# Entwicklung radiochemischer Trennverfahren für ein ferngesteuertes Experiment im Rahmen von CINCH-II

Wolfgang Schulz

19. Oktober 2015

## ${\bf Selbst st \ddot{a} n digkeit serk l\ddot{a} rung}$

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig verfasst habe und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt wurden. Alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden sind als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit hat bisher, weder in gleicher, noch in ähnlicher Form einer Prüfungsbehörde vorgelegen.

Hannover den 19. Oktober 2015,

Wolfgang Schulz

## Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung				
2	Ein	leitung	5		
-	2.1	Das CINCH II-Projekt	5		
	2.2	Entwicklung eines fernsteuerbaren Ionenaustauschexperimentes	5		
3	3 Theorie				
Ŭ	3.1	Grundlagen des Ionenaustausches	7		
	3.2	Ionenaustauscher in der Nuklearchemie	11		
		3.2.1 Charakteristische Größen in der Extraktionschromatographie	13		
		3.2.2 Einfluss von Fremdionen auf die Retention	14		
	3.3	Radiochromatographie	16		
		3.3.1 Statistische Auswertung von Radiochromatogrammen	19		
	3.4	Ansätze für fernsteuerbare Experimente	20		
		3.4.1 Versuchsskizze: Analyse von Blei aus der Radiumzerfallsreihe	21		
		3.4.2 Versuchsskizze: Trennung von Sr und Y	22		
		3.4.3 Auswahl eines geeigneten Nuklidgemisches für das Experiment	23		
<b>4</b>	$\mathbf{Exp}$	erimenteller Teil	<b>24</b>		
	4.1	Material und Methoden	24		
		4.1.1 Verwendete Chemikalien	24		
		4.1.2 Verwendete Säulen	25		
		4.1.3 Methodik der Versuche	25		
		4.1.4 Auswertung der Chromatogramme	26		
	4.2	Versuche zur Bestimmung und Erhöhung der Messeffizienz	27		
		4.2.1 V.1. Aktivitätsmessungen in Tropfengeometrie	27		
		4.2.2 V.2 - Aktivitätsmessung in 'Rutschengeometrie'	30		
		4.2.3 V.3 - Verwendung von Calciumsilikatgewebe und 8M $HNO_3$	31		
		4.2.4 V.4 - Verwendung von 2M $\text{HNO}_3$	32		
		4.2.5 V.5 - Verwendung einer flachen Detektionsgeometrie	33		
		4.2.6 V.6 - Verwendung einer stellen Detektionsgeometrie	34		
		4.2.7 V.7 - Einnuss einer verringerten Flussrate	35 96		
		4.2.8 V.8 - Verwendung von Detergentien	- 20 - 20		
		4.2.9 V.9 - Verwendung von breiterem Calciumsilikathand	30		
		4.2.10 V.10 - Verwendung von Superspreader-Detergentien	40		
		4.2.12 V.12 - Verwendung alternativer Materialien für die Detektionsrutsche	41		
		4.2.13 V.13 Verwendung von Dünnschichtchromatographieplatten in Rechteck-			
		und in Rautenform	42		
		4.2.14 V.14 Verwendung von Zellulosefaser im fernhantierten Experiment	43		
		4.2.15 V.15 Verwendung von Glasfaserfilamentgewebe	44		
	4.3	V.16 Versuche zur Bestimmung der Strontiumretention	45		
	4.4	V.17 Versuche zum Einfluss von Hintergrundelektrolyten	47		
5	Auf	bau des Prototypen	49		
-	5.1	Technische Realisierung	49		
	5.2	Programmiertechnische Realisierung	54		
6	Ionl	ah in der Praxis	55		
9	6.1	Übersicht über das Programm	55		
	6.2	Anleitung für einen einfachen Experimentablauf	58		
-	с <b>т</b>		07		
1	Sch.	lussioigerung	01		
8	Dan	ıksagung	63		

#### A Anhang $\mathbf{65}$ A.1 REM-Bild des verwendeten Calciumsilikatgewebes 6565A.3 Zusammenfassung der erhaltenen Messparameter 67 A.4 Datenblätter 69 A.4.1 69 A.4.270A.4.3 73A.4.4 79A.4.5 81 A.4.6 Zählelektronik 87 95

#### 1 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurde ein fernhantierbares Ionenaustauschexperiment für die Verwendung in der radiochemischen Ausbildung entwickelt. Mit diesem, in der Folge IonLab genannten, Aufbau lassen sich einfache Nuklidtrennungen säulenchromatographisch bewerkstelligen und mit Hilfe eines Geiger-Müller-Zählrohrs ein Chromatogramm der Aktivität aufnehmen.

In der **Einleitung** wird zunächst der Hintergrund und die Motivation, die hinter der Entwicklung solcher fernhantierbarer Ausbildungsexperimente stecken, dargelegt und der Wert von Ionenaustauschexperimenten in diesem Rahmen aufgezeigt.

Im Abschnitt **Theorie** werden die wesentlichen Hintergründe, zum Verständnis der verwendeten Trenn- und Detektionsmethode, erläutert. Dazu werden zunächst die allgemeinen Prozesse des Ionenaustausches dargelegt, sowie die Unterschiede von Ionenaustauschmaterialien für die Extraktion und solchen für die Chromatographie aufgezeigt.

Um den Wert eines Ionenaustauschexperimentes für die Ausbildung zu verdeutlichen, werden daraufhin einige Vewendungen von Ionenaustauschern in der Nuklearchemie aufgezeigt. Hierbei wird speziell auf das Konzept der Ionenextraktionschromatographie von Radionukliden eingegangen, welches im entwickelten Versuch Verwendung findet.

Um das Potential von IonLab für verschiedene Lehrexperimente zu demonstrieren, werden im Anschluss zwei Beispiele für realisierbare Versuche skizziert und miteinander verglichen. Von den skizzierten Versuchen wurde eine Trennung von Sr-90 und Y-90 für den ersten Aufbau des fernhantierten Prototyps ausgewählt, wobei sich der Abschnitt ausführlich den Gründen für diese Auswahl widmet.

Im **experimentellen Teil** sind die wesentlichen, im Rahmen der Entwicklung durchgeführten Experimente ausführlich beschrieben. Schwerpunkt der hier beschriebenen Versuche stellt die Verbesserung der verwendeten Detektionsmethode, insbesondere im Hinblick auf die schwach durchdringende  $\beta^-$ -Strahlung des Sr-90, dar. Desweiteren wurden Experimente zum Einfluss von Hintergrundelektrolyten auf die Trennung, sowie Versuche zum Durchbruch des Strontiums von der Säule, durchgeführt.

Es schließt sich eine Darstellung des technischen **Aufbau**s des ferngesteuerten Experimentes an. Dazu werden alle wesentlichen verwendeten Geräte, sowie die Realisierung der Kommunikation mit dem Computer dargestellt. Die programmiertechnische Umsetzung, die einen wesentlichen Anteil für die praktische Arbeit des Projektes ausmachte, geschah mit dem Programm LabView von National Instruments. Das Konzept, das hinter den fernsteuerbaren LabView-Programmen steht, wird daher kurz erläutert und eine schematische Übersicht über den Programmablauf gegeben.

Anschließend wird noch eine kurze Anleitung zur möglichen Nutzung von IonLab in der Praxis gegeben. Dieser Abschnitt soll als Hilfestellung für praktische Versuche sowie als Grundlage für die weitere Ausarbeitung eines Versuchsskriptes dienen.

In der **Schlussfolgerung** wird ein Resümee über den erreichten Status des IonLab gezogen und ein Ausblick auf Einsatzmöglichkeiten, sowie auf mögliche Verbesserungen gegeben.

### 2 Einleitung

#### 2.1 Das CINCH II-Projekt

Das CINCH- (Cooperation in Education and Training in Nuclear Chemistry) Project ist eine von der europäischen Atomenergiebehörde (Nuclear Energy Agency - NEA) geförderte Initiative innerhalb des siebten Euratom- (Europäische Atomgemeinschaft) Rahmenprogrammes, mit dem Ziel "die Auswirkungen der sinkenden Anzahl von Fachpersonal in der Nuklearchemie zu lindern." [1]. Grundlage für die Initiative stellt der NEA-Report "Nuclear Education and Training: Cause for Concern?" [2] aus dem Jahr 2000 dar, in welchem die NEA eine erhebliche Diskrepanz zwischen zukünftigem Bedarf an Fachpersonal und gegenwärtig geleisteter Ausbildungsarbeit im Bereich der Nuklearchemie, feststellt. Aus dieser Diskrepanz und dem ebenfalls beobachteten generellen Verlust von nuklear-chemischer Fachkompetenz auf nationaler Ebene, wurde die Notwendigkeit einer europäischen Initiative zur Bündelung der vorhandenen Kompetenzen und zur Förderung der nuklear-chemischen Ausbildung auf europäischer Ebene, abgeleitet. Im Rahmen des CINCH-I-Projektes wurde im Zeitraum vom 01.02.2010 bis zum 29.02.2013 zunächst eine umfassende Bestandsaufnahme sowie eine Vernetzung der beteiligten nationalen Institute durchgeführt. Desweiteren wurden Grundlagen für eine zukünftige Zusammenarbeit erabeitet (siehe dazu auch den Abschlussbericht des CINCH-I-Projektes [1]). Das, am 01.06.2013 gestartete und ebenfalls auf 36 Monate Laufzeit angelegte, CINCH-II-Projekt stellt eine unmittelbare Fortsetzung des CINCH-I Projektes dar. Erklärtes Ziel von CINCH-II ist es: "Die identifizierten, verstreuten Ressourcen zu mobilisieren, um die kritische Masse zu erreichen, um eine Hochschulausbildung im Bereich der Nuklearchemie zu implementieren, welche den Bedarf in der Europäischen Union deckt." [3]. Als ein Baustein zur Förderung und Vernetzung der radiochemischen Ausbildung sollen im Rahmen von CINCH-II an mehreren europäischen Standorten Experimente bereitgestellt werden, die vollständig fernsteuerbar, und dadurch von jedem beteiligten Institut aus durchführbar sind. Dies soll dazu dienen, radiologisches und radiochemisches Grundwissen effektiv zu vermitteln und dies auch an Standorten denen es an der ansonsten benötigten radiochemischen Infrastruktur mangelt. Insgesamt drei solcher ferngesteuerter Experimente werden am Institut für Radioökologie und Strahlenschutz (IRS) der Leibniz Universität Hannover entwickelt. Während sich die ersten beiden Experimente am IRS mit den Themen Gamma-Spektrometrie und Autodeposition von Radionukliden beschäftigen, sollte im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit ein drittes Experiment aus einem anderen Bereich der Radioökologie zur Verfügung gestellt werden. Dabei beinhaltet die Arbeit die komplette Entwicklung eines funktionsfähigen Prototypen, vom theoretischen Design, über Vorversuche zu Trennung und Detektion, bis hin zur technischen und programmiertechnischen Realisierung und der praktischen Anwendung.

#### 2.2 Entwicklung eines fernsteuerbaren Ionenaustauschexperimentes

Ein geeignetes Lehr-Experiment für das CINCH-II Projekt sollte nach Möglichkeit folgende Bedingungen erfüllen:

- Das Thema sollte eine hohe Relevanz in der Radioökologie haben und eine gute Ergänzung zu den Ausbildungsschwerpunkten der weiteren fernhantierten Experimente des CINCH-II-Projektes darstellen.

- Das Experiment sollte einfach zu verstehen, einfach im Aufbau und als solches als Einstiegsexperiment in den entsprechenden Themenkomplex geeignet sein.

- Zugleich sollte sein wissenschaftlicher Wert einen möglichst hohen Benefit für eine moderne, ernsthafte Ausbildung im Bereich der Nuklearchemie haben.

- Die Detektion sollte radiometrisch geschehen und die verwendeten Aktivitäten in einem entsprechenden Rahmen liegen, so dass man von einem echten Vorteil durch die Einbindung des Experimentes in entsprechende webbasierte Kurse ausgehen kann.

- Es sollte technisch realisierbar und sicher in der ferngesteuerten Handhabung sein, was gerade bei der Handhabung von aggressiven Chemikalien und offener Radioaktivität große Herausforderungen mit sich bringt.

- Es sollte möglichst wartungsarm sein, um ein hohes Maß an Unabhängigkeit vom zur

Verfügung stellenden Institut zu gewährleisten und zugleich den Betriebsaufwand vor Ort zu minimieren.

- Es sollte als ferngesteuertes Experiment den Anforderungen des Strahlenschutzes am Ort der Installation gerecht werden, sowohl was Wartungsarbeiten, als auch was das parallele Arbeiten weiterer Personen im Labor angeht.

Für das dritte, am IRS zur Verfügung gestellte, Experiment, wurde entschieden ein Setup zum Durchführen einfacher Ionenaustauschexperimente zu entwickeln. Ionenaustauscher finden an unterschiedlichen Stellen in der Nuklearchemie Verwendung. Zum Einen sind sie ein wichtiges Werkzeug zur Radionuklidseparation und Detektion in chromatographischen Trennverfahren. Zum Anderen werden sie in der Aufbereitung und Konditionierung von Wässern in kerntechnischen Anlagen verwendet. Zudem verfügen sie über Eigenschaften, die sie für die Rückhaltung von Radionukliden, auch im Rahmen einer Endlagerung interessant machen. Die Vermittlung von Kenntnissen im Bereich der Ionenaustauscher stellt damit einen unverzichtbaren Teil einer modernen nuklearchemischen Ausbildung dar. Gleichzeitig stellt der Mechanismus des Ionenaustausches einen einfachen und leicht verständlichen Zugang zum großen Themenbereich der chromatographischen Methoden und damit zu einem der wichtigsten Methodenkomplexe der modernen Analytik dar. Das didaktische Potential eines solchen Experimentes ist entsprechend hoch. Die technischen Anforderungen, die an das Einrichten eines ferngesteuerten Ionenaustauschexperimentes gestellt werden, halten sich zugleich in einem vertretbaren Rahmen. Für den in der vorliegenden Arbeit entwickelten Prototyp einer solchen ferngesteuerten Anlage

wurde bewusst ein einfaches Ionenaustauschexperiment gewählt, bei dem der Nutzer die wesentlichen Schritte des Experimentes unmittelbar und ohne unnötige Hilfestellungen durch das Programm kontrollieren kann. Zugleich kann der gesamte Versuchsablauf über eine frontal angebrachte Kamera unmittelbar verfolgt werden. So sollte gerade nicht der Eindruck vermittelt werden, bei der durchgeführten Trennung handele es sich um einen automatisierten Versuchsablauf. Vielmehr sollte der Eindruck, den die tatsächliche Durchführung eines Experimentes mit sich bringt, in möglichst hohem Maße erhalten bleiben. Getreu dem didaktischen Motto, das hinter jedem Lehr-Experiment steckt: "Sage es mir, und ich werde es vergessen. Zeige es mir, und ich werde es vielleicht behalten. Lass es mich tun, und ich werde es können" (Konfuzius).

#### 3 Theorie

#### 3.1 Grundlagen des Ionenaustausches

Bei Ionenaustauschern handelt es sich um unlösliche Elektrolyte, die in der Lage sind, wechselnde Gegenionen aus dem umgebenden Medium zu binden, ohne dass sich ihre eigene Struktur dabei stark verändert.[4] Ionenaustauscher(-materialien) bestehen üblicherweise aus einem makromolekularem Grundgerüst (auch Trägermaterial genannt), an dessen Oberfläche geladene Ankergruppen (auch Austauschplätze genannt) auftreten.

Dabei ist grundsätzlich zwischen Ionentauschern mit negativ geladenen und solchen mit positiv geladenen Ankergruppen zu unterscheiden. Austauschmaterialien mit negativer Oberflächenladung sind in der Lage, an ihrer Oberfläche wechselnde Kationen zu binden und werden deshalb Kationentauscher genannt. Anionentauscher verfügen entsprechend über positiv geladene Ankergruppen. Die Verwendung von Zwittermaterialien, also solchen mit Kationen- und Anionenaustauschfähigkeiten spielt in der Praxis eine eher untergeordnete Rolle[5].

Kationen und Anionen stehen an der Oberfläche von Ionentauschern in einem dynamischen Gleichgewichtsprozess, um die Besetzung der entsprechenden Austauschplätze.

Für zwei verschiedene Kationen  $A^+$  und  $B^+$  an der Oberfläche eines Kationentauschers  $T^-$  gilt:

$$\Gamma^{-}A^{+} + B^{+} \rightleftharpoons T^{-}B^{+} + A^{+} \tag{1}$$

Für zwei verschiedene Anionen  $C^-$  und  $D^-$  an der Oberfläche eines Anionentauschers  $T^+$  gilt entsprechend:

$$T^{+}C^{-} + D^{-} \rightleftharpoons T^{+}D^{-} + C^{-}$$

$$(2)$$

Modellhaft kann man den Prozess des Ionenaustausches wie in Abbildung 1 dargestellt, begreifen. Die Kationenaustauschfähigkeit wird hier durch das Vorhandensein von Carboxylgruppen an der Oberfläche eines unlöslichen Trägermaterials bereitgestellt. Die ionisch gebundenen Kationen stehen in ständiger Konkurrenz zu weiteren Kationen aus dem umgebendem Medium, um die Besetzung der Austauschplätze.



Abbildung 1 – Schematische Darstellung der dynamischen Austauschprozesse eines Kationen- austauschers.

Ionenaustauschprozesse sind grundsätzlich reversibel und es stellt sich unter konstanten Bedingungen nach einer Weile ein chemisches Gleichgewicht in den Besetzungszuständen der Austauschplätze ein.

Als Ankergruppen kommen diverse organische und anorganische ionische Gruppen vor, die kovalent, oder elektrostatisch an das Trägermaterial angebunden werden. Einige klassische Austausch-Funktionen von Ionenaustauschern sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Kationenaustauscher		Anionenaustauscher	
Sulfonate	$-\mathrm{SO}_3^-$	primäre Amine	$-\mathrm{NH_3}^+$
Carboxylate	$-COO^{-}$	quartäre Ammoniumverbindungen	$-NR_3^+$
Phosphate	$-\mathrm{OPO_3}^{2-}$		

Tabelle 1 – Funktionelle Gruppen klassischer Anionen- und Kationenaustauscher

Wesentliche Eigenschaft der verwendeten Austauschermaterialien ist die Abhängigkeit ihrer Oberflächenladung vom pH-Wert. So kann man zwischen stark sauren (z.B. Sulfonate) und schwach sauren (z.B. Carboxylate) Kationenaustauschern auf der einen Seite und stark basischen (z.B. quartäre Ammoniumverbindungen) und schwach basischen (z.B. primäre Amine) Anionenaustauschern auf der anderen Seite unterscheiden.

Die Säure/Base-Stärke der eingesetzten Ankergruppen ist bei klassischen Ionenaustauschern ein wesentlicher Parameter. Sie gibt einen pH-Bereich vor, in dem eine Austauschfähigkeit gegeben ist und bietet damit zugleich ein Werkzeug, den Austauschprozess - über die Einstellung eines geeigneten pH-Wertes - zu kontrollieren. So lassen sich gebundene Ionen an einem Austauschmaterial grundsätzlich wieder entfernen, indem dieses mit einem ausreichenden Volumen einer entsprechend starken Säure bzw. Base gespült wird.

Als klassische Trägermaterialien fanden in der Vergangenheit beispielsweise modifizierte Kieselgele oder Zellulose Anwendung. Im analytischen, wie technischen Maßstab werden desweiteren auch Zeolithe verwendet. Bei modernen Trägermaterialien kommen heutzutage in den meisten Fällen synthetische organische Polymere (Harze) zum Einsatz. Diese lassen sich über die geeignete Wahl von Monomeren (häufig Styren, copolymerisiert mit Divinylbenzol, Acrylsäure oder Methacrylsäure [4]) gezielt für bestimmte Anwendungen herstellen.

In der Praxis sind Ionenaustauscher für zwei grundsätzlich unterscheidbare Anwendungsarten in Gebrauch. So kann man zwischen solchen Anwendungen unterscheiden, bei denen die Zielspezies möglichst lange und vollständig festgehalten werden sollen (Extraktion) und solchen, bei denen lediglich eine verzögerte Elution, mit anschließender Detektion gewünscht ist (Chromatographie). Zwar ist der Unterschied in den Materialien für beide Verwendungszwecke lediglich ein gradueller und der Übergang fließend (so kann ein und das selbe Material unter Umständen für beide Verwendungszwecke geeignet sein), dennoch lohnt es sich in der Praxis, klar zwischen beiden Ansätzen zu unterscheiden, da sich, wie in Tab. 2 dargestellt, etwas unterschiedliche Anforderungen an das Material ergeben.

Anwendung	Extraction	Chromatographie	
Erwünschte Austauschkapazität	maximal	mittel-hoch	
Erwünschte Retention	maximal	mittel	
Art der Verwendung	Einmalig. (Dann Regeneration)	(Semi-)kontinuierlich.	
Partikelgrößen	mittel-klein	klein - sehr klein	
Ansprüche an das Trägermaterial	gering-mittel	hoch- sehr hoch	
Größenordnung üblicher Trennungen	analytisch-technisch	analytisch-semipräparativ	

 $\label{eq:table_transform} {\bf Tabelle\ 2} - {\rm Unterschiede\ in\ den\ Ansprüchen\ an\ Ionenaustauschmaterialien,\ in\ Abhängigkeit\ vom\ Verwendungszweck.}$ 

Der große Vorteil von starken Ionenaustauschern mit hoher Kapazität und Retention eines Analyten liegt in ihrer Fähigkeit, einen Analyten aus vergleichsweise gering konzentrierten Lösungen stark anzureichern. Dies erlaubt es für viele Kontaminanten, die nur in sehr geringen Konzentrationen vorkommen, zu einer wesentlichen Verbesserung der Nachweisgrenzen zu gelangen. Allerdings muss der Analyt für eine anschließende Detektion zumeist nach der Abtrennung wieder vom Ionenaustauscher eluiert werden. Dies ist aufgrund der Reversibilität der Ionenaustauschprozesse zwar grundsätzlich immer möglich, unmso stärker jedoch die spezifische Bindung des Analyten ist, umso aufwändiger und länger muss für eine nachfolgende Elution gespült werden, was unter Umständen wieder zu einer starken Verdünnung des Analyten führt. Eine starke spezifische Bindung des Analyten ist zugleich jedoch der entscheidende Parameter für eine hohe Anreicherung des Analyten, so dass auch bei Austauschmaterialien zur Extraktion häufig in der Stärke der spezifischen Bindung abgewogen werden muss. Gerade in der Analytik ist daher der Übergang zwischen Austauschmaterialien zur Extraktion und solchen für die Chromatographie fließend.

Unter dem Begriff Chromatographie werden eine Reihe physikalisch-chemischer Trennverfahren zusammengefasst. Allen Formen der Chromatographie gemeinsam ist die Verwendung einer stationären Phase mit im Allgemeinen hoher spezifischer Oberfläche, an welcher eine mobile Phase vorbeigeführt wird, in der die Analyten gelöst vorliegen. Grundlage für die Separation verschiedener chemischer Spezies ist dann deren unterschiedlich starke Wechselwirkung mit mobiler und stationärer Phase. Diese führt dazu, dass sich unterschiedliche Analyten im Schnitt unterschiedlich lange an der stationären Phase gebunden befinden und somit nicht weiter transportiert werden, was zur Folge hat, dass sie zu unterschiedlichen Zeitpunkten das Säulenende erreichen. Dieser Vorgang ist in Abb. 2 skizziert.



Abbildung 2 – Schematischer Ablauf der chromatographischen Trennung von drei verschiedenen chemischen Spezies (Quelle: Cammann [5]).

Für verschiedene zu trennende chemische Spezies werden als stationäre und mobile Phase ganz unterschiedliche Materialien und Bedingungen verwendet, was zu einer Vielzahl unterschiedlicher chromatographischer Verfahren führt. In Abbildung 3 ist eine grobe Klassifizierung der gebräuchlichsten Methoden, anhand der verwendeten stationären und mobilen Phase, dargestellt.



Abbildung 3 – Übersicht über wichtige chromatographische Verfahren. (Quelle: Cammann [5]).

Bei der Ionenaustauschchromatographie werden, wie der Name vermuten lässt, Ionenaustauschmaterialien als stationäre Phase verwendet um ionische Spezies, aus meist wässriger Lösung, voneinander zu trennen. Die Ionenaustauschermaterialien liegen in partikulärer, oberflächenreicher Form innerhalb einer Säule immobilisiert vor.

Aufbauend auf der Verwendung synthetischer Harze sind in der letzten Zeit weitere hochfunktionalisierte Austauschmaterialien entstanden. So kommen für chromatographische Anwendungen beispielsweise nicht-poröse latex-beschichtete Austauscher zur Anwendung. Diese verfügen über eine sulfonierte Oberfläche an welcher eine weitere Schicht kleinster ( $\approx 0, 1 \mu m$ ) Latexpartikel über elektrostatische Anziehung fest fixiert sind. Diese stellen mit ihrer großen Oberfläche nun, im Fall der Anionenaustauscher direkt, im Fall der Kationenaustauscher über eine weitere Schicht sulfonierter Latex-Partikel, das eigentliche Austauschmaterial dar. Der Aufbau solcher Materialien ist in Abb. 4 dargestellt.



Abbildung 4 – Schematischer Aufbau Latex-beschichteter Austauschmaterialien. Quelle: Cammann [5]

Ein weiterer Ansatz zur Herstellung immobilisierter Materialien mit hoher Austauschkapazität stellt die Beschichtung inerter Trägermaterialien mit flüssigen, wasserunlöslichen Lösungsmitteln dar. Diese Bedecken die Poren und Oberfläche des Trägermaterials vollständig und stellen so das eigentliche Austauschmaterial dar. Es handelt sich damit beim Austausch mechanistisch nicht mehr um reine Oberflächenprozesse, sondern vielmehr um klassische flüssig-flüssig-Extraktionen, bei denen eine der beiden Phasen immobilisiert wurde. Dies ist schematisch einmal in Abb. 5 dargestellt.



Abbildung 5 – Schematischer Aufbau von flüssigkeitsbeschichteten Trägermaterialien als stationäre Phase. [6]

Dadurch, dass der Extraktionsvorgang hier in einem Volumen statt an einer Oberfläche geschieht, sind die erreichbaren Austauschkapazitäten besonders hoch. Allerdings treten durch die unterschiedlichen Flüssigkeitsfilmdicken zusätzliche Diffusionsprozesse auf, die zu einer zusätzlichen Verbreiterung der Peaks in der Elution führen.

#### 3.2 Ionenaustauscher in der Nuklearchemie

Die Verwendung von Ionentauschern hat in der Nuklearchemie verschiedene Schwerpunkte: So spielen sie neben ihrer Verwendung als (Extraktions-)Chromatographiematerialien in der Analyse unter anderem als Hilfsstoffe zur Konditionierung von Brauch- und Abwässern aus kerntechnischen Anlagen eine wesentliche Rolle. [4] So lassen sich beispielsweise radioaktive Kontaminanten mit Hilfe von Ionenaustauschern aus wässrigen Lösungen entfernen. Die Ionenaustauscher selbst können dann unter Umständen in einem weiteren Konditionierungsschritt über eine Pyrolyse verascht werden, um so das zu entsorgende radioaktive Volumen zu minimieren. [7]

Auch bei Entsorgungskonzepten für den Verbleib des hochradioaktiven Inventars spielen Ionentauscher eine wichtige Rolle. So stellt ein wichtiges Argument für die Endlagerung in Tongesteinen, wie sie beispielsweise in Frankreich favorisiert wird, die Tatsache dar, dass es sich bei Tonen um natürlich vorkommende Ionentauscher handelt, die im Falle eines Wassereintritts im Endlager in der Lage sind Radionuklide effektiv zurückzuhalten.

Tone bestehen überwiegend aus Schichtsilikaten, die aufgrund des Einbaus von Fremdionen in ihr Grundgerüst geladen sind[8]. Ausgeglichen wird diese Gerüstladung durch Gegenionen an der Oberfläche der Silikate. Diese Gegenionen stehen damit für Ionenaustauschvorgänge zur Verfügung. Die Austauschkapazitäten entsprechend mächtiger Gesteinsformationen sind potentiell gewaltig, allerdings gestaltet sich die Bewertung für eine entsprechende Langzeitsicherheitsanalyse eines konkreten Standorts, aufgrund der Heterogenität natürlicher Tone, komplex[9].

Gut charakterisierte Ton-Materialien sind darüberhinaus auch für Endlagerkonzepte in anderen Wirtsgesteinen interessant. So setzt beispielsweise Schweden bei seinem Endlagerkonzept auf Granit. Um den eigentlichen Behälter mit dem radioaktiven Müll soll hier jedoch eine Barriere aus dem Versatzmaterial Bentonit entstehen. Bentonit ist ein sowohl natürlich vorkommendes, als auch künstlich hergestelltes Tonmineralgemisch, mit gut charakterisierter, hoher Quellfähigkeit und Austauschkapazität. Auf diese Weise sollen Vorzüge des Wirtsgesteins Ton, mit denen des Granit sinnvoll kombiniert werden, um eine größtmögliche Langzeitsicherheit zu gewährleisten.

Für alle bisher genannten technischen Anwendungen werden hauptsächlich Ionenaustauscher hoher Kapazität und maximaler Retention benötigt. Ionentauscher spielen jedoch auch in der Analytik eine wichtige Rolle. Hier ist es in den meisten Fällen entscheidend, dass eine Elution der Analyten vom Ionenaustauschmaterial effizient gelingt. Zugleich kann aufgrund Tatsache, dass die in der Radioökologie relevanten Spezies in chemisch meist sehr geringen Konzentrationen vorkommen häufig nicht auf eine Aufkonzentration mittels starker Austauschmaterialien verzichtet werden.

Eine Schlüsselrolle kommt hier der so genannten Extraktionschromatographie zu. Diese versucht die klassischen Vorteile starker Ionentauscher (Extraktion) mit denen schwacher Ionentauscher (Chromatographie) zu kombinieren. Dazu ist es notwendig, den Extraktionsprozess über die Einstellung der äußeren Bedingungen hochspezifisch kontrollieren zu können.

Ein sehr vielversprechender Ansatz hierfür, der breite Anwendung in der Radioanalytik gefunden hat, ist die Nutzung ternärer Komplexe für die Extraktion. Das eigentliche Extraktionsmittel stellen hier zumeist Kronenether dar. Dabei handelt es sich formal um ringförmige<sup>1</sup> Moleküle bei denen Ethylgruppen jeweils über ein Sauerstoffatom verbrückt vorliegen. Abb. 6 zeigt einen klassischen Vertreter dieser Gruppe von Molekülen.

