

Short Communication

Über die Verwendung extrem kleinvolumiger Trennkammern in der Dünnschicht-Chromatographie

Dünnschicht-Chromatogramme wurden bisher zumeist in grossvolumigen Trennkammern entwickelt. Es besteht allgemein Einigkeit darüber, dass es notwendig ist, den Gasraum der Kammern mit dem Dampf des Lösungsmittels zu sättigen. Lässt man ein Dünnschicht-Chromatogramm ausserhalb einer Trennkammer laufen oder in einer grossvolumigen Kammer, die nicht gesättigt ist, so dampfen von den verschiedenen Zonen der Platte verschieden grosse Mengen Lösungsmittel ab. Das hat zur Folge, dass in manchen Zonen der Platte grössere Lösungsmittelmengen zur Wanderung der Substanzflecken beigetragen haben als in anderen. Folglich laufen gleiche Substanzen auf derselben Platte verschieden weit. Noch viel weniger kann man auf reproduzierbare R_F -Werte bei verschiedenen Platten hoffen. Grossvolumige Trennkammern, die für das Plattenformat 20×20 cm Inhalte von 2–5 l aufweisen, sättigt man gewöhnlich in der Weise, dass man einen mehr oder weniger grossen Teil der Wand innen mit Fliesspapier bedeckt, das mit dem Lösungsmittel getränkt ist. Dass auch bei diesem Vorgehen keineswegs immer eine hinreichende Sättigung erreicht wird, zeigen immer wieder beobachtete "Randeffekte". MANGOLD¹ z.B. beschreibt die Entfernung der Schicht vom Plattenrand, um dadurch den Randeffekt weitgehend auszuschalten.

In letzter Zeit sind eine Anzahl kleinvolumiger Trennkammern beschrieben worden, die alle gleichartig aufgebaut sind: die in üblicher Weise beschichtete Dünnschicht-Platte bildet die Kammerrückwand. Die Kammervorderwand wird ebenfalls durch eine Glasplatte gebildet. Um beide Wände in einem definierten, geringen Abstand voneinander zu halten, werden an den Seitenkanten, meist auch an der Oberkante, Distanzstücke vorgesehen. Dort, wo die Distanzstücke mit der Dünnschicht-Platte in Berührung kommen, wird die Sorptionsmittelschicht zuvor entfernt. Diese schmale, unten offene Kammer, die in allen Fällen durch irgendwelche Klammern zusammengehalten wird, taucht man in einen Trog, der das Lösungsmittel enthält.

1. STAHL² beschreibt 1962 das sogenannte "S-Kammer-System". Distanzstücke und Vorderwand der Kammer bilden hier eine Einheit, indem die sogenannte Deckplatte aufgeschmolzene Glasstreifen trägt, die oberflächlich plangeschliffen sind.

2. Ende 1962 benutzt HONEGGER³ ein gleichartiges, selbstgebautes System, bei dem die Glasstreifen lediglich nicht aufgeschmolzen sind.

3. WASICKY⁴ beschreibt im April 1963 wiederum ein derartiges System, bei dem als Distanzelement ein "weicher Draht" verwendet wird, und gleichzeitig beschreibt DAVIES⁵ eine solche Anordnung mit dem Unterschied, dass ein gebogener Glasstab als Distanzstück verwendet wird.

4. Kurz davor brachten wir ein System heraus, bei dem als Distanzstück ein Papprahmen verwendet wird. Zuvor hatten wir Versuche angestellt, als Distanzelement Teflon zu verwenden, doch zeigte sich der weiche, leicht dichtende Pappstreifen allen anderen Dichtungselementen überlegen, selbst den Glasstreifen, da der geringste Rest Sorptionsmittel auf dem freigelegten Streifen ein Dichtschliessen unmöglich macht.

Dieses Kammersystem, das kommerziell erhältlich ist*, nannten wir seines Aufbaues wegen "Sandwich-Kammer". Fig. 1 zeigt das Schema, in der Fig. 2 sieht man die Kammer in Betrieb. Die eigentliche Dünnschicht-Platte (1) mit den aufgetragenen Substanzen ist an drei Seiten vom Sorptionsmittel befreit. Darauf wird der Papprahmen (2) gelegt und schliesslich eine Glasplatte (3) darüber plaziert. Das Ganze wird mit den Federklammern (4) zusammeng gehalten, von denen zwei an dem Ständer (5) befestigt sind. Dieser "Sandwich" taucht mit seiner Unterkante in den Lösungsmitteltrog (6).

In manchen Fällen ist es nicht zulässig, einen offenen Lösungsmitteltrog zu verwenden, da heterogene Lösungsmittel während der Laufzeit des Chromatogramms ihre Zusammensetzung ändern können. Es ist dann empfehlenswert, den Sandwich in eine herkömmliche Entwicklungskammer zu stellen, die ein selektives Abdampfen einer Lösungsmittelkomponente verhindert.

