

ΕΚΦΕ Νέας Ιωνίας – ΕΚΦΕ Χαλανδρίου

# Τοπικός Διαγωνισμός EUSO2019



Πειραματική δοκιμασία Χημείας

**Επιλογή κατάλληλου διαλύτη  
για χρωματογραφία**

8 Δεκεμβρίου 2018

**ΣΧΟΛΙΚΗ ΜΟΝΑΔΑ:** .....

**ΟΜΑΔΑ ΜΑΘΗΤΩΝ:** 1) .....

2) .....

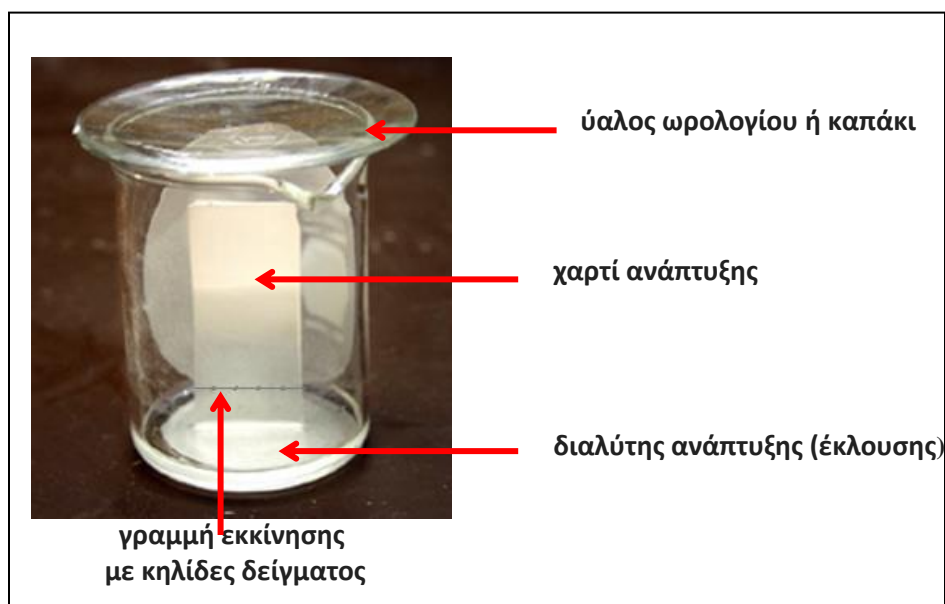
3) .....

## Διαχωρισμός μελανιών με τη μέθοδο της χρωματογραφίας σε χαρτί

### ΒΑΣΙΚΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ

Η χρωματογραφία είναι μια από τις σημαντικότερες τεχνικές διαχωρισμού των συστατικών ενός μείγματος. Εκφράζει μια ποικιλία από διεργασίες που όλες στηρίζονται στις διαφορετικές κατανομές των συστατικών ενός μείγματος μεταξύ δύο φάσεων. Η μία φάση παραμένει σταθερή στο σύστημα και λέγεται ακίνητη ή στατική φάση, ενώ η άλλη λέγεται κινητή φάση και διέρχεται μέσα ή επάνω από την επιφάνεια της στατικής φάσης. Η κινητή φάση προκαλεί μετατόπιση των συστατικών ενός μείγματος σε διαφορετικές θέσεις μέσα στη στατική φάση, με αποτέλεσμα το διαχωρισμό τους.

Ένα είδος χρωματογραφίας είναι η **χρωματογραφία σε χαρτί** (*paper chromatography* ή *PC*). Λόγω της ταχύτητας και απλότητάς της χρησιμοποιείται στην παρακολούθηση οργανικών και βιοχημικών αντιδράσεων και πολύπλοκων τεχνικών διαχωρισμού. Επίσης βρίσκει εφαρμογή στον έλεγχο της καθαρότητας φαρμάκων και τροφίμων, στην ανάλυση καλλυντικών, στην ανίχνευση φαρμάκων σε ζώα και ανθρώπους και στην ανίχνευση νοθειών και μολύνσεων σε τρόφιμα και ποτά. Στο **Σχήμα 1** φαίνονται τα βασικά εξαρτήματα μιας συσκευής που μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τη χρωματογραφία σε χαρτί.



