

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

Х. ВЛИЯНИЕ НЕКОТОРЫХ ФАКТОРОВ НА РЕЗУЛЬТАТЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕНИЯ

Д. С. ГАЙБАКЯН, Х. С. БАБАЯН и Ц. А. ГРИГОРЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 19 VII 1968

Методом тонкослойной хроматографии изучено влияние некоторых факторов на результаты количественного определения рения в растворах, содержащих молибден, ванадий и вольфрам.

Рис. 4, библиографических ссылок 6.

Нами исследована возможность применения метода тонкослойной хроматографии для анализа ренийсодержащих растворов. Было предложено несколько вариантов разделения и идентификации ионов рения (VII), молибдена (VI), ванадия (V) и вольфрама (VI) [1, 2, 3] и несколько смесей растворителей в качестве подвижных фаз для количественного определения рения в растворах, содержащих молибден, ванадий и вольфрам [4, 5, 6].

Целью настоящей работы является исследование влияния некоторых факторов на количественное определение рения указанным методом.

Методика исследования. На старт наносили растворы, содержащие несколько микрограммов рения, молибдена, ванадия и вольфрама в отдельности и их смесь. Для обнаружения пятен ионов пластинки опрыскивали 10%-ным солянокислым раствором хлористого олова и 50%-ным водным раствором роданида калия или натрия; при этом появлялись окрашивания: оранжевое, красное, желтое и желто-зеленое, соответственно.

Результаты и их обсуждение

Измерялась общая поверхность пятна путем умножения ее наибольшей длины на наибольшую ширину. Калибровочный график построен следующим образом: на стартовой линии слоя окиси алюминия на расстоянии 2,0 см друг от друга наносили точно измеренные объемы (4 мкл) стандартного раствора соединения рения, содержащего

0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 $\mu\text{кг}$ этого элемента. После хроматографирования и проявления измерялись площади пятен, а затем строился калибровочный график откладывая на оси ординат площади пятен (мм^2), а на оси абсцисс—концентрации элемента.

Было исследовано влияние на величину поверхности пятна ионов рения и значения его R_f следующих факторов: состава подвижной фазы, длины слоя носителя и степени активации, а также влияние молибдена, ванадия и вольфрама. Результаты приведены на рисунках 1—4.

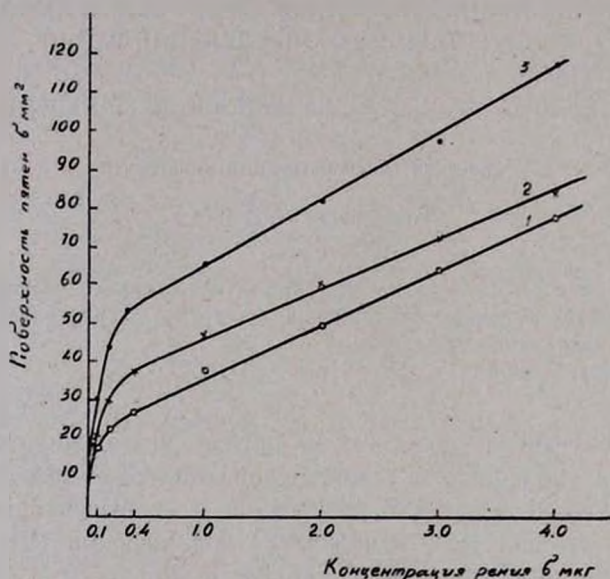


Рис. 1. Зависимость поверхности пятна от концентрации рения при различных составах подвижной фазы: 1—пропанол— NH_4OH (75:25); 2—бутанол—метанол— NH_4OH (60:20:20); 3—бутанол—метанол— H_2O (70:20:10).

Как видно из рисунка 1, величина поверхности пятен ионов рения зависит от природы подвижной фазы. При применении в качестве подвижной фазы смеси бутанол—метанол— H_2O (70:20:10) поверхность пятна при всех концентрациях рения больше, чем при подвижной фазе, содержащей аммиак. Присутствие воды и метанола в подвижной фазе способствует расширению пятна вследствие значительной поперечной диффузии на слое окиси алюминия. Присутствие же аммиака, наоборот, затрудняет расширение пятна, но увеличивает R_f ионов рения.

Выбор подвижной фазы зависит от кислотности анализируемого раствора. При анализе щелочных растворов лучше применять подвижные фазы, содержащие аммиак.