Sofern man nicht wünscht, den Pappstreifen in das Lösungsmittel eintauchen zu lassen, kann man ihn um einige Millimeter kürzen, sodass er dicht über der Oberfläche des Lösungsmittels beginnt.

Der Vorteil dieser extrem dünnen Kammern, im folgenden der Einfachheit halber alle "Sandwichkammern" genannt, ist der, dass zur Sättigung des Gasraumes nur sehr wenig Lösungsmittel gebraucht wird. Man kann es also der aufsteigenden Front entziehen, ohne die eingangs geschilderten Unzuträglichkeiten in Kauf nehmen zu müssen. Beispielsweise wird zur Sättigung der CAMAG-Sandwichkammer nur etwa der 150. Teil der Lösungsmittelmenge benötigt, die in einer herkömmlichen Trennkammer verdampft werden muss. Aus diesem Grunde sprechen auch alle vorgenannten Autoren^{2, 4, 5} davon, dass man sich um die Sättigung des Kammervolumens bei dem Sandwich-System nicht zu kümmern braucht. Lediglich HONEGGER³ wies schon darauf hin, dass es mitunter einen Vorteil bietet, die Innenseite der Deckplatte mit lösungsmittelgetränktem Fliesspapier zu bedecken.

Unsere eigenen Versuche haben nun gezeigt, dass es in vielen Fällen unerlässlich ist, auch Sandwichkammer-Systeme vor dem Entwickeln des Chromatogramms mit Lösungsmitteldampf zu sättigen. Unterlässt man diese Sättigung, so zeigen sich dann Störungen, wenn man heterogene Lösungsmittel verwendet, deren Komponenten sich hinsichtlich ihrer Dampfdichten stark unterscheiden. In solchen Fällen treten die typischen Entmischungserscheinungen auf, d.h. man hat zwei oder mehrere Lösungsmittelfronten auf dem Chromatogramm.

Zwei Beispiele, die für diese Störung typisch sind, sollen zur Erläuterung dienen. Wir benutzten ein Gemisch bestehend aus 98 % Chloroform und 2 % Methanol. Mit diesem Gemisch sollten Steroidhormone auf Kieselgel getrennt werden. Nachdem das Chromatogramm entwickelt war und unter der U.V.-Lampe begutachtet wurde, zeigte sich, dass nach 30 mm Laufstrecke offenbar nur noch reines Chloroform ge-

* CAMAG, Homburgerstrasse 24, Muttenz, Schweiz.

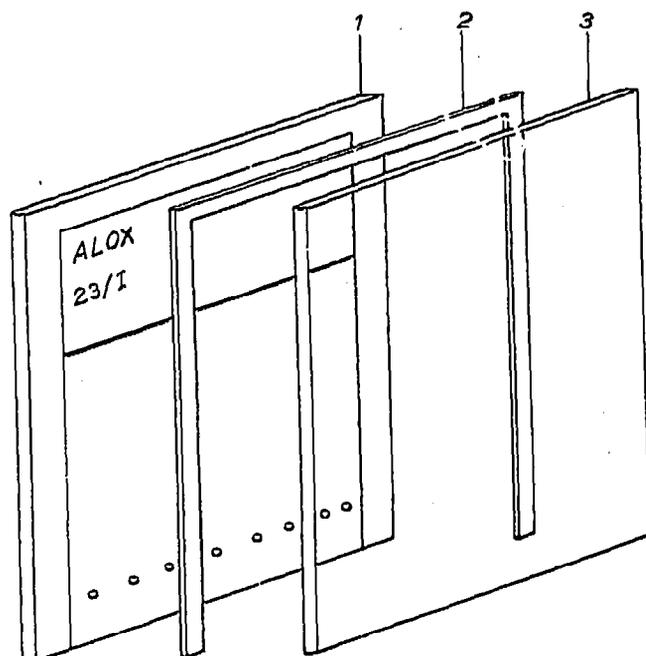


Fig. 1. Sandwichkammer, schematische Aufbau.

