

ÜBERSICHTEINRICHTUNG EINES LABORS
FÜR PAPIER- UND DÜNNSCICHT-CHROMATOGRAPHIE

E. VON ARX UND R. NEHER

*Pharma-Wissenschaftliche Abteilung der CIBA A.-G.,
Basel (Schweiz)*

(Eingegangen den 12. März 1962)

Der Bau eines zentralen Labors für Papier- und Dünnschicht-Chromatographie einschliesslich Papier- und Dünnschicht-Elektrophorese erscheint dann als zweckmässig, wenn die Durchführung einer grossen Anzahl analytischer und präparativer Chromatogramme bei einer Vielzahl verschiedener Stoffklassen notwendig ist.

Die Vorteile bestehen einerseits in einer Entlastung der Chemiker und Laboranten, andererseits in der Gewährleistung möglichst rationeller und reproduzierbarer Resultate. Daneben bietet sich besonders die Möglichkeit, die gesammelten Erfahrungen nutzbringend anzuwenden und zu entwickeln. In diesem Sinne soll, einer Anregung der Redaktion folgend, Plan und Einrichtung eines solchen Labors* näher beschrieben werden, wobei es sich um eine von vielen Möglichkeiten handelt. Im Rahmen der zur Verfügung stehenden Räume hat sich die beschriebene Anordnung auf Grund langjähriger Erfahrungen als optimal erwiesen.

Sobald die primären Erfordernisse für Platz, Licht- und Luft-Verhältnisse (Temperatur, Feuchtigkeit) festgelegt sind, die von Ort zu Ort sehr unterschiedlich sein können, wird sich die Planung nach dem organischen Ablauf der nötigen Arbeitsprozesse zu richten haben. Diese Teilprozesse lassen sich folgendermassen zusammenfassen (s. auch Fig. 4):

- I. Eingang und Verteilung der Aufträge.
- II. Vorbereiten und Anschreiben der Papiere oder Platten, Lösen und/oder Auftropfen der Substanzen (Abb. 1, 2).
- III. Chromatographische Entwicklung (a. Papier, b. Dünnschicht, c. Elektrophorese) (Abb. 3-5).
- IV. Trocknen der Chromatogramme (Abb. 6).
- V. Photokopieren oder Registrieren von U.V.-Absorption bzw. U.V.-Fluoreszenz (Abb. 7-8). Radiometrische Auswertung der Chromatogramme im Speziallabor.
- VI. Chemischer oder biologischer Nachweis (ungefärbter) Substanzen auf dem Chromatogramm (Abb. 9-10).
- VII. Qualitative und/oder quantitative Auswertung (Abb. 11).
- VIII. Registrierung.

* Es handelt sich um das Chromatographie-Labor der Pharma-Wissenschaftlichen Abteilung der CIBA-Aktiengesellschaft, Basel. Herrn Dr. A. WETTSTEIN danken wir für sein Einverständnis zur Beschreibung dieses Labors.

Ein dazugehöriger Hilfsbetrieb sorgt für Vorratshaltung und Nachschub von:
 Papier (geschnitten, gewaschen) (Abb. 12)
 Lösungsmitteln (Reinigung)
 Glas- und sonstigem Reservematerial
 sowie für die Herstellung von:
 Dünnschichtplatten (Silicagel, Alox, Silicate, Cellulose) (Fig. 4, d)
 Reagenzien- und Pufferlösungen (Fig. 4, e)
 und:
 für die Reinigung der Geräte und übrigen Hilfsmittel (Fig. 4, f).

Fig. 1 gibt den allgemeinen Grundriss wieder, zu welchem entsprechend dem oben gegliederten Arbeitsprozess die bauliche und apparative Einrichtung von Raum A-G im folgenden näher bezeichnet ist; zur Veranschaulichung dienen gleichzeitig die Abbildungen 1-12.

Beschreibung zu Fig. 1:

