

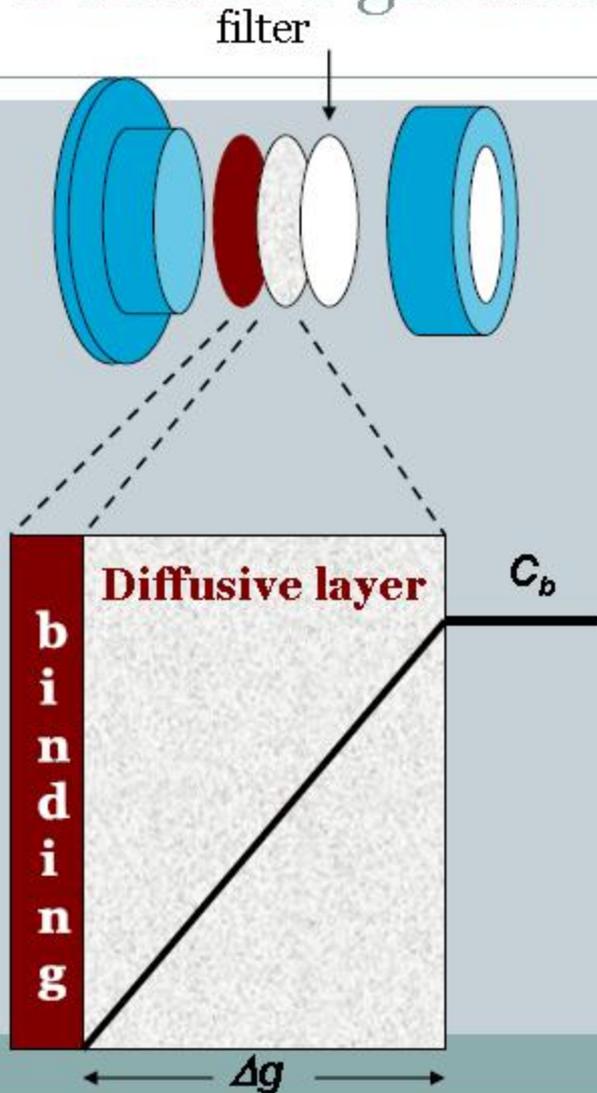
Entwicklung eines modifizierten SR Resins für den Einsatz in der DGT

S. Happel, TKI AWT, München, 12.11.2012

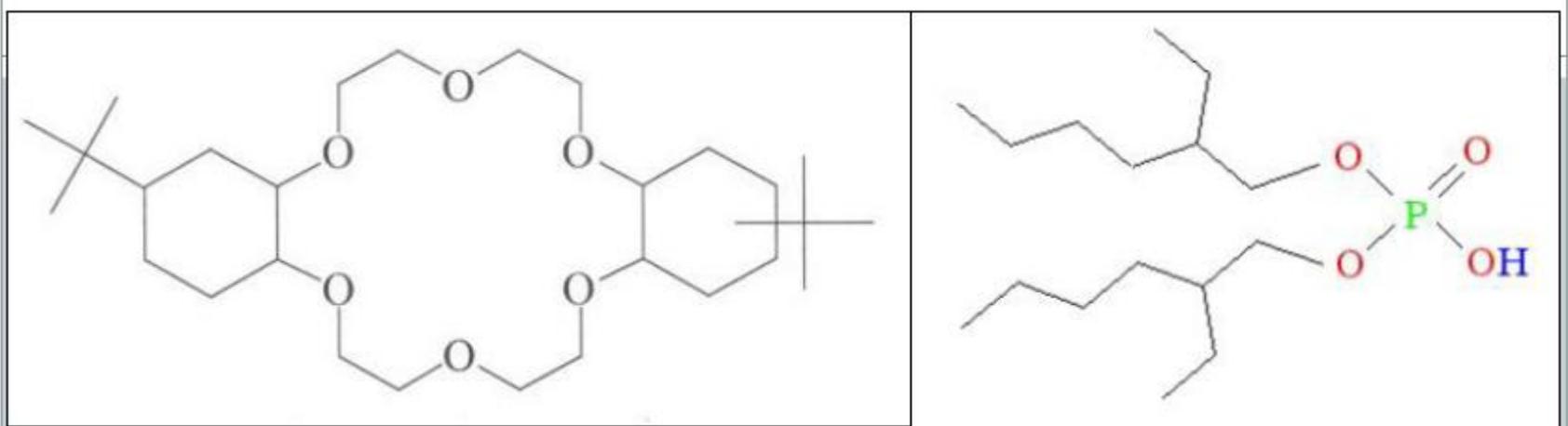
Ziele

- Möglichst selektive Sr Extraktion aus natürlichen Wässern (pH5–8)
 - « Passive sampling »
 - Verwendung in der DGT (Diffusive Gradients in Thin films)
 - Überwachung e.g. von Grundwässern
 - Schnellmethode
 - Direkte Anreicherung von Sr aus 100 – 1000 mL
 - Batch oder Säule
 - Trennung auf derselben Säule

Diffusive gradients in thin-films (DGT)



