

Forsøk på kromatografisk bestemmelse av (Ca,Mg)-karbonater.

Av

Audun Hjelle.

Med 3 tekstfigurer.

Abstract.

A brief description of a chromatographic method to determine the approximate Ca and Mg content of (Ca, Mg) carbonates is given.

Oppløsninger av Ca- og Mg-salter vil, ved tilsetning av egnede fargestoffer og senere adsorpsjon, f. eks. på porøst papir, gi adsorpsjonsfigurer hvor fargestoffets fordeling er mer eller mindre avhengig av Ca/Mg-forholdet i oppløsningen. Fig. 1 illustrerer dette. Her er brukt vandige oppløsninger av CaCl_2 og MgCl_2 tilsatt små mengder blått blekk. De fargete oppløsningene er adsorbent på «hvittbånd» filterpapir.

Ved oppløsning av (Ca, Mg)-karbonater i fortynnet HCl, tilsetning av fargestoff, og adsorpsjon på papir, vil man få lignende figurer. Sammenlignes disse med adsorpsjonsfigurer for oppløsninger med kjent Ca/Mg-forhold, kan man anslå de relative mengdene av Ca og Mg i de oppløste karbonatene.

Adsorpsjonen, og dermed også figurenes utseende, er særlig avhengig av 1) Mengde og kvalitet av tilsatt fargestoff. 2) Mengde adsorbent oppløsning. 3) Oppløsningens konsentrasjon og pH. 4) Det adsorberende materiale (papirtypen).

Disse faktorene må derfor være konstante for å få sammenlignbare figurer.

Ved sammenligningen bør man særlig iaktta størrelsen og fargetettheten hos adsorpsjonsfigurenes ringer, og skarpheten av den ytre randen.

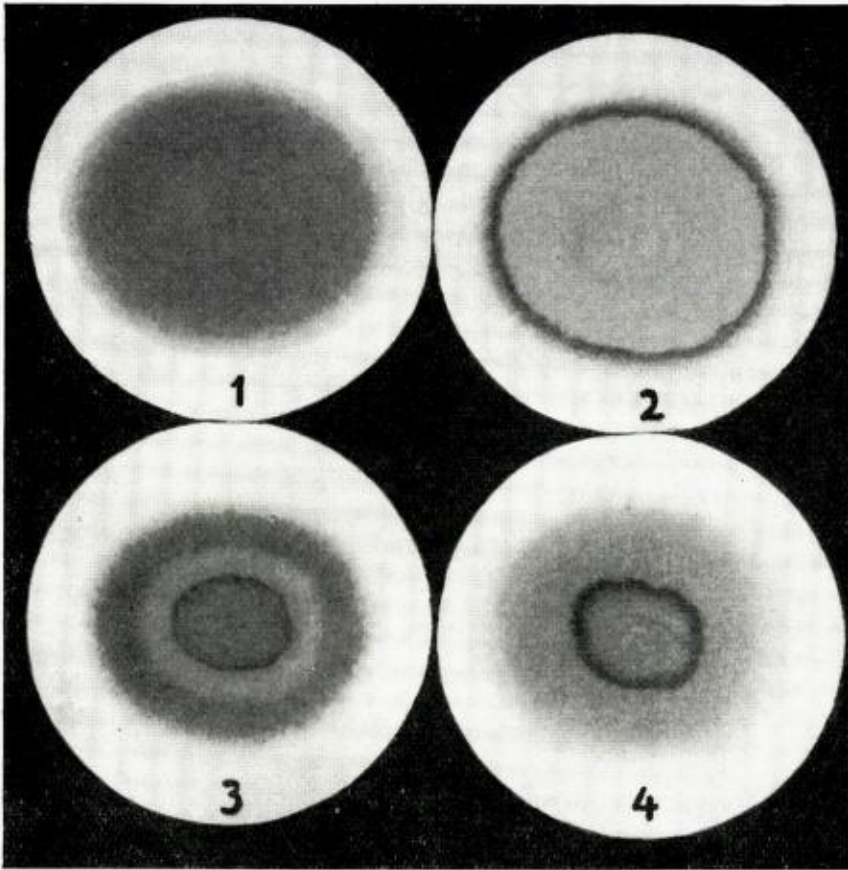


Fig. 1. Fargete oppløsninger på filtrerpapir.

1: Vann. 2, 3 og 4: Ca og Mg-karbonater løst i 10 % HCl.

Karbonatenes innhold av CaO og MgO:

2: 0 % CaO, 47,8 % MgO. 3: 13,0 % CaO, 36,5 % MgO.

4: 46,0 % CaO, 8,0 % MgO.

Colored solutions on filter paper.

1: Water. 2, 3 and 4: Ca and Mg carbonates dissolved in 10 % HCl.

CaO and MgO contents of the carbonates:

2: 0 % CaO, 47.8 % MgO. 3: 13.0 % CaO, 36.5 %.

4: 46.0 % CaO, 8.0 % MgO.

