

## Beitrag zur dünn-schicht-chromatographischen Trennung von Naphthochinonen und Naphtholen

Im Rahmen unserer Untersuchungen über die Biosynthese von Chinonen sowie über den biochemischen Wirkungsmechanismus von Naphthochinonen, insbesondere von Vitamin  $K_3$ , bei der einzelligen Alge *Poteriochromonas stipitata*<sup>1,2</sup> interessierten wir uns für den dünn-schicht-chromatographischen Nachweis einiger Naphthochinone und Naphthole. Derartige Trennungen sind öfter für natürlich vorkommende Chinone mit isoprenoider Seitenkette beschrieben worden<sup>3-6</sup>. SEEBOTH hat u.a. 1- und 2-Naphthole auf Supergelplatten getrennt<sup>7</sup>, ferner beschrieben GRAU UND ENDRES die Trennung von Chinonen und Phenolen an acetyliertem Polyamid<sup>8</sup>. Für die uns interessierenden Substanzen waren im Schrifttum keine geeigneten Trennverfahren zu finden. Deshalb möchten wir kurz über unsere Ergebnisse berichten.

Folgende Substanzen wurden getrennt: 1-Naphthol; 2-Naphthol; 1,4-Naphthochinon; 1,2-Naphthochinon; 2-Methyl-1,4-naphthochinon (Menadion); 2-Methyl-1,4-naphthochinon-bisulfit (Vit.  $K_3$ ); 2-Methyl-1,4-naphthochinon-diphosphat (Vit.  $K_4$ ); 5-Hydroxy-1,4-naphthochinon (Juglon); Vitamin  $K_1$  und Vitamin  $K_{2(35)}$ . Ausserdem wurde Plastochinon-45 in die Untersuchung mit einbezogen.

Die DS-Platten wurden in der üblichen Weise hergestellt<sup>9</sup> und vor dem Gebrauch 30 Min. bei  $+110^\circ$  aktiviert. Imprägnierte Platten wurden durch Besprühen mit 4%igem Paraffinum liquidum DAB 7 in Benzin (Kp.  $+90-100^\circ$ ) erhalten. Zum Sichtbarmachen der Flecken besprühten wir die Platten entweder mit 0.05%iger Rhodamin B-Lösung oder Chromschwefelsäure.

Fig. 1 zeigt die Trennmöglichkeiten für die genannten Verbindungen auf einer Mischplatte aus Kieselgel G-Kieselgur G (1:1) mit Laufmittel Benzin (Kp.  $+90-100^\circ$ )-Methyläthylketon (85:15). Die Trennung von Juglon und 1,4-Naphthochinon ist durch mehrmaliges Entwickeln mit Benzin (Kp.  $+90-100^\circ$ )-Methyläthylketon (93:7) möglich.

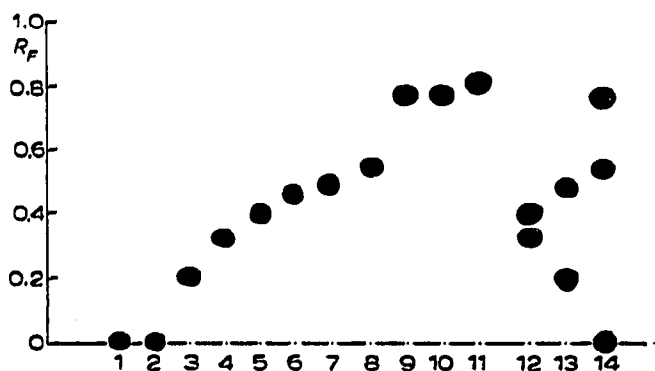


Fig. 1. Trennung von Vitamin  $K_3$  (1), Vitamin  $K_4$  (2), 1,2-Naphthochinon (3), 2-Naphthol (4), 1-Naphthol (5), Juglon (6), 1,4-Naphthochinon (7), Menadion (8), Vitamin  $K_1$  (9), Vitamin  $K_{2(35)}$  (10), Plastochinon-45 (11), 2-Naphthol + 1-Naphthol (12), 1,2-Naphthochinon + 1,4-Naphthochinon (13), Vitamin  $K_3$  + Vitamin  $K_4$  + Menadion + Vitamin  $K_1$  + Vitamin  $K_{2(35)}$  (14). Platte: Kieselgel G-Kieselgur G (1:1). Laufmittel: Benzin-Methyläthylketon (85:15). Anfärbung: Rhodamin B. Laufzeit: ca. 20 Min. für 12.5 cm.

