

CHROM. 5737

HILFSMITTEL FÜR DIE PRÄPARATIVE SCHICHTCHROMATOGRAPHIE

E. VON ARX

Forschungslaboratorien der Division Pharma der Ciba-Geigy AG, Basel (Schweiz)

(Eingegangen am 28. September 1971)

SUMMARY

Device for preparative layer chromatography

An apparatus for preparative layer chromatography is described. It allows the simultaneous development of up to forty plates of 1 m length.

EINLEITUNG

Die präparative Schichtchromatographie* ist eine leistungsfähige Methode¹ zur Abtrennung und Isolierung reiner Stoffe aus Gemischen. Sie hat gegenüber der Säulenchromatographie den Vorteil des geringen Zeitaufwandes, der Möglichkeit der Mehrfachentwicklung und der Möglichkeit, günstige Trennbedingungen in Vorversuchen einfach zu ermitteln und auf den Hauptversuch übertragen zu können (vgl. Lit. 2)

Die Einführung von 1-m langen Trägerplatten (HALPAAP³) schuf die Voraussetzung, die präparative Schichtchromatographie auch zur Trennung grösserer Substanzmengen (bis Grössenordnung 100 g) vorteilhaft d.h. mit überschaubarer Plattenzahl, einsetzen zu können. HALPAAP³ beschrieb auch ein zur simultanen Entwicklung von fünf solchen Platten passendes Entwicklungsgefäss und VON ARX UND NEHER² konstruierten ein für 2-m Strichlänge dimensioniertes Beschichtungsgerät, sowie einen Substanzapplikator zum gleichmässigen Auftrag der Substanzlösungen. Bei sehr hohem Substanzanfall haben sich Substanzapplikator und Beschichtungsgerät gut bewährt. Hingegen lässt die Kapazität der HALPAAP'schen Entwicklungskammern zu wünschen übrig.

In der vorliegenden Arbeit wird ein neuartiges Entwicklungsgerät hoher Kapazität beschrieben. Es gestattet auf einfache Weise die Behandlung und den Lauf von bis zu vierzig 1-m Platten in einem Arbeitsgang.

ENTWICKLUNGSTECHNIKEN

Die Wannens des neuen Entwicklungsgerätes sind für die Aufnahme von maxi-

* Die oft verwendeten Ausdrücke präparative Dünnschichtchromatographie oder Dick-schichtchromatographie werden in dieser Arbeit durch die adäquatere Bezeichnung präparative Schichtchromatographie ersetzt.

mal zwanzig 1-m Platten dimensioniert. Die Entwicklung kann in den folgenden drei Entwicklungstechniken betrieben werden.

A. Entwicklung mit Kammersättigung

Entwicklung mit Kammersättigung ist die übliche, auch bei der Dünnschichtchromatographie allgemein angewendete Technik. Das Kammervolumen wird durch mit Lösungsmittelgemisch getränkte Filtrierpapiere mit dessen Gasphasen gesättigt. Bei den bisher üblichen Gefässtypen haften diese Filtrierpapiere an der Kammerwand. In der neuen Kammer wird die Sättigung durch mehrere, an einem Halter befestigte Papierstreifen gewährleistet (siehe Fig. 1A und Fig. 3). Mit dieser Technik können im neuen Gerät gleichzeitig zwölf Platten entwickelt werden.

Die Schicht jeder Platte wird dabei ganz dem Einfluss der gesättigten Gasphase unterworfen. Besonders bei leichtflüchtigen, stark polaren Lösungsmittelkomponenten (z.B. Methanol oder Ammoniak) wird dadurch die Adsorptionsfähigkeit der Schicht stark verändert (vgl. VON ARX⁴). Ihre Trennfähigkeit für ein gegebenes Substanzgemisch wird dadurch beeinflusst—in positivem oder negativem Sinne.

