

## Note

### Dünnschicht-Chromatographie von Di- und Polycarbonsäuren auf schmalen Sorptionsmittelbändern in profilierten Dünnschichtträgern

WOLFGANG RADOWITZ\* und HORST MÜLLER

*Zentralinstitut für physikalische Chemie der Akademie der Wissenschaften der D.D.R., Rudower Chaussee 5, 1199 Berlin-Adlershof (D.D.R.)*

(Eingegangen am 12. März 1984; geänderte Fassung eingegangen am 17. Mai 1984)

Zur Durchführung der Dünnschicht-Chromatographie werden plane Platten oder Folien mit Sorptionsmitteln beschichtet. Weiterhin sind konventionell beschichtete Dünnschichtplatten mit aus der Schicht herausmodellierten schmalen Sorptionsmittelbändern bzw. Sorptionsmittelkanälen<sup>1,2</sup> bekannt. Im Gegensatz hierzu wird von uns, um eine breite Anwendung zu realisieren, der Dünnschichtträger mit definierten und im Profil rechteckigen Vertiefungen zur Aufnahme von Sorptionsmittelbändern versehen, wobei die Sorptionsmittelbänder zugleich als "offene Mikrosäulen" fungieren. Die Dünnschichtträger bestehen aus V<sub>2</sub>A-Stahl und sind in verschiedenen Formaten mit profilierten Doppel- oder Mehrfachvertiefungen ausgestaltet, wobei im gegebenen Anwendungsbeispiel, angepasst an die Trennkammerdimensionen, das Format 25 × 200 mm benutzt wird. Die Dünnschichtträger sind hierbei mit profilierten Doppelvertiefungen zur Aufnahme von zwei schmalen Sorptionsmittelbändern versehen. Die Vertiefungen betragen für analytische Zwecke 500 µm und für präparative Arbeiten 1000 µm sowie 1500 µm. Experimentelle Befunde mit verschiedenen Sorptionsmittelbändern in Dünnschichtträgern, einschliesslich einer vergleichenden Testung mit kommerziellen Linien- bzw. Rillengläsern sowie von Kunststoffplatten mit Rillen, die vorwiegend ein U-förmiges Profil besitzen, zeigten den Einfluss der Breite und des Profils der Bänder. Entsprechend hierzu wird vorzugsweise eine Breite von 2, 3 und 5 mm und ein rechteckiges Profil für die in den Dünnschichtträgern angeordneten Vertiefungen zur Aufnahme der Sorptionsmittelbänder verwendet. Die Benutzung eines gebräuchlichen Beschichtungsgerätes ist nicht erforderlich, da eine glatte Abstreifleiste für die Oberfläche genügt. Bei der Beschichtung von grösseren Plattenserien kann auch jedes konventionelle Beschichtungsgerät eingesetzt werden.

Die dargestellten profilierten Dünnschichtträger zur Aufnahme von Sorptionsmittelbändern werden in Kombination mit einer Mehrzweck-Trennkammer<sup>3</sup> eingesetzt. Die Mehrzweck-Trennkammer für streifenförmige Dünnschichtträger (Fig. 1) (VEB Kombinat Technisches Glas Ilmenau, D.D.R.) ist für die Durchführung der aufsteigenden, absteigenden, horizontalen und durchlaufenden Arbeitstechnik einsetzbar. Weiterhin ermöglicht sie im Zusammenhang mit der Durchlauftechnik eine Elution von Substanzen für eine spezielle Charakterisierung bzw. Identifizierung und durch ein austauschbares Verbundstück bzw. Verbundrohr, insbesondere den Einsatz

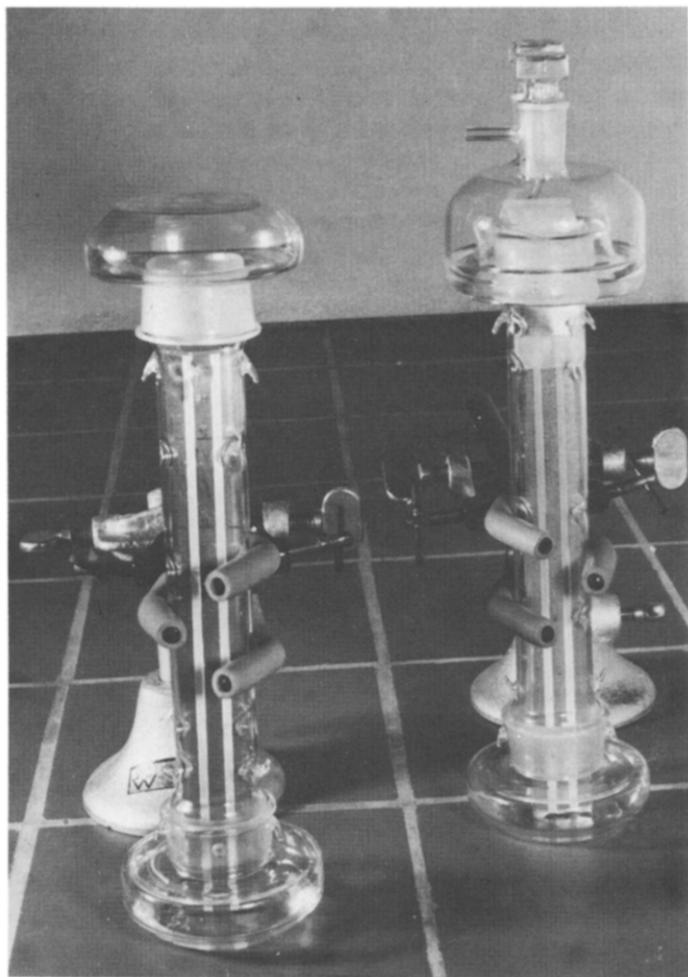


Fig. 1. Mehrzweck-Trennkammer nach Radowitz und Kriegsmann<sup>3</sup>. Chromatographie mit profilierten Dünnschichtträgern nach der aufsteigenden Methode (links) und der absteigenden Methode (rechts).

der absteigenden Arbeitstechnik bei verlängerten Laufstrecken für mikropräparative Arbeiten bei der Verwendung profilierter Dünnschichtträger von  $\geq 400$  mm Länge. Die Mehrzweck-Trennkammer stellt somit für die komplexe Durchführung der Dünnschicht-Chromatographie auf schmalen Sorptionsmittelbändern in profilierten Dünnschichtträgern ein vielseitig anwendbares Trennkammersystem dar.

Die verteilungs-chromatographische Trennung von Di- und Polycarbonsäuren erfolgt auf Cellulose-Schichten (Cellulosepulver FND des VEB Spezialpapierfabrik Niederschlag, Erzgebirge, D.D.R.) mit einer Schichtdicke von  $500 \mu\text{m}$  und dem sauren Fließmittel *n*-Pentanol-Ameisensäure-Wasser (48.8:48.8:2.4, v/v/v)<sup>4</sup>, wobei nach der Entfernung der Ameisensäure im Heissluftstrom die Detektion mit dem Mischindikator Methylrot-Bromphenolblau durchgeführt wird. Die punktförmig aufgetragenen Di- und Polycarbonsäuren erscheinen nach dem Entwickeln und der Detektion im Chromatogramm (Fig. 2) auf blauviolette Untergrund als hellrote Banden bzw.

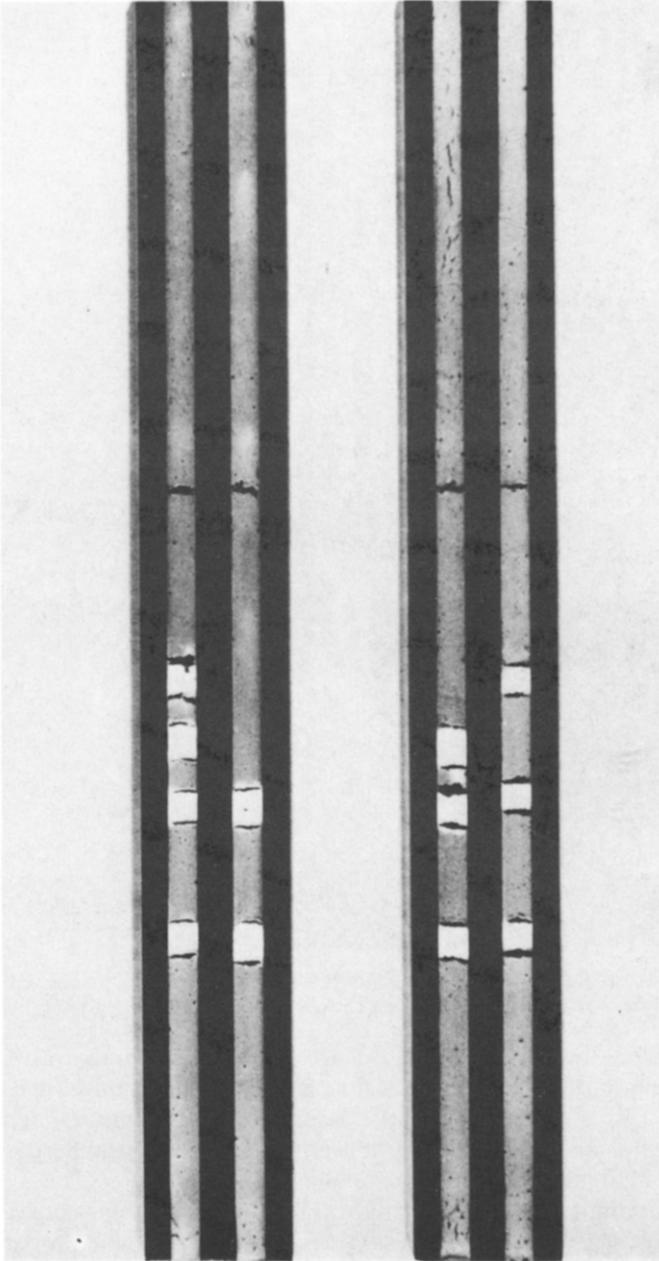


Fig. 2. Chromatogramme auf schmalen Sorptionsmittelbändern in profilierten Dünnschichtträgern mit der zonenförmigen Trennung von Di- und Polycarbonsäuren. In der Reihenfolge steigender  $R_F$ -Werte: (Methode aufsteigend; Bänder von links nach rechts) 1. Band: Pyromellit- ( $R_F$  0.30), Trimellit- ( $R_F$  0.53), Fumar- ( $R_F$  0.62), Adipinsäure ( $R_F$  0.69); 2. Band: Pyromellit-, Trimellitsäure; 3. Band: Pyromellit-, Trimellit-, Fumarsäure; 4. Band: Pyromellit-, Trimellit-, Adipinsäure.

Zonen. Es können noch 2 bis 5  $\mu\text{g}$  Di- und Polycarbonsäuren nachgewiesen werden.

Bei der halbquantitativen Auswertung von Chromatogrammen ergibt die Ausmessung der Banden- bzw. Zonenbreite in mm multipliziert mit der vorgegebenen Sorptionsmittelbandbreite in mm, unmittelbar die zu bestimmende Fläche in  $\text{mm}^2$ . Hierbei wird der bei der Bestimmung nach der Fleckengrößenmethode gebräuchliche Arbeitsgang der Planimetrie eingespart. Die Anordnung von nebeneinanderliegenden Doppel- oder Mehrfachsorptionsmittelbändern in den profilierten Dünnschichtträgern gewährleistet die zweckdienliche Vergleichsanalyse durch das Mitlaufen (Leit- bzw. Standardchromatogramm) bekannter Substanzen und Mengen. Der mittlere relative Fehler der halbquantitativen Bestimmung beträgt  $\geq 5\%$ .

Die bekannten Vorteile der Dünnschicht-Chromatographie werden bei der Anwendung von schmalen Sorptionsmittelbändern in Dünnschichtträgern durch die folgenden erweitert:

Eine einfache, exakt gleichmässige Beschichtung der profilierten Dünnschichtträger.

Einen relativ sparsamen Sorptionsmittelverbrauch, der sich insbesondere beim Einsatz von speziellen und relativ teuren Sorptionsmitteln gravierend bemerkbar macht.

Eine in Form von einseitig offenen Mikrosäulen geschützt angeordnete Sorptionsmittelschicht in den profilierten Dünnschichtträgern.

Eine verkürzte Laufzeit durch den kanalisierten Fließmittellauf in den Sorptionsmittelbändern.

Eine bandenförmige bzw. zonale Entwicklung der punktförmig aufgetragenen Substanzen, die durch ein strichförmiges Probenauftragen weiterhin verbessert werden kann.

Eine gesteigerte Nachweisempfindlichkeit bei der Detektion durch den Konzentrierungseffekt in den Substanzbändern der Dünnschichtträger.

Die beschriebene Methode auf der Basis von schmalen Sorptionsmittelbändern in profilierten Dünnschichtträgern und/oder "Schmalband-Dünnschicht-Chromatographie" (Small Band Thin-layer Chromatography; SBTL) ist analytisch und mikropräparativ universell einsetzbar.

## LITERATUR

- 1 L. Mazza, L. Sardo und R. Franche, *Ann. Chim. (Rome)*, 57 (1967) 1177.
- 2 I. Berthold, *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 240 (1968) 320.
- 3 W. Radowitz und H. Kriegsmann, *Mehrzweck-Trennkammer*, Pat. (D.D.R.) 73170.
- 4 A. Schweiger, *Z. Lebensm.-Unters.-Forsch.*, 124 (1963) 20.