

В. Ф. Бойко, Т. Л. Залевская, Л. А. Матусевич

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ НА АНИОНИТЕ АВ-17

Хроматографическое разделение ионов в последнее время получает все большее распространение. Однако число работ, касающихся разделения анионов, пока еще весьма невелико по сравнению с обширной литературой, посвященной разделению катионов.

Метод хроматографического разделения анионов выгоден, ибо позволяет значительно упростить решение сложных аналитических задач. Он дает положительный эффект в случае разделения смесей фосфатов [1], тионатов [2], а также определения малых количеств анионов из разбавленных растворов.

Методом ионообменной хроматографии можно успешно разделить смеси таких анионов, которые другим путем практически неделимы. В частности, это относится к галогенид-ионам [3,4]. Хроматографическое разделение анионов проводится с помощью анионитов и базируется на различиях в ионообменном сродстве или силе кислот [5].

Следует отметить, что в описанных в литературе работах по хроматографическому разделению анионов состав анализируемой смеси выбирается в зависимости от той конкретной задачи, которую ставит перед собой исследователь. Чаще всего приводятся количественные методы разделения смеси 2—4 анионов [6—8].

В данной работе качественному хроматографическому разделению подвергнута смесь, состоящая из следующих анионов: F^- , Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- , SO_4^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, $C_2O_4^{2-}$, PO_4^{3-} , $[Fe(CN)_6]^{3-}$, $[Fe(CN)_6]^{4-}$. Выполнена она как продолжение проведенного ранее хроматографического разделения смеси катионов 5 аналитических групп на высокоосновном анионите АВ-17 с 8% дивинилбензола в хлоридной и гидроксильной формах. Диаметр зерен анионита 0,25—0,50 мм. Разделение смеси анионов проведено на этом же анионите в нитратной форме. Последняя выбрана для работы по той причине, что, во-первых, нитрат-ион просто обнаруживается по ходу анализа и, во-вторых, он не мешает обнаружению других ионов в растворе, выходящем из хроматографической колонки.

О возможности разделения смеси анионов на анионите АВ-17 х 8 судили по данным о коэффициентах распределения

некоторых анионов между фазой этого анионита и фазой равновесного раствора, приведенным в работе [9].

