Anwendung einer modifizierten Keilstreifenmethode in der HPTLC = Application of a modified tapered-strip method in HPTLC

Autor(en): **Georges, P.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **73 (1982)**

Heft 2

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983450

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 73, 161–165 (1982)

Anwendung einer modifizierten Keilstreifenmethode in der HPTLC

Application of a Modified Tapered-Strip Method in HPTLC

P. Georges
Eidg. Alkoholverwaltung, Chemisch-technische Abteilung, Bern

Einleitung

Reindel et al. (1) und *Matthias* (2) beschreiben eine Methode, die in der Papierchromatographie als «Keilstreifentechnik» bekanntgeworden ist. Durch zungenförmiges Zuschneiden der Papierstreifen zwingt man die Stoffe zu bandenförmiger Auflösung. *Stahl* (3) übertrug die Technik auf die Sorptionsschichten in der TLC.

Es fällt auf, daß bei der Optimierung eines Trennverfahrens in der HPTLC die an sich bewährte Keilstreifentechnik kaum noch angewendet wird. Offensichtlich ist das aufwendige Vorbereiten der Platten Grund genug, um auf die vorzügliche Trennleistung dieser Methode zu verzichten.

Das Ziel dieser Arbeit war, die übliche Keilstreifentechnik so zu vereinfachen, daß ihre Anwendung für spezielle Trennprobleme wieder in Frage kommen kann.

Methode

Eine präzis gefertigte Lochschablone in der Größe der zu verwendenden HPTLC-Platte wird genau über diese gelegt und angepreßt. Mit Hilfe eines spitzigen Stahlnagels werden den kreisrunden Bohrungen entlang entsprechende Kreise in das Schichtmaterial geritzt. Zweckmäßigerweise wird mit einem etwas stumpferen Gegenstand nachgekratzt, so daß zum Schluß auf der Schicht 0,5–1 mm breite Ringe vorhanden sind. Das vollständige Entfernen der Kreisflächen ist unnötig.

Die Schablone wird parallel zum Plattenrand nach innen verschoben und je das äußerste Ringpaar mit einer Kerbe verbunden, damit die Zonenbreite gewahrt bleibt. Schließlich wird überschüssiges Schichtmaterial weggeblasen oder mit einem sehr weichen Haarpinsel entfernt.

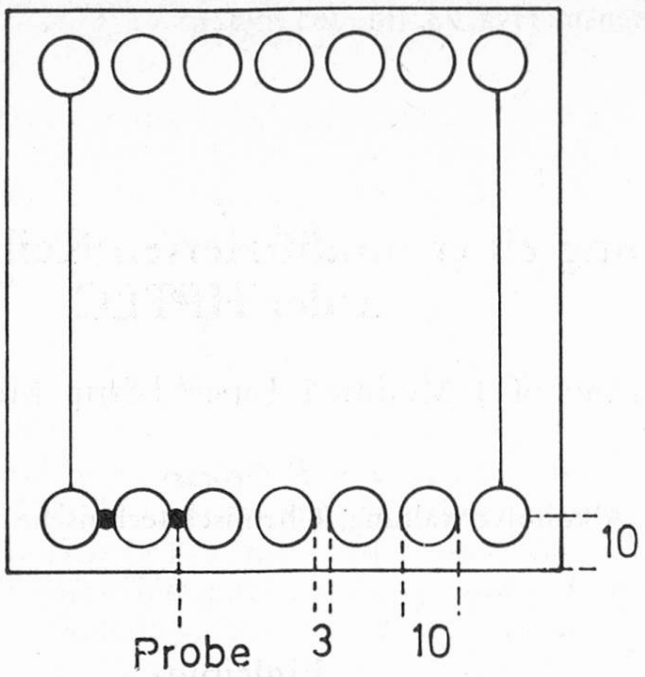

Abb. 1. HPTLC-Platte mit modifizierten Keilstreifen
Vorbereitungszeit ca. 2—3 min, Masse in mm

Die Probe wird am besten mit einem Mikroapplikator in der Mitte des jeweiligen Steges aufgetragen. Die Probemenge ist so zu dosieren, daß der sich bildende Fleck die Stegbreite eben gerade ausfüllt.

Nach dem Trocknen wird die Platte mit Vorteil in einer HPTLC-Linear-Entwicklungskammer horizontal von beiden Seiten her entwickelt.

Die übliche Tankentwicklung erfordert eine Unterbrechung der Seitenstreifen durch zusätzliche Kerben, deren Höhe im Vorversuch zu ermitteln ist, um Randeffekte weitgehend auszuschließen. Außerdem sind die Kreise entsprechend dem Fließmittelniveau um ca. 5 mm höher anzubringen.

Apparate

Schablone	Plexiglas 100 x 100 mm, Dicke 5 mm, eigene Ausführung entsprechend Abbildung 1
Probenauftragegerät	Micro-Applicator mit Grundplatte (Camag)
Entwicklungskammer	HPTLC-Linear-Entwicklungskammer (Camag)
Plattenmaterial	HPTLC-Fertigplatten, 100 x 100 mm (Merck)

Anwendung

Selbstverständlich ist die Anwendung dieser Technik nicht nur auf HPTLC-Schichten begrenzt. Speziell gute Dienste leistet die Methode — unabhängig vom

verwendeten Schichtmaterial — bei der Trennung natürlicher Extrakte und Konzentrate, wo eine vorgängige Abtrennung störender Begleitstoffe nicht oder nur in unvollkommener Weise vorgenommen werden kann.

Als Beispiel diene der Nachweis von Restzucker in vergorenem Kirschensaft, der lediglich durch ein Papierfilter filtriert wurde (Abb. 2).

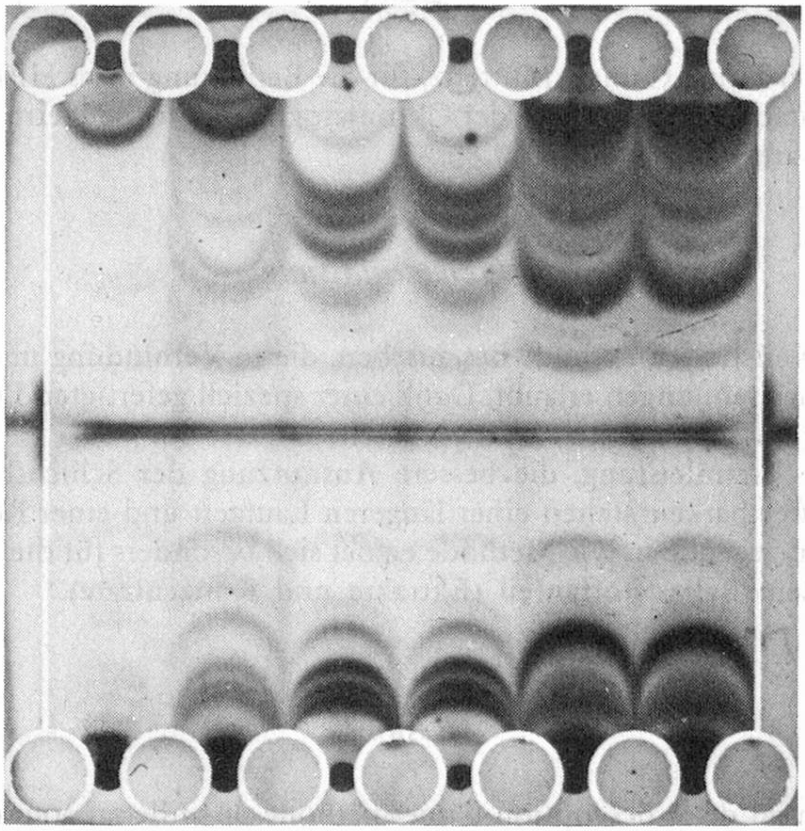

Abb. 2. Restzucker in vergorenem Kirschensaft
Gegenüberliegende Proben identisch, jedoch mit verschiedenem Fießmittel entwickelt