Kronenether sind aufgrund der nach innen gerichteten freien Elektronenpaare der Sauerstoffatome starke Chelatoren<sup>2</sup>. Sie können als solche in ihrem Zentrum kationische Spezies sehr stark binden. Vorraussetzung dafür ist, dass die Ladung und insbesondere der hydrodynamische Radius der entsprechenden Ionen gut in das Zentrum des Ethers 'passt'. Spezies werden umso stärker gebunden, umso besser sie mit ihren hydrodynamischen Radien das Volumen zwischen den koordinierenden Sauerstoffatomen ausfüllen.

Durch Modifizierung des Kohlenstoffgrundgerüstes lässt sich der effektive Durchmesser der Kronenether, sowie ihre Lösungseigenschaften gezielt beeinflussen. Durch gezielte Modifizierung hin zu einer geringen Wasserlöslichkeit lassen sie sich in die immobilisierte Phase von

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Auch Chelatoren mit mehrfachem Ringschluss, so genannte Kryptanden kommen hier zum Einsatz.

 $<sup>^2 {\</sup>rm Chelatoren} = {\rm Komplex bildner}$ mit mehreren Koordinationsstellen.



Abbildung 6 – Struktur des Kronenethers 18-Krone-6. Die Nomenklatur dieser Stoffgruppe weicht von den üblichen Regeln der IUPAC ab. 18-Krone-6 bedeutet in diesem Fall dass insgesamt 18 Atome zu einem geschlossenen Ring miteinander verbunden sind, wobei sechs dieser Atome Sauerstoff sind.

Flüssig-flüssig-Ionenaustauschermaterialien (Abb. 5) einbringen und können in diesen über lange Zeiträume verbleiben. Dies führt im Falle von binären Chelatkomplexen (gebundenes Ion + Kronenether) zu klassischen starken Extraktionsmitteln. Solche Materialien erlauben jedoch keine effiziente Elution durch ein Spülen mit Säure, da der hydrodynamische Radius von Protonen viel zu gering ist und das Gleichgewicht des Ionenaustausches dadurch quasi irreversibel auf Seiten des Kationenkomplexes liegt. Lediglich ein Austausch mit einem Überschuss an ähnlich stark oder stärker gebundenen Kationen ist hier noch effizient möglich.

Ein drastischer Gewinn an Kontrolle über die Bindungsstärke und damit die Eluierbarkeit der gebundenen Spezies konnte jedoch durch die gezielte Entwicklung spezieller ternärer Extraktionssysteme erzielt werden. Hierbei spielt für die effiziente Bindung des Analyten an den Kronenether noch eine weitere Spezies eine entscheidende Rolle. Der zu Grunde liegende Mechanismus soll im Folgenden anhand des Strontium-Resins, welches auch für die Trennung im entwickelten Experiment eingesetzt wird, veranschaulicht werden.

Als Extraktionsmittel für das Strontiumresin kommt ein strukturell vom 18-Krone-6 abgeleiteter Kronenether (Abb. 7) zum Einsatz.



Abbildung 7 – Struktur des Kronenethers des Strontium-Resins[6].

Dieser bildet mit Strontium allein noch keinen sehr stabilen Komplex. Ist jedoch ausreichend Nitrat in der Umgebung vorhanden, bildet sich der, in Abb. 8 dargestellte, sehr stabile ternäre Komplex.



**Abbildung 8** – Struktur des  $Sr(NO_3)_2(DtBuCH_{18}C_6)$ -Komplexes. Berechnet aus EXAFS Daten, Kohlenstoffatome sind schwarz dargestellt, Sauerstoffatome grau und Stickstoffatome weiß gemustert[10].

Gleichung 3 beschreibt die zugrunde liegende chemische Reaktion der Bindung an den Ether ${\it E}.$ 

$$\operatorname{Sr}^{2+} + 2\operatorname{NO}_3^- + E \rightleftharpoons \operatorname{Sr}(\operatorname{NO}_3)_2 E$$
 (3)

Pro Reaktionsumsatz werden zwei Äquivalente Nitrat benötigt. Dies bedeutet entprechend des Massenwirkungsgesetzes, dass sich die Gleichgewichtslage der Komplexbildung mit der zweiten Potenz der Nitratkonzentration verschiebt. Hierdurch hat man die Möglichkeit, die spezifische Retention des Strontiums durch Wahl der Nitratkonzentration zu kontrollieren. Die Abhängigkeit vom Nitrat im Lösungsmittel ist dabei so hoch, dass Strontium bei hohen Nitratkonzentrationen praktisch vollständig extrahiert werden kann und im Anschluss durch Spülen mit einem nitratarmen Lösungsmittel in kürzester Zeit wieder eluiert werden kann. Die Spezifische Bindungskraft bei verschiedenen Nitratkonzentrationen ist in Abb. 9 dargestellt. Zur mathematischen Herleitung der Retentionsfaktoren, siehe Abschnitt 3.2.1.



Abbildung 9 – Retentionsfaktoren einiger ausgewählter Ionen an Sr-Resin, in Abhängigkeit der Nitratkonzentration.[6].

Auf Basis solcher ternärer extraktionchromatographischer Materialien, die inzwischen spezifisch für diverse Radionuklide und Radionuklidgruppen am Markt verfügbar sind, wurden und werden in der Radioökologie diverse Methoden entwickelt, um Nuklidgehalte beispielsweise in Umweltproben zu bestimmen. So ist die direkte und einfache Bestimmung von Nuklidgehalten in Gewässern ein offensichtliches Anwendungsgebiet solcher Methoden. Aber auch die Lebensmittelanalytik und die Analyse von Brauch- und Abwässern profitieren von der einfachen Möglichkeit, Anreicherung und Analyse von gering konzentrierten Radionuklidspezies aus großen Volumina 'in einem Schritt' durchführen zu können.

#### 3.2.1 Charakteristische Größen in der Extraktionschromatographie

Als chemisches Gleichgewicht formuliert, gilt für jeden Analyten in einem chromatographischen System:

$$A_{M} \rightleftharpoons A_{S}$$
 (4)

Wobei  $A_M$  dem Analyten in der mobilen und  $A_S$  dem Analyten in der stationären Phase entspricht. Aus dem Nernst'schen Verteilungssatz, nach dem das Verhältnis der Konzentrationen eines Stoffes in zwei unterschiedlichen Phasen bei gleichbleibender Temperatur konstant ist, folgt, dass es für jeden chemischen Stoff im Gleichgewicht zwischen zwei verschiedenen Phasen eine Konstante  $K_C$  gibt, für die gilt:

$$K_{C} = \frac{c_{S}}{c_{M}}$$
(5)

 $\rm K_C$  wird Verteilungskoeffizient genannt, wobei $\rm c_S$ und  $\rm c_M$  den Konzentrationen der beteiligten Stoffe in der stationären und der mobilen Phase entsprechen.

Die Zeit, die ein Analyt benötigt, um durch eine Chromatographiesäule zu gelangen, wird (Brutto-)Retentionszeit  $t_{R,Brut}$  genannt.

Für eine Säule der Länge L ergibt sich das Verhältnis von Durchflusszeit  $t_M$  (Totzeit) und linearer Durchflussgeschwindigkeit u des Lösungsmittels nach Gl. 6:

$$u = \frac{L}{t_M} \tag{6}$$

Die Nettoretentionszeit eines Analyten ist dann definiert als Differenz von Bruttoretentionszeit und Totzeit:

$$t_{R,Net} = t_M - t_{R,Brut} \tag{7}$$

Der Retentionsfaktor k (seltener Kapazitätsfaktor k') beschreibt gemäß Gl. 8, wie viel länger sich ein Analyt gebunden an der stationären Phase als gelöst in der mobilen Phase befindet und ist damit ein entscheidender Faktor für die Bewertung der Stärke einer Rückhaltung.

$$k = \frac{t_{R,Brut} - t_M}{t_M} = \frac{t_{R,Net}}{t_M} \tag{8}$$

Für Extraktionsmethoden sind maximale Retentionsfaktoren wünschenswert, für gute chromatographische Trennungen werden hingegen Retentionsfaktoren zwischen 1 und 5 angestrebt [5].

Der Trennfaktor  $\alpha$  stellt als Verhältnis der Kapazitätsfaktoren zweier Analyten (siehe Gl. 9) ein Maß für die Trennung zweier spezifischer Analyten im verwendeteten Chromatographiesystem dar.

$$\alpha = \frac{t_{R2,Brut} - t_M}{t_{R1,Brut} - t_M} = \frac{t_{R2,Net}}{t_{R1,Net}} = \frac{k_2}{k_1}$$
(9)

Definitionsgemäß ist  $\alpha$  stets größer oder gleich 1, wobei ein  $\alpha$ -Wert von 1 bedeutet, dass die beiden Analyten überhaupt nicht durch die Säule getrennt sondern gemeinsam eluiert werden. Hohe Trennfaktoren sind in allen Separationen wünschenswert und erlauben insbesondere auch die vollständige Abtrennungen größerer Stoffmengen voneinander als dies bei gleichen Säulenvolumina und geringeren Trennfaktoren der Fall wäre.

Das gemessene Analytsignal (im Fall der Radiometrie, die vom Nuklid ausgehende und im Detektor erfasste Aktivität), zeigt dabei im zeitlichen Verlauf der Elution von der Säule einen charakteristischen, im Idealfall gaußförmigen, Verlauf um das, der Retentionszeit zugeordnete Maximum des Signals herum. Die Streuung um den Punkt der größten Peakhöhe kann bei gaußförmigen Signalen entsprechend über die Standardabweichung  $\sigma$  beschrieben werden. Am einfachsten lässt sich diese bestimmen, indem man die Breite des Peaks in halber Peakhöhe *FWHM* (Full Witdh at Half Maximum) misst und daraus  $\sigma$  gemäß Gl. 10 ausrechnet.

$$FWHM = 2\sigma\sqrt{2ln^2} = 2,354\sigma\tag{10}$$

Die Quantifizierung von Signalen geschieht in der Chromatographie meist über die Peak-Höhe, oder die Peak-Fläche. Beide Größen sind proportional zum Analytgehalt, unterscheiden sich bei konkreten Trennungen jedoch unter Umständen in ihrer Zuverlässigkeit. Im Fall der Radiometrie als Detektionsmethode korrellieren beide Werte physikalisch direkt mit dem gemessenen Vorgang des radioaktiven Zerfalls, wobei die Peakhöhe mit der Zerfallsrate und die Peakfläche mit den kumulierten Zerfällen im Messzeitraum korelliert.

#### 3.2.2 Einfluss von Fremdionen auf die Retention

Die Konkurrenz verschiedener Ionen um die Austauschplätze an der stationären Phase führt dazu, dass die spezifischen Retentionsfaktoren von Analyten nicht unabhängig von weiteren Spezies in der Lösung sind. Diese Tatsache wird beispielsweise bei der bereits erwähnten erzwungenen Elution eines extrahierten Analyten durch einen Überschuss aus Säure/Base ausgenutzt. Sie führt aber auch dazu, dass alle weiteren in der Probenmatrix vorhandene Ionen zu einer Verringerung der spezifischen Retention eines Analyten beitragen. Diese, so genannten Matrix-Effekte sind dann besonders stark, wenn die Retentionsfaktoren der störenden Ionen in einer ähnlichen, oder höheren Größenordnung als die der Analytionen liegen und deren Konzentration ausreichend hoch ist, um eine große Anzahl von Austauscherplätzen zu 'blockieren'. Dieser Einfluss kann, bei entsprechend hoher Konzentration und Affinität der Störionen, zu einem vollständigen Zusammenbrechen der Retention eines Analyten führen, ohne dass dies, wie im Fall der gezielten Elution, gewünscht wäre.

Abb. 10 zeigt dieses Verhalten am Beispiel des bereits erwähnten Sr-Resin für verschiedene Hintergrundelektrolyte.



**Abbildung 10** – Effekt verschiedener Hintergrundelektrolyte auf die Strontiumretention. Feste Phase: Sr-Resin. Elutionsmittel: 3M HNO<sub>3</sub> [6].

Während für millimolare Konzentrationen klassischer Umweltionen wie Kalium oder Calcium die Retention des Strontium noch etwa dem in der Literatur angegebenen Faktor entspricht, bewirkt beispielsweise eine 1 molare Kaliumnitratlösung ein Einbrechen des Retentionsfaktors auf etwa 3-5 (siehe Abb. 10). Bei solch hohen Kaliumkonzentrationen ist das Resin entsprechend für eine Chromatographie, aber nicht mehr für eine Extraktion des Strontiums zu gebrauchen. Die Kontrolle von Matrixeffekten, etwa durch Vorbehandlung von Analysenlösungen, stellt entsprechend einen wesentlichen Faktor bei der Planung und Anwendung extraktionschromatographischer Methoden dar.

#### 3.3 Radiochromatographie

Unter Radiochromatographie versteht man die Kombination einer chromatographischen Trennung mit einem radiometrischen Detektor, also der direkten, oder indirekten Messung ionisierender Strahlung. Grundsätzlich kann die Detektion eines Chromatogramms sequentiell aus den erhaltenen Fraktionen, oder online, zum Zeitpunkt der Elution geschehen. Die Verwendung von online-Detektionstechniken verringert dabei den Aufwand für eine chromatographische Analyse enorm, da auf die Fraktionierung mit anschließender separater Aktivitätsbestimmung, beispielsweise durch Szintillatoren, verzichtet werden kann. Zugleich erlaubt sie, im Allgemeinen zu wesentlich besser aufgelösten Chromatogrammen zu gelangen, was eine absolute Notwendigkeit für viele Trennungen mit modernen Hochleistungschromatographieverfahren darstellt.

Chromatographische Verfahren stellen ein zentrales Werkzeug der modernen Routineanyltik dar und es wurde in diesem Zusammenhang eine Vielzahl unterschiedlicher Detektionsmethoden etabliert. Auch im Bereich der Radioanalytik sind chromatograpische Verfahren vielfältig in der Anwendung, wobei sowohl in der Radioökologie, als auch in der Radiopharmazie flüssigchromatographische Verfahren dominieren.

Zugleich gehört die Messung von Aktivitäten, insbesondere bei kurz und mittel-langlebigen Radionukliden, zu den potentiell sehr nachweisstarken Detektionsmethoden. Vor diesem Hintergrund ist es zunächst etwas überraschend, dass die Radiochromatographie eine eher selten anzutreffende Analysemethode, selbst in der Radioökologie darstellt.

Dies liegt vermutlich in erster Linie daran, dass die jeweiligen Stärken von Chromatographie und Radiometrie, in deren Kombination miteinander, nicht voll zum Tragen kommen können. So stehen der Kombination von Radiometrie und Chromatographie zwei grundlegende Probleme im Weg:

Das Lösungsmittel in dem sich der Analyt befindet schirmt dessen Strahlung ab. Dies reduziert die Sensitivität der Detektion insbesondere für wenig-durchdringende Strahlung erheblich.
Zur Bestimmung niedriger Aktivitäten, wie sie beispielsweise in der Radioökologie auftreten, sind eine große Detektionsfläche, sowie Messzeit günstig. Beides verringert jedoch die potentiell erreichbare Auflösung des Chromatogramms.

Man muss bei der Realisierung einer Radiochromatographie folglich immer zwischen maximal erreichbarer Nachweisstärke und maximal erreichbarer Auflösung abwägen. Vergleichsweise geringe Aktivitäten, wie sie in der Radioökologie häufig von Interesse sind, sind mitunter bereits deshalb für eine online-Detektion in der Chromatographie ungeeignet, weil die benötigte Messfläche/Zeit der Detektion der Auflösung des konkreten Trennproblems im Wege steht.

Wesentlich erschwerend kommt für viele relevante Radionuklide noch das Problem der Abschirmung durch das umgebende Lösungsmittel hinzu. Dies gilt insbesondere für  $\alpha$ - sowie in abgeschwächter Form für nieder- und mittelenergetische  $\beta^-$ -Strahler. Typische Reichweiten von  $\alpha$ -Strahlern in Wasser betragen etwa 10 $\mu$ m/MeV [11], eine Detektion dieser Strahlungsart aus einem Lösungsmittel heraus ist folglich nur extrem ineffizient möglich.

In der  $\beta$ -Radiometrie ist die Abschirmung durch das Lösungsmittel ebenfalls ein großes Problem für eine Detektion von Außen. Im Vergleich zur Abschirmung von  $\alpha$ -Teilchen gibt es jedoch zwei wesentliche Unterschiede:

- Die Reichweite der  $\beta$ -Strahlung liegt bei gleichen Energien um etwa drei Zehnerpotenzen höher als die der  $\alpha$ -Strahlung, was die Chancen auf eine Detektion aus dem Lösungsmittel heraus enorm erhöht.

-  $\beta$ -Strahler emittieren, anders als  $\alpha$ -Strahler, keine definierten Energien, sondern ein Energiespektrum mit einer charakteristischen Maximalenergie.

Eine realistische Einschätzung der Reichweite ist aufgrund der kontinuierlichen Energiespektren von  $\beta$ -Strahlern kompliziert. Zu belastbaren Aussagen für einzelne Nuklide und Bedingungen kommt man hier nur noch über die Durchführung detaillierter Strahlungstransportsimulationen.

Für eine grobe Abschätzung der maximalen Reichweite (in cm)  $R_{max}$  von  $\beta$ -Strahlung mit einer Maximalenergie (in MeV)  $E_{max}$  in einem Medium der Dichte  $\rho$  (in  $g/cm^3$ ) ist im Strah-

lenschutz folgende Zahlenwertgleichung in Gebrauch:

$$R_{max} = \frac{E_{max}}{2 \cdot \rho} \tag{11}$$

Diese stellt, insbesondere für niederenergetische  $\beta$ -Strahlung eine sehr konservative Abschätzung der maximalen Reichweite dar. In Tabelle 4 sind jeweils für ein nieder- ein mittel- und ein hochenergetisches  $\beta^-$ -Nuklid modellhafte Abschirmungen berechnet, die sich allein auf deren maximale Reichweite stützen. Als Beispielnuklide wurden H-3, Sr-90 und Y-90 ausgewählt, wobei Sr-90 und Y-90 im entwickelten Versuch verwendet werden. H-3 stellt einen, für die Radioökologie relevanten, sehr niederenergetischen  $\beta^-$ -Strahler dar. Die Energien und daraus berechneten Reichweiten der drei Nuklide sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

**Tabelle 3** – Maximalenergien  $E_{max}$ , sowie aus Gleichung 11 berechnete Maximalreichweiten  $R_{max}$  von Tritium, Strontium-90 und Yttrium-90 in Wasser ( $\rho = 1g/cm^3$ ).

	H-3	Sr-90	Y-90
$E_{max}$	18  keV	$0,56 { m ~MeV}$	$2,28 { m ~MeV}$
$R_{max}$	$93~\mu{ m m}$	$2,8 \mathrm{~mm}$	$1{,}14~\mathrm{cm}$

Bereits aus den errechneten maximalen Reichweiten wird deutlich, dass die Problematik der Messbarkeit von niederenergetischen  $\beta^-$ -Strahlern aus einem Lösungsmittelvolumen heraus nahtlos an die der  $\alpha$ -Strahler anschließt, da sich die Reichweiten in etwa der gleichen Größenordnung bewegen. Dies wird auch nochmal deutlich, wenn man die zugehörigen modellhaften Abschirmungen berechnet:

**Tabelle 4** – Abschätzung der Lösungsmittelabschirmung in einem quaderförmigen Lösungsmittelvolumen endloser Ausdehnung bei verschiedenen Volumendicken und  $\beta^-$ -Nukliden. Dabei wurde jeweils modellhaft berechnet welcher Anteil an Strahlung das Lösungsmittelvolumen einseitig verlässt. Der Berechnung wurden die maximalen Reichweiten in Wasser ( $\rho = 1g/cm^3$ ) entsprechend Gl. 11 zu Grunde gelegt.

	H-3	Sr-90	Y-90
Schichtdicke	Abschirmung	Abschirmung	Abschirmung
	einseitig	einseitig	einseitig
$\mu { m m}$	%	%	%
100	76,8	50,9	50,2
500	95,4	$54,\!5$	51,1
1000	97,7	58,9	52,2
5000	99,5	86,0	61,0
10000	99,8	93,0	71,9

Aufgrund der starken Abschirmung der  $\beta$ -Strahlung des Tritiums durch das Lösungsmittel, die vergleichbar zu denen von  $\alpha$ -Strahlern ist, lässt sich auch für niederenergetische  $\beta^-$ -Strahler festhalten, dass eine effiziente Radiochromatographie durch Detektion von außen, aufgrund der bereits genannten Punkte nur schwer realisierbar ist. Im Gegensatz dazu sollte eine Detektion von Yttrium-90 aus Volumenströmen mit wenigen Millimetern Dicke einigermaßen effizient realisierbar sein, wobei auch hier eine möglichst geringe Schichtdicke wünschenswert ist.

Mittel-energetische  $\beta^-$ -Strahler, wie das Strontium-90 stellen einen Grenzfall dar. Auf die Detektierbarkeit hin optimierte Systeme (flache Lösungsmittelgeometrie, große Detektoroberfläche, lange Messzeit) sind hier unter Umständen in der Lage, eine adäquate Messsensitivität zu gewährleisten, dies kann jedoch nur funktionieren, indem man bei der Auflösung der erhaltenen Chromatogramme Abstriche macht, weshalb sich hier unter Umständen andere Detektionsmethoden, wie die UV-Vis-Spektrometrie eher anbieten.

Anders als die wenig-durchdringenden  $\alpha$ - und  $\beta$ -Nuklide sind  $\gamma$ -strahlende Nuklide, aufgrund ihrer hohen Durchdringung, potentiell gut aus einem Lösungsmittel heraus zu messen. Hier bereitet eher die Abschirmung des Detektors Probleme, als die Detektion der Aktivität.

Ebenfalls potentiell gut für eine Radiochromatographie geeignet sind  $\beta^+$ -Strahler. Hierbei kann eine Detektion, je nach Primärenergie, zum Teil sowohl über die direkte Ionisation durch

das Positron, als auch über die, bei der Annhilation entstehende, charakteristische  $\gamma$ -Linie geschehen.

Die wichtigsten klassischen Anwendungsgebiete für radiochromatographische Verfahren stellen die isotopenmarkierte Metabolismusforschung in der biochemischen Grundlagenforschung, sowie die Erforschung von Arzneimittel- und Pestizidmetabolismen in der Pharmakologie dar. In den letzten Jahrzehnten kommt ihr zudem vermehrt Bedeutung, bei der Aufreinigung, sowie der Qualitätssicherung bei der Herstellung von Radio-Tracern für bildgebende Verfahren in der medizinischen Diagnostik zu. Inbesondere die Entwicklung des hochauflösenden PET-Verfahrens (Positron-Emission-Tomography) hat in den letzten Jahrzehnten an Bedeutung gewonnen.

Bei der Herstellung und semi-präparativen Aufreinigung dieser so genannten PET-Tracer mittels HPLC ist die Radiometrie eine sehr nützliche Detektionsmethode, da hier die zuvor genannten Probleme bei der Kombination deutlich in den Hintergrund treten. So ist die Abschirmung durch das Lösungsmittel hier, durch die vorhandene Annhilationsstrahlung ein vernachlässigbares Problem. PET-Tracer werden ja gerade mit dem Ziel entwickelt, aus dem Gewebeinneren eines Patienten heraus detektiert zu werden. Gleichzeitig sind die gängigen PET-Isotope allesamt kurzlebig und die verwendete Aktivität hoch. So besitzt das am häufigsten verwendete PET-Isotop F-18 eine Halbwertszeit von 109,7 Minuten. Die des zweithäufigsten PET-Isotops C-11 liegt mit lediglich 20,38 Minuten noch deutlich darunter, was die Notwendigkeit einer schnellen Analysemethode verdeutlicht. Aktivitäten im Bereich von 200-300 MBq werden zur Verabreichung beim Patienten angestrebt, was für die Synthese und Analytik der PET-Tracer bedeutet, dass Aktivitäten im oberen MBq und unteren GBq-Bereich die Regel sind. Im Falle solch hoher Aktivitäten stellt die Detektierbarkeit, gleich welcher Strahlung, nicht mehr das primäre Problem in der Handhabung dar.

In Abb. 11 ist eine Durchflussmesszelle aus einem kommerziellen Gerät dargestellt.



Abbildung 11 – Aufbau einer Durchflusszelle für die Radio-HPLC. PMT = Photomultiplier. NaI = Natriumiodid-Szintillator.[12].

Als Detektor findet hier ein Natriumiodid-Szintillator mit anschließendem Photomultiplier Verwendung. Auch Ausführungen mit einem Plastikszintillator, für eine bessere Detektion von  $\beta^-$ -Strahlern sind verfügbar. Auch in dieser Ausführung empfiehlt der Hersteller die Verwendung jedoch ausschließlich für die Detektion hochenergetischer  $\beta^-$ -Strahlung.[12]

Neben der flüssig-Chromatographie kommen seltener auch andere Radiochromatographieformen zur Anwendung. So wird beispielsweise die Dünnschichtchromatographie, die nach dem Verdunsten des Lösungsmittels hervorragende Messpräparate für die Radiometrie liefert, eingesetzt, um Reinheiten von Radiochemikalien zu bestimmen. Die Gaschromatographie wurde in der Vergangenheit beispielsweise eingesetzt, um H-3, oder C-14-gelabelte Fettsäuren, Steroide oder Kohlenwasserstoffe zu detektieren[13]. Auch Anwendungen bei denen superkritische Fluide verwendeten werden, sind in der Literatur beschrieben, so z.B. zur Aufreinigung von C-11-markiertem Toluol in überkritischem  $CO_2$ , für die PET-Tracer-Herstellung[14].

#### 3.3.1 Statistische Auswertung von Radiochromatogrammen

Bei praktisch allen Detektionsmethoden hat man es mit dem Problem des 'Rauschens' von Messignalen und den damit einhergehenden Einschränkungen in der Sensitivität der Detektion zu tun. Im Fall der Radiometrie ist dieses Problem allerdings wesentlich grundlegender als bei den meisten anderen Detektionsmethoden.

So hat man es nicht nur mit dem Problem der Hintergrundstrahlung sowie diversen möglichen elektronischen Rauscheffekten zu tun, sondern es kommt noch die Tatsache hinzu, dass es sich bei dem detektierten physikalischen Vorgang der Kernumwandlung um einen inherent statistischen Prozess handelt. Es verbleibt folglich auch nach Minimierung aller weiterer Störfaktoren ein Grundrauschen in den Messwerten, welches sich erst durch die Messung einer ausreichend hohen Gesamtmenge von Impulsen herausmitteln lässt. Dies lässt sich bei gegebenen Aktivitäten durch Wahl eines ausreichend hohen Messintervalls erreichen, wobei die Verlängerung der Messzeit mit einem Verlust an chromatographischer Auflösung einhergeht.

Um das Ausmaß an inherent vorhandenen statistischen Schwankungen in einer Messreihe beurteilen zu können, ist es in der Radiometrie üblich, Fehlerbalken von Zählraten nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$\Delta ips = \frac{\sqrt{N}}{\Delta t} \tag{12}$$

*mit:* 

 $\Delta$  ips = Unbestimmtheitsmaß der Impulse pro Sekunde  $\Delta t = Z\ddot{a}hlintervall$  $N = Gesamtz\ddot{a}hlimpulse im Z\ddot{a}hlintervall$ 

Das Anpassen eines kontinuierlichen Verlaufs an gegebene, verrauschte Messwerte kann von geeigneten Computerprogrammen durchgeführt werden. Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurde das Programm Origin verwendet, um die Messwerte nach manueller Auswahl der Peakmaxima automatisch zu fitten (zur Auswahl des Fits, siehe Methodenteil). Ein solcher Fit, ist exemplarisch einmal in Abb. 12 dargestellt.



Abbildung 12 – Extraktionschromatographieauswertung aus Versuch 8 (siehe. 4.2.8). Die roten und blauen Punkte entsprechen gemessenen Impulsraten. Die schwarze Linie stellt den vom Computerprogramm ermittelten Fit dar. Die Fehlerbalken wurden gemäß Gl. 12 berechnet.

Die Verwendung von Computeralgorithmen ermöglicht eine schnellere und weniger fehleranfällige Auswertung von Chromatogrammen, als dies von Hand möglich wäre. Allerdings kann es auch hier zu Fehlinterpretationen kommen, wenn der verwendete Algorithmus die zugrundeliegenden Signale über- oder unterinterpretiert. So ließe die Signalverteilung der roten Punkte in Abb. 12 auch die Interpretation als zwei ineinanderliegende Peaks zu, was je nach Einstellungen von manchen Algorithmen auch so erkannt wird. In diesem Fall macht aufgrund des Experimentes jedoch nur die Interpretation als ein Peak Sinn. Bei der Verwendung von Computerprogrammen zur Auswertung von Chromatogrammen ist es daher wichtig, die berechneten Verläufe noch einmal 'von Hand' zu überprüfen und die verwendeten Algorithmen entsprechend anzupassen.

Neben der Darstellung des Fits werden durch das Computerprogramm auch alle wesentlichen Fitparameter berechnet. Die errechneten Peakflächen entsprechen der Summe der Netto-Zählimpulse, die vom Algorithmus dem Analyten zugeordnet werden konnten. Dieses Signal ist proportional zur eigentlichen Aktivität des Analyten, allerdings ist das Ansprechverhalten des Detektors auf verschiedene Analytsignale im Allgemeinen nicht gleich. Dies wird im gezeigten Beispiel schnell deutlich, wenn man weiß, dass die gemessenen Aktivitäten die sich hinter den beiden Signalen verstecken genau gleich groß sind.

Hier spielt die unterschiedlich starke Abschirmung der beiden Strahlungsarten im Umgebungsmedium, sowie im Detektorfenster ebenso eine Rolle, wie die Form des jeweils emittierten Energiespektrums. Um von einer gemessenen auf eine tatsächliche Aktivität zu schließen, muss man die Detektionseffizienz der Messmethode für den jeweiligen Analyten, respektive die von ihm ausgesandte Strahlung, kennen. Diese ist definiert als das Verhältnis von gemessenem Signal, zu tatsächlichem Analyseergebnis. Zieht man die Peakflächen (zwischen Fitverlauf und Untergrund) zur Auswertung heran, so entsprechen diese einer im Zeitraum t (Breite des Peaks an der Basis), gemessenen Gesamtzahl an (untergrundkorrigierten) Zerfallsereignissen N. Mit diesen lassen sich Aktivität A und Detektionseffizienz  $\epsilon$  gemäß Gleichung 13 korrelieren [15].

$$\epsilon = \frac{N}{At} \tag{13}$$

Gl. 13 lässt sich sowohl verwenden, um unbekannte Analytgehalte bei bekannter Detektionseffizienz zu bestimmen, als auch, um Detektionseffizienzen<sup>3</sup> zu ermitteln, wenn die gemessenen Aktivitäten im Vorfeld des Versuchs bekannt sind.

