

Chromatographie de sucres sur couches minces de silicate de calcium

Le silène EF*, un silicate de calcium hydraté, est un produit industriel très accessible, qui a été proposé pour la chromatographie sur colonne des sucres, particulièrement par la technique d'extrusion¹. Nous avons constaté que la chromatographie des sucres sur couches minces de silène était également possible, dans de bonnes conditions.

Les plaques (environ 0.2 mm d'épaisseur), sont préparées manuellement et séchées à l'air avant d'être chauffées. La ligne de départ se trouve à 2 cm du bord inférieur. La migration étant relativement lente, il est possible d'accélérer le développement :

(1) en chauffant les plaques 15 h à 110°,

(2) en incorporant au silène de la Célite 535 (lavée à l'acide chlorhydrique concentré) (11 g de silène EF pour 3 g de Célite 535 et 700 mg d'acétate de sodium — ce dernier produit semble améliorer légèrement les séparations).

Un liant, tel que le plâtre, n'est pas nécessaire, car les plaques restent solides, même après 20 h à 110°C.

Deux solvants nous ont donné de bons résultats :

(1) *n*-Butanol 100 cm³, compléter à 114 cm³ avec de l'eau.

(2) *n*-Butanol 92 cm³, compléter d'abord à 100 cm³ avec de l'acétate de butyle, puis à 114 cm³ avec de l'eau.

Les plaques sont révélées au nitrate d'argent ammoniacal contenant un peu d'acétate de sodium et chauffées à 110°. (Le réactif se prépare en ajoutant à environ

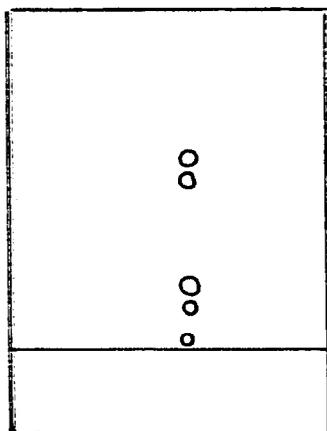


Fig. 1. Séparation de lactose, galactose, ribose, rhamnose et desoxyribose. Silène pur activé 15 h à 110°, solvant 2.

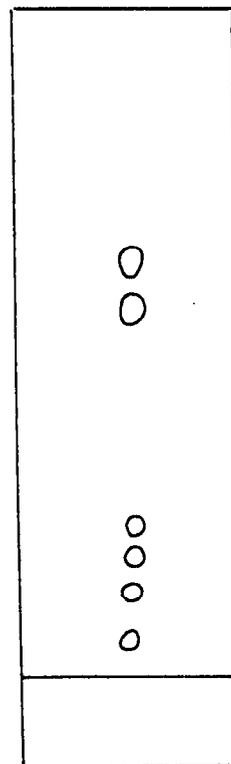


Fig. 2. Séparation de lactose, galactose, fructose, ribose, rhamnose et desoxyribose. Silène/Célite, double développement (8 puis, 16.9 cm).

* Silène EF, Columbia Chemical Division, Pittsburgh Plate Glass Co., Barberton, Ohio (U.S.A.).

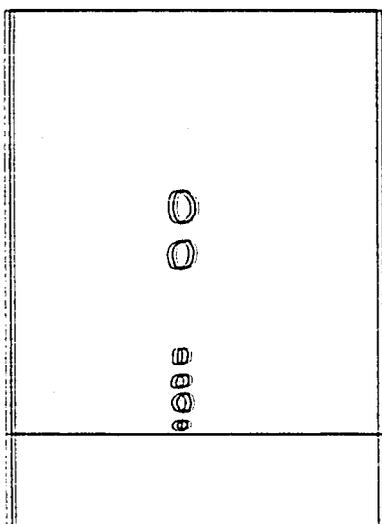


Fig. 3. Séparation de maltose, glucose, xylose, ribose, rhamnose et desoxyribose. Silème/Céllite, solvant 1.

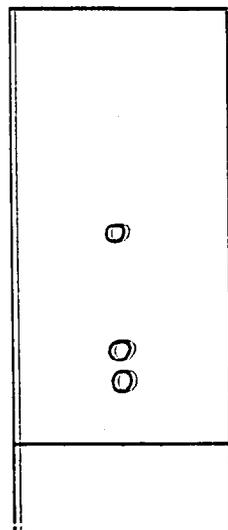


Fig. 4. Séparation de galactose, ribose, rhamnose. Silème pur activé 1 h, solvant 2.

