

КРУГОВАЯ ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

РАЗДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА НА ИОНИТОВЫХ СЛОЯХ

Д. С. ГАЙБАКЯН и Д. И. ХАМУИ

Ереванский государственный университет

Поступило 31 V 1991

Разработаны новые ионообменно-тонкослойно-хроматографические (ИОТСХ) методы разделения микроколичеств Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) в различных их сочетаний в круговом варианте. В качестве подвижной фазы для разделения изученных ионов использованы растворы минеральных кислот (HCl, H₂SO₄, HNO₃, HClO₄), оптимальными концентрациями которых являются 1,0; 0,1; 0,5 и 0,5 М, соответственно.

Установлено, что ионитовые пластинки фиксион-50 вполне пригодны для разделения и анализа смесей названных элементов.

Библ. ссылок 8.

Спустя 10 лет со дня открытия тонкослойной хроматографии (ТСХ) в 1938 г. [1] Майнгард и Холл [2] осуществили разделение кобальта и никеля на слое силикагеля круговым вариантом ТСХ и показали его экспрессность.

1960 год считается началом развития ТСХ неорганических веществ. Одновременно в качестве неподвижных фаз (НФ) стали широко применяться различные по составу и характеру порошкообразные вещества, среди них особенно ионообменники различной природы, в том числе ионообменные смолы [3—7]. В процессе разделения неорганических ионов методом ТСХ на ионитовых слоях преобладает ионообменный механизм и поэтому этот вариант называется ионообменной ТСХ (ИОТСХ).

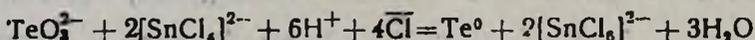
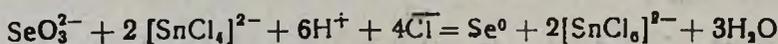
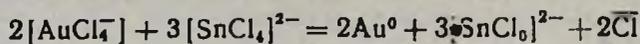
В работе [8] отмечаются существенные преимущества кругового варианта ТСХ (КрТСХ) по сравнению с линейной ТСХ. Эти и другие важные преимущества КрТСХ, а также отсутствие в литературе данных по применению этого эффективного варианта анализа на ионитовых слоях к системам, содержащим золото, селен и теллур, послужили основой для проведения данного исследования, целью которого явилась разработка новых эффективных КриОТСХ методов разделения названных элементов в различных их сочетаниях.

Экспериментальная часть

В работе использованы пластинки фиксион-50 (производство Венгрии), приготовленные из высокочистого порошка сильнокислотного катионита однородного состава и не имеющие на поверхности трещин. Пластинки до начала эксперимента с помощью особого устройства с нивелирующим пузырьком приведены в строго горизонтальное положение. Для поддержания постоянства газовой атмосферы над пластинкой подачу подвижной фазы (ПФ) проводили

микробюреткой, имеющей в сливном отверстии кусочек фильтровальной бумаги, вводимой через узкое отверстие перевернутой воронки, с целью получения необходимой скорости потока ($\sim 0,1$ мл/мин). Для исключения возможности повреждения поверхности сорбента и предотвращения образования капель элюента кончик бюретки находился на расстоянии 0,3 мм от поверхности пластинки.

Методика. Ионитовые пластинки вырезают в виде круга желаемого диаметра, в центре которого наносят 10—20 мкл анализируемого раствора с помощью аппликатора. Фронт ПФ распространяется от центра, с которого подается элюент, к периферии. При перемещении ПФ на заданное расстояние от центра хроматографирование заканчивают, затем после частичной сушки пластинки при комнатной температуре опрыскивают 10% раствором SnCl_2 в 2 М HCl , проявляют хроматограмму. При этом золото, селен и теллур восстанавливались до элементного состояния, и пятна в форме круга окрашиваются: золота—в пурпурный, селена—в желто-коричневый, а теллура—в черно-коричневый цвета согласно реакциям:



Из проявленной хроматограммы рассчитывают R_f ионов, а также оценивают форму и количество образуемых зон ионов на круговой хроматограмме. Применяли пластинки фиксированной формы в Na-форме разного диаметра. Для сравнения данных, полученных линейной ИОТСХ и КрИОТСХ-вариантом, в качестве ПФ выбраны растворы соляной, серной, азотной и хлорной кислот разной концентрации, в которых смеси исследованных ионов достаточно хорошо разделяются. Иногда для получения полной информации применяли такие ПФ, в которых эти смеси вообще не разделяются или же разделяются частично, т. е. расположенные по соседству зоны перекрываются не полностью.