Plattenmaterial	HPTLC-Fertigplatten, Kieselgel 60, (Merck)
Fließmittel oben	Ethanol/n-Butanol/Wasser: 4/2/1
Fließmittel unten	Ethanol/n-Butanol/Wasser: 3/5/2
Sprühreagens für Zucker	Diphenylamin, Anilin je 1 g und 10 ml Phosphorsäure in 100 ml Ethanol und 60 min bei 105 °C

Resultate und Diskussion

Es hat sich gezeigt, daß bei stark verunreinigten Proben bzw. bei Substanzen mit ähnlichem R_f-Wert eine ausreichende Trennung meistens nur über die Keilstreifentechnik zu erreichen ist. Der zweidimensionale Start der Trennung — vergleichbar mit einer «Zirkularentwicklung» — führt zu einer besseren Ausnut-

zung der Schichtkapazität und hat zudem den Vorteil, daß sich die sich bildenden Zonen bei entsprechender Konzentrationswahl quantitativ auswerten lassen.

Allerdings muß bei dieser Technik eine etwas längere Laufzeit und eine Reduktion in der Anzahl der Trennbahnen in Kauf genommen werden.

Dank

Wir danken der Firma Camag, Muttenz, für die Benützung ihres HPTLC-Scanners anläßlich der quantitativen Auswertung der Chromatogramme sowie Herrn *P. Clerc,* Bern, für die Übersetzungsarbeiten.

Zusammenfassung

Es wird eine Keilstreifenmethode beschrieben, die in Verbindung mit HPTLC-Schichten hervorragende Trennungen erlaubt. Dank einer speziell gefertigten Lochschablone lassen sich die Platten in kürzester Zeit vorbereiten.

Die sehr gute Trennleistung, die bessere Ausnutzung der Schichtkapazität und die quantitative Auswertbarkeit stehen einer längeren Laufzeit und einer Reduktion der Anzahl Trennbahnen gegenüber. Die Methode eignet sich besonders für die Auftrennung von Proben mit großem Ballaststoffanteil (Extrakte und Konzentrate).

Résumé

Il est question ici de la description d'une méthode de taille en cônes qui, combinée à des couches HPTLC permet d'obtenir d'excellentes séparations. Les plaques peuvent être préparées en très peu de temps à l'aide d'un gabarit perforé, spécialement façonné à cet effet.

A un très bon pouvoir séparateur, à une meilleure utilisation de la capacité de la couche et à une évaluation quantitative s'opposent une plus longue durée de développement et une réduction du nombre des bandes de séparation. La méthode se prête particulièrement bien pour l'analyse d'échantillons riches en sous-produits (extraits et concentrés).

Summary

Here is given a description of a tapered-strip method, which combined with HPTLC-layers enables to get excellent separations. Plates can be prepared in a very short time owing to a special drilled templet to this purpose.

The high separating-power, a better use of the layers' capacity and the quantitative evaluation are opposed to a longer spreading-time as well as to a reduction of the number of runs. The method is particularly suitable to the separation of samples with a large content of by-products (extracts and concentrates).

Literatur

1. *Reindel, F.* und *Hoppe, W.:* Verbesserung des Trenneffektes bei der Papierchromatographie durch die Formgebung des Papierstreifens. Naturwissenschaften **40**, 245 (1953).
2. *Matthias, W.:* Serienuntersuchungen mit Hilfe einer neuen Form der Streifen-Papierchromatographie. Naturwissenschaften **41**, 17–18 (1954).
3. *Stahl, E.:* Dünnschicht-Chromatographie, 3. Mitteilung. Parfümerie u. Kosmetik **39**, 564, 567–568 (1958).

P. Georges
Eidg. Alkoholverwaltung
Chemisch-technische Abteilung
Längaßstraße 31
CH-3009 Bern