

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Was bedeutet DC?	1
1.2	Wann wird die DC angewendet?	2
1.3	Wo wird die DC eingesetzt?	3
1.4	Wie wird das Ergebnis einer DC beschrieben?	4
1.4.1	Retentionsfaktor	4
1.4.2	Fließkonstante	6
1.4.3	Weitere Bezeichnungen dünnschichtchromatographischer Parameter	7
1.5	Welche Arten von Referenzsubstanzen sind in der DC gebräuchlich?	8
1.6	Literatur zur DC	9
1.6.1	Allgemeine Literatur	9
1.6.1.1	Bücher und Lose-Blatt-Sammlung in deutscher Sprache	9
1.6.1.2	Bücher in englischer Sprache	11
1.6.1.3	Eigenständige Bücher in anderen Sprachen	11
1.6.2	Zeitschriften	12
1.6.2.1	Zeitschriften mit DC-Artikeln in deutscher Sprache	12
1.6.2.2	DC-Zeitschriften in englischer Sprache	12
1.6.2.3	Zeitschriften mit fachübergreifenden Artikeln über Chromatographie in englischer Sprache	13
1.6.3	Literaturrecherchen	13
1.6.4	Arzneibücher	13
2	Fertigschichten	15
2.1	Fertigschichten – warum?	15
2.2	Wie sind Fertigschichten zusammengesetzt?	16
2.2.1	Sorbentien	16
2.2.2	Träger für stationäre Phasen	19
2.2.3	Zusatzstoffe	20
2.3	Welche Fertigschichten gibt es?	21
2.4	Wofür werden Fertigschichten eingesetzt?	26
2.5	Auswahlkriterien für stationäre Phasen in der DC	26

VIII *Inhaltsverzeichnis*

2.5.1	Wie kann bei der Auswahl der stationären Phase vorgegangen werden? . . .	27
2.5.2	Wie können die Vorgaben in den Arzneibüchern für stationäre Phasen auf Fertigschichten übertragen werden?	27
2.6	Einfluß der stationären Phase bei Verwendung des identischen Fließmittels	29
2.7	Vorschläge zur Bestellung und Lagerhaltung von Fertigschichten.	30
2.8	Schwierigkeiten bei der Benennung und Zuordnung von Fertigschichten	31
3	Vor der dünnschichtchromatographischen Entwicklung	33
3.1	Handhabung der Fertigschichten.	33
3.1.1	Folien	33
3.1.2	Glasplatten	34
3.2	Vorwaschen	39
3.3	Aktivieren	41
3.4	Konditionieren	42
3.5	Imprägnieren	44
3.6	Probenauftragung	48
3.6.1	Auftragen manuell.	49
3.6.2	Auftragen halbautomatisch	55
3.6.3	Auftragen vollautomatisch.	60
3.7	Positionierung der Proben	64
3.8	Trocknen vor der Entwicklung	66
4	Fließmittel, Trennkammern und Entwicklung	69
4.1	Fließmittel	69
4.1.1	Auswahl von Fließmitteln	70
4.1.2	Ansetzen und Aufbewahren von Fließmitteln	79
4.1.3	Bedenkliche Fließmittelzusammensetzungen	82
4.2	DC-Trennkammern	87
4.2.1	Welche DC-Trennkammern gibt es?	87
4.2.1.1	DC-Trennkammern für die vertikale Entwicklung.	88
4.2.1.2	DC-Trennkammern für die horizontale Entwicklung	90
4.2.2	Einfluß der Kammeratmosphäre	91
4.2.2.1	Die ungesättigte N-Kammer	93
4.2.2.2	Die gesättigte N-Kammer	94
4.2.3	Einfluß der Temperatur bei der Chromatographie	97
4.2.4	Standortwahl und Kennzeichnung der DC-Trennkammern	97

4.3	Entwicklung von Dünnschicht-Chromatogrammen	99
4.3.1	Eindimensionale Dünnschicht-Chromatographie	100
4.3.1.1	Vertikale Entwicklung	101
4.3.1.2	Horizontale Entwicklung	106
4.3.2	Zweidimensionale Dünnschicht-Chromatographie	108
4.4	Trocknen nach der Entwicklung	111
5	Auswertung ohne Derivatisierung	113
5.1	Visuelle Direktauswertung.	113
5.1.1	Detektion bei Tageslicht	113
5.1.2	Detektion bei UV 254 nm	113
5.1.3	Detektion bei UV 365 nm	115
5.2	Optische Direktauswertung mit Geräten	116
5.2.1	Prinzip der Arbeitsweise eines DC-Scanners	116
5.2.2	Optische Direktauswertung oberhalb 400 nm	117
5.2.3	Optische Direktauswertung unterhalb 400 nm	117
5.2.4	Optische Direktauswertung bei UV 365 nm (Fluoreszenzmessung).	117
5.3	Kopplungsmethoden zur Substanzidentifizierung	119
5.4	Dokumentation ohne bzw. vor Derivatisierung	123
6	Derivatisierung	123
6.1	Thermochemische Reaktion.	124
6.2	Bestrahlen mit energiereichem Licht	125
6.3	Umsetzung mit Reagenzien	127
6.3.1	Besprühen von DC-Platten	127
6.3.2	Tauchen von DC-Platten	131
6.3.3	Bedampfen von DC-Platten.	136
6.3.4	Beschichten von DC-Platten	137
6.4	Sonderfälle der Derivatisierung	140
6.4.1	Prächromatographische Derivatisierung	140
6.4.1.1	Umsetzung mit Reagenzien	140
6.4.1.2	Einbau von Radionukliden	141
6.4.2	Simultan mit der Entwicklung durchgeführte Derivatisierung	142
6.4.3	Reaktionsfolgen	143
6.4.4	Biologisch-physiologische Methoden der Detektion	144
6.5	Nachbehandlung derivatisierter Chromatogramme	145
6.5.1	Einwirkung von Wärme	145
6.5.2	Stabilisierung angefärbter und fluoreszierender Zonen	147

7	Auswertung nach Derivatisierung	149
7.1	Visuelle Auswertung	149
7.1.1	Visuelle qualitative Auswertung	149
7.1.2	Visuelle semiquantitative Auswertung	149
7.2	Auswertung mittels DC-Scanner	150
7.2.1	Qualitative Auswertung	150
7.2.2	Quantitative Auswertung	151
7.2.2.1	Absorptionsmessung	152
7.2.2.2	Fluoreszenzmessung	157
7.2.2.3	Vergleich zwischen „Parallel“- und „Quer“-Messung	162
7.3	Auswertung mittels Video-System	170
7.3.1	Qualitative Video-Auswertung	171
7.3.2	Quantitative Video-Auswertung	172
7.4	Auswertung mittels Flachbett-Scanner	173
8	Dokumentation	177
8.1	Beschreibung eines Dünnschicht-Chromatogramms	177
8.2	Dokumentation durch Abzeichnen, Abpausen, Fotokopieren	178
8.3	Fotographische Dokumentationen	179
8.3.1	Aufnahmen mit Polaroid-Kamera MP-4	179
8.3.2	Aufnahmen mit Kleinbild-Kameras	180
8.3.2.1	Aufnahmen bei UV 254 nm	180
8.3.2.2	Aufnahmen bei UV 365 nm	181
8.3.2.3	Aufnahmen bei „Tageslicht“	181
8.3.3	Archivierung von Kleinbild-Filmen	184
8.4	Video-Dokumentation	185
8.5	DC-Scanner-Dokumentation	195
8.6	Flachbett-Scanner-Dokumentation	195
9	GMP/GLP-konformes Arbeiten in der DC	197
9.1	Validierung von DC-Methoden	201
9.2	Einsatz von qualifizierten/kalibrierten Geräten	205
9.3	GMP/GLP-geeignete Rohdatenblätter	208
9.4	Beispiele für GMP/GLP-konforme Prüfvorschriften (PV)	217
9.4.1	Identität und Reinheit eines pharmazeutischen Wirkstoffes sowie Grenzwertbestimmung verwandter Substanzen	217

9.4.2	Identität und Reinheit verschiedener flavonoidhaltiger Pflanzenextrakte	218
9.4.3	Gehalt eines pharmazeutischen Wirkstoffes in einer Tablette	219
10	Belastungseinflüsse	235
10.1	Definierte Substanzbelastung	235
10.2	DC empfindlicher Substanzen	236
10.2.1	Wechselwirkungen mit Sorbentien	236
10.2.2	Einfluß höherer Temperatur	236
10.2.3	Einfluß von Licht	237
10.2.4	Oxidativer Einfluß	239
11	Spezialmethoden in der DC	241
11.1	AMD – Automated Multiple Development	241
11.2	OPLC – Overpressured Layer Chromatography	242
11.3	HPPLC – High Pressure Planar Liquid Chromatography	243
11.4	TLC-FID/FTID – Kombination von DC und Flammen-Ionisations-Detektor bzw. Flammen-Thermoionischem-Ionisations-Detektor	243
11.5	RPC – Rotation Planar Chromatography	244
12	Anhang	245
12.1	CHROMart	245
12.2	Literatur	247
12.3	Verwendete Abkürzungen	254
12.4	Danksagung	257
12.5	Marktübersicht	259
Bildteil		261
Register		295