

濾紙層析

目的 學習色層分析的基本原理。利用溶劑對不同物質有不同的溶解度、吸附力，藉此分離和鑑定混合物的成分。

原理 在各種色層分析實驗，一相保持不動，謂之靜相（stationary phase）；另一相則連續移動而通過該靜相，謂之動相（展開相 mobile phase）。在色層分析中，固體吸附劑（solid adsorbing substances）的主要功能是用來支持靜相，需有一個較大的表面積，可以是一張濾紙、一薄層矽膠鍍在一片玻璃板上或極細的固體填裝於玻璃管、金屬管中，而以液體或氣體作為動相使混合物移動，利用各種溶質的吸附性不同、分配係數之差、或溫度等因素影響加以分離。

至於濾紙色層分析，則是將試液滴在濾紙上的原點作為靜相，溶劑作為動相的層析術。將混合物滴於濾紙的下端，垂直浸入溶劑（勿超過原點線），溶劑因毛細現象而向上端移動。因為濾紙對溶質的吸附力不同，其移動擴散速度也就不同，所以移動擴散若干時間後，就可觀察到各種溶質在濾紙上集中的位置也不同。總之，溶質藉含於濾紙的液相與展開溶劑二者的分配係數之差而被分離，然後將濾紙吹乾，噴以顯色劑使其著色，再根據 R_f 值加以鑑定混合物的成分。 R_f 值愈大，溶質的移動擴散速度也愈大。

$$R_f = \frac{\text{由原點線至色析帶垂直中分線的距離}}{\text{由原點線至溶劑前緣的距離}}$$

器材 長方形濾紙（長 14 cm、寬 8 cm），圓形的濾紙，毛細管（兩端不封口），400mL 燒杯，50mL 量筒，錶玻璃，釘書機，釘書針，吹風機

藥品 0.1M 硝酸銀 AgNO_3 ，0.1M 硝酸亞鈷 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ ，0.1M 硝酸銅 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ，0.1M 硝酸鐵 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ，未知混合溶液
 展開劑（eluting solution）：3M HCl：絕對酒精 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ （乙醇）：正丁醇 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$ = 1：7：2
 顯色劑（staining reagent）：15M 氫氧化銨 $\text{NH}_3(\text{aq})$ ，硫化銨 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

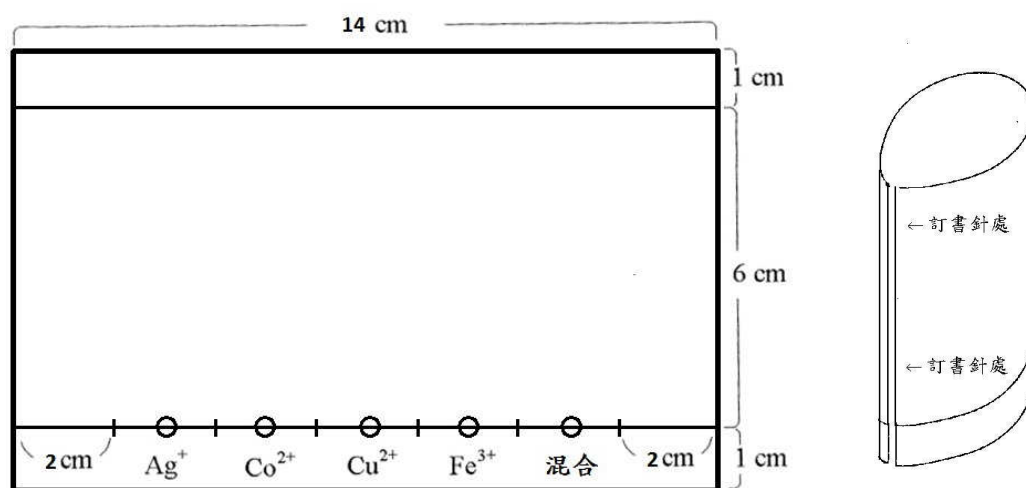
注意事項：

1. 各實驗桌公用的藥品勿污染，且專用的毛細管勿混淆。
2. 滴到濾紙上的圓點，直徑不可超過 0.5 至 0.8 cm。
3. 展開過程中不可搖動燒杯也不可打開錶玻璃。

實驗步驟

A. 濾紙色層分析

1. 在距離濾紙頂端約 1 公分處用鉛筆輕畫一直線，在距離濾紙底部約 1 公分處用鉛筆輕畫一直線（即原點線），在距離邊緣 2 公分處用鉛筆於原點線上作一記號，然後每隔 2 公分畫一小垂直線作記號（共 6 個記號）。於兩個記號中間畫一直徑約 0.5cm 的圓圈，並於原點線下方用鉛筆寫妥各個金屬離子 Ag^+ 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、混合的名稱。如圖 3.1 所示。



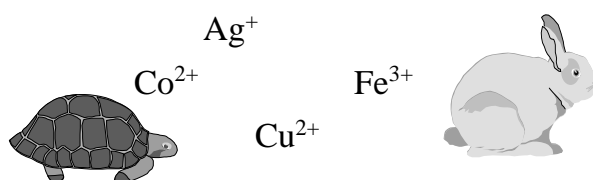
圖一 濾紙的標記與捲成圓筒狀

2. 用量筒取展開劑（鹽酸、乙醇、丁醇的混合溶劑）12mL，倒入 400mL 的燒杯中，以錶玻璃覆蓋之，使杯內充滿展開劑的飽和蒸氣以得到較佳的色層分離效果。（請比一比濾紙上的原點線高度是否高於展開劑的液面；若否，可用滴管吸出一些展開劑。）
3. 將毛細管微浸入金屬離子溶液中（不同溶液用不同的毛細管），將毛細管垂直快速地接觸濾紙上的原點，用吹風機吹乾濾紙，在每一原點上重覆上述動作。（各個金屬離子，重覆點滴 2 次，而已知、未知混合物因濃度較稀，則重覆點滴 3 ~ 4 次；每種溶液必須點滴在同一原點，每次點滴之前要確定濾紙是乾的。）
4. 將濾紙捲成圓筒狀，並在側邊留微小空隙（如圖一所示），以避免濾紙重疊接觸，在上下端各釘一釘書針固定濾紙。（釘書針的針背朝外，以利拆卸。）注意：請保持濾紙平直且兩邊對齊。

- 將圓筒狀濾紙垂直豎立於燒杯內（濾紙不可接觸燒杯壁），濾紙下方浸於展開劑中，再用錶玻璃覆蓋住燒杯口，燒杯上方或下方可以打光，以利觀察。上述的展開劑藉毛細現象而緩緩上升，而各陽離子會因溶解度、吸附力和揮發性等物理性質的不同，而有不同的擴散速率。（等待溶劑上升的時候，可先作 B 部分及實驗 2 後續稱重部分。）
- 當溶劑前緣到達濾紙頂端的直線記號時，迅速用夾子將圓筒狀濾紙取出，取下釘書針，吹乾濾紙。然後觀察濾紙表面有無任何顏色痕跡。若有，就用鉛筆描出其形狀。
- 到通風櫃裡，把濾紙放在顯色劑氫氧化銨的瓶口後方，移動濾紙，使氫氧化銨能薰滿整張濾紙，然後觀察濾紙表面有無任何顏色痕跡。若有，就用鉛筆描出其形狀。
- 到通風櫃裡，把濾紙放在顯色劑硫化銨的瓶口後方，移動濾紙，使硫化銨能薰滿整張濾紙，然後觀察濾紙表面有無任何顏色痕跡。若有，就用鉛筆描出其形狀。（薰完硫化銨，所有離子應能全部顯色。）
- 找出點狀物痕跡的中心點，測量中心點至原點線的距離（D），測量溶劑前緣至原點線的距離（L）。記錄至小數點下二位。
- 計算各離子的 R_f 值。一化合物的 R_f 值為這化合物與所用溶劑的特性。因此，已知某物質的 R_f 值時，可根據這 R_f 值及顏色判斷這物質。
- 實驗結束後，展開劑倒入專用的廢液桶中。