10 cm³ d'ammoniaque concentrée, 30 gouttes d'une solution aqueuse saturée de nitrate d'argent, et en complétant à 20 cm³ avec de l'éthanol distillé). Les taches sont très nettes, même dans le cas de séparation lente sur silème sans Céllite; la sensibilité est fortement augmentée, réversiblement, en humectant les plaques. Voir Figs. 1-5.

Les réactifs préconisés par PASTUSKA² et par STAHL ET KALTENBACH³ dans le cas des plaques de Kieselgel G ou de Kieselgur G sont insuffisamment sensibles sur plaques de silème. En développant les plaques à +4° au lieu de +25°, on constate une diminution de 25 % de la hauteur à laquelle le solvant s'est élevé en 2 h; les R_F ne subissent pas de changement considérable.

Les plaques de silème semblent compléter utilement les techniques désormais classiques de STAM³ et de PASTUSKA² pour vérifier la pureté ou l'identité d'un sucre

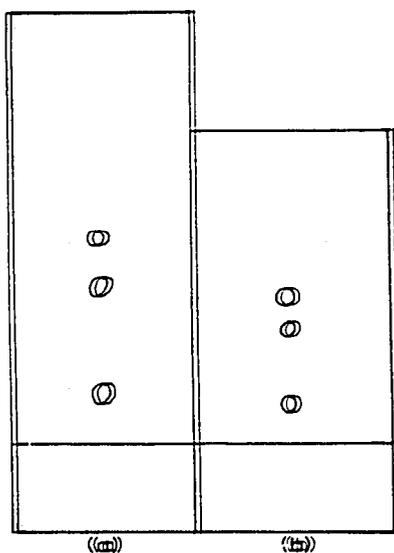


Fig. 5. Séparation de galactose, xylose et rhamnose. Silème/Céllite, solvant 2. (a) à 25°, (b) à +4°; temps de développement 2 h, 10 min.

inconnu, et pourraient servir d'étude préliminaire à une séparation préparative sur colonnes de silène. De plus, elles se recommandent par leur caractère particulièrement économique. Nous n'avons pas encore utilisé les plaques de silène pour la séparation d'autres catégories de produits.

*Institut de Bactériologie de la Faculté de
Médecine de Strasbourg et
Institut de Chimie de la Faculté des
Sciences de Strasbourg (France)*

JÖSSANG PER TORE

- ¹ A. THOMPSON, dans R. L. WHISTLER ET M. L. WOLFROM (Editeurs), *Methods in Carbohydrate Chemistry*, Vol. 1, Academic Press, New York et Londres, 1962, p. 37.
² G. PASTUSKA, *Z. Anal. Chem.*, 179 (1961) 427.
³ E. STAHL ET U. KALTENBACH, *J. Chromatog.*, 5 (1961) 351.

Reçu le 6 mars 1963

J. Chromatog., 12 (1963) 413-415

Trennung im Harn vorkommender Zucker mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie

Die Zucker werden in die schwächer polaren Phenylosazone übergeführt, die sich dünnschichtchromatographisch als Boratkomplexe auftrennen lassen.

10 ml Harn werden mit 0.4 g Phenylhydrazinhydrochlorid und 0.6 g Natriumacetat 30 Min. lang im siedenden Wasser erhitzt. Nach dem Kühlen mit fließendem Wasser werden die ausgefallenen Kristalle abfiltriert, mit Wasser gewaschen und in einem Dioxan-Methanol-Gemisch (1:1 v/v) in der Kälte gelöst.

Als Vergleichslösungen werden 1%ige Zuckerlösungen mit 0.2 g Phenylhydrazinhydrochlorid und 0.3 g Natriumacetat wie beschrieben behandelt.

Dünnschichtchromatographie. Sorptionsschicht (Trennschicht) (ausreichend für 5 Platten 200 × 200 mm): 30.0 g Kieselgur G (Merck) werden mit 60.0 ml einer 0.05 M wässrigen Natriumtetraboratlösung homogen angerieben und mit der Desaga-Grundausrüstung auf die Platten gestrichen. Letztere werden dann 30 Min. bei 80° getrocknet.

TABELLE I

R_F-WERTE DER IM HARN VORKOMMENDEN ZUCKER

Elutionsmittel: Chloroform-Dioxan-Tetrahydrofuran-0.1 M Natriumtetraborat (40:20:20:1.5 v/v)

Zucker als Phenylosazone	<i>R_F</i>
Glucose	0.39
Fructose	0.39
Arabinose	0.91
Galaktose	0.52
Lactose	0.02
Sorbose	0.21
Xylose	0.72
Ribose	0.91
Maltose	0.12

J. Chromatog., 12 (1963) 415-416