

Dünnschicht-chromatographische Trennung und Identifizierung einiger Diuretica (6-Chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid, 2-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-5-sulfonamid und 3-Cyclopentylmethyl-6-chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid) an unterschiedlichen Sorptionsschichten

Thin-Layer Chromatographic Separation and Identification of Some Diuretica on Different Sorption Layers

Trenn. von Diuretica; Chromatographie, Dünnschicht; unterschiedliche Schichten

H. Thielemann und M. Pöpke

Eingegangen am 27. November 1972

Diuretica gehören verschiedenen Stoffklassen an und besitzen unterschiedliche Angriffspunkte.

Acetazolamid [= Nephramid = 2-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-5-sulfonamid) zählt zu den Carboanhydrasehemmern mit größter Wirkung.

Hydrochlorothiazid (= Disalunil = 6-Chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid) und Cyclopentiazid (= Benesal = 3-Cyclopentylmethyl-6-chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid) gehören zu den Saluretica.

Eine dünnschicht-chromatographische Trennung und Identifizierung der drei genannten Verbindungen kann von pharmazeutischem und toxikologischem Interesse sein.

Experimenteller Teil

Die dünnschicht-chromatographisch zu trennenden und zu identifizierenden Diuretica werden im folgenden unter der Kurzbezeichnung Substanz I, II und III aufgeführt. (I = Acetazolamid; II = Hydrochlorothiazid; III = Cyclopentiazid).

Verwendet man *Fertigfolien UV 254* der Fa. Sklárny Kavalier (CSSR) (Zusammensetzung der Folien: Sorptions-

mittel: Kieselgel für Chromatographie mit einem Lumineszenzindicator; Unterlage: Verfestigte Aluminiumfolie; Bindemittel: Stärke) und ein Laufmittelsystem, das für alle Sorptionsschichten gleichermaßen diente, bestehend aus n-Butanol/Methanol/Chloroform/25%ig. Ammoniak (40:15:15:15), so ließen sich nach Lufttrocknung der Folien und Betrachten unter langwelligem UV-Licht (Filter) die Substanzen I und II an der Eigenfluoreszenz erkennen.

Als Sprühreagens eignete sich auch Rhodamin B (0,025%ige Lösung in Äthanol) und nach anschließendem Betrachten der Folien im langwelligen UV-Licht kann man die Substanzen I und II als dunkelviolette Flecke auf rosa Untergrund erkennen.

hR_f -Werte: Substanz I 21, Substanz II 47.

Mit dem Sprühreagens Natriumnitrosopentacyanoferrat(III) ließen sich alle 3 Verbindungen deutlich fixieren.

hR_f -Werte: Substanz I 21, Substanz II 47, Substanz III 2.

Auch eignete sich eine Silbernitrat-Fluorescein-Lösung.

Herstellung der Lösung: a) Silbernitratlösung (10% in Wasser); b) 0,2 g Fluorescein-Natrium werden zu 100 ml in absol. Äthanol gelöst.

Als Nachweisreagens müssen vor Gebrauch 10 ml der Lösung a) mit 50 ml der Lösung b) gemischt werden.

Trennung und Nachweis an *Celluloseschichten*.

Herstellung der Celluloseplatten: Zur Verfügung stand Cellulosepulver zur Dünnschicht-Chromatographie FND Filtrak der Spezialfabrik Niederschlag des VEB Freiburger Zellstoff- und Papierfabrik zu Weißenborn.

30 g Pulver werden in einem Becherglas mit 60 ml Wasser (ausreichend für 5 Platten 20 × 20 cm) 30–40 sec mit einem elektrischen Rührer aufgeschlagen und dann auf die Platten verstrichen. Die luftgetrockneten Platten eignen sich vortrefflich zur Trennung und Identifizierung. Die Identifizierung der Verbindungen erfolgt in Jod-Dampf-Atmosphäre und anschließend kurze Behandlung durch schwaches Erwärmen im Trockenschrank bei 50°C. Man erkennt deutlich gelb-braune Flecke.

hR_f -Werte: Substanz I 18, Substanz II 32, Substanz III 8.

Unter langwelligem UV-Licht (Filter) sind nur die Substanzen I und II mit violetter Fluoreszenz erkennbar.

Trennung und Nachweis an *Mischschichten* (Kieselgel G und Cellulose 1:1).

Die Platten werden bei 110°C 2 h im Trockenschrank aktiviert und danach unmittelbar verwendet.

Nach Joddampflokalisierung konnten die hR_f -Werte markiert werden. Substanz I 19, Substanz II 44, Substanz III 2.

Dr. rer. nat. H. Thielemann

Apothekerin M. Pöpke

DDR-36 Halberstadt, Wasserturmstraße 10

Deutsche Demokratische Republik