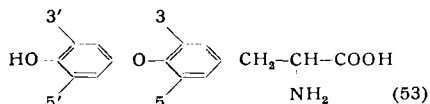


neuen Jod-Verbindungen in der Schilddrüse und bei Meeresbewohnern (Schwämme, Seetang, Hornkorallen und Algen) mehrere, bisher unbekannte Halogen-Derivate des Tyrosins und Thyronins (53) entdeckt¹²⁸⁾.

Der Nachweis gelang meist wie folgt: man suchte zunächst an Hand der synthetischen Verbindungen Lösungsmittel-Systeme, mit denen sich die in Frage kommenden Verbindungen papierchromatographisch von den anderen Jod-Derivaten sauber abtrennen ließen. Darauf wurden — z. B. bei der Untersuchung des Thyroglobulins — Versuchstiere mit markiertem Jodid (¹³¹J) gespritzt und die Schilddrüsen-Proteine zu bestimmten Zeiten nach der Injektion isoliert. Sie mußten enzymatisch hydrolysiert werden, da bei der sauren und alkalischen Hydrolyse immer Verluste an organisch gebundenem Jod zu befürchten sind und so Jod-ärmere Sekundärprodukte entstehen können. In den Hydrolysaten ließen sich dann die unten aufgeführten Verbindungen, die wohl alle der L-Reihe angehören, bis hinab zu Mengen von 0,1% autoradiographisch im Papierchromatogramm nachweisen.

- 2-(oder 4)-Jod-histidin bildet 2 % der Jod-Verbindungen in der Schilddrüse¹²⁹⁾;
 3-Jod-tyrosin im Gorgonin (8–9 %); im Spongin und Thyroglobulin¹³⁰⁾;
 3-Brom-tyrosin nur im Gorgonin¹³¹⁾;
 3,3'-Dijod-thyronin }
 3,5,3'-Trijod-thyronin } im Thyroglobulin in geringer Menge¹³²⁾
 3,3',5'-Trijod-thyronin }

3,5,3'-Trijod-thyronin ist bereits 1952 von Gross und Pitt-Rivers¹³³⁾ aus Ochsen-Schilddrüsen kristallisiert isoliert worden und ist ein wirksames Hormon als Thyroxin.

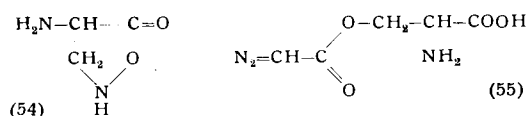


- ¹²⁸⁾ Ausführl. Zusammenfassg. J. Roche u. R. Michel, Fortschr. Chem. org. Naturstoffe 12, 349 [1955].
¹²⁹⁾ J. Roche u. S. Lissitzky u. R. Michel, Biochim. biophysica Acta 8, 339 [1952].
¹³⁰⁾ C. Fromageot, M. Justisz, M. Lafon u. J. Roche, C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 142, 785 [1948]; K. Fink u. R. M. Fink, Science [New York] 103, 358 [1948].
¹³¹⁾ J. Roche, Y. Yagi, R. Michel, S. Lissitzky, E. Lafon, Bull. Soc. Chim. biol. 33, 526 [1951].
¹³²⁾ J. Roche, R. Michel, J. Nunez, W. Wolf, Biochim. biophysica Acta 18, 149 [1955].
¹³³⁾ J. Gross u. R. Pitt-Rivers, Biochem. J. 53, 645, 650, 652 [1953].

Zusammenfassung

Zu den bekannten Bausteinen normaler Proteine in den höheren Lebewesen sind keine neuen hinzugekommen, vielmehr sind Norvalin, Norleucin und β -Oxy-glutaminsäure nicht mehr als solche zu zählen. Wir können heute mit großer Sicherheit behaupten, daß es beim Menschen und bei den Tieren keine weiteren Aminosäuren gibt, die in nennenswerter Menge im Eiweiß vorkommen, denn diese hätten mit den modernen Methoden gefunden werden müssen. Die Zahl der bekannten Aminosäuren in der gesamten Natur hat sich aber seit der Entdeckung der Papierchromatographie mehr als verdoppelt (rund 80) und es ist anzunehmen, daß diese Entwicklung noch einige Jahre anhalten wird. Denn das Interesse an der Aufklärung des Zellstoffwechsels und an neuen Antibiotica ist groß, und man findet in den Veröffentlichungen aus dem am Anfang erwähnten drei Arbeitsrichtungen immer wieder Hinweise für das Auftreten bisher unbekannter Flecken im Papierchromatogramm. Außerdem gibt es noch sehr viel natürliches Material, das in dieser Hinsicht untersucht werden kann. Wir sehen ferner, daß die präparative Isolierung und Konstitutionsermittlung einer neuen Aminosäure, bis auf wenige Fälle (z. B. im Phalloidin) nicht besonders schwierig ist. Schon aus dem chromatographischen Verhalten kann man mit weniger als 0,1 mg und bei einiger Erfahrung wichtige Hinweise auf die Struktur erhalten, die natürlich durch einwandfreie Analysen und nicht zuletzt durch die Synthese bewiesen werden muß.

Noch vor wenigen Jahren hatte man kaum geglaubt, daß es natürliche Aminosäuren mit aliphatischen Doppelbindungen oder solche mit mehr als 6 C-Atomen in einer Kette gibt. Wenn man sich aber an die einfache Konstitution der Aminosäure-Antibiotica Cycloserin (54)¹³⁴⁾ und Azaserin (55)¹³⁵⁾ erinnert, so hat man den Eindruck, als ob uns die Natur auch bei den kleinen Molekeln noch lange nicht ihre ganze Mannigfaltigkeit verraten hat.



Eingegangen am 23. Dezember 1955 [A 713]

- ¹³⁴⁾ P. H. Hidy, E. B. Hodge, V. V. Young, R. L. Harned, G. A. Brewer, W. F. Phillips, W. F. Runge, H. E. Stavely, A. Pohland, H. Boaz u. H. R. Sullivan, J. Amer. chem. Soc. 77, 2345 [1955].
¹³⁵⁾ S. A. Fusari, T. H. Haskell, R. P. Frohardt u. Q. R. Bartz, ebenda 76, 2881 [1954].

Anwendungsbeispiele multiplikativer Verteilungen

Von Dr. F. A. von METZSCH

Organisch-chemisches Institut der Universität Göttingen

Es wird die Craig-Verteilung größerer Substanzmengen und die Übertragbarkeit der Ergebnisse in den halbtechnischen Maßstab besprochen. Die Tabelle der Verteilungsbeispiele (diese Zeitschrift 65, 586, 1953) wird mit über 300 Beispielen fortgesetzt.

Seit den letzten Zusammenstellungen der Anwendungsbeispiele der Craig-Verteilung^{1, 2)} hat diese Methode, die in ihren Grundlagen auf eine Arbeit von Jantzen³⁾ zurückgeht, zunehmende Verwendung gefunden und, nachdem Apparaturen zur Verfügung stehen^{4, 5)}, auch in Europa viele Freunde gewonnen.

- ¹⁾ F. A. v. Metzsch, diese Ztschr. 65, 586 [1953].
²⁾ E. Hecker: Verteilungsverfahren im Laboratorium, Verlag Chemie, Weinheim 1955.
³⁾ E. Jantzen, Dechema-Monographie Nr. 48, Berlin 1932.
⁴⁾ F. A. v. Metzsch, Chem.-Ing.-Technik 25, 66 [1953], Herst.: H. Kühn, Göttingen, Hospitalstr. 4c.
⁵⁾ E. Hecker, Chem.-Ing.-Technik 25, 505 [1953], Herst.: E. Bühler, Tübingen, Reutlinger Str. 6.

Grundsätzlich kann man jedes Substanzgemisch durch Verteilung trennen, für das ein geeignetes Lösungsmittelsystem gefunden werden kann. Welche Anforderungen an das Lösungsmittelsystem gestellt werden müssen, wurde bereits beschrieben¹⁾.

Auch für extrem hydrophile oder extrem lipophile Substanzen wird sich meist ein Lösungsmittelsystem finden lassen. Als Beispiel sei erwähnt, daß sich lipophile Substanzen, z. B. bestimmte Peptide, bei Anwesenheit von Wasser auch in Chloroform lösen können, wenn man durch Alkohol- oder Pyridin-Zusatz die Wasseraufnahmefähigkeit des Chloroforms erhöht. Bei ausgesprochen hydrophoben Substanzen haben sich Acetonitril und Nitromethan

als polare Phase besonders bewährt. Bei sehr schwer löslichen Substanzen kommt man oft durch lösungsvermittelnde Zusätze zum Ziel, oder man muß ein leichter lösliches Derivat herstellen und dieses dann der Verteilung unterwerfen.

Als Anwendungsgebiete der Verteilung seien hier vor allem nochmals aufgeführt: a) Schonende Auftrennung unbekannter Gemische in einzelne Fraktionen. b) Reinigung bzw. Trennung bekannter Produkte, wenn eine Destillation nicht in Frage kommt. c) Endreinigung eines Produktes, dessen Kristallisation nicht gelingt oder bei dem Umkristallisation keine Verbesserung des Reinheitsgrades mehr bringt. d) Weitere Zerlegung von Fraktionen, die destillativ oder chromatographisch nicht weiter aufgetrennt werden können.

Z. B. fanden *Luther* und *Jesse*⁶⁾ eine hochmolekulare Erdölfraktion, die durch Destillation und Chromatogramme in verschiedenen Lösungsmittelsystemen als einheitlich befunden worden war, durch Verteilung in mehrere Komponenten aufspaltbar.

Ob der Aufwand einer Verteilung im rechten Verhältnis zum Erfolg steht, hängt wesentlich von einem günstigen Trennfaktor und dieser wiederum von der richtigen Wahl der Lösungsmittel ab. Diese Wahl zu erleichtern dient die Tabelle am Schluß dieses Aufsatzes.

Gewiß wird in vielen Fällen die Anwendung einer chromatographischen Methode — vor allem für analytische Zwecke — einfacher sein. Bei wichtigen Reinheitsbeweisen sollte man aber eine Craig-Verteilung zur Kontrolle heranziehen. Der Hauptvorteil der Craig-Verteilung liegt jedoch mehr auf präparativem als auf analytischem Gebiet und besonders in der Möglichkeit sie in den technischen Maßstab zu übertragen.

Verteilung großer Mengen

Welche Substanzmengen man bereits in einer 200stufigen Apparatur für die Craig-Verteilung mit einem Volumen von 25 ml je Phase⁴⁾ trennen kann, zeigen die folgenden Beispiele:

1.) 100 g eines Gemisches von gleichen Teilen o- und p-Chlor-nitrobenzol, deren Trennung wegen ihres gleichen Siedepunktes bei 241 °C durch Destillation nicht möglich ist, wurden in rd. 500 Stufen im System 85proz. Methanol/Petroläther vollständig in die Komponenten getrennt⁷⁾. Das Minimum zwischen beiden Substanzbergen war substanzleer und die beiden getrennten Fraktionen waren schmelzpunktrein; die Ausbeute betrug 98 %. Mit den 100 g Ausgangsmaterial waren einmalig 10 Verteilungselemente am Anfang der Apparatur beschriftet worden. Aus der Verteilungskurve war zu schließen, daß man bedenkenlos auch 200 g in 20 Verteilungselementen hätte nehmen können.

