

RadChem *Info*

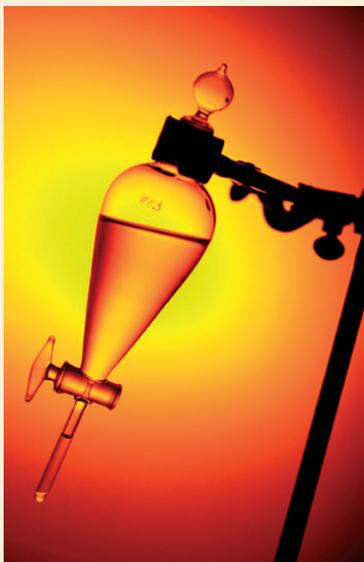
In Kürze

Nickel Resin

Mitteilungen

N°10 • September 2007

EICHROM ENVIRONMENT



Eichrom Environment SAS

Campus de Ker Lann • Parc de Lormandière, Bât. C,
Rue Maryse Bastié • 35170 Bruz - France
Tel. : +33 (0)2 99 05 00 09 • Fax : +33 (0)2 99 05 07 27
e-mail : contact@e-environment.fr

Editorial

Wir freuen wir uns Ihnen in unserer Herbstausgabe mitteilen zu können, dass wir Anfang Juli diesen Jahres die ISO9001 : 2000 Zertifizierung erhalten haben. Die Zertifizierung umschließt: die Konzeption, die Produktion, sowie den Verkauf und Vertrieb von Laborverbrauchsmitteln insbesondere :

- > die *Extraktionschromatographie Harze und die Ionenaustauscher für die Element- und Radionuklide Analyse*
- > *entsprechendes Zubehör*

Wir stellen Ihnen gerne unser Zertifikat zur Verfügung. Sie können es wahlweise:

- > auf der www.afaq.org Webseite unter der Identifikationsnummer 295881184752
- > oder durch Anfrage bei uns per E-Mail contact@e-environment.fr oder Telefon +33 (0)2 99 05 00 09 erhalten

Mit besonderer Freude teilen wir Ihnen auch mit, dass wir seit Beginn diesen Monats SR, TRU, TEVA und UTEVA Resin aus eigener, französischer Produktion verkaufen.

Der technische Teil dieser Ausgabe beschäftigt sich mit den Eigenschaften und Anwendungen des Nickel Resins.

Aude Bombard
Produktmanagerin
Eichrom Environment

Redaktionsleitung: Michaela Langer
Redaktion: Aude Bombard
Druck: IPO - Bruz

EICHROM ENVIRONMENT

Resins

Nickel Resin

Das Nickel Resin erlaubt die Abtrennung von Nickel von anderen Elementen über eine Fällung mit Dimethylglyoxim (abgekürzt als DMG, Abb.1) bei pH 8-9 auf der Säule.

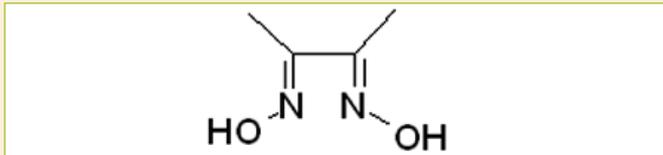


Abb. 1 : DMG.

Während der Fällungsreaktion werden Wasserstoffatome durch ein Äquivalent der Metallionen ersetzt. Entsprechend reagieren zwei Moleküle Dimethylglyoxim⁽¹⁾ mit einem Ni²⁺ Kation:

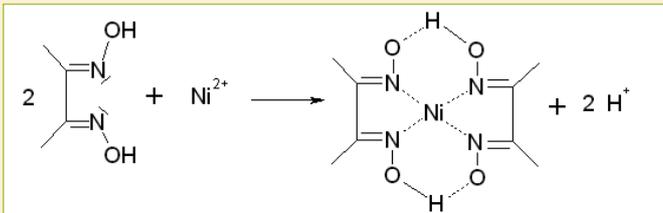


Abb. 2 : Fällungsreaktion des Ni Kations mit 2 Molekülen Dimethylglyoxim, Ni(DMG)₂.

Dichte des Resins	0,25 g/mL Resin
Experimentelle Kapazität	4 mg Ni/ g trockenes Resin

Tab. 1 : Angaben zum Ni Resin⁽²⁾

Der gebildete rötliche Nickel-Dimethylglyoxim Komplex ist wasserunlöslich und sehr stabil (Die Komplexbildungskonstante, log K_i beträgt 14,6⁽³⁾).

