

verbunden. Durch Änderung der Breite und Filtrierpapiersorte dieser Brücken kann die Elutionsdauer reguliert werden. Nach Aufsetzen des Deckels und Abtropfen einer kleinen Menge des Lösungsmittels, ist die Apparatur zur Aufnahme der Substanzstreifen bereit. Diese werden an ihrem unteren Ende zugespitzt und an die herunterhängenden feuchten Streifenpaare gedrückt. Das Eluat kann in entsprechenden Gefäßen—meistens in Messkölbchen—gesammelt werden. Bei Anwendung flüchtiger organischer Lösungsmittel muss die gesamte Vorrichtung mit einer Glasglocke zugedeckt, oder in eine Chromatographiekammer gestellt werden. Die genaue Elutionsdauer muss jeweils durch Vorversuche ermittelt und eingestellt werden.

Die Apparatur wurde bei einer Mikromethode zur Bestimmung der Lupinus-Alkaloide angewandt und erprobt. Die Bestimmung wurde mit Hilfe der Bromthymolblau-Reaktion kolorimetrisch ausgeführt, welche mit einem Fehler von  $\pm 3.0\%$  belastet war<sup>1</sup>. Wässrige Standardlösungen von Alkaloidhydrochloriden wurden auf  $15 \times 80$  mm grosse Schleicher & Schüll 2315-Filtrierpapierstreifen aufgetragen, die Substanz eluiert und in den einzelnen Eluaten die Alkaloidbestimmung vorgenommen. Als Auswaschflüssigkeit kam Wasser zur Anwendung, wobei die Laufzeit durch 40 mm breite Schleicher & Schüll 2315-Filtrierpapierbrücken auf 30 min festgelegt wurde. Das Eluatvolumen betrug in diesem Falle jeweils ungef. 4 ml und die Elution konnte—auch bei den grössten aufgetragenen Alkaloidmengen—als vollkommen betrachtet werden.

Aus der angeführten Tabelle ist ersichtlich, dass bei der Elution nur geringe Stoffverluste zu verzeichnen sind, welche die Fehlergrenzen der angewandten quantitativen Bestimmungsmethode nicht überschreiten.

*Institut für Allgemeine Chemie W.S.E. und Biochemische  
Abteilung des Instituts für Pflanzenzüchtung der  
Polnischen Akademie der Wissenschaften, Poznań (Polen)*

JERZY SKOLIK

<sup>1</sup> M. WIEWIORSKI UND J. SKOLIK, *Roczniki Chem.*, 33 (1955) 461.

<sup>2</sup> R. CONSDEN, A. H. GORDON UND A. J. P. MARTIN, *Biochem. J.*, 41 (1947) 590.

<sup>3</sup> C. E. DENT, *Biochem. J.*, 41 (1947) 240.

<sup>4</sup> F. SAUGER UND H. TUPPY, *Biochem. J.*, 49 (1951) 466.

<sup>5</sup> P. DECKER, *Naturwiss.*, 38 (1951) 287.

<sup>6</sup> E. WORK, *Biochim. Biophys. Acta*, 3 (1949) 400.

Eingegangen den 1. Juli 1959

*J. Chromatog.*, 3 (1960) 273–275

## **Über die Adsorption von Tellur (IV), Jodid und Jodat an Anionenaustauschern**

Das Verhalten vieler Elemente in salzsaurer Lösung gegenüber Anionenaustauschern ist insbesondere durch die Untersuchungen von KRAUS, NELSON und Mitarbeitern<sup>1,2</sup> bekannt. Für die Anwendung der Anionenaustauscher zur Trennung von Spaltprodukten fehlen allerdings Angaben über das Verhalten von Tellur und Jod, zweier

*J. Chromatog.*, 3 (1960) 275–277

wichtiger Komponenten des Spaltproduktgemischs. Beim Jod interessiert zudem das Verhalten der verschiedenen Wertigkeitsstufen. KRAUS UND NELSON<sup>1</sup> bezeichnen Tellur(IV) als "stark adsorbierbar", für Jodid werden vorläufige Verteilungskoeffizienten mitgeteilt, während für Jodat keine Angaben gemacht werden. BLASIUS UND WACHTEL<sup>3</sup> haben beobachtet, dass elementares Jod von Anionenaustauschern sehr fest gebunden wird und nur nach Reduktion mit SO<sub>2</sub>-haltiger HCl eluiert werden kann. GREGOR, BELLE UND MARCUS<sup>4</sup> haben die Adsorption von J<sup>-</sup> und JO<sub>3</sub><sup>-</sup> unter anderen Gesichtspunkten und Bedingungen studiert.

