

Weitere Trennungen von Spaltprodukten und künstlich hergestellten Radionukliden werden zu gegebener Zeit mitgeteilt.

*Institut für Radiochemie,  
Kernforschungszentrum Karlsruhe  
(Deutschland)*

H. SCHROEDER

- <sup>1</sup> G. P. BAXTER UND R. G. GRIFFIN, *Am. Chem. J.*, 34 (1905) 204.
- <sup>2</sup> H. TERLET UND A. BRIAU, *Ann. fals. et fraudes*, 28 (1935) 546.
- <sup>3</sup> L. GISIGER, *Z. anal. Chem.*, 115 (1938) 15.
- <sup>4</sup> W. P. THISTLETHWAITE, *Analyst*, 72 (1947) 531.
- <sup>5</sup> H. BUCHWALD UND W. P. THISTLETHWAITE, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 5 (1958) 341.
- <sup>6</sup> J. VAN R. SMIT, *Nature*, 181 (1958) 1530.
- <sup>7</sup> J. VAN R. SMIT, J. J. JACOBS UND W. ROBB, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 95.
- <sup>8</sup> J. KRTEL UND V. KOUŘÍM, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 367.
- <sup>9</sup> J. VAN R. SMIT, W. ROBB UND J. J. JACOBS, *J. Inorg. & Nuclear Chem.*, 12 (1959) 104.
- <sup>10</sup> J. VAN R. SMIT, W. ROBB UND J. J. JACOBS, *Nucleonics*, 17 (1959) 116.
- <sup>11</sup> G. ALBERTI UND G. GRASSINI, *J. Chromatog.*, 4 (1960) 423.

Eingegangen den 6. Juli 1961

*J. Chromatog.*, 6 (1961) 361-363

### **Chromatographie en phase gazeuse: caractérisation univoque des pics des dérivés halogénés dans un chromatogramme complexe**

L'analyse des solvants complexes par chromatographie en phase gazeuse pose souvent la question de l'identification univoque des pics obtenus sur les enregistrements. Il arrive fréquemment, lorsque les solvants en question renferment à la fois des substances définies et des dérivés du pétrole par exemple, que les rares pics des premières soient plus ou moins masqués par quelques uns des nombreux pics des hydrocarbures constitutifs des seconds. C'est souvent le cas, pour certains mélanges à base de trichloréthylène, de méthylchloroforme, ou encore de chlorure de méthylène, d'une part et d'essence d'autre part, que l'on rencontre dans diverses industries. Pour ces mélanges, et, d'ailleurs, d'une manière générale, le fait qu'un pic occupe la place que devraient occuper le trichloréthylène, le méthylchloroforme ou le chlorure de méthyle, pour s'en tenir à ces trois seuls composés, ne prouve pas que l'on a réellement affaire à chacun d'eux.

Il importe donc de pouvoir attribuer sans équivoque les pics observés aux composés dont on soupçonne la présence, et, dans le cas des dérivés halogénés, une technique simple permet d'y parvenir.

Elle consiste à mettre à profit le fait bien connu que la combustion d'un tel dérivé, lorsqu'elle est accomplie en présence de cuivre métallique, s'accompagne de l'émission d'une lueur bleue verdâtre caractéristique.

*J. Chromatog.*, 6 (1961) 363-365

On peut adapter cette réaction à la chromatographie en phase gazeuse de deux manières différentes:

(1) Si le gaz vecteur utilisé est de l'hydrogène, il suffit, à la sortie du catharomètre, de constituer un brûleur formé d'une simple aiguille hypodermique en acier inoxydable, maintenue verticale et dans le canal central de laquelle on a introduit un fil de cuivre de faible diamètre, avantageusement constitué par un brin unique détaché d'un fil électrique dit "fil souple". Le brin doit émerger de l'aiguille de 2 à 3 mm au plus.

(2) Si le gaz vecteur utilisé n'est pas de l'hydrogène, on peut mélanger l'effluent de la colonne avec de l'hydrogène, dès la sortie du catharomètre, et opérer ensuite comme précédemment.

Dans l'un et l'autre cas, on a intérêt à placer le brûleur dans une enceinte qui permet l'observation de la flamme sans être gêné par la lumière ambiante (voir Fig. 1).

