

Flüssigkeitchromatographie

Funktionsweise:

Untersuchende Substanz wird zusammen mit einem Laufmittel (mobile Phase/Elutionsmittel) durch eine Trennsäule, die die stationäre Phase enthält, gepumpt.

→ Säule ist ca. 1,8 bis 30 cm lang und hat einen Durchmesser 2-4,6 mm

Wechselwirkt ein Bestandteil der zu untersuchenden Substanz stark mit der mobilen Phase (also schwach mit der stationären) so verlässt er die Säule früh.

→ umgekehrt verbleibt er relativ lang in der Säule

Je nach Grad der Wechselwirkung erscheinen die Substanzen zu verschiedenen Zeiten (auch **Retentionszeit** genannt) am Ende der Trennsäule

→ nachgeschaltet ist ein geeigneter Detektor

Trennung der Substanz ist von vielen Parametern abhängig

- Art und Maße der Trennsäule
- Zusammensetzung der mobilen Phase
- Temperatur
- Laufzeit
- Ph-Wert

GC

Nur anwendbar bei Komponenten die gasförmig sind oder verdampfen

Mobile Phase:

Inertgase wie Stickstoff oder Helium oder Wasserstoff

Trägergas wird durch eine gebogene, gewickelte kapillarartige Röhre mit einer Länge von 10-200m gedrückt.

→ Säule ist Innen mit einer definierten stationären Phase ausgekleidet

Wichtige Geräteteile

Injektor: Probe gelöst in einem niedrig siedenden Lösungsmittel durch ein Septum eingespritzt.

Trennsäule: Im GC-Ofen eingebaut, ermöglicht eine präzisere Temperierung

Detektor: Erzeugt elektrische Signale; kann als Peak (Gipfel) angezeigt werden

Messprinzip

Auftrennung erfolgt bei einer unpolaren Trägersäule einfach durch unterschiedliche Siedepunkte.

Bei polaren Trennsäulen werden Alkohole, Ester, Ketone mit gleichem Siedepunkt stärker festgehalten.

- Trennung bei *unpolaren* Substanzen ausschließlich Dispersionswechselwirkung (**Van-der-Waals**)
- Trennung bei *polaren* Substanzen **Wasserstoffbrückenbindung**

Dünnschichtchromatographie

Gebrauch von einer flachen relativ dünnen Schicht eines Materials das entweder selbsttragend oder auf eine Glas- Metall- oder Kunststoffoberfläche aufgetragen wird.

Bewegung der mobilen Phase beruht auf Kapillarkräften und wird manchmal durch Schwerkraft oder durch ein elektrisches Feld unterstützt

Einsatzbereich

Selbe wie Flüssigkeitschromatographie

Vorteile: Schnell und geringere Kosten

→ dient zur Optimierung der Säulenchromatographie

Durchführung

Untersuchende Substanz wird in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst und mit Hilfe einer Kapillaren punkt- und strichförmig aufgetragen.

Trennung der Substanz wird allgemein auf flachen Glas- oder Kunststoffplatten (Dimension der Platten 20 mal 20 cm) durchgeführt

→ mit einer dünnen festhaftenden Schicht fein verteilter Partikel

→ schaffen schärfere Trennstrecken in kurzer Zeit

Nach dem Auftragen:

- Platte wird senkrecht in eine Chromatographiekammer mit einem geeigneten Fließmittel (mobile Phase) eingestellt.

→ Verhindern von Verdampfen des Fließmittels: Trennung wird in einer mit dem Fließmittel gesättigten Atmosphäre in einem geschlossenen Gefäß durchgeführt.

- Laufmittel: Normalphasen-DC unpolare organische Lösungsmittel

- Fließmittel saugt sich über Kapillarkräfte in die stationäre Phase nach oben.

→ Im Allgemeinen gilt: Je unpolarer das Fließmittel ist, desto weniger wandern polare Substanzen und umgekehrt.

Es lassen sich sogar Spiegelbildisomere (= Enantiomere) trennen, wenn man eine mit einem chiralen Selektor modifizierte stationäre Phase verwendet.

Leistung:

Durchschnittlich auf 12 cm in 25 min 2000

Bei Höchstleistung auf 3 cm in 10 min 4000

Auswertung:

- Getrennte Substanzen werden durch Besprühen der Reagenzien-Lösungen sichtbar gemacht

- Betrachtet unter UV- Licht (Schichtmaterialien fluoreszieren)