

Chromatographische Trennungen von Radionukliden mittels Ammoniummolybdatophosphat auf Papierträger

Über die Ionenaustauscheigenschaften des Ammoniummolybdatophosphats (AMP) gegenüber Alkaliionen wurde mehrfach berichtet¹⁻⁹. Trennungen von Spaltproduktgemischen an Säulenpackungen von AMP sind ebenfalls gelungen, wobei Asbest als Trägermaterial für AMP diente¹⁰. Vor einiger Zeit wurde die Möglichkeit einer Trennung der Alkalimetalle auf chromatographischem Wege mittels AMP-getränktem Papier beschrieben¹¹.

Es wurde versucht, trägerfreie Spaltprodukt-nuklide und trägerfreie bzw. trägerhaltige Radionuklide, die in geringer Konzentration und in kleinen Volumina vorliegen, mittels AMP, das auf Papier aufgezogen wurde (AMP-Papier), zum Zwecke der Identifizierung zu trennen.

Experimentelles

AMP wurde nach der Vorschrift von ALBERTI UND GRASSINI¹¹ auf Chromatographiepapier (Whatman No. 3 MM) aufgebracht. Die Beladung des Papiers betrug 9,5 mg AMP/cm². Es wurden Papierstreifen mit den Abmessungen 25 × 2 cm verwendet. Die durchschnittliche Laufstrecke betrug bei 45 min Laufzeit 12 bis 14 cm, bei 1,5 Stunden 15 bis 18 cm. Die Aktivitätsverteilung auf den getrockneten Streifen wurde mit einer Methansonde ausgemessen, wobei ein Plexiglasschieber (7 mm Dicke) mit einem Schlitz (3 mm) zwischen Streifen und Zählrohr zur Ausblendung der Strahlung verwendet wurde.

Versuche

(1) Trennungen von trägerfreiem ¹³⁷Cs von trägerfreiem ⁹⁰Sr, ¹⁴⁴Ce und ¹⁰⁶Ru bzw. Gemischen dieser Nuklide konnten mit HNO₃ (1 M) als Laufmittel erzielt werden. Die *R_F*-Werte betragen für ¹³⁷Cs bzw. ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, ¹⁴⁴Ce-¹⁴⁴Pr und ¹⁰⁶Ru-¹⁰⁶Rh 0 bzw. 1.

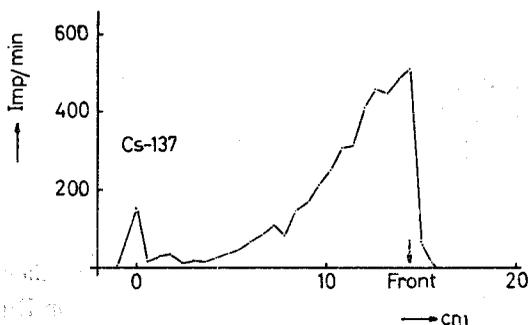


Fig. 1. Aktivitätsverteilung eines Spaltproduktgemisches (Alter: 1 Jahr) auf AMP-Papier. Laufmittel HNO₃ (1 M). Laufzeit 45 min, aufsteigend.

Die Abtrennung des ^{137}Cs aus einem Spaltproduktgemisch (Alter: 1 Jahr) gelang ebenfalls glatt (siehe Fig. 1). Die im Bild erkennbare Aktivitätsverschleppung wurde durch ^{106}Ru und ^{95}Zr verursacht. Mit dem Trägermaterial (Whatman No. 3 MM-Papier) lässt sich unter den gleichen Bedingungen keine Trennung durchführen, da ^{137}Cs mit der Lösungsmittelfront wandert.

(2) Ein Gemisch von trägerfreiem ^{137}Cs , ^{90}Sr - ^{90}Y und ^{144}Ce - ^{144}Pr konnte mit folgender Arbeitsweise getrennt werden: Mit 100 ml NH_4NO_3 -Lösung (0.1 M) als Laufmittel wurde 80 min chromatographiert. Dann wurden dem Laufmittel 10 ml HNO_3 (10 M) zugesetzt und weitere 10 min chromatographiert. Die R_F -Werte waren für ^{137}Cs , ^{90}Y und ^{144}Ce 0 und für ^{90}Sr 1 für NH_4NO_3 -Lösung (0.1 M). Der Zusatz von HNO_3 bewirkt jedoch, dass die offensichtlich als Hydroxyde am Startpunkt adsorbier-ten Nuklide ^{90}Y und ^{144}Ce - ^{144}Pr mit der Front der HNO_3 wandern. Durch geeignete Wahl der Laufzeit erreicht man eine Trennung des ^{90}Y und ^{144}Ce - ^{144}Pr von ^{137}Cs und ^{90}Sr .

