

實驗一 濾紙色層分析法

一、目的

利用濾紙色層分析法分離 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 與 Ni^{2+} 。

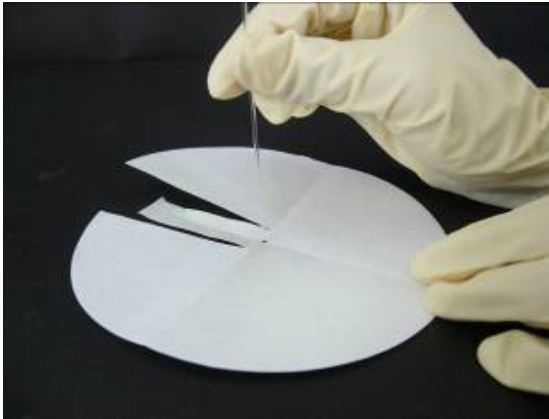


圖 1-1 毛細管的使用



圖 1-2 圓形濾紙層析



圖 1-3 長形濾紙層析

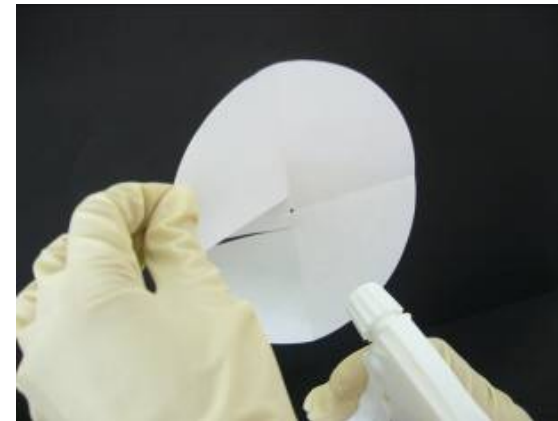


圖 1-4 使用 DMG 顯色

二、原理

A. 分離法(Separation method)

利用物理性質(Physical property)的不同以分離混合物的常用方法有：過濾法(filtration)、結晶法(crystallization)、蒸餾法(distillation)、萃取法(extraction)及色層分析(chromatography)等。

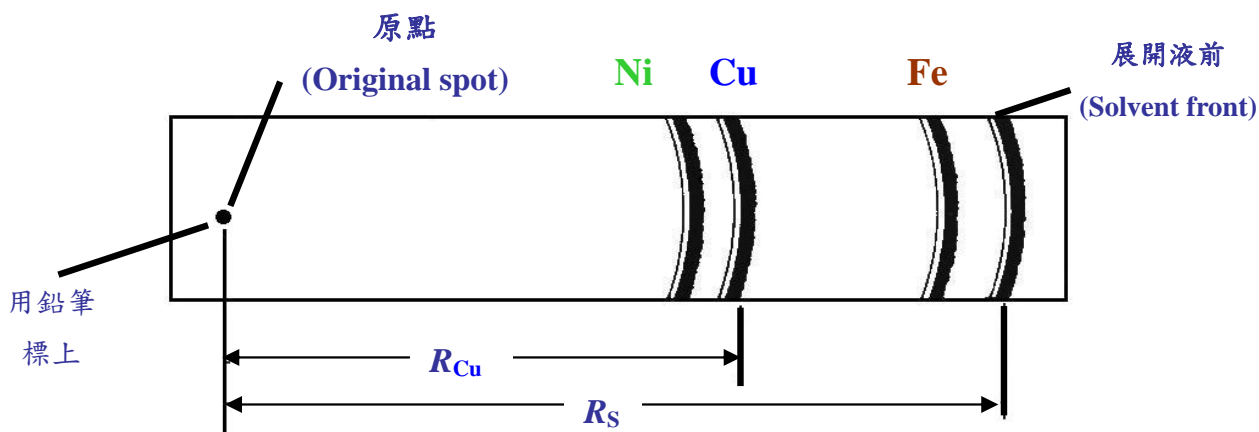
B. 色層分析法(Chromatography analysis)

色層分析法利用混合物(mixtures)在固定相(stationary phase)及移動相(mobile phase)中，因溶解度的不同(difference in solubility)有不同的分布(partition)，亦即為利用不同的親和力(affinity)來進行分離。固定相由面積大且不溶於水的粒狀吸附劑構成，例如：礬土(氧化鋁，Alumina, Al_2O_3)、矽酸(silica, SiO_2)、矽膠(silica gel, H_2SiO_4)、濾紙(纖維素，cellulose, $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)等。移動相有氣體：通常為氦氣(Helium gas)或液體展開劑(elution solvent)：通常為不同溶劑依極性需要而形成的混合試劑，用以將吸附於固定相的待分析溶質展開以分離之。色層分析法有氣相層析法(Gas chromatography, GC)，高效能液相層析法(High Performance Liquid Chromatography, HPLC)，管柱層析法(Column Chromatography)，薄層層析(Thin-Layer Chromatography, TLC)，濾紙色層分析(Paper Chromatography)等。