Для исследования влияния длины пробега подвижной фазы на величину поверхности пятна на шести пластинках с разной длиной слоя носителя—2,5; 5,0; 7,5; 10; 12,5 и 15,0 см (рис. 2), наносились

определенные объемы раствора рения разных концентраций. Выяснилось, что длина пробега подвижной фазы почти не влияет на величину R_f ионов рения, но с увеличением длины пробега значительно увеличивается поверхность пятна вследствие увеличения поперечной диффузии. Для массовых анализов мы предлагаем длину пробега 10 см, так как при большем пробеге время намного удлиняется (рис. 3), а для экспрессных методов анализа лучшей является длина пробега подвижной фазы 5 см.

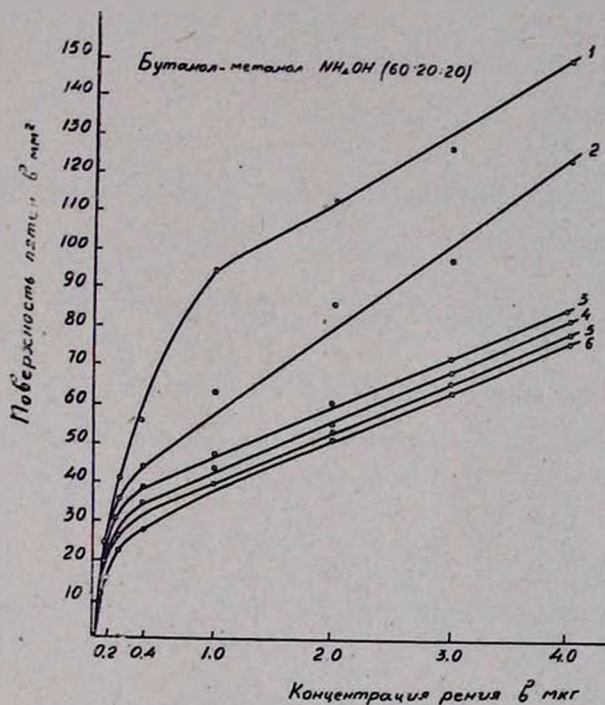


Рис. 2. Зависимость поверхности пятна от концентрации рения при различных длинах носителя: 1 — 15; 2 — 12; 3 — 10; 4 — 7,5; 5 — 5,0; 6 — 2,5 см.

Для исследования влияния степени активации слоя окиси алюминия мы сушили три пластинки по 15 минут при 50, 100 и 150° и хроматографировали при других постоянных параметрах опытов. Степень активации существенно не меняет величины R_f и поверхности пятен.

В следующих сериях опытов исследовалось влияние толщины слоя носителя. Слой окиси алюминия имел толщину 0,1; 0,25; 0,50 и 1,0 мм. С увеличением толщины слоев уменьшается величина поверхности пятен (рис. 4) вследствие глубинного распределения ионов рения, а соответствующие величины R_f , наоборот, увеличиваются. Последнее, вероятно, объясняется тем, что чем толще слой, тем шире каналы носителя, через которые перемещаются ионы рения. Для аналитических целей лучше применять слой толщиной 0,25 или 0,5 мм.

При применении указанных подвижных фаз ионы молибдена (VI), ванадия (V) и вольфрама (VI) не влияют на результаты определения, так как эти ионы остаются на стартовой линии и количественно отделяются от рения.

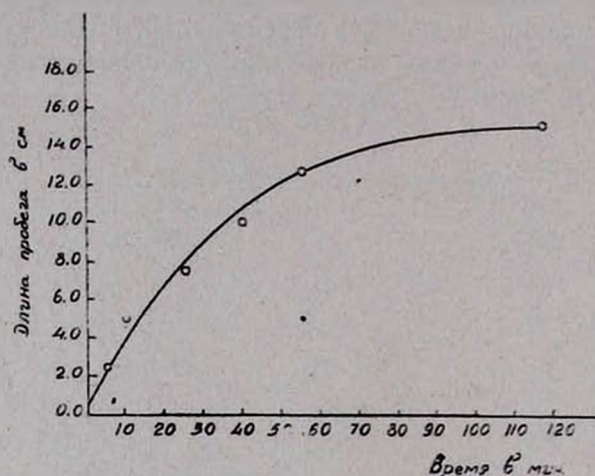


Рис. 3. Скорость перемещения подвижной фазы.

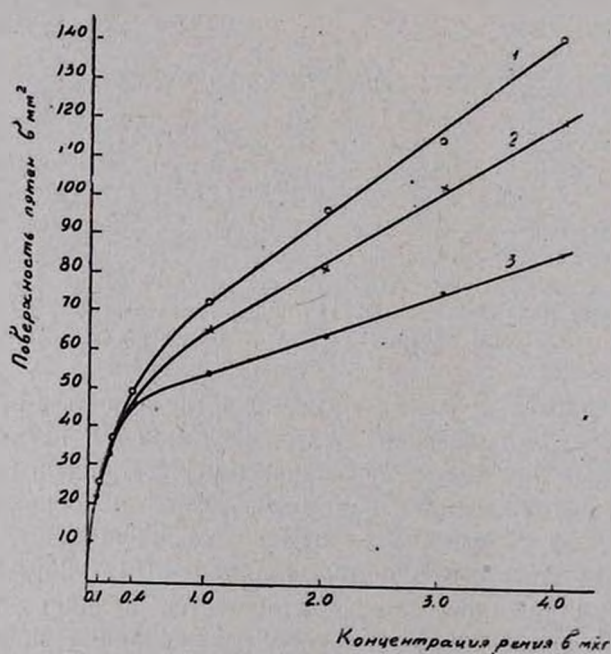


Рис. 4. Зависимость поверхности пятна от концентрации рения при различной обработке слоя носителя:
1 — раствором 4 н HCl; 2 — 15 н уксусной кислоты;
3 — необработанный слой.

Таким образом, можно предложить следующие стандартные условия для получения воспроизводимых данных при количественном определении рения на незакрепленном слое окиси алюминия.

В зависимости от кислотности исследуемого ренийсодержащего раствора можно применить одну из предложенных систем растворителей в качестве подвижной фазы, применяя слой окиси алюминия толщиной 0,25—0,5 мм. Длина пробега подвижной фазы для массовых анализов 10, для ускоренных — 5,0 см. В указанных условиях получают воспроизводимые данные с точностью для концентрации > 1 мкг рения — 5, а < 1 мкг — 10%. Обнаруживаемый минимум составляет 0,20 мкг.

ՀԱԶՎԱԳՅՈՒՏ ՏԱՐԻՆՐԻ ՆՐԱՇԵՐՏ ՔՐՈՄԱՏԱԳՐԱՖԻԱ

Մ. Մ. ՔԱՆԻ ԳՈՐԾՈՆՆԵՐԻ ԱԶԴԵՑՈՒԹՅՈՒՆԸ ՌԵՆԻՈՒՄԻ ՔԱՆԱԿԱՆ ՈՐՈՇՄԱՆ ՎՐԱ

Դ. Ս. ԳԱՅԲԱԿՅԱՆ, Խ. Ս. ԱՐԱՅԱՆ և Յ. Ա. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Ալյումինիումի օքսիդի չամրացված շերտի վրա վերլուծաց ներաշերտ քրոմատագրաֆիական եղանակով ուսումնասիրվել է ռենիումի քանակական որոշման վրա մի քանի գործոնների ազդեցությունը:

Ռենիումի որոշման վերադարձի տվյալներ ստանալու համար առաջարկված են փորձի հետևյալ պայմանները. կիրառել վաճառվող ալյումինիումի օքսիդի չամրացված 0,25—0,50 մմ հաստությամբ շերտ, շարժուն ֆազի հոսքի երկարությունը մասսայական անալիզների դեպքում 10 սմ, իսկ արագ անալիզի համար՝ 5 սմ, շերտի համաչափ և ամուր դասավորություն ապակյա թիթեղի վրա: Այս պայմաններում 1 մկգ ռենիումից ավելի քանակների դեպքում որոշման ճշտությունը կազմում է 5%, իսկ ավելի պակաս քանակների դեպքում՝ 10%, Հալտնաբերվող նվազագույն քանակությունն է 0,2 մկգ:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Դ. Ս. Գայբакян, Մ. Մ. Атурян, Арм. хим. ж., 20, 696 (1967).
2. Դ. Ս. Գայբакян, Մ. Մ. Атурян, там же, 20, 806 (1967).
3. Դ. Ս. Գայբакян, там же, 22, 13 (1969).
4. Դ. Ս. Գայբакян, там же, 22, 219 (1969).
5. Դ. Ս. Գայբакян, там же, 23, 91 (1970).
6. Դ. Ս. Գայբакян, там же, 23, 93 (1970).