

CHROM. 4020

## Eine dünnschichtchromatographische Methode zur Trennung quartärer Pyridiniumaldoxime

Auf der Grundlage bekannter Identifikationsmethoden für Pyridinderivate mit Hilfe der Papierchromatographie (Übersicht s. Lit. 1) wurde ein dünnschichtchromatographisches Verfahren für quartäre Pyridiniumaldoxime ausgearbeitet. Mit zweidimensionalem Arbeiten gelingt es sieben mono- und bisquartäre Derivate zu trennen (Fig. 1). Es handelt sich um die Substanzen: 2-PAM, GK 3, Toxogonin, TMB 4, HS 6, Pyridin-2-aldoxim-hydrochlorid und Pyridin-4-aldoxim-hydrochlorid (Formulae, s. Fig. 2). Als Sorptionsmittel diente Zellulosepulver (144 LS, Schleicher und Schüll), dem auf 25 g 2 g Reis- oder Maisstärke zugesetzt werden. Diese verbessert die Haftfähigkeit der Zellulose auf der Glasplatte. Mit DC-Fertigplatten (Alufolie Cellulose, Merck) wurden die gleichen Ergebnisse erzielt.

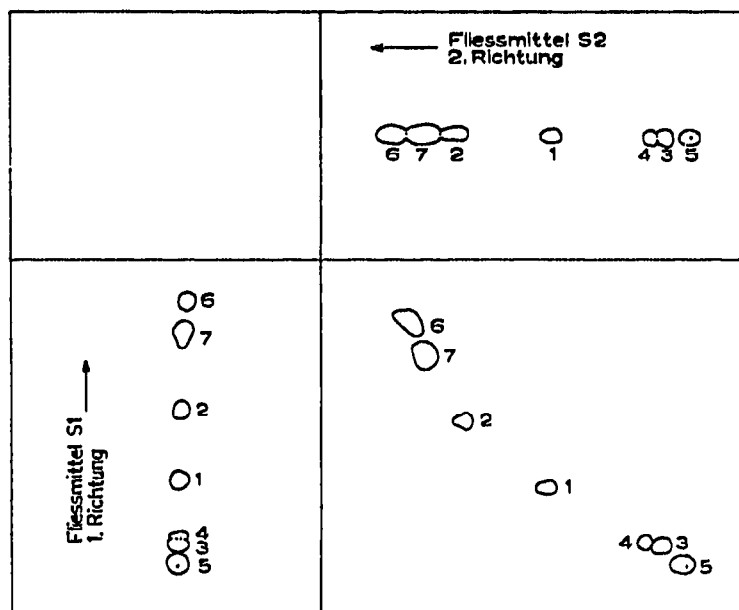


Fig. 1. Trennung von 2-PAM (1), GK 3 (2), Toxogonin (3), TMB 4 (4), HS 6 (5), Pyridin-2-aldoxim-hydrochlorid (6) und Pyridin-4-aldoxim-hydrochlorid (7). Sorbent: Zellulosepulver. Fließmittel:  $S_1$  (1. Richtung), 2-Methylbutanol-Aceton-Essigsäure-Wasser (56:24:6:14);  $S_2$  (2. Richtung), *n*-Propanol-Essigsäure-Wasser (8:1:1). Aufgetragene Menge, je 1  $\mu$ g; Laufstrecke, 10 cm; Sichtbar gemacht, U.V. 254 nm.

Als Fließmittel in der ersten Richtung diente 2-Methylbutanol (Isoamylalkohol)-Aceton-Essigsäure-Wasser (56:24:6:14) ( $S_1$ ) wie es LEUSCHNER<sup>2,3</sup> für Nicotinsäurehydrazid empfiehlt. Als Fließmittel in der zweiten Richtung wurde *n*-Propanol-Essigsäure-Wasser (8:1:1) ( $S_2$ ) verwendet, eine Abwandlung des Gemisches, das CUTHBERTSON *et al.*<sup>4</sup> für Pyridinderivate beschrieben (Tabelle I).

