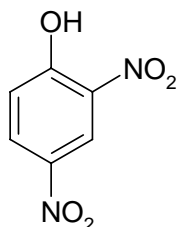


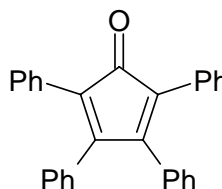
Versuch B12: Säulenchromatographische Trennung von Tetraphenylcyclopentadienon und 2,4-Dinitrophenol

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 9.2 und 9.3

Eine Mischung von 100 mg Tetraphenylcyclopentadienon und 100 mg 2,4-Dinitrophenol, gelöst in 2 ml Ethylacetat soll chromatographisch getrennt werden.



2,4-Dinitrophenol (gelb)



Tetraphenylcyclopentadienon (weinrot)

Verwendete Chemikalien

| | |
|------------------------------------|--|
| 2,4-Dinitrophenol | [T, N] R 23/24/25-33-50/53, S 28-37-45-61. Schmp. 114 °C |
| Tetraphenylcyclopentadienon | R -, S -. Schmp. 219-221 °C |
| Cyclohexan | [F, Xn, N] R 11-38-50/53-65-67, S 9-16-33-60-61-62 Sdp. 81 °C |
| Ethylacetat (Essigsäureethylester) | [F, Xn] R 11-36-66-67, S 16-26-33. Sdp. 77 °C |

Vorbereitung: Die Chromatographiesäule mit Hahn (Ø 2cm, Länge 30 cm) wird mit einer NS 14-Klammer senkrecht mit dem Hahn nach unten an einer Stativstange befestigt, dass man noch bequem einen 250 ml Erlenmeyerkolben darunter stellen kann. In die Verjüngung der Säule zum Hahn wird ein kleiner Wattebausch eingebracht, der das Auslaufen der Säulenfüllung verhindern soll. Dazu wird der Wattebausch oben mit einem Glasstab in die Säule gestopft und durch kurzes Anlegen eines Wasserstrahlvakuum über den geöffneten Hahn und verschließen der oberen Öffnung mit dem Handballen, der dann mehrmals ruckartig entfernt wird, nach unten gebracht. Danach wird der Auslaufhahn geschlossen und die Säule zu etwa 1/3 mit der aufstehenden Laufmittelmischung (Cyclohexan/Ethylacetat 1:1) gefüllt und ein leerer 250 ml Erlenmeyerkolben untergestellt. Es muss darauf geachtet werden, dass sich keine Luftblasen im Wattebausch oder am Auslauf festsetzt.

In einem 250 ml Becherglas wird nun aus 30 g Kieselgel (=75 ml, mit dem Messzylinder abmessen!) und 70 ml der Laufmittelmischung (Cyclohexan/Ethylacetat 1:1) durch Rühren mit dem Glasstab eine Suspension hergestellt.

Dieser dünne Brei wird nun langsam durch einen Trichter (mit breitem Auslauf) in die zu 1/3 gefüllte Säule eingegossen, dabei wird der Auslaufhahn soweit geöffnet, dass das Laufmittel in dem Maß ausläuft, wie die Suspension oben zufließt. Dabei darf die Säule nie trocken laufen! Das ausgeflossene Laufmittel kann zum Ausspülen des Becherglases verwendet werden.

Um Risse und Luftblasen in der Säule zu verhindern, wird während des Absetzens der Säulenfüllung gleichmäßig von allen Seiten an die Säule geklopft.

Zum Schluss wird die Säulenfüllung vorsichtig mit einer etwa 0,5–1 cm dicken Seesandschicht abgedeckt.

Durchführung: Das Laufmittel in der Säule wird langsam soweit abgelassen, dass die Oberkante des Flüssigkeitsspiegels bündig mit der Oberkante der Seesandschicht ist. Danach werden 2 ml des aufstehenden Farbstoffgemisches mit der Messpipette entnommen, in ein Präparategläschen gegeben und von dort mit einer Tropfpipette vorsichtig rundum entlang der Innenwand der Säule auf die Seesandschicht aufgetragen. Das Präparateglas und die Tropfpipette werden zum Schluss mit etwas Laufmittel nachgespült.

Nun wird der Säulenhahn vorsichtig geöffnet und das Laufmittel tropfenweise abgelassen bis der Flüssigkeitsspiegel gerade wieder die Seesandoberkante erreicht hat. Dann wird mit etwa 2 Pipettenfüllungen nachgespült, wieder abgelassen und nochmals nachgespült, bis die Substanz völlig auf die Säule aufgezogen ist.

