



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.²: B 01 D 15/08
B 05 B 13/00



PATENT SCHRIFT A5

11

615 356

21 Gesuchsnummer: 4362/76

73 Inhaber:
Dr. Franz Kreuzig, Kufstein (AT)

22 Anmeldungsdatum: 07.04.1976

72 Erfinder:
Dr. Franz Kreuzig, Kufstein (AT)

24 Patent erteilt: 31.01.1980

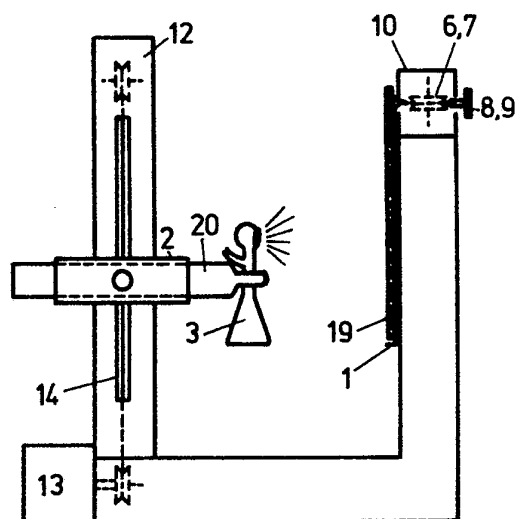
45 Patentschrift
veröffentlicht: 31.01.1980

74 Vertreter:
Sandoz AG, Basel

54 Vorrichtung zum gleichmässigen Besprühen von Dünnschichtplatten mit Reagenzien zum Zwecke der quantitativen Dünnschichtchromatographie.

57 Bei dieser Vorrichtung können sowohl das Sprühgefäss (3) als die damit zu besprühende Platte (19) unter Wahrung einer gleichbleibenden Distanz rechtwinklig zueinander verlaufende lineare Bewegungen ausführen, die mit verschiedenen jedoch gleichbleibenden Geschwindigkeiten stattfinden.

Im Bewegungsablauf wird die raschere Bewegung (z.B. der Platte) als waagrechte Hin- und Herbewegung mehrmals ausgeführt, während in dieser Zeit die langsamere Bewegung (z.B. des Sprühgefässes) in senkrechter Richtung (nach oben oder nach unten), verläuft.



PATENTANSPRÜCHE

1. Vorrichtung zum gleichmässigen mechanischen Besprühen von Platten, so konstruiert, dass sich Platte und darauf gerichtete Sprühdüse unter Wahrung einer einstellbaren, gleichbleibenden Distanz in einer linearen Richtung und mit gleichbleibender Geschwindigkeit übereinander bewegen, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl Platte als auch Sprühdüse jeweils solche Bewegungen ausführen, die rechtwinklig zueinander verlaufen, die beiden linearen Bewegungsabläufe mit verschiedener Geschwindigkeit stattfinden und die raschere Bewegung innerhalb des Zeitverlaufs der langsameren Bewegung als lineare Hin- und Herbewegung mehrmals ausgeführt wird.

2. Vorrichtung gemäss Anspruch 1, zur Besprühung von Dünnschichtchromatographieplatten geeignet, dadurch gekennzeichnet, dass sie so konstruiert ist, dass die beiden linearen Bewegungen mit Geschwindigkeiten von 5 bis 10 bzw. 50 bis 100 mm/sec ausgeführt werden.

3. Verfahren zum Betrieb der Vorrichtung gemäss Ansprüchen 1 und 2, zur Erzielung einer besonders gleichmässigen mechanischen Besprühung von Platten, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl Platte als auch Sprühdüse jeweils solche lineare Bewegungen ausführen, die rechtwinklig zueinander verlaufen, die beiden Bewegungsabläufe mit verschiedener Geschwindigkeit stattfinden und die raschere Bewegung innerhalb des Zeitverlaufs der langsameren Bewegung als lineare Hin- und Herbewegung mehrmals ausgeführt wird, mit der besonderen Massnahme, dass die beiden obigen Bewegungsabläufe wiederholt werden und Platte und Sprühdüse bei den neuen Bewegungsabläufen parallel zur langsameren Bewegungsrichtung gegenseitig verschoben sind, so dass die zu versprühende Flüssigkeit nicht an den gleichen Stellen auf die Platte trifft.

