

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 546.23+546.24+546.59

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

IX. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА (III),
СЕЛЕНА (IV) И ТЕЛЛУРА (IV) В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ

Д. С. ГАЙБАКЯН и Р. Т. ЕГИКЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 10 VIII 1968

Изучены разделение, идентификация и определение микрограммовых количеств селена (IV), теллура (IV) и золота (III) методом восходящей тонкослойной хроматографии. Предложены методы идентификации ионов золота, селена и теллура, а также полуколичественного определения селена и теллура при совместном их присутствии.

Рис. 3, табл. 4, библиограф. ссылки 5.

В отходах некоторых производств и шламах производства серной кислоты очень часто селену и теллуру сопутствует золото.

Вопросу хроматографического отделения теллура от селена и других элементов посвящено много работ, однако применение тонкослойной хроматографии при анализе селена и теллура очень ограничено [1—4]. Между тем этот метод анализа является быстрым, простым и точным. Цель настоящей работы — исследовать возможность применения этого метода для идентификации и разделения золота, селена и теллура при их совместном присутствии.

Методика исследования аналогична [5].

Для обнаружения пятен ионов золота, селена и теллура пластинки опрыскивали солянокислым раствором хлористого олова; при этом появлялось фиолетовое, светло-бурое и черное окрашивание, соответственно.

Результаты и их обсуждение

Сначала измерялись R_f ионов золота (III), селена (IV) и теллура (IV), применяя в качестве подвижной фазы водные растворы аммиака и гидроксида натрия различной концентрации.

При применении в качестве подвижной фазы раствора гидроксида аммония ионы золота, селена и теллура существенно не перемещаются со стартовой линии. При высокой же концентрации NH_4OH (17,5 н) перемещаются только ионы селена и теллура, однако вели-

чина R_f составляет 0,06 и 0,02, соответственно. При применении водных растворов гидроокиси натрия в качестве подвижной фазы ионы золота остаются на стартовой линии, для ионов же селена и теллура с повышением концентрации NaOH повышается величина R_f (рис. 1). При концентрации раствора гидроокиси натрия 0,6 *н* величины R_f ионов селена и теллура равняются 0,58 и 0,42, соответственно. При концентрации же 4 *н* NaOH и больше R_f этих ионов достигают максимального значения, т. е. 0,86 и 0,71, соответственно. Дальнейшее повышение не только не изменяет величину R_f указанных ионов, но и разрушает слой окиси алюминия.

Таким образом, относительно большая разность в величинах R_f ионов селена и теллура наблюдается только в интервале 0,3—0,6 *н* NaOH.

Применялись также смеси 3 *н* NaOH и концентрированного раствора аммиака в качестве подвижной фазы (рис. 2). При объемном

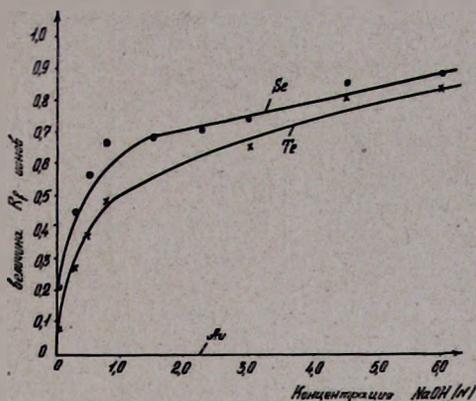


Рис. 1. Зависимость R_f ионов Au(III), Se(IV) и Te(IV) от концентрации щелочи (NaOH).

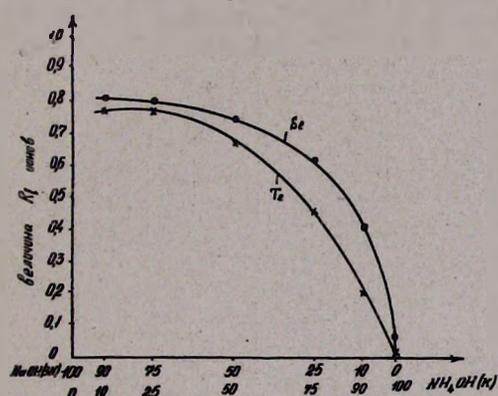


Рис. 2. Зависимость R_f ионов Au(III), Se(IV) и Te(IV) от состава подвижной фазы: NaOH (3 *н*) : NH₄OH (конц.).

отношении растворов NaOH (3 *н*) : NH₄OH (конц.) = 9 : 1 и 3 : 1 величина R_f селена составляет 0,80, а теллура — 0,80 и 0,76, соответственно. Дальнейшее увеличение количества гидроокиси аммония приводит к одновременному увеличению R_f селена и теллура (в большей мере). Так, например, при отношении NaOH (3 *н*) : NH₄OH (конц.) = 1 : 1, 1 : 3 и 1 : 9 величины R_f ионов имеют следующие значения: селена — 0,74, 0,61 и 0,41, а теллура — 0,66, 0,46 и 0,20. В

последнем случае ионы селена и теллура хорошо разделяются, но их пятна имеют несколько удлиненную форму. Золото всегда остается на стартовой линии.

