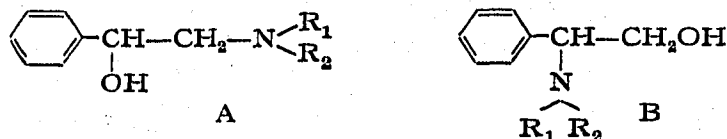


CHROM. 339I

Zum Nachweis isomerer Phenyläthanolamine

Die analytische Erfassung isomerer Phenyläthanolamine des Typs A und B, insbesondere in Gemischen, ist bislang nur in einzelnen Fällen untersucht worden¹.



Dies resultiert daraus, dass die Isomere B vergleichsweise schwerer zugänglich und daher zum Teil noch nicht dargestellt waren und zum andern, weil rein methodisch die Voraussetzungen früher nicht günstig schienen. Papierchromatographisch wurden, wenn überhaupt, nur sehr geringe R_F -Differenzen festgestellt und auch I.R.-spektroskopisch² war nur in einem Einzelfall eine grobe Schätzung möglich. Überraschenderweise lagen auch gaschromatographisch nur negative Ergebnisse vor².

Nach Reindarstellung einer Reihe von Isomeren entwickelten wir zur qualitativen Bestimmung dünnschichtchromatographische Verfahren.

TABELLE I

DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHISCHE TRENNUNG

$-\text{N} \begin{matrix} \text{R}_1 \\ \text{R}_2 \end{matrix}$	Fließmittel α		Fließmittel β	
	Typ A	Typ B	Typ A	Typ B
I $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	0.40	0.57	0.38	0.31
II $-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	0.32	0.58	0.60	0.59
III $-\text{N}$	0.42	0.63	0.64	0.58
IV $-\text{N}$	0.30	0.58	0.42	0.38
V $-\text{N}$	0.80	0.78	0.59	0.46

Im Fließmittelsystem α gelingt eine gute Auftrennung der Komponenten I–IV und auch in Mischungen ist infolge der relativ grossen R_F -Unterschiede—selbst bei ungünstigen Mengenverhältnissen—eine eindeutige Differenzierung möglich. Für die Morpholinderivate V ist diese Voraussetzung erst bei Anwendung des Fließmittelsystems β gegeben. (Siehe Tabelle I.)

Noch eleganter ist die gaschromatographische Trennung an einer alkalisch unterlegten K-Säule. Hier kann eine Mischung aller zehn Aminoalkohole bei 200° recht gut getrennt werden (vgl. Fig. 1).

Zur optimalen Trennung der entsprechenden Isomere A und B empfehlen sich die in der Tabelle II genannten Bedingungen.

Auf die Weise ist auch eine quantitative Bestimmung einwandfrei möglich.

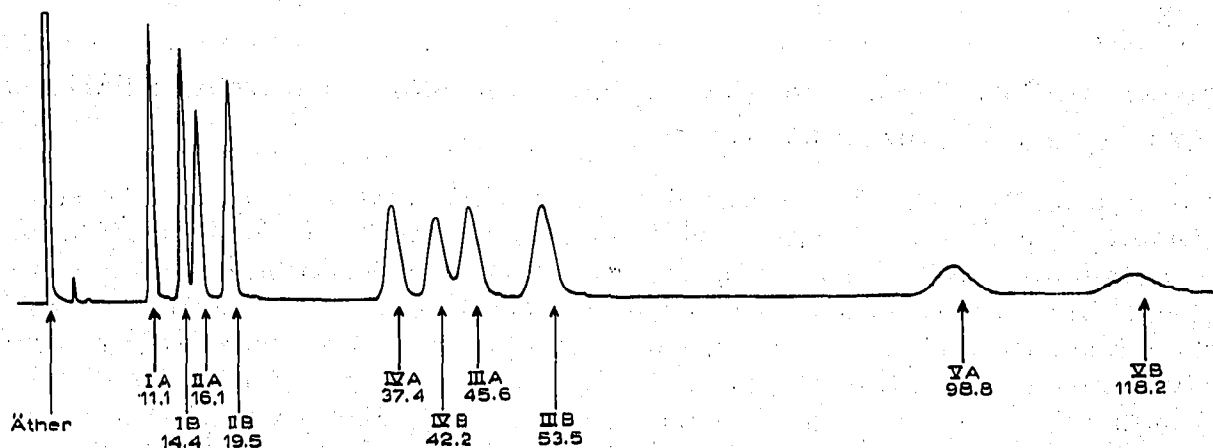


Fig. 1. Gaschromatogramm isomerer Phenyläthanolamine. Die Retentionszeit versteht sich vom Ätherpeak bis zum Maximum des Substanzpeaks und ist in Minuten angegeben.

TABELLE II

GASCHROMATOGRAPHISCHE TRENNUNG

Isomere	Temperatur (°C)	N ₂ -Durchfluss	Retentionszeit (Min.)	
			A	B
I	200	100 ml/Min.	11.1	14.4
II	200	100 ml/Min.	16.1	19.5
III	200	100 ml/Min.	45.6	53.5
IV	190	100 ml/Min.	45.3	50.8
V	220	100 ml/Min.	33.3	38.8

Experimentelles

Dünnschichtchromatographie. Sorptionsmittel HF₂₅₄ (Merck); Aktivierung 1 Std. 110°. Schichtdicke 0.3–0.4 mm. Entwicklungslänge 10 cm bei 19–20°. Detektion: (a) U.V.-Fluoreszenzlöschung; (b) Dragendorff-Reagens modifiziert³.

Fliessmittelsystem α : 96 % Äthanol–Wasser–konz. Ammoniak (40:60:2).

Fliessmittelsystem β : Benzol–Aceton–konz. Ammoniak (70:30:2).

Gaschromatographie. Gerät Hewlett-Packard, Modell 5754, Flammenionisation-detektor. Säule: Länge 3 m, Durchmesser 1/4 in.; Chromosorb 30/60 5 % mit KOH und dann 10 % mit Polyäthylenglykol 20000 belegt.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung der Arbeit.

Pharmazeutisch-chemisches Institut der Universität Tübingen
(Deutschland)

H. MÖHRLE
R. FEIL

¹ H. J. ROTH UND A. BRANDAU, *Arch. Pharm.*, 292 (1959) 761.

² N. B. CHAPMAN, N. S. ISAACS UND R. E. PARKER, *J. Chem. Soc. (London)*, (1959) 1925.

³ H. THIES UND F. W. REUTHER, *Naturwiss.*, 41 (1954) 230.

Eingegangen den 20. Dezember 1967