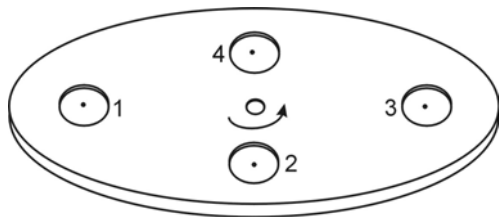


# Das System ALOHA für eine on-line Chromatographie mit $7,4\text{-sec }^{265}\text{Sg}$

A. Kronenberg<sup>1</sup>, J.V. Kratz<sup>1</sup>, U. Krille<sup>1</sup>, G. Lehr<sup>1</sup>, U. Rieth<sup>1</sup>, W. Brühle<sup>2</sup>, M. Schädel<sup>2</sup>, E. Schimpf<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>Institut für Kernchemie, Universität Mainz, <sup>2</sup>GSI Darmstadt

In den letzten Jahresberichten wurde über die Bemühungen zur Vorbereitung eines on-line Chromatographie-Experiments für Seaborgium berichtet. Verweilzeitmessungen im Pulsbetrieb am TRIGA Reaktor zeigten, dass das für kurzlebige Hf- und W-Isotope, sowie für ein erstes Transactinidenexperiment mit  $^{261}\text{Rf}$  ( $T_{1/2}=78\text{s}$ ) erfolgreich eingesetzte Entgasersystem [1] für das sehr kurzlebige Seaborgium zu langsam ist. Deshalb wurde ein neues System entwickelt, dass nach dem Impaktionsprinzip, wie bei der Chemieapparatur ARCA, arbeitet.

Der experimentelle Aufbau ist auf einer mit Elektromotor angetriebenen Scheibe realisiert worden, die im laufenden Experiment die Sammelmulden sehr schnell und ohne Belüftung der Vakuumkammer und Abstellen des Gasjets mit kurzen Taktfrequenzen (bis zu 1s) wechseln kann. Somit ist eine quasi-kontinuierliche Arbeitsweise möglich. Der Elektromotor (mit SPS-Modul) erlaubt eine schnelle und präzise Positionierung der Sammelmulden über den Kapillaren, durch die die Lösung mittels HPLC-Pumpe gepumpt wird. Der Aufbau konnte so verbessert werden, dass das Vakuum in der Impaktionseinheit auch bei Gasflüssen von  $2\text{-}3\text{ L/min} < 2\text{ mbar}$  beträgt. Alle Dichtringe sind FEP-ummantelt mit elastischem Silikonkern.

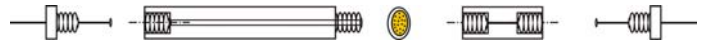


**Abb. 1** Drehende Abscheidepositionen

Die angelieferte Aktivität wird in Position 1 gesammelt, und in der nächsten Position 2 durch einen kontinuierlichen Lösungsmittelstrom abgelöst, während in der Position 1 bereits wieder gesammelt wird (Abb. 1). In Position 3 kann in dieser Zeit ein Reinigungsschritt angeschlossen werden, der die in Position 2 nicht abgelöste Aktivität entfernt oder durch ein Umpumpen von organischen Lösungsmitteln, wie Aceton, kann zurückgebliebene wässrige Lösung entfernt werden, die sich sonst in Position 4, in der die Sammelmulde getrocknet werden soll, nicht schnell genug entfernen lässt. Der Trockenschritt an Position 4 ist notwendig, da Feuchtigkeit in der Sammelmulde, wenn sie in die Position 1 gelangt, durch das Vakuum verdampft wird und dabei Eis bildet. Dieses Eis schlägt sich zumeist an der Gasjet-Düse nieder und verstopft diese.