2.) Das Endoperoxyd Ascaridol kann von den je nach Synthesebedingungen⁸⁾ anfallenden Isomeren durch Destillation, Kristallisation oder die Kombination beider Verfahren getrennt werden. Die fraktionierte Kristallisation aus Petroläther verlangt jedoch Temperaturen bis –80 °C. Andererseits muß im Hochvakuum destilliert werden, weil wegen der thermischen Zersetzlichkeit der Endoperoxyde 100 °C nicht überschritten werden dürfen; dabei ist für jede Verbesserung des Vakuums ein Abfall der Trennleistung der Destillationskolonne in Kauf zu nehmen. *Schenk* und *Kinkel*⁹⁾ füllten 100 g eines synthetischen Rohperoxyds in 10 Verteilungselementen am Anfang unserer Apparatur ein und gewannen durch 150stufige Verteilung im System 60proz. Essigsäure/Petroläther ein zu 98 % reines Ascaridol. Wie spätere Versuche zeigten, kann man auch mit einer geringeren Stufenzahl auskommen.

Weitere Beispiele finden sich in der Tabelle; mehrfach wurden Anfangskonzentrationen (g Substanzgemisch im Volumen beider Phasen zusammengekommen) von über 10% angewendet und über 50 g Rohsubstanz in einem Arbeitsgang in Fraktionen zerlegt.

⁶⁾ Private Mitteilung: Dissertation *H. Jesse*, Braunschweig 1955.

⁷⁾ Eigene, unveröffentl. Versuche.

⁸⁾ *G. O. Schenk, K. Kinkel u. H. J. Mertens*, Liebigs Ann. Chem. 584, 125 [1953].

⁹⁾ Private Mitteilung.

Wenn man die Substanzmengen in den Verteilungselementen (oder den Röhrchen eines am Ende der Verteilungsbatterie angeschlossenen Fraktionssammlers) gegen die Stufennummer aufträgt, kann man im allgemeinen bei diesen hohen Konzentrationen keine theoretischen Verteilungskurven mehr erwarten. Hat man sich vorher analytisch orientiert, wo die benötigte Fraktion etwa zu suchen ist, genügt es die Minima aufzufinden, die diese Fraktion begrenzen. Sind diese Minima substanzfrei, so ist die Abtrennung vollständig.

Bei der Craig-Verteilung großer Mengen ist eine Apparatur mit großer Stufenzahl und kleinem Volumen einer Apparatur mit kleiner Stufenzahl und entsprechend größerem Volumen überlegen, wie das folgende Beispiel zeigt:

Gegeben sei ein Gemisch zu gleichen Teilen aus zwei Substanzen mit den Verteilungskoeffizienten 0,25 bzw. 4,0; diese lassen sich in 20 Stufen auf 99proz. Reinheit trennen. Wählt man eine Anfangskonzentration von 10 %, kann man in einer 20stufigen Apparatur mit einem Volumen von 10 ml pro Phase in einem Arbeitsgang 2 g trennen. In einer Apparatur mit der gleichen Stufenzahl (20 Stufen) aber dem zehnfachen Volumen (100 ml) kann man entsprechend die zehnfache Menge (20 g) trennen. In einer Apparatur mit der zehnfachen Stufenzahl (200 Stufen) aber gleichem Volumen (10 ml) kann man dagegen in diesem Falle 50 Verteilungselemente am Anfang der Apparatur mit dem Substanzgemisch beschriften, also von 100 g ausgehen. Nach 150 Überführungen findet man dann die eine Substanz in den Verteilungselementen 13 bis 97 und die andere in den Verteilungselementen 103 bis 187 in 99proz. Reinheit. Der Lösungsmittelbedarf ist für die beiden verglichenen Fälle gleich (2×2000 ml).

Übertragung der Craig-Verteilung in den technischen Maßstab

Bild 1 gibt eine Übersicht über die gebräuchlichsten Verteilungsverfahren; es soll zur Veranschaulichung der im folgenden benutzten Nomenklatur von *Hecker* und *Alleman*¹¹⁾ dienen.

Die Ergebnisse einer Craig-Verteilung lassen sich leicht auf die anderen Verteilungsmethoden übertragen, mit denen man wesentlich größere Substanzmengen durchsetzen kann. Für die Martin-Synge-Verteilung kann man sie ohne Umrechnung verwenden, wenn man das gleiche Volumenverhältnis der beiden Phasen innehat und das gleiche Entnahmeverfahren wählt. Die Martin-Synge-Verteilung eignet sich besonders für eine chargenweise Trennung von Mengen (je nach Größe der Rührgefäße) bis zu einigen Kilo über wenige Stufen¹²⁾.

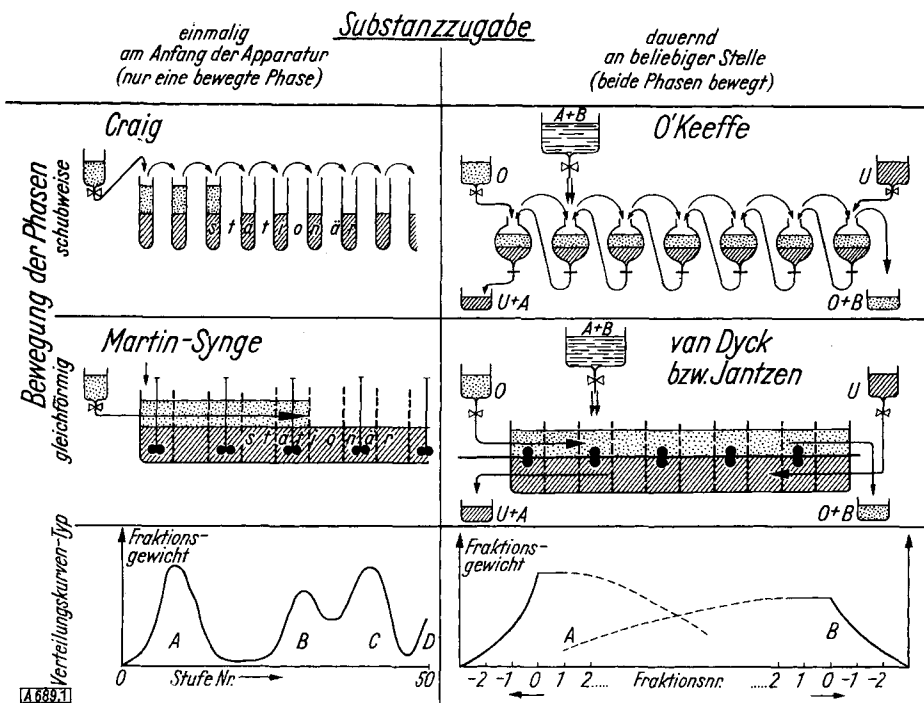
Die Verteilungsverfahren mit zwei gegeneinander bewegten Lösungsmittelphasen haben gegenüber der Craig-Verteilung den Vorteil, daß man nur die halbe Zahl an Verteilungselementen (apparativen Stufen) benötigt, bei geschickter Wahl des Volumenverhältnisses der beiden Lösungsmittelphasen sogar oft noch weniger. Die O'Keeffe-Verteilung ist in großen Scheidetrichtern möglich.

Für den halbtechnischen und technischen Maßstab eignen sich am besten die van Dyck-Verteilung und die Jantzen-Verteilung. Die Jantzen-Verteilung ist der Spezialfall der van Dyck-Verteilung, in dem die Substanz an einem Ende der Apparatur, Kolonne o. ä. zusammen mit einer der beiden Lösungsmittelphasen zugegeben wird (siehe Bild 2). Da in den meisten Produktionsgängen die zu trennenden Gemische in Lösung anfallen, aus der es gilt eine oder mehrere Komponenten im Gegenstrom zu extrahieren, ist die Jantzen-Verteilung die am weitesten verbreitete technische Verteilungsmethode. Die Jantzen-Vertei-

¹⁰⁾ Mit Genehmigung der Dechema aus Dechema-Monographie Nr. 27.

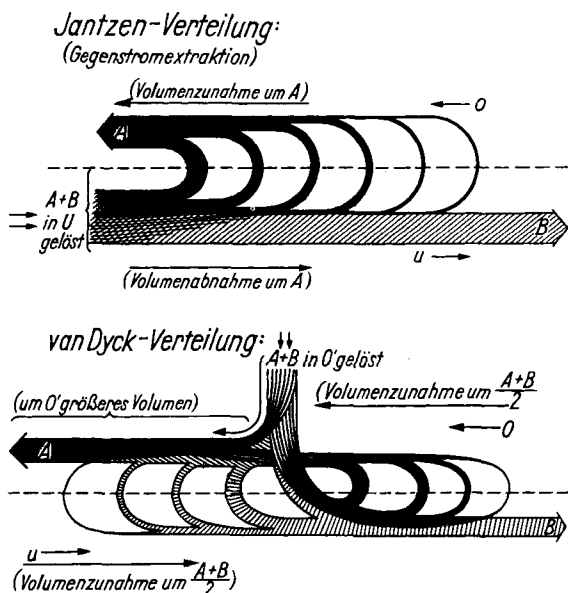
¹¹⁾ *E. Hecker u. K. Alleman*, diese Ztschr. 66, 557 [1954].

¹²⁾ Siehe *W. Fischer u. Mitarb.*, diese Ztschr. 66, 317 [1954].



lung wird meist auch als Gegenstromextraktion bezeichnet, denn hier kann man im Gegensatz zu den anderen genannten Methoden Extraktionsmittel (O) und Trägerflüssigkeit (U) sowie Extrakt (A + O) und Raffinat (B + U) unterscheiden.

Scheibel¹³⁾ gibt eine ausgezeichnete Anleitung für die Umrechnung der Daten einer Craig-Verteilung für die Inbetriebnahme einer Kolonne für die van Dyck-Verteilung. Er nimmt als Beispiel 3 Substanzen mit bekannten Verteilungskoeffizienten (k): A (k = 1,25), B (k = 1,0), C (k =



A, B Komponenten eines Gemisches
O, U → zwei nicht miteinander mischbare Lösungsmittelphasen und ihre Fließrichtungen.
--- Grenzfläche zwischen den beiden Lösungsmittelphasen

A 689.2

Bild 2
Schematische Darstellung der Jantzen-Verteilung und der van Dyck-Verteilung

¹³⁾ E. G. Scheibel, Chem.-Ing.-Technik 27, 341 [1955].

0,833) und vergleicht die zur Gewinnung von B in 75proz. Reinheit benötigten Stufenzahlen und Lösungsmittelmengen in der Craig-Verteilung und der van Dyck-Verteilung.

Das Beispiel zeigt wie gut die Ergebnisse der technisch präparativen Auswertung zugänglich sind und wie selbst dort, wo die Craig-Verteilung etwa an der Grenze ihrer Nutzbarkeit (Trennfaktor = 1,2) angelangt ist, eine technische Verwirklichung nicht ganz utopisch erscheint.

