

АНТИКРУГОВАЯ ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ.

РАЗДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА НА ИОНИТОВЫХ СЛОЯХ

Д. С. ГАЙБАКЯН и Д. И. ХАМУИ

Ереванский государственный университет

Поступило 31 V 1991

Разработаны новые ионообменно-тонкослойно-хроматографические (ИОТСХ) методы разделения микроколичеств Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI) в антикруговом варианте. Установлена степень влияния некоторых параметров: концентрации растворов подвижной фазы, содержание разделяемых ионов и диаметра круга ионитовых пластин фиксион-50 на полноту разделения и степень концентрирования названных элементов.

Табл. 1, библиограф. ссылок 5.

Антикруговое хроматографирование является противоположным процессом обыкновенного кругового хроматографирования. Подвижная фаза (ПФ) подается к слою по окружности. По данным некоторых авторов [1], антикруговой тонкослойно-хроматографический процесс (АКрТСХ) является неконтролируемым. Однако такой вариант отличается от всех видов ТСХ максимальной емкостью и значительной скоростью проявления. Имеющиеся в литературе ограниченные данные относятся, в основном, к анализу органических веществ [2], причем, анализ проводится на традиционных сорбентах. Антикруговая ТСХ была использована для одновременного разделения в течение 3—4 мин до 48 образцов [3]. Ранее для анализа золота, селена и теллура антикруговая ТСХ не применялась и, соответственно, в качестве неподвижной фазы (НФ) не были использованы ионитовые слои. Для достижения такой цели была поставлена задача, решение которой осуществлялось в рамках настоящего сообщения.

Экспериментальная часть

Были применены диски различного диаметра из ионитовых пластин фиксион-50 (производство Венгрии), имеющие однородный состав высокочистого порошка сильнокислотного катионита, используемого в качестве закрепленного слоя, и не имеющие трещин на его поверхности. Пластинки до начала проведения эксперимента с помощью особого устройства с нивелирующим пузырьком были приведены в строго горизонтальное положение. В работе применялись пластинки фиксион-50 в Na-форме, а анализируемые растворы, содержащие Au (III), Se (IV), Se (VI), Te (IV) и Te (VI), наносились как в индивидуальном состоянии, так и в смесях различных сочетаний.

Методика: Исследуемые растворы наносились на линии, отстоящие на 1 см от края диска ионитовой пластинки на определенном расстоянии друг от друга в виде капель с помощью трафарета, приготовленного из хроматографической бумаги в виде круга с острыми треугольными концами. Трафарет погружался острыми концами в ПФ, а сплошной круг бумаги легким нажимом располагался на пластинке на расстоянии 0,5 см от нанесенных для анализа образцов (стартовой линии). Жидкость с большой скоростью перемещается от краев пластинки к центру круга. По достижении ПФ центра пластинку вынимают и после частичной сушки при комнатной температуре опрыскивают её проявляющим 10% раствором SnCl_2 в 2 М HCl . При этом золото, селен и теллур восстанавливаются до элементного состояния, а пятна в виде кружков окрашиваются: золото—в пурпурный, селен—в желто-коричневый, а теллур—в черно-коричневый цвета. Окрашенные в разные цвета зоны ионов металлов в виде кругов располагаются в определенном порядке от центра к краям.

Было установлено, что число капель нанесенных растворов на стартовую линию ионитовой пластинки зависит от диаметра круга. Для поддержания постоянства параметров эксперимента на стартовые линии наносили по 100 мкл анализируемых растворов. В качестве ПФ использовали растворы соляной кислоты 0,75 и 1,0 М концентраций, щавелевой кислоты— 10^{-3} М и солей лимонной, винной и щавелевой кислот— 10^{-3} М, а также дистиллированную воду.

Обсуждение полученных результатов

Было изучено влияние следующих факторов на возможность разделения и степень концентрирования изученных элементов: концентрации растворов ПФ, концентрации разделяемых ионов, диаметра круга ионитовых пластин. Лучшее разделение смесей Se (IV) и Te (IV) обеспечивается при использовании в качестве ПФ 0,75 М раствора HCl . Указанные ионы также разделяются и в дистиллированной воде. В таких условиях величины $R_{f, \text{ан.кр.}}$ (значения R_f в исследованном варианте) в кислоте составляют для Se (IV) —0,97 и Te (IV) —0,33, 0,98 и 0,02—0,35—в дистиллированной воде, соответственно. Величины $R_{f, \text{ан.кр.}}$ зависят от природы и концентрации ПФ, но не зависят от исходных концентраций исследуемых растворов, которые составляют 0,01; 0,05; 0,10; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/мл. После проявления хроматограмм окрашенные зоны Se (IV) видны при концентрации 0,05 мг/мл и более, а зоны Te (IV) —при концентрации 0,1 мг/мл. Эти значения при визуальном детектировании можно считать пределами обнаружения (ПО) изученных ионов. При УФ детектировании пятна ионов хорошо видны при концентрациях значительно ниже этих пределов. Объем наносимых исследуемых растворов зависят от диаметра круга пластинки. Установлено, что при различных диаметрах расходуются следующие количества растворов: 6 см—0,01 мл; 10 см—0,08 мл; 15 см—0,14 мл; 19 см—0,20 мл. При этом

время хроматографирования составляет соответственно 3, 7, 15 и 25 мин. Выбор диаметра пластинки также зависит от назначения и условий исследований. Для разделения сложных смесей, содержащих 10—12 компонентов, при удачном подборе состава и концентрации ПФ применение пластин диаметром 8—10 см вполне приемлемо.

