

CHROM. 4119

Startautomatik für Papierchromatogramme

Die Papierchromatographie mit biphasischen Systemen, wie sie beispielsweise von BUSH¹ für die Chromatographie von Steroiden angegeben werden, hat den Nachteil, dass sie mit einem grossen Zeitaufwand verbunden ist, da die Chromatogramme nach Einhängen in die Trennkammer stundenlang, meist 4–12 Std., äquilibrieren müssen, ehe sie gestartet werden können. Ist eine Äquilibrierungszeit von mehr als vier Std. notwendig, so benutzt man dazu tunlichst die Nachtstunden und startet das Chromatogramm am nächsten Morgen. Bei einer Laufzeit von 4–7 Std., wie sie bei BUSH-Systemen üblich ist, heisst dies aber, dass mit der Auswertung erst in den frühen Nachmittagsstunden begonnen werden kann. Muss man dann noch das Chromatogramm anfärben, durch den Radiopapierchromatographen laufen lassen oder sogar noch eluieren², so erstreckt sich der gesamte Auswertungsvorgang oft bis weit in den nächsten Tag hinein. Um aber die Laufzeit von Papierchromatogrammen in eine nicht arbeitsintensive Zeit zu verlegen, entwickelten wir eine Vorrichtung, die ein automatisches Starten zu jeder beliebigen Nachtstunde gestattet, so dass gleich zu Beginn des Arbeitstages und nicht erst im Laufe des Nachmittages das entwickelte Chromatogramm zur Auswertung zur Verfügung steht. Wir stellen hiermit eine billige, sicher und störungsfrei arbeitende Apparatur vor, die automatisch beliebig viele Chromatogramme zu einem vorher bestimmbareren Zeitpunkt startet. In der Literatur sind mittlerweile eine ganze Reihe von Apparaturen (z.B. Lit. 3–6) beschrieben worden, die ebenfalls ein automatisches Starten von Papierchromatogrammen ermöglichen, die unseres Erachtens aber den entscheidenden Nachteil haben, dass sie teils in ihrer Konstruktion und teils in ihrer Funktion komplizierter sind als die hier angegebene Vorrichtung.

Apparatur

Die Apparatur besteht aus Vorratsbehältern für die mobile Phase, Schlauchverbindungen vom Vorratsbehälter zum Chromatographietank und einem Relais,

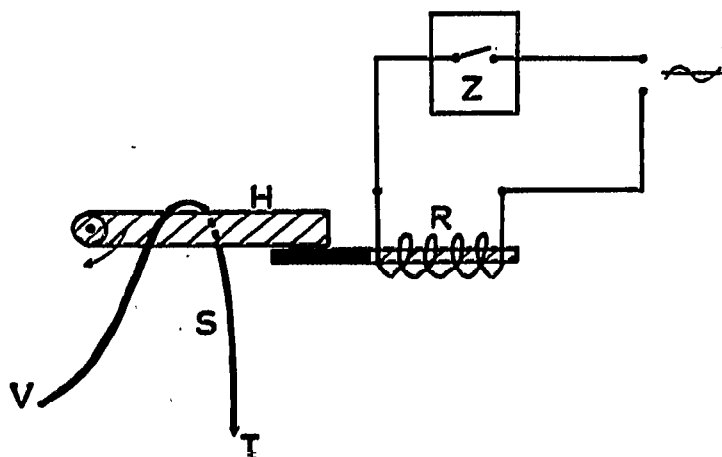


Fig. 1. Schaltbild der Startautomatik für Papierchromatogramme. (H) einarmiger Hebel; (R) Relais mit Zugmagneten; (S) Schlauchverbindungen; (T) zu den Chromatographietanks; (V) von den Vorratsgefässen; (Z) Zeitschaltuhr.

das über eine Zeitschaltuhr ausgelöst wird. Als Vorratsbehälter gebrauchen wir 100 ml fassende Glasgefäße wie sie üblicherweise als Trinkgefäße für Laboratoriumstiere Verwendung finden. Über das kapillär ausgezogene Ausflusstück wird das eine Ende des 1.50 m langen Plastikschauches aus Teflon (Innendurchmesser 2 mm) gezogen. Das andere Ende des Schlauches führt durch den im Deckel des Chromatographietanks luftdicht eingelassenen Plastikstopfen in den Laufmitteltrög. Bei dem von uns gewählten Schlauchinnendurchmesser läuft die mobile Phase langsam genug, um ein gleichmässiges Füllen der Lösungsmitteltröge ohne Auftreten von Turbulenz und damit ein gleichmässiges Starten der Chromatogramme zu gewährleisten. Vor erneutem Gebrauch müssen die Plastikschräuche durch Ausblasen oder Absaugen von Resten des verwendeten Lösungsmittels befreit werden.

