

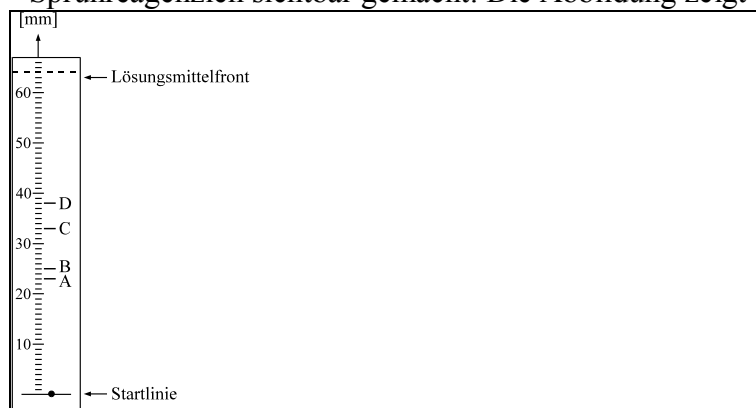
Chromatographie

1996/IV/1

- 1 Bei der chromatographischen Analyse spielt der Verteilungskoeffizient K eine große Rolle für die Qualität der Auftrennung von Substanzgemischen.
Er ist definiert als Quotient aus den Konzentrationen eines gelösten Stoffs in der stationären und in der mobilen Phase.
- 1.1 Gegeben sei ein Gemisch der Reinstoffe A, B und C. Die Verteilungskoeffizienten K dieser Stoffe in der gewählten Flüssig-Flüssig-Chromatographie (Dünnschicht- oder Papierchromatographie) 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 Chromatographie unter Verwendung der Fachbegriffe! 7
- 1.2 Häufig werden Substanzgemische nach dem Verfahren der Co-Chromatographie analysiert.
Beschreiben Sie die Durchführung einer Co-Chromatographie, und legen Sie das Prinzip dieses Verfahrens dar! 4
- 1.3 In der Arbeitsanleitung für die Anfertigung eines Chromatogramms ist unter anderem 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! 2

1998/III/3

- 3.) Die Trennung und Identifizierung von Sacchariden gelingt mithilfe chromatographischer Verfahren.
- 3.1 Erklären Sie das Prinzip der Chromatographie am Beispiel der Dünnschicht- oder Papierchromatographie! 4
- 3.2 Voruntersuchungen eines Saccharid-Gemisches deuten darauf hin, dass es Glucose, Maltose und/oder Saccharose enthalten könnte. Das Gemisch wird chromatografisch getrennt. Das entwickelte Chromatogramm wird mit ammoniakalischer Silbernitrat-Lösung besprüht und erwärmt. Geben Sie an, welches der oben genannten Saccharide mit dieser Methode sichtbar gemacht werden kann, und begründen Sie Ihre Aussage! Stellen Sie für eine Reaktion die Gleichung auf! 5
- 3.3 Ein Kohlenhydrat-Gemisch 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! 3

- 3.4 Die Identifizierung von Kohlenhydraten kann auch mithilfe eines Co-Chromatogramms erfolgen. Beschreiben Sie die Durchführung dieses Verfahrens und legen Sie seine Vorteile gegenüber der Identifizierung mit R_f -Werten dar! 3

2004/I/1

1 Chromatographische Verfahren spielen in der modernen Analytik eine herausragende Rolle. Von entscheidender Bedeutung für die Qualität der Auftrennung von Substanzgemischen bei einer flüssig-flüssig Chromatographie ist dabei der Verteilungskoeffizient K , der als Quotient aus der Konzentration eines gelösten Stoffs in stationärer Phase zur Konzentration des Stoffs in der mobilen Phase definiert ist.

- 1.1 Legen Sie dar, warum die Trennkammer während des Entwicklungsvorgangs nicht geöffnet werden soll! 2

1.2 Ein Gemisch aus den Reinstoffen A, B und C soll chromatographisch getrennt werden. Die Verteilungskoeffizienten K betragen:

$$K(A)=1; K(B) = 5; K(C) = 0,2.$$

Geben Sie die relativen Positionen der drei Stoffe im entwickelten Chromatogramm an! Beschreiben Sie das Prinzip der Auftrennung bei dem gewählten Verfahren unter Verwendung der Fachbegriffe! 7

- 1.3 Zur Identifizierung der Stoffe wird oft das Verfahren der Co-Chromatographie angewandt.

Beschreiben Sie die Durchführung und Auswertung einer Co-Chromatographie! 4

2006/I/1

1 Sorbinsäure und Salicin sind zwei technisch bedeutsame Naturstoffe. 1.1 Sorbinsäure ist eine Carbonsäure, die zur Konservierung von Lebensmitteln und pharmazeutischen Präparaten verwendet wird.

In einer Lebensmittelprobe soll Sorbinsäure mittels zweidimensionaler Dünnschichtchromatographie 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 erneut entwickelt. Die aufgetrennten Stoffe werden mittels UV-Licht detektiert.

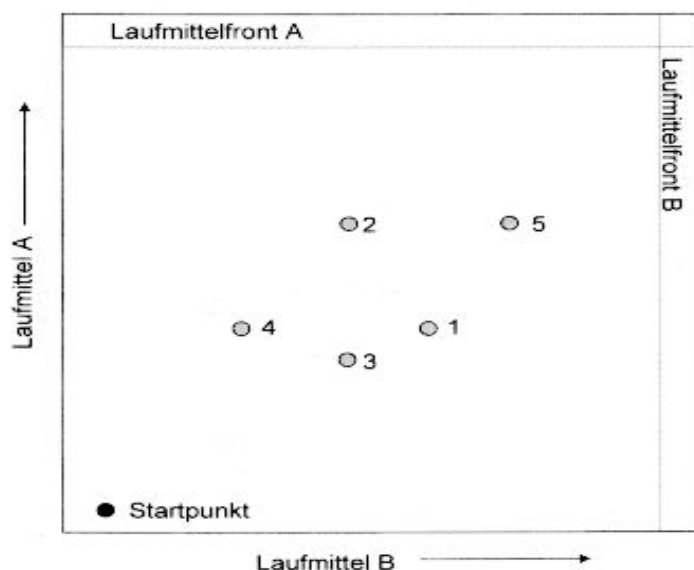


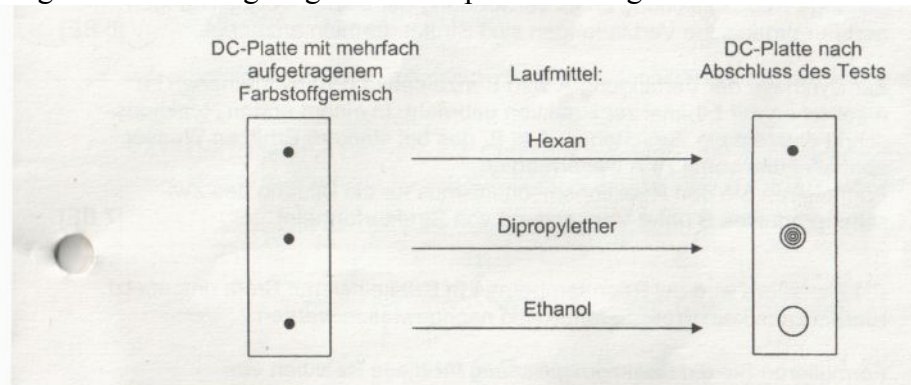
Abb. 1: Zweidimensionales Dünnschichtchromatogramm

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

- 1.1.1 Leiten Sie aus dem Chromatogramm ab, ob in der Probe Sorbinsäure enthalten sein könnte! 3 BE
- 1.1.2 Legen Sie dar, welche Vorteile im vorliegenden Fall die zweidimensionale Chromatographie gegenüber der Chromatographie nur mit Laufmittel A oder B hat 3 BE

2008A2

- 2.3 Aufgrund seiner Farbigkeit lässt sich Colchicin leicht mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie nachweisen. Dieses Verfahren eignet sich allgemein zur Auftrennung von Farbstoffgemischen. Das verwendete Laufmittel hat hierbei einen großen Einfluss auf das Trennergebnis. Um ein geeignetes Laufmittel zu ermitteln, kann ein sogenannter Spot-Test durchgeführt werden. Bei diesem Test wird eine Lösung des Farbstoffgemisches mehrfach im Abstand von jeweils einigen Zentimetern auf einer DC-Platte aufgetragen. Nachdem das Lösungsmittel verdunstet ist, wird auf die Mitte jedes Substanzflecks eine dünne Kapillare mit je einem Laufmittel gestellt. Durch die Kapillarkraft der stationären Phase tritt Laufmittel aus der Kapillare aus und verbreitet sich kreisförmig auf der Platte. Die folgende Abbildung zeigt das Prinzip und das Ergebnis eines solchen Spot-Tests:



- 2.3.1 Vergleichen Sie die Eignung der untersuchten Laufmittel zur Trennung des Farbstoffgemisches und begründen Sie Ihre Aussage! 5BE
- 2.3.2 Formulieren Sie eine begründete Hypothese zur Polarität der im aufgetragenen Gemisch enthaltenen Farbstoffe! 5 BE

2009 A1

- 1.3 Grippeviren verfügen über spezielle Enzyme, sogenannte Sialidasen, die Sialinsäuremoleküle von Oberflächenstrukturen der Zellmembran abspalten können. Beim darauf folgenden Abbau der Sialinsäure entsteht u. a. D-Mannose. Zur Identifikation von D-Mannose in einem Zuckergemisch wird eine zweidimensionale Dünnschichtchromatographie (DC) durchgeführt. Hierbei wird das Zuckergemisch auf einem Startpunkt aufgetragen und zunächst mit Laufmittel A getrennt. Die getrocknete Platte wird um 90° gedreht und in eine Chromatographiekammer mit Laufmittel B gestellt. Nach der zweiten chromatographischen Trennung werden die Komponenten sichtbar gemacht und die Chromatographieplatte wird ausgewertet.

In der folgenden Tabelle sind die Retentionsfaktoren (R_fWerte) der verschiedenen Zucker eines Gemisches wiedergegeben:

Tab. 2: R_fWerte (K. Figge, Specialia, 15.11.1966, S. 770)

Zucker	Retentionsfaktor (Laufmittel A)	Retentionsfaktor (Laufmittel B)
Cellobiose	0,57	0,33
Ribose	0,31	0,49
Mannose	0,57	0,48
Maltose	0,59	0,36

- 1.3.1 Zeichnen Sie eine vollständig beschriftete Skizze einer DC-Platte und kennzeichnen Sie die Positionen der vier Zucker nach erfolgter Chromatographie mit Laufmittel A! [4 BE]
- 1.3.2 Leiten Sie aus der Tabelle ab, weshalb für eine eindeutige Identifikation der Mannose im oben genannten Gemisch mit den verwendeten Laufmitteln A und B eine zweidimensionale Chromatographie nötig ist! [3 BE]

2010 B2

- 2 Pflanzenduftstoffe finden auch in der Parfümindustrie breite Anwendung. So verleiht beispielsweise das Bergamotte-Öl dem Kölnisch Wasser seinen typischen Geruch. Im oben genannten Praktikum für Pharmaziestudenten sollten einige Inhaltsstoffe von Bergamotteöl durch Dünnschichtchromatographie identifiziert werden. Die Auftrennung erfolgte auf einer Chromatographieplatte mit Kieselgel-Beschichtung.

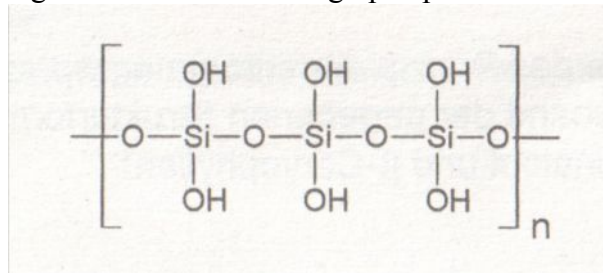
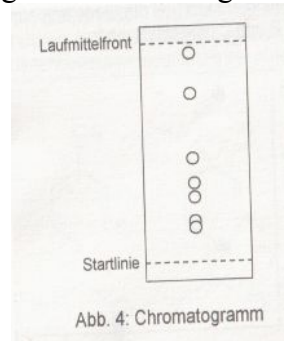


Abb. 3: Strukturformelausschnitt von Kieselgel

Als Laufmittel wurde ein Gemisch aus Toluol (= Methylbenzol) und Ethylethanoat (= Ethansäureethylester) im Volumenverhältnis 97:3 verwendet. Das entwickelte Chromatogramm wird in folgender Abbildung wiedergegeben:



Tab.: R_f-Werte verschiedener Terpene (Chromatographieplatte mit Kieselgel-Beschichtung; Laufmittel: Toluol und Ethylethanoat im Volumenverhältnis 97:3).

Stoff	R _f -Wert
β-Caryophyllen	0,69
Geraniol	0,16
Limonen	0,96
Linalool	0,27

- 2.1 Leiten Sie anhand des in Abbildung 4 dargestellten Chromatogramms und den in der Tabelle angegebenen Retentionsfaktoren (R_f-Werten) ab, ob im Bergamotte-Öl β-Caryophyllen enthalten sein kann und begründen Sie Ihre Aussage! [5 BE]
- 2.2 Beschreiben Sie das Prinzip der chromatographischen Trennung und erläutern Sie anhand der gegebenen Strukturformeln die unterschiedlichen R_f-Werte von Linalool und β-Caryophyllen! [9 BE]