

ISSN 0073-8433

PUBLIKATIONEN ZU WISSENSCHAFTLICHEN FILMEN

SEKTION
TECHNISCHE WISSENSCHAFTEN
NATURWISSENSCHAFTEN

SERIE 9 · NUMMER 11 · 1986

FILM C 1561

Chromatographie
I. Trennmethode in Theorie und Praxis



INSTITUT FÜR DEN WISSENSCHAFTLICHEN FILM · GÖTTINGEN

Angaben zum Film

Tonfilm (Komm., deutsch), 16 mm, farbig, 244 m, 22½ min (24 B/s). Hergestellt 1983/84, veröffentlicht 1984.

Der Film ist für die Verwendung im Hochschulunterricht bestimmt. Veröffentlichung aus dem Institut für Lebensmittelchemie der Universität Stuttgart, Prof. Dr. G. SCHWEDT, und dem Institut für den Wissenschaftlichen Film, Göttingen, Dr. G. GLATZER; Kamera: G. MATZDORF; Schnitt: E. FISCHER; Zeichentrickherstellung: H.G. GRASKE, G. MATZDORF.

Der Film wurde hergestellt mit Unterstützung durch die Firma E. Merck, Darmstadt.

Zitierform:

SCHWEDT, G., und INST. WISS. FILM: Chromatographie— I. Trennmethode in Theorie und Praxis. Film C 1561 des IWF, Göttingen 1984. Publikation von G. SCHWEDT, Publ. Wiss. Film., Sekt. Techn. Wiss./Naturw., Ser. 9, Nr. 11/C 1561 (1986), 11 S.

Anschrift des Verfassers der Publikation:

Prof. Dr. G. SCHWEDT, Institut für Lebensmittelchemie und Analytische Chemie der Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring 55, D-7000 Stuttgart.

PUBLIKATIONEN ZU WISSENSCHAFTLICHEN FILMEN

Sektion BIOLOGIE

Sektion PSYCHOLOGIE · PÄDAGOGIK

Sektion ETHNOLOGIE

Sektion TECHNISCHE WISSENSCHAFTEN

Sektion MEDIZIN

NATURWISSENSCHAFTEN

Sektion GESCHICHTE · PUBLIZISTIK

Herausgeber: H.-K. GALLE · Redaktion: E. BETZ, I. SIMON

PUBLIKATIONEN ZU WISSENSCHAFTLICHEN FILMEN sind die schriftliche Ergänzung zu den Filmen des Instituts für den Wissenschaftlichen Film und der Encyclopaedia Cinematographica. Sie enthalten jeweils eine Einführung in das im Film behandelte Thema und die Begleitumstände des Films sowie eine genaue Beschreibung des Filminhalts. Film und Publikation zusammen stellen die wissenschaftliche Veröffentlichung dar.

PUBLIKATIONEN ZU WISSENSCHAFTLICHEN FILMEN werden in deutscher, englischer oder französischer Sprache herausgegeben. Sie erscheinen als Einzelhefte, die in den fachlichen Sektionen zu Serien zusammengefaßt und im Abonnement bezogen werden können. Jede Serie besteht aus mehreren Lieferungen.

Bestellungen und Anfragen an: Institut für den Wissenschaftlichen Film

Nonnenstieg 72 · D-3400 Göttingen

Tel. (05 51) 20 22 02

FILME FÜR FORSCHUNG UND HOCHSCHULUNTERRICHT

GEORG SCHWEDT, Stuttgart, und INSTITUT FÜR DEN WISSENSCHAFTLICHEN FILM,
Göttingen:

Film C 1561

Chromatographie – I. Trennmethoden in Theorie und Praxis

Verfasser der Publikation: GEORG SCHWEDT

Inhalt des Films:

Chromatographie – I. Trennmethoden in Theorie und Praxis. Adsorption, Verteilung, Ionenaustausch und Gelpermeation sind die grundlegenden Vorgänge, die zu einer chromatographischen Auftrennung von Stoffgemischen, z.B. von Farbstoffen in einem chromatographischen System aus mobiler und stationärer Phase führen. Die kinetische Theorie, das Trennstufenmodell und die van-Deemter-Gleichung liefern die theoretischen Grundlagen für diese physikalisch-chemische Trennmethode. Die Techniken der Dünnschicht-, Flüssigkeits-Säulen- und Gas-Chromatographie ermöglichen die Verknüpfung von Trennungen mit quantitativen Analysen in Form verschiedenartiger Analysensysteme.

Summary of the Film:

Chromatography – I. Methods of Separation in Theory and Practice. Adsorption, distribution, ion exchange and gelatin permeation are the basic procedures which lead to a chromatographical fractionation of mixtures of substances, for example, of dye pigment in a chromatographic system consisting of a mobile and a stationary phase. The kinetic theory, the theory of separation in stages and the van-Deemter equation provide the theoretical basis for this physical-chemical method of separation. The techniques of thin-layer chromatography, fluid-column chromatography and gas chromatography make it possible to combine separations with quantitative analyses in the form of various analysis systems.

Résumé du Film:

Chromatographie – I. Méthodes de séparation en théorie et en pratique. Adsorption, partage, échange d'ions et perméation du gel sont les processus de base entraînant une séparation chromatographique de matières, p.ex. de colorants dans un système chromatographique composé d'une phase mobile et d'une phase stationnaire. La théorie cinétique, le modèle des niveaux de séparation et l'équation de van-Deemter fournissent les bases théoriques de la méthode de séparation physique et chimique. Les techniques de la chromatographie en couche mince, de la chromatographie en phase liquide, de la chromatographie sur colonne échangeuse et de la chromatographie en phase gazeuse permettent la liaison de partages avec des analyses quantitatives sous forme de systèmes d'analyse différents.

Allgemeine Vorbemerkungen

Geschichtliches

Die Bezeichnung „chromatographische Adsorptionsanalyse“ wurde 1906 von dem Botaniker M. TSWETT für die Trennung von Pflanzenfarbstoffen an verschiedenen Adsorptionsmaterialien vorgeschlagen. Diese Arbeiten wurden jedoch erst 1931 von dem späteren Nobelpreisträger R. KUHN wieder aufgegriffen. Eine Weiterentwicklung der Trennmethode erfolgte durch die Einführung der Verteilungs-Chromatographie durch A.J.P. MARTIN und R.L.M. SYNGE 1941. Sie führte schließlich 1952 zur Gas-Chromatographie (SCHWEDT [6]). Seitdem sind die theoretischen Grundlagen und die apparativen Techniken ständig weiter entwickelt worden bis zu den heutigen Trenntechniken der Kapillar-, Gas- und Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie mit hohen Trennleistungen.

Systematik der Trennmethoden

Der Begriff „Chromatographie“ umfaßt alle physikalisch-chemischen Trennmethoden, bei denen eine Trennung von Stoffen durch Verteilung zwischen einer mobilen und einer stationären Phase erfolgt.

Eine systematische Einteilung chromatographischer Methoden erfolgt nach den überwiegenden Trennprinzipien in Adsorptions-, Verteilungs-, Reversed-phase-, Ionenaustausch- und Gelpermeations-Chromatographie. Ein weiteres äußeres Einteilungsprinzip ergibt sich aus dem Phasenaufbau in Verbindung mit den Ausführungstechniken:

Chromatographische Methode: Trenntechnik

Mobile Phase	Stationäre Phase	
	Flüssigkeit	Feststoff
Flüssigkeit	Flüssig-flüssig-Chromatographie (Verteilung): Säulen-, Dünnschicht-, Papier-Chromatographie	Fest-fest-Chromatographie (Adsorption): Säulen-, Dünnschicht-Chromatographie
Gas	Gas-Chromatographie (Verteilung)	Gas-Chromatographie (Adsorption)

Am Beispiel der Flüssig-flüssig-Chromatographie wird deutlich, daß eine Trennmethode in Form verschiedener Trenntechniken, nämlich als Säulen-, Dünnschicht- bzw. Papier-Chromatographie durchgeführt werden kann.

Trennprinzipien

Flüssig-flüssig- und Gas-Chromatographie (Verteilung, mit einer Flüssigkeit als stationärer Phase) beruhen auf der unterschiedlichen Löslichkeit von Stoffen in zwei praktisch nicht mischbaren Flüssigkeiten. Das Verteilungsgleichgewicht wird durch das Nernst-Verteilungsgesetz sowie durch den Verteilungskoeffizienten α wiedergegeben:

$$\alpha = \frac{C_1}{C_2}$$

Der Flüssig-fest-Chromatographie liegen Vorgänge der Adsorption als Grenzflächenreaktion zwischen einem gelösten und einem festen Stoff an der Phasengrenzfläche zugrunde. Je nach Stärke der Wechselwirkungskräfte unterscheidet man die physikalische von der chemischen Adsorption. Empirische Gleichungen wie die Freundlich- oder Langmuir-Adsorptionsisotherme beschreiben den Gleichgewichtszustand der Grenzflächenreaktion.

Weitere chromatographische Trennsysteme beruhen auf dem Ionenaustausch, bei dem Ionen gleichnamiger Ladung reversibel zwischen zwei Phasen ausgetauscht werden, und auf der Gelpermeation, einer Verteilung nach Molekülgrößen aufgrund eines Siebeffektes. In der Reversed-phase-Chromatographie führen Verteilungs- und Adsorptionsvorgänge an einer hydrophoben stationären Phase (z.B. an einem silanisierten, chemisch-modifizierten Kieselgel) in der Ionenpaar-Chromatographie Verteilungsvorgänge und Ionenassoziat-Bildung zwischen zwei flüssigen Phasen zur Stofftrennung.

Theorien

Modelle ermöglichen in der Chromatographie eine theoretische Behandlung der Trennfunktion; sie stellt die Abhängigkeiten eines Trennvorganges von den verschiedenen Einflußgrößen dar. Die kinetische Theorie differenziert die Gesamtretentionszeit t_R (die Verweilzeit eines Stoffes im chromatographischen System) in die Verweilzeit in der mobilen Phase t_m (die Durchflußzeit) und diejenige in der stationären Phase t_s (die Nettoretentionszeit).

Die Beurteilung einer Trennung von zwei Substanzen erfolgt aufgrund der Auflösung R , die sich aus der Differenz der Retentionszeiten und der Summe der Bandenbreiten (der Basisbreiten w der Elutionskurven eines Stoffes, die im Idealfall eine Gaußkurve darstellen) berechnen läßt:

$$R_{21} = \frac{2(t_{s2} - t_{s1})}{w_1 + w_2}$$

Je größer die Differenz der Retentionszeiten bzw. je geringer die Bandenbreiten w sind, um so besser ist die Trennung der Substanzen.

Der Quotient zweier Retentionszeiten wird als relative Retention, als ein Maß für die Selektivität eines Trennsystems bezeichnet:

$$r_{21} = \frac{t_{s2}}{t_{s1}}$$

Das Trennstufenmodell definiert eine theoretische Trennstufe als den Säulenabschnitt, in dem sich für einen Stoff das Gleichgewicht zwischen der mobilen und der stationären Phase vollständig eingestellt hat, und ermöglicht deren Berechnung aus einer Elutionskurve.

Für die Trennstufenhöhe H gilt:

$$H = \frac{1000 L}{16} \left(\frac{w}{t_r}\right)^2 \quad (\text{in mm})$$

(L: Länge der Trennstrecke (Säule) in m, w: Basisbreite der Elutionsbande in min, t_R : Gesamtretentionszeit einer Substanz in min)

Für die Trennstufenzahl einer Säule gilt:

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{w} \right)^2$$

Die dynamische Theorie in Form der van-Deemter-Gleichung beschreibt schließlich den Zusammenhang zwischen der Höhe einer theoretischen Trennstufe und den dynamischen Vorgängen:

$$H = A + \frac{B}{u} + C \cdot u$$

(u: lineare Strömungsgeschwindigkeit der mobilen Phase in cm/s). Der Term A beinhaltet die Streudiffusion an den Packungsteilchen einer stationären Phase, dessen Größe durch eine möglichst homoge Packung mit Teilchen geringer und einheitlicher Korngröße gering gehalten werden kann. Term B beinhaltet die Longitudinal-Diffusion, die durch weite und unverzweigte Poren der Säulenpackung klein gehalten werden kann. Term C wird als Massenübergangsterm bezeichnet; in ihm kommt die Gleichgewichtseinstellung zwischen den beiden Phasen zum Ausdruck.

In der Dünnschicht-Chromatographie entspricht der R_f -Wert als Quotient der Entfernung eines Substanzfleckens vom Start der Trennstrecke und der Entfernung der Laufmittelfront vom Start der Retentionszeit in der Säulen-Chromatographie.

Analysentechniken

Je nach der Phasenkombination lassen sich chromatographische Trennungen als Säulen-(Flüssigkeits)-Chromatographie, Dünnschicht-, Papier- oder Gas-Chromatographie durchführen. Jede Trenntechnik erfordert eine spezielle Geräteausstattung, wobei Papier- und Dünnschicht-Chromatographie die einfachsten Techniken darstellen. Säulen-(Flüssigkeits)- und Gas-Chromatographie bilden vollständige Analysensysteme, in denen das chromatographische Trennsystem mit einem Detektionssystem direkt verbunden ist. Sie ermöglichen somit sowohl eine qualitative Analyse (aufgrund der Retentionszeiten) als auch eine quantitative Analyse der getrennten Einzelstoffe aus Stoffgemischen mit Hilfe verschiedenartiger Durchflußdetektoren wie UV/VIS-Spektralphotometer in der Flüssigkeits-Chromatographie oder Flammenionisationsdetektor in der Gas-Chromatographie.

Erläuterungen zum Film

Wortlaut des gesprochenen Kommentars¹

Stationäre und mobile Phase

Eine wirksame Trennung von Substanzgemischen in die einzelnen Komponenten erfolgt heute mit Hilfe der Chromatographie. Besonders anschaulich läßt sich dies am Beispiel von Farbstoffen demonstrieren. Daher stammt auch der Name Chromatographie. Die

¹ Die *Kursiv*-Überschriften entsprechen den Zwischentiteln im Film.

Frage, welche einzelnen Komponenten zum Beispiel ein Faserschreiber enthält, läßt sich innerhalb weniger Minuten mit modernen chromatographischen Verfahren beantworten. Wie dieses Ergebnis zustande kommt, hängt wesentlich ab von der Wechselwirkung zweier Partner, nämlich der stationären und der mobilen Phase.

Die Säule ist mit Kieselgel gefüllt. Auf diesen verschiedenen Platten aus Aluminium, Kunststoff und Glas ist Kieselgel als dünne Schicht aufgetragen. Kieselgel stellt hier die sogenannte stationäre Phase dar. Die Trennung erfolgt mit Hilfe eines Flüssigkeitsgemisches. Dies ist die sog. mobile Phase. Die Testsubstanz rechts außen ist ein Gemisch aus den drei reinen Farbstoffen weiter links.

In der Säulen-Chromatographie wird dieses Gemisch auf den obersten Teil des Füllmaterials gegeben. Mit Hilfe einer Glaskapillare tragen wir dasselbe Gemisch auf die Dünnschichtplatte auf. Der Kontakt der stationären Phase mit der mobilen Phase erfolgt hier einfach durch Eintauchen der Platte in das Lösungsmittelgemisch beim Einsetzen in die Trennkammer.

Sofort beginnt das Lösungsmittel infolge der Kapillarkräfte in der Kieselgelschicht aufzusteigen und erreicht mit seiner Front bald die Farbstoffflecken. Hier eine Wiederholung des Vorgangs mit einer anderen Platte in 150facher Zeitraffung. Allmählich werden die verschiedenen Farbstoffe räumlich voneinander getrennt. Das gleiche geschieht hier nach Aufgabe des Lösungsmittels in der Säule. Das Lösungsmittel nimmt die Farbstoffkomponenten unterschiedlich rasch mit. Infolge der unterschiedlichen Verteilung der einzelnen Substanzen zwischen der stationären und der mobilen Phase erfolgt eine Auftrennung in die einzelnen Farbstoffkomponenten. In beiden Fällen beobachten wir, wie die mobile Phase durch die stationäre Phase wandert.

Trennmechanismen

Von den elementaren Trennmechanismen, die eine Auftrennung eines Gemisches in die einzelnen Komponenten bewirken, beobachten wir zunächst die Adsorption eines Farbstoffes, hier von Dextranblau, an Aluminiumoxid. Beim Schütteln wird der Farbstoff fast vollständig adsorbiert und damit aus der Lösung entfernt.

Eine ähnliche Beobachtung machen wir, wenn beide Phasen flüssig sind. Ein Farbstoff wird zu einer Flüssigkeit in einen Schütteltrichter gegeben. Dazu eine zweite, mit der ersten nicht mischbare Flüssigkeit. Durch Schütteln stellt sich ein Verteilungsgleichgewicht ein. Nach Ausbilden der Grenzfläche erkennen wir, daß sich der Farbstoff fast vollständig in der einen Phase gelöst hat.

Adsorption und Verteilungskoeffizient, zwei stoffspezifische Größen, bilden die Grundlage chromatographischer Trennungen. Dazu gehört auch der Ionenaustausch. Er läßt sich experimentell makroskopisch wesentlich schwieriger beobachten. Hier hilft die Erläuterung des Vorgangs auf molekularer Ebene im Trick. Die Wasserstoffionen befinden sich an den Gegenionen, die an der Festkörperoberfläche des Ionenaustauschers verankert sind. Sie werden gegen Alkaliionen ausgetauscht, die fester gebunden werden. Die Wasserstoffionen verlassen schließlich die Säule.

Bei der Gelchromatographie spielt die unterschiedliche Größe der zu trennenden Moleküle eine Rolle.

Sie können in derart porösen Materialien wie den Gelen unterschiedlich weit ins Poreninnere eindringen und werden nach Maßgabe der unterschiedlichen Molekülgröße getrennt.

Als Beispiel für eine Gelchromatographie sollen die kleineren Ionen des gelben Chromats von den großen sperrigen Molekülen des Dextranblaus getrennt werden.

Als mobile Phase dient eine wäßrige Natriumchloridlösung.

In der Glassäule befindet sich ein poröses Gel.

Mit Hilfe der peristaltischen Pumpe wird die mobile Phase durch diese spezielle Trennsäule gefördert.

Die größeren Moleküle des Dextranblaus wandern vor den kleineren des gelben Chromats, die in die Poren eindringen können.

Die kleineren Moleküle werden leichter in den Poren zurückgehalten.

Durch weitere Förderung der mobilen Phase lassen sich die beiden Farbstoffe auch getrennt eluieren.

Hier noch ein spezieller Trennmechanismus, der eine Umkehrung der Adsorption darstellt. Das Kieselgel kann nämlich an seiner polaren Oberfläche über die Hydroxylgruppen organische Stoffe binden, hier symbolisch dargestellt. Werden diese Bindungen dadurch unwirksam, daß sie durch chemisch gebundene Alkylketten in unpolare Gruppen umgewandelt werden, so gehen die vorherigen adsorbierenden Eigenschaften des Kieselgels verloren.

Ein Farbstoff verhält sich an der Umkehrphase anders als am polaren Kieselgel.

Die Umkehrphase besteht aus unpolarem Kieselgel, das durch die vorher gezeigten Alkylgruppen modifiziert ist. Die Trennmaterialien befinden sich hier in Plastiksäulen.

Diese werden auf den Saugtopf aufgesetzt.

Der polare Farbstoff wird am Kieselgel rechts adsorbiert.

Von der Umkehrphase links wird er dagegen nicht zurückgehalten. Die Farbstofflösung wird mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe durch beide Säulen gesaugt.

Je nach Wahl der Bedingungen in der stationären Phase führen eine oder auch mehrere dieser Mechanismen zur gewünschten Trennung.

Modellvorstellungen

Die kinetische Theorie ordnet den individuellen Molekülen, hier Kreise, Dreiecke und Quadrate, eine spezifische Affinität zur stationären Phase zu, deren Form und Oberfläche durch die gezackte Struktur symbolisiert wird.

Die Strömung der mobilen Phase fördert das Vorankommen der Moleküle.

An Haftstellen der stationären Phase werden sie, in Abhängigkeit von der Struktur, zurückgehalten. Die verschiedenen Teilchen werden daher das Ende der Trennstrecke zu unterschiedlichen Zeiten, nämlich den Gesamtretentionszeiten erreichen.

Diese setzen sich aus der Verweilzeit in der Strömung und den Nettoretentionszeiten an der stationären Phase zusammen. Die Trennleistung hängt ab von Parametern, die sich u.a. aus diesem Modell ableiten lassen.

Die ersten adsorptions-chromatographischen Trennungen in Säulen, die Auftrennung der Blattfarbstoffe, führte der russische Botaniker TSWETT in einer derartigen einfachen Apparatur durch.

Das Trennstufenmodell zerlegt die Trennstrecke in einzelne Abschnitte.

Hier als Kästen symbolisiert.

Die einzelnen Stoffe, hier gelbe und rote Kugeln, verteilen sich auf zwei Phasen, zum Beispiel Flüssigkeiten.

Jeder Gleichgewichtszustand, das Verteilungsgleichgewicht – in Zahlen ausgedrückt – charakterisiert bei diesem Modell einer stufenweisen Verteilung eine theoretische Trennstufe. Jede Trennstufe besteht aus je zwei übereinanderstehenden Kästen.

Nach schubweiser Weiterführung der unteren Phase stellt sich jeweils eine neue Verteilung der Moleküle zwischen beiden Phasen ein.

Dadurch wird eine weitgehende Trennung der Stoffe erreicht, die sich hier bereits abzeichnet.

Schließlich ist auch die Phase 2 am Ende der Trennstrecke angelangt.

Die Moleküle aus beiden Phasen eins und zwei werden aufsummiert. Die Verteilung der Moleküle über die Trennstrecke entspricht im Idealfall zwei Gaußkurven.

Aus der Lage der Maxima lassen sich bei einer kontinuierlich durchgeführten Verteilung die Gesamtretentionszeiten für die einzelnen Stoffe entnehmen.

Die ständig neue Einstellung von Verteilungsgleichgewichten wird in der Craig-Apparatur zur präparativen Trennung von organischen Stoffgemischen genutzt.

Van-Deemter-Gleichung

Die bisher vorgestellten Modelle zeigen lediglich, auf welche Weise Trennungen prinzipiell zustande kommen.

Die Trennleistung wird durch einige bestimmte Faktoren beeinflusst.

Die Glassäulen enthalten Trennmaterialien mit relativ großen Partikeldurchmessern. Das Trennergebnis für ein Farbstoffgemisch an Kieselgel ist hier unbefriedigend, wie die Zeiträufferaufnahme beweist.

Die Trennleistung dieser HPLC-Säule, in Bildmitte, erkennt man an der raschen Trennung der Farbstoffe in Echtzeit. Die Säule enthält Kieselgelpartikel von kleiner als $5\ \mu\text{m}$ Durchmesser. Die Trennung ist umso besser, d.h. die Farbstoffbanden sind umso schmaler und umso weiter voneinander getrennt, je kleiner die Teilchen in der stationären Phase sind.

Die Trennleistung einer Säule ergibt sich nach dem Trennstufenmodell, nämlich aus der Zahl der Trennstufen pro Säulenlänge.

Ein Vergleich der Chromatogramme zeigt den Einfluß von Trennstufenzahl N bzw. Höhe H auf die Trennleistung. N berechnet man nach dieser Formel aus der Gesamtretentionszeit t_R und der Bandenbreite w an der Basis der Gaußkurve. Zwei weitere Chromatogramme zeigen den Einfluß der Trennstufenhöhe H auf die Trennleistung, vor allem auch im Hinblick auf die nötige Trennzeit.

Grundsätzlich hängt die Trennleistung und damit die Bandenbreite von der Strömungsgeschwindigkeit u der mobilen Phase ab, hier demonstriert bei der Trennung von Benzolderivaten. Dabei kann die Trennleistung mit wachsender Strömungsgeschwindigkeit u sowohl zunehmen oder aber auch wieder abnehmen. Die Werte für H folgen aus der Van-Deemter-Gleichung.

In den Konstanten A, B und C ist der Einfluß von Bandenbreite, Säulenlänge und Gesamtretentionszeit auf H bei verschiedenen linearen Strömungsgeschwindigkeiten u enthalten. Verbinden wir die einzelnen Meßpunkte, so erhalten wir die Van-Deemter-Kurve.

Aus dem Minimum der Kurve folgt die lineare Strömungsgeschwindigkeit u für eine optimale chromatographische Trennung. Zur Chromatographie zählen wir sämtliche physikalisch-chemischen Trennmethode, die diese Erscheinung nutzen. Sie ist heute ein wichtiges Teilgebiet der chemischen Analytik.

Analysengeräte

Zur modernen chromatographischen Analytik gehört eine Vielzahl leistungsfähiger Geräte, hier für die Dünnschicht-Chromatographie. Sie tragen zu besser reproduzierbaren Analyseergebnissen bei.

Präzises Auftragen wird heute durch Automatisierung der Probennahme und des Auftragens erreicht.

Die Probenvolumina betragen wenige Mikroliter oder sogar nur Nanoliter. Erst moderne Trennkammern wie diese, in denen sich die mobile Phase in der Dünnschicht horizontal bewegen kann, gewährleisten ein konstantes, reproduzierbares Gleichgewicht.

Die photometrische, quantitative Auswertung geschieht mit Hilfe von Scannern und angeschlossenen Plottern mit Integratoren, welche die Ergebnisse der chromatographischen Analyse ausdrucken.

In der Flüssigkeits-Säulen-Chromatographie treten an die Stelle einer peristaltischen Schlauchpumpe für niedrige Drucke feinmechanische Präzisions-Hochdruckpumpen, die den Transport der mobilen Phase durch dünne Trennsäulen betreiben.

Dieses moderne Gerät zur Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie liefert auch mit geringen Probenmengen gute und rasche Trennungen.

Die Trennergebnisse einer anderen Methode, nämlich der Gas-Chromatographie, beruhen darauf, daß als mobile Phase Gas benutzt wird. Hier wird die mobile Phase aus Druckflaschen zugeführt. Die Verteilung der gasförmigen Stoffe erfolgt in Wechselwirkung mit einer festen oder flüssigen stationären Phase, die in dieser beheizten Trennsäule in Form einer Spirale enthalten ist. Noch bessere Trennungen erhält man mit dieser Trennsäule in Gestalt einer 10 m langen Kapillare von 0,2 – 0,3 mm Durchmesser.

Die flüssige Probe wird jeweils mit einer Spritze durch ein Septum in die Trennsäule eingegeben.

Vor der Trennung wird die flüssige Probe innerhalb eines Ofens verdampft, dessen Temperatur programmgesteuert verändert wird. Kurze Zeit später erreichen die einzelnen Stoffe nacheinander den Ionisationsdetektor.

Die Ausschläge auf dem Bildschirm und dem Plotter ergeben das Chromatogramm mit Ausdruck der quantitativen Ergebnisse.

Diese apparativ sehr unterschiedlichen chromatographischen Analysetechniken sind heute in den Laboratorien für Umweltschutz, in der biochemischen, pharmazeutischen und in der lebensmittelchemischen Analytik weit verbreitet.

Literatur

- [1] DAECKE, H.: Chromatographie unter besonderer Berücksichtigung der Papier- und Dünnschichtchromatographie. 3. Aufl., Frankfurt 1981.
- [2] EPPERT, G.: Einführung in die schnelle Flüssigchromatographie (Hochdruckflüssigchromatographie). Wiesbaden 1979.
- [3] MEYER, V.: Praxis der Hochleistungs-Flüssigchromatographie. 3. Aufl., Frankfurt, Aarau 1984.
- [4] SCHOMBURG, G.: Gaschromatographie. Weinheim 1977.
- [5] SCHWEDT, G.: Chromatographische Trennmethode. Theoretische Grundlagen, Techniken und analytische Anwendungen. 2. Aufl., Stuttgart 1986.
- [6] SCHWEDT, G.: Von der Kapillaranalyse zur Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie – Entwicklungen einer Trennmethode. CLB Chemie für Labor und Betrieb 33 (1982), 99.
- [7] WOLLRAB, A.: Gaschromatographie. Frankfurt, Aarau 1983.