

# Über die quantitative Trennung von Cholin und Betain.<sup>1)</sup>

Von  
**Vladimir Staněk.**

(Aus dem Laboratorium der Versuchsstation für Zuckerindustrie in Prag.)

(Der Redaktion zugegangen am 18. Januar 1906.)

Seinerzeit habe ich im Kaliumtrijodid ein sehr geeignetes Fällungsmittel für Cholin<sup>2)</sup> und Betain<sup>3)</sup> gefunden und habe konstatiert, daß sich beide Basen aus ihren sauren Lösungen quantitativ als krystallinische Perjodide fällen und so von einer Reihe anderer Stoffe trennen lassen.

Betain und Cholin werden sehr oft nebeneinander in Pflanzen angetroffen: so wurden sie von Schulze in Wicken-samen gefunden, von Böhm<sup>4)</sup> im Baumwollsamem, von Jahns<sup>5)</sup> im Wurmsamen usw. Auch in der Rübe findet sich das Betain neben Lecithin, der Muttersubstanz des Cholins, vor. Bis jetzt wurde zur Trennung beider Stoffe die geringe Löslichkeit des Betainchlorhydrates im absoluten Alkohol, in welchem das Chlorhydrat des Cholins ziemlich leicht löslich ist, ausgenützt (Schulze, Jahns). Die Trennung, die auch Schulze<sup>6)</sup> in seiner Vorschrift für die Isolation von Basen aus Pflanzen beschreibt, wird in folgender Weise ausgeführt.

Das getrocknete Gemisch der Chlorhydrate wird wiederholt mit absolutem Alkohol ausgelaugt und die Lösung zur Trockne abgedampft.

<sup>1)</sup> Vorgelegt der böhmischen Akademie 22. Juni 1905.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift, 1905, S. 281.

<sup>3)</sup> Listy cukrovarnické, 1905, S. 193.

<sup>4)</sup> Journ. f. prakt. Chem. (2), Bd. XXX, S. 37.

<sup>5)</sup> Ber. d. Deutsch. chem. Ges., Bd. XXVI, S. 1494.

<sup>6)</sup> Landw. Versuchsst., 1904, S. 344.

Ich habe nun versucht, eine geeignetere Methode auf Grund der Fällung der Basen durch Kaliumperjodid auszuarbeiten.

In meiner Arbeit über die Abscheidung des Betainperjodides wurde erwähnt, daß das freie Betain mit dem erwähnten Reagens keinen Niederschlag gibt; das Betainperjodid bildet sich nur in sauren Lösungen. Demgegenüber fand ich bei Cholin, daß es auch in neutralen und sogar in schwach durch Soda alkalisch gemachten Lösungen sich als Perjodid abscheidet. Diese Erscheinung, welche zurückzuführen ist auf die größere Basizität des Cholins, welches mit Säuren neutral reagierende, beständige Salze liefert, während Betain, selbst neutral reagierend, Salze mit saurer Reaktion bildet, aus denen es schon durch Carbonate und Bicarbonate wieder abgeschieden werden kann, versuchte ich zur Trennung beider genannten Salze auszunützen.

