

KFK-194

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

Januar 1964

KFK 194

Isotopen-Laboratorium

Dünnschichtionophorese anorganischer Stoffe bei Nieder-
und Hochspannung unter Verwendung von Radionukliden

A. Moghissi

Gesellschaft für Kernforschung m. b. H.
Zentralbücherei

P. 4. Mrz 1964



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

DÜNNSCHICHTIONOPHOSE ANORGANISCHER STOFFE BEI NIEDER- UND HOCHSPANNUNG UNTER VERWENDUNG VON RADIONUKLIDEN

A. MOGHISSI

Isotopen-Laboratorium, Kernforschungszentrum, Karlsruhe (Deutschland)

(Eingegangen den 5. April, 1963)

Gesellschaft für Kernforschung m. b. H.
Zentralbücherei
4. Mrz 1964

Die Ionophorese *bzw.* Elektrophorese auf Schichten, die auf Platten aufgetragen wurden, geht auf CONSDEN *et al.*¹ zurück. SMITHIES² arbeitete die Elektrophorese auf Stärkeschichten aus, die mehrfach modifiziert und angewendet wurde³⁻⁸. HONEGGER⁹ sowie PASTUSKA UND TRINKS^{10,11} ersetzten die Stärke durch Kieselgel, was z.B. eine chromatographische Weiterverarbeitung der Platten ermöglichte.

Die im folgenden beschriebenen Methoden basieren ebenfalls auf dem SMITHIES-Verfahren, wobei sowohl bei niedriger als auch bei höherer Spannung gearbeitet wurde.

EXPERIMENTELLES

Es wurden Glasplatten mit der Abmessung 38×200 mm verwendet. Diese wurden mit Kieselgel (Wölm oder Merck) *bzw.* Kieselgur (Merck) entsprechend den Angaben der Herstellerfirmen beschichtet.

Die Probe wurde je nach der Laufrichtung in der Mitte oder $5\frac{1}{2}$ cm vom Plattenende entfernt aufgetropft. Die Platte wurde anschliessend mit der Elektrolyt(Puffer)-Lösung so besprüht, dass die Trägerschicht gerade durchsichtig erschien. Das war bei Verbrauch von etwa 1 ml Lösung der Fall.

Ionophorese bei niedriger Spannung

Bei Verwendung niedriger Spannungen wurde die SMITHIES'sche Apparatur übernommen, lediglich die Abdeckplatte wurde durch eine Glasplatte mit den gleichen Abmessungen wie die beschichtete Platte — umrandet mit 5 mm hohem und 3 mm breitem Hartgummi — ersetzt. Auf diese Weise war es möglich, die Feuchtigkeit der Kammer zu erhalten, ohne die Schicht zu beschädigen. Um das Abfallen der Kondensationstropfen und damit die Störung des Ablaufes der Ionophorese zu verhindern, wurde die Kammer an einer Seite gehoben, damit das Kondenswasser abfließen kann.

Die meisten papierelektrophoretischen Trennungen lassen sich auf Dünnschicht übertragen. Fig. 1 zeigt das Radiodünnschichtperogramm der Trennung von Calcium-45 und Barium-133 in 0.05 M Milchsäure bei 260 V Spannung (13 V/cm); Laufzeit 1 Stunde.

Hochspannungssonophorese

Da eine Erwärmung durch den elektrischen Strom zum Austrocknen der Schicht

führt, wurde nach Möglichkeiten gesucht, die hierdurch bedingte Störung zu verhindern. Das geschah nach 2 Verfahren:

(1) *Kühlung mit Wasser.* Das Schema einer solchen Anlage zeigt die Fig. 2. Die beschichtete Platte wird mit Kühlwasser unmittelbar gekühlt. Die Kühlkammer trägt oben keine Abdeckung; man legt die Platte auf die Kühlkammer, die oben an den Kanten mit 3 mm breitem Dichtungsgummi versehen ist. Die Abdeckplatte, die genau so breit ist wie die beschichtete Platte und ebenfalls Gummidichtung trägt, wird über diese gelegt und mit mehreren Klemmen nach unten gedrückt. Auf diese Weise ist die Kühlkammer abgedichtet. Bei höheren Spannungen reicht die Kühlung mit Leitungswasser nicht mehr aus. Es muss eine intensivere Kühlung mit einem Kühlelement vorgenommen werden.

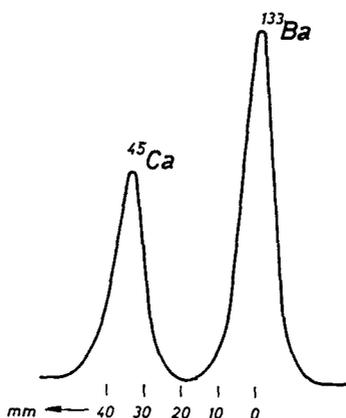


Fig. 1. Radiodünnschichtpherogramm der Trennung von Calcium und Barium in 0.05 M Milchsäure bei 13 V/cm in einer Stunde.

