

Résine CU

Utilisation pour la production d'isotopes du cuivre

Sommaire

- Caractérisation de la résine
 - Sélectivité
 - Interférences avec Ni ou Zn
- Tests sur Colonnes
 - Optimisation
 - Cibles Simulées
 - Facteurs de Décontamination
- Conversion de la fraction Cu via une résine anionique
- Autres applications

Coefficient de distribution D_w dans HCl

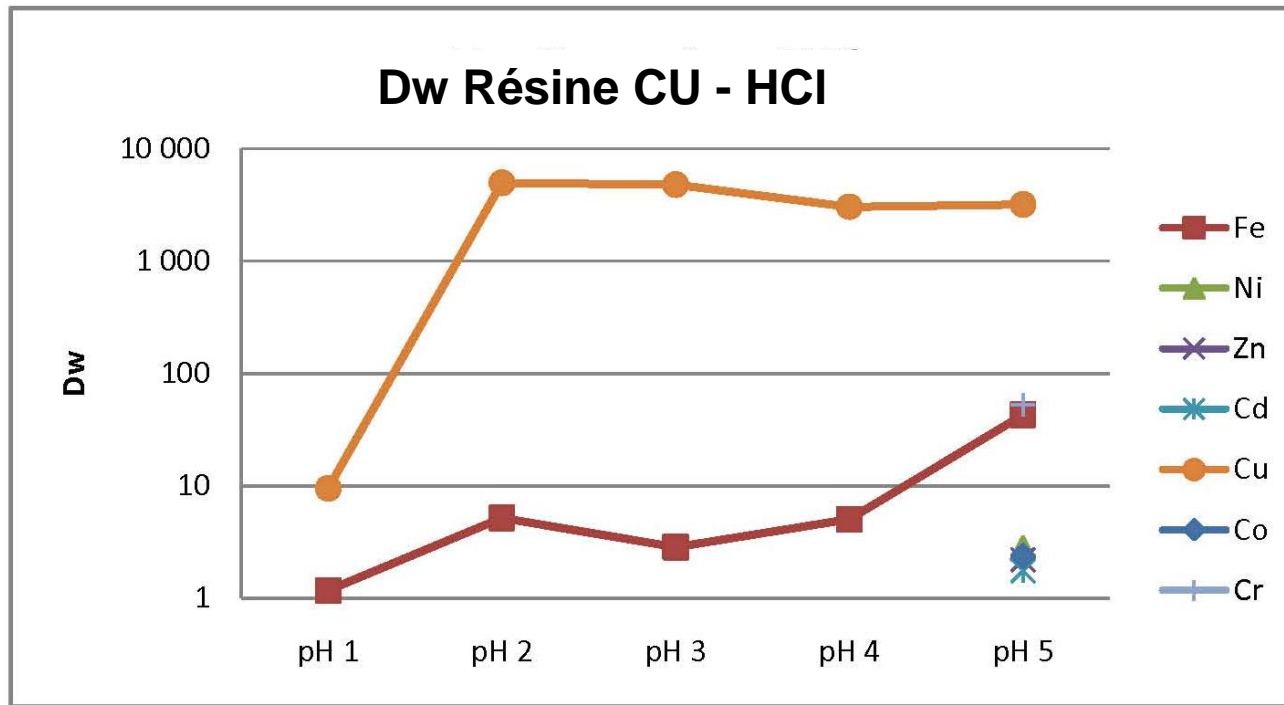


Figure 1: Coefficients de distribution D_w de Cu et d'éléments sélectionnés sur Résine CU dans HCl, variation du pH, mesures par ICP-MS, concentration de 10 μ g/ml par élément

Conditions de charge (> pH 2):

- Forte sélectivité de Cu par rapport aux autres éléments testés,
- Affinité de la résine CU pour Fe à pH élevé

Elution:

- Faible D_w de Cu à faible pH, tests complémentaires à 4, 6 et 8 M HCl

Coefficient de distribution D_w dans HNO_3

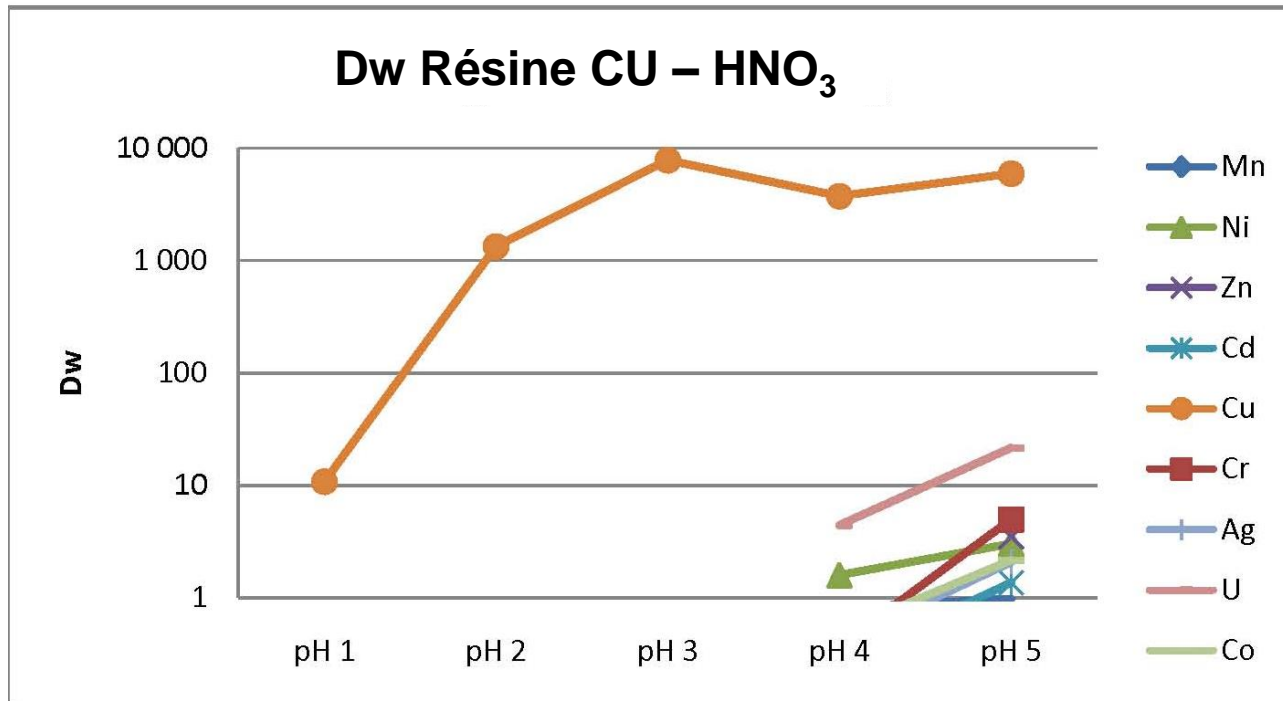


Figure 2: Coefficients de distribution D_w de Cu et d'éléments sélectionnés sur Résine CU dans HNO_3 , variation du pH, mesures par ICP-MS, concentration de $10\mu\text{g/ml}$ par élément

Conditions de charge (> pH 2):

- Forte sélectivité de Cu par rapport aux autres éléments testés,

Elution:

- Faible D_w de Cu à faible pH

Coefficient de distribution D_w dans H_2SO_4

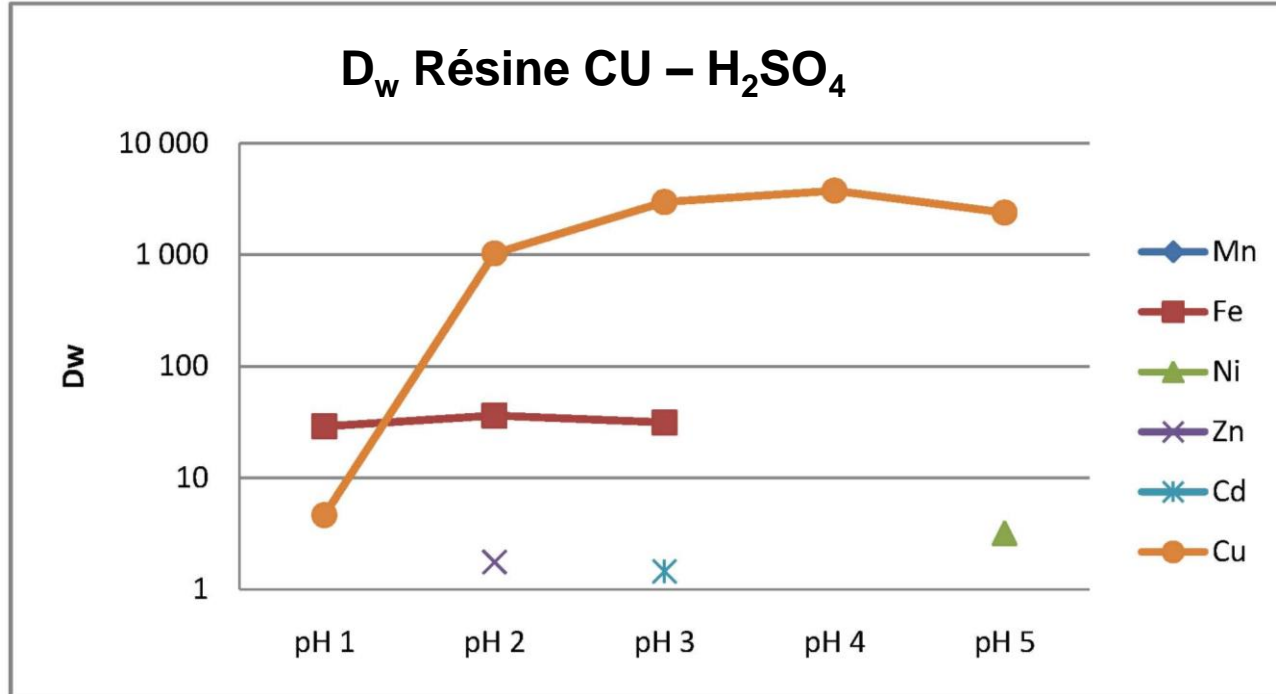


Figure 3: Coefficients de distribution D_w de Cu et d'éléments sélectionnés sur Résine CU dans H_2SO_4 , variation du pH, mesures par ICP-MS, concentration de $10\mu\text{g/ml}$ par élément

Conditions de charge (> pH 2):

- Forte sélectivité de Cu par rapport aux autres éléments testés,
- Affinité limitée pour Fe

Elution:

- Faible D_w de Cu à faible pH

D_w Cu – interférences - HCl pH 2

Interférence Ni

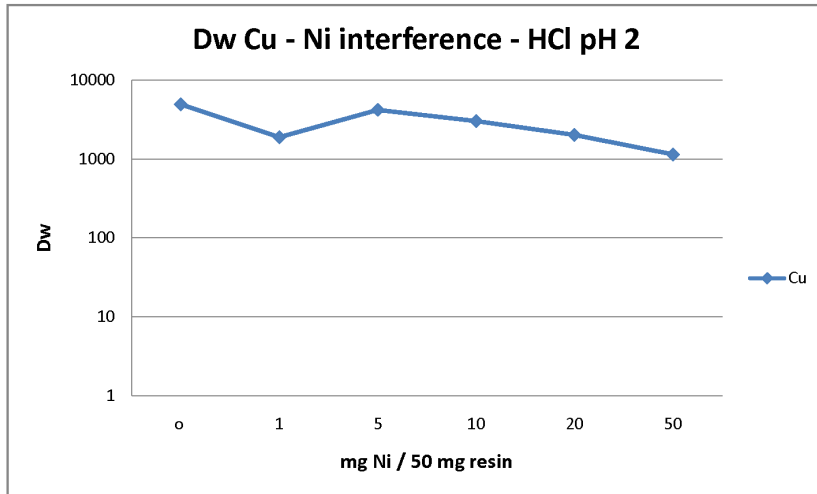


Figure 4: D_w de Cu sur Résine CU dans HCl (pH 2) en présence de concentrations variables de Ni

Interférence Zn

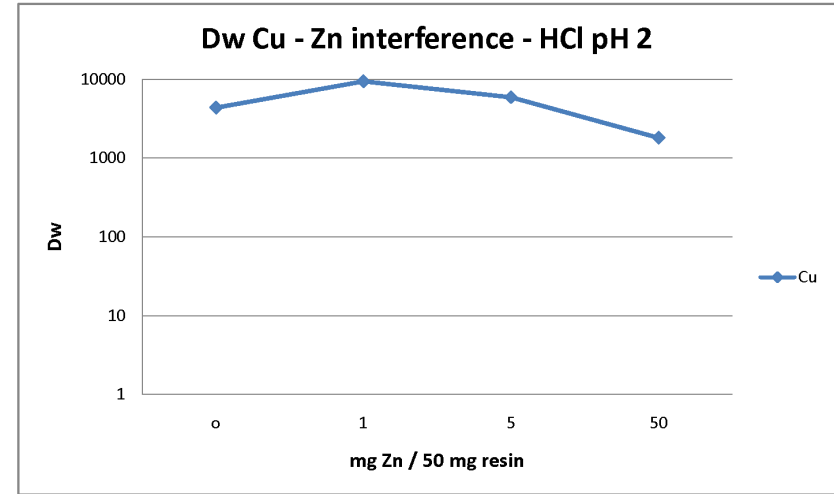


Figure 5: D_w de Cu sur Résine CU dans HCl (pH 2) en présence de concentrations variables de Zn

- A des concentrations élevées de Ni ou Zn D_w(Cu) > 1000 à pH 2 dans HCl
- interférence négligeable pour 1g de cible/g de Résine CU

