

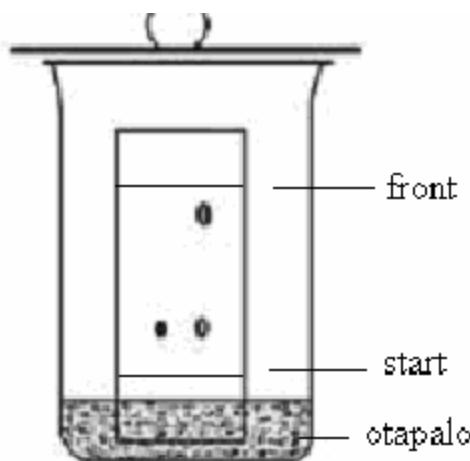
Vježba 10. Kromatografija

Uvod:

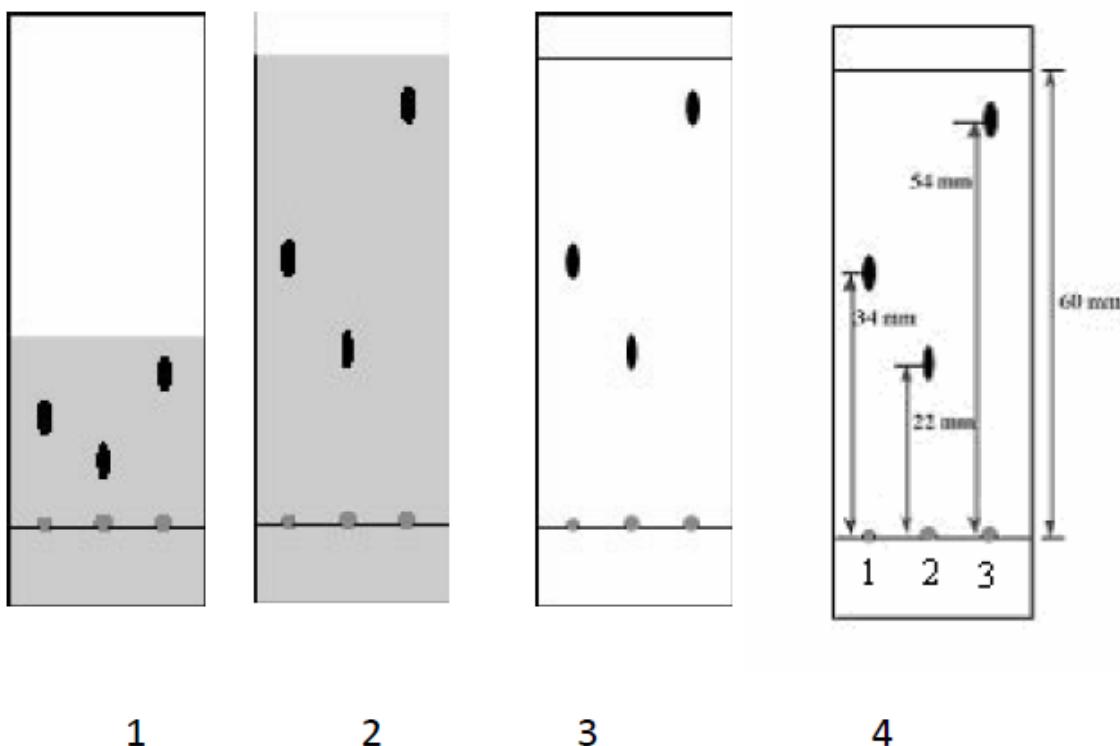
Kromatografija je postupak razdvajanja čistih tvari iz homogenih tekućih ili plinovitih smjesa. Metoda se zasniva na različitoj brzini putovanja iona ili molekula nošenih otapalom po nepokretnoj fazi.

Nepokretnu fazu nazivamo *stacionarna* faza, a najčešće je to neki čvrsti nosač velike površine (silikagel, kalcijev karbonat, papir za kromatografiju). Pokretnu fazu nazivamo *mobilna* faza, a to je otapalo ili češće smjesa otapala. Pojedini sastojci smjese, zbog različitih fizikalnih procesa, putuju različitom brzinom po nepokretnoj fazi i na taj način se odijele. Taj postupak naziva se razvijanje **kromatograma**. Različita brzina putovanja uzorka posljedica je različitog afiniteta pojedinih sastojaka uzorka prema stacionarnoj fazi. Naime, sastojak većeg afiniteta jače će prianjati uz stacionarnu fazu i time sporije prelaziti preko nje, dok će obrnuto vrijediti za sastojak manjeg afiniteta prema stacionarnoj fazi. Treba naglasiti da ukoliko želimo razdvojiti sastojke uzorka kromatografskom metodom svi sastojci uzorka moraju biti topljivi u mobilnoj fazi.