Die Substanzen wurden in wässriger Lösung aufgetragen. Die Laufstrecke betrug 10 cm in jeder Richtung. Alle Verbindungen sind im U.V. bei 254 nm deutlich zu

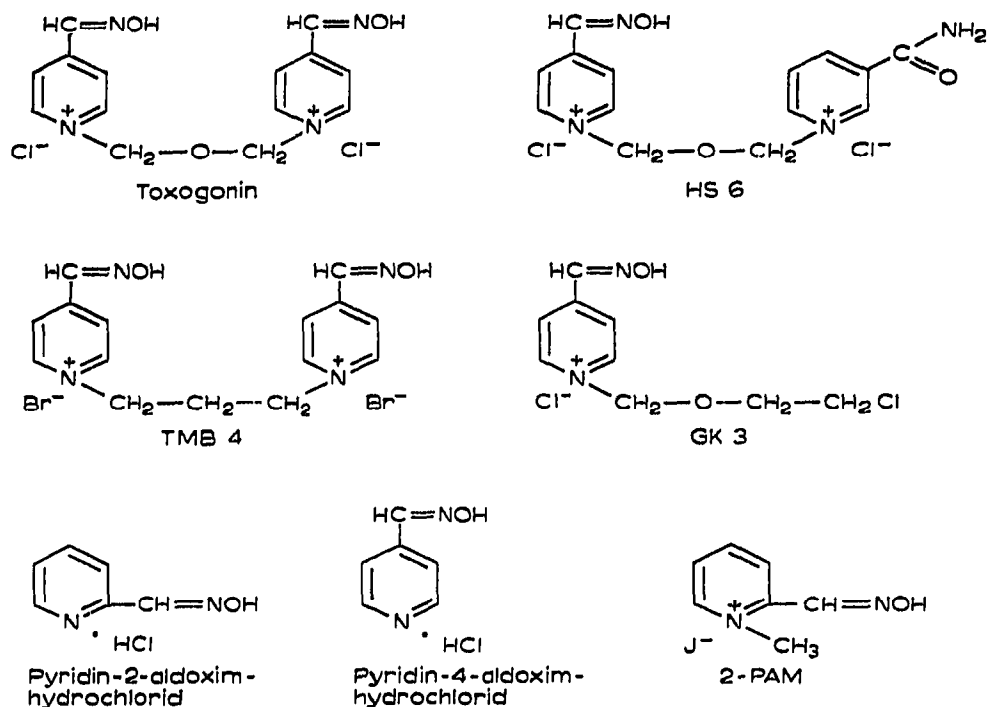


Fig. 2. Struktur der im Chromatogramm getrennten Stoffe.

TABELLE I

Substanz	$R_F$ -Werte	
	$S_1$	$S_2$
HS 6	0.01	0.01
Toxogonin	0.07	0.08
2-PAM	0.29	0.39
GK 3	0.52	0.66
Pyridin-4-aldoxim-HCl	0.78	0.74
Pyridin-2-aldoxim-HCl	0.88	0.82

erkennen. Dragendorff-Reagenz (Kaliumwismutjodid nach KUFFNER UND ANDERL<sup>5)</sup> färbt nur die quartären Pyridiniumderivate, nicht aber die Hydrochloride, orange an und bietet so ein zusätzliches Unterscheidungsmerkmal.

Institut für Aerobiologie der Fraunhofer-Gesellschaft zur  
Förderung der angewandten Forschung e.V.,  
5949 Grafschaft/Sauerland (B.R.D.)

HELMUT KUHNEN

1. M. HAIS UND K. MACEK, *Handbuch der Papierchromatographie*, Bd. I-III, Gustav Fischer, Jena, 1963.
2. F. LEUSCHNER, *Arzneimittelforsch.*, 4 (1954) 686.
3. F. LEUSCHNER, *Arch. Exptl. Pathol. Pharmakol.*, 221 (1954) 323.
4. W. F. J. CUTHBERTSON, D. M. IRELAND UND W. WOLFF, *Biochem. J.*, 55 (1955) 669.
5. F. KUFFNER UND N. ANDERL, *Monatsh. Chem.*, 86 (1955) 995.

Eingegangen am 14. Februar 1969