Σχήμα 1: Τα βασικά εξαρτήματα της συσκευής για μια απλή χρωματογραφία σε χαρτί.

Η ανάπτυξη του χρωματογραφήματος γίνεται μέσα σε κλειστούς θαλάμους οι οποίοι περιέχουν τον κατάλληλο διαλύτη ή μείγμα διαλυτών, που αποτελεί την υγρή κινούμενη φάση. Στον θάλαμο ανάπτυξης τοποθετείται μικρή ποσότητα διαλύτη μέχρι ύψους 1-2 cm. Μικρή ποσότητα δείγματος τοποθετείται, με τη μορφή μικρής κηλίδας, πάνω σε διηθητικό χαρτί (στατική φάση) και στη συνέχεια η άκρη του χαρτιού βυθίζεται στο διαλύτη έκλουσης (κινητή φάση). Ο διαλύτης κινείται δια μέσου του χαρτιού με τριχοειδή φαινόμενα, συναντά το μείγμα του δείγματος και το μεταφέρει κατά μήκος του χαρτιού (εκλούει το δείγμα). Διαφορετικές ενώσεις στο μείγμα του δείγματος κινούνται με διαφορετικές ταχύτητες, λόγω των διαφορών στην έλξη τους με την στατική φάση και τη διαλυτότητά τους στον διαλύτη και έτσι διαχωρίζονται. Το αποτέλεσμα, όταν αναπτυχθεί το χρωματογράφημα, είναι ο σχηματισμός περισσότερο ή λιγότερο διακριτών κηλίδων, καθεμία από τις οποίες αντιστοιχεί σε ένα συστατικό. Όσο λιγότερο διάχυτες (πιο συμπαγείς) και σε

μεγαλύτερη απόσταση μεταξύ τους είναι αυτές οι κηλίδες, τόσο καλύτερος είναι ο διαχωρισμός των συστατικών.

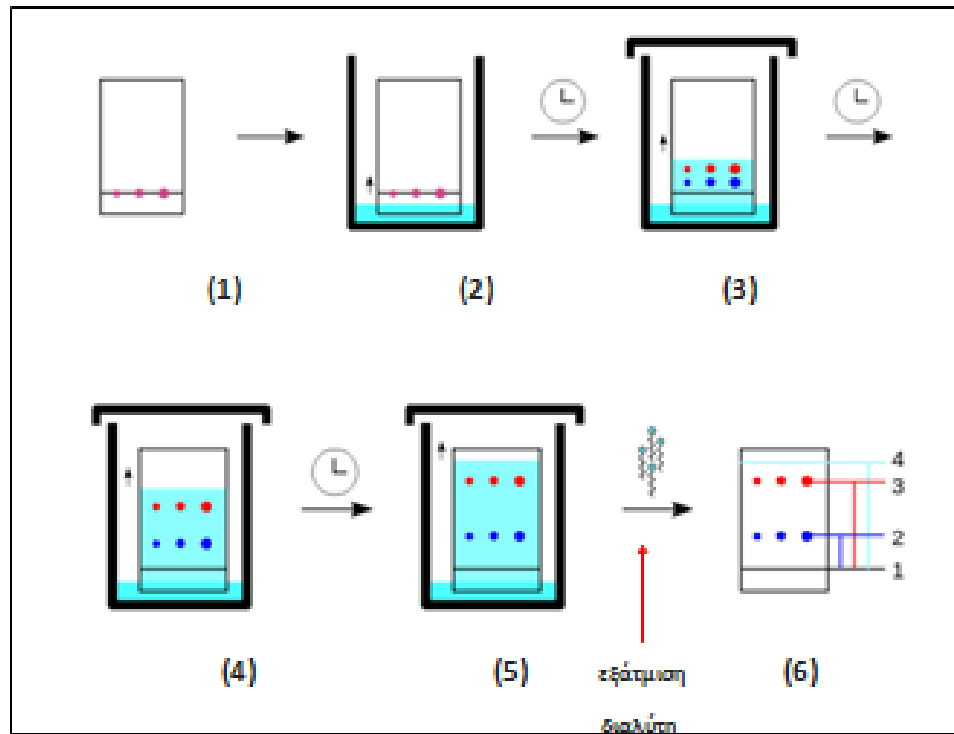
Η επιλογή του διαλύτη είναι καθοριστικής σημασίας προκειμένου να επιτευχθεί καλύτερος διαχωρισμός των συστατικών του μείγματος. Η ισχύς έκλυσης του διαλύτη, δηλαδή η ικανότητά του να συμπαρασύρει κατά την κίνησή του τις ουσίες μιας κηλίδας μείγματος, επηρεάζεται τόσο από τη φύση της ακίνητης φάσης όσο και από τη φύση των ουσιών που εκλύονται και σχετίζεται άμεσα με τη φύση του διαλύτη και ιδιαίτερα με την **πολικότητά** του. Για μια πολική στατική φάση, όπως η κυτταρίνη (από την οποία είναι φτιαγμένο το χαρτί) που έχει απορροφήσει και υγρασία, όσο πολικότερος είναι ένας διαλύτης τόσο ισχυρότερα αλληλεπιδρά με την πολική στατική φάση εκτοπίζοντας έτσι τα μόρια της ουσίας από αυτήν, με αποτέλεσμα η ουσία να βρίσκεται περισσότερο χρόνο στο διαλύτη έκλυσης και έτσι να μετακινείται ταχύτερα παρασυρόμενη από τον κινούμενο διαλύτη. Επίσης, ο διαλύτης δεν πρέπει να παρεμποδίζει την ανίχνευση, δηλαδή πρέπει να εξαερώνεται με ευκολία ώστε να μπορεί να απομακρυνθεί πριν την ανίχνευση των ουσιών. Η ευκολία εξάτμισης του διαλύτη εκφράζεται από την **πητικότητα** του. Όσο μεγαλύτερη πητικότητα έχει ένας διαλύτης τόσο πιο γρήγορα εξατμίζεται σε ορισμένη θερμοκρασία.