Modifiziertes Sr Resin

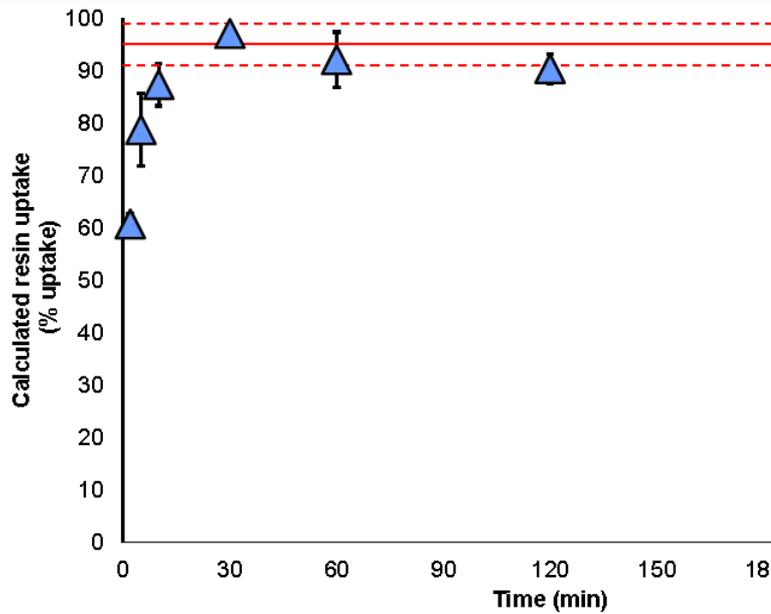


Di-t-Butyl-Dicyclohexyl18-Krone-6

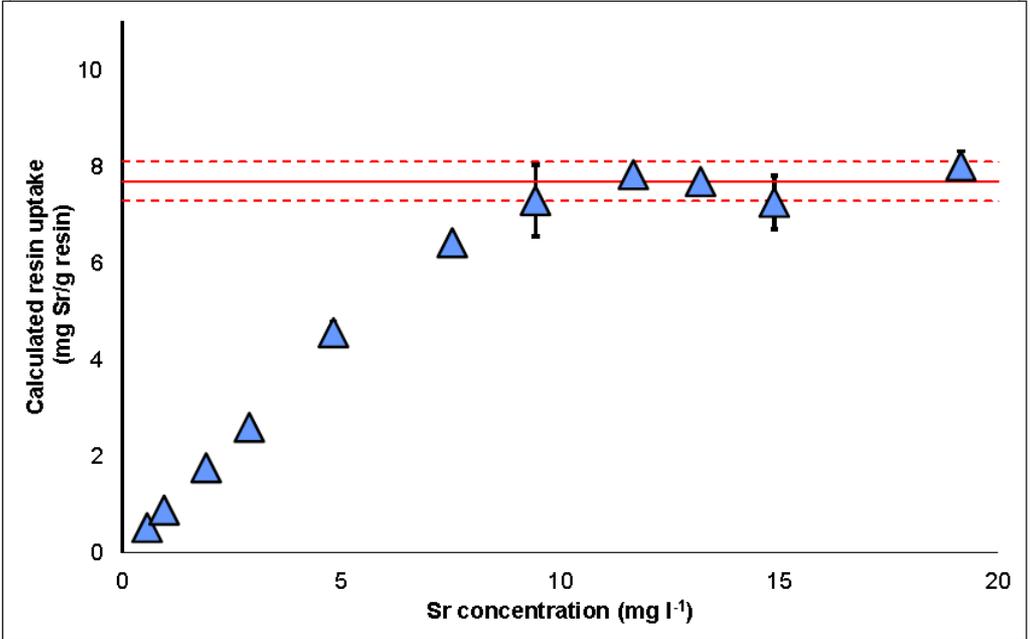
HDEHP

- Selektivität von Sr Resin weitgehend behalten, aber Extraktions pH Bereich ausdehnen
- Ansatz: Sukzessives Ersetzen von 1-Oktanol durch HDEHP
- Screening verschiedener Test Resins (verschiedene % HDEHP)
- Charakterisierung des geeignetsten Prototyps

Uptake kinetics

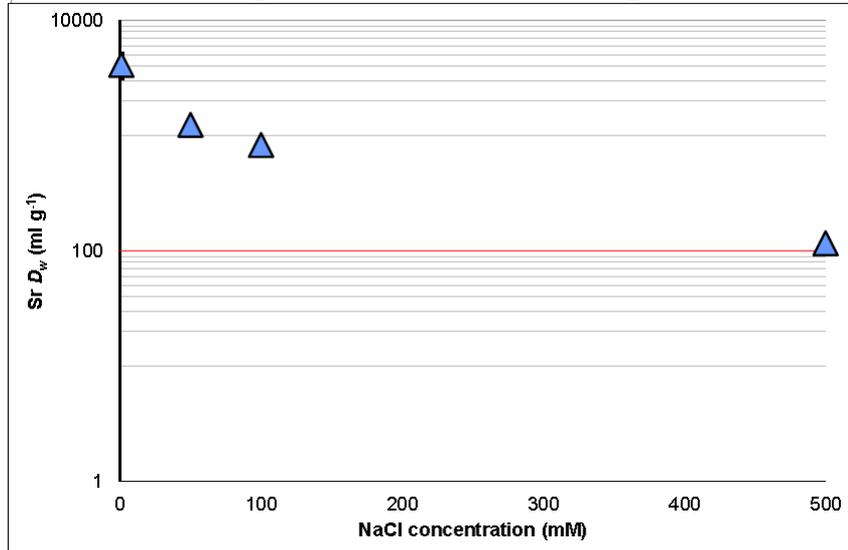


Capacity

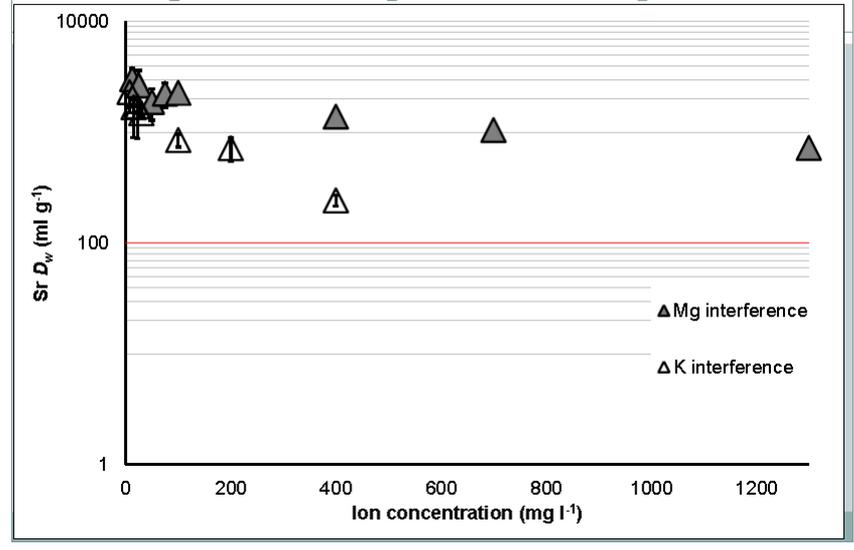


- pH 7
- Batch Experimente

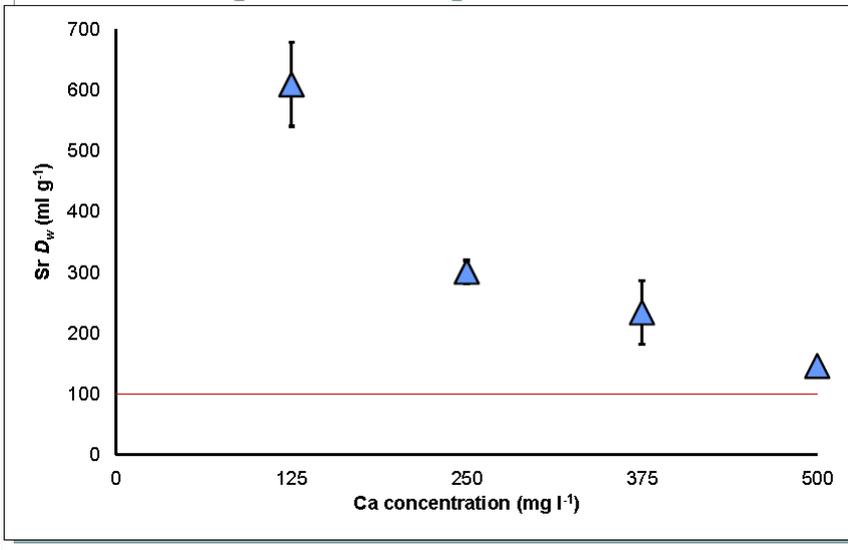
Sr uptake and ionic strength



Sr uptake in the presence of Mg and K

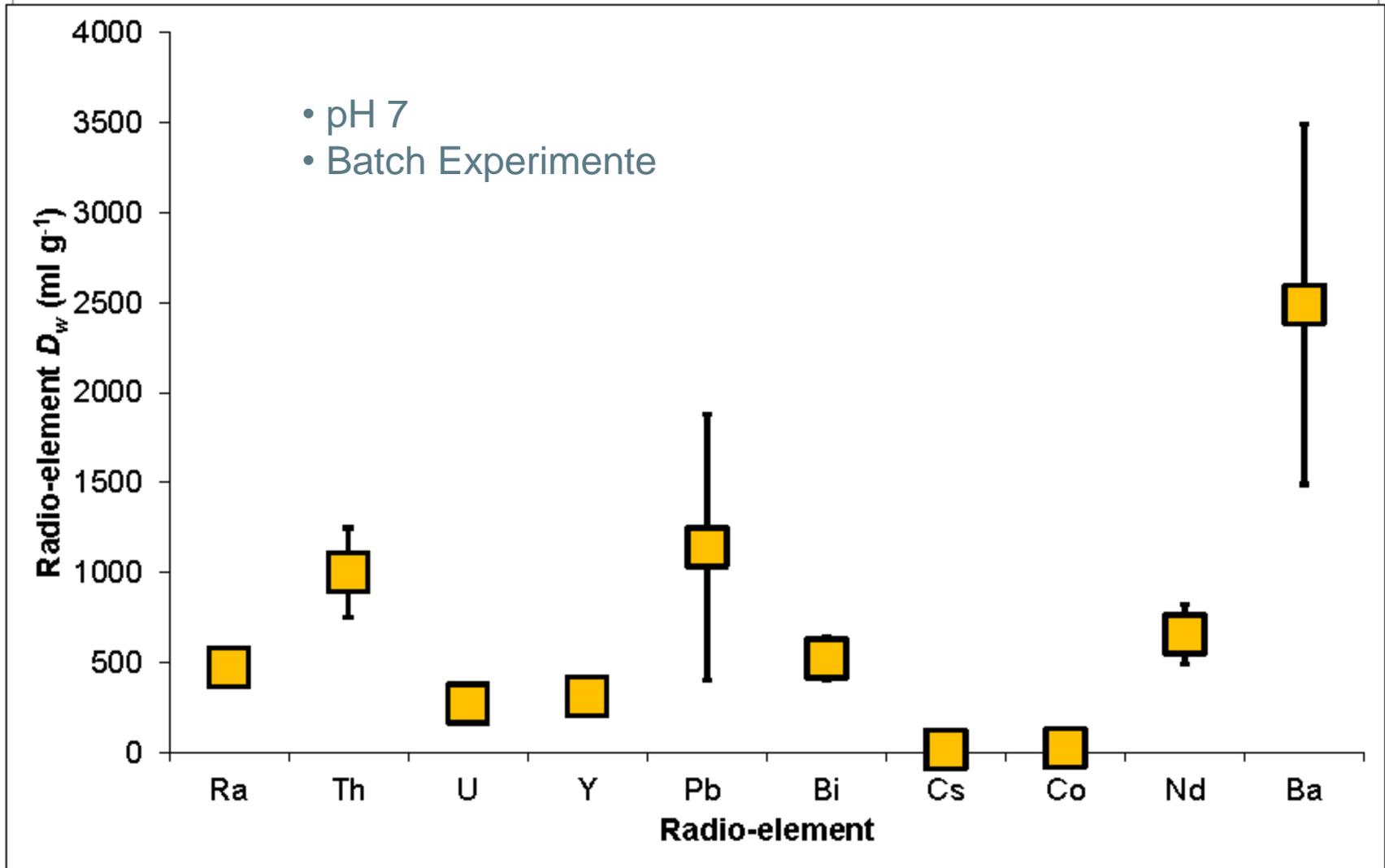


Sr uptake in the presence of Ca



