

added to the above mixture without previous heating with sodium nitrite solution. Technetium moves also as an anion but is slower than ruthenium. Fig. 2 gives the autoradiogram of the electropherogram of a mixture of ^{137}Cs , ^{90}Sr (+ ^{90}Y), and ^{106}Ru . The autoradiogram was taken after about one month when ^{90}Y , which stays at the point of application, had already decayed (its half-life is 62 h). A complete separation of ^{106}Ru , ^{90}Sr , and ^{137}Cs from ^{95}Zr , ^{95}Nb , ^{90}Y , ^{147}Pm , ^{99}Tc and ^{144}Ce is thus possible by paper electrophoresis using $N/2$ NaNO_2 solution as electrolyte.

Institut du Radium, Laboratoire Curie, Paris (France)
and Laboratorio di Chimica delle Radiazioni e Chimica Nucleare
del C.N.E.N. and

S. K. SHUKLA*
 M. LEDERER

Laboratorio di Cromatografia dell C.N.R.,
Istituto di Chimica Generale ed Inorganica, Rome (Italy)

- ¹ A. F. RUPP, *Proc. Intern. Conf. Peaceful Uses At. Energy, Geneva, 1955*, United Nations, New York, 1956, P/314, Vol. 14, p. 68.
- ² O. E. ZVIAGINTSEV, *Actes Conf. Intern. sur l'Utilisation de l'Énergie Atomique à des Fins Pacifiques, Genève, 1955*, Nations Unies, Genève, 1956, P/670, Vol. VII, p. 196.
- ³ J. M. FLETCHER AND F. S. MARTIN, *Proc. Intern. Conf. Peaceful Uses At. Energy, Geneva, 1955*, United Nations, New York, 1956, P/437, Vol. VII, p. 141.
- ⁴ J. M. FLETCHER, I. L. JENKINS, F. M. LEVER, F. S. MARTIN, A. R. POWELL AND R. TODD, *J. Inorg. Nucl. Chem.*, 1 (1955) 378.
- ⁵ P. G. M. BROWN, J. M. FLETCHER, C. J. HARDY, J. KENNEDY, D. SCARGILL, A. G. WAIN AND J. L. WOODHEAD, *Proc. U.N. Intern. Conf. Peaceful Uses At. Energy, 2nd, Geneva, 1958*, United Nations, 1959, Vol. 17, p. 118.
- ⁶ M. LEDERER AND S. K. SHUKLA, *J. Chromatog.*, 6 (1961) 429.
- ⁷ M. LEDERER AND F. L. WARD, *Anal. Chim. Acta*, 6 (1952) 355.

Received April 16th, 1962

* Present address: Centre de Recherches Nucléaires, Département de Chimie Nucléaire, Strasbourg-Cronembourg, France.

J. Chromatog., 9 (1962) 255-257

Systeme simple pour création d'un gradient de concentration de la phase mobile

Le système de deux réservoirs superposés explicité par la Fig. 1 ne nécessite aucun système d'agitation et aucune surveillance en cours de chromatographie. L'installation de ce système sur une colonne à chromatographie ne présente aucune difficulté particulière.

Dans le réservoir supérieur, on place un volume variable de la phase qui induit le gradient. Dans le réservoir inférieur, on place un volume donné de la phase de départ.

L'ordre le plus rationnel des manipulations est le suivant: Remplissage du réservoir supérieur. Création d'un vide partiel à la bouche par l'intermédiaire du bec. Remplissage du réservoir inférieur. Solidarisation hermétique des deux réservoirs par le rodage de jonction. Création d'un vide partiel dans le réservoir inférieur après avoir retourné l'ensemble du système.

J. Chromatog., 9 (1962) 257-260

Le système est alors placé sur la colonne, le bec du réservoir inférieur affleurant le niveau liquide de la colonne, et les robinets des réservoirs sont ouvert doucement.

Une baisse du niveau liquide dans la colonne provoque une entrée d'air par le bec du réservoir inférieur et il s'écoule un certain volume de liquide de celui-ci, ce qui a pour effet de diminuer le niveau liquide de ce réservoir inférieur. Par un mécanisme identique un même volume de liquide s'écoule du réservoir supérieur au réservoir inférieur. De la conservation de l'équilibre résulte un double niveau constant, l'un dans la colonne, l'autre dans le réservoir inférieur. Le passage de l'air créé dans le réservoir inférieur, qui agit comme chambre de mélange, un régime turbulent suffisant pour assurer un brassage efficace du mélange des phases.

