

# Rozdział metodą chromatografii bibułowej

## 1. Wykonanie ćwiczenia

### 1.1. Przygotowanie bibuły i nanoszenie substancji.

**UWAGA!** – do rozdziału używać bibuły typu *Whatman 1*.

Wyciąć bibułę wg załączonego wzoru oraz instrukcji prowadzącego ćwiczenie. Linie zaznaczamy tylko **ołówkiem !!!**. Linia końcowa - oddalona wg schematu - 10 cm od linii startowej – to granica, do której powinien dojść roztwór fazy rozwijającej.

Poszczególne końcówki bibuły zanurzyć jednokrotnie w odpowiednich roztworach :  $J^- / Br^- / SCN^-$  i badanej mieszaninie. Po zanurzeniu końcówek bibuły w roztworach - bibułę wysuszyć strumieniem ciepłego powietrza na specjalnie przygotowanym stanowisku.

### 1.2. Przygotowanie fazy rozwijającej.

Przygotować 40 cm<sup>3</sup> układu rozwijającego, który zapewni rozdział badanej mieszaniny według podanego schematu:

Butanol	:	Aceton	:	NH <sub>3</sub> aq.
3	:	13	:	4

### 1.3. Rozwijanie i wywoływanie chromatografu bibułowego.

Do komory chromatograficznej wlać 40 cm<sup>3</sup> mieszaniny rozwijającej. Zawiesić wysuszony chromatogram w komorze chromatograficznej tak aby dolna krawędź chromatogramu zanurzyła się w rozpuszczalniku na ok. 1 cm. Rozwijać chromatogram do czasu aż czoło rozpuszczalnika osiągnie górną poziomą linię.

Wyjąć chromatogram i wysuszyć nad strumieniem ciepłego powietrza. Spryskać chromatogram roztworem wywołującym (  $Fe^{3+} : H_2O_2 = 1 : 1$  ) ( 5 cm<sup>3</sup> + 5 cm<sup>3</sup> dopełnione do 50 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O ) i ponownie wysuszyć nad strumieniem ciepłego powietrza .Powstałe plamki obrysować ołówkiem i opisać.

### 1.4. Reakcje identyfikacji badanych anionów bez rozdziału.

**1.4.1.** Do dużej i wysokiej probówki wprowadzamy około 1 cm<sup>3</sup> mieszaniny do identyfikacji i rozcieńczamy wodą do 2-3 cm<sup>3</sup>- następnie zakwaszamy 2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Dodajemy 1 – 2 cm<sup>3</sup> chloroformu, a następnie dodajemy wodę chlorową, dokładnie wstrząsając ciecz po każdej porcji. W pierwszej chwili pojawi się w warstwie organicznej fioletowe zabarwienie charakterystyczne dla J<sub>2</sub> ( **jeśli jest w roztworze do identyfikacji !!!** ). Po dodaniu dalszych porcji wody chlorowej zabarwienie zanika:



Ciąg dalszy podpunktu ćw. – patrz druga strona !!!



Jeśli w badanej mieszaninie są obecne jony bromkowe, to po zniknięciu fioletowej barwy od  $J_2$ , pojawia się czerwono-brunatne zabarwienie  $Br_2$ , które przechodzi w końcu w żółte zabarwienie.

**UWAGA ! Zlewać próbki z chloroformem do specjalnie przygotowanego pojemnika !!!**

**1.4.3.** Do próbki wprowadzamy ok.  $1\text{ cm}^3$  badanej mieszaniny oraz ok.  $1\text{ cm}^3$  roztworu  $Fe^{3+}$ . Jeśli zabarwienie warstwy wodnej ma krwistoczerwony kolor świadczy to o obecności jonów  $SCN^-$ .

## 2. Opracowanie wyników

- Przedstawić zaobserwowane zjawiska w postaci odpowiednich reakcji chemicznych.
- Wyznaczyć wartość  $R_f$  analizowanej mieszaniny i wzorców.
- Podać skład analizowanej mieszaniny.
- Załączyć otrzymany chromatogram.
- Wykonać krótkie zestawienie wad i zalet wykrywania jonów w mieszaninie bez rozdzielu i po rozdzielu metodą chromatografii bibułowej.

## 3. Wnioski

## 4. Zakres materiału

- Chromatografia – podział, podstawy teoretyczne
- Chromatografia bibułowa
- Analiza anionów

## 5. Literatura

- G. Charlot *Chemia nieorganiczna* PWN W-wa 1976
- W. Aleksiejew *Analiza jakościowa* PWN W-wa 1968
- T. Lipiec *Teoria do ćwiczeń, Półmikroanaliza*
- J. Minczewski, Z. Marczenko *Chemia analityczna, t3*, PWN W-wa 1976