(3) Silber und Palladium können mittels AMP-Papier ebenfalls getrennt werden. Dieses Problem stellt sich z.B. bei der Abtrennung der radioaktiven Ag-Isotope aus neutronenbestrahltem Pd. Bei Verwendung von HNO_3 (0.01 M) als Laufmittel wurde zwar eine Trennung erzielt, jedoch waren Ag- und Pd-Zone stark verwaschen (siehe Fig. 2a). Die Trennschärfe wurde durch folgende Massnahme verbessert: Die

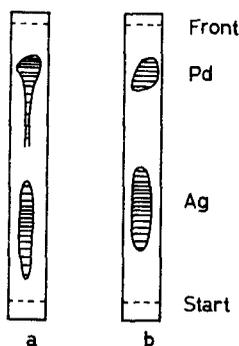


Fig. 2. Trennung von Ag und Pd auf AMP-Papier. Laufzeit 1.5 h, aufsteigend. (a) Laufmittel HNO_3 (0.01 M). (b) Laufmittel HNO_3 (0.01 M \rightarrow 0.1 M).

Konzentration der Salpetersäure wurde im Laufe von 1.5 h von 0.01 M auf 0.1 M verändert. Dies erfolgte in der Weise, dass nach 15, 30, 40, 50, 55, 60, 70, 75 und 80 min je 1 ml HNO_3 (10 M) zu 100 ml HNO_3 (0.01 M) (Startlösung) gegeben wurde. Dadurch wurde die Trennung wesentlich verbessert und gleichzeitig eine Konzentrierung des Pd und des Ag auf einen kleineren Fleck erreicht (siehe Fig. 2b). Die Untersuchungen mit Ag und Pd wurden mit inaktiven und aktiven Lösungen beider Elemente durchgeführt. Die Streifen wurden nach dem Versuch mit einer Lösung von Rubanwasserstoffsäure in Eisessig zur Sichtbarmachung von Trägermengen Pd und Ag besprüht.

Auf Whatman No. 3 MM-Papier konnte unter den gleichen Bedingungen keine Trennung erreicht werden, da beide Elemente mit der Lösungsmittelfront wandern.

Weitere Trennungen von Spaltprodukten und künstlich hergestellten Radionukliden werden zu gegebener Zeit mitgeteilt.

*Institut für Radiochemie,
Kernforschungszentrum Karlsruhe
(Deutschland)*

H. SCHROEDER

- ¹ G. P. BAXTER UND R. G. GRIFFIN, *Am. Chem. J.*, 34 (1905) 204.
- ² H. TERLET UND A. BRIAU, *Ann. fals. et fraudes*, 28 (1935) 546.
- ³ L. GISIGER, *Z. anal. Chem.*, 115 (1938) 15.
- ⁴ W. P. THISTLETHWAITE, *Analyst*, 72 (1947) 531.
- ⁵ H. BUCHWALD UND W. P. THISTLETHWAITE, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 5 (1958) 341.
- ⁶ J. VAN R. SMIT, *Nature*, 181 (1958) 1530.
- ⁷ J. VAN R. SMIT, J. J. JACOBS UND W. ROBB, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 95.
- ⁸ J. KRTEL UND V. KOUŘÍM, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 367.
- ⁹ J. VAN R. SMIT, W. ROBB UND J. J. JACOBS, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 104.
- ¹⁰ J. VAN R. SMIT, W. ROBB UND J. J. JACOBS, *Nucleonics*, 17 (1959) 116.
- ¹¹ G. ALBERTI UND G. GRASSINI, *J. Chromatog.*, 4 (1960) 423.

Eingegangen den 6. Juli 1961

J. Chromatog., 6 (1961) 361-363

Chromatographie en phase gazeuse: caractérisation univoque des pics des dérivés halogénés dans un chromatogramme complexe

L'analyse des solvants complexes par chromatographie en phase gazeuse pose souvent la question de l'identification univoque des pics obtenus sur les enregistrements. Il arrive fréquemment, lorsque les solvants en question renferment à la fois des substances définies et des dérivés du pétrole par exemple, que les rares pics des premières soient plus ou moins masqués par quelques uns des nombreux pics des hydrocarbures constitutifs des seconds. C'est souvent le cas, pour certains mélanges à base de trichloréthylène, de méthylchloroforme, ou encore de chlorure de méthylène, d'une part et d'essence d'autre part, que l'on rencontre dans diverses industries. Pour ces mélanges, et, d'ailleurs, d'une manière générale, le fait qu'un pic occupe la place que devraient occuper le trichloréthylène, le méthylchloroforme ou le chlorure de méthyle, pour s'en tenir à ces trois seuls composés, ne prouve pas que l'on a réellement affaire à chacun d'eux.

Il importe donc de pouvoir attribuer sans équivoque les pics observés aux composés dont on soupçonne la présence, et, dans le cas des dérivés halogénés, une technique simple permet d'y parvenir.

Elle consiste à mettre à profit le fait bien connu que la combustion d'un tel dérivé, lorsqu'elle est accomplie en présence de cuivre métallique, s'accompagne de l'émission d'une lueur bleue verdâtre caractéristique.

J. Chromatog., 6 (1961) 363-365