

Short Communications

Dünnschicht-chromatographische Trennungen von Farbstoffen an Cellulose-Schichten

Die Vorteile der Dünnschicht-Chromatographie gegenüber der Papier-Chromatographie sind in mehreren zusammenfassenden Arbeiten¹ herausgestellt worden. Zwei dieser Vorteile sind:

(1) sehr geringer Bedarf an Untersuchungssubstanz und Steigerung der Nachweisempfindlichkeit,

(2) erhebliche Zeitersparnis bei der Entwicklung der Chromatogramme (15 bis 90 Minuten).

Diese beiden wesentlichen Gesichtspunkte wurden ausgenutzt bei den nachfolgend beschriebenen Trennungen von synthetischen Lebensmittel- und wasserunlöslichen Anthrachinon-(= Celliton-)farbstoffen.

(a) Trennung von synthetischen Lebensmittelfarbstoffen

Untersucht wurden auch solche Farbstoffe, die in Deutschland lt. Farbstoffverordnung vom 19. Dezember 1959 nicht mehr zum Färben von Lebensmitteln zugelassen sind.

TABELLE I
ZUSAMMENSTELLUNG UND NÄHERE KENNZEICHNUNG DER
UNTERSUCHTEN LEBENSMITTELFARBSTOFFE

DFG-Mitt. 8 ^a	Gebräuchliche Handelsbezeichnung	Schultz ^b	Col. Ind. ^c	DFG-Mitt. 6 ^a
Gelb 1	Echtgelb Echtgelb extra Acid Yellow Fast Yellow Säuregelb Jaune solide	172	13015	23
Gelb 2	Tartrazin Jaune tartarique Hydrazingelb O F.D. & C. Yellow No. 5	737	19140	64
Gelb 3	Chinolingelb Chinolingelb wasserl. Chinolingelb extra Quinoline Yellow	918	47005	97
Gelb 4	Chrysoin S Tropäolin O Resorcine Yellow	186	14270	26

(Fortsetzung S. 558)

TABELLE I (Fortsetzung)

DFG-Mitt. 8 ^a	Gebrauchliche Handelsbezeichnung	Schulz ^b	Col. Ind. ^c	DFG-Mitt. 6 ^a
Gelb 5	Gelb 27 175 N	—	—	30
Orange 1	Orange GGN Orange GGL	—	15980	32
Orange 2	Gelborange S Sunset Yellow FCF F.D. & C. Yellow No. 6	—	15985	29
Rot 1	Azorubin S	208		38
Rot 2	Echtrot E	210		39
Rot 3	Amaranth S Naphtholrot S	212		40
Rot 4	Brillantponceau 4 RC Cochenillerot A	213		41
Rot 5	Ponceau 6 R Scarlet 6 R	215	16290	42
Rot 6	Scharlach GN	—		34
Blau 1	Indanthrenblau RS	1228	69800	104
Blau 2	Indigotin Ia Indigotin I Indigokarmin F.D. & C. Blue No. 2	1309	73015	105
Schwarz 1	Brillantschwarz BN	—	28440	58
	Erythrosin extra bläul. Erythrosine BS Erythrosin J F.D. & C. Red No. 3 Eritrosina AeB	887	45430	93

^a Mitteilung 8 (23. Nov. 1956) der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Vergleichsmuster der vorgeschlagenen synthetischen Lebensmittelfarbstoffe.

Mitteilung 6 der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, 2. Aufl., Wiesbaden 1957, Verlag Franz Steiner GmbH, Wiesbaden, Toxikolog. Daten von Farbstoffen und ihre Zulassung für Lebensmittel in verschiedenen Ländern.

^b G. SCHULTZ, *Farbstofftabellen*, 7. Aufl., Leipzig, 1931.

^c *Rowe Colour Index*, 2. Aufl., Bradford, Yorks., 1956.