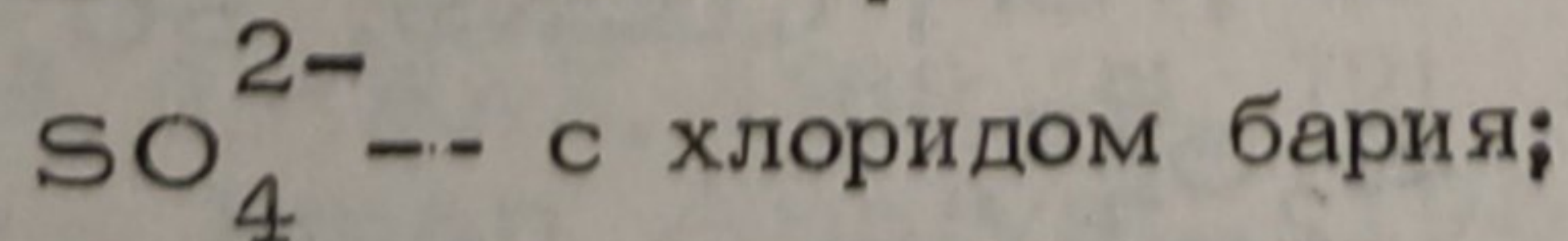
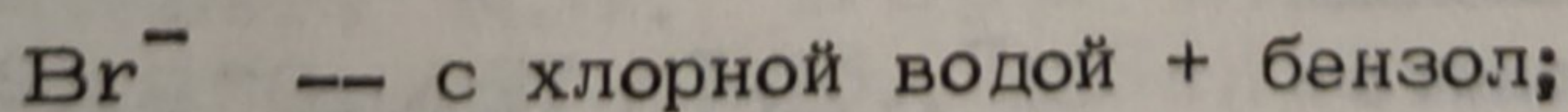
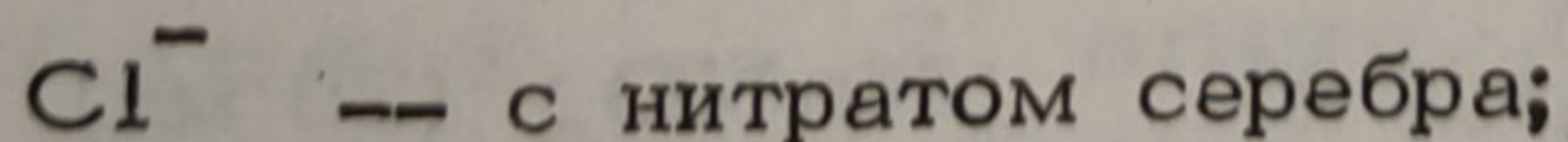
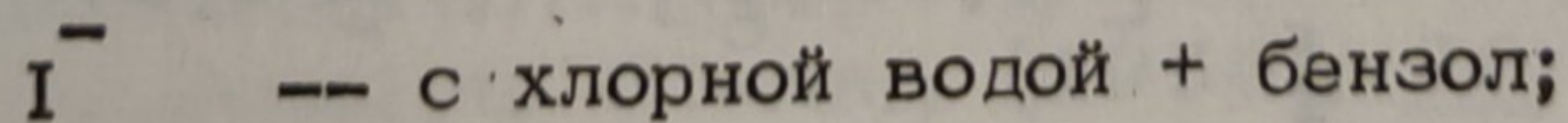
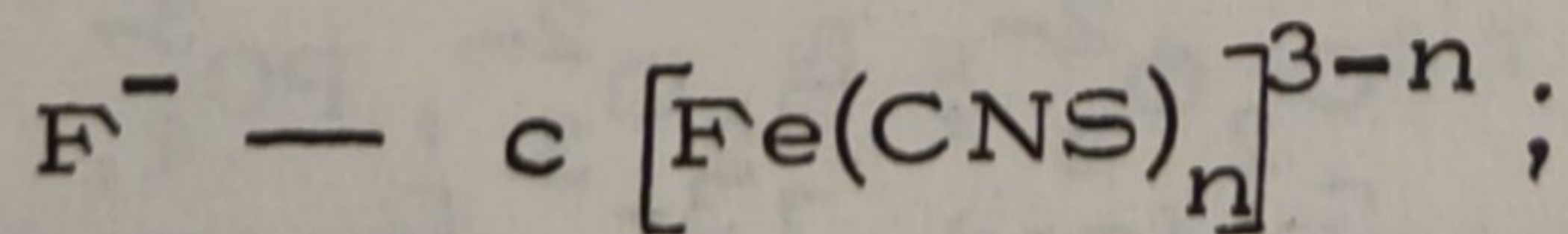
Процесс подготовки анионита к работе состоит в следующем. Промышленный образец АВ-17 набухает в течение суток в насыщенном растворе хлорида натрия. Затем смола отмывается дистиллированной водой от избытка хлорида натрия и переносится в колонку или делительную воронку, где в динамических условиях производится отмывка ее от ионов железа (III) 3 н раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (III) с роданидом аммония. Далее ионит промывается дистиллированной водой до слабокислой реакции промывных вод. После этого через колонку с анионитом пропускают 0,3 н раствор азотной кислоты до полного насыщения ионита нитрат-ионами. Полнота перевода его в нитратную форму проверяется по концентрации азотной кислоты на входе и выходе из колонки.

Ионит, переведенный в нитратную форму, промывается дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и в таком виде применяется для заполнения хроматографической колонки, диаметр которой 10 мм, высота слоя ионита 12 см.

Анализируемая смесь (содержание каждого аниона в ней не должно превышать 0,03 мг-экв) вводится в хроматографическую колонку. После протекания раствора через слой анионита (скорость 0,5 мл/мин) колонка промывается 20 мл дистиллированной воды. В результате обменной реакции между нитрат-ионами смолы и анионами смеси последние оказываются задержанными ионитом.

Раздельное элюирование поглощенных анионитом ионов из колонки выполняется в соответствии с приведенной схемой, где указаны элюенты для вымывания каждого иона, их объемы и концентрации (табл.1).

