

Results and discussion

Table I lists the R_F values of the chlorocresols and chloroxylenols. The spots were free of tailing. 6-Chloro-*o*-cresol could not be separated from 4,6-dichloro-*o*-cresol with any of the solvent systems tried. Low R_F values were exhibited in solvent system A which has the lowest polarity. R_F values in solvents B and C were about the same. Generally the R_F values increased with increasing substitution in the nucleus; 6-chloro-*o*-cresol and 6-chloro-*m*-cresol showed comparatively high R_F values in solvent A. The R_F values for *o*-substituted compounds are higher than for the corresponding *m*-isomer, a result perhaps of the *ortho* effect⁵. Thus the $R_F \times 100$ values in solvent B were: *m*-cresol 34, *o*-cresol 50, 4-chloro-*m*-cresol 55, 6-chloro-*o*-cresol 73, 3,4-dimethylphenol 44, 6-chloro-3,4-dimethylphenol 79. The effect is more pronounced in the 2,6-disubstituted products as seen in the $R_F \times 100$ values for 4-chloro-*o*-cresol 66, 6-chloro-*o*-cresol 89, 6-chloro-3,4-dimethylphenol 79, and 2,6-dichloro-3,4-dimethylphenol 92. In these disubstituted products the relative order was generally maintained in all the three solvent systems.

Regional Research Laboratory, Hyderabad (India)

SAJID HUSAIN

¹ J. MŁODICKA, *Chem. Anal. (Warsaw)*, 4 (1959) 157.

² D. SCHLEEDE, *Brennstoff-Chem.*, 36 (1955) 78.

³ W. M. AZOUZ, D. V. PARKE AND R. T. WILLIAMS, *Biochem. J.*, 59 (1955) 410.

⁴ E. GREBENOUSKY, *Z. Anal. Chem.*, 185 (1962) 290.

⁵ D. W. GRANT, *Coal Tar Res. Ass., U.K., Rept.*, No. 0178 (1957).

Received August 12th, 1964

J. Chromatog., 18 (1965) 197-198

Papierchromatographische Analyse von Aerosolbestandteilen

Kennzeichnend für ein Aerosol sind seine Teilchengröße und elektrische Ladung, Teilchenkonzentration und seine chemische Zusammensetzung. Zahlreiche Untersuchungen über Aerosole sind unter vorwiegend physikalischen Aspekten durchgeführt worden, wie die der Teilchengröße, Teilchengrößenverteilung oder die der elektrischen Ladungsverhältnisse¹⁻³.

Um Kenntnis von der chemischen Struktur und dem quantitativen Verhältnis der einzelnen Komponenten eines komplexen Aerosols (Misch-aerosol) zu erhalten, ist eine chemische Analyse nach Abscheidung des Aerosols notwendig.

An Modellversuchen untersuchten wir die Möglichkeit einer unmittelbaren papierchromatographischen Analyse von homo- oder heterodispersen Misch-aerosolen, die mit den üblichen Methoden (Membranfilter, Cascade impector⁴⁻⁶) aufgefangen bzw. niedergeschlagen werden können. Es wurde von uns eine Farbstofflösung, die aus gleichen Volumina Methylenblau (12 g/l) und Fuchsin (1.7 g/l) bestand, durch einen kleinen Ultraschallvernebler (ca 20 W), der eine sehr dichte und feinverteilte Aerosolerzeugung gestattet^{7,8}, in den Aerosolzustand übergeführt. Die gebildeten

J. Chromatog., 18 (1965) 198-200

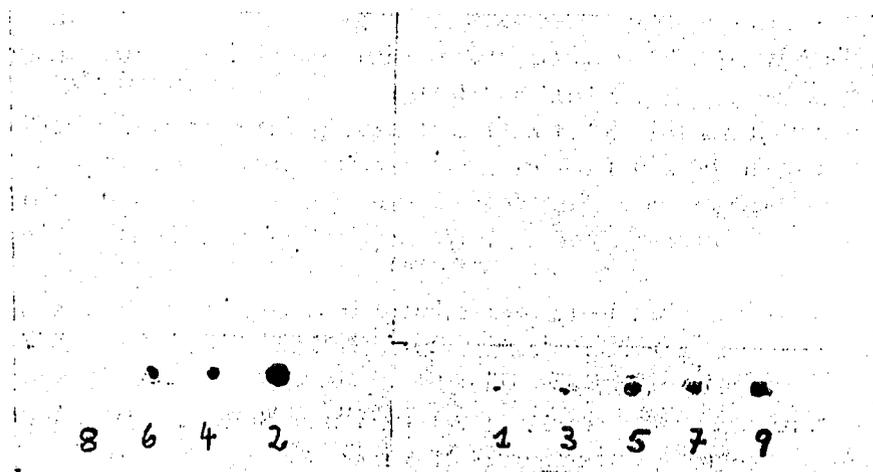


Fig. 1. Papierbögen mit den fraktionierten Abscheidungen der komplexen Aerosolpartikel im Teilchenanalysator nach DIRNAGL. Rechte Seite: Fraktionen 1, 3, 5, 7, 9; linke Seite: Fraktionen 2, 4, 6, 8.

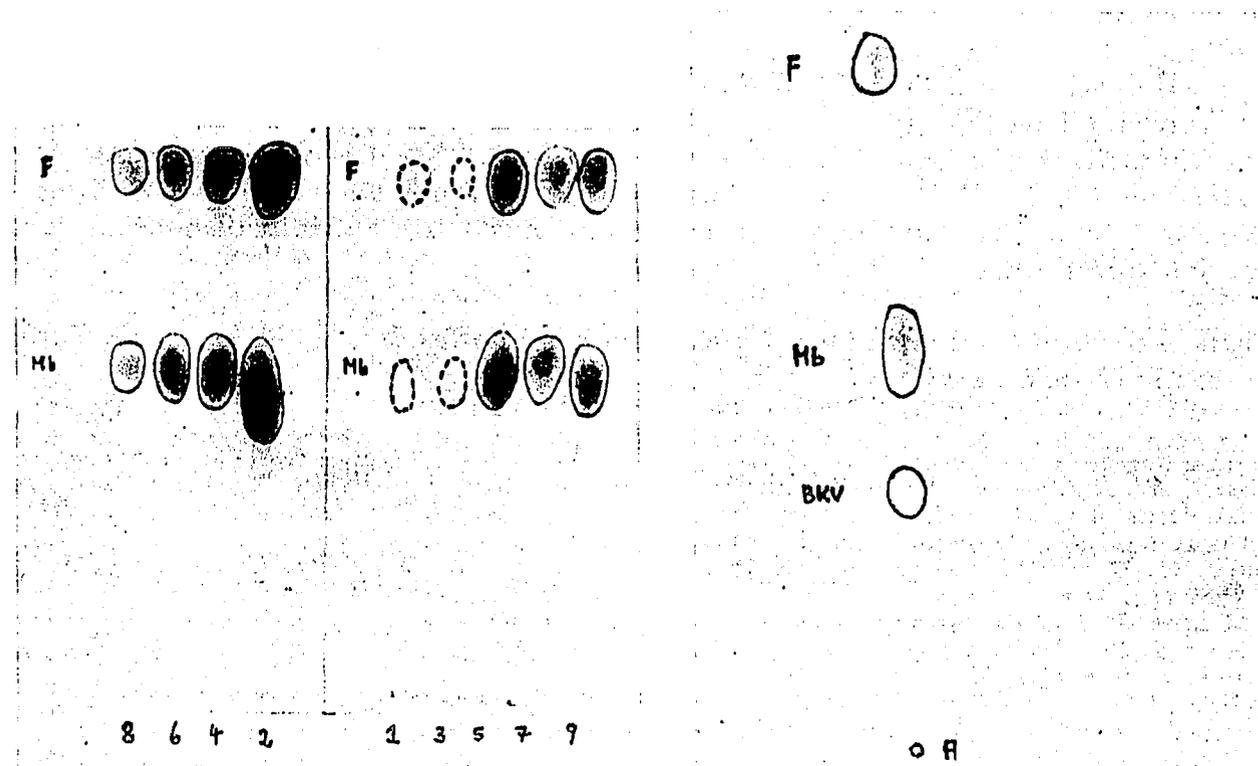


Fig. 2. Papierchromatogramme der einzelnen Aerosolfractionen (1-9). Mb = Methylenblau; F = Fuchsin. Fließmittel: *n*-Butanol-Essigsäure-Wasser (4:1:5).

Fig. 3. Papierchromatogramm eines niedergeschlagenen komplexen Aerosols, das aus den drei Komponenten Brenzkatechinviolett (BKV), Methylenblau (Mb) und Fuchsin (F) bestand. A = Aufschlagfläche des Misch-aerosols. Fließmittel: *n*-Butanol-Essigsäure-Wasser (4:1:5).

Farbstoffaerosole wurden anschliessend in eine Mischkammer geleitet. Das Teilchenspektrum der Aerosole in der Mischkammer konnte durch eine spezielle Anordnung besonders eng im Bereich von 0.3μ bis 1μ gehalten werden.

Das Misch-aerosol wurde anschliessend für die Dauer von 5 Min. in den Pralldüsenabscheider nach DIRNAGL⁹ eingeleitet. An 9 der 10 Austrittsdüsen erfolgte eine fraktionierte Abscheidung, je nach Grösse der Aerosolteilchen ($0.3-1 \mu$), direkt auf Chromatographiepapierbögen (Schleicher & Schüll 2043), die an beiden Seiten des Teilchenanalysators eingespannt sind.

Fig. 1 zeigt deutlich die Aerosolabscheidungsverteilung auf den Papierbögen, die den verschiedenen Austrittsdüsen 1-9 entsprechen. Durch anschliessende aufsteigende Chromatographie in *n*-Butanol-Eisessig-Wasser (4:1:5) als Fließmittel konnten die verschiedenen Abscheidungsfraktionen (1-9) in ihre Bestandteile Methylenblau und Fuchsin eindeutig aufgetrennt werden (siehe Fig. 2).

Die unterschiedliche Intensität und Grösse der Flecken zeigen die Konzentrationsverhältnisse in den einzelnen Niederschlagsfraktionen an. Die so lokalisierten Flecken von Methylenblau und Fuchsin können nun ausgeschnitten und eluiert werden. Durch Extinktionsmessung der Eluate am Spektralphotometer lassen sich die Konzentrationen der beiden Farbstoffe in den einzelnen Aerosolabscheidungsfraktionen bestimmen.

Ein aus den drei Komponenten Brenzkatechinviolett, Methylenblau und Fuchsin bestehendes Misch-aerosol konnte durch das gleiche Verfahren sehr gut aufgetrennt werden (siehe Fig. 3).

Die quantitative Bestimmung von ungefärbten Substanzen lässt sich auf die gleiche Art vielfach durch ihre Überführung auf dem Papier oder ihrer Eluate in gefärbte Verbindungen, oder in einigen Fällen direkt durch ihre Extinktionsmessung im U.V.-Bereich durchführen.

*Physiologisch-Chemisches Institut der Universität des Saarlandes,
Homburg/Saar (Deutschland)*

E. ZOCH

- 1 Übersichtsreferate: I. H. ENGELHARD, *Z. Aerosol-Forsch.-Therap.*, 8 (1960) 290; CH. H. MARTIUS, *Zentr. Biol. Aerosol Forsch.*, 9 (1960/1961) 61; CH. H. MARTIUS, *Zentr. Biol. Aerosol Forsch.*, 10 (1962) 63.
- 2 M. A. FISHER, *J. Soc. Cosmetic Chemists*, 7 (1956) 77.
- 3 A. GOETZ, H. R. J. STEVENSON UND O. PREINING, *J. Air Pollution Control Assoc.*, 10, Nr. 5 (1960) 378, 414, 416.
- 4 K. H. MAIER, *Kolloid Z.*, 146 (1956) 151.
- 5 K. R. MAY, *J. Sci. Instr.*, 22 (1945) 187.
- 6 L. SONKIN, *J. Ind. Hyg. Toxicol.*, 28 (1946) 269.
- 7 K. BISA, K. DIRNAGL UND R. ESCHÉ, *Z. Aerosol-Forsch.-Therap.*, 3 (1954) 441.
- 8 R. ESCHÉ, *Z. Aerosol-Forsch.-Therap.*, 4 (1955) 448.
- 9 K. DIRNAGL, *Arch. Physik. Therapie*, 4 (1952) 316.

Eingegangen den 24. August 1964

J. Chromatog., 18 (1965) 198-200