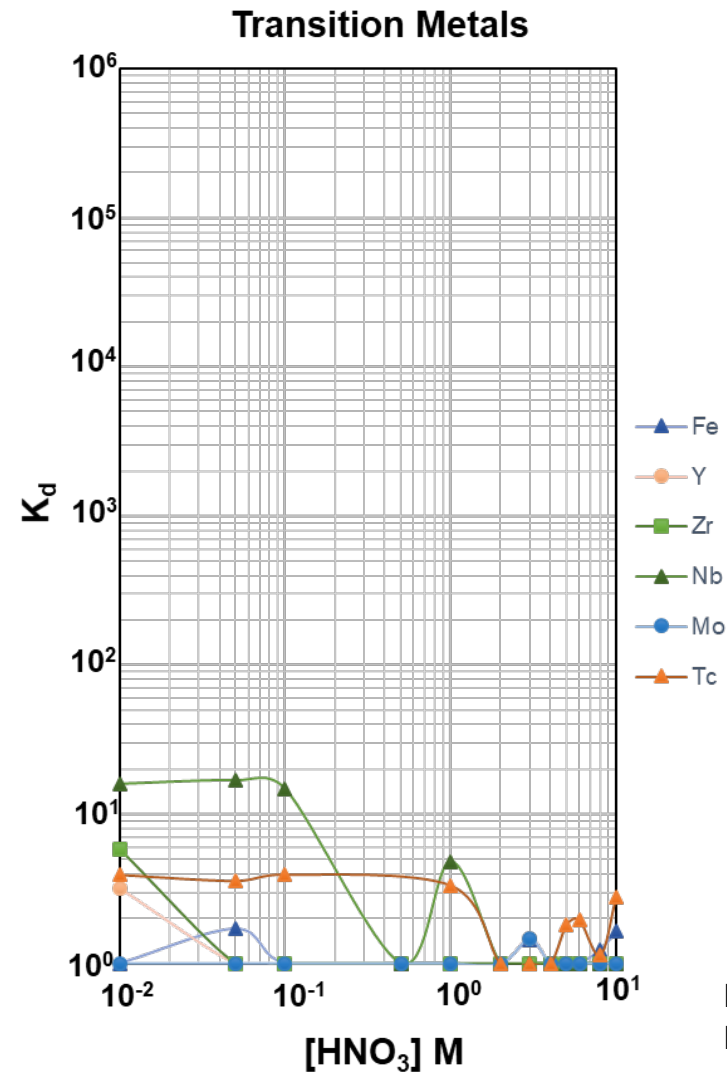
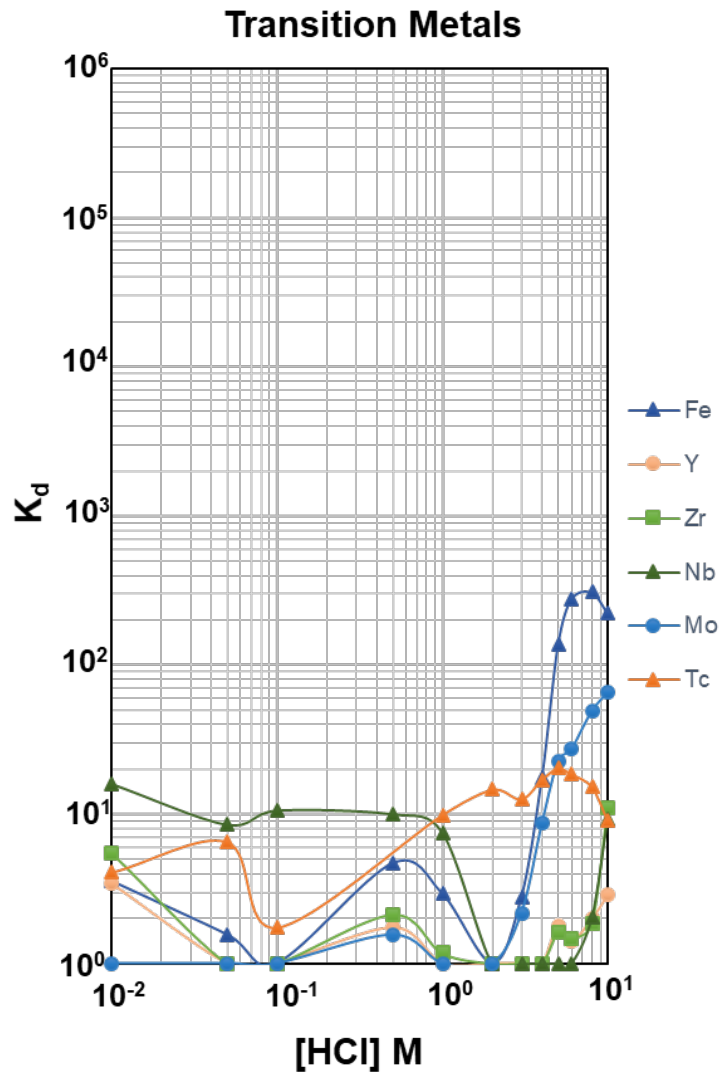


Data provided by
Russel et al. (NPL)

- Ra Retention aus Wasser/verdünnter Säure bis zu ~0.5M HNO₃/HCl
- Bei höheren Konzentrationen ist die Selektivität dem SR Resin/TK102 Resin ähnlich



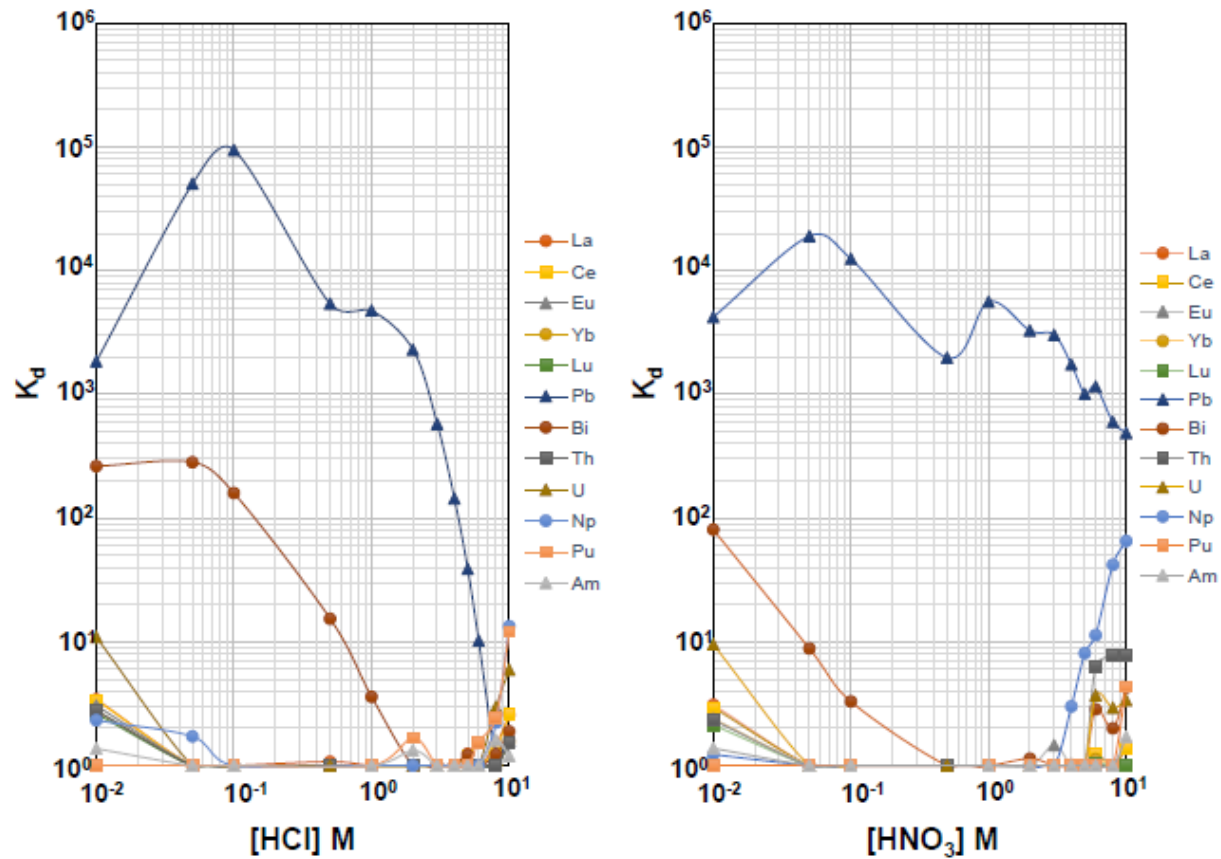
TK101 Transition Metals



Data provided by
Russel et al. (NPL)
28



TK101 - Ra

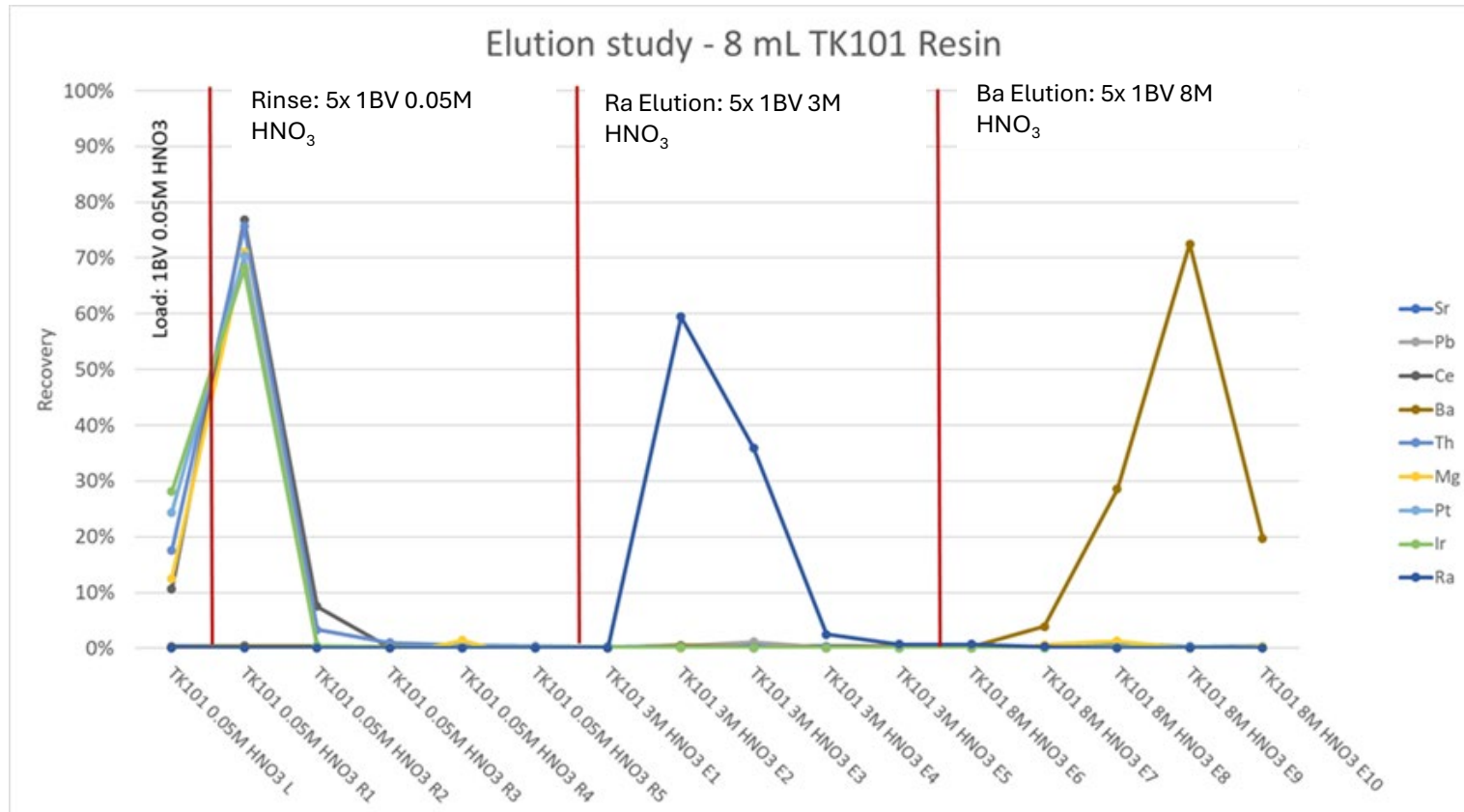


Data provided by
Russel et al. (NPL)

- Im Gegensatz zu TK100 kaum Selektivität für Th/U
- Sehr starke Pb Retention => Elution in 6 – 8M HCl oder Zitrat



Ra Abtrennung auf TK101



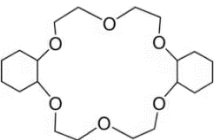
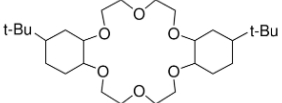
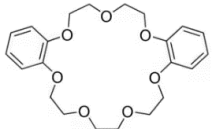
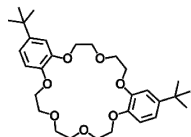
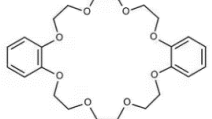
Ra/Ba Kapazität ~10 – 15mg/g TK101 Resin



Laufende Arbeiten:

Test verschiedene Kronenether/Diluenten

Ziel: Resin welches Ra selektiv aus Säure höherer Konzentration zurück hält.