Conclusions I

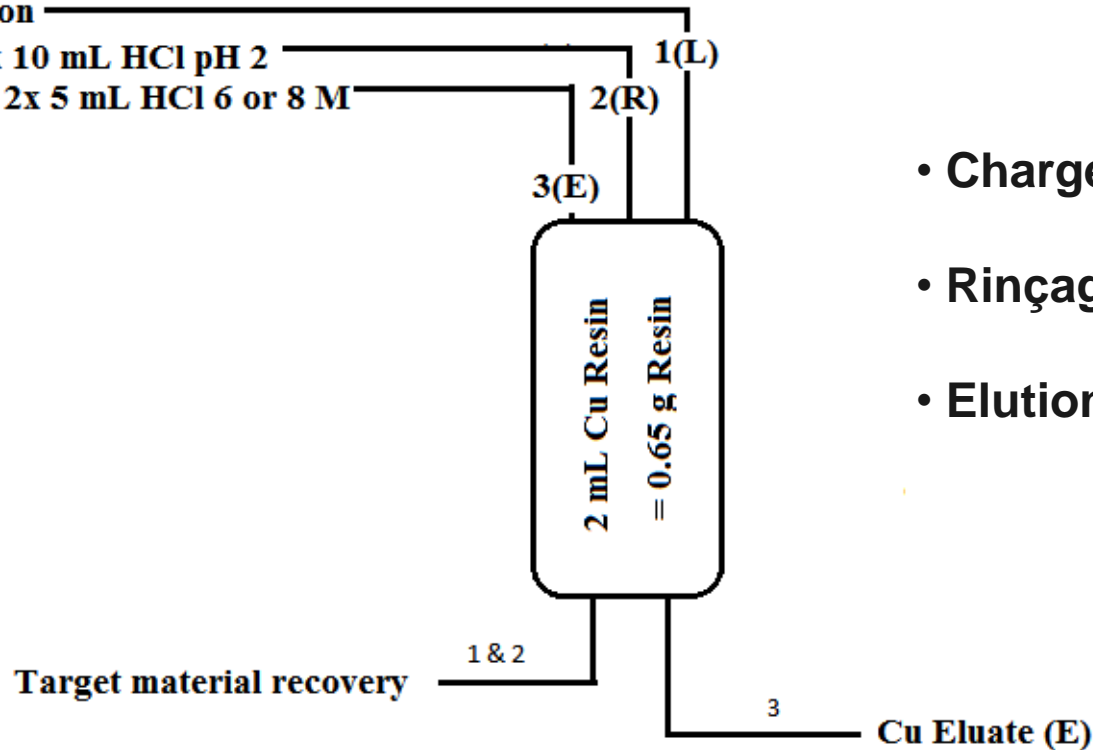
- Stable, $D_w(\text{Cu})$ élevés à $\text{pH} > 2$ pour les acides testés
- Bonne sélectivité de Cu par rapport aux autres éléments testés
- Pas d'affinité pour Zn ou Ni
- La présence de fortes concentrations de Ni ou Zn n'interfère pas l'extraction de Cu
 - Tests sur ratio 1g Ni ou Zn par g de résine
- Système HCl choisi pour les applications radiopharmaceutiques
 - charge: HCl pH 2 (ou plus)
 - Elution avec HCl (concentration élevée)

Première approche

Loading : 5 mL simulated or dissolved irradiated target solution

Rinsing : 2 x 10 mL HCl pH 2

Elution Cu : 2x 5 mL HCl 6 or 8 M

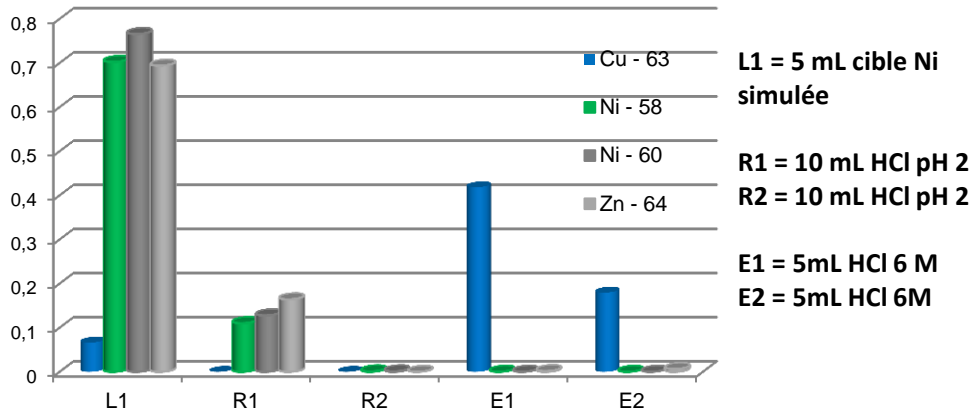


- Charge : L1
- Rinçage : R1 & R2
- Elution : E1 & E2

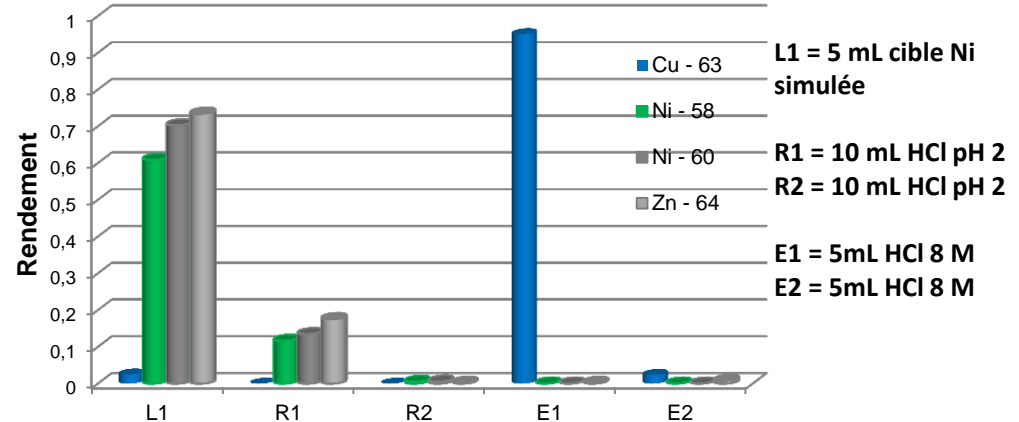
Figure 6: Schéma des conditions d'éluion – approche 1

