

Chromatographie



Die Chromatographie (auch Chromatografie) dient dazu, ein Stoffgemisch in seine einzelnen Bestandteile aufzutrennen.

Definition Chromatographie

Bei der Chromatographie wird ein Stoffgemisch in seine einzelnen Bestandteile aufgetrennt.

Chromatographie

<https://studyflix.de/chemie/chromatographie-2414>

Die **Chromatographie** (auch Chromatografie) dient dazu, ein **Stoffgemisch** in seine einzelnen Bestandteile **aufzutrennen**.

Definition Chromatographie

Bei der Chromatographie wird ein Stoffgemisch in seine einzelnen Bestandteile **aufgetrennt**.

Die einzelnen **Substanzen** der Probe in der **mobilen Phase** treten bei der Chromatographie mit der **stationären Phase**, welche sich nicht bewegt, in **Wechselwirkung**. Hierbei bildet die Probe mit einem Laufmittel die mobile Phase. Die verschiedenen **Methoden**, eine Chromatographie durchzuführen, betrachten wir im Anschluss.

Mobile und stationäre Phase

Deine mobile Phase ist genau das **Stoffgemisch**, welches sich bewegt und aufgetrennt werden soll. Hierbei benötigt deine mobile Phase ein Laufmittel, welches das Stoffgemisch durch die stationäre Phase trägt. Das Laufmittel kann je nach dem eine **Flüssigkeit** (Hexan, Ethylacetat, ...) oder ein **inertes Gas** (Helium, Stickstoff, ...) sein.

Die stationäre Phase hingegen bewegt sich nicht. Sie kann hierbei aus einem **Gel**, einem **Feststoff** oder einer **Flüssigkeit** bestehen. Dein Stoffgemisch in der mobilen Phase wird aufgrund zwischenmolekularer **Wechselwirkungen** mit der stationären Phase aufgetrennt.

Chromatogramm

Das **Chromatogramm** ist das **Ergebnis** der Chromatographie. Dabei unterscheidest du zwischen äußeren und inneren Chromatogrammen.

Ein **äußeres Chromatogramm** erhältst du beispielsweise bei der Gaschromatographie mit einem **Detektor**. Der Detektor registriert die einzelnen Komponenten des aufgetrennten Gemisches in Abhängigkeit der **Zeit**. Du hast also auf der x-Achse die **Zeit** und auf der y-Achse die **Häufigkeit**, mit der deine Komponenten zur jeweiligen Zeit auf den Detektor treffen, gegeben. Das **innere Chromatogramm** zeigt dir die Verteilung der einzelnen Komponenten des aufgetrennten Gemisches in Abhängigkeit des **Ortes**. Hierbei brauchst du keinen Detektor, da dein aufgetrenntes Gemisch einfach in der **stationären Phase** verteilt ist. Dies ist beispielsweise bei der Dünnschichtchromatographie der Fall.

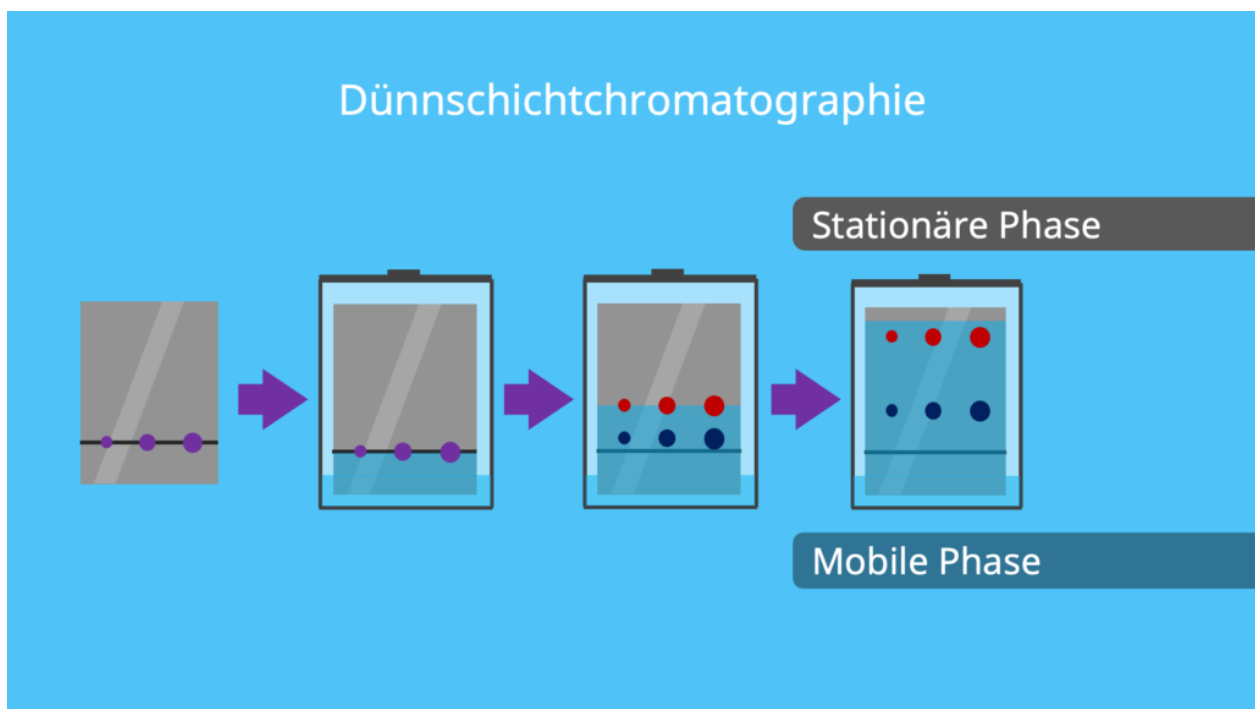
Chromatographie Methoden

Schauen wir uns nun verschiedene Methoden in der Chromatographie an:

	<u>Dünnschicht- chromato- graphie</u>	<u>Papier- chromato- graphie</u>	<u>Säulen- chromato- graphie</u>	<u>Ionenaustausch- chromatographie</u>	<u>Gas- chromato- graphie</u>
Laufmittel	flüssig (z. B. Wasser, Ethanol, Isopropanol, ...)	flüssig (z. B. Wasser, Ethanol, Isopropanol, ...)	flüssig (z. B. Hexan, Ethylacetat, ...)	flüssig (<u>Pufferlösung</u> /Salzlösung)	gasförmig (z. B. Stickstoff, Helium, ...)
stationäre Phase	fest (z. B. Kieselgel, Zellulose, ...)	fest (Papier)	fest (z. B. Kieselgel, Aluminiumoxid, ...)	fest (z. B. Ionenaustauscher auf Polymerbasis, ...)	fest (z. B. Polyorgan o-siloxane, ...)
Analyse- substanz	fest (gelöst), flüssig	fest (gelöst), flüssig	fest (gelöst), flüssig	fest (gelöst), besonders für Proteine	gasförmig

Die verschiedenen Methoden in der Chromatographie und ihre Besonderheiten haben wir mal in einer Tabelle geordnet. Dabei hast du eine Übersicht über das **Laufmittel**, die **stationäre Phase** und die **Analysesubstanz**.

Dünnschicht- und Papierchromatographie



Dünnschichtchromatographie

Kommen wir zuerst zur **Dünnschichtchromatographie**. Mit der Dünnschichtchromatographie trennst du eine Probe schnell und kostengünstig in ihre Bestandteile auf. Dein Laufmittel transportiert deine Probe aufgrund von **Kapillarkräften** die stationäre Phase hinauf. Die Trennung deines Stoffgemisches basiert darauf, dass sich deine Bestandteile unterschiedlich stark mit der **stationären Phase** wechselwirken. Auch die Wechselwirkung mit der **mobilen Phase** spielt eine Rolle bei der Auftrennung deines Stoffgemisches. Du erhältst dabei ein **inneres Chromatogramm**. Hast du eine farblose Probe, so musst du deine Probe erst einmal sichtbar machen. Dies machst du, indem du dein Chromatogramm unter eine **UV-Lampe** hältst.