Die Ni Trennung unter Verwendung des Ni Resins lässt sich wie folgt zusammenfassen :

Die Probe wird mit einer Ni-Trägerlösung versetzt, wobei die Probe nicht mehr als 3 mg Ni/g trockenes Resin enthalten darf. Danach wird sie zunächst mehrfach mit konzentrierter HCl eingedampft und abschließend in 1M HCl wieder aufgenommen. Zur salzsauren Probelösung wird eine 0,2M Ammoniumcitratlösung hinzugefügt und mit Ammoniak auf pH 8-9 eingestellt. Das Ni-Resin wird zunächst mit einer auf pH 8-9 eingestellten 0,2M Ammoniumcitratlösung konditioniert, im Anschluss wird die Probe auf das Resin gegeben. Beim Durchlaufen der Probe durch die Säule tritt ein pinkfarbender Niederschlag auf. Der Nickel-Dimethylglyoximkomplex wird mit 3M HNO₃ dissoziiert und kann so in wässriger Form vom Resin eluiert werden^(2,4). Das Resin und das Eluat sind unter diesen Bedingungen beide farblos. In diesem Schritt wird ein großer Teil des auf dem Resin adsorbierten DMG co-eluiert.

Ni-63 und Ni-59 können direkt über Flüssigkeitsszintillations- und Gammaskopmetrie gemessen werden⁽²⁾. Der eluierte Ni(DMG)₂ Komplex kann

auch erneut gefällt und filtriert werden. Die Ni-59 Aktivität kann durch Messung des Niederschlags auf dem Filter bestimmt werden. Für die Ni-63 Messung wird der den Niederschlag enthaltende Filter bei 500°C im Ofen mineralisiert. Das entstandene Nickeloxid NiO, wird in einem Minimum an Königswasser aufgelöst und durch wiederholtes Eindampfen mit konz. HCl bis zur Trockene in NiCl₂ überführt. Salzsäure ist Salpetersäure vorzuziehen, da NiCl₂ im Gegensatz zu Ni(NO₃)₂·6H₂O nicht flüchtig ist (der Siedepunkt der Nitratverbindung liegt bei 137°C). Der Nickelrückstand wird abschließend in 0,1M HCl aufgenommen und im Flüssigkeitsszintillationszähler gemessen⁽²⁾.

Die Konditionierung der Säule kann ebenfalls mit Ammoniumtartrat erfolgen. Die Anwesenheit von Citrat oder Tartrat verhindert die Fällung von Metallionen, welche in Ihrer Hydroxid-Form unlöslich sind. Die Gegenwart von Oxidationsmitteln in höherer Konzentration verhindert die Fällung des Ni als DMG-Komplex, da die Bildung des löslichen oxidierten Nickel-Dimethylglyoximoxidkomplexes bevorzugt wird⁽¹⁾.

Enthält die Probe eine größere Menge Eisen, so ist eine vorherige Abtrennung des Eisens notwendig⁽⁴⁾. Ist die Menge des Rückstandes nach dem Eindampfen klein, so kann die Abtrennung des Eisens unter Verwendung des TRU Resins erfolgen:

- 1/ Auflösen des Niederschlags in 8M HNO₃
- 2/ Zugabe einer Fe-Trägerlösung (≤1,5 mg Fe/g trockenes TRU Resin)

3/ Aufgabe der Probe auf das TRU Resin

4/ Spülen des TRU Resins mit 8M HNO₃

Handelt es sich um eine größere Menge Niederschlag so erfolgt die Abtrennung des Eisens mit Hilfe eines Anionenaustauschers des Typs 1x8 :

1/ Auflösen des Niederschlags in 12 M HCl

2/ Zugabe einer Fe-Trägerlösung

3/ Aufgabe der Probe auf den Anionenaustauscher

4/ Spülen des Ionenaustauschers mit 12M HCl

In beiden Fällen wird das Eisen auf der Säule zurückgehalten, während das Nickel eluiert wird. Die Eluate werden bis fast zur Trockene eingedampft und mit HCl aufgenommen. Danach wird die Probe mit 0,2M Ammoniumcitratlösung versetzt und mit Ammoniak auf pH 8-9 eingestellt.