Compound	Name	Abbreviation
	Dicyclohexano-18-crown-6	DCH18C6
	4,4'(4,5')(5,5')-di-tert-butyl-dicyclohexano-18-crown-6	DBDCH18C6
	Dibenzo-21-crown-7	DB21C7
	4,4'(4,5')(5,5')-di-tert-butyl-dibenzo-21-crown-7	BDB21C7
	Dibenzo-24-crown-8	DB24C8

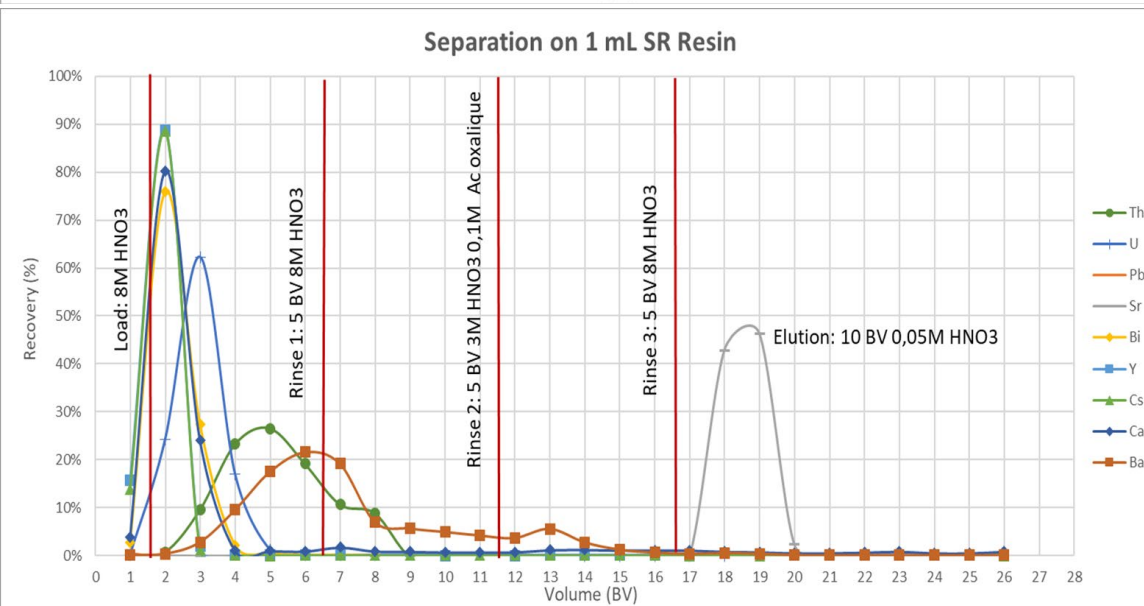
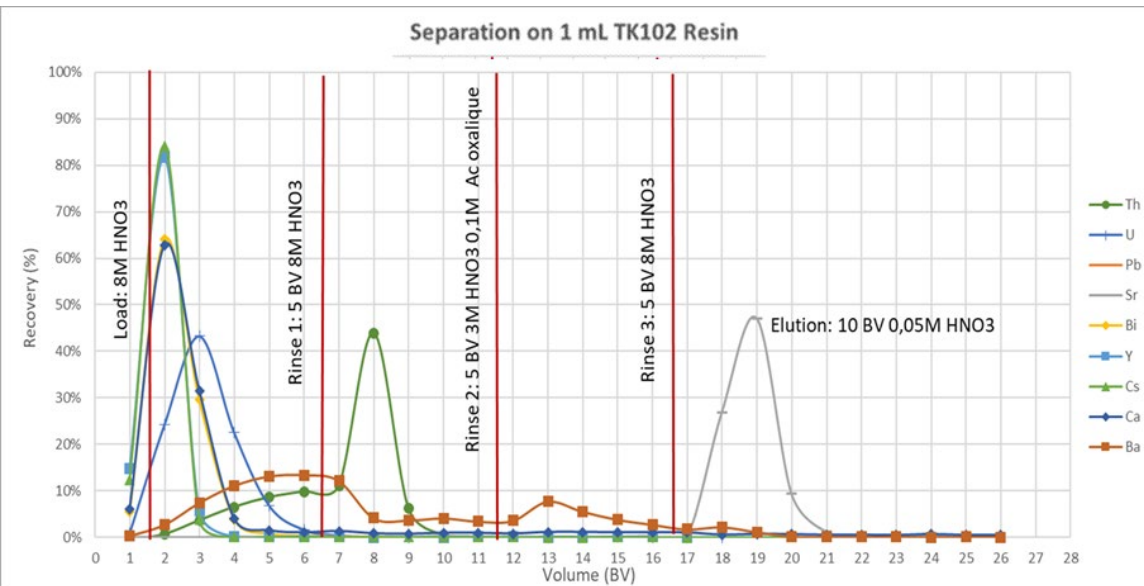


TK102 Resin

- Modifizierte Version des SR Resin
 - Selber Kronenether
 - Unterschiede: anderer Diluent, inerter Support und Diluent/Kronenether Verhältnisse. Höhere Menge an organischer Phase auf dem inerten Support
 - Höhere Sr, Pb und Ba Retention als auf dem SR Resin
 - Höhere Kapazität
 - Weniger Verlust an organischem Material (bleeding)
- Poster von Illarion Dohvyi et al. (ERA14), on-line auf unserer Webseite – Poster and Presentations Sektion
- Ursprünglich optimiert für die Ra/Ba Trennung – weiterhin Hauptanwendung
- Sr und Pb Abtrennung ebenfalls möglich



TK102 Resin – Vergleich mit SR Resin - Sr Separation

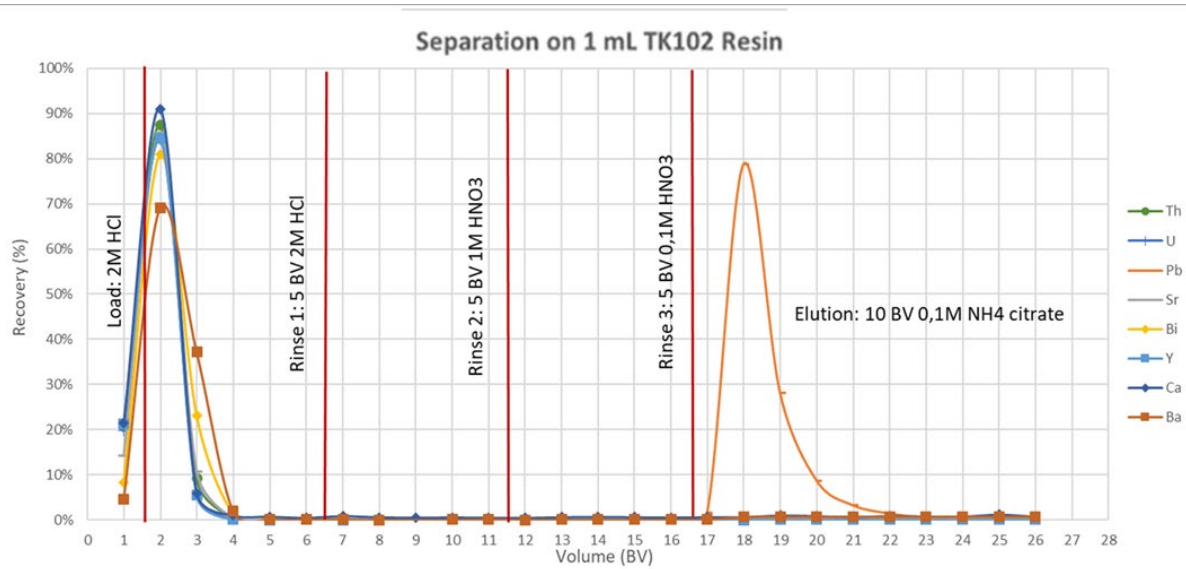


TK102 Resin vs SR Resin:
Sr Elutionsstudie - Beladen aus
8M HNO₃

Beide Harze (TK102 and SR)
zeigen ähnliches
Retentions/Elutionsverhalten für
(Th/)U/Pb/Sr/Ca/Bi/Y/Ca und Ba

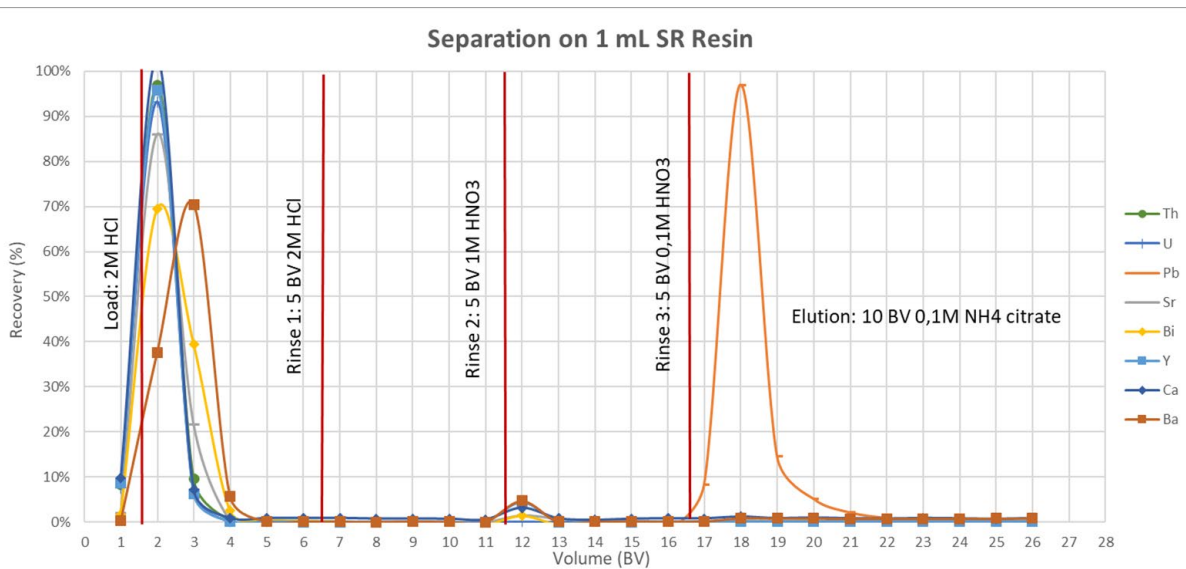


TK102 Resin – Vergleich mit SR Resin - Pb Separation



TK102 Resin vs SR resin:
Pb Elutionsstudie – Beladen
aus 2M HCl

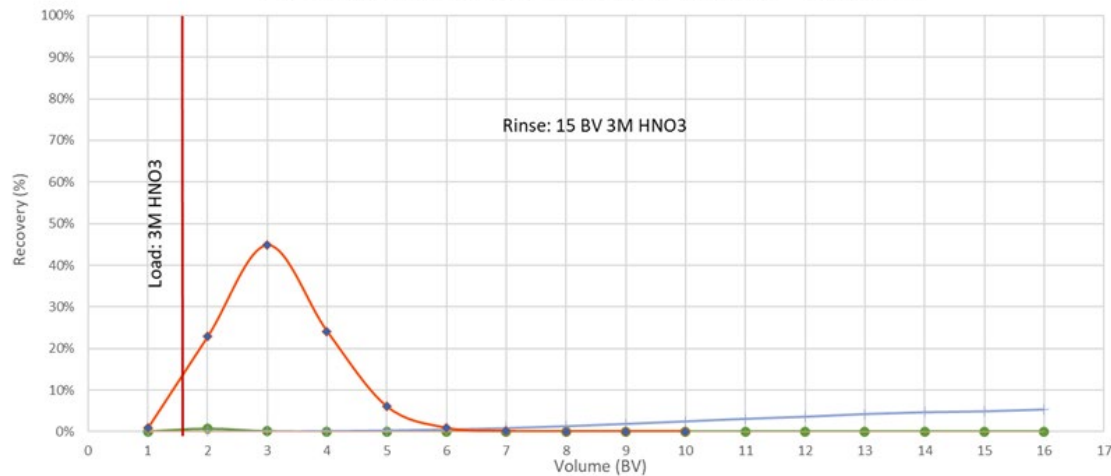
Beide Harze (TK102 and SR)
zeigen ähnliches
Retentions/Elutionsverhalten
für Th/U/Pb/Sr/Ca/Bi/Y/Ca
und Ba



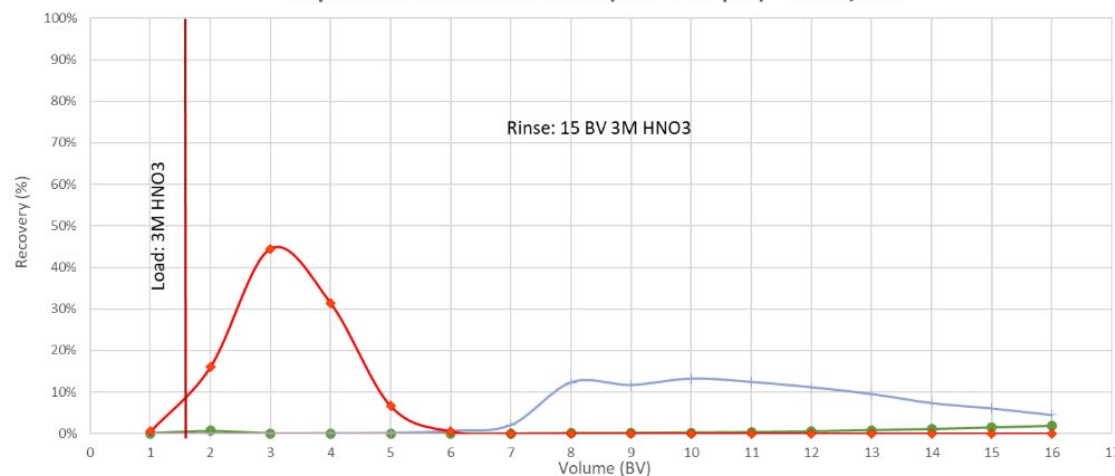


TK102 Resin – Vergleich mit SR Resin - Ra/Ba Separation

Separation on 1 mL TK102 Resin (100 - 200 μ m) - ~0.5BV/min



Separation on 1 mL SR Resin (100 - 150 μ m) - 0.5BV/min



- SR Resin: signifikanter Ba Durchbruch nach 7 – 8 Säulenvolumen
- TK102 Resin: deutlich weniger Ba Durchbruch
- Ba Abtrennung von Ra in 3M HNO₃



Tc-99 Abtrennung

Tc-99 (difficult to measure – DTM Radionuklid) – 100% beta Strahler

TEVA funktioniert sehr gut für die Tc Abtrennung aber quantitative Elution benötigt hohe HNO_3 Konzentrationen (z.B. 10M)

➤ Neue Optionen:

TK201 Resin => M. Meis

TK202 Resin

TK-TcScint

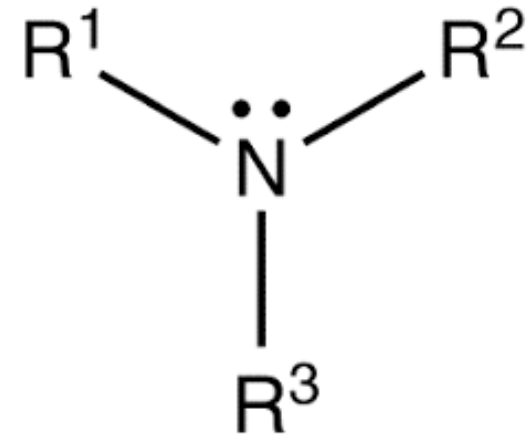


TK201 Resin

Tertiäres Amin (Weak Anion Exchanger)

