

Dünnschichtchromatographie

- ein kurzes Reptitorium für das 7. bzw. 8. Semester Pharmazie

Dünnschichtchromatographie (DC)

Trennmethode mit vielen Vorteilen gegenüber klassischen Verfahren (Destillation, Kristallisation, Fällung, Extraktion)

- Schnell
- Empfindlich
- Hohe Trennschärfe
- Geringer Substanzbedarf

Geringer apparativer Aufwand bei hoher Aussagekraft

Prinzipien der Chromatographie

Allgemein: Trennung verschiedener gelöster Stoffe durch Wechselwirkungen zwischen einer stationären Phase (**Sorbens**) und einer mobilen Phase (**Fließmittel, Eluent**).

Die Standard - Dünnschichtchromatographie auf der stationären Phase Kieselgel (engl. *silica gel*) beruht vor Allem auf der **Adsorption** der Substanzen durch hydrophile Wechselwirkungen an dessen Oberfläche.

Voraussetzungen für die Kieselgel-DC:

- Löslichkeit der zu trennenden Substanzen im Eluenten
- Substanzen müssen ein Mindestmaß an Lipophilie haben

Prinzipien

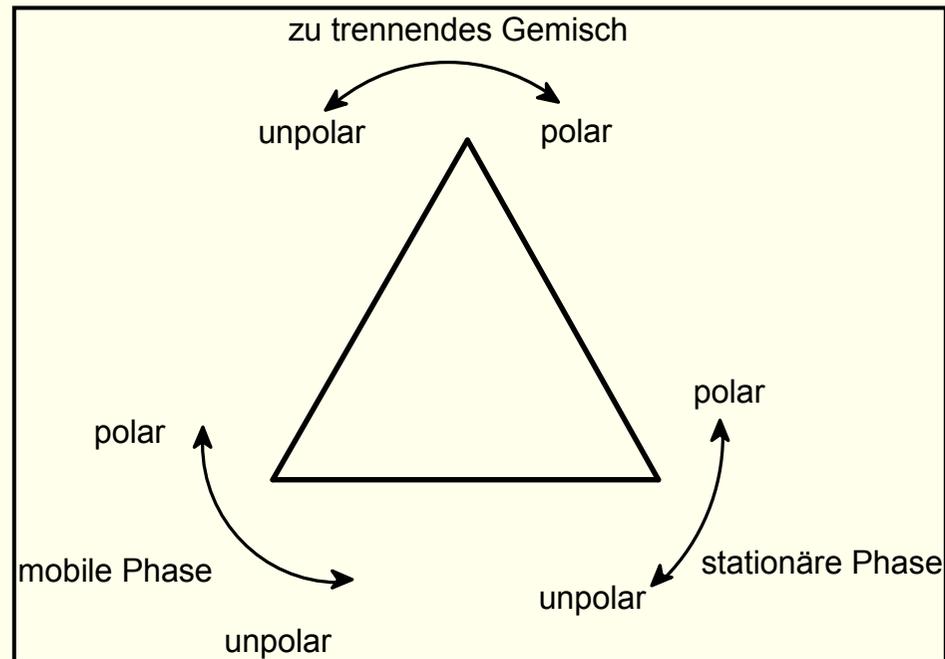
Allgemein: Trennung verschiedener gelöster Stoffe durch Wechselwirkungen zwischen einer stationären Phase (**Sorbens**) und einer mobilen Phase (**Fließmittel, Eluent**).

Die **RP-DC bzw-RP-HPLC** auf *reversed phase silica gel* als stationärer Phase (z. B. *RP-18-Material*) beruht hauptsächlich auf **Verteilungsvorgängen (!)** der Substanzen. Durch hydrophobe Wechselwirkungen mit der Oberfläche der stationären Phase werden diese retardiert. Polare, meist wasserhaltige Eluenten, finden Anwendung.

