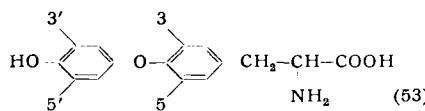


neuen Jod-Verbindungen in der Schilddrüse und bei Meeresbewohnern (Schwämme, Seetang, Hornkorallen und Algen) mehrere, bisher unbekannte Halogen-Derivate des Tyrosins und Thyronins (53) entdeckt¹²⁸.

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 Schilddrüse ¹²⁹ ;
3-Jod-tyrosin	im Gorgonin (8–9 %); im Spongin und Thyroglobulin ¹³⁰ ;
3-Brom-tyrosin	nur im Gorgonin ¹³¹ ;
3,3'-Dijod-thyronin	
3,5,3'-Trijod-thyronin	} im Thyroglobulin in geringer Menge ¹³²
3,3',5'-Trijod-thyronin	

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

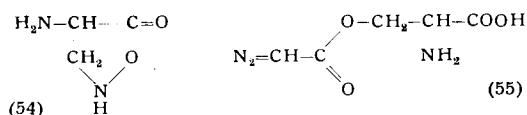


- ¹²⁸) Ausführl. Zusammenfassg. *J. Roche u. R. Michel*, Fortschr. Chem. org. Naturstoffe 12, 349 [1955].
¹²⁹) *J. Roche u. S. Lissitzky u. R. Michel*, Biochim. biophysica Acta 8, 339 [1952].
¹³⁰) *C. Fromageot, M. Justisz, M. Lafon u. J. Roche, C. R. Séances Soc. Biol. Filiales* 142, 785 [1948]; *K. Fink u. R. M. Fink*, Science [New York] 108, 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 den 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 Molekülen 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. Bühlert, 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 beschrieben^{1).}

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 Auf trennung 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 Hauptvorzug 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 85 proz. Methanol/Petroläther vollständig in die Komponenten getrennt⁷⁾. Das Minimum zwischen beiden Substanzbergen war substanz leer und die beiden getrennten Fraktionen waren schmelzpunktsrein; die Ausbeute betrug 98 %. Mit den 100 g Ausgangsmaterial waren einmalig 10 Verteilungselemente am Anfang der Apparatur beschickt 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 Zersetzung 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. *Schenck* und *Kinkel*⁹⁾ füllten 100 g eines synthetischen Rohperoxyds in 10 Verteilungselementen am Anfang unserer Apparatur ein und gewannen durch 150stufige Verteilung im System 60 proz. 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 zusammengenommen) 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. Schenck, 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 Stufenummer 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 99 proz. 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 beschicken, 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 99 proz. 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 *Allemann*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 innehält 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⁾.

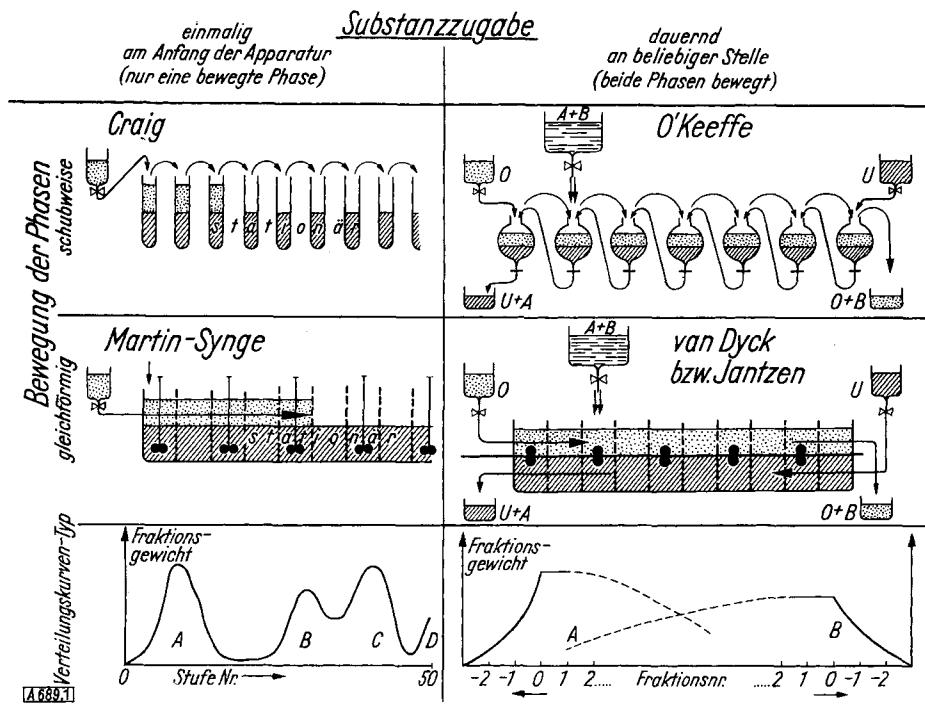
Die Verteilungsverfahren mit zwei gegeneinander bewegten Lösungsmittelphasen haben gegenüber der Craig-Verteilung den Vorteil, daß man nur die halbe Zahl an Verteilungselementen (apparative Stufen) benötigt, bei geschickter Wahl des Volumenverhältnisses der beiden Lösungsmittelphasen sogar oft noch weniger. 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-Verteil-

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

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

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



Übersichtsschema über die wichtigsten Verteilungsmethoden¹⁰⁾

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 ($k = 0,833$) und vergleicht die zur Gewinnung von B in 75 proz. 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.

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		van Dyck-Verteilung	
	einfache	zehnfache	einfache	zehnfache
für 75 proz. Reinheit von B benötigte Stufenzahl	ein Arbeitsgang 597	816	zwei Arbeitsgänge: Trennung $B + C$ von A 41	41
Lösungsmittelbedarf nach Scheibel (in Stufenvolumina)	597		Trennung B von C 38	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

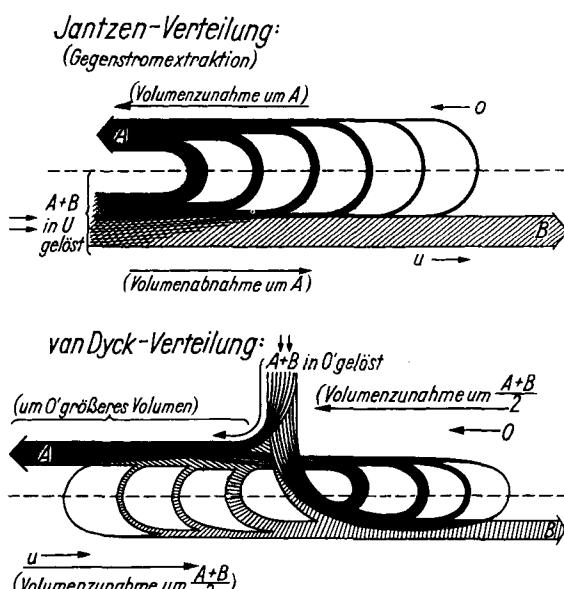


Bild 2
Schematische Darstellung der Jantzen-Verteilung und der van Dyck-Verteilung