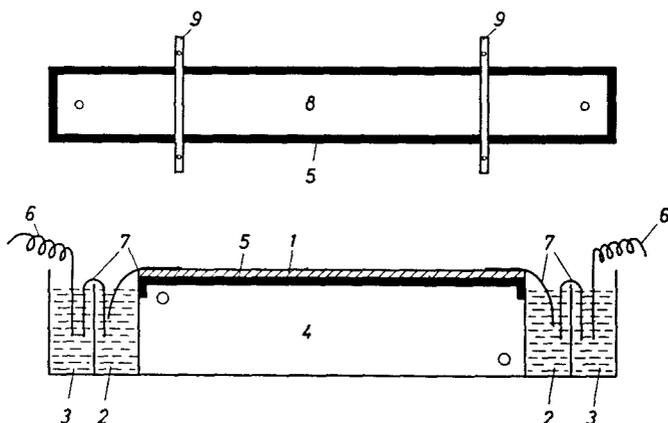


Fig. 2. Apparatur für die Hochspannung-ionophorese: 1, Beschichtete Glasscheibe; 2 und 3, Behälter für die Elektrolyt (Puffer)-Lösung; 4, Kühlkammer; 5, Gummidichtung; 6, Elektroden; 7, Asbestpapier (Schleicher und Schüll); 8, Abdeckplatte aus Plexiglas; 9, Klemmen.

(2) *Ionophorese in Wasserdampfatosphäre.* Die Ionophorese wird hier zur Vermeidung des Austrocknens der Schicht in Wasserdampfatosphäre durchgeführt. Die Glasplatte und die Behälter für Lösungen werden in ein doppelwandiges Glasrohr gebracht, wie die Fig. 3 zeigt. Das Glasrohr enthält einige ml Wasser, die zum Teil verdampfen und die nötige Wasserdampfatosphäre ergeben. Zwischen den beiden Glasmänteln des Rohres strömt das temperierte Wasser, das aus einem Thermostaten kommt und die gewünschte Temperatur im Glasrohr herstellt. Die vorliegenden Versuche wurden bei 90° durchgeführt. Ein Austrocknen oder eine Beschädigung der Schicht — auch bei längerem Betrieb — wurde nicht beobachtet.

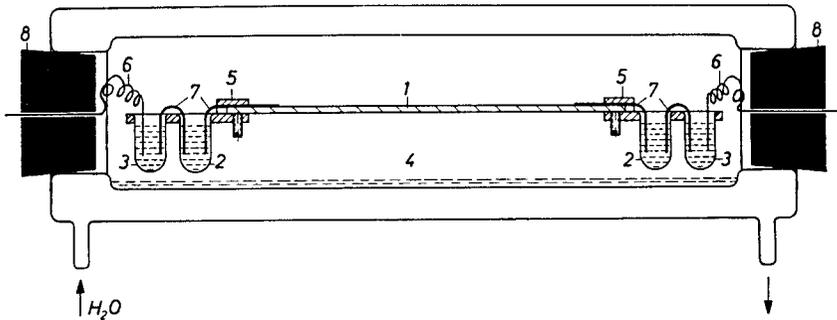


Fig. 3. Apparat für die Hochspannungionophorese. 1, Beschichtete Glasplatte, 2 und 3, Behälter für die Elektrolyt(Puffer)-Lösung; 4, Doppelwandiges Glasrohr; 5, Vorrichtung zur Befestigung der Glasscheibe und die Behälter 2 und 3; 6, Elektroden; 7, Asbestpapier (Schleicher und Schüll); 8, Gummistopfen

ERGEBNISSE

Die Ergebnisse der ionophoretischen Wanderung der Anionen und Kationen sind in den Tabellen I und II zusammengefasst.

Die Fig. 4 zeigt das Radiodünnschichtperogramm einer Phosphat/Sulfat-Trennung unter den Bedingungen, die in der Tabelle I angegeben sind.

Herrn Dr. K. HOGREBE danke ich für sein Interesse an dieser Arbeit. Fräulein H. KUSTERER und Herrn W. SCHIRMER bin ich für die Durchführung der Laboratoriumsversuche zu Dank verpflichtet.