Voraussetzungen für die RP-18-DC oder -HPLC:

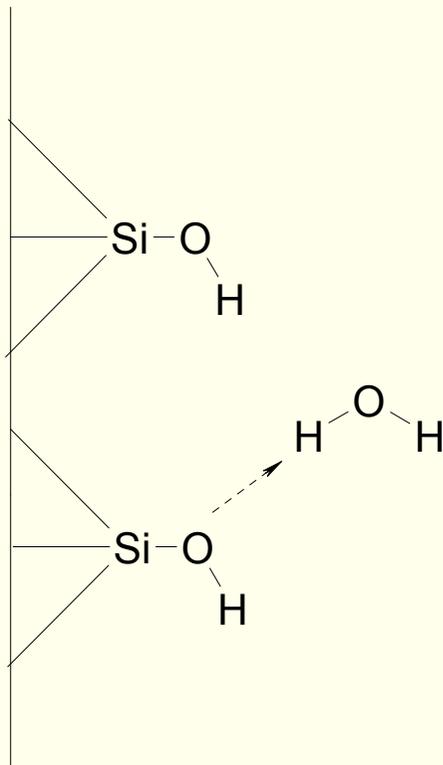
- Löslichkeit der zu trennenden Substanzen im polaren Eluenten.
- Substanzen müssen amphiphilen Charakter haben.

Stahl'sches Dreieck



Das Stahl'sche Dreieck stellt graphisch den Zusammenhang zwischen Analyten, stationärer und mobiler Phase dar.

Aufbau einer Kieselgelschicht



Standard-DC's :

**Kieselgel 60 F₂₅₄ auf Aluminiumfolien oder auf
Glasplatten**

**=> Kieselgel mit einer Porengröße von 60 Å
imprägniert mit einem (anorganischen)
„Fluoreszenz“- Indikator, der bei 254 nm
(~Aromaten-Absorptions-Maximum)
Strahlung absorbiert und im längerwelligen
Bereich emittiert (sichtbares Licht,
Phänmen der Lumineszenz)**

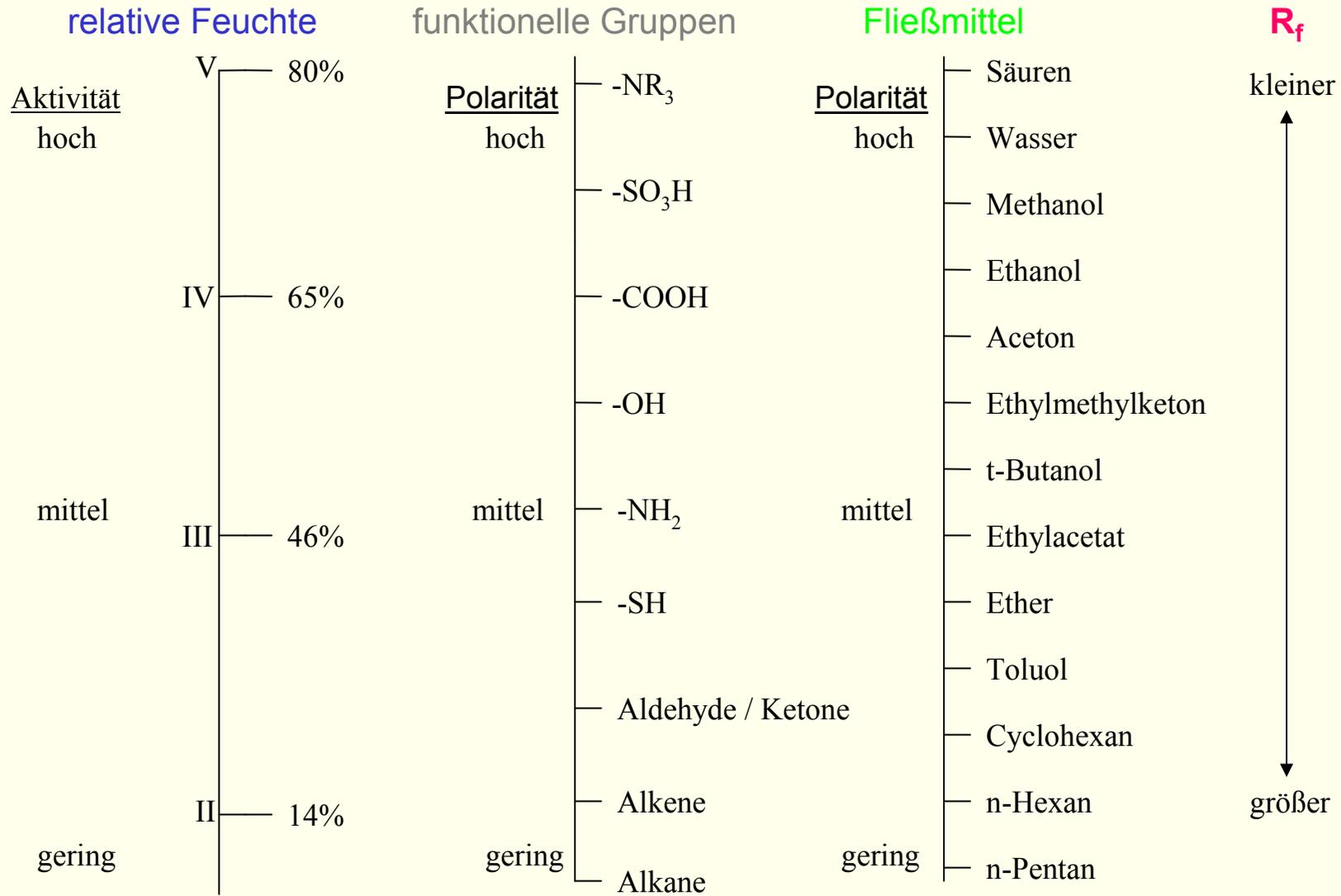
Elutionskraft von Lösemitteln : die eluotrope Reihe

