

Aufgaben zum Thema Dünnschichtchromatographie (DC)

- 1.) Beschreiben Sie die Begriffe stationäre und mobile Phase.
- 2.) Welchen Einfluss hat die Gasphase in der DC (Stichwort :Kammersättigung)?
- 3.) Was ist der Rf-Wert?
- 4.) Beschreiben Sie den vermuteten Aufbau einer Kieselgel-DC-Platte die seit einigen Tagen an der Luft gelegen hat. Welche Trennmechanismen können hier auf die zu trennenden Stoffe wirken? Was bewirkt eine Trocknung im Trockenschrank?
- 5.) Beschreiben Sie den Festwellendetektor und den Dioden Array Detektor.
- 6.) Wie ist eine Reversed Phase DC Platte aufgebaut? Welche Trenneigenschaften hat sie? Wie ist ein Laufmittel beispielsweise zusammengesetzt?

Info zur DC:

1.) Die Chromatographie ist eine sehr leistungsfähige und verbreitete Trennmethode. Sie wurde erstmals vom russischen Botaniker Tswett 1903 zur Trennung von Blattfarbstoffen angewendet (chroma, gr. = Farbe).

Für die Dünnschichtchromatographie (DC) verwendet man Plättchen aus Kunststoff, Aluminium oder Glas, die mit einer dünnen Schicht eines sehr feinkörnigen Stoffes (z.B. Cellulose- oder Aluminiumoxidpulver) beschichtet sind.

Diese Schicht bezeichnet man als *stationäre Phase*. Das zu trennende Gemisch wird nun in der Nähe des unteren Randes des Plättchens punktförmig aufgetragen. Anschließend wird das Plättchen in ein Gefäß gestellt, das eine geringe Menge Flüssigkeit enthält. Diese Flüssigkeit bezeichnet man als Fließmittel oder *mobile Phase*.

Das Fließmittel steigt nun durch die Kapillarkraft in der Schicht hoch. Sobald die Flüssigkeit den Gemischfleck erreicht hat, sind die Teilchen des Gemisches der Anziehungskraft der stationären Phase einerseits *und* der Anziehungskraft der mobilen Phase andererseits ausgesetzt. Je nach Kräfteverhältnis bleibt ein Teilchen eher am Startpunkt oder es wandert eher mit der mobilen Phase nach oben.

Die Kräfte und somit das Wanderverhalten eines Teilchens hängen sowohl von der Art des Schichtmaterials und des Fließmittels, als auch von der Art des Teilchens ab.

In den meisten Fällen lassen sich Schichtmaterialien und Fließmittelgemische so kombinieren, dass die verschiedenen Teilchensorten eines Gemisches verschieden weit wandern, sodass sie sich voneinander trennen lassen.

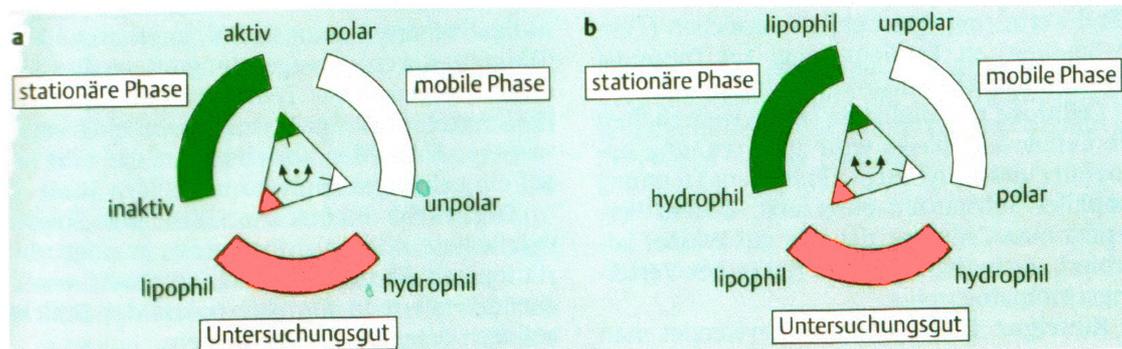
2.) Lösemittel nach steigender Elutionskraft geordnet (Elutrope Reihe):

Hexan, Petrolether, Pentan
 Heptan
 Cyclohexan
 Tetrachlormethan
 Benzol
 Toluol
 Chloroform
 Diethylether
 Essigsäureethylester
 Pyridin
 Aceton
 Propanol
 Ethanol
 Methanol
 Wasser

Aus einem Adsorptionsvorgang wird durch die Wechselwirkung zwischen dem Adsorbens (stat. Phase), der Probe und der mobilen Phase eine Adsorptionschromatographie. Die Elution (Herunterlösen) kann man als Konkurrenz von Probe und mobiler Phase erklären, d.h. die mobile Phase verdrängt die Probe von der stationären Phase. Dies geschieht weil die mobile Phase eine stärkere Adsorption zur stationären Phase hat oder im Überschuss (verglichen mit der Probe) vorliegt. Die hier dargestellte elutrope Reihe ist auf polare Adsorbentien (Al_2O_3 , SiO_2 , MgO) bezogen. Bei Aktivkohle würde sich die Reihenfolge umkehren (Reversed Phase).