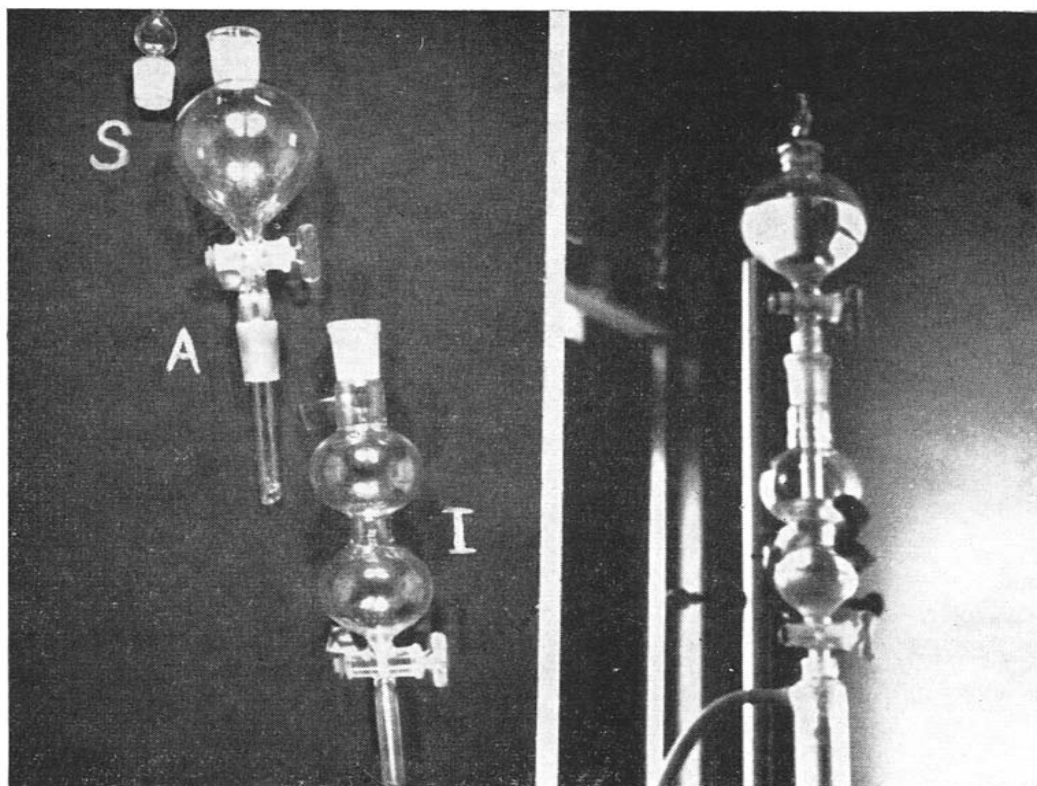


Fig. 1. A gauche, les divers éléments du système décrit. S = réservoir supérieur; I = réservoir inférieur; A = rodage de jonction des deux réservoirs. A droite, un système en cours de fonctionnement, installé sur une colonne à chromatographie.

Il faut observer certaines règles dans la construction de ce système afin d'éviter que ne se produise un blocage de l'écoulement par des bulles d'air. Le diamètre minimum du canal des robinets est de 3 mm tandis que celui des béc est de 10 mm. La capacité totale d'un réservoir ne doit pas descendre au dessous de 200 ml.

Analyse des gradients obtenus

Soit on veut installer un gradient de concentration de la phase mobile à partir de la concentration C_1 et tendant vers la concentration C_2 . Soit dans le réservoir inférieur le volume V juste nécessaire de la phase de concentration C_1 pour que le bec du réservoir supérieur y plonge. Supposons un grand volume de phase de concentration C_2 dans le réservoir supérieur.

Quand il s'écoule un volume dv de liquide du réservoir inférieur dans la colonne, il s'écoule un même volume dv du réservoir supérieur au réservoir inférieur. La variation de concentration dC qui se produit dans le réservoir inférieur est alors :

$$dC = \frac{dv (C_2 - C)}{V}$$

C étant la concentration dans le réservoir inférieur avant l'écoulement du volume dv . Intégrons entre les limites C_1 et C_2 , et 0 et v :

$$\int_{C_1}^{C_2} \frac{V dC}{C_2 - C} = \int_0^v dv$$

On arrive à l'expression :

$$C = C_2 - (C_2 - C_1) e^{-\frac{v}{V}}$$

qui donne la concentration de la phase du réservoir inférieur en fonction du volume de liquide écoulé du système.

Quand le volume écoulé est égal au volume de la phase placée dans le réservoir supérieur, on obtient un palier de concentration.

