

TABLE II

DISTANCES TRAVELED ON MULTIPLE DEVELOPMENT OF SYNTHETIC MIXTURE (cm $\times 10^{-1}$)
The braces denote overlap of spots; a is about 20% overlap, b is about 50% overlap

Compound	Development number									
	Method A				Method B					
	1	2	3*	4	1	2	3	4		
I	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
II	a {	0.23	0.48	0.48	0.64	a {	0.24	0.43	0.57	0.65
III		0.14	0.29	0.30	0.43		0.20	0.27	0.38	0.45
IV	b {	0.09	0.16	0.17	0.30	b {	0.10	0.13	0.22	0.29

* Chromatoplate not activated before final development.

danger of reaction or rearrangement on heating to 110° in the presence of silica gel. Other systems may not be so obliging.

These results have been used to obtain an efficient separation of the above compounds and similar polyphenyl ethers in column chromatography.

Monsanto Research Corporation,
Boston Laboratories, Everett, Mass. (U.S.A.)

RICHARD H. NEALEY

¹ E. STAHL, *Chemiker Ztg.*, 82 (1958) 323.

Received August 19th, 1963

J. Chromatog., 14 (1964) 120-123

Die Anwendung der Dünnschichtchromatographie zur Trennung des 2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β -carboxyäthyl)-6-hydroxychromans und des Tocopheronolactons von α -Tocopherylchinon und einigen Tocopherolen

Untersuchungen von SIMON und Mitarbeitern¹ über den Wirkungsmechanismus des α -Tocopherols zeigten, dass das Tocopheronolacton [Lacton des 2-(3-Hydroxy-3-methyl-5-carboxypentyl)-3,5,6-trimethylbenzochinons] ein Umwandlungsprodukt des α -Tocopherols im tierischen Organismus darstellt. Von MARTIUS UND FÜRER² wird das 2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β -carboxyäthyl)-6-hydroxychroman als eine sehr wahrscheinliche Abbaustufe des α -Tocopherols durch β -Oxydation angesehen. Beide genannten Verbindungen sind von WEICHERT und Mitarbeitern³ bereits synthetisch hergestellt worden*. Wegen ihrer grossen Bedeutung sollte geprüft werden, welche Möglichkeiten bestehen, 2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β -carboxyäthyl)-6-hydroxychroman, Tocopheronolacton, α -, γ -, δ -Tocopherol und α -Tocopherylchinon mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie voneinander zu trennen. Die Ergebnisse sind in Tabelle I zusammenge-

* Herrn Dr. WEICHERT vom Institut für Pharmazie und Biochemie, Prag, danke ich herzlich für die Überlassung von Substanzproben.

TABELLE I

R_F-WERTE DER UNTERSUCHTEN VERBINDUNGEN

- A₁: Zinkcarbonat–Aluminiumoxyd (1:3).
 A₂: Zinkcarbonat–Silicagel (1:1).
 S₁: Aceton–paraffingesättigtes Wasser (9:1).
 S₂: Chloroform
 S₃: Acetonitril–Wasser (9:1).
 S₄: Benzol–Chloroform (1:1).

Verbindungen	<i>R_F</i>			
	A ₁		A ₂	
	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄
2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β-carboxyäthyl)- 6-hydroxychroman	0.34	0.00	0.30	0.00
Tocopheronolacton	1.00	0.59	1.00	0.61
α-Tocopherylchinon	1.00	0.58	1.00	0.75
α-Tocopherol	1.00	0.72	1.00	0.83
γ-Tocopherol	1.00	0.42	1.00	0.80
δ-Tocopherol	1.00	0.31	1.00	0.67

fasst¹ wiedergegeben. Eine gute Trennung des 2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β-carboxyäthyl)-6-hydroxychromans von allen aufgeführten Verbindungen erreicht man mit dem Adsorbens Zinkcarbonat–Aluminiumoxyd (5 g Zinkcarbonat, 15 g Aluminiumoxyd nach Brockmann, 20 ml Wasser, 2 ml Wasserglas) und dem Lösungsmittelsystem Aceton–paraffingesättigtes Wasser (9:1)⁴ oder mit Zinkcarbonat–Silicagel (10 g Zinkcarbonat, 10 g Silicagel, 40 ml Wasser, 2 ml Wasserglas) und dem Laufmittel Acetonitril–Wasser (9:1)⁵. Das Tocopheronolacton lässt sich am besten in dem System Zinkcarbonat–Silicagel mit Benzol–Chloroform (1:1)⁴ von den anderen Verbindungen mit Ausnahme des δ-Tocopherols abtrennen. Eine ausreichende Trennwirkung der aufgeführten Tocopherole wird mit Zinkcarbonat–Aluminiumoxyd und Chloroform als Laufmittel erzielt; dabei stören das Tocopheronolacton, das 2,5,7,8-Tetramethyl-2-(β-carboxyäthyl)-6-hydroxychroman und α-Tocopherylchinon nicht.

Die Versuche wurden mit Glasplatten 12 × 18 cm durchgeführt, die aufgebrachte Adsorbensmischung 25 min bei 110° aktiviert. Bei einer Steighöhe von 15 cm und einer Schichtstärke von 0.50 mm beträgt die Laufzeit mit Benzol–Chloroform (1:1) 60 min, in allen anderen Systemen 30–35 min. Als Sprühreagenz zum Nachweis aller untersuchten Verbindungen eignet sich eine 0.2% ige äthanolische Rhodamin-B-Lösung⁴.

*Institut für Ernährung der Deutschen Akademie
 der Wissenschaften zu Berlin,
 Potsdam-Rehbrücke (Deutschland)*

H. SCHMANDKE

¹ E. J. SIMON, A. EISENGART, L. SUNDHEIM UND A. T. MILHORAT, *J. Biol. Chem.*, 221 (1956) 807.

² C. MARTIUS UND E. FÜRER, *Biochem. Z.*, 336 (1963) 474.

³ J. WEICHET, L. BLÁHA UND B. KAKÁČ, *Collection Czech. Chem. Commun.*, 24 (1959) 1689.

⁴ H. WAGNER UND B. DENGLER, *Biochem. Z.*, 336 (1962) 380.

⁵ H. H. DRAPER, A. SAARI CSALLANY UND S. N. SHAH, *Biochim. Biophys. Acta*, 59 (1962) 527.

Eingegangen am 6. August 1963