

## Ćwiczenie 13

### ROZDZIELANIE I OCZYSZCZANIE SUBSTANCJI. CHROMATOGRAFIA.

Cel ćwiczenia: Zastosowanie chromatografii bibułowej do rozdziału i identyfikacji jonów metali.

Zakres materiału: Podstawy chromatografii rozdzielczej. Reakcje charakterystyczne.

Literatura: „Preparatyka organiczna” pod redakcją B. Bochwica, rozdz. 2.5.4.; „Preparatyka organiczna” A. I. Vogel, rozdz. 2.31.; dowolny podręcznik analizy jakościowej.

#### Rozdział na drodze chromatograficznej jonów: $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$ oraz $\text{Fe}^{3+}$

Chromatografia obejmuje wiele technik i metod rozdziału, których wspólną cechą jest występowanie dwóch faz: stacjonarnej i ruchomej. Faza stacjonarna, którą może stanowić  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , bibuła (substancje o silnie rozwiniętej powierzchni), adsorbuje jony lub cząsteczki rozdzielanej substancji. Przez fazę stacjonarną przepływa w sposób ciągły faza ruchoma (eluent) wymywając składniki rozdzielanej substancji. Różne powinowactwo poszczególnych składników do fazy stacjonarnej sprawia, że wędrują one z różną szybkością wraz z przepływającym rozpuszczalnikiem, co prowadzi do rozdziału.

#### 1.1. Rozdział metodą wstępującą

Na pasek bibuły chromatograficznej o wymiarach dopasowanych do wielkości komory chromatograficznej (cylinder z korkiem) nanieść w odległości 5 cm od końca roztwór zawierający jony  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ . Roztwór nanosić kilkakrotnie przy użyciu kapilarki, susząc bibułę za każdym razem. Średnica plamki naniesionego roztworu nie powinna być większa od 5 mm. Ołówkiem zaznaczyć miejsce naniesienia roztworu. Do cylindra nalać eluentu, którym jest mieszanina acetonu, stężonego kwasu solnego i wody, do wysokości ok. 1,5 cm. Cylinder zamknąć korkiem z zawieszonym paskiem bibuły. Miejsce naniesienia rozdzielanej próbki powinno się znajdować nad powierzchnią eluentu. Rozwijanie chromatogramu zakończyć, gdy czoło

rozpuszczalnika zbliży się do miejsca zawieszenia bibuły. Wyjąć wówczas pasek bibuły z komory, szybko zaznaczyć ołówkiem czoło rozpuszczalnika i pasek wysuszyć. Następnie nasycić chromatogram parami amoniaku. W tym celu umieścić pod wyciągiem duży krystalizator. Do krystalizatora wstawić naczynko ze stężonym roztworem amoniaku i chromatogram. Całość przykryć szkiełkiem zegarkowym. Po kilku minutach wyjąć chromatogram z krystalizatora, spryskać roztworem dimetylogliksymu lub kwasu rubeanowodorowego i wysuszyć.

Można również wywołać chromatogram przy użyciu roztworu  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , nie wysycamy go wówczas parami amoniaku.

#### 1.2. Reakcje charakterystyczne

Oddzielnie dla każdego z wymienionych w tytule jonów przeprowadzić na bibule reakcje:

- a) z amoniakiem
- b) z amoniakiem i kwasem rubeanowodorowym
- c) z amoniakiem i dimetylogliksydem
- d) z roztworem  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .

*Sporządzona w ten sposób skala barw może być użyta do identyfikacji jonów na chromatogramie, po wywołaniu odpowiednim odczynnikiem.*

*Na chromatogramie otrzymanym metodą wstępującą zmierzyć w mm odległość czoła rozpuszczalnika (A) i środka plamy substancji (B) od punktu startowego. Wyznaczyć dla każdego jonu wartość współczynnika retencji  $R_f = B/A$ , który jest wielkością charakterystyczną dla danego związku chemicznego. Uszeregować jony według wzrastającej szybkości ich wędrowki. Zidentyfikować rozdzielone na chromatogramie jony.*