Bei Anwendung des Laufmittels L₁ erhält man durchweg schöne runde Flecken und leicht reproduzierbare R_F-Werte. Die erhebliche Trennzeitverkürzung der Dünnschicht-Chromatographie gegenüber der Papier-Chromatographie lässt sich unschwer erkennen bei Vergleich der von RIEMERSMA UND HESLINGA² benötigten Zeit für die papier-chromatographische (7 Stunden) und der in dieser Arbeit beschriebenen dünn-schicht-chromatographischen (90 Minuten) Trennung.

TABELLE II

 R_F -WERTE DER IN TABELLE I NÄHER BEZEICHNETEN FARBSTOFFELaufmittel: L_1 = 2.5 %ige Natriumcitratlösung-25 %iges Ammoniak (4:1). L_2 = Propanol-Äthylacetat-Wasser (6:1:3)^a. L_3 = *tert.*-Butanol-Propionsäure-Wasser (50:12:38) mit einem Zusatz von 0.4 % KCl^{12} .Schichten: S_1 = Cellulosepulver MN 300 zur Dünnschicht-Chromatographie nach E. STAHL^b. S_2 = Cellulosepulver MN 300 G (mit Gipszusatz) zur Dünnschicht-Chromatographie nach E. STAHL^b.Entwicklungsdauer: 30 Min bei L_1 und L_2 (aufsteigend); 90 Min bei L_3 (aufsteigend)

Farbstoff	R_F -Werte					
	L_1S_1	L_1S_2	L_2S_1	L_2S_2	L_3S_1	L_3S_2
Gelb 1	0.57	0.58	0.53	0.51	0.58	0.45
Gelb 2	0.76	0.72	0.26	0.20	0.17	0.10
Gelb 3	0.13	0.12	0.35	0.33	0.30	0.18
	0.23 ^N	0.20 ^N	0.27 ^N	0.21 ^N	0.16 ^N	0.07 ^N
Gelb 4	0.40	0.34	0.78	0.60	0.81	0.78
Gelb 5	0.34	0.29	0.33	0.26	0.26	0.18
Orange 1	0.52	0.45	0.55	0.54	0.64	0.51
			0.50 ^N	0.43 ^N		
Orange 2	0.48	0.42	0.54	0.52	0.61	0.48
	0.26 ^N	0.24 ^N	0.49 ^N	0.40 ^N		
Rot 1	0.16	0.12	0.64	0.56	0.68	0.63
			0.57 ^N	0.35 ^N	0.62 ^N	0.55 ^N
Rot 2	0.24	0.20	0.62	0.55	0.63	0.56
			0.53 ^N	0.42 ^N	0.57 ^N	0.62 ^N
Rot 3	0.39	0.31	0.30	0.15	0.13	0.07
Rot 4	0.62	0.55	0.35	0.28	0.34	0.23
Rot 5	0.77	0.76	0.13	0.05	0.06	0.04
Rot 6	0.85	0.90	0.64	0.64	0.75	0.68
	0.88 ^N	0.94 ^N	0.70 ^N	0.52 ^N	0.72 ^N	0.62 ^N
Blau 1	0	0	0	0	0	0
Blau 2	0.12	0.19	0.33	0.22	0.18	0.11
	0.19 ^N	0.07 ^N			0.09 ^N	0.05 ^N
Schwarz 1	0.15	0.10	0.20	0.10	0.03	0.02
			0.08 ^N	0.03 ^N		
Erythrosin	0.02	0.04	1.00	0.74 ^x	1.00	1.00
	0.06 ^N	0.07 ^N				
	0.10 ^N	0.12 ^N				
	0.17 ^N	0.20 ^N				

^N = Nebenfleck.^x = lang gezogen.^a Privatmitteilung Dr. DIETER WALDI in Firma E. Merck AG, Darmstadt.^b Firma Macherey, Nagel & Co., Düren-Rl. (Deutschland).

