



# Carbon Nanotubes

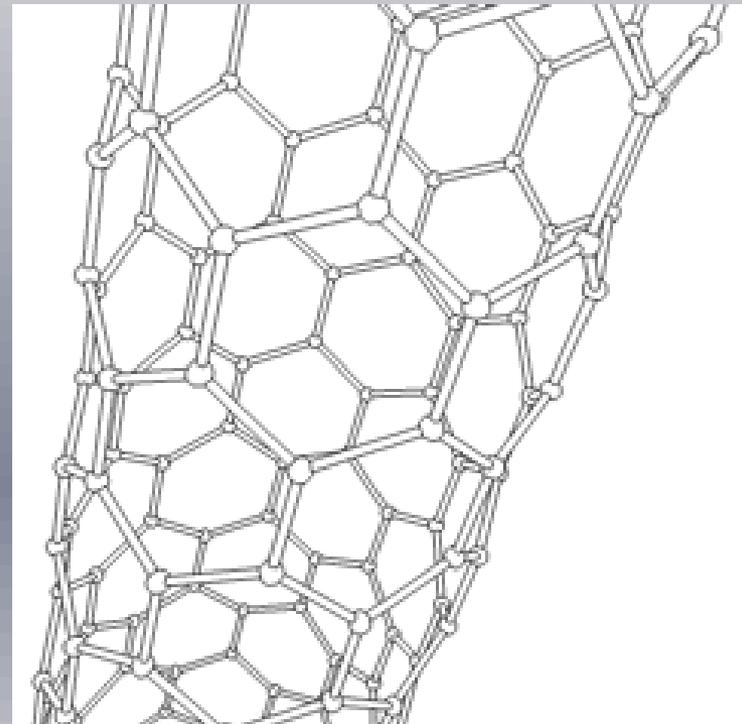
Dirks, Carina.<sup>1</sup>, Happel, S.<sup>2</sup>, Jungclas, H.<sup>1</sup>

[1] Radiochemistry, Department of Chemistry, Philipps-University Marburg, Marburg, Germany

[2] TrisKem International, Bruz, France

# Überblick

- Was sind Carbon Nanotubes?
  - Eigenschaften
- Coaten von Carbon Nanotubes
- Batch Experimente
  - Selektivität
- Säulen Experimente
  - Fließgeschwindigkeit
- Zusammenfassung
- Ausblick



[http://en.wikipedia.org/wiki/File:Kohlenstoffnanorohre\\_Animation.gif](http://en.wikipedia.org/wiki/File:Kohlenstoffnanorohre_Animation.gif)

# Dimension von Nanotubes

- **Nano** wurde aus dem Griechischen abgeleitet

(nanos = Zwerg)

- 1 Nanometer = **1/1 000 000 mm**  $\approx$  3 Gold-Atome

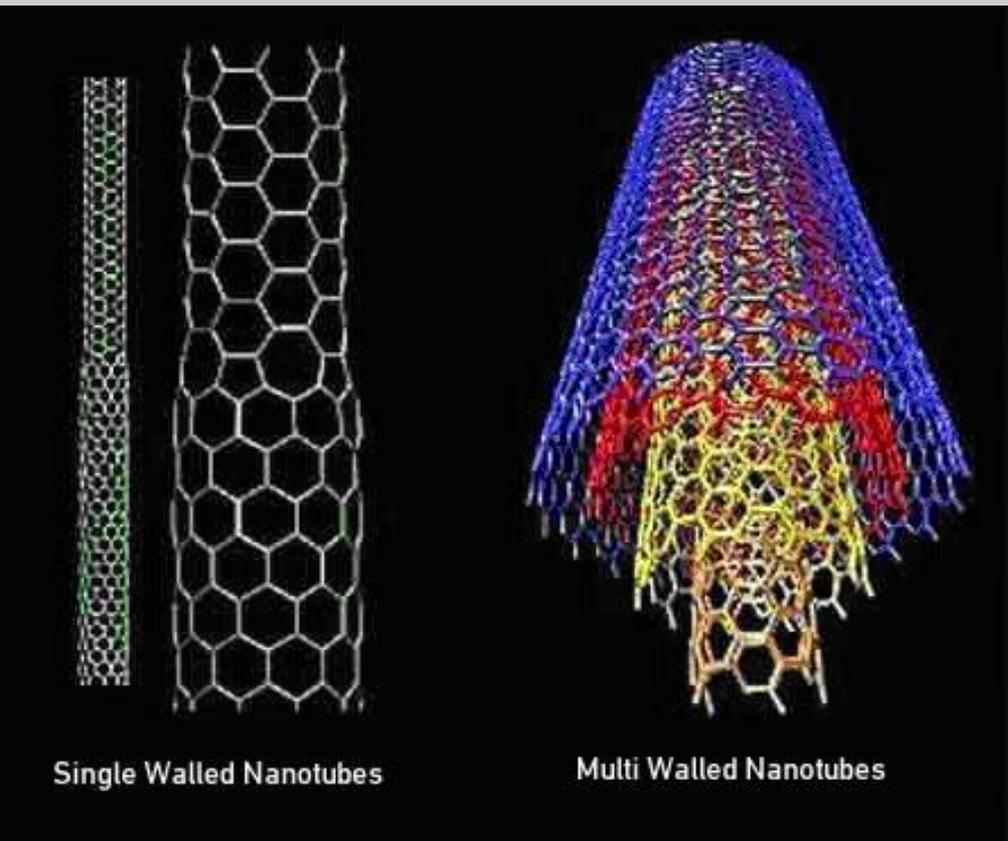


# Was sind Carbon Nanotubes?

- C-Modifikation, neben Graphen, Diamant und Fulleren
- $sp^2$ -Hybridisierung
- hexagonale Struktur → aufgerolltes Graphen
- Durchmesser zwischen 0,4 und 100 nm
- Längen bis zu 1 mm (Rekord, 20 cm <sup>[a]</sup>)
- Multitalent mit vielen superlativen Eigenschaften
- Hohe spezifische Oberfläche: Erhöhte Reaktivität

[a] H.W. Zhu, C.L. Xu, D.H. Wu, B.Q. Wei, R. Vajtai und P.M. Ajayan, Science 2002, 296, 884.