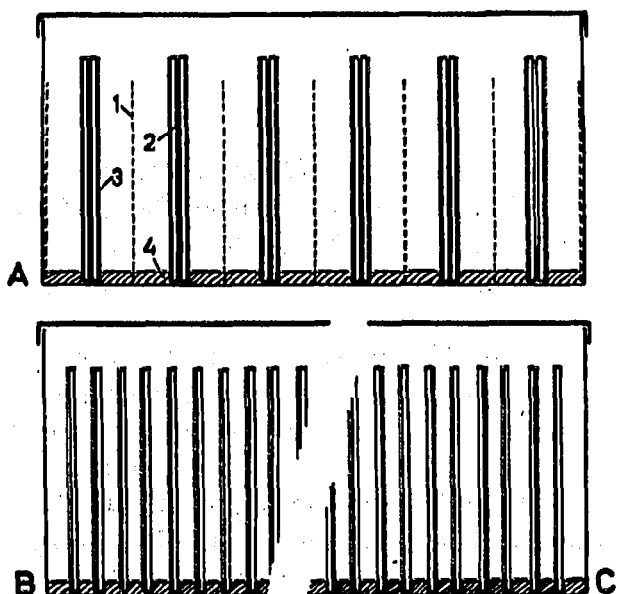


Fig. 1. Schnitt durch die Wanne (schematisch) für die drei Entwicklungstechniken: (A) Entwicklung mit Kammersättigung, (B) Entwicklung ohne Kammersättigung, (C) Entwicklung Schicht gegen Schicht. 1 = Filtrierpapier; 2 = Glasplatte; 3 = Trennschicht; 4 = Lösungsmittel.

B. Entwicklung ohne Kammersättigung

Bei dieser Entwicklungstechnik werden die Platten mit einem Abstand von 10–12 mm in Halter aus rostfreiem Stahl gestellt, wobei die Schicht gegen die Rückseite (Glas) der Nachbarplatte gerichtet ist (Fig. 1B). Technik B lässt sich nur anwenden, wenn auf die Einwirkung der flüchtigen Lösungsmittelkomponenten verzichtet werden kann. Der Platzgewinn gegenüber Entwicklungstechnik A ist erheblich, lassen sich doch nach Technik B gleichzeitig bis zu zwanzig Platten entwickeln. Vorversuche unter analogen Sättigungsbedingungen lassen sich vorzugsweise in einem U-förmigen Blechhalter nach VON ARX² durchführen.

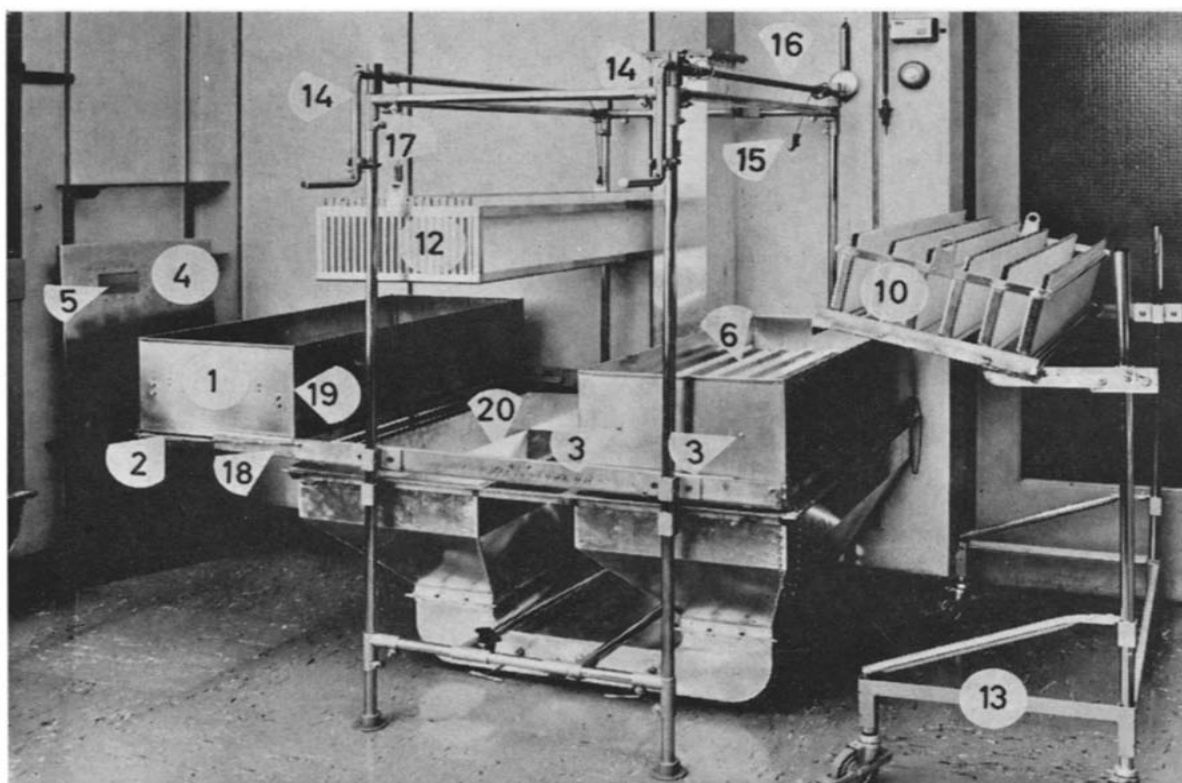


Fig. 2. Gesamtansicht des Entwicklungsgerätes. 1 = Wanne zur Entwicklung; 2 = Auslauf (von innen verschliessbar); 3 = Auflage für Papierhalter (innen vorstehende Schraube); 4 = Deckel; 5 = Glasfenster; 6 = Papierhalter (siehe Fig. 3); 10 = Plattenhalter für Entwicklungstechnik B und C (siehe Fig. 5); 13 = Transportwagen; 14 = Hebevorrichtung; 15 = Drahtseil mit Haken; 16 = Kurbelwelle; 17 = Arretierung; 18 = Doppelauszug; 19 = Position der Wanne während Trocknung der Platten; 20 = Abzugskanal.

c. Entwicklung Schicht gegen Schicht

Diese Technik liefert Trennbedingungen; welche zwischen Technik A und B liegen. Die Sorptionsschicht kommt wohl mit Lösungsmittelgasphase in Kontakt, eine vollständige Sättigung wird jedoch nicht erreicht. Es können wiederum bis zwanzig Platten gleichzeitig entwickelt werden.

BESCHREIBUNG DES ENTWICKLUNGSGERÄTES

Kernstück des Entwicklungsgerätes (Fig. 2, Gesamtansicht) sind die Plattenhalter 10 und 12* die mechanisch an Drahtseilen gehoben und gesenkt werden können, die Entwicklungsgefässe 1 und der an der Laborventilation angeschlossene Abzugskanal 20. Die Wannen 1 bestehen aus rostfreiem Stahl (105 × 43 × 24 cm), sind mit einem verschliessbaren Auslauf 2 versehen und werden mit einem Deckel 4 mit Glasfenster 5 (12 × 7 cm, zur Beobachtung der Lösungsmittelfront) verschlossen. Für die Entwicklung nach Technik A wird ein Papierhalter 6 (Fig. 3) eingesetzt.

Der Papierhalter 6 besteht aus einem Rahmen und paarweise, einen Schlitz 7 bildenden Blechstreifen (20 × 1 mm), worin Filtrierpapiere 8 (Whatman 3MM oder

* Im Text eingefügte Zahlen beziehen sich auf die Nummern in den verschiedenen Figuren.

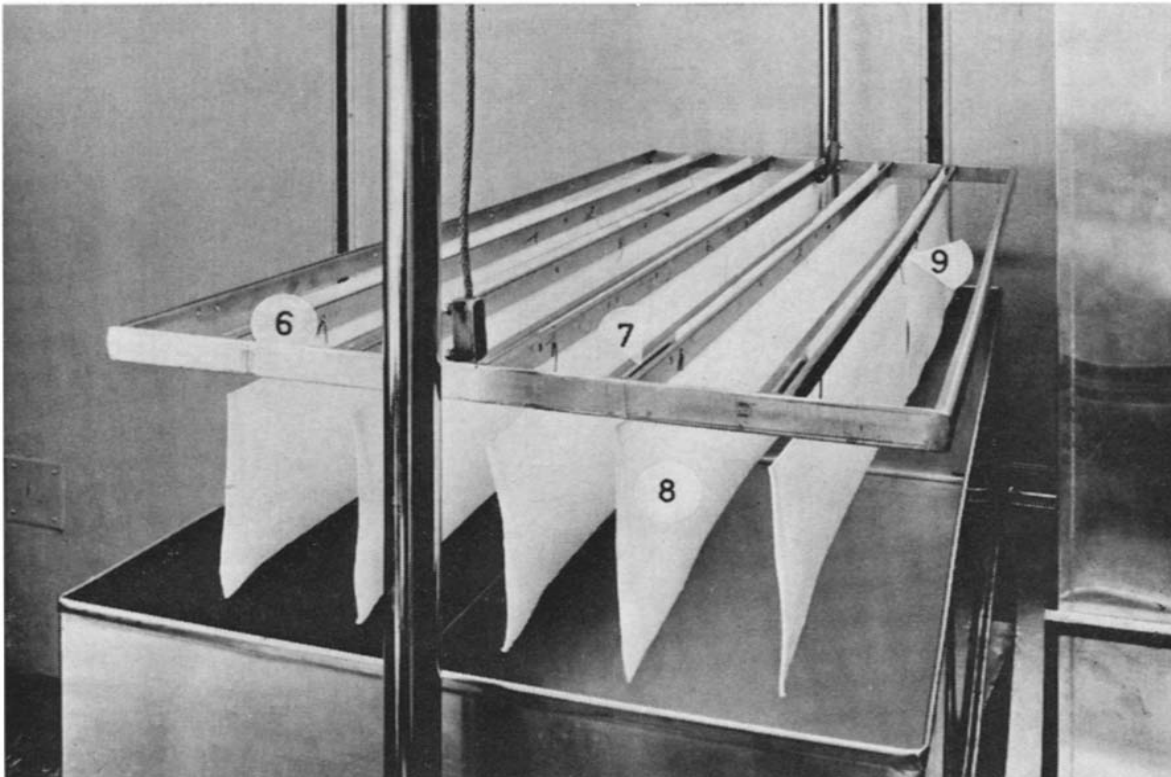


Fig. 3. Papierhalter für Entwicklungstechnik A. 6 = Rahmen; 7 = Schlitz zwischen zwei abgewinkelten Blechstreifen; 8 = Filtrierpapier; 9 = Drahtstift zur Befestigung der Filtrierpapiere.