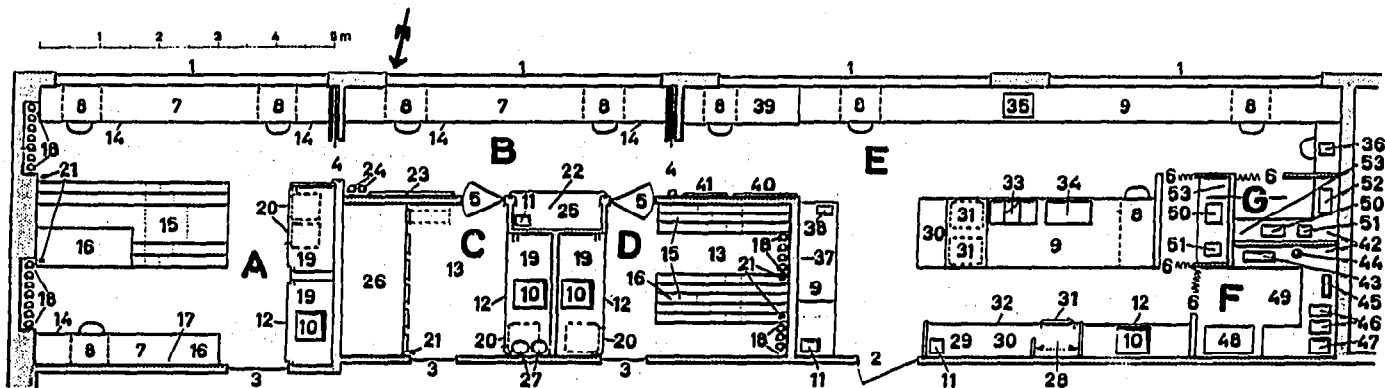


Fig. 1. Grundriss der Räume A-G des Papierchromatographie-Labors; Erklärung der Positionen No. 1-53 siehe Text.

EINHEITLICHE BAULICHE EINRICHTUNGEN

Position

1. Fenster mit Lamellenstoren
2. Eingangstüre (Drahtglasfüllung)
3. Notausgänge (Drahtglasfüllung)
4. Schiebetüren (Klarglasfüllung)
5. Pendeltüren (Klarglasfüllung)
6. Vorhänge
7. Auftropftische, 100 cm hoch, Abb. 1, 2 (Blatt hellblau)
8. Sitznischen, Abb. 1, 11, etc.
9. Übrige Arbeitstische, 93 cm hoch, Abb. 11 (Blatt hellblau/hellgrau)
10. Spültröge (Chromstahl bzw. Steingut), Abb. 12
11. Ausgüsse
12. Abfallkübel im Kasten mit Abzug
13. Beleuchtung mit Glühlampen (übrige Räume mit Fluoreszenzröhren).



Abb. 1. Raum B (gegen Raum E): Auftropftisch (7), links eine Sitznische (8), daneben (14) und oben rechts (22) Papierlager; Mitte rechts Nische für Papierelektrophorese (25); s. Fig. 1.

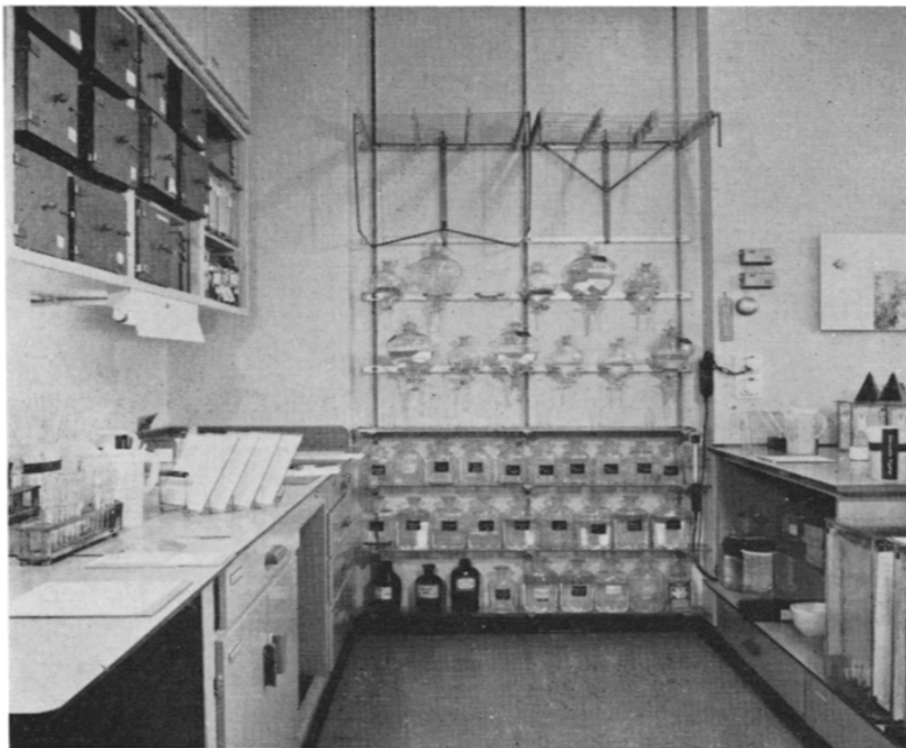


Abb. 2. Raum A: Gestell für Lösungsmittel und Systeme (18), oberhalb Trockengestelle, rechts Stablampe (21), Korpus für Dünnschichtchromatographie (16), darüber Regulierung für Raumkonditionierung, links oben Dünnschichtplatten-Lager (17); s. Fig. 1.