## I.

Lösung ccm	Ange- wend. Cholin mg	$n/10\text{-H}_2\text{SO}_4$ ccm	Ge- funden Cholin mg	Diffe- renz mg	Ge- funden %	Gefällt aus der Lösung
25	211,5	17,4	210,9	— 0,6	99,7	10% $\text{KHCO}_3$
25	211,5	17,3	209,6	— 1,9	99,1	5% $\text{NaHCO}_3$
25	211,5	17,4	210,9	— 0,6	99,7	5% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$
25	251,8	20,5	248,4	— 3,4	98,6	5% $\text{Na}_2\text{CO}_3$
25	50,4	4,1	49,7	— 0,7	98,6	5% $\text{KHCO}_3$
40	201,4	16,5	199,5	— 1,9	99,3	Gefällt mit 20 ccm $\text{KJ}_3$ (dreifache Menge) aus 2%iger $\text{KHCO}_3$ -Lösung
40	100,7	8,1	98,2	— 2,5	97,5	
20	201,4	16,5	199,5	— 1,9	99,3	
200	251,8	19,2	232,6	— 19,2	92,3	Gefällt mit 15 ccm $\text{KJ}_3$ aus 1%iger $\text{NaHCO}_3$ -Lösung
300	211,5	16,7	183,3	— 28,2	86,6	
30	211,5	17,4	210,9	— 0,6	99,7	Bei Gegenwart 5% $\text{NaHCO}_3$ + 20% Zucker
25	251,8	19,5	236,3	— 15,5	93,7	Bei Gegenwart 5% $\text{KHCO}_3$ + 60% Zucker
25	251,8	19,7	239,7	— 12,1	94,7	Bei Gegenwart 5% $\text{KHCO}_3$ + 40% Zucker
30	251,8	20,1	243,6	— 8,2	96,7	Bei Gegenwart 5% $\text{KHCO}_3$ , 5% Laktat, 5% Oxalat, 5% Acetat des Kaliums.

## II.

Lösung ccm	Ange- wend. Cholin mg	$n/10$ -H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ccm	Ge- funden Cholin mg	Diffe- renz mg	Ge- funden %	Gefällt aus
50	423,0	34,3	415,7	— 7,3	98,3	5% Lösung KHCO <sub>3</sub> , 2 g Betain
25	211,5	17,5	212,1	+ 0,6	100,2	10% Lösung Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> , 1 g Betain
40	211,5	17,3	209,6	— 1,9	99,1	3% Lösung NaCO <sub>3</sub> , 2 g Betain
30	302,1	24,7	299,3	— 2,8	99,2	10% Lösung KHCO <sub>3</sub> , 1 g Betain
25	251,8	20,1	243,6	— 8,2	96,1	5% Lösung NaHCO <sub>3</sub> , 0,5 g Betain.

Vorerst mußte geprüft werden, ob sich Cholin aus alkalischen Lösungen ebenso quantitativ abscheiden läßt wie aus Säuren. Zu diesem Zwecke wurden verschiedene Mengen von Cholinchlorhydrat durch Kaliumtrijodid<sup>1)</sup> in Gegenwart von Soda, Alkalibicarbonaten oder Borax gefällt und der Einfluß der Verdünnung, eines Überschusses des Fällungsmittels und anderer eventuell zugefügter Stoffe erforscht. Der Niederschlag des Cholinperjodids wurde nach 6stündigem Stehen durch einen Gooch'schen Tiegel mit Papiereinlage filtriert, fünfmal mit je 5 ccm kaltem Wasser gewaschen und nach Kjeldahl verbrannt.

Die erzielten Resultate sind in den obenstehenden Tabellen I und II zusammengestellt.

Aus der Tabelle I ist ersichtlich, daß sich das Cholin aus alkalischen Lösungen mittels Kaliumtrijodid quantitativ fällen läßt, aus der Tabelle II, daß Betain keinen Einfluß auf das Resultat ausübt.

Schließlich wurde die Methode zur Bestimmung von Betain und Cholin nebeneinander ausgearbeitet. Die Trennung erfolgt auf folgende Weise:

Zu 25—40 ccm der Lösung<sup>2)</sup> des Gemisches beider Chlorhydrate wurden 5% Kalium- oder Natriumbicarbonat zugefügt

<sup>1)</sup> 153 g Jod, 100 g Kaliumjodid, 200 g Wasser.

<sup>2)</sup> Höchstens 5% ige.

und mit Kaliumtrijodid gefällt, das abgeschiedene Cholinperjodid abfiltriert, gewaschen und der Stickstoff in oben bemerkter Weise bestimmt. Das Filtrat wurde auf etwa 25 ccm konzentriert, dann ungefähr 10% Schwefelsäure zugesetzt, die Flüssigkeit mit Chlornatrium gesättigt und solange Kaliumtrijodid zugesetzt, als noch ein Niederschlag entstand. Nach 3 Stunden wurde in einen Goochsehen Tigel filtriert, fünfmal mit 5 ccm gesättigter Kochsalzlösung gewaschen und der Stickstoff nach Kjeldahl bestimmt.