Allerdings handelt es sich bei den hier für die van Dyck-Verteilung errechneten Stufenzahlen um theoretische Stufen, die bei den einschlägigen Kolonnen kaum erreicht werden — im Gegensatz zu

	Anfangskonzentration des Gemisches A + B + C = 10 %			
	Craig-Verteilung einfache zehnfache Menge		van Dyck-Verteilung einfache zehnfache Menge	
für 75proz. Reinheit von B benötigte Stufenzahl	ein Arbeitsgang 597	816	zwei Arbeitsgänge: Trennung B + C von A 41 41 Trennung B von C 38 38	
Lösungsmittelbedarf nach Scheibel (in Stufenvolumina)	597		22	220
bei Anwendung des Kreislaufverfahrens	200	200	+ Holdup	+ Holdup
Endkonzentration der Fraktion B	0,1 %	1,0 %	0,74 %	0,74 %

den Apparaturen der Craig-Verteilung, deren Wirkungsgrad immer gleich 1 gesetzt werden kann. Durch den geringeren Wirkungsgrad erhöht sich der Lösungsmittelbedarf entsprechend.

A. Guyer sen. und Mitarbeiter¹⁴⁾ stellten Vergleichsversuche an drei Kolonnen gleicher Dimensionen an und fanden für die Verteilung von Benzoesäure im System Wasser/Tetrachlorkohlenstoff für eine Scheibel-Kolonne¹⁵⁾ und eine Vibro-Kolonne weniger als 3 Stufen/m (Wirkungsgrad = 0,4), für eine Füllkörperkolonne 0,5 Stufen/m. Beim Beispiel Essigsäure im System Wasser-Methylisobutylketon lag die Scheibel-Kolonne mit 6,5 Stufen/m (Wirkungsgrad = 0,75) wesentlich besser. Der Wirkungsgrad der „rotating disc column“ von Vermijs und Kramers¹⁶⁾ soll bei 11 Stufen/m liegen. Die Zentrifugalextraktoren der Westfalia-Separator AG¹⁷⁾ sind mit den genannten Kolonnen schlecht vergleichbar, kommen aber auf jeden Fall dem Wirkungsgrad 1 sehr nahe.

In der Arbeit von Scheibel blieb unberücksichtigt, daß man in einer Craig-Apparatur durch Anwendung des Kreislaufverfahrens oder durch einphasige Entnahme mit einem Fraktionssammler am Ende der Apparatur weitgehend Lösungsmittel einsparen kann. Auch die Beschickung von mehreren Verteilungselementen am Anfang der Apparatur wirkt sich bezogen auf die durchgesetzte Menge

¹⁴⁾ A. Guyer sen., A. Guyer u. K. Meuli, Helv. chim. Acta 38, 790 u. 955 [1955].

¹⁵⁾ E. G. Scheibel u. A. E. Karr, Ind. Engng. Chem. 42, 1048 [1950].

¹⁶⁾ H. J. Vermijs u. H. Kramers, Chem. Engng. Sci. 3, 55 [1954].

¹⁷⁾ H. Eisenlohr, Chem.-Ing.-Technik 23, 12 [1951].

Tabelle 1. Anwendungsbeispiele von Verteilungsmethoden unter besonderer Berücksichtigung der verwendeten Lösungsmittelpaare
(Fortsetzung der Tabelle in dieser Zeitschrift 65, 590 [1953])

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Zu 2.) und 3.) Antibiotica					
Actinomycin C und X	1,5% Na-β-Naphthalin-sulfonat	Methylisobutyläther	19	236	
Actidon (aus Actinomyceten)	Wasser + Methanol + Chloroform (25:75:55)			496	
Streptomycin	Phosphp. 6-7	Lutidin + Piperidin od. Collidin + Piperidin od. Butanol + Piperidin + p-Toluolsulfosä. (98:2:2)		48	
Trenng. v. Streptomycin, Acetylstr., Mannosidostr., u. Acetylmannosidostr.	5% Na-Stearat	Pentanol (techn. Amylalkohol)		24	
Isorhodomyein A	Phosphp. 6,0	n-Butanol		550	
Drosophilin C, D (Antibiot. a. <i>Basidiomyceten</i>)	50% Methanol	Äther + Hexan (3:2)		8	
	0,5 m-Phosphp. 6,9-7,5	Chloroform			
Antibiot. a. <i>Basidiomyceten</i>	Wasser	Benzol + Hexan			
Actidion (a. <i>Strept. griseus</i>)	Wasser	Benzol	1%	12	
Antimycine	80% Äthanol	Benzol + Petroläther (3:2)		24	gleiches System auf Silicagel
Magnamycin	Acetat-P. 4,5	Benzol		60	Reinheitsprüf.
Trenng. Nisin A, B, C, D a. <i>Strept. lactis</i>	Acetatpuffer	Methanol + n-Butanol			
Antibiot. a. Cephalospor.	0,5 m-Phosphp. 6,0 + Aceton + Diisopropyläther + Hexan (25:25:8:25)	Kresol + Chloroform (1:1)	2%	15	
Bioeytin	wädr. HCl pH 3,0				
Micrococccin	wädr. Äthanol + Eisessig + Chloroform + Tetra-chlorkohlenstoff	Butanol		8	
Actithiacic acid	1 m-Phosphp. 6,9				
techn. Verteilg. v. Bacitracin	Fermentationslauge	n-Butanol	mit dem gleichen Lösungsmittelsystem Versuche im LUWESTA-Extraktor		
Thyrocidin A	0,1 n-HCl	sek-Butanol		1000	
Tyrocidin B	0,1 n-HCl + Methanol + (1:2:2)	Chloroform	1,5 g	1205	
Tetraeyclin	wädr. Äthylendiamin-essigs. od. Nitrilessigsäure od. Uramildie-essigsäure + aliphat. Sulfonsäure	organische Lösungsm.			
Actinomycine	m-kreosotinsaures Natrium auf Cellulose	Methyl-isobutylketon			
Erithromycin	Fermentationsbrühe	Amylacetat			
Reingewinnung	20% NaCl-Lösung	Isopropanol			
Bacitracin	Wasser	Butanol			
Reingewinnung					
Polymyxin A u. B	0,1 n-HCl	sek-Butanol		1789	3 g
DNP-Polymyxin	0,1 n-HCl	sek-Butanol	2%	200	
Trenng. Aureomycin u. Terramycin	0,01 u-HCl	n-Butanol	1%	99	
Coelimecin (a. <i>Strept. coelicolor</i>)	80% Methanol	CHCl ₃ + CCl ₄ (1:1)	6%	180	
Trenng. Coelimecin u. Coelicolorin	80% Methanol	CHCl ₃ + CCl ₄ (1:1)	0,1%	40	
Tuberostaticum aus <i>Fusarium bostr.</i> („Bostricoidin“)	verd. NH ₄ OH pH 10,0	CCl ₄		24	Reinheitsprüfung
DNP-Bazitracin A	0,1 n-HCl	sek-Butanol			
	0,01 n-HCl + Methanol + CHCl ₃ (1:2:2)				
	1% Trichloressigs. + Methanol + CHCl ₃ (1:2:2)				
	0,1 n-HCl + Eisessig + Chloroform (1:2:2)				
Tri-DNP-Bacitracin A	0,1 n-HCl + Eisessig + Chloroform + Benzol (1:2:1:1)				
entschwefelt. Bacitralin	3% Essigsäure	sek-Butanol		669	
DNP-Desullobacitracin	0,1 n-HCl + Eisessig + 3% Essigsäure	Chloroform (1:2:2)	0,5 g	49	
Bacitracin F, Oxydationsprodukt d. Bacitracin A		sek-Butanol		290	
Hautreizende Verbindg. aus Pilzkulturen	0,1 m-Acetat-P.	3% Butanol in Ligroin (Kp 100-110 °C)		100	
				3	wirks. Verb.
Zu 4.) Aminosäuren, Peptide, Proteine					
Aminosäuren	Wasser	n-Butanol			
DNP-Aminosäuren	Wasser a. Silicagel	verschiedene Lösungsmittel			
DNP-Derivv. v. Insulin-Abbauprodukt.	verd. NH ₄ OH bzw. Acetatpuffer, bzw. Phosphatp.	n-Butanol bzw. Essigester			