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

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 Lsgsmittel, % -Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Zu 2.) und 3.) Antibiotica					
Actinomycin C und X	1,5% Na-β-Naphthalinsulfonat	Methylisobutyläther	Brockmann u. Gröne, Chem. Ber. 87, 1036 [1954].	19	236
Actidion (aus Actinomycten)	Wasser + Methanol + Chloroform (25:75:55)		V. Prelog u. Mitarb., Helv. chim. acta 38, 1445 [1955].		496
Streptomycin	Phosph. 6—7	Lutidin + Piperidin od. Collidin + Piperidin od. Butanol + Piperidin + p-Toluolsulfos. (98:2:2)	W. A. Winstein u. a., J. Amer. chem. Soc. 70, 3333 [1948], 72, 3969 [1950]; Science [New York] 106, 192 [1947].		48
Trenng. v. Streptomycin, Acetylstr., Mannosidostr., u. Acetylmannosidostr.	5% Na-Stearat	Pentasol (techn. Amylalkohol)	Fried u. Starely, J. Amer. chem. Soc. 74, 5461 [1952].		24
Isorhodomycin A	Phosph. 6,0	n-Butanol	Brockmann u. Palt, Chem. Ber. 88, 1455 [1955].		550
Drosophilin C, D (Antibiot. a. Basidiomyceten)	50% Methanol	Äther + Hexan (3:2)	Kavanagh, Hertey u. Robbins, Proc. Natl. Acad. Sci. US 37, 570 [1951], 38, 555 [1952].		8
	0,5 m-Phosph. 6,9—7,5	Chloroform			
Antibiot. a. Basidiomyceten	Wasser	Benzol + Hexan	Doery, Gardner, Burton u. a., Antibiotics a. Chemotherapy 1, 409 [1951].		
Actidion (a. <i>Strept. griseus</i>)	Wasser	Benzol	Ford u. Leach, J. Amer. chem. Soc. 70, 1223 [1948].	1%	12
Antimycine	80% Äthanol	Benzol + Petroläther (3:2)	Schneider, Teuer u. Strong, Arch. Biochem. Biophys. 37, 147 [1952].		
Magnamycin	Acetat-P. 4,5	Benzol	Wagner, Hochstein u. a., J. Amer. chem. Soc. 75, 4684 [1953].		
Trenng. Nisin A, B, C, D a. <i>Strept. lactis</i>	Acetatpuffer	Methanol + n-Butanol	Berridge, Newton u. Abraham, Biochemic. J. 52, 529 [1952], Nature [London] 169, 707 [1952].		
Antibiot. a. Cephalospor.	0,5 m-Phosph. 6,0 + Aceton + Diisopropyläther + Hexan (25:25:8:25)		Burton u. Abraham, Biochemic. J. 50, 168 [1951].		
Bioecytin	währ. HCl pH 3,0	Kresol + Chloroform (1:1)	K. Follers u. Mitarb., J. Amer. chem. Soc. 74, 1996 [1952].		
Micrococccin	währ. Äthanol + Eisessig + Chloroform + Tetra-chlorkohlenstoff		Heatley u. Doery, Biochemic. J. 50, 247 [1951].		8
Actithiacic acid	1 m-Phosph. 6,9	Butanol	Schenk u. de Rose, Arch. Biochemistry 37, 147 [1952], 40, 263 [1952].		
techn. Verteilg. v. Bacitracin	Fermentationslauge	n-Butanol	G. C. Inskip u. a., Ind. Engng. Chem. 43, 1488 [1951]. Chem. Engng. 60, 282 [1952].		mit dem gleichen Lösungsmittelsystem Versuche im LUWESTA-Extraktor
Thyrocidin A	0,1 n-HCl	sek-Butanol	Paladina u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 76, 688 [1954].		1000
Tyrocidin B	0,1 n-HCl + Methanol + Chloroform (1:2:2)		King u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 6624, 6627 [1955].	1,5 g	1205
Tetracyclin	währ. Äthyldiaminessigs. od. Nitrilessigsäure od. Uramildi-essigsäure + alphat.	organische Lösungsm.	Amer. Cyanamid Co., Belg. P. 538796 v. 7. 6. 1955.		
Actinomycine	Sulfonsäure m-kreosotinsaures Natrium auf Cellulose	Methyl-isobutylketon	Farbenfabriken Bayer Schmid-Kastner u. Auhagen, DP-Anm. v. 28. 5. 1954.		
Erithromycin Reingewinnung	Fermentationsbrühe	Amylacetat	Abbott Labs., O. F. Walasek, DP-Anm. v. 12. 11. 1954.		
Bacitracin Reingewinnung	20% NaCl-Lösung	Isopropanol	Chas. Pfizer Gollaher u. Honohan, DP-Anm. v. 20. 5. 1955.		
Polymyxin A u. B	Wasser	Butanol	Hausmann u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 76, 4892 [1954].	1789	3 g
DNP-Polymerin					
Trenng. Aureomycin u. Terramycin	0,1 n-HCl	sek-Butanol	Hickey u. Phillips, Analyt. Chem. 26, 1640 [1954].	2%	200
Coelimycin (a. <i>Strept. coelicolor</i>)	80% Methanol	CHCl ₃ + CCl ₄ (1:1)	Prelog u. Keller, priv. Mittelgl.	1%	99
Trenng. Coelimycin u. Coelicolorin	80% Methanol	CHCl ₃ + CCl ₄ (1:1)	Prelog u. Keller, priv. Mittelgl.	6%	180
Tuberostaticum aus <i>Fusarium bostry</i> , („Bostricoidin“)	verd. NH ₄ OH pH 10,0	CCl ₄	Cajori, Otani u. Hamilton, J. biol. Chemistry 208, 107 [1954].	0,1%	40
DNP-Bacitracin A	0,1 n-HCl	sek-Butanol	Hausmann, Weisiger u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 723, 731 [1955].		
entschwefelt. Bacitralin	0,01 n-HCl + Methanol + CHCl ₃ (1:2:2)				
DNP-Desulfbacitracin	1% Trichloressigs. + Methanol + CHCl ₃ (1:2:2)				
Bacitracin F, Oxydationsprodukt d. Bacitracin A	0,1 n-HCl + Eisessig + Chloroform (1:2:2)				
Hautreizende Verbindg. aus Pilzkulturen	0,1 n-HCl + Eisessig + Chloroform + Benzol (1:2:1:1)				
Tri-DNP-Bacitracin A	3% Essigsäure	sek-Butanol	Weisiger, Hausmann u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 3123 [1955].		
	0,1 n-HCl + Eisessig + Chloroform (1:2:2)				
	3% Essigsäure	sek-Butanol			
	0,1 m-Acetat-P.	3% Butanol in Ligroin (Kp 100—110 °C)	Bowden u. Schantz, J. biol. Chemistry 214, 365 [1955].	0,5 g	669
					49
					290
DNP-Aminosäuren	Wasser	n-Butanol	H. D. Dakin, Biochemic. J. 12, 290 [1918], J. biol. Chemistry 44, 499 [1920], Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 130, 159 [1923] sowie England u. Cohn, J. Amer. chem. Soc. 67, 663 [1945].		100
DNP-Derivv. v. Insulin-Abbauprod.	Wasser a. Silicagel	verschiedene Lösungsmittel	Porter u. Sanger, Biochemic. J. 42, 287 [1948].		
	verd. NH ₄ OH bzw. Acetatpuffer, bzw. Phosphatp.	n-Butanol bzw. Essigester	D. W. Wooley, J. biol. Chemistry 179, 593 [1949].		

Zu 4.) Aminosäuren, Peptide, Proteine

Aminosäuren	Wasser	n-Butanol	H. D. Dakin, Biochemic. J. 12, 290 [1918], J. biol. Chemistry 44, 499 [1920], Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 130, 159 [1923] sowie England u. Cohn, J. Amer. chem. Soc. 67, 663 [1945].
DNP-Aminosäuren	Wasser a. Silicagel	verschiedene Lösungsmittel	Porter u. Sanger, Biochemic. J. 42, 287 [1948].
DNP-Derivv. v. Insulin-Abbauprod.	verd. NH ₄ OH bzw. Acetatpuffer, bzw. Phosphatp.	n-Butanol bzw. Essigester	D. W. Wooley, J. biol. Chemistry 179, 593 [1949].

