

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 49 (1958)

Heft: 5

Artikel: Quantitative Radialpapierchromatographie mit dem Spektrallinien-Photometer

Autor: Sulser, H.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982545>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 02.02.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Quantitative Radialpapierchromatographie mit dem Spektrallinien-Photometer

Von *H. Sulser*

(Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Bern)

In unserem Laboratorium ist schon seit längerer Zeit ein Spektrallinien-Photometer in Gebrauch, um den Schwärzungsgrad der Emissionsspektrallinien auf der Photoplatte zu messen. Es schien uns, dass im Prinzip nichts dagegen einzuwenden sei, bei der quantitativen Auswertung von Radialpapierchromatogrammen gleich vorzugehen wie bei den Spektrallinien, nämlich die zu messende Linie bzw. Radialzone schrittweise im durchfallenden Licht so lange an einem Spalt vorbeizuführen und die jeweils auf eine Photozelle auftreffende Lichtmenge zu messen, bis die gesamte Zone am Spalt vorbeigekommen ist.

Ein wesentlicher Unterschied gegenüber den Spektrallinien liegt allerdings darin, dass es sich bei den Papierchromatogrammen nicht um gerade, sondern um mehr oder weniger gekrümmte Linien handelt. Es zeigte sich jedoch, dass bei geeigneter Technik, d.h. richtigem Masstab der Abbildung und der Spaltlänge und Spaltbreite, die Krümmung praktisch keine Rolle spielt.

Die bisherigen Ausführungen lassen erkennen, dass es sich nicht darum handelt, die Papierchromatogramme als solche auszumessen, sondern photographische Reproduktionen davon und zwar in diesem Fall Diapositive. Dies erfordert zwar einerseits einen gewissen Mehraufwand an Zeit oder Arbeit, bringt aber auch Vorteile bezüglich der Sicherheit und Genauigkeit mit sich. In manchen Fällen sind nämlich die Chromatogramme nach dem Sichtbarmachen durch Aufsprühen der Reagentien oder Eintauchen in dieselben nur sehr beschränkte Zeit haltbar. Infolge der Einwirkung des Lichtes und der Luft auf die relativ grossen Papierflächen erleiden die angefärbten Stellen eine mehr oder weniger schnelle Veränderung, die eventuell bei der quantitativen Auswertung zu fehlerhaften Resultaten führen kann. Dies ist auch der Grund, warum wir zu Dokumentationszwecken ohnehin in vielen Fällen photographische Aufnahmen der Chromatogramme anfertigen, welche nun gleichzeitig zur quantitativen Auswertung dienen. Man ist damit in der Lage, wenn nötig die Messungen jederzeit nachzukontrollieren.

Will man die Papierchromatogramme als solche im durchfallenden Licht ausmessen, ist es ferner meist notwendig, sie vorher durch Tränken, z.B. in Anisol, transparent zu machen, was natürlich beim Film wegfällt. Ungünstig ist auch, dass die optische Dichte des Papiers im Blindversuch beim Durchstrahlen mit Licht mehr oder weniger grossen Schwankungen unterworfen ist. Zu erwähnen ist, dass die Papierchromatogramme nach Anwendung aggressiver Reagentien (beispielsweise Antimontrichlorid) unangenehm zu handhaben sind und eventuell Apparateile angreifen, welche damit in direkte Berührung kommen.

Voraussetzung ist, dass die Komponenten chromatographisch deutlich voneinander getrennt sind. Wie aus den spätern Ausführungen hervorgeht, ist jedoch eine Auswertung auf dem Diapositiv auch bei sehr nahe beieinanderliegenden Zonen noch möglich. Wichtig ist ferner, dass die einzelnen Halkreisbögen überall möglichst gleichmässig ausfallen. Mit der im folgenden Abschnitt angegebenen Methodik soll dies erreicht werden. In der Regel werden 2 oder 3 Messungen in verschiedenen Radialrichtungen ausgeführt und die Mittelwerte gebildet.

Methode

Die radialpapierchromatographische Technik ist die gleiche wie früher in dieser Zeitschrift beschrieben (Sulser 1956, 1957, 1958) (Sulser und Högl 1957), nur dass jetzt der schmale Papierstreifen, welcher das Fliessmittel zuführt, am untern Ende eine Verengung aufweist (Fig. 1), ähnlich wie sie früher Matthias (1954) in etwas anderer Form für seine Streifentechnik vorgeschlagen hat.