#### 3.4 Ansätze für fernsteuerbare Experimente

Im Rahmen dieser Masterarbeit sollte ein fernsteuerbares Ionenaustausch-Experiment für den Einsatz in der radiochemischen Ausbildung entwickelt werden. Da in der Radiochemie eine Vielzahl sehr spezifischer Ionenaustauscher für die Extraktionchromatographie zur Verfügung stehen, bieten sich eine Vielzahl von extraktionschromatographischen Separationen, mit unterschiedlich gelagertem didaktischen Nutzen, zur Durchführung im fernhantierten Experiment an. Die Auswahl eines geeigneten Nuklidgemisches geschah daher vornehmlich auf Grund folgender Kriterien:

- Der benötigte technische Aufwand zur Realisierung sollte so klein wie möglich gehalten werden. Dies bedeutete im konkreten Fall, dass die Verwendung möglichst weniger Trennschritte wünschenswert war.

- Die Trennung sollte eine praktische Relevanz in der Radioökologie haben. Bei den verwendeten Radionukliden sollte es sich entsprechend um 'klassische' Radionuklide handeln, bei denen davon auszugehen ist, dass der Nutzer in seiner nuklearchemischen Ausbildung und darüber hinaus, noch häufiger mit ihnen konfrontiert werden wird.

- Die beteiligten Radionuklide sollten effizient mit der verwendeten Messmethode detektierbar sein. Da für die Messung ein Geiger-Müller-Zählrohr vorgesehen war, bieten sich entsprechend mittel- bis hochenergetische  $\beta$ -Strahler besonders an, während  $\gamma$ -Strahler eher weniger und  $\alpha$ -Strahler kaum geeignet sind.

Die Ausgangsnuklide müssen verfügbar sein und sollten über Halbwertszeiten mindestens im Bereich von Jahren verfügen, so dass ein Betrieb ohne ständige Neuanschaffung möglich ist.
Die Nuklide sollten zu keiner strahlenschutzrelevanten Dosis für in der Nähe des

 $<sup>^{3}</sup>$ Die hier berechneten Detektionseffizienzen gelten spezifisch für die angewandte Methode. Sie sind insbesondere nicht gleichzusetzen mit Detektionseffizienzen für die Messung der selben realen Aktivität, wenn diese mit einer anderen (oder auch gar keinen) Geschwindigkeit am Detektor vorbeifließt.

Experimentes arbeitende Dritte führen. Eine vollständige Umkleidung des Experimentes mit Blei ist praktisch ausgeschlossen, da sie entweder zu Einschränkungen bei der Sichtbarkeit des Experimentes durch die Kamera führt, oder, wenn man die Kamera in die Abschirmung mit einbezöge, sehr aufwändig werden würde. Das Vorhandensein von (harten) Gammastrahlern in den beteiligten Zerfallsketten ist daher für das Experiment eher ungünstig.

Um einen Eindruck vom Potential des anvisierten fernhantierten Experimentes für die Entwicklung von Lehr-Experimenten zu erhalten, sind im Folgenden exemplarisch zwei verschiedene Trennungen mit etwas unterschiedlichen Ansätzen skizziert, welche prinzipiell mit dem anvisierten Experimentaufbau durchführbar sein sollten.

#### 3.4.1 Versuchsskizze: Analyse von Blei aus der Radiumzerfallsreihe

Die Radiumzerfallsreihe, ausgehend vom Mutternuklid Ra-226 stellt den 'nicht-actiniden' Teil der Uran-Radiumzerfallsreihe (ausgehend vom Uran-238) dar. Dabei steht das Ra-226 mit seiner relativ langen Halbwertszeit von 1620 Jahren selbst, nach Einstellung des Gleichgewichtszustandes, im säkularen Gleichgewicht zu allen weiteren radioaktiven Töchtern der Reihe. Abb. 13 zeigt die zugehörige Zerfallsreihe mit den emittierten Strahlungsarten und Energien.



Abbildung 13 – Zerfallsschema von Radium-226. Angegeben sind jeweils die Halbwertszeiten, Zerfallsarten und (Maximal-)Energien, sowie die für eine  $\gamma$ -Dosisabschätzung dominierenden  $\gamma$ -Linien. Die Daten entstammen der NuDat-Datenbank[16]

Die gesamte Reihe besteht aus den fünf Elementen Blei, Bismut, Polonium, Radon und Radium. Für eine Abtrennung und anschließende Detektion bieten sich dabei in erster Linie das Blei (vermutlich recht gut messbar in Form des Pb-214) und das Bismut (vermutlich sehr gut messbar als Bi-214 und ebenfalls messbar als Bi-210) an. Die anderen drei Elemente dürften, aufgrund der Tatsache, dass es sich um reine  $\alpha$ -Strahler handelt, mit dem verwendeten Setup, kaum zu detektieren sein.

Für ein mögliches Lehrexperiment bietet sich besonders die Abtrennung des Bleis an, welches die Mutter sowohl der 210er, als auch der 214er Isobare darstellt. Hier ist besonders das Pb-214 mit seiner Tochter Bi-214 für ein Demonstrationsexperiment interessant, da die Halbwertszeiten

der beiden Nuklide in einem Bereich liegen, der es ermöglicht, deren Zerfall im Verlauf eines etwa einstündigen Versuchs zu studieren.

Hierzu könnte man beispielsweise kommerzielles Pb-Resin verwenden um im ersten Schritt die drei Bleiisotope aus dem Nuklidgemisch auf der Säule zu extrahieren. Laut Literaturangaben, sollte dies bei Verwendung einer 1M  $HNO_3$  gelingen. Siehe Abb. 14.



Abbildung 14 – Elution von Blei und seinen beiden Töchtern aus der Radiumreihe (Bi und Po). Als Ionenaustauschermaterial fand Pb-Resin Anwendung Quelle: [17]. Angegeben sind die Aktivitäten der 210-er Isobarenreihe. Für ein mögliches Experiment wie es hier beschrieben ist wären hingegen die Aktivitäten der 214-er Isobarenreihe noch interessanter. Die chemische Trennung läuft für beide Reihen identisch ab.

Bei dieser ersten Elution ist insbesondere durch die beiden Bismutisotope mit einer hohen messbaren Aktivität am Detektor zu rechnen. Stoppt man anschließend die Elution mit 1 molarer  $HNO_3$  und startet sie nach einigen Minuten Wartezeit erneut, sollte sich das inzwischen nachgebildete Bi-214 wiederum von der Säule eluieren und messen lassen. Mit diesem Experiment lässt sich folglich das Einwachsen von Töchternukliden und das 'melken' von extrahierten Mutternukliden demonstrieren. Allerdings bewirkt die ebenfalls recht geringe Halbwertszeit des Pb-214, dass dieser Vorgang wohl nur ein bis maximal zweimal sinnvoll durchführbar ist. Das Experiment lässt sich darüberhinaus zur Demonstration eines Mutter-Tochter-Verhältnisses heranziehen, bei dem kein Gleichgewichtszustand erreicht wird.

#### 3.4.2 Versuchsskizze: Trennung von Sr und Y

Sr-90 stellt ein vergleichsweise häufig gebildetes Spaltprodukt in Kernreaktionen dar. Aufgrund seiner mittleren Halbwertszeit von 28,8 Jahren ist es auch noch Jahrzehnte nach einer Freisetzung aus dem Betrieb, oder der Havarie von Kernreaktoren, sowie aus oberirdischen Kernwaffenexplosionen in der Umwelt zu finden. Zugleich birgt Sr-90 ein verhältnismäßig hohes Gefahrenpotential für Mensch und Umwelt, da es nach Inkorporation im Körper in dessen Knochen akkumuliert wird. Es verfügt es über eine biologische Halbwertszeit von 49 und eine effektive Halbwertszeit von 18,1 Jahren[18], wobei es durch seine einlagerungsbedingt große Nähe zum Knochenmark besonders auf dieses über lange Zeiträume schädigend wirkt.

Für seine schädigende Wirkung ist neben der Primärstrahlung durch das Strontium-90 auch die energiereiche Strahlung seiner Tochter Yttrium-90 mitverantwortlich. In Abb. 15 ist die Zerfallsreihe ausgehend von Sr-90 mit den beteiligten Zerfallsarten und Energien dargestellt.

Durch die lange Halbwertszeit des Strontiums, im Vergleich zu seiner Tochter Yttrium, stellt sich zwischen beiden nach wenigen Wochen ein säkulares Gleichgewicht ein. Die Aktivitäten von Tochter und Mutter sind folglich gleich hoch, so lange das Gleichgewicht nicht gestört ist. Für ein Ionenextraktionsexperiment zur Trennung und Detektion der beiden ließe sich das bereits erwähnte Sr-Resin verwenden. Abb. 16 zeigt noch einmal die für die Trennung wesentlichen Retentionsfaktoren:

Im Experiment ließe sich durch anfängliche Elution des Mutter/Tochter-Nuklidgemisches mit beispielsweise einer 3 molaren HNO<sub>3</sub> ( $k_{Sr} \approx 70$ ;  $\alpha_{Sr/Y} > 175$ ) zunächst das Yttrium eluie-

A\Z	38	39	40
90	Sr-90 28,8 a	Y-90 64 h	Zr-90 - stabil -
	β-: (0,56 MeV)	β <sup>-</sup> : (2,28 MeV)	$\rightarrow$

Abbildung 15 – Zerfallsschema von Strontium-90. Angegeben sind jeweils die Halbwertszeiten, Zerfallsarten und Maximalenergien. Die Daten stammen aus der NuDat-Datenbank[16]



**Abbildung 16** – Retentionsfaktoren verschiedener Ionen bei verschiedenen  $HNO_3$ -Konzentrationen an Sr-Resin. Die für das Experiment relevante Retention des Ytrrium ist rot eingekreist und über den gesamten Konzentrationsbereich gültig.

ren und detektieren. Im Anschluss ließe sich durch Elution mit einem nitratarmen Lösungsmittel auch das Strontium gezielt eluieren und detektieren.

Ein solches Experiment ist entsprechend gut geeignet, um den Mechanismus und das Potential der Extraktionschromatographie zu demonstrieren, sowie die Unterschiede und Grenzen in der Detektierbarkeit verschiedener Radionuklide zu veranschaulichen. Auch lassen sich mit dem Experiment sowohl die Grundlagen der Auswertung von Chromatogrammen, als auch die praktische Durchführung einfacher chromatographischer Trennungen vermitteln.

#### 3.4.3 Auswahl eines geeigneten Nuklidgemisches für das Experiment

Tabelle 5 listet noch einmal wesentliche Vor- u. Nachteile der beiden skizzierten Experimente auf.

Für den ersten Aufbau des Experimentes wurde letztlich die Trennung von Yttrium und Strontium ausgewählt, weil es sich um die denkbar einfachste Form der Trennung handelt und die technischen Hürden für den ersten Prototypen so gering wie möglich gehalten werden sollten. In ersten Vorversuchen konnte zudem gezeigt werden, dass die Strontiumdetektion mit dem verwendeten Setup im Bereich weniger kBq Gesamtaktivität gelingt, was für ein Demonstrationsexperiment noch vertretbar ist.

	Y/Sr	Ra-Pb/Bi	
Vor-	- Hohe Relevanz in der	- Hohe Relevanz in der Radioökologie.	
teile	Radioökologie.		
	- Nur zwei beteiligte Nuklide.	- Historisch bedeutsame Trennung, daher	
		didaktisch leicht einzubinden.	
	- Alle beteiligten Nuklide	- Alle wesentlichen Nuklide sehr gut messbar.	
	potentiell messbar.		
	- Keine $\gamma$ -Strahlung.	- Untersuchungen zu Zerfallsgesetzen möglich.	
Nach-	- Sr-Energie nur mäßig, daher	- $\gamma$ -Linien erfordern zusätzliche Abschirmung	
teile	effiziente Messung schwierig.	des Detektors und Strahlenschutzmaßnahmen.	
		- Viele beteiligte Nuklide erschweren u.U.	
		Messung, Interpretation u. Verständnis.	

**Tabelle 5** – Vor- und Nachteile bei der Durchführung eines Trennexperimentes von Y/Sr sowie von Ra-Pb/Bi, wie in den Kapiteln 3.4.2 und 3.4.1 skizziert.

#### 4 Experimenteller Teil

#### 4.1 Material und Methoden

#### 4.1.1 Verwendete Chemikalien

Die Qualität der verwendeten Chemikalien war, wenn nicht anders angegeben, 'reinst'.

Die verwendete Salpetersäure stammte von VWR und entsprach der herstellereigenen Reinheit 'Normapur'.

Bei den 'Calciumsilikatbändern' handelt es sich um Glasfaserbänder der Firma 'HORST GmbH' mit einem hohen Anteil ( $\approx 20 \%$ ) an Calcium. Die genauen Zusammensetzungen sind dem Datenblatt im Anhang zu entnehmen. Es wurden Bänder der Breite 1,5 cm und solche der Breite 3 cm verwendet. Die Dicke des Materials betrug laut Hersteller 0,15 mm. Die einzelnen Fäden hatten einen Durchmesser von etwa 10  $\mu$ m (siehe REM-Aufnahme im Anhang).

Bei den 'Glasfaserbändern' handelte es sich um zugeschnittene Bänder aus Glasfasermatten der Firma PHD-24. Eine genaue Zusammensetzung der Glaskomponenten war nicht bekannt. Die einzelnen Filamente sind in Leinenbindung verwoben und der Hersteller gibt ein spezifisches Gewicht von 48 g/m<sup>2</sup> an.

Bei den verwendeten DC-Platten handelte es sich um kieselgelbeschichtete Platten der Firma Macherey und Nagel mit dem Handelsnamen 'ALUGRAM Xtra SIL G'. Die Schichtdicke betrug laut Herstellerangaben 0,2mm, die Körnung 60  $\mu$ m.

Bei dem verwendeten 'Superspreader'-Detergenz handelte es sich um das Produkt 'Silwet Hydrostable 212' der Firma Momentive.

#### Verwendeter Strontiumstandard

Der verwendete Strontiumstandard stammte aus Lagerbeständen. Die spezifische Aktivität betrug laut Deklarierung 44,98 kBq/mL am 1.1.1985. Darüberhinaus lagen keine weiteren Daten zu dem Standard vor.

#### Verwendetes Säulenmaterial

Zur Trennung von Sr und Y wurde Sr-Resin von der Firma Eichrom verwendet. Die verwendete Partikelgröße betrug 100-150  $\mu m$ . Das verwendete Material stammte durchweg aus bereits vom Hersteller vorgepackten Säulen und wurde für die Herstellung eigener Säulenformate gegebenenfalls durch Zerstörung einiger dieser Säulen aus diesen entnommen. Die wichtigsten Daten zu den benutzten Säulen sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

Das verwendete Material war bereits relativ alt. Die Charge stammte aus dem Jahr 1999. Es war während dieser Zeit allerdings denkbar günstig in den luftdicht verschlossenen, mit 0,1 M

Tabelle 6 – Parameter der vorgepackten Säulen (Herstellerangaben).

Material	Polypropylen
Frittenmaterial	Polyethylen
Interner Durchmesser	$7 \mathrm{~mm}$
Füllhöhe des Sr-Resin	$39 \mathrm{~mm}$

 $\rm HNO_3$  befüllten Plastiksäulen von Eichrom gelagert und stand zudem über den gesamten Zeitraum dunkel und bei Zimmertemperatur, so dass es auch nach der langen Lagerung noch seine Funktion besaß. Inwiefern dennoch Alterungsprozesse stattgefunden haben könnten, die die Trennleistung beinflussen, lässt sich schlecht beurteilen, da kein neueres Material zum direkten Vergleich verwendet wurde.

#### 4.1.2 Verwendete Säulen

#### Modifizierte Standardsäule (Säule I)

Für die ersten Experimente wurde eine leicht modifizierte Standardsäule von Eichrom (im Folgenden Säule I genannt) verwendet. Diese wurde hergestellt, indem etwa die Hälfte der ursprünglichen Resinmenge aus der vorgepackten Säule entnommen und die verbliebene Menge mit einer neuen Fritte versehen wurde. Daraufhin wurde die Säule mit ca 10 mL 0,1M HNO<sub>3</sub> konditioniert. Die resultierende Feststoffsäule hatte eine Höhe von ca. 2 cm und damit ein Volumen von etwa 0,77 cm<sup>3</sup>. Es wurde eine durchschnittliche Flußgeschwindigkeit ermittelt, indem 10 mL 0,1M HNO<sub>3</sub> in 2 mL-Schritten aufgegeben und die Zeit bis zum Durchlaufen gemessen wurde. Die Flussgeschwindigkeit in diesem Experiment betrug 0,4 mL/min, wobei deutlich wurde, dass die momentane Flussgeschwindigkeit stark von der Höhe der hydrodynamischen Säule oberhalb des Resins abhing, was operationsbedingt zu deutlichen Schwankungen im zeitlichen Verlauf führte. Für alle nachfolgenden Experimente mit Säule I gilt entsprechend, dass der zeitliche Verlauf, wenn nicht anders angegeben, grob mit einer Flussrate von 0,4 mL/min korelliert.

#### Selbstgepackte Trennsäule mit Auslassventil (Säule II)

Um in den Vorversuchen mehr Kontrolle über die Flussgeschwindigkeit des Lösungsmittels zu erlangen, wurde eine Standardlaborsäule aus Borosilikatglas mit eingebauter Fritte und einem Auslasshahn mit dem Sr-Resin gepackt. Hierfür wurden vorgepackte Standardsäulen aufgeschnitten, das Resin entnommen und anschließend getrocknet. Danach wurden 1,06g des getrockneten Resins in ca. 10 mL 0,1M HNO<sub>3</sub> aufgeschlämmt und unter gelegentlichem Klopfen der Säule quantitativ in diese überführt. Anschließend wurde das Material bei leichtem Lösungsmittelüberstand vier Stunden quellen gelassen und danach mit einer kleinen Menge Glaswolle nach oben abgeschlossen. Zwischen den Versuchen wurde stets darauf geachtet, dass sich eine Flüssigkeitssäule einer verdünnten Salpetersäure oberhalb des Resins befand, um ein Austrocknen zu verhindern.

#### Selbstgepackte Trennsäule mit Anschluss an das Elektromagnetventil (Säule III)

Säule III wurde ebenfalls aus Material gepackt, welches den vorgepackten Säulen entnommen wurde. Dazu wurde das untere Ende zunächst mit etwas Glaswolle befüllt. Daraufhin wurden 1,51 g getrocknetes Resin in 15 mL 0,1M  $\rm HNO_3$  aufgeschlämmt und quantitativ, unter gelegentlichem Klopfen in die Säule gefüllt. Nachdem das Material vier Stunden im Lösungsmittel quellen konnte, wurde als Abschluss eine dünne Schicht Quarzsand (p.A.) über das Resin geschichtet.

#### 4.1.3 Methodik der Versuche

Ziel der Masterarbeit war es, in einem relativ engen Zeitrahmen einen funktionierenden Prototypen des ferngesteuerten Gerätes bereitzustellen. Um dieses Ziel zu erreichen, musste ein großer Teil der verfügbaren Zeit in die technische und programmiertechnische Realisierung des Projektes fließen.

Die Versuche zur Verbesserung der Detektion wurden vor diesem Hintergrund bewusst zeitökonomisch in Form eines schnellen Screenings der verschiedenen, wechselseitig abhängigen Detektionsparameter durchgeführt. Ziel war es hierbei, für die einzelnen Parameter (Detektionsgeometrie, Elutionsgeschwindigkeit, etc.) jeweils drei miteinander vergleichbare Experimentdurchläufe unter Variation der Parameter anzubieten, um schnell einen groben Überblick über deren Einfluss auf das Experiment zu bekommen. Zwar wurde dabei versucht, die jeweils nicht untersuchten Versuchsparameter (Detektionswinkel, Entfernung des Detektors, Zeitpunkt des Messbeginns etc.) zwischen den Versuchsdurchläufen möglichst konstant zu halten, die Tatsache, dass es sich um Vorexperimente mit sehr einfachem Aufbau handelte, bedingt jedoch, dass diese leicht variieren können, was bei der Interpretation der gemachten Beobachtungen zu berücksichtigen ist.

#### 4.1.4 Auswertung der Chromatogramme

Die, auf einer Trennsäule ablaufenden, Diffusionsprozesse führen im Idealfall zu einer Gaußförmigen Verteilung eines Analytsignals um das, als Retentionszeit definierte Maximum herum[19]. Eine Auswertung solcher, idealsymmetrischer Signale in der Chromatographie, erfolgt entsprechend durch Anpassen von Gauß'schen Glockenfunktionen an die Signale[19]. Je nach Güte von verwendeter Säule und Methode, wirken sich darüberhinaus noch weitere Effekte, wie die Viskosität des Lösungsmittels, auf die Peakform aus, wobei diese Auswirkungen im Allgemeinen nicht symmetrisch sein müssen. Als geeignete, phänomenologische Beschreibung von getailten Peaks in der Flüssigchromatographie, hat sich die Verwendung von exponentiell modifizierten Gauß-Funktionen bewährt[20]. Hierbei wird, wie in Abb. 17 dargestellt, die Gauß'sche Glockenfunktion mit einem exponentiellen Abklingverhalten überlagert.



**Abbildung 17** – Darstellung einer Gauß-Funktion (A), eines exponentiellen Zerfalls (B) und einer Überlagerung beider Funktionen (C). Quelle: [19].

Da einige der erhaltenen Chromatogramme ein sehr ausgeprägtes Tailing aufweisen, wurde für alle Auswertungen eine solche, exponentiell modifizierte Gauß-Funktion zur Anpassung gewählt.

Bei einigen der Versuche zur Erhöhung der Messeffizient tritt zusätzlich der Fall auf, dass sich ein Teil der eluierten Aktivität nicht mehr, oder nur stark verzögert, von der Detektionsrutsche löst und damit zu einer zusätzlichen, veränderlichen Erhöhung des Untergrundes führt. Dieser Situation trägt der exponentiell modifizierte Gauß-Fit nicht sinnvoll Rechnung. Eine weitere physikalisch sinnvolle Modifikation des Gauß-Fits ist prinzipiell möglich, wenn die Kinetik der Dekontamination hinreichend bekannt ist. Um diese im Einzelfall zu bestimmen, wären jeweils weitere, mit einem hohen Zeitaufwand verbundene, Experimente erforderlich gewesen. Leider konnte dies im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht umgesetzt werden.

Da ausnahmslos alle Verfahren, bei denen es nicht gelungen ist zu einer schnellen Dekontamination des Rutschenmaterials nach der Yttriumelution zu gelangen, allein aufgrund dieser Tatsache, für das Demonstrationsexperiment ungeeignet sind, wurde in diesen Fällen auf ein Fitting verzichtet und die betroffenen Chromatogramme nur qualitativ ausgewertet.

#### 4.2 Versuche zur Bestimmung und Erhöhung der Messeffizienz

#### 4.2.1 V.1. Aktivitätsmessungen in Tropfengeometrie

Es wurde zunächst versucht, einen Aktivitätsbereich zu finden, in dem die verwendete Detektionsmethode zu einem brauchbaren Chromatogramm führt. Säule I wurde ohne weitere Behandlung (mit 0,1M HNO<sub>3</sub> konditioniert) verwendet. Als Elutionsmittel wurde zunächst 0,1 M HNO<sub>3</sub> ( $k_{Sr} \approx 1$ ) verwendet, und im Anschluss daran mit Wasser weiter eluiert um sicher zu gehen, dass das Strontium vollständig von der Säule transportiert wurde. Es handelte sich folglich um eine klassische chromatographische, nicht um eine extraktionschromatographische Trennung.

Für die ersten Vorversuche wurde der Detektor dabei wie in Abb. 18 dargestellt unterhalb der Trennsäule angebracht, so dass die sich bildenden Flüssigkeitstropfen am Säulenausgang erfasst werden konnten. Die Entfernung vom Detektor zum sich bildenden Tropfen betrug dabei etwa 5 cm.



Abbildung 18 – Schematische Darstellung der Messgeometrie in den ersten Vorversuchen (Tropfengeometrie)

 $10 \ \mu L$  des Sr-Standards (entsprechend 218 Bq) wurden direkt auf die Fritte der Säule appliziert. Nach ca. 20 Sekunden, in denen die Lösung in das Säulenmaterial einziehen konnte, wurde mit der Elution mittels 0,1 M HNO<sub>3</sub> begonnen. Das gesamte Elutionsvolumen betrug 10 mL, wobei schrittweise jeweils etwa 2 mL auf die Säule gegeben wurden. Die Messwerte sind in Abb. 19 dargestellt. Für alle folgenden Chromatogramme gilt, dass die Messwerte, die während der Elution mit der stärkeren Säure (höheren HNO<sub>3</sub>-Konzentration) aufgenommen wurden blau geplottet wurden, während die Messwerte, die bei Elution mit der niedriger konzentrierten Säure aufgenommen wurden, rot dargestellt sind. Direkt nach dem Wechsel des Lösungsmittels beginnt durch die noch vorhandene Säure auf der Säule de facto eine Phase der Gradientenelution, die erst nach einigem Spülen in eine reine Elution durch das neue Lösungsmittel mündet.



**Abbildung 19** – Impulsraten bei Messung von 218 Bq Gesamtaktivität in "Tröpfchengeomtrie". Als Elutionsmittel wurde zunächst 0,1 M HNO<sub>3</sub> und anschließend Wasser verwendet. Flusssrate ca. 0,4 mL/min.

Im Bereich zwischen 0 und 700 Sekunden ist eine leicht erhöhte Aktivität zu erahnen. Diese sollte in erster Linie vom Yttrium stammen. Zu welchem Zeitpunkt Strontium eluiert, lässt sich aufgrund des Experimentes nicht sagen. Strontium sollte bei der verwendeten Salpetersäurekonzentration recht bald nach dem Yttrium eluiert werden. Das Messresultat zeigt insbesondere, dass für eine vernünftige Auswertung und einen entsprechenden Wert für ein Demonstrationsexperiment die applizierte Aktivität im konkreten Fall deutlich zu niedrig angesetzt war.

Direkt im Anschluss wurde das Experiment daher mit der zehnfachen Menge der Aktivität (100  $\mu L$  Applikation, entsprechend 2,2 kBq) wiederholt. Die auf diese Weise erhaltenen Messergebnisse sind in Abb. 20 dargestellt.



Abbildung 20 – Impulsraten bei Messung von 2,2 kBq Gesamtaktivität in "Tröpfchengeomtrie". Als Elutionsmittel wurde zunächst0,1 M $\rm HNO_3$  und im Anschluss Wasser verwendet. Flussrate ca. $0,4~\rm mL/min$ 

Nach ca. 80 Sekunden trat ein gut identifizierbarer Peak im Messignal auf. Dieser dürfte hauptsächlich vom Yttrium stammen. Ein separater Strontiumpeak ist wiederum nicht sicher

zu identifizieren. Die leichte Schulter in der rechten Flanke des Yttrium nach etwa 250 Sekunden könnte vom Strontium stammen. Auch ein Artefakt einer fehlerhaften Injektion, oder ein Rauschen kommen jedoch ebenso als Erklärung in Frage.

Insgesamt scheint die gewählte Aktivität bereits ausreichend hoch für die Bestimmung des Yttriumsignals. In der vorliegenden Messgeometrie und möglicherweise auch aufgrund der gewählten Trennmethode ist die Detektion jedoch nicht geeignet für eine separate Bestimmung des Strontiums. Desweiteren lässt sich als Ergebnis der Versuche festhalten, dass die Messung in Tropfengeometrie nicht nur ineffizient, bezüglich der Abschirmung der Aktivität durch das Lösungsmittel (siehe Theorie), sondern zudem auch ungünstig ist, was die erreichbare Auflösung eines Chromatogrammes angeht, da sich die Aktivität vor dem Detektor durch Tropfenbildung immer wieder zyklisch auf- und abbaut, was zu einer zusätzlichen Überlagerung in den gemessenen Aktivitäten führt.

#### 4.2.2 V.2 - Aktivitätsmessung in 'Rutschengeometrie'

Um die durchschnittliche Entfernung der Radionuklide von der Wasseroberfläche zu reduzieren und gleichzeitig die Aufenthaltsdauer der Aktivität vor dem Detektor zu erhöhen, wurde das Eluat in den weiteren Versuchen über eine Rutsche am Detektor vorbeigeführt. Die entsprechende Detektionsgeometrie ist in Abb. 21 dargestellt.



Abbildung 21 - Schematische Darstellung der Messung in 'Rutschengeometrie'

Die Plastikrutsche war dabei mit einem 1,5 cm breiten und 8 cm langen Ca-Silikatband (Filamentstärke, ca. 10  $\mu$ m, siehe Material und Methoden) belegt. Der horizontale Neigungswinkel betrug etwa 15°. Die Elutionsgeschwindigkeit wurde durch gleichmäßiges Befüllen des oberen Säulenvolumens versucht bei etwa 0,4 ml/min zu halten. Der gemessene Aktivitätsverlauf ist in Abb. 22 dargestellt. Die berechneten Fitparameter sind in Tabelle 7 zusammengefasst.



Abbildung 22 – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung der Rutsche. Gesamtaktivität 2,2 kBq.

Tabelle 7 – Fitparameter von V.2						
Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche	
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]	
1	Y-90+Sr-90	257	97	16,0	2049	

Das Messsignal steigt, im Vergleich zur Tröpfchengeometrie, deutlich. Allerdings lässt sich mit der verwendeten Methode noch kein Strontiumsignal identifizieren. Das vorhandene Signal ist mit über 5 Minuten relativ breit und verfügt über ein deutlich ausgeprägtes Tailing, so dass die Vermutung naheliegt, dass das Strontiumsignal in der Flanke des Yttriumsignals untergeht.

#### 4.2.3 V.3 - Verwendung von Calciumsilikatgewebe und 8M HNO<sub>3</sub>

Da die Ergebnisse aus V.2 nahelegen, dass das Strontiumsignal bei Verwendung von 0.1M HNO<sub>3</sub> in der Flanke des Yttriumsignals untergeht, wurden die weiteren Versuche extraktionschromatographisch durchgeführt. Dazu wurde zunächst eine 8-molare Salpetersäure verwendet. Dies stellt die höchste, vom Hersteller des Resins zur Abtrennung empfohlene, Salpetersäurekonzentration dar[6]. Bei noch stärker konzentrierten Säuren ist mit keiner deutlichen weiteren Steigerung der Sr-Retention mehr zu rechnen (siehe Abb. 9). Um das Strontium von der Säule zu eluieren, wurde, nachdem das Yttriumsignal bis nahe am Untergrund abgeklungen war, auf eine Elution mit 1E-4M HNO<sub>3</sub> umgestellt. Die Verwendung einer stark verdünnten Säure zum Spülen, hatte in erster Linie den Zweck den pH-Wert besser zu kontrollieren, als dies bei Verwendung von reinem Wasser der Fall gewesen wäre. Nachdem auch nach Umstellen auf 1E-4M HNO<sub>3</sub> nach zwanzig Minuten noch immer kein Strontiumsignal zu messen war, wurde das Experiment zunächst abgebrochen. Am nächsten Tag wurde es jedoch (in erster Linie mit dem Ziel sicherzugehen, dass die Säule für einen weiteren Versuch ganz sicher frei von Aktivität war) fortgeführt, wobei sich zeigte dass das Experiment am Vortag zu früh abgebrochen worden war. In Abb. 23 sind die Messreihen beider Tage zu einem Chromatogramm zusammengefasst. In Tab. 8 sind die erhaltenen Fitparameter angegeben.



