

Zusammenfassung

Im ersten Teil des folgenden Versuches wird rotes Paprikapulver chromatografisch und anschließend photometrisch auf seine Bestandteile untersucht. Im zweiten Teil werden Metallsalze mit der Methode der Emissionsspektroskopie analysiert.

1 Chemische und physikalische Grundlagen

1.1 Chromatografie

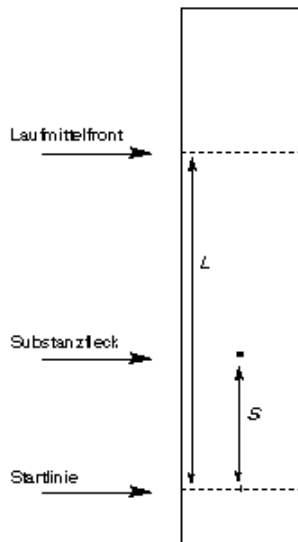


Abbildung 1: Relevante Strecken der DC-Chromatografie

Bei der Chromatografie handelt es sich um ein vielseitiges Analyseverfahren der Chemie, welches hauptsächlich zur Trennung von unbekanntem Stoffgemischen eingesetzt wird. Das Funktionsprinzip aller Chromatografiemethoden (Dünnschichtchromatografie, Gaschromatografie etc.) beruht auf stoffspezifischen Wechselwirkungen der Substanzen im Analyten und einer mobilen sowie stationären Phase. Die durchschnittlichen Aufenthaltszeiten eines spezifischen Stoffes in der mobilen und stationären Phase bestimmen die im Vergleich zur Laufmittelfront zurückgelegte Wegstrecke auf dem Träger. Dabei spielt die Adsorption der gelösten oder suspendierten Stoffe an der stationären Phase wie auch ihre Löslichkeit in der mobilen Phase eine entscheidende Rolle.

Um separierte Inhaltsstoffe auch ohne parallel chromatografierte Referenzproben bestimmen zu können wird der sog. R_f -Wert (Retentionsfaktor) eingeführt (Siehe Abb. 1)

$$R_f := \frac{S_{Probe}}{L} \quad (1)$$

Dieser ist vom Chromatographiesystem abhängig (mobile, stationäre Phase). Wird ein polarer Träger (in unserem Fall: Kieselgel) und ein unpolares Flussmittel bzw. eine Mischung aus mehreren Flussmitteln verwendet (in unserem Fall: Hexan:Aceton,70:30), so werden polare Stoffe stärker an die polaren Adsorptionspunkte auf der stationären Phase gebunden. Dies resultiert in niedrigen Flussgeschwindigkeiten. Unpolare Stoffe lösen sich hingegen besser in der mobilen Phase und fließen folglich schneller. Daher werden auch in unserem Versuch polare Stoffe mit kleinem R_f -Wert und unpolare mit großem R_f -Wert charakterisiert.

1.2 Spektralanalyse

Bei der Spektralanalyse von Stoffen handelt es sich um ein Verfahren der Emissionsspektroskopie. Zur (vereinfachten) Erklärung dieser Analysemethode kann das Bohrsche Schalenmodell des Atoms herangezogen werden. Dieses geht von unterschiedlichen schalenförmigen Energieniveaus im Atom aus, welche von den Elektronen besetzt werden können (korrespondiert mit der Hauptquantenzahl im Orbitalmodell). Der Grundzustand zeichnet sich durch ein Energieminimum aus und ist daher stabil. Wird einem Stoff thermische Energie zugeführt (z.B. durch Erhitzen in der Brennerflamme), so können einzelne Elektronen auf höhere Energieniveaus angehoben werden. Auf Grund der Instabilität fallen selbige aber nach kurzen Zeiten wieder zurück und emittieren die Differenzenergie $\Delta E = h\nu$ in Form eines Photons. Dessen Energie ist damit eindeutig durch die Charakteristik des Schalenwechsels determiniert.

