

6. Определение титана, ванадия, хрома и элементов группы железа в минеральном сырье / под ред. Г. В. Остроумова, М., Недра, 1983, с. 142.
7. Методы определения ванадия. ГОСТ 12351-81, Изд. стандартов, 1981.

Армянский химический журнал, т. 43, № 11, стр. 697—701 (1990 г.)

УДК 543.541.4

ПРЕПАРАТИВНАЯ ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ ЭЛЕМЕНТОВ

IV. РАЗДЕЛЕНИЕ И ВЫДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА

Р. Д. ГАЙБАКЯН и Д. С. ГАЙБАКЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 18 IX 1989

Изучено хроматографическое поведение ионов Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) на утолщенном слое оксида алюминия и показана степень влияния различных факторов на разделяемые количества названных ионов. Повышение концентрации HCl способствует миграции ионов. В сильнощелочной среде ауранты перемещаются лучше. В кислой среде можно разделить Se (IV) от Te (IV) и Au (III), а в растворах щелочи хорошо разделяются Te (IV) от Te (VI) и Se (IV) от Se (VI).

Рис. 1, табл. 4, библиограф. ссылок 3.

Препаративная тонкослойная хроматография (ПТСХ) имеет существенные преимущества по сравнению с колоночным методом получения веществ. Здесь не требуется специальных приспособлений. ПТСХ проста по выполнению и обеспечивает большую быстроту разделения. В анализе неорганических ионов она впервые применена нами [1—3]. В данном сообщении изучаются возможности и условия препаративного разделения миллиграммовых количеств Au (III), Se (IV) и Te (IV) на утолщенных слоях оксида алюминия.

В качестве носителя был использован порошок оксида алюминия «для хроматографии». Использовали стандартные растворы, содержащие золото, селен и теллур как в отдельности, так и в виде смесей в различных количественных соотношениях. Применяли стеклянные, отшлифованные с одной стороны пластинки размерами 12 × 20 см. Для нанесения незакрепленного слоя определенной толщины были приготовлены металлические приспособления типа валика Шталя. В качестве подвижной фазы (ПФ) использованы растворы кислого, основного и нейтрального характера, составы которых приведены в табл. 1, 2.

Методика. Исследуемые растворы наносили с помощью микробюретки по всей длине стартовой линии утолщенного, незакрепленного слоя оксида алюминия. Объем растворов и количество элементов зависит от толщины слоя. Слой с помощью фильтровальной бумаги под углом ~ 30° погружали в кристаллизатор, содержащий 50 мл ПФ. По перемещении ПФ восходящим потоком на расстояние 10 см от старта (за 5—7 мин) пластинку извлекали из камеры и для конт-

роля разделения элементов после частичной сушки в компактных условиях проявляли хроматограмму путем опрыскивания 10% раствором SnCl_2 в 3 М HCl . Отмечали границы окрашенных зон ионов.

Обсуждение полученных результатов

Предварительные исследования показали, что для препаративного разделения Au (III), Se (IV) и Te (IV), а также Se (IV) и Se (VI), Te (IV) и Te (VI) пригодны порошок оксида алюминия в качестве неподвижной фазы (НПФ) и кислые и основные растворы в качестве ПФ.

Таблица 1
Зависимость расположения зон Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) от состава ПФ на слое Al_2O_3 толщиной 2,5 мм

ПФ и ее концентрация, моль/л	Расположение зон, см					
	Au (III)	Se (IV)	Se (VI)	Te (IV)	Te (VI)	
NaOH	0,05	0—2,5	0—1,0	1,2—2,5	0—1,0	0—0,60
	0,10	0—2,4	0—1,0	4,0—5,6	1—3,0	0,4—1,3
	0,20	0; 1—2,5	0—3,2	4,0—5,7	1—3,0	0,4—1,5
	0,40	0—0,62; 1—2,6	2—5,5	4,3—6,0	3—4,0	0,3—1,2
	0,60	0—1,0; 1,5—3,5	3—5,8	4,5—6,2	3,1—4,2	0,2—1,3
	0,80	0—1,2; 2,0—4,5	5—6,0	4,6—6,4	3,5—4,5	0—1,0
	1,0	0—1,5; 2,5—5,0	5,5—6,5	5,0—6,7	4,0—5,0	0—1,0
	2,0	0—1,0; 5—7,5	4,5—7,0	5,5—7,0	4,0—5,3	0—1,0
HCl	0,01	0—3,5	0	0	0	0
	0,05	0—5,0	0	0	0	0
	0,10	0—6,5	0	0	0	0
	0,50	0—7,5	0	0—0,6	0	0
	1,00	1,5—8,5	0—0,4	0—1,2	0—0,8	0—4,3
	2,0	4—5,5; 6—9,0	0—1,2	0—2,0	1,5—3,2	0; 1,5—2,5
	4,0	7,5—9,0	0—1,5	0—3,5	3,5—4,3	0,3—6,0
	6,0	7,0—9,0	0—1,5	0—5,0	6,5—7,5	0—1,5; 4,5—9,5
	8,0	7,0—9,0	0—1,8	0—6,0	7,5—9,0	7,0—10,0