Lösungsmittel	Lösungsmittelstärke *
Hexan	0.01
Isooctan	0.01
<i>tert.</i> -Butylmethylether	0.20
Isopropylchlorid (=2-Chlorpropan)	0.29
Toluol	0.29
Trichlormethan (=Chloroform)	0.40
Dichlormethan	0.42
Tetrahydrofuran	0.45
Dioxan	0.56
Essigsäureethylester	0.58
Acetonitril	0.65
2-Propanol (=Isopropanol)	0.82
Ethanol	0.88
Methanol	0.95
Wasser	gross

* Die Lösemittelstärke ist ein relatives Maß für die Elutionskraft der Lösemittel.

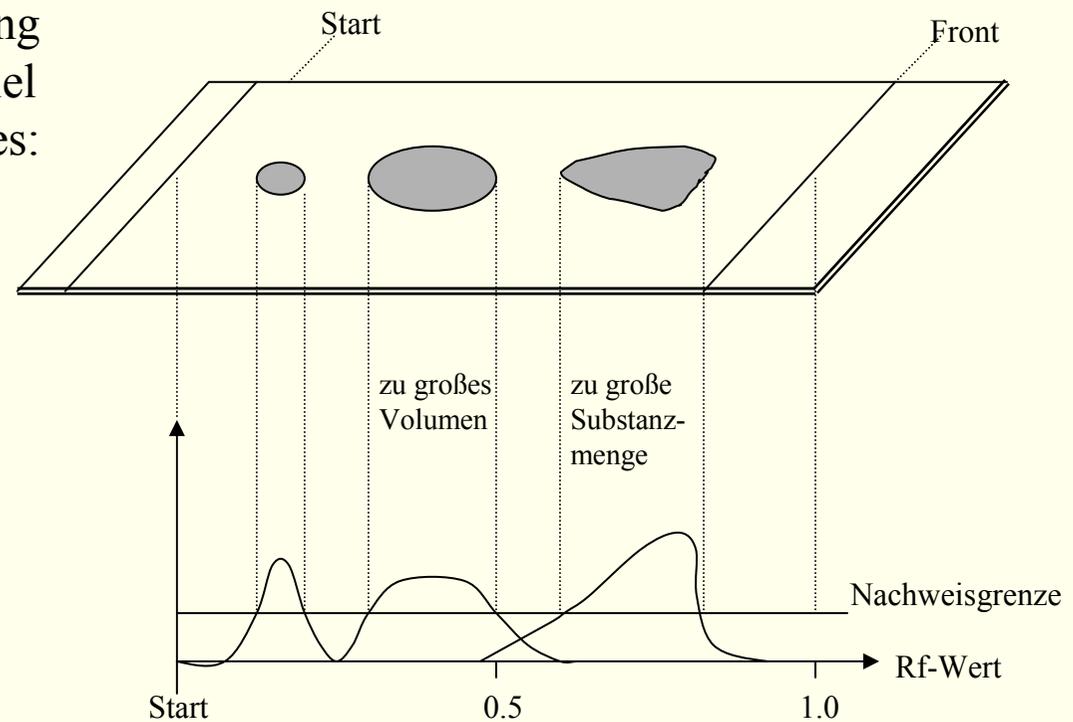
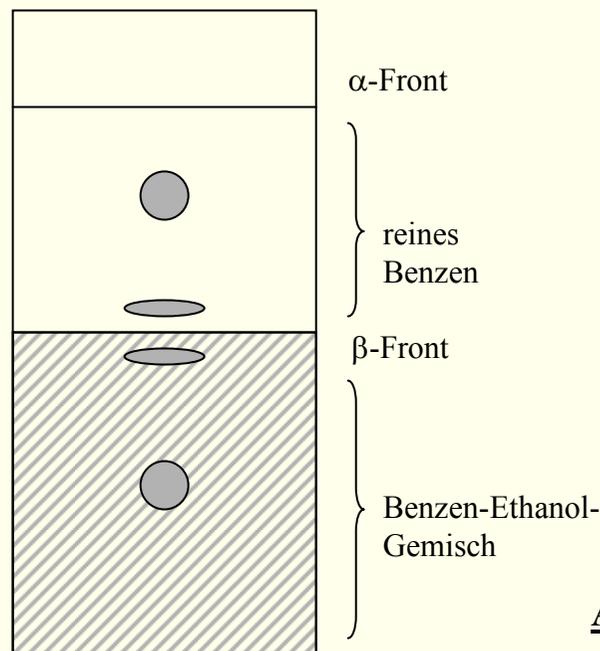