Wir haben die Adsorption von Tellur(IV), Jodid und Jodat am stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1 X 10 untersucht. Dabei wurden radioaktive Indikatoren verwendet. Im Kernreaktor bestrahltes elementares Tellur wurde in HCl-HNO<sub>3</sub> gelöst und das aus <sup>130</sup>Te(*n*, $\gamma$  $\beta$ -) entstandene <sup>131</sup>J nach Zusatz von J<sup>-</sup>/JO<sub>3</sub><sup>-</sup>-Träger als J<sub>2</sub> abdestilliert. Der Rückstand—ein Gemisch mehrerer Tellurisotope—wurde für die Tellurversuche benutzt. Ein Teil des Destillats wurde mit SO<sub>2</sub> reduziert und für die Jodidversuche verwendet. Zu einem anderen Teil des Destillats wurden äquivalente Mengen J<sup>-</sup>/JO<sub>3</sub><sup>-</sup> gegeben, angesäuert und das freiwerdende J<sub>2</sub> durch Cl<sub>2</sub>-Gas und KClO<sub>3</sub> über JCl zu JO<sub>3</sub><sup>-</sup> oxydiert<sup>5</sup>.

Mit diesen Lösungen wurden die Verteilungskoeffizienten  $K_D$  (Aktivität pro g trockener Austauscher/Aktivität pro ml Lösung) in Abhängigkeit von der Salzsäurekonzentration bestimmt und nach KRAUS UND NELSON<sup>2</sup> die Volumenverteilungskoeffizienten  $D_v$  (Aktivität pro ml Harzbett/Aktivität pro ml Lösung) berechnet. Auf eine zur Gleichgewichtseinstellung ausreichende Schütteldauer wurde geachtet. Die Gehalte der Lösungen an Träger waren im Vergleich zur Harzkapazität vernachlässigbar klein. Die Aktivitätsbestimmungen erfolgten durch  $\gamma$ -Zählung mit einem NaJ-Bohrlochkristall.

Fig. 1 zeigt  $\log D_v$  in Abhängigkeit von der Salzsäurekonzentration. Für J<sup>-</sup> ist diese Abhängigkeit qualitativ gleich der von KRAUS UND NELSON<sup>1</sup> beobachteten,

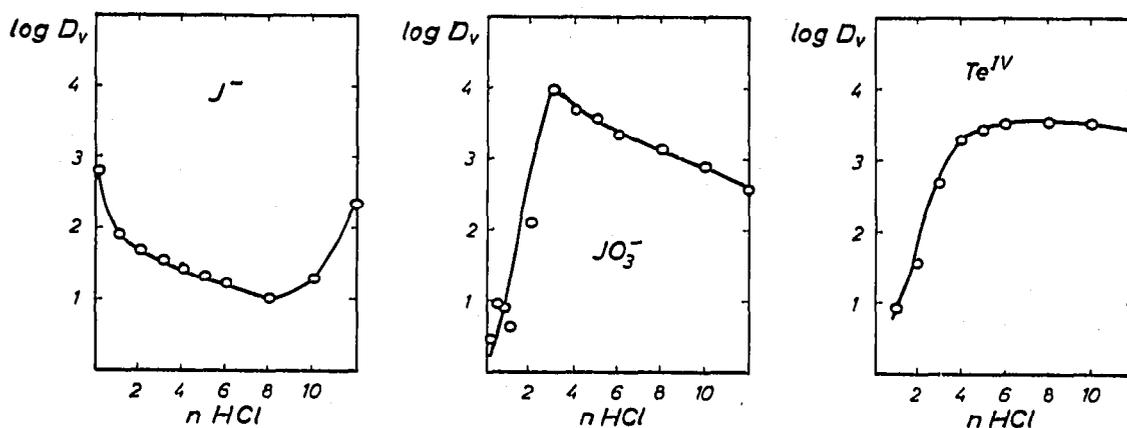


Fig. 1. Verteilungskoeffizient  $D_v$  für die Adsorption von Tellur (IV), Jodid und Jodat am Anionenaustauscher Dowex-1 X 10, aufgetragen in Abhängigkeit von der Salzsäurekonzentration.

unsere  $D_v$ -Werte sind jedoch um den Faktor 2–3 grösser. Die  $D_v$ -Werte für J<sup>-</sup> und JO<sub>3</sub><sup>-</sup> in konzentrierter HCl sind fast gleich gross; man darf wohl annehmen, dass eine teilweise Reduktion des JO<sub>3</sub><sup>-</sup> zu J<sup>-</sup> stattgefunden hat.

