

264. Die chromatographische Bestimmung von Blei in Luftstäuben

von **Heinz Kastien**

Gerliswilstrasse 97, 6020 Emmenbrücke

(28. VIII. 70)

Zusammenfassung. Im Luftstaub wird durch Dünnschichtchromatographie und direkte Auswertung der Extinktion der Flecke im Chromatogramm der Bleigehalt ermittelt.

Neben organischen Verunreinigungen enthält Luftstaub erhebliche Mengen anorganischer Bestandteile, unter denen dem Blei auf Grund seiner Toxizität eine besondere Bedeutung zukommt. Die Herkunft des Bleis dürfte wohl in erster Linie auf das im Motorbenzin vorkommende Bleitetraäthyl zurückgeführt werden.

Die analytische Erfassung des Bleis nach klassischen Methoden ist schwierig, da neben dem Blei noch erhebliche Mengen anderer Metalle im Luftstaub vorliegen, in erster Linie Eisen.

Es soll daher versucht werden, Blei chromatographisch mit direkter Auswertung der Chromatogramme zu ermitteln. Die in einer früheren Mitteilung (Bestimmung von 3,4-Benzpyren [1]) angewandte Methode mittels Photographie der Chromatogramme und Auswertung der Negative wurde nicht berücksichtigt, da hierzu aufwendige Mikrophotometer erforderlich sind und eine direkte Auswertung der Chromatogramme nicht möglich ist.

Arbeitsweise (vgl. [2]). – A. *Qualitativer Nachweis von Blei:* Die qualitativen Vorproben wurden dünn-schichtchromatographisch auf DC.-Fertigfolien der Fa. *Macherey & Nagel* Kieselgel N-HR bzw. Cellulosepulver MN 300 der Grösse 20 × 5 cm durchgeführt. Mit beiden stationären Phasen wurden jeweils 2 Chromatogramme angefertigt.

Chromatogramm 1: 3 cm vom unteren Rand der Folie und mit einem Abstand von 1,5 cm untereinander werden je 10 μ l einer Lösung von Bleiacetat in Wasser, die 0,1- und 0,05-proz. an Blei sind, sowie 10 μ l des salzsauren Luftstaubextraktes aufgetragen.

Chromatogramm 2: Mit den gleichen Abständen wie für Chromatogramm 1 werden wiederum die erwähnten Bleiacetatlösungen aufgetragen, sowie 10 μ l einer Lösung, die 0,1-proz. an As, Sb, Cu, Pb, Cd und Eisen ist.

Als Laufmittel dient bei Kieselgel eine Mischung von Dioxan:Salzsäure 1,5N:Acetylaceton (100:20:0,5 Vol.) und bei Cellulosepulver eine Mischung von Dioxan:Butanol:Salzsäure 1,5N:Acetylaceton (50:50:20:0,5 Vol.). Es wird bei Kammersättigung gearbeitet, Laufzeit 2 Std.

Chromatogramm 1 wird nach dem Trocknen an der Luft mit einer frisch zubereiteten 0,2-proz. Lösung von Kaliumrhodizonat in Wasser besprüht. Blei ergibt blaue Flecke mit einem Rf-Wert von 0,45–0,5.

Chromatogramm 2 wird nach dem Trocknen an der Luft mit einer 1-proz. Natriumsulfid-lösung gesprüht. Während Eisen mit der Lösungsmittelfront läuft, bleiben die anderen Metalle nahe dem Start zurück; es ist dem zu Folge eine sichere Trennung des Bleis von den anderen Metallen möglich.

B. *Anfertigen einer Eichkurve.* Auf ein Blatt Chromatographiepapier (*Macherey & Nagel* MN 214 AC 10%) von 16 × 27 cm werden 3 cm vom unteren (längeren) Rand je 10 μ l von vier wässrigen Bleiacetatlösungen im Abstand von 4 cm zueinander aufgetragen, die 0,1-, 0,05-, 0,033-, 0,025-proz. an Blei sind.

Als Laufmittel dient ein Gemisch von Dioxan:Butanol:Salzsäure 1,5N:Acetylaceton (50:50:20:0,5 Vol.), mit dem zuerst die Atmosphäre des Chromatographietanks gesättigt wird;

Laufzeit bei 20° 5 Std. Nach der Trocknung des Chromatogramms an der Luft wird mit frisch zubereiteter 0,2-proz. wässriger Kaliumrhodizonatlösung gesprüht und wiederum an der Luft getrocknet. Die blauen Flecke des Bleis haben einen Rf-Wert von 0,62.

Aus dem Chromatogramm wird nun ein Streifen von 16 × 4 cm mit den Bleiflecken ausgeschnitten, im Vakuumexsikkator mit Silikonöl A (*Bayer*) getränkt, um ihn transparent zu machen, und anschliessend zwischen zwei gleich grosse Planglasplatten eingebettet. Mit einem *Elphor*-Handauswertegerät misst man die Extinktion der Flecke. In ein Koordinatensystem gegen den Papiervorschub aufgetragen ergeben die Extinktionen vier Pike (Figur 1).