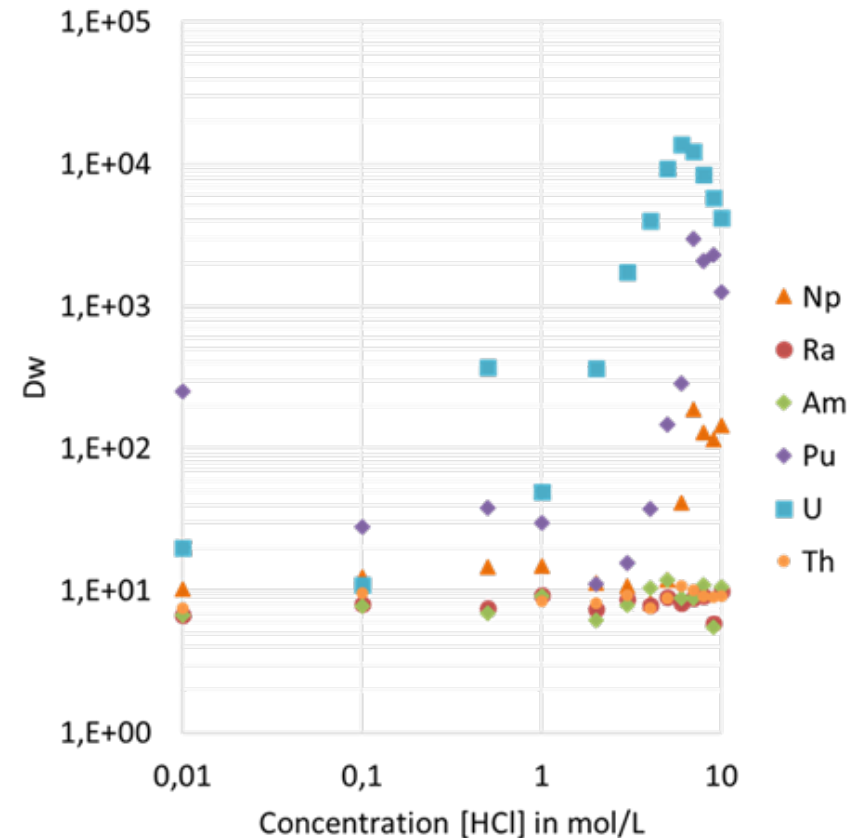
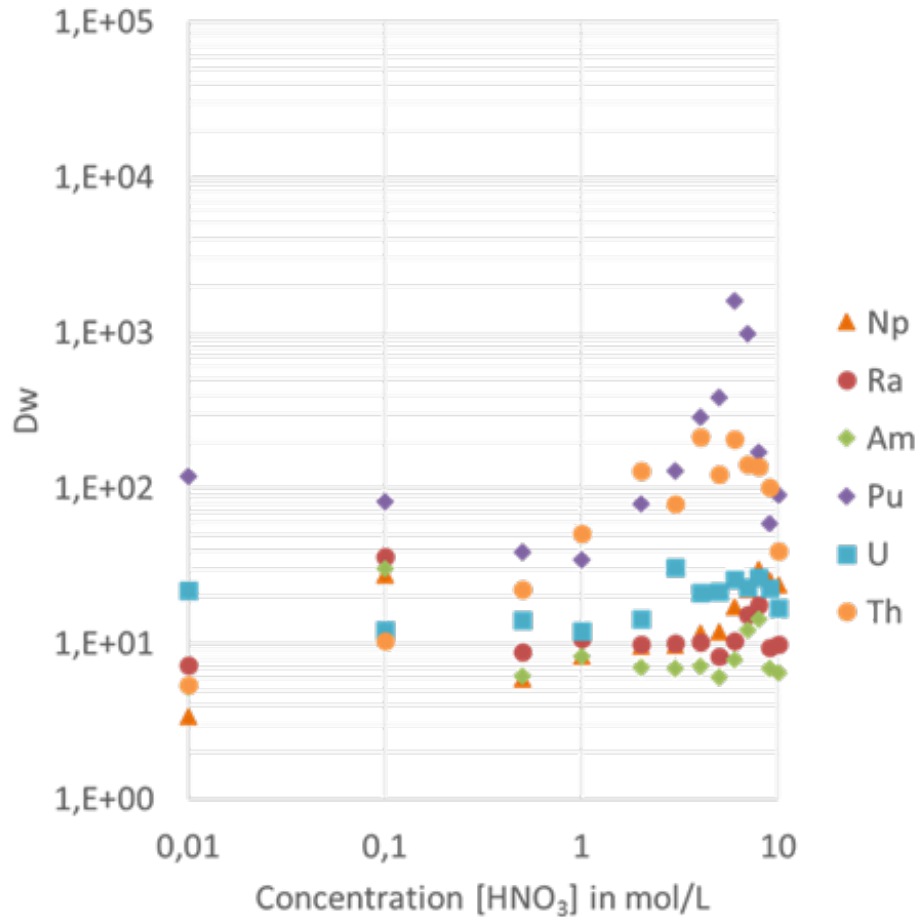
Hauptanwendungsgebiete:

- Tc Abtrennung
 - Umweltüberwachung
 - Rückbau
 - Ähnliche Selektivität wie TEVA aber leichter zu eluieren (NH_4OH oder 2-3M HNO_3)
- Cu Abtrennung
 - Radiopharmazie
 - Ebenfalls in Entwicklung: Zn und Fe Abtrennung





TK201 – Aktinide



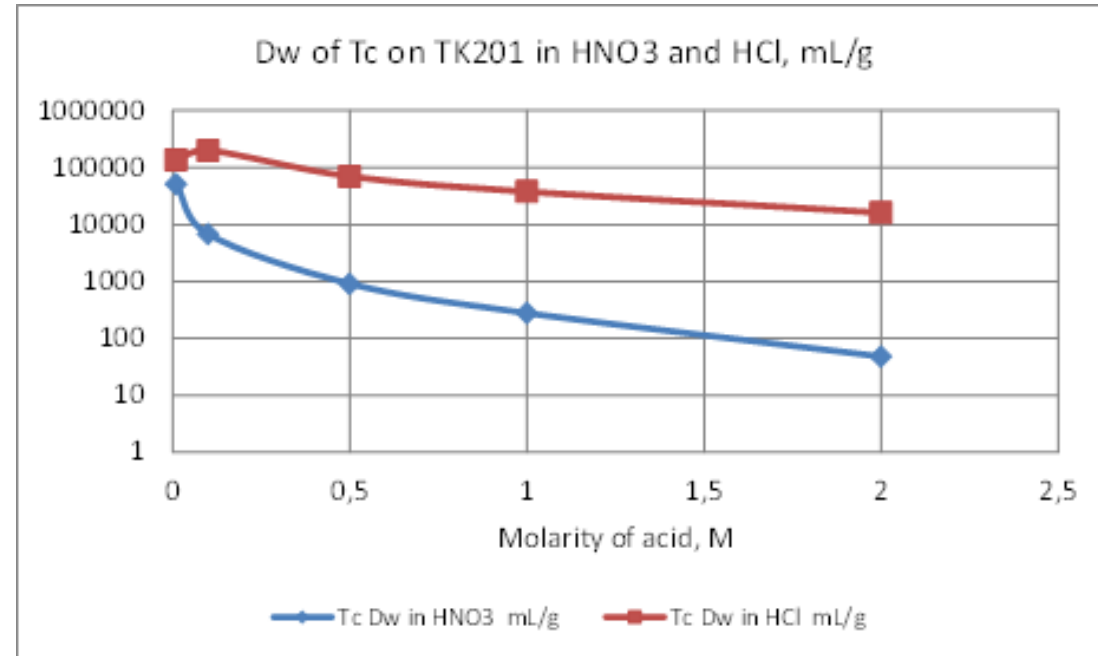
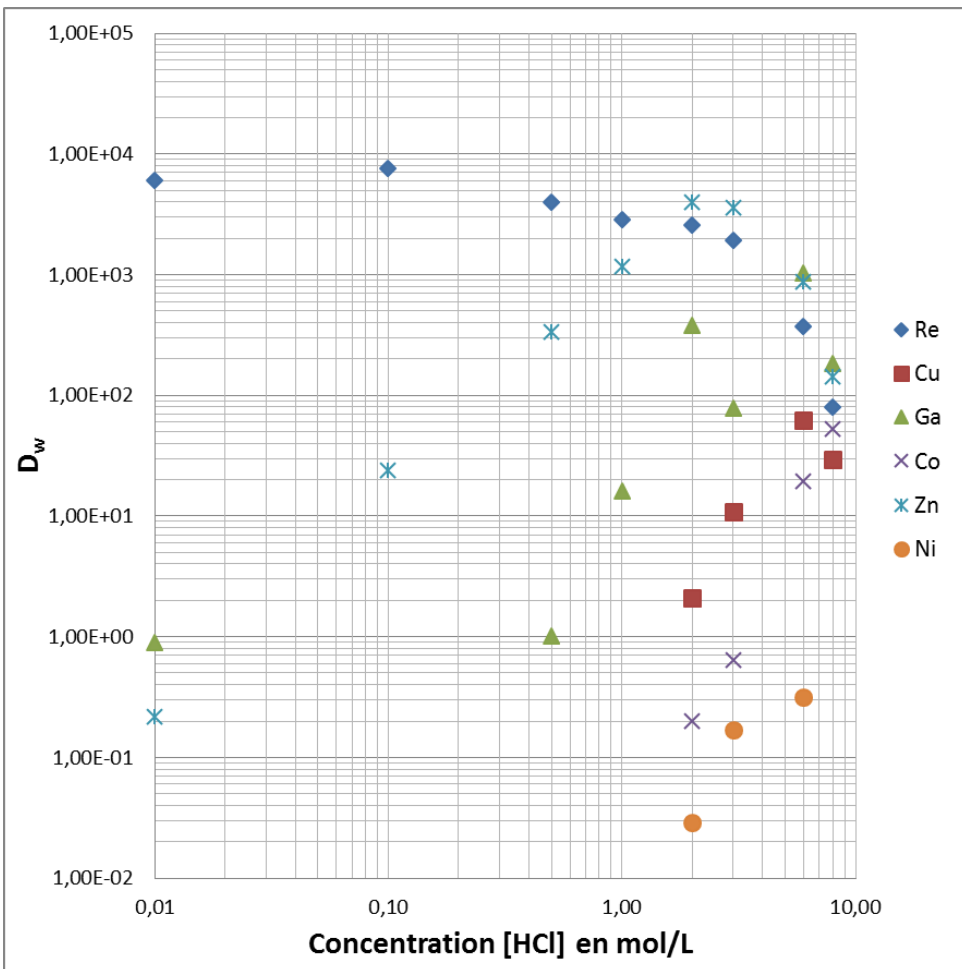
- Sehr guter Pu Uptake in HNO_3 höherer Konzentration
- Th Retention ok

Data Russel et al. NPL

- Hohe U und Pu Retention in hoher HCl
- Elution in verdünnter HCl (Pu idealerweise unter reduktiven Bedingungen)



TK201 Resin – D_w Werte Re und TM



Tc bei $c(\text{HNO}_3) < 1\text{M}$ gut zurückgehalten
Tc Retention deutlich höher in HCl
Keine Mo Retention in $> 0,7\text{M}$ HNO₃ –
gute Re/Mo Trennung



TK201 Resin – Elutionsstudien

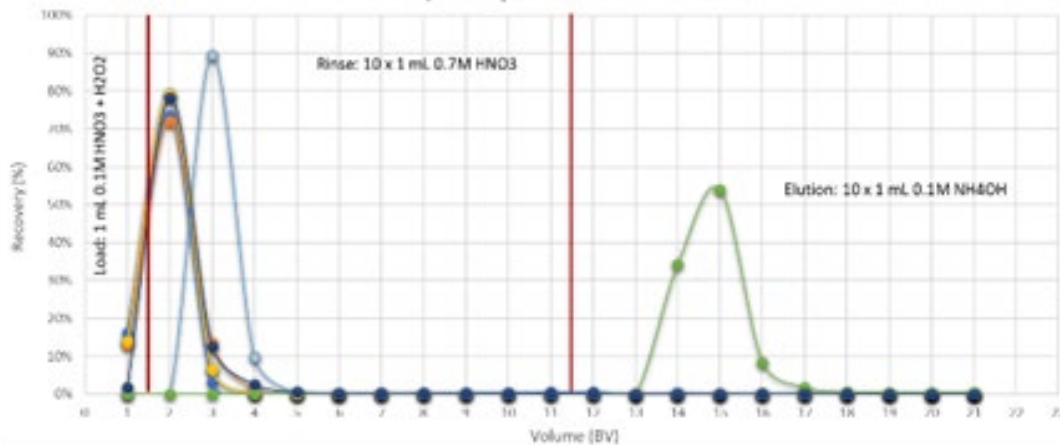
Probenaufgabe in pH 1-2 - Re & Tc Retention

Verunreinigungen beim Laden / Spülen entfernt

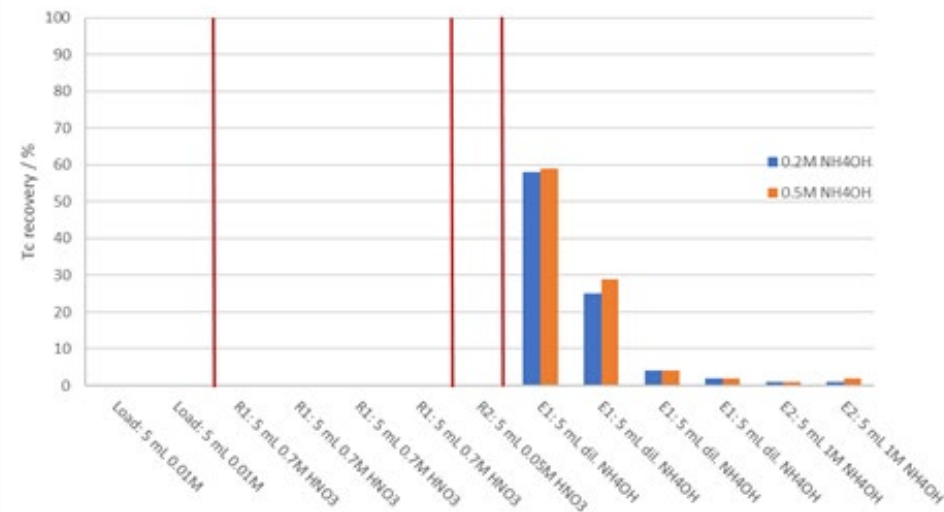
Mo Elution in 0.7M HNO₃

Elution in Tc >2M HNO₃ oder $\geq 0.5\text{M NH}_4\text{OH}$

Re/Mo separation - TK201 Resin



Tc separation on 2 mL TK201 cartridges





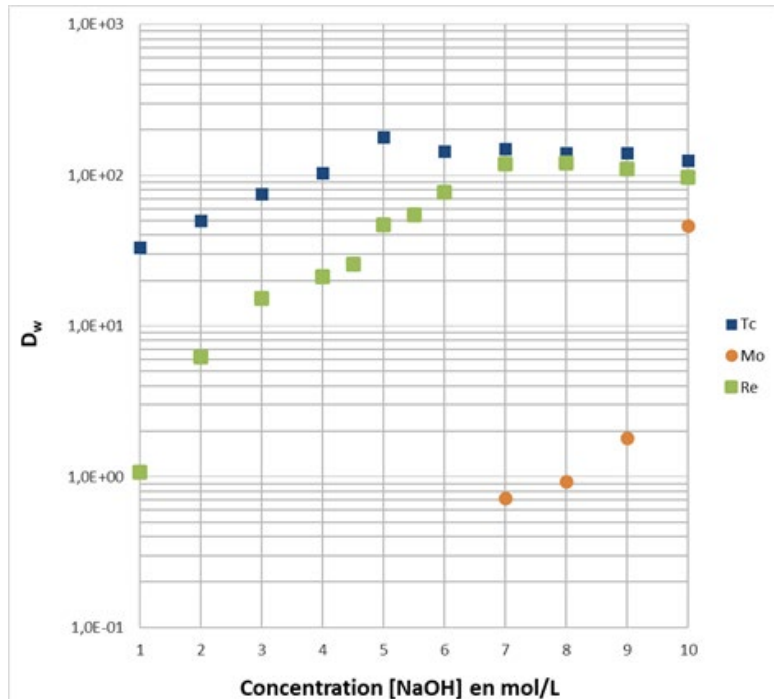
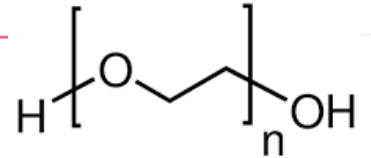
TK202 Resin

