

Séparation des lanthanides par chromatographie sur papier échangeur d'ions SA-2

L'étude exploratoire menée en collaboration avec le Laboratoire de Chimie Macromoléculaire conduisait à la séparation en moins de 4 h de plusieurs dizaines de microgrammes de chacune des terres rares cériques, sur papier SA-2 avec le complexant α -hydroxyisobutyrate d'ammonium (α HIB)¹.

Nous avons poursuivi cette étude afin d'appliquer cette technique à l'analyse des terres rares produits de fission: amélioration de la résolution, accroissement des masses d'entraîneurs, étude de Pm et du groupe Y-Tb-Eu.

Un autre complexant a été expérimenté, le α -hydroxy- α -méthylbutyrate d'ammonium (α H α MB) qui conduit à des séparations meilleures dans des conditions analogues.

Méthode expérimentale

Le papier utilisé est le SA-2 "Reeve-Angel", les complexants α HIB "Fluka" et α H α MB "Kand K". La préparation du papier, les conditions générales de la chromatographie sont celles préconisées par FENYO *et al.*¹. La qualité de la séparation, la reproductibilité sont liées au pH de la solution complexante à ajuster au 1/10 d'unité pH près.

Les essais ont porté sur des masses de dépôt de 25, 125 et 250 μ g par élément, en tache circulaire ou en trait de 4 cm de longueur. Ils ont été poursuivis sur des masses croissantes jusqu'à 1.5 mg par élément dans le mélange. D'une manière générale, un dépôt convenable peut atteindre 60 μ g par élément et par cm. Avec α H α MB, la masse déposée peut être supérieure. La pratique montre que la méthode la plus simple et la

TABLEAU I

R_F ET COEFFICIENTS DE SÉPARATION DES TERRES RARES DANS LES CONDITIONS OPTIMALES DE SÉPARATION AVEC α HIB ET α H α MB

Éléments séparés	Solution complexante					
	0.28 M α HIB pH 4.5		0.28 M α H α MB pH 4.5		0.40 M α HIB pH 3.5	
	R_F	K_s	R_F	K_s	R_F	K_s
La	0.11 \pm 0.01	2.3	0.04 \pm 0.01	3.0		
Ce	0.22 \pm 0.01	1.8	0.11 \pm 0.02	2.0		
Pr	0.34 \pm 0.02	1.6	0.20 \pm 0.01	2.2		
Nd	0.46 \pm 0.02	2.0	0.36 \pm 0.03	3.0		
Pm	0.61 \pm 0.08	2.0	0.62 \pm 0.03	2.3		
Sm	0.77 \pm 0.01	1.5	0.79 \pm 0.07		0.10	
Eu	0.83 \pm 0.03		—		0.16	1.7
Tb					0.39	3.4 ^a
Y					0.58	2.1

^a Gd n'a pas été étudié.

plus efficace consiste à effectuer le dépôt sur le papier sec mis en forme ammonium. Avec des masses croissantes d'entraîneur, la qualité de la séparation dépend de la qualité du dépôt et de la purification de la solution à déposer.

Les taches sont identifiées par autoradiographie sur film Agfa-Gevaert Structurix D7FW et par spectrométrie bêta-gamma. Les R_F sont calculés à partir des mesures isodensitométriques sur les autoradiogrammes (Tableau I).