# Einteilung von Nanotubes



**SWCNT**

**Single-walled-carbon-nanotubes:**  
Gerollte Graphene

Durchmesser:

- **1 nm**

**MWCNT**

**Multi-walled-carbon-nanotubes:**  
Konzentrische SWNCTs

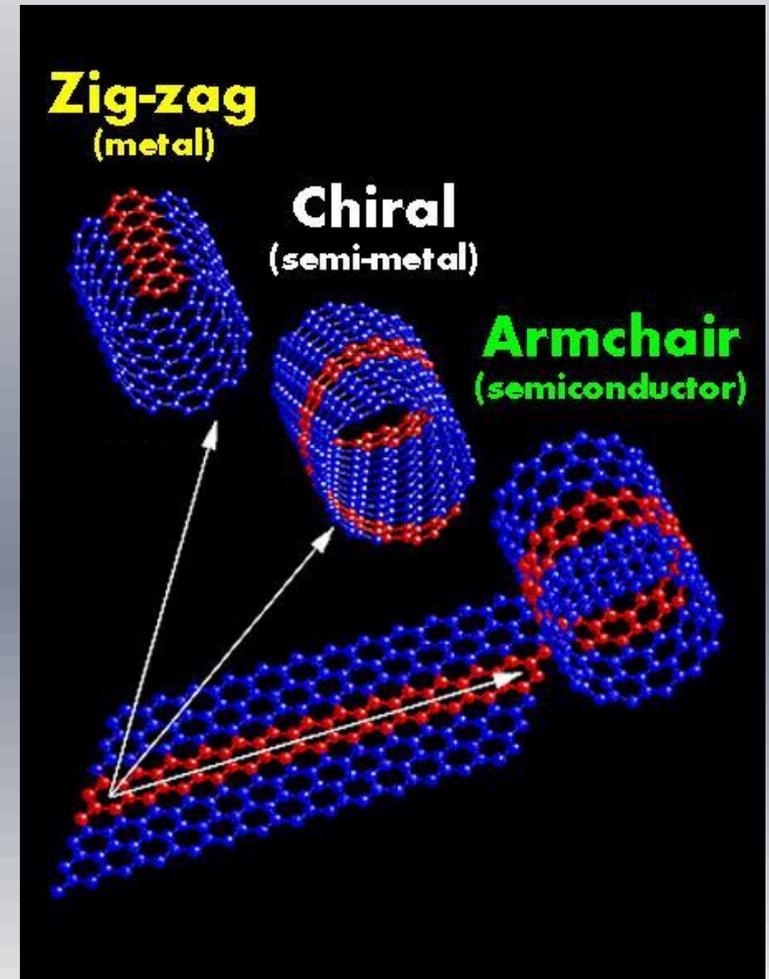
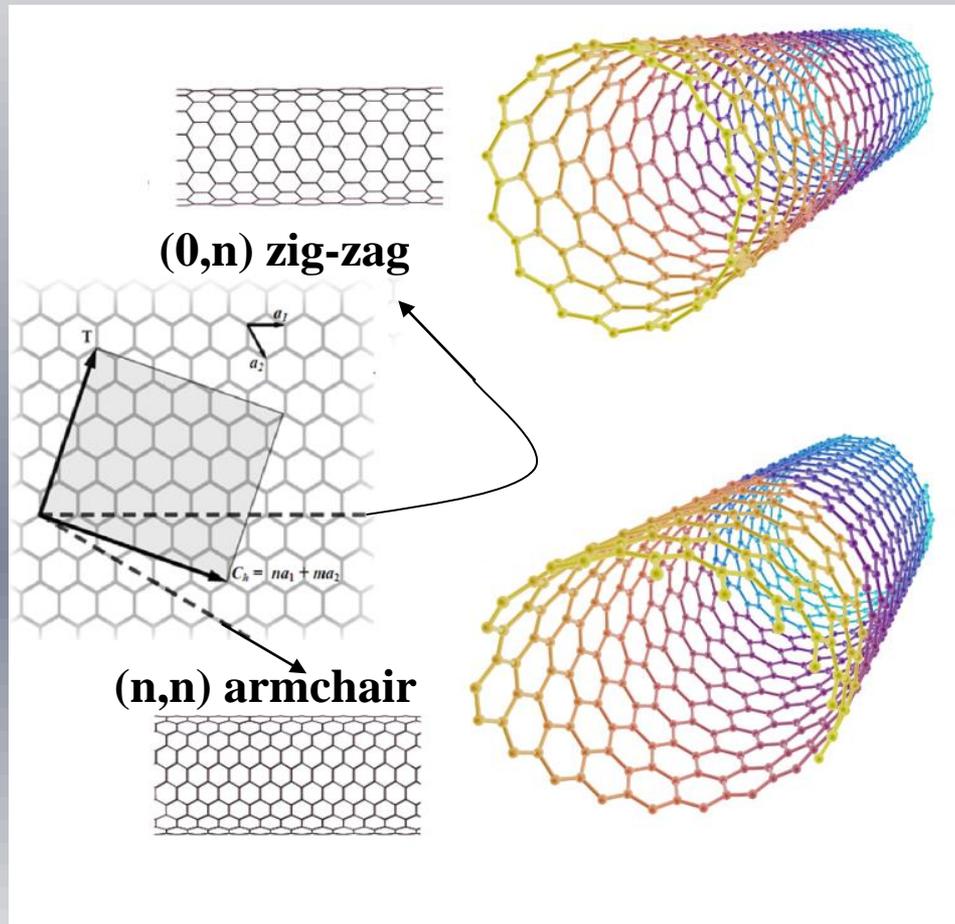
Durchmesser :

- **5-80 nm**

[http://www.tedpella.com/gold\\_html/Nanotubes.htm](http://www.tedpella.com/gold_html/Nanotubes.htm)

<http://coecs.ou.edu/Brian.P.Grady/nanotube.html>

# single-walled Nanotubes



<http://www.thenanoage.com/carbon-nanotubes.htm>

# Eigenschaften der Carbon Allotrope

Allotrope	Härte	Zugfestigkeit	Schmelzverhalten	elektr. Verhalten
Kohle	+	+	+	Nein
Graphit	++	++	+++++	+++++
Diamant	+++++	unbekannt	+++	Nein
Buckyballs	+++++	++++	+	+
<b>Carbon Nanotubes</b>	<b>+++++</b>	<b>+++++</b>	<b>+++++</b>	<b>+++++</b>

# Carbon Nanotubes

## ➤ Eigenschaften:

- 100 x reißfester als Stahl
- 6 x leichter als Stahl
- elektrische Leitfähigkeit wie Kupfer
- Wärmeleitfähigkeit wie Diamant
- Leiter – Halbleiter
- **Hohe chem. Beständigkeit**

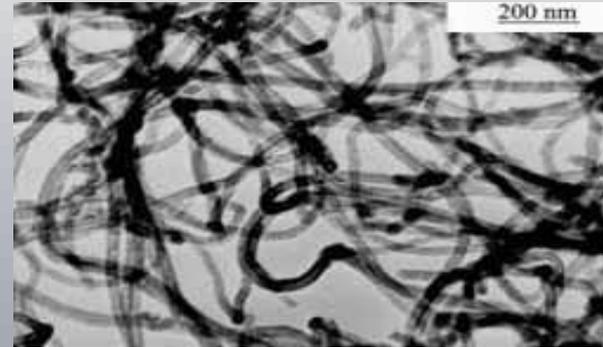
## ➤ Für Säulen:

- MWCNT : besser handhabbare Größe
- MWCNT kostengünstiger

# Modifizierte MWCNTs

## ➤ Verwendete MWCNT's:

- industriell hergestellt (Chemical Vapor Deposition)
  - Durchmesser : > 50 nm
  - Länge 10-20 mm



Transmission Electron Microscopy (TEM)

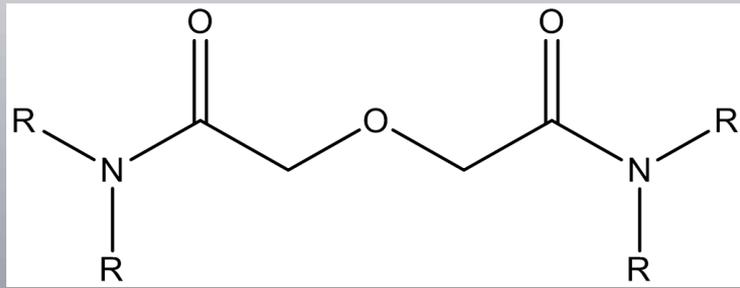
## ➤ Coaten von MWCNT's mit verschiedenen Extraktanten

## ➤ Batch Experimente mit U-238 und Am-241 im Vergleich zu DGA und TRU Resin (TrisKem International)

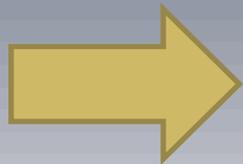
- **TDNC vs. DGA**
- **TTNC vs. TRU**

# Extraktanten

DGA



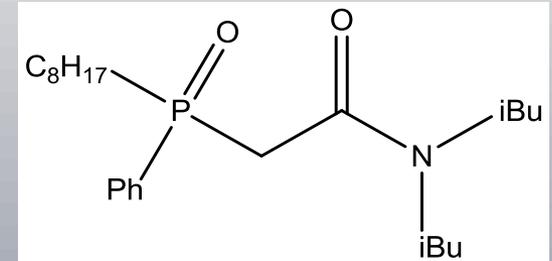
N,N,N',N'-tetra-n-alkyl-3-oxopentandiamide  
(R=C8)



**TDNC**

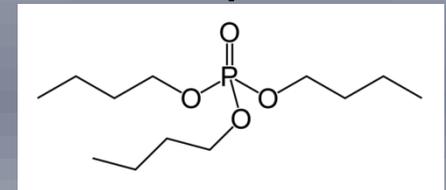
und

TRU

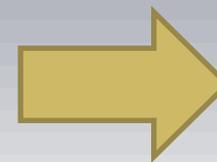


CMPO: (Octyl(phenyl)-N,N-Diisobutyl  
Carbamoylmethyl Phosphinoxid)

+



TBP: Tributylphosphat



**TTNC**

# Generelles Vorgehen bei Batch Experimenten

## Verteilungskoeffizienten $D_w$ (Weight distribution coefficient)

- Wiege 50 mg der verschiedene Resins in ein 2 mL Eppendorf cap
- Füge 400  $\mu$ L der jeweiligen Säure hinzu
- Cap schließen und für 30 Minuten vorkonditionieren
- Füge 1mL der Probenlösung hinzu
  - (bspw. 1 mL Multi-element Lösung)
- Cap schließen und für 30 Minuten schütteln
- Entnehme 1 mL des Überstandes, Analyse (ICP-MS)
- Alle Verteilungskoeffizienten werden dreifach bestimmt

# Verteilungskoeffizienten



- hoher  $D_w$  = Extraction
- niedriger  $D_w$  = Elution

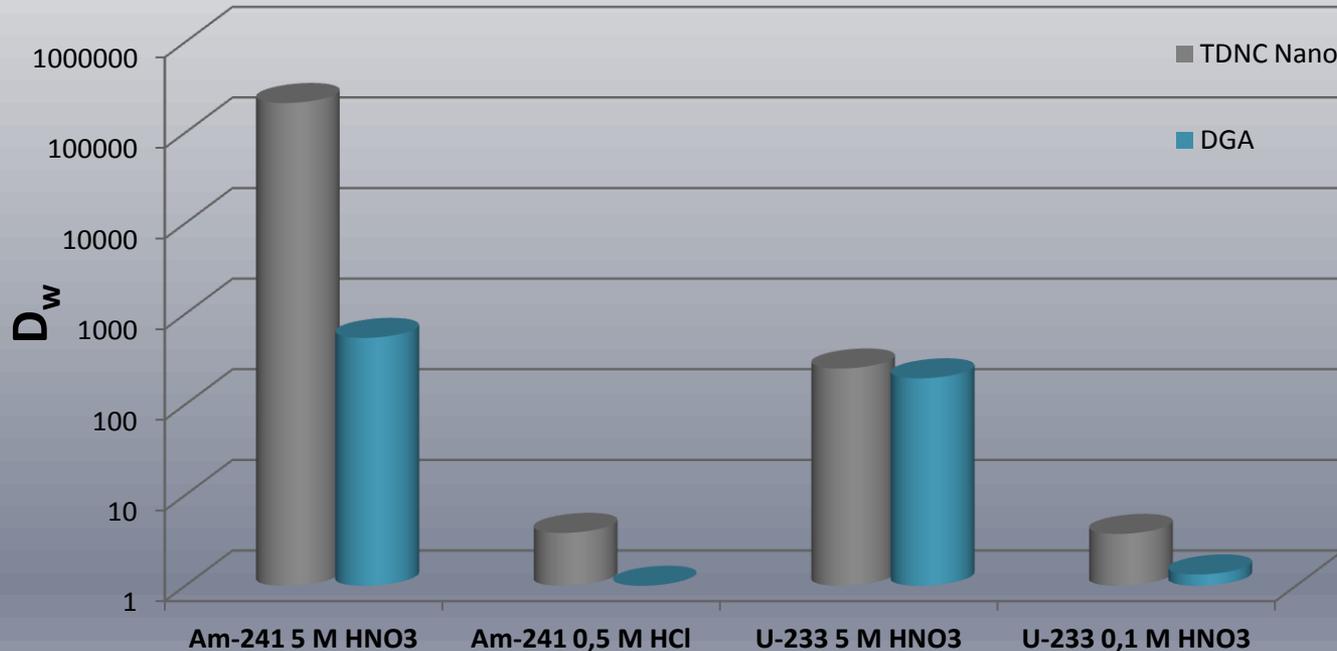
$N_{A_0}$  = Nettozählrate in der  $A_0$  Probe

$N_A$  = Nettozählrate in der Probe

$V$  = Volume der wässrigen Phase (1,4 mL)

