



3. Ergebnisse (16Pt)¹



Abb. 1.0 (10Pt): *Chrysanthemum cinerariaefolium*

DC-Ergebnis (11,5Pt)

Die Banden auf der Dünnschichtchromatographie sind deutlich zu erkennen und bilden besonders im oberen Bereich deutlich separierte Blöcke (siehe Anlage). Leider sind dagegen die zwei Marker Sudanrot relativ stark verschwommen. Die sich dort befindenden dickeren Banden sollten den Punkt markieren, wo die Pyrethrine II zu finden sind. Leider haben wir vergessen die DC-Platte unter UV-Licht zu untersuchen, bevor wir sie entwickelt haben. Deshalb konnten wir leider die Banden nicht korrekt den Pyrethrinen zuordnen. Zuverlässige R_{f} -Werte waren daher leider nicht zu ermitteln. Auf der Analyse-DC-Platte waren unter UV-Licht die Bereiche der Pyrethrine getrennt nach den Stoffklassen I und II deutlich zu erkennen. Die Pyrethrin-haltigen Bereiche des Kieselgels wurden jeweils vom Basismedium abgenommen und in Methanol gelöst, wobei die eingelagerten Stoffe resuspendiert wurden. Die derart aufgereinigten Pyrethrine dienten als Ausgangssubstanz für die HPLC, GCMS und die Biotests.



GCMS

Wie in Abbildung 3.0 zu sehen ist, hat die Aufreinigung per DC besonders bei der oberen Bande, der I-er-Fraktion, sehr gut funktioniert (unterer Bildteil). Bei einer Retentionszeit von 20,7 min kam das Cinerin I, bei 22,5 min Jasmolin I und bei 23,8 min Pyrethrin I. Die Aufreinigung der II-er-Fraktion ist etwas weniger gut gelungen. Hier spielt an der Stelle 23,5 Minuten noch das Pyrethrin I mit hinein und um den Bereich 43

Tab. 3a (11,5Pt): Analyseergebnisse der GCMS

Stoff	Retentionszeit (min)	For-FIT
Cinerin I	20,7	828
Jasmolin III III	22,5	852
Pyrethrin VII	23,8	841
Cinerin II II	29,9	804
Jasmolin VI VI	31,9	818

Durch die Gegenüberstellung ist schön zu sehen, wie sich die linke Seitenkette der I-er- und II-er-Fraktion der Pyrethrine unterscheiden. Die Ketogruppe der II-er am endständigen C-Atom bewirkt gegenüber den beiden Methylgruppen der I-er eine Molekülpolarität und sterisches Hindernis.

Aus Compendium of Pesticide Common Names (2005)

F254 mit Konzentrierungszone) als polare, stationäre Phase und das Lösungsmittelgemisch Hexan und Ethylacetat im Verhältnis 3:1 als unpolare mobile Phase eingesetzt.

Minuten befindet sich eine breitgeschweifte gaußglockenförmige Verunreinigung. Trotzdem lassen sich die Spitzen von Cinerin II (29,9 min), Jasmolin II (31,9 min) und Pyrethrin II (35,5 min) eindeutig, das heißt sowohl mit bloßem Auge als auch mit hohem FOR-FIT identifizieren (siehe Tab. 3a). Zusätzlich haben wir ein „spectra overlay plot“ erstellt.

In unserem Versuch wurde 1 µl der nach Behandeln der präparativen DC-Platte entstandenen Lösung in das GC-MS System gespritzt. Die stationäre Phase bestand aus einer kieselgel-haltigen Säule (30 m lang, Ø = 0,32 mm, Filmdicke = 0,25 µm), wobei 5 % unpolares Phenylmethylpolysiloxan (DB-5) enthalten waren. Als Trägergas wurde Helium benutzt mit einem Durchgangsdruck von 10 kPa. Das Temperaturprogramm startete bei 150 °C, steigerte sich um 3 °C/min. bis auf 240 °C. Ausgebrannt wurde das Gerät für eine Stunde bei 280 °C. Es wurden folgende Schleife (Kieselgel 60,



¹ LinuxLibertine-4.1.8 (TTF) - <http://linuxlibertine.sf.net>

rot: falsch, grün: echt

Bitte beachten: Aufgrund des Hintings sehen die Zeichen auf dem Bildschirm anders aus als nachher im Druck. Um einen optisch gleichwertigen Vergleich zu erhalten, betrachten Sie die PDF bei einer Vergrößerung von 600%! Please note: because of the hinting, glyphs look different on screen than on printing media. For an equal comparison of the PDF choose 600% zoom!

Auszug beispielhafter Sonderzeichen:

ЖӖӐǺ αβγδωάώ αβγδεϋϋϋ ς °C °F 5Hh3lNPQRZÜöεη¼¾⅓⅔⅕⅖⅗⅘⅙⅚⅛⅜⅝⅞⅟↔⇒∇ΔετffiffiffiffiffkftcktttQu