Polyethylene Glycol (PEG) kovalent an Polymer gebunden

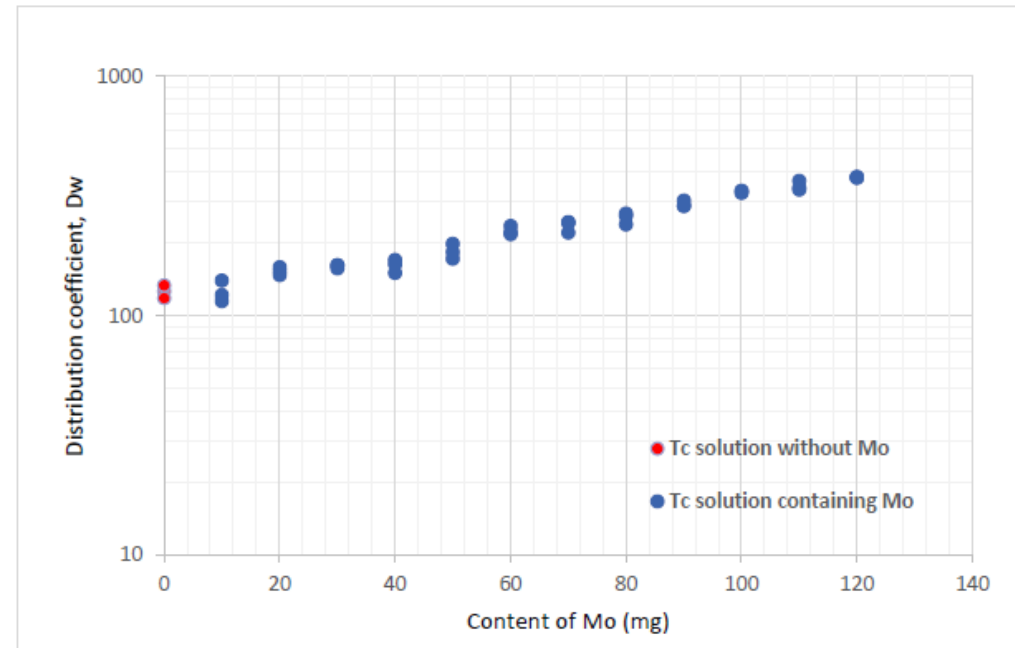
“Aqueous Biphasic System” (ABS)

Retention chaotroper Anionen z.B. TcO_4^- in Gegenwart von kosmotropen Anionen (SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , OH^- , MoO_4^{2-} , ...)

Für Proben mit hohem Mo Gehalt: Tc Ausbeute > 90% bei 6 – 8g Mo por g TK202



Dw values for Tc, Re and Mo on TK202 Resin, at varying NaOH concentrations. Tc data taken from Cieszykowska et al.



Dw values for Tc in 5M NaOH using 40 mg TK202 Resin, increasing amounts of Mo. Data taken from Cieszykowska et al.



TK202 Resin

Tc Retention aus NaOH Lösung (5 - 7M)

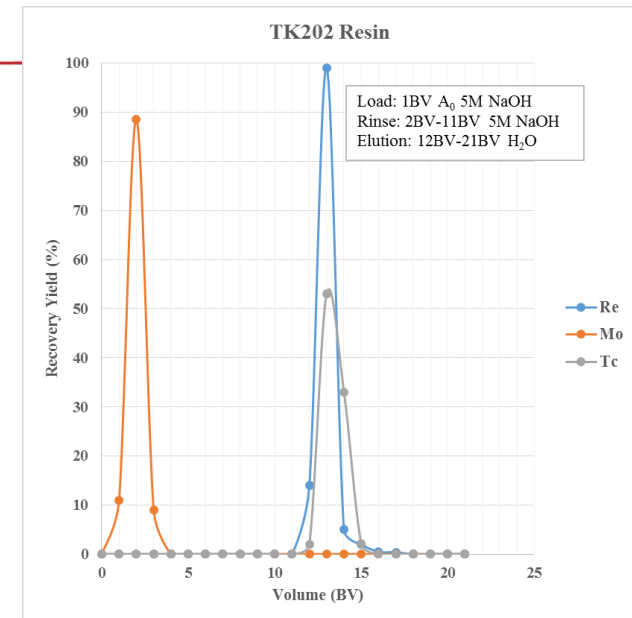
- Rückbauproben nach alkaliner Fusion
- Aufgelöste Mo Targets
- Effiziente Trennung von anderen Verunreinigungen

Re kann als interner Standard eingesetzt werden

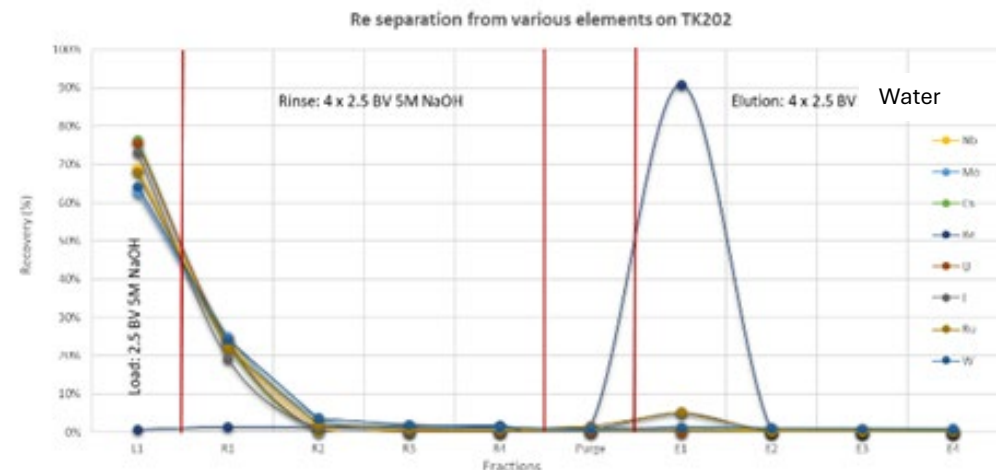
Elution in einem geringen Volumen

Wasser

- Eluat ist weiterhin basisch
- Beladen über CEX zur Neutralisierung und Na⁺ Entfernung
- Laden auf Aluminium Oxid zur Entfernung letzter Spuren an Mo und Elution in 0.9% NaCl



Re/Tc separation from Mo on TK202 Resin



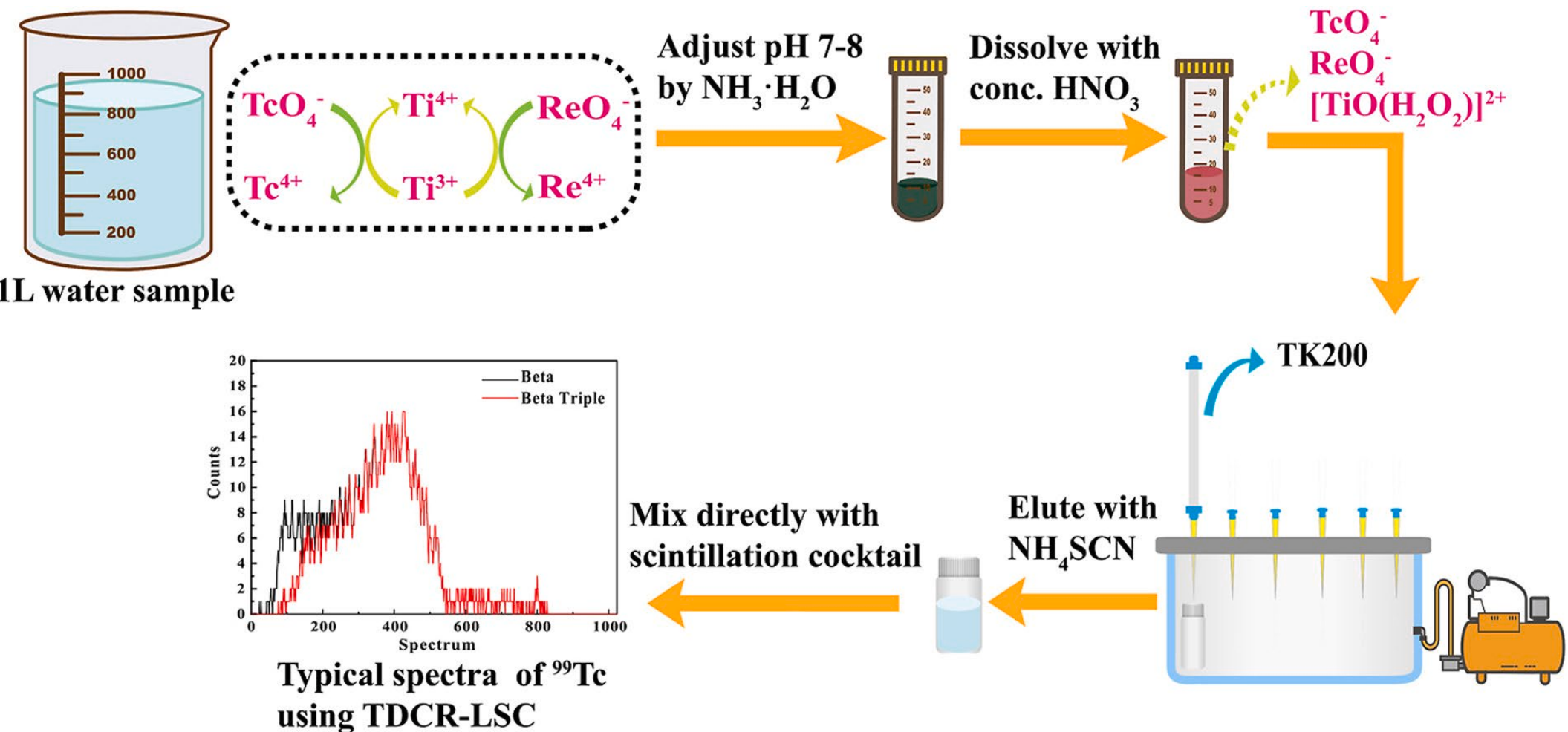
Re separation from selected elements on 2 mL TK202 Resin cartridge, load and rinse at 1 BV/min, elution at 0.25 BV/min.



TK200 Resin

Rapid determination of ^{99}Tc in water samples using $\text{Ti}(\text{OH})_3$ - TcO_2 co-precipitation and TK200 resin by liquid scintillation counting

Ni Yuan^a, Quan An^a, Shan Xing^{a, b}, Xiongxin Dai^a, Xiaolin Hou^{c, d}, Yonggang Yang^a, Yan Ma^a





TK200 Resin

Rapid determination of ^{99}Tc in water samples using $\text{Ti}(\text{OH})_3$ - TcO_2 co-precipitation and TK200 resin by liquid scintillation counting

Ni Yuan^a, Quan An^a, Shan Xing^{a, b}, Xiongxin Dai^a, Xiaolin Hou^{c, d}, Yonggang Yang^a, Yan Ma^a