Es ist bekannt, dass das Verhalten mancher Elemente an Anionenaustauschersäulen nicht dem nach den  $D_v$ -Werten erwarteten entspricht (vgl. z.B.<sup>2</sup>). Bei den hier behandelten Elementen haben wir folgende Erfahrungen gemacht. Aus starker HCl adsorbiertes Tellur(IV) lässt sich mit wenigen Säulenvolumina 1 N HCl glatt eluieren. Für die Trennung des Tellurs von manchen Elementen ist es wertvoll, dass das Tellur auf der Säule durch 4–6 N HCl–SO<sub>2</sub> zum Element reduziert werden kann. Nach der Elution anderer Elemente mit HCl niedriger Konzentration kann das Tellur mit 8 N HCl–HNO<sub>3</sub> wiederum oxydiert und mit 1 N HCl eluiert werden.

Bei Säulenversuchen mit Jod treten häufig Schwierigkeiten auf. Ein aus starker, Cl<sub>2</sub>-haltiger HCl adsorbiertes JO<sub>3</sub><sup>-</sup> kann zwar, wie erwartet wird, mit 0.01 N HCl eluiert werden, die Ausbeute beträgt jedoch meist nur etwa 50 % und schwankt zudem stark. Die Elution als J<sup>-</sup> durch 6–8 N HCl–SO<sub>2</sub> ist auch nach Aufgabe als JO<sub>3</sub><sup>-</sup> möglich, sie erfolgt aber in der Kälte recht schleppend. Die Anwendung höherer Temperaturen oder niedrig vernetzter Harze ist vorteilhaft. Wegen des ungünstigen Verteilungskoeffizienten für J<sup>-</sup> sind auch dann noch relativ grosse Volumina HCl–SO<sub>2</sub> erforderlich. Wesentliche Unterschiede im Verhalten des Jods in oxydierten wie reduzierten Lösungen bei Gegenwart oder Abwesenheit von Träger haben wir nicht beobachtet.

Herrn Prof. Dr. F. STRASSMANN danken wir für sein freundliches Interesse, dem Bundesministerium für Atomkernenergie und Wasserwirtschaft für finanzielle Unterstützung.

#### *Zusatz bei der Korrektur*

Inzwischen wurde uns bekannt, dass U. SCHINDEWOLF (*Ann. Progr. Rept. Mass. Inst. Technol.*, 1955/56 und pers. Mitt.) die Adsorption von Te(IV) und Te(VI) an Anionenaustauschern untersucht hat. Die von SCHINDEWOLF für Te(IV) gefundene Abhängigkeit des Verteilungskoeffizienten von der HCl-Konzentration entspricht qualitativ der von uns beobachteten. Quantitativ stimmen die Werte nur bis etwa 5 N HCl überein, bei höheren Konzentrationen fand SCHINDEWOLF etwa um den Faktor 5 grössere Verteilungskoeffizienten.

*Anorganisch-chemisches Institut, Universität Mainz  
(Deutschland)*

EMIL KLEEMANN  
GÜNTER HERRMANN

<sup>1</sup> K. A. KRAUS UND F. NELSON, *Proc. 1st Intern. Conf. Peaceful Uses Atomic Energy, Genf*, 1955, Bd. 7, S. 113.

<sup>2</sup> K. A. KRAUS UND F. NELSON, *Symposium on Ion Exchange and Chromatography in Analytical Chemistry*, Am. Soc. Testing Materials, Philadelphia, 1958, S. 27.

<sup>3</sup> E. BLASIUS UND U. WACHTEL, *Z. anal. Chem.*, 138 (1953) 106.

<sup>4</sup> H. P. GREGOR, J. BELLE UND R. A. MARCUS, *J. Am. Chem. Soc.*, 77 (1955) 2713.

<sup>5</sup> GMELIN'S *Handbuch der anorganischen Chemie, Band Jod*, Verlag Chemie G.m.b.H., Weinheim, 1933, S. 506.

Eingegangen den 6. Juli 1959