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Aufgangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
18 Verteilg. v. Partial- hydrolysaten v. Bacitracin A	0,1 n-HCl 1 % Trichloressigs. 0,1 n-HCl 0,1 n-HCl + Eisessig + CHCl ₃ (1:2:2) 0,1 nHCl + Benzol + CHCl ₃ (1:2:2) 0,1 m-Phosphatp.	90 % währ. 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 70 % Methanol + Pyridin + Chloroform (70:1:50) Wasser	sek-Butanol 2,4-Lutidin Essigester	Babad, Pinsky, Turner u. a., Nature [London] 170, 618 [1952]. Carpenter, Hess u. Li, J. biol. Chemistry 197, 7 [1952]. F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955. F. A. v. Metzsch, unveröffentl. F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955. F. A. v. Metzsch, unveröffentl.		17 100 4 % 8 % 5 %	110 50 28
Peptide aus ACTH			Axelrod, Reichental u. Brodie, J. biol. Chemistry 204, 903 [1953]. Stobadian u. Levy, J. biol. Chemistry 201, 372 [1953].			8
Tripeptide, Multitripeptide sowie d. Methylester Chloracetyl-di-peptid	70 % Methanol + Pyridin + Chloroform (70:3:60:20) 0,1 n-HCl + Methanol + CHCl ₃ (4:2:5)					Identifiz. v. Gly-alagly aus Seidenfibrin
DNP-Tripeptide, DNP-Tripeptidester	70 % Methanol + Pyridin + Chloroform + Heptan (70:3:60:20)					
DNP-Aminosäuren	0,1 n-HCl + Methanol + CHCl ₃ (4:2:5)					
DNP-Serin u. DNP- Äthanolamin	5 n-HCl 0,6 m-Citrat-P. 4,7	Benzol Methylbutylketon CCl ₄ od. CHCl ₃ od. symm. C ₂ H ₄ Cl ₂ od. Äther od. Essigester od. Butanol				
Pipsylpeptide	0,2 n-HCl					
Carbobenzoxy-glutaminsäureester	Phosphp. 6,0	Äther	J. Rudinger, Chem. Listy 46, 112 [1952].		20 Stufen à 2 1	
Benzoylpeptide u. -anilide (enzymat. gewonnen)	76 % Äthanol + CHCl ₃ + Cyclohexan (5:1:4)		Janssen, Windt 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. Tarel, 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)		Weisinger, Hausmann u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 3123 [1955].	0,4 %	50	
Hydrol. Teilstücke aus Tyrocidin B	0,1 n-HCl + Eisessig + CHCl ₃ (1:2:2)		King u. Craig, J. Amer. chem. Soc. 77, 6624 u. 6627 [1955].		30	
Aminosäuren aus Tyrocidin B	0,1 n-HCl + Methanol + Chloroform + Benzol (7:10:23:20)		ebenda		200	
Glycyl- u. Phenyl-alanin-peptide aus Insulin	2 % HCl	Phenol				
Clupein	0,077 n p-Toluolsulfonsäure	sek-Butanol	J. G. Pierce, J. Amer. chem. Soc. 77, 184 [1955]; s. a. Biochem. J. 57, 16 [1954].		50	
Isoleucylpeptide	15 % Na-acetat	5 % Laurinsäure in Butanol	Felix u. Rick, private Mitteilung.		400 mg	400
Pentapeptid aus Insulin	0,1 n HCl	sek-Butanol	Theodoropoulos u. Craig, J. org. Chem. 20, 1169 [1955].			
Proteine	währ. Salzlösg. auf Celit	Äthylecellosolve	Marrfield u. Woolley, J. Amer. chem. Soc. 78, 358 [1956].		100	
Zu 5.) Amine, Amide, Hydrazide			Martin u. Porter, diese Ztschr. 68, 214 [1956].			
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	währ. AgNO ₃	Cyclohexan	C. Golumbic, J. Amer. chem. Soc. 74, 5777 [1952].			
Toluidine u. Teerbasen	Pufferlösg. 3,6	Cyclohexan	C. Golumbic, Analytic. Chem. 24, 1849 [1952].		90	
Sulfonamide	Wasser	Diäthylketon (+ Chloroform)-	Bräuniger u. Spangenberg, Pharmazie 9, 343 [1954].			
Isonicotinsäurehydrazid, Na-p-Aminosalicylat	Wasser bzw. Citratp. 4,65	n-Butanol	G. Zinner, Arch. Pharmaz. 288, 129 [1955].			
Alkalioide siehe unter 11.)						
Teerbasen siehe auch unter Phenole						
Cobalamin, Cholin siehe Vitamine, biologische Faktoren						
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. Popoe, J. Amer. chem. Soc. 75, 4879 [1953].			
Schweinevasopressin	0,09 % p-Toluolsulfosäure	n-Butanol				
Oxydationsprod. des Vasopressins	0,05 % Essigsäure	sek-Butanol	Popoe, Lawler u. du Vigneaud, J. Amer. chem. Soc. 74, 3713 [1952].			
ACTH	Wasser	2,4,6-Collidin	Popoe u. du Vigneaud, J. biol. Chemistry 205, 133 [1953].		250	
Lactogen Hormon	0,35 % Dichlor- essigsäure	sek-Butanol	Hess, Carpenter u. Li, J. Amer. chem. Soc. 74, 4956 [1952].			
	0,4 % Dichlor- essigsäure	sek-Butanol	Cole u. Li, J. biol. Chemistry 213, 197 [1955].		100	Nachw. d. Verschiedenartigkeit v. ACTH aus Schaf- bzw. Schweine- hypophyse
Lysozyme	währ. Toluolsulfosäure	sek-Butanol	Craenhals u. Léonis, Bull. Soc. chim. Belgique 64, 58 [1955].	0,9 g	15	
Zu 7.) Steroide, Steroidhormone						
Adrenocort. Steroide	Wasser a. SiO ₂	Petroläther + CH ₂ Cl ₂	Heitmann u. Johnson, Analytic. Chem. 26, 519 [1954].			
Adrenocort. Hormone	Wasser	Petroläther	Pfeiffer, Kuppel, Staudinger u. a., Arch. exper. Path. Pharmakol. 214, 165 [1952].			
Electrocortin	Wasser a. SiO ₂	Petroläther + Benzol	T. Reichstein u. Mitarb., Experientia 9, 333 [1953].		100	
Androgene, Androsterone	80 % Äthanol	CCl ₄	Dirschel u. Schmidmann, priv. Mitteil.			
Östrogene	50 % Methanol	CCl ₄				
Östrogene aus Harn	währ. Methanol	CCl ₄				
	währ. Äthanol	Essigester + Cyclohexan	C. J. Migeon, Clin. Endocrinol. Metabol. 13, 674 [1953].		25	

