

Dünnschichtchromatographische Trennung quaternärer Ammoniumverbindungen auf Celluloseschichten

Im folgenden soll kurz über die dünnschichtchromatographische Trennung von aliphatischen, quaternären Ammoniumverbindungen berichtet werden, da diese Methode gegenüber der papierchromatographischen Auf trennung dieser Verbindungen einige Vorteile aufweist, von denen vor allem die wesentlich kürzeren Laufzeiten und die grösse re Nachweisempfindlichkeit hervorgehoben seien. Die Tatsache, dass auf den Dünnschichtchromatogrammen noch 0,5–1,0 µg einer quaternären Ammoniumverbindung einwandfrei nachweisbar sind, ist vor allem für Untersuchungen über das Vorkommen und den Stoffwechsel solcher Verbindungen in Pflanzen^{1–3} von nicht zu unterschätzender Bedeutung.

Als Sorptionsmittel wurde das von der Firma Macherey, Nagel & Co., Düren, hergestellte normale Cellulosepulver, Sorte MN 300 ohne Gipszusatz, verwendet, das völlig glatte, in den verwendeten Flüssmitteln ausgezeichnet

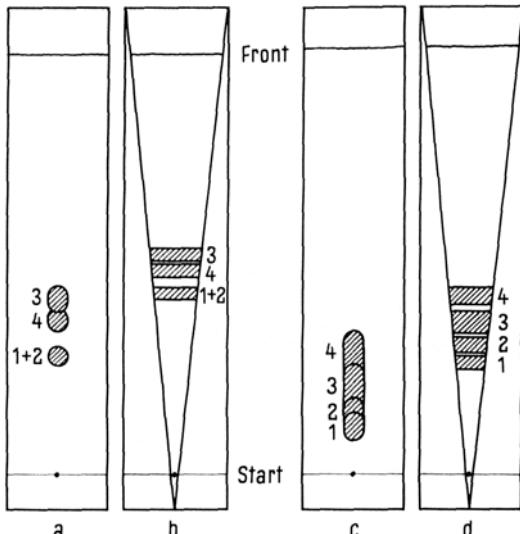
auf den Glasplatten haftende Schichten ergibt. Der Nachweis der quaternären Ammoniumverbindungen auf den Celluloseschichten wurde mit dem modifizierten Dragendorff-Reagens nach THIES und REUTHER⁴ durchgeführt. Dabei zeigen sich nach dem Besprühen deutliche Farbunterschiede zwischen den einzelnen Verbindungen (Tabelle). Von den verwendeten Flüssmitteln erwiesen sich das Gemisch *n*-Butanol-Eisessig-Wasser 4:1:5 und die Mischung Chloroform-Methanol-Wasser 75:22:3 als besonders geeignet. In Butanol-Eisessig-Wasser wandern aliphatische, quaternäre Ammoniumverbindungen in Form von gut abgegrenzten, runden Flecken, doch findet zwischen Cholinchlorid und Tetramethylammoniumchlorid keine Auftrennung statt (Figur, a). In Chloroform-Methanol-Wasser schieben sich die einzelnen Substanzen ineinander, lassen sich aber durch ihre unterschiedliche Anfärbung nach dem Besprühen mit dem Dragendorff-Reagens einwandfrei unterscheiden (Figur, c).

Eine wesentliche Verbesserung des Trenneffektes wurde durch Anwendung der Keilstreifentechnik erzielt⁵. Bei dieser Methode werden mit einer Metallspatel etwa 1 mm breite, V-förmige Abgrenzungslinien in die Celluloseschichten geritzt und das zu trennende Gemisch im schmalen Teil des so entstandenen Keiles punktförmig aufgetragen. Mit Hilfe dieser Technik gelingt in Chloroform-Methanol-Wasser die Auftrennung des Substanzgemisches in Form von scharf voneinander getrennten, schmalen Streifen (Figur, d). In Butanol-Eisessig-Wasser ist aber auch auf diese Art und Weise keine Trennung zwischen Cholinchlorid und Tetramethylammoniumchlorid zu erreichen (Figur, b).

Summary. Aliphatic, quaternary ammonium compounds can be separated by thin layer chromatography on cellulose layers. Application of the wedged-tip technique and use of the solvent system chloroform-methanol-water 75:22:3 gave the best results.

H. BAYZER

Biologische Forschungsabteilung der Österreichischen Stickstoffwerke AG., Linz/Donau (Österreich),
28. Oktober 1963.



Dünnschichtchromatographische Trennung quaternärer Ammoniumverbindungen auf Celluloseschichten in *n*-Butanol-Eisessig-Wasser 4:1:5 (a und b) und in Chloroform-Methanol-Wasser 75:22:3 (c und d). 1 Cholinchlorid, 2 Tetramethylammoniumchlorid, 3 Chlorocholinchlorid, 4 Acetylcholinchlorid.

¹ H. H. MAYR und E. PRESOLY, Planta 57, 478 (1961).

² H. H. MAYR und R. G. PAXTON, Exper. 18, 440 (1962).

³ R. G. PAXTON und H. H. MAYR, Planta 59, 165 (1962).

⁴ H. THIES und F. W. REUTHER, Naturwiss. 41, 230 (1954).

⁵ E. STAHL, Parfümerie und Kosmetik 39, 564 (1958).

| | R _{St} -Werte* auf Keilstreifen | | |
|---|--|---|------------------------------------|
| | Farbreaktion mit Dragendorff-Reagens | <i>n</i> -Butanol-Eisessig-Wasser 4:1:5 | Chloroform-Methanol-Wasser 75:22:3 |
| Tetramethylammoniumchlorid | braunrot | 1,00 | 1,17 |
| Cholinchlorid, (2-Hydroxyäthyl)-trimethylammoniumchlorid | violett | 1,00 | 1,00 |
| Chlorocholinchlorid, (2-Chloräthyl)-trimethylammoniumchlorid | karminrot | 1,25 | 1,33 |
| Acetylcholinchlorid, (2-Acetoxyäthyl)-trimethylammoniumchlorid | orangerot | 1,17 | 1,54 |

* Anstelle von Rf-Werten werden die besser reproduzierbaren R_{St}-Werte, mit Cholinchlorid als Bezugssubstanz, angegeben:

$$R_{St} = \frac{\text{Entfernung des Analysensubstanzfleckes vom Start}}{\text{Entfernung des Cholinchloridfleckes vom Start}}$$