$m_R$  = eingewogene Menge des Resins in g

# TDNC vs. DGA

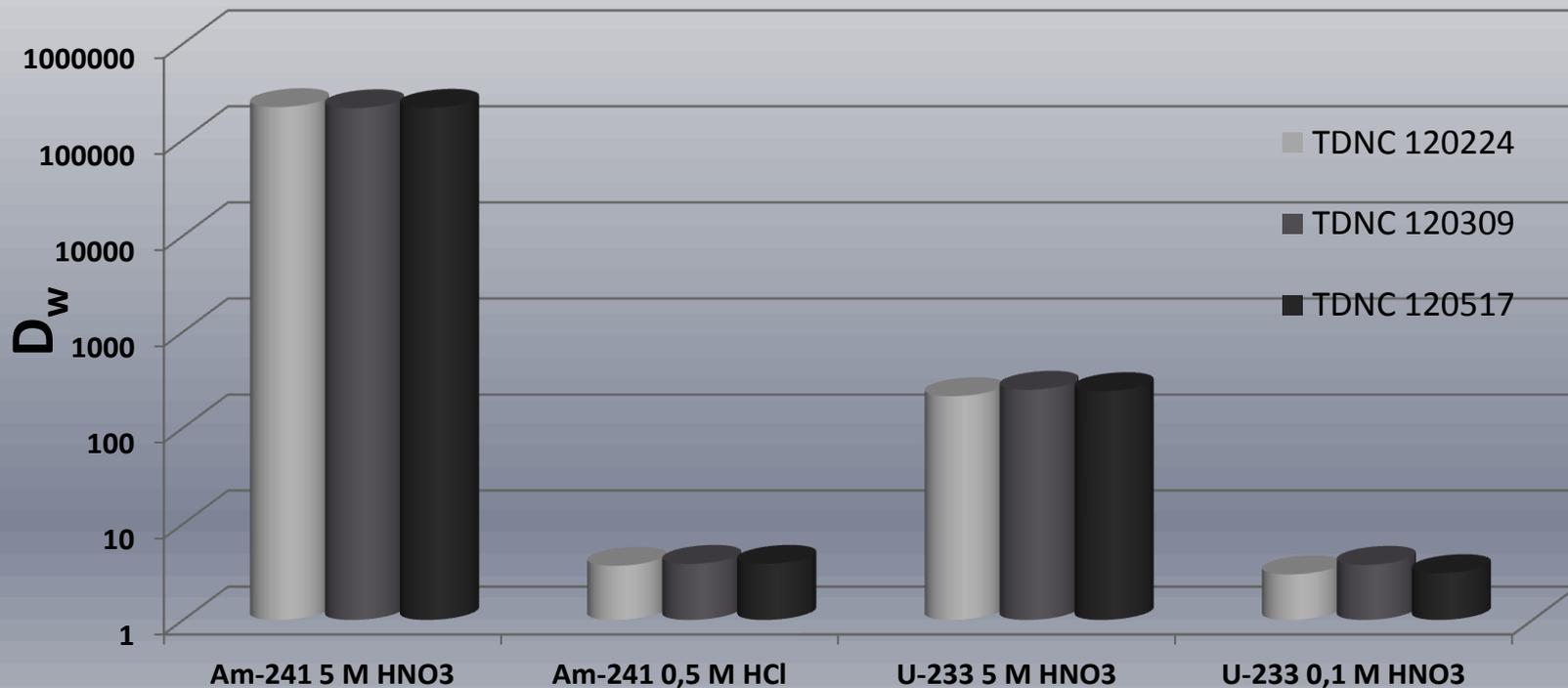


Graphik 1: gecoatete MWCNT (TDNC) im Vergleich zu DGA Resin

Sehr hohe  $D_w$  Koeffizienten auf TDNC; für Am-241 über **200000!**

(56 mal höher als bei DGA)

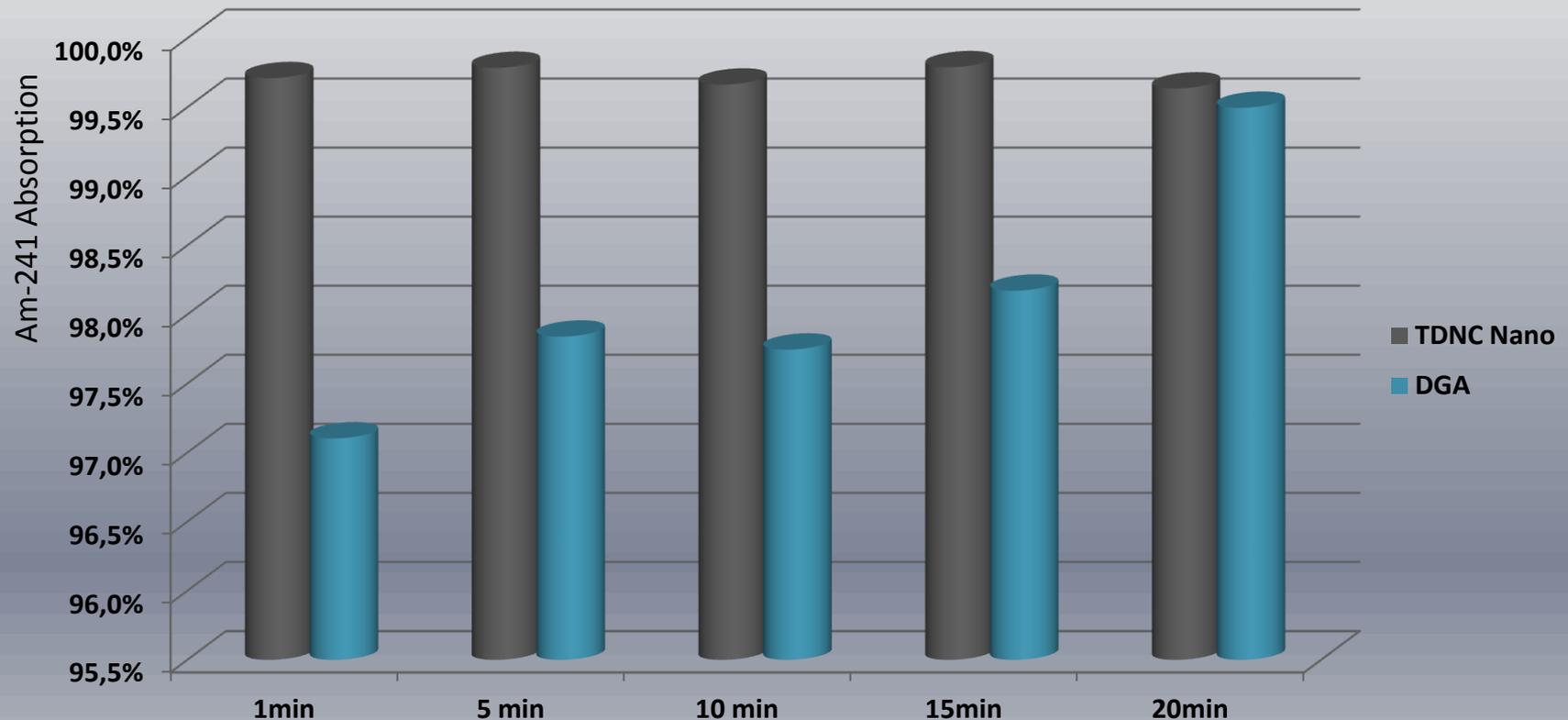
# Reproduzierbarkeit der Produktionsroute von TDNC