Etude d'élution – colonne 2 mL Résine CU

Elution avec 6 M HCl



Elution avec 8 M HCl



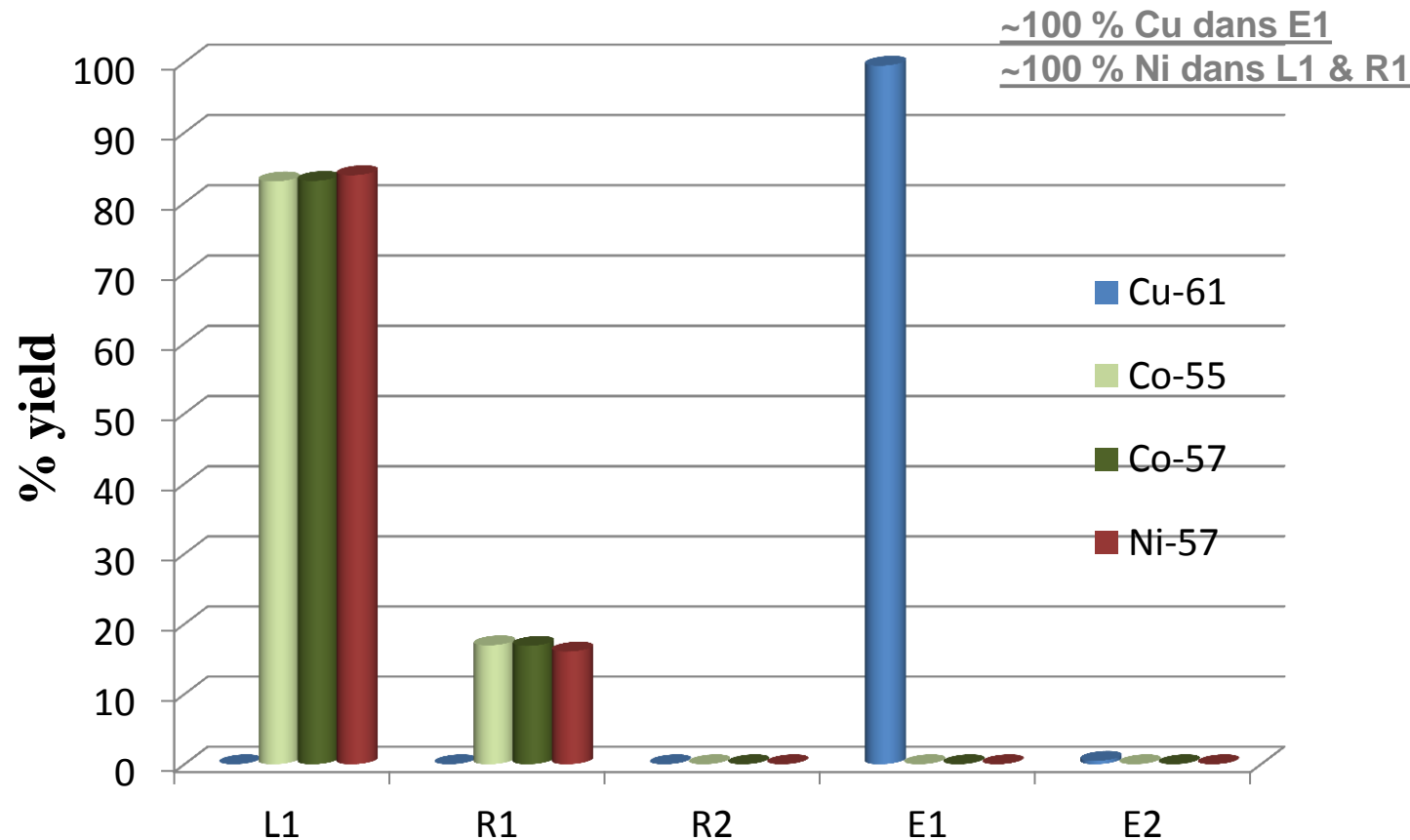
Figures 7/8 : Etude d'élution; cibles Ni simulées (200 mg Ni, traces de Zn, Cu), élution avec 6M HCl et 8M HCl

- 8M HCl permet un volume d'élution réduit
- Fraction Cu pure

Etude d'élu­tion – Cible Ni irradiée

- Irradiation d'une feuille de Ni(10 mg) :
 - ($\varnothing = 13$ mm, épaisseur = 0.025 mm)
 - Cyclotron BC1710 à Forschungs Zentrum, Jülich (Suisse)
 - $E_p = 15$ MeV
 - 1 h; 0.5 mA
- Additionnellement: ajout de 170 mg de feuille Ni non-irradiée

Etude d'élu­tion – Cible Ni irradiée



Charge:

L1 : 5 mL HCl pH 2

Rinçage:

R1 : 10 mL HCl pH 2

R2 : 10 mL HCl pH 2

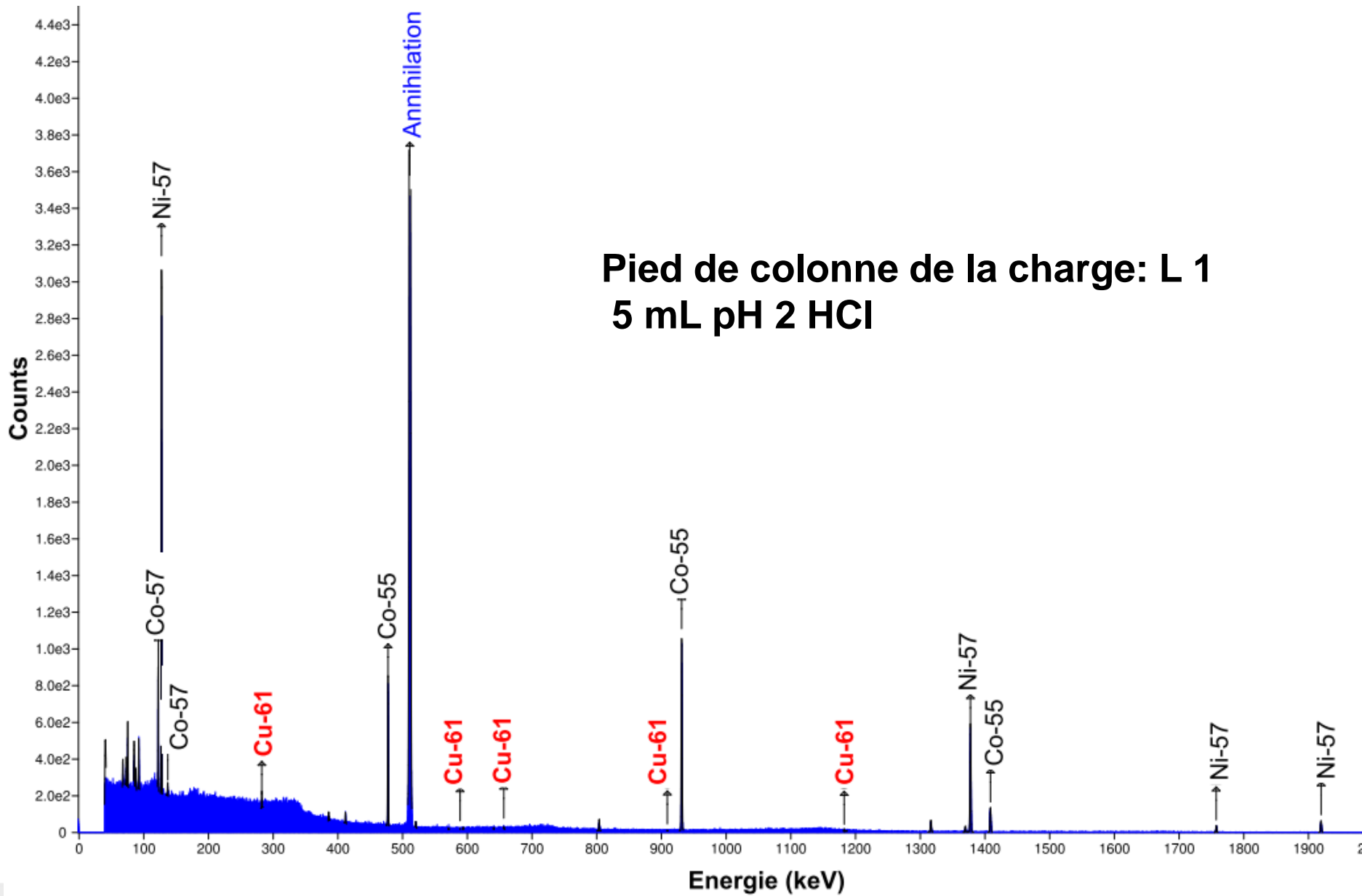
Elution:

E1 : 5 mL HCl 8 M

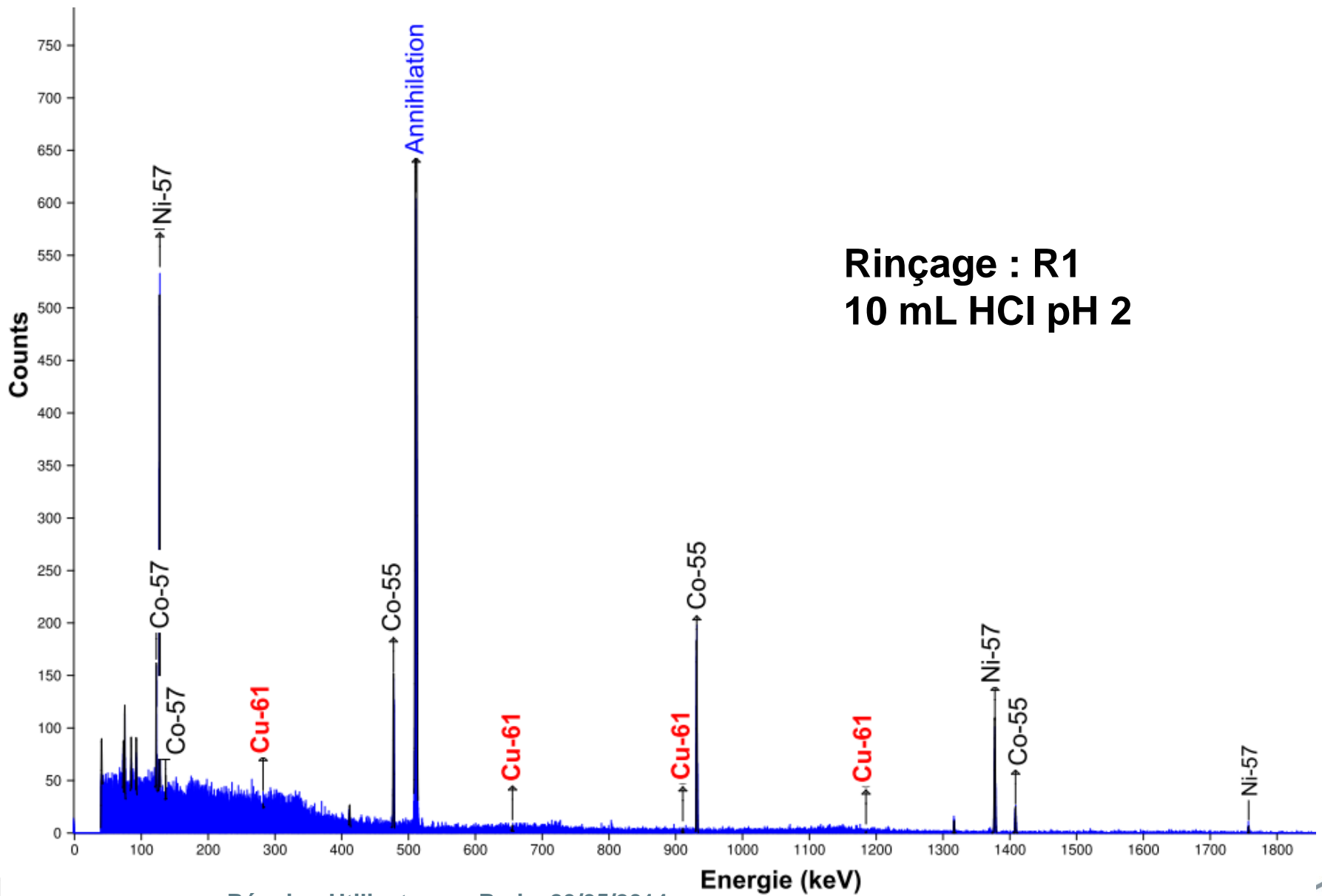
E2 : 5 mL HCl 8 M

Figure 9 : Etude d'élu­tion, cible Ni_{nat} irradiée

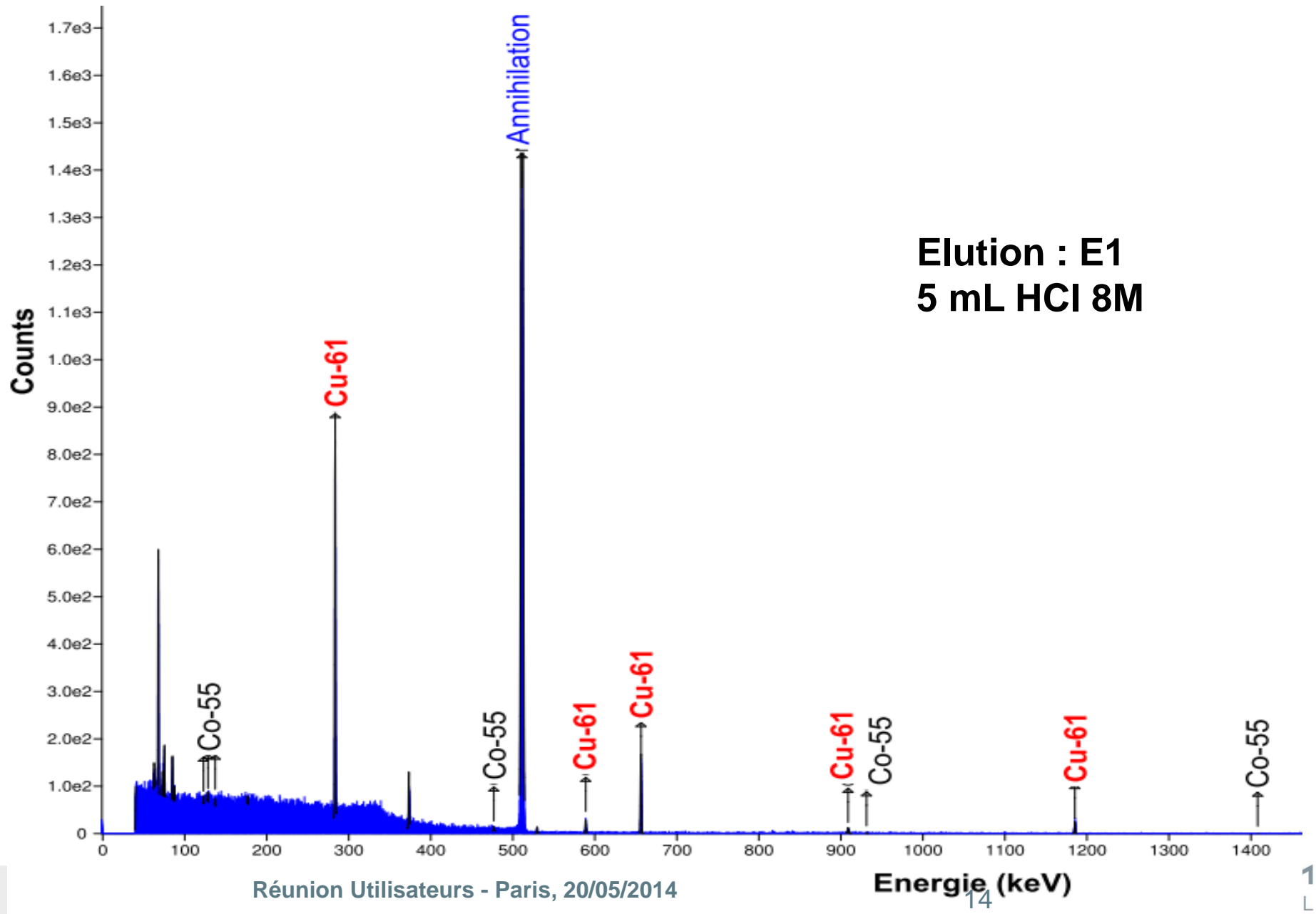
- Fraction Cu très pure
- volumes des fractions d'élu­tion et de rinçage à optimiser



