

РАЗДЕЛЕНИЕ МЕДИ И ЖЕЛЕЗА С ПОМОЩЬЮ ИОНИТОВ

Р. Д. ГЛУХОВСКАЯ, Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Е. Д. ЛУККЕР

(Представлена научным семинаром кафедры аналит. химии)

Ранее [1—4] нами изучалась сорбция и десорбция железа и меди анионитами АН-2Ф и цералит FF в растворах соляной кислоты различной концентрации. Было установлено, что как медь, так и железо сорбируются этими анионитами из солянокислых растворов 8—9 N концентрации.

В результате был разработан метод определения меди и железа из одной навески, основанный на одновременном концентрировании их хлоридных комплексов анионитом, элюировании последних 0,1N соляной кислотой и на фотометрическом определении в аликвотных частях элюата: железа — с 2,2' дипиридиллом, меди — с диэтилдитиокарбаминатом натрия [5].

С целью дальнейшего повышения чувствительности метода нами изучены условия хроматографического разделения этих элементов с помощью ионитов.

Хроматографическим разделением меди и железа занимались многие исследователи. Так, в литературе описаны методы, основанные на разделении этих элементов в виде их пирофосфатных комплексов с помощью катионитов СБС [6] и вофатита Р [7]. Многие [8, 9] предлагают для этой цели анионный обмен (основанный на сорбции хлоридных комплексов этих элементов из концентрированных растворов соляной кислоты и последовательном вымывании их 2,5—0,5N HCl).

Нами использовано различное отношение хлоридных комплексов железа и меди к таким анионитам, как АН-2Ф и цералит FF. Изучая обменную емкость этих анионитов по отношению к меди и железу в растворах соляной кислоты различной концентрации, мы столкнулись с таким фактом, что как медь, так и железо обладают довольно близкими коэффициентами распределения по отношению к смоле АН-2Ф. Что касается цералита FF, то здесь наблюдается большое различие в сорбируемости этих элементов. Так, коэффициент распределения для железа в растворе 9 N HCl равняется 703,2 [3], а меди в этих же условиях только 17 [5]. Таким образом, отношение коэффициентов распределения железа и меди в 9 N HCl составляет 41,1. Это использовано нами для разработки хроматографического метода разделения этих элементов.

Экспериментальная часть

Для сорбции и отделения железа использована маленькая колонка, заполненная цералитом FF с высотой слоя 2 см. При проверке сорбции железа и меди на этой колонке мы еще раз убедились, что железо пол-

ностью сорбируется смолой и не вымывается из колонки при пропускании через нее 50—60 мл и более 9 N HCl. Медь же в этих условиях не задерживается анионитом. Для сорбции и концентрирования меди использована колонка, заполненная анионитом АН-2Ф с высотой слоя 22 см. Подготовка колонки к работе описана ранее [1, 2].

Разработанные условия хроматографического разделения и концентрирования меди и железа нами использованы для повышения чувствительности сорбционно-фотометрического определения следов этих элементов в карбонате кальция и гидрофосфатах кальция и аммония, используемых в производстве люминофора Л-34.

Ход анализа. Анализируемый образец растворяют в 10—15 мл 9 N HCl. Обе колонки укрепляют последовательно на одном штативе так, чтобы вытекающий из маленькой колонки элюат попадал в колонку с АН-2Ф. Скорость вытекания из обеих колонок должна равняться 2—3 мл в минуту.

Через колонки пропускают 10—15 мл 9 N HCl для зарядки анионитов в Cl-форму. Затем пропускают солянокислый раствор анализируемого вещества и промывают обе колонки 20—30 мл HCl той же концентрации. Краны закрывают, маленькую колонку с цералитом FF укрепляют на другом штативе, а колонку с АН-2Ф промывают еще 10 мл 9 N HCl.

Железо, сорбированное цералитом FF, вымывают 10 мл 0,1 N HCl в мерную колбочку емкостью 25 мл и определяют фотометрически с 2,2'-дипиридиллом [1—3].

Медь, сорбированную анионитом АН-2Ф, элюируют 20 мл 0,1 N HCl в делительную воронку и определяют фотометрически с диэтилдитиокарбаматом натрия [4, 5].

Результаты анализа образцов некоторых материалов производства люминофоров приведены в таблице.

Т а б л и ц а

Результаты параллельных определений меди и железа в некоторых материалах производства люминофоров

Анализируемое вещество	Число определений	Найдено, %		Максимальное отклонение от среднего значения, %	
		медь	железо	медь	железо
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, ч. д. а.	3	$4,5 \cdot 10^{-5}$	$5,9 \cdot 10^{-4}$	$\pm 22,2$	$\pm 10,1$
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	3	$2,9 \cdot 10^{-4}$	$1,17 \cdot 10^{-2}$	$\pm 20,6$	$\pm 2,5$
CaCO_3 , ч.	3	$3,7 \cdot 10^{-5}$	$5,7 \cdot 10^{-4}$	$\pm 27,0$	$\pm 8,9$
CaHPO_4 , ч.	4	$5,38 \cdot 10^{-4}$	$2,16 \cdot 10^{-4}$	$\pm 2,04$	$\pm 4,6$

Выводы

Разработаны условия хроматографического разделения и концентрирования следов железа и меди с помощью анионитов АН-2Ф и цералита FF. Разработанная методика использована для повышения чувствительности сорбционно-фотометрического определения следов этих элементов в карбонате кальция и гидрофосфатах кальция и аммония, используемых в производстве люминофора Л-34.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Тр. 1-й научной конференции Томского отд. ВХО им. Д. И. Менделеева. Томск, 1967.
2. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Тезисы докладов совещания по аналитической химии полупроводниковых веществ, Кишинев, 1965, с. 19, 46.

3. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Изв. ТПИ, т. 152, с. 52, 68 (1969).
 4. Ю. Л. Лельчук, Р. Д. Глуховская, Е. Д. Луккер, Г. Н. Дембовская. Изв. ТПИ, т. 174 (1969).
 5. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Изв. ТПИ, т. 174.
 6. Д. И. Рябчиков, В. Е. Бухтиаров. ЖАХ, 6, 377 (1952).
 7. В. В. Степин, В. И. Поносков, Е. В. Силаева. Хроматография, ее теория и применение. Тр. Всесоюзного совещания по хроматографии. М., с. 260, 1960.
 8. G. E. Moog, K. A. Kraus. J. Amer. Chem. Soc. 74, 843 (1952), 75, 6, 1460 (1952, 72, 5792 (1950)).
 9. F. Nelson, K. A. Kraus, J. Amer. Chem. Soc. 76, 1916 (1954).
-