

Sicherer Umgang mit Glasapparaturen

1. Aufbau von Glasapparaturen

Aufgrund seiner mechanischen Empfindlichkeit sind beim Umgang mit Glasapparaturen besondere Vorsichtsmaßnahmen erforderlich (Glasbruch = hohes Verletzungsrisiko). Hierbei gelten insbes. nachfolgende Punkte:

- Überprüfung auf Unversehrtheit vor Benutzung
- Die Anwendung von Gewalt ist zu prinzipiell zu vermeiden
- Starke und plötzliche Temperaturänderungen vermeiden (z.B. Abstellen stark erhitzter Geräte auf kalter Steinfläche).
- Geräte müssen sicher abgestellt (z.B. Rundkolben auf Korkring) und nötigenfalls gesichert sein (z.B. Saugflaschen)
- Größere Apparaturen sind an einem Stativ zu befestigen

Glasgeräte mit Normschliff können einfach zu komplexen Apparaturen zusammengesetzt werden. Die zwei gängigen Schliffgrößen sind NS 29 (großer Schliff) und NS 14 (kleiner Schliff).

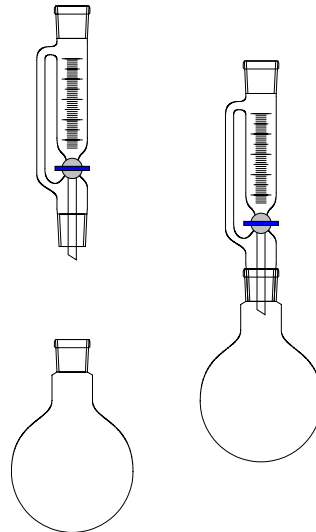
Beispiel:

Tropftrichter

Normschliff (Kern)

Normschliff (Hülse)

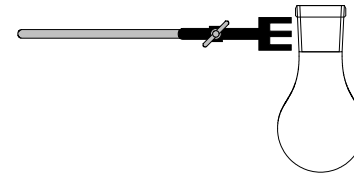
Rundkolben



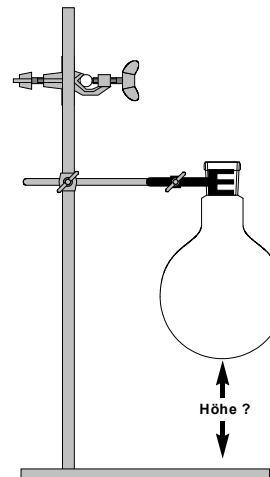
Solche Schliffapparaturen werden mittels Kreuzmuffen und Stativklammern an einem freistehenden oder fix installiertem Stativ aufgebaut. Hierzu werden Kreuzmuffe und Stativklammer in geeigneter Höhe und Ausrichtung am Stativ angebracht. Die Kreuzmuffe ist dabei so zu befestigen, dass der Verbindungsbogen nach unten zeigt. Dann wird der Reaktionskolben (Destillationskolben o.ä.) eingespannt, so dass die Stativklammer genau auf dem Schliff sitzt.



Kreuzmuffe und Stativklammer

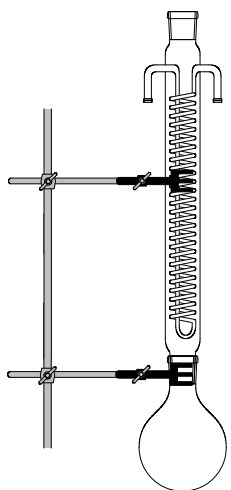
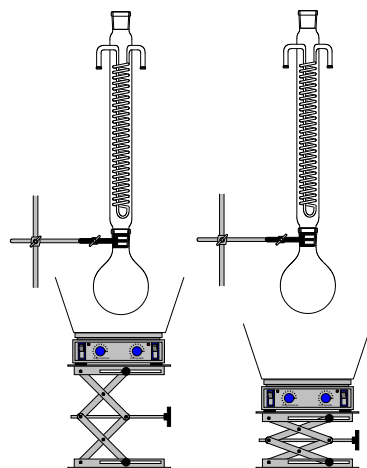


Stativklammer passt genau auf den Normschliff

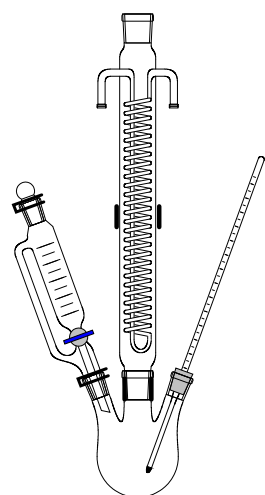


Rundkolben ist sicher am Stativ befestigt

Die Apparaturen sind in geeigneter Höhe so aufzubauen, dass durch eine Hebebühne die darunter befindlichen Gerätschaften (z.B. Heizrührer + Ölbad) problemlos komplett abgesenkt und evtl. getauscht werden können. Bei aufwendigeren Apparaturen müssen meist mehrere Stativklammern und sog. Keck-Verbindungen benutzt werden. Die Verwendung von zu vielen Stativklammern erhöht jedoch die Spannung, d.h. einzelne Schliffverbindungen könne sich evtl lockern oder Schwachstellen können sogar brechen. Siehe auch abb. im Kapitel zur Destillation)



Einfache Rückflußapparatur



Reaktionsapparatur mit Tropftrichter, Rückflußkühler, Innenthermometer, Tropftrichter und Stopfen mit Keck-Verb. gesichert. App. wird durch eine Schliffklammer am Stativ gehalten und eine weitere stabilisiert.

