

Spaltungsprodukte nach der KMnO_4 Oxydation wurden durch Besprühen mit einer 0.5 %iger Phenylhydrazinhydrochloridlösung sichtbar gemacht. Es werden Phenylhydrazone gebildet, die im U.V.-Licht blaugrün fluoreszieren.

*Východočeské Chemické Závody "Synthesia",**
Pardubice-Semtín (Tschechoslowakei)

J. LATINÁK

¹ A. G. GREEN UND A. R. WAHL, *Ber.*, 30 (1897) 3097.

² H. THEIDEL, *Textil-Praxis*, 18 (1963) 773.

³ J. PANCHÁRTEK, Z. J. ALLAN UND F. MUŽÍK, *Collection Czech. Chem. Commun.*, 25 (1960) 2783.

⁴ J. LATINÁK UND L. SKALICKÝ, *Collection Czech. Chem. Commun.*, 22 (1957) 967.

Eingegangen den 24. Januar 1964

* Ostböhmisches Chemische Werke "Synthesia" .

J. Chromatog., 14 (1964) 482-484

Chromatographische Trennung substantiver Farbstoffe

Bei der Papierchromatographie der wasserlöslichen Azofarbstoffe verursacht die Affinität dieser Farbstoffe zur Zellulose — die Substantivität — grosse Schwierigkeiten. Die Farbstoffe werden oft sehr stark auf Zellulose adsorbiert, sodass sie am Chromatogramm nur sehr langsam wandern (das Entwickeln erfordert auch einige Tage) und überdies nicht gut entwickelte Flecken, sondern langgezogene Streifen liefern. Eine gewisse Substantivität gegenüber der Zellulose weisen auch einige einfache zu den sauren Wollfarbstoffen gehörende Farbstoffe, bei welchen diese Eigenschaft nicht erwartet wurde. Einige Autoren¹⁻³ waren bestrebt, die Bedingungen der Chromatographie dieser Farbstoffe derart zu modifizieren, dass ihre Ergebnisse wenigstens annehmbar sind. Sie wurden entweder von dem Bemühen geleitet das Zellulosepapier durch acetyliertes, Glasfaser- oder Aminoäthylzellulosepapier zu ersetzen, oder sie versuchten durch Änderung des Verfahrens oder Anwendung neuerer Lösungsmittelsysteme bessere Ergebnisse zu erzielen. Nachdem LATINÁK⁴ zur Auftrennung der substantiven optischen Aufhellmittel mit grossem Erfolg die Dünnschichtchromatographie an Kieselgel zur Anwendung brachte, versuchten auch wir in unserem Laboratorium diese Methode zur Auftrennung der substantiven Azofarbstoffe anzuwenden, indem wir mit denselben Lösungsmittelsystemen wie bei der Papierchromatographie, d.i. *n*-Propanol-Ammoniak (2:1), Pyridin-*n*-Amylalkohol-Ammoniak (1:1:1) u.ä., arbeiteten. In der Fig. 1 sind die Photographien sowie der Dünnschichtchromatogramme an Kieselgel, als auch der Papierchromatogramme einiger substantiver Farbstoffe unter Anwendung der gleichen mobilen Phasen wiedergegeben. Aus der Abbildung ist ersichtlich, dass durch die Anwendung der Kieselgelschichten mit Wasser als stationäre Phase alle die genannten Schwierigkeiten bei der Papierchromatographie, die durch die Substantivität oder durch die Bindung mit Zellulose im Falle der Reaktivfarbstoffe verursacht werden, beseitigt werden. Unsere bisherigen Erfahrungen zeigen, dass durch richtige Wahl geeigneter mobiler Phasen Fall von Fall die gewünschten Trennungen erzielt werden können. In unserem

J. Chromatog., 14 (1964) 484-486

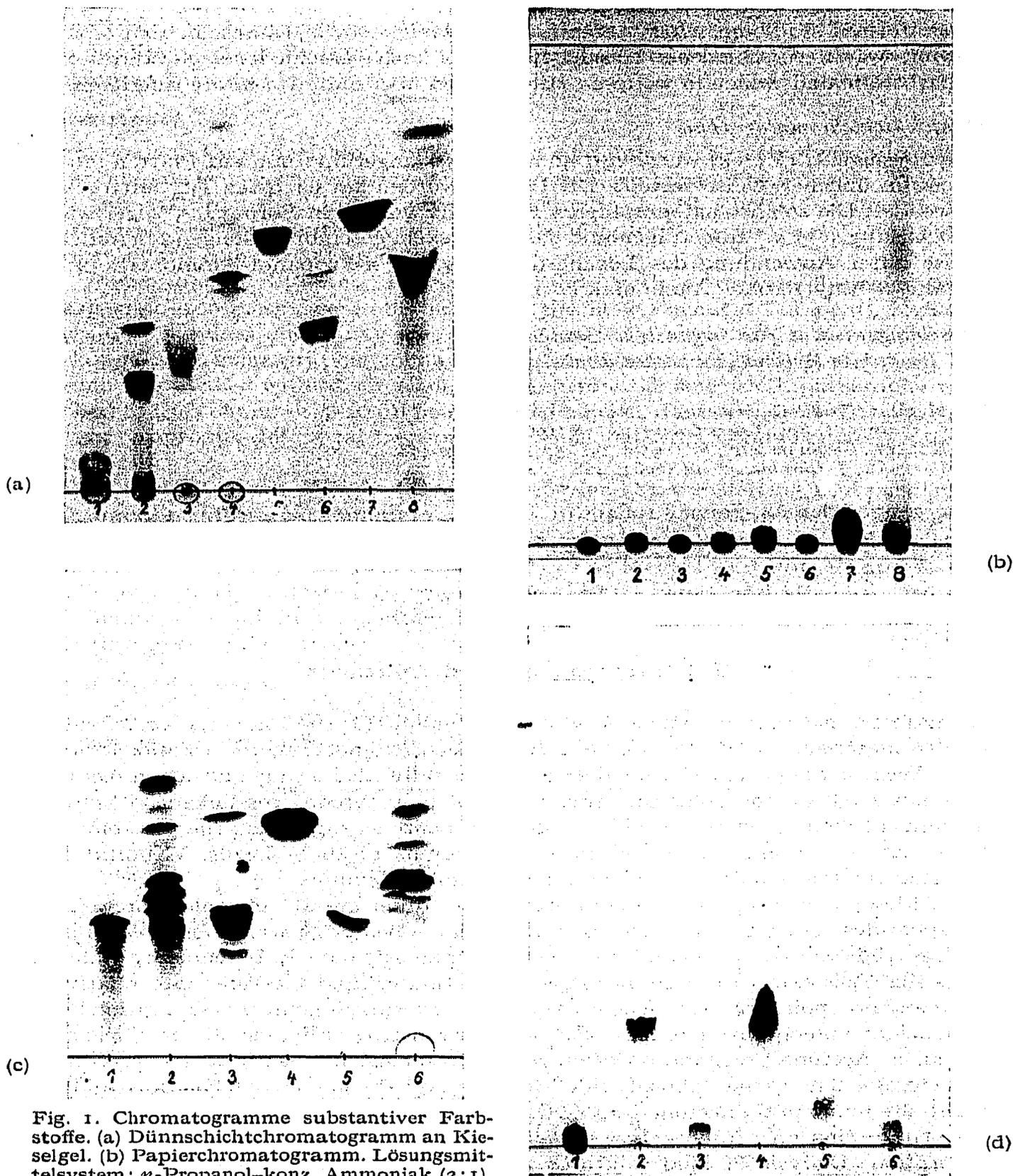


Fig. 1. Chromatogramme substantiver Farbstoffe. (a) Dünnschichtchromatogramm an Kieselgel. (b) Papierchromatogramm. Lösungsmittelsystem: *n*-Propanol-konz. Ammoniak (2:1). 1 = Viermal gekoppelte R-Säure. 2 = Dreimal gekoppelte I-Säure. 3 = Dianil Blue G. 4 = 4,4'-Diaminodiphenylsulphon \rightleftharpoons Naphthionsäure. 5 = Benzopurpurin 10 B. 6 = Chicago Blue B. 7 = CongoRed. 8 = Sellaechtbraun DGR. (c) Dünnschichtchromatogramm an Kieselgel. (d) Papierchromatogramm. Lösungsmittelsystem: Pyridin-*n*-Amylalkohol-Ammoniak (1:1:1). 1 = Solophenylgrau 4G. 2 = Sellaechtbraun DGR. 3 = Diphenylechtgrün BE. 4 = Congo Red. 5 = Chicago Blue B. 6 = 4,4'-Diaminodiphenylsulphon \rightleftharpoons Naphthionsäure.

Laboratorium studieren wir systematisch die Papier- sowie Dünnschichtchromatographie sowohl verschiedener Handelstypen, als auch verschiedener gewählter Modellfarbstoffe und wollen in weiteren Mitteilungen über diese Resultate referieren.

Dünnschichtchromatographie

20 g Kieselgel G (Merck) wurde mit 40 ml Wasser angerührt und auf Platten (20 × 17 cm) in üblicher Weise verteilt. Die Platten wurden am nächsten Tag lufttrocken verwendet. Die zu chromatographieren Farbstoffe wurden in Form ca. 5 %iger wässriger Lösungen (5 μ l) aufgetragen und das Entwickeln geschah aufsteigend in üblicher Weise unter Anwendung des Lösungsmittelsystems *n*-Propanol-Ammoniak (2:1), Pyridin-*n*-Amylalkohol-Ammoniak (1:1:1) u.ä.

Forschungsinstitut für Organische Synthesen,
Pardubice-Rybitví (Tschechoslowakei)

J. GASPARIČ
A. CEE

- ¹ L. MECKEL, *Textil-Rundscha*, 16, No. 7 (1961) 1.
² J. C. BROWN, *J. Soc. Dyers Colourists*, 76 (1960) 536.
³ J. KOLŠEK, *Chemiker Ztg.*, 82 (1958) 35, 457; 83 (1959) 478.