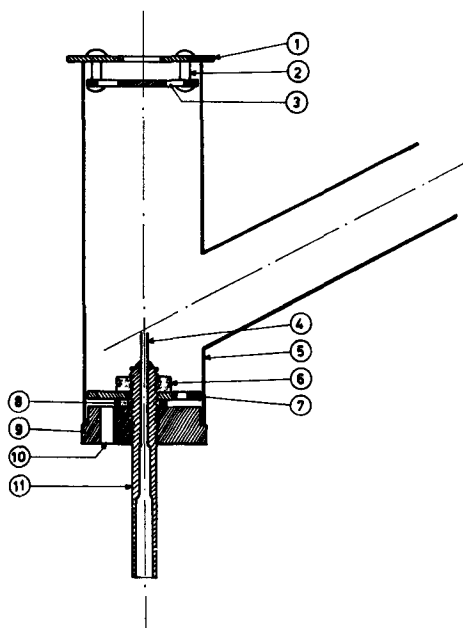


Fig. 1. Dispositif pour l'observation de la sortie des dérivés halogénés. 1 = Couvercle; 2 = Entretoises rivées; 3 = Plaque perforée; 4 = Brûleur capillaire en acier inoxydable; 5 = Enceinte permettant l'observation visuelle de la flamme; 6 = Écrou plat; 7 = Disque perforé dont les trous sont contrariés par rapport à ceux (10) du socle (9); 8 = Rondelle d'épaisseur; 9 = Socle; 10 = Arrivée d'aération; 11 = Tubulure se raccordant à la sortie du catharomètre.

Le moindre pic d'un dérivé halogéné se traduit par l'apparition de la coloration bleu-verdâtre de la flamme. Si l'on dispose d'un enregistreur grâce auquel on peut marquer un top marginal, par une commande électrique sur laquelle l'opérateur agit pendant tout le temps que dure la lueur caractéristique, on a là un moyen commode de souligner directement, sur l'enregistrement, tout pic appartenant à un dérivé halogéné quelconque, à l'exception des dérivés fluorés naturellement, quels que soient les pics qui l'entourent ou même qui interfèrent avec lui. L'identification

définitive résulte de la mesure du temps de rétention du ou des pics soulignés comme à l'accoutumée (voir Fig. 2).

Une vingtaine de dérivés chlorés, bromés et iodés ont été essayés, qui tous ont donné une réponse positive à ce test simple. La réaction paraît sensible, des pics de quelques millimètres de hauteur seulement, pour un catharomètre réglé au maximum de sa sensibilité, donnant une lueur encore perceptible.

Il n'est pas impossible que l'intensité de la lueur puisse être mise à profit, au

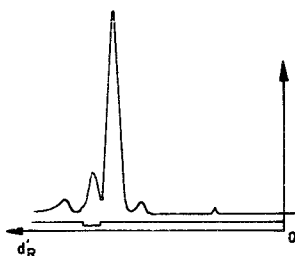


Fig. 2. Marquage du pic d'un dérivé halogéné sur le chromatogramme pendant la sortie de celui-ci.

moyen d'un photomultiplicateur d'électrons, pour réaliser, sur un enregistrement séparé, le tracé des pics des seuls dérivés halogénés présents dans un mélange complexe, et peut être leur dosage.

Sans attendre ce perfectionnement, le dispositif simple décrit ci-dessus rend déjà service dans la pratique de nos déterminations analytiques courantes, pour lesquelles la caractérisation univoque des dérivés halogénés ne pose plus de problème.

Laboratoire Municipal,  
Paris (France)

P. CHOVIN  
J. LEBBE  
H. MOUREU

Reçu le 15 mai 1961

*J. Chromatog.*, 6 (1961) 363-365

### Dünnschichtchromatographische Trennung von Nucleinsäure-Derivaten an Celluloseschichten

Die Dünnschichtchromatographie<sup>1</sup> von Nucleinsäure-Derivaten an den bisher gebräuchlichen Schichten (aus Kieselgel G und Aluminiumoxid G für Dünnschichtchromatographie\*) erwies sich in orientierenden Versuchen als unvorteilhaft. Der einfache Nachweis dieser Verbindungen durch Betrachtung im U.V.-Licht<sup>2</sup> wird durch die Eigenabsorption der Schichten gestört. Dies ist bei von uns hergestellten Cellulosepulvern für die Dünnschichtchromatographie nicht der Fall. Seit kurzem ist auch ein Cellulosepulver für dieses Verfahren im Handel erhältlich\*\*. Das gipsfreie Cellulosepulver MN 300\*\* ergibt ohne Bindemittel mit Aceton recht fest haftende Schichten.

\* Fa. Merck, Darmstadt (Deutschland).

\*\* Fa. Macherey, Nagel & Co., Düren (Deutschland).