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wärr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Aufangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
18 Verteilgg. v. Partial- hydrolysaten v. Baci- tracin A	0,1 n-HCl 1 % Trichloressigs. 0,1 n-HCl 0,1 n-HCl + Eisessig + CHCl_3 (1:2:2) 0,1 n-HCl + Benzol + CHCl_3 (1:2:2) 0,1 m-Phosphatp.	90 % wärr. Phenol sek-Butanol sek-Butanol n-Butanol	Hausmann, Weisinger u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 723 [1955].	bis zu 10 %	bis zu 1040	
Peptid aus <i>B. subtilis</i>	10 m-Ammonacetat Wasser	sek-Butanol 2,4-Lutidin	Babad, Pinsky, Turner u. a., Nature [London] 170, 618 [1952]. Carpenter, Hess u. Li, J. biol. Chemistry 197, 7 [1952].		17 100	
Peptide aus ACTH	70 % Methanol + Pyridin (70:1:50)	+ Chloroform	F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955.	4 %	110	
Tripeptide, Multitripep- tide sowie d. Methylester Chloracetyl-dipeptid	Wasser	Essigester	F. A. v. Metzsch, unveröffentl.	8 %	50	
DNP-Tripeptide, DNP- Tripeptidester	70 % Methanol + Pyridin + Chloroform + Heptan (70:3:60:20)		F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955.	5 %	28	
DNP-Aminosäuren	0,1 n-HCl + Methanol + CHCl_3 (4:2:5)		F. A. v. Metzsch, unveröffentl.			
DNP-Serin u. DNP- Äthanolamin	5 n-HCl 0,6 m-Citrat-P. 4,7	Benzol Methylbutylketon CCl_4 od. CHCl_3 od. symm. $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}_2$ od. Äther od. Essigester od. Butanol	Azelrod, Reichenal u. Brodie, J. biol. Chemistry 204, 903 [1953]. Slobodian u. Levy, J. biol. Chemistry 201, 372 [1953].		8	Identifiz. v. Gly-alagly aus Seidenfibroin
Pipsylpeptide	0,2 n-HCl					
Carbobenzoxy-glutamin- säureester	Phosphp. 6,0	Äther	J. Rudinger, Chem. Listy 46, 112 [1952].		20 Stufen à 2 l	
Benzoylpeptide u. -anilide (enzymat. gewonnen)	76 % Äthanol + CHCl_3 + Cyclohexan (5:1:4)		Janssen, Winitz u. Fox, J. Amer. chem. Soc. 75, 704 [1953].			
Diketopiperazine	Wasser	Chloroform bzw. Essigester	Brockmann u. Bohnsack, unveröffentl.			
Serumproteine	20 % MgSO_4	Diäthylenglykol- diäthyläther	P. v. Tavel, Helv. chim. Acta 38, 520 [1955].	13 %	4	Studien tern. Systeme; Verwendg. v. krit. Phasenpaaren bei nied. Temp.
DNP-Aminosäuren aus Bacitracin A	0,1 n-HCl + Eisessig + Benzol (1:2:2) 0,1 n-HCl + Eisessig + CHCl_3 (1:2:2)		Weisinger, Hausmann u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 3123 [1955].	0,4 %	50 30	
Hydrol. Teilstücke aus Tyrocin B	0,1 n-HCl + Methanol + Chloroform + Benzol (7:10:23:20)		King u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 6624 u. 6627 [1955]. ebenda		200	
Aminosäuren aus Tyrocin B	2 % HCl	Phenol	J. G. Pierce, J. Amer. chem. Soc. 77, 184 [1955]; s. a. Biochem. J. 57, 16 [1954].	900 mg	853	
Glycyl- u. Phenyl-alanin- peptide aus Insulin	0,077 n p-Toluol- sulfonsäure	sek-Butanol	Felix u. Rick, private Mitteilung. Theodoropoulos u. Craig, J. org. Chem. 20, 1169 [1955].	400 mg	400	
Clupein	15 % Na-acetat	5 % Laurinsäure in Butanol	Marrifield u. Woolley, J. Amer. chem. Soc. 78, 358 [1956].		100	
Isoleucylpeptide			Martin u. Porter, diese Ztschr. 68, 214 [1956].			
Pentapeptid aus Insulin	0,1 n HCl	sek-Butanol				
Proteine	wärr. Salzlösg. auf Celit	Äthylcellosolve				
Zu 5.) Amine, Amide, Hydrazide						
26 tuberculostat. Amine u. Aminophenole	0,002 m-Phosphatp. 7,2	Paraffinöl	J. Cymermann-Craig, J. chem. Soc. [London] 1952, 1619.			
Ag-Komplexe arom. Amine	wärr. AgNO_3	Cyclohexan	C. Golumbic, J. Amer. chem. Soc. 74, 5777 [1952].			Verteilungskoeffiz.
Toluidine u. Teerbasen	Pufferlösg. 3,6	Cyclohexan	C. Golumbic, Analytic. Chem. 24, 1849 [1952].		90	
Sulfonamide	Wasser	Diäthylketon (+ Chloroform) n-Butanol	Bräuniger u. Spangenberg, Pharmazie 9, 343 [1954]. G. Zinner, Arch. Pharmaz. 288, 129 [1955].			analyt. Trenng. v. Prontalbin u. Albucid 25
Isonicotinsäurehydrazid, Na-p-Aminosalicylat Alkaloide siehe unter 11.) Teerbasen siehe auch unter Phenole Cobalamin, Cholin siehe Vitamine, biologische Faktoren	Wasser bzw. Citratp. 4,65					
Zu 6.) Peptidartige Hormone						
Brom-Oxydationsprodukt d. Oxytocins	0,5 % Essigsäure	sek-Butanol	Ressler, Trippell u. du Vigneaud, J. biol. Chemistry 204, 861 [1953].	0,25 %	100	
Synth. Oxytocin sowie part. Hydrolyseprod. des Vasopressins	0,1 n-Essigsäure	sek-Butanol	du Vigneaud, Lawler u. Popnoe, J. Amer. chem. Soc. 75, 4879 [1953].			
Schweinevasopressin	0,09 % p-Toluol- sulfosäure	n-Butanol	Popnoe, Lawler u. du Vigneaud, J. Amer. chem. Soc. 74, 3713 [1952].		250	
Oxydationsprod. des Vasopressins	0,05 % Essigsäure	sek-Butanol	Popnoe u. du Vigneaud, J. biol. Chemistry 205, 133 [1953].			
ACTH	Wasser	2,4,6-Collidin	Hess, Carpenter u. Li, J. Amer. chem. Soc. 74, 4956 [1952].			Nachw. d. Verschiedenartigkeit v. ACTH aus Schaf- bzw. Schweine- hypophyse
Lactogen Hormon	0,35 % Dichlor- essigsäure 0,4 % Dichlor- essigsäure	sek-Butanol sek-Butanol	Cole u. Li, J. biol. Chemistry 213, 197 [1955].	0,9 g 4,0 g	100 15	
Lysozyme	wärr. Toluolsulfonsäure	sek-Butanol	Craenhals u. Léonis, Bull. Soc. chim. Belgique 64, 58 [1955].			
Zu 7.) Steroide, Steroidhormone						
Adrenocort. Steroide	Wasser a. SiO_2	Petroläther + CH_2Cl_2	Hejtmann u. Johnson, Analytic. Chem. 26, 519 [1954].			
Adrenocort. Hormone	Wasser	Petroläther	Pfeiffer, Ruppel, Staudinger u. a., Arch. exper. Path. Pharmacol. 214, 165 [1952].			
Electrocortin	Wasser a. SiO_2	Petroläther + Benzol	T. Reichstein u. Mitarb., Experientia 9, 333 [1953].			
Androgene, Androsterone	80 % Äthanol	CCl_4	Dirscherl u. Schmidtman, priv. Mittell.		100	
Östrogene	50 % Methanol	CCl_4				
Östrogene aus Harn	wärr. Methanol wärr. Äthanol	CCl_4 Essigester + Cyclohexan	C. J. Migeon, Clin. Endocrinol. Metabol. 13, 674 [1953].		25	

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Steroid-Gemische	wädr. Äthanol	Essigester + Cyclohexan	Engel, Alexander u. Carter, Federation Proc. 12, 200 [1953]. Engel, Alexander, Elliot u. Webster, Analytic. Chem. 26, 639 [1954]. Engel, Carter u. Fielding, J. biol. Chemistry 213, 99 [1955], siehe auch Cook, Dell u. Wareham, Analyst 80, 215 [1955]. L. E. Piotti, Ann. d'Endocrinol. 16, 558 [1955]. Schröder, Voigt u. Beckmann, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 302, 63 [1955]. s. a. Cook, Dell u. Wareham, Analyst 80, 215 [1955]. H. Carstensen, Acta chem. Scand. 9, 1238 [1955]. Li, Geschwind, Dixon Wn. Levy, J. biol. Chemistry 213, 171 [1955]. Strehler u. Cormier, J. biol. Chemistry 211, 213 [1955]. Lombardo, Mann u. a., J. biol. Chemistry 147, 561 [1943], 203, 469 [1953], 212, 345 [1955]. W. S. Bauld, Biochemie. J. 59, 294 [1955].		
Steroide aus Harn n. Appl. v. Corticosteron	30 % Äthanol	Essigester + Cyclohexan (1:1)		100	
Corticosteroide aus Harn	wädr. Lösung	Butanol			
Steroide					
Steroide aus Hundeblut					
α -Corticotropin	0,1—0,2 % Trichlor-essigsäure	sek-Butanol		500	
Kidney-cortex-Factor	90 % Methanol	Hexan			
Extr. Steroide aus Blut	Blutdialysat (physiol. NaCl-Lösung)	CH ₂ Cl ₂		3	
Östrogene aus Urin	wädr. NaOH auf Kieselgur 70 % Methanol auf Kieselgur	Benzol Äthylendichlorid			
Progesteron	34,5 % Äthanol	Petroläther			
Östrogene aus Placenta	50 % Methanol	CCl ₄			
Corticosteroide					

Zu 8.) Vitamine, Enzyme, biologische Faktoren

Vitamin B ₁₂	16—40 % (NH ₄) ₂ SO ₄ Wasser	n-Butanol 7,8—12,3 % p-Chlorphenol i. C ₆ HCl ₃ Chlorbenzol bzw. Dichlorbenzol Isopropanol o-Kresol + CCl ₄ (2:5)	Bernhauer u. Friedrich, diese Ztschr. 66, 779 [1954].	Verteilungsstudien	
Vitamin B ₁₂	Faulschlamm		Versuche im LUWESTA-Extraktor priv. Mitteil.	3	
Vitamin B ₁₂	Phosphatpuffer Wasser		Osburn, Wood u. Werkman, Ind. Engng. Chem. Analyt. Ed. 8, 270 [1936]. Chavel, Rosenblum u. Woodbury, Science [New York] 111, 601 [1950]. Numerof u. Kowald, J. Amer. chem. Soc. 75, 4350 [1953].	8 mg	5
Vitamin B ₁₂	Wasser	Benzylalkohol			
Vitamin B ₁₂ , Trenng. v. Cyano- u. Hydroxycobalamin	Wasser	Benzylalkohol			
Hydroxycobalamin	Wasser	o-Kresol + CCl ₄ (2:5)	K. Folkers u. Mitarb., J. Amer. chem. Soc. 73, 3569 [1951]. Brown n. Blaxier, Chem. a. Ind. 1951, 633. A. L. Curl, J. Agric. Food Chem. 1, 456 [1953]. White u. Zscheise, J. Amer. chem. Soc. 64, 1440 [1942].	Reinig. auf 98 % 9 Stufen	
Tocopherol-Derivate	Vaseline a. Papier	75 % Äthanol			
Carotinoide a. Orangen	99 % Methanol	Petroläther			
Carotin, Carotinoide	87,5 bzw. 92,5 % Diacetonalkohol 90 bzw. 98 % Methanol 70 bzw. 92 % Methylpentadiol	Hexan Hexan Hexan			
Metamorphose-Hormon d. Insekten	Wasser + Butanol + Cyclohexan (10:4:6)		Butenandt u. Karlson, Z. Naturforsch. 9b, 389 [1954].		
Sexuallockstoff des Seidenspinners	Wasser + Butanol + Essigester (5:4:1) Wasser + Amylacetat Nitromethan + Chloroform + Xylol + Cyclohexan (8:2:1:9) Nitromethan + Chloroform + Cyclohexan (4:1:5)		Butenandt u. Hecker, Naturwiss. Rdschau 8, 457 [1955].	1 g	30
Auxin aus Kohl	1 m-Phosphatp. 6,0	Äther	Holley, Boyle u. Durfee, Arch. Biochemistry 32, 192 [1951].		
Formylolsäure, Rhizoterp	0,02 n-HCl	n-Butanol	Rauen, Stamm u. Kimbal, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 289, 80 [1952].		33
Flavine aus Leber	0,02 n-HCl + 1 % NaCl	n-Butanol	Rauen u. Waldmann, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 287, 216 [1951]. Reed, de Busk, Gumsalus u. a., J. Amer. chem. Soc. 75, 1271 [1953].	34	analytisch
α -Liponsäure	50 % Essigsäure	Benzol		3 %	10 12 g!
Trenng. α - u. β -Liponsäure	0,2 m-Phosphp. 6,5	Äther			20
Protogen B (Liponsäure-verwandt)	0,5 m-Phosphp. 7,2	Chloroform	Patterson u. Pierce, J. Amer. chem. Soc. 73, 5919 [1951].		200
Cholin	2 n-HCl (1 Vol)	n-Butanol (30 Vol)	Appleton, La Du, Levy u. a., J. biol. Chemistry 205, 809 [1955].		4
Cholin-Best. aus Plasma	2 n-HCl (1 Vol)	1—10 % Petroläther in n-Butanol (75 Vol)	Appleton, La Du, Levy u. a., J. biol. Chemistry 205, 809 [1955].		