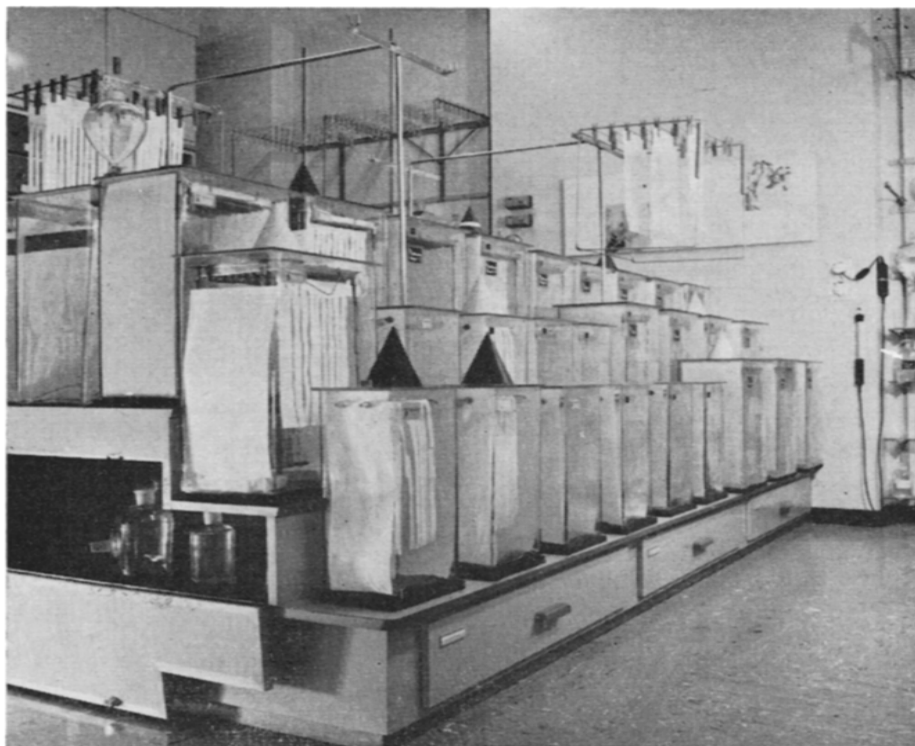


Abb. 3. Raum A: Stufengestell für Chromatographie-Gefäße (15), oberhalb Trockengestelle; links unten Auffangvorrichtung für Eluate von Durchlaufchromatogrammen; s. Fig. 1.

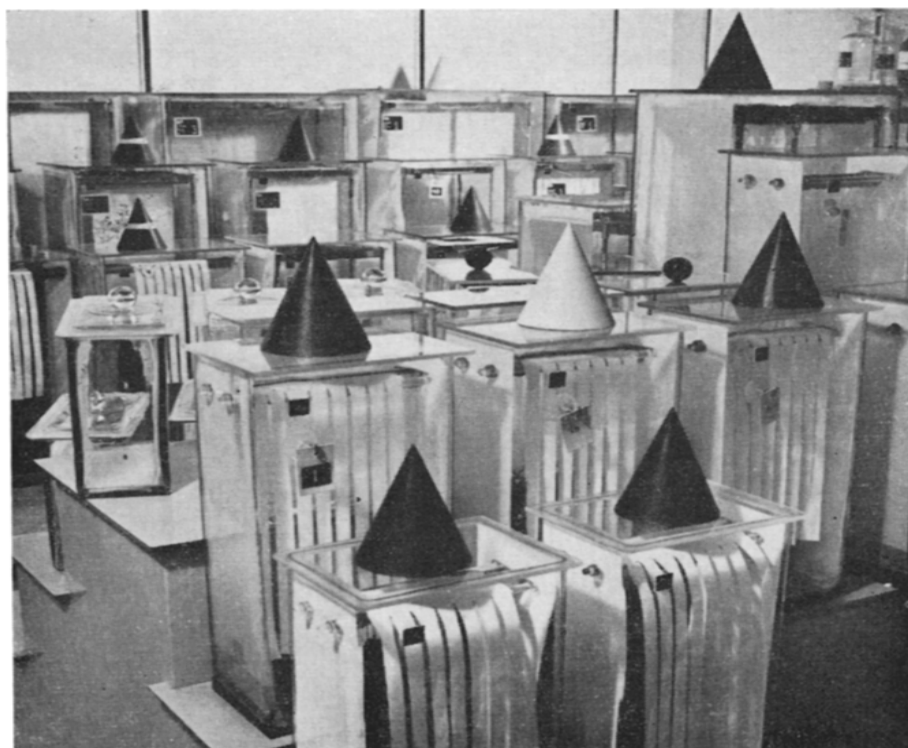


Abb. 4. Raum D: Stufengestelle (15); die Hüte markieren die Laufdauer der Chromatogramme; s. Fig. 1.

SPEZIELLE EINRICHTUNGEN

Raum A

14. Papierlager in Schubladen
15. Stufengestell für Chromatographie-Gefäße, Abb. 3
16. Korpus für Dünnschichtchromatographie, Abb. 2
17. Lager von Dünnschichtplatten, Abb. 2 links oben
18. Scheidetrichter und Flaschen mit Lösungsmittel-Systemen und Lösungsmitteln, Abb. 2
19. Abzüge zum Trocknen der Chromatogramme bei Raumtemperatur, Abb. 6, oben
20. Trockenschränke zum Trocknen der Chromatogramme bei 90–120°, Abb. 6, 12, unten
21. Stabhandlampen mit 3 m Kabel (Beobachtung der Lösungsmittelfronten), Abb. 2, 3.