**Abbildung 23** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von 8M  $\mathrm{HNO}_3$  und Calciumgewebe. Gesamtaktivität 2,2 kBq. Nach 1200 Sekunden wurde die Elution zunächst beendet und erst am nächsten Tag wieder fortgeführt. Die Daten wurden mittels einer exponentiell modifizierten Gaußverteilung gefittet.

**Tabelle 8** – Fitparameter von V.3. \*Unter Signal Nr. 2 verbirgt sich neben der Strontiumaktivität auch eine unbekannte Menge eingewachsenes Yttrium.

Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
1	Y-90	121	85	14,1	1528
2	$Sr-90(+Y-90^*)$	1614	231	$^{2,5}$	605

Bei Durchführung einer Extraktionschromatographie gelingt die separate Detektion von 1,1 kBq Y-90 und 1,1 kBq Sr-90 mit der verwendeten Messmethode. Der am zweiten Tag gemessene Doppelpeak lässt sich gut mit dem Einwachsen einer geringen Menge Yttrium über Nacht erklären. Es ist allerdings auch nicht auszuschließen, dass auf der Säule über Nacht Diffusionsprozesse aufgetreten sind, die die ursprüngliche Verteilung des Strontiums stark gestört haben. Auch zeigt sich, dass bei Verwendung von 8 molarer HNO<sub>3</sub> für die Separation sehr lange mit nitratarmem Lösungsmittel gespült werden muss, bis das Strontium mobilisiert vorliegt und in der Folge eluiert wird.

#### 4.2.4 V.4 - Verwendung von 2M $HNO_3$

Laut Literatur (siehe Abb. 9) sollten auch etwas geringere Salpetersäurekonzentrationen zu ausreichenden Sr-Retentionen für das Experiment führen. Eine  $HNO_3$ -Konzentration von 8M entspricht etwa einer halbkonzentrierten Säure und ist bereits recht aggressiv, was die gesamte Handhabung erschwert. Auch bewirkt sie eine sehr deutliche Verzögerung bei der Elution des Strontiums, nach Umstellen des Lösungsmittels. Darüberhinaus schränkt eine hohe Säurekonzentration bei der Wahl des Materials für die Rutsche recht stark ein. Um zu prüfen, ob auch weniger hohe Salpetersäurekonzentrationen zu ausreichenden Sr-Retentionen führen wurde die verwendete 8M HNO<sub>3</sub> 1:3 mit Wasser verdünnt (entsprechend 2M). Analog zu den vorherigen Experimenten wurden Säule I und die Calciumsilikat-Rutsche (Rutsche I) verwendet. Die Fließgeschwindigkeit wurde wiederum versucht, möglichst konstant bei etwa 0,4 mL/min zu halten, was ähnlich wie in den vorherigen Versuchen nur begrenzt möglich war (siehe dort). Der erhaltene Messverlauf ist in Abb. 24, dargestellt, die wesentlichen Fitparameter sind in Tabelle 9 zusammengefasst.



**Abbildung 24** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von 2M  $HNO_3$  und Calciumgewebe. Gesamtaktivität 2,2 kBq. Die Daten wurden mittels einer exponentiell modifizierten Gaußverteilung gefittet.

Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
1	Y-90	95	79	13,2	1324
2	Sr-90	1252	108	$^{2,2}$	260

Die Retention des Strontiums ist auch bei Verwendung von zweimolarer  $HNO_3$  ausreichend hoch, um die beiden Signale vollständig voneinander zu separieren. Auch reduziert sich die benötigte Spülzeit zur Elution des Strontiums, im Vergleich zur Verwendung einer 8M  $HNO_3$  deutlich.

#### 4.2.5 V.5 - Verwendung einer flachen Detektionsgeometrie

Um zu überprüfen welchen Einfluss der Neigungswinkel der Rutsche auf die Detektion hat, wurde in diesem Versuch die Rutsche mit einer sehr geringen Neigung (ca. 5°) unter dem Detektor montiert. Desweiteren wurde eine 1M  $\text{HNO}_3$  verwendet, um zu überprüfen, ob die Retention des Strontiums mit dieser immer noch ausreichend hoch für das Demonstrationsexperiment ist. Beide Parameter sollten in guter Näherung unabhängig voneinander sein, da die Säurestärke in erster Linie für die Retention auf der Säule verantwortlich ist, während sich das Benetzungsverhalten auf der Detektionsrutsche in allen bisherigen Versuchen, als unabhängig von der Säurekonzentration gezeigt hat. In Abb. 25 ist das gemessene Chromatogramm dargestellt.



**Abbildung 25** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von 1M  $HNO_3$  und flacher Rutsche aus und Calciumsilikatgewebe. Neigungswinkel ca. 5° Gesamtaktivität 2,2 kBq.

Die Vergrößerung des Tailings im Yttriumsignal ist der auffälligste Effekt bei Verringerung der Neigung der Detektorrutsche. Vergleicht man dieses mit denen aus vorherigen Versuchen mit stärker geneigter Rutsche, so wird deutlich, dass dieser Effekt vermutlich nicht auf Diffusionsprozesse innerhalb der Säule, sondern eher auf Transportvorgänge im Calciumsilikatband der Rutsche zurückzuführen ist. Eine mögliche Interpretation ist hier, dass die verringerte Neigung und der damit verbundene geringere hydrodynamische Druck, der den Transport auf der Rutsche bewirkt dazu führen, dass Diffusionsprozesse auf der Rutsche für den Spülvorgang eine zunehmende Rolle spielen.

Die damit verbundene lange Erhöhung des Hintergrundes würde das angestrebte Demonstrationsexperiment unnötig verlängern und erschwert zudem die Auswertung beider Peaks. Der Verlauf der rechten Flanke des Yttriums legt nahe, dass die Dekontamination der verbliebenen Aktivität in etwa linear verläuft. Jede Form des Fits wäre jedoch reine Spekulation gewesen, weshalb in diesem Fall darauf verzichtet wurde.

Die Verwendung von 1M HNO<sub>3</sub> ist für das Experiment grundsätzlich ebenfalls geeignet.

#### 4.2.6 V.6 - Verwendung einer steilen Detektionsgeometrie

Für den nächsten Versuch wurde die Rutsche mit ca. 50° relativ stark geneigt vor dem Detektor fixiert. Im Vergleich mit den Versuchen V4 und V5 sollte so ein grober Überblick über den Effekt der Neigung der Rutsche auf die Messbarkeit gewonnen werden. In Abb. 26 ist das gemessene Chromatogramm, in Tab. 10 sind die ermittelten Kenngrößen zusammengefasst.



**Abbildung 26** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von 1M  $\text{HNO}_3$  und steiler Rutsche aus Calciumsilikatgewebe. Neigungswinkel ca. 50° Gesamtaktivität 2,2 kBq.

<b>Tabelle 10</b> – Fitparameter von V.6									
Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche				
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]				
1	Y-90	77	46	13	716				
2	Sr-90	1042	61	$^{1,5}$	129				

Es wird deutlich, dass bei weniger steilen Rutschenneigungen höhere Messsignale erhalten werden, was vermutlich auf die längere Aufenthaltsdauer der Radionuklide vor dem Detektor zurückzuführen ist. Allerdings geht dies mit einem ineffizienteren Spülvorgang der Aktivität von der Rutsche einher, so dass zu geringe Neigungen ebenfalls ungünstig für die Messmethode sind. Für die weiteren Versuche wurde daher durchweg eine Neigung der Detektionsrutsche von etwa 15 Grad gewählt.

#### 4.2.7 V.7 - Einfluss einer verringerten Flussrate.

Im Anschluss an die Untersuchung des Einflusses der Rutschengeometrie wurde als nächstes der Einfluss der Flussgeschwindigkeit auf die Detektion untersucht. Dabei stand weniger die Retention auf der Säule, als vielmehr das Verhalten des Lösungsmittels auf der Detektionsrutsche und dessen Einfluss auf die Messergebnisse im Fokus der Versuche. Zunächst wurde dafür noch einmal mit Säule I gearbeitet und die Flüssigkeitssäule auf dem Resin so gering wie möglich gehalten. Dies führte in Vorversuchen zu einer Flussgeschwindigkeit von ca. 0,2 ml/min (in den vorherigen Versuchen betrug die Flussgeschwindigkeit ca. 0,4 ml/min).

Das erhaltene Chromatogramm ist in Abb. 27 dargestellt. Die erhaltenen Fitparameter sind in Tab. 11 zusammengefasst.



Abbildung 27 – (Brutto-) Impulsraten bei verringerter Flussrate (ca. 0.2 mL/min). Gesamtaktivität 2.2 kBq.

Tabelle II – Filparameter von V.7								
Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche			
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]			
1	Y-90	196	105	16,2	2129			
2	Sr-90	1552	140	$^{2,7}$	476			

Tabelle 11 – Fitparameter von V.7

Es konnten insgesamt deutlich höhere und breitere Signale, als in den vorherigen Versuchen, mit höherer Elutionsgeschwindigkeit, gemessen werden. Dies entspricht in etwa den Erwartungen, da die geringere Flussrate zu einer durchschnittlich längeren Messzeit führt. Dadurch, dass die Auflösung beim gewählten Experiment durch den Zeitpunkt des Wechselns vom Lösungsmittel bestimmt wird, stellt die zusätzliche Peakbreite kein Problem für die Auswertbarkeit des Chromatogrammes dar. Ein Tailing beider Signale ist deutlich zu erkennen, das Messsignal geht aber, anders als bei Messung auf einer sehr flachen Rutsche (Vgl.4.2.5) in einem, für das Experiment vertretbaren Zeitraum wieder bis nahe an den Untergrund zurück. Bei Verwendung von Säule I überwiegen entsprechend die Vorteile, einer Elution mit 0,2 ml/min, gegenüber den Nachteilen.
#### 4.2.8 V.8 - Verwendung von Detergentien

Als oberflächenaktive Substanzen sind Detergentien in der Lage, die Form von Flüssigkeitsvolumina zu beeinflussen. Durch das Herabsetzen der Oberflächenenergie zwischen wässrigen Phasen und wenig-hydrophilen Oberflächen sind sie in der Lage die Flüssigkeitsfilmdicke und den Kontaktwinkel zwischen den beiden Phasen herabzusetzen. Da mit einer Verringerung der Flüssigkeitsfilmdicke eine Erhöhung der Messensitivität einhergehen sollte wurde als nächstes der Einfluss von Detergentien auf die Messung überprüft. Neben einem möglichen Effekt auf die Messbarkeit sollte zudem überprüft werden, ob sich Detergentien auf den Retentionsvorgang des Strontiums auswirken.

Dazu wurde in V.8 und V.9 den Lösungsmitteln jeweils eine kleine Menge (ca. 0,5mL/100mL) handelsüblicher Seife aus dem Laborbestand zugesetzt. Um einen direkten Vergleich mit V.7 zu haben, wurde auch in diesem Experiment Säule I verwendet und die Flussrate bei etwa 0,2 ml/min gehalten.



**Abbildung 28** – (Brutto-) Impulsraten bei verringerter Flussrate (ca. 0,2 mL/min) und Zusatz handelsüblicher Seife zu den Lösungsmitteln. Gesamtaktivität 2,2 kBq.

	Tabelle 12 – Fitparameter von V.8					
Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche	
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]	
1	Y-90	262	129	18,9	3041	
2	Sr-90	1555	215	$^{2,6}$	598	

Das gemessene Yttriumsignal entspricht 143 %<sup>4</sup>, das Strontiumsignal 125 % derer aus dem Versuch ohne Zusatz von Seife. Dies könnte für einen positiven Effekt durch den Zusatz von Seife sprechen. Die Ergebnisse sind allerdings aufgrund des geringen Maßes an Kontrolle über die Flussgeschwindigkeit nicht sehr belastbar. So spricht der spätere Zeitpunkt der Yttriumelution in V.8 dafür, dass die tatsächliche Flussgeschwindigkeit hier noch etwas langsamer, als in V7 war, was ebenfalls die bessere Messbarkeit der Aktivität erklären würde. Hingegen wäre bei einer Veränderung des Flüssigkeitsstroms hin zu einer geringeren Dicke eine überproportionale Zunahme des Strontiumsignals zu erwarten, was in diesem Versuch gerade nicht der Fall ist. Letztlich konnte mit dem Versuch gezeigt werden, dass der Einsatz von Detergentien zumindest die Retention des Strontiums nicht negativ beeinflusst. Da der Einfluss der Seife auf das Resin

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Ausgewertet über die Flächen.

allerdings unbekannt ist, man aber vermuten kann, dass die Lebensdauer des Materials durch dieses drastisch reduziert wird (indem z.B die immobilisierte Phase aufgelöst wird) rechtfertigt die möglicherweise gewonnene Messbarkeit, zumindest durch handelsübliche Seife, kaum die Verwendung von Detergentien.

#### 4.2.9 V.9 - Verwendung von Säule II und hoher Flussrate

Da sich eine schnellere Elution mit Säule I nicht realisieren ließ, wurde bei den weiteren Versuchen mit Säule II gearbeitet. Diese war insgesamt deutlich breiter und bei etwa gleicher Resinmenge entsprechend niedriger befüllt. Mit ihr ließen sich wesentlich höhere schwerkraftgetriebene Flussgeschwindigkeiten erzielen. Zudem ermöglichte das vorhandene Auslassventil die bessere Einstellung der tatsächlichen Elutionsgeschwindigkeit. Diese ist allerdings nach wie vor nicht unabhängig vom hydrostatischen Druck der vorhandenen Wassersäule. Für eine gleichmäßige Elution wurde versucht, die Säule immer möglichst vollständig mit Elutionsmittel zu füllen und die Geschwindigkeit dann über das Ventil auf einen angestrebten Wert zu reduzieren. Für diesen Versuch wurde eine Geschwindigkeit von 1,5 mL/min eingestellt. Für den direkten Vergleich mit V.8 wurden ebenfalls die mit Seife versetzten Lösungsmittel verwendet. In Abb. 29 ist das erhaltene Chromatogramm, in Tab. 13 die ermittelten Fitparameter dargestellt.



Abbildung 29 – (Brutto-) Impulsraten bei hoher Flussrate (ca. 1,5 mL/min) und Zusatz handelsüblicher Seife zu den Lösungsmitteln. Gesamtaktivität 2,1 kBq.

Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche	
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]	
1	Y-90	199	199	6,9	1586	
2	Sr-90	1076	122	$^{1,7}$	273	

Tabelle 13 – Fitparameter von V.9

Insgesamt ist eine deutlich verringerte Messeffizienz im Vergleich zu V.8 zu erkennen, was den Erwartungen aufgrund der verkürzten effektiven Messdauer entspricht. Allerdings ist die Breite der Signale überraschend. Bei ansonsten gleichen Bedingungen sollten diese wesentlich schmaler als im vorherigen Versuch sein, was sie nicht sind. Dies ist sehr wahrscheinlich auf den Unterschied in den Trennsäulen zurückzuführen. Dabei zeigt sich, dass Säule II bei den gegebenen Stoffmengen und Drücken weniger gut geeignet für eine schmalbandige Chromatographie ist, als die kommerziell erhältliche Säule I. Da der wesentliche Unterschied in beiden Säulen das unterschiedliche Verhältnis von Säulendurchmesser zur Füllhöhe ist, liegt die Interpretation nahe, dass dieses Verhältnis in Säule II ungünstig und die Säule entsprechend im Durchmesser zu breit ist. Möglicherweise war Säule II auch qualitativ schlechter gepackt, als es bei der kommerziell erhältlichen Säule I der Fall war. Das Sr-Resin ist laut Herstellerangaben durchaus zum Wiederbefüllen von Säulen geeignet, und die Herstellung geschah gemäß den Angaben des Herstellers. Möglicherweise wirkte sich auch das hohe Alter des Materials negativ auf seine Wiederverwendbarkeit aus.

#### 4.2.10 V.10 - Verwendung von breiterem Calciumsilikatband

Das bisher verwendete Calciumsilikatband war 1,5cm breit. Es stand daneben noch ein 3cm breites Silikatband des gleichen Herstellers zur Verfügung. Dieses wurde im vorliegenden Versuch auf seine Eignung als Rutschenmaterial hin getestet. Als Trennsäule wurde Säule II verwendet. Das erhaltene Chromatogramm ist in Abb. 30 dargestellt. Die ermittelten Fitparameter sind in Tab. 14 zusammengefasst.



**Abbildung 30** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von breitem Calciumsilikatband. Flussrate 0,3 mL/min. Gesamtaktivität 2,1 kBq.

Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
1	Y-90	214	151	$^{9,6}$	1843
2	Sr-90	1373	153	$^{1,5}$	248

Tabelle 14 – Fitparameter von V.10

Im Vergleich zur Verwendung des dünneren Calciumsilikatbandes bei ähnlichen Flussraten (Vgl. V.4) ergibt sich nur eine geringe Erhöhung des Messsignals. Allerdings verschlechtert sich die Dekontamination nach dem Abklingen des Yttriumsignals, so dass man entweder sehr lange warten, oder die Strontiumelution bei einem erhöhten Untergrund durchführen muss. Das breitere Band ist daher, zumindest bei einer Flussrate von 0,3 ml/min eher schlechter als das schmalere Band geeignet.

#### 4.2.11 V.11 Verwendung von Superspreader-Detergentien

Als Superspreader werden solche Detergentien bezeichnet, die in der Lage sind, die Wasser-Festkörper-Kontaktfläche so zu beeinflussen, dass es mit ihnen gelingt, wässrige Tropfen auf einer hydrophopen Oberfläche in kurzer Zeit in dünne Filme extrem niedriger Kontaktwinkel umzuwandeln. Mit Hilfe des kommerziell erhältlichen Superspreader-Detergenz Silwet<sup>(R)</sup> wurde diese Eigenschaft auf ihre Verwendbarkeit im anvisierten Experiment hin überprüft. Dabei stellte sich heraus, dass das Detergenz zwar zu einer drastischen Abnahme des Kontaktwinkels wässriger Lösungen auf Polyethylen, Polypropylen- und Polymethylmethacrylatplatten führte, dieses Prinzip ließ sich für den geplanten Versuchsablauf jedoch nicht nutzen, da es nicht gelang, gleichmäßige Flüsse auf der Rutsche zu realisieren. Vielmehr bewirkte das Detergenz und die Verwendung einer reinen Plastikoberfläche hier das schnelle 'Durchlaufen' der einzelnen Plastiktropfen über die Rutsche, bei denen sich jeweils einzelne schmale Rinnsale in wechselnden Bahnen über die Detektionsrutsche fortbewegten. Abb. 31 zeigt den Versuch einer Aktivitätsmessung bei Verwendung einer unbelegten PMMA-Rutsche und mit Silwet<sup>(R)</sup> (100 $\mu$ l/100ml Säure) versetzten Lösungsmitteln.



**Abbildung 31** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von Silwet<sup>®</sup> -Detergenz und einer glatten PMMA-Oberfläche als Rutsche. Flussrate 0.3 mL/min. Gesamtaktivität 2.1 kBq.

Es zeigt sich, dass auch die Verwendung von besonders effizienten Detergentien nicht geeignet ist, um mit dem konkret genutzten sehr einfachen Detektionsverfahren zu einer guten Detektierbarkeit der Aktivität zu gelangen. Es ist durchaus denkbar, dass Detergentien ein probates Mittel sind um Aktivitätsmessungen aus Lösungen heraus zu verbessern, im konkreten Fall wurde aus den Versuchen jedoch geschlossen, dass auf die Verwendung einer strukturierten Oberfläche nicht verzichtet werden kann.

#### 4.2.12 V.12 - Verwendung alternativer Materialien für die Detektionsrutsche

Um geeignetere Materialien als das verwendete Calcium-Silikatband zu finden, wurden eine Reihe von Materialien auf ihr Fähigkeit zur gewünschten Lösungsmittelaufnahme und Weiterleitung geprüft. Die Prüfung geschah optisch, indem auf die entsprechenden Materialien jeweils 1 ml 1E-4M  $\rm HNO_3$  pipettiert wurde und beobachtet wurde, wie sich der Tropfen, bei einer Neigung von etwa 15 Grad auf dem Materials verteilte. Die Versuche wurden jeweils einmal mit und einmal ohne Zusatz von Silwet-Detergenz zu der Säure durchgeführt. In diesem Rahmen untersuchte Materialien beinhalteten:

- Polypropylen, Polyethylen und PMMA
- Glimmer-Platten
- Aktivkohlefilter
- Membranfilterband
- Aluminiumoxidpulver, welches auf eine Plastikoberfläche geklebt wurde.
- Dünnschichtchromatographieplatten mit Kieselgelbeschichtung
- Glasfaserfilamentbänder
- Zellulosegewebe (1-lagig)

Alle getesteten Materialien mit Ausnahme des Zellulosegewebes zeigten dabei zunächst augenscheinlich schlechtere Benetzungseigenschaften als die bisher verwendeten Calciumsilikatbänder. So waren die Plastikmaterialien nur im Falle eines Detergenzzusatzes benetzbar, wiesen damit aber die bereits in V.10 diskutierte Problematik beim Lösungsmitteltransport auf. Glimmerplatten, Aktivkohle- und Membranfiltermaterialien zeigten eine jeweils unzureichende Aufnahme des Tropfens, dieser perlte mit vergleichsweise großem Kontaktwinkel von diesen ab. Das Aluminiumoxidpulver zeigte eine mäßige Benetzung und wurde daher im Rahmen einer Trennung getestet (siehe Abb. 31), wo es sehr schlechte Ergebnisse erbrachte.



Abbildung 32 – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung einer Aluminiumoxid-beschichteten Oberfläche als Rutsche. Flussrate 0,3 mL/min. Gesamtaktivität 2,1 kBq.

Die Benetzungseigenschaften der Dünnschichtchromatographieplatten, der Zellulosefasern und der Glasfaserfilamentgewebe waren jeweils so vielversprechend, dass mit ihnen Trennexperimente durchgeführt wurden. Siehe V.13, V.14 und V.15.

#### 4.2.13 V.13 Verwendung von Dünnschichtchromatographieplatten in Rechteckund in Rautenform

Kommerziell erhältliche Kieselgelplatten lassen sich, anders als die bisher verwendeten Ca-Silikatbänder in praktisch jede beliebige Form zurechtschneiden. Da die Benetzungseigenschaften im Vorversuch durchaus vielversprechend waren, wurde mit diesen versucht, den Einfluss der 'Rutschenform', bzw genauer gesagt der Form des oberflächenaktiven Materials auf der Rutsche zu untersuchen. Hierzu wurde eine DC-Platte in einer, den breiten Calciumsilikatbändern analogen, rechteckigen Form der Breite 2cm und der Länge 9cm zugeschnitten. Die zweite Rutsche wurde als Raute ausgeführt, wobei die Breite der Rutsche in der Mitte 6 cm und die gesamte Länge ca. 9 cm betrug. Die Trennungen wurden jeweils auf Säule II durchgeführt. Die erhaltenen Chromatogramme sind in Abb. 33 und Abb. 34 dargestellt.



**Abbildung 33** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von rechteckigen Kieselgelplatten. Flussrate 0,3 mL/min. Gesamtaktivität 2,1 kBq.



Abbildung 34 – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von rautenförmigen Kieselgelplatten. Flussrate 0,3 mL/min. Gesamtaktivität 2,1 kBq.

Die Verwendung von Kieselgelplatten scheint, was die Messbarkeit angeht durchaus vielversprechend, so liegen die erreichten Signalhöhen in einer vergleichbaren Größenordnung, wie in den Versuchen mit breitem Calciumsilikatband (vgl. V.10). Allerdings ist die Dekontaminierbarkeit geringer als bei diesem. So verbleibt bereits im Versuch mit der rechteckigen Rutsche ein Teil der Yttriumaktivität auf der Platte und erhöht damit den Untergrund bei der Strontiumdetektion. Die Verwendung einer rautenförmigen Rutsche erhöht die maximal messbare Aktivität weiter, führt dabei allerdings zu einer noch wesentlich schlechteren Dekontaminierbarkeit. Dabei überwiegen die Nachteile der langsameren Dekontamination die Vorteile der höheren Messbarkeit deutlich.

#### 4.2.14 V.14 Verwendung von Zellulosefaser im fernhantierten Experiment

Abb. 35 zeigt den Verlauf eines ferngesteuerten Experimentes mit Säule III und einlagigem Zellulosepapier als Rutschenmaterial. Die Flussrate bei Benutzung von Säule III wurde mit 1mL/min relativ hoch gewählt. Für die ferngesteuerten Experimente wurden 4,2 kBq, also doppelt so viel Aktivität wie in den Vorexperimenten verwendet, um trotz deutlich erhöhter Flussrate zu guten Chromatogrammen zu gelangen. Das Papier war in Rechteckform zugeschnitten (Maße 2cm \* 10cm). In Tabelle 15 sind die ermittelten Fitparameter zusammengefasst.



**Abbildung 35** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von Zellulosepapier im ferngesteuerten Experiment (Säule III). Flussrate 1 mL/min. Gesamtaktivität 4,2 kBq.

	Tabelle 15 – Fitparameter von V.14					
Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche	
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]	
1	Y-90	278	126	23,1	3405	
2	Sr-90	783	169	$^{5,5}$	990	

Taballa 15	Fitnemator won	V 14	

Die Detektionseffizienz beider Signale ist höher als in allen vorherigen Experimenten. Das Verhältnis von Sr- zu Y-Signal liegt bei 0,29. Ein ähnlich hohes Verhältnis wurde bei Verwendung keines anderen Materials erreicht. Dies spricht dafür, dass die Flüssigkeitsfilmdicke bei Verwendung des dünnlagigen Zellulosepapiers besonders niedrig und dieses was die reinen Detektionseigenschaften anbelangt, besonders gut geeignet ist. Leider ist es aufgrund seiner ungünstigen chemischen Eigenschaften nicht für einen ferngesteuerten Dauerbetrieb geeignet. Das Ergebnis zeigt jedoch, dass die Verwendung besonders dünner hydrophiler Gewebe vielversprechend für die verwendete Detektionsmethode ist.

#### 4.2.15 V.15 Verwendung von Glasfaserfilamentgewebe

Abb. 36 zeigt den gemessene Chromatogramm im fernhantierten Experiment (Säule III) unter Verwendung von sehr dünnem, frisch ausgeheiztem, Glasfaserfilamentgewebe. Das verwendete Material war in Leinwandbindung gewoben und hatte eine spezifische Masse von  $48g/m^2$ . Es war vor dem Versuch für 8 Stunden in einem Ofen bei 550° ausgeheizt worden, was die Wasserbenetzbarkeit des Materials deutlich erhöhte. Diese sank jedoch bereits nach einigen Minuten Verwendung wieder deutlich ab.



Abbildung 36 – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von Glasfaserfilamentgewebe im ferngesteuerten Experiment (Säule III). Flussrate 1 mL/min. Gesamtaktivität 4,2 kBq.

.1		5	
	.1	$\cdot 1$	.1!

Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
1	Y-90	115	122	$10,\!6$	1372
2	Sr-90	762	153	$1,\!8$	294

Verglichen mit der Verwendung von Zellulosepapier ist das Glasfilamentgewebe deutlich schlechter für die Detektion geeignet. Das Ausheizen des Filamentgewebes bringt nur einen kurzzeitigen positiven Effekt was die Benetzbarkeit angeht. Eine mögliche Erklärung hierfür ist, dass die durch das Ausheizen frei gewordenen Valenzen auf der Glasoberfläche, bereits nach kurzer wieder besetzt sind und die Oberfläche entsprechend schnell inaktiviert wird.

#### 4.3 V.16 Versuche zur Bestimmung der Strontiumretention

Um zu überprüfen wie lange sich das Strontium unter den Bedingungen einer dreimolaren Salpetersäure auf dem Resin zurückhalten ließ und insbesondere um die Frage zu klären, ob es in der Folge mit der Versuchsapparatur noch messbar sein würde, wurden Versuche mit besonders langer Elution von dreimolarer Säure durchgeführt. Die erhaltenen Chromatogramme bei 30- und 60-minütiger Elution mit der dreimolaren Säure sind in den Chromatogrammen Abb. 37 und 38 dargestellt. Die berechneten Fitparameter sind in Tab. 17 zusammengefasst. Als Trennsäule kam jeweils Säule II zum Einsatz. Als Rutschenmaterial kam 1,5cm breites Ca-Silikatband zum Einsatz.



Abbildung 37 – (Brutto-) Impulsraten bei mittlerer Flussrate (0,3 mL/min) u. Gesamtaktivität 2,1 kBq.



**Abbildung 38** – (Brutto-) Impulsraten bei mittlerer Flussrate (0,3 mL/min) u. Gesamtaktivität 2,1 kBq.

Nach dreißig-minütiger Elution mit 3M  $\rm HNO_3$  gelingt zwar die Identifikation eines Strontiumsignals noch, die Höhe des Signals ist allerdings vergleichsweise gering. Die Zeit, die es dauert, bis nach Umstellen auf die verdünnte Säure das Strontium eluiert wird, spricht eigentlich dafür, dass sich dieses auf der Säule noch nicht weit bewegt hat. Im Versuch mit 60-minütiger Elution von 3M  $\rm HNO_3$  gelingt überhaupt keine Identifikation des Strontiumsignals mehr. Dies ist etwas überraschend. Eine mögliche Erklärung, wäre, dass sich das Strontium während der Spüldauer

			1			
Spüldauer	Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
$3M HNO_3$	Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
$30 \min$	1	Y-90	143	124	$13,\!6$	2110
	2	Sr-90	2154	77	$1,\!8$	198
$60 \min$	1	Y-90	252	177	11,1	2216

Tabelle 17 – Fitparameter von V.16

doch bereits auf der Säule bewegt hat und dadurch das Strontiumsignal insgesamt deutlich verbreitert wurde, so dass die Erkennungsgrenze unterschritten wurde. Um zu belastbareren Ergebnissen zu kommen würde es sich eventuell lohnen, die Versuche noch einmal mit einer höheren Messeffizienz, gegebenenfalls mit einer höheren applizierten Aktivität zu wiederholen.