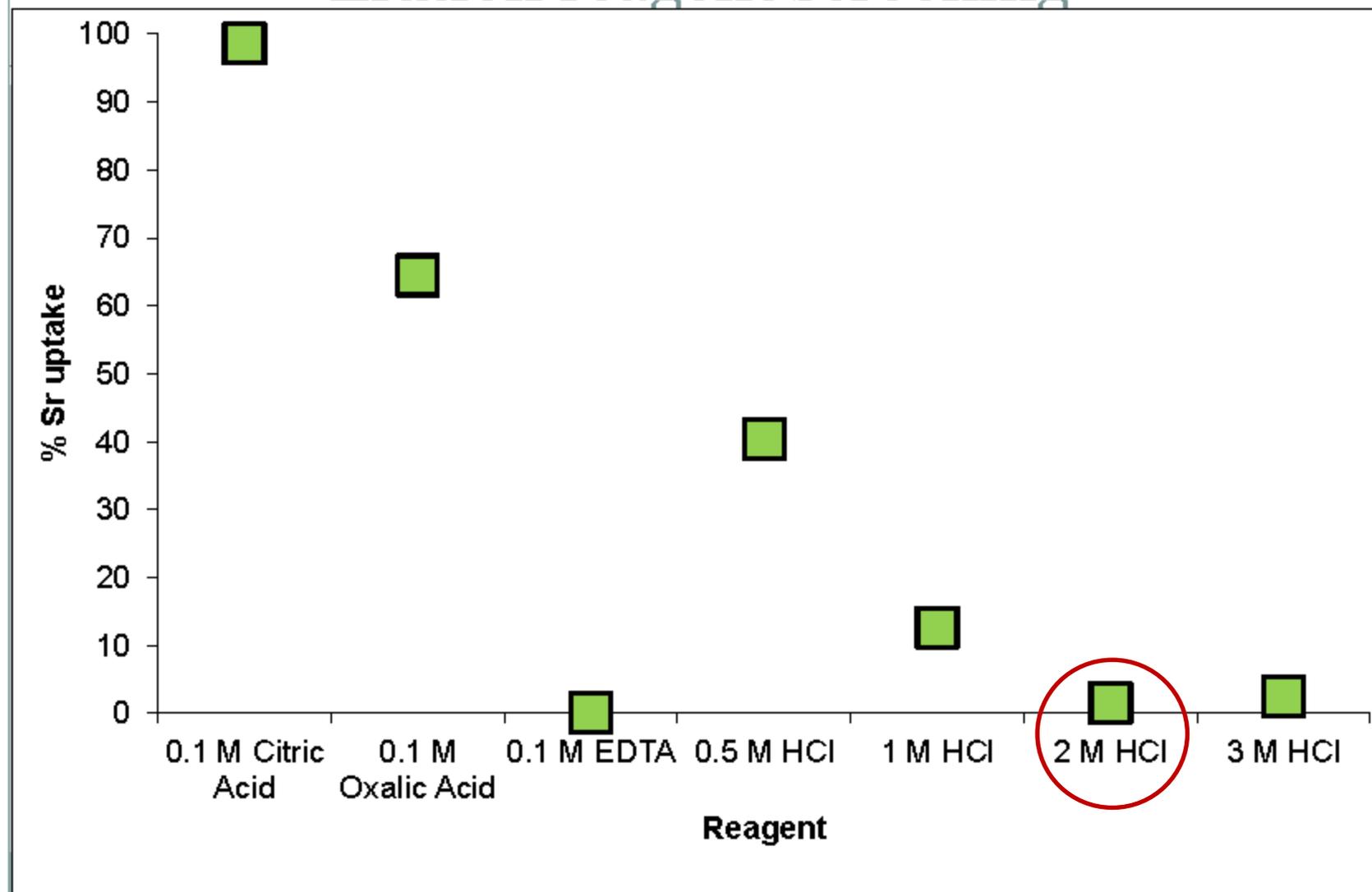
- pH 7
- Batch Experimente

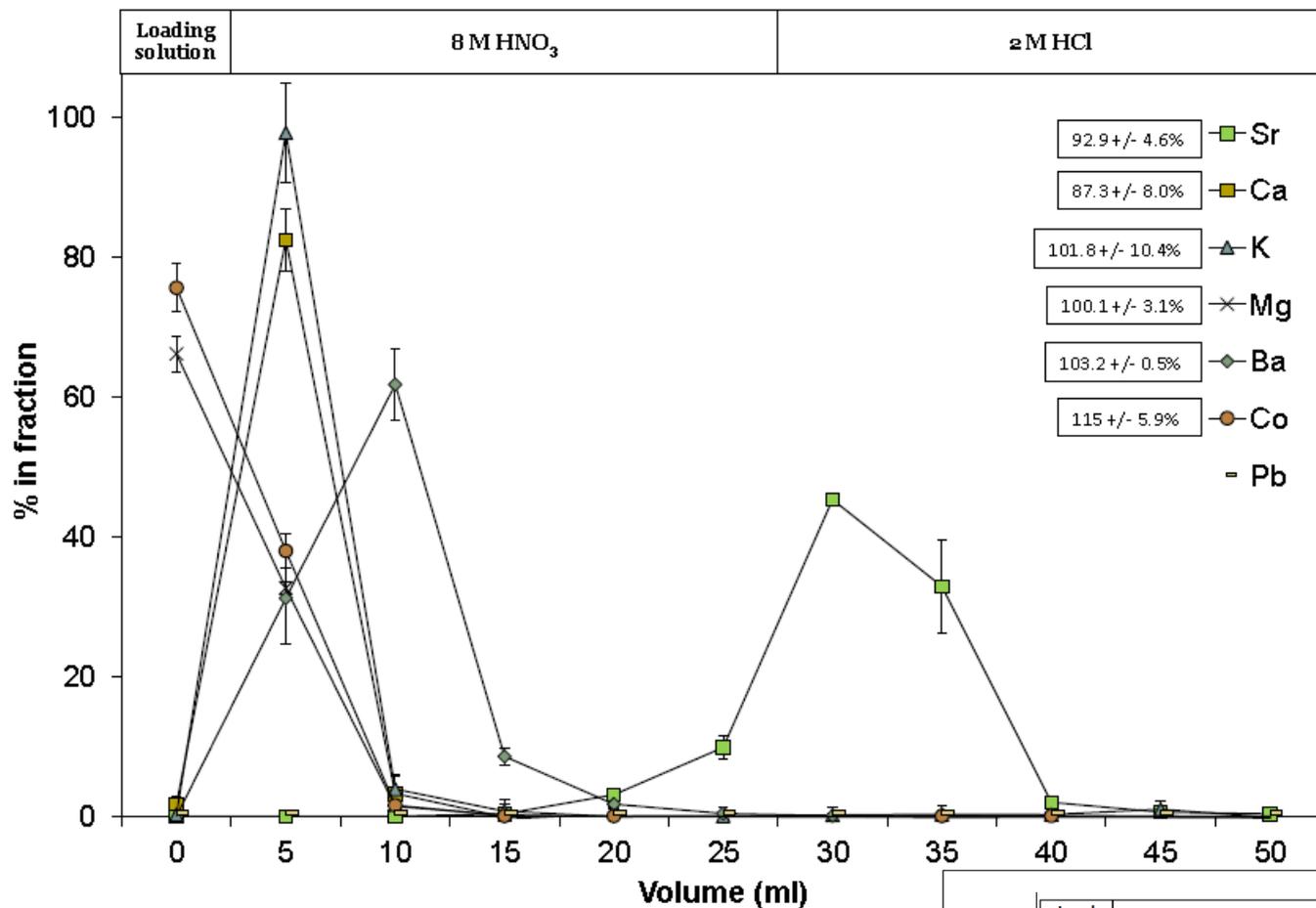
Radio-elements interference



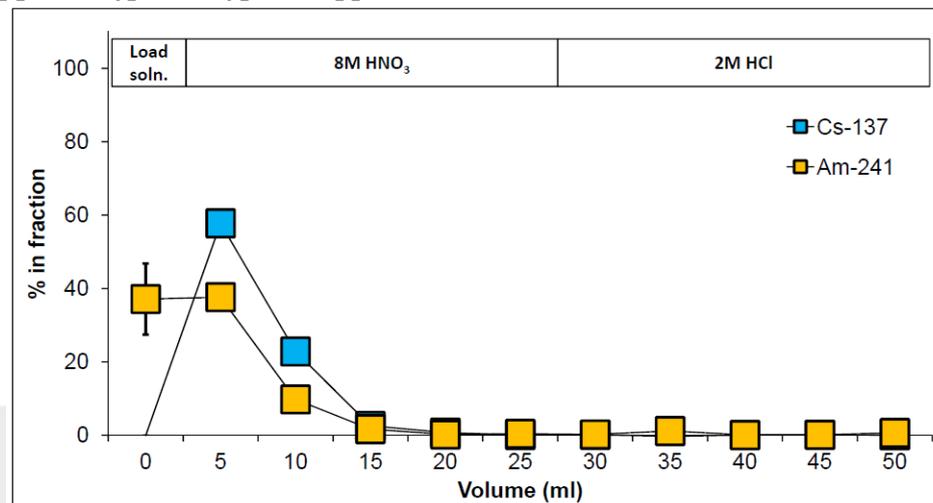


Elution reagent screening





Elutionsstudien



Gespikete Proben

- Erste Experimente

- Batch

- Wasserproben, pH 7, 1L, mit Sr-90 gespiket
 - 1h Extraktion, Vortex