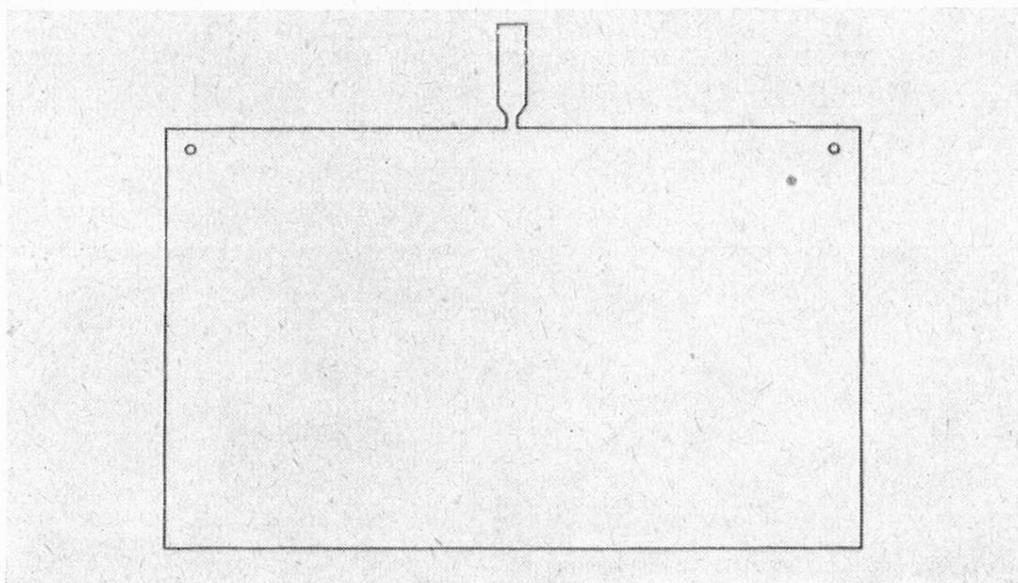


Fig. 1

Chromatographische Technik

Zur quantitativen Auswertung geht man folgendermassen vor:

Nach dem Anfärben fotografiert man die Chromatogramme, und zwar meist sofort, weil die Kontraste sich später vermindern. Die Aufnahme erfolgt am besten im 6×6-Format, weil dann die Diapositive in der richtigen Grösse durch einfache Kopie der Negative erhältlich sind. Die Diapositive (Film) werden zwischen 2 Glasplatten gelegt, diese mit kleinen Klammern zusammengehalten und auf dem Schlitten des Photometers fixiert. Die Auswertung erfolgt analog den Spektralphotoplatten. Man misst Spalt an Spalt, d.h. Spaltbreite und Grösse der jeweiligen Verschiebung müssen aufeinander eingestellt sein. Zur

Ausmessung eines Radialbogens sind etwa 10 Verschiebungen erforderlich. Die Spaltlänge richtet sich nach dem Ausmass der Krümmung der Halbkreisbogen.*) Eine einmal vorgenommene Einstellung darf innerhalb einer Serie nicht mehr verändert werden.

Man trägt die abgelesenen Galvanometerwerte als Funktion der Verschiebungen graphisch auf. Die planimetrierten oder ausgewogenen Flächeninhalte (Flächenwerte) sind ein Mass für die vorhandene Substanzmenge.

Resultate

Chromatographische Auswertung verschiedener Mengen Rapsölfettsäuren

Man stellte sich ein Lösung von 448,4 mg Rapsölfettsäuren in je 1 ml Chloroform und Undecan her und brachte davon je 4 μ l und 6 μ l auf das Papier, chromatographierte (Fig. 2, Anfärben mit Permanganat-Benzidin) und wertete die Diapositive aus. Die Flächenwerte der einander entsprechenden Fettsäuren sollten sich also wie 2 : 3 verhalten. In Tabelle 1 sind die gefundenen Werte zusammengestellt. Fehler bei Erucasäure wegen etwas ungleichmässigem Bogen, sonst Resultate befriedigend, Fehler noch unter 5 %.

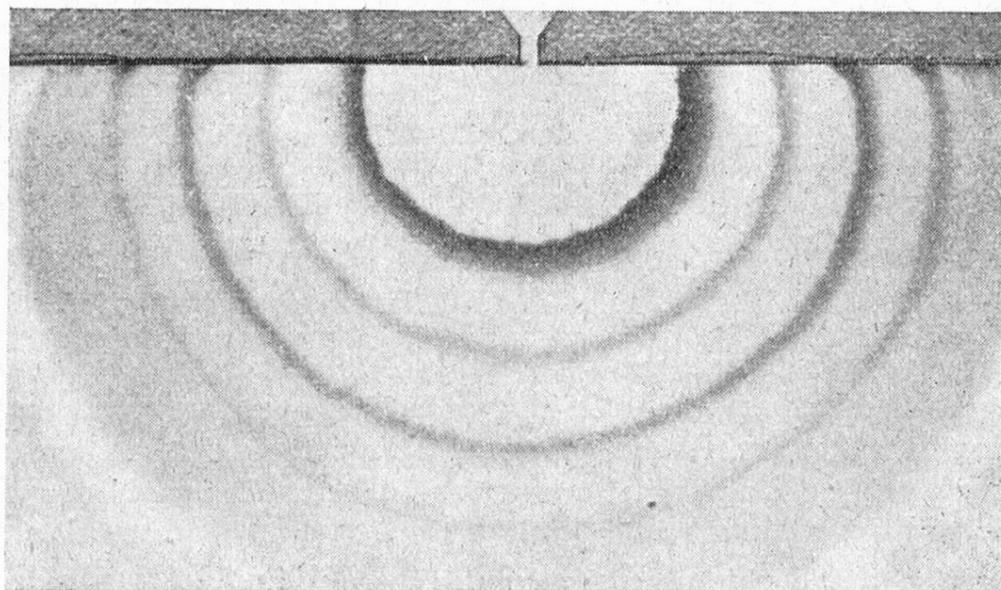


Fig. 2
Rapsölfettsäuren

*) Die weiter unten wiedergegebenen Chromatogramme wurden mit einer Einstellung des Photometers durchgemessen, welche einer Spaltlänge von etwa 16 mm und einer Spaltbreite von etwa 1,5 mm (auf dem Papier gemessen) entsprach.

Tabelle 1
Flächenwerte der Rapsölfettsäuren

Fettsäuren	Rf *)	Gefundene Flächenwerte		Verhältnis der Flächenwerte		
		4 μ l	6 μ l	gefunden	theoretisch	Abweichung
13,14-Erucasäure	0,24	607,5	792,7	2,00 : 2,90	2,00 : 3,00	— 3,3 %
Eikosensäure	0,38	121,8	190,8	2,00 : 2,99	2,00 : 3,00	— 0,3 %
Oelsäure	0,50	153,2	229,0	2,00 : 3,13	2,00 : 3,00	+ 4,3 %
Linolsäure **)	0,60	57,5	83,3	2,00 : 2,61	2,00 : 3,00	— 13,0 %

*) Bezogen auf Oelsäure = 0,50.

***) In frischen Rapsölfettsäurepräparaten ist auch Linolensäure deutlich im Chromatogramm zu sehen. Im vorliegenden Fall wurde ein längere Zeit gelagertes Präparat verwendet.

Zusatz verschiedener Mengen Nierenfett zu Rapsfett.
Chromatographie der Sterine

Dass sich Tierfette und Pflanzenfette auf Grund der verschiedenen Sterinarten papierchromatographisch unterscheiden lassen, wurde in einer früheren Arbeit gezeigt (Sulser und Högl 1957). Von speziellem Interesse war dabei die Frage, bis zu welchem Prozentsatz sich Tierfett in Pflanzenfett noch nachweisen lässt.

Wir chromatographierten deshalb die unverseifbaren Anteile (hauptsächlich aus Sterinen bestehend) von 100 %igem Rapsöl, von Rapsöl mit 10 % Nierenfett und von Rapsöl mit 20 % Nierenfett. Fig 3 gibt ein derartiges Chromatogramm wieder (Anfärben mit Phosphormolybdänsäure).

Wie früher ausgeführt, lassen sich in reinen Pflanzenfetten 3 Sterinarten chromatographisch unterscheiden, nämlich β - und γ -Sito-Sterin, sowie eine schwache dritte, unbekannte Zone am weitesten aussen, mit gleichem Rf-Wert wie Cholesterin. In dem Mass wie Tierfett und damit Cholesterin in ein Pflanzenfett gelangt, muss sich diese äusserste Zone verstärken bzw. sich das Verhältnis zu den Zonen des β - und γ -Sito-Sterins zu ihren Gunsten verschieben. Es stellte sich die Frage, wie weit man durch ausmessen mit dem Spektrallinien-Photometer eine Beimischung von Tierfett noch erfassen könne. Tabelle 2 gibt die erhaltenen Resultate wieder.

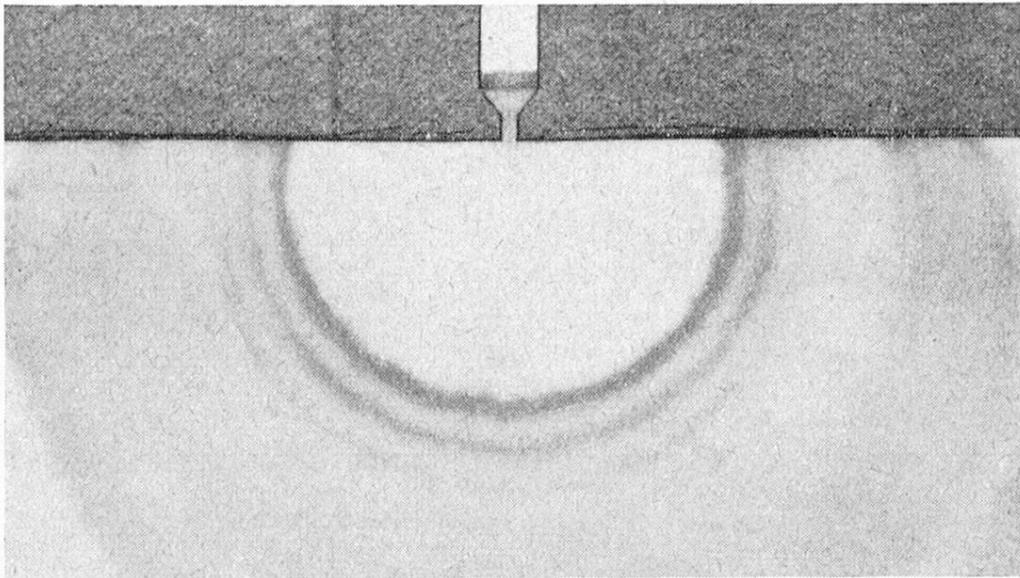


Fig. 3
Sterine von Rapsöl mit 10 % Nierenfett

Tabelle 2
Verhältnis der Flächenwerte von Mischungen von Rapsöl und Nierenfett

	Flächenwert des äussersten Halbring Flächenwert des mittleren Halringes	
100 % Rapsöl	$\frac{98,3}{358,3} = 0,274$	} 0,333
	$\frac{170,7}{503,9} = 0,338$	
	$\frac{160,0}{416,0} = 0,385$	
90 % Rapsöl 10 % Nierenfett	$\frac{232,0}{510,7} = 0,454$	} 0,478
	$\frac{221,3}{441,0} = 0,502$	
80 % Rapsöl 20 % Nierenfett	$\frac{287,1}{534,0} = 0,538$	} 0,548
	$\frac{332,0}{595,0} = 0,558$	

Es sollte also mit dieser Methode möglich sein, noch eine Beimischung von 10 % Tierfett zu Pflanzenfett anhand des Flächenverhältnisses nachzuweisen.

Weitere Untersuchungen müssen noch genaueren Aufschluss über die Fehlerbreite, die natürliche Streuung der Werte und die Anwendungsmöglichkeiten dieser Methode erbringen.

Zusammenfassung

Es wird vorgeschlagen, die Radialpapierchromatographie in quantitativer Hinsicht mit Hilfe des Spektrallinien-Photometers weiter zu entwickeln. Dabei misst man Diapositive der Chromatogramme in analoger Weise aus wie die Photoplatten der Emissionsspektrallinien. Zwei Anwendungsbeispiele auf dem Gebiet der Fettsäuren und der Sterine werden beschrieben.

Résumé

On propose de rendre quantitative la chromatographie radiale sur papier en recourant au microphotomètre. Pour cela on mesure des diapositives des chromatogrammes de la même manière qu'on le fait pour les plaques photographiques des lignes du spectre d'émission. Deux exemples d'application sont décrits: un pour les acides gras et l'autre pour les stérines.

Summary

Radial paper chromatography is made quantitative by measuring slides of the chromatograms with a microphotometer. This method has been applied to fatty acids and sterines.

Literatur

- Matthias, W., *Naturwissenschaften* **41**, 17 (1954)
Sulser, H., *diese Mitt.* **47**, 149 (1956)
Sulser, H., *diese Mitt.* **48**, 117 (1957)
Sulser, H., *diese Mitt.* **49**, 264 (1958)
Sulser, H. und Högl, O., *diese Mitt.* **48**, 248 (1957)