

CHROM. 3662

Bedeutung und zerstörungsfreie Messung der Schichtdicke von Dünnschichtchromatogrammen sowie deren Abstandsmessung am Radiodünnschichtchromatographen

Der Einfluss der Schichtdicke von Dünnschichtchromatogrammen auf die Reproduzierbarkeit der R_F -Werte ist umstritten. Während einerseits Schichtdickenänderungen zwischen 200 und 300 μm keine Einflussnahme zugeschrieben wird¹, zeigen Untersuchungen von PATAKI UND KELEMEN² und eigene Versuche, dass auch in diesem Bereich bei einem Vergleich von manuell und mit einem Streichgerät hergestellten Dünnschichtchromatogrammen, erstere infolge einer grösseren Diskontinuität der Schicht 2- bis 4-fach höhere Standardabweichungen (s_{R_F}) der R_F -Werte aufweisen.

Untersuchungen zur Frage der Nachweisempfindlichkeit auf Dünnschichtchromatogrammen lassen den Einfluss von Schichtdickenänderungen auch auf die Erfassungsgrenze qualitativer Farbreaktionen erkennen³. Bei Schichtdicken von 90, 175 und 350 μm (Kieselgel G Merck) zeigt z.B. die Antimontrichlorid-Digitoxin-Reaktion mit zunehmender Schichtdicke einen Abfall der Nachweisempfindlichkeit im sichtbaren Bereich von 0.5 auf etwa 2.5 μg und im U.V. von 0.05 auf 0.5 μg , wobei im U.V.-Bereich auch die Möglichkeit einer stärkeren Fluoreszenzlöschung in Erwägung gezogen werden muss.

Von wesentlicher Bedeutung erweisen sich Schichtdickenänderungen für die Nachweisgrenze und Reproduzierbarkeit radiometrischer Messungen an Dünnschichtchromatogrammen^{4,5}. Dies gilt im besonderen Masse für energiearme β -Strahler. Bei der radiodünnschichtchromatographischen Aktivitätsmessung tritiummarkierter Dünnschichtchromatogramme bedingt ein Anstieg der Schichtdicke von 100 auf 300 μm bei konstanter Ausgangsaktivität einen Abfall der Messeffektivität um 60 %⁵.

Auch bei der Verwendung von Streichgeräten können bei gleichbleibender Streichdicke die getrockneten Schichten je nach Korngrösse des Sorptionsmittels⁶, Zusammensetzung und Herstellung der Suspension, der Streichgeschwindigkeit und der angewandten Trocknungsbedingungen erhebliche Abweichungen aufweisen³. Kontrollmessungen zeigten, dass bei ungünstiger Streichführung sowie Nichteinhaltung der genannten Bedingungen zwischen den Streichchargen, in besonderen Fällen auch zwischen einzelnen Platten derselben, Schichtdickendifferenzen der getrockneten Schicht bis $\pm 20\%$ möglich sind.

Die für die Beurteilung dieser und ähnlicher Fragen gegebenenfalls erforderlichen Schichtdickenmessungen können mittels der nachstehend beschriebenen, praktisch zerstörungsfreien Methode auch im Rahmen von Routineuntersuchungen mit ausreichender Genauigkeit durchgeführt werden. Sie erfolgen als einfache Differenzmessung zwischen Schichtoberfläche und -unterlage (Glasplatte) unter Verwendung einer mit einem spitz ausgezogenen Messfinger versehenen stationären Messuhr. Bei einem Skalenwert von 10 μm beträgt der Gesamtmessbereich 25 mm. Der Wert der Schichtoberfläche wird ohne Beschädigung der Trägerschicht mit Hilfe eines schräg einfallenden kräftigen Lichtstrahles (Mikroskopierleuchte) nach dem Schattenprinzip (Fig. 1) ermittelt, während die Unterlage am nicht beschichteten Plattenrand oder

durch Durchstossen der Schicht ausgemessen wird. Der mittlere Fehler der Messwerte beträgt bei einer Schichtdicke von $200 \mu\text{m} \pm 4.2\%$ ($n = 10$)*.

Die quantitative Auswertung radiodünnschichtchromatographischer Aktivitätsmessungen tritiummarkierter Dünnschichtchromatogramme erfordert neben einer gleichbleibenden Schichtdicke der Chromatogramme u.a. die Vorlage eines *reproduzierbaren* Minimalabstandes zwischen Zählrohrblende und Chromatogrammober-

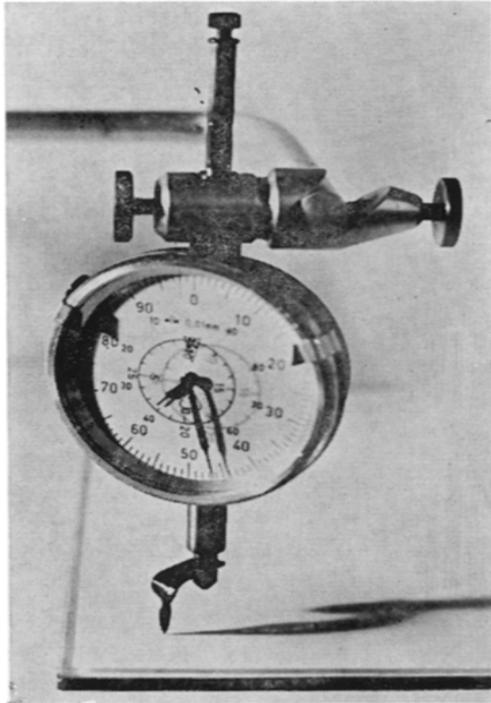


Fig. 1. Schichtdickenmessung durch zerstörungsfreie Abtastung der Chromatogramm-Oberfläche nach dem Schattenprinzip.

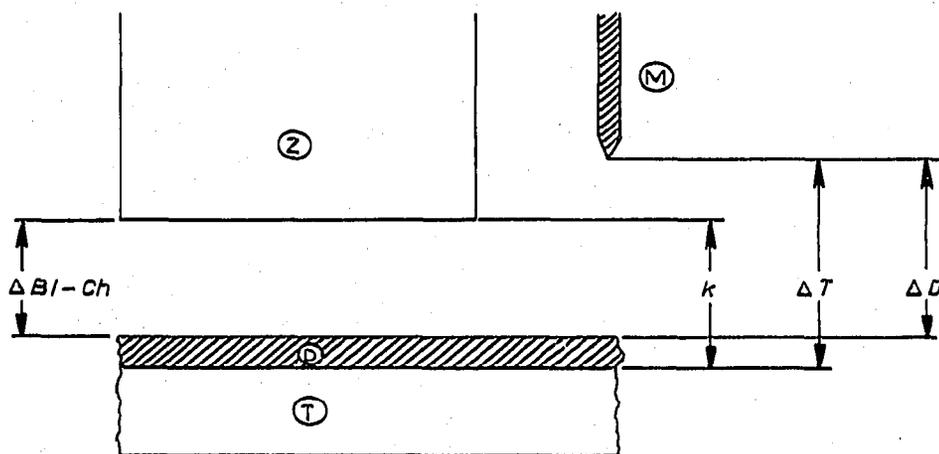


Fig. 2. Messung des Abstandes (Δ_{BI-Ch}) zwischen Zählrohrblende (Z) und Dünnschichtchromatogramm (D) am Radiodünnschichtchromatographen. M = Messuhr, T = Transportschlitten. (Erklärung im Text.)

$$* s = \pm \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

fläche^{4, 5, 7, 8}. Voraussetzung hierfür ist eine genügend empfindliche und routinemässig durchzuführende Abstandsmessung, bei der eine Beschädigung der Schichtoberfläche aus Kontaminationsgründen unbedingt vermieden werden muss. Bei Verwendung von Radiodünnschichtchromatogrammen mit vom Normalmass abweichenden Glasstärken und Trägerschichtdicken kommt dieser Forderung besondere Bedeutung zu.

Die Abstandsmessung zwischen Zählrohrblende und Chromatogramm (Δ_{Bl-Ch}) kann in Verbindung mit einer in entsprechender Genauigkeit möglichen Höhenverschiebung des Detektors (stationäre Messskala) durch eine indirekte Differenzmessung nach dem Prinzip der Schichtdickenmessung erfolgen (Fig. 2). Nach einmalig vorgenommener Justierung der Messanordnung durch die Werte h_0 (Wert der Höhenverschiebungsskala des Detektors bei direkter Auflage der Zählrohrblende auf dem Transportschlitten T) und Δ_T (Abstand: stationäre Messuhr-Transportschlitten) ist für jedes neue Chromatogramm lediglich die Ermittlung des mit Δ_D gekennzeichneten Abstandes zwischen Messuhr und Chromatogramm-Oberfläche nach dem Schattenprinzip (Fig. 1) erforderlich. Durch Berechnung von Δ_{Bl-Ch_0} (Abstand Zählrohrblende-Chromatogramm-Oberfläche = 0) entsprechend der Beziehung

$$\Delta_{Bl-Ch_0} = h_0 - (\Delta_T - \Delta_D)$$

und Addition des für den jeweiligen Messvorgang gewünschten Abstandswertes können Minimalabstände zwischen Zählrohrblende und Schichtoberfläche bis 50 μm reproduzierbar eingestellt werden. Die relativen Standardabweichungen der Einstellwerte* betragen für Δ_{Bl-Ch} 0.5 mm \pm 3.4 % und für 1.0 mm \pm 2.7 % ($n = 10$).

Institut für Kreislaufforschung der Deutschen Akademie der
Wissenschaften zu Berlin,
Lindenberger Weg 70, 11115 Berlin-Buch (D.D.R.)

G. RABITZSCH

- 1 E. STAHL, *Arch. Pharm.*, 292/64 (1959) 411.
- 2 G. PATAKI UND J. KELEMEN, *J. Chromatog.*, 11 (1963) 50.
- 3 G. RABITZSCH, unveröffentlicht.
- 4 G. BOUKE, *Atompraxis*, 11 (1965) 263.
- 5 G. RABITZSCH, *J. Chromatog.*, 37 (1968) 476-486.
- 6 E. STAHL, *Dünnschichtchromatographie*, Springer-Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg, 1962, S. 29.
- 7 P. E. SCHULZE UND M. WENZEL, *Angew. Chem.*, 74 (1962) 777.
- 8 S. BLEECKEN, G. KAUFMANN UND K. KUMMER, *J. Chromatog.*, 19 (1965) 105.

Eingegangen den 19. Juni 1968

* Siehe Fussnote auf Seite 351.