Исследовалось влияние концентрации щелочного раствора подвижной фазы (табл. 1). Разбавление водой частично увеличивает R_f ионов селена и теллура; одновременно увеличивается площадь пятен, что имеет существенное значение.

Таблица 1

Влияние воды на R_f ионов Se (IV), Te (IV) и Au (III)

Состав подвижной фазы, мл			Величина R_f		
NaOH (3 н)	NH ₄ OH (конц.)	H ₂ O	Au (III)	Se (IV)	Te (IV)
10	75	15	0,0	0,40	0,28
10	50	40	0,0	0,43	0,30
10	25	65	0,0	0,49	0,34
25	50	25	0,0	0,52	0,43
25	25	50	0,0	0,55	0,45

В следующих опытах были применены в качестве подвижной фазы одноатомные алифатические спирты (метанол, этанол и другие) с 3 н раствором гидроксида натрия при различных их объемных отношениях.

Таблица 2

Зависимость R_f ионов Au (III), Se (IV) и Te (IV) от состава подвижной фазы:
спирт — NaOH (3 н)

С п и р т ы		Объем NaOH (3 н), мл	Спирт : NaOH (3 н)	Величина R_f		
название	объем, мл			Se (IV)	Te (IV)	Au (III)
Метанол	100	0	—	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,0	0,0
	75	25	3:1	0,0	0,0	0,0
	50	50	1:1	0,0	0,19	0,0
	25	75	1:3	0,54	0,52	0,0
	10	90	1:9	0,76	0,73	0,0
	0	100	—	0,88	0,84	0,0
Э т а н о л	100	0	—	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,0	0,0
	75	25	3:1	0,05	0,05	0,0
	50	50	1:1	0,35	0,35	0,0
	25	75	1:3	0,72	0,67	0,0
	10	90	1:9	0,78	0,79	0,0
	0	100	—	0,80	0,84	0,0
трет-Бутанол	100	0	—	0,0	0,0	0,0
	90	10	9:1	0,0	0,0	0,0
	75	25	3:1	0,0	0,0	0,0
	50	50	1:1	0,36	0,34	0,0
	25	75	1:3	0,66	0,62	0,0
	10	90	1:9	0,69	0,65	0,0
	0	100	—	0,88	0,84	0,0

Добавление метилового, этилового и трет-бутилового спиртов к раствору NaOH уменьшает величину R_f ионов селена и теллура (табл. 2). При отношении спирт:NaOH, равном 3:1, ионы селена и

теллура практически не перемещаются со стартовой линии, а дальнейшее повышение концентрации NaOH приводит к одинаковому увеличению R_f указанных ионов.

Применялась также смесь этанола и раствора гидроокиси натрия при постоянном их объемном отношении 1 : 1, но при разных концентрациях NaOH. Результаты (рис. 3) показывают невозможность количественного разделения ионов селена и теллура, так как пятна частично налагаются.

Бутиловый, амиловый и другие члены гомологического ряда одноатомных спиртов не смешиваются с растворами щелочей. Однако в качестве подвижной фазы мы применяли спирты, насыщенные растворами щелочи 6, 4, 2, 1, 0,5 и 0,1 n концентрации. Во всех случаях, от бутанола до октанола, ионы золота, селена и теллура остаются на стартовой линии. Тройная система n -бутанол—метанол—NaOH в качестве подвижной фазы оказалась также неэффективной.

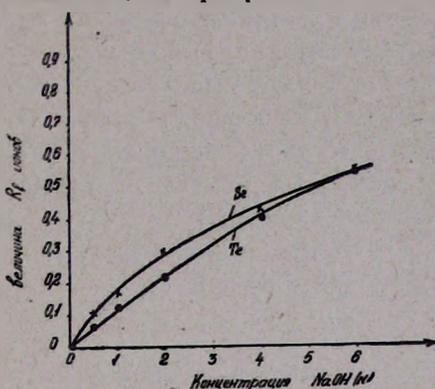


Рис. 3. Зависимость R_f ионов Se (IV) и Te (IV) от концентрации щелочи: этанол—NaOH (1 : 1).

