

АННОТАЦИИ И РЕФЕРАТЫ СТАТЕЙ, ДЕПОНИРОВАННЫХ В ВИНТИ

УДК 543.544+546.719+546.77+546.78+548.891

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

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

Д. С. ГАЙБАКЯН

Ереванский государственный университет

Для изучения разделения и идентификации редких элементов—рения, молибдена, ванадия и вольфрама—исследовали применение серии растворов, состоящих из ацетона и воды с различными объемными отношениями.

При применении ацетона в качестве подвижной фазы на слое окиси алюминия перемещается только ион рения ($R_f = 0,25$). Добавление воды резко увеличивает значение его R_f . Независимо от количества воды R_f рения имеет максимальное значение ($\approx 0,97$). При объемном отношении ацетон—вода, начиная от 1:3, молибден также перемещается со стартовой линии, а ионы ванадия и вольфрама остаются на месте нанесения капли. В дистиллированной воде пятна ионов рения и молибдена разделяются; значения R_f их ионов составляют соответственно 0,95 и 0,56.

Измеряли величины R_f изучаемых нами ионов, применяя в качестве подвижной фазы растворы ацетона в смеси с некоторыми одноатомными алифатическими спиртами: метиловым, этиловым, пропиловым и бутиловым. Выяснилось, что прибавление ацетона к пропиловому и бутиловому спиртам увеличивает R_f ионов рения, величина которого тем выше, чем выше содержание ацетона в составе подвижной фазы.

Добавление муравьиной, уксусной или масляной кислот увеличивает R_f ионов рения. Чем сильнее кислота, тем больше увеличивается R_f , а с увеличением количества кислоты снижается; одновременно пятно ионов рения приобретает сильно вытянутую форму; оно имеет нормальную форму только в растворе ацетон-муравьиная кислота.

Исследовали влияние природы кетона на форму и величину R_f пятен ионов в растворах, содержащих уксусную и соляную кислоты.

Добавление уксусной кислоты к ацетону, метилэтилкетону, циклогексанону и ацетофенону резко увеличивает величину R_f ионов, а добавление раствора соляной кислоты увеличивает одновременно значения R_f ионов рения, молибдена и ванадия. Для перемещения ионов вольфрама в случае ацетона требуется 25 мл, а в случае метилэтилкетона — 50 мл концентрированной соляной кислоты в 100 мл смеси.

Таким образом, в сильноокислых кетонсодержащих растворах можно идентифицировать ионы рения, молибдена (или ванадия) и вольфрама.

С целью количественного определения рения на слое окиси алюминия была применена подвижная фаза, состоящая из бутанола—ацетона— NH_4OH (9:8:3).

В основу количественного метода было положено измерение общей поверхности пятна — умножением наибольшей длины пятна на наибольшую его ширину.

На стартовой линии слоя окиси алюминия на расстоянии 2,0 см друг от друга наносили точно измеренные 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 зон измерялась площадь пятен, а затем строилась калибровочная кривая.

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

Полный текст статьи
депонирован в ВИНТИ.

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

Регистрационный номер—1163-89 Деп.

Поступило 28 V 1968