Zu 9.) Zucker, Glycoside

Trenng. Raffinose u. Fructose	Wasser + Äthanol + Butanol (37:11:52)		A. Kepés, unveröffentl.		
Trennung Ascorbinsäure, Glucose u. Fructose	konz. CaCl ₂	Aceton	M. Comar, Brit. Pat. 733 617 v. 22. 2. 1952.		
Abtrenng. v. Glycerin aus Gärflüssigkeit	0,378 n-HCl	n-Butyraldehyd	Tink u. Roxburgh, Canad. J. Chem. 29, 269 [1951].	reversible Acetalbildung!	
Reindarst. v. p-Toluyln-isogalaktosamin u. Phenyl-D-isoglucosamin	Wasser	n-Butanol	F. Weygand, Chem.-Ing.-Techn. 22, 213 [1950].		

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgmittel. %-Angaben betr. wäßr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Aufgangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Stark polare Glycoside u. Aglycone	Wasser auf Papier	n-Butanol (+ Toluol)	<i>Schenker, Hunger u. Reichstein</i> , Helv. chim. Acta 37, 680 [1954].			
Glycoside, Aglycone	Formamid a. Papier	Chloroform	<i>O. Schindler</i> , Helv. chim. Acta 38, 538 [1955].			
Herzglycoside	Wasser auf Papier wäßr. Äthanol	Butanol + Toluol (1:1) Chloroform	<i>A. W. Hemmings</i> , Analyst 76, 117 [1951].			
Digitalis-Glycoside (Gitoxin, Gitoxin, Digitoxin)	Formamid a. Papier	Xylol + Methyläthylketon (1:1)	<i>F. Kaiser</i> , Chem. Ber. 88, 556 [1955].			
Digitonin	Wasser + Äthanol + Glykolmonomethyläther + Chloroform (1,3:1:1:1)		<i>Rulienstroh-Bauer u. Breitenfeld</i> , Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. 302, 111, [1955].			
Saponine aus Kastanien	wäßr. Lösung	Methyläthylketon	DP. 916664 v. 4. 11. 1952.			
Trenng. Lanatoside A, B, C, Gitoxin, Digitoxin, Acetyldigitoxin	Pentanol + Octanol (2:6) auf Papier	Wasser + Formamid (4:1)	<i>Tschesche, Grimme u. Seehofer</i> , Chem. Ber. 86, 1235 [1953].		echte Verteil. an Papier	
Polyfructosane (Acetyl-aigilopsin, Acetylsitonsin)	80% Methanol	Benzol + Benzin (1:1)	<i>Schlubach u. Müller</i> , Liebigs Ann. Chem. 587, 194 [1952].	4,5%	30	45 g
Di-O-isopropylidensorboside	Wasser	Benzol	<i>T. Kanazawa</i> , Pharm. Bull. Japan 2, 308 [1954].	10%		
Zucker aus Dioscorea-Saponinen	Wasser + Methanol + Benzol (20:50:45)		<i>R. N. Chakravarti</i> , Bull. Calcutta School Trop. Med. 3, 16 [1955].			
Glucuronide	Phosphatp. 7,48 + Aceton + Benzol (10:2:10)		<i>Titus u. Weiss</i> , J. biol. Chemistry 214, 815 [1955].		12	
Zu 10.) Purin-Abkömmlinge						
Nucleotide	Na ₂ HPO ₄ -Lösung auf Papier	5% Laurylamin in Isoamylalkohol	<i>C. E. Carter</i> , J. Amer. chem. Soc. 72, 1466 [1950].			
Gitoxin-Hydrierungsprodukte	Wasser	Chloroform	<i>Snellmann u. Gelotte</i> , Nature [London] 168, 461 [1951].			
Triphosphopyridin-nucleotide	0,01 KCl-Lsg.	Phenol	<i>Johnson u. Buchanan</i> , J. Amer. chem. Soc. 75, 2103 [1953].			
Trenng. Nucleinsrn. u. Lipopolysaccharide v. Protein	Wasser	Phenol	<i>Pfleiderer u. Schulz</i> , Liebigs Ann. Chem. 580, 237 [1953].		1—2	
Salamander-Farbstoffe	2% NaCl-Lösung	Butanol	<i>Westphal, Lüderitz u. Bister</i> , Z. Naturforsch. 7b, 148 [1952].			
Allantoin	1 m-Phosphp. 6,0	n-Butanol	<i>Schöpf u. Mitarb.</i> , priv. Mitteil.			
1,3-Methylharnsäure aus Theophyllin	0,1 n-HCl	Isobutylalkohol	<i>Buzard, Bishop u. Talbot</i> , J. biol. Chemistry 211, 559 [1955].			
Stoffwechselprodukt v. Pentaharbitol	0,25 n-Pyrophosph. pH 9,4	n-Butanol	<i>Brodie, Axelrod, Shore u. a.</i> , J. biol. Chemistry 208, 741 [1954].			
Purin-Subst. i. Urin	0,5 m-Boratp. 8,2	n-Butanol	<i>Titus u. Weiss</i> , J. biol. Chemistry 214, 815 [1955].			
Coffein	50% Methanol wäßr. Lösung pH 7,0	Äther + CHCl ₃ Chloroform	<i>Titus u. Weiss</i> , J. biol. Chemistry 214, 815 [1955].		3	
Zu 11.) Alkaloide						
Trenng. v. Nicotin, Nicotin u. Anabasin	Anilin-Phosphp. 7,0 a. Papier	Butanol + Isopropanol	<i>E. Wegner</i> , Naturwissenschaften 40, 580 [1953].		3	
Nicotin	wäßr. Extrakt	Trichloräthylen	Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.			
Opium	wäßr. Extrakt	Benzol + Butanol			48	
Veratrumalkaloide	Pufferlsj. 6,8	Benzol	<i>Panineau-Coture u. Burley</i> , Analytic. Chem. 24, 1918 [1952].			
Veratrumalkaloide	verd. Essigsäure	Chloroform	<i>Nash u. Brooker</i> , J. Amer. chem. Soc. 75, 1942 [1953].		34	
Trenng. Protoveratrine	1 m-Acetatzp. 2,35 0,5 m-Acetatzp. 5,0 0,5 m-Acetatzp. 3,9	Chloroform Essigester Äthylenchlorid				
Veratrumalkaloide	2 m-Acetatzp. 5,5 0,5 m-Acetatzp. 5,0	Benzol Benzol + Cyclohexan (1:3)	<i>Klohs, Keller, Koster u. a.</i> , J. Amer. chem. Soc. 74, 1874 [1952].	1%	24	
Oxydationsprodukt aus Cevadin (Veratr.)	85% Methanol	CCl ₄	<i>V. Prelog u. Mitarb.</i> , priv. Mitteil.			
Neogermatin (Veratr.)	2 m-Acetatzp. 5,5	Benzol	<i>Fried, Numerof u. Coy</i> , J. Amer. chem. Soc. 74, 3041 [1952].	5 g	24	
Veratrumalkaloide	0,5 n-HCl	Chloroform	<i>Stoll u. Seebeck</i> , Helv. chim. Acta 36, 1571 [1953].	1%	11	
Desacetyl-neoproto-veratrin	2 m-Acetatzp. 5,5—6,9	Benzol	<i>Klohs, Drauer u. Keller</i> , J. Amer. chem. Soc. 75, 3595 [1953].	1%	24	30 g
Veratrumalkaloide	2 m-Acetatzpuffer 5,5—6,5	Benzol	<i>Myers, Morozovich, Glen u. a.</i> , J. Amer. chem. Soc. 77, 3350 [1955].	1%	24	50 g!
Deserpidin	50% Methanol	Chloroform	<i>McPhillanny, Huebner, Schlütler u. a.</i> , J. Amer. chem. Soc. 77, 4339 [1955].	2,5% > 9 g	72	24 g
Germbudin	2 m-Acetatzp. 5,5	Benzol	<i>Meyers, Glen u. a.</i> , J. Amer. chem. Soc. 74, 3196 [1952].			
Garrayaalkaloide	Citrat-Phosphatp. 4,65	Chloroform	<i>Nature [London] 170, 932 [1952].</i> <i>H. Wiesner u. Mitarb.</i> , Canad. J. Chem. 30, 608 [1952].			
Mutterkornalkaloide	4% Benzoesäure in Formamid auf Papier	CCl ₄ + CHCl ₃ + Benzol (7:2:1)	<i>Chem. Ber. 86, 900 [1953].</i> <i>Pchm u. Fuchs</i> , Naturwissenschaften 41, 63 [1954].			
Mutterkornalkaloide	2% Weinsäure wäßr. Extrakt	Trichloräthylen Methylenchlorid	Versuche im LUWESTA-Extraktor priv. Mitteil.		3	
Rauwolfiaalkaloide	50% Methanol	Chloroform	<i>Dorfmann, Schoezyer u. a.</i> , Helv. chim. Acta 37, 67 [1954], siehe auch <i>Bancree u. Hausler</i> , Bull. Calcutta School Trop. Med. 3, 111 [1955].	5%	6	200 g
Rauwolfiaalkaloide	0,05 m-Phosphp. 7,0 50% Methanol 15% Essigsäure	Benzol Chloroform n-Butanol	<i>Hochstein, Murai u. Boegmann</i> , J. Amer. chem. Soc. 77, 3553 [1955].		49 10 15	
Ryanodin	Wasser	Essigester	<i>Kelly, Whittingham u. Wiesner</i> , Canad. J. Chem. 29, 905 [1951].			