Dünnschichtchromatographie:

<https://studyflix.de/chemie/dunnschichtchromatographie-1562>

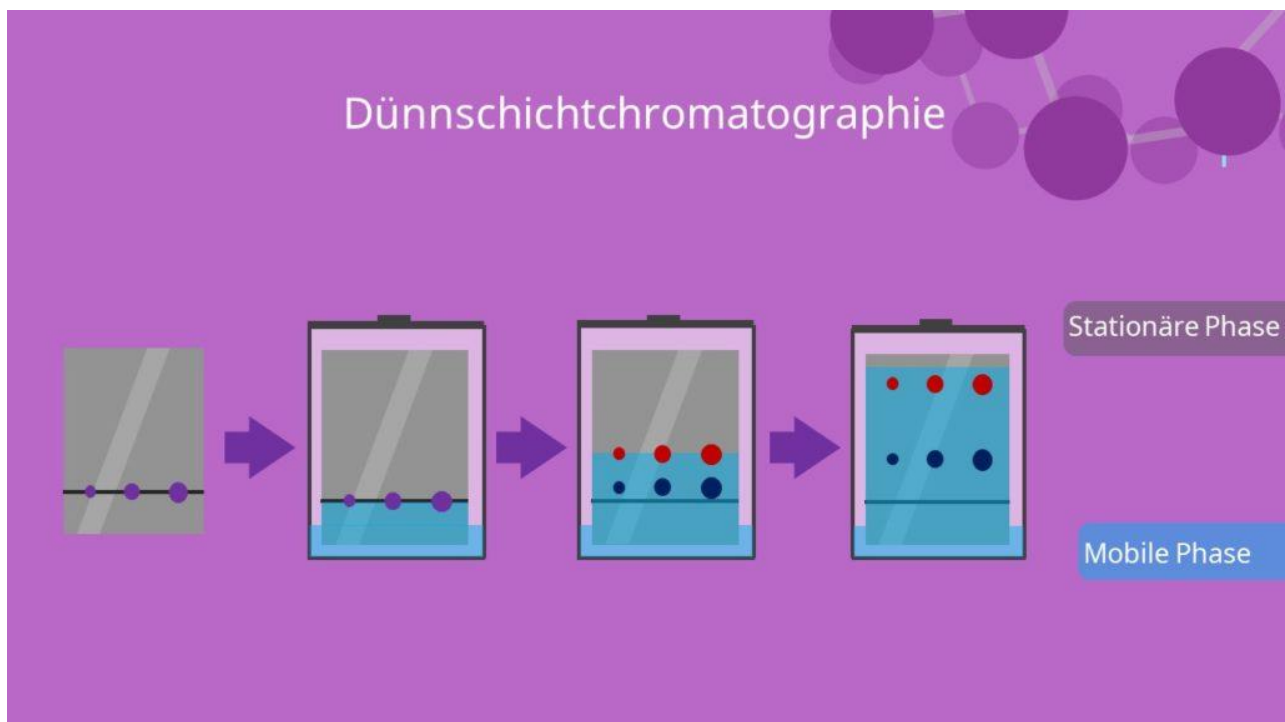
Grundlagen

Die **Dünnschichtchromatographie (DC)** erlaubt es dir schnell und mit geringem Kostenaufwand, eine **vorliegende Probe** in ihre **Bestandteile** zu trennen und diese zu bestimmen.

Merke

Das **Trennprinzip** beruht darauf, dass **verschiedene Chemikalien** sich unterschiedlich gerne in der mobilen Phase **lösen** oder adsorbiert an einer festen Phase bleiben.

Dünnschichtchromatographie Aufbau und Ablauf



Ablauf Dünnschichtchromatographie

Zuerst löst man die Substanz, die man auftrennen möchte, in einem **geeigneten Lösungsmittel** auf und trägt sie dann auf einer Folie auf der **Startlinie punktförmig** auf (Bild 1). Auf dieser Folie befindet sich eine dünne Schicht aus der **stationären Phase (Sorbenschicht)**. Anschließend stellt man die Platte aufrecht in ein Becken, die mit der flüssigen, **mobilen Phase (Laufmittel)** gefüllt ist (Bild 2). Die Trennung sollte man in einem geschlossenen Kasten durchführen, in dem die Luft schon mit der mobilen Phase **abgesättigt** ist. Dadurch kann man eine Verfälschung des Ergebnisses durch Verdunstung verhindern. Nun sollte die mobile Phase die Folie benetzen und über die **Kapillarkräfte** nach oben wandern. Überschreitet sie die Startlinie, **lösen** sich die einzelnen Bestandteile der Substanz unterschiedlich gut und werden **mit der mobilen Phase nach oben** gezogen und legen so unterschiedlich weite Distanzen zurück. Dies erzeugt dann die **erwünschte Trennwirkung** (Bild 3 & 4).

Dünnschichtchromatographie - Prinzip und theoretische Grundlagen

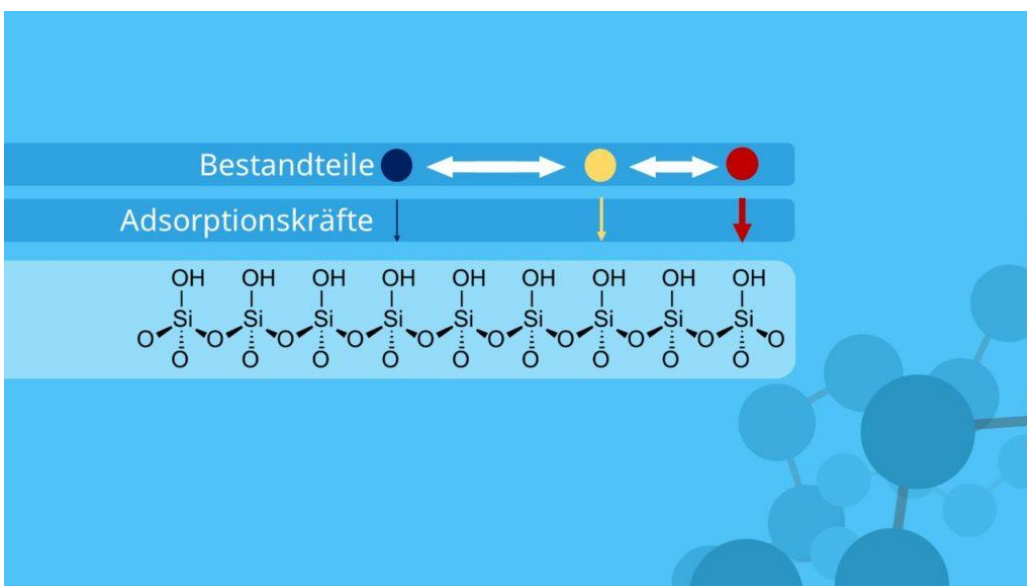
Das Trennprinzip der Dünnschichtchromatographie beruht darauf, dass für jeden Bestandteil der Probe ein **dynamisches Gleichgewicht** zwischen flüssiger, im Laufmittel gelöster Phase, und adsorbierter Phase existiert. Dabei ist es für jeden Stoff unterschiedlich, wie weit das Gleichgewicht auf der einen oder anderen Seite liegt.

Jedoch können die Teilchen der Probe nur dann **relevante Strecken** zurücklegen, wenn sie **in der gelösten Phase** sind. Somit ergibt sich die **Wegstrecke**, die zurückgelegt wird, folgendermaßen:

Wegstrecke = Zeit in der Flüssigphase · Geschwindigkeit der mobilen Phase

Idealisierend wird hier angenommen, dass die Geschwindigkeit der gelösten Teilchen derjenigen der mobilen Phase entspricht und in der adsorbierten Phase null ist. **Effekte durch Diffusion** werden also **vernachlässigt**.

Dünnschichtchromatographie stationäre Phase



Die stationäre Phase sollte idealerweise so gewählt sein, dass ein möglichst **großer Unterschied im Adsorptionsverhalten** der einzelnen Bestandteile der Probe besteht. Folglich die eine Komponente stark und die andere Komponente schwach adsorbiert wird. Dadurch ergibt sich eine **deutlichere Auftrennung**.

