

Лабораторное занятие № 24.

Разделение железа (III) и меди (II) методом бумажной хроматографии

Цель работы: разделить и идентифицировать ионы железа и меди методом круговой бумажной хроматографии.

1. Сущность метода

Хроматография на бумаге – разновидность метода распределительной хроматографии. Носителем для неподвижного растворителя служит при этом фильтровальная бумага.

Анализ смеси веществ проводят по следующей схеме: на круглый обеззоленный фильтр в центр наносят каплю разделяемой смеси, фильтр подсушивают и помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой (ПФ). ПФ под действием капиллярных сил поднимается по «фитиллю», достигает стартового пятна с разделяемой смесью, вместе с ней перемещаются с различной скоростью определяемые вещества.

Анализируемый раствор наносят на стартовую линию с помощью стеклянного капилляра в объеме не более 5–10 мкл. Чем меньше площадь стартового пятна, тем менее размытой будет зона вещества после хроматографирования. Поэтому пробу наносят в одну и ту же точку в несколько приемов, каждый раз подсушивая пятно.

Зоны разделяемых веществ имеют вид концентрических колец, которые могут быть видимыми и невидимыми; в последнем случае хроматограмму проявляют – опрыскивают раствором специфического реагента.

Скорость перемещения компонентов определяется соответствующими коэффициентами распределения: чем меньше коэффициент распределения, тем быстрее вещество передвигается по сорбенту. В качестве характеристики удерживания используется величина R_f – подвижность, определяемая как отношение расстояния фронтов компонента и ПФ:

$$R_f = \frac{l}{L}$$

где l – расстояние, пройденное зоной компонента от старта пятна, см;
 L – расстояние, пройденное подвижной фазой.

Под фронтом растворителя понимают видимую границу распространения растворителя по бумаге.

Величина R_f каждого катиона не зависит от концентрации определяемого катиона, температуры, присутствия других катионов и природы аниона, с которым связан изучаемый катион, но зависит от состава и свойств используемой ПФ, а также сорта хроматографической бумаги. У катионов железа (III) и меди (II) значения R_f значительно отличаются по величине. Поэтому удастся их четкое разделение на бумаге.

2. Оборудование, реактивы

1. Стандартный раствор соли Fe^{3+} , 1 мг/см³
2. Стандартный раствор соли Cu^{2+} , 1 мг/см³
3. Раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 10% -ный
4. Подвижная фаза – смесь этанола с 5М HCl (9:1) по объему
5. Обеззоленная фильтровальная бумага «синяя лента»
6. Капилляры стеклянные
7. Хроматографическая камера

3. Выполнение анализа

1. На круглом обеззоленном фильтре «синяя лента» диаметром 12,5 см простым карандашом намечают контуры «фитиля» длиной 40 мм и шириной 4 мм (см. рис.1).

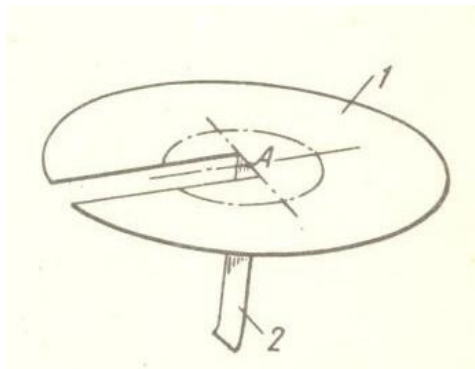


Рис.1. Круговая хроматограмма

1 – круглый фильтр; 2 – «фитиль», погружаемый в растворитель; А – место нанесения анализируемого раствора

2. На центр фильтра с помощью капилляра наносят каплю раствора разделяемой смеси. Раствор наносят в несколько приемов, чтобы впитывание происходило за счет капиллярных сил бумаги. Образовавшееся пятно осторожно обводят простым карандашом, т.е. фиксируют его положение на бумаге. Бумагу высушивают, вырезают «фитиль», как показано на схеме.

3. В хроматографическую камеру помещают кристаллизатор и тигель с 10 см³ подвижной фазы. Кислоту добавляют к органическому растворителю, чтобы предотвратить адсорбцию ионов бумагой. На кристаллизатор сверху помещают фильтр, следя за тем, чтобы «фитиль» был погружен в растворитель, и закрывают камеру крышкой. Во время разделения не рекомендуется открывать крышку камеры, перемещать камеру.

4. Когда произойдет размывание первичного пятна растворителем, и фронт ПФ пройдет заданное расстояние, бумагу вынимают, отмечают

карандашом границы фронта растворителя, высушивают в токе теплого воздуха и приступают к проявлению зон.

5. Для проявления зон локализации ионов Fe^{3+} и Cu^{2+} фильтр опрыскивают раствором $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В результате на хроматограмме проявляется синяя зона $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ и коричневая зона $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

6. Рассчитывают для обоих катионов значения R_f , считая началом их пути наружную границу первоначального пятна, отмеченную карандашом, а концом пути – наружные границы появившихся после проявления кольцевых зон локализации. Расстояние же, пройденное фронтом растворителя, мм, отсчитывают от центра хроматограммы (центра бумажного круга).

7. Рассчитывают коэффициент разделения R как отношение подвижностей R_f и оценивают степень разделения катионов.