

CHROM. 5869

Schnelle Flüssigkeitschromatographie an Aluminiumoxid

Nachdem in einer vorangegangenen Untersuchung¹ die Eignung von Kieselgel für die schnelle Flüssigkeitschromatographie untersucht wurde, haben wir jetzt die Brauchbarkeit von Aluminiumoxid für diese moderne Analysenmethode getestet. Dabei gelangte das sogenannte Aluminiumoxid Typ T² zur Anwendung, ein schwach basisches, verhältnismässig inaktives Übergangsoxid der ϑ -Form.

Apparatur

Die Versuche wurden, wie früher beschrieben¹, auch hier mit Hilfe des Universal Flüssigkeitschromatographen UFC 1000* und mit dem auf 254 nm eingestellten UV-Detektor LDC 1205* bzw. dem Differentialrefraktometer LDC 1103* durchgeführt.

Bei der Messung der Zusammenhänge zwischen Bodenhöhe und Teilchengrösse sowie den H/u -Kurven war das Aluminiumoxid Typ T** mit 2.5% (g/g) Fractonitril III—1,2,3-Tris(2-cyanäthoxy)-propan—belegt, um die Einflüsse von Feuchtigkeit auf die Aktivität des Aluminiumoxids möglichst weitgehend zu unterdrücken. Als Fließmittel diente hier mit Fractonitril III gesättigtes *n*-Heptan. Die Testsubstanzen Naphthalin und Anthracen waren zu 0.02%, Benzol zu 2.5% in den injizierten Lösungen (2 μ l) enthalten.

Das Füllen der Säulen geschah unter Aufstossen der Säule auf eine harte Unterlage, wobei das Sorbens portionsweise zugegeben wurde¹.

Eine Zusammenstellung der hier benutzten Symbole findet sich in Lit. 1.

Der Einfluss der Teilchengrösse

In Spalte 1 der Tabelle I sind die verschiedenen zur Untersuchung gelangten Korngrössenbereiche des Aluminiumoxids Typ T aufgeführt, die entweder durch Windsichten oder Sieben erhalten wurden. Ein Korngrössenbereich von 5–10 μ

TABELLE I

VERSUCHSPARAMETER BEI DER UNTERSUCHUNG VERSCHIEDENER TEILCHENGRÖSSEN
Aluminiumoxid Typ T belegt mit 2.5% (g/g) Fractonitril III; $L = 50$ cm.

Korngrössenbereich des Aluminiumoxids Typ T, d_p (μ)	Spezifizierung (%)	u ($cm \cdot sec^{-1}$)	Naphthalin		Anthracen		ρ ($g \cdot cm^{-3}$)	ΔP (atm)
			k'	H (cm)	k'	H (cm)		
10–20	86	1.20	0.48	1.12	1.02	0.55	1.13	87
20–30	81	1.19	0.52	1.20	1.11	0.63	1.18	77
30–40	82	1.16	0.54	1.35	1.19	0.80	1.15	32
40–50	80	1.13	0.53	1.60	1.10	0.88	1.11	16
50–63	80	1.22	0.54	1.80	1.14	1.02	1.11	12
63–80	88	1.15	0.54	2.30	1.15	1.28	1.12	8
80–100	90	1.16	0.58	2.82	1.20	1.73	1.17	6

* Hupe und Busch, Grötzingen (Karlsruhe), B.R.D.

** E. Merck, Darmstadt (B.R.D.) bzw. EM Laboratories, New York (V.S.A.), demnächst erhältlich als Merckosorb® Alox T bzw. LiChrosorb Alox T.

konnte nicht geprüft werden, da sich hier bei einer Geschwindigkeit von $1.2 \text{ cm} \cdot \text{sec}^{-1}$ ein Druck von über 250 atm eingestellt hätte, für den das Gerät nicht mehr ausgelegt war.

Spezifizierung, lineare Geschwindigkeit u der mobilen Phase, k' -Werte und die Packungsdichten schwanken in tolerierbaren Grenzen, und es ergibt sich nach Fig. 1 für die Abhängigkeit zwischen Bodenhöhe und Teilchengrösse unterhalb von etwa 30μ eine geringere Steigung der Kurven als oberhalb 30μ . Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass nach Tabelle I der Druckabfall mit kleiner werdenden Korngrössen wesentlich stärker zu- als die Bodenhöhe abnimmt. So beträgt die Bodenhöhe für Anthracen bei einer Korngrösse von $50\text{--}63 \mu$ 1.02 cm bei einem Druckabfall von 12 atm; bei $10\text{--}20 \mu$ ist die Bodenhöhe etwa halb so gross, nämlich 0.55 cm , während der Druckabfall auf etwa das Siebenfache von 87 atm angewachsen ist. Als Ergebnis bleibt daher im Einklang mit anderen Untersuchungen an Kieselgel^{1,3}, dass auch beim Einsatz von Aluminiumoxid Typ T für die schnelle Flüssigkeitschromatographie Korngrössen über oder um 30μ zu empfehlen sind.