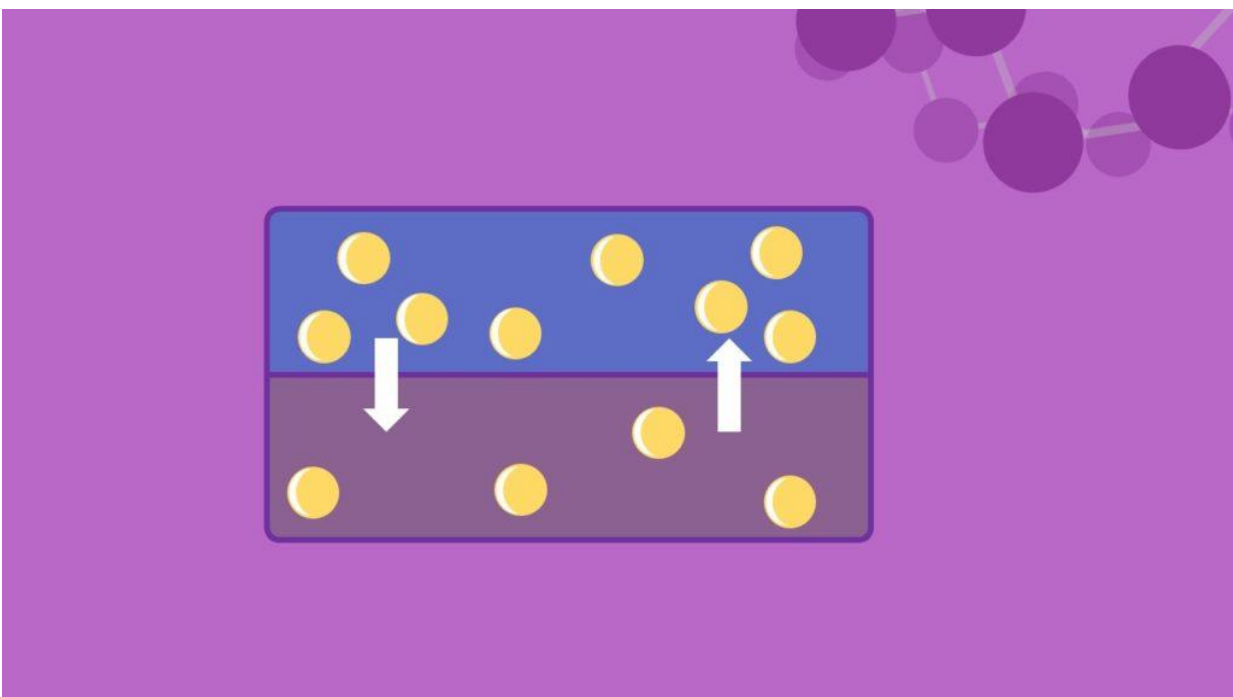
In der häufig verwendeten **Normalphasen-Chromatographie** wird **Kieselgel** als **stationäre Phase** verwendet. Dieses weist an der Oberfläche **polare Hydroxy-Gruppen** auf, die mit den Probenbestandteilen **wechselwirken**.

Ebenfalls **polare Bestandteile** der Probe bilden Van-der-Waals Wechselwirkungen aus und **adsorbieren eher** als solche Bestandteile, die das nicht tun. Auch wird hier darauf geachtet, dass die **Porengröße** an der Oberfläche **nicht zu stark variiert**, da dies die Adsorptions-Raten ebenfalls variieren lässt und somit das Ergebnis beeinflusst.

Weitere gängige stationäre Phasen können auch **Aluminiumoxid** (Al_2O_3), **Magnesiumsilikat** ($MgO \cdot xSiO_2$), **Polyamid** und **Cellulose**.

Dünnschichtchromatographie Laufmittel

Bei der **Wahl der mobilen Phase (Laufmittel)** muss man auf mehrere Dinge achten. Erstens sollte es auch wieder die einzelnen Bestandteile der Probe unterschiedlich gut lösen. Des Weiteren muss die **Wechselwirkung** zwischen der **Oberfläche der mobilen Phase** und der **stationären Phase** groß genug sein, damit die Ausbildung einer Grenzfläche zwischen den beiden **energetisch günstiger** ist, als eine **Grenzfläche** zwischen der **umgebenden Luft** und der **stationären Phase**. Nur so kann über Kapillarkräfte die mobile Phase nach oben wandern und eine Trennwirkung stattfinden.



Dünnschichtchromatographie Laufmittel

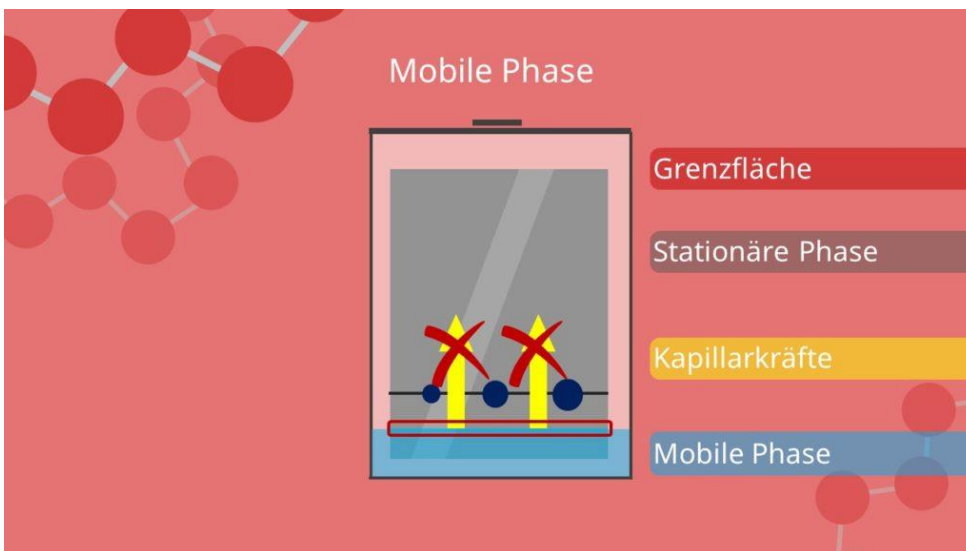
Man wählt für die mobile Phase oftmals Gemische aus polarer und unpolaren Chemikalien, wie **Essigsäureethylester** (polar) und **Petrolether** (unpolar, Gemisch aus Hexan und Pentan). Durch ein **passendes Mischungsverhältnis** kann man sich besser auf die zu trennenden Substanzen einstellen.

Trennstrecken und Geschwindigkeit der mobilen Phase

Die **Trennstrecke** sollte in der Dünnschichtchromatographie **möglichst kurz** sein, denn über weitere Trennstrecken beeinflusst **Diffusion** das Ergebnis der Chromatographie immer mehr. Da auch links und rechts vom auf der Startlinie aufgetragenen Punkt **Konzentrationsgradienten** herrschen, wird Diffusion auch in diese Richtungen stattfinden. Durch die Diffusion ergibt sich über längere Trennstrecken dann kein kleiner, definierter Punkt, sondern **eher eine große, runde Fläche**.

Auch sollte die **Geschwindigkeit der mobilen Phase nicht zu hoch** sein oder **niedrig** gewählt sein. Im Falle einer zu geringen Geschwindigkeit setzt das Problem der schon erwähnten **Diffusion** ein, wie bei zu **langen Trennstrecken**. Bei zu hoher Geschwindigkeit finden **nicht genug Wechsel zwischen flüssiger und adsorbierter Phase** für jedes Teilchen statt, um **statistische Ausreißer** auszuschließen. Denn die **Verweildauer** in einer der beiden Phasen für die Teilchen variiert und somit würden sich bei zu großen Geschwindigkeiten der mobilen Phase zu **hohe Standardabweichungen** für das Ergebnis ergeben.

Dünnschichtchromatographie Auswertung



Dünnschichtchromatographie Auswertung

Idealerweise kann man am Ende der Durchführung der Dünnschichtchromatographie die einzelnen Bestandteile der Probe als **getrennte Punkte** erkennen. Falls sie unter **UV-Licht** nicht erscheinen, kann man die Probe auch mit **Chromophoren derivatisieren**, durch die sie eine mit dem Auge **sichtbare Farbe** erhält.

Dünnschichtchromatographie Rf-Wert

Im nächsten Schritt möchte man nun die einzelnen Bestandteile der Probe identifizieren. Dafür misst man auf dem Chromatogramm jeweils wie weit sich die einzelnen Bestandteile der Probe von der Startlinie wegbewegt haben. Diese **Längen** setzt man dann jeweils ins **Verhältnis** zu der **Wegstrecke**, die das **Laufmittel** von der Startlinie aus zurückgelegt hat. Dadurch ergibt sich der jeweilige R_f -Faktor :

$$R_f = \frac{W}{S}$$

W = Laufstrecke Substanz; S = Laufstrecke Laufmittel

Durch diesen R_f -Wert, auch **Retentionsfaktor** genannt, stellt man **Vergleichbarkeit** zwischen den Ergebnissen verschiedener **Dünnschichtchromatogrammen** her, da dieser Wert bei gleicher Wahl der Zusammensetzung der mobilen Phase und der stationären Phase eine für jeden Stoff **spezifische Konstante** ist. Über diesen R_f -Wert kann man die einzelnen Bestandteile durch Vergleiche mit einer **Referenz** auch identifizieren.