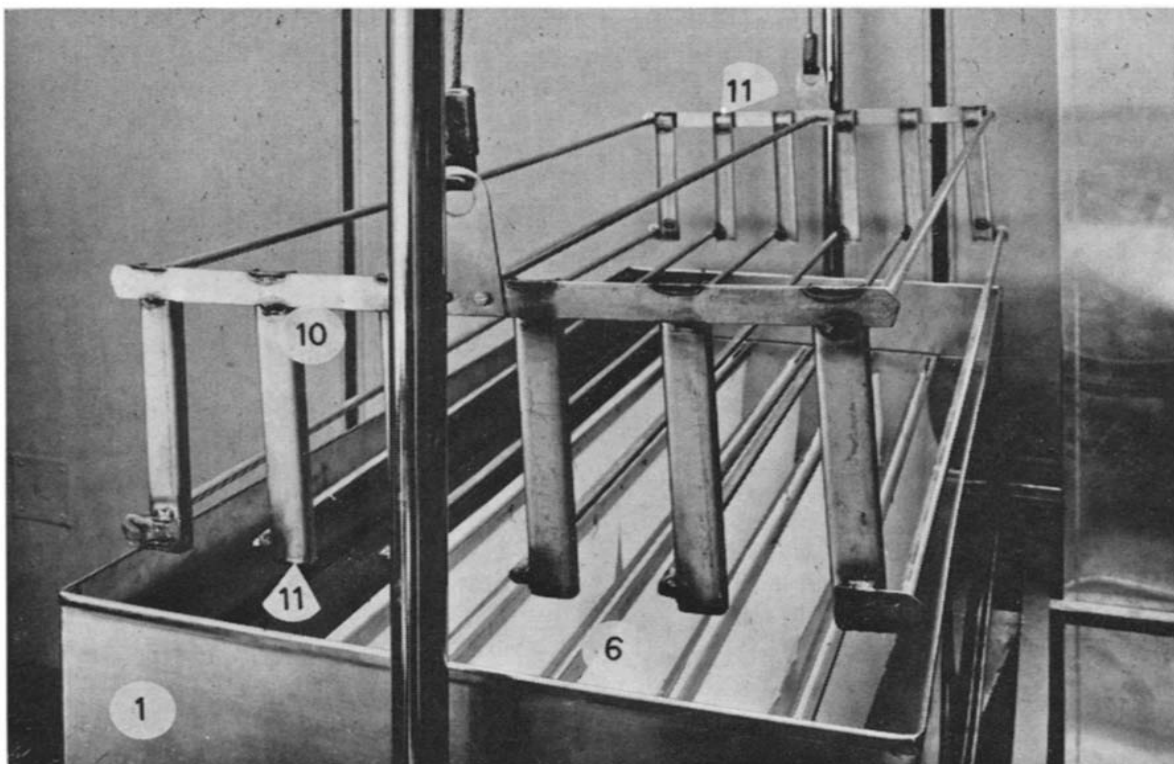


Fig. 4. Plattenhalter 10 für zwölf Platten (Entwicklungstechnik A). 1 = Wanne; 6 = Papierhalter mit Filtrierpapier zur Kammersättigung; 10 = Plattenhalter; 11 = U-Profile (unten verschlossen) zum Einstellen von je zwei Platten.

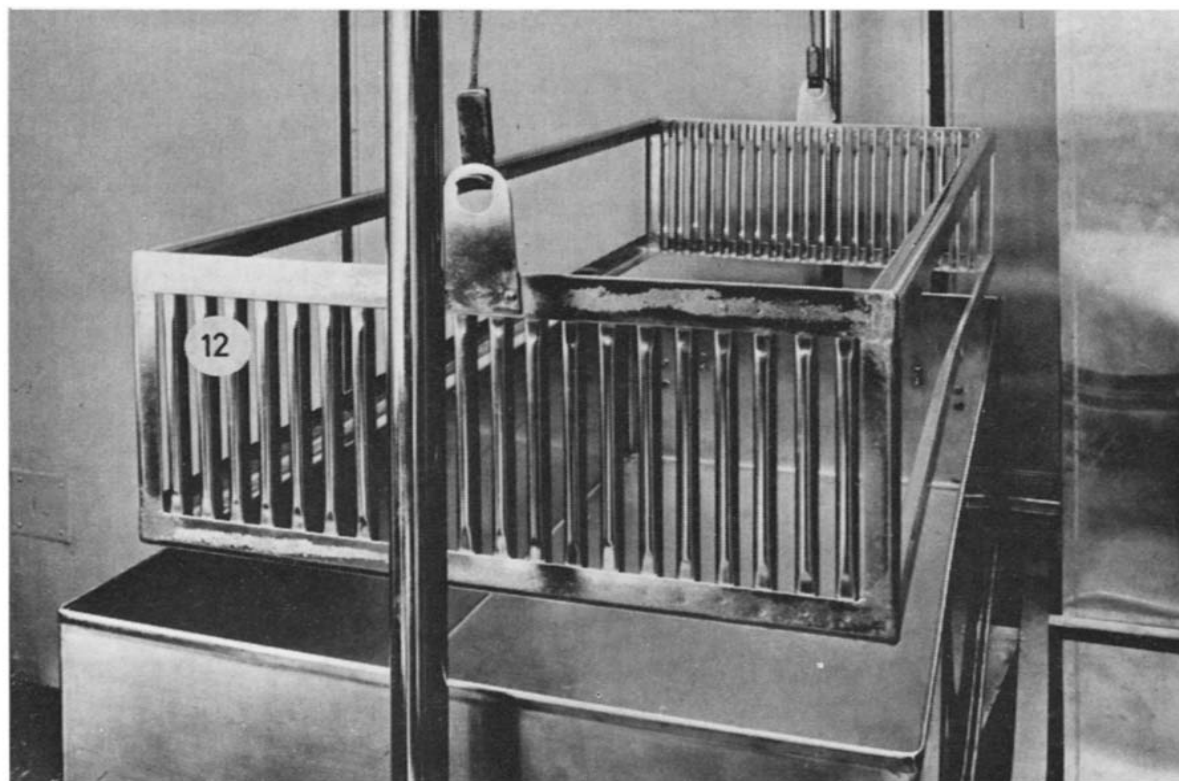


Fig. 5. Plattenhalter 12 für zwanzig Einzelplatten (Entwicklungstechnik B und C).

17) eingeschoben und mit Drahtstiften 9 (durch entsprechende Bohrung in den Blechstreifen) fixiert werden. Zur Sättigung der Kammer werden die Papierbahnen mit dem Lösungsmittelgemisch übergossen. In die Plattenhalter 10 (für Technik A, siehe Fig. 4) werden zwölf Trägerplatten 100×20 cm paarweise Glas gegen Glas in am untern Ende verschlossene U-Profile 11 eingeschoben und mit der weiter unten beschriebenen Hebevorrichtungen 14 in die Wanne 1 eingetaucht. Die Schicht jeder Platte ist damit gegen ein Filtrierpapier gerichtet (siehe auch Fig. 1).

Für die Entwicklungstechnik B und C wird der Plattenhalter 12 (Fig. 5) ohne Papiereinsatz verwendet. Es können zwanzig Einzelplatten 100×20 cm Schicht gegen Glas oder Schicht gegen Schicht eingeschoben und zur Entwicklung in die Wanne abgesenkt werden. Das Gewicht der beladenen Plattenhalter ist beträchtlich. Es kann durch Verwendung dünner Glasplatten verringert werden (siehe Tabelle I).

Um Manipulationen mit dem Entwicklungsgerät und insbesondere mit den

TABELLE I

GEWICHT DER BELADENEN PLATTENHALTER

Dicke der Trägerplatten (mm)	Plattenhalter 10 mit zwölf Platten (kg)	Plattenhalter 12 mit zwanzig Platten (kg)
6-7	41	64
4	29	44

erwähnten schweren Plattenhaltern im Einmannbetrieb durchführen zu können, wurden Transportwagen 13 und Hebevorrichtung 14 konstruiert (Fig. 2).

Die Hebevorrichtung 14 besteht aus einer Kurbelwelle 16 mit arretierbarem Handgriff 17. Zwei Drahtseile von 4 mm Durchmesser, die in die Lappen der Plattenhalter passende Haken 15 (siehe Fig. 4) tragen, können an der Kurbelwelle aufgerollt werden.

Der Betrieb mit dem Entwicklungsgerät gestaltet sich wie folgt: Der mit den Platten gefüllte Plattenhalter wird auf dem Transportwagen 13 über die Wanne 1 gefahren, an der Hebevorrichtung eingehängt und hochgezogen. Nach Entfernung des Deckels 4 senkt man den Plattenhalter mit den Platten ab, sodass diese in das Lösungsmittelsystem eintauchen, hängt die Drahtseile aus und verschliesst die Wanne. Nach Beendigung der Entwicklung zieht man wieder hoch, schiebt die Wanne auf den Doppelauszügen 18 zur Seite und senkt nun die Platten im Plattenhalter in den freiliegenden Abzugsschacht 20 zur Trocknung hinab. Für Mehrfachentwicklung können die Platten ohne von der Hebevorrichtung entfernt werden zu müssen wieder hochgezogen und in die zurückgeschobene Wanne getaucht werden. Dabei muss beachtet werden, dass die Wanne nach jeder Öffnung raschmöglichst wieder geschlossen wird, um Veränderungen der Lösungsmittelzusammensetzung zu verhindern. Nach der letzten Trocknung werden die Platten im Plattenhalter auf den Transportwagen gesetzt und in den Auswerterraum gefahren. Alle Manipulationen sind im Einmannbetrieb durchführbar.

Die Lokalisierung der getrennten Substanzbanden erfolgt unter einer fahrbaren

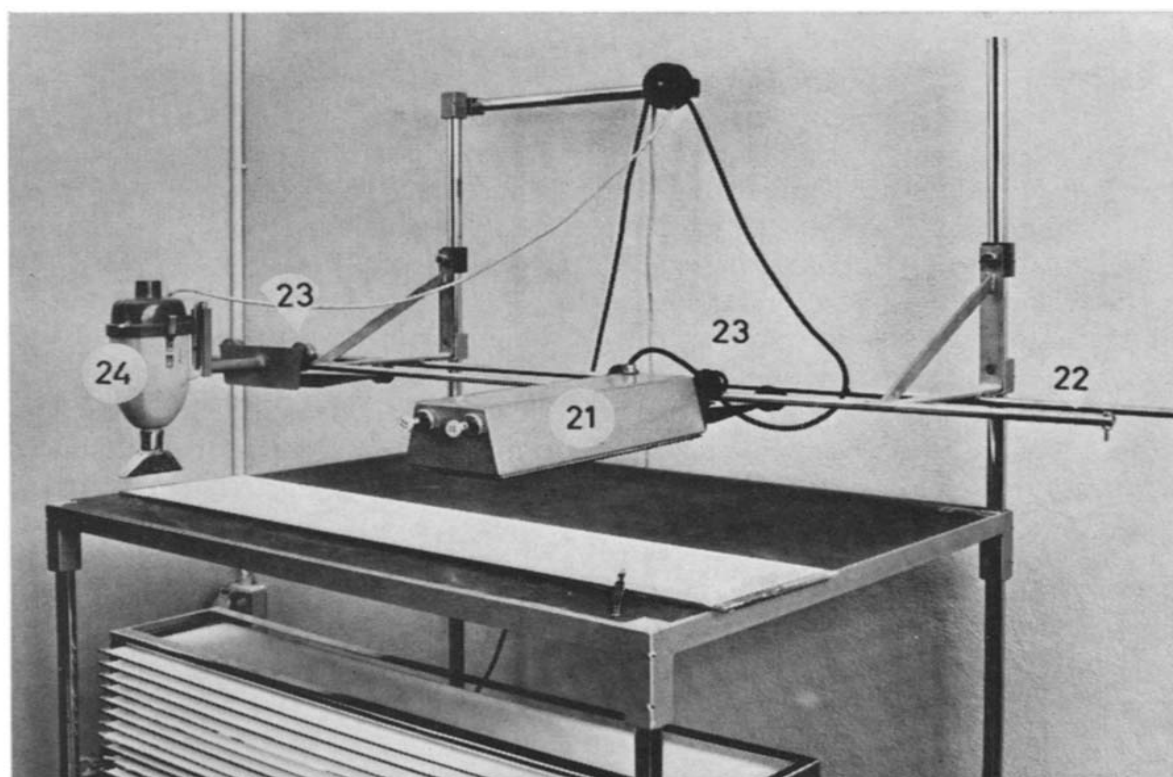


Fig. 6. Vorrichtung zum Lokalisieren der Substanzbanden. 21 = UV-Belichtungsampe mit Schwadensicherem Gehäuse; 22 = Rundstäbe (Durchmesser 12 mm); 23 = Aufhängung mit je drei Rollen; 24 = Staubsauger.

UV-Belichtungslampe (Fig. 6) oder mittels Indikatoren (die am äusseren Rand aufgespritzt werden). Die Belichtungslampe 21 wird mittels Rollen 23 auf zwei Rundstäben 22 bewegt. Am gleichen Gerät befindet sich ein ebenfalls fahrbarer Staubsauger 24, der den durch das Anritzen der Banden mit einer feinen Klinge entstehenden Staub entfernt. Die Substanzbanden selbst werden mit Teflonspateln abgeschabt und anschliessend eluiert.

Dank dem neuen Entwicklungsgerät und den beschriebenen Hilfsmitteln konnte der ansteigende Bedarf unserer Forschungslaboratorien an präparativer Schichtchromatographie bewältigt werden. Allein im Jahre 1970 wurden 2300 Platten a 1 m verarbeitet; dies entspricht einer Schichtlänge von 2,3 km.

DANK

Für die wertvolle Hilfe beim Bau der beschriebenen Vorrichtungen danke ich den Herren J. ARQUINT, F. BRUDER, J. KAYSER und H. SCHÄR.

ZUSAMMENFASSUNG

Für die präparative Schichtchromatographie wird ein Entwicklungsgerät hoher Kapazität beschrieben. Mit dessen Hilfe können bis zu vierzig Platten von 1 m Länge in einem Arbeitsgang entwickelt werden.

LITERATUR

- 1 E. STAHL, *Dünnschicht-Chromatographie*, Springer, Berlin, 1967, S. 97.
- 2 E. VON ARX UND R. NEHER, *J. Chromatogr.*, 25 (1966) 109.
- 3 H. HALPAAP, *Chem.-Ing.-Tech.*, 35 (1963) 488.
- 4 E. VON ARX, *J. Chromatogr.*, 33 (1968) 217.

J. Chromatogr., 64 (1972) 297-303