2. Evakuierte Glasapparaturen

Für das Arbeiten unter vermindertem Druck (Vakuum) sind besondere Sicherheitsaspekte von Bedeutung. Beim Arbeiten unter vermindertem Druck besteht immer die Gefahr einer Implosion durch Belastungsbruch. Dies gilt auch wenn nur ein vermeintlich geringer Unterdruck angelegt wird.

Viele der im Praktikum benutzen Glasgeräte sind für die Evakuierung geeignet. Dies sind insbesondere:

- Abgerundete Schliffgeräte (Rundkolben, Claisenaufsatz, Liebigkühler, ...)
- Spezielle dickwandige Geräte (Absaugflasche, Exsikkator, Woulffsche Flasche, ...)

Nicht geeignet sind:

- beschädigte Geräte (z. B. Schliffkolben mit „Sternchen“)
- Erlenmeyerkolben und andere Glasgeräte mit flachem Boden

Generell gilt es beim Umgang mit evakuierten Glasapparaturen erhöhte Vorsicht walten zu lassen. Zusätzliche Belastungen (Spannungen) sind zu vermeiden. Der Transport von evakuierten Apparaturen sollte unterbleiben. Evakuierte Exsikkatoren bleiben deshalb am Arbeitsplatz stehen (auch über Nacht). Die Belüftung von evakuierten Apparaturen sollte langsam erfolgen.

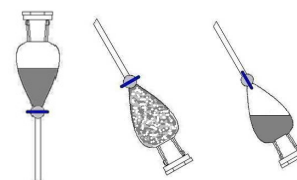
Wichtige Allgemeine Arbeitsverfahren

1. Extraktion im Schütteltrichter

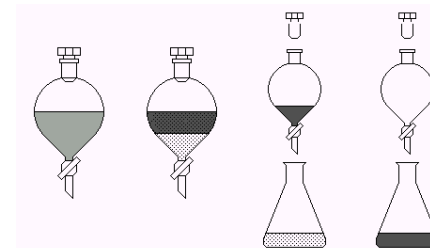
Bei der Flüssigextraktion wird eine gelöste Substanz aus einer flüssigen Phase in eine zweite flüssige Phase überführt. Beide Phasen dürfen nicht miteinander mischbar sein. Bei diskontinuierlicher Arbeitsweise spricht man auch vom Ausschütteln. Das Ausschütteln ist ein wichtiger Arbeitsschritt bei der Aufarbeitung einer organisch-chemischen Synthese. Hierbei werden meistens wasserlösliche Substanzen von organischen (hydrophoben) Substanzen getrennt. Als Extraktionsmittel gegenüber Wasser werden bevorzugt Diethylether, Dichlormethan oder Essigester verwendet. Generell lassen sich alle Lösungsmittel einsetzen, die nicht mit der zu extrahierenden Phase mischbar sind. Eine Substanz verteilt sich auf beide Phasen entsprechend dem Verhältnis der Löslichkeiten (*Verteilungsgesetz von Nernst*). Falls die Substanz im organischen Extraktionsmittel wesentlich besser löslich ist als in der wässrigen Phase, so ist die Extraktion leicht möglich und erfolgreich.

Anwendungsbeispiel: Eine in Wasser (W) wenig lösliche Substanz sei in einem Extraktionsmittel (E) zehnmal besser löslich. Das Verhältnis der Konzentrationen der Substanz in den beiden Phasen wird dann nach dem Ausschütteln stets 10:1 betragen: der Verteilungskoeffizient k also gegeben durch $c_E/c_W = 10/1 = k$. Nach einmaligem Ausschütteln mit der gleichen Menge Extraktionsmittel beträgt die Konzentration der Substanz in Wasser nur noch $1/10$. Nach der Trennung der beiden Phasen wird diese Operation zweimal mit dem gleichen Lösungsmittelvolumen wiederholt. Die Endkonzentration der Substanz im Wasser beträgt dann $(1/10)^3 = 1/1000 (= 0.1 \%)$. Würde man anstelle der gleichen Menge nur die Hälfte des Extraktionsmittel für die drei Ausschüttelvorgänge benutzen wäre das Verhältnis immer noch unter 1%. $[(1/10) \cdot (2/1)]^3 = (1/5)^3 = 0.8\%$. Falls die wässrige Ausgangslösung nur einmal mit der dreifachen Menge an Extraktionsmittel extrahiert wird, beträgt die Endkonzentration der Substanz im Wasser den Wert: $(1/10) \cdot (1/3) = 1/30 (= 3.33 \%)$. Schlussfolgerung: *Ein in Wasser gelöster Stoff wird praktisch vollständig und effizient extrahiert, wenn man mehrfach mit kleineren Mengen an Lösungsmittel ausschüttelt.*

