

Fig. 2. Typical separations of various acid polysaccharides.

### Acknowledgements

Grateful thanks are extended to Dr. ROBERT KOLER and the Division of Experimental Medicine for instruction in the fundamentals of starch-gel preparation; to Dr. JAMES AUSTIN, Division of Neurology, for support; and MARGARET BISCHEL and DONALD MCAFEE both for assistance in developing the method and for the preparations of purified acid polysaccharides.

Division of Neurology, University of Oregon Medical School, JOHN H. BROOKHART  
Portland, Oreg. (U.S.A.)

1 O. SMITHIES, *Biochem. J.*, 61 (1955) 629.

2 J. BODMAN, in I. SMITH (Editor), *Chromatographic and Electrophoretic Techniques*, Vol. II, Interscience, New York, 1960, pp. 91-157.

3 K. MEYER, E. DAVIDSON, A. LINKER AND P. HOFFMAN, *Biochim. Biophys. Acta*, 21 (1956) 506.

Received March 29th, 1965

*J. Chromatog.*, 20 (1965) 191-193

## Die Isolierung von trägerfreiem Strontium-89 und Barium-140 aus kurzzeitig bestrahltem Uran durch Ionenaustauschchromatographie

Der Zweck der vorliegenden Untersuchungen war es, trägerfreies Strontium-89 und Barium-140 von etwa 100  $\mu\text{C}$  in grösstmöglicher Reinheit herzustellen. Als Ausgangsmaterial diente im Reaktor kurzzeitig bestrahltes Uranoxid und Uranmetall.

Die Ionenaustauschmethoden bieten die Möglichkeit, mit einem relativ geringen Arbeits- und Zeitaufwand zum Ziel zu gelangen. In einigen früher beschriebenen Veröffentlichungen<sup>1-5</sup> wurde über die Isolierung von Strontium, Barium und Lanthan untereinander und von Uran und den Spaltprodukten berichtet. Auf Grund der von KRAUS UND NELSON gegebenen Daten<sup>6</sup> über den Anionenaustausch von zahlreichen Metallen in salzsauren Lösungen wird die Trennung der Erdalkalimetalle und Seltenen Erden von Uran und den anderen Spaltprodukten durchgeführt. In der anschliessenden Chromatographie an einem Kationenaustauscher unter Verwendung

*J. Chromatog.*, 20 (1965) 193-196

von Lactatpuffer als Komplexbildner werden einerseits die Seltenen Erden als Gruppe entfernt, andererseits Strontium-89 und Barium-140 in getrennten Fraktionen erhalten.

### Experimentelles

(1) *Doppelter Anionenaustausch in Salzsäure.* Die salpetersaure Ausgangslösung mit Uran und den Spaltprodukten wurde mehrmals mit konz. HCl versetzt und am Wasserbad zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wurde schliesslich mit einigen Millilitern konz. HCl aufgenommen und über eine Säule  $10 \times 100$  mm mit Dowex 1-X8, 100-200 mesh in der Cl<sup>-</sup>-Form, die mit konz. HCl vorbehandelt war, gegeben. Nach dem Einsinken der Lösung in das Harz wurde mit 25 ml konz. HCl nachgewaschen, wobei die Durchflussgeschwindigkeit etwa 0.7 ml/min betrug. Effluent und Waschlösung wurden gemeinsam am Wasserbad zur Trockene gebracht und mit einigen Millilitern 0.1 N HCl aufgenommen. Diese Lösung wurde über eine zweite Säule mit den gleichen Dimensionen und der gleichen Harzfällung gebracht. Diesmal erfolgte der Anionenaustausch in 0.1 N HCl und es wurde mit 25 ml 0.1 N HCl nachgewaschen.

(2) *Chromatographie der Erdalkalimetalle.* Die von der zweiten Anionenaustauschersäule abgeflossene Lösung wurde geteilt und über zwei verschieden dimensionierte Kationenaustauschersäulen gegeben (Säule I:  $11 \times 230$  mm, Säule II:  $4 \times 240$  mm), die mit Dowex 50W-X8, 100-200 mesh in der NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Form, gefüllt waren. An den Säulenenden waren Polyäthylenschläuche befestigt, die je an einem Geiger-Müller-Zählrohr vorbeiführten. Nach dem Einsinken der Lösungen in das Harz wurde zweimal mit einigen Millilitern entionisiertem Wasser nachgewaschen und die Elution mit 1.5 M Ammoniumlactatlösung vom pH 5 begonnen. Die Elutionsgeschwindigkeit betrug 12 ml/h für die Säule I und 6 ml/h für die Säule II. Die Radioaktivität des Eluats wurde in periodischen Zeitintervallen gemessen.

### Diskussion des Trennungsganges

Aus den Elutionskurven (Fig. 1 und 2) geht hervor, dass mit beiden Säulen eine ausgezeichnete Trennung von Strontium und Barium sowohl voneinander als auch von der Gruppe der Seltenen Erden erreicht wurde. Der Durchbruch der Seltenen

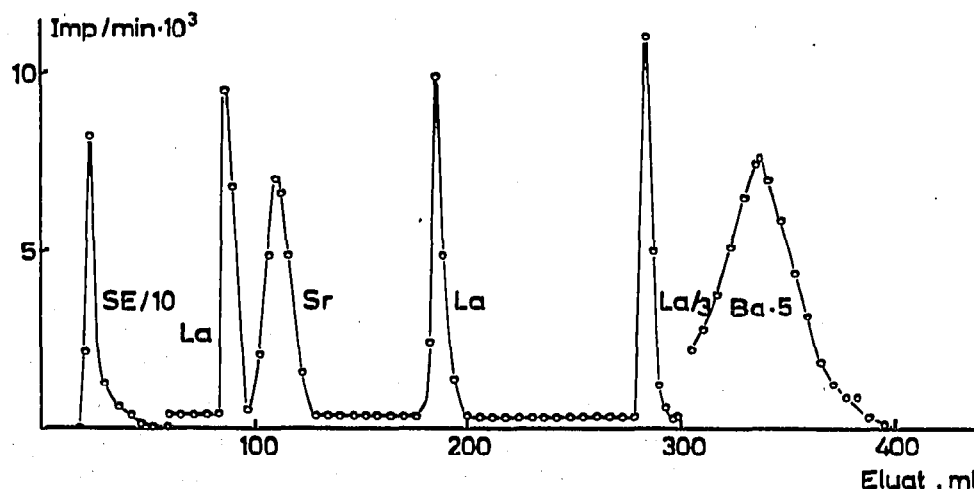


Fig. 1. Die chromatographische Trennung von Strontium und Barium an Säule I.

Erden erfolgte bald nach Elutionsbeginn. Nunmehr sinkt der Aktivitätshintergrund zwischen den einzelnen Maxima nicht mehr auf den Leerwert der Zählordnung ab, sondern hält sich auf einem konstanten Niveau. Diese scheinbare Erhöhung des Hintergrundes ist auf das Auswaschen von kontinuierlich aus Barium-140 nachgebildeten Lanthan-140 zurückzuführen. Dieser Sachverhalt wurde durch  $\gamma$ -Spektrometrie bestätigt. Eine Folge hiervon ist auch die Verunreinigung der Strontiumfraktion, die vor dem Barium erhalten wird. Gleichermassen wurde auch, bedingt durch die Unterbrechung der Chromatographie am Ende eines Arbeitstages, bei

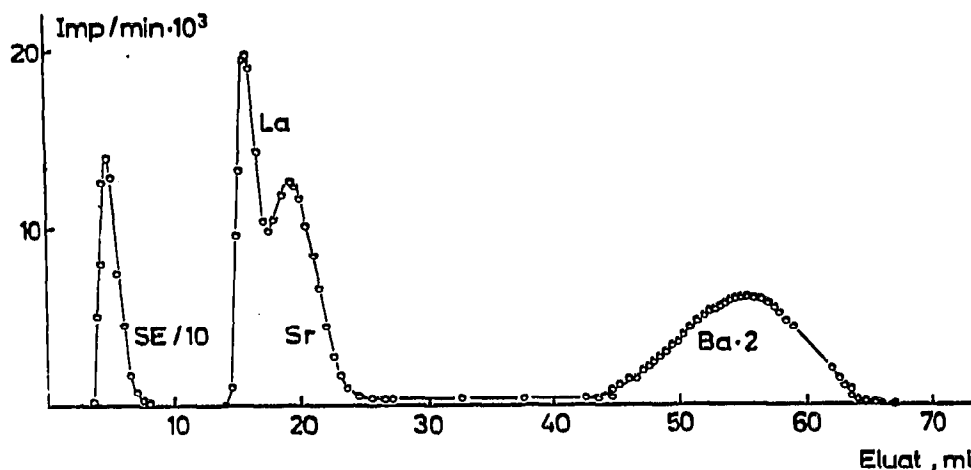


Fig. 2. Die chromatographische Trennung von Strontium und Barium an Säule II.

Wiederaufnahme der Elution das über Nacht gebildete Lanthan-140 eluiert. Man kommt auf diese Weise auch zu reinem Lanthan-140. Das Auftreten von drei Lanthanfraktionen in Fig. 1 wird daher durch die dreimalige Unterbrechung der Trennung verursacht, während bei der Säule II nur eine einzige stattfand. Nach der Elution des Bariums ging schliesslich die Aktivität des Eluats in beiden Fällen auf den normalen Wert des Hintergrundes von etwa 40 Impulsen/min zurück.