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Pyridinalkaloide (14 Tabakalkaloid-Verwandte)	0,05 m-Phosphatp. 6,0—8,0	tert. Amylalkohol			
Zygdamusalkaloide	Phosphatp. 7,1	Benzol	1 %	8	
Willforgin, Wilfortrin	2 % HCl 1,8 % HCl	Benzol + Hexan Benzol			
Nebenalkaloide aus lobelia inflata	0,1 n-HCl mit NaCl-Zusätzen	n-Butanol + Äther	16 % 120 g	50	
Codein, Atropin, Scopolamin, Äthylmorphin, Cocain, Pilocarpin	Pufferlsg. 6,9—7,3	Chloroform		40	
Isoliert. Scopolamin aus Extr. Hyoscyamin	Pufferlsg. 5,8	Chloroform		40	
Strychnin, Brucin, Veratrin, Chinin	Pufferlsg. 4,5—4,7	Chloroform		40 bzw. 120	
Codein, Papaverin, Thebain, Narcotin, Äthylmorphin, Chinin, Chinidin, Cinchonin	Pufferlsg. 5,5	Chloroform			
Papaverin, Narkotin	1 m-Citronensäure	Chloroform		120	
Chinin, Cinchonin					
Agroclavin	0,1 m Phosph.-P. 3,2	Chloroform			
	0,1 m Phosph.-P. 4,5—5,8	Butylacetat			
Zu 12.) Pyridine, Chinoline					
Methylpyridin, Methylchinolin	Pufferlsg. 4,0 Pufferlsg. 3,4	Chloroform Cyclohexan		35	
Indanole aus hydrierten Kohleölen	Phosph.-P. 10,2—12,6	Cyclohexan		54	
Alkylpyridine	wädr. Lsg. pH 2—7	Kohlenwasserst.		zahlr. Verteil.-Koeffiz.	
<i>S. a. Alkaloide</i>					
Zu 13.) Porphyrine, Chlorophylle					
Chlorophyll a u. b	90 % Äthanol	Hexan		24	analyt., Verteilungskoeff. unter N ₂
Chlorophyll a, b, Xanthophyll	Wasser + Methanol + Aceton + Pentan (7:20:50:90)		1 % 2 g	300	
Chlorophyll	wädr. Methanol	Benzin		3	
Porphyryne	0,2 n HCl + 0,2 n KCl	Äther		8	
Porphyryne	0,12 n HCl	Äther			
Zu 14.) Carbonsäuren					
Organ. Säuren	0,5 n-H ₂ SO ₄ + 90 % Methanol (1:1) wädr. Lösung	Skellysolve B			
Carbonsäuren C ₁₀		organ. Lösungsm.			
Lävulinsäure	saure wädr. Lsg.	Methylisobutylketon od. Furfurol			
C ₁ —C ₁₀ -Carbonsäuren	Glycerin-HCl-Puffer	Butanol + Chloroform			
C ₁₁ —C ₁₆ -Dicarbonsäuren	Ammonsulfatlsg.	Isopropylalk. sec. od. tert. Butanol od. Methyläthylketon			
Gärungsmilchsäure 20 %		Skellysolve B + n-Butyläther (1:0 od. 0:1 od. 1:1)			
Mono- u. Dicarbonsäuren	90 % Methylcellosolve a. Silicagel	CCl ₄ + Methanol + konz. Ammoniak (81:18:1)			
Fettsäuren	0,5 % KAl(SO ₄) ₂ auf Papier	Methylisobutylketon			
Ameisen-, Essig- u. Propionsäure	Wasser	Benzol			
Extr. Essigsäure aus Wasser	Wasser	Essigester + Benzol (7:3)			
Extr. Essigsäure aus Wasser	Wasser	Amylalkohol			
niedere Fettsäuren	Wasser	2-Methyl-1-propanol			
Fettsäuren aus Polymyxin	20 % Pyridin	n-Heptan	1,1 g	300	
Präp. Trenng. v. ungesätt. C ₂₂ -Fettsäuren aus Gehirnphosphatiden	Methanol + Eisessig + Acetonitril (1:1:1)	n-Heptan			unter N ₂
Präp. Trenng. ungesätt. C ₂₀ -Fettsäuren	Eisessig + Acetonitril + Methanol (1:1:1)	n-Heptan	6 % 3 g	350	unter N ₂
Hydroxamfettsäuren	90 % Methanol + 2 % Eisessig auf Papier	techn. Hexan			
3-Methylpentan-tetracarbonsäure	Wasser	Essigester		20	
Mandelsäure	wädr. Lösung	Benzylalkohol + Benzol		3	
<i>Liponsäure siehe biologische Faktoren</i>					
Actithiacid acid siehe Antibiotica					
Salicylsäure, 3,5-Dinitrobenzoesäure u. Zimtsäure	Wasser	Chloroform bzw. Methylisobutylketon			
ungesätt. Fettsäuren	Polyäthylenpulver	10—50 % Aceton			bei 35 °C

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH -Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Zu 15.) Aldehyde, Ketone						
Aldehyde aus Lignin	Wasser	versch. org. Lösungsmittel	<i>Bland, Hillis u. Williams</i> , Australian Sci. Res. Sec. A 5, 346 [1952].			
Vanillin	wädr. Lsgg.	Äthylenchlorid	Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		3	
Furfurol	Wasser	Isobutylketon	<i>Conway u. Philip</i> , Ind. Engng. Chem. 45, 1082 [1953].			
Furfurol	wädr. Lösung	Caprylsäure (-methylester)	<i>Rigamonti u. Spaccamela</i> , Chimica e Ind. 37, 1039 [1955].			
Na-Vanillinat (4-Oxy-3-methoxybenzaldehyd-Na)	konz. Sulfitablauge	78 % Isopropanol	<i>Monsanto Chemical Co. C. C. Bryan</i> , AP. 2721221 v. 18. 10. 1955.			
Coniferylaldehyd siehe Phenole						
Acetylacetone	Wasser	Methylisobutylketon bzw. Chloroform	<i>J. Rydberg</i> , Svensk. Kem. Tidskr. 65, 37 [1953].			
Zu 16.) Fette, Lipide						
Aceton-unlös. Lipide d. Schellfisches	85 % Äthanol	Petroläther (Kp 50° C)	<i>Olley u. Lovern</i> , Biochemic. J. 54, 559 [1953].		50	
Fisch-Lipide	85 % Äthanol	Petroläther (Kp 50° C)	<i>Lovern, u. Olley</i> , Biochemic. J. 55, 686 [1953].	10 %	20	
Placenta-Lipide	90 % Methanol	CH_2Cl_2 , $CHCl_3$, CCl_4	<i>Cole, Lathe u. Ruthven</i> , Biochemic. J. 55, 17 [1953].			
Gehirn-Lipide	80–90 % Methanol	CCl_4 od. $CHCl_3$ + CH_2Cl_2 od. CCl_4 + Petroläther (1:1)	<i>Cole, Lathe u. Ruthven</i> , Biochemic. J. 54, 449 [1953].	10 %	50	
Trenng. Lecithin u. Lysolecithin	99 % Methanol + Petroläther (Kp 65° C) (1:2)		<i>Klenk u. Debusch</i> , Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 299, 66 [1955].	10 %	244	
techn. Glycerinmonooleat	85 % Methanol	Hexan	<i>Cookson u. Laney</i> , Chem. a. Ind. 1954, 450, s. a. <i>L. G. Green</i> , Chem. Age 50, 519 [1944].	5 %	24	
Monoglyceride	85 % Methanol	Skellysolve B	<i>Perry u. Brokaw</i> , J. Amer. Oil Chemist's Soc. 32, 191 [1955].	1 %	50	
Mono-, Di-, u. Tri-palmitinglyceride	Wasser + 95 % Alkohol + Äther + Heptan (1:1:1:1) Methylcellosolve + Amylalkohol + Heptan (40:2:60) Eisessig + Acetonitril + Methanol + Heptan (1:1:1:4) 0,2n-NaOH + 95 % Äthanol + Äther + Heptan (1:1:1:1)		<i>Blankenhorn u. Ahrens</i> , J. biol. Chemistry 212, 69 [1955].		190 bis	
Glyceride aus Leinsamenöl			<i>Dutton u. Cannon</i> , J. Amer. Oil Chemist's Soc. 33, 46 [1956].		215	
Abtrenng. Peroxyde v. Methylinooleat	97,5 % Eisessig 80 % Äthanol	Heptan Pentan + Hexan (1:1)	<i>Zilch, Dutton u. Cowan</i> , J. Amer. Oil Chemists Soc. 29, 244 [1952].	20 %	24	
Methylester höh. Fettsäuren	Nitromethan + Nitroäthan (1:4)	Pentan + Hexan (1:1)	<i>Cannon, Zilch u. Dutton</i> , Analytic. Chem. 24, 1530 [1952].	2000 g		Starker Einfluß v. Nebenprod. auf Verteil.-Koeff.
Zu 17.) Phenole						
versch. Phenole	Wasser auf SiO_2	Isooctan	<i>Sweeney u. Bultmann</i> , Analytic. Chem. 25, 1358 [1953].		70	
Phenole aus Abwasser	saure wädr. Lsg.	5–15 % Isochinolin in KW-Fraktion (Kp 150–350° C)	<i>Koppers Co. Inc. W. A. Smith</i> , DP.-Anm. v. 2. 5. 1953.			
Phenole aus Abwässern	wädr. Lösung	Methylisopropylketon od. Isopropyläthylketon od. Methylisobutylketon od. Pinakolin	<i>Metallgesellschaft</i> , Herbert, Grob u. Eisenlohr, DP.-Anm. v. 18. 5. 1953 siehe a. FP. 1044441.		5–12	
Phenole, Kresole, Xylole m-, u. p-Kresol	Polyhexamethylen-adipinsäureamid 0,25 m-Phosphp. 10,8	Cyclohexan Benzol	<i>Corelli, Liquori, Mela u. Ripamonti</i> , Chimica e Ind. 37, 960 [1955]. <i>Compere u. Ryland</i> , Ind. Engng. Chem. 45, 1682 [1953]. <i>Golumbic u. Weller</i> , J. Amer. chem. Soc. 74, 3739 [1952].		90proz. Trenng.	
Kresole, Trenng. d. Isomeren üb. Ag- u. Cineol-Komplexe	Wasser	Cyclohexan	<i>Pearson u. Levine</i> , J. Org. Chemistry 17, 1351 [1952]. <i>R. W. Holley</i> , Arch. Biochem. Biophys. 35, 171 [1952].			
Pikrinsäure, Resorcin	Wasser	Methylisobutylketon				
Umwandlungsprodukt von 2,4-Dichlorphenoxy-essigsäure	1 m-Phosphatp. 5,1	Äther	<i>Granath u. Schuerch</i> , J. Amer. chem. Soc. 75, 707 [1953].			
lösl. (Maple-)Lignin	0,5 m- Na_3PO_4	Butanol	<i>K. Freudenberg</i> , priv. Mitteil.	1 %		
Trenng. v. Catechin u. Dihydroquercetin	60 % Methanol	Methylenchlorid	<i>Freudenberg u. Schlüter</i> , Chem. Ber. 88, 617 [1955].	20 %	270	
Trenng. v. Dehydroconiferylalkohol, Pinoresinol, Guajacetyl-glycerin- β -coniferyläther u. Coniferylaldehyd	70 % Methanol	Methylenchlorid				
Zu 18.) Chinone, Naphthodianthrone, Anthrachinon-Derivate						
Aloin (Anthranderiv. aus Kap-Aloe)	wädr. Ascorbinsäure	Essigester	<i>Böhme u. Bertram</i> , Arch. Pharmazie, im Druck.		200	unter N_2
Aloinmodin-9-anthron	70 % Essigsäure	Benzol	<i>Böhme u. Bertram</i> , priv. Mitteil.		40	unter N_2
Zu 19.) Kohlenwasserstoffe						
Hochmolekulare Erdölfraktionen	Acetonitril	Hexan	<i>Luther u. Jesse</i> , priv. Mitteil.	8 g	100	Auftr. ein. destillativ u. chromatographisch reinen Fraktion in 2 Komponenten
S-halt. Bestandteile aus Rohbenzin	15 % Na-Silicat Formalin-Bisulfit-Lösung o-Nitroanisol	Benzin Benzin Benzin	<i>A. Albert</i> , diese Ztschr. 66, 448 [1954].			