Таблица 3

Зависимость R_f ионов Au (III), Se (IV) и Te (IV) от состава носителя $Al_2O_3 : SiO_2$ и Al_2O_3 : стекло

Носитель		Подвижная фаза	Величина R_f		
состав	соотношение компонентов		Au (III)	Se (IV)	Te (IV)
$Al_2O_3 : SiO_2$ („х. ч.“)	9 : 1	0,6 n NaOH	0,0	0,56	0,45
	3 : 1		0,0	0,50	0,42
	1 : 1		0,0	0,36	0,29
	1 : 3		0,0	0,29	0,21
	1 : 9		0,0	0,21	0,21
Al_2O_3 : силикагель КСМ—№ 6 n	3 : 1	0,6 n NaOH	0,0	0,31	0,27
	4 : 1		0,0	0,37	0,38
	6 : 1		0,0	0,44	0,38
	9 : 1		0,0	0,47	0,39
	19 : 1		0,0	0,53	0,46
Al_2O_3 : порошок стекла	9 : 1	$\frac{NaOH (3n)}{10} ; \frac{NH_4OH (K)}{25} ; \frac{H_2O}{65}$	0,0	0,50	0,34
	3 : 1		0,0	0,54	0,39
	1 : 1		0,0	0,60	0,40
	1 : 3		0,0	0,78	0,58
	1 : 9		0,0	0,94	0,76
	1 : 19		0,0	0,96	0,82

В качестве носителя применялись смеси: Al_2O_3 с порошком стекла и Al_2O_3 с силикагелем при различных их весовых отношениях. Таблица 3 показывает, что кремнезем марки „х. ч.“ проявляет адсорб-

ционные свойства по отношению к ионам селена и теллура, так как увеличение его количества в смеси с окисью алюминия уменьшает R_f ионов. Порошок же стекла или силикагель марки КСМ—№ 6 и не проявляет сорбционных свойств.

Несмотря на относительно большую разность величин R_f ионов селена и теллура в случае применения в качестве носителя смеси Al_2O_3 :стекло (1:1), их разделению и идентификации мешают „хвосты“. Для укорочения и устранения „хвостов“ изменялась толщина слоя носителя. Измерялись величины R_f ионов, применяя в качестве носителя слой Al_2O_3 толщиной в 1,0, 0,5, 0,25 и 0,1 мм, а в качестве подвижной фазы — смесь 3 и NaOH: NH_4OH : H_2O в различных объемных соотношениях (табл. 4). Полученные данные показывают, что уменьшение толщины слоя носителя Al_2O_3 приводит к незначительному увеличению R_f ионов селена и теллура. „Хвосты“ пятен наблюдались всегда.

Таблица 4
Зависимость R_f ионов Au (III), Se (IV) и Te (IV) от состава носителя и толщины слоя окиси алюминия

Состав подвижной фазы NaOH (З и): NH_4OH (К): H_2O	Толщина слоя, мм	В е л и ч и н а R_f		
		Au (III)	Se (IV)	Te (IV)
10:25:65	1,0	0,0	0,47	0,32
	0,5	0,0	0,49	0,34
	0,25	0,0	0,50	0,34
	0,10	0,0	0,52	0,34
5:25:70	0,1	0,0	0,48	0,30
10:25:65	0,1	0,0	0,52	0,34
15:25:60	0,1	0,0	0,58	0,47
25:25:50	0,1	0,0	0,68	0,52

Исследование зависимости площади пятен от концентрации ионов Se (IV) и Te (IV) показывает, [что тонкослойный метод в щелочной среде пригоден для разделения и идентификации ионов золота, селена и теллура, а в некоторых случаях — для полуколичественного определения селена и теллура при их совместном присутствии. Обнаруживаемый минимум составляет 0,5 мкг селена и теллура.

ՀԱԶՎԱԳՅՈՒՑ ԷԼԵՄԵՆՏԵՐԻ ՆՐԱՇՆԵՐՑ ՔՐՈՄԱՏԱԳՐԱՅԻԱՆ

IX. ոսպոՒ (III), սելեն (IV) եվ թելուր (IV)
ԻոնեՏԻՅԻԿԱՑԻԱՆ ԵՎ ՈՐՇՈՒՄԸ ՀԻՄԱՑԻՆ ՄԻՋԱՎԱՑՐՈՒՄ

Դ. Ս. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ և Ռ. Տ. ԵԴԻԿՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո մ

Վերջնից ներառված քրոմատագրաֆիական եղանակով, ալլոմիներալի օքսիդի չամրացված շերտի վրա և նրա խառնուրդի վրա սելենի և տելուրի

կրողների հետ, ուսումնասիրվել է ոսկու (III), սելենի (IV) և թելուրի (IV) միկրոգրամային քանակների իդենտիֆիկացիան և որոշումը:

Անալիզի համար պիտանի շարժուն ֆազի ընտրության նպատակով կիրառվել են ալկալիների ջրային և սպիրտային լուծույթները:

Առաջարկվել է ոսկու, սելենի և թելուրի իդենտիֆիկացիայի և կիսաքանակական որոշման մեթոդ:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. *Hu Zhi-Tei*, Kexue Tongbao, № 12, 1103 (1964), РЖ хим, 1965 г., раф. 18г 38.
2. *Hu Zhi-Tei*, Liu Cheng-Li Scientia Sinica, 14, 1235 (1965).
3. *K. Hayashi, T. Ogata*, Japan Analyst., 14, 1146 (1965).
4. *Д. С. Гаїбакян, М. М. Атурян*, Арм. хим. ж., 21, 1015 (1968).
5. *Д. С. Гаїбакян*, Арм. хим. ж., 22, 13 (1969).