Eine Studie der Dekontaminationsfaktoren des Nickels im Bezug auf andere Radionuklide wurde von D.F. Cahill et L. M. Peedin realisiert⁽⁵⁾. Die Resultate sind in Tabelle 2 dargestellt. Die gleichen Autoren haben auch ihre Standardmethode zur Abtrennung und Bestimmung von Ni-59/63 mit der Nickel Resin Methode verglichen. Ihre Standardmethode bestand aus den nachfolgenden Etappen:

1/ Zugabe der Trägerlösung zur Probe

2/ Ansäuern/Eindampfen

3/ Fällung von Fe(OH)₃

4/ Zentrifugieren/Filtrieren

5/ Einstellung des pH auf 8-9

6/ Fällung des Ni mit DMG

- 7/ Zentrifugieren/ Waschen des Niederschlags
- 8/ Auflösen des Niederschlags
- 9/ Zweite Fällung des Ni(DMG)₂
- 10/ Zentrifugieren/ Waschen des Niederschlags
- 11/ Auflösen des Ni(DMG)₂
- 12/ Zerstörung des Ni(DMG)₂ Komplexes/ Überführung in NiO
- 13/ Auflösen und Messung durch Flüssigkeitsszintillation

Der Vergleich wurde mit den verschiedenen, in ihrem Labor analysierten, Probenarten durchgeführt. Tabelle 3 zeigt, dass die mit beiden Methoden erhaltenen Ergebnisse vergleichbar sind. Der Vorteile der Nickel Resin Methode besteht jedoch darin, dass die Analysezeit von 2-2,5 Tagen auf 1-1,5 Tagen gesenkt und dass die Menge an verwendeten Chemikalien verringert werden konnte.

Radionuklide	Dekontaminationsfaktor
Cr-51	3,5E+02
Mn-54	8E+03
Fe-55	4E+02
Co-58	1E+03
Co-60	1,1E+03
Nb-95	1,3E+02
Cs-134	2,8E+03
Cs-137	3E+03

Tab 2 : Dekontaminationsfaktoren unter Verwendung des Ni Resins für unterschiedliche Radionuklide mit Bezug auf Nickel ⁽⁵⁾.

Nickel Resin existiert in der Korngröße 100-150µm. Es wird entweder als loses Material oder in 2ml Säulen geliefert. In den 2ml Säulen ist das Resin in Ammoniumcitratlösung pH 9 aufgeschwemmt.

Die Eichrom Methode NIW01 beschreibt die genauen

Schritte zur Abtrennung des Nickels. Sie finden sie, wie auch weitere Artikel zum Thema Ni Resin, auf der Webseite <http://www.eichrom.com/> (bitte folgen Sie « Radiochemistry » und dann « Bibliography »).

Probentyp	Standardmethode	Nickel Resin
TL/HS Tank	8,510E-02	8,810E-02
Laborabfalltank	9,842E-02	9,213E-02
WECT Tank	1,595E-01	1,543E-01
Ni-63 Standard	1,876E+01	1,980E+01
Ni-59 Standard	3,700E+02	3,396E+02
DAW Wischproben	1,547E+03	1,713E+03
Rad. Abfallfilter	2,738E+04	2,882E+04
RWCU Resin	6,771E+04	7,585E+04

Tab 3 : Vergleich der Standardmethode und der Ni Resin Methode. ⁽⁵⁾. Die erhaltenen Ni-63 Aktivitäten sind in Bq/Probe angegeben.

Literaturstellen

- (1) Kirby L. J. ; *The Radiochemistry of Nickel*, November 1961, NAS-NS 3051.
- (2) Rajkovich S., Cahill D., Peedin L., Wheland S., Lardy M., Eichrom Cincinnati Users' Seminar, OH - USA (1996); Référence Eichrom RS196.
- (3) Furia T. E., *CRC Handbook of Food Additives; Chapter 6 - Sequestrants in Foods*, 2nd ed. (1972).
- (4) Strebin R., Orr R., Kaye J., Fadeff S., *Nickel-59 and Nickel-63 Determination in Aqueous Samples*. Pacific Northwest Laboratory, Richland, WA - DOE Methods Compendium RP300; Référence Eichrom RP300.
- (5) Cahill D. F., Peedin L. M., *A comparison of Standard and Extraction Chromatography Methods of Analysis for Nickel-59/63 and Tritium*; 41st Annual Conference on Bioassay, Analytical and Environmental Chemistry, Eichrom workshop, Boston, MA - USA, (1995); Référence Eichrom CD195.