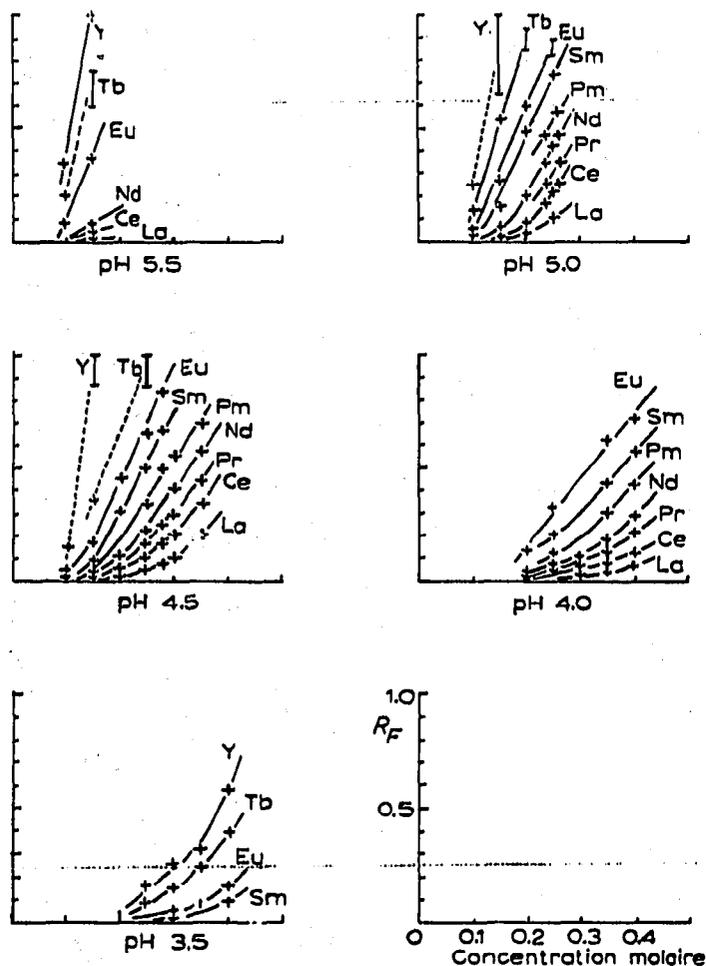


Fig. 1. Influence de la concentration de α HIB et du pH sur les R_F .

Résultats

L'influence de la concentration en α HIB à différents pH est donnée par la Figure 1. Les conditions choisies sont pour le groupe La-Ce-Pr-Nd-Pm-Sm: 0.28 M α HIB à pH 4.5 (Figure 2), et pour le groupe Eu-Tb-Y: 0.4 M α HIB à pH 3.5 (Figure 3).

La séparation en deux chromatographies parallèles est la méthode la plus efficace pour obtenir la pureté radiochimique désirée. Elle n'est pas atteinte par une chromatographie unique sur les neuf éléments: les conditions optimales sont trop différentes pour les terres rares extrêmes La et Y.

