

Химия

УДК 543:544:546

ЯСИН МАЛА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ВАНАДИЯ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Изучена возможность применения тонких слоев природного сорбента-ионообменника аргиллизита для количественного определения ванадия в растворах. При использовании в качестве подвижной фазы смеси соляной кислоты (0,1 моль/л) с этанолом в объемном соотношении 9:1 пятна ванадат-ионов на тонком слое сорбента имеют компактную, строго овальную форму. Это позволяет предложить новый метод определения микроколичеств ванадия в растворах с погрешностью определения, не превышающей 8–10 относительных процентов.

Ванадий довольно широко распространен в природе, хотя и относится к редким элементам, и находит широкое применение в различных ведущих отраслях народного хозяйства.

В известной нам литературе отсутствуют данные о количественном определении ванадат-ионов в растворах с применением метода тонкослойной хроматографии (ТСХ). Между тем определение микроколичеств элементов непосредственно на хроматограмме измерением площади пятна является простым и экспрессным методом количественного определения содержания ионов на тонких слоях сорбентов. Возникает потребность в изучении состояния ионов ванадия (V) в растворах для разработки новых эффективных хроматографических методов его разделения и определения. Для этой цели в настоящей работе делается попытка использовать закрепленные слои мелкодисперсного минерала аргиллизита.

Нами впервые применен метод непосредственного определения микроколичеств ванадия (V) в растворах по площади его пятна на пластинках для ТСХ с закрепленными слоями аргиллизита. Такой метод был использован для определения микроколичеств рения и других редких элементов [1–6]. Ранее нами был разработан спектрофотометрический метод определения ванадат-ионов с использованием окрашенных роданидных комплексов ванадия (V) [7].

Экспериментальная часть. В работе использованы стеклянные пластинки для ТСХ с закрепленными тонкими слоями из аргиллизита (толщина 0,25мм), а в качестве подвижных фаз (ПФ) – растворы сильных кислот и оснований в смесях с этанолом.

Предварительные эксперименты показали, что после хроматографирования и проявления ионов слой сорбента на пластинке окрашивается в слабо-зеленый цвет и собственное окрашивание ионов ванадия (V) не проявляется. По этой причине аргиллизитовые слои обесцвечивали предварительной обработкой раствором соляной кислоты с концентрацией 6,0моль/л.

Методика определения. С помощью микрошприца на пластинку размерами 8,5см×12,0см на расстоянии 1,0см от ее края наносили стандартные растворы, содержащие 0,25–20мкг ванадия (V). Пластинку погружали в хроматографическую камеру, содержащую ПФ, так, чтобы стартовая линия оставалась выше уровня жидкости на 0,5см. Камеру герметично закрывали стеклянной пластинкой.

После перемещения ПФ на расстояние 10,0см от линии старта пластинку извлекали из камеры, высушивали при комнатной температуре и проявляли хроматограммы, опрыскивая слой с помощью пульверизатора 35-процентным раствором хлорида олова в 6,0М соляной кислоте, а затем насыщенным раствором роданида аммония. При этом зоны ионов ванадия окрашиваются в желто-зеленый цвет. Измерения значений R_f и площади зон ванадия (V) проводили сразу же после появления окрашенных пятен.

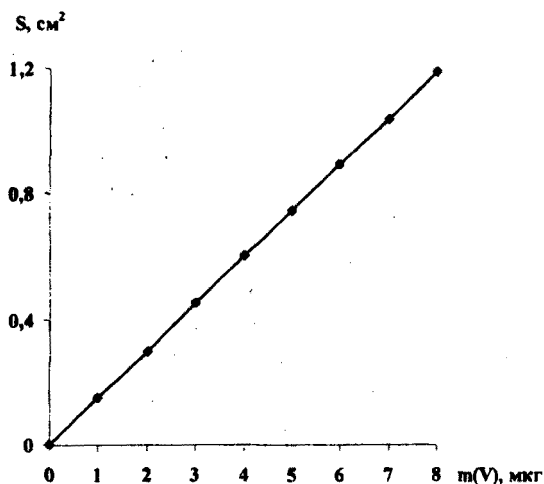
Результаты и их обсуждение. Предварительные опыты показали, что в смесях растворов щелочи (NH₄OH или KOH) и этанола ионы ванадия (V) на закрепленных аргиллизитовых слоях характеризуются низкими значениями R_f . В растворах соляной кислоты различных концентраций ванадий (V) хорошо перемещается по слою. В частности в интервале концентраций 0,05–6,0моль/л величины R_f и площади зон зависят от концентрации соляной кислоты. При использовании в качестве ПФ смеси HCl (0,1моль/л)–этанол с объемным отношением компонентов 9:1 пятна ванадия (V) имеют компактную, строго овальную форму, что дает возможность определить концентрацию ванадия (V) непосредственно на слое аргиллизита. Чем больше путь миграции ПФ, тем больше площадь пятен, однако значения R_f ионов ванадия (V) при этом остаются неизменными.

При количественной интерпретации ТСХ предполагается существование линейной зависимости между площадью пятен (S) и массой (m) определяющего вещества $S = Km$ [8]. По другим данным, пропорциональная зависимость площади пятен наблюдается от корня квадратного из массы вещества, т.е. $S = K\sqrt{m}$ [9]. Описана также линейная зависимость между логарифмом массы и корнем квадратным из площади пятна: $\lg m = K\sqrt{S}$ [10, 11].

Нами была изучена зависимость площади пятен ванадия (V) от его концентрации. Используются стандартные растворы (1,0–8,0мкг вана-

дия (V)/мл). По экспериментальным данным была построена градуировочная кривая (см. рис.).

Как видно из рисунка, в интервале концентраций 1,0–8,0 мкг/мл площадь пятна линейно зависит от концентрации ванадия (V).



Градуировочная кривая непосредственного ТСХ-определения микроколичеств ванадия (V).

площадь пятна линейно зависит от концентрации ванадия (V). Контрольные эксперименты по определению концентрации ванадия (V) показали, что погрешность определения не превышает 8–10% относительных. Такие результаты были получены как с использованием искусственных растворов, так и с применением метода добавок.

Таким образом, нами в качестве ПФ предложен определенный состав смеси соляная кислота (0,1 моль/л)–этанол (в объемном соотношении 9:1), при использовании которого

пятна ванадия (V) на закрепленных тонких слоях аргиллизита имеют компактную, строго овальную форму, что позволяет предложить новый метод определения микроколичеств ванадия (V) с удовлетворительной погрешностью.

Кафедра аналитической химии

Поступило 15.09.2003

ЛИТЕРАТУРА

1. Гайбакян Д.С., Бабаян Х.С., Григорян Ц.А. – Арм. хим. ж., 1970, т. 23, № 4, с. 333.
2. Гайбакян Д.С. – Арм. хим. ж., 1970, т. 23, № 1, с. 91.
3. Гайбакян Д.С. – Арм. хим. ж., 1970, т. 23, № 1, с. 93.
4. Гайбакян Д.С., Ружилю Я.К., Хамуй Д.И. IV Ogólnopolska konferencja chromatograficzna. Lublin (Polska). Wrzesen, 1989, p. 26.
5. Гайбакян Д.С., Мкртчян Г.М., Хамуй Д.И., Давтян М.У. – Заводская лаборатория, 1991, т. 57, № 2, с. 12.
6. Гайбакян Д.С., Мкртчян Г.М., Давтян М.У., Джапаридзе К.Д. – Арм. хим. ж., 1991, т. 44, № 6, с. 759.
7. Гайбакян Д.С., Мубаяджян К.М., Хачатрян А.Г. – Хим. ж. Армении, 1997, т. 50, № 3–4, с. 133.
8. Siechowski J. – Chem. Analyt. (Poland), 1964, v. 9, № 2, p. 391.
9. Shellard E., Alam U. – J. Chromatogr., 1968, v. 33, № 2, p. 347.
10. Purdy S., Truter E. – Analyst, 1962, v. 87, № 1039, p. 802.
11. Вильбок Х.О., Пылдме М.Э. – ЖАХ, 1972, т. 27, № 4, с. 783.

ՅԱՍԻՆ ՄԱԼԱ

ՎԱՆԱԴԻՈՒՄԻ ՄԻԿՐՈՔԱՆԱԿՆԵՐԻ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՆՐՔԱՇԵՐՏ
ՔՐՈՄԱՏՈԳՐԱՖԻԱՅԻ ԵՂԱՆԱԿՈՎ

Ամփոփում

Ուսումնասիրվել է բնական սորբենտ-իոնափոխանակիչ արգիլիզիտի բարակ շերտերի կիրառության հնարավորությունը լուծույթներում վանադիումի քանակական որոշման համար: Երբ որպես շարժուն ֆազ կիրառվում են աղաթթվի (0,1 մոլ/լ) և էթանոլի 9:1 ծավալային հարաբերությամբ խառնուրդները, վանադատ-իոնների բծերը լինում են կոմպակտ և խիստ օվալաձև: Դա թույլ է տալիս առաջարկել լուծույթներում վանադիումի միկրոքանակների որոշման մի նոր եղանակ, որի հարաբերական սխալը չի գերազանցում 8–10%-ը:

YASIN MALA

DETERMINATION OF VANADIUM MICRO-QUANTITIES USING
THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY METHOD

Summary

Possibility of using thin layers of natural sorbent ion-exchanger argyllizite for quantitative determination of vanadium in solutions has been studied. When using hydrochloric acid (0,1 mol/l)–ethanol 9:1 by volume mixtures as mobile phase the spots of vanadate-ions on the thin layer of the sorbent have compact strictly oval shape. This allows to suggest a new method for determination of micro-quantities of vanadium the relative error of which is not more than 8–10%.