 - Transfer in Säule, Sr Trennung/Elution
 - LSC Messung

- Elutionsstudie (Säulenexperiment)

- pH7, 1 mg Sr, 100 mg Ca, 5 mg K, 0.1 mg Pb, Y, U
 - 1L Wasserprobe, Säulenbeladung in 100 mL Aliquoten
 - Vakuum-unterstützte Trennung, Flussrate 5 mL/min
 - ICP-MS Messung

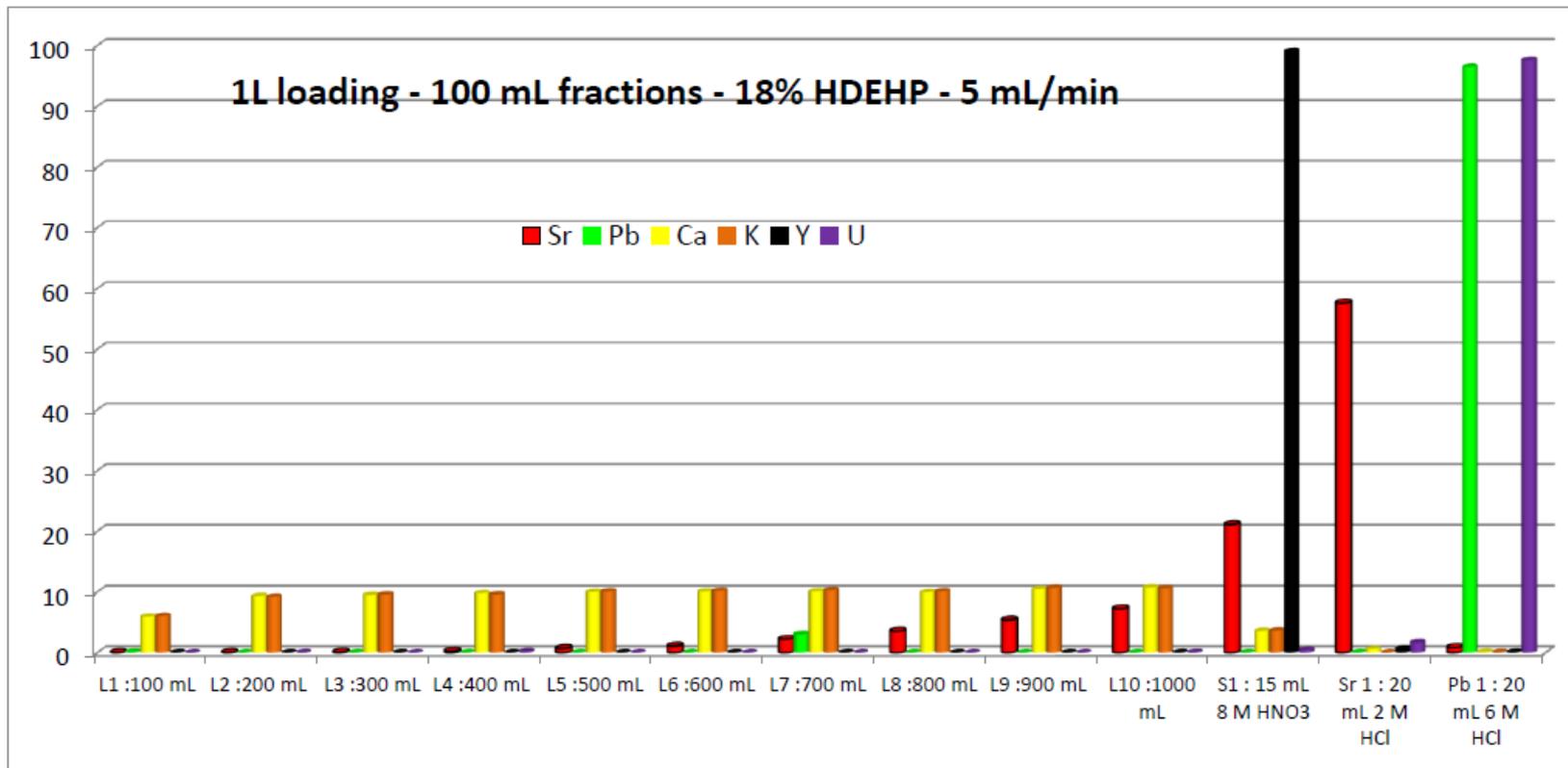
Batch Experiment - I

- 0.7 g Resin in 1 L deion. Wasser gespiket mit ^{90}Sr , 1h Schütteln
- Resin absetzen lassen, Überstand verworfen, Resin in Säule geladen
- Säule mit 15 ml 8M HNO_3 gespült und Sr mit 20 ml 2M HCl eluiert
- Fraktionen eingedampft, in 3 ml 1M HCl aufgenommen, mit LSC Cocktail versetzt und am LSC gemessen
- Rapide, aber Sr Ausbeute nur 43%