### 4.4 V.17 Versuche zum Einfluss von Hintergrundelektrolyten

Um den Einfluss eines Hintergrundelektrolyten auf die Sr-Retention zu überprüfen, wurden Trennungen unter Zugabe verschiedener Kalium(-Nitrat) Konzentrationen im Bereich von 0,01-0,1M durchgeführt. Als Säule wurde Säule II verwendet. Die Detektionsrutsche war mit 3cm breitem Ca-Silikatband belegt. Die erhaltenen Chromatogramme sind in den Abbildungen 39, 40 und 41 dargestellt. Die errechneten Fitparameter sind in Tab. 18 zusammengefasst.



**Abbildung 39** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von mit 0,01M KNO<sub>3</sub> versetzten Lösungsmitteln. Gesamtaktivität 2,1 kBq. Flussrate 0,3 ml/min.



**Abbildung 40** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von mit 0,05M  $\rm KNO_3$  versetzten Lösungsmitteln. Gesamtaktivität 2,1 kBq. Flussrate 0,3 ml/min.



**Abbildung 41** – (Brutto-) Impulsraten bei Verwendung von mit 0,1M  $\rm KNO_3$  versetzten Lösungsmitteln. Gesamtaktivität 2,1 kBq. Flussrate 0,3 ml/min.

<b>Tabelle 10</b> Filiparameter von V.17	Tabelle	18 -	Fitparameter	von	V.17
--	---------	------	--------------	-----	------

$[KNO_3]$	Peak	Zuordnung	Position	FWHM	Höhe	Fläche
$\mathrm{mol/L}$	Nr.	Nuklid	[Sekunden]	[Sekunden]	[ips]	[Impulse]
0,01	1	Y-90	268	263	$^{5,3}$	1761
	2	Sr-90	1329	130	$^{1,2}$	185
0,05	1	Y-90+Sr-90	258	282	6,7	2441
$^{0,1}$	1	Y-90+Sr-90	284	222	$^{7,6}$	2245

Während sich bei Zusatz von 0,01M KNO<sub>3</sub> noch immer ein separates Strontiumsignal detektieren lässt, bewirkt bereits die Verwendung eines 0,05M KNO<sub>3</sub>-Zusatzes im konkreten Fall, dass das Strontiumsignal in der Flanke des Yttriumsignals untergeht. Für die Durchführung von modifizierten Experimentabläufen unter bewusster Zugabe von Störionen, zu didaktischen Zwecken, bieten sich entsprechend Kaliumnitrat-Zusätze im Konzentrationsbereich um 0,05 M an, wobei die Auflösung des konkreten fernhantierten Experimentes darüber entscheided, ob sich das Strontiumsignal schlechter, oder auch gar nicht mehr identifizieren lässt.

# 5 Aufbau des Prototypen

### 5.1 Technische Realisierung

Für die Realisierung der Strontium- und Yttriumtrennung musste ein System entwickelt werden, bei dem der Nutzer ferngesteuert das Nuklidgemisch auf eine Trennsäule applizieren und dieses im Anschluss durch Auswahl zweier Elutionsmittel separat eluieren und detektieren kann. Abb. 42 zeigt schematisch wie dies im entwickelten Experiment realisiert wurde.



Abbildung 42 – schematischer Aufbau des fernhantierten Experimentes.

Über zwei elektrisch ansteuerbare Magnetventile (V1 und V2) lässt sich das gewünschte Lösungsmittel auswählen und mit Hilfe einer Mehr-Kanal-Pneumatikpumpe aus seinem jeweiligen Vorratsgefäß auf das obere Säulenende pumpen. Über eine separat ansteuerbare Spritzenpumpe können genau dosierte Mengen einer Nuklidlösung bekannter Aktivität ebenfalls auf das obere Ende der Trennsäule appliziert werden. Die Säule selbst wird druckfrei betrieben. Das gesamte Flüssigkeitsvolumen, welches auf die Säule aufgebracht wird, verlässt diese ausschließlich aufgrund des Gravitationsdruckes der entstehenden hydrodynamischen Säule. Am Ausgang der Säule sitzt ein drittes Elektromagnetventil (V3) welches dazu dient, den Ausgang zwischen verschiedenen Versuchsdurchläufen zu verschließen und so ein Trockenlaufen der Säule zu verhindern. Während der Versuche ist V3 die ganze Zeit geöffnet und kann durch den normalen Nutzer auch nicht geschlossen werden, um ein Überlaufen der oben offenen Säule zu vermeiden. Das Eluat wird im Anschluss an die Trennsäule auf eine Rutsche aufgegeben, die mit einem hydrophilen Material belegt ist und die Aufgabe hat, den eluierten Tropfen in einen möglichst flachen, laminaren Flüssigkeitsstrom umzuwandeln. Auf diese Weise soll die Messbarkeit, insbesondere der schwach-durchdringenden Strontiumstrahlung, erhöht werden. Bei dem Detektor handelt es sich um ein Geiger-Müller-Zählrohr welches in etwa 1 cm Entfernung oberhalb der Rutsche angebracht ist.

In Abb. 43 ist der im Rahmen der vorliegenden Arbeit aufgebaute Prototyp dargestellt.

Im Folgenden wird auf die einzelnen verwendeten Geräte etwas genauer eingegangen. Technische Datenblätter aller verwendeten Geräte sind zudem dem Anhang beigefügt.



Abbildung 43 – Prototyp des entwickelten fernsteuerbaren Ionenaustauschextraktionsexperimentes. 1,2: Ventile zur Lösungsmittelauswahl; 3: Ventil zum Verschluss der Säule; 4: LSM-Vorratsgefäße; 5: Trennsäule; 6: Peristaltikpumpe; 7: Injektionspumpe, mit eingelegter Spritze; 8: Rutsche; 9: Geiger-Müller-Zählrohr. Kamera und Server, sowie weitere Steuerelektroniken sind nicht zu sehen, da sie jeweils abseits stehen. Die Perspektive entspricht in etwa derjenigen, die der User im Programm ebenfalls sehen kann.

#### Ventile:

Bei den Ventilen handelt es sich um elektromagnetisch verschließbare 2/2-Wege Ventile für Chemikalien (LVM-Serie) der Firma SMC. Die Ansteuerung erfolgt über ein 24 V -Signal, welches zugleich als Steuersignal und als Leistungsquelle dient. Die Ausführung der Ventilsteuerung ist 'normally closed - NC', d.h. beim Ausbleiben eines 24 V-Signals (Low) sind die Ventile geschlossen. Erst durch Anlegen einer entsprechenden Steuerspannung (High) werden diese geöffnet.

Die Materialauswahl der Ventilmembranen und der Ventilplatten geschah in Absprache mit dem Hersteller für die drei Ventile wie in Tab. 19 angegeben.

	V2	V1 & V3
Membran	EPDM	FFKM
Bodenplatte	PEEK	PEEK

#### Peristaltikpumpe:

Bei der verwendeten Peristaltikpumpe handelt es sich um das Modell 101U der Firma Watson & Marlow. Diese ist mit einem Vier-Kanal-Pumpkopf ausgerüstet, wobei für das Experiment

nur zwei der vier Kanäle in Gebrauch sind. Die verwendeten Peristaltikschläuche haben einen Durchmesser von 1,52 mm und bestehen aus dem Material Marprene<sup>(R)</sup> (ebenfalls Watson & Marlow). Mit diesen wird die gesamte Pumpstrecke von den Ventilen bis zum oberen Ende der Säule zurückgelegt.

Die Peristaltikpumpe wird über einen 15-Dee-Stecker angesteuert. Die gewählte Konfiguration ist in Abb. 44 dargestellt. Für ausführliche Details zu den Konfigurationsmöglichkeiten, siehe Manual der Pumpe. (Quelle [21])



Abbildung 44 – Geschlossene Verbindungen des 15-Dee-Steckers an der Rückseite der Peristaltikpumpe.

Über zwei pumpeninterne Potentiometer können ein Strom-Offset, sowie eine Range festgelegt werden. Die momentan verwendete Kalibration ist in Abb. 45 dargestellt. Obwohl die Pumpensteuerung auf Stromstärke eingestellt ist, geschieht die tatsächliche Ansteuerung über eine angelegte Spannung. In der gewählten Gerätekombination ist der Zusammenhang linear (Kalibration siehe Abbildung).



**Abbildung 45** – Flussrate der Peristaltikpumpe. Kalibration vom 28.07.2015 für einen Schlauchdurchmesser von 1,52 mm und einen Kanal.

Die Ansteuerung der Pumpe erfolgt mit Hilfe eines Labornetzteils vom Modell KD3005P der Firma Korad (Datenblatt im Anhang). Dieses verfügt über einen USB-Anschluss und LabView-Unterstützung zur externen Einstellung der ausgegebenen Steuerspannung. Das Netzteil liefert dabei Spannungen im Bereich von 0-30 V. Aufgrund der Bauart der Pumpe ist die Kommunikation zwischen Netzteil und Pumpe einseitig und das Programm selbst hat keine Möglichkeit, den Status der Pumpe zu überprüfen. Der Nutzer kann Pumpvorgang und Geschwindigkeit allerdings über das Kamerabild verfolgen.

#### Injektionspumpe:

Als Injektionspumpe wird das Modell NE-500 der Firma New-Era-Pump Systems Inc. verwendet. Dabei handelt es sich um eine Ein-Kanal-OEM Spritzenpumpe mit Schrittmotor, zur Verwendung bei Normaldrücken. Die Kommunikation geschieht seriell, über RS-232, so dass das Programm die Pumpe direkt steuern und den Status der Pumpe jederzeit erfragen kann. Durch Einsetzen geeigneter Spritzen lassen sich laut Herstellerangaben Volumenflüsse von 0,001  $\mu$ L/h (Verwendung einer  $0.5 \ \mu$ L Spritze) bis zu 208,3 mL/min (140 mL Spritze, teilweise gefüllt) erzielen. Bei Einsetzen einer neuen Spritze muss der Pumpe der Innendurchmesser der Spritze mitgeteilt werden, da sie auf Grundlage dieses Wertes die Anzahl an Schritten zur Applikation eines angegebenen Volumens selbstständig berechnet. Die eingestellten Durchmesser bleiben, auch über das Ausschalten der Pumpe hinaus auf dieser gespeichert. Eine Broschüre mit verschiedenen Tabellenwerten für die Injektion mit verschiedenen Spritzendurchmessern ist dem Anhang beigefügt.

Die Pumpe verfügt über keine Sicherheitsautomatik um den Endpunkt beim Durchdrücken der eingelegten Spritze zu erkennen. Es muss folglich vom Nutzer, bzw vom Administrator unbedingt vor dem Versuch darauf geachtet werden, dass sich noch ausreichend Volumen in der Spritze befindet, da sonst die Zerstörung der Spritze möglich ist.

Als Spritze findet eine gasdichte Spritze für präzise Injektionen der Firma VWR Verwendung. Deren wesentlichen Parameter sind in Tabelle 20 zusammengefasst.

Tabelle 20 – Wesentliche Parameter der verwendeten Injektionsspritze.

Volumen	10 mL
Zylinderkörper	Borosilikatglas
Kolben	Ni-Ti-Legierung (SUS 304)
Spitze	Polytetrafluorethylen
Anschluss	Luer-Lock

#### Säule:

Die im Prototypen verbaute Säule ist ein Eigenbau aus einem Zentrifugenrohr aus Polyethylen, in dessen Verschlusskappe ein Loch für den Einlass der Lösungsmittelschläuche und Injektionsnadeln, sowie zum Druckausgleich gebohrt wurde. Am unteren Ende wurde ebenfalls ein Loch gebohrt und mittels eines Kunstharzklebers ein Rohrstück mit einer hohlen Gewindeschraube eingeklebt. Die Schraube passt direkt in das Gewinde der Ventilbodenplatte von V3, so dass auf diese Weise eine leckagefreie Verbindung zwischen Säule und Ventil, bei minimalem Totvolumen gewährleistet ist.

Der Eigenbau wurde in erster Linie vorgenommen, um den Übergang zwischen Säule und Ventil zu realisieren und um maximale Freiheit bei der Befüllung zu haben. Auch ist das große Säulenvolumen günstig, um einem raschen Überlaufen der Säule bei zu viel eingebrachtem Lösungsmittel entgegenzuwirken. Es hat sich jedoch gezeigt, dass die verwendete Säule etwas zu breit für die durchgeführten Trennungen ausgefallen ist. In Zukunft ist daher geplant, einen Adapter zu entwerfen, mit dem kommerziell erhältliche vorgepackte Säulen, direkt und leckagefrei mit dem Ventil verbunden werden können (siehe dazu, die entsprechenden Versuche, sowie die Schlussfolgerung).

#### Rutsche:

Die Rutsche besteht aus einem etwa drei Millimeter dickem rechteckigen Stück Hartplastik (PE) und stellt zugleich die wesentliche Abschirmung vor der  $\beta$ -Strahlung im Abfallgefäß dar. Auf dem Plastik ist ein Material zur Aufnahme der Lösungsmitteltropfen fixiert. Dieses wandelt den Tropfenstrom, der von der Säule eluiert wird in einen laminaren Strom um. Das Eluat wird dann aufgrund der Schwerkraft am Detektor vorbei in Richtung Abfall geführt. Als Material für die Aufnahme kommen zum Beispiel dünne Calciumsilikatbänder zum Einsatz (Siehe Versuche zur Detektion).

#### Detektor:

Als Detektor wurde ein "Pancake Mica Window-Alpha-Beta-Gamma Detector" der Firma LND, Inc verwendet. Die wichtigsten Detektorparamter sind in Tabelle 21 zusammengefasst.

-	Gasfüllung	Ne + Halogen
	Fenstermaterial	Glimmer
	Fensterdicke	$1,5-2,0 \text{ mg}/cm^2$
	Effektiver Durchmesser	44,5  mm
	Effektive Tiefe	$12,7 \mathrm{~mm}$
	Arbeitsspannung	500V
	maximale Plateausteigung	10 % / 100V
	Minimale Totzeit	$40 \ \mu s$
_	$\gamma$ -Sensitivität	60  cps/mr/hr

Tabelle 21 – Geräteparameter des verwendeten Detektors (Herstellerangaben).

Bei der verwendeten Zählelektronik handelte es sich um ein "ALPHAiX 3000" der Firma Innova. Mit diesem wurde in Vorversuchen eine Auflösungszeit von  $\tau = 985 \ \mu s$  erzielt [22]. Kamera:

Bei der verwendeten Kamera handelt es sich um das Modell BCC950 der Firma Logitech. Die Kamera ist in der Lage Auflösungen bis 1080p bei bis zu 30 Bildern pro Sekunde zu liefern. Das Bildfeld beträgt 78 Grad. Der Kamerakopf lässt sich theoretisch um bis zu 180 Grad drehen und um bis zu 55 Grad neigen. Allerdings sind Dreh- und Neigbarkeit im Prototypen bisher nicht implementiert. Auch hat sich in ersten Testläufen gezeigt, dass ein hochaufgelöstes Kamerabild zur Erfassung des gesamten Experimentes zu einem zu hohen Datentraffic zwischen Server und Benutzer führt und dadurch den Bedienungskomfort, je nach verwendeter Leitung stark einschränkt. Für die Zukunft ist daher vorgesehen, die Kameranutzung zu überarbeiten und mit kleineren Bildausschnitten, idealerweise unter Ausnutzung der Schwenkfunktion, zu arbeiten.

Der schematische Ablauf der Kommunikation aller verwendeten Geräte mit dem Server ist in Abb. 46 noch einmal zusammengefasst.



Abbildung 46 – Kommunikationsschema der fernhantierten Geräte mit dem Server.

#### Logikkarte:

Für die TTL-Kommunikation mit den Ventilen und der Zählelektronik wird eine Logikkarte vom Typ NI USB-6501 der Firma National Instruments verwendet. Die Logikkarte verfügt über

24 separate Kanäle, die mit bis zu 8,5 mA Stromversorgung pro Kanal sowohl zum Senden, als auch zum Empfangen von Signalen verwendet werden können. Die Kommunikation der Logigkarte mit dem Server geschicht seriell, über USB. Die einzelnen Kanäle lassen sich dabei auf einfache Weise mittels Programmbibliotheken (sogenannte DAQ-Funktionen = Dataacquisition) in Labview-Programme einbinden und direkt ansteuern.

### 5.2 Programmiertechnische Realisierung

Die LabView zugrunde liegende Programmiersprache VEE, funktioniert nach dem Datenflussmodell. Das heißt, dass im Programmablauf die Handhabung und Weiterleitung von Datenpaketen im Mittelpunkt stehen. Dieses Konzept ist grundsätzlich gut geeignet und intuitiv verständlich, wenn es um die Akquirierung und Verarbeitung von Datensätzen, beispielsweise in der Mess- und Regeltechnik geht.

Der Programmablauf von IonLab ist in drei Programmräume (states) untergliedert. Im ersten state<sup>5</sup> werden vom Programm alle verwendeten Parameter deklariert und Standardwerte initialisiert, sowie Speicherplatz für verwendete Dateien (Kamerabild, Logdatei etc...) reserviert. Desweiteren wird die Kommunikation mit den Geräten gestartet und die dort gespeicherten Parameter abgefragt. Parallel wird das GUI (Graphical User Interface) aufgebaut, wobei zu Beginn ausschließlich ein Login-Fenster zu sehen ist.

Loggt ein User sich erfolgreich ein, wird im GUI das Hauptprogramm sichtbar. Gleichzeitig werden alle initialisierten Daten dem zweiten state übergeben. Dieses besteht aus drei parallel ablaufenden Endlosschleifen. Die wichtigste, immer aktive Schleife stellt eine Ereignisabfrage (Event loop) dar. Mit ihrer Hilfe registriert das Programm jede relevante Handlung des Users und arbeitet ein, diesem Ereignis zugeordnetes, Unterprogramm ab. Sind Kamera und Messung aktiviert, werden diese in separaten, parallel arbeitenden Endlosschleifen abgearbeitet. Durch Betätigen der Taste 'Logout & Exit' werden alle Schleifen beendet und die Daten an den dritten state weitergegeben.

Im dritten state läuft zunächst eine Programmroutine ab, die die Trennsäule, durch Schließen von V3 und schnelles Pumpen von Lösungsmittel noch ein Stück weit befüllt, um das Resin zwischen verschiedenen Versuchdurchläufen feucht zu halten. Danach werden alle Ventile geschlossen und die Lösungsmittelpumpe gestoppt. Danach schließt das Programm alle Kommunikationen mit den Geräten, sowie die geöffneten Dateien und wird dann beendet.



Abbildung 47 – Ablaufschema des IonLab-Programmes.

 $<sup>{}^{5}</sup>$ Der erste state hat programmintern den Wert '0'. Der zweite state den Wert '1', der dritte state den Wert 'default'.

# 6 Ionlab in der Praxis

### 6.1 Übersicht über das Programm

Zu Beginn des Experimentes erscheint ein Login-Fenster. Hier loggt sich der User mit Hilfe von Benutzernamen und Passwort seines Institutes ein.

(2) [on-Life v. bets 1:0] File: Edit View: Project: Counts: Tools: Window: Help	
	y 🎫
Fill in username and Password!	
Click Login Or Cancel, to proceed! abort execu	to ition!
l [t] t C 2. Universität toσ,4 Hannover	

Abbildung 48 – Login-Fenster des IonLab-Programms

Danach erscheint das Hauptprogramm. Dieses besteht aus zwei Teilen. Im linken Teil des Bildschirms befinden sich oben das Kamerabild, sowie die Funktionen zur Steuerung der Kamera. Die Kamera kann hier an- und ausgeschaltet, sowie ein spezieller Bereich des Experimentes hereingezoomt werden. Im unteren Teil der linken Bildschirmhälfte befindet sich das Chromatogramm. Dieses ist zu Beginn des Experimentes entsprechend leer und füllt sich ab dem Moment in dem eine Messung gestartet wird.



 $\label{eq:abbildung 49-Hauptfenster des Programms mit geöffnetem 'Operation'-Reiter in der rechten Bildhälfte.$ 

In der rechten Bildschirmhälte stehen drei Reiter zur Auswahl (vier wenn man als Administrator eingeloggt ist), wobei zu Programmstart automatisch der Reiter 'Operation' ausgewählt ist. In diesem befinden sich alle Funktionen zur Steuerung der Ventile und Pumpen. In der unteren rechten Ecke befindet sich zudem ein animiertes Schema des momentanen Experimentstatus. Hieraus kann man die momentane Lösungsmittelauswahl entnehmen und sieht auf den ersten Blick ob die Pumpen zur Zeit laufen oder nicht.

Im Reiter 'Measurement' kann man eine Messzeit für das Experiment einstellen und die Messung beginnen. Sobald man die Messung startet beginnt sich das angefügte Tabellenblatt, ebenso wie das Diagramm in der linken Bildschirmhälfte mit den Messwerten zu füllen. Man kann diesen Reiter auch nutzen um Einzelmessungen durchzuführen, etwa um Hintergrundwerte aufzunehmen. Die erzeugten Daten können entweder per 'copy&paste' aus dem Tabellenblatt entnommen und in eine externe Auswertesoftware, wie beispielsweise Excel eingefügt, oder per E-Mail in Form einer Textdatei an den User gesendet werden.



Abbildung 50 – Auf der linken Seite ist der Reiter 'Measurement', auf der rechten Seite der Reiter 'Log' des IonLab-Programms dargestellt.

Der Reiter 'log' beinhaltet ein Textfenster, in dem alle Aktionen des Benutzers, sowie Ereignisse des Experimentablaufs automatisch mit dem Zeitpunkt des Geschehens geloggt werden. So kann der Nutzer im Nachhinein genau nachverfolgen, wann er was gemacht hat. Zusätzlich kann er hier Kommentare in das Logfile schreiben und sich die Textdatei an seine E-Mail-Adresse schicken lassen. In der unteren rechten Ecke gibt es zusätzlich ein kleines Fenster in dem man sich erneut einzuloggen kann. Dies ist in erster Linie dazu gedacht einem admin im Nachhinein das Einloggen (und damit das Freischalten des Debug-Fensters) zu ermöglichen, ohne dass das Experiment dafür abgebrochen werden muss.

Ist der Nutzer als admin eingeloggt, existiert zusätzlich der Reiter 'debug/admin'. In diesem sind Funktionen untergebracht, die im Regelbetrieb nicht vorgesehen sind, aber dazu dienen können, grundlegende Versuchsparameter einzustellen, und Geräte zu debuggen. Grundsätzlich ist es mit diesen Funktionen möglich, das ferngesteuerte Experiment nachhaltig zu schädigen, weshalb nur entsprechend eingewiesene Betreuer Zugriff auf dieses Fenster haben sollten.

Im oberen linken Teil des Fensters existiert die Möglichkeit, das Programm abzubrechen. Anders als bei Nutzung des Logout-Buttons, der jedem Nutzer zur Verfügung steht, wird dadurch der Programmablauf sofort beendet und es laufen keinerlei Routinen zum Herunterfahren des Experimentes ab. Eine zuvor nicht gestoppte Lösungsmittelpumpe würde folglich weiterlaufen. Auch wird die Säule nicht für eine Lagerung mit zusätzlichem Lösemittel befüllt.

In der Mitte des oberen Drittels lässt sich die freie Verwendung von V3 im Experiment erlauben. Dieses soll der Benutzer im regulären Betrieb nicht mehr schließen können, nachdem es einmal geöffnet wurde, um zu verhindern, dass er in der Lage ist, die Säule zum Überlaufen zu bringen. Außerdem kann man hier die mehrfache Applikation von Aktivität zulassen, wenn man als admin ein entsprechendes Experiment plant, sowie die Animationen ausstellen, die in manchen Testläufen fehlerhaft angezeigt wurden und dann eher störten, als zu nutzen.

Rechts oben lässt sich die Bildwiederholrate der Kamera anpassen. Dies ist nützlich, um die günstigsten Einstellungen für den konkreten Klienten einzustellen, da diese, je nach vorhandener Bandbreite und Latenz unterschiedlich ist.

Im mittleren Teil des Reiters kann man über eine Konsoleneingabe + Antwortfenster mit dem Labornetzteil kommunizieren, welches die Lösemittelpumpe steuert. Hierdurch lassen sich (im Rahmen der Pumpenkalibration) beliebige Flussraten einstellen, was jedoch zum Überlaufen der Trennsäule führen kann. Für die entsprechenden Befehle, siehe das Manual des Labornetzteils im Anhang.



Abbildung 51 – 'debug/admin'-Reiter des IonLab-Programms

Der untere Teil des Reiters dient der Kommunikation mit der Injektionspumpe, für welche eine Konsoleneingabe mit Antwortfenster der Pumpe zur Verfügung steht. Die Befehle sind dem Manual der Pumpe im Anhang zu entnehmen. Für die Einstellung des applizierten Volumens an radioaktiver Lösung, sowie die Injektionsgeschwindigkeit stehen zusätzliche Steuerfunktionen zur Verfügung. Diese beiden Parameter können entsprechend auch von, mit der genauen Pumpenkommunikation nicht vertrauten, Administratoren verändert werden, um das Experiment entsprechend ihren Wünschen anzupassen.

### 6.2 Anleitung für einen einfachen Experimentablauf

Das Programm wurde für die Verwendung mit dem Internetexplorer von Microsoft entwickelt und optimiert. Vor dem ersten Ausführen des Programms auf einem Klient-Rechner müssen einmalig, zwei Browser-plugins von National Instruments installiert werden. Die Plugins können im Internet unter folgenden Links heruntergeladen werden:

ftp://ftp.ni.com/support/imaq/pc/vision/VDM/DeploymentEngine/visionrte.exe

http://download.ni.com/support/softlib/labview/labview\_runtime/2014/Windows/f2/LVRTE2014\_f2Patchmin.exe

Um das Experiment zu Beginnen öffnet man zunächst im Browser die Seite des Servers:

http://ionlab.zsr.uni-hannover.de/Ionlab.html

Es erscheint das Labview-Remotepanel. Das eigentliche Programm wird auf dem Server ausgeführt. Dieses startet man, indem man auf den weißen Pfeil in der oberen linken Ecke klickt:



Abbildung 52 – Starten des Programms.

Es erscheint das Loginfenster. Hier trägt man Benutzername und Kennwort ein und klickt anschließend auf das Schaltfeld '**Login**'. Das Programm wird nun initialisiert. Dies kann einige Sekunden dauern.

Sobald die Initialisierung abgeschlossen wurde öffnet sich das Hauptprogramm mit den Steuerfunktionen auf der rechten Seite, sowie Kamera- und Chromatogrammausgabe auf der linken Seite. Zuerst schaltet man das Kamerabild an, indem man auf die Schaltfläche '**camera ON**' in der Mitte des linken Bildschirmrands klickt. Mit Hilfe der 'Zoom'-Leiste lässt sich das Bild vergrößern. Nach Vergrößern des Bildes kann man sich mit Hilfe der Tasten 'up', 'down', 'left' und 'right' jeweils einen gewünschten Bildausschnitt zur Betrachtung auswählen um einen ersten Überblick über das Experiment zu bekommen.

Vor Beginn des Experiments sollte unbedingt der Lösungsmittelvorrat, sowie der Füllstand der Injektionsspritze über das Kamerabild kontrolliert werden. Striche auf den Vorratsgefäßen markieren jeweils den Mindeststand, der für einen Versuchsdurchlauf benötigt wird. Sollte einer der Füllstriche unterschritten sein, kann das Experiment nicht durchgeführt werden! Informieren sie in diesem Fall einen Administrator vor Ort.

Die meisten Funktionen im Reiter 'Operation' sind bis zu diesem Zeitpunkt ausgegraut und deaktiviert. Um das Experiment beginnen zu können, öffnet man durch Klick auf den ovalen Button mit der Überschrift 'V3' zunächst das Säulenauslassventil. Auf diese Weise wird noch überstehendes Lösungsmittel, welches zwischen den Experimentdurchläufen in der Säule verbleibt von dieser eluiert. Ventil drei lässt sich im weiteren Verlauf des Experimentes nicht mehr betätigen und wird vom Programm nach Beendigung des Experimentes automatisch geschlossen.

Als nächstes sollte die Säule für den Experimentdurchlauf konditioniert werden. Hierfür öffnet man zunächst 'V1'. Anschließend wählt man im Feld 'solvent pump' die höchstmögliche





Abbildung 54 – Konditionieren der Säule.

Elutionsgeschwindigkeit und klickt anschließend auf den ovalen Button mit der Überschrift: 'start/stop solvent pump'. Die Rotation der Peristaltikpumpe, genauso wie das Abscheiden der Lösungsmitteltropfen am Ende der Detektionsrutsche sollten im Kamerabild zu verfolgen sein. Nach etwa 5 Minuten sollte das Säulenmaterial ausreichend konditioniert sein.

Während die Säule konditioniert wird, kann man sich mit dem Reiter 'measurement' vertraut machen. Insbesondere die Wahl der Zählrate über das Feld '**measurement time**' ist für die Qualität des erhaltenen Chromatogramms von Bedeutung. Standardmäßig sind hier ein Messintervall von 20 Sekunden, und eine Messzeit von 1800 Sekunden (= 30 min) eingestellt, was grundsätzlich geeignete Parameter für das Experiment darstellt. Man kann die Funktionen auch für Einzelmessungen und Messreihen, z.B zur separaten Untergrundmessung verwenden. Vor Beginn des eigentlichen Experimentes sollten die Werte in der Tabelle allerdings durch Drücken des 'Reset'-Knopfes wieder aus der Tabelle entfernt werden (eventuelle Daten zuvor sichern!).



Abbildung 55 – Auswählen geeigneter Messparameter.

Nachdem die Säule ausreichend konditioniert ist, kann mit der eigentlichen Trennung durch Injizieren der Aktivität begonnen werden. Hierzu stoppt man zunächst die Peristaltikpumpe durch Klicken auf '**start/stop solventpump**' und appliziert dann die aktive Lösung durch Drücken von '**Inject activity**' im Feld 'Injection'. Sowohl im animierten Versuchsschema in der unteren rechten Seite, als auch im Kamerafenster kann der Injektionsvorgang verfolgt werden.

Nach Abschluss der Injektion sollte man einige Sekunden warten, damit sich das applizierte Volumen am oberen Ende der Trennsäule gleichmäßig setzen kann. Im Feld 'solvent pump' wählt man nun die gewünschte Elutionsgeschwindigkeit für das Experiment und beginnt die Elution durch erneuten Klick auf '**start/stop solventpump**'. Direkt im Anschluss wechselt man auf den Reiter 'measurement' und startet die Messreihe durch Klick auf '**Start measurement**'.



Abbildung 56 – Injektion der Aktivität.

Chromatogramm und Tabelle füllen sich in der Folge mit Aktivitätsmesswerten. Nach einigen Minuten sollte ein deutliches Signal im Chromatogramm auftreten. Ist dieses vollständig abgeklungen, macht es Sinn, das Elutionsmittel zu ändern. Hierzu genügt ein Klick auf den Schalter 'V2'. Ventil 1 wird in diesem Fall automatisch geschlossen und ab diesem Moment wird mit dem verdünnten Lösungmittel eluiert. Nach einigen Minuten sollte sich ein zweites Signal im Chromatogramm auf- und abbauen. Wenn auch dieses vollständig abgeklungen ist, kann die Messung als beendet angesehen werden.