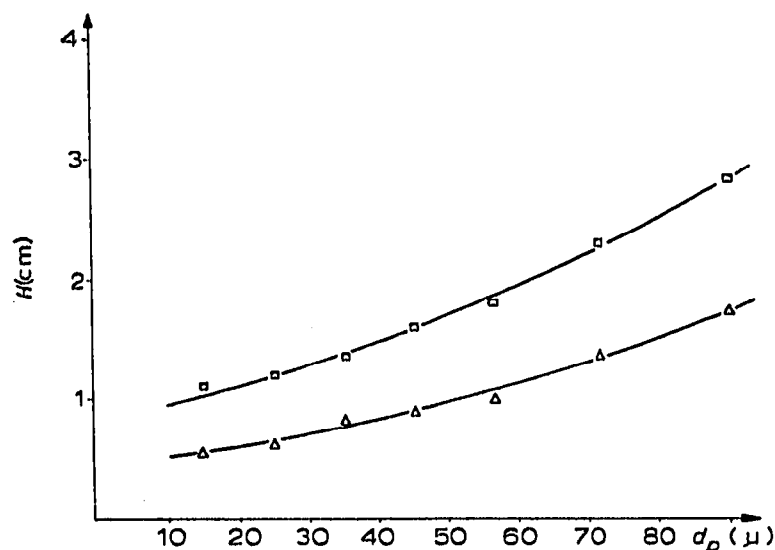


Fig. 1. Die Beziehung zwischen Teilchengrösse und Bodenhöhe. Aluminiumoxid Typ T belegt mit 2.5% (g/g) Fractonitril III. $u = 1.2 \text{ cm} \cdot \text{sec}^{-1}$. Δ , Anthracen ($k' = 1.15$); \square , Naphthalin ($k' = 0.54$).

Die H/u -Kurve

Trägt man für ein Aluminiumoxid Typ T mit dem Korngrössenbereich $30\text{--}40 \mu$ die Bodenhöhe H gegen die lineare Durchflussgeschwindigkeit u auf (Fig. 2), so ergibt sich, dass bei niedrigeren Geschwindigkeiten der Anstieg der H/u -Kurve grösser ist als bei höheren. Bei höheren Durchflussgeschwindigkeiten wirken sich daher Geschwindigkeitsänderungen weniger auf die Auflösung aus als bei niedrigeren. In der Praxis wird man sich allerdings immer für die möglichst hohe Durchflussgeschwindigkeit entscheiden, bei der die gewünschte Auflösung noch erreicht wird.

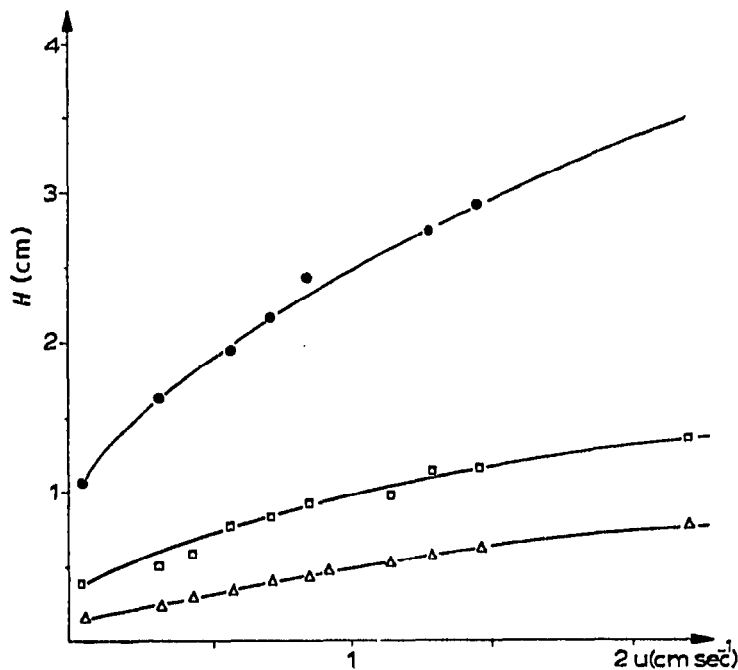


Fig. 2. Die Beziehung zwischen der Bodenhöhe H und der linearen Durchflussgeschwindigkeit u . Aluminiumoxid Typ T (30–40 μ) belegt mit 2.5% (g/g) Fractonitril III. ●, Benzol ($k' = 0.22$); □, Naphthalin ($k' = 0.54$); △, Anthracen ($k' = 1.15$).