TABELLE I

WANDERUNG DER ANIONEN IN 0.1 N NaOH BEI 45 V/cm UND EINER LAUFZEIT VON 2 MIN

Ion	Wanderungsstrecke (mm)	Ion	Wanderungsstrecke (mm)
SCN ⁻	35	Br ⁻	60
SeO ₃ ²⁻	30 T ^a	BrO ₃ ⁻	45
TeO ₃ ²⁻	22 T	NO ₃ ⁻	58
J ⁻	60	NO ₂ ⁻	55
JO ₃ ⁻	51	SO ₄ ²⁻	56
Cl ⁻	55	PO ₄ ³⁻	0
ClO ₃ ⁻	53		

^a T = Schwanzbildung.

TABELLE II

WANDERUNG DER KATIONEN IN 0.05 M MILCHSÄURE BEI 46 V/cm UND EINER LAUFZEIT VON 5 MIN

Ion	Wanderungsstrecke (mm)	Ion	Wanderungsstrecke (mm)
Fe-III	45	Sc-III	40
Zr-IV	0	Bi-III	55 T ^a
Nb-V	40	Zn-II	85 T
Pt-IV	0 und 15	Rh-III	45
Hf-IV	50 T	Ir-IV	50
Co-II	75	Ru-III	62
Ni-II	70	Tl-I	58
Ba-II	65	Ag-I	90
Pb-II	0	Sn-II	75
Ga-III	55	Ti-IV	25
Sr-II	20	Cu-II	65
Ce-III	60	Be-II	58
La-III	50	Sb-III	60
Y-III	60 T	Al-III	50
Pd-II	35	Li-I	65
W-VI	55 T	Mg-II	70
Cd-II	75		

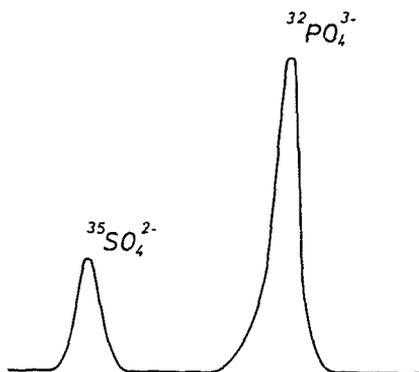
^a T = Schwanzbildung.

Fig. 4. Radiodünnschichtpherogramm der Trennung von Sulfat und Phosphat in 0.1 N NaOH bei 45 V/cm in 2 Minuten.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Dünnschichtionophorese wurde für die Trennung anorganischer Stoffe angewandt. Es wurden Trennungen bei 13 V/cm bzw. 45 V/cm unter Verwendung von Radionukliden durchgeführt. Entsprechende Apparaturen zur Ausführung der Versuche wurden beschrieben. Die Hochspannung-ionophorese wurde entweder unter Kühlung oder in einer Wasserdampf-atmosphäre vorgenommen. Die Wanderungszeiten betragen hierbei 2 bzw. 5 Minuten.

SUMMARY

Thin-layer ionophoresis was used for separating inorganic substances. Separations were carried out at 13 V/cm or 45 V/cm using radionuclides. The equipment used is described. High-voltage

ionophoresis was conducted either under cooling or in an atmosphere of water vapour. Migration times under these conditions were 2 or 5 min, respectively.

RÉSUMÉ

L'ionophorèse en couche mince a été appliquée à la séparation (à 13 V/cm ou 45 V/cm) de substances inorganiques, en utilisant des radionucléides. L'équipement est décrit. L'ionophorèse à haute tension est effectuée, soit à froid, soit dans une atmosphère de vapeur d'eau. Les temps de migration dans ces conditions sont respectivement de 2 ou 5 minutes.

LITERATUR

- ¹ R. CONSDEN, A. H. GORDON UND J. P. MARTIN, *Biochem. J.*, 40 (1946) 33.
- ² O. SMITHIES, *Biochem. J.*, 61 (1955) 629.
- ³ E. VAHVASELKÖ, *Nature*, 193 (1962) 474.
- ⁴ A. HOLLENDER, *Scand. J. Clin. Lab. Invest.*, 14 (1962) 104.
- ⁵ J. GROULADE, J. M. FINE UND C. OLLIVIER, *Nature*, 191 (1961) 72.
- ⁶ H. G. KUNKEL UND G. WALLENIUS, *Science*, 122 (1955) 288.
- ⁷ H. R. MARTI, *Experientia*, 17 (1961) 235.
- ⁸ S. RAYMOND UND MASUMI NAKAMICHI, *Anal. Biochem.*, 3 (1962) 23.
- ⁹ C. G. HONEGGER, *Helv. Chim. Acta*, 44 (1961) 173.
- ¹⁰ G. PASTUSKA UND H. TRINKS, *Chemiker Ztg.*, 85 (1961) 535.
- ¹¹ G. PASTUSKA UND H. TRINKS, *Chemiker Ztg.*, 86 (1962) 135.

Anal. Chim. Acta, 30 (1964) 91-95