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH -Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Triphenylmethan-Styrol-Verbindung	Nitromethan	n-Octan	Wittig u. Schloeder, Liebigs Ann. Chem. 592, 49 [1955].	0,5 g	10	
2-Methylnaphthalin	97 % Methanol	Petroläther	T. Kanazawa, Pharm. Bull. Japan 2, 312 [1954].	10	20	
Trenng. Aromaten v. Paraffinen sowie ein. Aromaten untereinander	β,β' -Thiodipropionitril β,β' -Oxydipropionitril Diäthylenglykol	Heptan Heptan	D. A. Skinner, Ind. Engng. Chem. 47, 222 [1955].		5	tern. Diagramme
Trennung aromat. v. gesätt. Kohlenwasserst.	75–96 % Methanol	Benzin (Kp 60–100 °C)	Pittsburgh Consolidation Coal Co. M. B. Neworth, DP-Anm. v. 26. 7. 1952 = FP. 1068677; = AP. 2633448.			
Trenng. sauerstoffhaltiger Verb. v. Kohlenwasserst.	50–55 % Methanol	Kohlenwasserst.	Ruhrchemie — Lurgi, FP. 1092349 v. 19. 9. 1953.			
Abtrenng. polarer Verbindungen	30–80 % Kalium-n-butansulfonat + NaCl	Kohlenwasserst.	Shell Development Co., AP. 2687439 v. 14. 8. 1954.			
Schmieröle	95 % Phenol	Propan	Edeleanu GmbH., DP. 928421 v. 12. 5. 1942.			
Montanwachs	Di-n-octylphosphat in wädr. Äthylenglycol	Kohlenwasserst.	Food Machinery Comp. AP. 2715649 v. 16. 8. 1955.			
Übersicht über alle Verteilungsverfahren der Entschwefelung, Entparaffinierung, Entaromatisierung			Ullmanns Enzyklopädie d. chem. Technik, Bd. 6, 3. Aufl. München 1955, S. 690–711.			
Mercaptane aus Mineralöl	3,5 % Na-Ferrocyanid in 12 % NaOH	Mineralöl	Miller u. Salomon, Petroleum Refiner 34, 155 [1955].			
Barium-Petroleumsulfonate	80 % Isopropanol	Erdöl	Atlantic Refining Co., AP. 2713034 v. 12. 7. 1955.			
Mercaptane aus Kohlenwasserst.	99 % Methyläthylketon Diäthylenglykolmonomethyläther + wädr. NaOH	Erdöl Kohlenwasserst.	AP. 2713035 v. 12. 7. 1955. Texas Co., AP. 2689820 v. 21. 9. 1954.			
Sauerstoffhaltige Kohlenwasserst.	wädr. Lösungen v. hydrotropen Salzen Na-Salze v. C_9 – C_8 Carbonsrn. od. Alkylsulfonsrn.	Kohlenwasserst.	Shell Refining Co., Ltd. EP. 686904.			
Entparaffinierung von Mineralölen	Methyläthylketon + Toluol Äthylendichlorid + Benzol (3:1) Furfurol Nitrobenzol + H_2SO_4	Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst.	C. Cesare, Olii minerali, Grassi Saponi, Colori Vernici 27, 97 [1950].			
Trenng. v. Wachsen u. Kohlenwasserst.	Diäthylenglykol pH 7	Kohlenwasserst. + Trimethylhexyl- oder Di-n-octyl-phosphat	N. V. de Bataafsche Petroleum Mij. EP. 734132 v. 28. 11. 1952.			
Kohlenteer Kreosote	β,β' -Oxydipropionitril	n-Hexan	Heike, Blum u. Burch, Fortschrittsber. Farbenfabr. Bayer, 7. 1. 1956, S. 159.			
Trenng. v. Petroleumfraktionen	Dimethylsulfoxyd	Kohlenwasserst.	Chem. Engng. News 33, 5230 [1955].			
Trenng. Mesitylen v. Toluol u. Xylol	Bortrifluorid	Hexan	Standard Oil Co., AP. 2722560 v. 1. 11. 1955.			
Reinigung v. höher-siedenden Petroleumfrakt.	$HIF + TiF_4$	Kohlenwasserst.	Standard Oil Co., AP. 2723218 v. 8. 11. 1955.			
Mineralöle	Phenol od. Kresol od. Nitrobenzol od. Furfurol od. Anilin od. Äther	Kohlenwasserst.	Standard Oil Development, FP. 1073685 v. 3. 2. 1953.			
Zu 20.) Nitro-Verbindungen						
Isomere Bromnitrobenzole	90 % Methanol	Petroläther (Kp 40–60 °C)	Th. J. de Boer, priv. Mittell.	10 %	200	
Trenng. v. o- und p-Nitrochlorbenzol	85 % Methanol	Petroläther (Kp 40–60 °C)	F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955.	20 % 200 g	500	
Nitrobenzoesäure siehe Carbonsäuren						
Dinitrophenylhydrazone siehe Verschiedenes						
Tetramethylammonium-pikrat	Wasser	Nitrobenzol	Gross u. Friemann, Mh. Chem. 86, 712 [1955].			
Dinitroresorcin (Chlorin)	3 % od. 10 % HCl	Benzol	Eisner u. Linstead, J. chem. Soc. [London] 1955, 3742.			
Zu 21.) Verschiedenes						
DDT-Derivate	Vaseline a. Papier	Äthanol + Wasser + konz. Ammoniak (60:15:5)	F. Winteringham u. a., Nature [London] 166, 999 [1950].			
Kontaktinsektizide (DDT, E 605, HCH) Gammexane	Vaseline a. Papier	Äthanol + Wasser + konz. Ammoniak (16:3:1)	W. Gruch, Naturwissenschaften 41, 39 [1954].			
	Acetanhydrid auf Papier	Petroläther	Moynihan u. O'Colla, Chem. a. Ind. 1951, 407.			
Humulone, Cohumulone, Isohumulone (Bitterstoffe aus Bier)	0,5 m-Phosph. 8,0 Phosphat- bzw. Citratp. 4,9–8,5	Isocetan Isocetan	Rigby u. Bethune, J. Amer. chem. Soc. 74, 6118 [1952]. siehe auch M. Verzele, Bull. Soc. Chim. Belgique 64, 70 [1955].		100	
Cohumulone	0,5 m-Phosph. 8,0	Isocetan	Howard u. Tatchell, Chem. a. Ind. 1953, 436.		200	
Azofarbstoffe mit niedr. Molgew.	55 % Methanol	Chloroform	F. A. v. Metzsch, unveröffentl.	0,2 %	46	
Trennung Polyurethane PZ 5 u. PZ 14	Wasser + Äthanol + Chloroform (1:1:1) 90 % Ameisensäure + Chlorbenzol + Toluol + Kresol (40:45:5:11)		Kern u. Thoma, priv. Mittell., s. a. Makromolekulare Chem. 16, 89 [1955].		163 100	30 g
α -Naphthylurethan des 2,4-Hexadienols	Nitromethan + Formamid + Methylbutyläther + n-Heptan (4:4:6:3)		Butenandt, Hecker u. Zachau, Chem. Ber. 88, 1185 [1955].	5 %	48	
3-Nitrophthalsäureester d. 2,4-Hexadienols	Nitromethan + Di-Butyläther (2:3)			2 %	48	
	Nitromethan + Di-n-Butyläther + n-Heptan (10:13:2)			4 %	48	
	Wasser + Methanol + Cyclohexan + Benzol (8:6:10:5)			2 %	48	

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wäßr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. p_H -Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
C ₅ –C ₁₀ -Alkohole	90 % Methanol auf Silicagel	Isooctan	R. E. Henze, Analytic. Chem. 27, 1349 [1955].			
Celluloseacetat	0,007 n-NH ₃ auf Silicagel	1 % Butanol in CHCl ₃				
Octamethyl-pyrophosphoramid („Schradan“-N-Oxyd (Anticholinesterase)	Wasser	Aceton	H. A. Swenson, Acta chem. Scand. 9, 572 [1955].	in App. f. d. Craig-Verteilg.	40	
Abtrennung von Verunreinigung d. Terephthalsäure		Methylenchlorid	Casida, Allen u. Strahmann, J. biol. Chemistry 210, 611 [1954].		25	
Ascaridol	wäßr. Methanol	Chloroform	Kaiser u. Bergmann, priv. Mitteil.		100	
	60 % Essigsäure	Petroläther (Kp 40 ° C)	Schenck u. Kinkel, priv. Mitteil.	20 %	150	100 g!
	2 n HCl auf Cellulose	n-Butanol + Petroläther		20 %	10	360 g
2,4-Dinitrophenylhydrazone von Ketsäuren			Ghosh, Sen u. Nandi, Sci. and Culture 21, 169 [1955].			
Trennung Ameisensäure u. Schwefelsäure	wäßr. Lsgg.	50 org. Lösungsmittel (Methylisobutylketon am besten)	Whitehead u. Geankoplis, Ind. Engng. Chem. 47, 2114 [1955].			
Hopfeninhaltsstoffe	Phosphatpuffer p_H 7,25 + Methanol (76:24)	2,2,4-Trimethylpentan	Rigby u. Bethune, J. Amer. chem. Soc. 77, 2828 [1955].	2,5 %	350	
Reinigung v. Roh-Acrylnitril	wäßr. Nitrillsg.	Äthylbenzol od. Xylol	Eastman Kodak, AP. 2719169 v. 30. 6. 1951.			
Verteilungsverfahren i. d. Parfümerieindustrie			A. H. Ruys, Essence Deriv. Agrumari 24, 135 [1954]. C. 1955, 10154.			
Reinigung v. Caprolactam	wäßr. Lösung	Ligroin od. Benzin od. Petroleum od. Kogasin	Farbenfabr. Bayer, DP-Anm. v. 16. 9. 1952.			
Orcein-Farbstoffe	n-Butanol + Phosphatpuffer p_H 11,5–12,8	Chloroform + Formamid + Pyridin (10:10:2)	Musso u. Becken, priv. Mitteilung.		100	

