

Des essais préliminaires ont montré que ces métaux sont adsorbés sous les formes de chlorocomplexes, SnCl_6^{2-} , SbCl_6^- et TeCl_6^{2-} par la résine échangeuse d'anion en solution chlorhydrique concentrée. Lorsque l'acide se dilue, ces complexes commencent à se libérer de la résine se dissociant en cation ou chlorure de non-électrolyte et des anions de chlore.

Pour savoir l'affinité des métaux à la résine, nous avons mesuré des constants d'élu-tion par des expériences chromatographiques utilisant une petite colonne remplie de la résine échangeuse d'anion Dowex 1-x4 fortement basique, sous la forme de chlorure.

Le chlorure du métal en question est mis au sommet de la colonne, et on laisse passer l'acide chlorhydrique pour déplacer le métal le long de la colonne. La courbe d'élu-tion est obtenue par le dosage du liquide émer-geante. Le constant d'élu-tion s'exprime par le volume de la résine dans la colonne, divisé par le volume de l'acide chlorhydrique dépensé jusqu'au point de maximum de la courbe d'élu-tion.

Tableau I montre les constants d'élu-tion de ces trois éléments qui sont mesurés en solu-tion chlorhydrique à diverses concentrations. La valeur de 1.3 signifie que le métal n'est pas adsorbé par la résine et passe librement la colonne.

TABLEAU I
CONSTANTS D'ELUTION

Concent- ration de ClH	0.1	1	2	3	4	6 N
Sn (IV)	1.3	<0.1*	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Te (IV)		1.3	0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Sb (V)		1.3	1.3	1	0.3	<0.1
In (III)	1.3	0.5	—	0.3	—	0.3

* Le constant n'arrive pas à 0.1, mais la valeur précise n'a pas été obtenue.

*Sur la Séparation de trois Éléments, l'Étain,
l'Antimoine et Tellure, par la Résine échangeuse
d'Anion*

Par Yuki-yoshi SASAKI

(Reçu le 3 Août 1955)

En étudiant le dosage des éléments radio-actifs produits par la fission nucléaire, et de l'étain irradié par neutron lent, nous nous sommes proposé de séparer trois métaux, l'étain, l'antimoine et le tellure. Dans ce but nous avons obtenu un bon résultat utilisant la résine échangeuse d'anion fortement basique.

Tandis que l'adsorption et la désorption se réalisent rapidement et complètement pour le tellure et l'indium, l'adsorption irréversible a lieu pour l'antimoine-(V), à savoir, l'acide chlorhydrique à 3N ne peut eluer que 70% de l'antimoine qui était fixé sur la résine, ni l'acide nitrique, ni l'acide perchlorique n'est pas efficace à le désorber.

Etant donné que l'antimoine-(III) se fixe fermement sur la résine, cette adsorption anormale est interprétée en supposant la réduction de l'antimoine-(V) à l'antimoine-(III) dans la résine. Pour éviter la réduction de l'antimoine-(V), la résine à utiliser a été traitée par le brome jusqu'à ce qu'elle fût colorée en jaune*, et de plus, la durée où

l'antimoine serait en contact avec la résine a été minimisée autant que possible.

Par ces traitements la quantité de l'antimoine resté dans la résine a été réduite jusqu'à 0.5% de l'antimoine total. L'étain n'est élué que moitié par l'acide chlorhydrique à 0.1 N à cause de l'hydrolyse, mais l'acide perchlorique à 2 N le désorbe complètement.

Partant de ces résultats nous avons mis au point la séparation de ces trois métaux utilisant une colonne de verre de 0.85 cm. de diamètre, remplie de la résine Dowex 1-x4 de 50-100 mesh sous la forme de chlorure, traitée par le brome et lavé avec l'acide chlorhydrique à 3 N, jusqu'à une hauteur de 4 cm.

Un mélange à séparer est une solution chlorhydrique à 3 N, 1.5 cm³ contenant 3 mg. de l'antimoine-(V) 1 mg. du tellure-(IV) 3 mg. de l'étain-(IV) avec les indicateurs radioactifs, ¹¹³Sn (112 jours), son derive ^{113m}In (105 minutes), ^{129m}Te (30 jours) et ¹²⁴Sb (60 jours) de provenance des Etats-Unis. Après avoir laissé adsorber le mélange à étudier en haut de la colonne de la résine, on effectue l'élution avec l'acide chlorhydrique à 3 N pour éluer l'antimoine-(V). L'élution se poursuit pendant 20 cm³ jusqu'à la disparition de la radioactivité dans le liquide émergeant. Dans ce cas, le constant d'élution a été un peu diminué par l'influence du brome.

Ensuite, l'acide chlorhydrique à 1 N est choisi pour enlever le tellure laissant adsorbé l'étain sur la résine. L'étain est désorbé par l'acide perchlorique à 1.8 N. La solution émergeante est recueillie par fraction de 1 cm³. Les fractions du tellure et de l'étain sont évaporées à sec sur des assiettes de verre. Etant donné que le chlorure de l'antimoine se volatilise, l'antimoine est précipité et filtré comme sulfure.

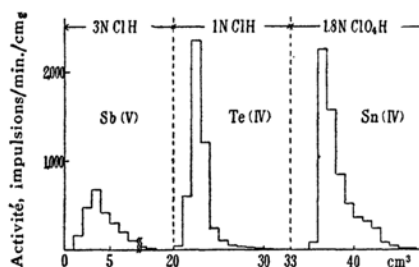


Fig. 1. Courbe d'élution.

Les dosages des métaux dans les fractions ont été réalisés en mesurant leur radioactivité par un compteur de Geiger-Müller après l'équilibre radioactif entre ¹¹³Sn et ^{113m}In a été atteint. La Fig. 1 représente la courbe d'élution dans laquelle l'indium élué aux fractions de l'antimoine et du tellure n'existe plus, mais de la Tableau I il résulte que si l'on désire à séparer l'indium de l'étain, l'acide chlorhydrique à 1-12 N élue l'indium et laisse l'étain sur la résine.

Nous avons repris le même procédé pour traiter les échantillons qui contiennent ces trois métaux dont l'un seul a été marqué avec l'indicateur radioactif.

Ces expériences ont montré que dans le procédé de la séparation donné ci-dessus, la quantité d'un élément qui contamine les fractions des deux autres métaux n'arrive pas à 0.05% de cet élément total.

*Laboratoire de Chimie, Faculté de Science
L'Université de Tokio*

* La résine échangeuse d'anion adsorbe du brome en solution chlorhydrique concentrée plus strictement qu'en solution peu concentrée. Il est probable que le brome est adsorbé comme Br₂Cl⁻.