Zum Ausschütteln wird ein Scheidetrichter (Schütteltrichter) benutzt. Die zu extrahierende (meist wässrige) Lösung wird im Scheidetrichter mit $1/5$ bis $1/3$ des Volumens mit Extraktionsmittel versetzt; das Gefäß soll maximal zu $2/3$ gefüllt sein. Der Scheidetrichter wird verschlossen (am Stopfen und am Hahnkükens festgehalten) und zunächst vorsichtig geschüttelt, wobei meist ein Überdruck entsteht. Zum Druckausgleich wird der umgekehrte Scheidetrichter durch kurzzeitiges Öffnen des Hahnkükens (Ansatzrohr nach oben!) belüftet. Diese Maßnahme wird so oft wiederholt, bis beim Schütteln kein Überdruck mehr entsteht. Danach wird 1-2 Minuten kräftig geschüttelt. Der Scheidetrichter wird in einen Stativring eingebracht. Nach der Phasentrennung wird die untere Phase durch den Auslauf abgelassen; die obere Phase wird durch die obere Öffnung umgefüllt. Besonders sind die unterschiedlichen Dichten zu beachten (Dichlormethan ist z. B. schwerer als Wasser). Aber Achtung, die Dichte einer Phase kann sich durch gelöste Stoffe stark ändern. Leider passiert es immer wieder, dass insbesondere Anfänger die falsche Phase (die mit dem Produkt) wegschütten. Man sei sich also immer bewusst, in welche Phase (organisch od. wäbrig) sich das Produkt befindet.



Ausschütteln und Belüften

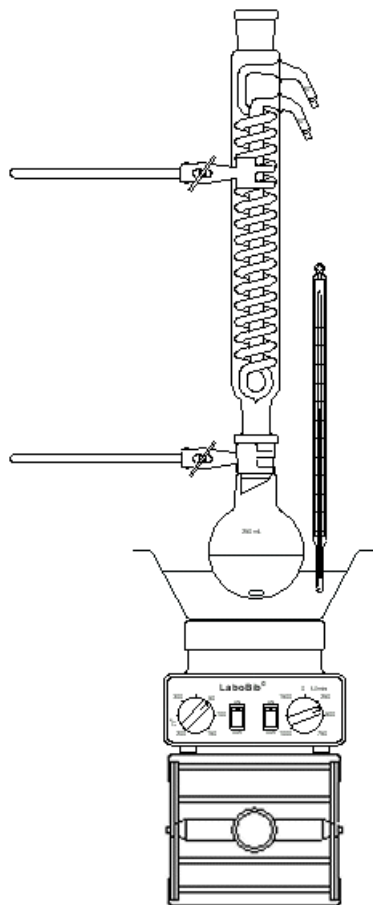


Phasentrennung

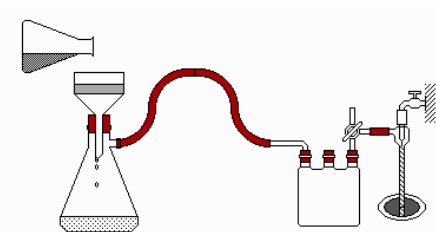
2. Umkristallisation

Abgesehen von seltenen Fällen lösen sich Substanzen in der Hitze besser als in der Kälte. Sie scheiden sich somit beim Erkalten einer heißen, gesättigten Lösung üblicherweise wieder kristallin ab. Im Idealfall bleiben in der sogenannten Mutterlauge die Verunreinigungen (leichter lösliche unerwünschte Anteile) zurück. Häufig werden auch Lösungsmittelgemische eingesetzt. Ein Variante davon ist, das Rohprodukt möglichst heiß in einem „guten“ Lösungsmittel zu lösen und dann das „schlechtere“ LM zuzugeben bis eine erste Trübung auftritt, was auf beginnende Übersättigung hinweist. Wenn man keinerlei Hinweise bzgl. der Löslichkeit einer Substanz hat, werden mit kleinen Mengen (50-100 mg) Löslichkeitsversuche durchgeführt. (Tauglichkeit und Ermittlung des ungefähren Lösemittelbedarfs)

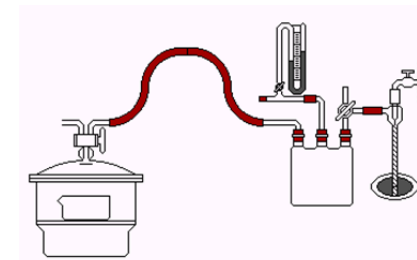
Praktische Durchführung: Die Festsubstanz wird in einen geeignet großen Rundkolben (NS 29) eingefüllt und mit dem Lösungsmittel (nicht zuviel!) versetzt. Dann wird ein Rückflusskühler aufgesetzt und im Ölbad erwärmt.¹ Wenn die Mischung im Kolben aufsiedet, wird durch den Kühler weiteres Lösungsmittel hinzugegeben, bis eine *heiß-gesättigte Lösung* erhalten wird! Insbesondere gegen Ende muss zwischen den einzelnen Zugaben etwas länger gewartet werden, da die Auflösung eines Stoffes in einer konzentrierten Lösung nur noch sehr langsam erfolgt. Achten Sie jedoch auf



mögliche unlösliche Rückstände (entsprechend dem Ergebnis der Vorproben). Von eventuell Ungelöstem wird heiß über einen *Faltenfilter* in einen Rundkolben oder Erlenmeyerkolben abfiltriert.² Der Kolben mit der heiß gesättigten Lösung wird abgedeckt (Alufolie od. Uhrglas) und *langsam auf Raumtemperatur abgekühlt*.³ Je nach verwendetem Lösungsmittel kann die Kristallisation durch Einstellen ins Kühlfach oder Tiefkühlfach vervollständigt werden. Der erhaltene Niederschlag wird über einen Büchnertrichter (Nutsche) *abgesaugt und (im Exsikkator) getrocknet*.



