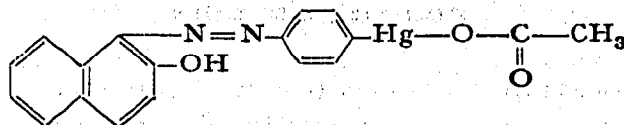


## Notes

Anfärbung von Sulfhydryl-Verbindungen nach  
papieroelektrophoretischer Trennung

Verbindungen mit -SH-Gruppen lassen sich papieroelektrophoretisch in 16-17 Stunden bei 220 V auf mit Acetatpuffer (pH 6.0,  $\mu = 0.1$ ) getränkten Streifen (Schleicher & Schüll 2043 b Mgl, ausgewaschen) trennen. Für die anschließende Nachweis-Reaktion ist es von Bedeutung, dass die Trocknung entweder im Stickstoff-Strom oder bei niedriger Temperatur (Gefriertrocknung) erfolgt. Trocknung bei Zimmertemperatur und in der Atmosphäre führt zur praktisch vollständigen Oxydation aller SH-Verbindungen.

In Erweiterung der von BENNET UND YPHANTIS<sup>1</sup> vorgeschlagenen Methode wurde 1-(4-Acetoxymercuriphenylazo)-naphthol-2



zum Nachweis auf dem Papier angewandt. Es handelt sich dabei um eine geänderte Vorschrift von FLESCH UND KUN<sup>2</sup>, die 1-(4-Chlormercuriphenylazo)-naphthol-2 benutzen. Für den Nachweis wird der getrocknete Streifen mit einer Lösung von 3 mg 1-(4-Acetoxymercuriphenylazo)-naphthol-2\* in 100 ml Amylacetat mit Stickstoff aus der Bombe besprüht. Nach 3-5 Minuten werden die Streifen in Amylacetat kurz ausgewaschen.

TABELLE I

Verbindung	Reaktion	Nachweisgrenze in $\mu\text{g/cm}^2$	Elektrophore- tische Beweg- lichkeit bei 4 °C in $\text{cm/h}$
Äthylmerkaptan	+	$10^{-6}$	
Cystein	+	$7 \cdot 10^{-8}$	+ 0.57
Cystin	—		
GSH (Glutathion)	+	$10^{-7}$	+ 0.40
GSSG	—		+ 0.50
Methionin	—		
Thiouracil	+	$2 \cdot 10^{-5}$	
Thioharnstoff	+	$10^{-5}$	
Albumin	+	$10^{-5}$	
Globulin	+	$10^{-5}$	
Co-Carboxylase	—		

\* Für die Herstellung des Reagens danke ich Herrn Drs. J. H. F. BAAK (Organisch-chemisches Laboratorium der Universität, Nijmegen).

Alle Sulfhydryl-Verbindungen geben orange-rote Flecken (Tabelle I). Die Nachweisgrenze liegt zwischen  $2 \cdot 10^{-5}$  und  $7 \cdot 10^{-7}$  g/cm<sup>2</sup>. Die Farbreaktion auf dem Papier kann verstärkt werden, wenn man den besprühten und ausgewaschenen Streifen in Chlorwasserstoff-Dampf bringt.

Die Farbreaktion bleibt mehr als 24 Stunden beständig.

*Botanisches Laboratorium der Universität,  
Nijmegen (Niederlande)*

J. A. M. SCHRAUWEN

<sup>1</sup> H. S. BENNET AND D. A. YPHANTIS, *J. Am. Chem. Soc.*, 70 (1948) 3522.

<sup>2</sup> P. FLESCH AND E. KUN, *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.*, 74 (1950) 249.

Eingegangen den 25. Juni 1962

*J. Chromatog.*, 10 (1963) 113-114

## Gas chromatographic analysis of aqueous alcohols

### II. Quantitative analysis of aqueous butanol solutions containing non-volatile salts

In a previous communication<sup>1</sup> a procedure was reported for the qualitative gas chromatographic analysis of aqueous alcohols. The method makes use of a mixed stationary phase of sorbitol-di-(2-ethylhexyl) sebacate, the sorbitol acting as a retardant for water. Because of the very bad tailing of the water peak it was not possible to perform quantitative analyses by the peak area normalisation method. BREALEY *et al.*<sup>2</sup> overcame this difficulty in the analysis of aqueous solutions by the use of an internal standard. This technique has now been successfully applied to the analysis of aqueous *n*-butanol solutions, *n*-propanol serving as the internal standard. It has been found in this work that more accurate results were obtained when the concentration of the internal standard in the sample approached that of the component to be determined.

Peak areas for both *n*-butanol and *n*-propanol increased linearly with sample size up to a volume of 10  $\mu$ l of the pure components. For larger samples a decrease in detector (katharometer) response was noted.

The retention time of water was found to be a function of the absolute quantity injected; the larger the quantity, the shorter the retention time. For aqueous solutions of *n*-butanol, the largest sample that could be injected without obscuring the butanol peak by that of water was 100  $\mu$ l. This gave rise to a detection limit (katharometer) for *n*-butanol in water of 0.01%.

The results obtained by this method are compared in Table I with those of a colorimetric procedure based on oxidation with dichromate<sup>3</sup>, as well as with the results obtained by difference from the determination of the water content by the Karl Fisher method. The effect of the internal standard concentration on the accuracy of the results is also indicated in this table.

Peak areas were measured by triangulation and a calibration factor of 1.08 was

*J. Chromatog.*, 10 (1963) 114-116