Dünnschichtchromatographie R_{st}-Faktor

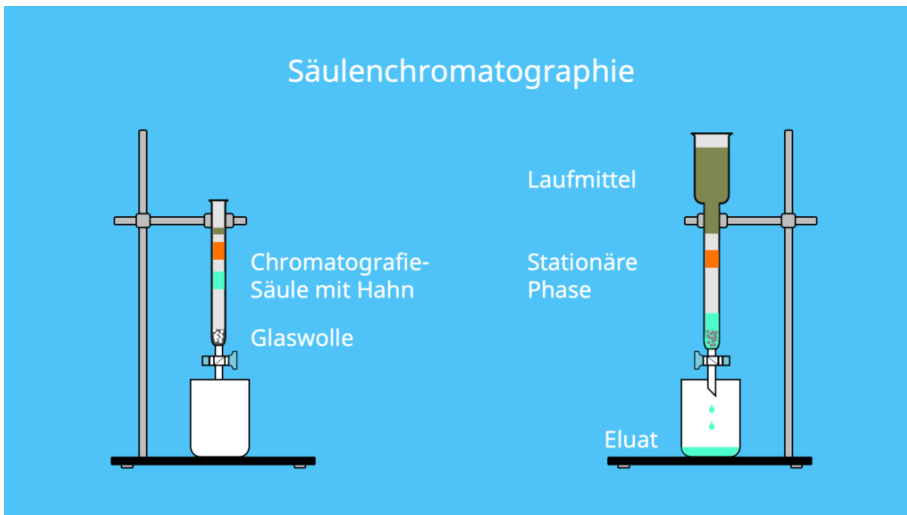
Oftmals wird für eine exaktere Bestimmung auch der R_{st} -Wert statt dem R_f -Wert herangezogen. Dieser setzt die Laufstrecke der Substanzen der Proben ins Verhältnis zur **Laufstrecke**, die das **reine Laufmittel ohne Probe** gehabt hätte. Diesen Standard muss man parallel auf einer anderen Folie ermitteln. Dadurch hat man einen weiteren Wert, den man zur Identifikation heranziehen kann.

Unterschied zwischen Dünnschicht und Säulenchromatographie

Die **Säulenchromatographie** beruht auf den **gleichen Trennprinzipien** wie die Dünnschichtchromatographie, nur ist hier der Aufbau, wie der Name schon sagt, in einer **Säule** verpackt. Diese ist gefüllt mit einem **Packungsmaterial**, das hier dieselbe Funktion erfüllt wie die **Sorbenschicht** bei der Dünnschichtchromatographie. Hierbei wird aber die Bewegung der mobilen Phase nach oben **nicht durch Kapillarkräfte** erzeugt, sondern mit Druckluft durch die stationäre Phase gepresst. Dadurch lässt sich die **Fließgeschwindigkeit** frei einstellen, was eine bessere **Reproduzierbarkeit der Ergebnisse** ermöglicht. Außerdem misst man in der Säulenchromatographie nicht die **zurückgelegte Wegstrecke**, sondern die **Zeit**, die die einzelnen Bestandteile brauchen, um das gesamte Packungsmaterial zu durchqueren.

Die **Papierchromatografie** ist eine sehr alte Methode, um kleine Substanzmengen aufzutrennen. Du tüpfelst dabei deine **Probe** auf einen definierten Startpunkt deines Filterpapiers. Dein **Filterpapier** ist dabei deine stationäre Phase. Deine mobile Phase, meist Wasser, wandert nun aufgrund von **Kapillarkräften** dein Filterpapier hoch. Hierbei transportiert das Wasser deine Probe nun. Bestimmte Komponenten der Probe lösen sich besser im **Wasser**, andere Komponenten haften besser an dem **Filterpapier**. Somit wird deine Probe getrennt. Wie bei der Dünnschichtchromatographie erhältst du am Ende ein **inneres Chromatogramm**.

Säulenchromatographie

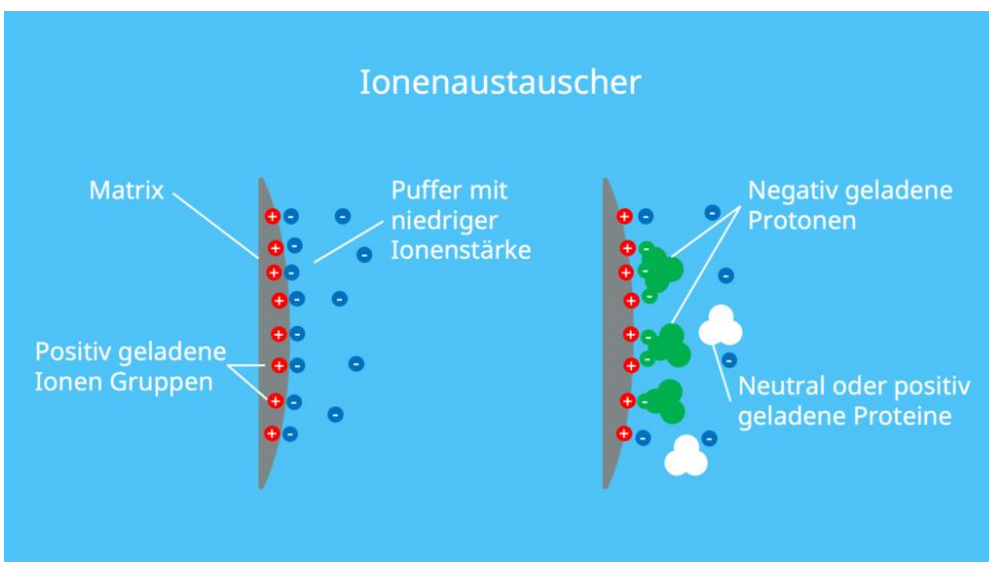


Schauen wir uns nun die **Säulenchromatographie** an. Mit der Säulenchromatographie trennst du insbesondere größere Stoffmengen auf.

Deine **stationäre Phase** befindet sich in einem langgezogenen Behälter, der **Säule**. Hierbei bildet meist entweder **Kieselgel** oder **Aluminiumoxid** deine stationäre Phase. Die stationäre Phase muss dicht gestopft sein, darf also keine Lücken aufweisen. Damit dein Hahn am Säulenende nicht verstopft, legst du in den unteren Säulenabschnitt meist **Glaswolle** oder **Watte** hinein. Deine Säule füllst du zunächst von oben mit ein wenig **Laufmittel** und gibst nun deine **Probe** zu. Anschließend gibst du kontinuierlich Laufmittel hinzu. Dabei darf deine Säule **niemals trocken** laufen! Deine Substanzen in der Probe, die am schnellsten durch die Säule wandern, treten zuerst aus der Säule aus. Die austretende Flüssigkeit nennst du auch **Eluat**.

Meist machst du, bevor du mit einer Probe die **Säulenchromatographie** durchführst, eine **Dünnschichtchromatographie**. Mit diesem Vorgehen kannst du besser abschätzen, wann deine Probe aus der Säule tritt.