Über die Planck-Konstante korrespondiert diese Energie mit einer eindeutigen Frequenz ν . Die charakteristischen Wellenlängen $\lambda = \frac{c}{\nu}$ können nun mit einem Monochromator (i.e. einem Prisma oder einem optischen Gitter) separiert

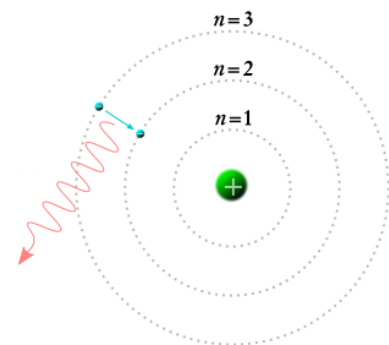


Abbildung 2: Emission eines Photons beim Wechsel auf ein niedrigeres Energieniveau (Schema)

und zur Bestimmung der enthaltenen Elemente benutzt werden. Diese Methode ist ohne großen Aufwand zumeist mit Alkali- und Erdalkalimetallen gut durchführbar. Der Grund hierfür liegt in den relativ niedrigen Temperaturen, welche für eine Atomisierung der Probe notwendig sind.

2 Versuch

2.1 Versuchsaufbau

Für die Spektralanalyse wurden die bereitgestellten skalenlosen Spektrometer mit Erdgasflamme zur Atomisierung und Anregung benutzt. Die DC-Chromatografie wurde in einer speziellen Chromatografie-Kammer durchgeführt. Im Rahmen der photometrische Bestimmung kam das automatische UV/VIS-Spektrometer zum Einsatz.

2.2 Versuchsdurchführung

1. Spektralanalyse

Im ersten Schritt werden Proben der bereitgestellten Salze im Spektrometer analysiert. Dazu wird ein Magnesiastäbchen vor jeder Probe in der Brennerflamme ausgeglüht (um eventuelle Verunreinigungen zu entfernen), dann mit etwas demin. Wasser befeuchtet und mit dem zu analysierenden Salz beschichtet. Die beobachteten Linienspektren können anhand einer Spektraltafel dem Element zugeordnet werden. Im Anschluss wird mit der zu untersuchende Probe analog verfahren.

2. Chromatografie und Photometrie

In ein kleines Reagenzglas wurden 1 cm hoch rotes Paprikapulver gegeben und mit 5 ml Aceton aufgefüllt, stark geschüttelt und anschließend so lange stehen gelassen, bis sich ungelöstes Pulver am Boden des Reagenzglas abgesetzt hatte. Die überstehende Flüssigkeit wurde dekantiert, filtriert und mit der Heißluftpistole auf etwa 1 ml eingengt. Auf der DC-Folie wurden Start- und Endlinien etwa 1 cm vom unteren bzw. oberen Rand entfernt mit Bleistift markiert. Im Anschluss wurden in 30 Durchgängen mit einer Glaskapillare 5 Probepunkte auf die Startlinie aufgetragen, die Trennkammer etwa 0,5 cm hoch mit dem Flussmittel (Hexan:Aceton, 70:30) befüllt und nach kurzem Warten (Sättigung der Kammeratmosphäre) die DC-Folie in die Trennkammer gestellt und letztere verschlossen.

Nach 11 min wurde vom Flussmittel in gerader Linie die Endmarkierung erreicht. Nach dem Entfernen der DC-Folie aus der Trennkammer wurde diese getrocknet. Nun wurden die 5 obersten, auf gleicher Höhe liegenden, hellgelben Spots mit dem Spatel abgekratzt und in einem Mikroreagenzglas mit etwa 2 ml Aceton gelöst. Diese Probe wurde im UV/VIS-Spektrometer auf ihr Absorptionsmaximum untersucht.

