

Отделение бериллия от Ni, Cu, Al, Fe, Ti и V на CO_3^{2-} -форме анионита АВ-17

Д. И. ЭРИСТАВИ, В. Д. ЭРИСТАВИ, Ш. А. КЕКЕЛИЯ

*Кафедра аналитической химии Грузинского политехнического института
им. В. И. Ленина, Тбилиси, СССР*

Поступила в редакцию 29 сентября 1970 г.

Установлена возможность отделения бериллия от Ni, Cu, Al, Fe, Ti и V на колонке с CO_3^{2-} формой анионита АВ-17 (диаметр колонки 1,6 см, высота слоя сорбента 15 см) при следующей схеме элюирования:

десорбция Ni, Cu, Al — 400 мл 3-н раствора NH_4OH ;

десорбция Be — 200 мл 1-н раствора NaOH ;

десорбция Ti и V — 1150 мл 3-н раствора NaOH ;

десорбция Fe — 200 мл 1,5-н раствора HCl .

Максимальная относительная ошибка определения бериллия фотоколориметрическим методом после отделения его от мешающих элементов не превышает $\pm 8,0\%$.

The possibility of separating beryllium from Ni, Cu, Al, Fe, Ti and V on the column with the help of the CO_3^{2-} form of AV-17 anion exchanger (the column of 1.6 cm in diameter, layer thickness of sorbent 15 cm) has been ascertained during the following scheme of elution:

the desorption of Ni, Cu, Al — 400 ml 3 N- NH_4OH solution;

the desorption of Be — 20 ml 1 N- NaOH solution;

the desorption of Ti and V — 1150 ml 3 N- NaOH solution;

the desorption of Fe — 200 ml 1.5 N- HCl solution.

The maximum relative error of determination of beryllium (after its separation from elements which hinder determination) by the photocolometric method does not exceed $\pm 8.0\%$.

Проведенное нами исследование сорбционного поведения ряда элементов позволило установить возможность отделения бериллия от Ni, Cu, Al и Fe на CO_3^{2-} -форме анионита АВ-17 (диаметр колонки 1,6 см, высота слоя набухшего сорбента 4,5 см), используя в качестве элюентов 3-н раствор NH_4OH (десорбция Ni, Cu и Al), 3-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ или 1-н раствор NaOH (десорбция Be) и 1,5-н раствор HCl (десорбция Fe) [1].

Однако, наряду с этими элементами, существующим в настоящее время фотометрическим методом определения бериллия мешает также титан(IV) и ванадий(V) [2].

Используя материалы сорбционного поведения ванадия (работа проводится на кафедре аналитической химии ГПИ им. В. И. Ленина асп. Н. А. Куцава) и изучив десорбцию титана, нами была установлена возможность отделения бериллия от этих элементов. Методика исследования аналогична описанной в [3].

В качестве элюентов для десорбции Ti были исследованы растворы NH_4OH , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NaOH и HCl . Как показало исследование, растворы NH_4OH , а также 0,5 и 1-н растворы NaOH не вымывают Ti с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17.

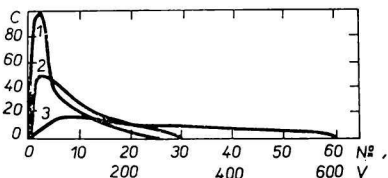


Рис. 1. Выходные кривые элюирования титана с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 растворами $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ различной концентрации.

1. 5-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$; 2. 3-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$; 3. 1-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.
C — содержание элементов во фракции элюата, *мкг/10 мл*; № — номера фракций элюата; *V* — объем элюата, *мл*.

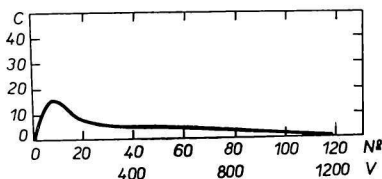


Рис. 2. Выходная кривая элюирования титана с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 3-н раствором NaOH .

C — содержание элементов во фракции элюата, *мкг/10 мл*; № — номера фракций элюата; *V* — объем элюата, *мл*.

На рис. 1—3 приведены выходные кривые элюирования титана с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 растворами $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NaOH и HCl .

Исходя из данных, полученных в результате изучения процессов десорбции бериллия [3] и титана (см. рис. 1), а также того факта, что при элюировании ванадия 1-н раствором $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ он появляется в первых же фракциях, можно прийти к выводу о непригодности раствора карбоната аммония к использованию его в качестве элюента для разделения этих элементов.

Используя 1-н раствор NaOH при элюировании бериллия ([4], рис. 1), можно отделить его от титана, но при этом с колонки частично десорбируется и ванадий. Поэтому для подбора оптимальных условий количественного разделения этих элементов, наряду с влиянием природы и концентрации элюента на процесс десорбции, исследовалось также влияние высоты слоя сорбента. Результаты этой серии экспериментов приведены на рис. 4 и 5.

По выходным кривым десорбции бериллия и титана растворами $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ [рис. 4 (I) и рис. 5 (I)], а также на основании данных об элюировании ванадия можно сделать

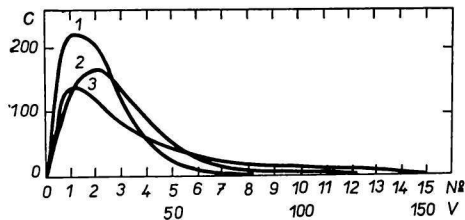


Рис. 3. Выходные кривые элюирования титана с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 растворами HCl различной концентрации.

1. 1,5-н раствор HCl ; 2. 1-н раствор HCl ; 3. 0,5-н раствор HCl .
C — содержание элементов во фракции элюата, *мкг/10 мл*; № — номера фракций элюата; *V* — объем элюата, *мл*.

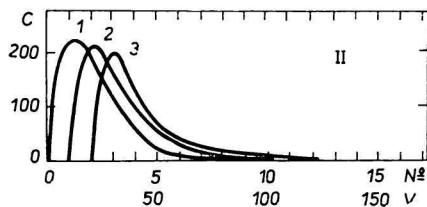
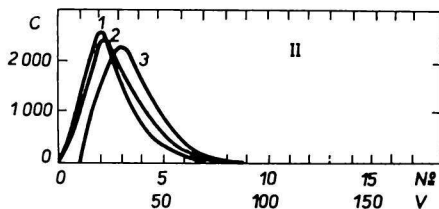
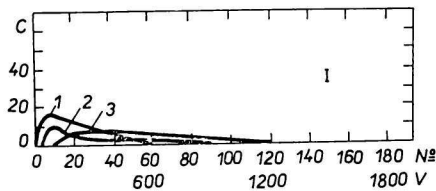
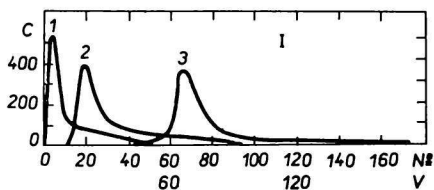


Рис. 4. Влияние высоты слоя сорбента на элюирование бериллия с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 растворами 1-н $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (I) и 1-н NaOH (II).

I. высота слоя сорбента 4,5 см; 2. высота слоя сорбента 9 см; 3. высота слоя сорбента 15 см.

Рис. 5. Влияние высоты слоя сорбента на элюирование титана с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 растворами $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ и HCl .

I. 1-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$; II. 1,5-н раствор HCl .

I. высота слоя сорбента 4,5 см; 2. высота слоя сорбента 9 см; 3. высота слоя сорбента 15 см.

закключение, что, используя 1-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ невозможно достигнуть полного разделения этих элементов ввиду того, что зоны их элюирования накладываются друг на друга.

Однако при этих условиях (высота слоя сорбента 15 см, элюент 1-н раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) возникает возможность отделить бериллий от элементов, образующих менее прочные карбонатные комплексы или обладающих меньшим сродством к иониту.

Отделение бериллия от титана и ванадия можно достигнуть при элюировании его 1-н раствором NaOH (см. рис. 4, II группа выходных кривых), так как количество этого десорбента, необходимое для полного вымывания бериллия с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 (высота слоя сорбента 15 см) титан и ванадий практически не элюируют. Для одновременного отделения бериллия также от Ni , Cu , Al и Fe нами было изучено влияние высоты слоя сорбента на десорбцию этих элементов (см. рис. 6 и 7).

На основании проделанной работы нами были разработаны следующие методики разделения элементов.

Отделение бериллия от Ni , Cu , Al , Fe и Ti

Аликвотная порция анализируемого раствора (рН 2,5), содержащая ионы Be , Ni , Cu , Al , Fe и Ti , со скоростью фильтрации 1 мл/мин пропускается через колонку с CO_3^{2-} -формой анионита АВ-17 (диаметр колонки 1,6 см, высота слоя набухшего сор-

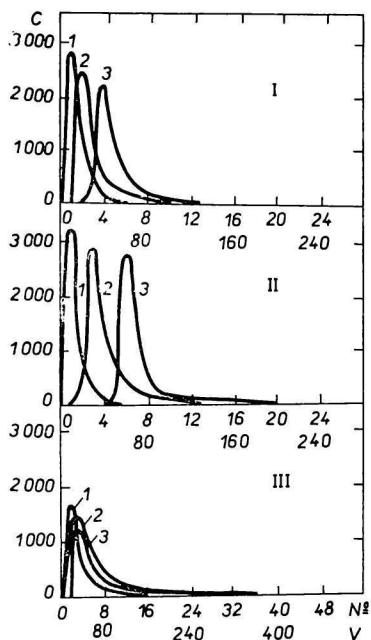
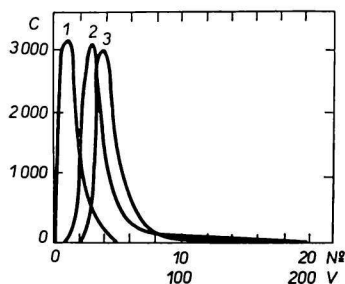


Рис. 6. Влияние высоты слоя сорбента на элюирование Ni, Cu и Al с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 3-н раствором NH_4OH .

I. выходные кривые элюирования Ni;
 II. выходные кривые элюирования Cu;
 III. выходные кривые элюирования Al.
 1. высота слоя сорбента 4,5 см; 2. высота слоя сорбента 9 см; 3. высота слоя сорбента 15 см.

бента 4,5 см). После промывания этой колонки порцией дистиллированной воды (15 мл) через неё со скоростью фильтрации 5 мл/мин пропускаются 250 мл 3-н раствора NH_4OH , вымывающего никель, медь и алюминий. Затем для десорбции бериллия через эту колонку с той же скоростью фильтрации пропускают 70 мл 1-н раствора

Рис. 7. Влияние высоты слоя анионита на элюирование железа с CO_3^{2-} -формы анионита АВ-17 1,5-н раствором HCl .
 1. высота слоя сорбента 4,5 см; 2. высота слоя сорбента 9 см; 3. высота слоя сорбента 15 см.



NaOH . Получаемый при этом элюат собирается в отдельную колбу для анализа на бериллий. Железо и титан после десорбции всех элементов можно элюировать 1,5-н раствором HCl .

Отделение бериллия от Ni, Cu, Al, Fe, Ti и V

Аликвотная порция анализируемого раствора (pH 2,5), содержащая ионы Be, Ni, Cu, Al, Fe, Ti и V, со скоростью фильтрации 1 мл/мин пропускается через колонку с CO_3^{2-} -формой анионита АВ-17 (диаметр 1,6 см, высота слоя набухшего сорбента 15 см).

После промывания этой колонки порцией дистиллированной воды (25 мл) через неё со скоростью фильтрации 5 мл/мин пропускаются элюенты в следующей последовательности:

- 400 мл 3-н раствора NH_4OH (десорбция Ni, Cu и Al);
- 90 мл 1-н раствора NaOH (десорбция Be);
- 1150 мл 3-н раствора NaOH (десорбция Ti и V);
- 200 мл 1,5-н раствора HCl (десорбция Fe).

Бериллий-содержащий элюат собирается в отдельную колбу для анализа на бериллий. Проверка описанных выше методов отделения бериллия производилась на искусственных смесях (см. таблицу 1). Бериллий определяли фотоколориметрическим методом с использованием арсената I в качестве реагента [5].

Таблица 1

Определение бериллия после его отделения от других металлов на CO_3^{2-} -форме анионита АВ-17

№	Взято Be [мг]	I. Высота слоя сорбента 4,5 см		II. Высота слоя сорбента 15 см	
		определено Be в элюате [мг]	относитель- ная ошибка [%]	определено Be в элюате [мг]	относитель- ная ошибка [%]
1	1,0	0,988	-1,2	0,987	-1,3
2	0,5	0,514	+2,8	0,499	-2,0
3	0,1	0,105	+5,0	0,095	-5,0
4	0,05	0,047	-6,0	0,0518	+3,6
5	0,01	0,0093	-7,0	0,0092	-8,0

I. Взято Ni 1,0 мг, Cu 1,0 мг, Al 1,0 мг, Fe 1,0 мг, Ti 0,5 мг.

II. Взято Ni 3,0 мг, Cu 3,0 мг, Al 3,0 мг, Fe 3,0 мг, Ti 0,5 мг, V 3,0 мг.

Приведенные в таблице 1 результаты проверки разработанных нами методов отделения позволяют рекомендовать их для использования в аналитической практике при определении бериллия в различных объектах.

Литература

- Эристави Д. И., Эристави В. Д., Кекелия Ш. А., *Сообщ. Акад. Наук ГССР* **59**, № 2, 325 (1970).
- Новоселова А. В., Бацанова Л. Р., *Аналитическая химия бериллия*, стр. 41—43. Издательство Наука, Москва 1966.
- Эристави Д. И., Эристави В. Д., Кекелия Ш. А., *Труды Грузинского политехнического института им. В. И. Ленина*, № 1, 45 (1970).
- Эристави Д. И., Эристави В. Д., Кекелия Ш. А., *Труды Грузинского политехнического института им. В. И. Ленина*, № 3, 76 (1970).
- Кузнецов В. И., *Ж. Анал. Хим.* **10**, 276 (1955).