Herstellung der Schichten. 15 g Cellulosepulver MN 300 oder MN 300 G* werden mit 90 ml dest. Wasser angerührt – zweckmässig in einem Mixgerät – und mit Hilfe eines besonderen Streichgerätes** auf die Glasplatten aufgetragen. Die angegebene Menge ist ausreichend zum Beschichten von 5 Platten 200 × 200 mm. Nach 10 Minuten Trocknen bei 105° sind die Platten gebrauchsfertig.

* Firma Macherey, Nagel & Co., Düren-Rl. (Deutschland).

** Grundausrüstung 600 (einschl. Streichgerät) zur Dünnschicht-Chromatographie von C. DESAGA GmbH, Heidelberg, Hauptstr. 60 (Deutschland).

Ausführung der Chromatographie. Man trägt das Substanzgemisch (0.1–0.15 %ig pro Komponente) 1.5 cm vom unteren Plattenrand (Abstand genau beibehalten!) mit einer Mikropipette auf. Der Durchmesser des Startfleckes soll möglichst 2 mm nicht überschreiten. Nach dem Trocknen des Startfleckes stellt man die Platten in das mit Laufmittel beschickte Entwicklungsgefäß.

(b) *Trennung von Anthrachinonfarbstoffen*

Es wurde ein Gemisch aus folgenden Farbstoffen auf einer Schicht aus acetyliertem Cellulosepulver MN 300 Ac oder MN 300 G/Ac (mit ca. 10 % Acetylgehalt)* getrennt:

- (1) 1,4-Dioxy-anthrachinon
- (2) 4-Amino-1-oxy-anthrachinon
- (3) 1,4-Diamino-anthrachinon.

Die Herstellung der Schichten erfolgte nach der o.a. Vorschrift, jedoch mit anderen Anrührmengen. Es wurden für 5 Platten, 200 × 200 mm, 10 g Cellulosepulver MN 300 Ac bzw. MN 300 G/Ac* mit einer Mischung von 50 ml Methanol und 5 ml Wasser angerührt. Die Trocknung erfolgte während 10 Minuten bei 85°. Es hat sich als zweckmässig erwiesen, die Platten nach der Trocknung etwa 2 Stunden an der Luft liegen zu lassen. Bei Beachtung dieses Hinweises erzielt man scharfe und genau reproduzierbare Trennungen. Weiterhin empfiehlt es sich, nach der Beschickung des Entwicklungsgefäßes mit frischem Laufmittel etwa 2 Stunden zu warten und dann erst die Platte zum Chromatographieren hineinzustellen.

TABELLE III

R_F-WERTE VON ANTHRACHINONFARBSTOFFEN

Laufmittel: L = Äthylacetat–Tetrahydrofuran–Wasser (6:35:47).

Schichten: S₁ = Cellulosepulver MN 300 Ac (mit ca. 10 % Acetylgehalt) zur Dünnschicht-Chromatographie nach E. STAHL*.

S₂ = Cellulosepulver MN 300 G/Ac (mit ca. 10 % Acetylgehalt) zur Dünnschicht-Chromatographie nach E. STAHL*.

Entwicklungsdauer: 60 Minuten (aufsteigend).

<i>Farbstoffe</i>	<i>R_F-Werte</i>	
	<i>L S₁</i>	<i>L S₂</i>
1,4-Dioxy-anthrachinon	0.15	0.06
4-Amino-1-oxy-anthrachinon	0.22	0.11
1,4-Diamino-anthrachinon	0.32	0.21

Wissenschaftliche Abteilung der Firma Macherey, Nagel & Co.,

Düren-Rl. (Deutschland)

PAUL WOLLENWEBER

¹ E. STAHL, *Angew. Chem.*, 73 (1961) 646; *Z. anal. Chem.*, 181 (1961) 303.

² J. C. RIEMERSMA UND F. J. M. HESLINGA, *Mitt. Gebiete Lebensm. u. Hyg.*, 51 (1960) 94.

Eingegangen den 18. Dezember 1961

* Firma Macherey, Nagel & Co., Düren-Rl. (Deutschland).