

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

Wir haben versucht, die Trennung von Betain und Cholin mit nur *einem* Austauscher zu erreichen. Für die Isolierung der in Zuckerrübensäften vorkommenden freien Aminosäuren verwenden wir eine Säule mit dem stark sauren Kationenaustauscher Lewatit S 100 (H-Form) (NIEMANN⁸), der die anorganischen Kationen, die Aminosäuren, Betain und Cholin absorbiert (SCHNEIDER *et al.*⁹). Aminosäuren und Betain werden mit 2 *N* Ammoniak eluiert. Nach dem Abdampfen des Ammoniaks wird Betain mit Reineckesalz in saurer Lösung gefällt und direkt gravimetrisch oder nach Auflösung in Aceton colorimetrisch² bestimmt. Der Austauscher wird nach Spülung mit Wasser mit 2 *N* Salzsäure gewaschen und so für den nächsten Versuch regeneriert. Dabei wird gleichzeitig das Cholin eluiert. Das Eluat wird eingeeengt und darin das Cholin mit Reineckesalz in saurer Lösung gefällt und gravimetrisch oder colorimetrisch² bestimmt.

Unsere Modellversuche mit Standardlösungen und Zuckerrübensäften ergaben eine quantitative Elution und eine eindeutige Trennung von Betain und Cholin. Wir konnten durch papierchromatische Untersuchungen der Reineckatfällungen die Befunde von BREGOFF *et al.*¹⁰ und CARRUTHERS *et al.*⁶ bestätigen, dass in Zuckerrüben neben Glycinbetain keine anderen Betaine vorkommen.

Landw. Forschungsanstalt Büntehof,
Hannover (Deutschland)

A. NIEMANN

¹ B. T. CROMWELL UND S. D. RENNIE, *Biochem. J.*, 55 (1953) 189.

² F. J. BANDELIN UND R. E. PANKRATZ, *J. Am. Pharm. Assoc.*, 42 (1953) 442.

³ H. E. STREET, A. E. KENYON UND G. M. WATSON, *Biochem. J.*, 40 (1946) 869.

⁴ D. D. CHRISTIANSON, J. S. WALL, R. J. DIMLER UND F. R. SENTI, *Anal. Chem.*, 32 (1960) 874.

⁵ O. HRDÝ UND S. LOCHMANOVÁ, *Českoslov. farm.*, 9 (1960) 335; *ref. Z. anal. Chem.*, 180 (1961) 310.

⁶ A. CARRUTHERS, J. F. T. OLDFIELD UND H. J. TEAGUE, *Analyst*, 85 (1960) 272.

⁷ H. G. WALKER UND R. ERLANDSEN, *Anal. Chem.*, 23 (1951) 1309.

⁸ A. NIEMANN, *Naturwiss.*, 47 (1960) 514; *Z. anal. Chem.*, 181 (1961) 543.

⁹ F. SCHNEIDER, E. REINEFELD, F. AMDING UND B. ZENKER, *Zucker-Beih.*, 4 (1960) Heft 1.

¹⁰ H. M. BREGOFF, E. ROBERTS UND C. C. DELWICHE, *J. Biol. Chem.*, 205 (1953) 565.

Eingegangen den 22. Februar 1962

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

Wick systems in circular paper chromatography

Many techniques for the controlled transport of solvent from the reservoir to the paper have been studied in order to improve the reliability, simplicity, convenience, and speed of circular paper chromatography. These techniques have ranged from the introduction of solvent by means of a self-regulating pipette¹ to the use of various wick systems.

In one group of wick systems, direct contact between solvent and paper is effected by a small, cut-out portion of the chromatogram dipping into a solvent reservoir. RUTTER² used a single cut-out strip for the entire chromatogram, whereas PHILIPPUS³ used an individual wedge for each segment of the chromatogram. In a second group of wick systems, indirect contact between solvent and paper is effected by means of