Graphik 2: gecoatete MWCNT (TDNC) Vergleich der hergestellten Chargen

- Stabile Produktionsroute; sehr gute Wiederholbarkeit

# Kinetik: TDNC vs. DGA

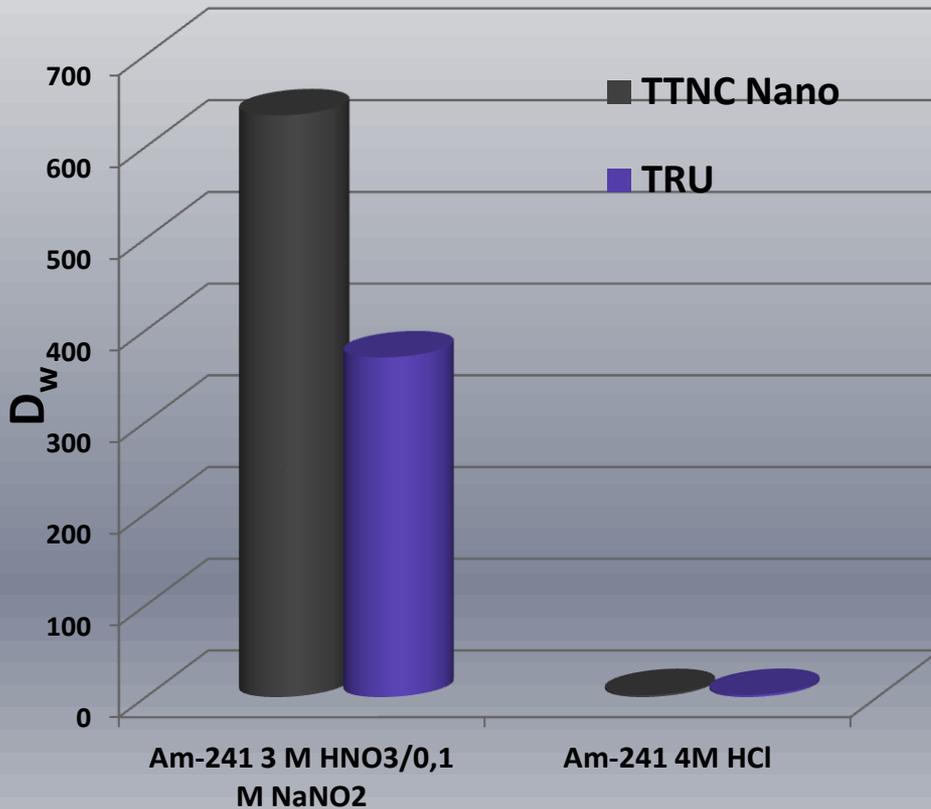


Graphik 3: Kinetik der gecoatete MWCNT (TDNC) im Vergleich zu DGA Resin



**Schnelle Kinetik: nach 1 min volle Absorption!**

# TTNC vs. TRU



Gute Extraktion!

Für TTNC doppelt so hohe  $D_w$  - Werte für Americium im Vergleich zu TRU

Graphik 4: gecoatete MWCNT (TTNC) im Vergleich zu TRU Resin

# Probleme mit Nanotubes

- Transfer vom Batch-Experiment auf die Säulengeometrie ist extrem schwierig
- Fluss bei Säulen-Experimenten war ungefähr 0,01 mL/min mit angelegtem Unterdruck
- Filtermaterial und Porengröße

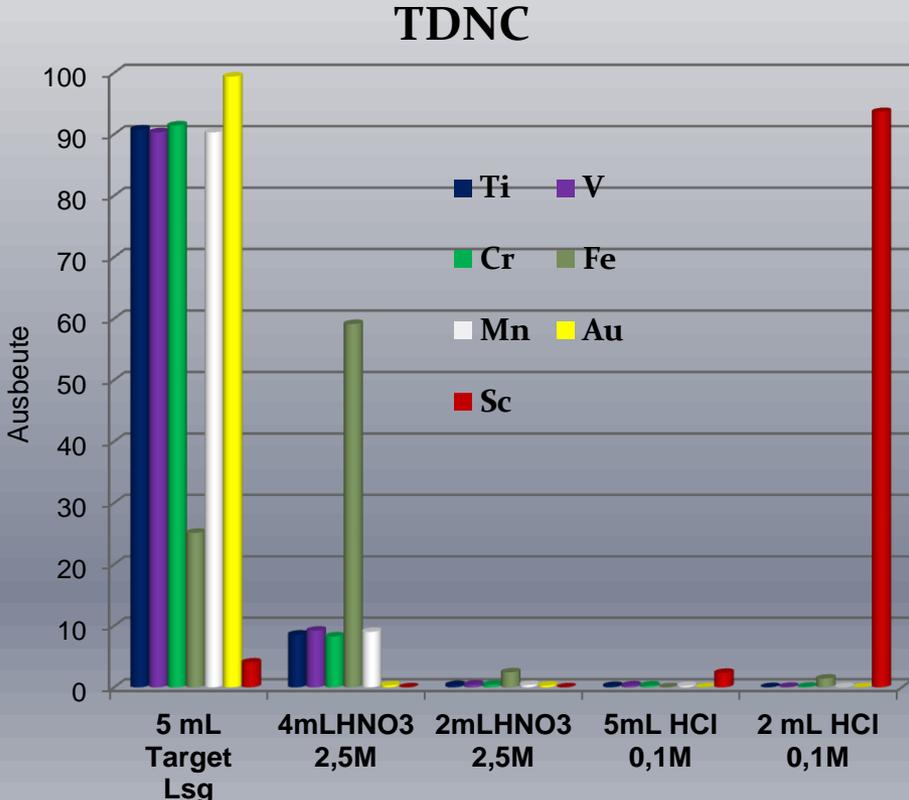
# Behobene Probleme

- Spezielle Technik um Kartuschen zu packen
- Adäquate Porengröße beim Filtermaterial
- Fluss von 1-5 mL realisierbar (mit Unterdruck)

