

A note on preparative scale gas chromatography

The obvious way to attain preparative scale separation by gas chromatography is to increase the sample size and the column diameter. This results, however, invariably in a decrease of the resolving power of the column. A number of reports on this all important resolution factor suggesting ways of improvement have appeared in the literature. In this journal for example FRISONE¹ claims that a series of column restrictions with diminishing opening has a beneficial effect. Although we experimented with a large number of possible forms and combinations of restricting devices, such as those depicted schematically in Fig. 1, we could not confirm this statement.



Fig. 1. Restricting devices. (a) Gradually diminishing openings spaced 25 cm apart; also tested with identical openings of 10 mm spaced 7 cm apart; (b) conical and (c) and (d) semiconical shapes; openings of 10 mm, tried under several spacing conditions.

SICILIO AND KNIGHT² claim to have obtained an improvement in the results for methane, ethane and propane by placing a short piece of tubing with a larger bore (3/8 in.) at the beginning of the column (2/8 in.). Experiments in this laboratory with a larger bore section (1 3/4 in.) on a 200 and 400 cm 1-in. column with mixtures of iso-octane, benzene and toluene revealed no appreciable effect.

A definite improvement can be obtained, however, by temperature programming a preparative separation. The chromatograms in Fig. 2 show this clearly.

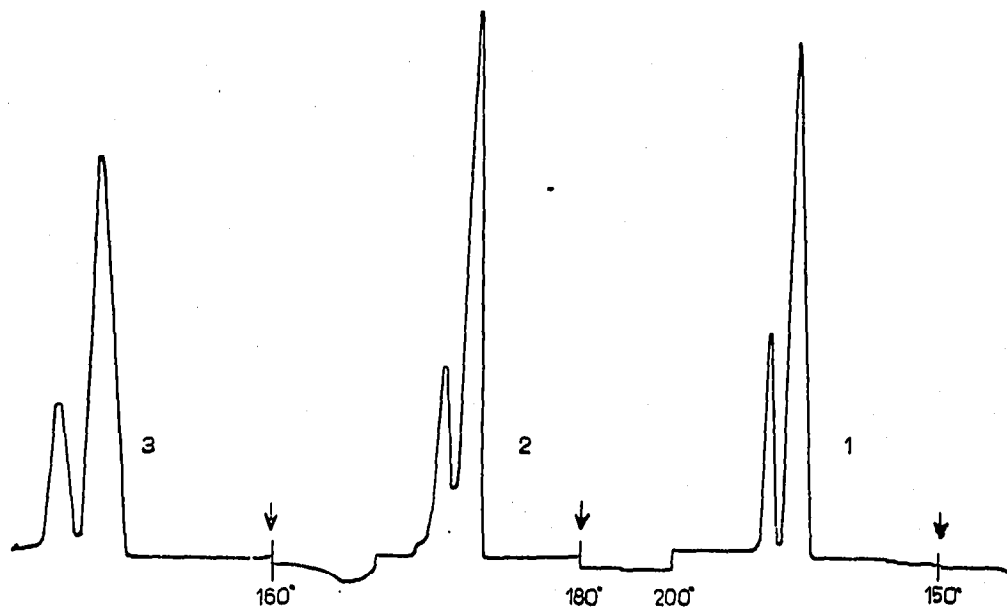


Fig. 2. Wilkens Aerograph A90, 3 mV recorder, filament current 170 mA, carrier gas H_2 , 100 ml/min. Attenuator 1/32. 0.5 ml of decalin in each run on a 260 cm column, ϕ 10 mm, filled with silicone oil 550 (20%) on celite. (1) Programmed run; (2) at 180°; (3) at 160°.

0.5 ml of a mixture of *cis*- and *trans*-decalin was placed on a column of 260 cm length and 10 mm internal diameter, filled with silicone oil 550 (20 %) on celite. Run 1 was temperature programmed from 150 to 200° in 30 min by simply setting the oven power of the instrument at full power. The separation is complete. This is not the case at a constant temperature of 180° or even 160°. Still lower constant temperatures could result in a complete separation, but this required more time. There is an additional point in favor of the programmed run in that the bands are compressed and the concentration of the substances in the outflowing carrier gas is thus much higher, resulting in easier recovery of the eluted substances.

Laboratory of Organic Chemistry,
State University of Ghent (Belgium)

M. VERZELE

¹ G. FRISONE, *J. Chromatog.*, 6 (1961) 97.

² F. SICILIO AND J. KNIGHT, *J. Chromatog.*, 6 (1961) 243.

Received February 1st, 1962

J. Chromatog., 9 (1962) 116-117

Zur Trennung von Betain und Cholin an Ionenaustauschern

Für die quantitative Bestimmung von Betain in Pflanzenextrakten ist die Fällung mit Reineckesalz (Ammonium-tetrarhodanato-diamminchromiat) nach CROMWELL UND RENNIE¹ gut geeignet. Die Methode erfordert jedoch für Serienbestimmungen einen grossen Zeitaufwand. Soll neben Betain auch Cholin bestimmt werden, so muss man nach BANDELIN UND PANKRATZ² das Cholin als Reineckat in stark alkalischer Lösung fällen und abfiltrieren. Dann säuert man das Filtrat an und lässt das Betainreineckat auskristallisieren. Nach STREET *et al.*³ sind jedoch die aus Pflanzenextrakten mit Reineckesalz erhaltenen Cholinfällungen häufig schwer zu filtrieren, wobei ausserdem die Gefahr der Zersetzung in alkalischer Lösung besteht.

Eine eindeutige Trennung von Cholin, Betain und anderen quarternären N-Verbindungen ist nach CHRISTIANSON *et al.*⁴ durch Säulenchromatographie an Dowex 50 mit Salzsäure steigender Konzentration möglich. Für eine vereinfachte Trennung von Cholin und Betain, die auch für Serienbestimmungen geeignet ist, absorbieren HRDÝ UND LOCHMANOVÁ⁵ die in der Lösung enthaltenen Anionen an einer Säule von Amberlite IRA 400 (OH-Form). Der Durchlauf passiert danach den schwach sauren Kationenaustauscher Amberlite IRC 50 (H-Form), welcher nur Cholin absorbiert. Der Durchlauf dieser Säule wird eingedampft, der Rückstand in Eisessig aufgenommen und darin Betain mit Perchlorsäure titriert. Das auf der Säule fixierte Cholin wird mit 1 N Salzsäure eluiert und mit Reineckesalz gefällt. CARRUTHERS *et al.*⁶ arbeiten zur Bestimmung von Betain in Zuckerrübensäften nach dem gleichen Prinzip, geben aber die Säfte auf eine Säule mit einer Mischung aus dem stark basischen Austauscher De-Acidite FF und dem schwach sauren Amberlite IRC 50. Betain wird nicht absorbiert und im Durchlauf mit Reineckesalz nach WALKER UND ERLANDSEN⁷ bestimmt.

J. Chromatog., 9 (1962) 117-118