Как показывают данные табл. 1, для эффективного разделения Te (IV) и Te (VI) можно применять 0,4—2,0 М растворы. В этих растворах Se (IV) и Se (VI) разделяются в интервале 0,1—0,2 М NaOH . Se (VI) и Te (IV) разделяются в более широком диапазоне концентрации щелочи. Относительно хуже разделяются друг от друга Se (IV) и Te (IV). Часть золота почти всегда остается на стартовой линии слоя Al_2O_3 . В сильнощелочной среде аураты перемещаются лучше. В аммиачных растворах можно разделить селен и теллур в разных степенях окисления. Солянокислые растворы также пригодны для разделения и выделения миллиграммовых количеств указанных элементов. В растворах с концентрацией $\text{HCl} \leq 0,5$ М все иссле-

дваемые ионы хорошо поглощаются на Al_2O_3 и не разделяются. Повышение концентрации кислоты способствует миграции ионов. В интервале 2,0—8,0 М HCl разделяются Se (IV) от Te (IV) и Au (III), причем Te (VI) в этих растворах частично остается на старте неподвижным.

При использовании в качестве ПФ аммиачных буферных растворов с увеличением толщины слоя Al_2O_3 уменьшается путь миграции Se (IV) и Se (VI), однако увеличиваются разделяемые их количества (табл. 2). Лучшие разделительные эффекты наблюдаются в случае обработки порошка Al_2O_3 0,5 М раствором NaOH. На обработанных кислотами слоях R_f меньше по сравнению с необработанными, однако зоны ионов более компактны из-за усиления анионообменных свойств оксида алюминия (табл. 3). С увеличением размеров зерен оксида алюминия увеличивается пройденный путь ионов, а продолжительность процесса, наоборот, уменьшается (табл. 4).

Таблица 2
Зависимость количеств разделяемых ионов от толщины слоя Al_2O_3
(ПФ — 5,0 М NH_4OH — 1,0 М NH_4Cl (1:1))

Толщина слоя, мм	Разделяемые элементы и их количества	Расположение границ зон, см		Продолжительность, мин
		Se (IV)	Se (VI)	
1,0	по 2,5 мг Se (IV), Se (VI)	0—5,0	8,0—9,5	18
2,5	по 5,0 мг Se (IV), Se (VI)	0—4,5	6,5—8,0	20
5,0	по 10,0 мг Se (IV), Se (VI)	0—4,0	6,5—7,5	20
7,5	по 20,0 мг Se (IV), Se (VI)	0—4,0	6,0—7,0	20

Таблица 3
Зависимость условий разделения ионов Se (IV) и Se (VI) от способа обработки Al_2O_3 (ПФ—5,0 М NH_4OH + 1,0 М NH_4Cl (1:1), толщина слоев 2,5 мм)

Обработанный растворам	Разделяемые элементы и их количества	Расположение границ зон, см		Продолжительность, мин
		Se (IV)	Se (VI)	
4,0 М HNO_3	по 1,0 мг Se (IV) и Se (VI)	0—2,5	3,4—4,0	14
15,0 М CH_3COOH	" "	0—2,5	3,5—4,5	19
4,0 М NaOH	" "	0—4,5	8,0—10,0	18
0,5 М NaOH	" "	0—3,2	6,0—8,0	15
не обработана	" "	0—4,5	6,5—8,0	19

На рисунке приведены некоторые хроматограммы разделения смесей ионов Se (IV)—Se (VI); Te (IV)—Te (VI) и Au (III) на слоях Al_2O_3 толщиной слоев 2,5 мм.

Таким образом, изучено хроматографическое поведение ионов Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) на утолщенном слое оксида алюминия и выявлена степень влияния различных факторов

на разделяемые количества названных ионов. Установлено, что в растворах щелочи хорошо разделяются смеси Te (IV) от Te (VI), и Se (IV) от Se (VI), относительно хуже разделяются Se (IV) от Se (IV). В сильнощелочной среде аураты перемещаются лучше.

Таблица 4

Зависимость расположения зон ионов Se (IV)
и Se (VI) от фракционного состава Al_2O_3
(ПФ — 5,0 М NH_4OH + 1,0 М NH_4Cl (1:1),
толщина слоев 1,0 мм

Размеры частиц, мм	Расположение границ зон, см		Продол- житель- ность, мин
	Se (IV)	Se (VI)	
0,032—0,063	0—2,5	6,0—9,0	23
0,063—0,125	0—2,5	6,5—9,2	13
0,125—0,150	0—3,0	7,0—9,3	7
0,160—0,250	0—3,5	8,0—9,5	6

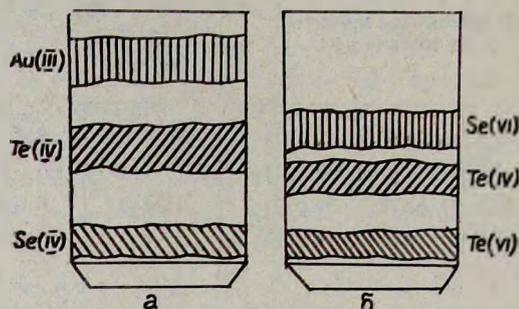


Рис. Хроматограммы разделения ионов: а — в растворе 4,0 М HCl; б — в растворе 0,4 М NaOH.

Повышение концентрации HCl способствует миграции ионов, в кислой среде можно разделить смеси Se (IV) от Te (IV) и Au (III).

Установлена степень влияния некоторых факторов на возможности разделения и на разделяемые количества ионов на утолщенных слоях оксида алюминия.

ՏԱՐԲԵՐԻ ՊԵՊԱՐԱՏԻՎ ՆՐԱՇԵՐՏ ՔՐՈՄԱՏՈԳՐԱՅԻՆ

IV. ՈՍԿՈՒ, ՍԵԼԵՆԻ ԵՎ ԹԵԼՈՒՐԻ ՐԱԺԱՆՈՒՄՆ ՈՒ ԱՆՋԱՏՈՒՄԸ

Ռ. Դ. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ Ե Դ. Ս. ԳԱՅՐԱԿՅԱՆ

Ուսումնասիրված է Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) և Te (VI) իոնների բրոմատոգրաֆիկ վարքագիծը Al_2O_3 -ի հաստ շերտի վրա: Հաստատված է, որ թույլ հիմնային միջավայրում լավ են բաժանվում Te (IV)—Te (VI) և Se (IV)—Se (VI) իոնների խառնուրդները, համեմատաբար վատ են բաժանվում Se (IV)-ը Te (IV)-ից: Արևելահայկան միջավայրում աուրատները լավ են

շարժումն ալյումինիումի օքսիդի հաստ շերտով: Աղաթթվի կոնցենտրացիայի բարձրացումը նպաստում է ուսումնասիրվող իոնների տեղափոխմանը: Այս միջավայրում կարելի է բաժանել Se(IV)-ը Te(IV)-ից և Au(III)-ից: Որոշված է տարբեր գործոնների ազդեցության շարժումը նշված իոնների բաժանվող բանակների վրա:

PREPARATIVE THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY OF ELEMENTS

IV. THE SEPARATION AND ISOLATION OF Au, Se AND Te

R. D. GAYBAKIAN and D. S. GAYBAKIAN

The chromatographic behaviour of Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) and Te (VI) ions on thick layer of Al_2O_3 has been studied. It has been found that in weak alkaline medium ionic mixtures of Te(IV)—Te(VI) and Se(IV)—Se(VI), unlike Se(IV)—Te(IV), can be separated well. In alkaline medium aurates migrate well through thick layer of Al_2O_3 . The increase of hydrochloric acid concentration contributes to the transport of the studied ions. It has been shown the possibility of separation of Se(IV) from Te(IV) and Au(III), in the same medium.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Гайбакян Д. С., Харито Э. Б., Гайбакян Р. Д. — Теория и практика сорб. процессов. Межвуз. сб. науч. тр., Воронеж. Изд. ЕГУ, 1989, вып. 21.
2. Гайбакян Д. С., Веницианов Е. В., Гайбакян Р. Д. — Уч. зап. ЕГУ, 1988, № 2, с. 94.
3. Гайбакян Д. С., Ружило Ян К., Гайбакян Р. Д. — XII Seminarium Naukowe Chromatogr. Metody Badania, Katowice, Polzka, 1988, p. 2.

Армянский химический журнал, т. 43, № 11, стр. 701—707 (1990 г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.233.3+542.953.4

СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ 2-АЗА-1,3-ДИЕНОВ АЛИФАТИЧЕСКОГО РЯДА

Л. Л. НИКОГОСЯН, О. И. ЕВДОКИМОВА, А. А. ПОГОСЯН,
Н. М. МОРЛЯН и М. Г. ИНДЖИКЯН

Армянский филиал ИРЕА НПО «ИРЕА», Ереван

Поступило 22 V 1990

Осуществлен синтез некоторых 2-аза-1,3-диенов алифатического ряда. Исследована изомеризация синтезированных азодиенов под действием порошкообразного калы.

Табл. 1, библиограф. ссылки 6.

2-Аза-1,3-диены как шиффовы основания с двойной связью в β,γ -положении обладают разнообразной реакционной способностью