Вымытые из колонки анионы обнаруживаются следующими качественными реакциями:



PO_4^{3-} - капельной реакцией с молибдатом аммония;

$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ - с нитратом серебра;

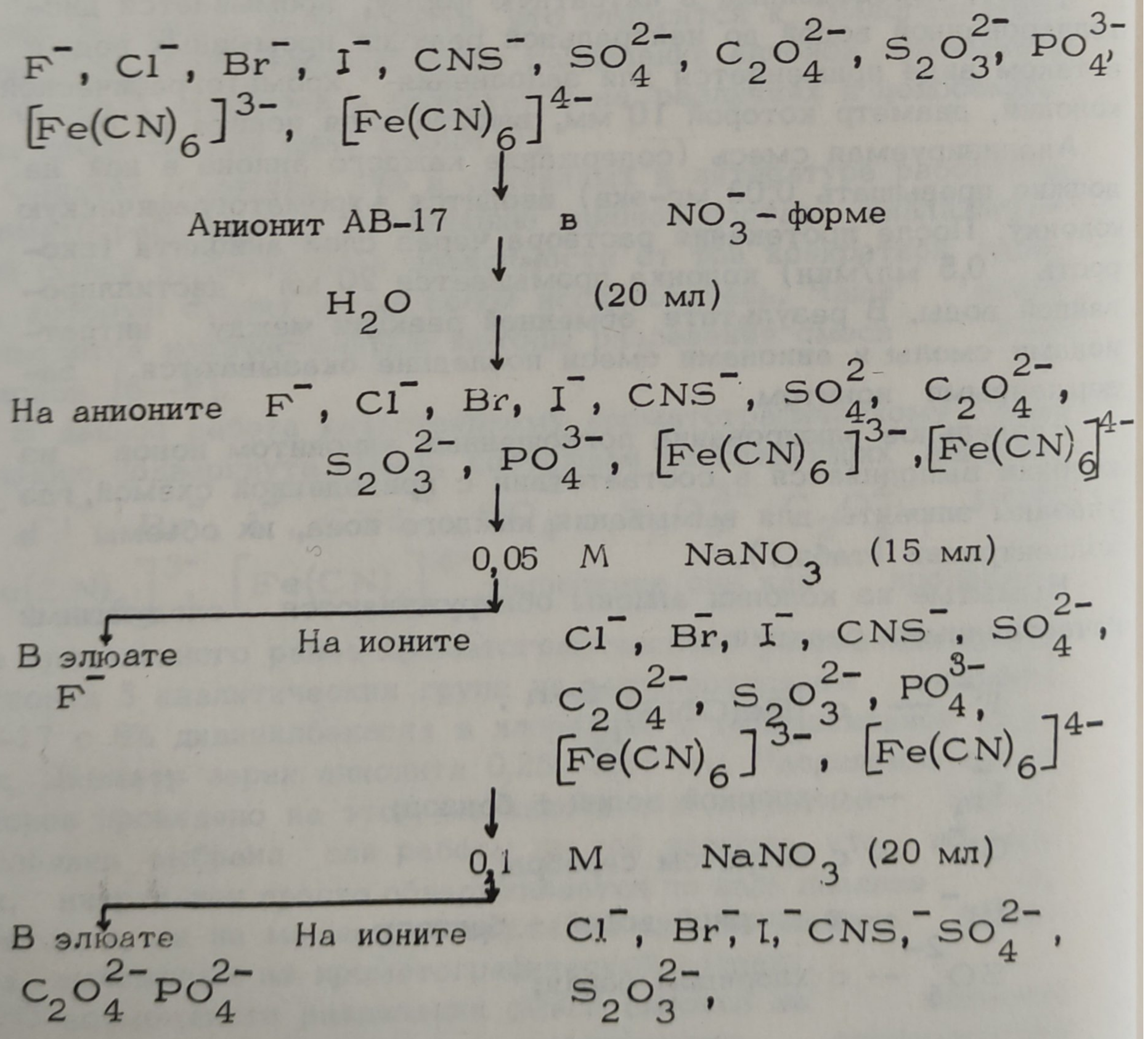
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - с хлоридом кальция;

