

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 543.544+546.23+546.24

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

III. РАЗДЕЛЕНИЕ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ СЕЛЕНА (IV)
 И ТЕЛЛУРА (IV) В РАСТВОРАХ СПИРТОВ

Д. С. ГАЙБАКЯН и М. М. АТУРЯН

В тонком слое окиси алюминия, методом восходящей тонкослойной хроматографии исследовано разделение и идентификация селена и теллура в растворах, содержащих одноатомные алифатические спирты. Разделение и идентификация селена(IV) и теллура(IV) оказалось возможным произвести в растворах указанных спиртов только в присутствии концентрированной соляной кислоты в количествах не менее 25 мл в 100 мл смеси.

Исследованию разделения селена и теллура методом тонкослойной хроматографии посвящено незначительное число работ [1—3].

Так, изучены разделение и идентификация селена, теллура и хрома в разных валентных состояниях на 2 видах силикагельных пластинок. Использование метил-изобутилкетона—этилацетата и *n*-бутилацетата в качестве растворителя обеспечивает четкое разделение пар селен(IV)—селен(VI), теллур(IV)—теллур(VI) и хром(III)—хром(VI) [1]. На этом же носителе с помощью комплексообразующего лиганда три-бутилфосфата в присутствии бензола и концентрированной соляной кислоты получены удовлетворительные результаты при разделении селена и теллура. Использование в качестве комплексообразующего лиганда раствора тиомочевины в смеси с соляной кислотой приводит также к надежному отделению селена от теллура [2]. Тонкослойно-хроматографический метод в горизонтальном варианте был применен для полуколичественного определения селена и теллура [3].

Мы задались целью систематически исследовать вопрос о выборе подходящего растворителя и других условий опыта для разделения селена(IV) и теллура(IV) при их совместном присутствии на носителе—окиси алюминия. В данном сообщении изучена возможность применения некоторых членов гомологического ряда алифатических спиртов, а также водных и солянокислых их растворов в условиях отсутствия комплексообразующего агента.

Экспериментальная часть

Методика исследования в основном была аналогична описанной ранее [4].

На стеклянную пластинку размерами 12×20 см наносили равномерный незакрепленный слой — 0,5 мм сорбента-носителя — продаж-

ного порошка окиси алюминия для хроматографии. На расстоянии 2 см с одного конца пластинки наносили растворы, содержащие несколько микрограммов селена(IV) и теллура(IV) в отдельности, затем их смесь. Слой без активации погружали в стеклянную камеру с растворителем под углом 30°. По перемещению растворителя на расстоянии 10 см от старта, пластинка снималась и проявлением определялись R_f ионов.

В работе применялся восходящий метод. Для обнаружения зон ионов селена(IV) и теллура(IV) после хроматографирования опрыскивали пластинки солянокислым раствором хлористого олова; при этом селен(IV) окрашивается в светлобурый, а теллур — в черный цвет.

Полученные результаты и их обсуждение

Сначала измерялись R_f элементов в безводных алифатических спиртах. Результаты опытов показали, что в среде метилового, этилового, пропилового и др. безводных одноатомных алифатических спиртов селен(IV) и теллур(IV) остаются на стартовой линии. И в водно-стартовых растворах, независимо от количественного соотношения спирт—вода эти ионы имели $R_f = 0$.

В качестве растворителя изучена также система спирт—концентрированная соляная кислота.

Полученные данные приведены в таблице.

Таблица

Зависимость R_f селена(IV) и теллура(IV) от состава спирт—концентрированная соляная кислота

Спирт	Спирт, мл	Соляная кислота, мл	Спирт HCl	R _f элементов				ΔR _f
				в отдельности		в смеси		
				Se	Te	Se	Te	
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Метилловый	100	0	—	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,02	0,0	0,02	0,02
	75	25	3:1	0,0	0,12	0,0	0,13	0,12
	50	50	1:1	0,0	0,78	0,0	0,77	0,78
	25	75	1:3	0,02	0,92	0,03	0,93	0,90
	10	90	1:9	0,04	0,93	0,03	0,93	0,90
	0	100	—	0,11	0,97	0,12	0,97	0,86
Этиловый	100	0	—	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,01	0,0	0,01	0,01
	75	25	3:1	0,0	0,18	0,0	0,16	0,17
	50	50	1:1	0,0	0,71	0,0	0,69	0,70
	25	75	1:3	0,01	0,90	0,02	0,88	0,88
	10	90	1:9	0,02	0,90	0,01	0,91	0,89
	0	100	—	0,11	0,97	0,11	0,97	0,86

Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Пропиловый	100	0	—	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,02	0,0	0,03	0,02
	75	25	3:1	0,0	0,10	0,0	0,12	0,11
	50	50	1:1	0,0	0,82	0,0	0,85	0,83
	25	75	1:3	0,01	0,90	0,01	0,88	0,88
	10	90	1:9	0,02	0,93	0,03	0,92	0,90
	0	100	—	0,11	0,97	0,12	0,97	0,86
Изо-Пропиловый	100	0	—	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	75	25	3:1	0,0	0,06	0,0	0,05	0,05
	50	50	1:1	0,0	0,70	0,0	0,80	0,79
	25	75	1:3	0,02	0,87	0,01	0,87	0,86
	10	90	1:9	0,05	0,93	0,04	0,90	0,88
	0	100	—	0,11	0,97	0,12	0,97	0,86

Как показывают данные таблицы добавление соляной кислоты к метиловому, этиловому, пропиловому или *изо*-пропиловому спиртам повышает R_f селена(IV) и теллура(IV), но в разной степени. Так, при отношении спирт—кислота 3:1 пятно теллура(IV) перемещается всего на 0,12 см от места нанесения. Однако при отношении 1:1 величина R_f для теллура(IV) резко увеличивается; она равняется в среднем 0,75. Максимальное значение достигается при отношении 1:3; при этом $R_{f_{Te}}$ в среднем = 0,90, а $R_{f_{Se}}$ = 0,02. В концентрированной соляной кислоте в отсутствии спирта $R_{f_{Te}}$ = 0,97. Селен же до отношения 1:3 в изучаемых нами растворах спиртов практически остается на стартовой линии. Он перемещается в слое окиси алюминия лишь на 1 см только в концентрированном растворе соляной кислоты.

Таким образом, разделение и идентификация селена(IV) и теллура(IV) оказались возможными в растворах указанных спиртов только в присутствии соляной кислоты в количествах не менее 25 мл в 100 мл смеси.

Ереванский государственный
университет

Поступило 7 VII 1967

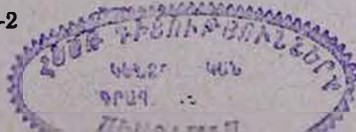
ՀԱԶՎԱԳՅՈՒՄՆ ԷԼԵՄԵՆՏՆԵՐԻ ՆՐԲԱՇԵՐՈՑ ՔՐՈՄԱՏԱԳՐԱՅԻԱՆ

III. ՍԵԼԵՆԻ (IV) ԵՎ ՏԵԼՈՒՐԻ (IV) ԲԱԺԱՆՈՒՄԸ ԵՎ
ԽԵՆՏԵՅԻԿԱՑԻԱՆ ՍՊԻՐՏՆԵՐԻ ԼՈՒՍՈՒՅԹՆԵՐՈՒՄ

Դ. Ս. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ ԵՎ Մ. Մ. ԱՏՈՒՐՅԱՆ

Ա Վ Փ Ն Փ Ն Ա Վ

Այլումինիում օքսիդի չամրացված շերտի վրա կոմպլեքսազոյացուցիչ նյութի բացակայության պայմաններում, վերընթաց նրբաշերտ թրմատագրա-



ֆիայի եղանակով, ուսումնասիրվել է սելենի և տելուրի բաժանումն ու իդեն-տիֆիկացիան միաատոմ ալիֆատիկ սպիրտ պարունակող լուծույթներում: Հաստատվել է, որ անջուր և ջրախառն սպիրտների լուծույթներում սելեն (IV) և տելուր (IV) իոնները մնում են ստարտային գծի վրա: Կոնցենտրիկ աղաթթվի ավելացումը մեթիլ, էթիլ, պրոպիլ և իզոպրոպիլ սպիրտներում նպաստում է սելենի և տելուրի R_1 -ների մեծացմանը, սակայն տարբեր չափով: Սպիրտ — թթու 1:3 հարաբերության դեպքում տելուրի R_1 խիստ մեծանում է, հավասար-վելով 0,90: Սելենը նույն պայմաններում տեղաշարժվում է աննշան: Այս-պիսով, սելենի և տելուրի բաժանումն ու իդենտիֆիկացիան հնարավոր է դառ-նում նշված սպիրտների աղաթվային լուծույթներում, երբ վերջինի քանակը կազմում է ոչ պակաս, քան 25 մլ, 100 մլ լուծիչների խառնուրդում:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. K. Hayashi, T. Ogata, Japan analyst, 14, 1146 (1965). (Р. ж. хим., 1966 г., 24Г61).
2. Hu Zhi-Tel, Kexue Tongbao, № 12, 1103 (1964). (Р. ж. хим. 1965 г. 18Г38).
3. Hu Zhi-Tel, Liu Cheng-Li, Scientia Sinica, 14, 1235 (1965).
4. Д. С. Гайбакян, М. М. Атурян, Арм. хим. ж., 20, стр. 696, 1967 г.