Raum B

14. Papierlager in Schubladen (wie in Raum A), Abb. 1, links
22. Papierlager von Spezial-Papieren in Wandschrank, Abb. 1, rechts oben
23. Regal für Lösungsmittel-Schutzmasken
24. Feuerlöscher
25. Nische für Papier-Elektrophorese, Abb. 1, rechts.

Raum C (ohne direktes Tageslicht)

- 19–21. Wie im Raum A.
26. Kammer für Chromatographie bei erhöhter Temperatur, Fig. 2, Abb. 5
27. Papier-Reinigung in Soxhlet-Apparaten, Abb. 12.

Raum D (ohne direktes Tageslicht)

- 15–21. Wie im Raum A (Stufengestelle 15, s. Abb. 4).

Raum E (Auswertung)

28. Applikation von Reagenzien im Sprühkasten, Fig. 3b, Abb. 10
29. Chromatogramm-Behandlung (z.B. Waschen), Fig. 3a, oben, Abb. 10, rechts
30. Applikation von Indikatoren (Tauchen), Abb. 9, Mitte
31. Trockenschränke 50–150° mit Glastüre und Abzug, Abb. 9
32. I.R.-Trockner, Fig. 3a, unten, Abb. 10, unten
33. Pantograph (verkleinerte Aufzeichnung von Chromatogrammen)
34. Lichtpausgerät
35. Mattscheibe mit Durchlicht
36. Analysenwaage
37. Reagenzienkorpus (Blatt hellblau)
38. Waage, pH-Meter

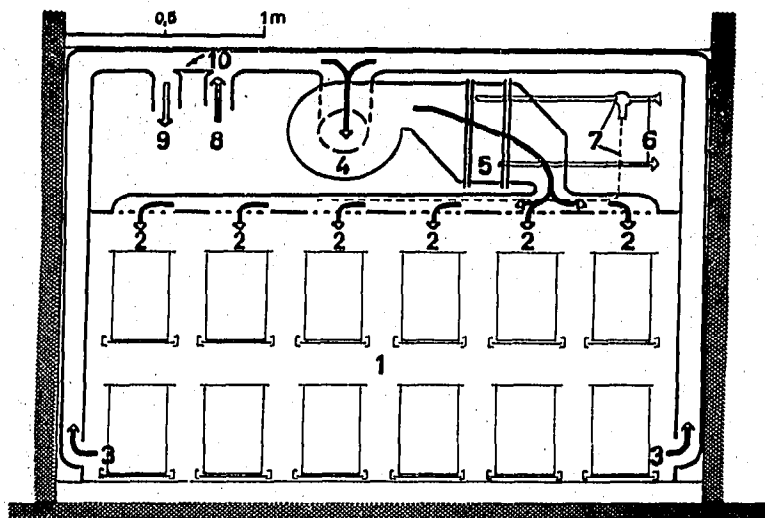


Fig. 2. Aufriss der thermostatierten Kammer für Chromatographie bei erhöhter Temperatur, entsprechend Position 26 in Raum C, Fig. 1.

- | | |
|---|--|
| 1. Kammer (funkensicher) mit 12 Schubladen für Chromatographie- und Lösungsmittelgefäße (s. Abb. 5) | 5. Warmwasserheizung |
| 2. Lufteintritt vor und hinter den Gefäßen | 6. Warmwasser, Zu- und Ableitung |
| 3. Luftaustritt | 7. Regulierventil mit Temperaturfühler |
| 4. Ventilator | 8/9. Frischluft/Abluft |
| | 10. Regulierklappe. |

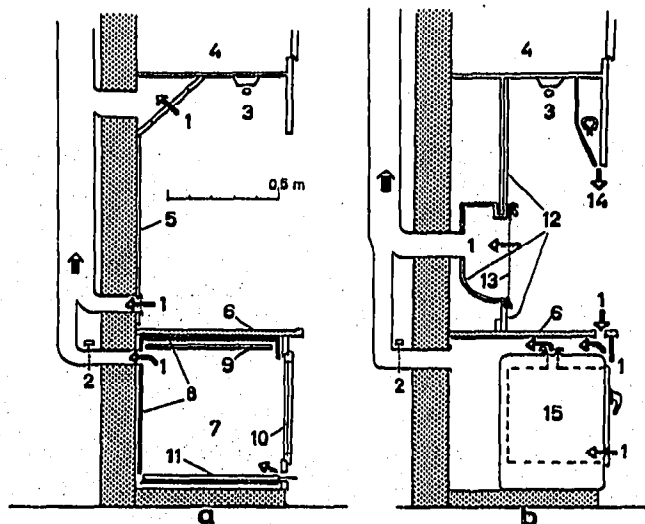


Fig. 3. (a) Querschnitt durch Abteil für Reagentienapplikation, entsprechend Position 29, Raum E in Fig. 1 (s. Abb. 10). (b) Querschnitt durch Sprüh-Kasten, entsprechend Position 28, Raum E in Fig. 1 (s. Abb. 10).