B. 測試顯色劑對不同金屬陽離子的顏色反應

- 取一乾淨的圓形濾紙，剪開成兩半，測試顯色劑對不同金屬陽離子的影響。在兩個半圓形濾紙靠外側處，用鉛筆畫 4 個直徑約 0.5cm 的圓圈並寫妥各種已知金屬離子的名稱，將每一金屬陽離子溶液用毛細管點成直徑 0.3 至 0.5 cm 的小點於濾紙上，吹乾，並記下名稱與顏色。
- 到通風櫃裡，將一半濾紙置於裝 15M 的氫氧化銨瓶口後，因氫氧化銨會和某些陽離子作用而產生有色物質。觀察濾紙上的顏色並記錄下來。
- 到通風櫃裡，再將另一半濾紙，置於裝硫化銨的瓶口後方，因硫化銨的蒸氣含有硫化氫會和金屬陽離子反應生成有色的硫化物。觀察濾紙上的顏色並記錄下來。
- 將完成實驗之長方形濾紙與兩張半圓形濾紙一起拍照並上傳。



濾紙層析

實驗報告應全組共同討論一起完成並簽名表示負責

組別: _____ 組員簽名: _____

結果 (網底的空格為觀察或記錄之數據, 其餘則填入計算數據)

A. 濾紙色層分析 (注意有效位數, 小數點後取兩位)

1. 各別金屬離子的分析	Ag ⁺	Co ²⁺	Cu ²⁺	Fe ³⁺
由原點線至色析帶中心點距離(D) cm				
由原點線至溶劑前緣距離(L) cm				
R _f 值 = D/L				

2. 已知混合物	Ag ⁺	Co ²⁺	Cu ²⁺	Fe ³⁺
由原點線至色析帶中心點距離(D) cm				
由原點線至溶劑前緣距離(L) cm				
R _f 值 = D/L				

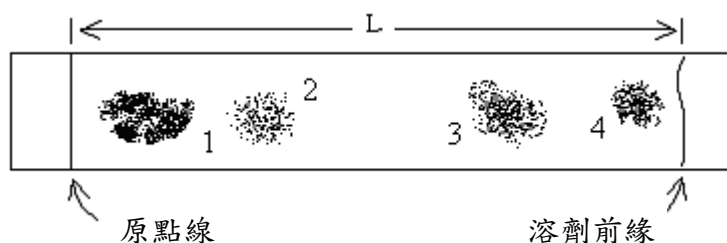
B. 測試顯色劑對不同金屬陽離子的顏色反應

(觀察並記錄半圓形濾紙上的顏色)	Ag ⁺	Co ²⁺	Cu ²⁺	Fe ³⁺
乾燥後				
單獨薰過 氫氧化銨 後				
單獨薰過 硫化銨 後				

問題

1. 請問濾紙色層分析法有何優、缺點?

2. 一學生色層分析一混合物，經合適的展開劑和顯色劑得到斑點，觀察到如下的結果：請在圖上標出 L 值及各斑點的 D 值數據，並計算出所有斑點的 R_f 值？
(注意：此圖已經打橫，L 值皆相同)



編號	1	2	3	4
由原點線至色析帶中心點距離(D) cm				
由原點線至溶劑前緣距離(L) cm				
R_f 值 = D/L				

3. 請上網搜尋並解釋為什麼過渡金屬陽離子大都具有特殊的顏色?

4. 在本實驗中 5 微升($1\mu\text{L} = 10^{-6}\text{L}$)溶液約可產生一個直徑 0.5 公分的斑點，如果硝酸銅溶液濃度為 $6.5\text{ g Cu}^{2+}/\text{L}$ ，試問每一斑點中含銅離子若干微克？