Ionenaustauschchromatographie

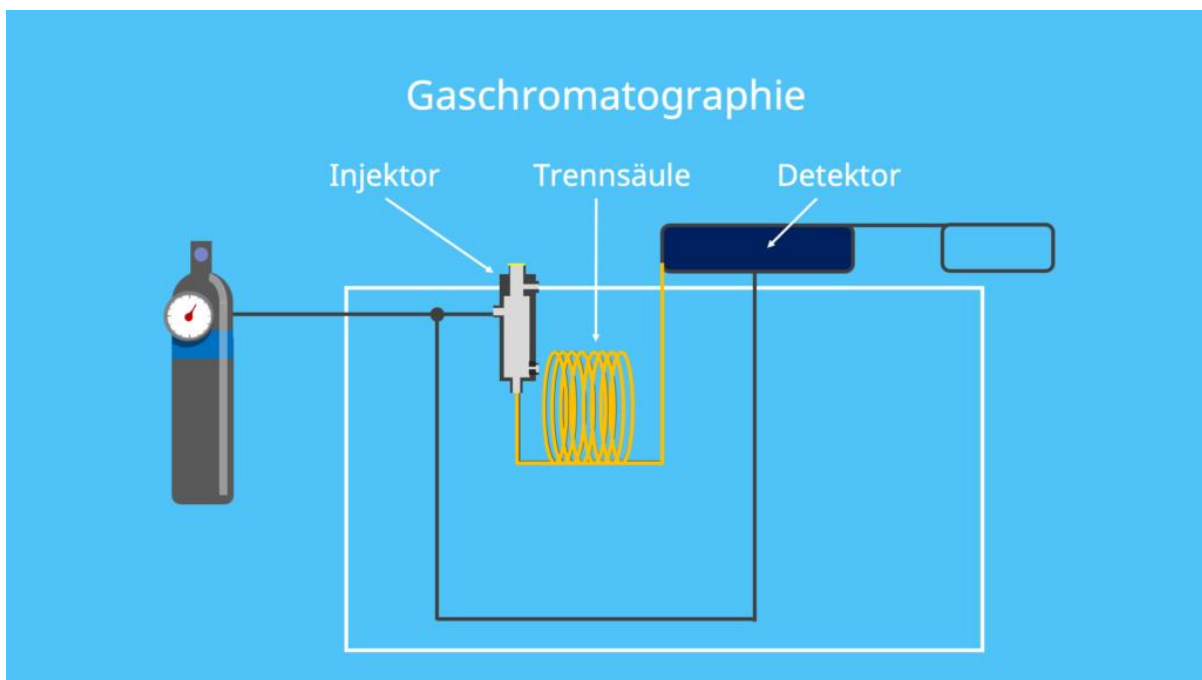


Mithilfe der **Ionenaustauschchromatographie** trennst du vor allem Proteine auf. Hierbei spielt die **Ladung** der Proteine die entscheidende Rolle. Als stationäre Phase dient ein **Ionenaustauscher**. An Ionenaustauschern kannst du gelöste **Ionen** durch andere Ionen mit der gleichen Ladung ersetzen. **Proteine** können fungieren dabei ebenfalls als **Ionen**, da sie auch positiv oder negativ geladen sein können.

Schauen wir uns als Beispiel negativ geladene Proteine an. Diese Proteine gibst du nun auf deinen Ionenaustauscher. Hierbei werden deine Proteine mit dem Ionenaustauscher **gebunden**. Gibst du nun negativ geladene Ionen, also Anionen hinzu, so konkurrieren deine negativ geladenen Proteine mit den Anionen um die Bindungsstellen am Ionenaustauscher. Proteine mit **geringerer** negativer Ladung werden in dem Beispiel leichter von deinen Anionen als Proteine mit **höherer** negativer Ladung verdrängt.

Der Versuchsaufbau ist meist ähnlich zu dem der **Säulenchromatographie**.

Gaschromatographie



Die **Gaschromatographie** unterscheidet sich insbesondere in der mobilen Phase von den anderen Methoden der Chromatographie. Ein inertes Gas wie Helium und Stickstoff dient hierbei mit einer **gasförmigen Probe** als mobile Phase. In der Regel trennst du mit der Gaschromatographie organische Stoffe. Die Trennung einer Probe erfolgt in einem dünnen, spiralförmigen **Röhrchen**, der **Trennsäule**, die mit beispielsweise **Polyorganosiloxanen** beschichtet ist. Diese **Polyorganosiloxane** bilden deine stationäre Phase.

Deine Probe durchläuft nach dem Einspritzen der Probe über den **Injektor** nun die **Trennsäule**. Hierbei wandern deine zu trennenden Stoffe unterschiedlich schnell durch die stationäre Phase. Unterschiedlich starke Wechselwirkungen mit der stationären Phase sorgen für die unterschiedliche **Geschwindigkeit**, mit der deine Probe durch dein Trennröhrchen wandert. Ein **Detektor** registriert nun die einzelnen Bestandteile in Abhängigkeit der **Zeit**.

Gaschromatographie:

<https://studyflix.de/chemie/gaschromatographie-1602>

Gaschromatographie einfach erklärt

Zuerst einmal solltest du wissen, worum es bei der **Gaschromatographie** (engl. : gas chromatography) geht.

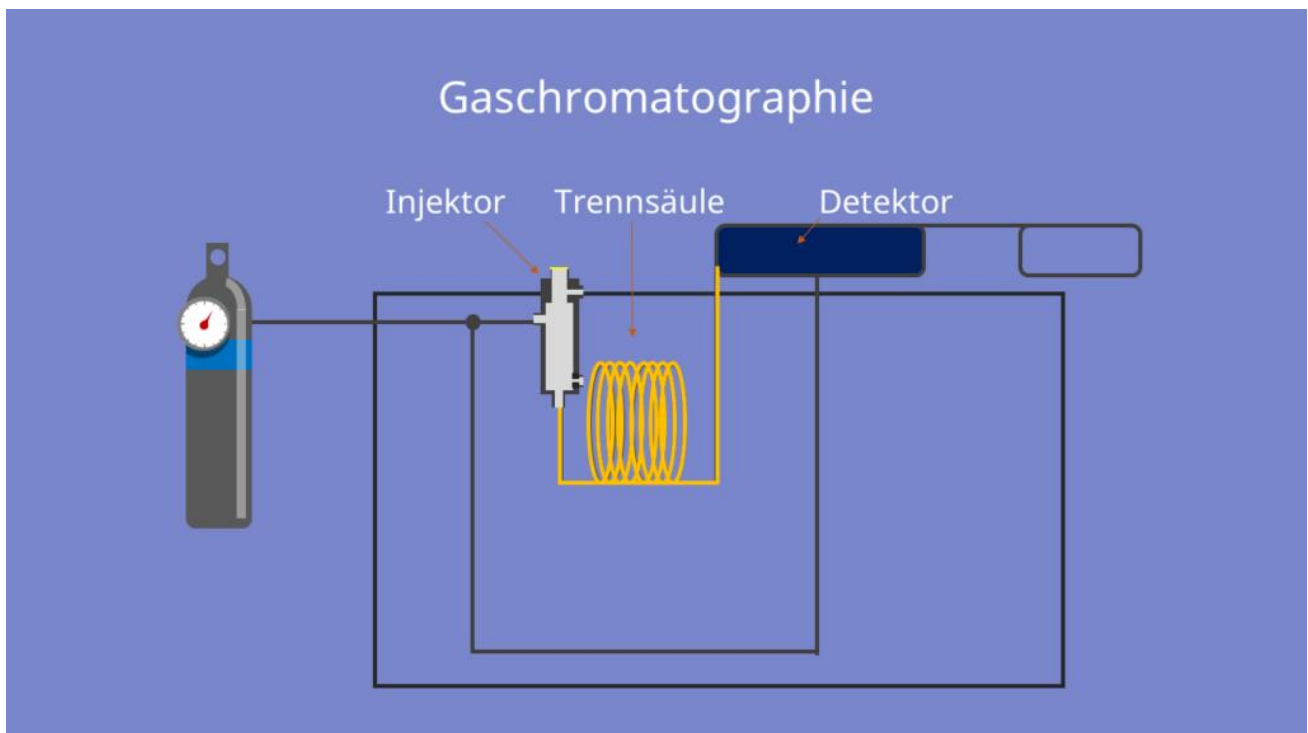
Merke

Mit dieser Methode kannst du ein **Gemisch** aus mehreren Substanzen **effektiv trennen** und sogar die einzelnen Bestandteile **identifizieren**.

Grundprinzip für den Trennvorgang ist dabei, dass die Bestandteile deiner Probe **unterschiedliche Dampfdrücke** haben und so unterschiedlich schnell in die Gasphase übergehen.

Gaschromatograph - Aufbau und Funktion

Um das Prinzip der Gaschromatographie zu verstehen, schau dir am besten am Anfang folgendes **Schema eines Gaschromatographen** an.



Gaschromatograph

Zuerst gibt man die Substanz, die man analysieren möchte in den **Injektor**. Dort **erhitzt** man sie auf bis zu 450°C, wobei alle Substanzen restlos **in die Gasphase übergehen**. Die nötige Temperatur

stimmt man dabei immer auf **die Siedepunkte** der einzelnen Komponenten **ab**. Jedoch können wegen den **nötigen, hohen Temperaturen** nur solche **chemischen Verbindungen** analysiert werden, die in die **Gasphase überführt** werden können und sich nicht zu schnell **zersetzen**.

