

Reinigung von ^{244}Cm im Grammbereich durch Extraktionschromatographie

Von K. Buijs, F. Maino, W. Müller, J. Reul und J. Cl. Toussaint

Die Technik der Extraktionschromatographie, welche die Anpassungsfähigkeit von Extraktionssystemen mit der einfachen Handhabung und der Trennwirkung von Chro-

men trotz der hohen Leistungsdichte während der Reinigung und der Elution der Cm-Fraktion nicht angegriffen; die Kationenaustauschersäule wurde hingegen oberhalb der Cm-Bande durch Gasblasen aufgewirbelt. Auf allen Säulen ließ sich die Position der Cm-Bande an ihrer intensiven Radiolumineszenz erkennen.

Nach Analysen, die am Oak Ridge National Laboratory durchgeführt wurden, konnte der Gehalt an inaktivem

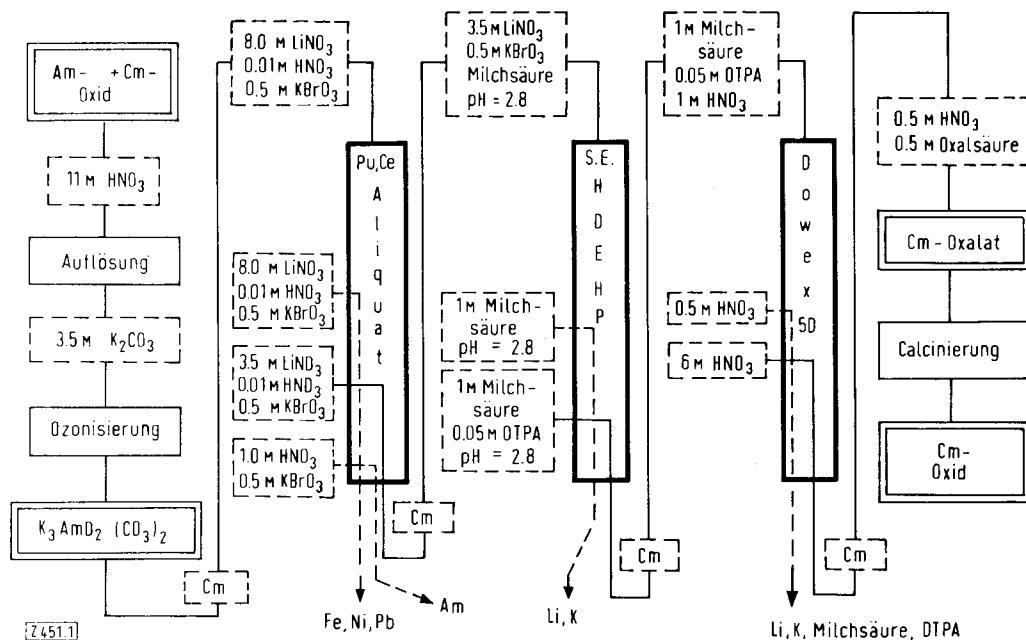


Abb. 1. Fließschema für die Reinigung von ^{244}Cm durch Extraktionschromatographie.

S.E. = Lanthaniden, DTPA = Diäthylentriaminpentaessigsäure.

matographieverfahren vereint, ist mit Erfolg für die Reinigung von ^{244}Cm im Milligrammbereich verwendet worden^[1, 2]. Wegen ihrer im Vergleich zu Ionenaustauschern geringeren spezifischen Kapazität werden Extraktionschromatographiesäulen in ihrem Verhalten weniger durch die Zerfallswärme von α -Strahlern wie ^{244}Cm (spez. Leistung: 2.83 W/g) beeinflusst. Die Extraktionschromatographie schien deshalb auch für die Reinigung von ^{244}Cm im Grammbereich geeignet zu sein.

Aus einem Oxidgemisch, das 5.9 g ^{244}Cm und 5.1 g ^{243}Am enthielt, wurde die Hauptmenge des Americiums durch wiederholte Fällung von $\text{K}_3\text{AmO}_2(\text{CO}_3)_2$ abgetrennt. Dabei wurden eine Cm-Fraktion mit 2.7% Am und eine Am-Fraktion mit 0.4% Cm erhalten. Die Cm-Fraktion wurde anschließend durch Extraktionschromatographie und Kationenaustausch weitergereinigt (Abb. 1).

Die Reinigung wurde ausschließlich in Nitratmedien durchgeführt, welche sich gegenüber Chloridphasen durch geringere Radiolyse der Lösungen und geringere Korrosion von Gerät und Handschuhkästen vorteilhaft unterscheiden. Zudem wird restliches Nitrat während der Calcination des Oxalats zersetzt.

Jede der Extraktionschromatographiesäulen hatte ein Volumen von 1 l und enthielt Kieselgur als inertes Trägermaterial. Die Gewichtsverhältnisse von Tricaprylmethylammonium(Aliquat-336)nitrat und Bis(2-äthylhexyl)phosphorsäure (HDEHP) zu Kieselgur waren 0.25:1 und 0.11:1. Die Extraktionschromatographiesäulen wur-

den unzureichende Reinigungen im Cm durch das beschriebene Verfahren von 7.8 auf 0.65% verringert werden; der Am-Gehalt betrug noch 0.28%.

Zur Reinigung wurden Master-Slave-Manipulatoren in einem Handschuhkasten verwendet, der zum Schutz gegen die Neutronenstrahlung des ^{244}Cm sowie die Gammastrahlung des ^{243}Am (^{239}Np) und der in Spuren vorhandenen Spaltprodukte hinter 25 cm Wasserabschirmung aufgestellt war.

Eingegangen am 11. Mai 1971 [Z 451]

[1] E. P. Horwitz, C. A. H. Bloomquist, K. A. Orlandini u. D. J. Henderson, *Radiochim. Acta* 8, 127 (1967).

[2] W. Müller, F. Maino u. J. Cl. Toussaint, Bericht EUR-4409(e) (1970).

P,P-Diphenyl-äthylendiphosphan^[**]

Von R. Bruce King und Pramesh N. Kapoor^[†]

Wir beschreiben hier die Synthese von *P,P*-Diphenyl-äthylendiphosphan (4), unseres Wissens der ersten Verbindung, die eine primäre und eine tertiäre Phosphangruppe enthält. Die $\text{P}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{P}$ -Gruppierung wurde dabei erstmals durch basenkatalysierte $\text{P}-\text{H}$ -Addition an eine Vinylgruppe dargestellt, die an ein tetrakoordiniertes P-Atom gebunden war. Alle bisher be-

[†] Prof. Dr. R. B. King und Dr. P. N. Kapoor
The University of Georgia, Department of Chemistry
Athens, Georgia 30601 (USA)

[**] Diese Arbeit wurde zum Teil vom Air Force Office of Scientific Research (Grant AF-AFOSR-71-2000) unterstützt.

[*] K. Buijs, F. Maino, W. Müller, J. Reul und J. Cl. Toussaint
Euratom, Europäisches Institut für Transurane
75 Karlsruhe, Postfach 2266