Auswahl der stationären und mobilen Phase:

Dreickschema nach Stahl



a) Adsorption

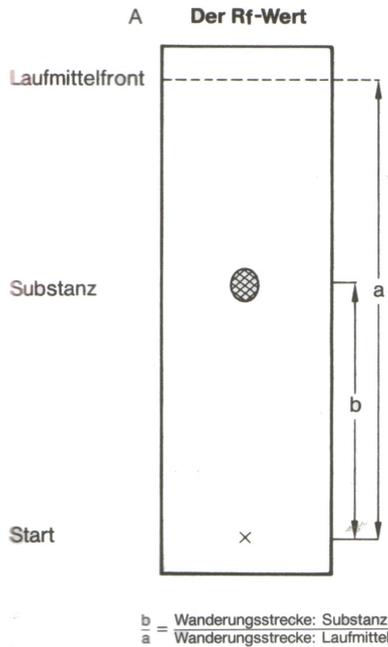
b) Verteilung

aktive stationäre Phase : Trägermaterial, welche Stoffe adsorbieren kann.

inaktive stationäre Phase : Trägermaterial auf denen eine Flüssigkeit aufgebracht ist oder deren Polarität chemisch verändert wurde (modifiziertes Adsorbens).

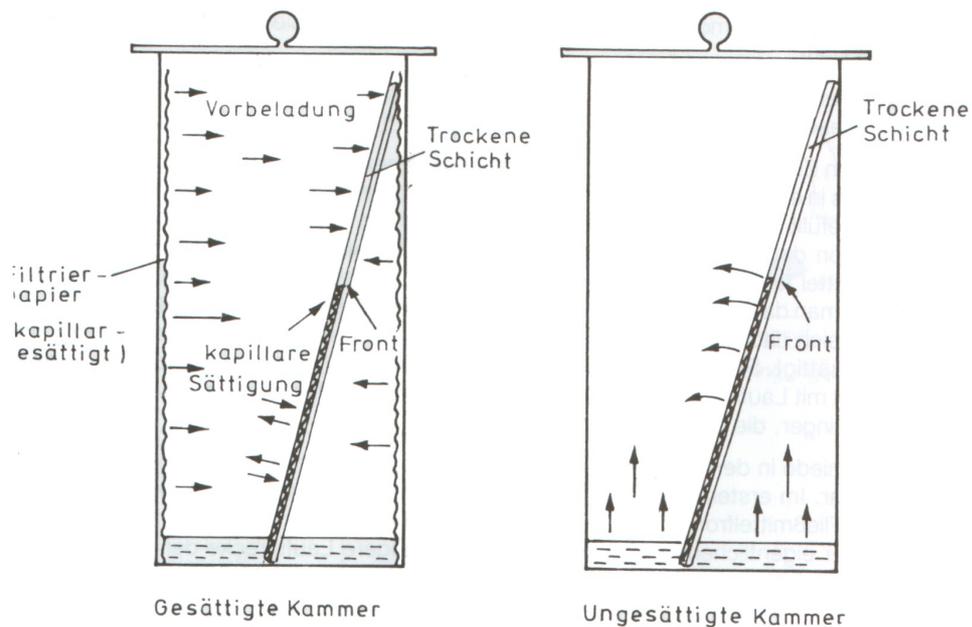
3.) Der Rf Wert

Der Rf-Wert gibt das Verhältnis von Abstand des Startpunktes/Substanzfleck zum Abstand des Startpunktes/Laufmittelfront an.



4.) Entwicklung der DC Platte

Einen starken Einfluss auf das Trennergebnis hat die *Kammersättigung*. Abb. 11 zeigt schematisch, was in einer Trennkammer ohne Kammersättigung geschieht, in die das Laufmittel einfach eingefüllt und die DC-Platte eingebracht wird. Im Verlauf der Trennung verdunstet Laufmittel von der Platte, und zwar vorwiegend im Bereich der Fließmittelfront. Es wird mehr Laufmittel für eine bestimmte Laufstrecke der Front benötigt, und die Rf-Werte steigen. Kleidet man dagegen die Kammer mit Filterpapier aus und tränkt es mit dem Laufmittel, so verteilen sich nach kurzer Zeit Laufmitteldämpfe gleichmäßig im Dampfraum, die Kammer wird gesättigt. Stellt man eine Trennplatte in eine solche Kammer ein, so wird die trockene Schicht mit Laufmittel vorbeladen, der Laufmittelbedarf für die gleiche Laufstrecke der Front ist geringer, die Rf-Werte sind kleiner.



Diodenarray-Spektroskopie

Spektroskopie ist eine Methode zur Analyse der Korrelation zwischen Stoff und elektromagnetischen Wellen. Die Diodenarray-Spektroskopie verwendet Zeilendetektoren, um das gesamte Spektrum mit mehreren Wellenlängen gleichzeitig zu messen. Das bedeutet Licht wird mit Hilfe von optischen Prismen zerlegt und die einzelnen Wellenlängen des Lichtes treffen auf die Probe. Der Anteil an reflektierten Licht (Photonen) trifft auf die Dioden, welche entladen werden. Dies ist messbar. Jede Diode entspricht einer bestimmten Wellenlänge. Man erhält in kurzer Zeit ein ganzes Spektrum und kann dann Aussagen über die Konzentration des zu bestimmenden Stoffes machen. Der Festwellendetektor kann jeweils nur bei einer bestimmten Wellenlänge die Intensität der Probe messen. Nach jeder Messung muss die Wellenlänge neu eingestellt werden.