Die Erfindung betrifft eine neue Vorrichtung, die eine gleichmässige Besprühung von Platten mit Reagenzien auf grösseren Flächen als bisher möglich gestattet. Eine derartige Vorrichtung ist vor allem bei der quantitativen Dünnschichtchromatographie von grossem Vorteil.

Die direkte quantitative Dünnschichtchromatographie ist eine seit mehreren Jahren in vielen Sparten der Chemie praktizierte Analysenmethode. Alle jene Substanzen, welche keine ausreichende Eigenfärbung oder der UV-Absorption aufweisen und sich nicht zur Fluoreszenz anregen lassen, müssen durch Besprühen mit einem Reagens auf der Dünnschichtplatte sichtbar gemacht werden. Prinzipiell bringt das Arbeiten mit den im sichtbaren Wellenlängenbereich absorbierenden Stoffen bzw. deren Derivaten auch arbeitstechnische Vorteile, da das Justieren des Probenflecks zur Messung sehr einfach ist. Ferner haben polare Fließmittel die Eigenschaft, die im UV absorbierende Bindemittel der Fertigplatten in die obere Trennzone zu schieben, wodurch es bei Messungen der zu bestimmenden Substanz im UV zu erheblichen Störungen kommen kann. Soll nun die Konzentration von Stoffen durch Transmissions-, Remissions- oder Simultanmessung ermittelt werden, ist ein völlig gleichmässiges Aufbringen des Sprühmittels auf die Dünnschichtplatte unbedingt erforderlich. Das übliche händische Überfahren der Plattenoberfläche mit dem Sprühgefäss (D. Waldi in «Dünnschichtchromatographie» von E. Stahl, Springer-Verlag, 1967, 2. Auflage, S. 814) ist wegen der ungleichmässigen Stärke der dabei erzielten Besprühung für genaue Untersuchungen ungeeignet, ein Umstand, der dafür verantwortlich ist, dass die quantitative Dünnschichtchromatographie nach Derivatisierung der zu bestimmenden Substanz auf der Schicht als ein relativ ungenaues Verfahren gilt. Die Erfindung betrifft nun eine Vorrichtung zum gleichmäs-

gen mechanischen Besprühen von Platten, so konstruiert, dass sich Platte und darauf gerichtete Sprühdüse unter Wahrung einer einstellbaren, gleichbleibenden Distanz in einer linearen Richtung und mit gleichbleibender Geschwindigkeit übereinander bewegen. Eine solche Vorrichtung wird von H. D. Spitz in J. Chromatog. 72, 403–404 (1972) beschrieben, wobei die Sprühdüse an der Platte entlang gezogen wird, in einer Weise, dass nur eine schmale lineare Zone der Platte gleichmässig besprüht wird. Eine solche Vorrichtung erweist sich nur als

brauchbar zur Untersuchung einer einzigen Substanz.

Ist jedoch auf der Dünnschichtplatte eine Mischung verschiedener Substanzen aufgebracht worden, welche sich auf der Platte in ihre Einzelkomponenten auftrennen lassen, so ist das Besprühen einer schmalen Zone oder auch das parallele Besprühen mehrerer Zonen nicht geeignet, ein genaues Arbeiten zu gewährleisten, da auch hier die Verteilung des Reagens nicht mit der erforderlichen Gleichmässigkeit erfolgen kann.

Gegenstand der Erfindung ist nun, dass sowohl Platte als auch Sprühdüse jeweils solche Bewegungen ausführen, die rechtwinklig zueinander verlaufen, die beiden linearen Bewegungsabläufe mit verschiedener Geschwindigkeit stattfinden und die raschere Bewegung innerhalb des Zeitverlaufs der langsameren Bewegung als lineare Hin- und Herbewegung mehrmals ausgeführt wird. Es hat sich nämlich gezeigt, dass mit einem erfindungsgemässen Sprühautomaten der folgenden besonderen Ausführungsform der Abbildungen 1 (Vorderansicht, in Sprühhichtung) und 2 (Seitenansicht, quer zur Sprühhichtung) ein homogenes Besprühen von Dünnschichtplatten ermöglicht wird. Die mit dem Reagens zu besprühende Dünnschichtplatte 19 in den handelsüblichen Formaten 200 × 200, 200 × 100 sowie 100 × 100 mm wird durch eine geeignete Vorrichtung, z. B. ein Magnetband, auf einer geeigneten motorisch bewegten Plattenhalterung 1 festgehalten. Ein handelsübliches Sprühgefäss 3 mit einem Reagens wird mittels einer geeigneten Vorrichtung, z. B. einer Klammer 20, an einer geeigneten motorisch bewegten Sprühgefässhalterung 2 befestigt. Die Bewegungsebenen dieser beiden Halterungen sind parallel zueinander, die Bewegungsrichtungen im rechten Winkel zueinander angeordnet, vorzugsweise horizontal bzw. vertikal.

Im Hinblick auf die Konstruktion der üblichen Sprühgefässe, welche für eine waagrechte Sprühhichtung konstruiert sind, ist es günstig, die zu besprühende Platte senkrecht zu befestigen, damit die Sprühachse des Sprühgerätes waagrecht im rechten Winkel auf die zu besprühende Fläche der Platte auftrifft. Zum Zwecke einer gleichmässigen flächigen Besprühung der Platten werden Plattenhalterung 1 und Sprühgefässhalterung 2 während des Sprühvorganges in parallelen Bewegungsebenen, rechtwinklig zueinander, mit gleichmässigen, jedoch voneinander verschiedenen Geschwindigkeiten bewegt, wodurch eine wellenförmige Besprühung der Platte mit grosser Amplitude und hoher Frequenz erfolgt. Dabei bewegt sich eine Halterung während eines Sprühvorganges mehrere Male hin und her, während die andere Halterung nur eine Bewegung in einer Richtung ausführt. Die Bewegungsgeschwindigkeiten, mit denen sich die beiden Halterungen rechtwinklig zueinander bewegen, lassen sich auf den Verwendungszweck abstimmen, doch hat sich ein Unterschied in den Bewegungsgeschwindigkeiten der beiden Halterungen bzw. der mit ihnen fest verbundenen Dünnschichtplatte und Sprühgefäss von etwa 1 : 10 als besonders vorteilhaft erwiesen, um die Platte gleichmässig mit einer wellenförmigen Bewegung hoher Amplitude und geringer Wellenlänge zu besprühen.

Für besonders genaues Arbeiten empfiehlt es sich, nach einem einmaligen Sprühvorgang, der bei den handelsüblichen Plattengrössen und Reagenzien etwa 10 bis 30 sec dauert, einen oder mehrere weitere Sprühvorgänge vorzunehmen, die parallel oder entgegengesetzt zu den Bewegungen des 1. Sprühvorganges, d. h. mit gleicher Frequenz und gleicher Amplitude,

jedoch leicht versetzt gegenüber dem ersten Sprühvorgang, ablaufen. In der Praxis haben sich die Horizontalgeschwindigkeiten von 7 mm/sec für die Dünnschichtplatte und Vertikalgeschwindigkeiten von 65 mm/sec für das Sprühgefäß bewährt. Durch optimales Einstellen des Abstandes vom Sprühgefäß zur Platte, des Pressluftdruckes für den Sprüher, der Anzahl der Platten- und Sprühgefäßbewegungen sowie der geeigneten Geschwindigkeiten ist ein gleichmässiges Besprühen der Platte gewährleistet.

Der Antrieb der Plattenhalterung 1 erfolgt motorisch, z. B. über ein Stahlseil 5, welches über zwei Umlenkrollen 6 und 7 läuft, wovon eine direkt mit Motor und Getriebe 4 verbunden ist. Mit der zweiten Rolle kann die Seilspannung eingestellt werden. Die Fahrstrecke ist z. B. mit zwei am Stahlseil verstellbaren Kunststoffklötzen, welche zwei Mikroschalter 8 und 9 betätigen – wodurch die Motordrehrichtung und damit die Bewegungsrichtung der betreffenden Halterung umgekehrt

wird – einstellbar. Dadurch ist das Gerät für jedes Plattenformat bzw. Ausschnitte aus Platten verwendbar. Das Stahlseil wird z. B. in einem geschlitzten Vierkantprofilrohr 10 geführt, auf dessen Rückseite die entsprechende Halterung, auf zwei Rädern rollend, läuft.

