

УДК 543.544+546.719+546.77+546.78+548.881

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

VII. ИДЕНТИФИКАЦИЯ И РАЗДЕЛЕНИЕ РЕНИЯ (VII), МОЛИБДЕНА (VI), ВАНАДИЯ (V) И ВОЛЬФРАМА (VI) В АММИАЧНЫХ РАСТВОРАХ НЕКОТОРЫХ СПИРТОВ И КЕТОНОВ. КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕНИЯ

Д. С. ГАЙБАКЯН

Ереванский государственный университет

Целью настоящей работы является идентификация и разделение ионов редких элементов рения, молибдена, ванадия и вольфрама, а также исследование возможности количественного определения рения с применением в качестве подвижной фазы спиртов, кетонов и других органических растворителей, содержащих аммиак.

В качестве подвижных фаз применяли растворы, полученные путем разбавления концентрированного раствора аммиака водой. Выяснилось, что при всех концентрациях раствора аммиака R_f ионов рения и молибдена имеет высокое значение, однако в очень разбавленных растворах R_f ионов молибдена снижается.

В метиловом, этиловом и пропиловом спиртах при отсутствии раствора аммиака значение R_f ионов рения составляет 0,26, 0,28 и 0,08, соответственно. Добавление раствора аммиака к указанным спиртам увеличивает величину R_f ионов рения. Для перемещения же ионов молибдена требуется относительно высокая концентрация щелочи, т. е. больше 25 мл NH_4OH в 100 мл смеси. Чем больше молекулярный вес спирта, тем медленнее увеличивается значение R_f ионов рения и молибдена в присутствии аммиака. В подвижной фазе спирт— NH_4OH ионы ванадия и вольфрама остаются на стартовой линии.

В отсутствии раствора аммиака при применении в качестве подвижной фазы смеси двух спиртов — метиловый—бутиловый и метиловый—пропиловый на слое окиси алюминия перемещается только рений.

Увеличение количества метанола в смеси увеличивает R_f рения, а увеличение бутанола уменьшает его. Добавление аммиака также увеличивает R_f ионов рения. Для перемещения молибдена в растворителях, содержащих смеси двух спиртов, требуется наличие больше 25 мл раствора аммиака в 100 мл смеси.

Измеряли также величины R_f ионов в системах растворителей кетон— NH_4OH , а также тройной системы спирт—кетон— NH_4OH . Оказалось, что добавление раствора аммиака к ацетону увеличивает значение R_f ионов рения. При объемном отношении ацетон— NH_4OH , равном 1:1, со стартовой линии перемещаются также и ионы молибдена.

В качестве подвижной фазы для количественного определения рения на слое окиси алюминия пригодными оказались смеси: бутанол—метанол— NH_4OH (3:1:1) и пропанол— NH_4OH (3:1).

На стартовой линии слоя окиси алюминия на расстоянии 2,0 см друг от друга наносили точно измененные объемы (4 мкл) стандартного раствора рения, содержащего 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мкг этого элемента. После хроматографирования и проявления хроматограммы измеряли площади пятен путем умножения наибольшей длины пятна на наибольшую его ширину.

Площади пятен в интервале 0,4—4,0 мкг являются линейной функцией от концентрации рения. Определяемый минимум равен 0,2 мкг, относительная ошибка определения — 8—10%. Ионы молибдена, ванадия и вольфрама в условиях опыта определению рения не мешают.

Полный текст статьи
депонирован в ВИНТИ.

Рис. 2, табл. 3, библиограф. ссылок 5.

Регистрационный номер—1164-89 Деп.

Поступило 20 VI 1968