

Résultats

Ils sont consignés dans le Tableau I.

Les courbes représentatives de variation du R_F en fonction de la molarité HCl pour les mélanges *n*-butanol-HCl (1:1) sont réunies à la Fig. 2.

L'examen des autoradiogrammes et des courbes d'activité des chromatogrammes que nous n'avons pas représentées ici montre:

(a) Pour Pu(III), l'existence d'un seul spot pour toutes les molarités de HCl.

(b) Pour Pu(IV), l'existence d'une seule tache jusqu'à la molarité 8 *M* de HCl; cette tache donne une petite comète pour les molarités HCl allant de 4 *M* jusqu'à 8 *M*; pour HCl 10 *M*, la tache Pu(IV) est, au contraire, précédée d'une longue traînée.

(c) Pour Pu(VI), on a deux taches très nettes jusqu'à HCl 5 *M*, puis aux molarités plus élevées, une seule tache précédée d'une longue traînée. L'examen du tableau des valeurs R_F permet de penser que le Pu(VI) est réduit à l'état IV (tache la plus près de l'origine) pour les molarités HCl inférieures à 4 *M*; pour les molarités HCl supérieures, il est difficile de conclure sur l'état de valence de cette forme réduite.

(d) Pour Am(III), on note, dans tous les cas, l'existence d'une seule tache.

(e) Pour U(IV) et U(VI), on note toujours une seule tache, le papier n'ayant aucun effet réducteur sur l'U(VI).

L'examen des courbes de la Fig. 2 montre une allure générale identique pour Pu(III), Pu(IV), Am(III) et U(IV) ainsi que pour la forme réduite du Pu(VI); U(VI) et Pu(VI) donnent des courbes similaires, comme on pouvait s'y attendre.

*Commissariat à l'Énergie Atomique,
D.A.M. Laboratoire de Radiochimie des Essais,
Bruyères-le-Châtel, S. et O. (France)*

F. CLANET

¹ R. M. FINK ET K. F. FINK, UCLA-30 (1949).

² M. R. ENGLISH ET J. K. FOREMAN, *Communication faite au XV Congrès de Chimie pure et appliquée de Lisbonne*, 1956, non publiée.

³ R. A. GUEDES DE CARVALHO, *Anal. Chim. Acta*, 16 (1956) 555.

⁴ G. T. SEABORG, J. J. KATZ ET W. M. MANNING, *The Transuranium Elements*, McGraw-Hill Book Co., New York, 1949.

⁵ E. E. BEAULIEU ET C. DEL SECCO, *Ann. biol. clin. (Paris)*, 13 (1955) 152.

Reçu le 20 mars 1961

J. Chromatog., 6 (1961) 85-89

The detection of ϵ -caprolactam on paper chromatograms

Until recently two direct methods have been used for the detection of caprolactam on paper chromatograms.

ZAHN AND REXROTH¹ identified caprolactam as dark blue spots when the paper had been subjected to direct chlorination and afterwards to the action of ammonia and *o*-tolidine in potassium iodide solution.

CZEREPKO^{2,3}, FRANC⁴, and PAVLIČKOVA⁵ used potassium bismuth iodide solu-

J. Chromatog., 6 (1961) 89-90

tions for detecting caprolactam. This reagent gives red spots of complex caprolactam compounds on the yellow background of the paper.

It has also been found that caprolactam can be detected on paper chromatograms with iodine, potassium iodoplatinate^{2,3}, or with alcohol solutions of potassium antimony iodide⁶.

In this report a new colour reaction of caprolactam is described which is the result of the action of an alkaline solution of *m*-dinitrobenzene.

Materials and methods. For one-dimensional ascending chromatography rectangular glass jars were used. Whatman No. 1 filter paper was employed.

Aqueous alcohol solutions were used to develop the chromatograms. The composition of the solvent systems is given in the previous publication³. The R_F values of caprolactam in these solvents was 0.8–0.9.

The chromatograms were dried in air. The following reagents were used for spraying:

(a) 1% methanolic solution of *m*-dinitrobenzene (*m*-DNB).

(b) 3 *N* methanolic solution of KOH.

Equal volumes of reagents (a) and (b) were mixed immediately before spraying the chromatograms.

Results. On the chromatograms, developed by means of the alkaline methanolic solution of *m*-DNB, caprolactam appeared in a few minutes in the form of intensive heather-coloured spots on the pale pink background of the filter paper. After 45 minutes the colour of the spots is deepest and after 2–3 hours the spots disappear.

The sensitivity of this reaction is about 5 μ g of caprolactam. It is therefore similar to the reaction with potassium bismuthiodide in the modification that we employed³, and hence it may be presumed that it could also be used for quantitative analysis.

The coloured compound obtained from caprolactam and *m*-DNB probably results from an alkaline condensation of the two compounds, a process similar to that occurring in the ZIMMERMANN⁷ reaction where *m*-DNB also gives a violet-red colour reaction with 17-ketosteroids.

*Department of General Chemistry, Medical Academy,
Białystok (Poland)*

KAZIMIERZ CZEREPKO

¹ H. ZAHN AND E. REXROTH, *Z. anal. Chem.*, 148 (1955) 181.

² K. CZEREPKO AND H. SIKORSKA-TOMICKA, *Protokół z konferencji naukowej "Tworzywa sztuczne w medycynie i biologii"*, Gliwice, 1956.

³ K. CZEREPKO, *Mikrochim. Acta*, (1958) 638.

⁴ J. FRANC, *Chem. listy*, 50 (1956) 1246.

⁵ PAVLIČKOVA, personal communication in I. M. HAIS AND K. MACEK, *Handbuch der Papierchromatographie*, Vol. I, Gustav Fischer Verlag, Jena, 1958, p. 407.

⁶ K. CZEREPKO, *VI Jubileuszowy Zjazd Polskiego Towarzystwa Chemicznego, Komunikaty*, Warszawa, 1959, p. 306.

⁷ W. ZIMMERMANN, *Chemische Bestimmungsmethoden von Steroidhormonen*, Springer Verlag, Berlin, 1955.

Received February 28th, 1961