Batch Experiment - II

- 0.5 g Resin in 1 L deion. Wasser gespiket mit ^{90}Sr , 1h Schütteln
- Resin absetzen lassen, Überstand verworfen, Resin in Säule mit 0,4g 'Schutzschicht' frischen Resins (Verhinderung von Sr Durchbruch) transferiert
- Säule mit 15 ml 8M HNO_3 gespült und Sr mit 20 ml 2M HCl eluiert
- Fraktionen eingedampft, in 3 ml 1M HCl aufgenommen, mit LSC Cocktail versetzt und am LSC gemessen
- Sr Ausbeute auf 73% verbessert

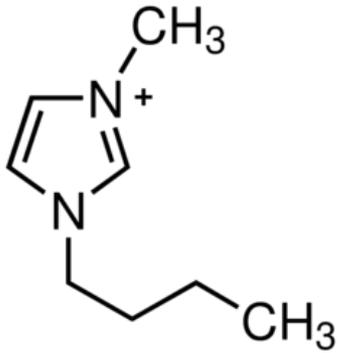
Durchbruchstudie – Direkte Säulenbeladung



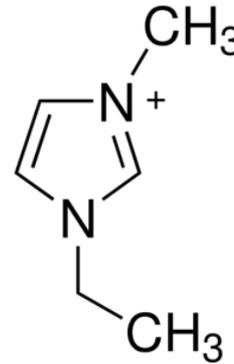
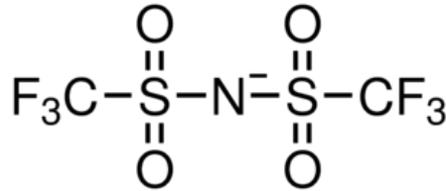
- 2 mL Säule
- 1L Wasser, pH 7, 1 mg Sr, 100 mg Ca, 5 mg K, 0.1 mg Pb, Y, U 5 mL.min⁻¹
- 100 mL Fraktionen
- Sr Durchbruch beginnt bei 600 mL
- Für 1L Probe Sr Ausbeute ~58%
- Pb Fraktion enthält U

Zweite Option: RTIL

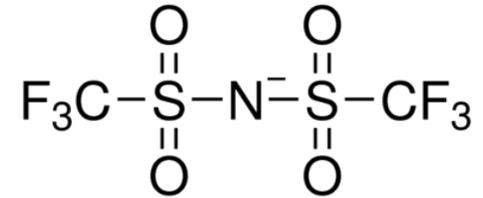
- Verwendung von « room temperature ionic liquids » (RTILs) anstelle von HDEHP