Filtration über Büchnertrichter



Trocknen im Exsikkator

Falls die erhaltene Menge unbefriedigend ist wird die *Mutterlauge* am *Rotationsverdampfer* (s.u.) eingedunstet und der Rückstand erneut umkristallisiert. Die erhaltene zweite Fraktion wird per Dünnschichtchromatographie auf Einheitlichkeit geprüft und bei übereinstimmendem Schmelzpunkt mit der ersten Fraktion vereinigt.

Anmerkungen:

¹ Verwendet man nicht bzw. schwerer entzündliche Lösungsmittel wie Wasser, Alkohole, halogenierte KW, ist es evtl. tolerierbar im Erlenmeyerkolben auf der Heizplatte im Abzug zu arbeiten. *Nachteile:* Abdampfen von LM in die Luft (gesundheitsschädlich, Geruchsbelästigung...) und Änderung der Zusammensetzung bei Lösungsmittelgemischen.

² Da der Filtriervorgang einige Zeit in Anspruch nimmt und dabei die Temperatur der Lösung sinkt, kommt es mehr oder weniger rasch zum Auskristallisieren der Substanz in den Filterporen und somit zur Verstopfung. Es gibt es einige Behelfe, den Trichter auf erhöhter Temperatur zu halten: elektrische Heizung, heißen Wasserdampf (sog. Heißwassertrichter) u.a.m. Wenn Sie z.B. aus Wasser umkristallisieren, legen Sie in einem geeigneten Erlenmeyerkolben mit wenig Wasser vor, setzen einen Trichter mit Faltenfilter darauf und erhitzen das Wasser zum Sieden. Der heiße Wasserdampf umströmt nun den Trichter samt Filter und verhindert das unerwünschte Auskristallisieren beim eigentlichen Filtrieren der heiß gesättigten Lösung. Wenn Ihnen die Substanz trotzdem bereits im Trichter ausfällt, können Sie alternativ zunächst mit einer größeren Lösungsmittelmenge auslaugen, normal filtrieren und nach dem Abdampfen des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer den nunmehr von unlöslichen Rückständen befreiten Niederschlag w.o. umkristallisieren. Dieses Verfahren ist weniger fehlerträchtig und erfordert kaum mehr Zeit, dafür aber einen erheblich größeren Materialeinsatz.

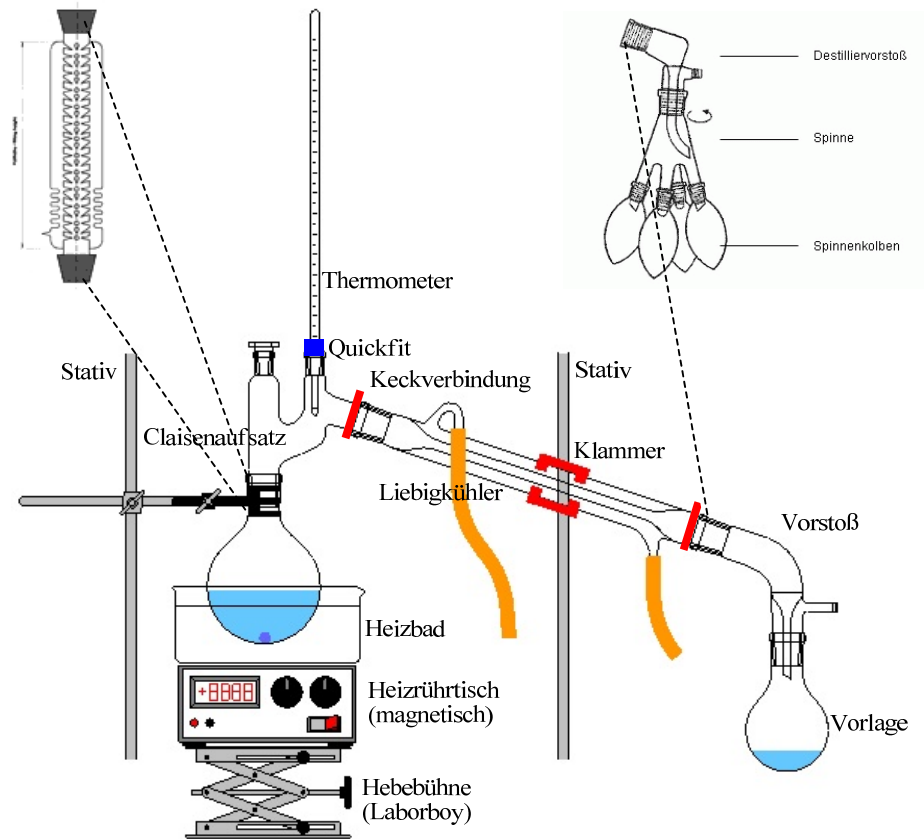
³ Ein gelegentlich auftretendes Phänomen ist das sog. „Ausölen“. Dabei scheidet sich eine Substanz aus einer gesättigten Lösung beim Erkalten nicht kristallin ab, sondern als flüssige Phase, als Öl. Dies ist vielfach der Fall bei relativ tief schmelzenden Verbindungen. Was kann man dagegen tun? Man rührt während des langsamen Abkühlens schnell mit einem Glasstab. Dadurch bleibt die anfangs entstehende Emulsion länger bestehen und die Chance auf Kristallisationskeimbildung ist größer. Gegebenenfalls gibt man zu diesem Zeitpunkt einen Impfkristall zu oder kratzt mit dem Glasstab an der Kolbeninnenwand.

