

### Methoden der Papierchromatographie

*Absteigendes Chromatogramm:* Das Papier wird mit dem Ende, an dem sich die Startlinie befindet, in einen Trog, der das Laufmittel enthält, gehängt und nach unten gebogen; das Papier saugt dann das Laufmittel ständig nach. Laufmittel und Substanzen wandern also von oben nach unten.

*Durchlaufchromatogramm:* Will man Verbindungen trennen, deren Rf-Werte sehr klein sind und nur gering differieren, bedient man sich eines (absteigenden) Durchlaufchromatogramms. Das herunterhängende Ende des Filterpapierstreifens wird ausgezackt; das Laufmittel tropft an den Zacken ab. Je nach Substanz läßt man das Chromatogramm mehrere Tage laufen und erhält so auch bei kleinsten Rf-Werten scharfe Trennungen.

*Rundfilterchromatogramm:* Hierbei bringt man die zu analysierende Substanz im Mittelpunkt eines Rundfilters auf; auf den Mittelpunkt läßt man dann das Laufmittel auftropfen. Die gelösten Substanzen breiten sich in Kreisen bzw. Ellipsen aus. Diese Methode bietet einige Vorteile: Sie arbeitet sehr schnell, trennt scharf, läßt das Arbeiten mit mehreren Entwicklern zu und kann auch mit größeren Substanzmengen durchgeführt werden.

*Aufsteigendes Chromatogramm:* Gewöhnlich greift man zuerst zu dieser Methode, da sie einfacher als die anderen ist. Sie führt jedoch nur zu einem Ergebnis, wenn die Rf-Werte genügend differieren. Man benötigt einen etwa 30 cm hohen Glaszylinder, der sich durch eine Schliffplatte luftdicht verschließen läßt. Auf seinem Boden befindet sich 1—2 cm hoch das Laufmittel. Die Breite des Chromatographiepapiers wählt man zweckmäßigerweise so, daß sich daraus ein Hohlzylinder bilden läßt, der frei im Gefäß steht. Die

Ränder des Bogens werden vernäht oder mit Kunststoff-Klammern zusammengehalten. Wie bei jeder der erwähnten Methoden muß auch hier das Gefäß zuvor mit Laufmitteldämpfen gesättigt werden.

### Die Alkaloide

Die Alkaloide sind stickstoffhaltige, meist sehr kompliziert gebaute organische Verbindungen. Ihren Namen haben sie von ihrem alkalischen Charakter. Sie werden von Pflanzen aufgebaut und zeichnen sich durch spezifische physiologische Wirkungen aus. Unter ihnen findet man sehr starke Gifte. Die Alkaloide werden nach ihrem Aufbau, das heißt nach der Ableitbarkeit von Grundverbindungen, eingeteilt.

### Papierchromatographie der Alkaloide

Als Chromatographiepapier für alle Alkaloide empfiehlt sich das Papier von *Schleicher & Schüll* Nr. 2043 b. Will man die ermittelten Rf-Werte mit Literaturwerten vergleichen, so muß man beachten, daß diese Werte meist auf das Papier *Whatman* No. 1 bezogen sind. Die Alkaloide werden mit *Dragendorff*-Reagens entwickelt.

Lösung A: 850 mg Wismutsubnitrat  
10 ml Eisessig  
40 ml dest. Wasser  
Lösung B: 8 g Kaliumjodid  
20 ml dest. Wasser

Die Lösungen werden gemischt und im Dunkeln aufbewahrt. Vor dem Entwickeln verdünnt man 5 ml der Lösung mit 10 ml Eisessig und 50 ml dest. Wasser. Die meisten Alkaloide ergeben beim Entwickeln mit *Dragendorff*-Reagens eine ziegelrote Färbung.

Die Papierchromatographie der Alkaloide soll nun an einigen Alkaloid-Gruppen gezeigt werden.

### Pyridin-Alkaloide

Als bedeutendste Vertreter dieser Gruppe

seien die Tabak-Alkaloide genannt, zu denen unter anderem Nicotin und Anabasin gehören. Nicotin, das Hauptalkaloid der Tabakpflanze, ist eine farblose Flüssigkeit vom Siedepunkt 246 °C. Sie wird an der Luft rasch braun und ist mit Wasserdampf flüchtig. Die natürlich vorkommende, linksdrehende Form ist sehr giftig. Die Untersuchungslösung wurde folgendermaßen gewonnen: 20 g Tabak wurden in 200 ml Wasser gekocht, das mit Schwefelsäure angesäuert war. Die Lösung wurde filtriert, das Filtrat alkalisch gemacht und destilliert; das Destillat enthält Nicotin (Nachweis durch Tanninfällung).

#### Aufgetragene

Lösungsmenge	0,05 ml
Laufmittel	Butanol/Eisessig
Verfahren	aufsteigende Methode
Laufzeit	8 h
Entwickler	<i>Dragendorff</i> -Reagens
Ermittelter	
Rf-Wert	0,43

#### Indol-Alkaloide

Unter dieser Bezeichnung faßt man Alkaloide zusammen, die das Gerüst des Carbolins haben, das aus einem Indol- und einem Pyridinkern besteht. Für diese Gruppe steht hier das Strychnin. Es bildet farblose, sehr bitter schmeckende Nadeln vom Schmelzpunkt 268 °C und ist in Wasser kaum löslich, aber äußerst giftig. Mit Kaliumdichromat und Schwefelsäure gibt das Strychnin eine charakteristische Blaufärbung. Zur Chromatographie verwendet man Papier, das mit 0,2 m Kaliumhydrogenphosphat-Lösung (Puffer-substanz nach *Sörensen*) imprägniert ist. Die Lösung läßt man gleichmäßig in das Papier einlaufen und trocknet dann. Als Untersuchungssubstanz wurde eine kleine Menge alten Rattengiftes verwendet (mit Strychninnitrat).

#### Aufgetragene

Lösungsmenge	0,05 ml
Laufmittel	sek. Butanol/Wasser
Verfahren	aufsteigende Methode

Laufzeit	11 h
Entwickler	<i>Dragendorff</i> -Reagens
Ermittelter	
Rf-Wert	0,32

Zum Vergleich wurde ein Chromatogramm mit reinem Strychninnitrat entwickelt; die Rf-Werte stimmten recht gut überein.

#### Chinolin-Alkaloide

Diese Gruppe umfaßt etwa 30 Alkaloide, sie finden sich in den Rinden subtropischer Bäume. Das wichtigste Alkaloid dieser Gruppe ist das Chinin. Es wurde

bereits 1820 entdeckt. Es schmilzt bei 177 °C und ist in Wasser wenig löslich. Das Alkaloid hatte als fieberbrechendes Mittel in der Medizin eine große Bedeutung. Als Untersuchungssubstanz wurde ein Fiebermittel, das Chininhydrochlorid enthält, verwendet.

#### Aufgetragene

Lösungsmenge	0,05 ml
Laufmittel	Pyridin/Wasser
Verfahren	aufsteigende Methode
Laufzeit	12 h
Entwickler	<i>Dragendorff</i> -Reagens
Ermittelter	
Rf-Wert	0,6