C. 濾紙色層分析法(Paper Chromatography)

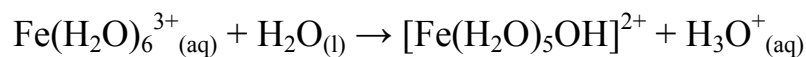
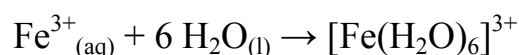
本實驗利用濾紙色層分析法分離 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 三種陽離子。以毛細管(capillary tube)分別將三種陽離子溶液滴於濾紙的固定點上，待其乾燥後，置入蒸氣達飽和的展開劑中，利用毛細現象及溶劑的展開作用，逐漸分離各個成分。在濾紙上混合物的滴定點為原點，展開液展開的最前端為液前，各成分在濾紙上展開的位置為色點。原點至色點中心的距離除以原點至液前的距離為該物質的 R_f 值。可利用 R_f 值做化合物種類的定性判斷。

$$R_f = \frac{\text{溶質移動的距離}}{\text{展開液移動的距離}} = \frac{\text{原點至色點中心的距離}}{\text{原點至液前的距離}} = \frac{d_M}{d_S} \leq 1$$

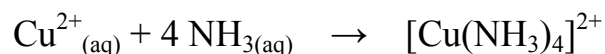


D. 色點之呈色

$\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$ 隨著展開液移動時，呈現銹色 (rust-color)，因此不需呈色劑即可標示出色點的位置。 $\text{Cu}^{2+}_{(\text{aq})}$ 雖是藍色但顏色很淡不容易偵測，所以與氨水作用形成四氨化銅的深藍色錯合物，再標示出比較明顯的藍色色點。 $\text{Ni}^{2+}_{(\text{aq})}$ 則與 DMG (dimethylglyoxime, 二甲基乙二醛肟) 形成草莓紅 (strawberry red) 的色點。

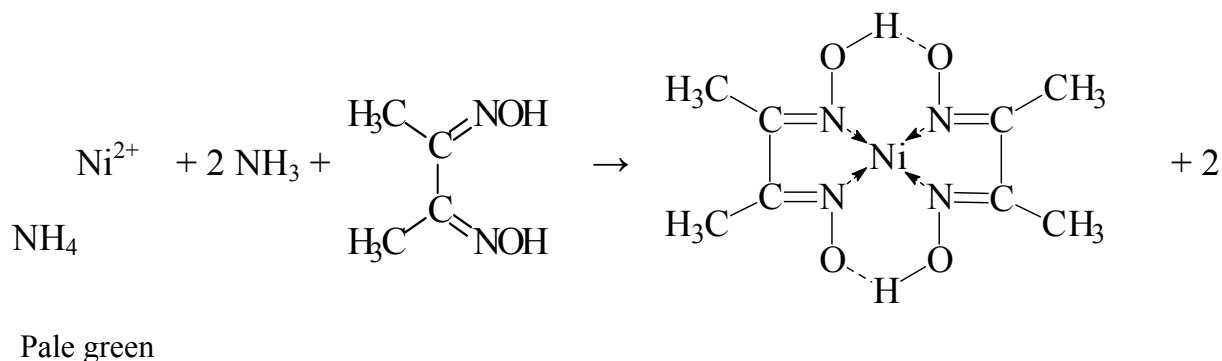


Rust colored



Pale blue

Deep blue



Pale green

Strawberry red

三、藥品(藥品皆已配製，直接取藥即可)

1. 0.5 M 硝酸鐵(Iron(III) nitrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(\text{aq})}$)：1.2 克溶於少量水，稀釋至 10 mL 體積量瓶標線。
2. 0.5 M 硝酸銅(Copper(II) nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}_{(\text{aq})}$)：0.94 克溶於少量水，稀釋至 10 mL 體積量瓶標線。
3. 0.5 M 硝酸鎳(Nickel(II) nitrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}_{(\text{aq})}$)：0.91 克溶於少量水，稀釋至 10 mL 體積量瓶標線。
4. 丙酮(Acetone, $\text{CH}_3\text{COCH}_3_{(\text{l})}$)：取用 22.5 mL/每次 $\times 2$ 。
5. 6 M 鹽酸(Hydrochloric acid, $\text{HCl}_{(\text{aq})}$)：取 8.3 mL 濃鹽酸加入水中稀釋至 100 mL 體積量瓶標線，取 2.5 mL/每次 $\times 2$ 。
6. 13 M 濃氨水(Ammonia aqua, $\text{NH}_3_{(\text{aq})}$)。
7. 1% 二甲基乙二醛肟(Dimethylglyoxime, DMG, $\text{CH}_3\text{C}(\text{NOH})\text{C}(\text{NOH})\text{CH}_3$)
取 0.5 克溶於 49.5 mL 95% 的酒精。