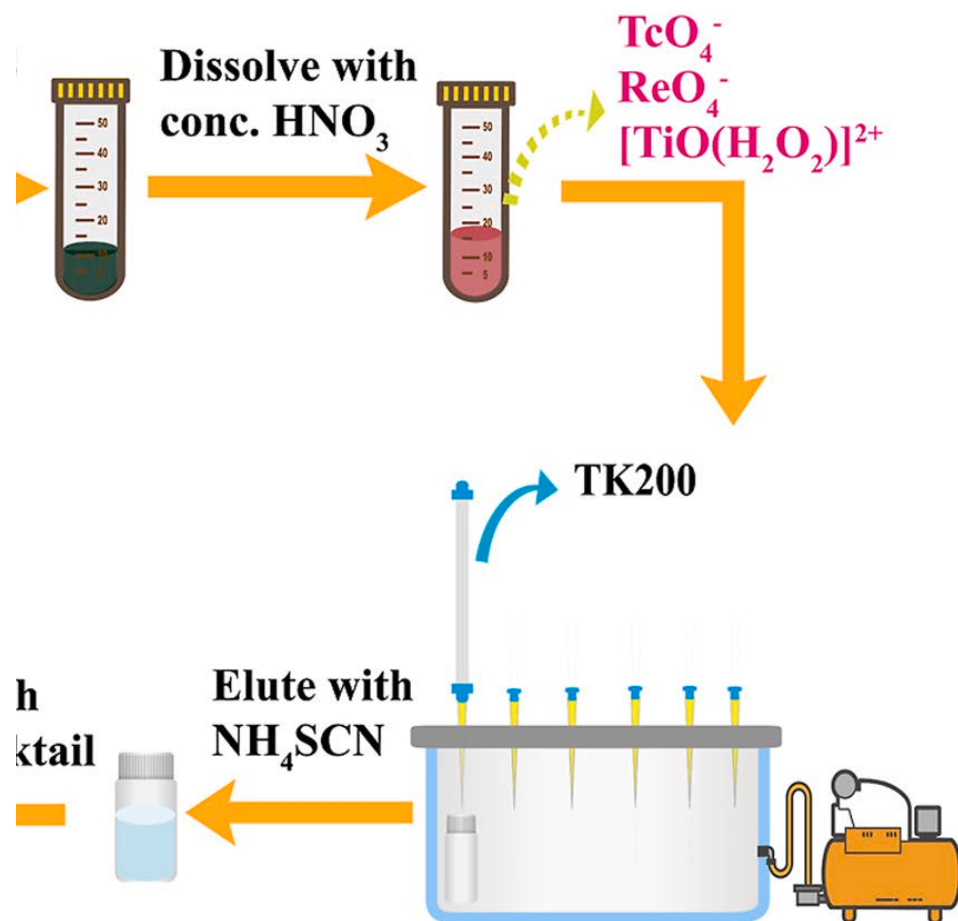
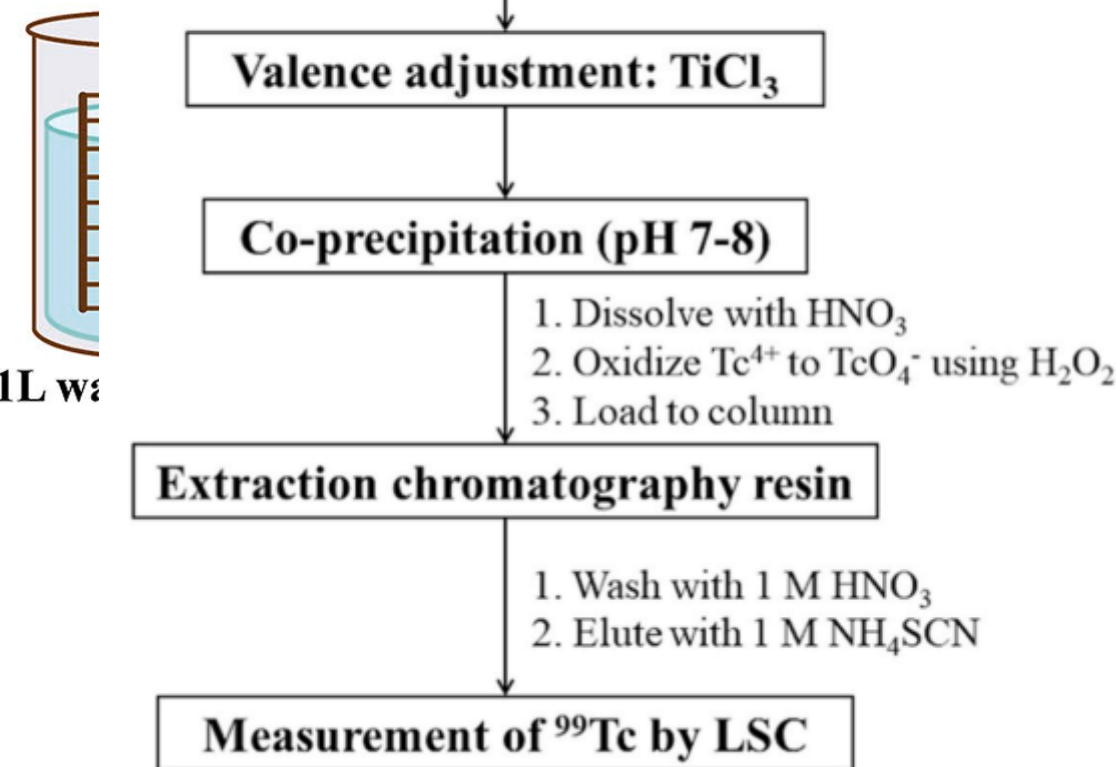


Fig. 1. Schematic diagram of the chemical procedure for separating ^{99}Tc from the water sample.

Typical spectra of ^{99}Tc using TDCR-LSC



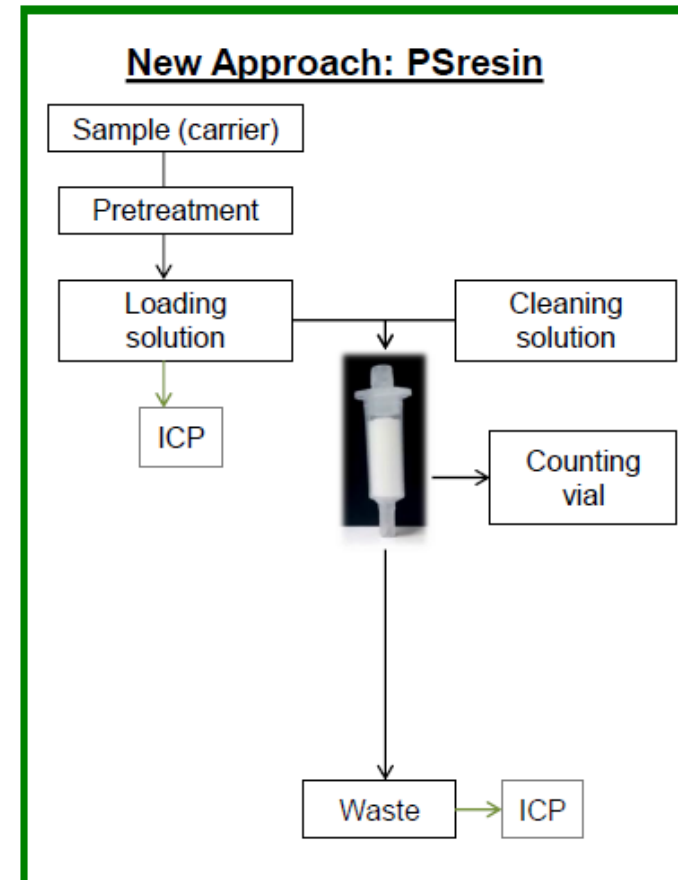
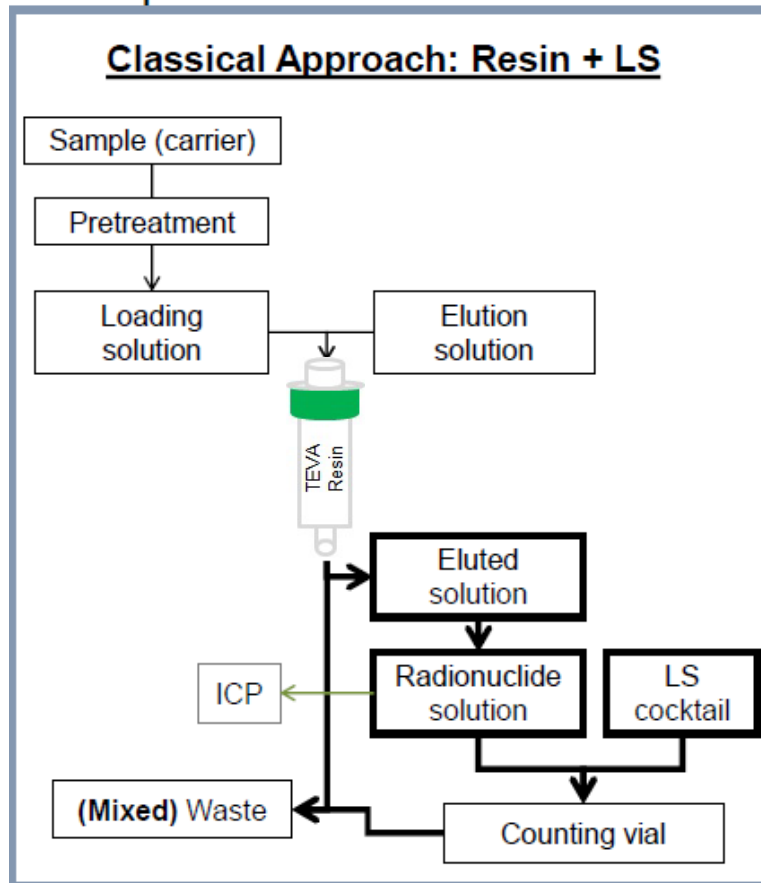
TK-TcScint



UNIVERSITAT DE
BARCELONA

Mit Aliquat 336 imprägnierte Plastic scintillating beads (PSm)
Entwickelt an der Universität Barcelona

- García, Tarancón, Bagán
- « TK-ElScint » product line
 - 1st product: « TK-TcScint »
 - Ähnliche Selektivität wie das TEVA Resin
 - Umwelt- und Rückbau Analytik => Tc-99 via LSC
 - Nächstes Produkt auf dem Markt: TK-SrScint
 - Sr and Pb
 - Weitere Harze in Entwicklung (TK101, DGA/TK227, AC,...)



Direkte Messung der Kartusche nach dem Laden und Spülen

- Keine Elution, Eindampfen oder Aliquotierung => einfachere Automatisierung

Chemical Ausbeute via Re/ICP-MS im Eluat.



TK-TcScint

Use of TK-TcScint in aqueous/urine samples for Tc-99 determination (Garcia et al., TKI UGM Cambridge 2018)

MOP:

2ml cartridge using Vacbox

1mg Re carrier

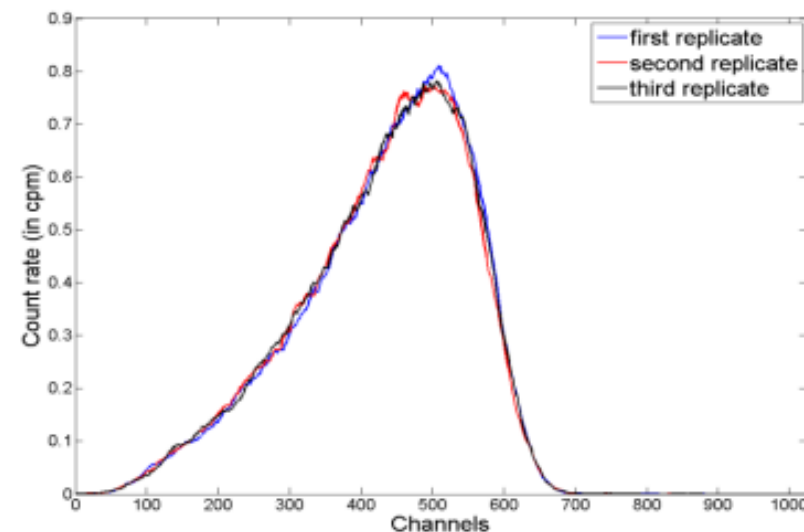
Precondition with 2ml 0.1M HCl

Load 10ml sample in 0.1M HCl

Rinse 4x2ml DI H₂O

Results

Recovery of Rhenium (by ICP-OES)	> 98.8 %
Recovery of ⁹⁹ Tc (by LS):	> 98.8 %
⁹⁹ Tc Detection Efficiency (%):	89.5(0.6)
Background (cpm):	1.09
Quenching Parameter (SQP(E)):	787(7)





TK-SrScint

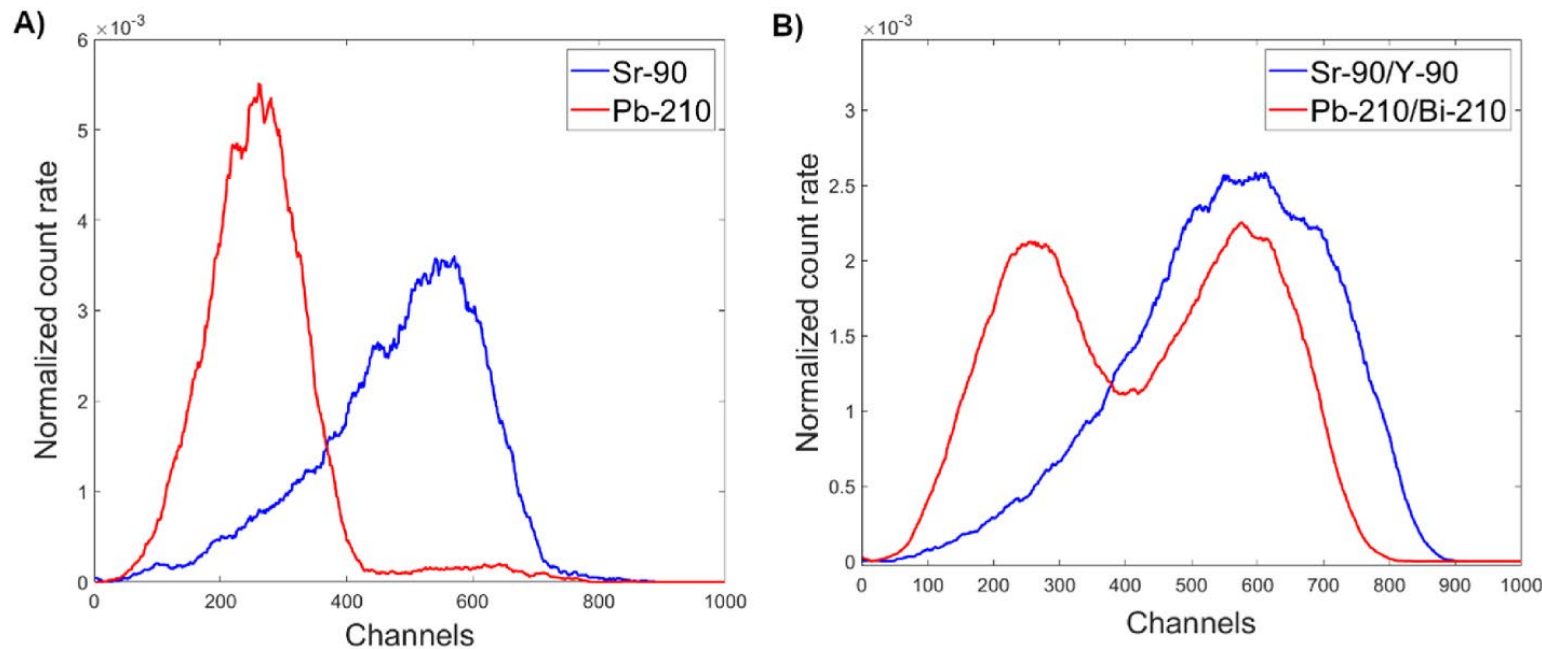
Imprägnierte Plastiksintillationspartikel (PSm)

TK102 Extraktanten System (ähnlich SR Resin)

Kronenether + fluorierter Alkohol

Sr und Pb Retention

Nachweis-Wahrscheinlichkeit für Sr-90: >90%, nach Y-90 Einwuchs >190%



Normalisierte Flüssig-Szintillations-Spektren von Sr-90/Y-90 (blau) und Pb-210/Bi-210 (rot) auf TK-SrScint bei $t = 0$ (A) und nach Einwuchs der Töchter nach $t > 21$ Tagen (B).



TK-SrScint

Gut geeignet für Rückbau Proben

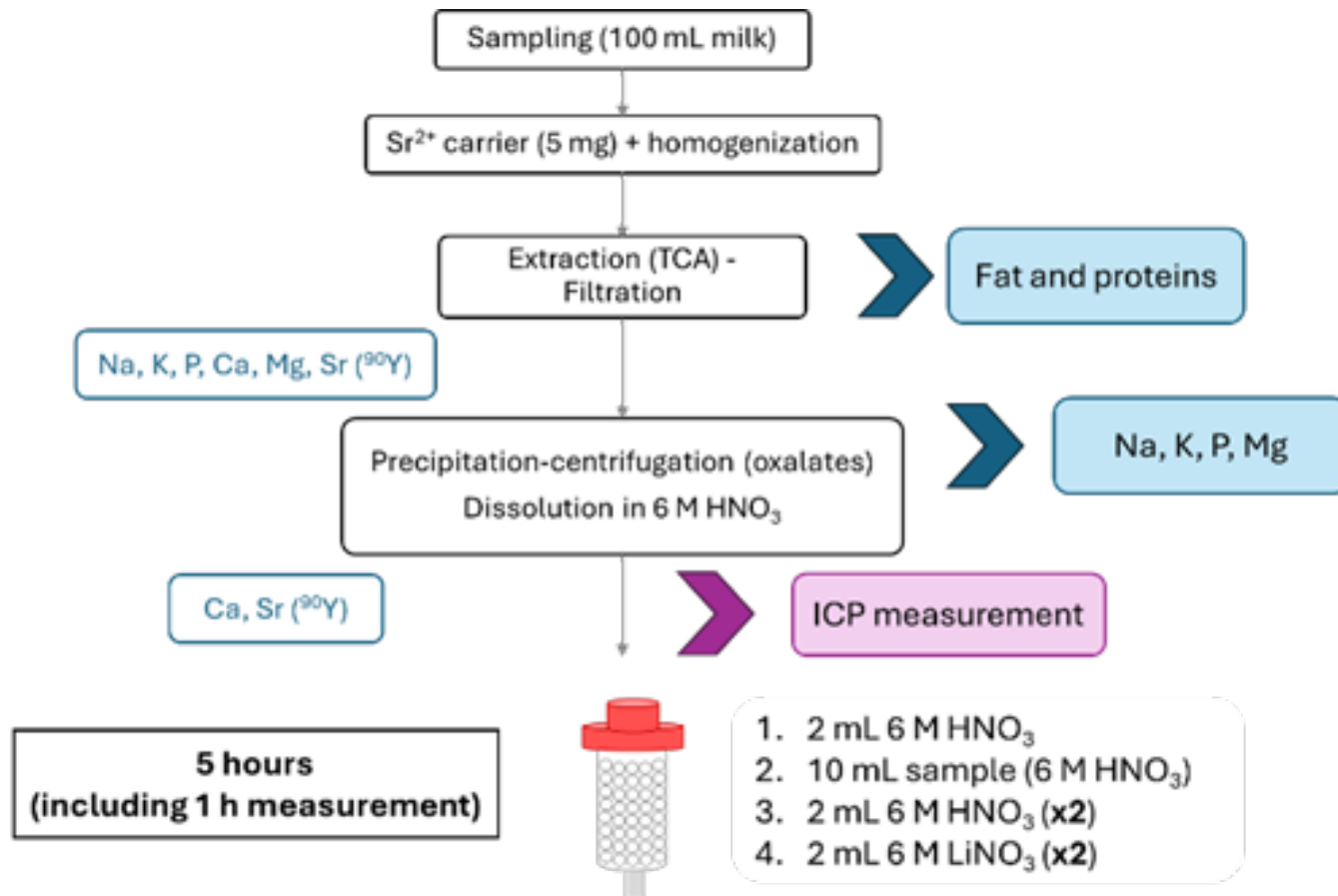
Umweltproben, potentielle ‚false positives‘ durch Pb-210

- Keine Sr Elution, Pb und Sr verbleiben auf dem Harz, Bi-210 Einwuchs
- Pb-210 Entfernung vor dem Beladen durch Mitfällung als Iodat in Präsenz von Calcium und ΔT . Sr verbleibt in Lösung
- Sr Mitfällung als Ca-Phosphat im Alkalischen
- Auflösen des Niederschlags in 8 M HNO_3
- Probenaufgabe auf TK-SrScint
- Spülen mit 8M HNO_3 , gefolgt von 6M HNO_3 und 6M LiNO_3 (Säure-Entfernung, Quench!)

1L Wasserproben: zusätzliche Aufkonzentrierung über Karbonatmitfällung => chemische Ausbeute des Gesamtprozesses zwischen 63 % und 81 %



TK-SrScint – Schnellmethode Milch



Sr-90 Bestimmungsmethode in Milchproben
unter Verwendung des TK-SrScint



TK400 Resin

Langkettiger Alkohol

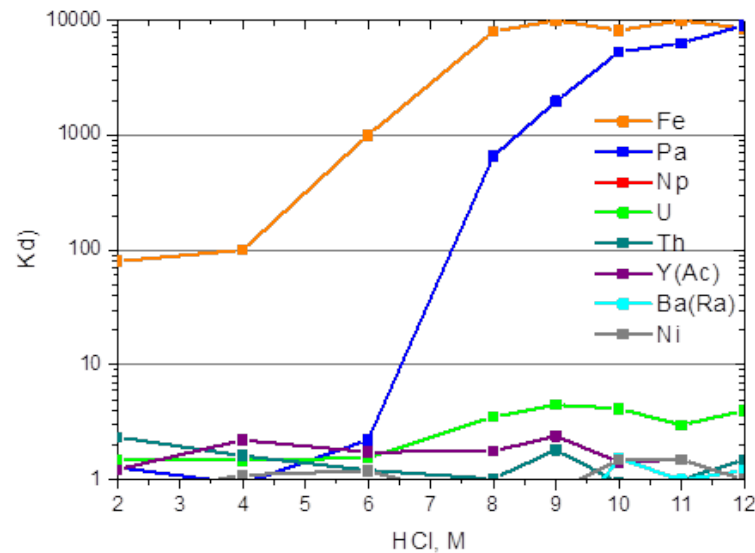
- Erste Arbeiten: Knight et al. zur Np/Pa Trennung

Retention nur bei hohen HCl Konzentrationen (>6M HCl), Elution in verdünnter HCl, Wasser,...

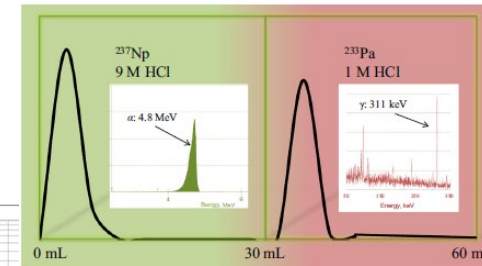
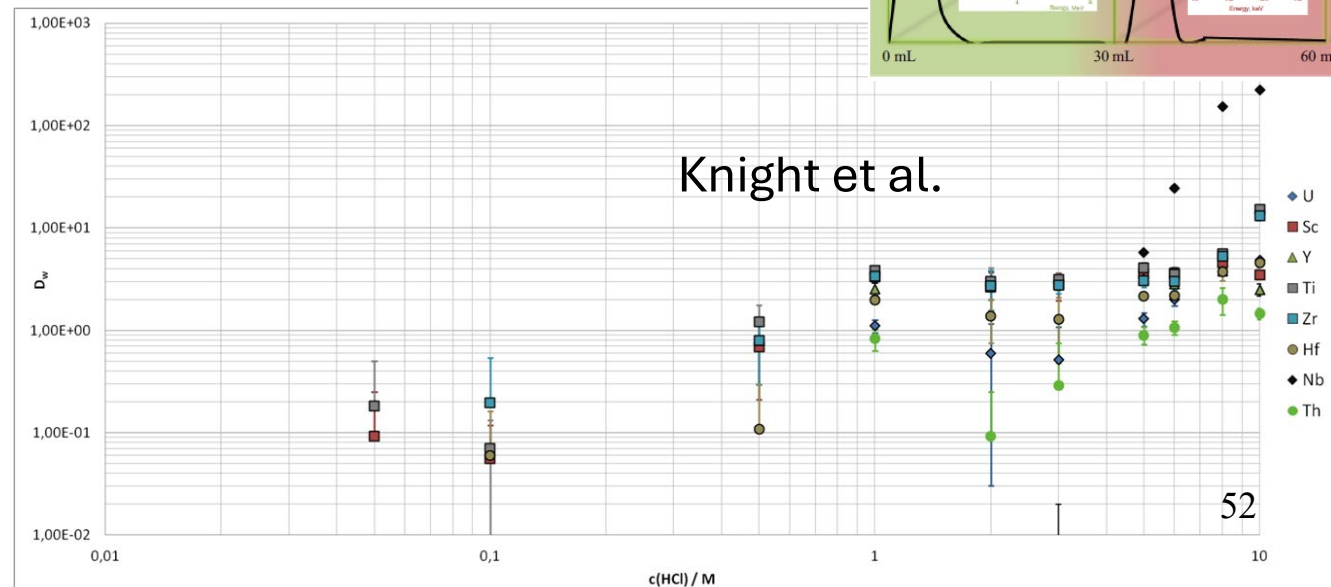
Hauptanwendung: Pa Abtrennung

Hält auch: **Mo, Fe, Po, Ga, Nb**,... zurück, Sb und At in Arbeit

Höhere Fe Kapazität als z.B. TRU Resin (~15mg Fe/g TK400)

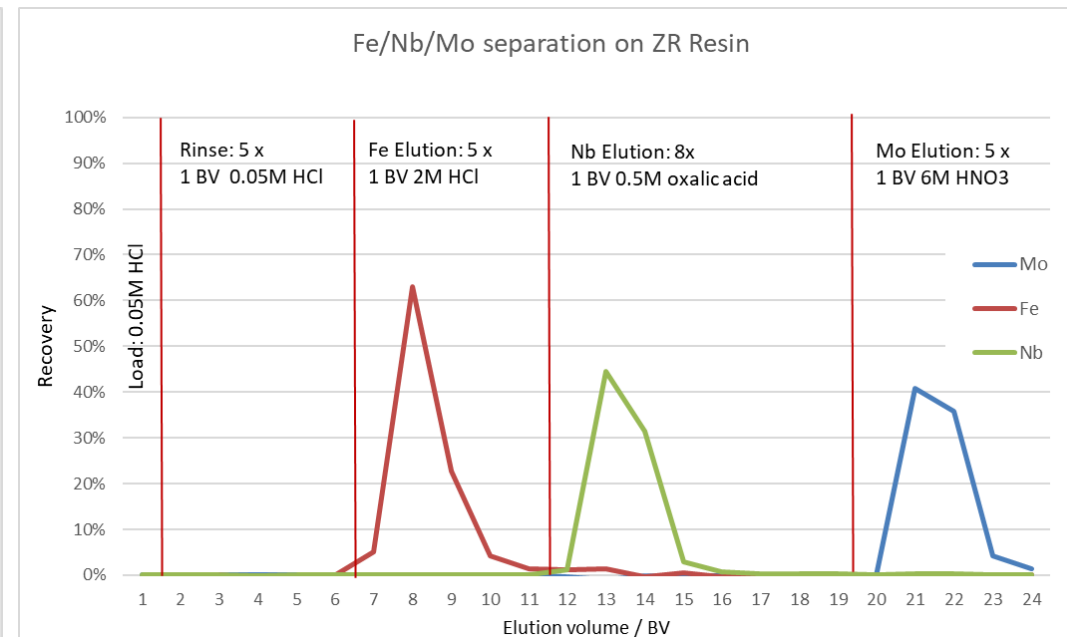
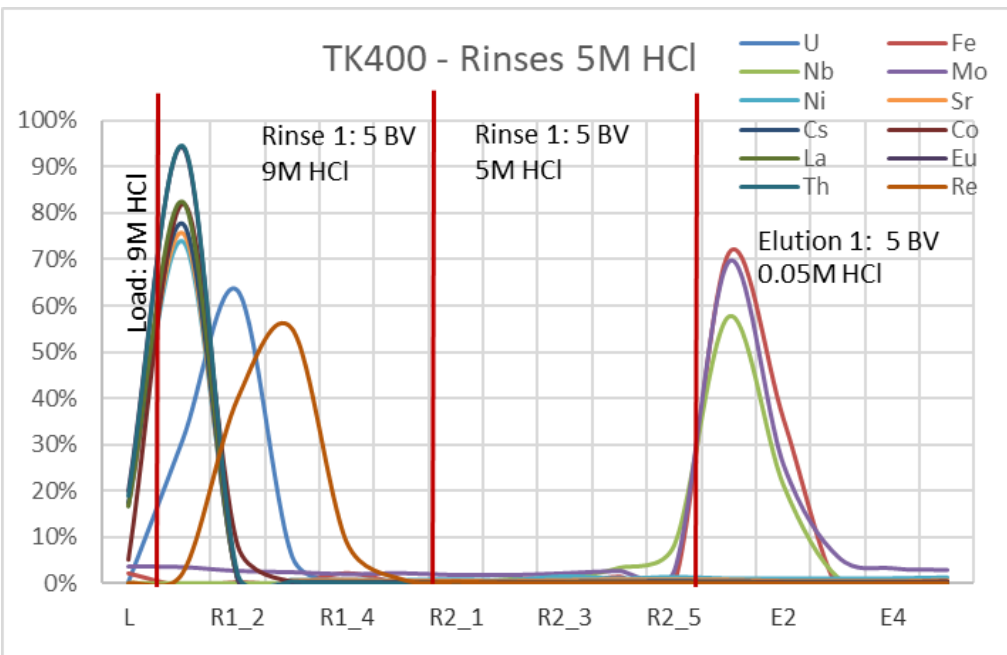


Data provided by B. Russel (NPL)





Fe/Mo/Nb Trennung



- Vortrag H. Hummrich!
- Retention von Fe/Nb/Mo aus HCl hoher Konz. Auf TK400
- Mehrzahl der betrachteten Elements beim Laden und Spülen (9M und 5M HCl) entfernt.
- Fe, Nb and Mo in verdünnter HCl eluiert => Trennung auf ZR Resin
- Denkbar: Nb/Zr Trennung (z.B. TK400/UTEVA) oder Nb/Pu-241 Entfernung



Calixarene basierte Harze zur Cs Trennung

AMP-PAN und KNiFC-PAN erlauben gute Cs Retention/Eliminierung, aber:

Cs Elution sehr schwierig, Eluat mit hoher Matrixlast

- Oft Verwendung von NH_4OH , $\text{Sr}(\text{OH})_2$ dann AIX und CEX

Potentielle Alternative: Calixarene

Ursprünglich: TK300 Resin

- Hohe Cs/Ba Selektivität
- Laden aus Wasser bis 1M HNO_3
- K interferiert
- Niedrige Cs Kapazität
- Verwandeter Calixaren 'Haus-gemacht' => Upscale zu schwierig



Calixarene basierte Harze

Ziel: zwei Harze

- Trennung von Cs (und Rb) aus neutralen bis schwach sauren Bedingungen und Elution HNO_3 hoher Konzentration
- Trennung von Cs (und Rb) aus stark sauren Bedingungen und Elution unter neutralen bis schwach Bedingungen
- Verwendung von ionischen Flüssigkeiten, Alkoholen,... als Diluenten

Preparation von zahlreichen Test-Harzen (PR) basierend auf kommerziell erhältlichen Calixarenen

Charakterisierung dieser Harze

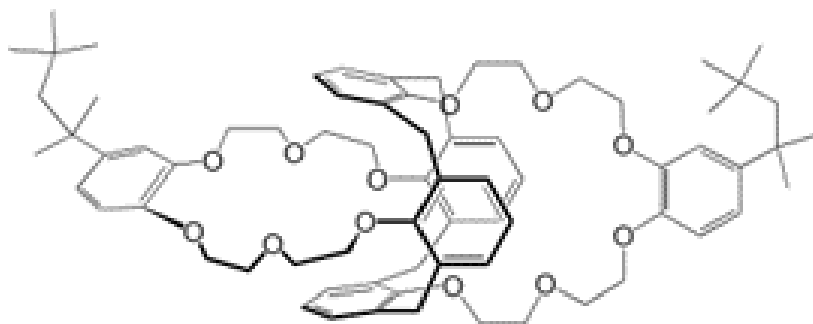
- D_w Werte in HNO_3 and HCl
- Einfluss von interferierenden Ionen (z.B. K) auf die Cs Retention
- Durchbruch und Kapazitäten (Menge an Calixarene auf dem Harz)
- Elutionsstudien Cs und Rb

Arbeiten durchgeführt von Illarion Dovhyi, präsentiert auf dem TKI/Raddec Workshop (18.04.2024) => Vortrag erhältlich auf unserer Webseite.

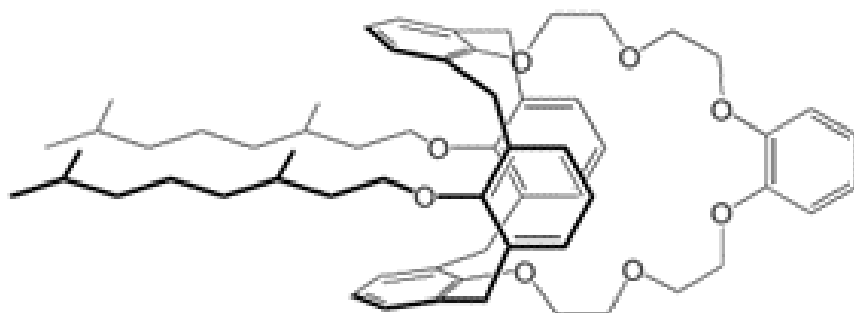
Ende 2025: Festlegung auf zwei Harze mit Ziel kommerzialisierung im Laufe 2025



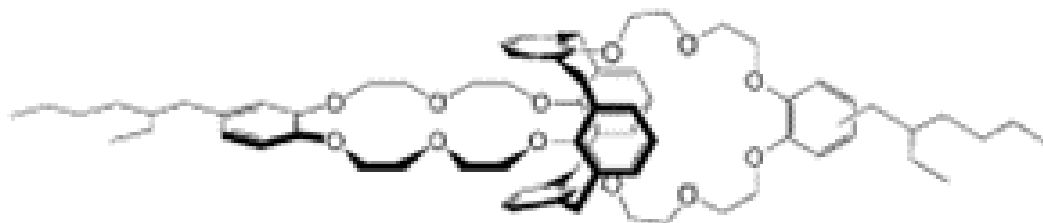
Tested Calixarenes



Calix[4]arene-bis(tert-octylbenzocrown-6, $C_{72}H_{92}O_{12}$) (BOBCalix)



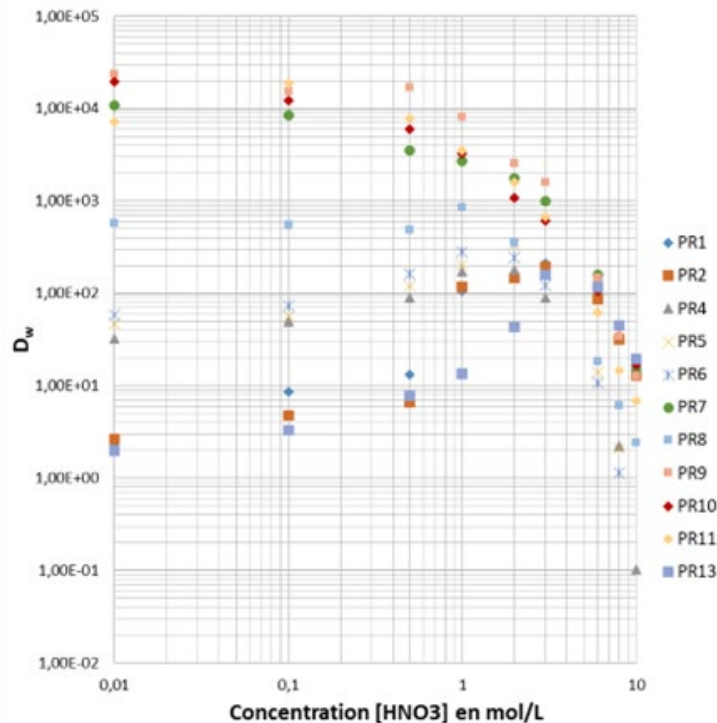
1,3-alt-25,27-Bis(3,7-dimethyloctyl-1-oxy)calix[4]arene-benzocrown-6, $C_{62}H_{82}O_8$ (MAXCalix)



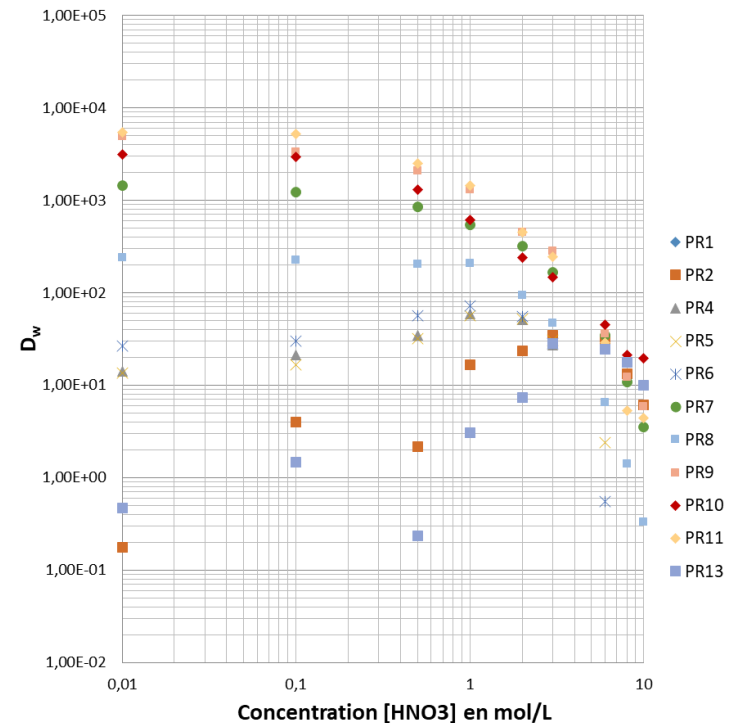
Calix[4]arene-bis[4-(2-ethylhexyl)benzo-crown-6], $C_{72}H_{92}O_{12}$ (BEBHCalix)



D_w Werte ausgewählter Kationen in HNO_3



D_w Cs auf PR1-13 in HNO_3



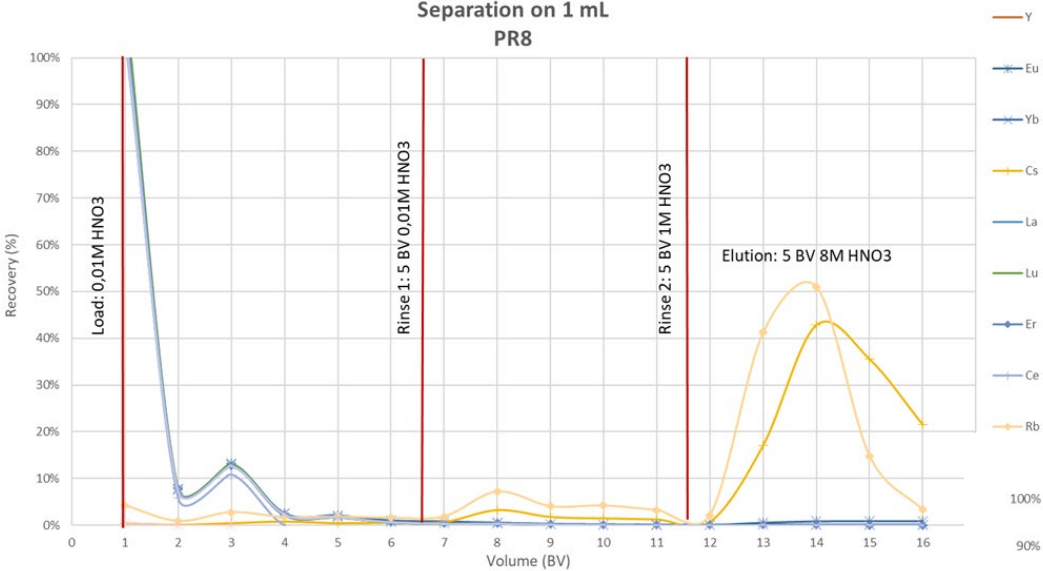
D_w Rb^+ auf PR 1-13 in HNO_3

- IdR D_w Cs > D_w Rb, andere Elemente in HNO_3 nicht zurückgehalten
- IL basierte Harze: sehr hohe D_w von 0,01M bis $\geq 1\text{M}$ HNO_3
- Nicht IL basierte Harze: niedrige Cs/Rb Retention aus verdünnter HNO_3 , maximum bei 2 – 3M HNO_3
- Generell: Starke Abnahme der Retention bei sehr hohen HNO_3 Konzentrationen



Elutionsstudien auf ausgewählten Harzen

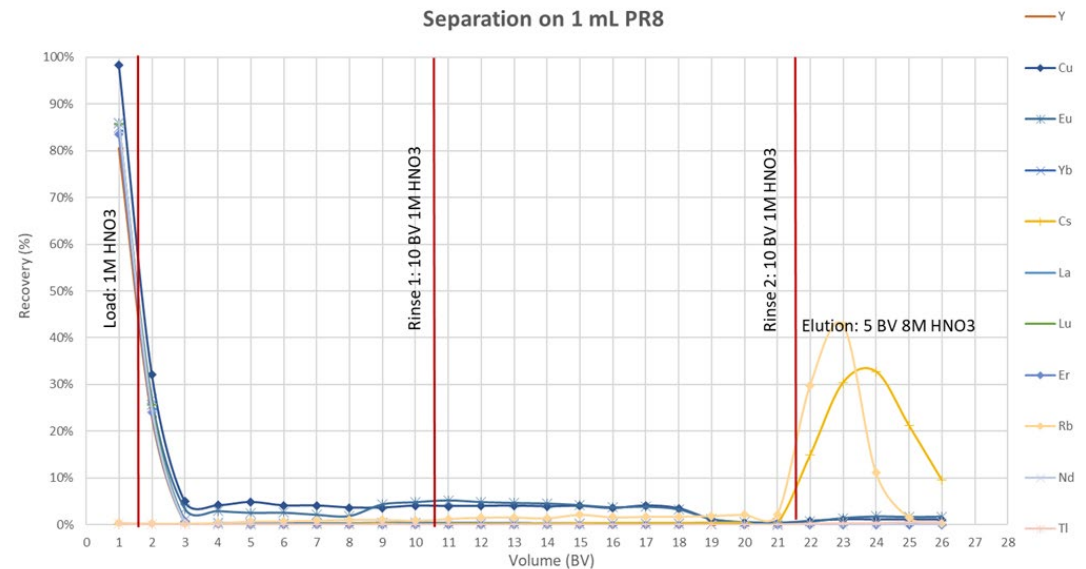
Separation on 1 mL PR8



Rb und Cs Trennung auf PR8
(Laden aus 0,01 M HNO₃)

- Sehr gute Selektivität für Cs und Rb
- Cs Elution benötigt >5 BV 8M HNO₃

Separation on 1 mL PR8



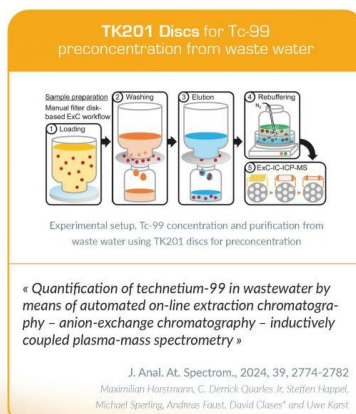
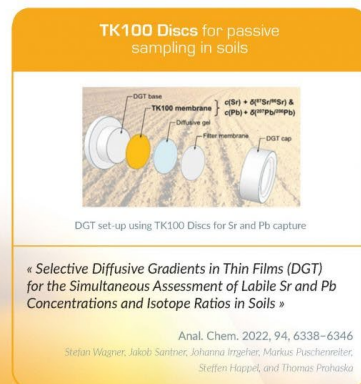
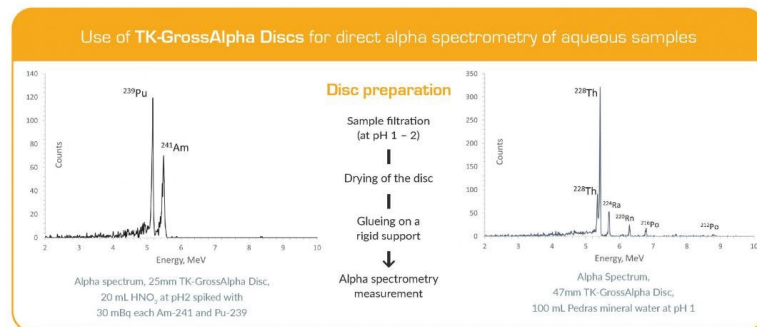
Rb und Cs Trennung auf PR8
(Laden aus 1 M HNO₃)



Neu/In Entwicklung: Imprägnierte Membran Filter

Coming soon : Extractive Discs

- Range of selective impregnated membrane filters
- Ø = 25mm and 47mm Discs will be available
- Various extractant systems (TK100, TK201, GrossAlpha, CU,...) in beta-testing
- More Discs under development
- For use in filtration or passive sampling set-ups



Spezielle Membranfilter imprägniert mit verschiedenen Extraktionssystemen
Kommerzialisierung bevorstehend:

- TK-GA Discs (Gross Actinide)

Beta Test:

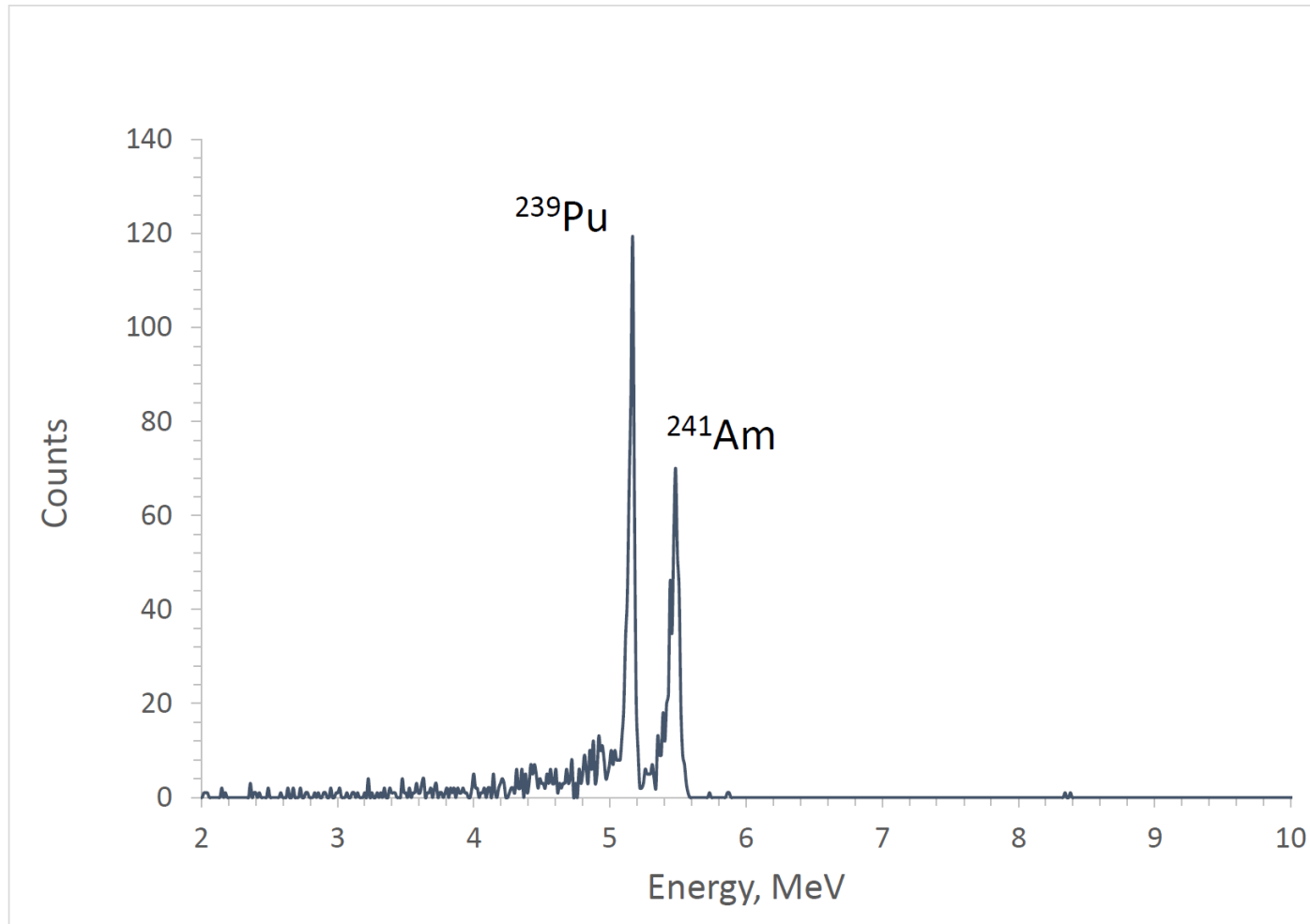
- TK100, TK201, CU,...
- TK200 (U, Th, Pu) und TK221 (U, Th, Am, Pu) => sequentielle Trennung (evtl. TK201 (Pu, Th)) => Schnellmethode
- Alphaspec: Retention vs. Retention auf der Oberfläche (70 - >90%)
- 25mm and 47mm

Typische Anwendung TK-GA Disc:

- pH 1 – 2 (für Aktinide bis 3M HNO₃),
- Flussrate: 2 - 10mL/min,
- 25 mm, typischerweise 100mL Proben, 47 mm bis 1L
- High Retention von Aktiniden
- Trocknen und auf Stahlplättchen kleben => alpha Spektrometrie. Optionel: Gesamt alpha via LSC
- Trink- und Meerwasser, Primärkühlwasser

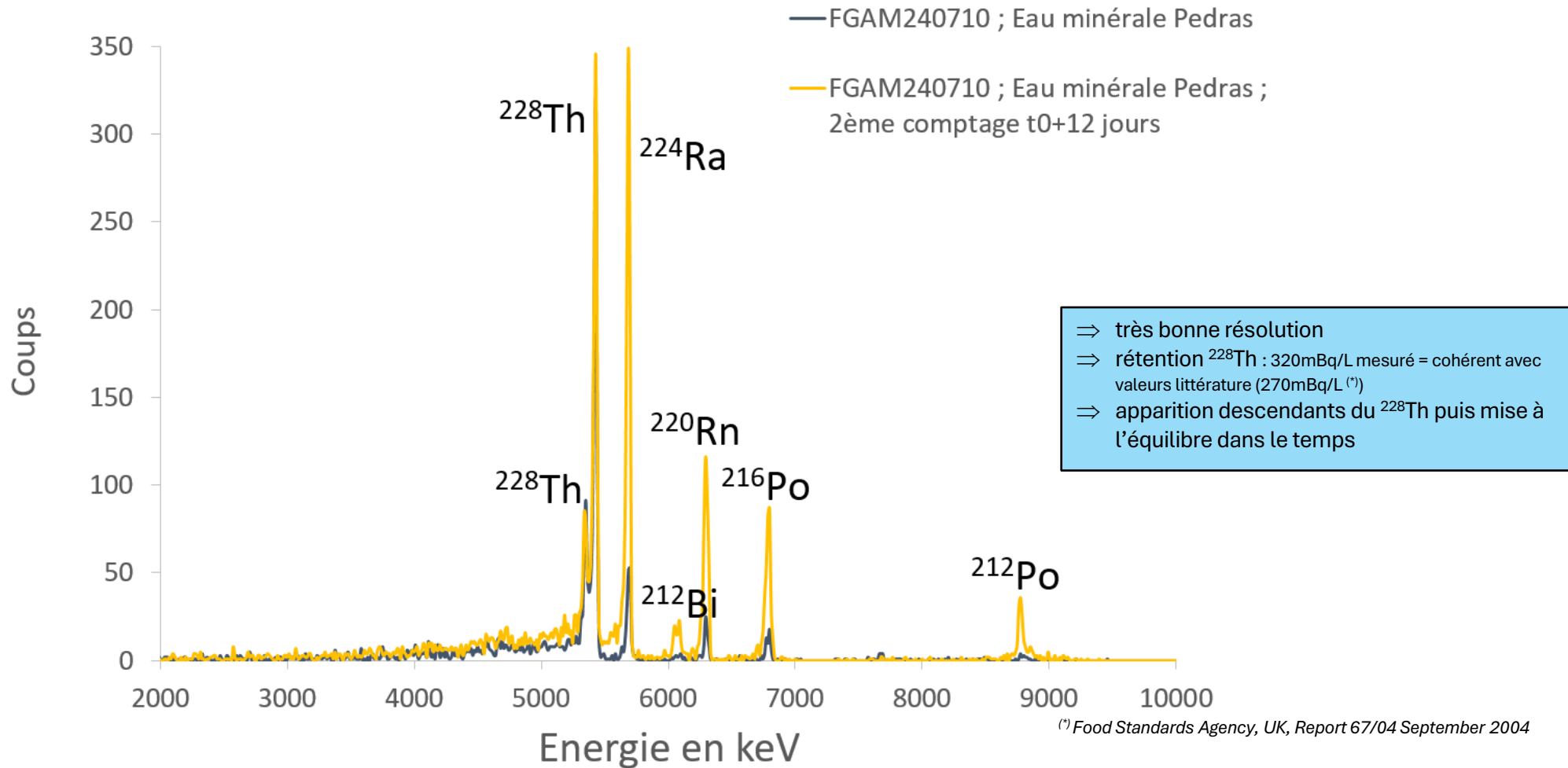


Neu/In Entwicklung: Imprägnierte Membran Filter



Alphaspektrum, Am-241 & Pu-239, jeweils ~50mBq, 100mL pH2 HNO₃

Résultats : → Eau minérale naturelle : Pedras (100mL)



Keine Ra Retention in pH1 , Th sehr gut zurückgehalten



Passive sampling

- TK100 Discs für Sr, Pb, Zn und Sr-90
- CU Disks für Cu
- Wagner et al.
- Passive sampling via DGT (Diffusive Gradient in Thin films) => 'bio-availability'

analytical
chemistry

pubs.acs.org/ac



Article

Selective Diffusive Gradients in Thin Films (DGT) for the Simultaneous Assessment of Labile Sr and Pb Concentrations and Isotope Ratios in Soils

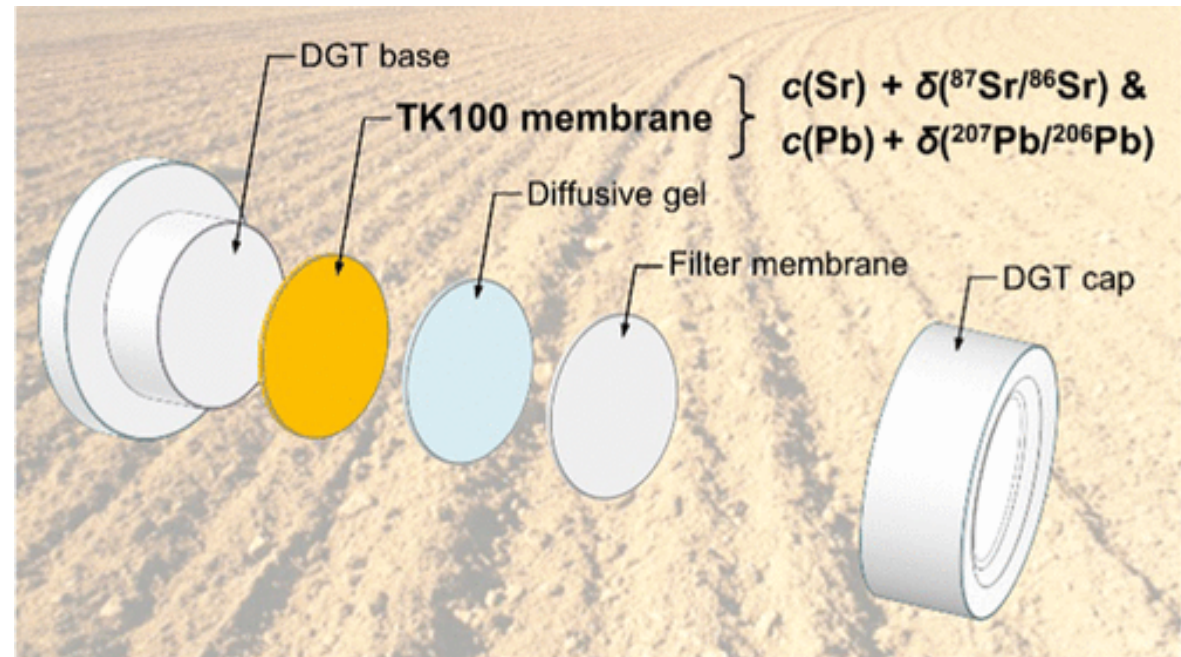
Stefan Wagner, Jakob Santner, Johanna Irrgeher, Markus Puschenreiter, Steffen Happel, and Thomas Prohaska*



Cite This: *Anal. Chem.* 2022, 94, 6338–6346

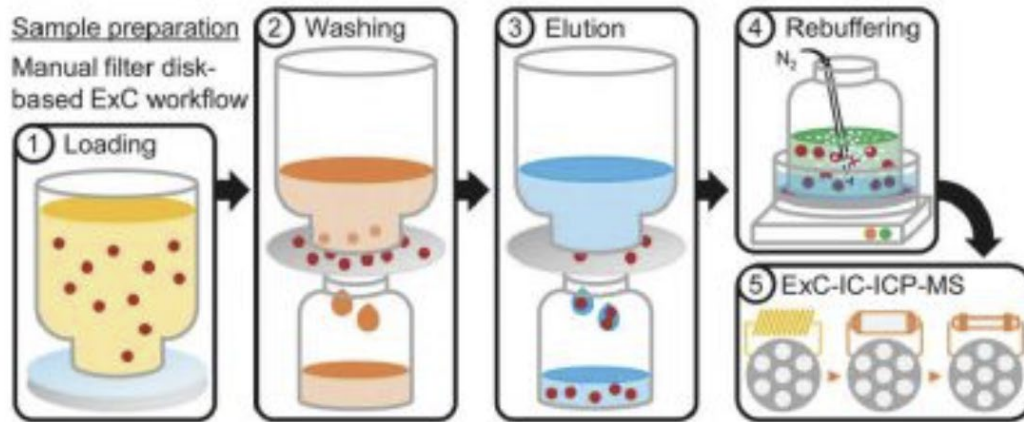


Read Online





Aufkonzentrierung von Tc



=> Vortrag M. Meis

Experimental setup, Tc-99 concentration and purification from waste water using TK201 discs for preconcentration

« Quantification of technetium-99 in wastewater by means of automated on-line extraction chromatography – anion-exchange chromatography – inductively coupled plasma-mass spectrometry »

J. Anal. At. Spectrom., 2024, 39, 2774-2782

Maximilian Horstmann, C. Derrick Quarles Jr, Steffen Happel, Michael Sperling, Andreas Faust, David Clases* and Uwe Karst



Andere F&E Projekte

- Schnelltests
 - Weitere PSm Resins
 - Uni Barcelona (TK101, DGA, DIPEX,...)
 - 'Test sticks'
 - Uni Melbourne => rapide isotope ratio analysis by MS (metallomics)
 - NPL
- DC Platten für Nukleamedizin
 - Sheets/iSheets
 - Radionuclidic purity
 - Labelled vs non-labelled
- Separation of DTM
 - SE Resin => Se-79 => Ines
 - Zr-93, Fe, Mo, Nb,...
- Hydrometallurgie
- Decontamination
 - PAN based materials (e.g. AMP-PAN)
 - Dekontaminierung von Abwässern (Monophos, CL Resin, TK225,...)
 - « In-the-field » Aufkonzentrierung
 - Disks
 - Kartuschen
- Microfluidics
- Andere Geometrien & 'Nicht-Resin' Trennmaterialien



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!



SUBSCRIBE TO OUR NEWSLETTER

To keep updated with our latest developments, news and agenda for a year, subscribe to the TrisKem Info here

