

Тема: Хроматографія. Осадова хроматографія на папері. Тонкошарова хроматографія. Іонообмінна хроматографія.

Робота 1. Розділення і виявлення катіонів Hg^{2+} , Bi^{3+} , Ni^{2+} методом осадової хроматографії на папері.

Аналіз заснований на утворенні малорозчинних сполук при взаємодії досліджуваних іонів з осаджувачем – розчином тіосечовини.

Фільтрувальний папір марки «синя стрічка» просочують 5%-м розчином тіосечовини. Виймають з розчину, дають можливість стекти надлишку і висують на повітрі.

На приготований папір наносять капілярами по 1 краплі 0,1М стандартних розчинів Hg^{2+} , Bi^{3+} , Ni^{2+} .

Після вбирання розчинів хроматограму промивають дистильованою водою, торкаючись капіляром з водою до місця нанесення розчину, що хроматографують, підсушують на повітрі. Проявляють над парами концентрованого розчину амоніаку. Для виявлення Ni^{2+} хроматограму проявляють реактивом Чугасва. Пензликом, змоченим реактивом, проводять по хроматограмі від її центру до периферії. Периферична зона забарвлюється в червоний колір.

На хроматографічний папір наносять одну краплю суміші розчинів Hg^{2+} , Bi^{3+} , Ni^{2+} . Хроматограму підсушують, промивають дистильованою водою. При промиванні збільшується ширина кожної зони, і межі їх стають більш чіткими. Спостерігають утворення чорної зони в центрі хроматограми, характерної для Hg^{2+} , потім жовтої – характерної для сполук Bi^{3+} , і червоної зони (після прояву реактивом Чугасва) - Ni^{2+} .

Порівнюють хроматограми стандартних розчинів і досліджуваної суміші, роблять висновки про склад розчину, що аналізують.

Робота 2. Ідентифікація речовин за методом тонкошарової хроматографії.

1. Техніка виконання роботи способом висхідної хроматографії.

На лінію старту пластинки «Силуфол» наносять краплю розчину аналізованої речовини, поміщають в хроматографічну камеру, при досягненні фронтом розчинників лінії фінішу пластинку виймають з камери, підсушують. Проявляють УФ-променями.

2. Обчислення хроматографічних констант.

Визначають величину R_f .

$$L_1 = 5.1 \text{ см}$$

$$L_2 = 10.0 \text{ см}$$

$$R_f = ?$$

Робота 3. Визначення масової відсоткової частки калій (натрій) хлориду методом іонообмінної хроматографії.

1. Регенерація іонітів.

Рівняння реакцій, що лежать в основі регенерації іонітів:

НАВЕСТИ ВІДПОВІДНІ РІВНЯННЯ РЕАКЦІЙ

Для підготовки (регенерації) катіоніта (КУ-1) і аніоніта (АВ-17) через колонку пропускають по 25-30 см³ 2 М розчинів НСІ або NaOH відповідно із швидкістю 1 см³/хв.. Потім іоніт відмивають від надлишку кислоти або лугу дистильованою водою. Повноту відмивання перевіряють за універсальним індикатором. Для цього краплю розчину, що витікає з колонки поміщають на смужку індикаторного паперу. Забарвлення індикатора повинне співпадати із забарвленням, яке дає дистильована вода.

2. Техніка виконання кількісної іонообмінної хроматографії.

Рівняння реакцій, що лежать в основі визначення:

НАВЕСТИ ВІДПОВІДНІ РІВНЯННЯ РЕАКЦІЙ

Наважку досліджуваного препарату розчиняють в 15-20 см³ дистильованої води. Досліджуваний розчин вносять в підготовлену колонку і пропускають із швидкістю 1 см³/хв.; розчин, що витікає з колонки збирають в конічну колбу для титрування.

Після хроматографування досліджуваного розчину для відмивання кислоти або лугу, що виділився, крізь іоніт пропускають окремими порціями 60-80 см³ дистильованої води. Нову порцію (5-10 см³) додають після того, як рідина в колонці досягає 1-2 см над шаром іоніту. Повноту вимивання колонки перевіряють універсальним індикатором.

3. Розрахунок масової відсоткової частки визначуваної речовини.

Розчин кислоти або лугу, що виділився, титрують відповідно стандартними розчинами лугу або кислоти, відповідно рівнянням:

НАВЕСТИ ВІДПОВІДНІ РІВНЯННЯ РЕАКЦІЙ

Розраховують масову відсоткову частку речовин в препараті.

За молярною масою речовини еквівалента:

$$C = 0.1000 \text{ моль/дм}^3$$

$$V = 26.40 \text{ см}^3$$

$$E(\text{NaCl}) =$$

$$m_{\text{н}} = 0.2012 \text{ г}$$

$$w = ?$$

За молярною масою досліджуваної речовини:

$$C = 0.1000 \text{ моль/дм}^3$$

$$V = 26.40 \text{ см}^3$$

$$M(\text{NaCl}) =$$

$$s =$$

$$m_{\text{н}} = 0.2012 \text{ г}$$

$$w = ?$$

Згідно титру титранту за досліджуваною речовиною:

$T_{T/B} =$

$K =$

$V =$

$m_{н.} =$

$w = ?$