

CHROM. 10,445

## Note

---

### Dünnschichtchromatographische Vortrennung 3,4-benzopyrenhaltiger Pflanzen-Extrakte

ROBERT SIEGFRIED

*Bundesanstalt für Ernährung, Aussenstelle Geisenheim, Rüdeshheimer-Str. 12–14, D-6222 Geisenheim/Rhg. (B.R.D.)*

(Eingegangen am 25. Juli 1977)

Um den 3,4-Benzopyren-Gehalt pflanzlichen Materials bestimmen zu können, sind nach Zerkleinerung der Pflanzen und anschliessender Benzol-Extraktion stets weitere Reinigungs- und Anreicherungsschritte durchzuführen. Die im Extrakt enthaltenen Inhaltsstoffe pflanzlichen Ursprungs (Karotine, Chlorophylle, Fette u.a.) stören meist die einwandfreie Trennung auf käuflichen Dünnschichtplatten. Oft ist es auch notwendig, die Extrakte stark einzuengen, um ausreichende Konzentrationen an 3,4-Benzopyren zu erhalten. Diese Extrakte sind dann dickflüssig und lassen sich schlecht auftragen. Ferner werden diese Extrakte auch vom Lösungsmittelgemisch umflossen und die Trennungen sind unvollständig oder völlig misslungen. Säulenchromatographische Reinigungsoperationen sind ebenfalls nicht befriedigend, da sich teilweise grosse Verluste ergeben und der Zeit- und Lösungsmittelaufwand beträchtlich ist.

Im Folgenden wird eine präparative dünnschichtchromatographische (DC) Trennung beschrieben, die es erlaubt, grössere Flüssigkeitsmengen (je nach Extraktgehalt bis zu 3 ml) aufzunehmen und zu trennen.

#### EXPERIMENTELLES UND ERGEBNISSE

Die für die Trennung polyzyklischer Aromate geeignetste Belegung besteht aus ca. 20%iger acetylierter Cellulose<sup>1,2</sup>. Von der Fa. Schleicher & Schüll bezogene DC-Platten (G 1800/21 ac Vers. Nr. 69/74) mit ca. 0.25 mm starker Beschichtung erwiesen sich zur Vortrennung als geeignet. Es konnten bis zu 1 ml Extrakt strichförmig auf eine 20 × 20 cm Platte aufgetragen und getrennt werden.

Wir versuchten entsprechende DC-Platten mit möglichst starker Beschichtung selbst herzustellen. Ein Problem liegt darin, die acetylierte Cellulose mechanisch haltbar auf der Glasplatte zu fixieren. Die folgende Arbeitsweise war zur Herstellung von Platten mit Schichtstärken um 1 mm geeignet: 25 g acetylierte Cellulose (Schleicher & Schüll Nr. 123/21 ac) werden in ca. 100 ml Cyclohexan aufgeschlemmt. Hierzu kommt eine Lösung von etwa 0.4 g Styropor (wir nahmen Verpackungsmaterial für DC-Platten) in 50 ml Cyclohexan mit einigen Tropfen Benzol. Alles wird längere Zeit gut durchmischt. Die mit Aceton entfetteten Glasplatten werden in einem Rahmen mit der Suspension übergossen. Durch Schräghalten und Bewegen des Rahmens wird

die acetylierte Cellulose gleichmässig auf den Glasplatten verteilt. Man lässt das Lösungsmittel verdampfen. Die angeführte Menge reicht für 3 bis 4 Platten  $20 \times 20$  cm. Die Platten werden 1 Stunde bei  $100^\circ$  erhitzt und dann direkt verwendet.

Beim Einstellen der DC-Platten in die Laufmittelmischung besteht jedoch die Gefahr, dass sich der eintauchende Teil der Beschichtung ablöst und abfällt. Dies kann auf folgende Weise verhindert werden: Die DC-Platte wird in einen kleinen Trog gestellt, der längs der Mitte unterteilt ist. Diese mittlere Wand ist für das Lösungsmittel durchlässig. Nach dem Einstellen der DC-Platte (siehe Fig. 1) wird in diesen Teil des Troges etwas Aluminiumoxid eingefüllt, so dass der untere Teil der DC-Platte etwa  $1/2$ – $1$  cm damit bedeckt ist. In die leere Kammer des Troges wird dann das Laufmittelgemisch<sup>3</sup> Äther–Methanol–Wasser (4:4:1, v/v/v) eingefüllt.

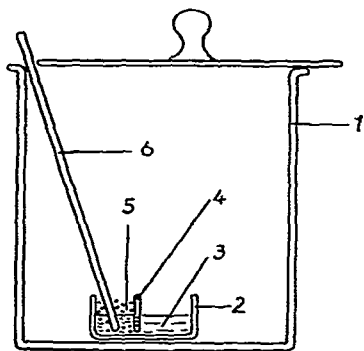


Fig. 1. Vorrichtung für die DC-Vortrennung von 3,4-Benzpyren (siehe Text). 1 = Trennkammer, 2 = Glastrog, 3 = Laufmittel, 4 = poröse Glaswand, 5 = Aluminiumoxidpulver, 6 = DC-Platte.

Nach der Trennung wird die 3,4-benzopyrenhaltige Zone von der Platte abgenommen und in einer Mikroextraktionsapparatur mit Benzol extrahiert. Dieser Extrakt lässt sich jetzt weitgehend einengen und gaschromatographisch oder auf käuflichen DC-Platten trennen. Eine fluoreszenzspektroskopische 3,4-Benzopyren-Bestimmung ist jetzt auf der DC-Platte durchführbar. Die Recoverywerte sind, wenn in abgedunkelten Räumen und in Braunglasapparaturen gearbeitet wird, besser als 90%.

#### LITERATUR

- 1 M. Köhler und H. J. Eichhoff, *Z. Anal. Chem.*, 232 (1967) 401.
- 2 L. Tóth, *J. Chromatogr.*, 50 (1970) 72.
- 3 R. Siegfried, *J. Chromatogr.*, 118 (1976) 270.