Ο **παράγοντας επιβράδυνσης  $R_f$  (retardation factor)**, είναι ένας δείκτης ο οποίος μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την ταυτοποίηση μιας ουσίας στην *PC* και ορίζεται ως εξής:

$$R_f = \frac{\text{απόσταση διανυθείσα από την ουσία}}{\text{απόσταση διανυθείσα από τον διαλύτη ανάπτυξης}}$$

Η ταυτοποίηση μιας ουσίας μπορεί να γίνει συγκρίνοντας την προσδιοριζόμενη τιμή του  $R_f$  της ουσίας με γνωστές τιμές  $R_f$  ουσιών που δίνονται στη βιβλιογραφία, στον ίδιο διαλύτη και συνθήκες. Οι τιμές του  $R_f$  επηρεάζονται από διάφορους παράγοντες, όπως το είδος και η σύσταση του διαλύτη, η ποικιλία του χαρτιού, οι συνθήκες του πειράματος (π.χ. θερμοκρασία), η διεύθυνση ανάπτυξης, το μέγεθος και η συγκέντρωση του δείγματος και ακόμη η απόσταση της κινούμενης κηλίδας.

Στο **Σχήμα 2** φαίνονται τα στάδια ανάπτυξης ενός χρωματογραφήματος σε χαρτί. Στο στάδιο **(6)** του σχήματος φαίνονται οι αποστάσεις που ενδιαφέρουν για τον προσδιορισμό των  $R_f$  των συστατικών του μείγματος που διαχωρίστηκαν.



**Σχήμα 2:** Ανάπτυξη χρωματογραφήματος σε χαρτί:

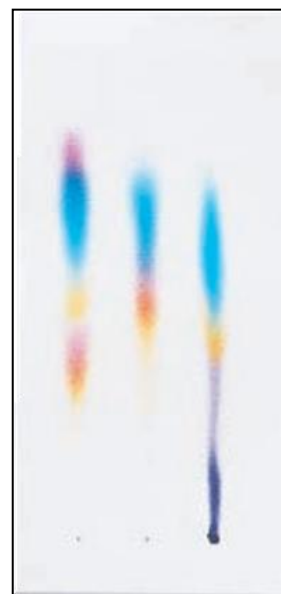
Τρεις μωβ κηλίδες του ίδιου δείγματος αλλά διαφορετικού μεγέθους διαχωρίζονται σε κόκκινες και μπλε κηλίδες. Με γαλάζιο χρώμα φαίνεται ο διαλύτης έκλυσης.

