

KFK-88

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM**

**KARLSRUHE**

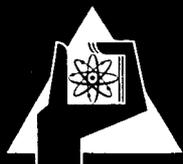
DEZEMBER 1961

KFK 88

INSTITUT FÜR RADIOCHEMIE

CHROMATOGRAPHISCHE TRENNUNG VON RADIONUKLIDEN  
MITTELS AMMONIUMMOLYBDATOPHOSPHAT AUF PAPIERTRÄGER

H. SCHROEDER  
**KERNREAKTOR**



## Chromatographische Trennungen von Radionukliden mittels Ammoniummolybdatophosphat auf Papierträger

Über die Ionenaustauscheigenschaften des Ammoniummolybdatophosphats (AMP) gegenüber Alkaliionen wurde mehrfach berichtet<sup>1-9</sup>. Trennungen von Spaltproduktgemischen an Säulenpackungen von AMP sind ebenfalls gelungen, wobei Asbest als Trägermaterial für AMP diente<sup>10</sup>. Vor einiger Zeit wurde die Möglichkeit einer Trennung der Alkalimetalle auf chromatographischem Wege mittels AMP-getränktem Papier beschrieben<sup>11</sup>.

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 GRASSINI<sup>11</sup> auf Chromatographiepapier (Whatman No. 3 MM) aufgebracht. Die Beladung des Papiers betrug 9,5 mg AMP/cm<sup>2</sup>. 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 <sup>137</sup>Cs von trägerfreiem <sup>90</sup>Sr, <sup>144</sup>Ce und <sup>106</sup>Ru bzw. Gemischen dieser Nuklide konnten mit HNO<sub>3</sub> (1 M) als Laufmittel erzielt werden. Die *R<sub>F</sub>*-Werte betragen für <sup>137</sup>Cs bzw. <sup>90</sup>Sr-<sup>90</sup>Y, <sup>144</sup>Ce-<sup>144</sup>Pr und <sup>106</sup>Ru-<sup>106</sup>Rh 0 bzw. 1.

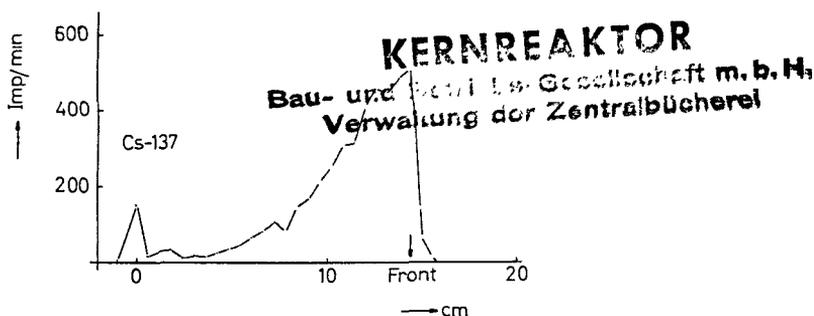


Fig. 1. Aktivitätsverteilung eines Spaltproduktgemisches (Alter: 1 Jahr) auf AMP-Papier. Laufmittel HNO<sub>3</sub> (1 M). Laufzeit 45 min, aufsteigend.

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

(2) Ein Gemisch von trägerfreiem  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ - $^{90}\text{Y}$  und  $^{144}\text{Ce}$ - $^{144}\text{Pr}$  konnte mit folgender Arbeitsweise getrennt werden: Mit 100 ml  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ -Lösung (0.1 *M*) als Laufmittel wurde 80 min chromatographiert. Dann wurden dem Laufmittel 10 ml  $\text{HNO}_3$  (10 *M*) zugesetzt und weitere 10 min chromatographiert. Die  $R_F$ -Werte waren für  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Y}$  und  $^{144}\text{Ce}$  0 und für  $^{90}\text{Sr}$  1 für  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ -Lösung (0.1 *M*). Der Zusatz von  $\text{HNO}_3$  bewirkt jedoch, dass die offensichtlich als Hydroxyde am Startpunkt adsorbier-ten Nuklide  $^{90}\text{Y}$  und  $^{144}\text{Ce}$ - $^{144}\text{Pr}$  mit der Front der  $\text{HNO}_3$  wandern. Durch geeignete Wahl der Laufzeit erreicht man eine Trennung des  $^{90}\text{Y}$  und  $^{144}\text{Ce}$ - $^{144}\text{Pr}$  von  $^{137}\text{Cs}$  und  $^{90}\text{Sr}$ .

(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  $\text{HNO}_3$  (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

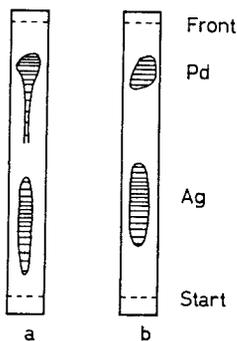


Fig. 2. Trennung von Ag und Pd auf AMP-Papier. Laufzeit 15 h, aufsteigend. (a) Laufmittel  $\text{HNO}_3$  (0.01 *M*). (b) Laufmittel  $\text{HNO}_3$  (0.01 *M* → 0.1 *M*).

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  $\text{HNO}_3$  (10 *M*) zu 100 ml  $\text{HNO}_3$  (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 Rubeanwasserstoffsäure 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

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

Eingegangen den 6. Juli 1961

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