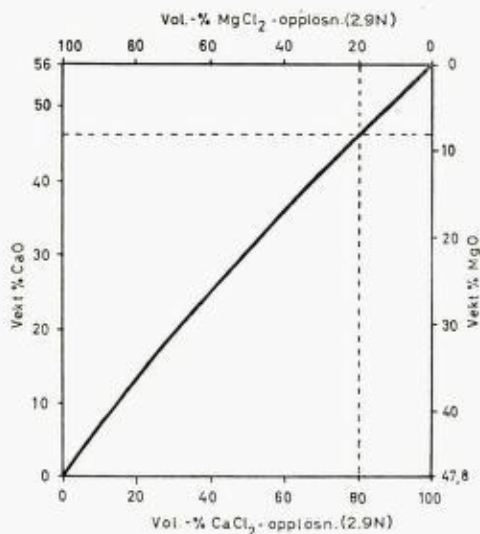


Fig. 2. X-aksen: Sammensetning av standardoppløsningene.
Y-aksen: Vekt % CaO og MgO i de tilsvarende karbonatene.
(Kloridoppløsningene er fremstilt fra karbonat + HCl.)

X axis: Composition of the standard solutions.

*Y axis: Weight per cent CaO and MgO in the corresponding carbonates.
(The chloride solutions are formed from carbonate + HCl.)*

Standardoppløsninger med CaCl_2 og MgCl_2 , og standardkromatogrammer, ble fremstilt som angitt nedenfor.

- 1) 10 % HCl (2.9N) ble tilsatt CaCO_3 hhv. MgCO_3 i overskudd og de resulterende CaCl_2 og MgCl_2 -oppløsningene blandet i forskjellige volumforhold.
- 2) Blandingene ble så tilsatt fargestoff, 4 volumdeler blekk til 10 volumdeler blanding.
- 3) 3 dråper fra hver av de fargete oppløsningene ble dryppet på filterpapir som tørket ved ca. 20°C .

Diagrammet i fig. 2 viser sammensetningen av standardoppløsningene som funksjon av vektprosent CaO og MgO i de tilsvarende karbonatene. 8 volumdeler CaCl_2 -oppløsning + 2 volumdeler MgCl_2 -oppløsning, gir således samme adsorpsjonsfigur som oppløsning fremstilt ved tilsetning av 10 % HCl til overskudd av kalkstein med sammensetning ca. 46 % CaO og ca. 8 % MgO. (Stiplete linjer.)

Ved forsøk med 10 ukjente oppløsninger sammensatt av CaCl_2 og MgCl_2 -oppløsninger i forskjellige volmforhold, og fremstilt fra rene Ca og Mg-karbonater, var maksimalt avvik mellom virkelig og antatt % CaO i karbonatene 10, gjennomsnittlig 2,5 %.

Lignende forsøk ble utført med 10 kalksteiner, kalkdolomitter og dolomitter fra Hecla Hoek-formasjonen, Vestspitsbergen. Maksimal forskjell mellom den antatte CaO % og analyseverdiene (titreranalyse), var 13,2, gjennomsnittlig 6,2 %. Prøvene er her regnet som rene (Ca, Mg)-karbonater. ($\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3 = 100\%$).

Ved forsøkene ble brukt både «hvittbånd» og «sortbånd» filterpapir.

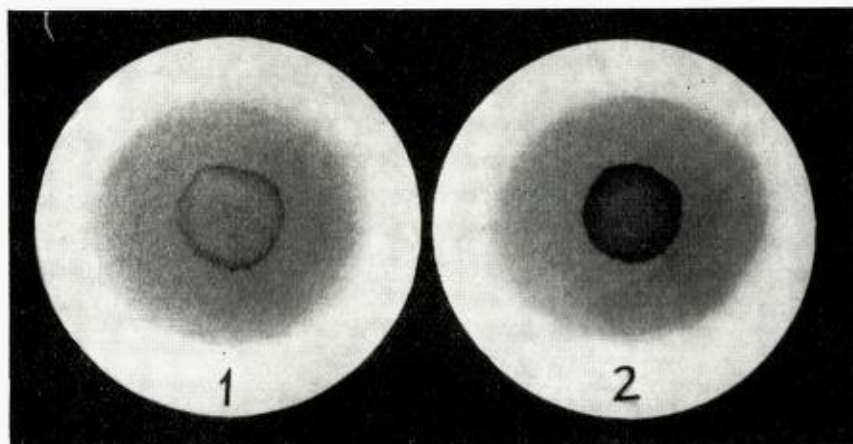


Fig. 3. 1: Eokambrisk dolomitt fra Koppang, Østerdalen. 30,4 % CaO, 22,4 % MgO.
2: Silurkalksten fra Skotselv, Buskerud. 55,7 % CaO, 0,1 % MgO.
($\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3 = 100\%$, uløst ikke medregnet).

- 1: Eocambrian dolomite from Koppang, Østerdalen. 30.4 % CaO, 22.4 % MgO.
2: Silurian limestone from Skotselv, Buskerud. 55.7 % CaO, 0.1 % MgO.
($\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3 = 100\%$, unsolved not counted.)

Fig. 3 viser kromatogrammer av eokambrisk dolomitt og silurkalksten.

Forsøkene viser at den beskrevne kromatografiske metoden kan brukes til grov-klassifisering av (Ca, Mg)-karbonater. Metoden er enkel og hurtig, men feilene blir i gjennomsnitt betydelig større enn for de vanlige gravimetriske og titrimetriske metodene.

Litteratur:

Holleman- Wiberg: Lehrbuch der anorganischen Chemie. Berlin 1960.