**Pied de colonne de la charge: L 1
5 mL pH 2 HCl**

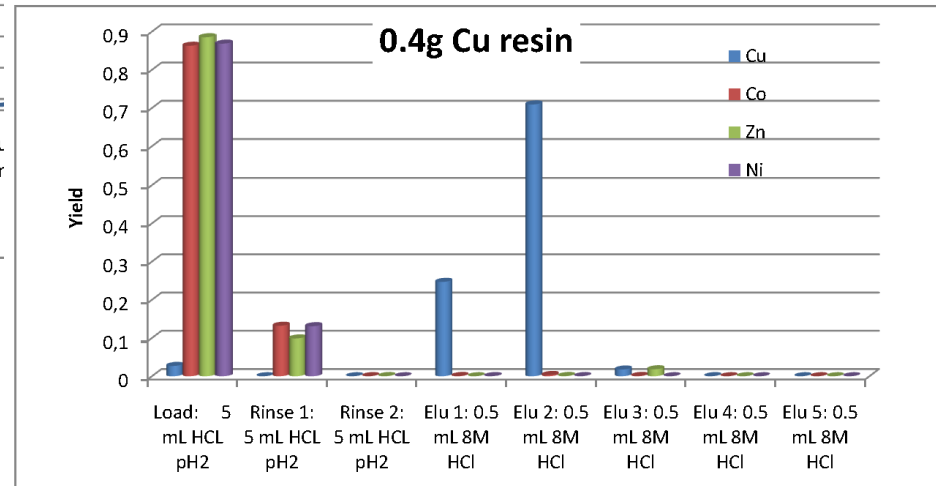
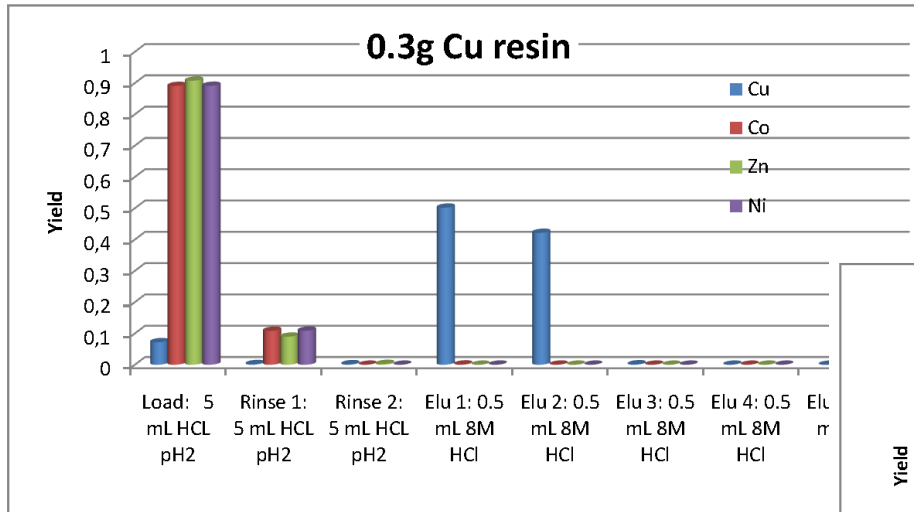


Rinçage : R1
10 mL HCl pH 2



Elution : E1
5 mL HCl 8M

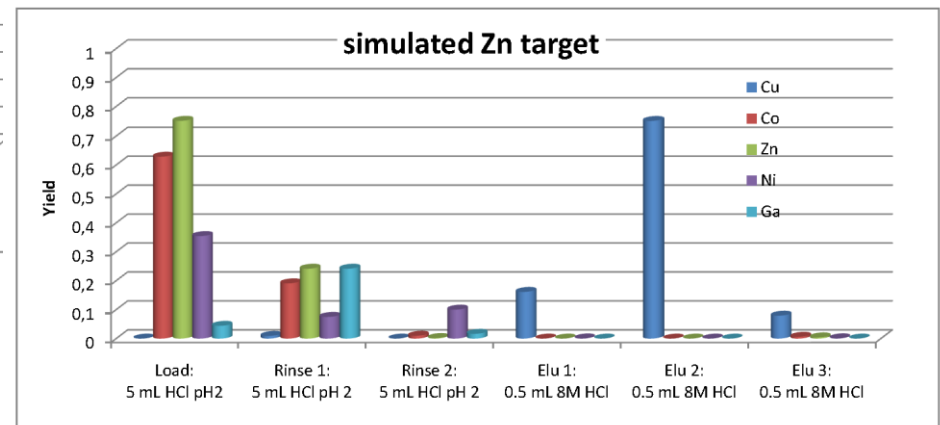
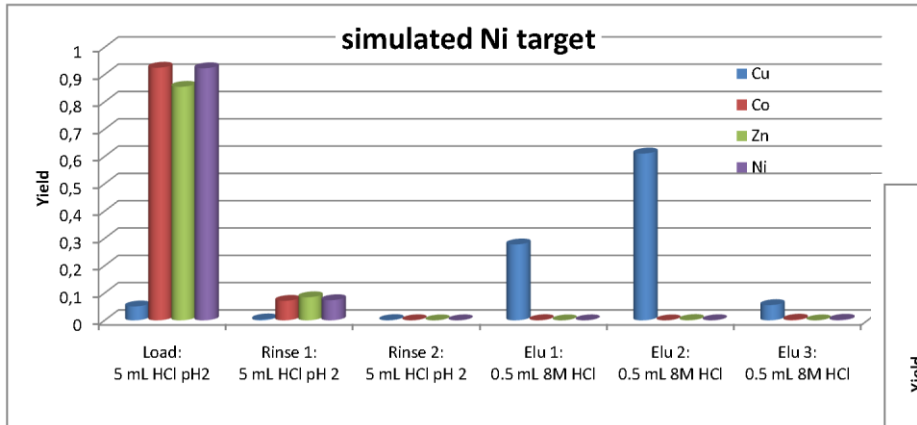
Optimisation du volume d'éluion de la fraction Cu



Figures 10/11: Etude d'éluion, cible Ni simulée, masse de Résine Cu variable, débit gravitaire

- Utilisation de colonnes plus petites permet de réduire le volume d'éluion Cu
 - Rendement presque quantitatif dans ~1 mL 8M HCl
- Pas d'impact sur la pureté de lafraction Cu

Optimisation du volume d'éluion de la fraction Cu – utilisation du vide



Figures 12/13 : Etude d'éluion, cibles Ni et Zn simulées, 350 mg Résine Cu

- Débit: 1 mL/min (rinçage, jusqu'à 6 mL/min)
- 0.35g Résine CU par colonne
- Rendement > 90% dans 1 mL 8M HCl, rendement quantitatif dans 1.5 mL
- Cibles Ni et Zn simulées (200 mg de cible)
- Pas d'impact sur la pureté

Méthode optimisée

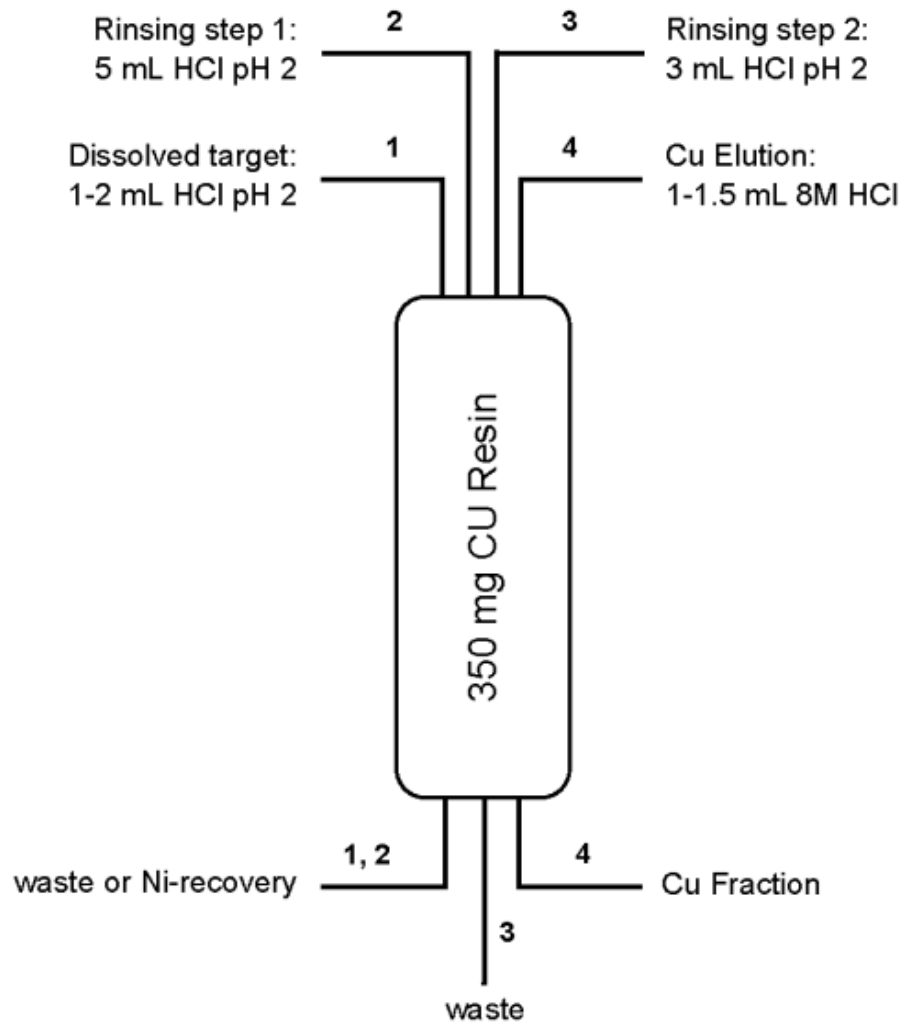


Figure 14: Schéma des conditions d'éluion – méthode optimisée

Facteurs de décontamination D_f

- débit: 1 mL/min (rinçage 6 mL/min)
- 0.35 g par colonne
- Solution de charge: Ni, Zn, Co, Ga et Au dans 5 mL HCl pH 2
- Séparation suivant la méthode optimisée
- Mesure par ICP-MS
- Calcul des facteurs de décontamination D_f pour les fractions Cu
 - Fraction E1 (0.5 mL 8M HCl):
 - D_f : Ni, Co & Zn > 20 000
 - D_f : Au & Ga > 10 000
 - Fraction E2 (0.5 mL 8M HCl):
 - D_f : Ni > 20 000, Co > 40 000, Zn > 70 000, Au > 50 000, Ga > 10 000

Conclusion II

- Colonnes de 350 mg permettent l'élu­tion de Cu dans un petit volume
- Séparation sous vide
- Séparation rapide
- Rendement quantitatif de Cu dans 1 – 1,5 mL 8M HCl
 - Rendement Cu > 90% dans 1 mL 8M HCl
 - 97,6% ± 2,3% (k = 1, N=25) dans 1.5 mL 8M HCl
- Fraction Cu pure
 - D_f (ICP-MS)
 - Spectrometrie g
- Cu obtenu conforme pour marquage (ARRONAX)
- Ni récupéré dans un faible volume de 8M HCl
 - 10 – 13 mL (charge et rinçage)
 - Purification poussée pour ré-utilisation via charge directe sur résine anionique

Conversion de la fraction Cu

- But: fraction Cu dans un faible volume de HCl dilué, eau ou solution NaCl
- Résines anioniques (AIX) montrent une sélectivité adéquate
- Fraction Cu (1 – 1,5 mL 8M HCl) obtenue en sortie de Résine CU chargée directement sur une petite colonne de résine anionique
- Rinçage avec 8M HCl
- Elution avec eau déionisée

Etude d'éluion - AIX

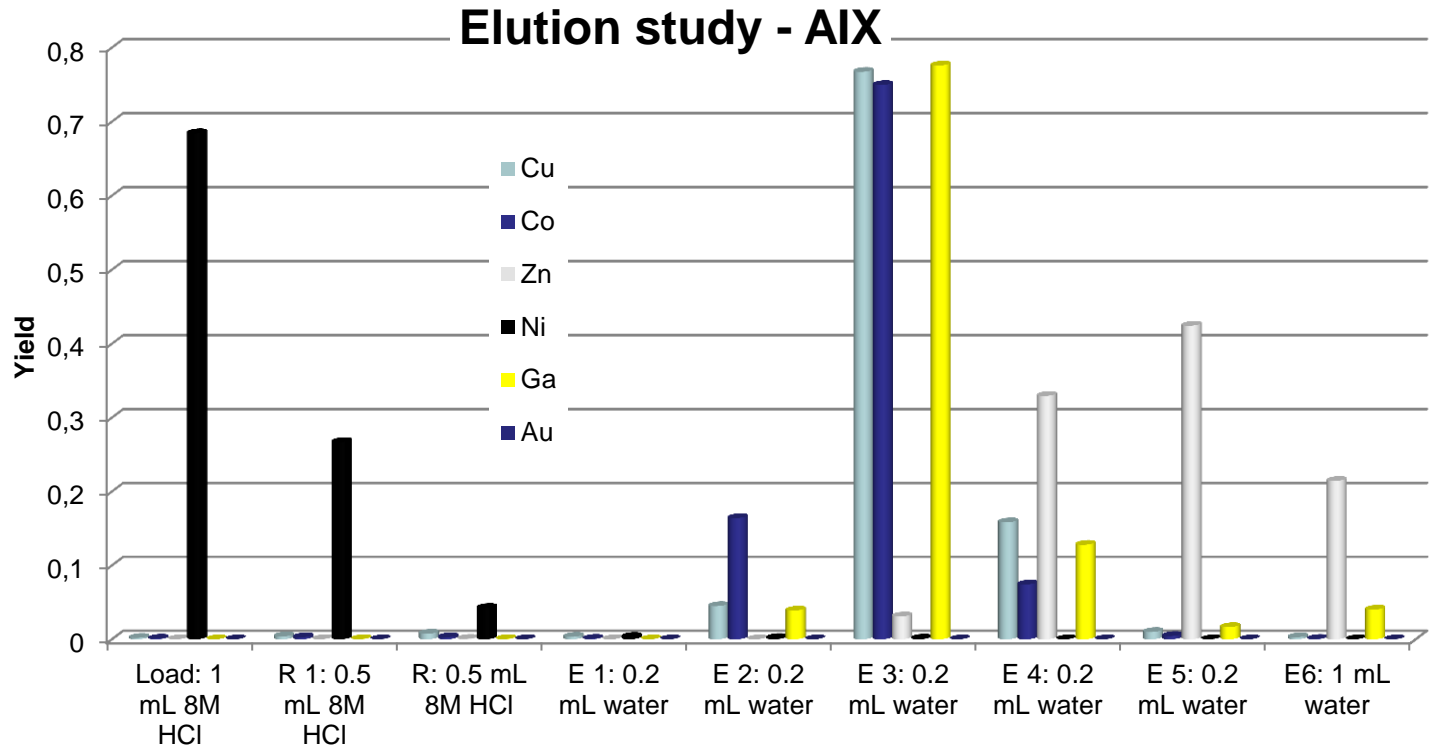


Figure 15: Etude d'éluion, AIX, divers éléments, 400 mg résine A8n (200 – 400 mesh, Eichrom Technologies)

- 400 mg AIX (A8)
- Elution de Cu dans 0.6 – 0.8 mL H₂O
- Etape sur résine anionique permet une décontamination supplémentaire de Cu par rapport à Ni, Zn, Au

Conversion de la fraction Cu

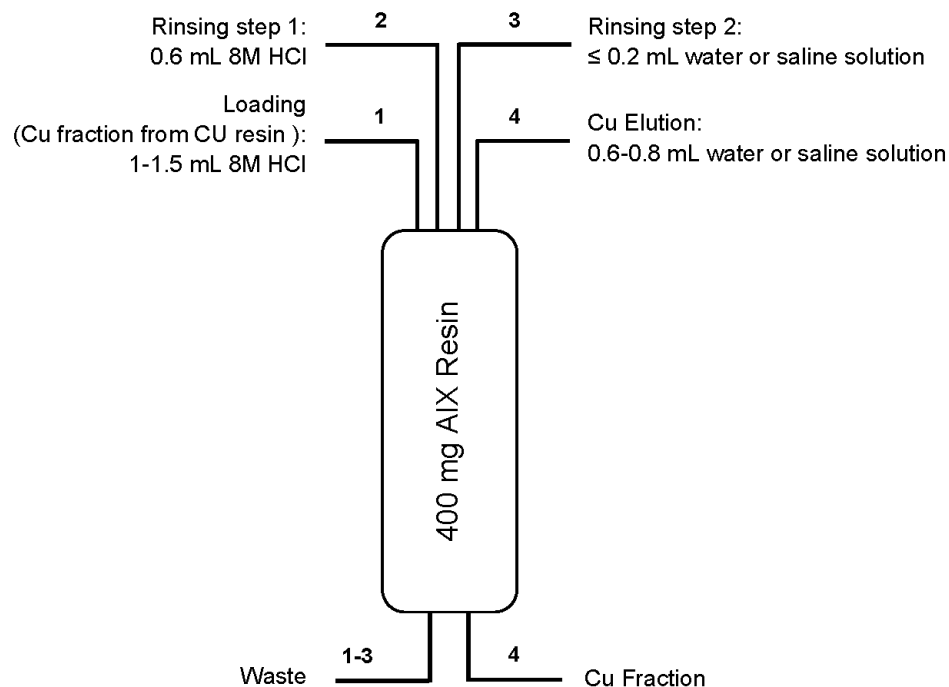


Figure 16: Etape de conversion utilisant la résine anionique, 400 mg Résine A8 (Eichrom Technologies), 200 – 400 mesh

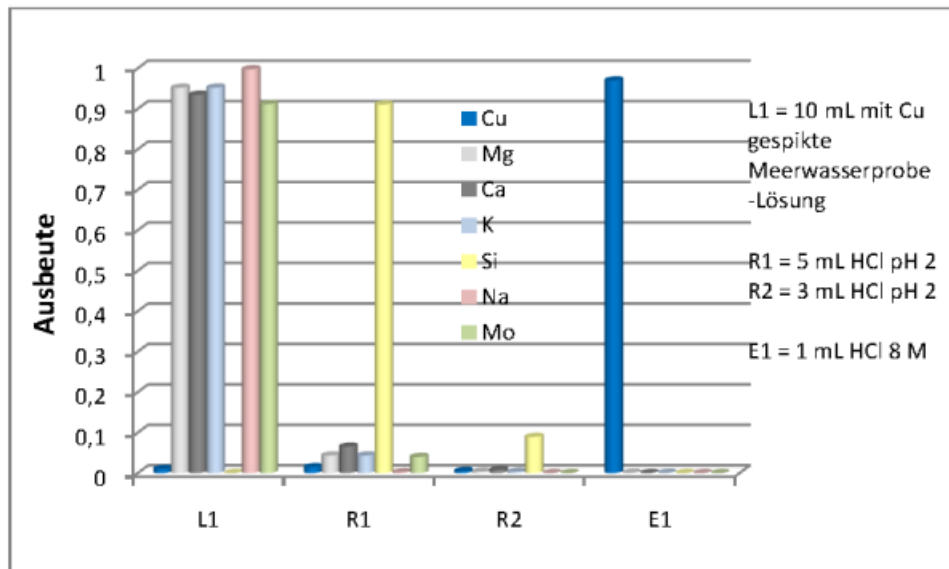
- Charge directe de la fraction Cu sur résine anionique/rinçage avec H₂O ou solution saline
- Purification supplémentaire de la fraction par rapport aux autres éléments de la matrice et aux composants organiques
- Rendement en Cu dans 0.7 mL H₂O: 93,8 ± 6,4% (k = 1, N=25)

Méthode complète

- Utilisation du vide
- Résine CU (350 mg)
 - Charge de 1 - 2 mL HCl pH2
 - Rinçage avec 5 mL et 3 mL HCl pH 2
 - Charge et rinçage contiennent ~100% Ni (→ récupération Ni-64)
 - Elution de Cu dans 1 – 1.5 mL 8M HCl
- **Rendement Cu > 95%**; facteurs de décontamination importants
- Conversion sur résine anionique (400 mg)
 - Charge de 1 – 1.5 mL 8M HCl
 - Rinçage avec 0.6 mL 8M HCl et < 0.2 mL H₂O
 - Elution de Cu dans 0.6 – 0.8 mL H₂O (ou solution saline)
- **Rendement Cu > 90%**; décontamination supplémentaire (Ni, Zn, Au, matière organique)
- Temps de séparation global: **<10 minutes**

Autres applications

- Elimination des traces de Cu (première utilisation) ou de Cu-64 (recyclage) avant le plaquage de Ni-64
 - Augmentation de l'activité spécifique du Cu-64/radioprotection
- Concentration et purification de Cu dans un but analytique (p.ex. Cu dans l'eau de mer)



- 10 mL d'eau de mer (pH 2.3)
- Rendement Cu > 95% dans 1 mL 8M HCl
- fraction Cu pure

Figure 17: Etude d'élution, 10 mL d'eau de mer dopée, 350 mg Résine CU en colonne, utilisation du vide