

1. REAGENTES:

Fases móveis: - ácido clorídrico 9M (100 mL); - ácido clorídrico 5M (50 mL); - ácido clorídrico 1M (50 mL).

Reagentes de identificação: - dimetilglioxima 1% (m/v) em etanol (10 mL); - tiocianato de amônio 10% (m/v) em acetona (10 mL).

Fase estacionária - resina de troca aniônica forte. Suspensão preparada em água.

Amostra - 2 mL de uma solução contendo cloreto férrico (1% m/v em relação ao cátion), cloreto de cobalto (3% m/v em relação ao cátion) e cloreto de níquel (2% m/v em relação ao cátion) em **ácido clorídrico 12M**.

2. EMPACOTAMENTO DA COLUNA:

1. Colocar cerca de 5 mL de H₂O em uma coluna de vidro provida de torneira.
2. Com auxílio de uma vareta de vidro, introduzir uma porção de lã de vidro no interior da coluna até a sua extremidade inferior.
3. Preparar a coluna adicionando a suspensão de resina em água até atingir a altura de 18 ± 1 cm.
4. Colocar uma porção de lã de vidro no topo da coluna para evitar que a adição de fase móvel perturbe a superfície.

Obs.: Nunca deixar o nível da fase móvel ficar abaixo do nível do recheio. Isto provocará a formação de bolhas de ar que caminharão pela coluna prejudicando o empacotamento.

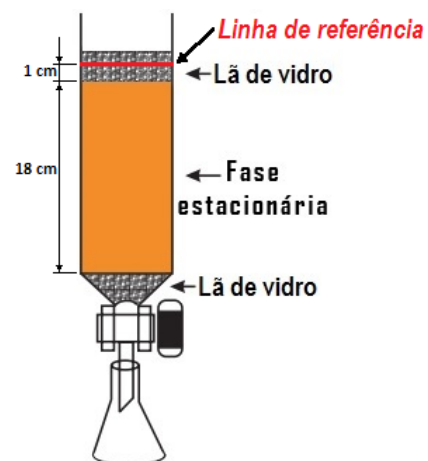
3. CONDICIONAMENTO DA COLUNA:

1. Eluir 20 mL de HCl 9M pela coluna com a vazão ajustada em aproximadamente 50 gotas/min.

Obs.: Nesta etapa observa-se um escurecimento da coluna. O processo deve continuar até toda coluna ficar escura.

4. APLICAÇÃO DA AMOSTRA:

1. Utilizando uma caneta de tinta permanente, fazer uma linha de referência a 1 cm acima do recheio de resina de acordo com a figura ao lado.
2. Ajuste o aperto das porcas e selos da torneira da coluna para que não haja vazamentos ao fechar a torneira.
3. Ajustar o nível da fase móvel no mesmo nível da linha de referência, abrindo e fechando a torneira da coluna. Daqui para frente, O NÍVEL DA FASE MÓVEL NUNCA DEVERÁ FICAR ABAIXO DA LINHA DE REFERÊNCIA, pois será necessária uma nova preparação da coluna acaso haja a introdução de bolhas de ar em seu recheio.
4. Aplicar, “aos poucos”, cerca de 2 mL da amostra utilizando uma pipeta Pasteur. Deve-se ir abrindo e fechando a torneira da coluna para evitar que amostra se espalhe demais. Tentem não ultrapassar a altura de 1,0cm acima da linha de referência.

**5. ELUIÇÃO:**

1. Ajustar o nível da fase móvel ao mesmo nível da linha de referência e encaixar na extremidade inferior da coluna o primeiro tubo para coleta do eluente. Daqui para frente, deve-se cuidar para que todo o processo de eluição ocorra numa vazão de aproximadamente 50 gotas/min ou abaixo disso.
2. Adicionar, “aos poucos”, 5 mL de HCl 9M, lavando as paredes da coluna para remover todas as “gotas” da amostra. Novamente, deve-se ir abrindo e fechando a torneira da coluna para evitar que a amostra se “espalhe” demais, pois isto irá prejudicar a separação dos cátions. Assim, enquanto a fase móvel adicionada estiver ficando “colorida”, tentem não deixar a altura da fase móvel ultrapassar 1,0 cm acima da linha de referência.
3. Continuar o processo de eluição com mais duas porções de 5 mL do ácido clorídrico 9M, coletando cada uma delas em um novo tubo. Se a fase móvel adicionada não estiver ficando colorida é sinal que toda a amostra foi introduzida na fase estacionária. Neste caso, pode-se adicionar o volume total de cada porção do ácido de uma só vez.
4. Repetir a etapa anterior com 4 porções de 5 mL de HCl 5M e com mais 5 porções de 5 mL de HCl 1M.
5. Quando a última porção de 5 mL de HCl 1M atingir a lã de vidro do topo da coluna, lave a resina com 20 mL de água.

6. IDENTIFICAÇÃO DOS CÁTIOS:

1. Coloque, sequencialmente, duas gotas de cada uma das porções do eluído nas cavidades da placa de toque.
2. Alcalinize cada uma das porções na placa de toque adicionando 5 gotas de amônia concentrada em cada cavidade.
3. Junte então duas gotas de dimetilglioxima 1% m/v alcoólica. Um precipitado vermelho brilhante indica a presença de níquel.
4. Lave e seque a placa de toque, e coloque nela novamente duas gotas de cada eluído;
5. Junte duas gotas de solução a 10% m/v de NH₄SCN em acetona. O surgimento de coloração azul, devido a formação de íons Co(SCN)₄²⁻, indica a presença de íons Co²⁺. O aparecimento de uma mancha vermelho-sanguíneo, devido a formação de íon Fe(SCN)₆³⁻, indica a presença do íon Fe³⁺.