Die Sprühgefäßhalterung 2 wird z. B. in einem ebenfalls geschlitzten Vierkantprofilrohr 12, welches parallel zur Bewegungsebene und rechtwinklig zur Bewegungsrichtung angebracht ist, mittels eines von einem zweiten Motor 13 getriebenen Stahlseiles 14 gezogen, wobei die Fahrstrecke in gleicher Weise wie zuvor bei der Plattenhalterung beschrieben, über die Klötze 17 und 18 und die Mikroschalter 15 und 16 einstellbar ist. Der Abstand von Sprühgefäß zur Platte ist durch einen senkrecht zu der Sprühgefäßhalterung verschiebbaren und fixierbaren Stab, mit welchem die Klammer 20 zum Einspannen des Sprühgefäßes befestigt ist, einzustellen. Beide Antriebe werden gleichzeitig ein- und ausgeschaltet.

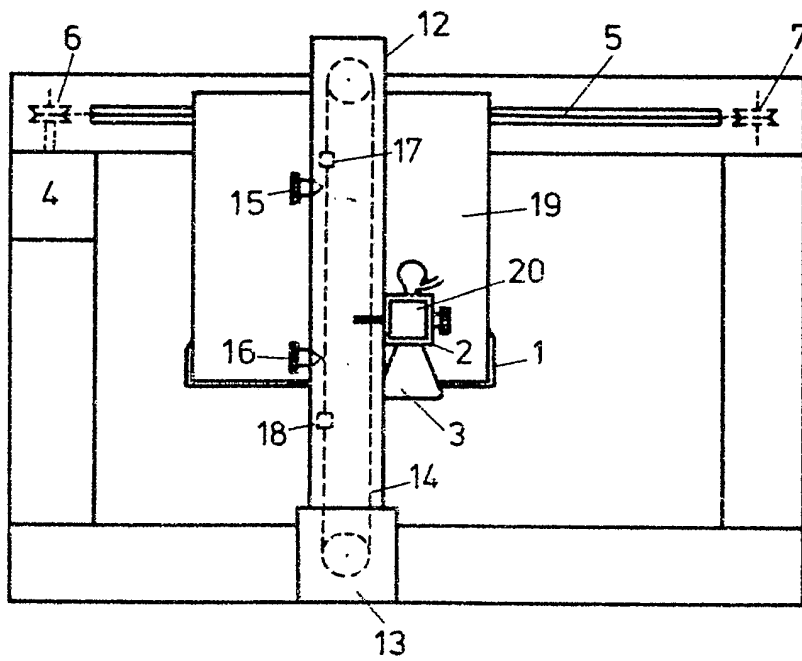


Abbildung 1

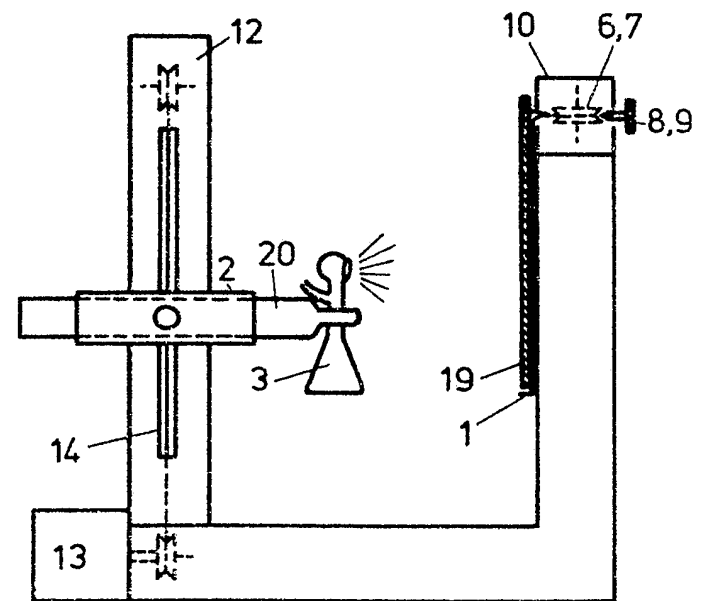


Abbildung 2