Abbildung 57 – Aufbau des Chromatogramms.

Für die Übertragung der erhaltenen Daten stehen zwei Möglichkeiten zur Verfügung. Einmal kann man diese in der Tabelle markieren und per 'copy & paste' in ein externes Auswerteprogramm einfügen. Zum Anderen kann man sich diese an seine E-Mail-Adresse schicken lassen, indem man im Reiter 'measurement' seine Adresse eingibt und auf '**Send datasheet to E-mail**' klickt.

Während des Experimentes wurden alle Ereignisse in einer Textdatei gespeichert. Diese befindet sich im Reiter 'Log'. Hier besteht noch die Möglichkeit Kommentare zum Logfile hinzuzufügen um sich eventuell bei einer späteren Auswertung besser zurechtzufinden. Im Anschluss kann man sich die Textdatei durch Klick auf '**send log to e-mail**' an eine eigene E-Mail-Addresse senden.



Abbildung 58 – Sichern der experimentellen Daten.

Anschließend beendet man das ferngesteuerte Experiment durch Klick auf 'Logout & Exit' in der linken unteren Ecke des Bildschirms und schließen des Browserfensters. Das Programm fährt im Anschluss das Experiment selbstständig runter.

## 7 Schlussfolgerung

Im Rahmen der Masterarbeit konnte der Prototyp eines fernsteuerbaren Ionenextraktionchromatograpieexperimentes aufgebaut und dessen Potential demonstriert werden. Dabei wurde der Bogen vom konzeptionellen Entwurf, über Vorexperimente zur Realisierbarkeit, sowie die technische und programmiertechnische Umsetzung bis hin zu ersten Tests in der Praxis gespannt.

Als erstes konkretes Trennexperiment wurde entschieden, Strontium-90 von seiner, im Gleichgewicht vorliegenden, Tochter Yttrium-90 zu trennen. Die Trennung gelingt mit Hilfe von Strontium-Resin in einer drucklos betriebenen Chromatographiesäule in einem Zeitrahmen von etwa dreißig Minuten.

Die Detektion geschieht mittels eines Geiger-Müller-Zählrohrs, welches die Aktivität des von der Säule eluierten Volumens, online, direkt aus dem Lösungsmittel heraus misst. Es konnte gezeigt werden, dass die Verwendung einer Lösungsmittelrutsche zur Manipulation des Volumenstroms, zu einer Verbesserung der Messbarkeit, insbesondere der wenig durchdringenden Strahlung des Strontium-90 führt. Für eine zuverlässige Strontiumdetektion benötigte Gesamtaktivitäten mit dem verwendeten System liegen bei etwa 2kBq (entsprechend 1kBq Sr-90 + 1 kBq Y-90).

Als Materialien für die Belegung der Detektionsrutsche haben insbesondere strukturierte, oberflächenreiche Materialien vielversprechende Ergebnisse erbracht. Was die Messsensitivät angeht, erwies sich die Verwendung von Zellulosefaserpapier als am günstigsten, allerdings ist dieses aufgrund seiner Labilität gegenüber Salpetersäure für den Dauerbetrieb eher ungeeignet. Das vielversprechendste, chemisch inerte Material stellten  $\mu$ -strukturierte Calciumsilikatbänder dar. Weniger vielversprechende Ergebnisse lieferte die Verwendung von Detergenzien zur Manipulation des Lösungsmittelstroms.

Die Rutschenneigung sollte in einem Bereich um ca. 15° liegen. Sehr viel flachere Winkel führen zu einer unzureichenden Dekontamination des Rutschenmaterials, sehr viel steilere Winkel führen zu einer verminderten Messsensitivität (allerdings unter Gewinn von potentieller Auflösung). Die Form der Rutsche sollte am ehesten rechteckig und bei Volumenströmen im Bereich von weniger als 1 mL/min nicht breiter als 1,5 cm sein, da sich sonst die effektive Dekontamination deutlich verschlechtert.

Die Verwendung von in LabView geschriebenen Programmen mit Remote-Panel-Verbindung, ist für die fernhantierte Durchführung des Experimentes grundsätzlich geeignet. In Testläufen hat sich jedoch das verwendete Kamerabild als zu datenintensiv, was die Kommunikation zwischen Server und Client angeht, herausgestellt. Dieser zu hohe Datenverkehr durch die Kamera äußerst sich in einem extrem langsamen Ansprechverhalten der Programmfunktionen, was die gesamte Bedienung sehr zäh gestaltet. Dieses Problem kann auch im bestehenden Programm umgangen werden, indem die Kamera aus, oder auf eine niedrigere Farbtiefe heruntergestellt wird. Beides hat jedoch zur Folge, dass einer der wichtigsten Aspekte des fernhantierten Roboterkonzeptes, nämlich die Sichtbarkeit von allem, was vor Ort geschieht, sehr stark eingeschränkt wird. Die Überarbeitung der Implementation der Kamera sollte folglich noch vor einer umfangreicheren Testphase und der Nutzung durch europäische Partner geschehen. Darüberhinaus befindet sich das Programm in einem voll funktionsfähigen Beta-Stadium.

Die technische Realisierung gelang mit vergleichsweise einfachen und kostengünstigen Mitteln, die bisherigen Tests zeigten aber bereits einige grundsätzliche Schwächen der Ausgestaltung. Zunächst handelt es sich bei der durchgeführten Säulenchromatographie um ein drucklos betriebenes System. Diese Entscheidung wurde bewusst getroffen, zum Einen um den technischen Aufwand (z.B. bei der Injektion, bei den Verbindungen, etc) bei der Realisierung so gering wie möglich zu halten, zum Anderen, weil weniger 'technische' Experimente, im Allgemeinen leichter nachzuvollziehen sind. Der drucklose Betrieb bedeutet jedoch auch, dass die Kontrolle über den tatsächlichen Volumenstrom in der Säule, und damit die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ein Stück weit eingeschränkt ist. Auch kann man dem Nutzer auf diese Weise nicht die volle Kontrolle über die Flußraten gestatten, da ein Überlaufen der Säule, insbesondere nach erfolgter Injektion von Aktivität unbedingt vermieden werden muss. Möchte man bei einem drucklosen System bleiben, wäre eine Möglichkeit das Experiment zu verbessern, das Hinzufügen einer zuverlässig arbeitenden Füllstandsmessung oberhalb des Resins, mit deren Hilfe das Programm im Zweifelsfall in die Wahl der Flußrate eingreifen kann. Die Anschaffung einer neuen Lösungsmittelpumpe hätte, auch für einen weiterhin drucklosen Betrieb, zudem ein paar wesentliche Vorteile. Die bisher verwendete Peristaltikpumpe verfügt über keinerlei serielle Kommunikation, sondern wird indirekt über ein Labornetzteil angesteuert. Diese Steuerung geschieht jedoch einseitig, so dass das Programm den tatsächlichen Status der Lösungsmittelpumpe nicht erfragen kann. Hinzu kommt, dass sich die Kommunikation des Programms mit dem Labornetzteil, welches laut Herstellerangaben über eine gute LabView-Kompatibilität verfügt, als relativ unzuverlässig herausgestellt hat. Die Anschaffung einer neuen Pumpe mit direkter serieller Ansteuerung durch das Programm würde insofern mehrere Probleme lösen und die Zuverlässigkeit der Steuerung erhöhen.

Die, im Eigenbau entwickelte, Chromatographiesäule ist grundsätzlich für den Einsatz im fernhantierten Gerät geeignet, hat jedoch ein paar wesentliche Nachteile. Der wichtigste Nachteil ist, dass sie, für die letztlich zum Einsatz kommenden Flußraten zu breit ausgefallen ist. Die Breite der Signale, in den mit ihr produzierten Chromatogramme ist wesentlich höher, als dies bei Verwendung der kommerziell erhältlichen Säulen der Fall war. Zwar lassen sich mit der selbstgebauten Säule höhere Flussraten realisieren, aufgrund der Verschlechterung der Auflösung führt dies jedoch zu keinerlei Verkürzung der Dauer des Experimentes. Stattdessen wird die Detektion, insbesondere des Strontiums, durch die Breite der Peaks verschlechtert. Es wäre daher in Zukunft sinnvoll, einen Adapter zu entwickeln, mit dessen Hilfe man die Standardsäulen direkt und leckagefrei mit den verwendeten Ventilen verbinden kann. Auf diese Weise würde sich in einem zukünftigen Betrieb auch die Erneuerung einer nicht mehr gut arbeitenden Säule wesentlich einfacher und schneller realisieren lassen.

Was die Detektionsmethode angeht, konnte zwar gezeigt werden, dass mit Hilfe der Detektionsrutsche einigermaßen zuverlässige Messungen, in einem akzeptablen Aktivitätsbereich durchgeführt werden können. Über eine Umstellung der Messmethode ließen sich jedoch mit Sicherheit große Verbesserungen in Sensitivität und Reproduzierbarkeit der erhaltenen Chromatogramme erreichen. Neben der Verwendung kommerziell erhältlicher Durchflussmesszellen kommt auch hier ein Selbstbau in Frage. So sollte z.B. die Verwendung von Plastikszintillatoren, welche direkt vom Lösungsmittel überströmt werden, bereits zu einem deutlichen Gewinn an erreichbarer Messeffizienz führen, insbesondere, wenn man auf druckbetriebene Systeme umsteigt, die eine stärkere Kontrolle des Lösungsmittelstroms in einer solchen Messzelle erlauben.

Auch wenn die Zielsetzung des Demonstrationsexperimentes eher qualitativer Natur bleibt, wäre allein ein möglicher Gewinn an Messsensitivität schon insofern interessant, als dass er es erlauben würde, die eingesetzten Aktivitäten weiter zu reduzieren und die Auswahl an detektierbaren Radionukliden zu erhöhen.

Neben der Durchführung, des in Abschnitt 6 vorgestellten Experimentablaufes lässt sich das entwickelte fernhantierte System flexibel für die Durchführung diverser, drucklos durchführbarer chromatographischer Trennungen anpassen. So erlaubt bereits die Verwendung klassischer Ionenaustauscher eine Vielzahl von, für die Ausbildung interessanten, Trennexperimenten zu realisieren. Durch die Verwendung hochselektiver Extraktionschromatographiematerialien lässt sich diese Auswahl zudem auf diverse Standardmethoden aus der radioökologischen Routineanalyse erweitern.

Damit ist es im Rahmen dieser Arbeit gelungen, ein flexibel anpassbares fernhantiertes Experiment zu entwickeln, das den gestellten Anforderungen in hohem Maße entspricht. Das Experiment ist einfach und leicht nachvollziehbar und ermöglicht zugleich eine Ausbildung auf dem Stand der Technik, was die Verwendung hochselektiver Extraktionsmaterialien in der Radioökologie angeht. Zugleich ist der theoretische Hintergrund, sowohl was die Trennung, als auch was die Detektion betrifft von zentraler Bedeutung in der Nuklearchemie. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass das entwickelte System eine wertvolle Bereicherung für bestehende, und in Zukunft zu entwickelnde Lehrkonzepte darstellt.

### 8 Danksagung

Diese Arbeit konnte nur durch die Unterstützung einer ganzen Reihe von Personen entstehen. An dieser Stelle möchte ich die Gelegenheit nutzen mich bei einigen von diesen zu bedanken.

Die Zeit die ich am IRS mit der Bearbeitung dieser Master-Arbeit verbracht habe, stellt eine große Bereicherung für mich dar. Mein erster Dank gilt daher Herrn **Professor Clemens Walther** dafür, dass er mir die Gelegenheit zu dieser Arbeit gegeben hat, sowie für das hohe Maß an Vertrauen, das er mir bei der Ausgestaltung des Projektes entgegenbrachte.

Für ihre hervorragende, intensive Betreuung, ebenso wie für ihre vertrauensvolle Begleitung meiner gesamten Arbeit danke ich sehr herzlich Frau **Dr. Claudia Fournier**.

Ferner danke ich Frau **Professor Carla Vogt** für die engagierte und kompetente Betreuung meines Master-Studiums, sowie die Übernahme der Zweitprüferschaft der vorliegenden Master-Arbeit.

Den Herren **Paul Hanemann** und **Sebastian Büchner** danke ich für ihre kompetente Hilfe in technischen und programmiertechnischen Fragen aller Art. Herrn **Dr. Stefan Bister** danke ich für seine unermüdliche Unterstützung in Fragen der chemischen und strahlenschutztechnischen Ausgestaltung.

Den Damen **Gabriele Erb-Bunnenberg** und **Hilal Alemdar** danke ich für ihre hervorragende Unterstützung bei allen Fragen des Laborbetriebs, sowie ihre engagierte Hilfestellung bei wichtigen Fragen zur technischen Ausgestaltung des Experimentes.

Herrn **Dr. Jan-Willem Vahlbruch** danke ich für seine Tests und hilfreichen Verbesserungsvorschläge für Programm und Experiment. Herrn **Dr. Erik Pönitz** danke ich für seine Hilfe bei Fragen zu tiefergehenden Problemen des Strahlentransports, sowie zur Endlagerung. Herrn **Dr. Michael Täschner** danke ich für seine Unterstützung in technischen und strahlenschutztechnischen Fragen.

Herrn **Benjamin Geppert** gilt mein Dank für die Unterstützung bei der Suche nach geeigneten Materialien für die Belegung der Detektionsrutsche.

Ferner gilt mein Dank Herrn **Ralf Groffmann**, sowie den Mitarbeitern der Werkstatt Herrn **Michael Senft**, **Younes Seft** und **Frank Köpcke** für ihre praktische Unterstützung ohne die der Aufbau des Prototypen nicht gelungen wäre.

Herrn **Dr. Steffen Happel** von der Firma Triskem danke ich für seine freundliche Unterstützung, sowie sein hilfreiches Feedback, zum ferngesteuerten Experiment.

Herrn **Dr. Dieter Jakob** gilt mein Dank für seine zuvorkommende Unterstützung bei chemischen Fragen. Herrn **Hauke Bosco** und Herrn **Michael Franzmann**, danke ich für die anregenden und humorvollen morgendlichen (und auch mal abendlichen) Gespräche beim Konsum ungezählter Tassen Kaffee.

Allen Mitarbeitern des IRS gilt desweiteren mein Dank für die sehr freundliche Aufnahme in das Institut.

Zu Letzt gilt mein größter Dank meiner Lebensgefährtin **Cindy Simon**, die mich während der gesamten (langen und nicht immer ganz geradlinigen) Dauer meines Studiums, ebenso wie während der Anfertigung dieser Arbeit, ununterbrochen unterstützt hat.

## Literatur

- Václav Cuba, Jan John, CINCH Final Publishable Summary Report: http://cinchproject.eu/data/CINCH\_I/docs\_I/D6\_10\_final.pdf, (Hrsg.: European Commission).
- [2] Nuclear Energy Agency, NUCLEAR EDUCATION AND TRAINING Cause for Concern? A Summary Report, (Hrsg.: Nuclear Energy Agency), Paris, **2000**.
- [3] Cinch project, Current situation: http://cinch-project.eu/?art=situation, zuletzt besucht am 11.10.2015.
- [4] K. Dorfner, *Ion exchangers*, Walter de Gruyter, Berlin und New York, **1991**.
- [5] K. Cammann, Instrumentelle analytische Chemie: Verfahren, Anwendungen und Qualitätssicherung, Spektrum, Akad. Verl., Heidelberg und Berlin, **2001**.
- Triskem International, Produktblatt Sr-Resin: http://www.triskem-international.com/de/ iso\_album/ft\_resine\_sr\_de\_141018.pdf, zuletzt besucht am 10.09.2015.
- [7] G. Brähler, R. Slametschka, Die Pyrolyse von verbrauchten Ionentauscherharzen: http:// www.kernenergie.de/kernenergie/service/fachzeitschrift-atw/hefte-themen/2011/jul/04\_pyrolyse -verbrauchter- ionentauscherharze.php, zuletzt besucht am 25.09.2015, (Hrsg.: Deutsches Atomforum e.V.).
- [8] E. Riedel, Anorganische Chemie, 6. Aufl., W. de Gruyter, Berlin und New York, 2004.
- [9] T. Brasser, Endlagerung wärmeentwickelnder radioaktiver Abfälle in Deutschland: Anhang Wirtsgesteine, GRS, Köln u. a., **2008**.
- [10] Dietz M.L., Jensen P.J., Talanta : the International Journal of Pure and Applied Analytical Chemistry 2004, 109–113.
- [11] H.-G. Vogt, H. Schultz, Grundzüge des praktischen Strahlenschutzes: Mit ... 56 Tabellen und 76 Diagrammen, 6., überarb. Aufl., Hanser, München und Wien, 2011.
- [12] Eckert & Ziegler Radiopharma Inc., Flow-Count Radio-HPLC Detector System Product sheet: http://www.ezag.com/fileadmin/ezag/user-uploads/radiopharma/radiopharma/ Bioscan\_Products/7130-0003\_Flow\_Count.pdf, zuletzt besucht am 28.09.2015.
- [13] A. C. VELTKAMP, Radiochromatography in pharmaceutical and biomedical analysis: Review, 1990.
- [14] Ryan D. Mullera, Richard A. Ferrierib, Madina Gerasimovb, Victor Garzab, Nuclear Medicine and Biology 2002, 351–357.
- [15] Handbook of Radioactivity Analysis: Flow-Cell Analysis: Chapter 17, (Hrsg.: Elsevier Inc.), 2012.
- [16] Brookhaven National Laboratory, Nuclear Database: http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/, zuletzt besucht am 23.03.2015, (Hrsg.: National Nuclear Datacenter).
- [17] Seki T., Takigawa H., Hirano Y, Analytical Sciences 2000, 513–516.
- [18] J. F. Diehl, Radioaktivität in Lebensmitteln, Wiley-VCH, Weinheim, 2003.
- [19] S. C. Moldoveanu, V. David in Essentials in Modern HPLC Separations, Elsevier, 2013, S. 53–83.
- [20] Pamela J. Naish, S. Hartwell in, S. 285–297.
- Watson Marlow, Pump Manual: http://www.watson-marlow.com/Documents/knowledgehub/Manuals/gb%20-%20UK/101-gb-01.pdf, zuletzt besucht am 10.09.2015.
- [22] Wolfgang Schulz, "Entwicklung eines fernsteuerbaren Autodepositionsexperimentes im Rahmen des CINCH II - Projektes: Abschlussarbeit im Rahmen eines Forschungspraktikums am Institut für Radioökologie und Strahlenschutz, Hannover", 27.03.2015.

# A Anhang

### A.1 REM-Bild des verwendeten Calciumsilikatgewebes



**Abbildung 59** – Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Calciumsilikatbänder. Die Abbildung geschieht mit freundlicher Genehmigung von Herrn Benjamin Geppert, Institut für physikalische Chemie, Leibniz Universität Hannover.

### A.2 Aufbau des Schaltkastens zur Ventilsteuerung

Der zur Ventilsteuerung eingesetzte Ventilkasten wurde durch Herrn Paul Hanemann konzipiert und gebaut. Im Folgenden sind einige, von ihm erstellte Skizzen und Abbildungen zusammengetragen, die die Funktionsweise erklären sollen.



Abbildung 60 – Schaltskizze der Ventilsteuerung



Abbildung 61 – Übersicht über die Verkabelung des Schaltkastens



 ${\bf Abbildung} \ {\bf 62}-{\rm Anschluss schema} \ {\rm des} \ {\rm Schaltkastens}$ 

A.3 Zusammenfassung der erhaltenen Messparameter

material i 1,5cm i 1,5cm	Säule <sup>Nr.</sup> I	Flussrate [mL/min] $\approx 0,4$ $\approx 0,4$	Aktivität [kBq] 2,2 2,2	Bedingungen Sonstige 0,1M HNO <sub>3</sub> 8M HNO <sub>3</sub>	Nuklid <u>Y-90+Sr-90</u> <u>Y-90</u>	FWHM [Sek.] 97 85	$\begin{array}{c} {\rm H\ddot{o}he} \\ {}^{[\rm ips]} \\ 16,0 \\ 14,1 \end{array}$	Fläche [Impulse] 2049 1528
$\begin{array}{ccccccc} 1 \ \ L, 5 cm & I & \approx 0, 4 & 2, 2 \\ i \ 1, 5 cm & I & \approx 0, 4 & 2, 2 \end{array}$	$\approx 0.4$ 2.2 $\approx 0.4$ 2.2	2,2 2,2		8M HNU <sub>3</sub> 2M HNO <sub>3</sub>		85 231 79 108	$     \begin{array}{c}       14,1 \\       2,5 \\       13,2 \\       0 2 \\       0 2     \end{array} $	$\begin{array}{c} 1.52\\ 60\\ 1.32\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 26\\ 2$
i 1,5cm I $\approx 0,4$ 2,2	pprox 0,4 2,2	2,2		$1M \text{ HNO}_3$ $\text{Neig.} \approx 50^{\circ}$	Y-90 Sr-90	46 61	$\frac{13}{1.5}$	$716 \\ 129$
i 1,5cm I $\approx 0,2$ 2,2	pprox 0,2 2,2	2,2		2M HNO <sub>3</sub>	Y-90 Sr-90	$105 \\ 140$	$16,2 \\ 2,7$	$\begin{array}{c} 2129 \\ 476 \end{array}$
i 1,5cm I $\approx 0,2$ 2,2	pprox 0,2 2,2	2,2		$2M HNO_3 + Seife$	Y-90 Sr-90	$\begin{array}{c} 129\\ 215\end{array}$	$\begin{array}{c}18,9\\2,6\end{array}$	$\begin{array}{c} 3041 \\ 598 \end{array}$
i $1,5\mathrm{cm}$ II $1,5$ $2,1$	1,5 $2,1$	2,1		$2M HNO_3$	Y-90 Sr-90	$199 \\ 122$	$6,9 \\ 1,7$	$\frac{1586}{273}$
Si 3cm II 0,3 2,1	0,3 $2,1$	2,1		3M HNO <sub>3</sub>	Y-90 Sr-90	$\frac{151}{153}$	$9,6 \\ 1,5$	$\frac{1843}{248}$
lulose III 1,0 4,2 2cm	1,0 4,2	4,2		3M HNO <sub>3</sub>	Y-90 Sr-90	$\frac{126}{169}$	$23,1 \\ 5,5$	$3405 \\ 990$
asfaser III 1,0 4,2 2cm	1,0 4,2	$_{4,2}$		3M HNO <sub>3</sub>	Y-90 Sr-90	$122 \\ 153$	$\begin{array}{c} 10.6\\ 1.8\end{array}$	$1372 \\ 294$
i $1,5cm$ II $0,3$ $2,1$	0,3 $2,1$	2,1		3M, 30 min	Y-90 Sr-90	124 77	$13,6 \\ 1,8 $	$\begin{array}{c} 2110\\ 198 \end{array}$
i $1.5$ cm II $0.3$ $2.1$	0,3 $2,1$	$^{2,1}$		3M, 60 min	Y-90	177	11,1	2216
Si 3cm II 0,3 2,1	0,3 $2,1$	$^{2,1}$		$0,01M \text{ KNO}_3$	$\tilde{\Lambda}$ -90	263	5,3	1761
3i 3cm II 0,3 2,1	$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	2,1		0,05M KNO <sub>3</sub>	Y-90+Sr-90	130 282 888	1,2 0,7 1	185 2441 8645
51 $3$ cm II 0,3 2,1	0,3 2,1	2.1		$0.1M \text{ KNU}_3$	Y-90+Sr-90	222	7,6	2245

# A.4 Datenblätter

# A.4.1 Ca-Silikatgewebe

Culimeta®	<b>Techn</b> Tech	isches Datenblatt nical Data Sheet	Seite 1 von 1 Page 1 of 1 Gedruckt / Printed 12.02.09
Allgemeine Angaben / General Inform	mation		
Produktbezeichnung:	E-GI	as	
Hersteller / Lieferant: Producer / Supplier	Culir Max-F DE-49 Tel. : Fax. :	neta Textilgias-Technologie Gmb Planck-Strasse 15 – 19 3593 Bersenbrück +49 (0)5439 9416-0 +49 (0)5439 9416-10	H & Co. KG
Ansprechpartner: Person to contact	Herr Mr. D	Diederik Cuylits, Leiter Qualitäts iederik Cuylits, Quality manager	wesen, QMB
Composition		E-glass	
SiO <sub>2</sub>		53 to 57	
AL₂O₃ CaO + MgO		22 to 26	
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		5 to 8	
г <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O		< 1	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Miscellaneous		= 0,5	
Physical properties		Unit	E-glass
Density		g/cm <sup>3</sup>	2.60
Hardness (Vickers 50 g – 15 s) Sound velocity		- m/s	5.60 5680
Mechanical properties		Unit	F-alass
Virgin filament		MPa	3400
Impregnated strand tensile test (calculated	on fiber cross	ksi MPa	493 2400
Tensile modulus		ksi Gpa	348 73
		msi	10.5
Tenacity (sized yarn) Elongation at break for sized yarns accordi	na to binder	cN/Tex %	Min. 50 2.2 – 2.5
Elastic recovery	<u>.</u>	%	100
Electrical properties		Unit	E-glass
Dielectric constant at 1 MHz		-	6.13
Loss angle at 1 MHz		-	0.0018 to 0.0039
Volume resistivity		- Ohm.cm	10 <sup>14</sup> to 10 <sup>15</sup>
Surface resistivity		Ohm.cm	10 <sup>13</sup> to 10 <sup>14</sup>
		kv/mm	8 - 12
Softening point (Littleton)		°C	E-glass 840
Strain point (Littleton)		°C	617 5 2 10 <sup>-6</sup>
Specific heat		J/g. °K	5.3 10 0.764 @ 20°C
Coefficient of thermal conductivity		W/m. °K	0.958 @ 200°C 1.0
Thermal resistance of E-glass virgin fila	ment °C	Residual strength (%) E-glass	
-200		100	
300		90 82	
400		65	
600		40 14	
Diese Angaben beschreiben ausschließlich die technischen I Kenntnisse und Erfahrungen. Sie stellen keine Zusicherung v Gewährleistungsvorschriften dar.	Merkmale des Produkt on Eigenschaften des	es und stützen sich auf den heutigen Stand unserer beschriebenen Produktes im Sinne der gesetzlichen	Culimeta Textilglas-Technolog FB-008
All information are describing exclusively technical features of knowledge and experience. They are not describing an assu regulations.	the product and are bas rance of features of the	sed on our today's he specified product in terms of the legal warrantee	Revisionsstand Geändert am 26.03.0

# A.4.2 Spritzenpumpe

Mfaur	Syringe	ID (mm)	Max	Min	Max		
Migr.	(CC)	(11111)	F2 07	Rale 0.72	Rale		
в-р	3	4.699	177.1	2.434	2.952	-	
	5	11.99	345.5	4.748	5.758		
	10	14.43	500.4	6.876	8.341		
	20	19.05	872.2	11.99	14.53		
	30	21.59	1120	15.4	18.67		
LOW	60	26.59	1699	23.35	28.32		
Norm-Ject		9.65	223.8	3 076	3 73		
	5	12.45	372.5	5.119	6.209		
	10	15.9	607.6	8.349	10.12		
	20	20.05	966.2	13.28	16.1		
	30	22.9	1260	17.32	21		
	50	29.2	2049	28.16	34.15		
Monoject	- 1	8.941	19.18	2 64	3 202		
	6	12.7	387.6	5.326	6.46		
	12	15.72	593.9	8.161	9.899		
	20	20.12	972.9	13.37	16.21		
	35	23.52	1329	18.27	22.15		
	60	26.64	1705	23.44	28.42		
Torumo	140	38.00	53 09	47.69	57.84	-	
Terunio	3	4.7 8.95	192 5	2 646	3 208		
	5	13	406.1	5.581	6.769		
	10	15.8	600	8.244	10	1	
	20	20.15	975.8	13.41	16.26		
	30	23.1	1282	17.63	21.37		
	60	29.7	2120	29.13	35.33	-	
Poulten &	1	0./	107.8	1.483	2.19		
(Glass)	3	9.06	190.8	2.022	3 288		
(01000)	5	11.75	331.8	4.559	5.53		
	10	14.67	517.2	7.107	8.62		
	20	19.62	925.2	12.72	15.42		
	30	22.69	1237	17.01	20.62		
21 1	50	26.96	1746	24.01	29.11		
Svringes	7	9.538	218.6	3.005	3.644		
oy tringes	5	12.7	387.6	5.326	6.46		
	8	9.538	218.66	3.005	3.644	1	
	20	19.13	879.5	12.09	14.65	1	
	50	28.6	1965	27.01	32.76		
	Syringe	ID	Max	Min	SGE	ID	Max
	(µl)	(mm)	Rate	Rate	Syringe	(mm)	Rate
SGE	5	0.343	209.2	0.004	.25	2.303	9.432
(Glass -	10	0.485	418.3	0.008	.5	3.257	18.86
Gas	25	0.728	942.5	0.018	1	4.606	37.73
Tight)	50	1.03	1886	0.036	2.5	7.284	94.36
	100	1.457	3775	0.071	5	14.57	188.6
Hamilton Miarc	0.5	0.103	18.86	0.001	10	14.5/	3/1.5
litre	2	0.146	37.91 75 47	0.001	25	23.03	943.Z 1347
(Glass)	5	0.326	189	0.004	100	34.99	2177
NIC)	M	C.	Icion	D.	1000	-	



# NE-510, NE-511, NE-4500 & NE-4501 Programmable OEM Syringe Pumps Max and Min Flow Rates

	Syringe	ID	Max	Min	Max
Mfgr.	(cc)	(mm)	Rate	Rate	Rate
B-D	1	4.699	191.1	1.459	3.185
	3	8.585	637.9	4.868	10.63
	5	11.99	1244	9.495	20.74
	10	14.43	1802	13.76	30.04
	20	19.05	3141	23.97	52.35
	30	21.59	4035	30.79	67.25
	60	26.59	6120	46.7	102
HSW	1	4.69	190.4	1.453	3.173
Norm-Ject	3	9.65	806.1	6.151	13.43
	5	12.45	1341	10.24	22.36
	10	15.9	2188	16.7	36.47
	20	20.05	3479	26.55	57.99
	30	22.9	4539	34.64	75.65
	50	29.2	7380	56.32	123
Monoject	1	5.74	285.2	2.176	4.753
	3	8.941	692	5.28	11.53
	6	12.7	1396	10.66	23.26
	12	15.72	2139	16.33	35.65
	20	20.12	3504	26.74	58.4
	35	23.52	4/88	36.54	/9.81
	60	26.64	6143	46.88	102.3
	140	38.00	9999	95.37	208.3
Terumo	1	4.7	191.2	1.459	3.187
	3	8.95	693.4	5.291	11.55
	5	15 0	1462	11.17	24.38
	10	20 15	2100	10.49	50.01
	20	20.15	1619	20.02	76.98
	50 60	29.7	7635	58 26	127.2
Poulten &	1	6.7	388.5	2,965	6.476
Graf	2	8 91	687 2	5 244	11 45
(Glass)	2	9.06	710 5	5 422	11 84
(01000)	5	11 75	1195	9.122	19 91
	10	14 67	1862	14 22	31 04
	20	19.62	3332	25.43	55.53
	30	22.69	4456	34.01	74.27
	50	26.96	6291	48.01	104.8
	100	34.21	9999	77.3	168.8
	200				