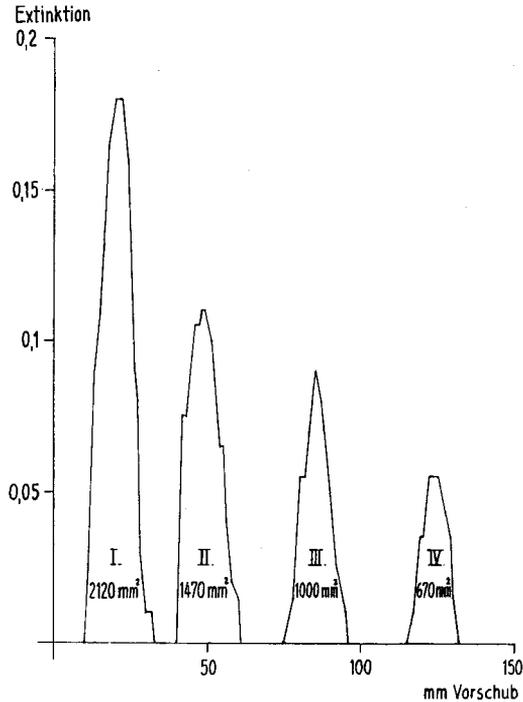


Fig. 1. Konstruktion der Pike für die Anfertigung der Eichkurve

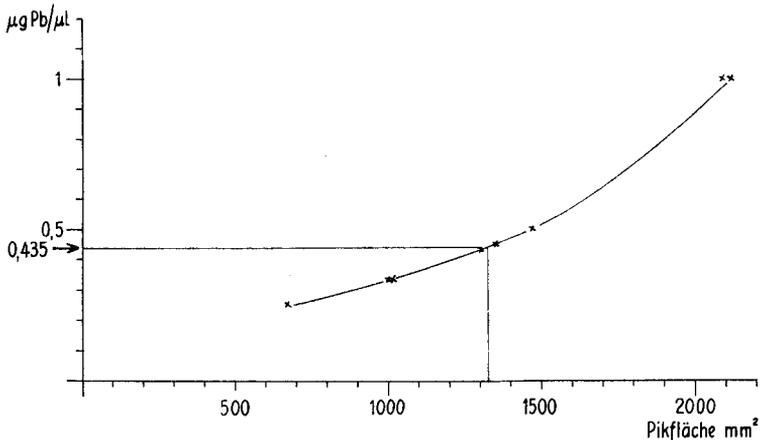


Fig. 2. Eichkurve

Die Pike werden planimetriert und ihre Flächen gegen die Bleikonzentrationen der verwendeten Lösungen aufgetragen. Die so erhaltene Eichkurve (s. Fig. 2) gestattet es, unbekannte Bleilösungen zu bestimmen.

C. Bestimmung des Bleigehaltes im Luftstaub: Zur Bestimmung gelangte Luftstaub, der auf einem Hochspannungselektrofilter gesammelt wurde.

Innert 31 Tagen wurden $21,6 \cdot 10^6 \text{ m}^3$ Luft angesaugt und daraus 3634 g Staub abgeschieden; dies entspricht einer Luftverschmutzung von $107 \mu\text{g}/\text{m}^3$. 10 g Staub wurden in 50 ml konz. Salzsäure gelöst, die Lösung durch eine Glasfritte filtriert und das Filtrat zu 100 ml aufgefüllt. Diese Lösung wurde wie unter B beschrieben chromatographiert. Aufgetragen wurden:

| | |
|--------------|---|
| Pik V und VI | 10 μl Luftstaubextrakt |
| Pik VII | 10 μl Bleiacetatlösung, /0,1% Bleigehalt |
| Pik VIII | 10 μl Bleiacetatlösung, /0,033% Bleigehalt |

Nach der Auswertung im Elphor und Konstruktion der Pike (Figur 3) wird aus der Eichkurve

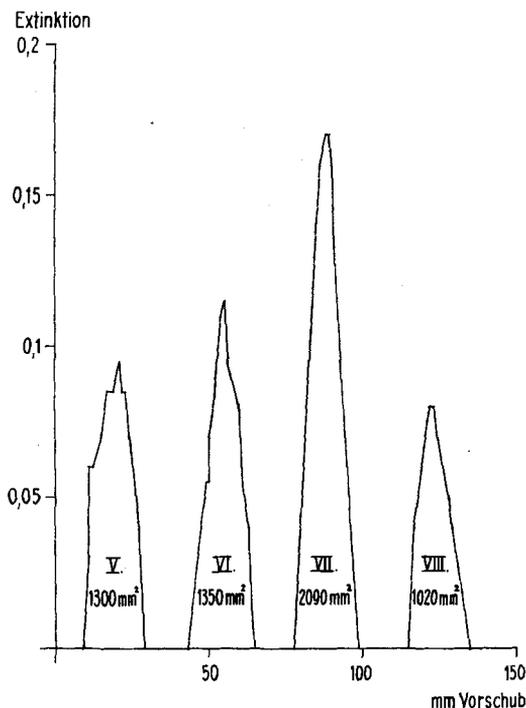


Fig. 3. Konstruktion der Pike einer Bleibestimmung

ein Bleigehalt der Lösung von $0,435 \mu\text{g}/\mu\text{l}$ (Mittelwert der zwei Einzelresultate: $0,430 \mu\text{g}$ (Pik V) und $0,440 \mu\text{g}$ (Pik VI)) ermittelt. Die beiden bekannten Bleilösungen laufen zur Kontrolle mit.

Es ergibt sich ein Bleigehalt des Luftstaubs von $0,435\%$, was $0,52 \text{ mg Blei}/1000 \text{ m}^3$ Luft entspricht. Der Fehler der Bestimmung liegt bei $5 \text{ mg}/100 \text{ ml}$ Bleilösung. Die Abweichung zwischen zwei Bestimmungen unbekannter Bleilösungen beträgt $\pm 1,15\%$.

LITERATURVERZEICHNIS

[1] H. Kastien & R. Tomingas, *Helv.* 49, 2348 (1966).
 [2] K. Randerrath, «Dünnschichtchromatographie», S. 275, Verl. Chemie, Weinheim/Bergstr. 1965