四、器材

A. 抽屜拿出：

1. 量筒：10 mL，100 mL
2. 錶玻璃

B. 助教發配，實驗後歸還：

1. 培養皿
2. 迴紋針
3. 軟木塞×2
4. 剪刀
5. 錐形瓶：500 mL

C. 其他器材：

1. 長條濾紙：2 cm × 15 cm
2. 圓形濾紙：直徑 12.5 cm
3. 毛細管
4. 尺
5. 鉛筆
6. 噴霧器

五、步驟

A. 圓形濾紙色層分析

1. 以量筒取丙酮 22.5 mL 和 6 M 鹽酸 2.5 mL 共 25 mL 的展開液(90 % Acetone + 10 % 6 M HCl_(aq))，放入培養皿中。
2. 培養皿蓋上錶玻璃，使蒸氣達飽和。
3. 12.5 cm 的圓形濾紙輕輕對折兩次後，攤開用鉛筆點出中心點。
4. 中心點旁左右各 0.5 cm 寬至濾紙的圓弧各剪一刀，形成長度與半徑相同的一長條。
5. 將此長條剪掉三分之一的長度，剩餘附著在濾紙上的三分之二長度用以當毛細作用的吸液芯。
6. 用毛細管將 Fe³⁺ 點一滴於原點上，乾了之後再點一滴 Cu²⁺，乾了之後再點一滴 Ni²⁺，待乾。(三種待分離離子務必點於同一點上)
7. 將濾紙平放於培養皿上，長條吸液芯接觸到液面，蓋上錶玻璃，直到展開液擴散到濾紙 80 % 面積。
8. 拿出濾紙，用鉛筆標示出液前標線，及銹色鐵離子的色點。
9. 將濾紙拿至抽風櫥(hood)中，放於裝有濃氨水的燒杯上薰一分鐘，迅速標示出 Cu(NH₃)⁴⁺ 藍色色點位置。
10. 噴霧器中裝有 1 % 的 DMG_(ethanol)，噴一下濾紙，用鉛筆標示出 Ni²⁺ 與 DMG 所形成草莓紅色點。
11. 量測 R_s 值，分別量 R_{Fe³⁺}、R_{Cu²⁺}、R_{Ni²⁺} 值，再分別計量出各個離子的 R_f 值。

B. 長條濾紙色層分析

1. 500 mL 錐形瓶裝入 25 mL 展開液(90 % acetone + 10 % 6 M HCl) ，蓋上軟木塞使蒸氣達飽和。
2. 2 × 15 cm 長條濾紙離底端 2 cm 的中心處標示出原點。
3. 依 A 部分所述步驟分別以毛細管點上 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 。
4. 用迴紋針固定於軟木塞上，夾住長條濾紙，將軟木塞塞住錐形瓶瓶口，濾紙底端原點以下需接觸到展開液但不可接觸到錐形瓶底部。
5. 再依 A 部分之步驟 7~11 進行，分別算出 R_f 值。

六、數據與結果：

Part A：圓形濾紙色層分析法

分離的陽離子	Fe ³⁺	Cu ²⁺	Ni ²⁺
離子溶液的顏色			
色點的顏色			
色點至原點的距離 (R _M)	_____cm	_____cm	_____cm
液前至原點的距離 (R _S)	_____cm	_____cm	_____cm
R _f 計算列式 = R _M / R _S	(算式) = _____ = _____	(算式) = _____ = _____	(算式) = _____ = _____
R _f 值			

圓形濾紙層析圖貼圖區：

貼圖區

Part B：長條濾紙色層分析法

分離的陽離子	Fe ³⁺	Cu ²⁺	Ni ²⁺
離子溶液的顏色			
色點的顏色			
色點至原點的距離 (R _M)	_____cm	_____cm	_____cm
液前至原點的距離 (R _S)	_____cm	_____cm	_____cm
R _f 計算列式=	(算式)	(算式)	(算式)
R _M / R _S	= _____ = _____	= _____ = _____	= _____ = _____
R _f 值			

長條濾紙層析圖貼圖區：

貼
圖
區

七、問題與討論:

1. 敘述下列五種分離方法及分離原理：

過濾法：

方法----

原理----

結晶法：

方法----

原理----

蒸餾法：

方法----

原理----

萃取法：

方法----

原理----

色層分析法：

方法----

原理----

八、實驗心得與討論：

誤差討論：

心得：