⁴ J. LATINAK, *J. Chromatog.*, 14 (1964) 482.

Eingegangen den 24. Januar 1964

J. Chromatog., 14 (1964) 484-486

Gel filtration of lipid mixtures*

Gel filtration has proven to be a very useful technique for the fractionation of water-soluble materials but the technique has not been extended to the fractionation of lipids because the polysaccharide derivative generally used as a gel filtration medium does not swell in non-polar solvents. Beads of polystyrene crosslinked with small amounts of divinylbenzene swell extensively in benzene, suggesting the possibility of fractionating benzene-soluble mixtures on columns of these beads. VAUGHN¹ has reported the fractionation of polystyrene on similar columns.

Although simple and complex lipids do not differ greatly in molecular weight, phosphatides associate into micelles in non-polar solvents²⁻⁴, while non-polar lipids, such as triglycerides, sterols and sterol esters apparently have little tendency to do so. Thus the basis exists for a gel filtration separation of lipid mixtures into relatively polar and non-polar fractions. The usual methods for carrying out this separation have been acetone precipitation of phosphatides or chromatography, usually on silicic acid columns⁵. Acetone precipitation often results in inclusion of saturated triglycerides and sterol esters in the "phosphatide" fraction and the galactosylglyceride lipids of plants are found in the acetone-soluble fraction⁶. Column chromatography is relatively time-consuming on a preparative scale and can result in losses due to irreversible adsorption. Dialysis of lipid mixtures through rubber membranes in a non-polar

* Journal Paper No. J 4770 of the Iowa Agricultural and Home Economics Experiment Station, Ames, Iowa. Project No. 1546.