Опыты показали, что лучшее разделение смесей этих ионов обеспечивается при использовании в качестве ПФ растворов минеральных кислот HCl , H_2SO_4 , HNO_3 и HClO_4 с концентрацией 1,0; 0,1; 0,5 и 0,5 М, соответственно.

Хроматограммы разделения смеси Au (III), Se (IV) и Te (IV) показывают, что разрешающая способность такого варианта очень большая, расход времени для одного анализа при диаметре пластинки 5—6 см составляет 4—5 мин, отсутствует перекрывание зон, наблюдаемое в линейном варианте ИОТСХ. Вместе с этим, техника выполнения такого варианта проста, причем получаются весьма воспроизводимые и правильные результаты.

Можно считать установленным и тот факт, что в области меньшей динамики слоя, т. е. при больших значениях R_f смеси Se (IV) и Se (VI), Se (IV) и Te (IV), Se (VI) и Te (VI), которые не разделялись в линейном варианте ИОТСХ, в случае КрИОТСХ в идентичных условиях хорошо разделяются. При использовании избран-

ных нами ПФ золото всегда остается в центре диска, т. е. на месте нанесения капли исследуемых смесей.

Таким образом, разработаны новые эффективные ионообменно-тонкослойно-хроматографические методы в круговом варианте разделения микроколичеств Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) в различных сочетаниях. Приведенные хроматограммы показывают, что пластинки фиксион-50 вполне пригодны для КрИОТСХ анализа. Круговой вариант имеет существенные преимущества по сравнению с линейным вариантом ИОТСХ.

ՇՐՋԱԿԾԱՅԻՆ ՆՐԱՇԵՐՏ ՔՐՈՄԱՏՈԴՐԱՅԻՄ

ՍՍԿՈՒ, ՍՆԼՆԻ ԵՎ ՏՆԼՈՒՄԻ ԲԱԺԱՆՈՒՄԸ ԻՈՆԻՏԱՅԻՆ ՇԵՐՏԵՐԻ ՎՐԱ

Դ. Ս. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ և Դ. Ի. ՀԱՄՈՒԻ

Մշակված են Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) և Te (VI) իոնների խառնուրդների բաժանման իոնափոխանակային նրբաշերտ քրոմատոգրաֆիական նոր եղանակներ շրջագծային տարբերակի կիրառմամբ: Նշված իոնների բաժանման համար հարմար շարժուն ֆազ են հանդիսանում հանքային (HCl, H₂SO₄, HNO₃, HClO₄) թթուների համապատասխանաբար 1,0, 0,1, 0,5 և 0,5 Մ լուծույթները:

Հաստատված է, որ ֆիկսիոն-50-ի իոնիտային շերտերը միանգամայն պիտանի են նշված իոնների խառնուրդների բաժանման և անալիզի համար:

CIRCULAR TLC

SEPARATION OF Au, Se AND Te ON IONITE LAYERS

D. S. GAYBAKIAN and D. I. HAMOUI

A new variation of ion-exchange TLC—circular TLC has been worked out to separate Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) and Te (VI). As mobile phases may be used mineral acids—HCl, H₂SO₄, HNO₃, HClO₄, optimal concentrations of which are correspondingly 1,0; 0,1; 0,5 and 0,5 M.

It has been established that Fixion-50 type ionite layers are quite useful for separating and analysis of above-mentioned ions.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Измаилов Н. А., Шрайбер М. С. — Фармация, 1938, № 3, с. 1.
2. Meinhard J., Hall N. — Analyt. Chem., 1949, v. 21, p. 185.
3. Sherma J. — Chromatogr., 1965, v. 19, № 2, p. 458.
4. Lepri L., Desideri P., Coas V., Cozzi D. — Chromatogr., 1970, v. 47, № 3, p. 442.
5. Frache G., Dadone A. — Chromatographia, 1971, v. 4, № 4, p. 156.
6. Шульга В. А., Сенявин М. М., Белоусова М. Я., Баранукас В. Ю., Никитенко Э. Т. — Зав. лаб., 1980, т 46, № 10, с. 892.
7. Гайбахян Д. С., Мкртчян Г. М., Хамуи Д. И., Давтян М. У. — Зав. лаб., 1991, т. 57, № 2, с. 12.
8. Златкис А., Кайзер Р. — Высокоэффективная тонкослойная хроматография. М., Мир, 1979, 245 с.