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Steroid-Gemische	währ. Äthanol	Essigester + Cyclohexan	<i>Engel, Alexander u. Carter,</i> <i>Federation Proc. 12, 200 [1953].</i> <i>Engel, Alexander, Elliot u. Webster,</i> <i>Analytic. Chem. 26, 639 [1954].</i> <i>Engel, Carter u. Fielding,</i> <i>J. biol. Chemistry 213, 99 [1955], siehe</i> <i>auch Cook, Dell u. Wareham, Analyst. 80,</i> <i>215 [1955].</i>			
Steroide aus Harn n. Appl. v. Corticosteron	30% Äthanol	Essigester + Cyclo- hexan (1:1)	<i>L. E. Piotti,</i> <i>Ann. d'Endocrinol. 16, 558 [1955].</i> <i>Schröder, Voigt u. Beckmann,</i> <i>Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 302,</i> <i>63 [1955].</i> <i>s. a. Cook, Dell u. Wareham,</i> <i>Analyst 80, 215 [1955].</i>		100	
Corticosteroide aus Harn	währ. Lösung	Butanol	<i>H. Carstensen,</i> <i>Acta chem. Scand. 9, 1238 [1955].</i> <i>Li, Geschwind, Dixon Wn. Levy,</i> <i>J. biol. Chemistry 213, 171 [1955].</i> <i>Strehler u. Cormier,</i> <i>J. biol. Chemistry 211, 213 [1955].</i> <i>Lombardo, Mann u. a.,</i> <i>J. biol. Chemistry 147, 561 [1943], 203,</i> <i>469 [1952], 212, 345 [1955].</i> <i>W. S. Bauld,</i> <i>Biochemic. J. 59, 294 [1955].</i>			
Steroide			<i>E. Diczfalusy,</i> <i>Acta endocrinol. [Kopenhagen] 10,</i> <i>273 [1952].</i> <i>E. Diczfalusy,</i> <i>Acta endocrinol. [Kopenhagen], 12,</i> <i>1-175 [1953] u. weitere Arb.</i> <i>H. Carlenstein,</i> <i>Acta chem. Scand. 9, 1026 [1955].</i>			
Steroide aus Hundeblut						
α -Corticotropin	0,1—0,2% Trichlor- essigsäure	sek-Butanol			500	
Kidney-cortex-Faktor	90% Methanol	Hexan				
Extr. Steroide aus Blut	Blutdialysat (physiol. NaCl- Lösung)	CH ₂ Cl ₂			3	
Östrogene aus Urin	währ. NaOH auf Kieselgur	Benzol				
	70% Methanol auf Kieselgur	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-Chlor- phenol i. C ₂ HCl ₃	<i>Bernhauer u. Friedrich,</i> <i>diese Ztschr. 66, 779 [1954].</i>		Verteilungsstudien
Vitamin B ₁₂	Faulschamm	Chlorbenzol bzw. Dichlorbenzol	Versuche im LUWESTA-Extraktor		3
Vitamin B ₁₂	Phosphatpuffer	Isopropanol			
	Wasser	o-Kresol + CCl ₄ (2:5)			
Vitamin B ₁₂	Wasser	Benzylalkohol			
Vitamin B ₁₂ , Trenng. v. Cyauro- u. Hydroxy- cobalamin	Wasser	Benzylalkohol			
Hydroxy-cobalamin	Wasser	o-Kresol + CCl ₄ (2:5)			
Tocopherol-Derivate	Vaseline a. Papier	75% Äthanol			
Carotinoide a. Orangen	99% Methanol	Petroläther			
Carotin, Carotinoide	87,5 bzw. 92,5% Diacetonalalkohol	Hexan			
	90 bzw. 98% Methanol	Hexan			
	70 bzw. 92% Methyl- pentadiol	Hexan			
Metamorphose-Hormon d. Insekten	Wasser + Butanol + Cyclohexan (10:4:6)				
	Wasser + Butanol + Essigester (5:4:1)				
	Wasser	Amylacetat			
Sexuallockstoff des Seidenspinners	Nitromethan + Chloroform + Xylo + Cyclo- hexan (8:2:1:9)				
	Nitromethan + Chloroform + Cyclohexan (4:1:5)				
Auxin aus Kohl	1 m-Phosphatp. 6,0	Äther			
Formylfolsäure, Rhizo- terpin	0,02 n-HCl	n-Butanol			
Flavine aus Leber	0,02 n-HCl + 1% NaCl	n-Butanol			
α -Lipoinsäure	50% Essigsäure	Benzol			
Trenng. α - u. β -Lipoinsäure	0,2 m-Phosph. 6,5	Äther			
Progen B (Lipoinsäure-verwandt)	0,5 m-Phosph. 7,2	Chloroform			
Cholin	2 n-HCl (1 Vol)	n-Butanol (30 Vol)			
Cholin-Best. aus Plasma	2 n-HCl (1 Vol)	1—10% Petroläther in n-Butanol (75 Vol)			

Zu 9.) Zucker, Glycoside

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

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Stark polare Glycoside u. Aglycone	Wasser auf Papier	n-Butanol (+ Toluol)	Schenker, Hunger u. Reichstein, Helv. chim. Acta 37, 680 [1954].			
Glycoside, Aglycone	Formamid a. Papier	Chloroform	O. Schindler, Helv. chim. Acta 38, 538 [1955].			
Herzglycoside	Wasser auf Papier währ. Äthanol	Butanol + Toluol (1:1) Chloroform	A. W. Hemmings, Analyst 76, 117 [1951].			
Digitalis-Glycoside (Gitaloxin, Gitoxin, Digitoxin)	Formamid a. Papier	Xylo + Methyläthylketon (1:1)	F. Kaiser, Chem. Ber. 88, 556 [1955].			
Digitonin	Wasser + Äthanol + Glykolomonomethyläther + Chloroform (1:3:1:1)		Ruthenstroth-Bauer u. Breitenfeld, Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. 302, 111, [1955].			
Saponine aus Kastanien Trenng. Lanatoside A, B,C, Gitoxin, Digitoxin, Ace- tyldigitoxin	währ. Lösung Pentanol + Octanol (2:6) auf Papier	Methyläthylketon Wasser + Formamid (4:1)	DP. 916664 v. 4. 11. 1952. Tschesche, Grönne u. Seehofer, Chem. Ber. 86, 1235 [1953].			echte Verteil. an Papier
Polyfructosane (Acetyl-aigilosin, Acetylsitosin)	80 % Methanol	Benzol + Benzin (1:1)	Schlubach u. Müller, Liebigs Ann. Chem. 587, 194 [1952].	4,5%	30	45 g
Di-O-isopropylidensorbose	Wasser	Benzel	Schlubach u. Hauschild, ebenda.			
Zucker aus Dioscorea- Saponinen	Wasser + Methanol + Benzol (20:50:45)	Benzel	T. Kanawa, Pharm. Bull. Japan 2, 308 [1954].	10%		
Glucuronide	Phosphatp. 7,48 + Aceton + Benzol (10:2:10)		R. N. Chakravarti, Bull. Calcutta School Trop. Med. 3, 16 [1955].			
			Titus u. Weiss, J. biol. Chemistry 214, 815 [1955].		12	

Zu 10.) Purin-Abkömmlinge

Nucleotide	Na ₂ HPO ₄ -Lösg. auf Papier	5% Laurylamin in Isoamylalkohol	C. E. Cartier, J. Amer. chem. Soc. 72, 1466 [1950]. Snelmann u. Gelotte, Naturf. [London] 168, 461 [1951].			
Gliotoxin-Hydrierungsprodukte	Wasser	Chloroform	Johnson u. Buchanan, J. Amer. chem. Soc. 75, 2103 [1953].			
Triphosphopyridin-nucleotid	0,01 KCl-Lsg.	Phenol	Pfeiderer u. Schulz, Liebigs Ann. Chem. 580, 237 [1953].			
Trenng. Nucleinsrn. u. Lipopolysaccharide v. Protein	Wasser	Phenol	Westphal, Lüderitz u. Bister, Z. Naturforsch. 7b, 148 [1952].		1—2	
Salamander-Farbstoffe	2% NaCl-Lösung	Butanol	Schöpf u. Mitarb., priv. Mitteil.			
Allantoin	1 m-Phosphp. 6,0	n-Butanol	Buzard, Bishop u. Talbot, J. biol. Chemistry 211, 559 [1955].			
1,3-Methylharnsäure aus Theophyllin Stoffwechselprodukt v. Pentahabital	0,1 n-HCl	Isobutylalkohol	Brodie, Azetrol, Shore u. a., J. biol. Chemistry 208, 741 [1954].			
Purin-Subst. i. Urin	0,25 n-Pyrophosph. pH 9,4	n-Butanol	Titus u. Weiss, J. biol. Chemistry 214, 815 [1955].			
Coffein	0,5 m-Boratp. 8,2 50% Methanol währ. Lösg. pH 7,0	n-Butanol + CHCl ₃ Äther + CHCl ₃ Chloroform	Titus u. Weiss, J. biol. Chemistry 214, 815 [1955]. Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		3	

Zu 11.) Alkaloide

Trenng. v. Nicotin, Nor-nicotin u. Anabasin Nicotin	Anilin-Phosphp. 7,0 a. Papier währ. Extrakt	Butanol + Isopropanol Trichloräthylen	E. Wegner, Naturwissenschaften 40, 580 [1953]. Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		3	
Opium Veratrumalkaloide	währ. Extrakt Pufferlös. 6,8	Benzol + Butanol Benzol	Panneau-Colute u. Burley, Analytic. Chem. 24, 1918 [1952].		48	
Veratrumalkaloide	verd. Essigsäure	Chloroform	Nash u. Brooker, J. Amer. chem. Soc. 75, 1942 [1953].		34	
Trenng. Protoveratrine	1 m-Aacetatp. 2,35 0,5 m-Aacetatp. 5,0 0,5 m-Aacetatp. 3,9	Chloroform Essigester Äthylenglyklorid	Klohs, Keller, Koster u. a., J. Amer. chem. Soc. 74, 1874 [1952].	1%	24	
Veratrumalkaloide	2 m-Aacetatp. 5,5 0,5 m-Aacetatp. 5,0	Benzol Benzol + Cyclohexan (1:3) CCl ₄	V. Prelog u. Mitarb., priv. Mitteil.			
Oxydationsprodukt aus Cevadin (Veratr.) Neogermitin (Veratr.)	85% Methanol	Benzol	Fried, Numerof u. Coy, J. Amer. chem. Soc. 74, 3041 [1952].	5 g	24	
Veratrumalkaloide	2 m-Aacetatp. 5,5	Chloroform	Stoll u. Seebeck, Helv. chim. Acta 36, 1571 [1953].	1%	11	
Desacetyl-neoprotoveratrin Veratrumalkaloide	0,5 n-HCl	Benzol	Klohs, Drauer u. Keller, J. Amer. chem. Soc. 75, 3595 [1953].		24	30 g
Deserpidin	2 m-Aacetatp. 5,5—6,9	Chloroform	Myers, Morozowich, Glen u. a., J. Amer. chem. Soc. 77, 3350 [1955].	1%	24	50 g!
Germbudin	2 m-Aacetatp. 5,5	Benzol	McPhillany, Huebner, Schiltner u. a., J. Amer. chem. Soc. 77, 4339 [1955].	2,5%	72	24 g
Garrayaalkaloide	Citrat-Phosphatp. 4,65	Chloroform	Meyers, Glen u. a., J. Amer. chem. Soc. 74, 3196 [1952]. Nature [London] 170, 932 [1952].	> 9 g		
Mutterkornalkaloide	4% Benzoësäure in Formamid auf Papier	CCl ₄ + CHCl ₃ + Benzol (7:2:1)	H. Wiesner u. Mitarb., Canad. J. Chem. 30, 608 [1952]. Chem. Ber. 86, 800 [1953].			
Mutterkornalkaloide	2% Weinsäure währ. Extrakt	Trichloräthylen Methylenchlorid	Pöhl u. Fuchs, Naturwissenschaften 41, 63 [1954].		3	
Rauwolfiaalkaloide	50% Methanol	Chloroform	Versuche im LUWESTA-Extraktor priv. Mitteil.			
Rauwolfiaalkaloide	15% Essigsäure	n-Butanol	Dörmann, Schweizer u. a., Helv. chim. Acta 37, 67 [1954], siehe auch Banerjee u. Hauser, Bull. Calcutta School Trop. Med. 3, 111 [1955].	5%	6	200 g
Ryanodin	Wasser	Essigester	Hochstein, Murai u. Boegmann, J. Amer. chem. Soc. 77, 3553 [1955].		49	
			Kelly, Whittingham u. Wiesner, Canad. J. Chem. 29, 905 [1951].		10	
					15	

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel, % -Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Pyridinalkaloide (14 Tabakalkaloide- Verwandte)	0,05 m-Phosphatp. 6,0-8,0	tert. Amylalkohol	Badgett, Eisner u. Walens, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 74, 4096 [1952].		
Zydamusalkaloide	Phosphatp. 7,1	Benzol	Kupchan u. Delivala, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 75, 1025 [1953].	1 %	8
Wilforgan, Wilfortrin	2 % HCl 1,8 % HCl	Benzol + Hexan Benzol	M. Beroza, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 74, 1585 [1952]. Analytic. Chem. 23, 1055 [1951].		
Nebenalkaloide aus lobelia inflata	0,1 n-HCl mit NaCl-Zusätzen	n-Butanol + Äther	Schöpf u. Kauffmann, priv. Mitteil.	16 %	50
Codein, Atropin, Seco- scopolamin, Athylmorphin, Cocain, Pilocarpin	Pufferlös. 6,9-7,3	Chloroform	G. Borgwardt, priv. Mitteil.	120 g	40
Isolerg. Scopolamin aus Extr. Hyoscyamin	Pufferlös. 5,8	Chloroform			40
Strychnin, Brucin, Ver- atrin, Chinin	Pufferlös. 4,5-4,7	Chloroform	G. Borgwardt, priv. Mitteil.	120	40 bzw. 120
Codein, Papaverin, The- bain, Narcotin, Äthyl- morphin, Chinin, Chinidin, Cinchonin	Pufferls. 5,5	Chloroform			
Papaverin, Narkotin Chinin, Cinchonin	1 m-Citronensre.	Chloroform	Böhme u. Reche, priv. Mitteil.		120
Agroclavin	0,1 m Phosph.-P. 3,2	Chloroform	T. Karizawa, <i>Pharm. Bull. Japan</i> 2, 312, 316 [1954].		
	0,1 m Phosph.-P. 4,5-5,8	Butylacetat			
Zu 12.) Pyridine, Chinoline					
Methylpyridin, Methyl- chinolin	Pufferls. 4,0	Chloroform	C. Golumbic, <i>Analytic. Chem.</i> 24, 1849 [1952].		35
Indole aus hydrierten Kohléolen	Pufferls. 3,4	Cyclohexan	Golumbic, Woolfolk u. a., <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 72, 1939 [1950].		54
Alkylpyridine	Phosph.-P. 10,2-12,6	Cyclohexan	Phillips Petroleum Co., AP. 2716120 v. 23. 8. 1955.		
S. a. Alkaloiide	währ. Lsg. pH 2-7	Kohlenwasserst.		zahlr. Verteil.-Koeffiz.	
Zu 13.) Porphyrine, Chlorophylle					
Chlorophyll a u. b	90% Äthanol	Hexan	Lancaster, Lancaster u. Dutton, <i>J. Amer. Oil Chemist's Soc.</i> 27, 386 [1950].	24	analyt., Verteilungskoeff.
Chlorophyll a, b, Xanthophyll	Wasser + Methanol + (7:20:80:90)	Aceton + Pentan	Schenck, v. Metzsch u. Schrempp, unveröffentl.	1 %	300
Chlorophyll	währ. Methanol	Benzin	Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.	2 g	3
Porphyrine	0,2 n HCl + 0,2 n KCl	Äther	J. O. de la Gandara u. J. T. Torres, <i>Recueil Trav. chim. Pays-Bas</i> 74, 637 [1955].		8
Porphyrine	0,12 n HCl	Äther	K. G. Paul, <i>Scand. J. clin. Lab. Invest.</i> 5, 212 [1953].		
Zu 14.) Carbonsäuren					
Organ. Säuren	0,5 n-H ₂ SO ₄ + 90% Methanol (1:1)	Skellysolve B	Bhargava u. Heidelberger, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 77, 166 [1955].		
Carbonsäuren C ₁₀	währ. Lösung	organ. Lösungsm.	E. Telkes, Franz. Pat. 1095585 v. 11. 12. 1953.		
Lävulinsäure	saure währ. Lösg.	Methyliisobutylketon	Quaker Oats Co., Franz. Pat. 1105538 v. 26. 5. 1954.		
C ₁ -C ₁₀ -Carbonsäuren.	Glycerin-HCl-Puffer	od. Furfurol	G. B. Corcoran, <i>Analytic. Chem.</i> 28, 168 [1956].		
C ₁₁ -C ₁₄ -Dicarbonsäuren.		Butanol + Chloroform	US Seer. of Agriculture, AP. 2710880 v. 14. 6. 1955.		
Gärungsmilchsäure 20 %	Ammonsulfatlsg.	Isopropylalk. sec. od. tert. Butanol od. Methyli- äthylketon	V. Zabinowski, <i>Analytic. Chem.</i> 27, 764 [1955].		
Mono- u. Dicarbonsäuren	90% Methylcello- solv e. Silicagel	Skellysolve B + n-Butyläther (1:0 od. 0:1 od. 1:1)	A. Holasek, diese Ztschr. 66, 330 [1954].		
Fettsäuren	0,5% KAl(SO ₄) ₂ auf Papier	CCl ₄ + Methanol + konz. Ammoniak (81:18:1)	Vogt u. Geankoplis, Ind. Engng. Chem. 45, 2119 [1953].		
Ameisen-, Essig- u. Propionsäure	Wasser	Methyliisobutylketon	Garner, Ellis u. Roy, Chem. Engng. Sci. 2, 14 [1953].		
Extr. Essigsäure aus Wasser	Wasser	Benzol	BIOS-FIAT-Berichte.		
Extr. Essigsäure aus Wasser	Wasser	Essigester + Benzol (7:3)	K. F. Gordon, Ind. Engng. Chem. 45, 1813 [1953].		
niedere Fettsäuren	Wasser	Amylalkohol	Hausmann u. Craig, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 76, 4892 [1954].	1,1 g	300
	Wasser	2-Methyl-1-propanol	Klenk u. Lindlar, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 299, 74 [1955].		unter N ₂
Fettsäuren aus Polymyxin	20% Pyridin	n-Heptan			
Präp. Trenn. v. ungesätt. C ₂₂ -Fettsäuren aus Gehirnphosphatiden	Methanol + Eisessig + Acetonitril (1:1:1)	n-Heptan			
Präp. Trenn. ungesätt. C ₂₀ -Fettsäuren	Eisessig + Acetonitril + Methanol (1:1:1)	n-Heptan	Klenk u. Lindlar, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 301, 156 [1955].	6 %	350
Hydroxamfettsäuren	90% Methanol + 2% Eisessig auf Papier	techn. Hexan	J. B. Dateneport, Chem. a. Ind. 1955, 705.	3 g	unter N ₂
3-Methylpentan-tetra- carbonsäure	Wasser	Essigester	Jeger, Mirza, Prelog, Vogel u. Woodward, Helv. chim. Acta 37, 2295 [1954].		20
Mandelsäure	währ. Lösung	Benzylalkohol + Benzol	Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		3
Lipoinsäure siehe biologische Faktoren					
Actithiatic acid siehe Antibiotica					
Salicylsäure, 3,5-Di- nitrobenzoësäure u. Zimtsäure	Wasser	Chloroform bzw. Methyliisobutylketon	B. Hök, <i>Svensk. Kem. Tidskr.</i> 65, 182 [1953].		
ungesätt. Fettsäuren	Polyäthylenpulver	10-50% Aceton	Green, Howitt u. Preslon, Chem. a. Ind. 1955, 531.		bei 35 °C

