

The content of pregnanediol in the morning urines of fertile, non-pregnant women was found to be about 1 mg/1000 ml in the pre-ovulatory phase and about 6 mg/1000 ml in the late post-ovulatory phase.

This study was carried out with the technical assistance of Mrs. ELLA ANDERSEN and Miss LATRELLE HASTINGS.

Biochemical Department of the Municipal Hospital,
Aalborg (Denmark)

H. O. BANG

¹ A. KLOPPER, E. A. MICHIE AND J. K. BROWN, *J. Endocrinol.*, 12 (1955) 209.

² D. WALDI, *Klin. Wochschr.*, 16 (1962) 827.

³ L. STARKA AND J. MALÍKOVÁ, *J. Endocrinol.*, 22 (1961) 215.

⁴ K. FOTHERBY AND D. N. LOVE, *J. Endocrinol.*, 20 (1960) 157.

⁵ E. STAHL, *Dünnschicht-Chromatographie*, Springer Verlag, Berlin, 1962.

Received December 19th, 1963

J. Chromatog., 14 (1964) 520-523

Dünnschichtchromatographische Trennung von Ketocarbonsäuren

Prinzip

Die Ketocarbonsäuren wurden mit 4-Oxo-2-thion-thiazolidin (Rhodanin) in die entsprechenden Rhodaninderivate übergeführt, die sich auf Acetylcellulose-Schichten trennen lassen. Untersucht wurden (angeordnet nach steigender Zahl der Kohlenstoffatome), die in Tabelle I angegebenen Ketocarbonsäuren.

TABELLE I

R_F -WERTE DER RHODANINDERIVATE DER KETOCARBONSÄUREN IN VERSCHIEDENEN ELUTIONSMITTELEN

	R_F			
	I	II	III	IV
α -Ketopropionsäure	0.55	0.22	0.32	0.51
Oxalessigsäure	0.54	0.22	0.32	0.51
α -Ketobuttersäure	0.67	0.34	0.44	0.59
α -Ketoisovaleriansäure	0.71	0.47	0.53	0.65
α -Keto- <i>n</i> -valeriansäure	0.73	0.51	0.57	0.70
γ -Keto- <i>n</i> -valeriansäure	0.59	0.26	0.41	0.54
α -Ketoglutarsäure	0.29	0.04	0.09	0.27
α -Ketocaprionsäure	0.78	0.65	0.68	0.78
α -Keto- <i>D</i> -gluconsäure, Kaliumsalz	0.68	—	0.58	0.67
α -Ketoisocaprionsäure	0.78	0.70	0.67	0.77
α -Ketoenanthsäure	0.83	0.79	0.77	0.85
α -Ketocaprilsäure	0.87	0.83	0.85	0.91
Phenylglyoxylsäure	0.65	0.54	0.47	0.59
α -Ketopelargonsäure	0.74	0.62	0.50	0.75
α -Ketophenylpropionsäure	0.60	0.47	0.66	0.65
4-Hydroxyphenylbrenztraubensäure	0.67	0.42	0.49	0.71
Reagenz			0.60	0.70

Reagenzlösung

250 mg Rhodanin, 5 Tropfen Ammoniakflüssigkeit (25 %ig) und 50 mg Ammoniumchlorid werden in 100 ml Äthanol unter leichtem Erwärmen gelöst.

Lösung der Ketosäuren

0.5 %ig in Äthanol (96 %ig). Das Kaliumsalz der 2-Keto-D-gluconsäure wird 0.5 %ig in einem Gemisch aus gleichen Volumteilen Äthanol 96 %ig-Wasser gelöst.

Herstellung der Rhodanin-Derivate

2.0 ml der jeweilig gelösten Ketosäure werden mit 4.0 ml der erkalteten Reagenzlösung 10 Min. lang im Wasserbad unter Rückfluss bei 65–75° erwärmt.

Herstellung der Sorptionsschicht

(Ausreichend für 5 Platten 200 × 200 mm.) 10.0 g Cellulosepulver MN 300 Ac werden mit 50 ml Methanol und 5 ml Wasser gemischt und anschliessend im Starmix 1–2 Min. lang homogenisiert. Die beschichteten Platten werden 5–10 Min. lang bei 60° getrocknet.

Chromatographie

Elutionsmittel. I. *n*-Propanol–*n*-Butanol–Ammonkarbonatlösung* (40:20:30, v/v); II. *n*-Propanol–*n*-Butanol–Ammonkarbonatlösung (30:30:30, v/v); III. *n*-Propanol–*n*-Butanol–Ammonkarbonatlösung (35:25:30, v/v); IV. *n*-Propanol–Ammonkarbonatlösung (2:1) v/v).

Trennstrecke: 100 mm; Aufgetragene Menge: 0.5–2 γ . Laufzeit: Je nach Art des angewandten Elutionsgemisches 100–120 Min.

Chromatographiert wird bei Zimmertemperatur unter Kammerübersättigung.

Detektion

Die Reaktionsprodukte der Ketosäuren sind im U.V.-Licht bei 365 m μ als dunkle Flecken zu erkennen, die überschüssige Reagenzlösung bei 254 m μ .

Pharmazeutisches Institut der Universität Bonn,
Bonn (Deutschland)

MELANIE RINK
SIGRID HERRMANN

Eingegangen den 7. Oktober 1963

* Die Ammonkarbonatlösung besteht aus zwei Teilen 10 %iger wässriger Ammonkarbonatlösung und einem Teil 5 N Ammoniak.