Die nun gasförmige Probe wird dann über einen **Trägergasstrom** (N_2, H_2) in die Säule getragen, wo der **eigentliche Trennprozess** beginnt. Die Säule ist ein **aufgewickelter Schlauch**, der eine sehr geringe Dicke von unter 1 mm aufweist. Das Trägergas ist dabei **inert** und **wechselwirkt** weder mit der **Probe** noch mit den **Bestandteilen der Säule**, um die Messergebnisse nicht zu beeinflussen.

Nun **trennen** sich die Substanzen aus dem Gasstrom immer weiter auf, da sie von der stationären Phase in der Säule **unterschiedlich stark adsorbiert** werden. Mit **zeitlicher Verschiebung** zueinander kommen dann die Substanzen **einzel**n am Ende der Säule **an**, wo ein **Detektor** sie einzeln erfasst.

Gaschromatographie stationäre Phase

Wenn man nun das Grundprinzip verstanden hat, kann man sich dann die einzelnen **Komponenten in der Gaschromatographie** genauer anschauen. Zuerst zur **stationären Phase**. An ihr **adsorbieren** die einzelnen Substanzen der Probe während sie im **Gasstrom** an ihr vorbeifließen. Dabei gibt es zwei Ausführungen der stationären Phase: **Säulen mit Packung** oder **Kapillarsäulen**.

Gaschromatographie Säulen-Varianten

Die erste Version **mit Packung** beschreibt dabei eine Bauart, in der die Säule **vollgepackt** ist mit der **stationären Phase**. So kann das Gas immer nur durch **kleine Spalte** hindurchfließen, die zudem **sehr unregelmäßig** durch die Säule verlaufen. Bei dieser Bauart ergibt sich das Problem, dass die **Wegstrecke**, die die **Moleküle eines Bestandteiles** der Probe in der Säule **zurücklegen, variiert**. Denn je nach Spalt, den das Molekül wählt, wird der **Weg kürzer oder länger**. Dadurch kommt der Bestandteil der Probe über einen **breiteren Zeitraum** verteilt oben beim Detektor an und die **Trennwirkung** schwächt sich dadurch ab.

Die zweite Version arbeitet mit einer sogenannten **Kapillarsäule**. Dort ist die **stationäre Phase** auf der Innenseite der Säule **gleichmäßig wie ein Mantel aufgetragen**, wodurch die **zurückgelegte Weglänge** der einzelnen Moleküle in der Gasphase **weniger variiert**. Die Säule wird meistens auf einer Temperatur betrieben, bei der diese stationäre Phase in der **Flüssigphase** vorliegt. So findet dann eine **Absorption** anstatt einer **Adsorption** statt.

Gaschromatographie Trennung über Dampfdrücke

Grundlegend erfolgt in der Gaschromatographie schon eine **Trennwirkung unabhängig** von der Wahl der stationären Phase, unter der Bedingung, dass die einzelnen Bestandteile der Probe **unterschiedliche Siedepunkte** aufweisen. Dann liegt nämlich bei **gegebener Temperatur** der

Bestandteil der Probe bevorzugt in der Gasphase vor, der den **höheren Dampfdruck** aufweist. Sehen kann man das anhand des **Raoult'schen Gesetzes** für ideale Gase:

$$p_i = x^i \cdot p_0^i$$

p_i = Partialdruck der Komponente i; x^i = Molenbruch der Komponente i;

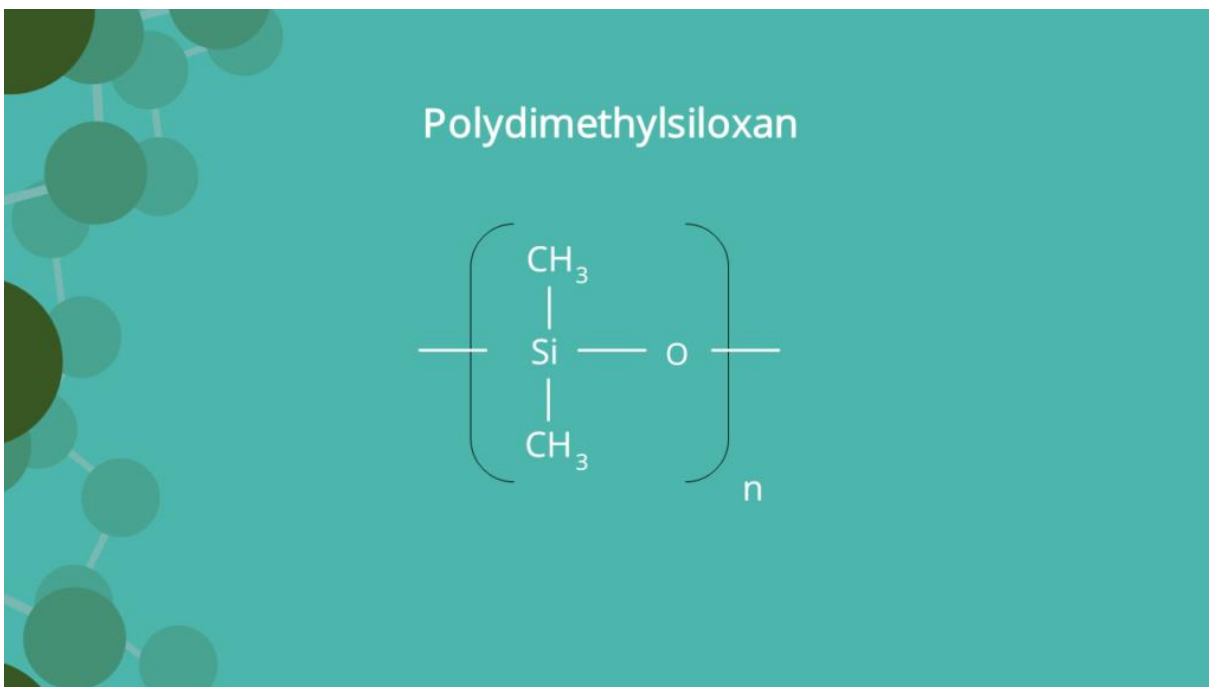
p_0^i = Dampfdruck der reinen Komponente i

Hieran sieht man je **höher der Dampfdruck** reinen Komponente ist, desto höher ist auch der **Partialdruck**, den die **Komponente im Gemisch** ausmachen wird. Die Trennwirkung in der Gaschromatographie erfolgt dann dadurch, dass Komponenten nur **in der Gasphase wandern** können und je mehr sie in der Gasphase vorhanden sind, **desto schneller** wandern sie. Durch eine ausreichende Länge der Säule erfolgen für jedes Molekül eines Bestandteils ausreichend oft der **Übergang zwischen Gas und Flüssigphase**, wodurch **statistische Ausreißer minimiert** werden können.

Gaschromatographie Trennung über Polarität

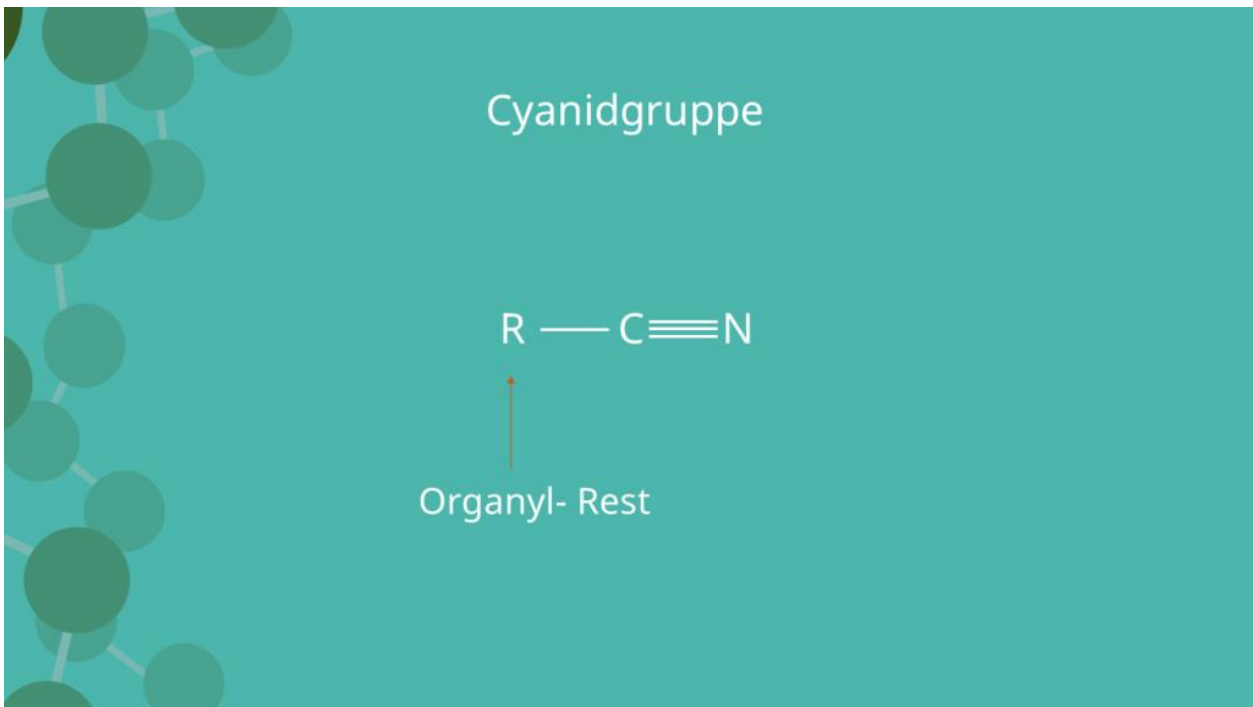
Hat man jedoch eine Probe, in der die Bestandteile **sehr ähnliche Dampfdrücke** aufweisen, wird diese Taktik in der Gaschromatographie nicht ausreichen. Dann fällt **die Wahl der stationären Phase stark ins Gewicht**. Hier kann man durch die Anpassung der **Polarität** der stationären Phase ebenfalls **polare Bestandteile der Probe** länger in der gelösten Phase halten und somit **im Wandern verlangsamen**.