Aus der Tatsache, dass einerseits an beiden Säulen eine vollständige Trennung von Strontium und Barium erhalten wurde, andererseits aber die Menge des aufgewandten Eluanten für die Säule I ein Vielfaches der für die Säule II betrug, ergibt sich, dass die erstere überdimensioniert war. Man erhält für die beiden Trennungen, wenn man die Lage der Elutionsmaxima in Beziehung zueinander setzt, relative Trennungsfaktoren, die, wie man sieht (Tabelle I), nur unbedeutend voneinander abweichen.

TABELLE I

TRENNUNGSFAKTOREN BEZOGEN AUF STRONTIUM

	Säule I	Säule II
Seltene Erden	0.22	0.24
Sr	1.00	1.00
Ba	3.05	2.95

Da im vorliegenden Fall das Abfallen des Lanthan-140 in der Strontiumfraktion nicht abgewartet werden konnte, wurde sie noch einmal unter den gleichen Bedingungen (Säule II) chromatographiert (Fig. 3).

Sowohl vom Strontium-89, als auch vom Barium-140 wurden mit Hilfe eines Vielkanalimpulshöhenanalysator die  $\gamma$ -Spektren gemessen. Im Falle des Strontium-89, das kein  $\gamma$ -Strahler ist, stellt das  $\gamma$ -Spektrum eine äusserst empfindliche Reinheitsprüfung dar. Die geringste Verunreinigung durch einen  $\gamma$ -Strahler wird dadurch

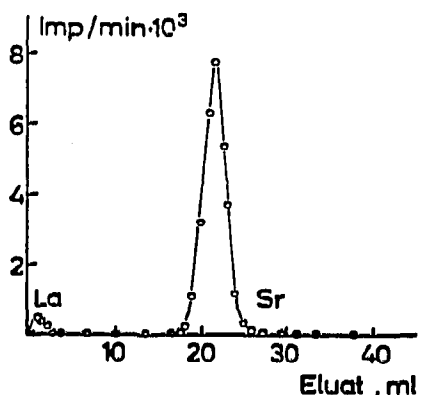
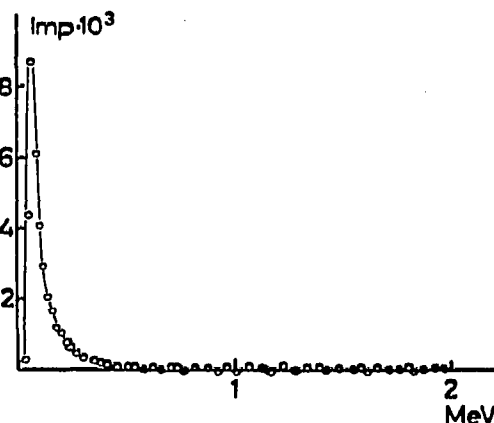


Fig. 3. Die chromatographische Trennung von Lanthan und Strontium an Säule II.

Fig. 4.  $\gamma$ -Spektrum der Strontiumfraktion ( $^{90}\text{Sr}$ ).



erfasst. Fig. 4 zeigt das  $\gamma$ -Spektrum von der Strontiumfraktion. Ausser der Bremsstrahlung, die durch den  $\beta$ -Zerfall hervorgerufen wird, ist im Energiebereich von 100 keV–2 MeV keine Linie aufzufinden. Das  $\gamma$ -Spektrum des Bariumpräparates wies ausschliesslich  $\gamma$ -Energien auf, die vom Paar Barium-140–Lanthan-140 herkommen.

Österreichische Studiengesellschaft für Atomenergie GmbH,  
Reaktorzentrum Seibersdorf, Chemie-Institut, Seibersdorf (Österreich)

H. TITZE\*

- 1 J. G. DALTON UND G. A. WELCH, *Anal. Chim. Acta*, 15 (1956) 317.
- 2 G. SAMOS, *Conf. Anal. Chem. Nucl. Reactor Technology Gatlinburg, Tenn.*, RP 60-10-32 (1960).
- 3 L. WISH, *Anal. Chem.*, 33 (1961) 53.
- 4 G. M. MILTON UND W. E. GRUMMIT, *Can. J. Chem.*, 35 (1957) 541.
- 5 M. LERNER UND W. RIEMAN, *Anal. Chem.*, 26 (1954) 610.
- 6 K. A. KRAUS UND F. NELSON, *Proc. Intern. Conf. Peaceful Uses At. Energy, Geneva*, 7 (1955) 113.

Eingegangen den 30. März 1965

\* z.Z. Universität Göteborg, Institut für anorganische Chemie, Gibraltargatan 5A, Göteborg S, Schweden.