	Syringe (µl)	ID (mm)	Max Rate	Min Rate	SGE Syringe	ID (mm)	Max Rate	Min Rate
SGE	5	0.343	1081	0.008	.25	2.303	45.91	0.351
(Glass -	10	0.485	2036	0.016	.5	3.257	91.82	0.701
Gas	25	0.728	4587	0.036	1	4.606	183.6	1.402
Tight)	50	1.03	9183	0.071	2.5	7.284	459.2	3.505
	100	1.457	9999	0.141	5	10.3	918.3	7.007
Hamilton	0.5	0.103	91.83	0.001	10	14.57	1837	14.03
Micro-	1	0.146	184.5	0.002	25	23.03	4591	35.03
litre	2	0.206	367.3	0.003	50	27.5	6546	49.95
(Glass)	5	0.326	919.9	0.008	100	34.99	9999	80.86

Pump Systems Inc. SyringePump.com

New Era Pump Systems, Inc. 138 Toledo St. • Farmingdale, NY 11735 • 631-249-1392


# **Specifications**

### NE-500 & NE-501

### **Mechanical & Electrical**

Syringe sizes: Up to 60 cc 140 mL partially filled Number of syringes: 1 Motor type: Step motor Motor steps per revolution: 400 Microstepping: 1/8 to 1/2 depending on motor speed Advance per step: 0.2126 uM to 0.8504 uM depending on motor speed Motor to drive screw ratio: 15/28 Drive screw pitch: 20 revolutions/" DC connector: 2.1 mm, center positive Voltage at DC connector: 12 VDC at full load Amperage: 750 mA at full load Power supply type: Unregulated linear external wall adapter, country and power source specific Dimensions: 9 1/2" x 4 1/4" x 4 1/8" High (24.13 cm x 10.8 cm x 10.5 cm) Weight: 2.2 lbs. (1.0 kg)

### Operational

Maximum speed: 5.1005 cm/min Minimum speed: 0.004205 cm/hr Maximum pumping rate: 1699 ml/hr with a B-D 60 cc syringe Minimum pumping rate: 0.73 µl/hr with a B-D 1 cc syringe Maximum force: 35 lbs. at minimum speed, 18 lbs. at maximum speed Number of Program Phases: 41 RS-232 pump network: 100 pumps maximum RS-232 selectable baud rates: 300, 1200, 2400, 9600, 19200 Syringe inside diameter range: 0.100 to 50.00 mm

### NE-510, NE-511, NE-4500 & NE-4501

### **Mechanical & Electrical**

Syringe sizes: Up to 60 mL. 140 mL partially filled NE-510, NE-511 Number of syringes: 1 NE-4500, NE-4501 Number of syringes: 2 Motor type: Step motor Motor steps per revolution: 200 Microstepping: 1/8 to 1/2 depending on motor speed Advance per step: 0.2126 uM to 0.8504 uM depending on motor speed Motor to drive screw ratio: 15/28 Drive screw pitch: 20 revolutions/" DC connector: 2.5 mm, center positive Voltage at DC connector: 12V DC at full load Amperage: 1000 mA at full load Power supply type: Unregulated linear external wall adapter, country and power source specific Power supply output rating: 12V DC @ 1000 mA Dimensions: 8 3/4" x 5 3/4" x 4 1/2" High (22.86 cm x 14.605 cm x 11.43 cm) Weight: 3.6 lbs. (1.63 kg)

### Operational

Maximum speed: 18.36964 cm/min Minimum speed: 0.008409 cm/hr Maximum pumping rate: 6120 ml/hr with a B-D 60 cc syringe Minimum pumping rate: 1.459 µl/hr with a B-D 1 cc syringe Maximum force: 100 lbs. at minimum speed, 18 lbs. at maximum speed Number of Program Phases: 41 RS-232 pump network: 100 pumps maximum RS-232 selectable baud rates: 300, 1200, 2400, 9600, 19200 Syringe inside diameter range: 0.100 to 50.00 mm

### **Custom Applications**

For specialized and OEM applications, contact your dealer or New Era Pump Systems Inc. Custom modifications can be made to the mechanics or the firmware.





A.4.3 Labornetzteil











SHENZHEN KORAD TECHNOLOGY CO., L' Address:F3, Building A4, District B, Songbai Industri Guangming New District, Shenzhen, 518100 Tel: 86-755-61535026 Fax: 86-755-61535025 E-mail: adam@koradtechnology.com www.koradtechnology.com www.korad.com.cn g	Description: Recalls a panel setting. NR1 1 5: Memory number 1 to 5 Example RCL1 Recalls the panel settin memory number 1 11. SAV <nr1> Description: Stores the panel setting. NR1 1 5: Memory number 1 to 5 Example : SAV1 Stores the panel se number 1 12. OCP<nr1> Description: Over current Example : OCP1 OCP ON</nr1></nr1>	Description: Returns the POWER SUP Contents 8 bits in the following format Bit Item Description 0 CH10=CC mode, 1=CV mode 1,2,3,4,5 N/A 6 Output 0=Off, 1=On 7 N/AN/A 9. *IDN? Description: Returns the KA3005P idel Example *IDN? Contents KORAD KD3005P V2.0 (Manu name,).	<b>KORAD</b> KD3000/6000-Se 7. <b>OUT<boolean></boolean></b> Description: Turns on or off the output Boolean: 0 OFF, 1 ON Example: <b>OUT1</b> Turns on the output
al Park, ; P.R.China,	g stored in ting in memory	PLY status. Itification. facturer, model	ries User Manual
			nnen an generaliset in der Statisticken der Statister der Statister eine Statisticken der Statisticken Statisti





![](_page_80_Picture_0.jpeg)

### 101U/R Pumpe mit autom./man. Steuerung und variabler Drehzahl

Artikel-Nummern				
101U/R 0.06 - 2min <sup>-1</sup>	Antrieb mit Zwei-Rollen-Pumpenkopf für Silikonschlauch mit 1.6mm WS	010.4002.00E		
101U/R 1.0 - 32min <sup>-1</sup>	Antrieb mit Zwei-Rollen-Pumpenkopf für Silikonschlauch mit 1.6mm WS	010.4202.00E		

Artikel-Nummern Schlauchmaterial					
ID/WS (mm)	Peroxide Silikon	Platinum Silikon			
0,5 / 1,6	910.0005.016	913.0005.016			
0,8 / 1,6	910.0008.016	913.0008.016			
1,6 / 1,6	910.0016.016	913.0016.016			
3,2 / 1,6	910.0032.016	913.0032.016			
4,8 / 1,6	910.0048.016	913.0048.016			

Bitte bei Bestellung Art.-Nr. für Pumpe und Schlauch angeben

### Spezifikation

Gewicht	2,2kg
Temperaturarbeits- bereich	5°C bis 40°C
Standard	CE, BS EN 50082-1, BS EN61010-1, BS EN60529 (IP21)
Versorgung	1ph, 200-250V, 50/60Hz, 15VA
Materialien	
Antrieb	Pulverbeschichtetes Gehäuse, lackiertes Stahl-Chassis
Rotor	IXEF (Polyarylamide)
Rollen	MOS2 gefülltes Nylon 6 (Nylatron)
Gehäuse	Acetal copolymer - Kematal oder PVDF
Schlauchklemmen	Acetal copolymer - Kematal
Abdeckung:	Polycarbonate
Spindel	Edelstahl

![](_page_80_Picture_7.jpeg)

Watson-Marlow-Bredel Pumps Falmouth Cornwall England TR11 4RU Tel: +44 (0) 1326 370370 Fax: +44 (0) 1326 376009 www.watson-marlow.com *Email support4gb@watson-marlow.co.uk* 

#### A.4.5 Detektor

![](_page_81_Figure_1.jpeg)

![](_page_82_Figure_0.jpeg)

![](_page_83_Figure_0.jpeg)

![](_page_84_Figure_0.jpeg)

![](_page_85_Figure_0.jpeg)

![](_page_86_Picture_0.jpeg)

![](_page_87_Picture_1.jpeg)

BEDIENGSANLEITUNSANLEITUNG ALPHAiX 3000

### 1. Allgemeines

Der ALPHAIX 3000 ist ein mikroprozessorgesteuertes Strahlenmessgerät, also ein programmierbarer Computer mit Speicher. Es können natürlich sofort Messungen durchgeführt werden, ohne vorher das Gerät programmieren zu müssen.

### Die wichtigsten Grundfunktionen

a) Gerät einschalten	Taste RUN/STOP ca. 3 Sek. drücken (Signalton und AiX 3000 in LCD-Fenster)
b) Messung starten	noch mal Taste RUN/STOP drücken (ca. 2 Sek. Anzeige der Batteriespannung, dann Anzeige des Messverfahrens)
c) Messung abbrechen	Taste RUN/STOP ca. 3 Sek. drücken, dann erscheint STOP auf LCD - Messung abgebrochen - kann mit RUN/STOPP wieder gestartet werden
d) Wechsel der	
Messverfahren	<ul> <li>Durch Drücken der Taste SET kann man 3 verschiedene Messverfahren einstellen: <ul> <li>Messung Einzel-Impulse,</li> <li>Messung Minutendurchschnitt,</li> <li>μSv/h = Mikro-Sievert pro Stunde</li> </ul> </li> <li>Die Auswahl erfolgt nach dem Einschalten oder nach dem STOP (Abbruch).</li> </ul>
e) Gerät ausschalten	Taste RUN/STOP + SET gleichzeitig drücken

Damit wissen Sie bereits das Wichtigste. Bitte beachten Sie, dass die Reaktion auf einen Tastendruck etwas verzögert sein kann - Sparschaltung - d.h. die Tasten nicht fest drücken, aber so lange bis Reaktion erfolgt.

### 2. Hinweise zu den 3 Messverfahren

![](_page_88_Picture_7.jpeg)

Die 3 verschiedenen Messverfahren bieten die Möglichkeit, für jeden Untersuchungszweck, den geeigneten Messvorgang zu wählen. Die Einzel-Impuls-Auswertung wurde beibehalten, da es für die Kontaminationsmessungen das übliche Messverfahren ist. Bei dem Messverfahren nach IPM/min. und  $\mu$ Sv/h werden die Messwerte umgerechnet und gespeichert. Hinweis: Für die Anzeige in  $\mu$ Sv muss die richtige Nullrate eingestellt sein > siehe Abschnitt Programmierung.

Anzeige IMPULS	Einzel-Impuls-Zählung mit Anzeige direkt auf der LCD und es ertönt bei jedem Impuls ein Signalton, der sich mit der Taste SOUND an und ausschalten lässt. Nach Ablauf der Messzeit bleibt der Messwert im Anzeigefenster stehen. Für eine neue Messung muss mit der Taste RUN/STOP wieder gestartet werden.
Anzeige Ipm	Bei diesem Messverfahren werden die erfassten Impulse sofort auf eine Minute umgerechnet. Die Anzeige des Ein-Minuten-Mittelwertes ist der wichtigste Vergleichswert bei der Strahlenmessung. Die Anzeige erfolgt erst nach Ablauf der Messzeit. Werden z.B. in 10 Minuten 968 Impulse gezählt, erscheint nach 10 Minuten der Wert 96.8/m in der Anzeige - waren es 60 Minuten, dann wird 16.1/m angezeigt. Die Messungen laufen automatisch weiter. so dass jeweils noch 10 Minuten, sofern keine andere Messzeit eingestellt wurde, der neue Messwert in die Anzeige geladen wird. Die letzten 40 Messwerte werden automatisch gespeichert. Aus den gesamten gespeicherten Werten kann noch mal der Mittelwert angezeigt werden, in dem die Taste STORE gedrückt wird - diese Anzeige hat nach dem Querstrich eine /0. Es erfolgen keine akustischen Signale - erst nach Überschreiten einer einstellbaren Warnschwelle.
Anzeige μSv/h	Diese Anzeige ist für Dosisleistungsmessung vorgesehen, die in Sv angezeigt werden. Es handelt sich hierbei ausschließlich um eine Messung der GAMMA-Strahlung, so dass ALPHA- und BETA-Strahlung abzuschirmen sind, in dem man bei den Messungen die Schutzdeckel auf den Zählrohren lässt. Bei diesem Messverfahren ist es wichtig, dass die richtige Nullrate zum eingesetzten Zählrohr programmiert wurde (Taste SET + SOUND). Die Anzeige erfolgt jeweils nach 100 Impulsen, so dass die Zeit die Variable ist und nicht, wie bei den anderen Messverfahren, eingestellt werden kann. Bei 100 Ipm ist der Messfehler max. 10 %. Der Messintervall variiert mit der Strahlungsintensität $\rightarrow$ Lange Messzeit = schwache Strahlung, kurze Messzeit = starke Strahlung. Wie bei dem Messverfahren IPM/m, setzen sich die Messintervalle ständig fort. und es wird jeweils der letzte Messwert angezeigt. Ebenso werden die letzten 40 Messwerte gespeichert, wobei auch hier der Mittelwert ( $\mu$ O) aus den gespeicherten Messwerten, mit der Taste STORE, abgerufen werden kann.

### Programmierung der Messzeit / Messintervall

Der ALPHAiX ermöglicht die Einstellung von unterschiedlichen Messzeiten im IMPULS-Mode, bzw. Messintervalle bei den Anzeigen in  $\mu$ Sv/h und Ipm. Wie bereits erwähnt, starten bei den Messverfahren  $\mu$ Sv/h und Ipm nach Ablauf der vorgegebenen Messzeit die neuen Messintervalle automatisch, wobei der Messwert des abgelaufenen Messintervalls gespeichert wird.

D.h. die Messreihe setzt sich unendlich fort, und es werden jeweils die letzten 40 Messwerte gespeichert werden. Dadurch können Langzeitmessungen mit kleineren Messintervallen gefahren werden, um so viele Zwischenergebnisse abfragen zu können.

Bei dem IMPULS-Mode geht das nicht. Nach Ablauf der eingestellten Messzeit bleibt das Gerät, mit der während der Messzeit erfassten Impulsgesamtsumme in der Anzeige stehen. Man muss manuell erneut starten (Taste RUN), wobei mit dem Start die Anzeige auf null zurückgesetzt wird.

In der Regel wählt man im IMPULS-Mode einen längere Messzeit als bei den Messverfahren ( $\mu$ SV/h + Ipm) bei denen eine automatische Messwertspeicherung erfolgt. Um im

IMPULS-Mode Zwischenergebnisse abfragen zu können, besteht die Möglichkeit die Zählung anzuhalten ohne diese zu unterbrechen.

Wenn man im IMPULS-Mode gleichzeitig die Tasten RUN/STOP + PERIOD drückt, bleibt die Anzeige stehen. Die Punkte in der Anzeige verschwinden und nur ein pulsierender Punkt zeigt an, dass die Messung im Hintergrund weiterläuft. Drückt man erneut die Tasten RUN/STOP und PERIOD wird die Anzeige wieder aktiviert, d.h. die zwischenzeitlich erfassten Impulse werden in die Anzeige geladen und die Messung wird mit den aktuellen Werten fortgesetzt.

Es können 8 verschiedene Messzeiten/-intervalle eingestellt werden, durch gleichzeitiges Drücken der beiden Tasten SET + PERIOD und der Vasten :

IMPULS-Mode:	10 Sek.	lpm + μSv/h:	10 Sek.
	1 Min.		1 Min.
	10 Min.		10 Min.
	60 Min.		60 Min.
	100 Min.		100 Min.
	6 Std.		6Std.
	12 Std.		12 Std.
	Unendlich		24 Std.

Die Unterscheidung in der letzten Stufe ergibt sich durch die Tatsache, dass die Messvefahren Ipm +  $\mu$ Sv/h ohnehin unendliche laufen. Durch Drücken der beiden Tasten SET + PERIOD erscheint als erstes die aktuelle Messzeit, die blinkt. Durch die beiden Tasten kann man die gewünschte Messzeit einstellen. Nach der gewünschten Einstellung ist die Taste SET so lange zu drücken bis die Datumsanzeige erscheint. Dann kann man eine neue Messreihe starten.

Die beiden Tasten  $\bigtriangleup$ , die identisch sind mit den beiden Tasten TIME + SOUND, werden generell für die Programmierung des ALPHAiX eingesetzt. Eine Programmierung wird immer mit der Taste SET abgeschlossen, d.h. solange betätigen bis die Datumsanzeige erscheint und umgeschaltet werden kann.

### 3. Weitere Befehle zur Programmierung des ALPHAiX 3000

Taste PERIOD	<ul> <li>Die Taste PERIOD dient zum Programmieren der Messintervalle.</li> <li>Wenn man direkt nach dem Einschalten PERIOD drückt, erscheint die zu der Zeit eingestellte Messzeit. Wenn man dann gleichzeitig auf die Taste SET drückt, blinkt diese Messzeitanzeige. In dieser Phase kann die Messzeiteinstellung mit den beiden Tasten verändert werden. Nach der gewünschten Messzeiteinstellung drückt man wieder SET, bis die Zeitanzeige erscheint, dann hat man den Messbereich-Wahlmodus verlassen und man kann mit anderen Funktionen fortfahren.</li> <li>Bedient man während einer Messung die Taste PERIOD,</li> <li>wird erst die bereits abgelaufene Messzeit angezeigt,</li> <li>beim 2. Drücken die Gesamtmesszeit die eingestellt wurde,</li> <li>und mit dem 3. Drücken wieder zurück zur aktuellen Messwertanzeige.</li> </ul>
	Am Schluss einer Messreihe wird auf jeden Fall der Messwert in die Anzeige geladen.
Taste STORE	Anzeige <b>(/0)</b> ist Durchschnittswert aller gespeicherten Messwerte – max. 40 (arithm. Mittelwert) . Wenn keine zusätzliche Strahlenbelastung vorhanden ist, kann man diesen Wert als Nullrate nehmen, wenn Gesamtmesszeit mindestens 100 Minuten beträgt
	Man kann nach dem Drücken von STORE mit den Tasten $ imes \nabla$ die gespeicherten Messwerte durchblättern, wobei am Anfang Datum, Uhrzeit, eingestellte Nullrate und Messzeit, angezeigt wird.
	In den Speicher kann man allerdings nur einsehen, wenn keine Messreihe läuft, d.h. vorher mit STOP die Messreihe unterbrechen und dann mit der Taste STORE den Speicher öffnen.
	Die Messwerte sind durchnummeriert, wobei der älteste Wert die Nummer 1 hat und der zuletzt gemessene Wert die Nr. 40.
Taste SOUND	der Taste SOUND kann das akustische Impulssignal im IMPULS-Mode aus und eingeschaltet werden. Weiterhin kann mit dieser Taste das Alarmsignal aus- und eingeschaltet werden.
	Gleichzeitig SOUND und SET drücken, ermöglicht die Einstellung der Nullrate, und zwar wie übliche mit den beiden Tasten Bei Dosismessungen in µSv ist darauf zu achten, dass die richtige Nullrate des Zählrohres programmiert wurde. Vom Hersteller ist eine Nullrate
	von 20 Ipm vorprogrammiert – das entspricht der Nullrate vom Zählrohr Typ A. Bei dem Zählrohr B ist die Nullrate 8 Ipm, bei dem Zählrohr FSZ 17 Ipm und bei dem Zählrohr Typ G ist die Nullrate 28 Ipm.
	Das ist besonders wichtig, wenn man verschiedene Zählrohre abwechselnd benutzt!

n	mal SET	drückt,	kann	
M	) ändern.	die in d	er Re	0

Wenn man in dieser Programmstufe noch man die Einstellung des Warnsignales (ALARM) gel auf das 10-fache der Nullrate eingestellt ist.

Mit den beiden Tasten riangleq kann man das Warnsignal beliebig nach oben (max. 250) und nach unten verändern. Ist die Alarmschwelle auf 0 eingestellt, dann erfolgt kein Alarmsignal.

Zum Abschluss der Einstellungen wieder SET drücken bis Zeitanzeige erscheint.

**Taste TIME** Wenn man gleichzeitig TIME und SET drückt, kann man das Datum und die Uhrzeit einstellen, ebenfalls mit den beiden Pfeil-Tasten.

> Einmal drücken - Datum einstellen (Tag, Monat, Jahr) jeweils mit den Pfeiltasten

mit SET weiterschalten

dann Uhrzeit einstellen (Stunde, Minute, Sekunde) ebenfalls mit Pfeiltasten und SET

programmieren.

Mit Taste SET weiterschalten bis Uhrzeit erscheint. Dann kann ausgeschaltet oder eine Messung mit Taste START aktiviert werden.

Grundeinstellung Diese 3 Tasten drückt man gleichzeitig, Wenn man, aus welchen Gründen auch immer, in die Grundeinstellung zurück will, um so Programmierarbeit SET  $+ \triangle + \bigtriangledown$ zu vermeiden.

Grundeinstellung: - IMPULS-Mode

- 10-Minuten-Messzeit
- 20 Minuten Nullrate
- Alarmstufe ist eingestellt auf 10-fache der
- Normalstrahlung

### 4. Austausch der Zählrohre

Der ALPHAiX 3000 ist ein Basisgerät, auf das verschiedene Messsonden (Geiger-Müller-Zählrohre) aufgesteckt werden können. Beim Wechsel der Zählrohre sollte das Gerät ausgeschaltet sein, bzw. vor dem Einschalten sollte das Zählrohr bereits aufgesteckt sein. Nach dem Ausschalten ca. 10 Sec. warten, bevor das Zählrohr entfernt wird. Bei einer falschen Bedienung kann es zu Störungen im Programm kommen und Steuerungstasten sprechen nicht mehr an. In diesem Falle ist die Batterie abzuklemmen und wieder anzuschließen. Das ist wie bei einem Computer bei dem das Programm abgestürzt ist.

Grundsätzlich können an den ALPHAiX alle Messsonden angeschlossen werden, die mit einer Betriebsspannung von 500 Volt arbeiten, da die Nullrate, der Zählrohre, bei dem Gerät eingestellt werden kann. Auf Wunsch können wir spezielle Sonden anfertigen. Lieferzeit und Preise können nur auf Anfrage mitgeteilt werden.

### 5. Austausch der Batterie/Netzanschlusses

Um die Batterie auszutauschen, muss der Deckel auf der Rückseite des ALPHAiX abgenommen werden, der mit 2 Schrauben befestigt ist. Die 9-Volt-Blockbatterie ist an einem Batterie-Clip befestigt und lässt sich leicht abnehmen und austauschen.

Vor dem Öffnen des Gerätes sollte der ALPHAiX bereits 1 Minute ausgeschaltet sein, damit die Hochspannung sich abgebaut hat.

Der ALPHAiX 3000 arbeitet bis zu einer Mindest-Spannung von 7,5 Volt. Wird diese Spannung unterschritten, erscheint in der Anzeige BATT. Es ist zu empfehlen die Batterie bereits bei einer Spannung unter 8 Volt zu wechseln. Vor einer größeren Reise mit diesem Gerät sollte die Batterie eine Spannung über 9 Volt anzeigen. In der Regel kann eine Batterie, je nach Qualität, mehrere Wochen Dauerbetrieb durchhalten.

Grundsätzlich ist es möglich, den ALPHAiX auch an Netz anzuschließen. Hierzu ist der Batterieclip nach außen zu legen. Bei den neueren Geräten wurde hierzu ein kleiner Schlitz an der Seite des Gehäuses angebracht. Mit einem Adapter zwischen ALPHAiX und dem Netz, ist die Spannung von 220/240 Volt auf 9 max. 10 Volt einzustellen. Diese Einstellung muss aber auch der tatsächlichen Spannung entsprechen - das ist keineswegs bei allen Adaptern der Fall. Wenn eine zu hohe Spannung übertragen wird, gibt es nicht nur falsche Messung, sondern auch das Gerät kann Schaden nehmen.

### 6. Garantie

Grundsätzlich gewähren wir auf den ALPHAiX ein Garantie von 24 Monaten. Voraussetzung ist allerdings eine sachgerechte Behandlung, wie dies bei elektronischen Messgeräten u. Computern üblich ist. Bei Eingriffen in das Gerät entfällt die Garantie, Reparaturen werden nur von Hersteller durchgeführt.

Das gilt auch für die verschiedenen Aufstecksonden (Geiger-Mül1er-Zählrohre). Bei den Endfensterzählrohren ist darauf zu achten, dass die Endfenstermembranen nicht berührt werden, auch nicht mit Wasser oder Dampf. Eine Beschädigung der Membranen entspricht einem Total-

schaden der Messsonde.

Für den Transport und für größere Reisen empfehlen wir den schlagfesten Kunststoffkoffer in unserem Angebot.

### 7. Hinweis zum EDV-Auswertung- und Analyseprogramm

Bei der aktuellen Version ALPHAiX 3000 ist eine Übertragung der Messdaten auf einen PC möglich. Der ALPHAiX 3000 hat einen eingebauten Schnittstellenchip. Auch die vom ALPHAiX unterwegs gespeicherten Daten (40 Messwerte) können nachträglich auf einen PC übertragen werden.

Der Lieferumfang für das Auswertungs- und Analyseprogramm beschränkt sich auf die Programm- diskette mit Anleitung und einer speziellen Verbindungslitze zwischen ALPHAiX und dem PC (Com1/Com2).

Es kann sein, dass es bei 64 Bit-PC und neuen Betriebssystemen Probleme auftreten können.

BEDIENGSANLEITUNSANLEITUNG ALPHAiX 3000

### 8. Zählrohre (Mess-Sonden)

Zurzeit stehen serienmäßig 5 Messsonden zur Verfügung, die an den ALPHAiX angeschlossen werden können

Zählrohr Typ A	Endfensterzählrohr für ALPHA-, BETA- und GAMMA-Strahlung. Diese Version wird vorwiegend im Bereich techn. Lehrmittel (Physik/Chemie) eingesetzt.
Zählrohr Typ G	Endfensterzählrohr für ALPHA-, BETA- und GAMMA- Strahlung. Dieses Zählrohr wurde für den Laborbedarf konzipiert und ist. durch das größere Endfenster. etwa 5 mal empfindlicher als das Zählrohr Typ A.
Zählrohr Typ B	Eine Tauchsonde zur Messung von BETA- und GAMMA- Strahlung. Neben Oberflächenmessungen besonders gut als Tauchsonde in Schüttgut und Flüssigkeiten geeignet.
Zählrohr Typ FSZ	Eine Tauchsonde zur Messung von BETA- und GAMMA- Strahlung - gr6ßerc Ausführung von der Sonden B. Die festverbundene Litze (I m) ist wasserdicht, so dass auch Messungen bis 1 m unter Wasser möglich sind. Dieses Zählrohr als Tauchzählrohr, ist mit Abstand das leistungsfähigste Zählrohr.
Zählrohr Typ D	Zählrohr zur Messung von GAMMA-Strahlung. Bevorzugt nur zu Dosismessung. Dieses Zählrohr wird in der Regel als Sonderanfertigung (wegen der Litzenlänge) geliefert.

Für die Zählrohre (Sonden) A. B, G und FSZ gibt es jeweils separate Bedienungsanleitungen.

![](_page_94_Picture_5.jpeg)

![](_page_95_Figure_1.jpeg)

# Für höchste Anforderungen in der Prozesssteuerung Direkt betätigtes, kompaktes 2/2 und 3/2-Wegeventil

ØSMC

GU JAPAN

IVM11

b

**LVM11** 

C

-5A-1

### ○ Ventilkammervolumen

					Einheit: μℓ	
	Serie	LVM09/090	LVM10 (für LVM11)	LVM10/100	LVM15/150	LVM20/200
	Ventilkammervolumen	18	11	20	50	84

# Verändertes Volumen bei offenem/geschlossenem Ventil (Pumpenvolumen) 0.01 μℓ max. (Kipphebelausführung)

"Pumpenvolumen" bezieht sich auf die Menge Wasser, die während des Öffnens und Schließens des Ventils aus der Ventilkammer austritt (einmalig, ohne anliegenden Druck)

Bei einem normalen Membranventil wird während des Schaltvorgangs von EIN auf AUS an der Ausgangsseite des Ventils eine gewisse Menge Medium abgegeben, da die Ventilkammer im offenen und geschlossenen Zustand jeweils eine unterschiedliche Größe aufweist. Ventile mit Kipphebelausführung weisen praktisch keine Volumenänderung auf, so dass am Ventilausgang kein Medium austritt.

![](_page_96_Figure_6.jpeg)

### ○ Energiesparausführung lieferbar

Leistungsaufnahme im Haltezustand kann erheblich verringert werden. Einheit: W

	Serie		LVM09/090	LVM10/100	LVM15/150	LVM20/200
	Leistungs- aufnahme	beim Einschalten	3.3	2.5	5.5	4
		Haltezustand	0.9	1	1	0.6

### ○ Platzsparend

				Linnen. min
Serie	LVM090	LVM10/100	LVM150	LVM200
Ventilbreite	9.5	13	16	20
Abstand auf Anschlussplatte	10.5	14	17	21

Lesen Sie bitte Punkt 10 in "Konstruktion und Auswahl" (Anhang 2), wenn das Ventil über einen längeren Zeitraum angesteuert oder auf einer Mehrfachanschlussplatte montiert werden soll.

![](_page_96_Figure_13.jpeg)

Abstand auf Anschlussplatte

## O Anwendungen: verschiedene Analyse- und Pr üfger äte

Messinstrumente für Blut, Urin, Immunsystem usw.

Einleitung 1

# Serie LVM Elektromagnetventil für Chemikalien

![](_page_97_Figure_1.jpeg)

LVM20/200

Befestigungselement (Option)

# Variantenübersicht

	Modell	Ventil- konstruktion	Ventiltyp	Zahl der Anschlüsse	Betriebs- druckbereich	Nenn- weite (mm)	Ventil- breite	
4	LVM09R3		N.C.					
LENGAR LENGAR	LVM09R4	Membran- Sitzventil (Kipphebel-	N.O.	2	–75 kPa bis 0.2 MPa	1.1	9.5	
pert ap	LVM095R	ausführung)	universal	3				
	LVM11	direkt betätigtes Membran- Sitzventil	N.C.	2	0 bis 0.25 MPa	1.5	13	
	LVM10R1		N.C.			1.4		
2 pr. 1919/00 -14-3 21	LVM10R2	-	N.O.	2	–75 kPa bis 0.25 MPa		13	
	LVM102R		universal	3				
Δ	LVM10R3		N.C.		–75 kPa bis 0.25 MPa			
Car International Internationa	LVM10R4		N.O.	2			13	
the french is	LVM10R6		N.C.				15	
	LVM105R	direkt betätigtes Membran-	universal	3				
Δ	LVM15R3	Sitzventil (Kipphebel- ausführung)	N.C.	2		1.6 (1)		
Constant La Walder – La BES water	LVM15R4		N.O.		–75 kPa bis 0.25 MPa (0 bis 0.6 MPa)		16	
HC - NC	LVM155R		universal	3				
M	LVM20R3		N.C.	2				
an dan Katalan - M M	LVM20R4		N.O.		–75 kPa bis 0.3 MPa	2	20	
An a state	LVM205R		universal	3				

Einleitung 3

# Serie LVM

Durchflusseige		nschaften		Medien-	Volumen	Gewicht	Leistungs-		
Wasse	er	Druc	kluft		der Ventil-	(g)	aufnahme	Seite	
Av 0.43 x 10 <sup>-6</sup>	0.018	0.06	0.2		18	20	2	s.1 bis 3	
0.96 x 10 <sup>–6</sup>	0.04	0.13	0.22	0 bis 50 (keine Kondensation)	11	30	2.5 bei Einschalten 1 im Haltezustand	S.4 bis 8	
0.72 x 10 <sup>_6</sup>	0.03	0.1	0.2		20	34	1.5	s / bis 10	
0.72 x 10 <sup>-6</sup>	0.03	0.1	0.2		(keine Kondensation)	20	34	1.5	3.4 013 10
0.96 x 10 <sup>-6</sup> (0.36 x 10 <sup>-6</sup> )	0.04 (0.015)	0.13 (0.05)	0.22 (0.2)		50	45	5.5 bei Einschalten 1 im Haltezustand	S.11 bis 13 Werte in Klammern stehen für die Hochdruckausführung.	
1.56 x 10 <sup>–6</sup>	0.065	0.23	0.27		84	80	2.5	s.14 bis 16	

\* Die Werte für Av und Cv basieren auf der Norm JIS B 2005:1995, C und b basieren auf JIB B 8390:2000.

# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien Serie LVN09/090

![](_page_100_Figure_1.jpeg)

### **Technische Daten**

Madall			Flanschversion			
IVIOUEI	1		LVM09R3	LVM09R4	LVM095R	
Ventilkonstruktion			direkt betätigtes Me	embran-Sitzventil (Ki	pphebelausführung)	
Ventiltyp			N.C.	N.O.	universal	
Anzahl der Anschlüss	e			2	3	
Medium Anm. 1)			Druckluft, Wasser,	Reinwasser, Verdür	nner, Lösungsmittel	
Betriebsdruckbereich			_	75 kPa bis 0.2 MF	Pa	
Nennweite				1.1 mm		
Ansprechzeit			max. 10	ms (bei Pneuma	tikdruck)	
Leckage			keine Leckage, wed	der intern noch exter	n (bei Wasserdruck)	
Prüfdruck Anm. 2)			0.3 MPa			
Umgebungstemperatu	Umgebungstemperatur			0 bis 50°C		
Medientemperatur	Medientemperatur		0 bis 50°C (kein Gefrieren)			
Volumen der Ventilkammer Anm. 3)		18 ℓ				
Einbaulage Anm. 4)			beliebig			
Schutzart			IP40 oder entsprechend			
Gewicht			20 g			
Nennspannung			12, 24 V DC			
zulässige Spannungsto	oleranz Ar	m. 5)	±10% der Nennspannung			
Spulenisolierung			Klasse B			
	Standa	rd	2 W			
Leistungsaufnahme	Stanua			(0.08 A)		
(bei Nennspannung	mit	hai Einschalten		3.3 W		
von 24 V)	schaltkreis	Del Lillochalten		(0.14 A)		
		Haltezustand		0.9 W		
Schaltgeräusch der Spule Anm. 6)			50 dB			

### Durchflusseigenschaften

Wasse	Druckluft				
Av	Cv	С	b		
0.43 x 10 <sup>-6</sup>	0.06	0.2			
* Die Werte für Av und Cy basieren auf der Norm JIS B					

2005:1995, C und b basieren auf JIB B 8390:2000.

Schaltgeräusch der Spule Anm. 6)

Anm. 1) Wählen Sie ein geeignetes Material für den Bereich mit Medienkontakt, wenn ein Medium wie z. B. Lösungsmittel verwendet wird. Überprüfen Sie im Vorfeld die Eignung des Materials.

Anm. 2) Druck, bei dem nach einer 1-minütigen Prüfung kein Bruch, Riss und keine externen Leckage entstehen. Anm. 3) Freiraum im Innern der Ventilkammer nach Abzug des Membranvolumens.

Ann. 4) Data Gehäuser (Form der Öffnung) zur Ableitung von Restflüssigkeiten konstruiert ist, wird eine vertikale Einbaulage mit der Spule auf der Oberseite empfohlen. Wenn Restflüssigkeiten unwichtig sind, sind alle Einbaulagen wählbar.

Anm. 5) Wenn die Ansprechzeit eine Rolle spielt, müssen negative Spannungsschwankungen durch eine geeignete Maßnahmen vermieden werden. Anm. 6) Der Wert beruht auf den Messbedingungen von SMC. Der Geräuschpegel variiert je nach Einsatzbedingungen.

Anm. 6) Der Wert beruht aut den Messbedingungen von SMC. Der Geräuschpegel variiert je nach Einsatzbedingungen. Anm. 7) Lesen Sie bitte Punkt 10 in "Konstruktion und Auswahl" (Anhang 2), wenn das Ventil über einen längeren Zeitraum angesteuert werden soll.

**SMC** 

Serie LVM09/090

![](_page_101_Figure_2.jpeg)

### LVM095R

![](_page_101_Figure_4.jpeg)

#### Stückliste: LVM09R3, 09R4, 095R

Nr.	Beschreibung	Material
1	Platte	PEEK
2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
3	Gehäuse	PBT
4	Gleitbuchse	PPS, rostfreies Stahl
5	Anker	—
6	Spule	—
7	Anschlusskabel	—
8	Gussform	PET
9	O-Ring	NBR
10	Dichtung	EPDM/FKM/FFKM

# Serie LVM09/090

### **Abmessungen: Flanschversion**

![](_page_102_Figure_2.jpeg)

3

# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien Serie LVN10/100

### Bestellschlüssel

![](_page_103_Figure_2.jpeg)

 Kombinationen der Materialien der Teile mit Medienkontakt E, F, G sind nicht möglich.

# Serie LVM10/100

![](_page_104_Picture_1.jpeg)

Rohrversion

![](_page_104_Picture_3.jpeg)

Rohrversion (Schlauchausführung)

![](_page_104_Picture_5.jpeg)

Flanschversion (ohne Einzelanschlussplatte)

![](_page_104_Picture_7.jpeg)

Flanschversion (mit Einzelanschlussplatte)

Technische Daten							
Madall	Rohrversion	Rohrversio	n (Schlauch	anschluss)			
wodell	LVM11	LVM10R1	LVM10R2	LVM102R			

IVI	odell		LVM11	LVM10R1	LVM10R2	LVM102R	LVM10R3	LVM10R4	LVM10R6	LVM105R
Ventilkons	struktion	1	direkt betätigtes Membran- Sitzventil	direkt betätigtes Membran-Sitzventil (Kipphebelausführung)					)	
Ventiltyp			N.C.	I.C. N.C. N.O. universal N.C. N.O. N.C.					universal	
Anzahl de	r Anschl	lüsse	2	2 2 3 2				3		
Medium A	nm. 1)			Druckluf	t, Wasser, F	Reinwasser,	Verdünner,	Lösungsmi	ttel	
Betriebsdru	uckbereic	h	0 bis 0.25 MPa			-75 k	Pa bis 0.25	MPa		
Nennweite	•		1.5 mm				1.4 mm			
Ansprech	zeit				max. 10	ms (bei Pn	eumatikdru	ck)		
Leckage				keine Leo	kage, wede	r intern noc	h extern (be	ei Wasserdr	uck)	
Prüfdruck	Anm. 2)					0.38 MF	Pa			
Umgebung	gstemper	ratur	ur 0 bis 50°C							
Medienter	nperatur		0 bis 50°C (kein Gefrieren)							
Volumen de	er Ventilka	mmer	11 μ <i>ℓ</i>				20 μ <i>ℓ</i>			
Einbaulag	е					beliebi	g			
Schutzart					IP4	0 oder ents	prechend			
Gewicht			30 g	34 g	(ohne Einz	elanschluss	platte), 42 g	ı (mit Einzel	anschlusspl	atte)
Nennspan	nung					12, 24 V	DC			
zulässige Spannungs	A toleranz	nm. 5)			± 10	% der Nen	nspannung			
Spuleniso	lierung					Klasse	В			
Leistungs- aufnahme (bei Nenn-	Standa	rd	_	1.5 W (0.06 A)						
spannung von 24 V)	mit Energiespar- schaltkreis	beim Ein- schalten				2.5 W (0.1 A	)			
		aluves Hallezu- stand 1 W								
Schaltgeräusc	h der Spule <sup>/</sup>	Anm. 5)		50 dB						

Flanschversion

Anm. 1) Wählen Sie ein geeignetes Material für den Bereich mit Medienkontakt, wenn ein Medium wie z. B. Lösungsmittel verwendet wird. Überprüfen Sie im Vorfeld die Eignung des Materials. Anm. 2) Druck, bei dem nach einer 1-minütigen Prüfung kein Bruch, Riss und keine externen Leckagen entstehen.

Ann. 3) Freizum im Innern der Verhilkammer nach Abzug des Membravolumens.
 Ann. 4) Da das Gehäuse (Form der Öffnung) zur Ableitung von Restflüssigkeiten konstruiert ist, wird eine vertikale Einbaulage mit der Spule auf der Oberseite empfohlen. Wenn Restflüssigkeiten keine Rolle spielen, sind alle Einbaulagen wählbar.

Ann. 5) Wen die Ansprechzeit wichtig ist, müssen negative Spannungsschwarkungen durch geeignete Maßnahmen vermieden werden. Ann. 6) Der Wert beruht auf den Messbedingungen von SMC. Der Geräuschpegel variiert je nach Einsatzbedingungen. Ann. 7) Lesen Sie bitte Punkt 10 in "Konstruktion und Auswahl" (Anhang 2), wenn das Ventil über einen längeren Zeitraum angesteuert werden soll.

### Durchflusseigenschaften

Vantilkonatruktion	Was	sser	Druckluft		
Ventilikonstruktion	Av	Cv	С	b	
direkt betätigtes Sitzventil	0.96 x 10 <sup>−6</sup>	0.04	0.13	0.22	
Kipphebelausführung	0.72 x 10 <sup>−6</sup>	0.03	0.1	0.2	
rappilozoladolalitalig	011 2 × 10	0.00	0.1	0.2	

\* Die Werte für Av und Cv basieren auf der Norm JIS B 2005:1995, C und b basieren auf JIB B 8390:2000.

# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien

# Serie LVM10/100

### Konstruktion: Rohrversion

![](_page_105_Figure_3.jpeg)

![](_page_105_Figure_4.jpeg)

#### LVM10R1

![](_page_105_Figure_6.jpeg)

### LVM102R

![](_page_105_Figure_8.jpeg)

### Stückliste: LVM11

Nr.	Beschreibung	Material
1	Gehäuse	PEEK
2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
3	Zwischenstück	PBT
4	Anker	rostfreies Stahl, POM
5	Spule	_
6	Buchse	Eisen (SUY)
7	Rückstellfeder	rostfreies Stahl
8	Platte	_
9	Verkleidung	PBT
10	Verschlussstopfen	NBR
11	O-Ring	NBR

![](_page_105_Figure_11.jpeg)

![](_page_105_Figure_12.jpeg)

Stuckliste: LVM10R1, 10R2, 102P	Stückliste:	LVM10R1,	10R2,	102R
---------------------------------	-------------	----------	-------	------

Nr.	Beschreibung	Material
1	Platte	PEEK
2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
3	Gehäuse	PBT
4	Gleitbuchse	POM, rostfreier Stahl
5	Anker	rostfreier Stahl, PBT
6	Spule	—
7	Buchse	Eisen (SUY)
8	Zwischenstück	PBT
9	Rückstellfeder	rostfreier Stahl
10	Platte	_
11	Verkleidung	PBT
12	Verschlussstopfen	NBR
13	O-Ring	NBR

**SMC** 

# Serie LVM10/100

### Konstruktion: Flanschversion

![](_page_106_Figure_2.jpeg)

### LVM105R

![](_page_106_Figure_4.jpeg)

#### Stückliste: LVM10R3, 10R4, 10R6, 105R

\_10

8

13

(4)

3

14

Nr.	Beschreibung	Material
1	Platte	PEEK/PFA
2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
3	Gehäuse	PBT
4	Gleitbuchse	POM, rostfreier Stahl
5	Anker	rostfreier Stahl, PBT
6	Spule	—
7	Buchse	Eisen (SUY)
8	Zwischenstück	PBT
9	Rückstellfeder	rostfreier Stahl
10	Platte	_
11	Verkleidung	PBT
12	Verschlussstopfen	NBR
13	O-Ring	NBR
14	O-Ring	EPDM/FKM/FFKM

Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien

# Serie LVM10/100

### Abmessungen: Rohrversion

![](_page_107_Figure_3.jpeg)

\* Die gestrichelten Linien gelten für die Ausführung mit Befestigungselement.

**SMC**
# Serie LVM10/100

## Abmessungen: Flanschversion



# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien

# Serie LVM10/100

#### Abmessungen: Flanschversion



# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien Serie LVM15/150



## **Technische Daten**

ivioueii		Flanschversion		
Modeli		LVM15R3	LVM15R4	LVM155R
Ventilkonstruktion		direkt betätigtes Membran-Sitzventil (Kipphebelausführung)		
Ventiltyp		N.C.	N.O.	universal
Anzahl der Anschlüsse		1	2	3
Medium Anm. 1)		Druckluft, Wasser,	Reinwasser, Verdür	nner, Lösungsmittel
Betriebsdruckbereich		–75 kPa b	is 0.25 MPa [0 bis	s 0.6 MPa]
Nennweite			1.6 mm [1 mm]	
Ansprechzeit	Ansprechzeit max. 15 ms (bei Pneumatikdruc		tikdruck)	
Leckage		keine Leckage, weder intern noch extern (bei Wasserdruck)		
Prüfdruck Anm. 2)		0.38 MPa [0.9 MPa]		
Umgebungstemperatur		0 bis 50°C		
Medientemperatur		0 bis	50°C (kein Gefrie	eren)
Volumen der Ventilkammer Anm. 3)			50 <i>l</i>	
Einbaulage Anm. 4)			beliebig	
Schutzart		IP4	0 oder entsprech	end
Gewicht		45 g		
Nennspannung		12, 24 V DC		
zulässige Spannungstoleranz Ani	m. 5)	±10 % der Nennspannung		
Spulenisolierung		Klasse B		
Leistungsaufnahme (bei	beim		5.5 W	
Nennspannung von 24 V)	Einschalten		(0.23 A)	
	Haltezustand		1 W	
Schaltgeräusch der Spule Anm. 6	6)		60 dB	

### Durchflusseigenschaften

ELIDIZTIOD F	114000		Druckluft	
FUNKION	Av	Cv	С	b
Chandard	0.96 x 10 <sup>-6</sup>	0.04	0.13	0.22
Standard	[0.36 x 10 <sup>-6</sup> ]	[0.015]	[0.05]	[0.2]

2005:1995, C und b basieren auf JIB B 8390:2000.

[ ] steht für Hochdruckausführung

Anm. 1) Wählen Sie ein geeignetes Material für den Bereich mit Medienkontakt, wenn ein Medium wie z. B. Lösungsmittel verwendet wird. Überprüfen Sie im Vorfeld die Eignung des Materials.

Anm. 2) Druck, bei dem nach einer 1-minütigen Prüfung kein Bruch, Riss und keine externen Leckagen entstehen. Anm. 3) Freiraum im Innern der Ventilkammer nach Abzug des Membranvolumens.

Ann. 4) Da das Gehäuse (Form der Öffnung) zur Ableitung von Restflüssigkeiten konstruiert ist, wird eine vertikale Einbaulage mit der Spule auf der Oberseite empfohlen. Wenn Restflüssigkeiten keine Rolle spielen, sind alle Einbaulagen wählbar.

Anm. 5) Wenn die Ansprechzeit wichtig ist, müssen negative Spannungsschwankungen durch eine geeignete Regulierung vermieden werden Anm. 6) Der Wert beruht auf den Messbedingungen von SMC. Der Geräuschpegel variiert je nach Einsatzbedingungen.

Anm. 7) Lesen Sie bitte Punkt 10 in "Konstruktion und Auswahl" (Anhang 2), wenn das Ventil über einen längeren Zeitraum angesteuert werden soll.

**LVM15R4** 

Serie LVM15/150

## Konstruktion: Flanschversion

LVM15R3





LVM155R



Stück	diste:	LVM15R3,	15R4,	155R

_			
	Nr.	Beschreibung	Material
	1	Platte	PEEK
	2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
	3	Gehäuse	PBT
	4	Gleitbuchse	PPS, rostfreier Stahl
	5	Anker	_
	6	Spule	—
	7	Buchse	Eisen (SUY)
	8	Platte	_
	9	Verkleidung	PBT
	10	Dichtung	EPDM/FKM/FFKM

# Serie LVM15/150

## Abmessungen: Flanschversion



# Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien Serie LVM20/200



## **Technische Daten**

		Flanschversion			
	Modell		LVM20R3	LVM20R4	LVM205R
Ventilkonstruk	tion		direkt betätigtes Membran-Sitzventil (Kipphebelausführ		phebelausführung)
Ventiltyp		N.C. N.O. unive		universal	
Anzahl der Anschlüsse 2		3			
Medium Anm. 1)			Druckluft, Wasser,	Reinwasser, Verdün	ner, Lösungsmittel
Betriebsdruck	bereich			75 kPa bis 0.3 MF	a
Nennweite				2 mm	
Ansprechzeit		max. 20 ms (bei Pneumatikdruck)		ikdruck)	
Leckage		keine Leckage, weder intern noch extern (bei Wa		1 (bei Wasserdruck)	
Prüfdruck Anm. 2)		0.45 MPa			
Umgebungstemperatur		0 bis 50°°C			
Medientemper	Medientemperatur		0 bis 50C (kein Gefrieren)		
Volumen der Ventilkammer Anm. 3)			84 <i>l</i>		
Einbaulage Anm. 4)			beliebig	-	
Schutzart	chutzart IP40 oder entsprechend		end		
Gewicht	80 g				
Nennspannun	g			12, 24 V DC	
zulässige Spar	nnungstoleranz A	nm. 5)	±10 % der Nennspannung		
Spulenisolieru	ng		Klasse B		
Leistungs-	Standard		2.5 W		
aufnahme	Stanuaru			(0.1 A)	
(bei Nenn-	mit Energie	hai Einsahaltan		4 W	
spannung	mit Energie-	Del Ellischallen		(0.17 A)	
von 24 V)	sparsonalikiels	Haltezustand		0.6 W	
Schaltgeräusc	h der Spule Anm. 6	i)	60 dB		

## Durchflusseigenschaften

Wasser		Druckluft	
Av	Cv	С	b
1.56 x 10 <sup>-6</sup>	0.065	0.23	0.27
* Die Werte für Av und Cy besieren auf der Norm IIS B			

2005:1995, C und b basieren auf JIB B 8390:2000.

Anm. 1) Wählen Sie ein geeignetes Material für den Bereich mit Medienkontakt, wenn ein Medium wie z. B. Lösungsmittel verwendet wird. Überprüfen Sie im Vorfeld die Eignung des Materials.

Anm. 2) Druck, bei dem nach einer 1-minütigen Prüfung kein Bruch, Riss und keine externen Leckagen entstehen. Anm. 3) Freiraum im Innern der Ventilkammer nach Abzug des Membranvolumens.

Anm. 4) Da das Gehäuse (Form der Öffnung) zur Ableitung von Restflüssigkeiten konstruiert ist, wird eine vertikale Einbaulage mit der Spule auf der Oberseite empfohlen. Wenn Restflüssigkeiten keine Rolle spielen, sind alle Einbaulagen wählbar.

Anm. 5) Wenn die Ansprechzeit wichtig ist, müssen negative Spannungsschwankungen durch eine geeignete Regulierung vermieden werden Anm. 6) Der Wert beruht auf den Messbedingungen von SMC. Der Geräuschpegel variiert je nach Einsatzbedingungen.

Anm. 7) Lesen Sie bitte Punkt 10 in "Konstruktion und Auswahl" (Anhang 2), wenn das Ventil über einen längeren Zeitraum angesteuert werden soll.

# Serie LVM20/200

## Konstruktion: Flanschversion





LVM205R



Stückliste:	LVM20R3,	20R4,	205R
-------------	----------	-------	------

Nr.	Beschreibung	Material
1	Platte	PEEK
2	Membran	EPDM/FKM/FFKM
3	Gehäuse	PBT
4	Gleitbuchse	PPS, rostfreier Stahl
5	Anker	—
6	Spule	—
7	Buchse	Eisen (SUY)
8	Platte	—
9	Verkleidung	PBT
10	Verschlussstopfen	NBR
11	O-Ring	NBR
12	O-Ring	EPDM/FKM/FFKM

LVM20R4

Kompaktes, direkt gesteuertes 2/2- und 3/2-Wege-Elektromagnetventil für Chemikalien

Serie LVM20/200



# Serie LVM Sicherheitsvorschriften

Diese Sicherheitsvorschriften sollen vor gefährlichen Situationen und/oder Sachschäden schützen. In den Vorschriften wird die Schwere der potenziellen Gefahren durch die Gefahrenwörter **«Achtung»**, **«Warnung» oder «Gefahr»** bezeichnet. Um die Sicherheit zu gewährleisten, stellen Sie die Beachtung der ISO4414 <sup>Hinweis 1)</sup>, JIS B 8370 <sup>Hinweis 2)</sup> und anderer Sicherheitsvorschriften sicher.



Hinweis 2) JIS 8370: Sicherheitsstandard für Robotik

## \land Warnung

1. Verantwortlich für die Kompatibilität bzw. Eignung ausgewählter Pneumatik-Komponenten ist die Person, die das Pneumatiksystem (Schaltplan) erstellt oder dessen Spezifikation festlegt.

Da SMC-Komponenten unter verschiedensten Betriebsbedingungen eingesetzt werden können, darf die Entscheidung über deren Eignung für einen bestimmten Anwendungsfall erst nach genauer Analyse und/oder Tests erfolgen, mit denen die Erfüllung der spezifischen Anforderungen überprüft wird. Die Erfüllung der zu erwartenden Leistung sowie die Gewährleistung der Sicherheit liegt in der Verantwortung der Person, die die Systemkompatibiliät festgestellt hat. Diese Person muss an Hand der neuesten Kataloginformation ständig die Eignung aller angegebenen Teile überprüfen und dabei im Zuge der Systemkonfiguration alle Möglichkeiten eines Geräteausfalls ausreichend berücksichtigen.

2. Druckluftbetriebene Maschinen und Anlagen dürfen nur von ausgebildetem Personal betrieben werden.

Druckluft kann gefährlich sein, wenn ein Bediener mit deren Umgang nicht vertraut ist. Montage, Inbetriebnahme und Wartung von Druckluftsystemen sollte nur von ausgebildetem und qualifiziertem Personal vorgenommen werden.

- 3. Wartungsarbeiten an Maschinen und Anlagen oder der Ausbau einzelner Komponenten dürfen erst dann vorgenommen werden, wenn die nachfolgenden Sicherheitshinweise beachtet werden:
  - 1. Inspektions- oder Wartungsarbeiten an Maschinen und Anlagen dürfen erst dann ausgeführt werden, wenn überprüft wurde, dass dieselben sich in sicheren und gesperrten Schaltzuständen (Regelpositionen) befinden.
  - Sollen Bauteile bzw. Komponenten entfernt werden, dann zunächst Punkt 1) sicherstellen. Unterbrechen Sie dann die Druckversorgung f
    ür diese Komponenten und machen Sie das komplette System durch Entl
    üften drucklos.
  - 3. Vor dem erneuten Start der Maschine bzw. Anlage sind Maßnahmen zu treffen, mit denen verhindert wird, dass Zylinderkolbenstangen usw. plötzlich herausschießen (z.B. durch den Einbau von SMC-Startverzögerungsventilen für langsamen Druckaufbau im Pneumatiksystem.)
- 4. Bitte nehmen Sie Verbindung zu SMC auf, wenn das Produkt unter einer der nachfolgenden Bedingungen eingesetzt werden soll:
  - 1. Einsatz- bzw. Umgebungsbedingungen, die von den angegebenen technischen Daten abweichen oder bei Einsatz des Produktes im Außenbereich.
  - 2. Einbau innerhalb von Maschinen und Anlagen, die in Verbindung mit Kernenergie, Eisenbahnen, Luftfahrt, Kraftfahrzeugen, medizinischem Gerät, Lebensmitteln und Getränken, Geräten für Freizeit und Erholung, Notauschaltkreisen, Stanz- und Pressenanwendungen oder Sicherheitsausrüstung eingesetzt werden.
  - 3. Anwendungen, bei denen die Möglichkeit von Schäden an Personen, Sachwerten oder Tieren besteht, und die eine besondere Sicherheitsanalyse verlangen.



# Serie LVM Produktspezifische Sicherheitshinweise 1

Bitte vor der Inbetriebnahme durchlesen. Wenden Sie sich an SMC, wenn das Produkt unter Bedingungen verwendet werden soll, die von der technischen Spezifikation abweichen.

#### Konstruktion und Auswahl

# 🗥 Warnung

- 1. Setzen Sie das Produkt nicht in Anwendungen ein, die die Gesundheit beeinträchtigen könnten (z. B. medizinische Geräte, die für Tropfeninfusionen an den Körper angeschlossen sind).
- 2. Beachten Sie die technischen Daten.

Beachten Sie die Betriebsbedingungen wie Anwendung, Medium und Einsatzumgebung und verwenden Sie das Produkt innerhalb der in diesem Katalog angegebenen Betriebsbereichsgrenzen.

3. Medium

Überprüfen Sie die Kompatibilität zwischen dem Werkstoff der Bauteile und dem Medium.

4. Montageraum für Wartungsarbeiten

Achten Sie beim Einbau darauf, dass genügend Freiraum für Wartungsarbeiten zur Verfügung steht.

5. Zulässiger Druckbereich für das Medium

Der Mediendruck muss im angegebenen Druckbereich liegen.

#### 6. Einsatzumgebung

Verwenden Sie das Produkt innerhalb des zulässigen Betriebstemperaturbereichs. Vermeiden Sie den Kontakt des Mediums mit der Außenoberfläche des Produkts.

#### Ma ßnahmen gegen statische Aufladung

Treffen Sie geeignete Maßnahmen, um zu verhindern, dass Betriebsmedien statische Aufladungen verursachen.

#### 8. Haltedruck (inkl. Vakuum)

Da Ventile innere Druckluftleckagen aufweisen können, sind sie nicht zur Konstanthaltung des Drucks bzw. Vakuums in einem Druckgefäß geeignet.

#### 9. Verwenden Sie das Produkt nicht als Notausschaltventil.

Die in diesem Katalog beschriebenen Ventile sind nicht für Sicherheitsanwendungen (z. B. zur Verwendung als Notausschaltventil) ausgelegt. Werden die Ventile in derartigen Systemen eingesetzt, müssen zusätzliche Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden.

#### 10. Langzeitansteuerung

Verwenden Sie Energiesparausführungen, um die von der Spule erzeugte Wärmemenge möglichst gering zu halten, wenn die Elektromagnetventile über einen längeren Zeitraum angesteuert werden sollen.

#### Wellenform des Energiesparschaltkreises (Beispiel)

Stromaufnahme



- \* Wellenform gilt für Leistungsaufnahme eines LVM09/090.
- \* Bei LVM15/150 ist die Energiesparausführung Standard.
   \* Bei LVM10/100 dauert der Einschaltvorgang 50 ms.

Wird ein Elektromagnetventil ohne Energiesparschaltkreis konstant über einen langen Zeitraum hinweg angesteuert, kann die Wärmeentwicklung der Spule die Ventilleistung beeinträchtigen und die Lebensdauer verkürzen. Es können aber auch Geräte in unmittelbarer Nähe in Mitleidenschaft gezogen werden. Verwenden Sie deshalb bei einer Langzeitansteuerung einen Lüfter oder treffen Sie andere Maßnahmen, um die Hitze abzuleiten und die Oberflächentemperatur des Ventils unter 70 °C zu halten.

Die folgende Tabelle enthält Richtwerte für kontinuierlich Ventile angesteuerte (Einzelventil) bei einer Oberflächentemperatur von max. 70 °C.

Serie	LVM09/090	LVM10/100	LVM20/200
Dauer der kontinuierlichen Ansteuerung	max. 5 min.	max. 30 min.	max. 30 min.
Nutzungsgrad	max. 50%		
Umgebungstemperatur	max. 25°C		
Energiesparschaltkreis	ohne		

Nutzungsgrad: Betriebszeit/(Betriebszeit + Stills tandszeit) \* Bei LVM15/150 ist die Energiesparausführung Standard.

Verwenden Sie einen Lüfter oder treffen Sie geeignete Maßnahmen, um die Hitze abzuleiten und die Temperaturen innerhalb des vorgegebenen Bereichs zu halten, wenn Sie die Ventile in Bedienpulten usw. einbauen. Lassen Sie bei der Verwendung von mehreren benachbarten Ventilen auf einer Mehrfachanschlussplatte besondere Vorsicht walten, da die Ventile einen erheblichen Temperaturanstieg verursachen können, wenn sie über lange Zeit angesteuert werden.

11. Achten Sie bei der Verwendung mehrerer Ventile darauf, dass der Abstand auf der Anschlussplatte mindestens den in der folgenden Tabelle aufgeführten Werten entspricht.

Serie	LVM09/090	LVM10/100	LVM15/150	LVM20/200
Ventilabstand	10.5	14	17	21

Montage

## 🗥 Warnung

1. Schalten Sie die Anlage ab, wenn größere Mengen Druckluft entweichen oder das Gerät nicht ordnungsgemäß funktioniert.

Überprüfen Sie nach Montagearbeiten durch entsprechende Funktionskontrollen, dass das Gerät korrekt montiert ist.

2. Da das Gehäuse (Form der Öffnung) zur Ableitung von Restflüssigkeiten konstruiert ist, wird eine vertikale Einbaulage mit der Spule auf der Oberseite empfohlen.

Wenn Restflüssigkeitsaustritt keine Probleme bereitet, sind alle Einbaulagen wählbar.