Für eine Trennung gemäß den Siedepunkten verwendet man **Polydimethylsiloxan** als stationäre Phase, das **nur unpolare Eigenschaften** aufweist. Dies sieht folgendermaßen aus:



Polydimethylsiloxan Struktur

Für eine Trennung nach polaren Eigenschaften, kann man die Methylgruppen auch gegen **Cyanidgruppen** austauschen, die **polare** Moleküle **stärker binden**:



Cyanidgruppen

Gaschromatographie mobile Phase

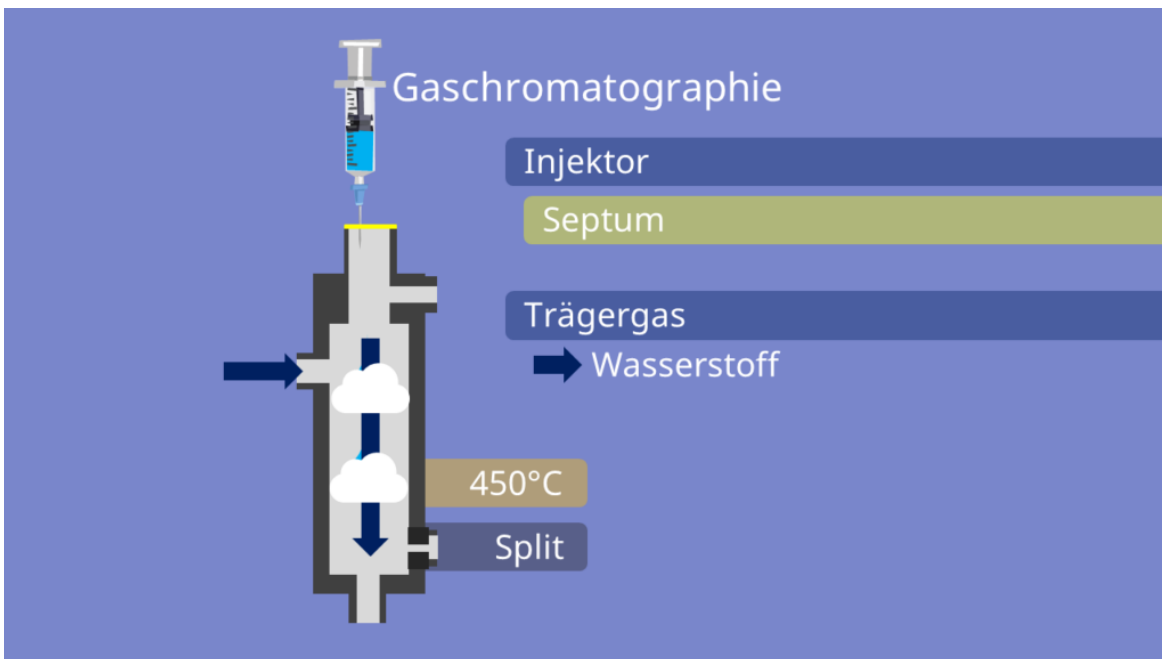
Mit der mobilen Phase ist in der Gaschromatographie das **Trägergas** gemeint, das die Probenbestandteile **durch die Säule treibt**. Dabei ist das Trägergas **inert, reagiert** also **weder** mit der **stationären Phase** noch mit den **Bestandteilen der Proben**.

Die Wahl des Trägergases ist nur **insofern relevant**, als dass in Gasen mit **unterschiedlichen Viskositäten** die Probenmoleküle unterschiedlich **schnell diffundieren** können. Dadurch ergibt sich einerseits, dass die Probenmoleküle bei hoher Gasviskosität **weniger häufig einen Phasenwechsel vollziehen** und somit statistische Schwankungen das Messergebnis verschlechtern. Andererseits **verlangsamt** eine **höhere Viskosität** auch die **Diffusion** der Probenmoleküle innerhalb der mobilen Phase **in Längsrichtung der Säule**, da auch dort ein Konzentrationsgradient existiert. Dieser Faktor würde das Messergebnis wieder verbessern.

Experimente haben jedoch gezeigt, dass eine **geringere Viskosität** insofern **besser** ist, als dass man dann die **Strömungsgeschwindigkeiten** innerhalb der Säule erhöhen kann und dann die **Messzeiten** für eine Probe sich **deutlich verkürzen**. Und das bei gleichbleibender Qualität des Messergebnisses.

Gaschromatographie Injektor

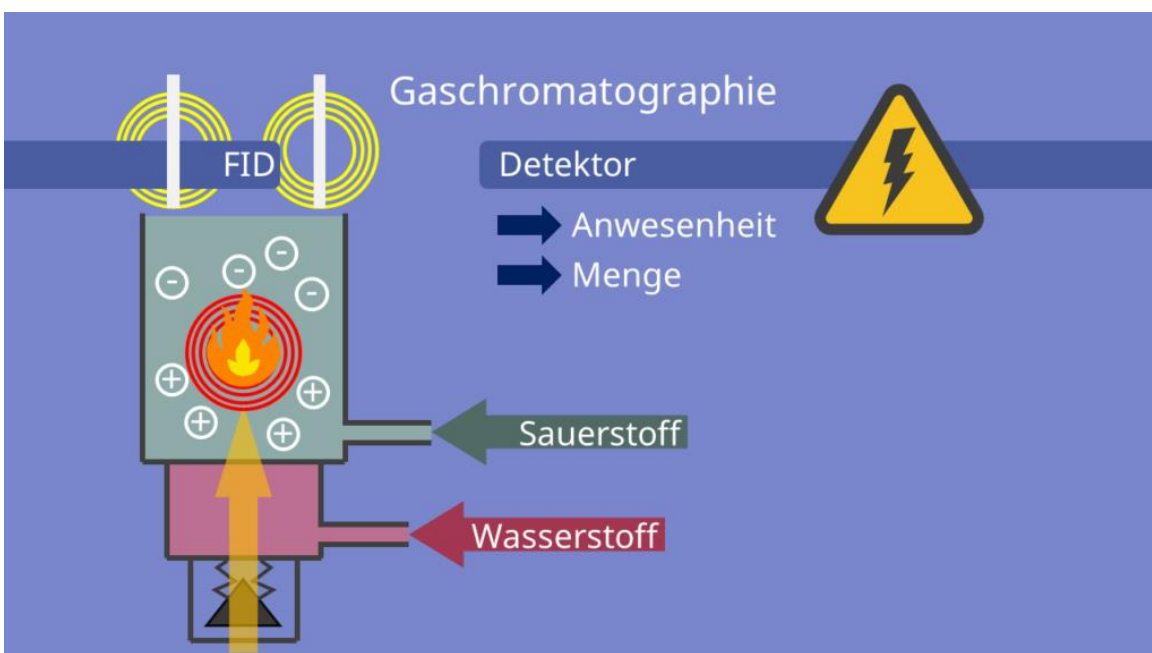
Der Injektor dient in der Gaschromatographie dazu, die Probe **aufzuheizen** und in die **Gasphase** zu bringen. Diese wird dann gleichzeitig durch einen **Trägerstrom** weitergeleitet.