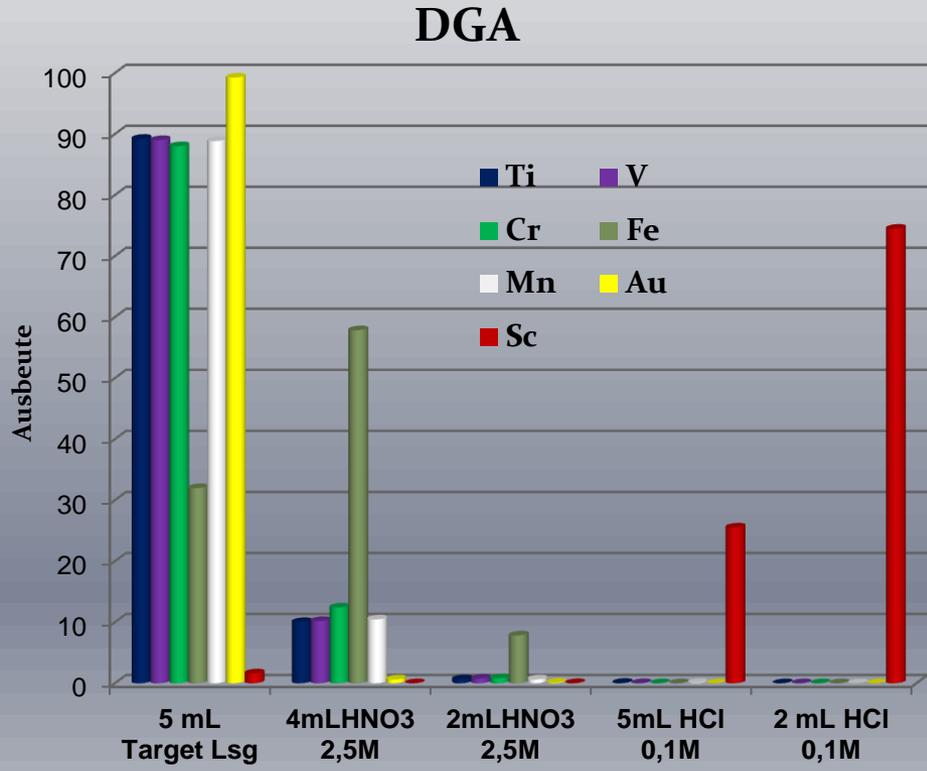
# Zusammenfassung I

- ✓ TDNC und TTNC haben vielversprechende  $D_w$  Werte im Batch Experiment gezeigt
- ✓ schnelle Kinetik
- ✓ Exzellente Extraktion
- ✓ Säulen-Experimente sind realisierbar
- ✓ Fluss ist angemessen hoch

# TDNC vs. DGA simuliertes Ti Target



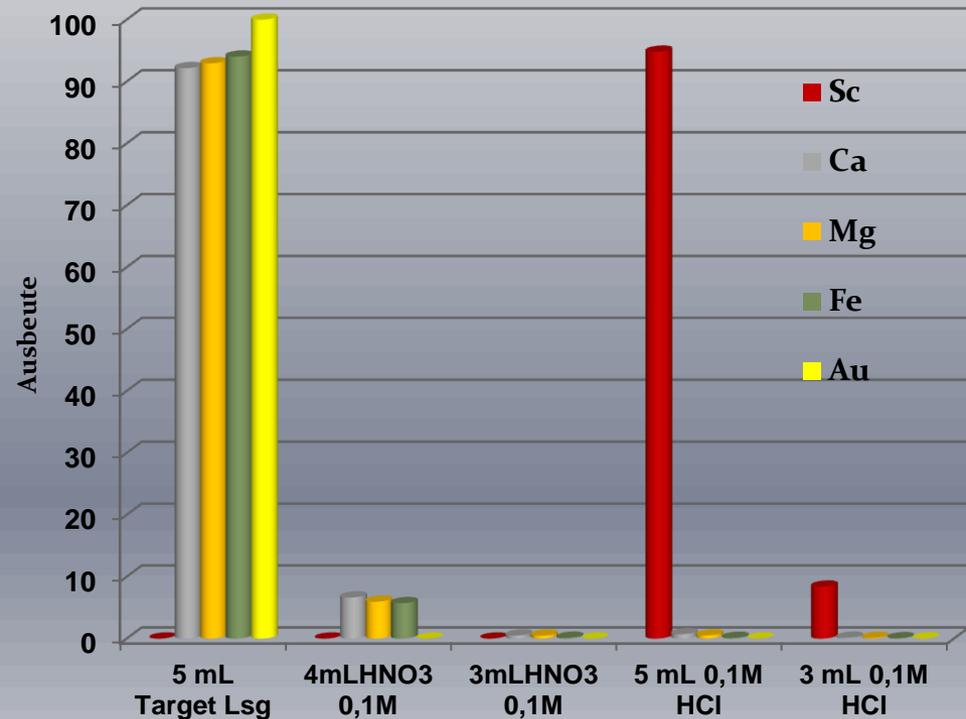
Graphik 5: gecoatete MWCNT ((TDNC) Elutionsstudien mit einem simulierten Ti-Target



Graphik 6: DGA Elutionsstudien mit einem simulierten Ti-Target

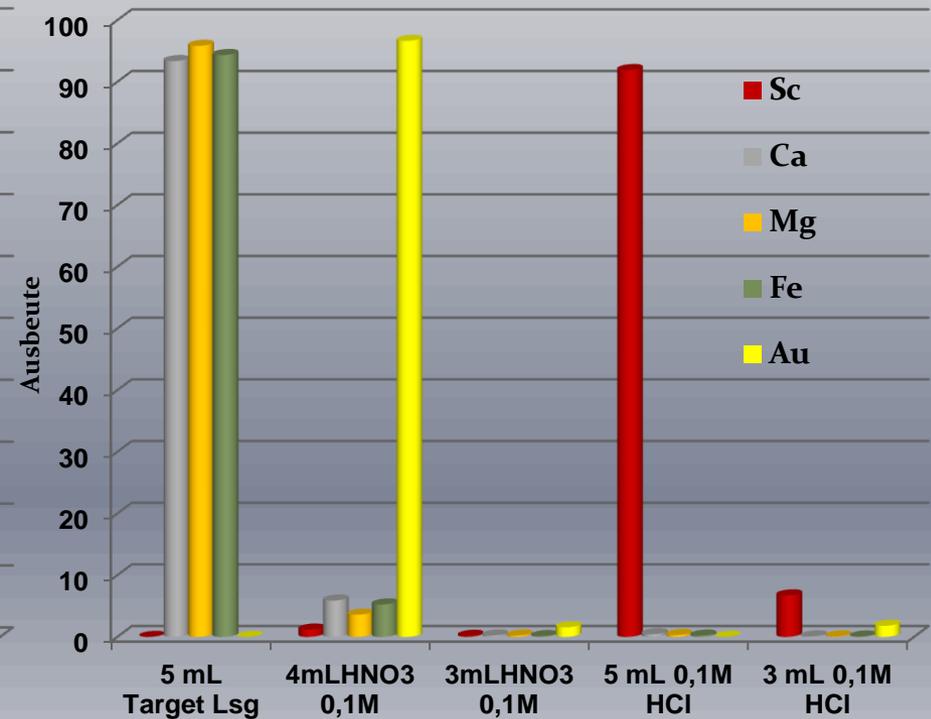
# TDNC vs. DGA simuliertes Ca-Target

## TDNC



Graphik 7: gecoatete MWCNT ((TDNC): Elutionsstudien mit einem simulierten Ca-Target

