

## Weiterentwicklung der MicroSISAK-Apparatur

K. Eberhardt<sup>1</sup>, Y. Dienes<sup>1</sup>, J.V. Kratz<sup>1</sup>, A. Müller<sup>2</sup>, N. Trautmann<sup>1</sup>, P. Zeimentz<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institut für Kernchemie, Universität Mainz; <sup>2</sup>Institut für Mikrotechnik, Mainz

Mit dem schnellen Zentrifugensystem SISAK-3 kann aus einem komplexen Kernreaktionsproduktgemisch mittels kontinuierlicher flüssig-flüssig-Extraktion innerhalb weniger Sekunden ein Element selektiv abgetrennt und zu einem Detektionssystem geleitet werden [1]. Kürzlich wurden mit diesem System das chemische Verhalten von Rutherfordium (Rf, Z=104) untersucht [2]. Das SISAK-3-System arbeitet dabei mit hohen Flussraten zwischen 0.5 und 3 ml/s. In jüngster Zeit wird in Zusammenarbeit mit dem Institut für Mikrotechnik (IMM) in Mainz versucht, ein sog. MicroSISAK auf der Basis von Mikrosystemkomponenten [3] aufzubauen. Ein solches System sollte Trennzeiten im Sekundenbereich bei deutlich reduzierten Flussraten aufweisen. Dabei wurde zum Mischen von organischer und wässriger Phase ein vom IMM entwickelter Mikromischer eingesetzt. Die beiden zu kontaktierenden Phasen werden innerhalb des Mischers durch 20-50 µm breite Kanäle geleitet. Beim Verlassen dieser Anordnung durch einen gemeinsamen Auslass werden die Phasen innig vermischt [3,4].

Zur nachfolgenden Trennung der Emulsion aus organischer und wässriger Phase sind kommerziell erhältliche Filtermembranen aus Teflon mit einer Porenweite von ca. 0.5 µm geeignet [4]. Hier haben sich Zefluor-Filter der Firma Gelman bewährt, bei denen die mikroporöse Membran mit einer makroporösen Stützschiene verbunden ist, wodurch die mechanische Stabilität des Filters deutlich erhöht wird.

Für eine kontinuierliche Extraktion, werden die organische und die wässrige Phase über eine peristaltische Pumpe dem Mikromischer zugeführt, der mit einer Filterapparatur aus PEEK verbunden ist. Abbildung 1 zeigt eine schematische Darstellung dieses Aufbaus. In der Filterapparatur erfolgt die Phasentrennung. Mittels eines Reduzierventils kann der Druck in der Apparatur verändert werden, um eine saubere Phasentrennung zu gewährleisten.

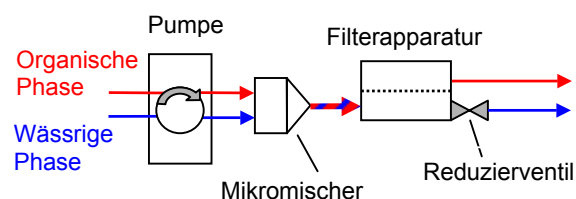


Abb. 1: Aufbau der MicroSISAK-Apparatur

Die Filterapparatur besteht aus einem Ober- und einem Unterteil, hergestellt aus PEEK, in das mäanderförmige Kanäle so eingearbeitet

sind, dass diese sich genau gegenüber liegen. Zwischen Ober- und Unterteil wird der Teflonfilter eingelegt und mit zwei Teflonringen abgedichtet. Die Gesamtlänge der 1 mm breiten Kanäle beträgt 204 mm. In die Kanäle wurde zusätzlich ein Gefälle eingefräst, um den Druckverlust in dem an organischer Phase immer mehr verarmenden Gemisch entgegenzuwirken. Die Gesamttiefe der sich gegenüberliegenden Kanäle ist konstant und beträgt 3 mm. Es ergibt sich damit ein Volumen von 0.61 ml.

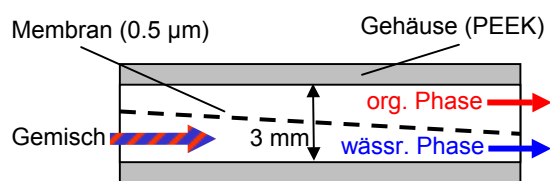


Abb. 2: Filterapparatur zur kontinuierlichen Phasentrennung (vgl. auch Abb.1).

Zum Test der MicroSISAK-Apparatur wurde die Extraktion von <sup>99m</sup>Tc ( $T_{1/2}=6$  h;  $E_{\gamma}=141$  keV) aus 0.1 M  $H_2SO_4$  mittels Tetraphenylarsoniumchlorid (TPAC) in Chloroform untersucht. Aus den getrennten Phasen wurden Aliquots entnommen und durch Vergleich der jeweiligen <sup>99m</sup>Tc-Aktivität die Extraktionsausbeute für Tc bestimmt. Bei Flussraten (F) von 0.5 ml/min. pro Phase liegt die Extraktionsausbeute bei ca. 70% und steigt bis auf ca. 90% für F=6 ml/min. Bei der Extraktion von Tc aus 0.05 M  $HNO_3$  / 0.05 M  $KBrO_3$  mit Trioctylamin (TOA) in Toluol resultieren für F=0.5 - 6 ml/min Extraktionsausbeuten von 90-95%. Bedingt durch das - im Vergleich zum Mikromischer - große Volumen der Filterapparatur liegt die Aufenthaltsdauer aber noch im Bereich von 30-40 s (für F=0.5 ml/min).

In Zusammenarbeit mit dem IMM soll nun versucht werden, die Filterapparatur weiter zu verkleinern und die Trennleistung für Flussraten unter 0.1 ml/min zu optimieren.

### Literatur

- [1] H. Persson et al., Radiochim. Acta **48**, (1989) 177
- [2] J.P. Omtvedt et al., J.Nucl.Radiochem. Sci. **3**, (2002) 121
- [3] W. Ehrfeld et al., „Microreactors“, WILEY-VCH, Weinheim (2000)
- [4] K. Eberhardt et al., Jahresbericht Institut für Kernchemie 2001, A 10