Messungen am TRIGA Reaktor mit trägerfreien Spaltprodukten und Gasjet zeigten, dass sich die Abscheidung der Aerosole auf harten Metallen praktisch vollständig realisieren ließ, jedoch weiche Materialien, wie PCTFE und KEL-F weniger geeignet sind. Auf letzteren scheiden sich nur 80-90% der angelieferten Aerosole ab. Wegen der Chemikalienbeständigkeit gegenüber Lösungen mit HF wurde die Scheibe aus Tantal gefertigt.

Die Chromatographiesäulen wurden für den später geplanten Einsatz mit genauen Dimensionen angefertigt und präpariert. Dabei wurde die Säulendimension der erforderlichen Harzeinwaage angepasst. Die Säule, deren Aufbau Abb. 2 in Fließrichtung von links nach rechts zeigt, wurden aus KEL-F gefertigt.



**Abb. 2** Chromatographiesäulen aus KEL-F für HF-Lösungen

Die Fritten, welche die Säulen nach unten hin abschließen, wurden von der Firma Upchurch Scientific<sup>®</sup> bezogen. Diese Fritten mussten wegen der in den Experimenten verwendeten Säuren aus PEEK gefertigt sein. Sie zeichnen sich durch eine Porengröße von  $10\text{ }\mu\text{m}$  aus und besitzen eine KEL-F-Ummantelung, die gegenüber der KEL-F-Säule abdichtet. Zum Füllen der Säulen wurde eine Füllapparatur gebaut, die aus einem Druckluftkolben (der Firma FESTO<sup>®</sup>, Esslingen) besteht, der das in einer Injektionspritze aufgeschlämmte Harz bei 10 bar Druck in die Säule einspült.

In einer Teststrahlzeit wurde der Aufbau mit dem System ALOHA am UNILAC der GSI für die Dauer von einem Tag unter realistischen Experimentbedingungen betrieben. Von der Targetkammer mit rotierendem Targetrad wurde eine 2 mm Stahlkapillare zum Experimentierplatz X1A gelegt (Länge etwa 8 m). Mit einem Gadolinium-Target wurden in der Kernreaktion  $^{nat}\text{Gd}$  ( $^{22}\text{Ne}$ , xn) kurzlebige Wolframisotope produziert, die durch Impaktion in ALOHA abgeschieden und mit einer Taktfrequenz von 2 s abgelöst wurden. Das Vakuum in der Impaktionseinheit war dabei während der gesamten Experimentierzeit  $< 2\text{ mbar}$  bei einem He-Gasfluss von  $2,5\text{ L/min}$ . Als Filtersäulen wurden jeweils 68 mg DOWEX 50WX8 (minus 400 mesh) verwendet. Die Chromatographiesäule wurde mit 6 mg Aminex A27 gefüllt. Die Kapillaren zwischen den Säulen bzw. von der Unterseite der Position 2 hatten einem Innendurchmesser von  $0,3\text{ mm}$ . Die Kapillare zu den Säulen war 180 mm lang. Die Flussrate der Lösung betrug wegen der kurzen Halbwertszeit von  $^{265}\text{Sg}$   $2\text{ mL/min}$ .

Während des Betriebs wurde das durch alle drei Säulen durchlaufende Wolfram stündlich  $\gamma$ -spektroskopisch gemessen und die Ausbeute gegen einen Directcatch bestimmt. Dabei wurden die Röntgenlinien ausgewertet. Dies bietet auch bei einem späteren Seaborgiumexperiment die Möglichkeit der ständigen Kontrolle der Ausbeute der angelieferten bzw. abgeschiedenen Aktivitäten, da das Wolfram in  $0,005\text{ M HF}/0,1\text{ M HNO}_3$  durch alle drei Säulen ohne Verzögerung durchläuft. Die Ausbeuten betragen im Mittel 89%. Dies entspricht dem Wert für die Ausbeute der Impaktion, kombiniert mit der Ausbeute für das Ablösen von der Tantalscheibe bei 2 s Ablösezeit.

## Referenzen

[1] A. Kronenberg, Dissertation, Universität Mainz, 2001