**ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА**

РАЗДЕЛЕНИЕ И ОБНАРУЖЕНИЕ КАТИОНОВ МЕТОДОМ

ХРОМАТОГРАФИИ НА БУМАГЕ

*Актуальность.* Методы хроматографии широко применяются при исследовании подлинности и чистоты лекарственных препаратов, при анализе растительных и биологических объектов.

*Цель занятия.* Сформировать основы теоретических знаний и выработать практические навыки выполнения хроматографических методов анализа, уметь применять их для решения конкретных задач.

Практическая работа студентов на занятии

Студент получает у преподавателя контрольную задачу с одним из вариантов комбинации катионов и самостоятельно проводит разделение и обнаружение смеси катионов методом распределительной хроматографии на бумаге.

1. *Нанесение образца на полоску хроматографической бумаги*. На расстоянии 2 см от края бумажной полоски карандашом проводят стартовую линию и от стартовой линии на расстоянии 10 см проводят линию финиша. Из капилляра в центре линии наносят на середину стартовой линии каплю исследуемого раствора. Для этого капилляр прижимают к бумаге и следят за тем, чтобы капля не расплывалась. Диаметр пятна обычно составляет 2−3 мм. Пятно обводят карандашом и высушивают. Операцию повторяют 2−3 раза.

2. *Хроматографирование*. Полоску хроматографической бумаги с нанесённой каплей исследуемого раствора опускают в хроматографическую камеру, насыщенную парами растворителя (8% концентрированной HCl − 5% воды − 87% ацетона) так, чтобы её конец был погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. Следят за тем, чтобы в растворитель не погружалось пятно с пробой и бумажная полоска не касалась стенок хроматографичесой камеры. Время хроматографирования составляет обычно 1,5−2 часа. Процесс хроматографирования завершают, когда растворитель дойдет до линии финиша. Бумажную полоску вынимают из хроматографической камеры и высушивают. Зная табличные значения Rf (табл.) и расстояние, пройденное растворителем, вычисляют высоту подъёма зоны каждого катиона из предложенной комбинации и отмечают её на хроматограмме.

3. *Проявление хроматограммы*. Большинство катионов образуют невидимые зоны, поэтому хроматограмму проявляют действием определённых органических и неорганических регентов (табл. 12). Капилляром с реагентом для обнаружения катиона прикасаются к предполагаемой зоне нахождения катиона. Появление характерной окраски подтверждает наличие катиона в исследуемом растворе.

Таблица. Значения Rf и реагенты для обнаружения некоторых катионов на хроматограмме

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Катион | Rf | Реагент | Цвет зоны | li |
| Al3+ | 0,15 | Ализарин, пары аммиака | Розовый |  |
| Ni2+ | 0,13 | Диметилглиоксим, пары аммиака | Красный |  |
| Mn2+ | 0,25 | 2 М NaOH, бензидин1 | Синий |  |
| Co2+ | 0,54 | Роданид калия, насыщенный раствор2 | Синий |  |
| Cu2+ | 0,77 | Гексацианоферрат (II) калия | Буро-красный |  |
| Pb2+ | 0,70 | Йодид калия | Жёлтый |  |
| Zn2+ | 0,94 | Дитизон в хлороформе | Красный |  |
| Cd2+ | 1,0 | Сульфид натрия | Жёлтый |  |
| Fe3+ | 1,0 | Гексацианоферрат (II) калия | Синий |  |
| Bi3+ | 1,0 | Смесь 8-оксихинолина и йодида калия | Оранжевый |  |
| Cr3+ | 0,02 | 3% раствор перекиси водорода, бензидин3 | Синий |  |

1Соответствующий участок хроматограммы обрабатывают 2 М раствором NaOH, образующийся Mn(OH)2 быстро окисляется кислородом воздуха или H2O2 до MnO(OH)2. При действии на участок капли бензидина MnO(OH)2 окисляет его и пятно синеет.

2При проведении реакции следует учитывать, что комплекс [Co(SCN)4]2− неустойчив, поэтому рекомендуется вводить большой избыток роданид-ионов. Для этого на рассчитанный участок хроматограммы наносят одну каплю насыщенного раствора роданида аммония, несколько кристалликов твёрдой соли и одну каплю ацетона. Образуется пятно синего цвета.

3Для окисления хрома (III) в пробирке готовят окислительную смесь: к одной капле 2 М раствора NaOH прибавляют 1 каплю 3% раствора H2O2. Каплю смеси наносят на рассчитанный участок хроматограммы, прибавляют 1 каплю бензидина, пятно синеет.

По окончании работы студент сверяет свой ответ с ответом преподавателя и оформляет протокол.

Протокол №\_\_\_\_\_\_\_

Тема: \_\_\_\_\_\_\_\_\_

Результаты хроматографического анализа заносят в таблицу:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Катион | Rf | Реагент | Цвет зоны |
|  |  |  |  |

Вывод:

Анализ выполнил: (ФИО студента)

Анализ проверил: (подпись преподавателя).