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Zu 15.) Aldehyde, Ketone					
Aldehyde aus Lignin	Wasser	versch. org. Lösungs- mittel Äthylchlorid	<i>Bland, Hillis u. Williams,</i> <i>Australian Sci. Res. Sec. A</i> 5, 346 [1952]. Versuche im LUWESTA-Extraktor, priv. Mitteil.		
Vanillin	währ. Lösg.		<i>Conway u. Philip,</i> <i>Ind. Engng. Chem.</i> 45, 1082 [1953].	3	
Furfurol	Wasser	Isobutylketon	<i>Rigamonti u. Spaccamela,</i> <i>Chimica e Ind.</i> 37, 1039 [1955].		
Furfurol	währ. Lösung	Caprylsäure (-methylester)	<i>Monsanto Chemical Co. C. C. Bryan,</i> AP. 2721221 v. 18. 10. 1955.		
Na-Vanilliat (4-Oxy-3-methoxy- benzaldehyd-Na)	konz. Sulfitablaue	78% Isopropanol			
Coniferylaldehyd siehe Phenole					
Acetylacetone	Wasser	Methylisobutylketon bzw. Chloroform	<i>J. Rydberg,</i> <i>Svensk. Kem. Tidskr.</i> 65, 37 [1953].		
Zu 16.) Fette, Lipide					
Aceton-unlös. Lipide d. Schellfischs	85% Äthanol	Petroläther (Kp 50 °C)	<i>Olley u. Lovorn,</i> <i>Biochemic. J.</i> 54, 559 [1953].	50	
Fisch-Lipide	85% Äthanol	Petroläther (Kp 50 °C)	<i>Lovorn, u. Olley,</i> <i>Biochemic. J.</i> 55, 686 [1953].	10%	20
Placenta-Lipide	90% Methanol	CH ₂ Cl ₂ , CHCl ₃ , CCl ₄	<i>Cole, Lathe u. Ruthven,</i> <i>Biochemic. J.</i> 55, 17 [1953].		
Gehirn-Lipide	80-90% Methanol	CCl ₄ od. CHCl ₃ + CH ₂ Cl ₂ od. CCl ₄ + Petroläther (1:1)	<i>Cole, Lathe u. Ruthven,</i> <i>Biochemic. J.</i> 54, 449 [1953].	10%	50
Trenng. Lecithin u. Lysolecithin	99% Methanol + Petroläther (Kp 65 °C) (1:2)		<i>Klenk u. Debusch,</i> <i>Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem.</i> 299, 66 [1955].	10%	244
techn. Glycerinmonooleat	85% Methanol	Hexan	<i>Cookson u. Laney,</i> <i>Chem. & Ind.</i> 1954, 450, s. a. <i>L. G. Green,</i> <i>Chem. Age</i> 50, 519 [1944].	5%	24
Monoglyceride	85% Methanol	Skellysolve B	<i>Perry u. Brokaw,</i> <i>J. Amer. Oil Chemist's Soc.</i> 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)	<i>Blankenhorn u. Ahrens,</i> <i>J. biol. Chemistry</i> 212, 69 [1955].	190 bis	
Glyceride aus Leinsamenöl	0,2n-NaOH + 95% Äthanol + Äther + Heptan (1:1:1:1)			215	zahlreiche Verteilungs- koeffizienten
Abtrenng. Peroxyde v. Methylinoleat	97,5% Eisessig 80% Äthanol	Heptan Pentan + Hexan (1:1)	<i>Dutton u. Cannon,</i> <i>J. Amer. Oil Chemist's Soc.</i> 33, 46 [1956].	20%	24
Methylester höh. Fettsäuren	Nitromethan + Nitroäthan (1:4)	Pentan + Hexan (1:1)	<i>Zilch, Dutton u. Cowan,</i> <i>J. Amer. Oil Chemists Soc.</i> 29, 244 [1952].	2000 g!	Starker Einfluß v. Neben- prod. auf Verteil.-Koeff.
Zu 17.) Phenole					
versch. Phenole	Wasser auf SiO ₂	Isooctan	<i>Sweeney u. Bultmann,</i> <i>Analytic. Chem.</i> 25, 1358 [1953].	70	
Phenole aus Abwasser	saure währ. 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	währ. Lösung	Methylisopropylketon od. Isopropyläthylketon od. Methylisobutylketon od. Pinakolin	<i>Metallgesellschaft,</i> <i>Herbert, Grob u. Eisenlohr,</i> DP-Anm. v. 18. 5. 1953 siehe a. FP. 1044441.	5-12	
Phenole, Kresole, Xylole m- u. p-Kresol	Polyhexamethylen- adipinsäureamid 0,25 m-Phosph. 10,8	Cyclohexan	<i>Corelli, Liquori, Mela u. Ripamonti,</i> <i>Chimica e Ind.</i> 37, 960 [1955].		
Kresole, Trenng. d. Iso- meren üb. Ag- u. Cinco- Komplexe	Wasser	Cyclohexan	<i>Compere u. Ryland,</i> <i>Ind. Engng. Chem.</i> 45, 1682 [1953].	90 proz. Treng.	
Pikrinsäure, Resorcin	Wasser	Methylisobutylketon	<i>Golumbia u. Weller,</i> <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 74, 3739 [1952].		
Umwandlungsprodukt von 2,4-Dichlorphenoxy- essigsäure lös. (Maple-)Lignin	1 m-Phosphat p. 5,1	Äther	<i>Pearson u. Levine,</i> <i>J. Org. Chemistry</i> 17, 1351 [1952].		
Trenng. v. Catechin u. Dihydroquercetin	0,5 m-Na ₂ PO ₄	Butanol	<i>R. W. Holley,</i> <i>Arch. Biochem. Biophys.</i> 35, 171 [1952].		
Trenng. v. Dihydrocon- ferylkohol, Pinoresinol, Guajacylglycerin-β- coniferyläther u. Coniferylaldehyd	60% Methanol	Methylenchlorid	<i>Granath u. Schuerch,</i> <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 75, 707 [1953].	1%	
