

В. Ф. Бойко, Г. С. Василевская

## КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ МЕТОДОМ КРУГОВОЙ РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА БУМАГЕ

В практикум аналитической химии наряду с химическими все чаще внедряются физико-химические методы анализа. Среди них видное место занимает хроматографический анализ.

При анализе смеси катионов или анионов может быть использована распределительная хроматография на бумаге. Этот метод не требует сложного оборудования и техники эксперимента. Вместе с тем он позволяет определять малые количества веществ и разделять химически близкие элементы.

Хроматографическим методам разделения анионов посвящено значительно меньше работ [1--11], чем разделению катионов. Принцип хроматографического разделения анионов тот же, что и катионов, но в первом случае чаще используют щелочные системы растворителей.

В бумажной распределительной хроматографии скорость перемещения компонента по бумаге характеризуется безразмерным коэффициентом  $R_f$ , зависящим от природы носителя,

техники эксперимента, температуры и т.д. При проведении хроматографического анализа катионов или анионов часто применяются редко встречающиеся, дорогостоящие, а иногда и вредные для здоровья реактивы.

В данной работе была поставлена задача дать такую методику анализа, в которой бы эти трудности отсутствовали. Был использован метод круговой распределительной хроматографии на бумаге; подобраны соответствующие хроматографическая бумага и камера, растворители и проявители; определено время.

Как показали наши исследования [12], положительные результаты были получены при хроматографии смеси 24 катионов 5 аналитических групп с применением одного и того же растворителя  $\text{CH}_3\text{COCH}_3 + 20\% \text{HCl}$  (88:12 по объему) и разных проявителей. Используя методику анализа [12], но с другим растворителем  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{H}_2\text{O} + 1,5 \text{ н } \text{NH}_4\text{OH}$  (30:10:5 по объему) и соответствующими проявителями, удалось проанализировать смесь почти 3 аналитических групп в количестве 14 анионов и получить данные для качественного определения их. Результаты позволили предложить следующую методику анализа смеси анионов.

В качестве хроматографической камеры может быть использована любая емкость с пришлифованной крышкой для герметизации. Вначале камера насыщается парами растворителя, который наливается на дно, а края герметизируются. На хроматографической бумаге очерчивается графитовым карандашом пятно с  $d = 0,6--0,8$  см в объеме 0,28 мл из расчета по 0,02 мл 0,5 н раствора для каждого аниона. Смесь наносят микропипеткой методом многократного прикладывания капилляра к очерченному кругу и последующим подсушиванием пятна. Определение 14 анионов на одной хроматограмме затруднительно, поэтому его ведут на 2 параллельных хроматограммах.

Хроматографическую бумагу со смесью анионов опускают в насыщенную камеру, герметизируют и оставляют на 2,5--3 ч для разделения, следя чтобы растворитель не дошел до края хроматограммы на 1 см. После этого бумагу вынимают, высушивают и разрезают по радиусу на части: одну на 3 и определяют анионы  $\text{NO}_2^-, \text{S}_2\text{O}_3^{2-}, \text{CrO}_4^{2-}, \text{Br}^-, \text{S}^{2-}, \text{Cl}^-, \text{NO}_3^-$  (табл.1), а другую -- на 7 и определяют анионы  $\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{PO}_4^{3-}, \text{B}_4\text{O}_7^{2-}, \text{F}^-, \text{I}^-, \text{CrS}^-$  (табл.2).

Табл.1. Хроматограмма I

Открываемый анион	Раствор-проявитель	Цвет пятен
$\text{NO}_3^1$	Дифениламин с $\text{H}_2\text{O}$ (1:1 по объему)	Синий с розовым оттенком
$\text{NO}_2^1$	Реактив Грисса	Розовый с синим оттенком
$\text{SO}_3^{2-}$	2% раствор $\text{AgNO}_3$	Светло-желтый с коричневым ободом
$\text{CrO}_4^{2-}$	-"-	Кирпично-красный
$\text{Br}^1$	-"-	Светло-зеленый с коричневым ободом
$\text{S}^{2-}$	-"-	Темно-коричневый с черным оттенком
$\text{Cl}^1$	-"-	Светло-серый с фиолетовым ободом

Табл.2. Хроматограмма II

Открываемый анион	Раствор-проявитель	Цвет пятен
$\text{SO}_4^{2-}$	0,5% родизонат бария	Ярко-розовый
$\text{SO}_3^{2-}$	5% нитропруссид натрия + 2 н $\text{NH}_4\text{OH}$	Голубой
$\text{PO}_4^{3-}$	азотнокислый молибдат аммония + 2 н $\text{NH}_4\text{OH}$	Синий
$\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	0,5% раствор куркумина в этаноле	Красно-бурый
$\text{F}^1$	насыщенный спиртовой раствор ализарина	Фиолетовый
$\text{I}^1$	0,5 н раствор уксуснокислого свинца	Светло-желтый
$\text{CrS}^1$	2 н раствор $\text{FeCl}_3$	Кирпичный

При хроматографическом анализе анионов используют способ измерения коэффициента  $R_f$ . На две хроматограммы наносят смесь, содержащую по 14 анионов, а на 14 хроматограмм — по 1. Анионы хроматографируют и проявляют в одинаковых условиях.

На проявленных хроматограммах определяют цвет пятен индивидуальных анионов и анионов смеси. По данным  $R_f$  делают заключение о составе смеси.

Табл.3. Значения  $R_f$

Анионы	$R_f$	Анионы	$R_f$
$\text{NO}_3^I$	0,70	$\text{SO}_4^{II}$	0,85
$\text{NO}_2$	0,51	$\text{SO}_3^{II}$	0,80
$\text{S}_2\text{O}_3^{II}$	0,56	$\text{PO}_4^{III}$	0,68
$\text{CrO}_4^{II}$	0,46	$\text{B}_4\text{O}_7^{II}$	0,58
$\text{Br}^I$	0,66	$\text{F}^I$	0,40
$\text{S}^{II}$	0,34	$\text{I}^I$	0,76
$\text{Cl}^I$	0,60	$\text{CrS}^I$	0,82

Предложенный метод анализа является быстрым и надежным при качественном анализе анионов и может быть использован в аналитической химии.

#### Л и т е р а т у р а

1. Duval C.--Compt. rend. Acad. Sci, 1957, 245, 1803.
2. Тамара Миядзаки. Japan Analyst., 1956, 5, 566.
3. Хайс И.М., Мацек К. Хроматография на бумаге. М., 1962, 706.
4. Lederer M. -- Australian J. Sci., 1949, 11, 174; Science, 1949, 110, 115.
5. Pollard F.H., McOmie J.H.W., Stevens H.M.--Scholl Sci. Rew., 1952, 34, 21.
6. Bursall F.H., Davien G.R., Linstead R.P., Wall R.A.-- Chem. Soc. 1950, 516.
7. Z. Analyst. Chem., 1967, 229, N2, 93--96.
8. Anac. guim J. formac. Univ . Concept., 1960, 11, 56--66.
9. Z. Analyst. Chem. 1967, 228, №5, 339--341.
10. Мао-Чжи-сян. Acta chim. Sinica, 1964, 30, N5, 496--499.
11. Ольшакowa К.М. Хроматографический качественный анализ. М., 1958.
12. Василевская Г.С., Бойко В.Ф. "Изв. вузов. Сер. хим. и хим. технология", 1971, 14, в. 10.