- | | |
|------------------------|---|
| 1. Abzugsöffnungen | 9. I.R.-Heizstäbe |
| 2. Regulierklappe | 10. Doppelverglasung |
| 3. Beleuchtung | 11. Schieber (Support für Chromatogramme) |
| 4. Wandschrank | 12. PVC-Verkleidung |
| 5. Wandplatten | 13. Rostfreies Drahtgeflecht in verzinnem Messingrahmen 50 × 50 cm, auswechselbar |
| 6. Tischbelag PVC | 14. Luftvorhang mit Druckluft |
| 7. I.R.-Trockenraum | 15. Trockenschrank. |
| 8. Eternit-Auskleidung | |



Abb. 5. Raum C: thermostatierte Kammer mit Schubladen, die gegen hinten abgeschlossen sind, zur Chromatographie bei erhöhter Temperatur; s. Fig. 1 und 2.

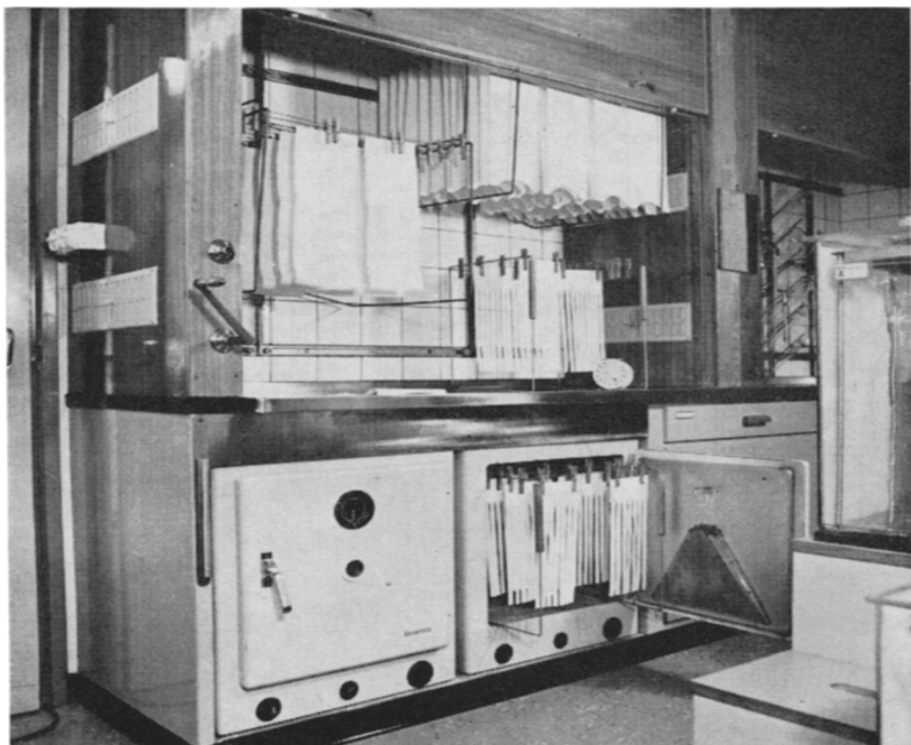


Abb. 6. Raum A: Abzug mit Hängevorrichtung (Kurbel) zur Trocknung der Chromatogramme bei Raumtemperatur (19); bei geschlossenem Abzug (mit Schutz vor Licht) Lufteintritt durch regulierbare, seitliche Schlitze; mobile Trockengestelle auch passend in die darunter befindlichen Trockenschränke (20) mit Luftabzug und für Temperaturen bis 120°; s. Fig. 1.