Для некоторых опытов приводятся сравнительные данные величин R_f для Se (IV) и Te (IV), рассчитанных из хроматограмм, полученных как при линейной, так и круговой [4, 5] и антикруговой ИОТСХ.

Таблица

Зависимость R_f Te (IV) от варианта ИОТСХ
на пластинках фиксион-50 в Na-форме

Природа ПФ	$R_{f \text{ лин.}}$	$R_{f \text{ кр.}}$	$R_{f \text{ ан. кр}}$
HCl 0,75 М	0,4	0,36	0,33
Дистиллиров. вода	0,1—0,6	0,05—0,5	0,02—0,35

Из приведенных в таблице данных можно заключить, что наблюдается закономерный ряд:

$$R_{f \text{ лин.}} > R_{f \text{ кр.}} > R_{f \text{ ан. кр.}}$$

Нами установлено, что сравнительно хуже разделяются Se (IV) и Se (VI). Для более эффективного разделения перспективно использование в качестве ПФ растворов органических кислот и их солей небольших концентраций.

Что касается степени концентрирования ионов при хроматографировании смесей АКрИОТСХ вариантом, то как нами было показано, она зависит от величины $R_{f \text{ ан. кр.}}$ ионов и диаметра круга (диска) пластин. Установлено, что в линейной ТСХ, если величины $R_f \geq 0,8—0,9$, например, для Se (IV), Se (VI) и Te (VI) в солянокислых растворах, то на ионитовых пластинках диаметром 6 см эти ионы концентрируются в 8—10 раз, а при прочих равных условиях и использовании пластинок диаметром 10 см можно добиться концентрирования в пределах до 25—30 раз.

Таким образом, нами разработаны новые антикруговые варианты ИОТСХ разделения ионов металлов и установлена степень влияния некоторых параметров: концентрации растворов ПФ, содержания разделяемых ионов и диаметра круга ионитовых пластин на полноту разделения и степень концентрирования ионов редких элементов.

ՀԱՎԱՇՐՋԱԳԾԱՅԻՆ ՆՐԱՇԵՐՏ ՔՐՈՄԱՏՈԳՐԱՖԻԱ:

ՈՍԿՈՒՄ, ՍԵԼԵՆԻ ԵՎ ՏԵԼՈՒՐԻ ԲԱԺԱՆՈՒՄԸ ԻՈՆԻՏԱՅԻՆ ՇԵՐՏԵՐԻ ՎՐԱ

Դ. Ս. ԳԱՅԲԱԿԻԱՆ և Դ. Ի. ՀԱՄՈՒԻ

Մշակված են Au(III), Se(IV), Se(VI), Te(IV) և Te(VI) իոնների խառնուրդների բաժանման իոնափոխանակային նրբաշերտ քրոմատոգրաֆիական նոր եղանակներ հակաշրջագծային տարբերակի կիրառմամբ:

Պարզվել է փորձի մի քանի պարամետրերի, այդ թվում շարժուն ֆազի կոնցենտրացիայի, բաժանվող իոնների պարունակության և ֆիկսիոն—50-ի խոնիրային թիթեղների տրամագծի ազդեցությունը այդ իոնների բաժանման լրիվության և դրանց կոնցենտրացման աստիճանի վրա:

ANTICIRCULAR TLC

SEPARATION OF Au, Se AND Te ON IONITE LAYERS

D. S. GAYBAKIAN and D. I. HAMOUI

Using anticircular variation of ion-exchange TLC a new methods of the separation of Au(III), Se(IV), Se(VI), Te(IV) and Te(VI) have been worked out.

The dependence of the completeness of the separation and the degree of separating ions concentrating on the concentration of the mobile phase and the Ionite films diameter of fixion-50 has been studied.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Kaiser R. — High Resolut. Chromatogr., Chromatogr. Commun., 1978, v. 1, p. 164.
2. Bernard F., Sherma J. Thin — Layer Chromatography techniques and application. Sc-nd Edition. 1986, Marcel Dekkering, New-York, p. 394.
3. Po A. L., Wan and Irwin W. — High Resolut. Chromatogr., Chromatogr. Commun., 1979, v. 2, p. 623.
4. Гайбакян Д. С., Хамун Д. И. — Арм. хим. ж., 1992, т. 45, № 3—4, с. 183.
5. Хамун Д. И. — Состояние и комплексообразование золота, селена и теллура, способы их разделения и определения методом ионообменной тонкослойной хроматографии. Автореферат дисс. на соис. уч. ст. канд. хим. наук, Ереван, ЕГУ, 1991, 154 с.