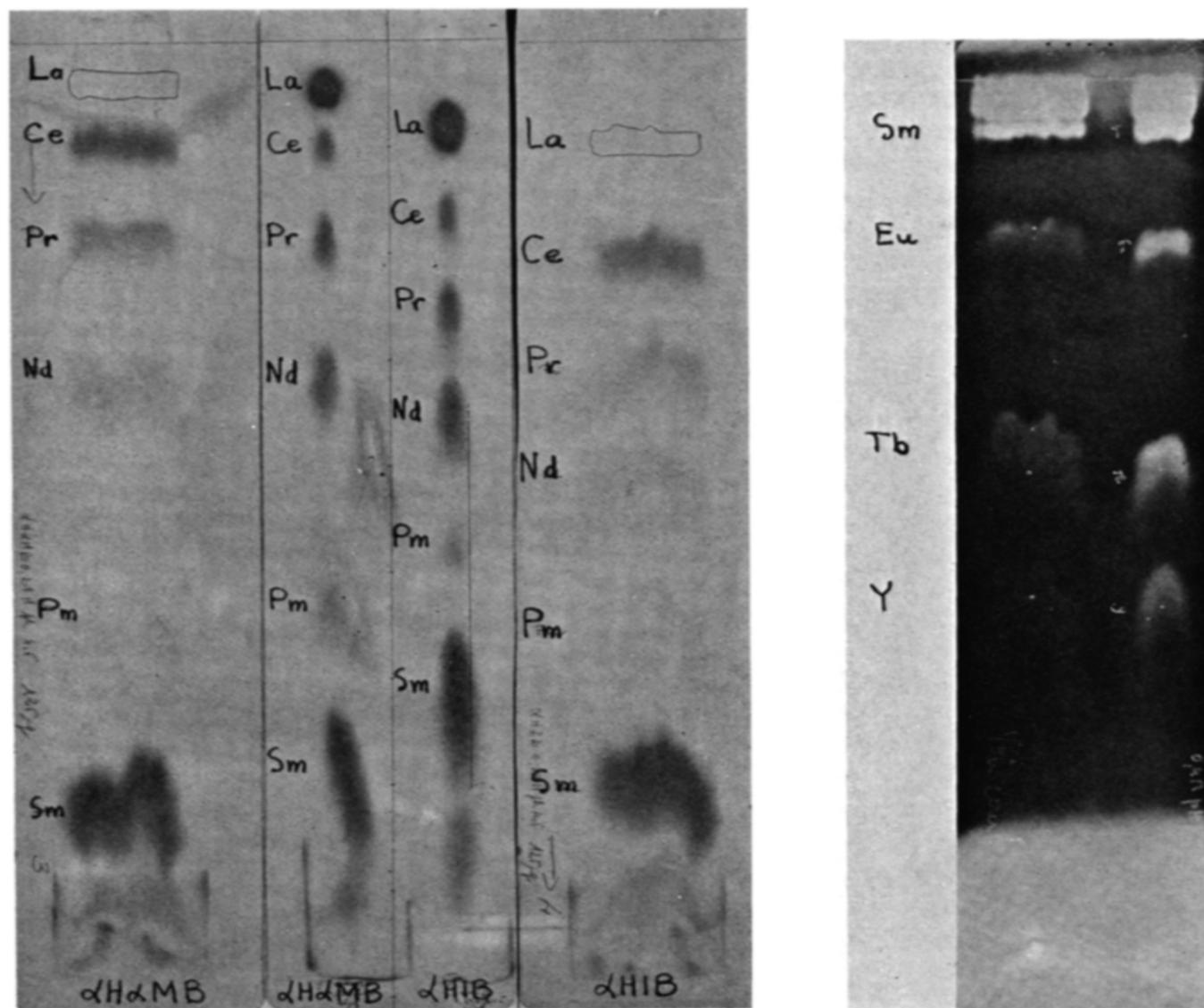


Fig. 2. Séparation des terres cériques avec α HIB et α H α MB (0.28 M à pH 4.5). Dépôt en tache de 25 μ g par élément et en ligne de 125 μ g par élément.

Fig. 3. Séparation de Y, Tb et Eu avec α HIB (0.4 M à pH 3.5).

Les conditions appliquées à α H α MB sont analogues (Figure 2). On note une meilleure séparation du groupe Nd-Pm-Sm des taches mieux définies et une reproductibilité accrue.

La Figure 4 représente des séparations effectuées avec les deux complexants sur le groupe cérique en prenant 1.5 mg d'entraîneur par élément et un dépôt de 16 cm de longueur. Une séparation avec 5 mg d'entraîneur par terre rare serait concevable soit avec plusieurs dépôts soit avec un dépôt unique en employant α H α MB, hypothèse que nous désirons vérifier ultérieurement.