Benzol-Äthylacetat (97:3) anstatt des erstgenannten Laufmittels führt zu ähnlichen Ergebnissen. Die erhaltenen  $R_F$ -Werte sind in Tabelle I aufgeführt. Fig 2.

TABELLE I

TRENNUNG VERSCHIEDENER NAPHTHOCHINONE MIT BENZOL-ÄTHYLACETAT (97:3)

	$R_F \times 100$
Vit. K <sub>3</sub>	0
Vit. K <sub>4</sub>	0
1,2-Naphthochinon	13
2-Naphthol	30
1-Naphthol	40
Juglon	40
1,4-Naphthochinon	42
Menadion	48
Vit. K <sub>1</sub>	79
Vit. K <sub>2(35)</sub>	81
Plastochinon-45	82

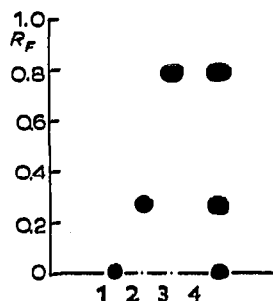
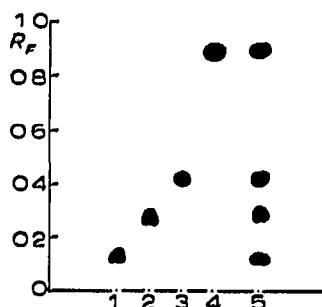


Fig. 2. Trennung von Plastochinon-45 (1), Vitamin K<sub>2(35)</sub> (2), Vitamin K<sub>1</sub> (3), Menadion (4), Gemisch der Substanzen 1-4 (5). Platte: Kieselgel G-Kieselgur G (1:1), paraffinimprägniert. Laufmittel: Aceton-Wasser (90:10). Anfärbung: Rhodamin B. Laufzeit: ca. 30 Min. für 10 cm.

Fig. 3. Trennung von Vitamin K<sub>4</sub> (1), Vitamin K<sub>3</sub> (2), Menadion (3), Gemisch der Substanzen 1-3 (4). Platte: Kieselgel G. Laufmittel: Benzol-Methanol (60:40). Anfärbung: Chromschwefelsäure (15 Min., +120°). Laufzeit: ca. 30 Min. für 10 cm.

zeigt das Ergebnis der Trennung von Menadion, Vit. K<sub>1</sub>, Vit. K<sub>2(35)</sub> und Plastochinon auf einer paraffin-imprägnierten Mischplatte mit Aceton-Wasser (90:10) als Laufmittel<sup>3,4</sup>. Die Vitamine K<sub>3</sub> und K<sub>4</sub> sowie Menadion lassen sich auf Kieselgel G-Platten mit Laufmittel Benzol-Methanol (60:40) gut trennen (Fig. 3).

Institut für Physiologische Chemie der  
Universität Rostock (D.D.R.)

W. DUMMLER  
P. DÖRFLING

1 W. DUMMLER, P. DÖRFLING UND U. RATH, III. Jahrestag. Biochem. Ges. DDR, Suhl, 1966.

2 W. DUMMLER, *Naturwiss.*, 51 (1964) 14.

3 R. RÜEGG UND O. ISLER, *Planta Med.*, 9 (1961) 386.

4 H. WAGNER, L. HÖRHAMMER UND B. DENGLER, *J. Chromatog.*, 7 (1962) 211.

5 R. A. DILLEY, *Anal. Biochem.*, 7 (1964) 240.

6 K. EGGER UND H. KLEINIG, *Z. Anal. Chem.*, 211 (1965) 187.

7 H. SEEBOTH, *Monatsber. Deut. Akad. Wiss. Berlin*, 5 (1963) 693.

8 W. GRAU UND H. ENDRES, *J. Chromatog.*, 17 (1965) 585.

9 E. STAHL, *Dünnschichtchromatographie*, Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1962.

Eingegangen den 7. März 1967