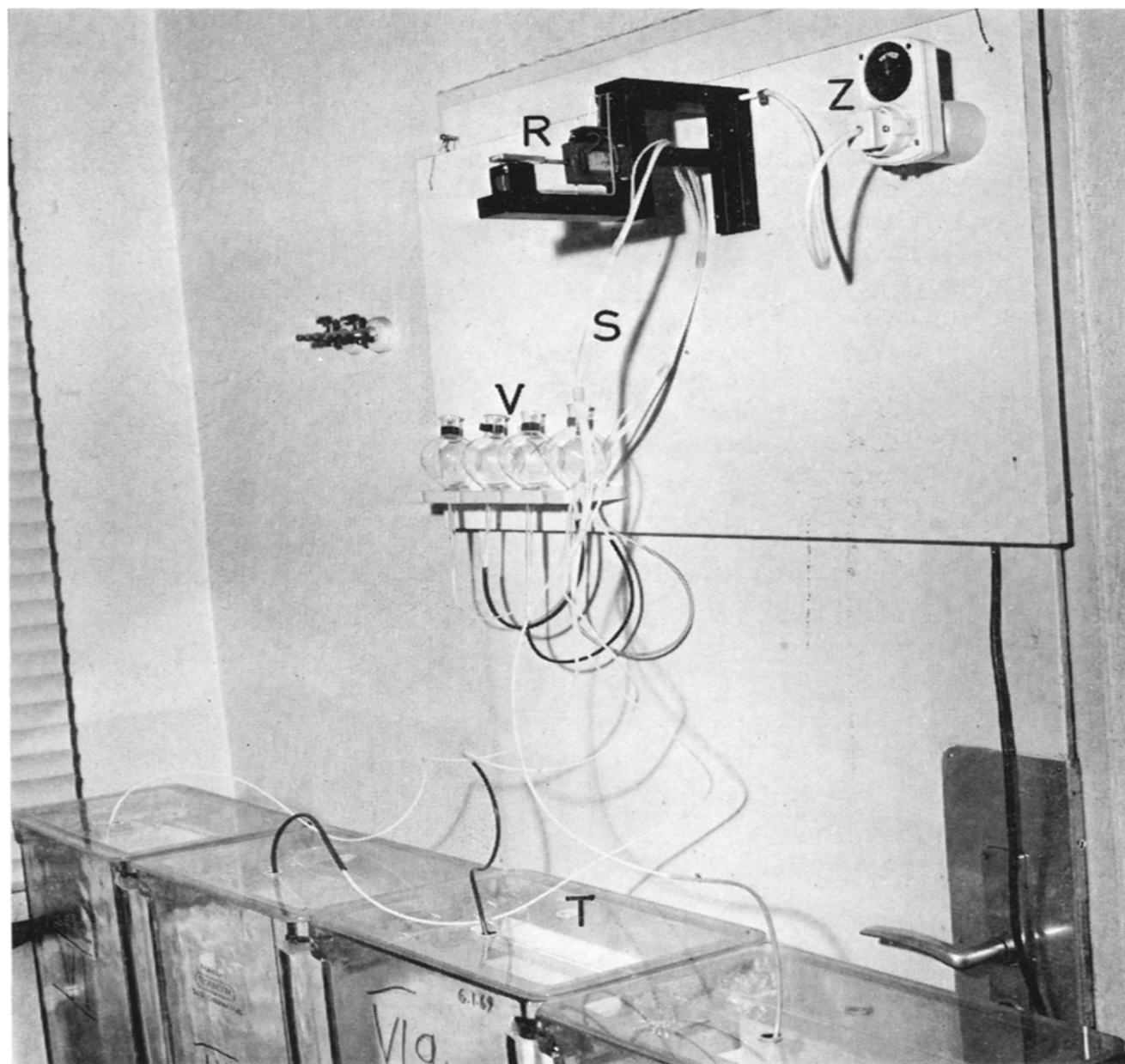


Fig. 2. Übersichtsbild der Startautomatik für Papierchromatogramme. Bedeutung der mit Buchstaben bezeichneten Elemente, siehe Fig. 1.