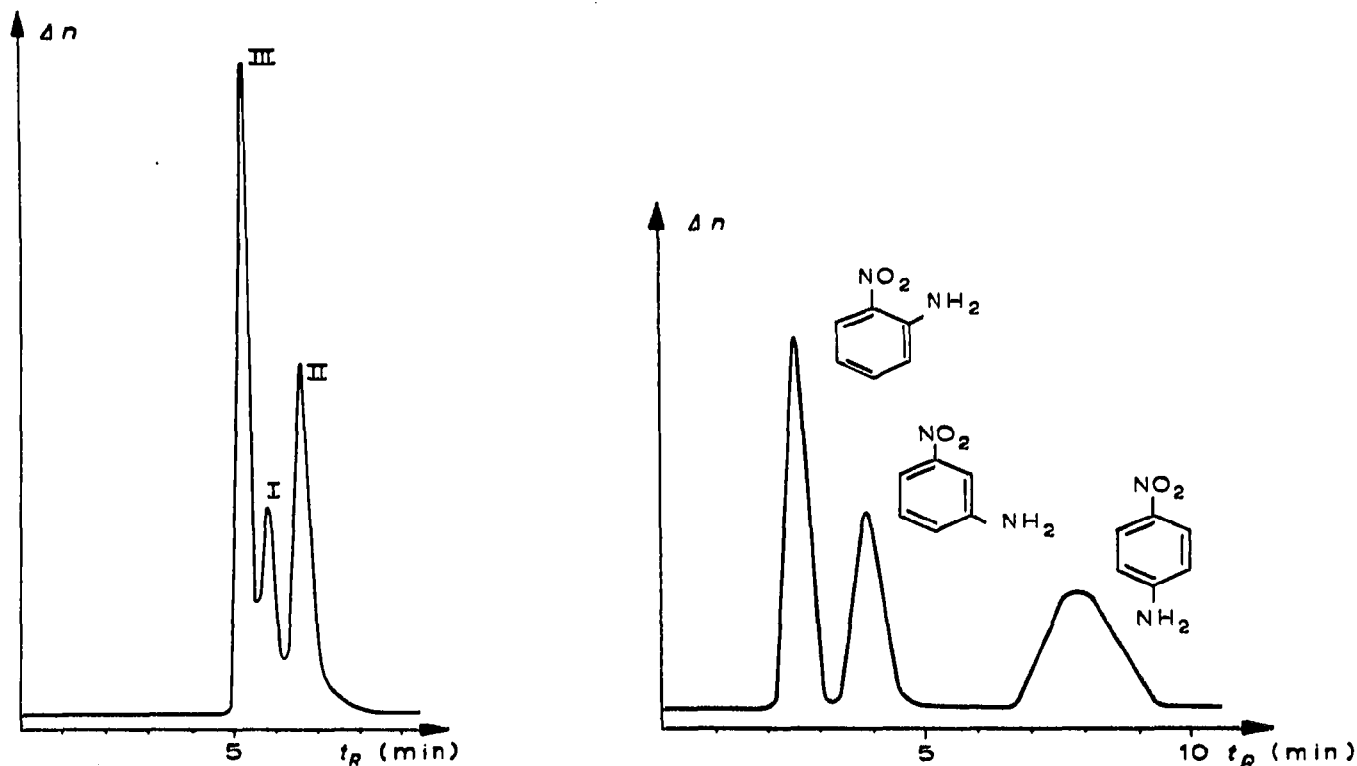


Fig. 3. Trennung von Parathion (I, $k' = 0.15$) und Methylparathion (II, $k' = 0.32$) auf Aluminiumoxid Typ T (30–40 μ); $L = 100$ cm; $u = 0.33$ cm sec⁻¹. Fließmittel; Benzol-Diäthyläther (40:60); Detektion; differentialrefraktometrisch.

Fig. 4. Auftrennung der isomeren Nitroaniline auf Aluminiumoxid Typ T (30–40 μ); $L = 50$ cm. Fließmittel; Benzol; Detektion: differentialrefraktometrisch.

Trennbeispiele

Aluminiumoxid ist ein bekanntes und bewährtes Sorbens in der Chromatographie, und es war zu erwarten, dass es sich auch in der schnellen Flüssigkeitschromatographie bewähren würde. So gelang nach Fig. 3 die Auftrennung der Insektizide Parathion — O,O-Diäthyl-thiophosphorsäure-O-(*p*-nitrophenyl)-ester — und Methylparathion — O,O-Dimethyl-thiophosphorsäure-O-(*p*-nitrophenyl)-ester — unter gleichzeitiger Abtrennung eines Gemisches der Diäthyl- und Dimethylester des Thiophosphorsäurechlorids, die sich in Peak III ($k' = 0.046$) wiederfinden. In einem anderen Versuch konnten, wie in Fig. 4 wiedergegeben, die isomeren Nitroaniline aufgetrennt werden.

E. Merck,
Darmstadt (B.R.D.)

D. RANDAU
H. BAYER

- 1 D. RANDAU UND W. SCHNELL, *J. Chromatogr.*, 57 (1971) 373.
- 2 H. HALPAAP UND W. REICH, *J. Chromatogr.*, 33 (1968) 70.
- 3 M. NAEFE, Dissertation, Frankfurt am Main, 1970.

Eingegangen am 7. Dezember 1971

J. Chromatogr., 66 (1972) 382-385