	70% Methanol	Methylenchlorid	<i>K. Freudenberg,</i> priv. Mitteil.		
			<i>Freudenberg u. Schlüter,</i> <i>Chem. Ber.</i> 88, 617 [1955].	20%	270
Zu 18.) Chinone, Naphthodianthrone, Anthrachinon-Derivate					
Aloin (Anthranolderiv. aus Kap-Aloe)	währ. Ascorbinsäure	Essigester	<i>Böhme u. Bertram,</i> <i>Arch. Pharmazie</i> , im Druck.	200	unter N ₂
Aloinemodin-9-anthon	70% Essigsäure	Benzol	<i>Böhme u. Bertram,</i> priv. Mitteil.	40	unter N ₂
Zu 19.) Kohlenwasserstoffe					
Hochemolekulare Erdöl- fraktionen	Acetonitril	Hexan	<i>Lüher u. Jesse,</i> priv. Mitteil.	8 g	100 Auftr. ein. destillativ u. chromat- ographisch reinen Fraktion in 2 Komponenten
S-halt. Bestandteile aus Rohbenzin	15% Na-Silikat 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. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. prr-Werte		Literatur	Anfangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Triphenylmethan-Styrol-Verbindung 2-Methylnaphthalin	Nitromethan 97 % Methanol	n-Octan Petroläther	Wittig u. Schröder, Liebigs Ann. Chem. 592, 49 [1955]. T. Kanazawa, Pharm. Bull. Japan 2, 312 [1954]. D. A. Skinner, Ind. Engng. Chem. 47, 222 [1955].	0,5 g 10 5	10 20	
Trennung. Aromaten v. Paraffinen sowie ein. Aromaten untereinander	β,β'-Thiodipropionitril β,β'-Oxydipropionitril Diäthylenglykol	Heptau Heptan	Pittsburgh Consolidation Coal Co. M. B. Newworth, DP.-Anm. v. 26. 7. 1952 = FP. 1068677; = AP. 2633448.			tern. Diagramme
Trennung aromat. v. gesätt. Kohlenwasserst.	75—96 % Methanol	Benzin (Kp 60—100 °C)	Ruhrchemie — Lurgi, FP. 1092349 v. 19. 9. 1953. Shell Development Co., AP. 2687439 v. 14. 8. 1954. Edeleanu GmbH., DP. 928421 v. 12. 5. 1942. Food Machinery Comp. AP. 2715649 v. 16. 8. 1955.			
Trennung sauerstoffhaltiger Verb. v. Kohlenwasserst. Abtrennung polarer Verbindungen Schmieröle	50—55 % Methanol 30—80 % Kalium-n-butansulfonat + NaCl 95 % Phenol	Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Propan	Ullmanns Enzyklopädie d. chem. Technik, Bd. 6, 3. Aufl. München 1955, S. 690—711.			
Montanwachs	Di-n-octylphosphat in währ. Äthylenglycol PH 7	Kohlenwasserst.	Miller u. Salomon, Petroleum Refiner 34, 155 [1955]. Atlantic Refining Co., AP. 2713034 v. 12. 7. 1955. AP. 2713035 v. 12. 7. 1955. Texas Co., AP. 2689820 v. 21. 9. 1954.			
Übersicht über alle Verteilungsverfahren der Entschwefelung, Entparaffinierung, Entaromatisierung			Shell Refining Co., Ltd. EP. 686904.			
Mercaptane aus Mineralöl Barium-Petroleumsulfonate	3,5 % Na-Ferrocyanid in 12 % NaOH 80 % Isopropanol	Mineralöl Erdöl	C. Cesare, Olii minerali, Grassi Saponi, Colori Vermici 27, 97 [1950].			
Mercaptane aus Kohlenwasserst.	99 % Methyläthylketon Diäthylenglykol-monomethyläther + währ. NaOH	Erdöl Kohlenwasserst.				
Sauerstoffhaltige Kohlenwasserst.	währ. Lösungen v. hydrotrophen Salzen Na-Salze v. C ₃ —C ₈ Carbonsäuren od. Alkylsulfonsäuren Methyläthylketon + Toluol Äthylendichlorid + Benzol (3:1) Furfurol Nitrobenzol + H ₂ SO ₄ Dichloräthyläther währ. Äthylenglykol PH 7	Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst. Kohlenwasserst.	N. V. de Bataafsche Petroleum Mij. EP. 734132 v. 28. 11. 1952.			
Trennung v. Wachsen u. Kohlenwasserst.			Heike, Blum u. Burch, Fortschrittsber. Farbenfabr. Bayer, 7. 1. 1956, S. 159.			
Kohlenteer Kreosote	β,β'-Oxydipropionitril	n-Hexan	Chem. Engng. News 33, 5230 [1955].			
Trennung v. Petroleumfraktionen	Dimethylsulfoxid	Kohlenwasserst.	Standard Oil Co., AP. 2722560 v. 1. 11. 1955.			
Trennung. Mesitylen v. Toluol u. Xylool	Bortrifluorid	Hexan	Standard Oil Co., AP. 2723218 v. 8. 11. 1955.			
Reinigung v. höher-siedenden Petroleumfrak.	HIF + TiF ₄	Kohlenwasserst.	Standard Oil Development, FP. 1073685 v. 3. 2. 1953.			
Mineralöle	Phenol od. Kresol od. Nitrobenzol od. Furfurol od. Anilin od. Äther	Kohlenwasserst.				