3 Auswertung

3.1 Spektralanalyse

Die spektralen Signaturen der Blindproben konnten alle mehr oder weniger gut beobachtet werden. Dabei wurde aber deutlich, dass vorallem dunkle und fein abgestufte Serien im Spektroskop kaum zu erkennen waren (z.B. Barium). Die zugeteilte Probe (Nr. 2) zeigte folgende Spektrallinien: **dunkelrot** (dunkel) - **rot** (hell) - **gelb-orange** (hell) - **grün** (schwach) - **grün-türkies** (Serie, extrem dunkel, nur im Spektroskop der Nachbargruppe zu beobachten) - **blau** (dunkel). Die beiden roten, sowie die blaue Linie passen eindeutig zur Signatur des **Kaliums**. Der Bereich mit grünen Spektrallinien wie auch die relativ breite gelb-orangene Linie lassen den Schluss zu, dass zudem **Barium** in der Probe enthalten war.

3.2 Chromatografie und Photometrie

1. Chromatografie

Die vom Laufmittel zurückgelegte Strecke betrug $d_{LF} = 54 \text{ mm}$ bei einer Laufzeit von $t_{LF} = 11 \text{ min}$.

Die in dieser Zeit von der photometrisch analysierten Substanz zurückgelegte Strecke wurde zu $d_S = 50\text{ mm}$ gemessen. Damit ergibt sich ein R_f -Wert von

$$R_f(\text{Probe 1}) = \frac{d_S}{d_{LF}} = \frac{50\text{ mm}}{54\text{ mm}} \approx 0,926 \quad (2)$$

2. Photometrie

Die mit dem UV/VIS-Spektrometer durchgeführte Analyse einer Lösung von *Probe 1* auf einem Wellenlängenbereich von 400 nm bis 500 nm ergab ein Absorptionsmaximum bei einer Wellenlänge von $\lambda_S = 451\text{ nm}$.

Diese Wellenlänge stimmt am besten mit dem Absorptionsmaximum von β -Carotin-Monoepoxid bei einer Wellenlänge von $\lambda_\beta = 457\text{ nm}$ überein. Gründe für die Abweichung werden weiter unten diskutiert.

3.3 Fehlerdiskussion

1. Spektralanalyse

Bei der Spektralanalyse traten folgende Probleme auf:

- Die Leuchtstärke war zum Teil äußerst gering, was dazu führte, dass die dunklen und schwach abgestuften Linien (z.B. beim Barium) kaum zu erkennen waren.
- Die gelbe Natriumlinie war oft auch nach mehrmaligem Ausglühen der Magnesia-Stäbchen noch zu beobachten.
- Die fehlende Wellenlängenskala in der Optik des Spektroskops reduzierte die Möglichkeiten der genauen Bestimmung der Signatur erheblich (nur visueller Vergleich möglich).

2. Chromatografie und Photometrie

Beim Chromatogramm fällt auf, dass die Trennung der fünf unterschiedlichen Proben im Laufe des Aufstiegs zunehmend aufgelöst wurde. Dies lässt sich auf die zu große Menge an aufgetragenem Probenmaterial zurückführen (bzw. eine zu hohe Konzentration der Analyten in der Probesuspension).

Des Weiteren weicht das Absorptionsmaximum des untersuchten Spots um $\Delta\lambda = 6\text{ nm}$ von der nächsten Substanz in der gegebenen Liste (β -Carotin-Monoepoxid) ab. Dies kann u.U. durch Verunreinigungen der Probe erklärt werden (Reste der Stationären Phase, Graphitreste der Endlinie). Es muss allerdings beachtet werden, dass eine *Maximumverschiebung* nur scheinbar auftreten kann. Und zwar genau dann, wenn zwei Maxima dicht nebeneinander liegen und der Eindruck entsteht, es handle sich um ein einzelnes (wenn wir von Fluoreszenzerscheinungen absehen). Denn auch Verunreinigungen können höchstens weitere Absorptionsmaxima beisteuern, aber keine bestehenden verschieben. Daher liegt der Schluss nahe, dass eine Verunreinigung mit ähnlichem Absorptionsmaximum wie das β -Carotin-Monoepoxid für die Abweichung verantwortlich ist.

Es besteht natürlich zudem die Möglichkeit, dass bei der Kalibrierung mit reinem Aceton durch Verunreinigungen verfälschte Referenzwerte gemessen wurden.