

Trennung von Kupfer, Nickel, Cobalt, Eisen, Mangan und Zink durch Papierchromatographie

Aufgabe:

Bestimmen Sie durch papierchromatographische Trennung die Kationen in einer Analysenlösung.

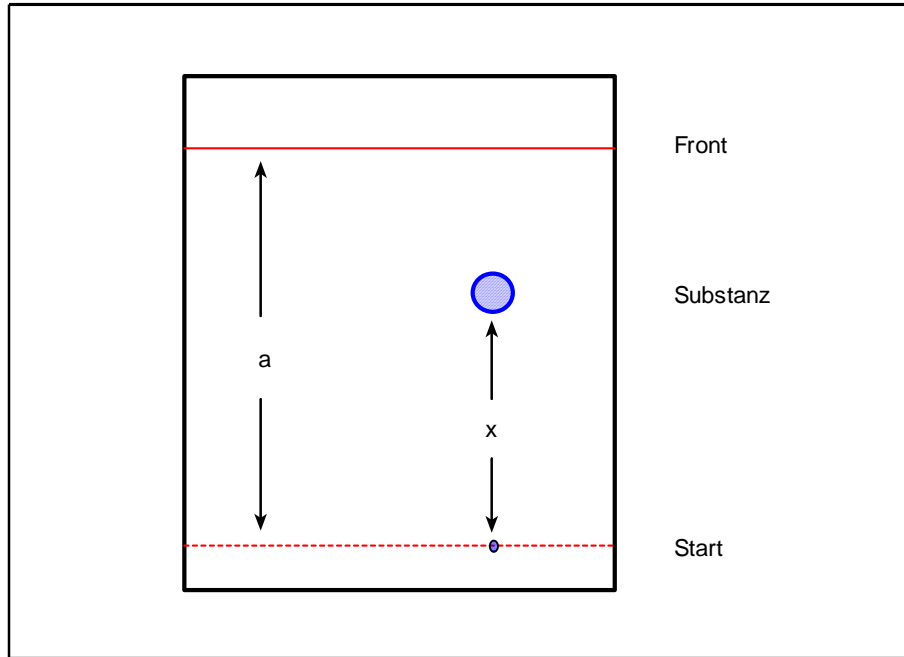
Einführung:

Ein nur schwer trennbares homogenes Stoffgemisch kann in vielen Fällen leicht chromatographisch getrennt werden. Die papierchromatographische Methode zeichnet sich durch ihre Einfachheit, Schnelligkeit und Empfindlichkeit aus. Das Verfahren erfordert nur sehr geringe Substanzmengen.

Die Substanz wird in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst. Einen Tropfen hiervon trägt man auf Chromatographie-Papier auf und entfernt durch Trocknen mit einem Fön überschüssiges Lösungsmittel. Das Ende des Papierstreifens wird so in das Laufmittel getaucht, dass sich die aufgetragene Substanz 0,5 cm oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche befindet. Durch die Kapillaren des Papiers wird das Laufmittel angesaugt. Es wandert über die Analysesubstanz hinweg und nimmt die einzelnen Komponenten entsprechend ihrer unterschiedlichen Löslichkeit verschieden weit mit. In Abhängigkeit von der Laufmittelgeschwindigkeit wird der Vorgang im geeigneten Augenblick unterbrochen und das Chromatogramm getrocknet. Um die getrennten Stoffe sichtbar zu machen, sprüht man Nachweisreagenzien auf. Zwischen dem Startpunkt und der Laufmittelfront tritt eine Anzahl voneinander getrennter Zonen auf. Jede Zone enthält eine Komponente der Analysesubstanz. In der Praxis lässt man meist neben der Analysenlösung eine bekannte Vergleichslösung mitlaufen. Die Identifizierung erfolgt durch Vergleich von Analysen- und Vergleichschromatogramm. So ist man von den bis zu 10 % betragenden Schwankungen der R_f -Werte (s. u.), die durch Änderungen von Temperatur, Konzentration, durch Gegenwart von Fremdionen, Verunreinigungen des Papiers und des Laufmittels hervorgerufen werden, unabhängig.

Eine papierchromatographische Trennung wird durch die Wechselwirkung zwischen der Substanz, dem Laufmittel und dem Papier bewirkt. Papier nimmt Wasser auf. Es bildet sich ein Cellulose-Wasser-Komplex. Seine Bildung wird ermöglicht, da die Cellulose in bestimmten Bereichen als teilkristallines Polysaccharid vorliegt, das mit Wasser quillt. Der Cellulose-Wasser-Komplex wirkt als stationäre Phase. An seiner Phasengrenze bewegt sich das Laufmittel als mobile Phase. Die Trennung der Analysesubstanz erfolgt wie bei einem vielstufigen Ausschüttlungsprozess (Verteilungsvorgang zwischen diesen beiden Phasen nach dem Nernstschen Verteilungsgesetz). Die Lage der Zonen wird durch die R_f -Werte beschrieben.

$$R_f = \frac{\text{Entfernung Startpunkt} \leftrightarrow \text{Zonenmittelpunkt } x[\text{mm}]}{\text{Entfernung Startpunkt} \leftrightarrow \text{Laufmittelfront } a[\text{mm}]}$$



Die R_f -Werte liegen zwischen 0,0 und 1,0. Bei 0,0 bleibt die Substanz im Auftragspunkt zurück, bei 1,0 wandert sie mit der Laufmittelfront. Jedem Stoff bzw. Ion kommt unter konstanten äußeren Bedingungen ein bestimmter R_f -Wert zu.

Durchführung:

Zunächst wird das Laufmittel (88 Volumenanteile Aceton und 12 Volumenanteile 20 %-ige Salzsäure) 2 cm hoch in die Chromatographiekammer eingefüllt und anschließend die Kammer wieder gut verschlossen.

Auf dem Chromatographiepapier wird 2,5 vom Papierende entfernt eine dünne Startlinie mit Bleistift eingezeichnet. Auf der Mitte dieser Startlinie legt man sich einen Startpunkt für die Analysenlösung und die Vergleichslösung. Beide Lösungen werden je 3x mit einer Mikropipette aufgetragen. Nach jedem Auftragen wird das Lösungsmittel mit einem Fön verdampft. Es ist darauf zu achten, dass die Auftragsflecken nicht zu groß sind. Das so vorbereitete Chromatographiepapier wird so in die mit Laufmittel-Dampf gesättigte Chromatographiekammer gehängt, dass das Papierende in das Laufmittel taucht und zwischen Laufmitteloberfläche und Startlinie ein Abstand von etwa 0,5 - 1 cm entsteht. Dann wird die Kammer wieder rasch verschlossen. Vermeiden Sie beim Einhängen des Papiers in die Kammer Kontakte zwischen dem Papier und der Kammerwandung. Das Laufmittel steigt im Papier auf. Sobald die Front des Laufmittels zum Stillstand kommt bzw. das Laufmittel das Papierende erreicht hat wird das Chromatogramm der Kammer entnommen, die sichtbaren Substanzflecken und die Laufmittelfront vorsichtig mit dem Bleistift markiert und das Chromatogramm mit dem Fön getrocknet.

Dann wird das Chromatogramm entwickelt. Diese Arbeiten werden unter einem Abzug ausgeführt. Das Chromatogramm wird in eine Haltevorrichtung eingehängt und mit NH_3 -Lösung und Entwickler-Lösung besprüht. Zwischendurch wird mit dem Fön getrocknet. Im Einzelnen sind folgende Arbeitsschritte zur Entwicklung des Chromatogramms notwendig:

- a) kräftig mit konz. NH_3 -Lösung einräuchern (das Besprühen des Chromatogramms sollte aber nicht zum Durchnässen des Papiers führen),
- b) Trocknen mit dem Fön,

- c) Besprühen mit Entwicklerlösung I {0,1 %-ige alkoholische Lösung verschiedener Komplexbildner (Alizarin S, Rubeanwasserstoff, Salicylaldoxim)},
- d) Trocknen mit dem Fön,
- e) nochmaliges Räuchern mit NH₃-Lösung und
- f) Trocknen mit dem Fön.

Auf dem entwickelten Chromatogramm können die einzelnen Metalle an spezifischen Färbungen erkannt werden:

Nickel	dunkelblau
Mangan	rosa bis violett
Cobalt	hellbraun
Kupfer	grün bis graugrün
Eisen	violett
Zink	purpur

Nach der Identifizierung der Substanzflecken der Vergleichslösung werden den Substanzflecken der Analysenlösung die Metalle zugeordnet. Von allen Substanzflecken sind die R_F -Werte zu bestimmen. Zur besseren Beurteilung und Auswertung Ihrer Ergebnisse wird ein zweites Chromatogramm mit Entwickler-Lösung II (ethanolische Lösung von Diphenylthiocarbazon) besprüht (sonst sind alle Arbeitsschritte gleich).

Auf diesem entwickelten Chromatogramm können einzelne Metalle an folgenden spezifischen Färbungen erkannt werden:

Nickel	dunkelblau
Cobalt	gelbbraun
Kupfer	dunkelgrün
Eisen	rot
Zink	purpur

Analysenergebnis:

Entwicklerlösung I					
Vergleichslösung			Analysenlösung		
Substanzfleck		Kation	Substanzfleck		Kation
Farbe	R_f -Wert		Farbe	R_f -Wert	

Entwicklerlösung II					
Vergleichslösung			Analysenlösung		
Substanzfleck		Kation	Substanzfleck		Kation
Farbe	R_f -Wert		Farbe	R_f -Wert	

In der Analysenlösung befinden sich Salze folgender Kationen: