

CHROM. 3972

## Dünnschichtchromatographische Trennung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen, die als Luftverunreinigungen auftreten können

### Problematik

Bei der quantitativen Fluoreszenzanalyse polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoffe aus der Staubverunreinigung der Luft nach MONKMAN *et al.*<sup>1</sup> bereitet die Auseinanderhaltung von 3,4-Benzfluoranthren, 1,2-Benzpyren und 3,4-Benzpyren Schwierigkeiten, weil sich die charakteristischen Fluoreszenzmaxima der drei Kohlenwasserstoffe bei der Mess-Wellenlänge überlagern und gegenseitig stören. 3,4-Benzfluoranthren strahlt auch in relativ geringen Mengen sehr stark, während 1,2-Benzpyren nicht stark fluoresziert, aber die Bestimmung von 3,4-Benzpyren dennoch behindert, weil es gerade in Russ- und Staubextrakten in grosser Menge auftreten kann.

Es ist daher angezeigt, vor der quantitativen Fluoreszenzmessung eine Trennung der drei Kohlenwasserstoffe vorzunehmen. Dazu ist die Dünnschichtchromatographie nach BADGER *et al.*<sup>2</sup>, SAWICKI *et al.*<sup>3</sup>, KUNTE<sup>4</sup> und andern Autoren gut geeignet. Allerdings muss nach diesen Angaben das zu trennende Gemisch oft mehrfach in derselben Richtung oder nach zwei Richtungen entwickelt werden, oder es ist eine Kombination mehrerer Adsorbentien notwendig, um den gewünschten Trenneffekt zu erzielen. Auch dauert in einzelnen Fällen das Trocknen der Platten nach dem Auftragen der Schicht und nach dem Entwickeln oder das Entwickeln selbst mehrere Stunden.

Die im folgenden beschriebene Methode kennt keinen dieser Nachteile und ermöglicht ausserdem die zusätzliche Abtrennung von 1,2-Benzanthracen.

### Methode

*Reagenzien und Apparate.* Es wurden verwendet: Cellulosepulver MN 300 AC mit einem Acetylgehalt von ca. 20 % (Macherey, Nagel & Co., Düren); Cyclohexan 99.5 % p.a., Äthanol 99 % p.a., Dichlormethan 99.5 % p.a. (Merck AG, Darmstadt); 1,2-Benzanthracen, 1,2-Benzpyren und 3,4-Benzpyren von Fluka AG, Buchs; 3,4-Benzfluoranthren von Rütgerswerke AG, Castrop-Rauxel. Die Platten wurden mit einer Ausrüstung von Desaga GmbH, Heidelberg beschichtet und in einer Chromato-Vue-Box von Ultra-Violet Products Inc., San Gabriel, Calif. geprüft.

*Beschichtung der Platten.* Acetyliertes Cellulosepulver (10 g, genügend für zehn Platten 10 × 15 cm) wurden in 50 ml Äthanol aufgeschlämmt und in einer Dicke von 250  $\mu$  auf die Platten aufgetragen. Die Schicht wurde 15 Min. an der Luft getrocknet und bis zum Gebrauch im Exsikkator aufbewahrt.

*Entwicklung.* Eine Cyclohexanlösung des Testgemisches wurde auf die Dünnschichtplatte aufgetragen, an der Luft getrocknet und mit Äthanol-Dichlormethan-Wasser (20:10:1) 10 cm laufen gelassen. Die Entwicklung beanspruchte ca. 30 Min.

### Resultat

Die Methode erwies sich als rasch und empfindlich. In weniger als einer Stunde gelang es, 0.0001 bis 0.1  $\mu$ g Testgemisch zu trennen. Die Flecken des getrennten Gemisches wurden unter U.V.-Bestrahlung sichtbar gemacht und durch Vergleich mit Chromatogrammen der Reinsubstanzen identifiziert. Die Substanzflecken waren sauber getrennt und wiesen die folgenden  $R_F$ -Werte auf (Tabelle I).

TABELLE I

*R<sub>F</sub>*-WERTE DER GETRENNTEN POLYZYKLISCHEN AROMATEN

| <i>Kohlenwasserstoff</i> | <i>R<sub>F</sub>-Wert</i> |
|--------------------------|---------------------------|
| 3,4-Benzpyren            | 0.32                      |
| 3,4-Benzfluoranthren     | 0.49                      |
| 1,2-Benzanthracen        | 0.62                      |
| 1,2-Benzpyren            | 0.70                      |

Anschliessend an diese Trennung ist es möglich, die Substanzen aus der Dünnschicht zu entfernen und zur quantitativen Bestimmung ihre Fluoreszenz einzeln zu messen.

*Institut für Hygiene und Arbeitsphysiologie  
der Eidg. Technischen Hochschule,  
Zürich (Schweiz)*

R. SCHAAD  
R. BACHMANN  
A. GILGEN

- 1 J. L. MONKMAN, G. E. MOORE UND M. KATZ, *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, 23 (1962) 487.
- 2 G. M. BADGER, J. K. DONNELLY UND T. M. SPOTSWOOD, *J. Chromatog.*, 10 (1963) 397.
- 3 E. SAWICKI, T. R. STANLEY, J. D. PFAFF UND W. C. ELBERT, *Chemist-Analyst*, 53 (1964) 6.
- 4 H. KUNTE, *Arch. Hyg.*, 151 (1967) 193.

Eingegangen am 10. Januar 1969

*J. Chromatog.*, 41 (1969) 120-121

CHROM. 3967

### The use of 2,2'-dithiobis-(5-nitropyridine) as a selective reagent for the detection of thiols\*

It was recently found that certain heterocyclic disulfides, in which the sulfur is attached to the ring in appropriate positions, react with thiols in an essentially irreversible manner<sup>1,2</sup>. The heterocyclic thiol formed is in the thione form; this fact causes a large shift of the absorption maxima toward longer wavelengths. In most of the disulfide-thione pairs studied<sup>3</sup>, the wavelength of the thione is still within the U.V. range, and thus not directly visible.

One compound, 2,2'-dithiobis-(5-nitropyridine) (I) however, when treated with a thiol, exhibits a wavelength shift into the visible range, as indicated in Table I, and is suitable for the visual detection of small amounts of thiols. This property can be applied to paper chromatography, electrophoresis, thin-layer chromatography, and

\* This investigation was supported by Public Health Service Research Grant CA 08538, from the National Cancer Institute.

*J. Chromatog.*, 41 (1969) 121-123