Für weitere Informationen stehen wir Ihnen jederzeit gerne zur Verfügung

In Kürze

Projekt 2ml Säulenständer - Bitte teilen Sie uns Ihre Erfahrung mit

Unser Säulenständer (Katalognummer AC-103) wurde ursprünglich für die Verwendung von 50ml Zentrifugenröhrchen als Auffangbehälter entwickelt. In letzter Zeit haben wir jedoch verschiedentlich Änderungsanfragen erhalten. Um den Ständer besser Ihren Bedürfnissen anzupassen, wären wir Ihnen dankbar, wenn Sie die unten stehenden Fragen beantworten und an uns zurücksenden würden. Sie erreichen uns per fax (+33 (0)2 99 05 07 27) oder per E-Mail shappel@e-environment.fr. Für Ihre Hilfe danken wir Ihnen bereits im Voraus recht herzlich.

- 1/ Sind sie mit dem gegenwärtigen Ständer zufrieden ja nein
- 2/ Ist die Höhe des Ständers adäquat zu hoch zu niedrig
- 3/ Gibt es ausreichend Platz zur Positionierung der Gefäße (Becher, Zentrifugenröhren, etc.) unter den einzelnen Säulen? ja nein
- 4/ Benutzen Sie alle verfügbaren Positionen gleichzeitig? ja nein
- Falls nein, warum ? geringere Probenzahl Platzmangel unterhalb des Ständers
- Andere:
- 5/ Erscheint Ihnen eine Nummerierung der Plätze nützlich? ja nein

Mitteilungen

Users' Group Meeting

Das nächste Users' Group Meeting ist in der ersten Jahreshälfte 2008 vorgesehen. Genauere Informationen über Ort und Datum finden Sie in der nächsten Ausgabe unserer RadChem Info.

Etikettierung

Die zur Bezeichnung unserer Produkte verwendeten Etiketten entsprechen den Europäischen Vorschriften. Bitte entnehmen Sie, dem untenstehenden Beispiel einer 50g Flasche TRU Resin die entsprechenden Erklärungen.

The diagram shows a product label for 'Résine TRU 50g / TRU Resin 50g'. The label contains the following information:

- Name und Produkt-nummer (Katalog):** Résine TRU 50g / TRU Resin 50g
- Réf./ Ref. :** TR-B50-A
- Lot/ Batch :** FTR Aaammjij
- Korngrösse:** (100-150 µm)
- Farbkode:** A blue circle representing the color code.
- Classification:** P20/21/22-36/37/38 and 07-22-24-25-46
- Un: Nocif - Nocive - Gesundheitschädlich Carc. Cat. 3**
- EICHROM ENVIRONNEMENT**
- Address:** Campus de Ker Lann, Parc de Lomandière, Bât.C - 35170 Bruz - France - tel : +33 (0)2 99 05 00 09 - contact@e-environnement.fr

Annotations explain the label components:

- Name und Produkt-nummer (Katalog):** Points to the product name and reference number.
- Die Lotnummer besteht aus 4 Teilen :**
 - F** - Frankreich
 - TR** - TRU Resin
 - A** - Korngrösse
 - jjmdd** : Datum der Produktion beginnend mit dem Jahr, nachfolgend dem Monat und dem Tag.
- Korngrösse:** Points to the particle size specification (100-150 µm).
- Farbkode:** Points to the blue circle representing the color code.
- Klassifizierung des Produkts:** Points to the hazard classification and safety symbols.
- Unsere Adresse:** Points to the manufacturer's contact information.

Alle unsere Resin-Flaschen werden automatisch mit ihrem Analysenzertifikat geliefert.

Radiochemie Tagungen in 2008

- > 2nd INCC - 2nd International Nuclear Chemistry Congress, Cancun - Mexico, 13-18 April 2008
<http://depa.fquim.unam.mx/2ndincc/>
- > LSC2008, Davos - Schweiz, 25-30 Mai 2008
<http://lsc2008.web.psi.ch/>
- > PROCORAD - Teddington - UK, 18 - 20 Juni 2008
http://www.procorad.org/fr/avenir_reunion/
- > NRC7 - Seventh International Conference on Nuclear and Radiochemistry, Budapest - Ungarn, 24-29 August 2008
<http://www.nrc7.mke.org.hu/>

Document édité et imprimé sur du papier recyclé.



Sie können Ihre Anfragen ebenfalls an folgende E-Mail Adresse senden: contact@e-environnement.fr

EICHROM ENVIRONNEMENT