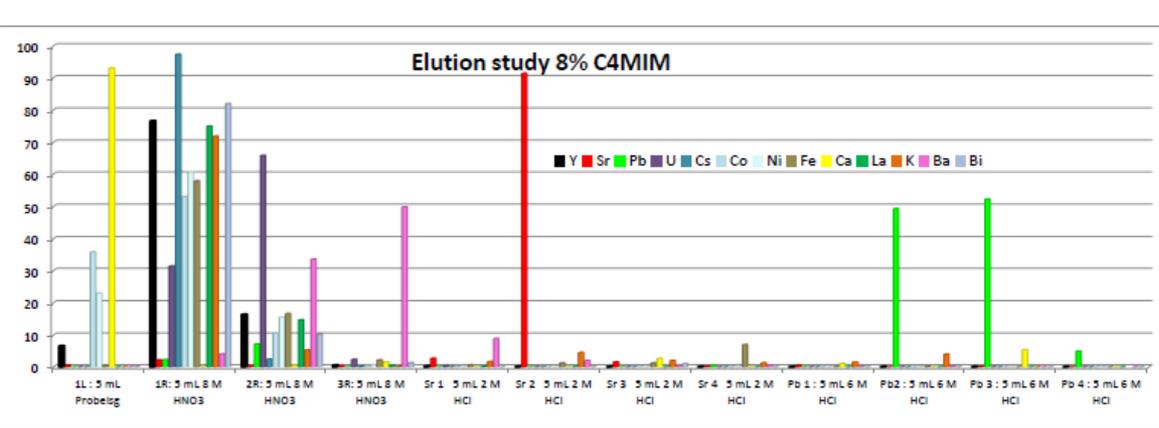
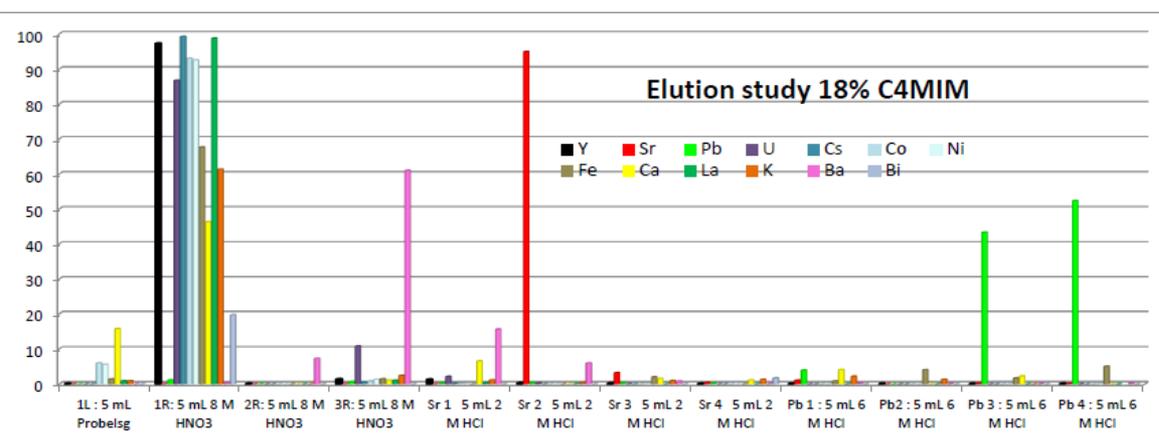
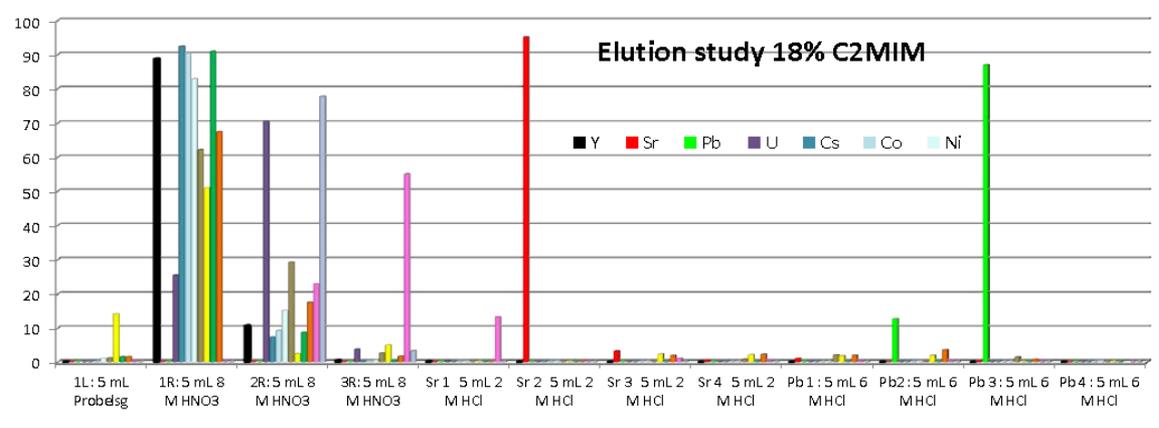
1-Butyl-3-Methylimidazol
bis(trifluoromethylsulfonyl)imid (**BMIM**)



1-Ethyl-3-methylimidazol
bis(trifluoromethylsulfonyl)imid (**EMIM**)



- Relativ kurz-kettige ionische Flüssigkeiten
 - Kationenaustauschmechanismus



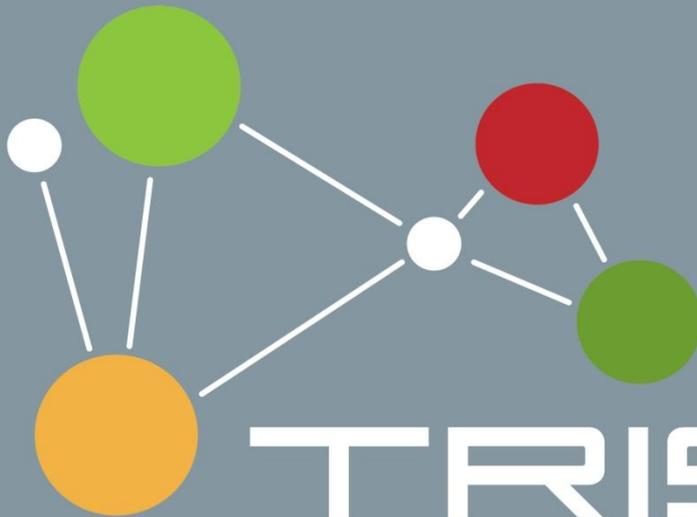
- Probenaufgabe: 5 mL pH 7, Multi-Element Lösung
- Spülen mit 3x5 mL 8M HNO₃,
- Sr Elution mit 4x5 mL 2M HCl
- Pb Elution mit 4x5 mL 6M HCl
- Sehr ähnliches Elutionsverhalten
- Sauberere Pb Fraktion



Zusammenfassung und Ausblick

- Laufende Arbeit
- Modifiziertes SR Resin
 - Verwendung von HDEHP und RTILs resultiert in Sr Retention in erweitertem pH Bereich (pH 8 bis stark salpetersauer)
- Gute Sr Selektivität, Sr Trennung möglich
- Pb Trennung scheint ebenfalls möglich
 - HDEHP modifiziertes Resin: U Abtrennung
 - Mit RTIL modifiziertes Resin: Saubere Pb Fraktion, kein Pb Durchbruch nach Aufgabe von 1L Probe
- Weitere Optimierungen notwendig
- Weitere Tests zu RTILs
- Filter für höhere Flussraten
- Tests mit DGT Einheiten

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!



TRISKEM
SHARING INNOVATION

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