(004)-Reflex dem (002)-Reflex (Abb. 3). Gelegentlich ist das Hydrat des Kupfersulfats anstelle des Hydroxids als Korrosionsprodukt in Betracht gezogen worden. Die Hydrate der Salze 2wertiger Metalle weisen aber bei der Beugungsanalyse kein charakteristisches Intensitätsprofil auf. Dadurch kann man das Hydrat mit Hilfe der Elektronenbeugung vom Hydroxid unterscheiden.

Literatur

1. Jagodzinski, H.: Acta Crystallogr. (London) 2, 201 (1949).
2. Yamaguchi, S.: diese Z. 184, 412 (1961).

S. Yamaguchi
National Institute for Research in Inorganic Materials
2-29-3 Hon-Komagome, Bunkyo
Tokyo (Japan)

Rasche extraktions-chromatographische Methode zur Abtrennung von Quecksilber aus biologischen Materialien mit Hilfe von Dithizon

Rapid Separation of Mercury from Biological Materials by Extraction Chromatography with Dithizone

Abtrennung von Quecksilber aus Biolog. Material; Chromatographie, Säule/Extraktion; mit Dithizon

H. WOIDICH und W. PFANNHAUSER

Forschungsinstitut der Ernährungswirtschaft Wien, Österreich

Eingegangen am 24. Mai 1972

Die Anwendung der Extraktions-Chromatographie auf die Abtrennung von Quecksilber als Dithizonat bietet den Vorteil rascher Handhabung bei scharfer Trennung von den die Bestimmung störenden Ionen [1]. Darüber hinaus können Oxydationsprodukte des Dithizons, wie sie oft unkontrollierbar auftreten können [2], infolge äußerst geringer Dithizonkonzentrationen in der stationären Chloroformphase, fehlenden Kontaktes mit Luftsauerstoff und Lichtschutz durch Ummantelung mit Folien praktisch ausgeschaltet werden.

Trägermaterial ist ein Trifluormonochlorpolyäthylenpulver (Votalef 300 Micro PL), die stationäre Phase eine 10^{-3} %ige Dithizonlösung in Chloroform.

Die üblicherweise schwefelsaure Aufschlußlösung [2] wird als mobile Phase über die Kolonnen geschickt, wobei sich Quecksilberdithizonat als orangegelbes Band am Kopf der Kolonne sammelt. Neben den in organischen Materialien praktisch nicht vorhandenen Elementen (Au, Ag, Pt) kann nur Kupfer störend wirken [1], da es gleichfalls aus saurer Lösung extra-

hiert wird. Durch Einstellen der Probelösung auf $\text{pH} < 1$ erhält man Bedingungen, bei denen Kupfer nur in Spuren extrahiert wird. Nach Waschen mit 0,05 N Natronlauge werden diese Kupferspuren quantitativ zusammen mit überschüssigem Dithizon aus der stationären Phase eluiert.

Weil sich das primäre orangegefärbte Quecksilberdithizonat bei Dithizonmangel, wie er nach Sättigung der obersten Schicht der Kolonne mit $\text{Hg}(\text{HDZ})_2$ auftritt, teilweise in das sekundäre violettgefärbte Quecksilberdithizonat umwandelt, ist Zugabe von Dithizonatanionen zur Natronlaugeelösung nötig. Durch das Angebot des Dithizonatanions in der wäßrigen Phase wird der Umwandlungsprozeß wieder umgekehrt, so daß alles Quecksilber als primäres Dithizonat vorliegt, als das es auch photometrisch bestimmt wird [1].

Quecksilberdithizonat verbleibt bei Elution des Dithizons auf der Kolonne, die übrigen Teile der Kolonne erscheinen nach Waschen mit Essigsäure weiß.

Quecksilberdithizonat wird mit Chloroform ausgewaschen und photometrisch bestimmt.

Experimentelles

Säule. Füllhöhe 100 mm, Innendurchmesser 6 mm.

Füllmaterial. 10 g Votalef 300 Micro PL und 3 ml 10^{-3} %iges Dithizon in Chloroform werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit Schliffstopfen homogen vermischt.

Vorbereitung der Kolonne. Durch die trocken gestopfte Kolonne 3 M Schwefelsäure durchgesaugt, bis die Säulenfüllung blasenfrei bleibt. Mit einer Alu-Folie wird die Kolonnenfüllung vor Licht geschützt. Diese Kolonne kann bis zu $10 \mu\text{g}$ Hg extrahieren. Für höhere Konzentrationen müssen größer dimensionierte Kolonnen verwendet werden.

Arbeitsvorschrift. Die schwefelsaure Aufschlußlösung [2] wird über die Säule geschickt, wobei Quecksilberdithizonat als orangegelbe Zone erkennbar wird. Nach Durchlaufen der Aufschlußlösung wird mit 2 ml 3 M Schwefelsäure nachgewaschen. Anschließend erfolgt mit 3 ml 0,1 M Natronlauge, die mit 3 ml 10^{-2} %iger Dithizonlösung äquilibriert wurde und durch das Dithizonanion gelbbraun gefärbt ist, Elution des umgesetzten grünen Dithizons. Mit 2 ml reiner 0,05 N Natronlauge und anschließend 2 ml 10 % iger Essigsäure zur Desensibilisierung des Quecksilberdithizonats wird nachgewaschen. Das orangegelbe Quecksilberdithizonat wird mit Chloroform ausgewaschen und bei 483 nm gegen Chloroform als Blindlösung photometriert.

Literatur

1. Iwantschew, G.: Das Dithizon und seine Anwendung in der Mikro- und Spurenanalyse. Weinheim: Verlag Chemie 1958.
2. Woidich, H., Pfannhauser, W.: Z. Lebensmittel-Unters. u. -forsch. (im Druck) (1972).

Univ.-Doz. Dr. H. Woidich
Forschungsinstitut der Ernährungswirtschaft
A-1190 Wien, Blaastraße 29
Österreich