Zu 22–26.) Anorganische Chemie

Seltene Erden (Nitrate)	wäßr. LiNO ₃	Äther oder n-Pentanon	W. Fischer u. Mitarb., diese Ztschr. 66, 317 [1954].			
Spurenelemente	Zusammenfassung		Specker u. Harlkamp, diese Ztschr. 67, 173 [1955].			
Oxine v. Cupferron-Verb. v. La, Sm, Hf, U	wäßr. HClO ₄ bzw. NaClO ₄ p_H 1,9–3,8 bzw. 10,3–11,1	Methylisobutylketon bzw. Chloroform	D. Dyrsen u. a., Acta chem. Scand. 7, 1186 [1953]. u. andere Veröff. des Autors.			
Fe, Ce als Thiocyanate	3 n-HCl + 2,5 m-NH ₄ SCN	Äther + Tetrahydrofuran bzw. CHCl ₃ od. CCl ₄ + Tetrahydrofuran	Specker u. Kuchner, Z. analyt. Chem. 144, 25 [1955].	2–3		
Trennung Nb/Ta	konz. HCl	8 % Tribenzylamin in CHCl ₃ od. CH ₂ Cl ₂	Ellenburg n. Leducotte, J. Analytic. Chem. 26, 1045 [1954].			
Ti(SCN) ₄	HClO ₄ -Lösung	Methylisobutylketon	D. Delafosse, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 240, 1991 [1955], theor. Betrachtung.			
W, Nb, Ta	salzsaure Lsgg.	Essigester	R. Vanossi, An. Assoc. quim. Argent. 42, 59 [1954], 43, 151 [1955]; C. 1954, 4907.			
Cu-Thiocyanat	wäßr. NH ₄ CNS-Lsgg.	Tributylphosphat	Melnik u. Freiser, Analytic. Chem. 27, 462 [1955].			
Fe-Dipyridyl-o-phenanthrolin	wäßr. „Teepool“ (Alkylsulfonate)	Chloroform	Powell u. Taylor, Chemistry and Ind. 1954, 726.			
Trennung Pa/Nb	1–6 n HCl (+ HNO ₃)	Diisobutylcarbinol bzw. Xylol bzw. CHCl ₃	F. L. Moore, Analytic. Chem. 27, 70 [1955].			
Trennung Co/Zn	3,0 n-HCl	5 % Tribenzylamin od. 8 % Methylthioctylamin in Chloroform	Mahlmann, Leducotte u. Moore, Analytic. Chem. 26, 1939 [1954].			
Trennung Sb v. anderen Elementen d. H ₂ S-Gruppe	1–3 n-HCl	Essigester	White u. Rose, Analytic. Chem. 25, 351 [1953].			
Trennung Ta/Nb	wäßr. HF + 6 n-HCl	Diisopropylketon	Stevenson u. Hicks, Analytic. Chem. 25, 1517 [1953].			
Uranylinitrat	halbkonz. HNO ₃	Äther	Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		8	
Uranylinitrat	wäßr. NH ₄ NO ₃	Methylisobutylketon	L. Selmi, Chimica & Industria 37, 874 [1955].			
Uranylinitrat	wäßr. Lsgg.	Äther	F. Oltra Oltra u. a., Anales Fis. Quim. 51, 581 [1955].			
Uran	Pufferlsg. 5,8–8,0 5,4–7,2 5,6–7,3	Oxin	Rulfs, De, Lakritz u. Elving, Analytic. Chem. 27, 1802 [1955].			
Uranylinitrat	wäßr. Lösung	Dibromoxin				
Uranylinitrat	wäßr. Ammonnitrat	Äther	Oltra, Luina u. Jodra, Ann. Fisica Quim. 51 B, 51 [1955].			
Uranylinitrat		Methylisobutylketon	L. Selmi, Quim. e Ind. 37, 874 [1955].			
Uranylinitrat	wäßr. NH ₄ OH	Methylisobutylketon	Chem. Engng. 63, 120 [1956].			
Trennung U v. Pu u. and. Spaltprod.	wäßr. HNO ₃	org. Lösungsmittel	Dressler, Regnaud u. Sousselier, Chim. Ind. Suppl. Génie chimique 74, 129 [1955].			
Bromide	wäßr. Lsgg.	Methyläthylketon bzw. Methylisobutylketon	Denaro u. Ocelshaw, Analyt. Chim. acta 13, 239 [1955].			
Metallbromide	wäßr. Lösung	Äthylmethylketon od. Methylisobutylketon	Denaro u. Ocelshaw, Analytica chim. Acta 13, 239 [1955].			
Perrheniumsäure	wäßr. Schwefelsäure	Amylalkohol	Centre National Tribalat, FP. 1092284 v. 18. 6. 1953.			
Thorium	wäßr. Lsgg.	Tropolon in org. Lösungsmittel	D. Dyrsen, Acta chem. Scand. 9, 1567 [1955].			
Trennung In v. Zn	4 m HBr	Isopropyläther	Kosta u. Hoste, diese Ztschr. 67, 725 [1955].			
Trennung Zr v. Hf	4 n HClO ₄	fluorierte Diketone in Benzol od. Chlorbenzol	Huffman, Iddings u. Osborne, J. Amer. chem. Soc. 77, 881 [1955].			
Trennung d. Seltene Erden v. Thorium	8 n HNO ₃	Dibutoxytetraäthylenglykol	Lerner u. Petretic, Analytic. Chem. 28, 227 [1956].	10 %		
Verteilungsspektrum d. Seltene Erden	wäßr. LiNO ₃	Pentanon	W. Fischer, Z. anorg. Chem. 283, 98 [1956].			

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. wädr. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH -Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oberphase + Unterphase	Stufenzahl	Bemerkungen
Trenng. Zr v. Th	wädr. Lösung pH 2,0–2,7	Amylacetat			
Trennung Zr/Hf	2,5 n-HNO ₃	Mono-, Di- od. Tributylphosphat			
	2,5 n-HNO ₃	Tetrachlorkohlenstoff			
Abtr. v. Co	wädr. Essig-, Oxal- od. Flußsäure	Butylphosphat			
Trenng. Co ^{II} /Co ^{III}	Puffer pH 1,04–5,4 + 15% KSCN	Essigester + Isoamylalkohol (1:6)			
	NH ₄ CNS-Lösung	Äther			
Trenng. Cu/Al	wädr. Oxinlösung	Benzol, Toluol od. Xylol, + Chloroform			
FeCl ₃	wädr. HCl	Äther + Amylalkohol (5:1) od. Äther + Butylacetat (4:1)			
Phosphorsäure als Molybdatkomplex	ca. 1 n-HCl	Essigester			
Heteropolysäuren des Molybdäns	Wasser	versch. org. Lsgsmittel			
Metallacetylacetonate	wädr. Lsg.	versch. org. Lsgsmittel			

lösungsmittelsparend aus. Die entsprechenden Angaben sind in der obigen Gegenüberstellung eingefügt.

Die Vorausberechnung der van Dyck-Verteilung beruht auf Daten, die durch eine Craig-Verteilung erhalten wurden. Denn die Craig-Verteilung ermöglicht es mit kleinstmöglichem Aufwand nach dem Lösungsmittelsystem zu suchen, das den günstigsten Trennfaktor bietet.

Die Bestimmung von Verteilungskoeffizienten im Scheidetrichter ist oft irreführend. Geringe Verunreinigungen können bei der Messung des Verteilungsgleichgewichtes vor allem bei höheren Konzentrationen den Verteilungskoeffizienten wesentlich verschieben. Vice versa muß man damit rechnen, daß der bekannte Verteilungskoeffizient einer reinen Verbindung in einer Verteilung durch Einflüsse von Begleitsubstanzen verschoben wird. Um die Konzentrationsabhängigkeit eines Verteilungskoeffizienten zu erfassen müßte man in mehreren Scheidetrichtern bei verschiedenen Konzentrationen arbeiten, ein Aufwand, der einer Verteilung gleichkommt. Eine Craig-Verteilung gibt in jedem Fall den zuverlässigsten Einblick in die mitunter schwer übersehbaren Verhältnisse. Für die exakte Vorausberechnung einer van-Dyck-Verteilung in einer Scheibel-

Kolonie ist dann noch wichtig etwas über die Geschwindigkeit des Stoffaustausches zu wissen, da davon im wesentlichen der Wirkungsgrad der Kolonne abhängt. Bei den genannten Zentrifugalextraktoren dagegen soll die Stoffaustauschgeschwindigkeit keinen Einfluß auf die Trennwirkung haben. Das ist wichtig, weil oft die selektivsten Lösungsmittelpaare den langsamsten Stoffaustausch aufweisen.

Zur weiteren Information sei auf folgende Literatur verwiesen: L. Alders: „Liquid-liquid Extraction“ Elsevier 1955¹⁸) Dechema-Erfahrungsaustausch, Sammelmappe Flüssig-flüssig-Extraktion 1954¹⁹). Diese beiden Bücher und die Arbeit von Scheibel¹³) ergänzen die Monographie von Hecker²), die sich nur mit Laboratoriumsmethoden beschäftigt.

Prof. Dr. H. Brockmann danke ich für sein Interesse an meiner Arbeit und die großzügige Unterstützung, die er mir als Mitarbeiter in seinem Arbeitskreis hat zuteil werden lassen.

Eingegangen am 3. Oktober 1955 [A 689]

¹⁸) L. Alders: Liquid-liquid-Extraction. Elsevier-Verlag 1955.

¹⁹) Dechema-Erfahrungsaustausch, Mappe Flüssig-Flüssig-Extraktion [1954].

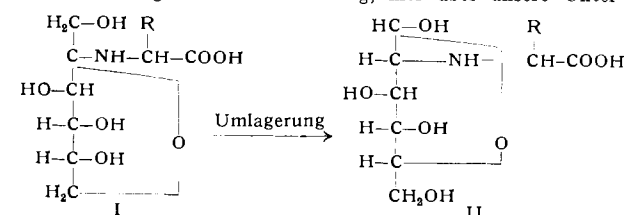
Zuschriften

Umsetzung von Fructose mit Aminosäuren zu Glucosaminosäuren

Von Prof. Dr. K. HEYNS, Dr. H. PAULSEN und cand. chem. H. BREUER

Organische Abteilung des Chemischen Staatsinstituts, Universität Hamburg

Eine kürzlich von A. Abrams, P. H. Lowy und H. Borsook¹) veröffentlichte und uns erst jetzt zugänglich gewordene Arbeit über die Reaktionen zwischen Glucose und Aminosäuren zu „Fructoseaminosäuren“ gibt uns Veranlassung, hier über unsere Unter-



¹) A. Abrams, P. H. Lowy u. H. Borsook, J. Amer. chem. Soc. 77, 4794 [1955]; H. Borsook, A. Abrams u. P. H. Lowy, J. biol. Chemistry 215, 111 [1955].

suchungen über die Umsetzung von Fructose mit Aminosäuren bereits kurz zu berichten. Fructose reagiert, wie wir schon früher zeigen konnten²), mit Ammoniak und Aminen zu einem Fructosylamin als Zwischenprodukt, welches zum Teil spontan nach Art einer umgekehrten Amadori-Umlagerung in Glucosamin-Derivate übergeht. Wir fanden, daß Fructose mit Aminosäuren genau so reagiert.

Fructose und Aminosäuren, die beim Erhitzen in Methanol kaum miteinander reagieren, geben auf Zusatz von Ammoniumchlorid die entsprechenden N-Fructosyl-Aminosäuren I. Diese Fructosylaminosäure-Lösungen enthalten noch kein Umlagerungsprodukt. Erst bei Behandlung mit Oxalsäure oder Malonsäure als Umlagerungskatalysatoren (über deren Wirksamkeit wir demnächst in anderem Zusammenhang berichten werden) tritt die Umlagerung ein, und man erhält säurebeständige Substanzen, welche als 2-Amino-2-desoxy-aldohexosen anzusprechen sind. Da man annehmen kann, daß die Umlagerung sterisch in der gleichen Weise verläuft wie bei den Reaktionen zwischen Fructose und Ammoniak bzw. Aminen, stellen die Umlagerungsprodukte N-substituierte Derivate des Glucosamins dar, die man als Glu-

²) K. Heyns u. K. H. Meinecke, Chem. Ber. 86, 1453 [1953]; K. Heyns, R. Eichstedt u. K. H. Meinecke, ebenda 88, 1551 [1955]. Vgl. auch J. F. Carson, J. Amer. chem. Soc. 77, 1881, 5957 [1955].