

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 war¹. Wässrige Standardlösungen von Alkaloidhydrochloriden wurden auf 15×80 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

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

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

³ C. E. DENT, *Biochem. J.*, 41 (1947) 240.

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

⁵ P. DECKER, *Naturwiss.*, 38 (1951) 287.

⁶ 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^{1,2} 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 NELSON¹ bezeichnen Tellur(IV) als "stark adsorbierbar", für Jodid werden vorläufige Verteilungskoeffizienten mitgeteilt, während für Jodat keine Angaben gemacht werden. BLASIUS UND WACHTEL³ haben beobachtet, dass elementares Jod von Anionenaustauschern sehr fest gebunden wird und nur nach Reduktion mit SO₂-haltiger HCl eluiert werden kann. GREGOR, BELLE UND MARCUS⁴ haben die Adsorption von J⁻ und JO₃⁻ 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-HNO₃ gelöst und das aus ¹³⁰Te(*n*, γ β -) entstandene ¹³¹J nach Zusatz von J⁻/JO₃⁻-Träger als J₂ abdestilliert. Der Rückstand—ein Gemisch mehrerer Tellurisotope—wurde für die Tellurversuche benutzt. Ein Teil des Destillats wurde mit SO₂ reduziert und für die Jodidversuche verwendet. Zu einem anderen Teil des Destillats wurden äquivalente Mengen J⁻/JO₃⁻ gegeben, angesäuert und das freiwerdende J₂ durch Cl₂-Gas und KClO₃ über JCl zu JO₃⁻ oxydiert⁵.

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 NELSON² 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 γ -Zählung mit einem NaJ-Bohrlochkristall.

Fig. 1 zeigt $\log D_v$ in Abhängigkeit von der Salzsäurekonzentration. Für J⁻ ist diese Abhängigkeit qualitativ gleich der von KRAUS UND NELSON¹ beobachteten,

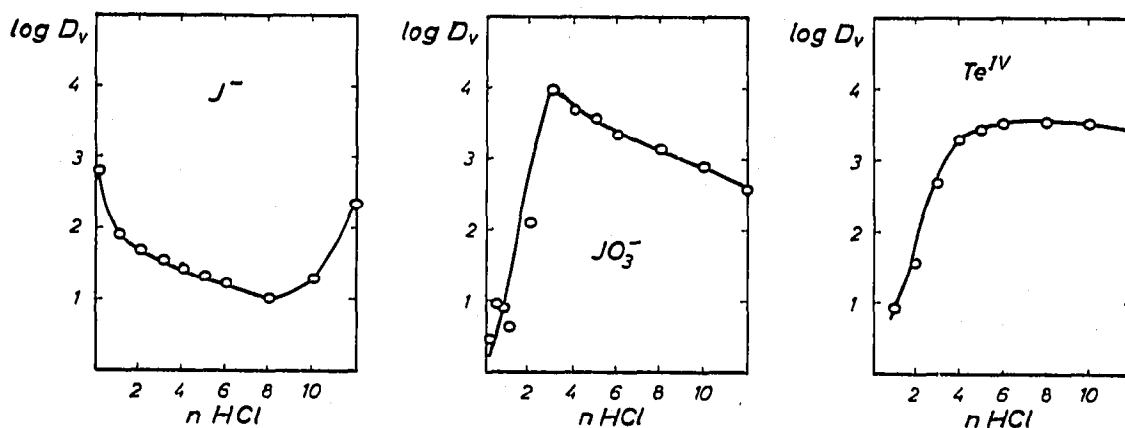


Fig. 1. Verteilungskoeffizient D_v für die Adsorption von Tellur (IV), Jodid und Jodat am Anionenaustauscher Dowex-1 X 10, aufgetragen in Abhängigkeit von der Salzsäurekonzentration.

unsere D_v -Werte sind jedoch um den Faktor 2–3 grösser. Die D_v -Werte für J⁻ und JO₃⁻ in konzentrierter HCl sind fast gleich gross; man darf wohl annehmen, dass eine teilweise Reduktion des JO₃⁻ zu J⁻ stattgefunden hat.

Es ist bekannt, dass das Verhalten mancher Elemente an Anionenaustauschersäulen nicht dem nach den D_v -Werten erwarteten entspricht (vgl. z.B.²). 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–SO₂ zum Element reduziert werden kann. Nach der Elution anderer Elemente mit HCl niedriger Konzentration kann das Tellur mit 8 N HCl–HNO₃ wiederum oxydiert und mit 1 N HCl eluiert werden.

Bei Säulenversuchen mit Jod treten häufig Schwierigkeiten auf. Ein aus starker, Cl₂-haltiger HCl adsorbiertes JO₃⁻ 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⁻ durch 6–8 N HCl–SO₂ ist auch nach Aufgabe als JO₃⁻ 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⁻ sind auch dann noch relativ grosse Volumina HCl–SO₂ 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 5N HCl überein, bei höheren Konzentrationen fand SCHINDEWOLF etwa um den Faktor 5 grössere Verteilungskoeffizienten.

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

EMIL KLEEMANN
GÜNTER HERRMANN

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

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

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

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

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

Eingegangen den 6. Juli 1959