Οι περισσότερες μελάνες τύπου στυλό/μαρκαδόρος είναι σύνθετα μείγματα που περιέχουν χρωστικές ή βαφές που μπορούν να διαχωριστούν με χρωματογραφία χάρτου, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 3**. Οι μαύρες μελάνες μπορούν να περιέχουν τρία ή περισσότερα χρώματα. Ο αριθμός των χρωμάτων εξαρτάται από τον κατασκευαστή. Κάθε μελάνη έχει μία χαρακτηριστική σύσταση που την κάνει να είναι μοναδική.

Σε αυτό το πείραμα θα αναπτύξετε χρωματογραφήματα χάρτου για μαύρες μελάνες, χρησιμοποιώντας νερό ως διαλύτη. Στη συνέχεια, θα επαναλάβετε αυτή τη διαδικασία χρησιμοποιώντας ως διαλύτη 2-προπανόλη. Θα μετρήσετε την απόσταση που διανύθηκε από κάθε μία από τις χρωστικές της μελάνης και την απόσταση που διανύθηκε από το μέτωπο του διαλύτη. Τέλος, θα χρησιμοποιήσετε αυτές τις μετρήσεις για να υπολογίσετε τον παράγοντα  $R_f$  για κάθε χρωστική.

### ΥΛΙΚΑ

- ✓ Διηθητικό χαρτί
- ✓ 2 Μαύρα μαρκαδοράκια
- ✓ Μολύβι-γόμα
- ✓ Χάρακας
- ✓ Ψαλίδι
- ✓ Λαβίδα μεταλλική
- ✓ Ποτήρια ζέσεως (250mL)
- ✓ Ογκομετρικοί κύλινδροι (10 mL, 20mL)
- ✓ Σταγονόμετρα
- ✓ Υαλοι ωρολογίου
- ✓ Καπάκια πλαστικά
- ✓ Ζυγός
- ✓ Απεσταγμένο νερό
- ✓ 2-προπανόλη



*Σχήμα 3: Η χρωματογραφία σε χαρτί αποκαλύπτει τις διαφορετικές χρωστικές που περιέχει το μαύρο μελάνι*

### ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΡΑΣΤΗΡΙΟΤΗΤΑ

#### **ΜΕΡΟΣ Α: ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΔΙΑΛΥΤΩΝ - ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΗΜΑΤΟΣ**

**1. α)** Διαθέτετε δύο διαλύτες το νερό και την 2-προπανόλη. Να προσδιορίσετε πειραματικά την πυκνότητα του κάθε διαλύτη. Να περιγράψετε εν συντομία τη διαδικασία που θα ακολουθήσετε και να καταγράψετε μετρήσεις και υπολογισμούς που κάνατε.

**β)** Πώς θα διαπιστώσετε, σε θερμοκρασία δωματίου, ποιος διαλύτης από τους δύο είναι πιο πτητικός; Να περιγράψετε εν συντομία τη διαδικασία που θα ακολουθήσετε και να καταγράψετε το αποτέλεσμα της.

**2. α) Να αναπτύξετε ένα χρωματογράφημα χρησιμοποιώντας νερό ως διαλύτη.**

Για τον σκοπό αυτό κόψτε ένα κομμάτι από το διηθητικό χαρτί σε διαστάσεις 5cm x 9cm. Χαράξτε με το μολύβι σας δύο γραμμές παράλληλες στις δύο μικρές πλευρές του χαρτιού και σε απόσταση 1cm η κάθε μία από την κάθε μικρή πλευρά του χαρτιού. Κάντε με τα δύο μαρκαδοράκια δύο κουκίδες από μελάνι διαμέτρου, περίπου, 0,5cm η κάθε μία πάνω στη μία γραμμή που χαράξατε και σε απόσταση 1cm η μία από την άλλη. Οι κουκίδες πρέπει να απέχουν τουλάχιστον 1cm από τις δύο μεγάλες πλευρές του χαρτιού.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Τα μαρκαδοράκια είναι αριθμημένα. Με το μαρκαδοράκι 1 κάντε την πρώτη κουκίδα αριστερά και με το μαρκαδοράκι 2 κάντε την δεύτερη κουκίδα.