Die angegebenen Werte wurden experimentell an Al_2O_3 bestimmt; für die Elutionskraft an Kieselgel gilt die gleiche Reihenfolge mit unterschiedlichen Zahlenwerten.

Nomogramm zur Ermittlung von DC-Bedingungen an Kieselgel - 60



Besondere Phänomene : β -Front und tailing

Ausbildung einer β -Front durch adsorptions-bedingte Änderung der Fließmittel-Zusammensetzung während der DC, hier am Beispiel eines Benzen-Ethanol-Gemisches:



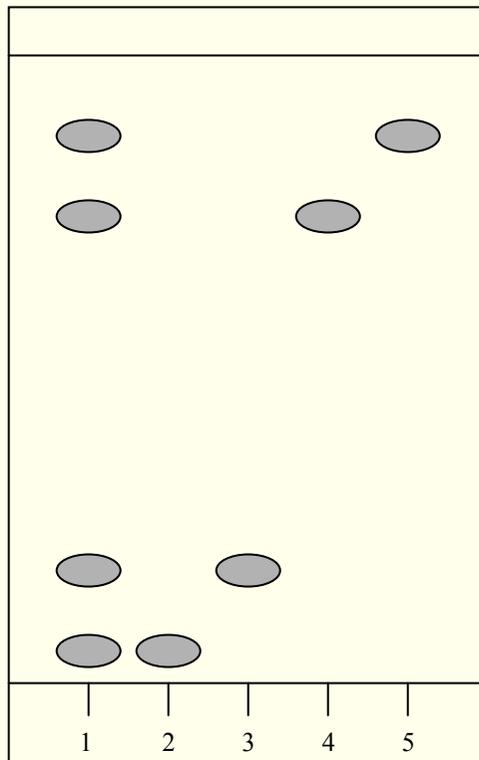
Abhängigkeit der Fleckform von Auftragemenge und -volumen

