Thin-Layer Chromatographic Separation of Copper, Nickel, Cobalt and Bismuth as Diethyl Dithiocarbamate Complexes

Dünnschicht-chromatographische Trennung von Kupfer, Nickel, Kobalt und Wismut als Diäthylthiocarbamatkomplexe

Trenn. von Kupfer, Nickel, Kobalt, Wismut; Chromatographie, Dünnschicht; DDC-Komplexe

A. L. J. Rao and Surinder Singh

Chemistry Department, Punjabi University, Patiala-4, India

Received March 3, 1973

In the present study some of the metal diethyl dithiocarbamate complexes which are coloured and direct absorptiometric determination is possible have been separated on silica gel G layers for which complete extraction data are available.

Experimental. Different aliquots of metal ion solutions are extracted with carbon tetrachloride containing 0.01 to 0.03 M NaDDC at pH 6.

Solvent systems used are

1. methylene dichloride/petroleum ether (60–80°C) (5:3);
2. methylene dichloride/cyclohexane (5:3). Running time is 20–30 min.

Thin-layer chromatography was carried out on glass plates (10×20 cm) coated with 250 µm thick layers of silica gel G according to Stahl on the air dried chromatoplates activated at 110–120°C for 30 min. 10 µl of the extracts were applied on a line 1.5 cm from the lower edge of the

Zur dünnschicht-chromatographischen Trennung und Ermittlung der Nachweisgrenzen von Adrenalin und Noradrenalin an aktivierten Fertigfolien* mit unterschiedlichen Sprühreagentien

Thin-Layer Chromatographic Separation and Determination of the Detection Limits of Adrenaline and Noradrenaline on Activated Ready-Made Foils using Various Spray Reagents

Trenn. von Adrenalin und Noradrenalin; Chromatographie, Dünnschicht; Fertigfolien

H. Thielemann

Eingegangen am 2. April 1973

Potter u. Mitarb. [6] trennten Adrenalin, Noradrenalin und einige Metaboliten dieser Verbindungen mit dem Fließ-

* Verwendet wurden Silufol Fertigfolien UV 254 der Fa. Sklářny Kavalier (ČSSR) mit folgender Zusammensetzung: Sorptionsmittel: Kieselgel für Chromatographie mit einem Lumineszenzindicator; Unterlage: Aluminiumfolie; Bindemittel: Stärke.

Table 1. Rf X 100 values of metal-DDC complexes

Metal ion	Colour	Rf X 100 values in solvents	
		1	2
Cu	brown	56	46.2
Ni	yellow	45	40
Co	green	27	30
Bi	yellow	21	22.3

plates and 1.5 cm apart from each other. Complete separation was achieved in 20–30 min. Results are presented in Table 1.

Interferences. Molybdate, tungstate, chromate, chromium and aluminium do not interfere with the extraction. Mercury, cadmium, lead, thallium and manganese are also extracted under similar conditions but being colourless do not interfere with the TLC separation of Co, Ni, Bi and Cu.

Discussion. In this method the separated constituents can also be determined quantitatively by performing the TLC separation on the preparative scale, extracting the individual metal ion spots with carbon tetrachloride and measuring the colours with a spectrophotometer at the following wavelengths: Bi-DDC 366–370 nm, Co-DDC 367 nm, Ni-DDC 326 nm, Cu-DDC 436 nm.

Dr. A. L. J. Rao
Chem. Dept.
Punjabi University
Patiala-4
India

mittel n-Butanol, das mit 3 N HCl gesättigt war, auf Cellulose-Schichten mit Kammerättigung (6,5 g Cellulose MN-300, 45 ml Methanol; Schichten 10 min bei 105°C trocknen). Noradrenalin und Adrenalin wurden z.B. mit dem Fließmittel n-Butanol/Eisessig/Wasser (40 + 10 + 50) ebenfalls auf Cellulose-Schichten (20 g MN-Cellulose 300 G, 100 ml Wasser; Schichten 2 h bei 100°C trocknen) chromatographiert. Bei Verwendung des genannten essigsauren Fließmittels oder neutraler Fließmittel tritt beim Auftragen der Basensalze oder bei Anwesenheit stärkerer Säuren als der zur Fließmittelherstellung verwendeten, auf dem Startfleck die schon von der Papier-Chromatographie her bekannte Doppelfleckbildung auf; deren Ursache von Beckett u. Choulis [1] nochmals erörtert wurde.

Auf Fertigfolien ist die Doppelfleckbildung in geringem Umfang zu beobachten. Durch die in solchen Schichten vorhandenen Metall- und Schwermetallverunreinigungen wird jedoch die Oxydationsempfindlichkeit der Adrenalin-abkömmlinge erhöht. Daher werden Adrenalin und Noradrenalin mit 10%igem Äthanol auf gepufferten Kieselgel-G-Schichten (Sörensen-Puffer 6,8), die unter Zusatz von Natriumhydrogenbisulfit hergestellt waren, chromatographiert [7].

Die Sympathomimetica und die durch Oxydation entstehenden Sekundärprodukte neigen außerdem zur Komplex-