La méthode est applicable à l'analyse des produits de fission. La Figure 5

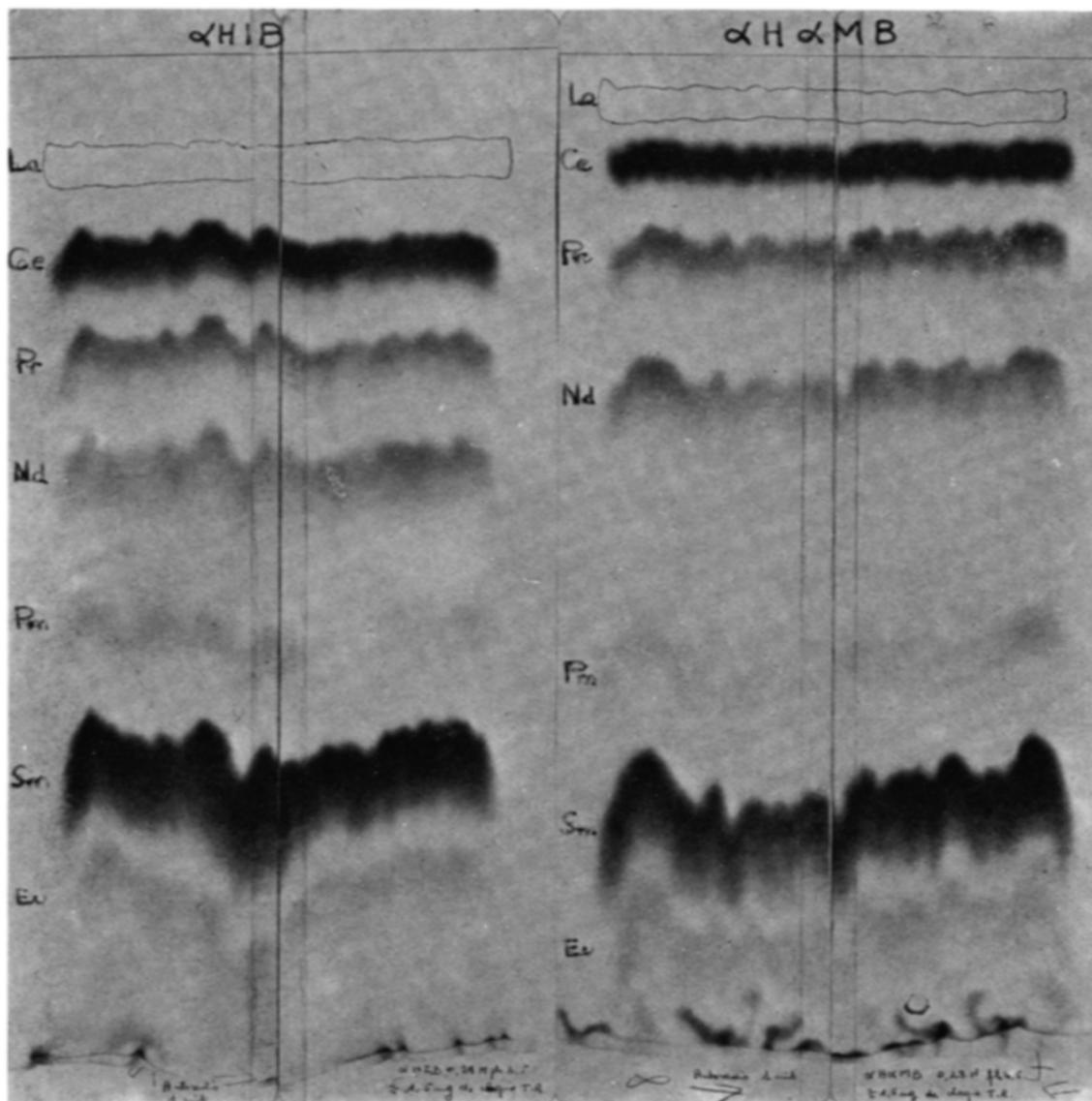


Fig. 4. Séparation des terres cériques avec α HIB et α H α MB (0.28 M à pH 4.5). Dépôt en ligne de 1.5 mg par élément.

illustre la séparation des terres rares isolées à partir d'un uranium irradié, avec 150 μ g d'entraîneur par élément.

Conclusion

La chromatographie sur papier SA-2 présente un grand intérêt dans la purification d'un radioisotope de terre rare sans masse. Également dans les analyses de terres rares avec de faibles quantités d'entraîneur (150 μ g par élément): mesures de sources minces, scintillation liquide, effet Cerenkov. Comparée à nos méthodes habituelles d'analyse sur colonne de résine cationique², la séparation est plus rapide et l'appareillage plus simple. Mais les problèmes annexes posés (traitement chimique préalable plus délicat, qualité du dépôt, localisation et élution des éléments séparés)

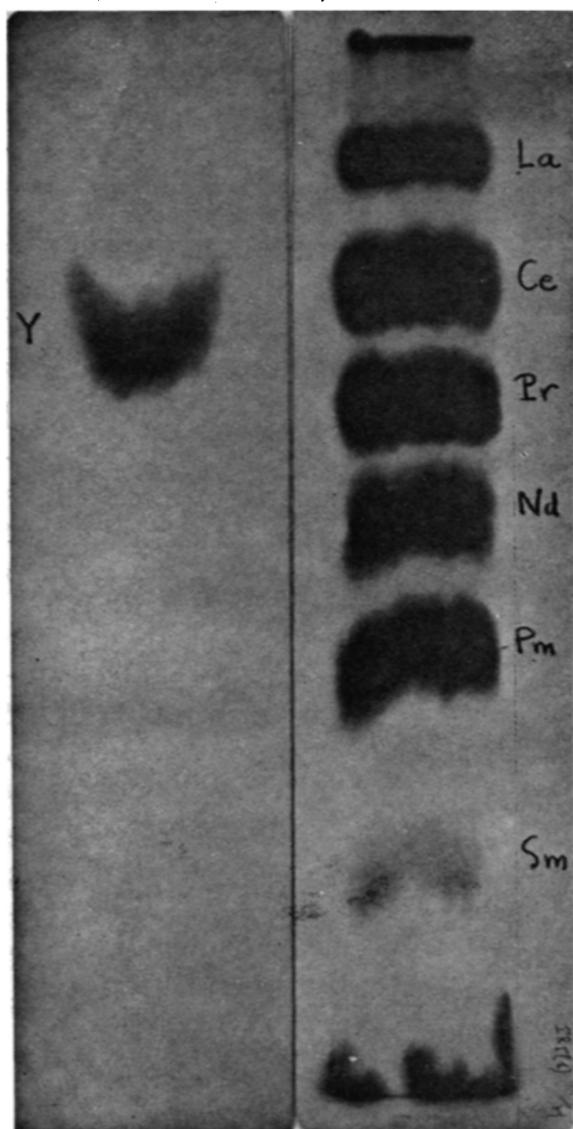


Fig. 5. Séparation de terres rares produits de fission après isolement à partir d'un uranium irradié (150 μg par élément).

conduisent à une durée de l'analyse analogue en l'état actuel de nos travaux.

$\alpha\text{H}\alpha\text{MB}$ présente de grandes possibilités puisqu'il est possible de séparer des masses plus importantes d'entraîneur.

C.E.A.,
Sous-Direction des Essais,
Centre d'Études de Bruyères le Chatel (France)

CLAUDE DUBUQUOY
SIMONNE GUSMINI
DANIELLE POUPARD
MONIQUE VERRY

- 1 J. C. FENYO, E. SELEGNY, S. GUSMINI ET C. DUBUQUOY, *J. Chromatogr.*, 49 (1970) 269.
- 2 S. GUSMINI ET C. DUBUQUOY, *Rapport C.E.A.*, R-4102 (1970).

Reçu le 13 novembre 1970; manuscrit modifié reçu le 27 février 1971