Anwendungsbeispiel: Analgetika

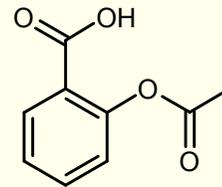
Fließmittel:

Ethylacetat / Methanol / Ammoniak

80 / 19 / 1

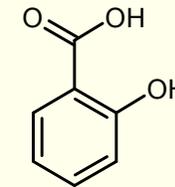


Acetylsalicylsäure



$pK_{S_1} = 3,7$

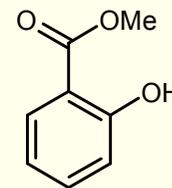
Salicylsäure



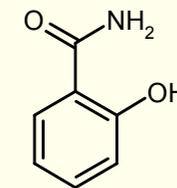
$pK_{S_1} = 2,33$

$pK_{S_2} = 12,67$

Methylsalicylat



Salicylamid

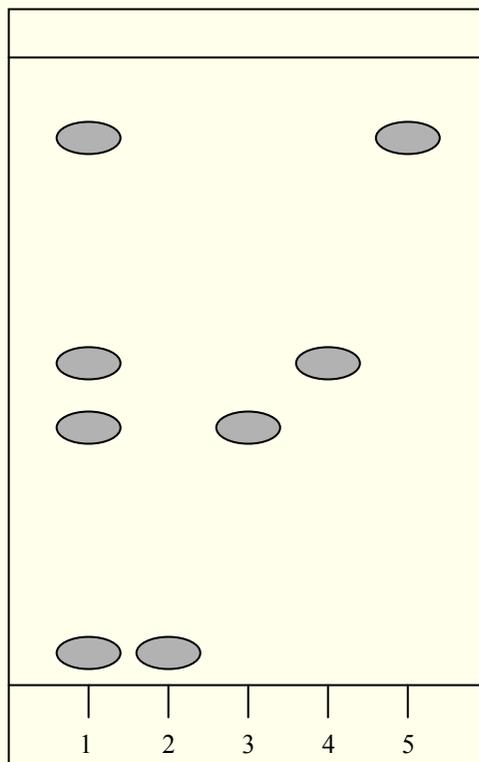


Anwendungsbeispiel: Basische Wirkstoffe

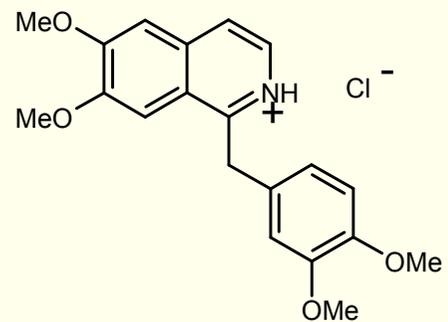
Fließmittel:

Aceton / Ethanol / Ammoniak

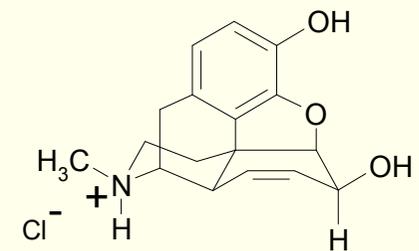
90 / 7 / 3



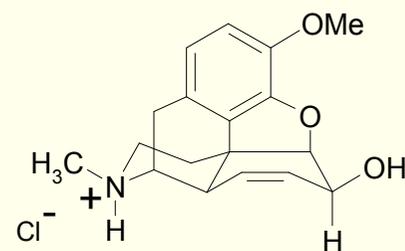
Papaverin-HCl



Morphin-HCl



Codein-HCl



Ethylmorphin-HCl