Das Relais betätigt einen Zugmagneten, der bei einem durch die Zeitschaltuhr (wir verwenden den Zeitschalter der Firma Carl Roth OHG, Karlsruhe) ausgelösten Stromstoß einen einarmigen Hebel freigibt, über den der vom Vorratsgefäß zum Chromatographietank führende Schlauch gelegt ist (Schaltbild Fig. 1). Befinden sich Relais und einarmiger Hebel 1.30 m oberhalb des Chromatographietanks und befestigt man das Vorratsgefäß so, dass der Flüssigkeitsspiegel etwa 30 cm unterhalb der Hebeloberkante liegt, so wird nur dann mobile Phase aus dem Vorratsgefäß in den Lösungsmitteltrog des Chromatographietanks fließen, wenn der Hebel den über ihn führenden Verbindungsschlauch freigegeben hat.

Da man über den Hebel beliebig viele von beliebig vielen mit unter Umständen unterschiedlichen Laufmitteln gefüllten Vorratsgefäßen ausgehende Schläuche führen kann, lassen sich auf diese Weise zur gleichen Zeit beliebig viele Chromatogramme starten. Vier solcher parallel geschalteter Einheiten zeigt die Fig. 2.

Testung der Schlauchverbindungen

Bei der Verwendung von Plastikschläuchen ist darauf zu achten, dass sich das Schlauchmaterial auch über einen längeren Zeitraum (mindestens aber 12 Std.) gegenüber organischen Lösungsmitteln völlig inert verhält. Da man ein solches Verhalten nicht unbedingt voraussetzen kann, empfiehlt es sich, die zur Verwendung für die Apparatur bestimmten Schläuche daraufhin zu untersuchen. Wir sind dabei so vorgegangen, dass wir Proben des Schlauchmaterials für 12 bis 24 Std. in eine definierte Menge Lösungsmittel verbracht haben. Nach Ende der Kontaktzeit wurde das Lösungsmittel eingedampft, der Eindampfdruckstand in Methanol gelöst und durch Aufnahme der Absorptionsspektren zwischen 220 und 320 nm auf U.V.-absorbierende Rückstände untersucht. Als Lösungsmittel fanden natürlich diejenigen Verwendung, die als Laufmittel für die Chromatographie (in unserem Falle die Chromatographie von Steroiden) üblicherweise herangezogen werden. Im einzelnen wurde das verwendete Teflonmaterial mit folgenden Lösungsmitteln getestet: Cyclohexan, Benzol, Toluol, Chloroform, Essigsäureäthylester, Aceton, Methanol. Die Auswertung der U.V.-Spektren ergab, dass sich in unserem Falle der Kunststoff Teflon gegenüber diesen Lösungsmitteln indifferent verhielt.

Dank

Für die technische Ausführung der Apparatur danken wir dem Werkmeister Herrn H.-G. WOLF und seinem Mitarbeiter Herrn W. KLEIN.

*Abteilung für experimentelle Endokrinologie**, Physiologisch-Chemisches Institut der Universität, Nussallee 11, D-53 Bonn (B.R.D.) H. K. KLEY

- 1 I. E. BUSH, *Biochem. J.*, 50 (1952) 370.
- 2 H. SCHRIEFERS, H. THOMAS UND F. POHL, *Clin. Chim. Acta*, 8 (1963) 744.
- 3 S. M. MARTIN, *Anal. Chem.*, 30 (1958) 1890.
- 4 D. M. ABELSON UND J. G. S. FOX, *J. Clin. Pathol.*, 12 (1959) 375.
- 5 L. KRABISH UND J. SJÖVALL, *Acta Chem. Scand.*, 14 (1960) 1223.
- 6 M. W. WEG, *J. Chromatog.*, 28 (1967) 482.

Eingegangen am 8. April 1969

* Leiter: Prof. Dr. med. H. SCHRIEFERS.