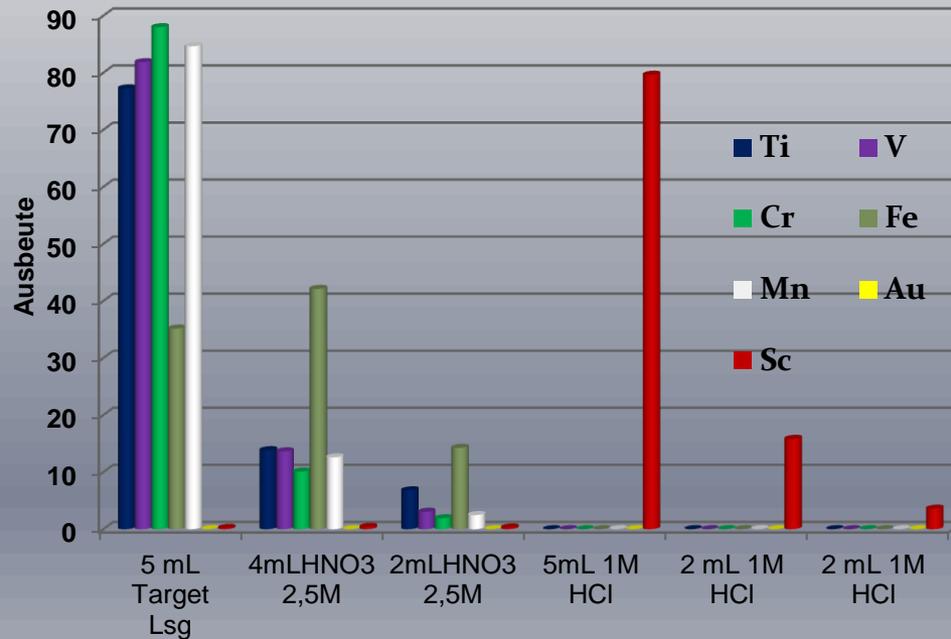
## DGA



Graphik 8: DGA Resin: Elutionsstudien mit einem simulierten Ca-Target

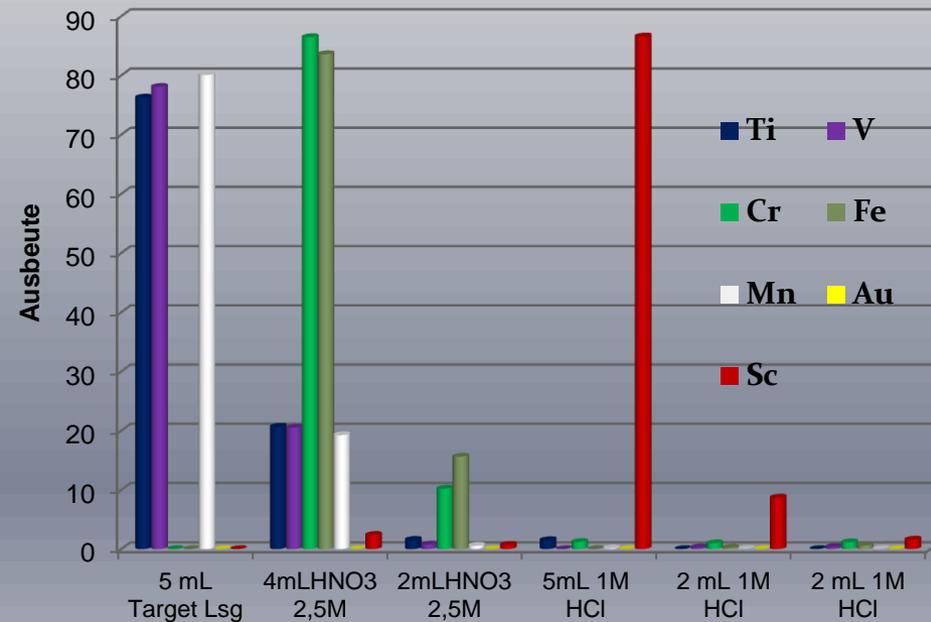
# TTNC vs. TRU simuliertes Ti Target

## TTNC



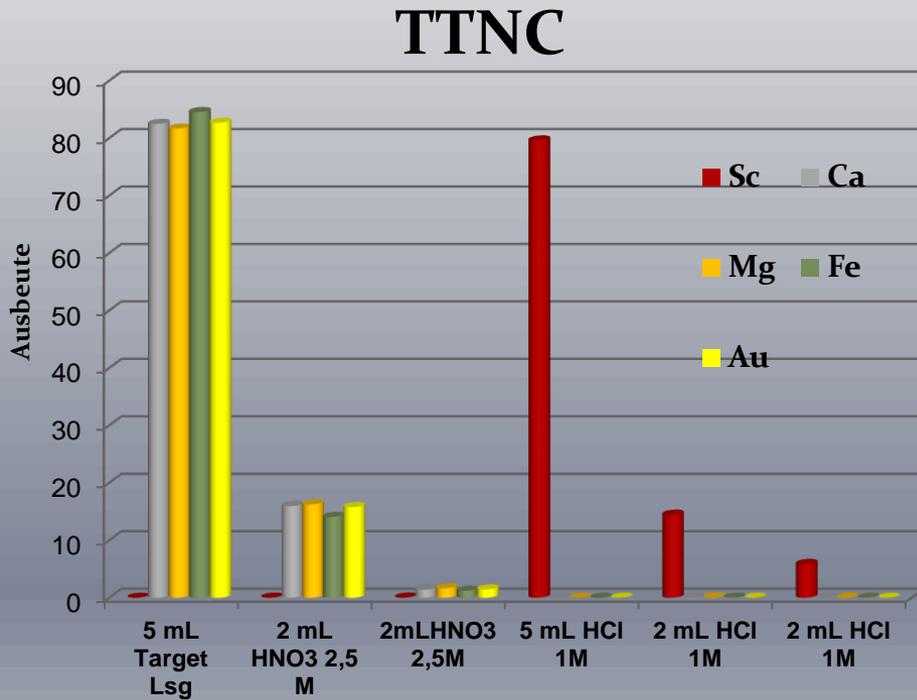
Graphik 9: gecoatete MWCNT ((TTNC): Elutionsstudien mit einem simulierten Ti-Target