3. Destillation

Fraktionierende Destillation unter Normaldruck

Eine wichtige Reinigungsmethode für flüchtige Substanzen (Flüssigkeiten) ist die Destillation. Die Flüssigkeit wird in einem Rundkolben zum Sieden erhitzt, der Dampf wird über einen Claisenaufsatz mit Thermometer in einem Liebigkühler kondensiert und das "Destillat" in der Vorlage aufgefangen. Leichter flüchtige

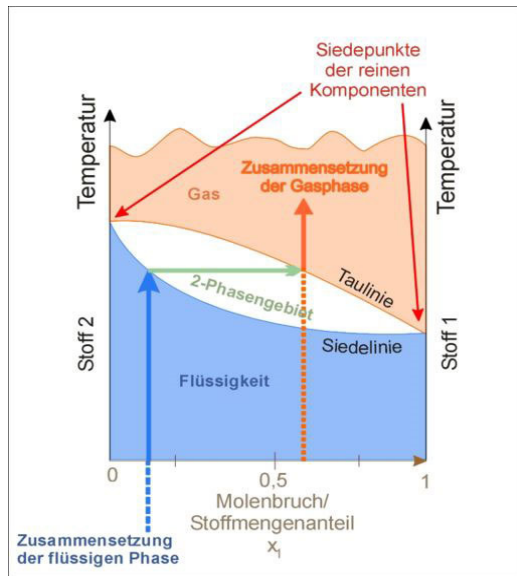
Verbindungen verdampfen zuerst (*Vorlauf*). Die Hauptkomponente (z.B. Reaktionsprodukt) wird aufgefangen, wenn ein einigermaßen konstanter Siedepunkt abgelesen wird (*Hauptlauf*). Wenn die Komponenten deutlich unterschiedliche Siedepunkte aufweisen, kommt es trotz ansteigender Temperatur



Eine einfache Destillationsapparatur, die bei Bedarf mit einer Vigreuxkolonne und/oder einer "Spinne" erweitert werden kann. Die Vigreuxkolonne kommt zwischen Kolben und Claisenaufsatz. Die „Spinne“ wird an geeigneten Vorstoß angesetzt.

im Destillationskolben zwischen dem Übergang der einzelnen Fraktionen häufig zu einem Temperaturabfall im Destillationskopf (warum?). Nach der Hauptkomponente wird häufig noch eine höher siedende Fraktion (*Nachlauf*) genommen. Der im Destillationskolben zurückbleibenden Rest (*Destillations-sumpf*) wird meist verworfen. Werden verschiedene Produkte erwartet, so wird häufig ein spezieller Vorstoß mit einer "Spinne" eingebaut. Dies erleichtert den Wechsel der Vorlage und ist vor allem bei der Vakuumdestillation (s.u.) von großem Nutzen (warum?).

Rektifikation (Gegenstromdestillation) unter Normaldruck



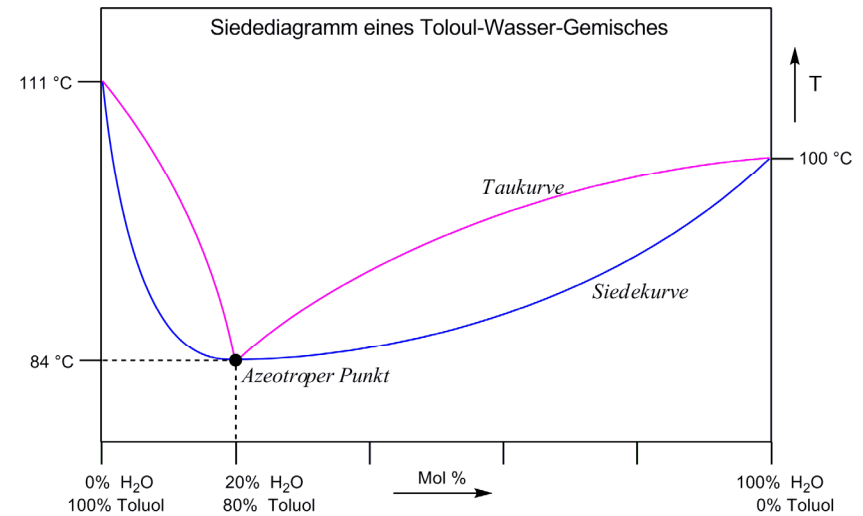
Zur Trennung von Gemischen mit nahe beieinander liegenden Siedepunkten (Unterschied $K_p < 40^\circ\text{C}$) genügt eine einfache Destillation meistens nicht mehr, um eine Reinsubstanz isolieren zu können. Man benutzt in solchen Fällen ein weiterentwickeltes Verfahren bei dem im Prinzip viele Einzeldestillationen hintereinander geschaltet sind. Praktisch erreicht man dies über eine zwischen Destillationskolben und Claisenaufsatz eingebaute Rektifizierkolonne (z.B. Vigreuxkolonne) in

welcher der Dampf im Gegenstrom mit der (kondensierenden) Flüssigkeit mehrfach hintereinander in Kontakt steht. Die Kontaktfläche zwischen der Dampf- und Flüssigphase wird durch Einbauten (z.B. Füllkörper, Glockenböden) erreicht. Wird ein Flüssigkeits-gemisch verdampft, so sind die Konzentrationen der einzelnen Stoffe in der Gasphase und in der Flüssigphase durch die Temperatur und den Druck festgelegt. Bei ausreichend langem Kontakt stellt sich dabei ein Gleichgewicht (*Phasengleichgewicht*) ein. In diesem Fall ist die Konzentration des

leichter siedenden Stoffes in der Gasphase höher als in der Flüssigphase, wodurch sich je nach Länge und Qualität ("Bodenzahl") der Kolonne eine bessere Trennung ergibt. Nur bei Reinstoffen und "azeotropen Mischungen" ist die Gleichgewichtszusammensetzung in der Gasphase und in der Flüssigphase genau gleich.

