

Fliessmittel: 100 ml Aceton, 0,5 ml konz. HCl. – Auftragslösung: Es wurden 0,001 ml einer Lösung aufgetragen, welche 1 M an Al^{3+} und 0,01 M an Ga^{3+} war. – Nachweisreagens: 0,5-proz. Oxin in 60-proz. Äthanol, NH_3 -Dampf, Betrachtung im UV. – Laufzeit: 10–15 Min.

SUMMARY

The thin layer method is applied to the chromatographic separation and identification of UO_2^{2+} from other cations, and of Ga^{3+} from Al^{3+} .

Institut für Anorganische Chemie der Universität Basel

110. Anorganische Dünnschicht-Chromatographie

3. Mitteilung

Trennung der Alkali-Gruppe

von H. Seiler und W. Rothweiler

(24. III. 61)

In vorhergehenden Mitteilungen^{1) 2)} berichteten wir über die Möglichkeit der Trennung und Identifizierung anorganischer Kationengemische mittels Dünnschicht-Chromatographie. Nach vorhergehender Trennung in die klassischen analytischen Gruppen wurden die Elemente der einzelnen Gruppen chromatographisch getrennt und identifiziert.

In der vorliegenden Mitteilung berichten wir nun über die Trennung und Identifizierung der sog. Alkali-Gruppe, d. h. der Li^+ -, Na^+ -, K^+ - und Mg^{2+} -Ionen. Da die Identifizierung mit Violursäure durchgeführt wurde, erwies es sich als nötig, die Schicht anders zu präparieren, als dies früher¹⁾ beschrieben wurde. Zuerst wurde das Schichtmaterial wie früher beschrieben von Eisen gereinigt. Wir stellten jedoch fest, dass der Nachweis mit Violursäure durch die Anwesenheit von Gips als Bindemittel gestört wird. Daher wurde die Reinigung mit Salzsäure 3mal durchgeführt, um sicher allen Gips aus dem Schichtmaterial zu entfernen. Alsdann wurde als Bindemittel Stärke zugesetzt.

Als Fliessmittel wurde ein Gemisch von 100 Teilen abs. Äthanol und 0,5–1 Teil Eisessig verwendet. Es wurden die Lösungen der Acetate aufgetragen. Die Laufzeit betrug für 10 cm Steighöhe der Fliessmittelfront ca. 50 Min.

Es zeigte sich, dass die Ionen der Alkali-Gruppe auf solchen Platten gut zu trennen und anhand der verschiedenen Färbungen mit Violursäure leicht zu identifizieren sind, falls sie in Form ihrer Acetate vorliegen.

Es ergibt sich folgende Reihenfolge der Steighöhen: $\text{Li}^+ > \text{Mg}^{2+} > \text{Na}^+ > \text{K}^+$ (Fig.).

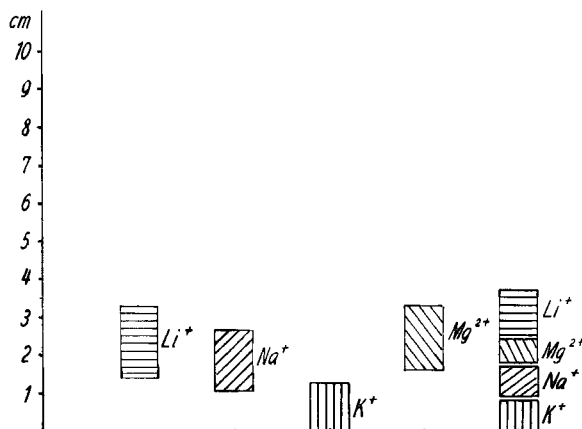
Alkalisalze starker Säuren können nach 2 Methoden in Acetate übergeführt werden. Einmal können sie mittels eines Anionenaustauschers in der Acetatform behandelt werden, was jedoch eine starke Volumenvergrößerung mit sich bringt und eine nachträgliche Konzentrierung nötig macht.

Wir versuchten daher den Anionen-Austausch auf der Platte selbst durchzuführen. Bei unseren Versuchen hatte es sich gezeigt, dass Barium-Ionen im ange-

¹⁾ H. & M. SEILER, *Helv.* 43, 1939 (1960).

²⁾ H. & M. SEILER, *Helv.* 44, 939 (1961).

wandten Fließmittel am Startfleck zurückbleiben. Man geht nun so vor, dass man zuerst eine der zu erwartenden Menge Alkali-Ionen ungefähr äquivalente Menge Bariumacetat aufträgt, und auf diese die Alkalisulfate. Es findet eine Umsalzung statt, und die zu untersuchenden Alkali-Ionen lassen sich nun trennen und mit Violursäure identifizieren. Am Startfleck erscheint ein roter, dem Ba^{2+} entsprechender Fleck.



Trennung der Acetate der Alkali-Gruppe

Man lässt etwas höher (15 cm) aufsteigen als bei direkter Auftrennung der Acetate.

Herrn Prof. Dr. H. ERLLENMEYER danken wir für sein Interesse an der Arbeit.

Experimentelles. – *Reinigung des Kieselgels G (MERCK).* 500 g Kieselgel G wurden mit 1 l Salzsäure 1:1 versetzt, aufgerührt und absetzen gelassen. Die überstehende, durch Eisen-Ionen gelbgefärbte Lösung wurde dekantiert und der Waschprozess mit Säure noch 2mal wiederholt. Hierauf wird 3mal mit je 1 l dest. Wasser gewaschen, unter jeweiligem Dekantieren. Danach wird abgesaugt und mit dest. Wasser so lange nachgewaschen, bis das Filtrat nur noch schwach sauer reagiert. Sodann wäscht man mit 250 ml Äthanol und anschliessend mit 250 ml Benzol nach und trocknet 24 Std. im Trockenschrank bei 120°.

Herstellung der Schichten. 28 g gereinigtes Kieselgel G werden mit 1 g Reisstärke innig verrieben, mit 50 ml dest. Wasser angerührt und mit 10 ml dest. Wasser verdünnt. Die Schichten werden mit dem Streichgerät aufgetragen. Die angegebene Menge reicht für 5 Platten 20 × 20 cm.

Auftragelösungen. 1 M Lösungen von Li-, Na-, K-, Mg-Acetat, leicht angesäuert mit Essigsäure, bzw. 1 M Lösungen von Li-, Na-, K-, Mg-Sulfat und Ba-Acetat. Aufgetragen wurden je 0,001 ml dieser Lösungen.

Fließmittel. 100 ml Äthanol und 1 ml Eisessig.

Laufzeit. Acetate 50 Min., Sulfate 70 Min.

Nachweisreagens. 1,5-proz. Lösung von Violursäure in dest. Wasser. Zum Lösen der Violursäure darf nicht über 60° erwärmt werden. Nach dem Sprühen wird in einem Trockenschrank (100°) 20 Min. erwärmt, was deutlichere Färbungen ergibt.

Ion	Li ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	K ⁺
Farbe mit Violursäure . .	hellrot	gelborange	rotviolett	blauviolett

SUMMARY

The thin layer method is applied to the chromatographic separation and identification of the alkali-group cations.

Institut für Anorganische Chemie der Universität Basel