## TRU

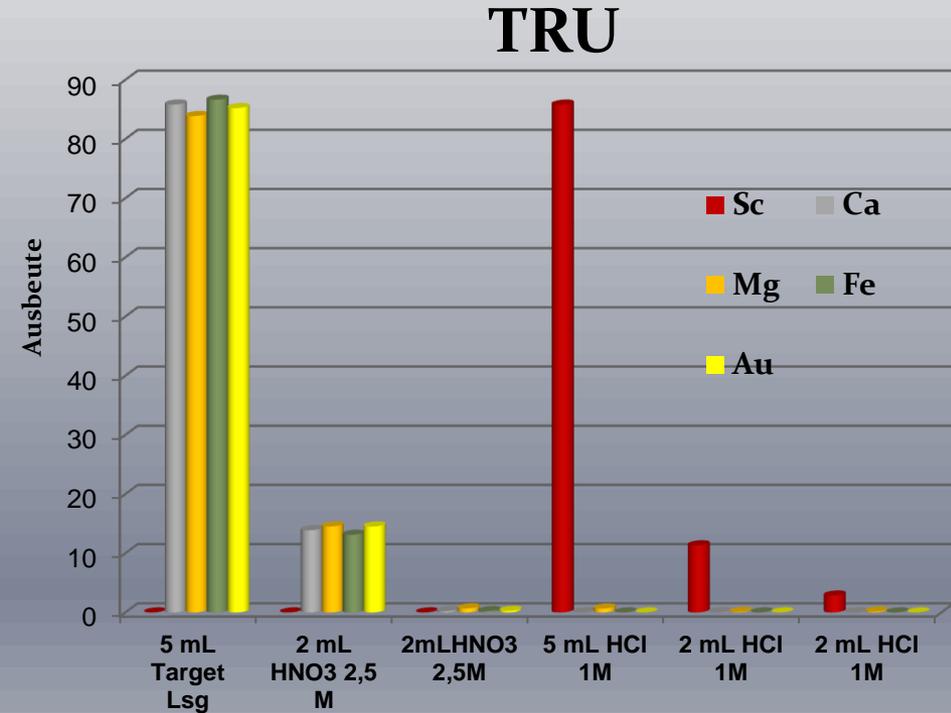


Graphik 10: TRU Resin: Elutionsstudien mit einem simulierten Ti-Target

# TTNC vs. TRU simuliertes Ca Target



Graphik 11: gecoatete MWCNT (TTNC): Elutionsstudien mit einem simulierten Ca-Target

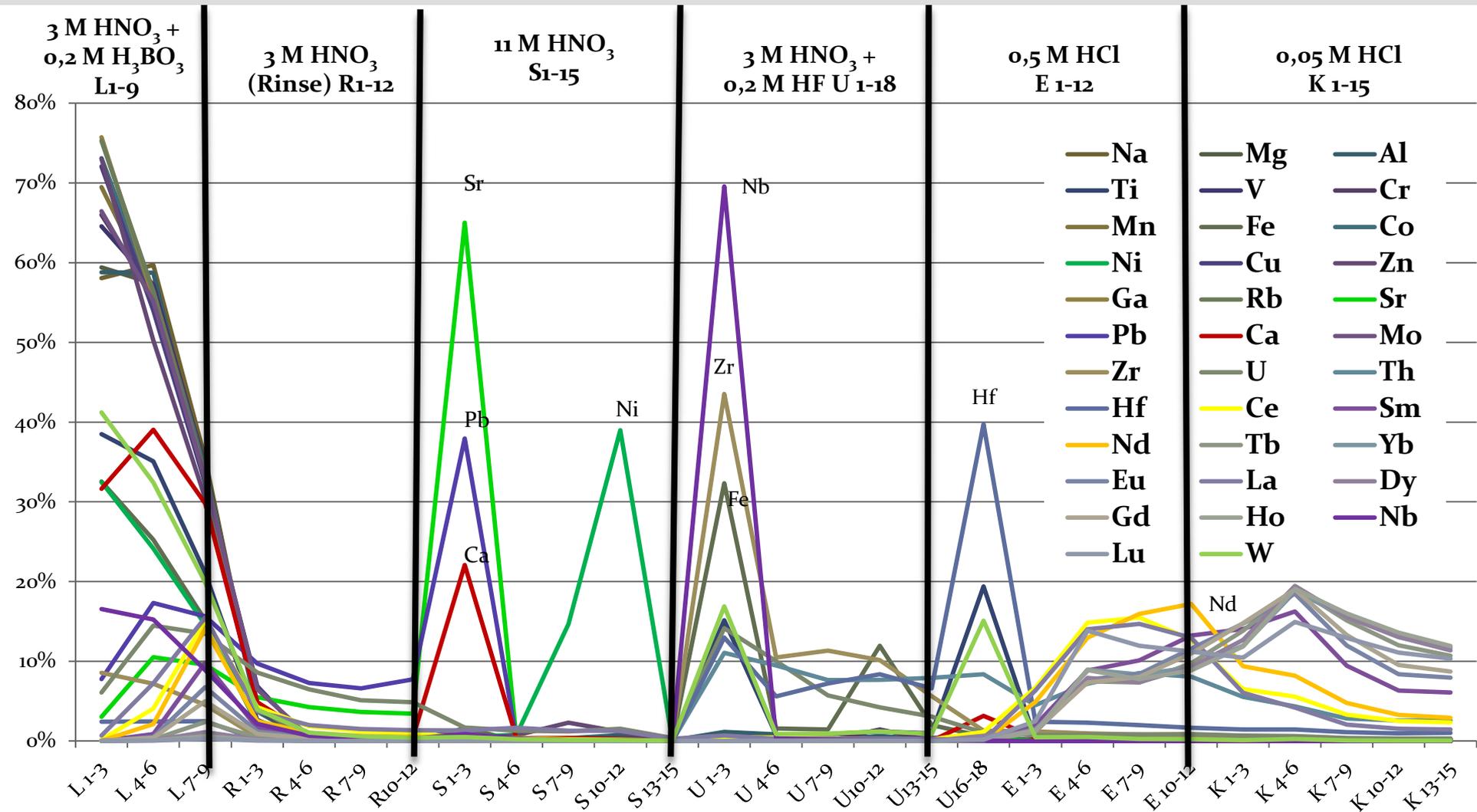


Graphik 12: TRU Resin: Elutionsstudien mit einem simulierten Ca-Target

# Zusammenfassung II

- entwickelte Trennmethode für Scandium mittels DGA oder TRU direkt auf gecoatete MWCNT's übertragbar
- Säulenversuche zeigen hervorragende Trenneigenschaften
- Fluss adäquat

# Komplexe Trennung mit TDNC



# Kurzer Ausblick in die Zukunft

## ➤ Optimierung

- des Flusses
- des Verhältnisses Extraktant / Nanotubes
- des Säulenvolumens

## ➤ Verbesserung / Variation des Säulenmaterials

# Vielen Dank

- ❖ Prof. Jungclas, Kernchemie Marburg
- ❖ TrisKem International