Die erzielten Resultate sind aus der Tabelle ersichtlich.

## III.

Angew. mg		Gefunden mg		Differenz mg		Gefunden %		Gefällt aus
Cholin	Betain	Cholin	Betain	Cholin	Betain	Cholin	Betain	
84,6	519,0	86,0	505,5	+ 1,4	- 13,5	101,4	97,4	5%iger Lösung von $\text{KHCO}_3$
169,2	415,2	163,6	404,1	- 5,6	- 11,1	96,6	97,4	
253,8	311,4	247,2	300,0	- 6,6	- 11,4	97,1	96,5	
338,4	207,6	338,3	202,7	- 0,1	- 4,9	99,9	97,6	
423,0	103,8	416,9	100,0	- 6,1	- 3,8	98,6	96,1	
423,0	259,5	420,7	252,7	- 2,3	- 6,8	99,3	97,4	5%iger Lösung von $\text{Na}_2\text{CO}_3$
215,5	259,5	214,9	254,1	- 0,6	- 5,4	99,7	97,9	2%iger Lösung von $\text{NaHCO}_3$

Diese Zahlen beweisen, daß nach der beschriebenen Methode Cholin und Betain ziemlich genau nebeneinander bestimmt werden können.

Ich habe diese Methode auch der quantitativen Bestimmung beider Basen in Pflanzen angepaßt und beschäftige mich soeben mit der Bestimmung derselben in verschiedenen landwirtschaftlichen Produkten.

Weiter erschien es mir interessant, zu erfahren, wie sich andere Stickstoffbasen, welche mit Jodjodkalium in saurem Medium einen Niederschlag liefern, in alkalischen Lösungen verhalten.

Zu diesem Zwecke wurden folgende Versuche ausgeführt, soweit mir eben Material zu Gebote stand:

## IV.

Etwa 0,1%ige Lösungen der Substanz wurden mit einer mit Jod gesättigten 10%igen Jodkaliumlösung gefällt.

Substanz	Gelöst in 5%iger Lösung von				
	Soda	Borax	Kalium- bicarbonat	Chlorwasser- stoff	
Chlorammonium	schwarzer Niederschlag von Jodstickstoff	—	—	—	
Chlor- hydrate von	Mono- methylamin	brauner Nieder- schlag, beim Stehen schwarz	brauner Niederschlag	—	
	Dimethyl- amin	orange-gelber Niederschlag	dunkel- brauner Niederschlag	dunkelbrauner Niederschlag, sich langsam abscheidend	
	Trimethyl- amin	gelbflockiger Niederschlag	gelbbrauner Niederschlag	brauner Niederschlag, sich schwärend	dasselbe
	Neurin	rotbrauner Niederschlag, dann grüne Krystalle	brauner Niederschlag, dann Krystalle	dasselbe	•
	Cholin	»	»	»	•
	Betain	—	—	—	brauner Nieder- schlag, dann grüne Krystalle
	Kreatinin	Entfärbte Jodlösung	aus 2,5%iger Jod- lösung brauner Niederschlag	ebenso	ebenso
	Adenin	flockig, brauner, grüner, dann indigoblauer Niederschlag	flockiger, indigoblauer Niederschlag	—	brauner, dann olivgrüner Niederschlag
	Pepton	—	—	—	schmieriger, brauner Niederschlag
	Pyridin	dunkelbrauner Niederschlag	ebenso	ebenso	grüne Krystalle
Picolin (α)	»	»	»	schwarzes Öl	
Lutidin	»	»	»	»	
Tetramethylum- jodid	brauner, dann graugrüner Niederschlag	»	»	brauner Nieder- schlag, dann grüne Krystalle	
Trimethyl- brommethylum- bromid	gelber Niederschlag	»	»	rote, beim Überschuß an Reagens grüne Krystalle	

Diese Reaktionen der Stickstoffbasen in alkalischer Lösung sollen noch weiter verfolgt werden.