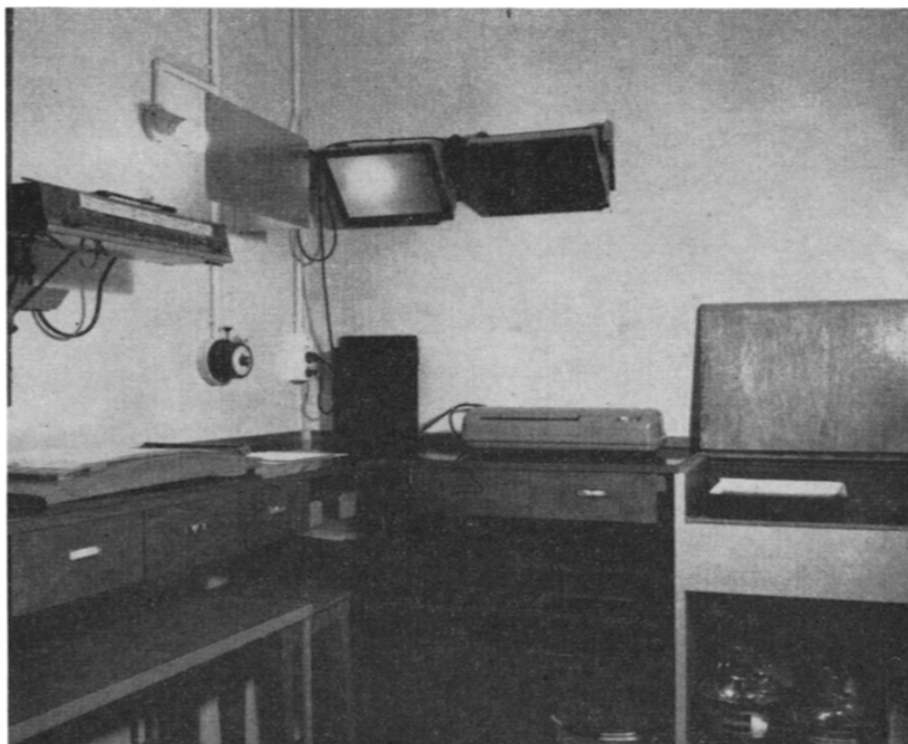


Abb. 7. Raum F: Photo-Dunkelkammer mit U.V.-Belichtungslampe (43) links aussen, Schnellentwickler (45) Mitte, und Nass-Entwicklung (46) rechts; die selbständig schliessenden Schubladen enthalten Photopapiere; s. Fig. 1.

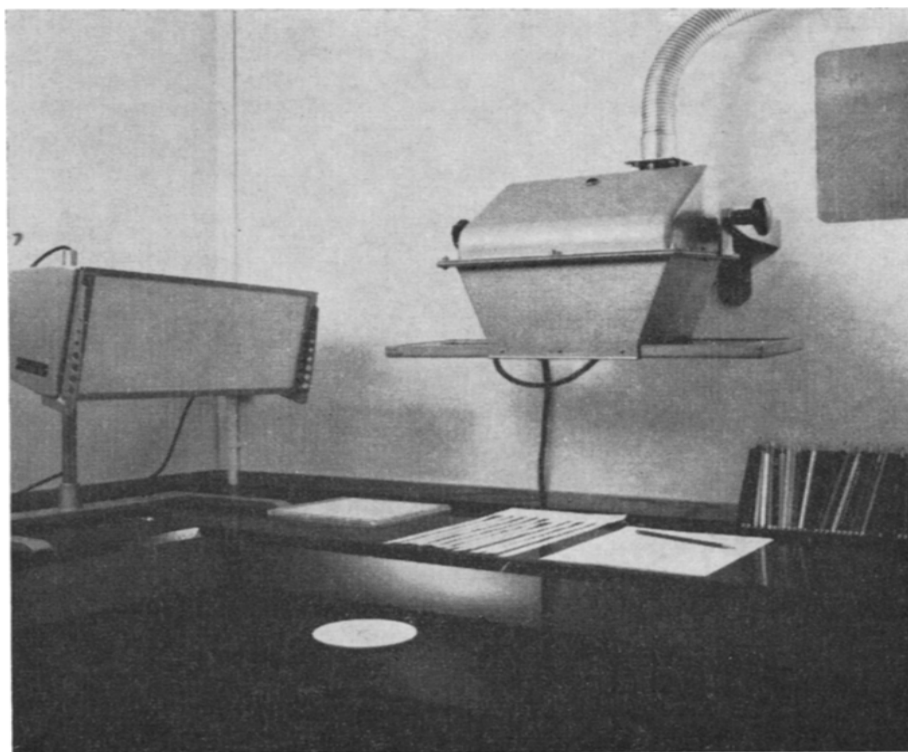


Abb. 8. Raum G: Fluoreszenz-Dunkelkammer mit U.V.-Analysenlampe (50) Mitte, Fluoreszenzschirm (52) links und Leuchtscheibe für die Auswertung von Dünnschichtplatten (51) dazwischen; s. Fig. 1.

39. Verteilung, Registrierung
40. Terminkalender
41. Wandtafel.

Raum F (Photo-Dunkelkammer, Abb. 7)

42. Arbeitstisch 110 cm hoch (Blatt schwarz)
43. Belichtungslampe (253 m μ) für U.V.-absorbierende Flecke
44. Belichtungslampe für sichtbare Flecke
45. Schnell-Entwicklungsmaschine
46. Entwicklerschalen für Nass-Entwicklung
47. Trog zum Wässern der Photokopien
48. Photo-Trockenpresse
49. Beleuchtung: Glühlampe mit Dunkelkammerfilter.