Σε ποτήρι ζέσεως των 250mL προσθέστε 6-7mL απιοντισμένο νερό, κλείστε το ποτήρι με το πλαστικό καπάκι και αφήστε έτσι για 3-4 λεπτά, ώστε να γεμίσει το εσωτερικό του ποτηριού με ατμούς του διαλύτη. Μετά αφαιρέστε το καπάκι και τοποθετήστε με τη λαβίδα προσεκτικά το χαρτί κατακόρυφα με τις κουκίδες προς τα κάτω (να ακουμπάει το επάνω μέρος του ελαφρώς στο τοίχωμα του ποτηριού), έτσι ώστε να **μην έρθει σε επαφή το μελάνι με το νερό**, αλλά μόνο να διαβραχεί η βάση του χαρτιού. Κλείστε το ποτήρι με το πλαστικό καπάκι. Όσο αναπτύσσεται το χρωματογράφημα μην μετακινείτε το ποτήρι.

Όταν το νερό φτάσει στην γραμμή που έχετε χαράξει στο άνω άκρο του χαρτιού, αφαιρέστε με τη λαβίδα το χαρτί από το ποτήρι και αφήστε το χρωματογράφημα πάνω στο καπάκι να στεγνώσει.

**β) Να αναπτύξετε ένα χρωματογράφημα χρησιμοποιώντας ως διαλύτη 2-προπανόλη.**

Επαναλάβετε τη δραστηριότητα **α)** αντικαθιστώντας το νερό με 2-προπανόλη.

**3.** Με βάση τα χρωματογραφήματα, θεωρείτε ότι το χρώμα σε κάθε μελάνι είναι το αποτέλεσμα μιας μόνο χρωστικής ουσίας ή μείγμα χρωστικών; Δικαιολογήστε την απάντησή σας.

**ΜΕΡΟΣ Β:ΕΠΙΛΟΓΗ ΔΙΑΛΥΤΗ - ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ  $R_f$** 

**1.** Με βάση τα χρωματογραφήματα που προκύπτουν, ποιον διαλύτη θεωρείτε καταλληλότερο για τον διαχωρισμό των χρωστικών των μελανιών; Εξηγήστε.

**2.** Για τον διαλύτη που επιλέξατε στο προηγούμενο ερώτημα, και με βάση το χρωματογράφημά του, να κατασκευάσετε έναν πίνακα δεδομένων, στο παρακάτω πλαίσιο, για τα **μαρκαδοράκια** (1 και 2). Δημιουργήστε στήλες για τις χρωστικές που έχουν διαχωριστεί, γράφοντας το χρώμα της κάθε μίας. Στις οριζόντιες σειρές θα καταγράψετε την απόσταση που διένυσε κάθε χρωστική και την τιμή  $R_f$ , όπως αναλυτικά περιγράφεται παρακάτω (στα βήματα 3,4 και 5).

--

--

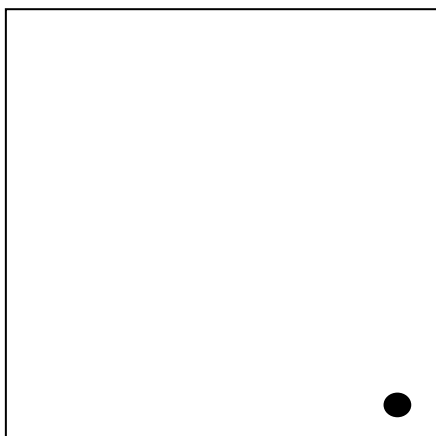
**3.** Όταν στεγνώσει το χρωματογράφημα που επιλέξατε, μετρήστε με τον χάρακα την απόσταση που διένυσε ο διαλύτης από το σημείο της αρχικής κουκκίδας και καταγράψτε αυτήν την απόσταση στο πλαίσιο που υπάρχει κάτω από τον πίνακα.

**4.** Κάντε μια μικρή κουκκίδα με το μολύβι στο μέσο κάθε χρωματικής ζώνης. Μετρήστε την απόσταση από το αρχικό σημείο μέχρι την κάθε κουκκίδα και καταγράψτε την απόσταση στον πίνακα δεδομένων σας.

**5.** Διαιρέστε κάθε τιμή που καταγράφηκε στο βήμα 4 με την τιμή που καταγράφηκε στο βήμα 3. Το αποτέλεσμα είναι η τιμή  $R_f$  για κάθε χρωστική. Γράψτε τις τιμές  $R_f$  στον πίνακα δεδομένων. Αφήστε το **χρωματογράφημα μαζί με τον πίνακα δεδομένων** στον πάγκο εργασίας σας.

6. Γιατί πρέπει αρχικά η στάθμη του διαλύτη να είναι κάτω από τις κηλίδες των δειγμάτων;
7. Γιατί σταματάμε την ανάπτυξη του χρωματογραφήματος πριν φτάσει ο διαλύτης στην άκρη του χαρτιού;
8. Με βάση τα χρωματογραφήματα που αναπτύξατε, ποιος από τους διαλύτες που χρησιμοποιήσατε θεωρείτε ότι έχει μεγαλύτερη πολικότητα; Δικαιολογήστε.
9. Ποια είναι η μέγιστη και ποια η ελάχιστη τιμή που μπορεί να έχει το  $R_f$  μιας ουσίας;

**10.** Για καλύτερο διαχωρισμό των συστατικών ενός δείγματος, μπορεί να χρησιμοποιηθεί η **διδιάστατη χρωματογραφία** σε χαρτί. Σε αυτήν, η κηλίδα του δείγματος τοποθετείται στη μια γωνία του χαρτιού ανάπτυξης, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 4**. Αφού αναπτυχθεί κατά τα γνωστά το χρωματογράφημα σε ένα διαλύτη, στη συνέχεια, αφού στεγνώσει το χαρτί ανάπτυξης, στρέφεται το χαρτί  $90^\circ$  κατά τη φορά των δεικτών του ρολογιού και επαναλαμβάνεται η διαδικασία ανάπτυξης, αλλά αυτή τη φορά σε άλλο διαλύτη, με διαφορετικές ιδιότητες έκλουσης από τον πρώτο. Με τον τρόπο αυτό, οι ουσίες που δε διαχωρίζονται καλά με την πρώτη ανάπτυξη, μπορούν να διαχωριστούν πολύ καλά με το συνδυασμό των δύο αναπτύξεων με διαφορετικούς διαλύτες.



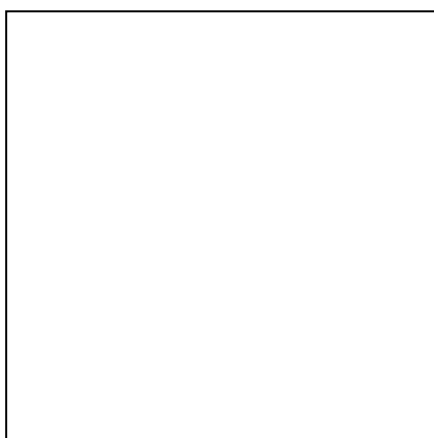
**Σχήμα 4:** Η αρχική κηλίδα του δείγματος τοποθετημένη στην κάτω δεξιά γωνία του χαρτιού για την ανάπτυξη διδιάστατου χρωματογραφήματος.

Να σχεδιάσετε, στα παρακάτω πλαίσια, μια πιθανή μορφή που μπορεί να έχει το χρωματογράφημα του **Σχήματος 4**:

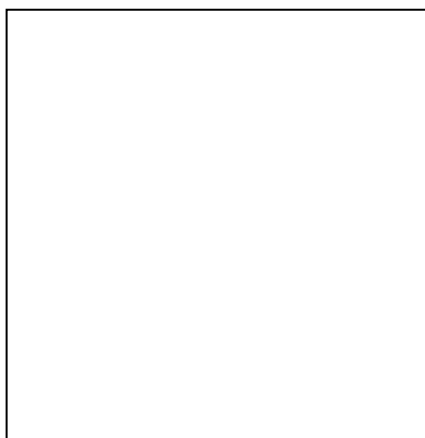
**α)** μετά την ανάπτυξη με τον πρώτο διαλύτη και

**β)** στην τελική του μορφή μετά την ανάπτυξη με το δεύτερο διαλύτη, θεωρώντας ότι το δείγμα περιέχει τέσσερις χρωστικές ουσίες.

Να σχεδιάσετε **με μολύβι** τις διαχωριζόμενες χρωστικές, όχι σαν διευρυμένες ζώνες αλλά **σαν κηλίδες**, όπως αυτές παρουσιάζονται στο χρωματογράφημα του **Σχήματος 2**.



**α)** Μετά την 1<sup>η</sup> ανάπτυξη



**β)** Μετά τη 2<sup>η</sup> ανάπτυξη

Τα θέματα επιμελήθηκαν:  
Οι χημικοί Ε. Μελανίτου και Θ. Βαχλιώτης

*Ευχόμαστε Ειπαυχία*



<b>ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ θέματος Χημείας</b>		
	Μονάδες	
	βαθμ/γητή	επιτηρητή
<b>ΜΕΡΟΣ Α: ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΔΙΑΛΥΤΩΝ - ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΗΜΑΤΟΣ</b>		
<b>1α) περιγραφή-υπολογισμός πυκνότητας</b>	(8)	
Μέτρηση μάζας:		(6)
Μέτρηση όγκου:		(6)
<b>1β) Σύγκριση πτητικότητας</b>	(8)	
<b>2α) Ανάπτυξη χρωματογραφήματος με νερό</b>		
Κόψιμο χαρτιού (διαστάσεις-ευθείες με μολύβι-αποστάσεις-ίσο κόψιμο πλευρών χαρτιού):	(5)	
Τοποθέτηση κουκκίδων (θέση-μέγεθος):		(5)
Αρχική στάθμη διαλύτη κάτω από κουκκίδες:		(2)
Διακοπή χρωματογραφήματος όταν ο διαλύτης φθάσει στην επάνω ευθεία:		(2)
Κορεσμός ποτηριού με ατμούς διαλύτη για 3-4 λεπτά:		(2)
Θέση κατακόρυφη χαρτιού μέσα στο ποτήρι:		(2)
Πιάσιμο χαρτιού με λαβίδα (όχι χέρια) - στέγνωμα χαρτιού:		(2)
<b>2β) Ανάπτυξη χρωματογραφήματος με 2-προπανόλη</b>		
Κόψιμο χαρτιού (διαστάσεις-ευθείες με μολύβι-αποστάσεις-ίσο κόψιμο πλευρών χαρτιού):	(5)	
Τοποθέτηση κουκκίδων (θέση-μέγεθος):		(5)
Αρχική στάθμη διαλύτη κάτω από κουκκίδες:		(2)
Διακοπή χρωματογραφήματος όταν ο διαλύτης φθάσει στην επάνω ευθεία:		(2)
Κορεσμός ποτηριού με ατμούς διαλύτη για 3-4 λεπτά:		(2)
Θέση κατακόρυφη χαρτιού μέσα στο ποτήρι:		(2)
Πιάσιμο χαρτιού με λαβίδα (όχι χέρια) - στέγνωμα χαρτιού:		(2)
<b>3.</b>	(2)	
<i>ΜΕΡΟΣ Β: ΕΠΙΛΟΓΗ ΔΙΑΛΥΤΗ - ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ <math>R_f</math></i>		
<b>1</b>	(2)	
<b>2</b>	(4)	
<b>3</b>	(2)	
<b>4</b>	(2)	
<b>5</b>	(2)	
<b>6</b>	(3)	
<b>7</b>	(3)	
<b>8</b>	(3)	
<b>9</b>	(3)	
<b>10</b>	(6)	
<b>Σύνολο</b>	<b>(58)</b>	<b>(42)</b>

**Βιβλιογραφία:**

1. Pecsok R.L., Shields, L.D, Cairns, T. and McWilliam, I.G., "Σύγχρονες Μέθοδοι στη Χημική Ανάλυση, 2η έκδοση", Απόδοση στα Ελληνικά Σταύρος Βολιώτης, Εκδόσεις Γ.Α. Πνευματικός, Αθήνα 1980.
2. Davis, R.E., Frey, R., Sarquis, M., Sarquis, J.L., "Modern Chemistry", Holt, Rinehart and Winston, Austin, Texas, USA 2009.
3. [https://en.wikipedia.org/wiki/Paper\\_chromatography](https://en.wikipedia.org/wiki/Paper_chromatography)
4. [https://en.wikipedia.org/wiki/Thin-layer\\_chromatography](https://en.wikipedia.org/wiki/Thin-layer_chromatography)