

УСТАНОВКА ДЛЯ АВТОМАТИЧЕСКОЙ ЗАПИСИ ЭЛЮЕНТНЫХ КРИВЫХ ГЕЛЬ-ФИЛЬТРАЦИИ

В. В. ПЕЧКОВСКИЙ, А. С. ШУЛЬМАН,

М. И. КУЗЬМЕНКОВ, С. В. ПЛЫШЕВСКИЙ, Г. Х. ЧЕРЧЕС

Для изучения состава и строения неорганических фосфатных полимеров, их разделения и выделения из смесей^{1,2} применен метод гель-фильтрации.

Принцип фракционирования веществ по их молекулярным весам на гелях с пористой структурой, в частности на сефадексах, заключается в следующем. При элюировании образца через колонку с гелем молекулы растворенного вещества распределяются между растворителем, содержащимся в гранулах, и растворителем, находящимся между гранулами геля, в соответствии с их коэффициентом распределения. Последний зависит от размеров молекул растворенного вещества, пористости структуры геля и других факторов³.

При использовании указанного метода исследования конденсированных фосфатов затруднительно выбрать функции для построения элюентных диаграмм.

В Белорусском технологическом институте в качестве функции выбрана величина рН раствора. Для построения элюентных диаграмм $pH = f(V_e)$, где V_e — элюентный объем, необходимо измерять и автоматически записывать величину рН в непрерывном потоке раствора. Кроме того, требуется установить величину рН в микрообъемах фракций элюата, чтобы фиксировать зависимость значений рН от состава полифосфатов в элюированных фракциях.

Для этой цели нами разработана установка, показанная на рис. 1. Равномерность потока элюируемого раствора обеспечивается за счет двух пар отверстий в стеклянном сосуде (для ввода и вывода раствора), расположенных под углом 90° друг к другу. Благодаря такому расположению отверстий шарики электрода омываются со всех сторон, что необходимо для его стабильной работы и быстрого реагирования на изменение величины рН раствора. Для герметизации сосуда в его верхней и нижней части предусмотрены резиновые уплотнения. Это позволяет поддерживать в сосуде постоянный минимальный объем элюа-

та - 0,15 мл. Шарик электрода на 3/4 своего объема погружен в раствор и удален от наконечника на 1 мм. Отверстия для ввода элюата

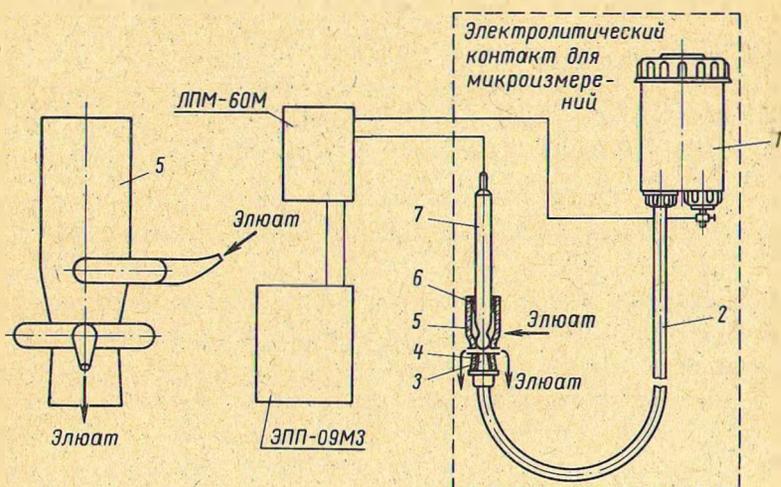


Рис. 1. Схема установки для автоматической записи кривых гель-фильтрации:

1 - полиэтиленовый сосуд; 2 - резиновая трубка; 3 - наконечник электродного контакта; 4, 6 - резиновые уплотнения; 5 - стеклянный сосуд; 7 - стеклянный электрод ЭСД-41Г-04

должны находиться напротив соединения шарика электрода с его корпусом, а для вывода - на уровне наконечника. Чтобы исключить усреднение значения pH на границе вытекания элюированных фракций, длина истечения раствора из гель-фильтрационной колонки до отбора фракций должна быть минимальной.

Установка для автоматической записи элюентных кривых гель-фильтрации состоит из датчика ДЛ-01М, на котором устанавливается электродный контакт для микроизмерений величины pH, предлагаемый сосуд, pH-метр ЛПМ-60М и самописец ЗПП-09М3. Для согласования выходных и входных данных по напряжению pH-метра и самописца на измерительном мостике последнего произведена подгонка переменных сопротивлений и отградуирована шкала в единицах pH.

На рис. 2 показана элюентная диаграмма, записанная при фракционировании смеси полифосфорных кислот (полученных дегидратацией ортофосфорной кислоты при температуре 400°C) на колонке (высота 100 и диаметр 1 см) с сефадексом G-15. Хроматографирование на бумаге фракций элюата показало, что наличие пиков на элюентной кри-

вой обусловлено разделением полифосфорных кислот по их молекулярным весам, причем в 4-6 фракциях содержатся индивидуальные триполи-, пиро- и ортофосфаты, а в 1-3 - фосфаты с большим молекулярным весом.

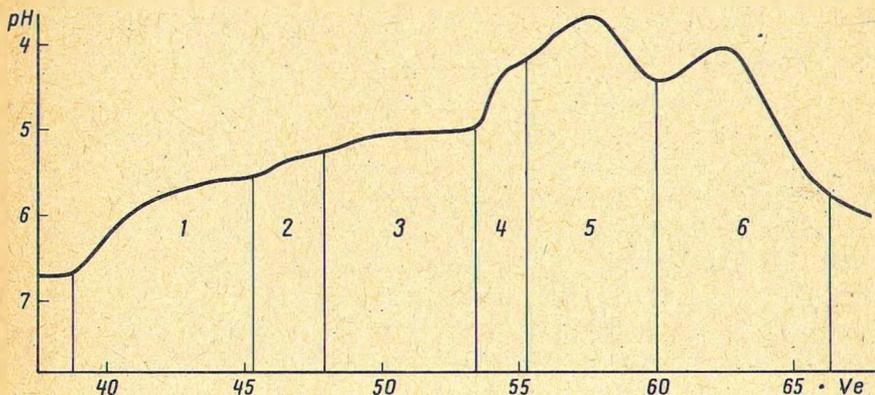


Рис. 2. Элюентная кривая гелевой фильтрации полифосфорных кислот: 1-6 соответственно фракции 1-6

При сравнении полученной элюентной диаграммы с литературными данными² установлено, что автоматическая запись величины pH раствора элюата при гелевой фильтрации конденсированных фосфорных кислот позволяет проводить разделение с высокой степенью разрешения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ohashi S., Joza N., J. Chromatogr. 1966, 24, 300.
2. Печковский В. В., Шулман А. С., Алексеев А. Д., Шегров Л. Н. Изв. АН СССР. Неорганические материалы, 1969, 5, № 12.
3. Porath J., Flodin P., Nature, 1959, 183, 1657.

Материал поступил 14 января 1970 г.