Par action sur les facteurs C_1 , C_2 , V et sur le volume de phase placé dans le réservoir supérieur, on obtient un grand nombre de combinaisons possibles que l'on peut déterminer par le calcul.

Si le volume de phase de concentration C_1 dans le réservoir inférieur est plus grand que V , on obtient un palier préalable de concentration C_1 , fonction du volume en excès de V .

Selon la valeur de V , la pente du gradient entre les concentrations limites est plus ou moins grande.

Selon le volume de phase de concentration C_2 placé dans le réservoir supérieur, on obtient plus ou moins vite un palier limite de concentration.

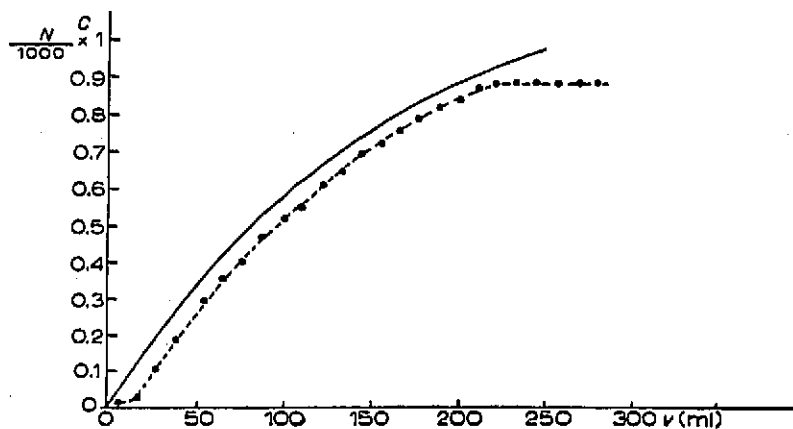


Fig. 2. Parallélisme entre une courbe théorique et une courbe expérimentale représentant la concentration en SO_4H_2 de l'écoulement d'un système en fonction du volume écoulé; — courbe théorique ($C = C_2 - (C_2 - C_1) e^{-v/V}$); - - - courbe expérimentale.

La Fig. 2 montre le parallélisme entre une courbe expérimentale et la courbe théorique. Les valeurs des variables étaient:

$$C_2 = \text{SO}_4\text{H}_2 \frac{N}{1000} 1.23 (200 \text{ ml}); \quad C_1 = 0 (\text{Eau distillée}); \quad V = 160 \text{ ml.}$$

L'écoulement du réservoir inférieur se faisait dans un petit entonnoir à robinet (volume mort de 20 ml) à raison d'une goutte par seconde. Le dosage a été fait par NaOH dans des fractions collectées de 11.2 ml.

Le volume mort et le volume des fractions collectées expliquent le décalage de la courbe expérimentale par rapport à la courbe théorique. Le parallélisme des deux courbes démontre le mélange correct des phases dans le réservoir inférieur.

Ce travail a été exécuté dans le cadre de la Fondation de Diététique expérimentale et appliquée (Pr. Ag. H. SARLES), subventionnée par l'Institut National d'Hygiène et le Centre National de la Recherche Scientifique.

Hôpital de la Timone, Marseille (France)

J. C. HAUTON

Reçu le 19 mars 1962

J. Chromatog., 9 (1962) 257-260

A frame for photographic processing of the autoradiograms of paper chromatograms or electrophoregrams*

The development, washing and fixation of large sized X-ray films in shallow dishes is time consuming when larger series have to be worked up. The usual stainless steel frames with clips which are suspended in high earthenware tanks have the disadvantage that adjacent films can come into contact with each other which might lead to scratching of the emulsion. A frame (Fig. 1, A, B) has therefore been constructed to hold the films and enable them to be transferred from one tank to another as a compact block. It is based on the well-known principle of DATTA's frame¹. A template (Fig. 1, C) consisting of two plates equipped with aligning pins for a precise location of the film even in complete darkness serves for punching the films, which are then slid onto the rods of the frame.

The main device consists of two frames made of the "Fatratur" hard polyvinyl thermoplastic resin or similar material. The supporting frame is equipped at each of the shorter edges with Fatratur rods with male thread at the top; holes are drilled in the corresponding positions in the top frame. After loading the supporting frame with the films (f), which are separated by one or more spacers to prevent contact, the top frame is placed in position and secured by a nut (N).

The punching device consists of two plates connected by hinges (b). The lower plate (P1) is equipped with three or more aligning pins (R) for the film and holes for the punch. The upper plate (P2) has similar holes as well as pits above the pins. After

* Demonstrated by O. HOREŠOVSKÝ, Z. FRANC AND I. M. HAYS at the Conference on Paper Chromatography in Prague, June 21, 1961.