

Übungsaufgaben

Aufgabe 1

Sie haben ein Gemisch aus 3 Aminosäuren: Alanin, Phenylalanin und Asparaginsäure, die Sie durch DC getrennt sollen. Dabei ist die mobile Phase weniger polar als die stationäre Phase.

Ordnen Sie die drei Aminosäuren begründet nach ihrer relativen Beweglichkeit (Rf-Wert).

Rf-Wert = Weg der Substanz : Weg des Lösungsmittels

stationäre Phase: polar

mobile Phase: weniger polar

Je polarer eine Aminosäure ist, desto stärker wird sie von der stationären Phase adsorbiert → kleiner Rf-Wert

Je unpolarer eine Aminosäure ist, desto besser ist sie in der mobilen Phase löslich und desto weniger gut wird sie von der stationären Phase adsorbiert → großer Rf-Wert.

Alanin:

kleiner unpolarer Rest – mittlere Affinität zur mobilen Phase – mittlerer Rf-Wert

Phenylalanin:

großer unpolarer Rest – hohe Affinität zur mobilen Phase – großer Rf-Wert

Asparaginsäure:

stark polarer Rest – relativ hohe Affinität zur stationären Phase – kleiner Rf-Wert

Aufgabe 2

Bei der chromatografischen Analyse spielt der Verteilungskoeffizient K eine große Rolle für die Qualität der Auftrennung von Substanzgemischen. Er ist definiert als der Quotient aus den Konzentrationen eines gelösten Stoffs in der stationären und in der mobilen Phase.

2.1

Gegeben ist ein Gemisch der Reinstoffe A, B und C. Die Verteilungskoeffizienten K dieser Stoffe in der gewählten DC oder PC betragen: $K(A) = 1$, $K(B) = 5$, $K(C) = 0,2$. Geben Sie die relativen Positionen der Stoffe A, B und C im entwickelten Chromatogramm an und beschreiben Sie das Prinzip der Auftrennung bei dieser Art der Chromatografie unter Verwendung der Fachbegriffe.

2.2

Häufig werden Substanzgemische nach dem Verfahren der Co-Chromatografie analysiert. Beschreiben Sie die Durchführung einer Co-Chromatografie, und legen Sie das Prinzip dieses Verfahrens dar.

2.3

In der Arbeitsanleitung für die Anfertigung eines Chromatogramms ist u. a. festgehalten, dass das Laufmittel schon längere Zeit vor Beginn der Entwicklung des Chromatogramms in die Trennkammer zu geben ist und ein Öffnen der Kammer während des Analysevorgangs unterbleiben soll. Begründen Sie die Notwendigkeit dieser Anweisungen.

Chromatografie – Übungen, Lösung

2.1

Prinzip der Verteilungschromatografie

Cellulose-Moleküle aus dem Papier besitzen eine Hydrathülle.

Wasser ist die stationäre Phase, die mobile Phase (= organisches Lösungsmittel) ist schlecht mit Wasser mischbar.

Mobile Phase wird aufgrund kapillarer Kräfte auf dem Trägermaterial (= Papier) hochgezogen. Die zu trennenden Stoffe verteilen sich zwischen der Hydrathülle der Cellulosefasern und dem organischen Lösungsmittel. Polare Stoffe werden von der Hydrathülle stärker zurück gehalten als unpolare, d.h. sie werden von der mobilen Phase nicht so weit transportiert wie unpolare. Auftrennung der Stoffe aufgrund eines unterschiedlichen Lösungsverhaltens.

$$K = \frac{c(\text{Stoff der stationären Phase})}{c(\text{Stoff der mobilen Phase})}$$

Stoff B: $K = 5$ wird nicht weit transportiert
Stoff C: $K = 0,2$ ist der Laufmittelfront am nächsten
Stoff A: $K = 1$ befindet sich zwischen den Positionen von B und C

2.2

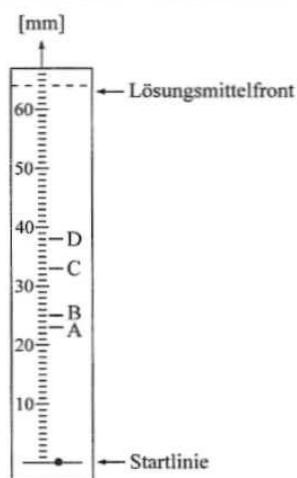
Substanzgemisch und die zu erwartenden Reinstoffe werden nebeneinander aufgetragen und mit demselben Lösungsmittel (der mobilen Phase) transportiert. Die im Gemisch vorhandenen Reinstoffe zeigen die gleichen R_f -Werte wie die ebenfalls aufgetragenen.

2.3

Die Kammer muss mit dem Dampf des Laufmittels gesättigt sein und bleiben. Ein Verdunsten des Laufmittels vom Trägermaterial wird auf diese Weise verhindert und ein gleichmäßiges Fließen ermöglicht.

Aufgabe 3

Ein Kohlenhydratgemisch unbekannter Zusammensetzung wird chromatografisch getrennt und die einzelnen Bestandteile werden mithilfe verschiedener Sprühreagenzien sichtbar gemacht. Die Abbildung zeigt das fertige Chromatogramm.



R_f -Werte für einige Saccharide:

Arabinose	0,54
Fructose	0,51
Galactose	0,44
Glucose	0,39
Maltose	0,36
Ribose	0,59

Ermitteln Sie mithilfe der gegebenen R_f -Werte, ob in dem Gemisch Fructose enthalten war, und begründen Sie Ihre Aussage.

Lösung

Fructose hat einen Rf-Wert von 0,51. Diesen Wert hat auch Substanz C, also ist Fructose im Gemisch enthalten.

Aufgabe 4

Sorbinsäure und Salicin sind zwei technisch bedeutsame Naturstoffe. Sorbinsäure ist eine Carbonsäure, die zur Konservierung von Lebensmitteln verwendet wird. In einer Lebensmittelprobe soll Sorbinsäure mittels zweidimensionaler DC identifiziert werden. Hierzu wird die aufbereitete Probe am Startpunkt aufgetragen und mit Laufmittel A entwickelt. Das getrocknete Chromatogramm wird um 90° in der Ebene gedreht und anschließend mit Laufmittel B neu entwickelt. Die aufgetrennten Stoffe werden mittels UV-Licht detektiert.

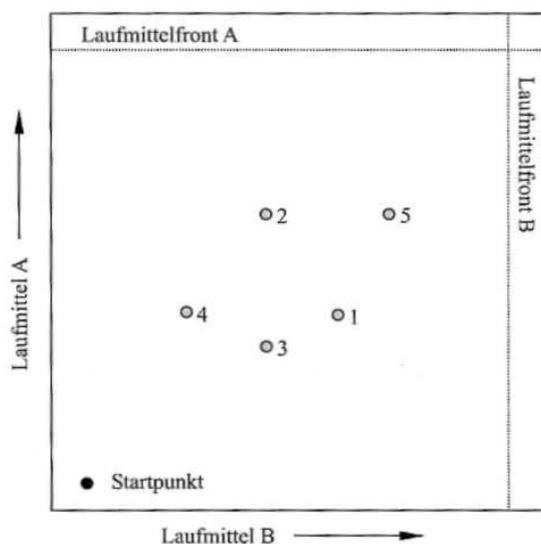


Abb. Dünnschichtchromatogramm

Die Rf-Werte für Sorbinsäure betragen im Laufmittel A 0,62 und im Laufmittel B 0,44.

4.1

Leiten Sie aus dem Chromatogramm ab, ob in der Probe Sorbinsäure enthalten sein könnte.

4.2

Legen Sie dar, welche Vorteile im vorliegenden Fall die zweidimensionale Chromatografie gegenüber der Chromatografie nur mit Laufmittel A oder B hat.

Lösung

4.1

Der Substanzfleck Nr. 2 könnte Sorbinsäure enthalten. Beim Chromatogramm mit Laufmittel A ergibt sich für den Fleck 2 ein Rf-Wert von 0,62.

Mit Laufmittel B zeigt sich nach Drehung des getrockneten Chromatogramms um 90° ein Rf-Wert von 0,44.

4.2

Laufmittel A trennt die Substanzen Nr. 1 und 4 sowie 2 und 5 nicht auf.

Laufmittel B trennt 2 und 3 nicht auf. Erst die Kombination beider Laufmittel trennt das Gemisch in fünf einzelne Flecken auf.

Aufgabe 5

Welchen Einfluss hat die Polarität eines Fließmittels bei der Trennung eines Gemisches aus polaren Substanzen auf den Rf-Wert?

Mit steigender Polarität des Fließmittels nehmen auch die Rf-Werte zu, da die zurückgelegte Wegstrecke einer polaren Substanz mit der Polarität des Fließmittels steigt.

Aufgabe 6

Wie ändert sich der Rf-Wert mit zunehmender Adsorption an der stationären Phase?

Er wird kleiner.

Aufgabe 7

Welches Fließmittel ist bei der Trennung eines hydrophilen Substanzgemisches durch PC zu verwenden?

Die stationäre Phase ist die Hydrathülle der Cellulose. Deshalb muss die Hydrophilie des Fließmittels so gering sein, um seine Mischung mit der Hydrathülle weitestgehend zu vermeiden, jedoch groß genug, um die hydrophilen Substanzen zumindest geringfügig zu lösen. Da Butanol in Wasser beschränkt löslich ist, kann es verwendet werden.