

sufficiently regular to permit the prediction of required conditioning times on this basis.

The Apiezon L column was maintained at a temperature of 250° in the preconditioner until the desired MAOT of 245° was attained. For this column 4 days of conditioning per m column length were required. This conditioning time is far in excess of that usually considered adequate, and yet is absolutely essential for satisfactory temperature-programmed operation.

Temperature-programmed operation of this column over the range 0–240° has resulted in a base line deflection of less than 0.5 % full scale at maximum sensitivity.

In the case of the Carbowax 1000 column shown in Fig. 4, an MAOT of 45° was desired. Operation of the preconditioner at 82° allowed us to obtain this MAOT with a time expenditure of only 2 days per m column length. This illustrates the somewhat evident point that the conditioning time for a column may be significantly reduced by operation of the preconditioner at a temperature as far as possible in excess of the MAOT desired.

Further studies will be required to determine the effect of conditioning time and rate on the height equivalent theoretical plate.

*Department of Biochemistry, Baylor University College  
of Medicine, Houston, Tex. (U.S.A.)*

J. A. COOPER\*  
R. CANTER  
F. L. ESTES  
JOSEPH H. GAST

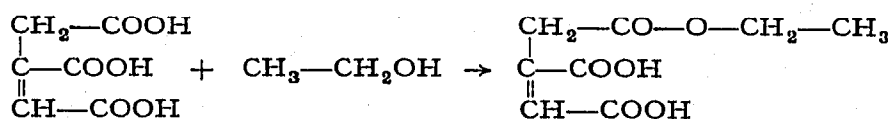
Received May 22nd, 1959

*J. Chromatog.*, 3 (1960) 87–90

\* Public Health Service Research Fellow of the National Heart Institute.

### Dédoulement de la tache d'acide aconitique par estérification

Dans les études chromatographiques d'acides organiques, il est une tache maintes fois signalée: JERMSTAD ET JENSEN<sup>1</sup>, par exemple, l'ont trouvée parmi les acides organiques de l'Aconit et l'ont attribuée à quelque acide inconnu. Nous avons retrouvé cette tache dans l'Aconit, dans le Blé, etc. Son  $R_F$  est nettement plus grand que celui de l'acide aconitique, surtout en milieu alcalin; il se situe même légèrement au delà de l'acide fumarique. Dans le tableau des  $R_F$ , ou plus exactement des  $R_G$  (Glycolique), des acides organiques que nous avons publié<sup>2</sup>, tandis que l'acide aconitique va à 20 en milieu alcalin et à 135 en milieu acide, cette tache se situe à 75 en milieu alcalin et 155 en milieu acide: il s'agit de l' $\alpha$ -monoaconitate d'éthyle



Après extraction alcoolique faite sur des tissus où se trouve de l'acide aconitique, il apparaît régulièrement en assez grande abondance. L'alcool éthylique étant le

liquide d'extraction le plus classique, pas plus que JERMSTAD nous n'avons d'abord soupçonné que cette tache pouvait provenir d'un artefact. Nous avons isolé et fait cristalliser cet acide, nous l'avons analysé du point de vue cristallographique, spectrographique, etc.<sup>3</sup>. Comme il fournit de l'acide aconitique à l'hydrolyse, nous pensions

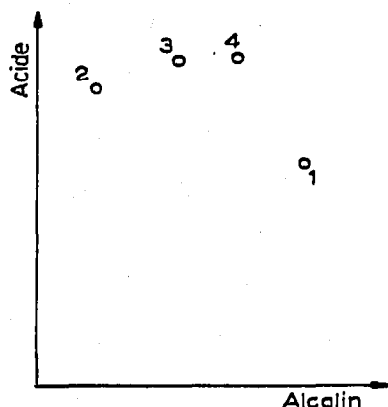


Fig. 1. (1) Acide glycolique. (2) Acide aconitique. (3) Aconitate de méthyle. (4) Aconitate d'éthyle.

à quelque dérivé naturel, mais, lorsque nous avons eu identifié l'aconitate d'éthyle, lorsque nous avons eu synthétisé ce produit, nous avons constaté qu'il se forme au cours de l'extraction alcoolique et qu'il suffit de faire l'extraction avec un solvant non alcoolique pour que ce corps n'apparaisse pas.

Si l'on emploie l'alcool méthylique, il se forme, au lieu du monoaconitate d'éthyle, du monoaconitate de méthyle. Comme le laissait prévoir la différence des poids moléculaires, le  $R_F$  de l'aconitate de méthyle est moins grand que celui de l'aconitate d'éthyle: il est de 50 en milieu alcalin et de 152 en milieu acide.

Les dangers pour les glucides de l'extraction alcoolique avaient déjà été signalés par NOTTBOHM ET MAYER<sup>4</sup> qui ont pu isoler du Lupin de l'éthyl- $\alpha$ -D-galactoside formé pendant l'extraction alcoolique aux dépens du galactose; mais on n'avait rien signalé de tel pour les acides organiques. Il importe de savoir que l'acide aconitique est fragile, facilement estérifiable et susceptible de donner en chromatographie sur papier deux taches très nettes. Ces taches sont facilement identifiables, non seulement par leur  $R_F$ , mais par leurs réactions qui restent celles de l'acide aconitique, réaction de Godin, réaction à l'urée (formation d'acide citrazinique), etc.

Il est probable que d'autres acides organiques sont susceptibles de produire dans les mêmes conditions des esters éthyliques.

Laboratoire de Physiologie Végétale de l'Institut  
Catholique de Toulouse (France)

J. CARLES  
S. LASCOMBES

<sup>1</sup> A. JERMSTAD ET K. B. JENSEN, *Pharm. Acta Helv.*, 25 (1950) 209.

<sup>2</sup> cf. *Chromatog. Data*, 1 (1958) xxiii.

<sup>3</sup> S. LASCOMBES, A. LATTES, R. MIQUEL ET R. PULOU, *Bull. soc. chim. biol.*, sous presse.

<sup>4</sup> E. NOTTBOHM ET F. MAYER, *Vorratspflege u. Lebensmittelforsch.*, 1 (1938) 254.

Reçu le 8 juin 1959