

p-189

3/IX-68

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

6 - 3952



Х.Райчев, В.А.Халкин

О ВЛИЯНИИ ФОРМЫ КОЛОНКИ
НА ПРОЦЕССЫ ИОНООБМЕННОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

1968

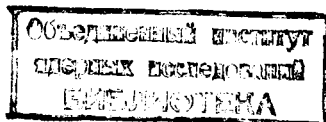
6 - 3952

7403/2 ч.

Х.Райчев, В.А.Халкин

О ВЛИЯНИИ ФОРМЫ КОЛОНКИ
НА ПРОЦЕССЫ ИОНООБМЕННОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ

Направлено в "Радиохимию"



Сравнительно недавно в литературе появилось сообщение о влиянии формы колонки на адсорбционную хроматографию красителя ^{1/}. Было показано, что при замене колонки цилиндрической формы конической или ступенчатой, объем элюента, содержащего краситель, сокращается вдвое. Если бы эффект формы проявлялся и при заполнении колонок ионитами, то в ряде случаев, например, при быстрых разделениях макро- и микроколичеств редкоземельных элементов ^{2,3/}, появились бы новые препаративные возможности. Исходя из этих соображений, мы поставили серию опытов, чтобы выяснить влияние формы колонки на процессы ионообменной хроматографии.

Экспериментальная часть

Работа выполнялась на колонках со слоями ионитов следующих форм и размеров:

цилиндрическая	$l = 200$ мм,	$d = 12$ мм,	$V = 22,6$ мл;
коническая	$l = 200$ мм,	$d_{\text{макс}} = 20$ мм,	$d_{\text{мин}} = 2$ мм, $V = 22$ мл;
ступенчатая	$l_1 = 63$ мм,	$d_1 = 17$ мм,	$V_1 = 14,4$ мл
	$l_2 = 63$ мм,	$d_2 = 10$ мм,	$V_2 = 5,2$ мл
	$l_3 = 63$ мм,	$d_3 = 6$ мм,	$V_3 = 2$ мл.

Чтобы сравнить работу колонок различной формы, рассчитывали либо число эффективных тарелок $N_{\text{эф}}$, либо коэффициенты разделения α :

$$N_{\text{эф}} = 8 \left(\frac{V_{\text{макс}} - V_0}{\beta} \right)^2 \quad \alpha = \frac{V'_{\text{макс}} - V_0}{V''_{\text{макс}} - V_0} ,$$

где $V_{\text{макс}}$ - объем, соответствующий концентрационному максимуму полосы, β - ширина полосы, V_0 - свободный объем колонки.

Количество элемента в эфлюенте непрерывно определялось радиометрически с помощью сцинтилляционного счетчика, соединенного с самописцем. Радиоактивные изотопы ^{137}Cs , ^{91}Y (метка для эрбия), ^{159}Dy , $^{146,151}\text{Gd}$, $^{147,148}\text{Eu}$ были свободны от носителей.

Результаты

Полученные экспериментальные результаты приведены в таблицах 1-4. Все приведенные величины являются среднеарифметическими результатов не менее трех опытов.

Таблица 1

Элюентная хроматография. Вымывание ^{137}Cs ; 2,5нНCl, смола Дауэкс 50 x 8, 100-200меш, Н-форма; $22 \pm 2^\circ\text{C}$.

Колонка	Скорость эфлюента мл/мин	$V_{\text{макс}} - V_0$ мл	β мл	$N_{\text{эф}}$
Цилиндрическая	$2,44 \pm 0,06$	$46,9 \pm 0,5$	$19,4 \pm 0,4$	$46,6 \pm 1,0$
Ступенчатая	$2,70 \pm 0,04$	$47,1 \pm 2,0$	$19,8 \pm 0,4$	$45,2 \pm 2,4$
Коническая	$2,90 \pm 0,60$	$53 \pm 2,5$	$20,7 \pm 1,6$	$52,9 \pm 4,7$

Таблица 2

Селективная хроматография. Вымывание ^{150}Dy 0,375 м
 лактатом аммония рН=4 ; смола Дауэкс 50 х 8, 100-200 меш,
 NH_4^+ форма; $22 \pm 2^\circ\text{C}$

Колонка	Скорость эффлюента мл/мин	$V_{\text{макс}} - V_0$ мл	β мл	$N_{\text{эф}}$
Цилиндрическая	$1,80 \pm 0,10$	22 ± 1	$20,9 \pm 1,3$	$8,6 \pm 0,9$
Ступенчатая	$1,87 \pm 0,05$	$21,3 \pm 0,5$	$20,7 \pm 4$	$8,9 \pm 0,80$
Коническая	$1,87 \pm 0,05$	$20,7 \pm 2$	$19,11 \pm 2,7$	$9,20 \pm 0,7$

Таблица 3

Анионообменная хроматография. Разделение 0,1г. Gd
 и $^{147,148}\text{Eu}$. Элюент 65% $\text{CH}_3\text{OH} - 2,5\% \text{NH}_4\text{NO}_3$,
 Смола Дауэкс 1 х 8, 100-200 меш, NO_3^- - форма; 50°C

Колонка	Скорость эффлюента мл/мин	$\alpha = \frac{(V'_{\text{макс}} - V_0) \text{ Gd}}{(V''_{\text{макс}} - V_0) \text{ Eu}}$
Цилиндрическая	$1,5 \pm 0,06$	$1,43 \pm 0,1$
Ступенчатая	$1,7 \pm 0,1$	$1,45 \pm 0,1$
Коническая	$1,6 \pm 0,05$	$1,44 \pm 0,2$

Таблица 4

Экстракционная элюентная хроматография. Разделение 0,3 г эрбия и ^{150}Dy . Ди -2 - этилгексилортофосфорная кислота, сорбированная на гидрофобизированном силикагеле марки КСК-2. (0.4 г. кислоты на мл. сорбента), 100-200 меш. Элюент 0,4н. HCl ; 50°C

Колонка	Скорость эфлюента мл/мин	$\alpha = \frac{(V_{\text{макс}} - V_0) \text{Er}(\text{Y})}{(V''_{\text{макс}} - V_0) \text{Dy}}$
Цилиндрическая	2,3 \pm 0,1	3,8 \pm 0,2
Ступенчатая	2,1 \pm 0,8	3,7 \pm 0,1
Коническая	2,2 \pm 0,5	3,9 \pm 0,2

Выводы

Полученные экспериментальные данные показывают, что при условиях, оптимальных для хроматографических разделений на цилиндрической колонке, изменение формы колонки на коническую или ступенчатую не сказывается на результатах разделения.

Л и т е р а т у р а

1. H.M. Stahr, R.M. Ikeda, E.T. Oakley, B.M. Carter. *Anal. Chem.*, 38, 13, 1974 (1966).
2. Э.Херманн, Х.Гроссе-Рюкен, Н.А.Лебедев, В.А.Халкин. *Радиохимия*, 6, 758 (1964).
3. F. Molnar, A. Horvath, V.A. Khalkin. *J. Chrom.*, 26, 215 (1967).

Рукопись поступила в издательский отдел

1 июля 1968 года.