Zu 20.) Nitro-Verbindungen

Isomere Bromnitrobenzole	90 % Methanol	Petroläther (Kp 40—60 °C)	Th. J. de Boer, priv. Mitteil.	10 %	200	
Trennung. v. o- und p-Nitrochlorbenzol	85 % Methanol	Petroläther (Kp 40—60 °C)	F. A. v. Metzsch, Dissertat. Göttingen 1955.	20 %	500	
Nitrobenzoësäure siehe Carbonsäuren				200 g		
Dinitrophenylhydrazone siehe Verschiedenes						
Tetramethylammonium-pikrat	Wasser	Nitrobenzol	Gross u. Friemann, Mh. Chem. 86, 712 [1955].			
Dinitroresorcine (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 (80:15:5)	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 4x, 39 [1954].			
Humulone, Cocomulone, Isohumulone (Bitterstoffe aus Bier)	Acetanhydrid auf Papier	Petroläther	Moynihan u. O'Colla, Chem. a. Ind. 1953, 407.			
Azofarbstoffe mit niedr. Molgew.	0,5 m-Phosph. 8,0	Isooctan	Rigby u. Bethune, J. Amer. chem. Soc. 74, 6118 [1952].	100		
Trennung Polyurethane PZ 5 u. PZ 14	Phosphat- bzw. Citratp. 4,9—8,5	Isooctan	siehe auch M. Verzele, Bull. Soc. Chim. Belge 64, 70 [1955].			
Cocomulone	0,5 m-Phosph. 8,0	Isooctan	Howard u. Tatchell, Chem. a. Ind. 1953, 436.	200		
α-Naphthylurethan des 2,4-Hexadienols	55 % Methanol	Chloroform	F. A. v. Metzsch, unveröffentl.	0,2 %	46	
	Wasser + Äthanol + Chloroform (1:1:1)		Kern u. Thoma, priv. Mitteil. s. a. Makromolekulare Chem. 76, 89 [1955].	100	163	
3-Nitrophthalsäureester d. 2,4-Hexadienols	90 % Ameisensäure + Chlorbenzol + Toluol + Kresol (40:45:5:11)		Butenandt, Hecker u. Zachau, Chem. Ber. 88, 1185 [1955].		100	30 g
	Nitromethan + Formamid + Methylbutyläther + n-Heptan (4:4:6:3)		Butenandt, Hecker u. Zachau, Chem. Ber. 88, 1185 [1955].	5 %	48	
	Nitromethan + Diäthyläther (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	

(Fortsetzung von Tabelle 1)

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel. %-Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte	Literatur	Anfangskonz. im Vol. Oper- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
C ₅ —C ₁₀ -Alkohole	90 % Methanol auf Silicagel 0,007 n-NH ₃ auf Silicagel Holzkohle	Isooctan 1 % Butanol in CHCl ₃ Aceton	R. E. Henze, <i>Analytic. Chem.</i> 27, 1349 [1955].		
Celluloseacetat	Wasser	Methylenchlorid	H. A. Swenson, <i>Acta chem. Scand.</i> 9, 572 [1955].	in App. f. d. Craig-Verteilg.	
Octamethyl-pyrophos- phoramid („Schradan“)- N-Oxyd (Anticholin- esterase)	währ. Methanol	Chloroform	Casida, Allen u. Strahmann, <i>J. biol. Chemistry</i> 210, 611 [1954].	40	
Abtreng. von Verunreini- gung d. Terephthalsäure	60 % Essigsäure	Petroläther (Kp 40 °C)	Kaiser u. Bergmann, priv. Mitteil.	25	
Ascaridol	2 n HCl auf Cellulose	n-Butanol + Petroläther	Schenck u. Kinkel, priv. Mitteil.	100	
2,4-Dinitrophenyl- hydrazone von Keto- säuren	währ. Lösg.		Ghosh, Sen u. Nandi, <i>Sci. and Culture</i> 21, 169 [1955].		
Trenn. Ameisensre. u. Schwefelsäure	Phosphatpuffer pH 7,25 + Methanol (76:24)	50 org. Lösungsmittel (Methylisobutylketon am besten)	Whitehead u. Geankoplis, <i>Ind. Engng. Chem.</i> 47, 2114 [1955].		
Hopfeninhaltsstoffe	waBr. Nitrillsg.	2,2,4-Trimethylpentan	Rigby u. Bethune, <i>J. Amer. chem. Soc.</i> 77, 2828 [1955].	2,5 %	350
Reinigg. v. Roh-Acrylnitril		Äthylbenzol od. Xylol	Eastman Kodak, AP. 2719169 v. 30. 6. 1951.		
Verteilungsverfahren i. d. Parfümerieindustrie			A. H. Ruys, <i>Essenze Deriv. Agrumari</i> 24, 135 [1954]. C. 1955, 10154.		
Reinigung v. Caprolactam	währ. Lösung	Ligroin od. Benzin od. Petroleum od. Kogasin	Farbenfabr. Bayer, DP. Anm. v. 16. 9. 1952.		
Orcin-Farbstoffe Prüf. a. Einheitlk.	n-Butanol + Phosphat- puffer pH 11,5—12,8	Chloroform + Formamid + Pyridin (10:10:2)	Musso u. Beeken, priv. Mitteilung.	100	

Zu 22—26.) Anorganische Chemie

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

Substanz	Lösungsmittelphasen, links das stärker polare Lsgsmittel, % -Angaben betr. währ. Lsgg. Bei Puffer-Lsgg. pH-Werte		Literatur	Aufgangskonz. im Vol. Ober- phase + Unterphase	Stufen- zahl	Bemerkungen
Trenng. Zr v. Th	währ. Lösung pH 2,0–2,7	Amylacetat	S. K. Datta, Z. analyt. Chem. 148, 234 [1955].			
Trennung Zr/Hf	2,5 n-HNO ₃	Mono-, Di- od. Tributyl- phosphat	Commissariat à l'Energie Atomique, Belg. Pat. 536 425 v. 11.3. 1955.			
	2,5 n-HNO ₃	Tetrachlorkohlenstoff				
	währ. Essig-, Oxal- od. Flüssäure	Butylphosphat				
Abtr. v. Co	Puffer pH 1,04–5,4 + 15% KSCN	Essigester + Isoamyl- alkohol (1:6)	S. Ikeda, Japan Analyst, 2, 218 [1953].			
Trenng. Co ^{II} /Co ^{III}	NH ₄ CNS-Lösung	Äther	Y. Wormser, Bull. soc. chim. France 1953, 531.			
Trenng. Cu/Al	währ. Oxinlösung	Benzol, Toluol od. Xylool, + Chloroform	E. Sudo, Science Repts. Research Insts. Tohoku Univ. Ser. A 4, 268 [1952].			
FeCl ₃	währ. HCl	Äther + Amylalkohol (5:1) od. Äther + Butylacetat (4:1)	S. Yamamoto, J. chem. Soc. Japan, Chem. Sect. 74, 292, [1953].			
Phosphorsäure als Molybdatkomplex	ca. 1 n-HCl	Essigester	Fischer, Paul u. Abendroth, Analyt. Chim. Acta			
Heteropolyäsuren des Molybdäns	Wasser	versch. org. Lsgsmittel	Wadelin u. Mellon, Analytic. Chem. 25, 1668 [1953].			
Metallacetylacetone	währ. Lsg.	versch. org. Lsgsmittel	J. Rydberg, u. andere Veröff. des Autors			

lösungsmittelparend 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 zuverlässigen Einblick in die mitunter schwer übersehbaren Verhältnisse. Für die exakte Vorausberechnung einer van-Dyck-Verteilung in einer Scheibel-

Kolonne 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.

Ingegangen am 3. Oktober 1955 [A 689]

¹⁸) L. Alders: Liquid-liquid-Extraction. Elsevier-Verlag 1955.
¹⁹) Dechema-Erfahrungsaustausch, Mappe Flüssig-Flüssig-Extraktion [1954].

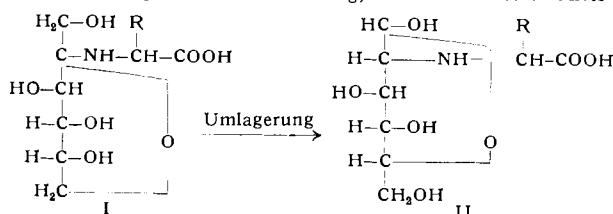
Zuschriften

Umsetzung von Fructose mit Aminosäuren zu Glucosaminosäuren

Von Prof. Dr. K. HEYNNS, 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-deoxy-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].