Zur Entwicklung des Chromatogramms werden nun etwa 75 ml Laufmittel (Cyclohexan/ Ethylacetat 1:1) portionsweise nachgefüllt und ein konstanter Auslauf von etwa 2–3 ml/ Minute eingestellt. Dabei darf die Säule nie trocken laufen!

Die auf der Säule zuerst laufende weinrote Bande enthält das Tetraphenylcyclopentadienon. Das zunächst farblose Eluat wird in einem Erlenmeyerkolben aufgefangen und verworfen. Sobald die weinrote Zone in die Nähe des Auslaufs kommt, wird auf ein neues Auffanggefäß gewechselt und diese Fraktion aufgefangen.

Das 2,4-Dinitrophenol entwickelt sich als gelbe Bande: Sobald eine Farbänderung am Auslauf beobachtet werden kann (nach etwa 50 ml weinroter Fraktion), wechselt man auf ein neues Auffanggefäß und eluiert das Dinitrophenol mit ca. 200 ml reinem Ethylacetat. Bei Unsicherheit beim Fraktionswechsel kann auch ein "Zwischenlauf" genommen werden. Nach dem Verbrauch der 200 ml Ethylacetat wird die Entwicklung der Chromatographie abgebrochen.

Reinheitskontrolle: Alle erhaltenen Fraktionen und eine Probe der Substanzmischung wird auf eine DC-Platte (Kieselgel 60 mit Fluoreszenzindikator) getüpfelt und in einer Chromatographiekammer mit Cyclohexan/ Ethylacetat (1:1) entwickelt. Die Substanzflecken sind unter der UV-Lampe (254 nm) sichtbar und werden mit einem weichen Bleistift markiert.

Isolierung: Die erhaltenen reinen Fraktionen werden in je einen tarierten NS 29-Rundkolben geeigneter Größe (100 oder 250 ml) gefüllt und jeweils das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert. Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben direkt an die Vakuumleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum getrocknet. Anschließend werden die Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Produkte berechnet.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte und Mengen (Substanz, Kieselgel, Laufmittel), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des getrennten Produkts sind zu protokollieren. Beschreiben Sie den Verlauf der Trennung. Beurteilen Sie mit Hilfe der DC-Kontrolle den Erfolg der Trennung und berechnen Sie die R_f -Werte

Recycling und Entsorgung:

Die abdestillierten und nicht verbrauchten Lösungsmittel (Etylacetat und die Mischung Cyclohexan/ Ethylacetat) werden in den aufgestellten Recycling-Sammelbehälter "Lösungsmittel Chromatographie" gegeben.

Die Chromatographiesäule lässt man trocken laufen und stellt sie mit geöffnetem Hahn nach oben senkrecht in den Abzug, darunter wird eine Kristallisierschale gestellt. Das belegte Kieselgel rieselt beim Trocknen in die Kristallisierschale und kann danach in den aufgestellten Sammelbehälter für "Kieselgelabfall aus der Chromatographie" gegeben werden. Das Tetraphenylcyclopentadienon und Dinitrophenol wird mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss darauf geachtet werden, dass alle offenen Flammen (Bunsenbrenner) abgeschaltet werden! Die Rundkolben zum Abdestillieren am Rotationsverdampfer dürfen keine Sprünge oder „Sternchen“ aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Cyclohexan und Ethylacetat sind leichtentzündlich, sie können die Atmungsorgane reizen. 2,4-Dinitrophenol ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut. Es besteht die Gefahr kumulativer Wirkungen. Cyclohexan und Ethylacetat können beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, die Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Wiederholter Hautkontakt mit Ethylacetat kann zu spröder und rissiger Haut führen. Cyclohexan ist sehr giftig für Wasserorganismen und kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

Beim Arbeiten mit 2,4-Dinitrophenol Einmal-Schutzhandschuhe tragen. Hautkontakt mit Ethylacetat ebenfalls vermeiden. Alle Vorratsflaschen sofort nach Gebrauch wieder verschließen. Die Substanzen und Lösungsmittel dürfen auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Bei Berührung von Substanzen mit den Augen sofort mit viel Wasser ausspülen (Augendusche). Wenn 2,4-Dinitrophenol auf die Haut gelangt sofort mit viel Wasser abwaschen. Beim Verschlucken von Substanzen kein Erbrechen auslösen. Bei Unfall sofort Arzt hinzuziehen und diese Arbeitsvorschrift vorzeigen.