

Диянова Ю.И.

студент

3 курс, химико-биологический факультет

Оренбургский государственный университет

Россия, г. Оренбург

Юдин А.А.

аспирант

2 курс, химико-биологический факультет

Оренбургский государственный университет

Россия, г. Оренбург

Сальникова Е.В.

канд. хим. наук, д-р биол. наук, доцент

зав. кафедрой химии

Оренбургский государственный университет

Россия, г. Оренбург

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКЕЛЯ В МИНЕРАЛЬНОМ
СЫРЬЕ ПРИ ПОМОЩИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ
АНАЛИЗА**

Аннотация: В статье рассматривается количественное определение ионов никеля методом тонкослойной хроматографии. Актуальность обусловлена тем, что по сравнению с другими методами обнаружения данный способ занимает меньшее количество времени для оценки содержания катиона никеля в минералах и рудах и может использоваться в полевых условиях. Эксперимент содержал два метода осадочной хроматографии, после проведения которого были проанализированы полученные результаты из исследуемых образцов: минерала ретгерсита и

смеси камбалдаита и непюита. В заключении работы обсуждается точность и скорость проведения методов.

Ключевые слова бумажная хроматография (БХ), тонкослойная хроматография (ТСХ), минерал ретгерсит, никель.

Annotation: The article deals with the quantitative determination of nickel ions by thin layer chromatography. The relevance is due to the fact that, in comparison with other detection methods, this method takes less time to assess the content of nickel cations in minerals and ores and can be used in the field. The experiment included two methods of sedimentary chromatography, after which the results obtained from the studied samples were analyzed: the mineral retgersite and a mixture of kambaldaite and nepuite. In the conclusion of the work, the accuracy and speed of the methods are discussed.

Key words: paper chromatography, thin layer chromatography, retgersite mineral, nickel.

Хроматография – метод, основанный на разделении и определении компонентов в веществе, и распределении их между двумя фазами: подвижной (жидкость или газ, проходящий через неподвижную фазу) и неподвижной (твердое пористое вещество - сорбент - или же пленка, которая наносится на твердое вещество) [4].

Эксперимент включал в себя два метода определения катиона никеля: бумажная хроматография (БХ) и тонкослойная хроматография (ТСХ).

Бумажная хроматография (БХ) – метод, основанный на извлечении определенных компонентов из раствора на поверхности хроматографической бумаги [2]. Бумага предварительно пропитывается органическим веществом для дальнейшего осаждения исследуемого компонента из раствора, который наносят на линию старта бумаги при помощи капилляра.

Тонкослойная хроматография (ТСХ) – метод, относящийся к жидкостной хроматографии, подвижная фаза которой как и у БХ является органический осадитель, а роль неподвижной играет хроматографическая

пластинка [1]. Из рисунка 1 видно, что данная категория пластинок, изготовленных из полимерной подложки – полиэтилентерефталата (ПЭФТ пластина) и рабочего слоя сорбента – микрофракционного силикагеля, который закреплен специальным связующим на базе силиказоля.



Рисунок 1. Хроматографические пластины

Раствор изначально готовился с хлоридом никеля определенной концентрации с разбавленным раствором азотной кислоты по ГОСТ 4461 и рассчитанным количеством массы навески анализируемого минерала [3].

Приготовленные растворы наносились на хроматографическую бумагу (пластинку) на стартовую линию с помощью капилляра объемом 20 мкл, затем ставились в хроматографическую камеру с вертикальным расположением хроматограммы (восходящий метод БХ) с ранее залитым в нее раствором глицерина. После элюирования полученные хроматограммы анализировались. По правилам хроматографии берем область пика, выраженного более ярким цветом.

Следующим этапом хроматограмма сканировалась и выводилась в приложение ImageJ для определения площади пиков (таблица 1).

Таблица 1. Данные хроматографии на бумаге и пластинке

Хроматограмма бумаги		
№	S, пиксель	C, н
1	57 222	0,005
2	239 929	0,025
3	457 613	0,05
4	639 642	0,075
5	505 651	0,1
6	868 927	0,125
Хроматограмма пластинки		
№	S, пиксель	C, н
1	14 415	0,005
2	30 389	0,025
3	72 524	0,05
4	69 240	0,075
5	99 206	0,1
6	123 233	0,125

Благодаря построенной таблице, строился калибровочный график с зависимостью площади исследуемых пиков от концентрации растворов, которую можно увидеть на рисунке 2.