Azeotrope Destillation

Häufig bilden Stoffe miteinander azeotrope Gemische, d.h. bei einem bestimmten Mischungsverhältnis besitzen sie ein Siedepunktmaximum oder -minimum. Ein Azeotrop läßt sich durch einfache Destillation nicht in seine Komponenten trennen, da Flüssigphase und Dampfphase dieselbe Zusammensetzung besitzen.



Das Siedediagramm eines Toluol/Wasser-Gemisches (binäres Gemisch) zeigt, daß die Taulinie und die Siedekurve an einem bestimmten Punkt zusammenlaufen (azeotroper Punkt). Da die Siedepunkte der Reinstoffe (Wasser: 100°C , Toluol: 111°C) höher sind als der Siedepunkt des Azeotrops (84°C), siedet ein Gemisch aus Toluol/Wasser (80:20) genau bei 84°C . Ein solches azeotropes Gemisch kann auch nicht durch mehrfache Destillationen (Rektifikation) getrennt werden. Bei einer anderen Zusammensetzung der Ausgangsmischung (z.B. 95:5) destilliert

zunächst das Azeotrop bis ein Reinstoff (in diesem Fall H_2O) "verbraucht" ist, erst dann destilliert der zweite Reinstoff (in diesem Fall Toluol).

Die Destillation unter Normaldruck sollte nur bei Substanzen angewandt werden, die einen Siedepunkt zwischen $40\text{-}150^\circ\text{C}$ besitzen. da tiefer siedende Komponenten nicht ausreichend gekühlt werden und so Verluste entstehen. In solchen Fällen muß die Vorlage besonders gekühlt werden und der Kühler mit Kühlflüssigkeiten aus einem Kryostaten betrieben werden. Bei Substanzen, die höher als 150°C siedend, besteht die Gefahr der Zersetzung. In diesem Fall bedient man sich der Vakuumdestillation.

Fraktionierende Destillation bei vermindertem Druck (Vakuumdestillation)

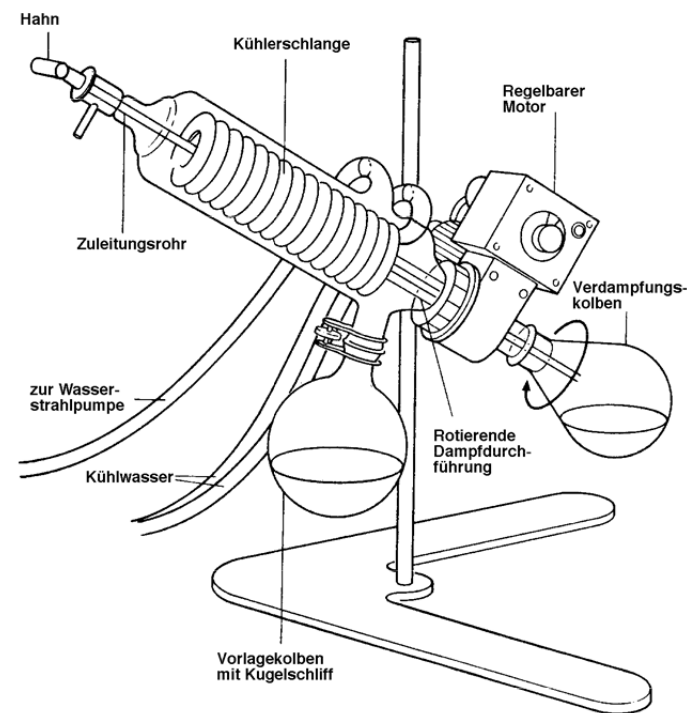
Die Vakuumdestillation wird wie die Destillation ohne Unterdruck meist fraktionierend durchgeführt. Der Dampfdruck einer Flüssigkeit ist stark von der Temperatur abhängig. Die Temperaturabhängigkeit wird durch die Gleichung von *Clausius-Clapeyron* beschrieben:

$d \ln p / dT = H_V / RT^2$, wobei $p = \text{Dampfdruck}$, $H_V = \text{molare Verdampfungsenthalpie}$, $T = \text{absolute Temperatur (Kelvin)}$, $R = \text{Gaskonstante}$.
Nach Integration: $\ln p = -H_V / RT + C$.

Trägt man $\ln p$ gegen $1/T$ auf, sollte sich also eine Gerade ergeben. Dies ist allerdings nur der Fall unter der Annahme, dass H_V temperaturunabhängig ist, was aber nur in kleineren Temperaturbereichen der Fall ist. Durch Erniedrigung des Druckes in der Destillations-apparatur ist es also möglich, den Siedepunkt einer Substanz (verglichen mit ihrem Siedepunkt bei Normaldruck) so weit zu senken, dass eine vernünftige Destillationstemperatur ($50\text{-}150^\circ\text{C}$) erreicht wird. Das Vakuum wird durch Membranpumpen (als Ersatz für Wasserstrahlpumpen) oder eine Drehschieber-Ölpumpen erzeugt. In speziellen Fällen (Hochvakuumdestillation) werden Diffusionspumpen benötigt. *Wichtig: Bei Vakuumdestillationen wird immer zuerst das Vakuum angelegt bevor erwärmt wird.* Zur Vermeidung von Siedeverzügen wird mit Magnetrührer und Rührkern kräftig gerührt. Bei stark viskosen Flüssigkeiten werden häufig Siedekapillaren benutzt. Dabei wird ständig ein äußerst geringer Gasstrom (z.B. Stickstoff aus einem Ballon) durch die Flüssigkeit gesaugt. Beachten Sie die besonderen Gefahren die von evakuierten Apparaturen ausgehen.

Entfernung von Lösungsmitteln am Rotationsverdampfer

Da die meisten Reaktionen in Lösungsmitteln stattfinden, müssen diese im Zuge der Aufarbeitung entfernt werden. Zum Abdestillieren größerer Mengen an Lösungsmittel benutzt man am besten einen Rotationsverdampfer mit angelegtem Vakuum. Der Destillationskolben wird dabei schnell um seine Achse gedreht, wodurch die Oberfläche der Flüssigkeit (durch kurzes Anhaften an der erwärmten Kolbenwandung) stark erhöht wird, was für die Dampf Bildung entscheidend ist. Außerdem werden durch die dauernde Bewegung der Flüssigkeit Siedeverzüge weitestgehend vermieden. Durch Druckminderung (Vakuum) wird der Siedepunkt gesenkt, so dass die Destillation beschleunigt wird. Bei modernen Geräten läßt sich der Druck genau einstellen.



Häufig verwendeter Rotationsverdampfer zum Abdestillieren von Lösungsmitteln (die Klammer, die den Siedekolben an der Dampfdurchführung hält, ist aus Übersichtlichkeitsgründen nicht eingezeichnet).

4. Präparative Säulenchromatographie

Die in der modernen, präparativen, organischen Chemie am häufigsten verwendete chromatographische Trennmethode ist die Adsorptionschromatographie.

Feste stationäre Phase (s) – flüssige mobile Phase (m)

Trennprinzip: ($S_i =$ Substanz i ; $K_i =$ Adsorptionskonstante der Substanz i)

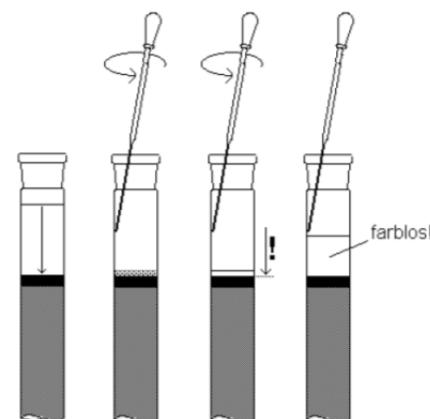
$$(S_1)_m \rightleftharpoons (S_1)_s \quad K_1 \quad K_1 = (S_1)_s / (S_1)_m$$

$$(S_2)_m \rightleftharpoons (S_2)_s \quad K_2 \quad K_1 \neq K_2$$

Daraus folgen verschiedene Wanderungsgeschwindigkeiten der Substanzen über die Säule bei Elution durch das Lösungsmittel. Die Absolutgeschwindigkeit hängt von der Elutionskraft des Laufmittels ab, d.h. wie gut das Lösungsmittel relativ zur Substanz adsorbiert wird. LM und Substanz konkurrieren um Adsorptionsstellen. Bei der Verwendung polarer Sorbentien wie Al_2O_3 oder Kieselgel (freie OH-Gruppen) zeigen polare Substanzen bzw. LM stärkste positive WW, d.h. Adsorption. Es gilt: *Polare Substanzen werden langsamer eluiert als unpolare Substanzen. Polare LM eluieren schneller als unpolare LM*. Die Relativgeschwindigkeit von Einzelkomponenten einer Mischung hängt bei der Adsorptionschromatographie von ihren Polaritätsunterschieden ab. Trennbar sind vor allem Substanzen unterschiedlicher Polarität. Es gilt: *Kohlenwasserstoffe > Haogenierte Kohlenwasserstoffe > Ketone \approx Ester > Aldehyde > Alkohole, Amide >> Säuren*. Entsprechend lässt sich die Elutionskraft eines LM durch die „elutrope Reihe“ beschreiben, die für ein Adsorbens gilt. Ein breites Spektrum organischer Verbindungen lässt sich mit Laufmittelgemischen aus Hexan und Essigester chromatographieren.

Durchführung: Bei Chromatographiesäulen ohne eingeschmolzene Fritte bringt man in der verjüngten Stelle oberhalb des Hahns einen Wattepfropfen an, der nicht zu dicht aber auch nicht zu locker sein sollte. Falls die Säule mit einer Fritte ausgestattet ist, erübrigt sich der Pfropfen. Im Erlenmeyerkolben wird das Kieselgel (dem Säulenvolumen entsprechend) unter Umschwenken mit soviel Laufmittel vermischt, dass eine dickflüssige (jedoch noch gießfähige) homogene Mischung erhalten wird. Beim Einfüllen verwendet man einen passgenauen Pulvertrichter und füllt die Säule ohne abzusetzen. Dabei empfiehlt es sich zu

