

Motivation

Explosivstoffe verdeutlichen neben der Faszination auch die Gefahr für Menschenleben. Zur Gefahrenabwehr wurden Sicherheitskontrollen nicht nur an Flughäfen verschärft. Maximal 100 mL Flüssigkeit dürfen im Handgepäck transportiert werden. Doch was ist mit Cookies, Muffins oder Schokolade (Abb.1)? Kalorienbomben oder explosive Lebensmittel? Eine neue Multimethode zur Analytik von Explosivstoffen verschiedener Substanzklassen wird nachfolgend vorgestellt.



Abb. 1: Kalorienbomben oder explosive Lebensmittel? Nachbildungen von Lebensmitteln, die unter Verwendung von Sprengstoffen zubereitet wurden (J. Kunkle, USA - aus Sicherheitsgründen keine Originalabbildungen)

Ergebnisse und Diskussion

10 vorgegebene Explosivstoffe (Tab. 1) wurden auf HPTLC-Platten Kieselgel 60 F₂₅₄ (Merck) auf Basis von Methanol, Ethylacetat und *n*-Hexan in einem 16-stufigen AMD 2-Gradienten getrennt. Das flüchtige TATP konnte zuvor antiparallel abgetrennt werden. Die unterschiedlichen Sprengstoffklassen wurden anschließend mittels Multidetektion erfasst.

Tab. 1: Übersicht über die 10 Explosivstoffe	<i>h</i> R _F -Werte
HMX (Oktagen, 1,3,5-Triaza-1,3,5-trinitrocyclohexan)	15
RDX (Hexogen, 1,3,5,7-Tetranitro-1,3,5,7-tetraazacyclooctan)	18
HMTD (Hexamethylentriperoxididiamin, 1,6-Diaza-3,4,8,9,12,13-hexaoxa-bicyclo-[4,4,4]tetradecan)	34
Tetryl (N-Methyl-N-2,4,6-tetranitroanilin)	41
NG (Nitroglycerin, Propan-1,2,3-trioltrinitrat)	50
PETN (Nitropenta, 1,3-Dinitrato-2,2-bis-(nitrato-methyl)propan)	59
2,4-DNT (2,4-Dinitrotoluol)	64
2,6-DNT (2,6-Dinitrotoluol)	70
TNT (2,4,6-Trinitrotoluol)	75
TATP (Triacetontriperoxid, 3,3,6,6,9,9-Hexa-methyl-1,2,4,5,7, 8-hexaoxacyclononan)	*

*antiparallel zuvor abgetrennt

UV-Absorption: RDX, HMX, und Tetryl (240 nm), sowie 2,6-DNT, TNT (250 nm) und 2,4-DNT (270 nm) wurden densitometrisch detektiert (Abb. 2). NG und PETN waren bei 200 nm ebenfalls detektierbar. Nachweis- bzw. Bestimmungsgrenzen lagen bei 20 - 30 bzw. 30 - 60 ng/Band.

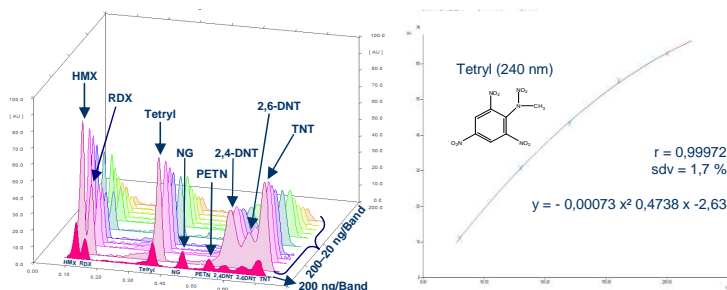


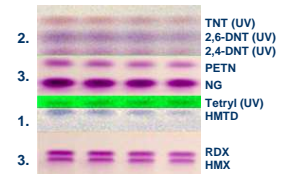
Abb. 2: Links Analogkurven von 10 Standardkonzentrationen (200 - 20 ng/Band) bei 240 nm, erste Bahn bei 200 nm für NG und PETN (pinkfarben); Rechts Polynome Regression exemplarisch für die Bestimmung von Tetryl über die Peakhöhe bei 240 nm

Vis-Absorption nach Derivatisierung: Unterschiedliche Reagenzien wurden mittels ATS 4 nacheinander auf bestimmte Regionen der HPTLC-Platte aufgesprüht (Schema 1). Die Dosiergeschwindigkeit (1500 - 2500 nL/s) wurde angepasst, um eine homogene Benetzung zu erzielen.

HÄTTEN SIE'S GEWUSST?

Schema 1: Derivatisierungsreagenzien für Explosivstoffe

- Substanzen-spezifische Aufbringung des Reagenzes:
1. Diphenylamin-Schwefelsäure-Reagenz → HMTD, TATP*
 2. Bratton-Marshall-Reagenz → 2,4-DNT, 2,6-DNT, TNT
 3. Griess-Reagenz → RDX, HMX, NG, PETN, (TNT)



Massenspektrometrie: Im Vergleich zu HPTLC-DART-MS (IonSense) zeigte HPTLC-ESI-MS (CAMAG) generell eine verbesserte Nachweisempfindlichkeit (Abb. 3).

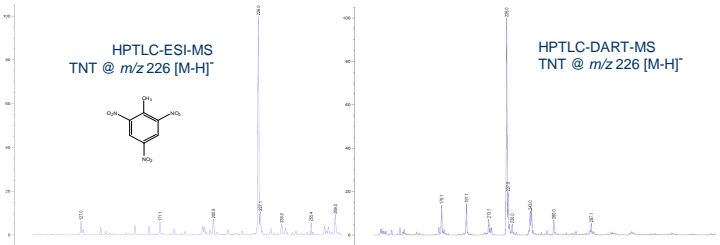


Abb. 3: Links HPTLC-ESI-MS (200 ng/Band), Rechts HPTLC-DART-MS (500 ng/Band) von TNT

Bioaktivitätsdetektion: Die *Vibrio fischeri*-Bioaktivität der Explosivstoffe wurde über eine Inkubationszeit von 1 - 60 min untersucht. Tetryl wies die höchste *Vibrio fischeri*-Bioaktivität auf. Nachweisgrenzen lagen zwischen 2 - 380 ng/Band (Abb. 4)

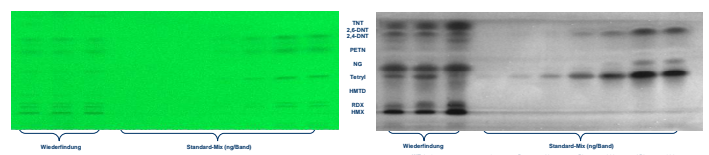


Abb. 4: Links Ausschnitt aus einer AMD 2-Trennung von Explosivstoffen mit Detektion bei UV 254 nm; Rechts Dieselbe Platte nach Tauchen in eine *Vibrio fischeri*-Suspension.

Zusammenfassung

Die sukzessive Mehrfachauswertung des selben HPTLC-Laufes mit vielen Proben parallel ermöglichte die gruppenübergreifende Detektion der 10 Explosivstoffe. Nach AMD 2-Trennung konnte wahlweise mit UV-Densitometrie, Derivatisierung mit drei verschiedenen Reagenzien und Vis-Densitometrie sowie mittels Biolumineszenz und HPTLC-ESI-MS bzw. HPTLC-DART-MS das Ergebnis abgesichert werden.