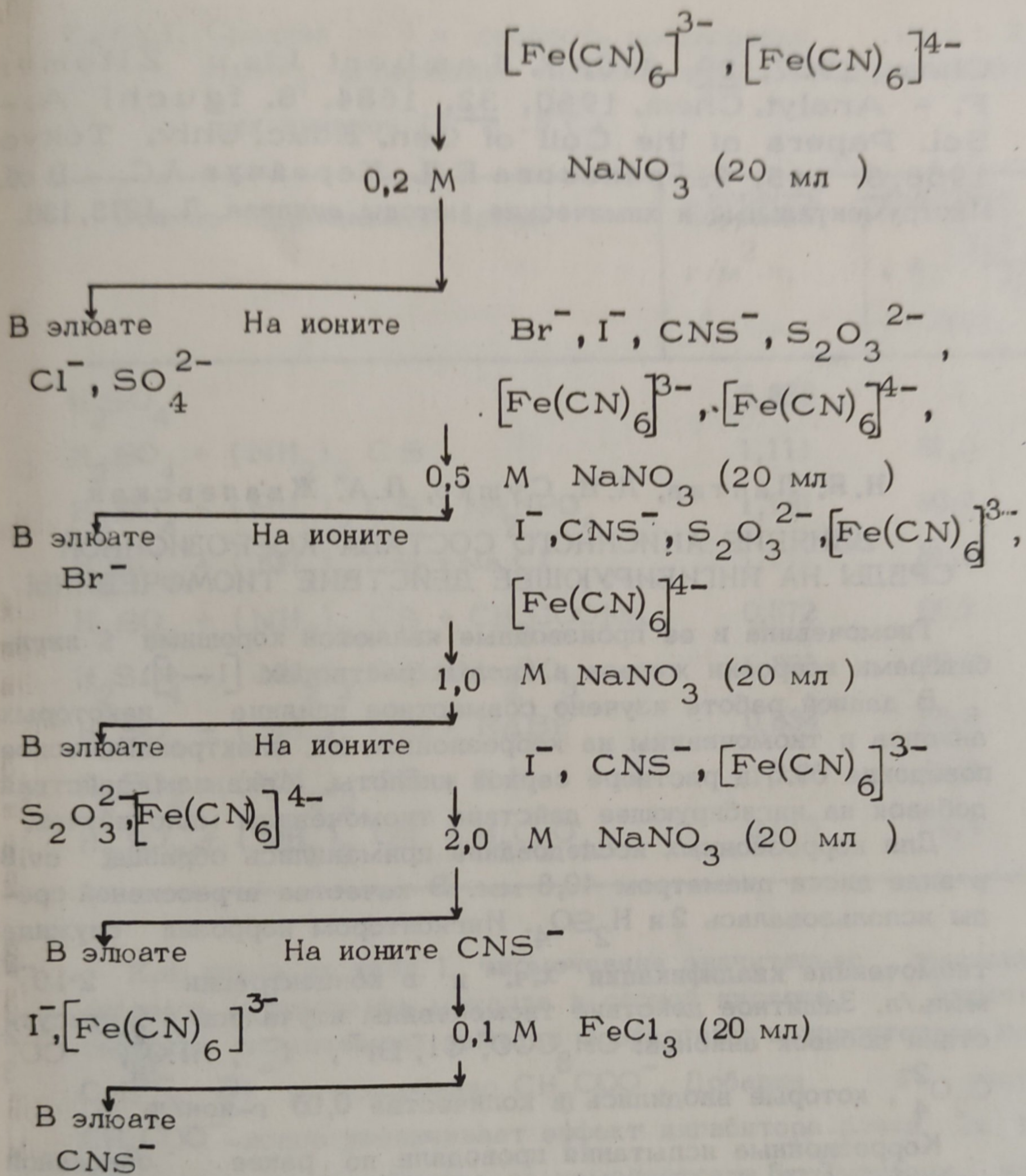
CNS^- - с солью железа (III);

$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ - с солью железа (II);

$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ - с солью железа (III).

Табл.1. Схема разделения смеси анионов на анионите АВ-17х8 в NO_3^- форме





Л и т е р а т у р а

1. Beukenkamp J., Rieman W., Lindenbaum S. *Analyt. Chem.*, (1954), 26, 505.
2. Schmidt M., Sand T. -- *Z. anorg. Chem.*, 1964, 330, 188.
3. Atebery R.W., Boyd G.E. -- *J. Am. Chem. Soc.*, 1950, 72, 4805.
4. Залевская Т.Л., Старобиниц Г.Л. -- *ЖАХ*, 1969, 24, 721.
5. Takiura K., Takino Y. -- *Japan Analyst.*, 1961, 10, 483, 488, 493.
6. Zipkin J, Armstrong W., Singer L. -- *Analyt.*

Chem., 1957, 29, 310. 7. Lambert J.L., Zitomer
F. - *Analyt. Chem.* 1960, 32, 1684. 8. Iguchi A. -
Sci. Papers of the Coll of Cen. Educ. Univ. Tokyo,
1958, 8, 145. 9. Гринькова Е.Я., Керейчук А.С. - В сб.:
Инструментальные и химические методы анализа. Л., 1973, 130.