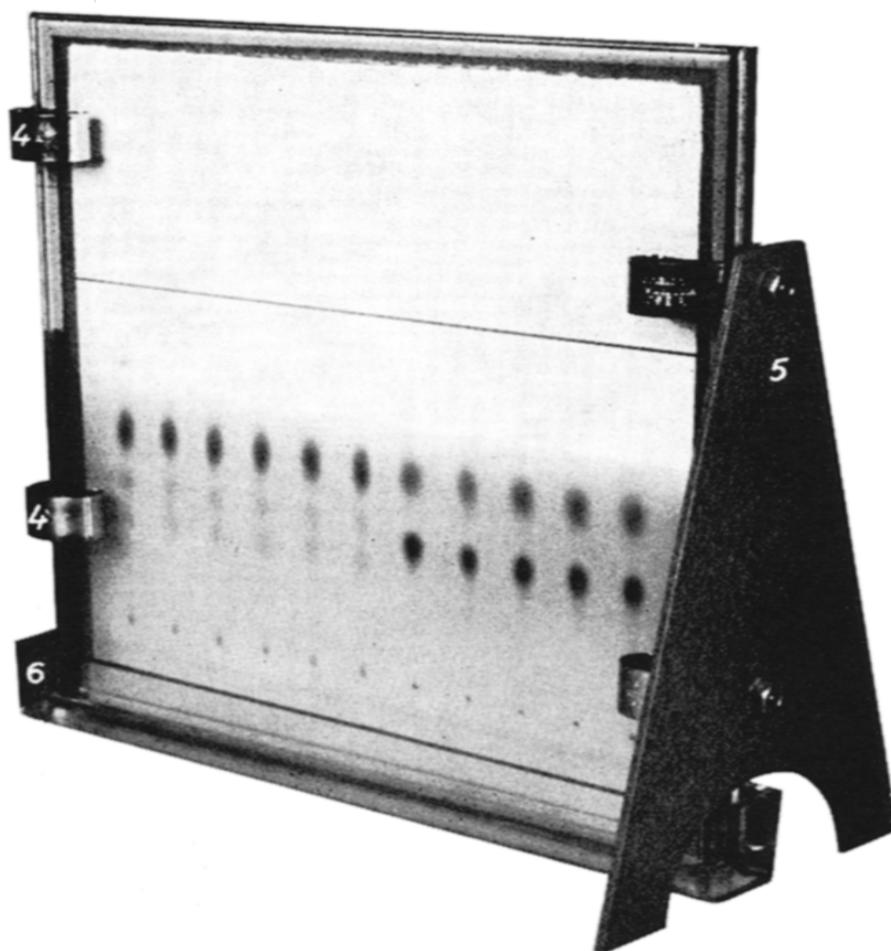


Fig. 2. Sandwichkammer in Betrieb.

laufen war. In einem anderen Fall benutzten wir als Laufmittel ein Chloroform-Methanol Gemisch (80:20). Hier trat die Entmischung erst bei 80 mm Laufstrecke auf.

Dieses Phänomen kann man wie folgt erklären: die Sättigung des Gasraumes erfolgt bei diesem Sandwich-System ausschliesslich durch Abdampfen von Lösungsmittel von der aufsteigenden Front. Da jedoch Chloroformdampf wesentlich schwerer ist als der Dampf des Methanols, sinkt ersterer zu Boden, und der obere Teil der Kammer füllt sich vorzugsweise mit Methanoldampf. Je kleiner der Anteil des Methanols ist, umso schneller verarmt die aufsteigende Front vollständig an diesem Lösungsmittel, und es steigt nur noch reines Chloroform auf. Da in einem so schmalen Raum die normale Konvektion stark beschränkt ist, tritt auch kaum erneute Mischung der Dämpfe im Gasraum ein.

Diese Annahme wird bestätigt durch die Art, wie man dieser Störung abhelfen kann: verwendet man als Deckplatte eine beschichtete Dünnschicht-Platte, von der das Sorptionsmittel an drei Seiten abgestreift wurde, und tränkt man diese Schicht mit dem Lösungsmittel, das zum Entwickeln des Chromatogramms benutzt werden soll, so besteht schon eine ideale Sättigung des Gasraumes, bevor das Chromatogramm zu laufen beginnt. Störungen der vorgenannten Art treten nicht mehr auf.

Als weiterer Vorteil ist zu vermerken, dass die R_F -Werte sehr gut reproduzierbar sind. Gegenüber einem Fliesspapier hat die Verwendung einer beschichteten Platte den Vorteil, dass mit Sicherheit eine Berührung zwischen ihr und der eigentlichen Chromatographie-Platte vermieden wird.

Selbstverständlich ist es nicht nötig, auf der Deckplatte das gleiche Sorptionsmittel zu verwenden, das als Chromatographie-Schicht vorgesehen ist. Empfehlenswert ist es, für diesen Zweck die mechanisch sehr widerstandsfähigen Celluloseschichten zu verwenden.

CAMAG, Muttenz (Schweiz)

D. JÄNCHEN

¹ H. K. MANGOLD, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, 38 (1961) 708.

² E. STAHL, *Dünnschicht-Chromatographie*, Springer Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1962.

³ C. G. HONEGGER, Privatmitteilung.

⁴ R. WASICKY, *Naturwiss.*, 50 (1963) 569.

⁵ B. H. DAVIES, *J. Chromatog.*, 10 (1963) 518.

Eingegangen den 25. November 1963