

Anilin bei 60–100°/12 Torr über, anschliessend erhält man 9 g 1-(β -Diäthylaminoäthyl)-2-anilino-benzimidazol (XVI) vom Sdp. 160–180°/0,06 Torr und Smp. 78–82°. Mischprobe mit XVI aus XIV: 82–85°. Dihydrochlorid: Smp. 235–237°.

Die Analysen verdanken wir Herrn Dr. W. PADOWETZ, die UV.-Spektren Herrn Dr. H. HÜRZELER.

SUMMARY

A series of 2-amino-benzimidazoles with various substituents in position 1 and at the amino group has been prepared. The methods used are the displacement of chlorine by an amino group in the position 2 of the benzimidazole ring and the condensation of *o*-phenylenediamines with carbodiimides or *S*-methyl-isothiourreas.

Derivatives with an aminoalkyl chain in position 1, a *p*-alkoxyanilino radical in position 2, and a nitro group in position 5 exhibit marked analgesic activity.

Forschungslaboratorium der CIBA AKTIENGESELLSCHAFT, Basel,
Pharmazeutische Abteilung

160. Anorganische Dünnschicht-Chromatographie

4. Mitteilung

Trennung von Anionen: Halogenide

von H. Seiler und T. Kaffenberger

(6. VI. 61)

In vorhergehenden Mitteilungen^{1) 2)} berichteten wir über die Möglichkeit der Trennung und Identifizierung anorganischer Kationen-Gemische mittels Dünnschicht-Chromatographie.

Es schien uns nun von Interesse zu prüfen, ob diese Methode sich auch für die Trennung und Identifizierung von Anionen-Gemischen eignet. Als erste Gruppe untersuchten wir die der Halogenide.

Es wurde wiederum auf gereinigten Kieselgel-G-Schichten¹⁾ gearbeitet. Verwendet wurden die Na- und K-Salze der Halogenide. Die Identifizierung wurde mit einem Fluoreszenz-Indikator – ammoniakalischem AgNO₃ und Fluorescein – und anschliessender Betrachtung im UV.-Licht, oder mit einem pH-Indikator, Bromkresolpurpur, durchgeführt. Für den Nachweis von F⁻ wurde Zirkonalizarinlack verwendet.

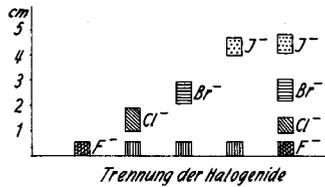
Bei unseren Versuchen zeigte es sich, dass zur Trennung der Halogenid-Anionen das Fließmittel polarer sein muss als zur Trennung von Kationen. Dies dürfte darauf zurückzuführen sein, dass sich Kationen stärker solvatisieren als Anionen und somit in der Lage sind, Solvatsysteme mit anderen Solventien als Wasser auszubilden, während diese Möglichkeit bei Anionen in geringerem Masse besteht. Lediglich beim Jodid wurde auch in unpolaren Fließmitteln eine Wanderungstendenz beobachtet, was jedoch auf eine teilweise Oxydation des Jodids zu Jod zurückzuführen ist, da ein entsprechender gelber Fleck bereits ohne Reagentien sichtbar war.

¹⁾ H. & M. SEILER, *Helv.* **43**, 1939 (1960).

²⁾ H. & M. SEILER, *Helv.* **44**, 939 (1961); H. SEILER & W. ROTHWEILER, *Helv.* **44**, 941 (1961).

In den von uns untersuchten Fließmittelgemischen (z. B. Aceton : n-Butanol : konz. NH_3 : H_2O = 65:20:10:5) zeigte sich immer die gleiche Reihenfolge der Wanderungstendenz $\text{F}^- < \text{Cl}^- < \text{Br}^- < \text{J}^-$, also analog dem Ionenpotential der entsprechenden Ionen (vgl. Figur).

Bei der Verwendung eines pH-Indikators als Nachweisreagens wurde ersichtlich, dass die Anionen als Ammoniumsalze laufen, während die Alkali-Ionen am Startfleck zurückbleiben. Die Ammoniumsalze der Anionen ergaben hellgelbe Flecken, während die Alkali-Ionen starke blaue Flecken am Start ergaben.



Das Fluorid-Ion bleibt am Startfleck zurück, kann aber weder mit Fluoreszenzindikator noch mit pH-Indikator nachgewiesen werden. Es ist deshalb notwendig, noch mit Zirkonalizarinlack nachzusprühen.

Wir danken Herrn Prof. H. ERLNMEYER für sein Interesse an dieser Arbeit.

Experimentelles. – *Herstellung der Schichten.* 28 g gereinigtes Kieselgel-G werden mit 2 g Gips innig verrieben und mit 50 ml dest. Wasser angerührt. Die Suspension wird mit 15 ml dest. Wasser verdünnt. Die Schichten werden mit dem Streichgerät aufgetragen und 2 Std. bei 120° getrocknet. Die so präparierten Platten müssen im Exsikkator aufbewahrt werden.

Auftragelösungen. 1 M Lösungen von NaF, NaCl, KBr, KJ. Aufgetragen wurden je 0,001 ml. Als Mischung wurden 3mal 0,001 ml eines Gemisches gleicher Mengen der Einzellösungen aufgetragen.

Fließmittelgemisch. Aceton:n-Butanol:konz. NH_3 : H_2O = 65:20:10:5.

Nachweisreagenzien. – 1) 0,1-proz. Lösung von Bromkresolpurpur in Äthanol, welche mit einigen Tropfen verd. NH_3 gerade zum Umschlag gebracht wurde.

2) 1-proz. Lösung von ammoniakalischem Silbernitrat und 0,1-proz. Lösung von Fluorescein in Äthanol.

3) 0,1-proz. Lösung von Zirkonalizarinlack in stark salzsaurem Medium.

Laufzeit ca. 30–40 Min.

SUMMARY

The thin-layer method is applied to the chromatographic separation and identification of the halogen group anions.

Institut für Anorganische Chemie,
Universität Basel