Kromatogram se razvija u zatvorenoj posudi tako da atmosfera uvijek bude zasićena parama otapala. Linija do koje je stiglo otapalo naziva se *front* otapala.



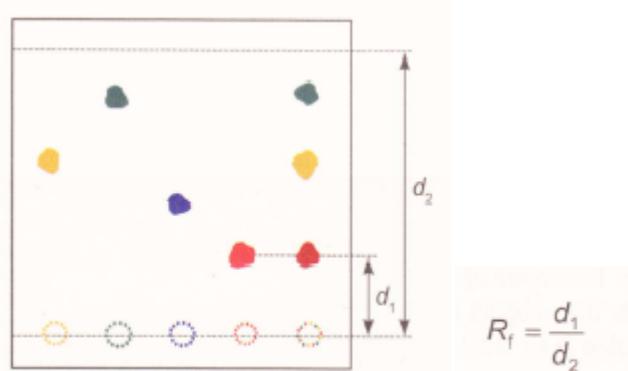
Slika 10.1. Aparatura za kromatografiju na stupcu



Slika 10.2 Razvijanje kromatograma

- 1 - pločica u početku razvijanja
- 2 - pločica nakon razvijanja
- 3 - pločica nakon razvijanja i sušenja
- 4 - određivanje R_f – vrijednosti

Radi li se o odjeljivanju smjese boja, položaj pojedinih sastojaka smjese odmah je vidljiv. U protivnom treba sastojke učiniti vidljivim prskanjem kromatograma odgovarajućim reagensom. Položaj zona na kromatogramu određen je R_f – vrijednošću za svaki sastojak. R_f vrijednost karakteristična je za pojedinu tvar u točno određenom kromatografskom sustavu.

Slika 10.3. Određivanje R_f vrijednosti

d_1 - udaljenost od startne linije do koje je stigla ispitivana tvar

d_2 - udaljenost od startne linije do koje je stiglo otapalo (fronta otapala)

Kromatografija se primjenjuje za razdvajanje malih količina uzoraka, kada su sastojci vrlo sličnih svojstava i kada su prisutni u malim koncentracijama. Razlikujemo:

1. Kromatografija na stupcu –nepokretna faza najčešće stupac kalcijeva karbonata
2. Kromatografija na papiru –nepokretna faza posebna vrsta filter papira
3. Kromatografija na tankom sloju- nepokretna faza sloj silikagela nanesen na staklenu ploču

Vježba: Kromatografija na stupcu

Zadatak: Kromatografijom na stupcu razdvoji smjesu olovovih(II) (Pb^{2+}) i kadmijevih (Cd^{2+}) iona. Izračunaj R_f vrijednosti za te ione.

Pribor i kemikalije: visoka čaša od 250 mL, Petrijeva zdjelica, kapilara, stalak s epruvetama, menzura od 50 mL, smjesa Pb^{2+} i Cd^{2+} iona, etanol, konc. klorovodična kiselina, otopina natrijevog sulfida (Na_2S)

Postupak: U čašu od 100 ml ulij 30 ml smjese otapala (27 mL etanola i 3 mL klorovodične kiseline). U jednoj epruveti priredi otopinu olovova(II) nitrata, a u drugoj otopinu kadmijeva nitrata. Na školsku kredu, na startnu liniju (1 cm od ruba), kapilarom nanesi 1-2 kapi otopine olovova(II)nitrata i otopine kadmijeva nitrata i pričekaj da se kapi osuše. Kredu postavi uspravno u čašu s otapalom pazeći da su naneseni uzorci iznad otapala. Čašu poklopi dijelom Petrijeve zdjelice pazeći da se kreda ne sruši. Nakon što se otapalo podigne skoro do vrha krede, kredu izvadi, označi frontu otapala i prelij otopinom natrijeva sulfida. Da se ustanovi koji od obojenih slojeva pripada olovovom(II) nitratu, a koji kadmijevom nitratu načini slijedeće pokuse u epruvetama:

a) U jednu epruvetu stavi malo olovovog(II) nitrata i nekoliko kapi otopine natrijeva sulfida, zabilježi boju taloga.

b) U drugu epruvetu stavi malo otopine kadmijevog nitrata i nekoliko kapi natrijevog sulfida, zabilježi boju taloga

Po boji taloga u epruvetama zaključi koji obojeni sloj na kredi pripada olovovim, a koji kadmijevim ionima.

Crtež aparature:

Zapažanja:

Račun R_f vrijednosti:

Zaključak: