Material

Trennkammer mit Deckel	35010.06	1
DC-Folien, Kieselgel F254, 200 x 200 mm, 1 aus	31503.04	1
Kapillarhalter	35010.07	1
Mikrokapillaren, 100 St.	35010.08	1
Uhrglasschale, d = 80 mm	34572.00	4
Meßzylinder, 100 ml	36629.00	1
Pasteurpipetten, 3 aus	36590.00	1
Gummihütchen, 3 aus	39275.03	1
Reagenzgläser 16/160 mm, 4 aus	37656.10	1
Reagenzglasgestell	37686.00	1
Löffel mit Spatelstiel, Edelstahl	33398.00	1
Schere, gerade, l = 180 mm	64798.00	1
Ethanol, absolut, 500 ml	30008.50	1
Eosin, 25 g	31296.04	1
Neufuchsin, 25 g	31320.04	1
Methylrot, 25 g	31574.04	1
Wasser, dest., 5 l	31246.81	1
Bleistift		
Lineal		

Sicherheitshinweis

Ethanol ist eine leichtentzündliche, mit Wasser mischbare Flüssigkeit, deren Dämpfe mit Luft explosionsfähige Gemische bilden können.

Erste Hilfe: Betroffene Haut mit Wasser und Seife gründlich waschen. Spritzer in die Augen bei gut geöffnetem Lidspalt verdunsten lassen (vorsichtig Blasen) und dann mit Wasser spülen.

Nach dem Einatmen: Frischluft.

Entsorgung: Brennbare, halogenfreie organische Lösungsmittel und Lösungen in einem dafür gekennzeichneten Behälter sammeln.

Durchführung

Dünnschichtchromatographische Trennung eines Farbstoffgemisches

Vorzubereitende Lösungen:

In die Trennkammer werden 40 ml eines Gemisches von 4 Volumenteilen Ethanol und 1 Volumenteil Wasser als Laufmittel gegeben. Dieses Flüssigkeitsgemisch soll den Boden der Kammer etwa 10 mm hoch bedecken. Die Kammer wird danach sofort mit dem zugehörigen geschliffenen Deckel verschlossen, damit sich das Mischungsverhältnis nicht verändert.

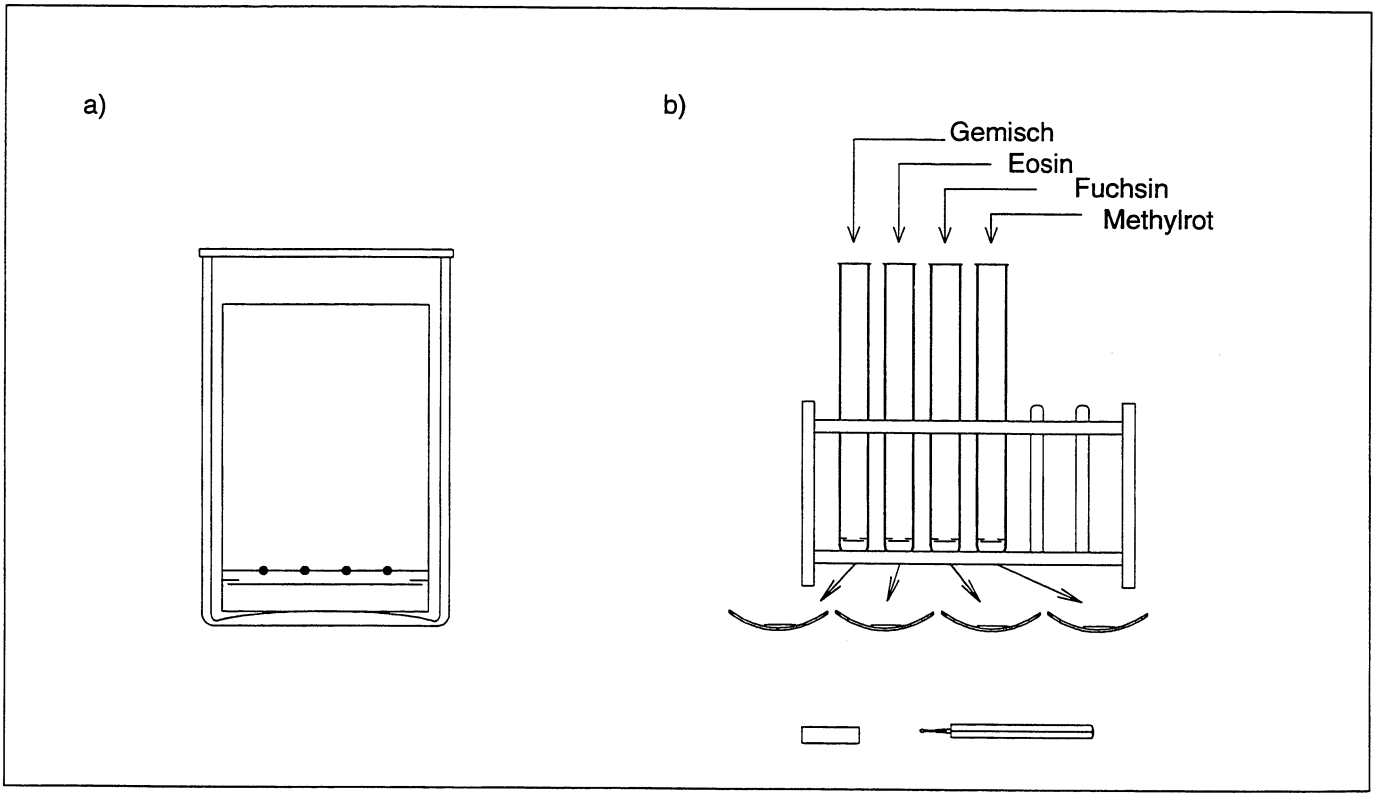
In Reagenzgläsern stellt man sich die folgenden roten Farblösungen her (siehe Abb. 1b):

Eine Spatelspitze Eosin-Pulver wird in zirka 4 ml Wasser gelöst. Eine Spatelspitze Fuchsinpulver wird ebenfalls in etwa 4 ml Wasser gelöst. Eine Spatelspitze Methylrot wird dagegen in etwa 4 ml Ethanol gelöst.

Von diesen drei Lösungen gibt man zirka je 1 ml in ein viertes Reagenzglas, um ein Gemisch zu erhalten.

Vorbereitung der Folie: Mit einer scharfen Schere

Abb. 1

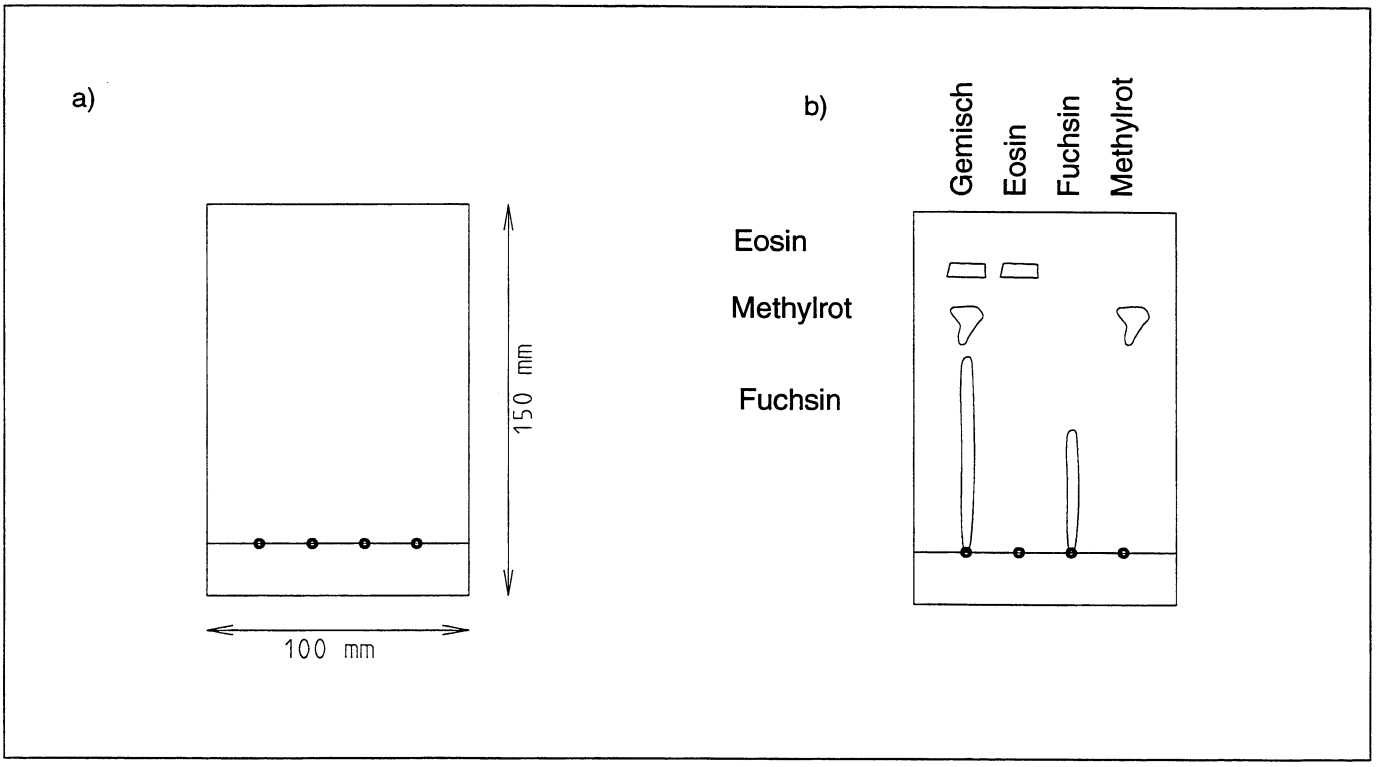


schneidet man aus einer großen DC-Folie (die Folie Kieselgel F 254 hat die Maße 200 mm x 200 mm) ein für die Kammer passendes Folienstück zurecht. Es soll etwa die Maße 100 x 150 mm haben. Auf alle Fälle muß diese Folie schmaler als die innere Weite der Kammer sein, denn sie darf später in der Kammer nicht die Seitenwände berühren. Beim Schneiden der Folie achte man darauf, daß sich der Kieselgelbelag nicht löst. Das passiert sehr leicht durch Knicken der Folie. Es ist ratsam, den Belag der Folie an den beiden seitlichen Kanten etwa 1 mm weit abzuschaben (Messer). Diese Maßnahme verhindert bei Berührung der Folie mit der Kammerwand die seitliche Ablenkung des Flüssigkeitsstromes durch Kapillarwirkungen.
Auf die zurechtgeschnittene Folie zeichnet man mit einem weichen Bleistift etwa 20 mm vom unteren Rand entfernt eine „Startlinie" auf den Belag aus Kieselgel (Abb. 2a). Auf diese Startlinie bringt man die Farblösungen auf folgende Weise auf:
Man gibt jeweils ein paar Tropfen der Lösungen auf Uhrglasschalen. Dann faßt man mit dem Kapillarhalter eine Mikrokapillare, indem man die Haltefedern leicht auf eine der Kapillaren drückt, und hält ein Ende dieser Kapillare an die aufzutragende Farblösung auf der Uhrglasschale. Die Kapillare saugt sich dort sofort mit der Farblösung voll. Dann führt man sie mit einem Ende an die Startlinie auf der Folie. Dabei fließt eine kleine Menge der Lösung aus und bildet einen Startpunkt. Auf die gleiche Weise, jeweils unter Verwendung eines neuen Kapillarröhrchens, werden auch die anderen Lösungen an die Startlinien gebracht und aufgetragen. Dabei achte man darauf, daß die Startpunkte zueinander jeweils einen Abstand von etwa 20 mm haben.
Nachdem die Startpunkte der Farbstoffe getrocknet sind, stellt man die Folie nach Abb. 1a) leicht schräg in die Trennkammer und verschließt diese sofort wieder mit dem Deckel.

Beobachtung

Die Flüssigkeit in der Kammer, das Laufmittel, zieht langsam im Kieselgel aufwärts. Dabei wandern die Farbstoffe mehr oder weniger rasch mit. Von den drei hier verwendeten Farbstoffen wandert am schnellsten das Eosin. Etwas langsamer wandert das Methylrot, und noch langsamer das Fuchsin. Entsprechend dieser unterschiedlichen Wanderungsgeschwindigkeit trennen sich in der Laufbahn des Gemisches die drei Farben deutlich voneinander. Man erkennt ganz oben in der Laufbahn das Eosin, darunter das Methylrot, und darunter wiederum das Fuchsin.
Nach einer Laufzeit von 1 bis 2 Stunden, in der das Laufmittel zirka 10 bis 12 cm aufgestiegen ist, nimmt man die Folie aus der Kammer und läßt sie an der

Abb. 3



Luft trocknen. Das Ergebnis ist ein Dünnschichtchromatogramm, wie es die Abb. 2b) zeigt.

Ergebnis

In bestimmten porösen Materialien, wie Kieselgel, Cellulose, Polyamiden u.a. wandern gelöste Stoffe unterschiedlich schnell. Aufgrund dieser unterschiedlichen Wanderungsgeschwindigkeiten kann man sie aus Gemischen abtrennen, einzeln wieder aufnehmen und eventuell weiter untersuchen.

Bemerkungen

Chromatographische Trennverfahren sind für die analytische Chemie von großer Bedeutung. Ihre verhältnismäßig einfache Technik und die Möglichkeit selbst kleinste Portionen von Gemengen noch sicher auftrennen zu können, erklären die rasche Entwicklung dieser Verfahren. Es gibt eine Fülle von Variationen dieser Technik. Sie ermöglichen es, für fast jede Trennaufgabe ein besonders sicher wirkendes chromatographisches Trennverfahren zu finden.
An dem beschriebenen Versuch lassen sich mit einfachen Mitteln die grundlegendnen Prinzipien und die Möglichkeiten dieser Methode zeigen.
Will man diese analytischen Trennverfahren genauer kennenlernen, so verweisen wir hier auf die in der PHYWE-Schriftenreihe erschienene Versuchseinheit „Chemie – Analytische Arbeitsmethoden, Dünnschichtchromatographie“ von Georg Schwedt (Best.Nr. 16800.41) hin.

Raum für Notizen