Injektor

Dabei gibt es oft noch die Möglichkeit in einem **Splitless/Split-Injektor** die **Menge** an Probe, die in die Säule fließt zu **regulieren**. Dabei wird das mit der Probe angereicherte Gas in je nach Bedarf **anteilmäßig in 2 Ströme** aufgeteilt, wobei nur einer durch die Säule fließt. Die Anteile der Ströme lassen sich dabei **frei einstellen**. Dadurch kann man eine **Überladung** verhindert werden. Das heißt, dass die **mobile Phase übersättigt wird** an Probenmolekülen, die später dann in der Säule **auskondensieren**. Erst **nachkommendes Gas** kann dann die Moleküle aufnehmen und weiter wandern lassen. Dadurch verschlechtert sich die **Trennwirkung** in der Gaschromatographie wiederum, da die Moleküle über einen **breiteren Zeitraum** verteilt am Detektor ankommen.

Gaschromatographie Detektor (FID)



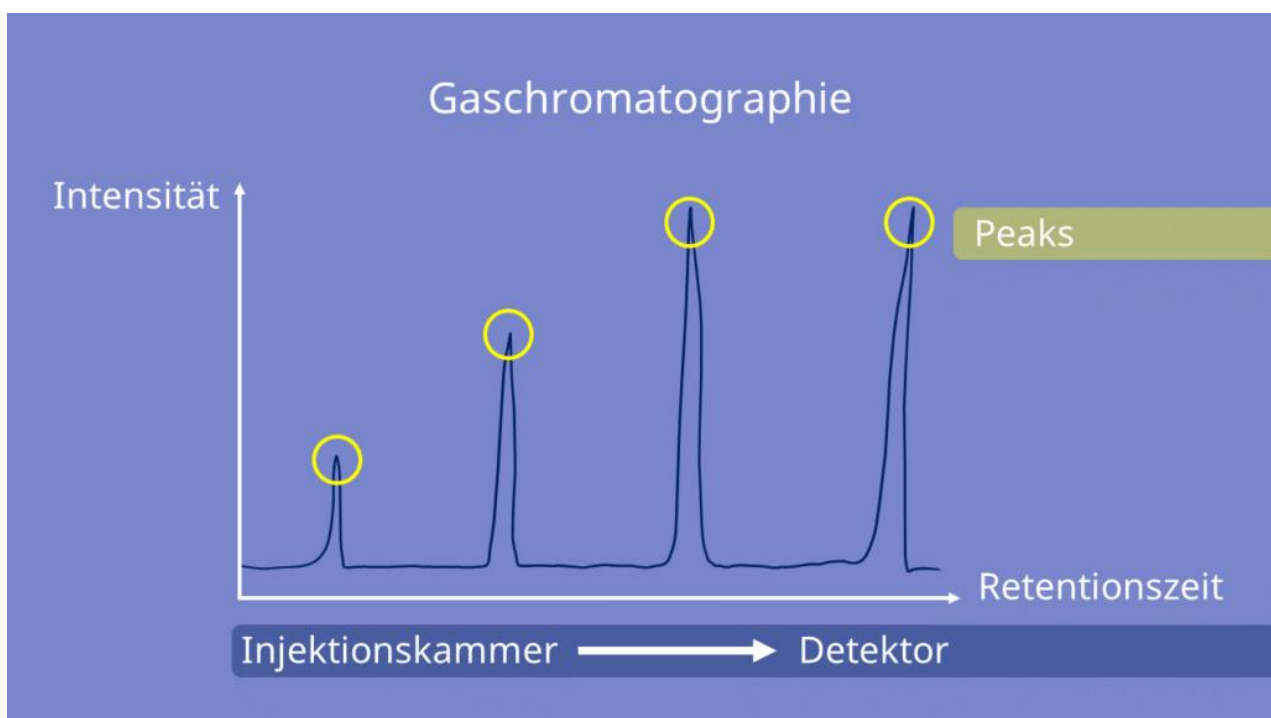
Der **Detektor** hat in der Gaschromatographie die Aufgabe darzustellen, **wann und in welcher Konzentration** ein Bestandteil der Probe oben **am Ende der Säule angelangt** ist. Dadurch kann man dann für jeden Probenbestandteil die **Zeit**, die eine Komponente gebraucht hat, **auftragen** gegen die vom Detektor erfasste **Intensität** des Bestandteils. Die Intensität und Fläche eines Peaks ist **idealerweise proportional** zur **enthaltenen Menge** an Probe im Gastrom.

Der am häufigsten verwendete Detektor ist der **FID** (Flammenionisationsdetektor). Dabei werden die Probenmoleküle durch eine **Wasserstoff-Flamme** geleitet. Die Temperaturen dort reichen aus, um die Proben zu **ionisieren**. Die dabei freiwerdenden **Elektronen** werden dann durch **Kondensatorplatten**, die seitlich angebracht sind, **aufgefangen**. Dadurch entsteht ein **kurzer elektrischer Stromfluss**, der detektiert wird. Die **Stärke des Stroms** lässt dabei **Rückschlüsse** auf die **enthaltene Menge** an Probe zu.

Man kann den Gaschromatographen allerdings auch mit einem **Massenspektrometer** verbinden, der anschließend auch noch eine **Struktur-Aufklärung** der Bestandteile ermöglicht.

Gaschromatographie Auswertung

Wie schon gesagt, trägt man das Ergebnis als **Retentionszeit** gegen die **Signalintensität** auf. Die Retentionszeit ist dabei die **Zeit**, die der Probenbestandteil **vom Injektor zum Detektor** gebraucht hat. Bei dieser Auftragung ergeben sich dann **Peaks**, die folgendermaßen aussehen können:



Dabei sollte man immer darauf achten, dass die Peaks möglichst **symmetrisch** wie eine **Gaußkurve** aussehen. Ist dies nicht der Fall, ist die Chromatographie noch **nicht optimal eingestellt**. Dann kann es sein zum Beispiel der Fall sein, dass die Säule mit der **Probenmenge überladen** wurde. Weiterhin sollten die Peaks möglichst **gut voneinander getrennt** und **möglichst dünn** vorliegen, um eine Identifizierung zu ermöglichen.

Gaschromatographie qualitative Auswertung

Qualitativ kannst du die Probe meistens über **Spektrometer** identifizieren, die an den Gaschromatographen angeschlossen sind. Denn hierfür liegen weit mehr **Vergleichsdaten aus Datenbanken** vor, mit denen erhaltene **Spektrogramme** abgeglichen werden können.

Alternativ kann man auch so vorgehen, dass man die Probe mit mehreren **Vergleichssubstanzen** mischt und dann durch den **Gaschromatographen** schickt. Erkennt man auf dem **erhaltenen Diagramm** eine **Peakaufspaltung**, dann ist die Vergleichssubstanz **nicht enthalten**. Ergibt sich jedoch bloß eine **Erhöhung der Intensität** der Peaks, dann ist die Vergleichssubstanz **wahrscheinlich vorhanden**.

Gaschromatographie quantitative Auswertung

Wesentlich häufiger werden die Chromatogramme für die Analyse der **quantitativen Zusammensetzung** herangezogen. Für eine Bestimmung benötigt man jedoch eine **Referenz**. Dazu mischt man eine weitere Substanz zur Probe hinzu, von der man also **die Masse** und damit **die Konzentration in der Probe kennt**. Dann schickt man die Probe durch den Chromatographen. Die zusätzliche Substanz ist dabei so gewählt, dass ihr **Peak** sehr **nahe** beim zu **quantifizierenden Peak** liegt. Nun kann man die **Flächen der Peaks** zueinander referenzieren, da man nun das Verhältnis zwischen Fläche eines Peaks und der zugehörigen **Masse/Konzentration** kennt. Um die **Konzentration** des gesuchten Bestandteils zu **ermitteln**, kann man dann in die **folgende Formel** einsetzen:

$$c_g = c_r \cdot \frac{A_g}{A_r} \cdot \frac{r_r}{r_g}$$

c_g = gesuchte Konz. ; A_g = Peakfläche der gesuchten Substanz; A_r = Peakfläche der Referenz;

r_r = Peakintensität der Referenz; r_g = Peakintensität der gesuchten Substanz