Raum G (2 Fluoreszenz Dunkelkammern, Abb. 8)

42. Arbeitstisch 110 cm (Blatt mattschwarz)
50. U.V.-Analysenlampe mit 253 und 365 m μ -Filter
51. Leuchtscheibe für die Auswertung von DS-Platten
52. Fluoreszenzschirm
53. Beleuchtung zum Zeichnen.

Aus Fig. 1 und den Abb. 1–12 dürften Anordnung und Art der Einrichtung genügend klar hervorgehen. Wir geben lediglich noch je einen Querschnitt für Position 28 in Raum E (Fig. 3b) und Position 29 unmittelbar daneben (Fig. 3a) sowie einen Aufriss für die mit Warmluft thermostatierte Kammer (Position 26 in Raum C, Abb. 5), welche eine Manipulation mit den auf Schubladen untergebrachten Chromatographie- und Lösungsmittelgefäßen erlaubt, ohne einerseits die übrigen Abteile zu stören, andererseits das Bedienungspersonal der höheren Temperatur auszusetzen (Fig. 2).

Zur baulichen Einrichtung wäre noch der Plastikbodenbelag und die Tischbeläge aus laminiertem Kunstharz zu erwähnen. Wie z.B. aus Abb. 2 und 4 ersichtlich ist der lackierte Rand aller Tischblätter nach innen abgeschrägt, damit die gegebenenfalls imprägnierten Chromatogramme nur auf der Kante aufliegen und nicht mit der Lackschicht in Berührung kommen. Die gesamte Farbgebung erfolgte teils nach praktischen, teils nach ästhetischen Gesichtspunkten: Boden hellgrau meliert, Fensterfronten hellgelb, übrige Wände resedagrün, Decke weiss. Alle Holzmöbel hellgrau, alle Tischblätter hellblau mit Ausnahme des langen Auswerte-Korpus in Raum E; letzterer erhielt ein hellgraues Tischblatt (Farbreaktionen!) über blauem Korpus; Dunkelkammertischblätter mattschwarz; Abzüge und Abzugschieber Naturholz lackiert.

Das ganze Labor ist luftkonditioniert, Temp. 22°, Feuchtigkeit ca. 45–55 %, bei 10–12-fachem Luftwechsel pro Stunde mit Lufteintritt von der Decke und Austritt durch Abzüge und spezielle Kanäle am Boden, z.T. unter den Stufengestellen, auch in den Dunkelkammern. Die Druckverteilung wurde zur Reinhaltung der Luft besonders in Räumen A und B so bemessen, dass in letzteren ein leichter Überdruck herrscht, während für Raum D, der u.a. die Gefäße mit den stinkenden oder störenden Lösungsmitteln enthält, der geringste Druck gewählt wurde.



Abb. 9. Raum E: Auswertung; im Hintergrund Dunkelkammern G und F, auf dem Mittelkorpus von hinten nach vorne Lichtpauserät (34), Pantograph (33), Trockenschränke mit Glastüren und Luftabzug (31), Arbeitstisch für Tauch-Indikatoren (30), rechte Wand mit Abzug für Indikatorenapplikation (29, 30); s. Fig. 1.



Abb. 10. Raum E: hinten links Eingang zu Dunkelkammer F, anschliessend Wasch- und Spültrog (10), dann Trockenschrank (31) mit Spezialabzug für Chromatogramme mit stark reizenden Indikatoren (s. Fig. 3b), darüber Sprühkasten (28) mit Drahtnetz, Luftvorhang und Spezialabzug (s. Fig. 3b); gegen vorne, unten I.R.-Trockenraum (32) für spezielle Chromatogramm-Trocknung, darüber Abzug für Reagenzien-Applikation etc. (29); s. Fig. 3a und 1.



Abb. 11. Raum E: Korpus zur Auswertung und Dokumentation der Chromatogramme (8, 9) mit Leuchtscheibe in der Mitte (35); s. Fig. 1.