Beginn, den Wattepfropfen mit einem langen Glasstab nach unten zu drücken. Sollten Luftblasen sichtbar sein, so klopft man mit einem Korkring seitlich gegen die Säule, um deren Aufsteigen zu erleichtern. Jetzt lässt man die Säule tropfen, wobei sich nach und nach ein festes Bett bildet mit darüber stehendem klaren LM. Sobald der Flüssigkeitsspiegel das Säulenbett fast erreicht hat, schließt man den Hahn, füllt weitere Aufschlammung ein und lässt das Bett wieder setzen. Dieser Vorgang wird so oft wiederholt, bis das Bett die gewünschte Länge erreicht hat. Schließlich lässt man solange Laufmittel durch die Säule tropfen, bis sich das Bett nicht mehr weiter senkt (*Trockenlaufen der Säule vermeiden*). Die zu chromatographierende Substanz wird in einer minimalen Menge des Laufmittels gelöst (bei zu geringer Löslichkeit/Mischbarkeit kann auf Dichlormethan ausgewichen werden) und mit einer Pasteurpipette vorsichtig auf den Säulenkopf transferiert, so dass das Bett nicht aufgewirbelt wird. Dann wird mit wenig Laufmittel zweimal nachgespült.

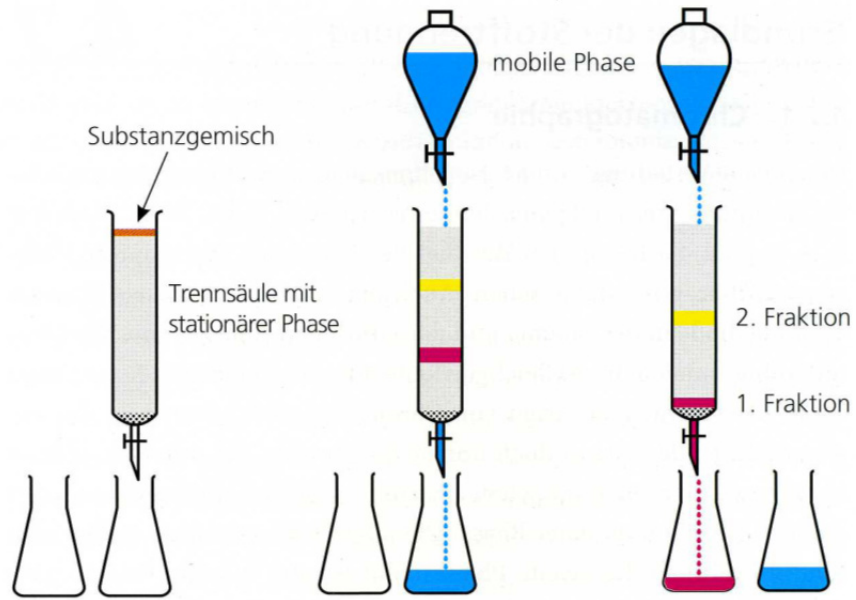


Schließlich lässt man das Eluens bis zum Niveau des Adsorbens absinken, spült von der Innenwand der Säule mit Laufmittel restliche Substanz ab und lässt wieder einsickern. Der Vorgang wird 1-2 mal wiederholt, so dass sich die gesamte Substanzmischung im Adsorbens befindet. Nun erst wird chromatographiert. Als Laufmittelreservoir dient ein Tropftrichter oder eine Kugel mit Schliff. Im Zuge der Chromatographie (Entwicklung) werden

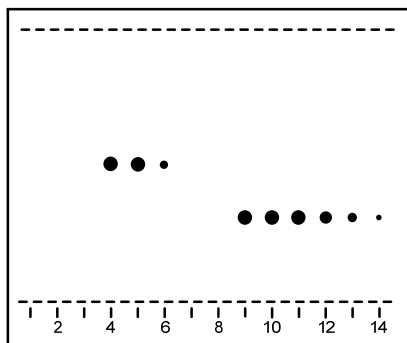
kontinuierlich geeignete große Fraktionen genommen und mittels DC auf Zusammensetzung geprüft. Einheitliche Fraktionen werden vereinigt. Die bei einer schlechten Trennung auftretenden Mischfraktionen werden vereinigt und nochmals chromatographiert, wobei ein besser angepasstes Eluens (meistens unpolarer) und/oder eine längere Säule empfehlenswert ist.

Bei vielen Trennungen wird mittels Pressluft oder Stickstoff ein geringer Überdruck auf den Eluensvorrat ausgeübt, so dass sich ein deutlich schnellerer

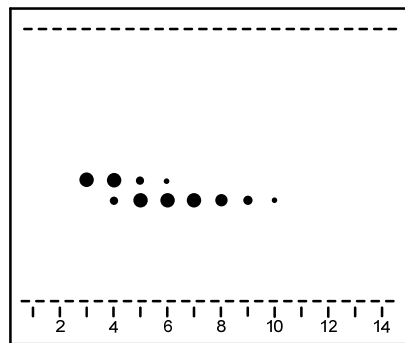
Durchfluss ergibt (*Flash-Chromatographie*). Die etwas schlechtere Auflösung ist dabei meistens tolerierbar und kann durch entsprechende Wahl des Eluens wieder ausgeglichen werden. Die Zeitersparnis bei diesem Vorgehen ist erheblich.



Dünnschichtchromatome nach einer präparativen Säulenchromatographie:



Beispiel für eine ideale Trennung



Beispiel für eine schlechte Trennung (drei Mischfraktionen)