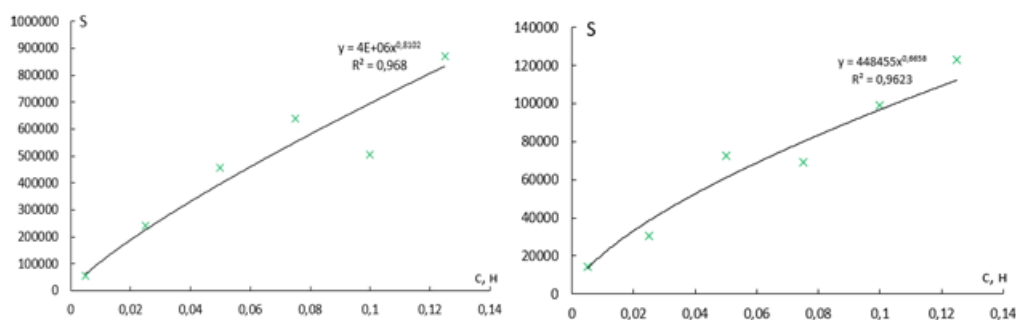


Рисунок 2. Калибровочный график: слева – БХ; справа – ТСХ на пластине

По полученным данным и при помощи контрольного раствора была найдена ошибка двух методов, которая составила 7,7% на бумаге и 16,7% на пластинке.

Аналогичные операции проводились с растворами минералов: ретгерсита ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) и смеси камбалдаита с непуитом ($\text{NaNi}_4(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ и $(\text{Ni}, \text{Mg})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ соответственно).

В ходе вычисления площадей находили концентрации минералов и затем через определение массы вычисляли массовую долю катиона никеля в минеральном сырье.

Результаты, найденные в ходе проведения анализа, показали, что пользуясь БХ, получаем 36,53 % никеля в минерале ретгерсите и 9,92 % в смеси минералов. При использовании пластинок в анализе получены 87,70% никеля в минерале ретгерсите и 16,28 % в смеси.

Стоит обсудить тот момент, что в процессе выполнения эксперимента возникли трудности с выявлением площади пика в программе. Проблема заключалась в некоторых компонентах: сульфат-ион замедлял процесс осаждения и окрашивания пика, в ходе чего на рисунке 3 (б) можно заметить неоднородное распределение компонента; катион магния, причиной разной интенсивности цвета на рисунке 3 (а) можно объяснить наличием в смеси катиона магния, который взаимодействует с органическим осадителем, также как и катион никеля, окрашиваясь в бледно-розовый цвет.

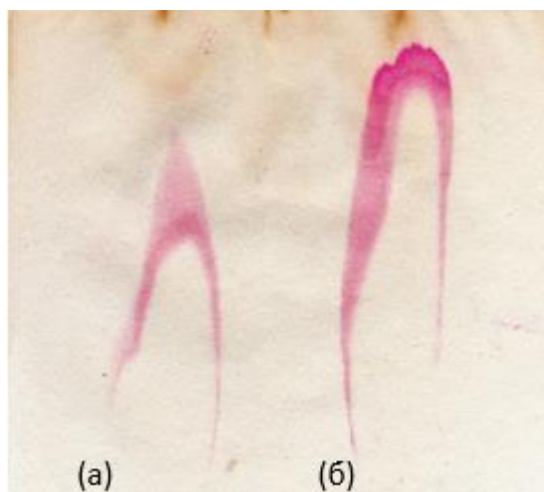


Рисунок 3 – Хроматограмма минералов на бумаге: а – смесь непуита и камбалдаита; б – ретгерсит

Подводя итоги, следует сказать, что более точным анализом является бумажная осадочная хроматография, а большая разница между полученными результатами может быть причиной использования большей концентрации на пластинке, чем на бумаге.

Использованные источники:

1. Кирхнер, Ю. Тонкослойная хроматография: в 2 т. / Ю. Кирхнер – под ред. Березкина В.Г. – М.: Изд-во Мир, 1981 – Т. 1. – 616 с.
2. Ольшанова, К.М. Осадочная хроматография / К.М. Ольшанова [и др.]. – М.: Акад. наук СССР, 1963. – 104 с.
3. Перегончая, О.В. Практикум по аналитической химии / О.В. Перегончая. – Воронеж: ФГБОУ ВО Воронеж. ГАУ, 2017. – С. 96-97.
4. Шапалова, Е.Н. Хроматографические методы анализа / Е.Н. Шапалова, А.В. Пиригова. – М., 2007. – 109 с.