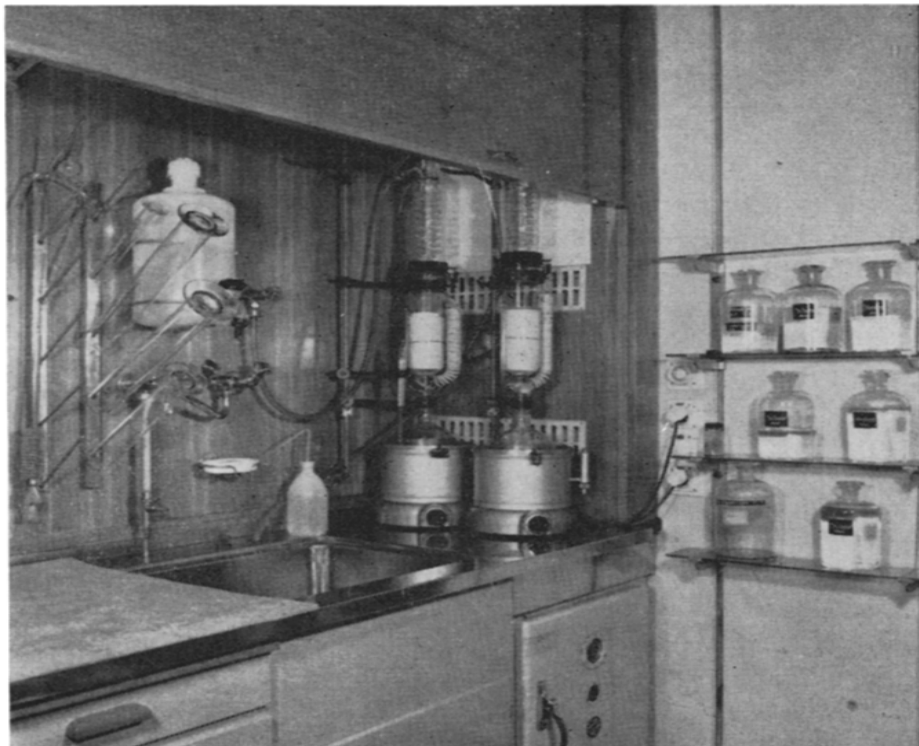


Abb. 12. Raum C: Abzug (19) mit Soxhlet-Apparaturen zur Papierwäsche (27); s. Fig. 1.

Wie sich nun alle einzelnen Einrichtungen und Arbeitsprozesse in diesem Laboratorium zu einem sinnvollen Ablauf ordnen ist schliesslich übersichtlich im Ablaufschema in Fig. 4 dargestellt. Die römischen Zahlen beziehen sich dabei auf die eingangs erwähnten Arbeitsprozesse I–VIII und die kleinen Buchstaben auf die dem

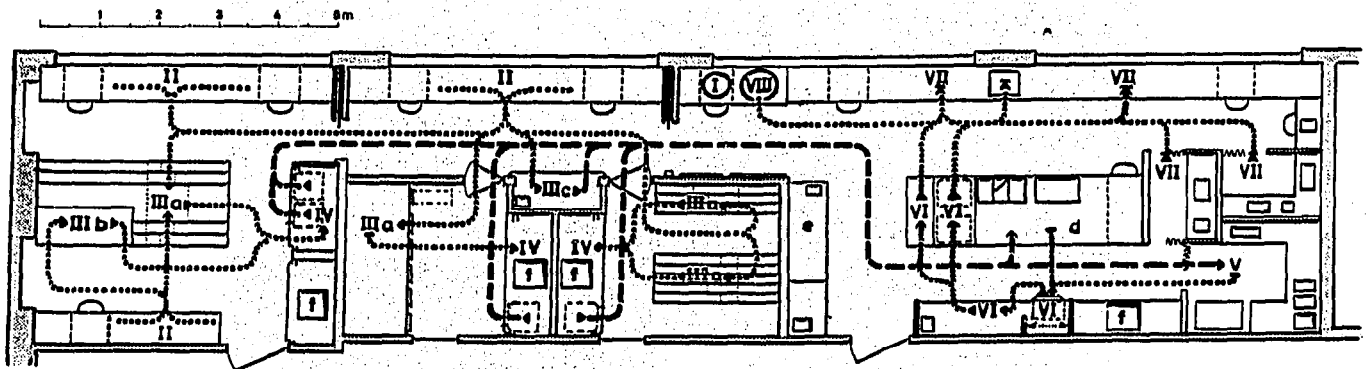


Fig. 4. Ablaufschema der chromatographischen Arbeitsprozesse.

- I. Eingang und Verteilung der Aufträge
- II. Vorbereiten und Anschreiben der Papiere oder Platten, Lösen und/oder Auftropfen der Substanzen (Abb. 1, 2).
- IIIa. Chromatographische Entwicklung (Papier)
- IIIb. Chromatographische Entwicklung (Dünnschicht)
- IIIc. Chromatographische Entwicklung (Elektrophorese)
- IV. Trocknen der Chromatogramme (Abb. 6)
- V. Photokopieren oder Registrieren von U.V.-Absorption bzw. U.V.-Fluoreszenz (Abb. 7–8).
- VI. Chemischer oder biologischer Nachweis (ungefärbter) Substanzen auf dem Chromatogramm (Abb. 9–10)
- VII. Qualitative und/oder quantitative Auswertung (Abb. 11)
- VIII. Registrierung
 - d. Bereitung von Dünnschichtplatten
 - e. Reagenzien-Korpus (Bereitung von Indikatoren, etc.)
 - f. Spültröge.

Hilfsbetrieb zugehörigen Manipulationen. Beizufügen ist noch, dass in diesem Labor 10 Personen mit der Durchführung der geschilderten Arbeiten beschäftigt sind, wobei Lösungsmittel-Reinigung, Hochspannungspapier-elektrophorese, biologische und radiometrische Auswertung teils in anderen Räumlichkeiten und teils von anderem Personal durchgeführt werden.