Dünnschicht-chromatographische Trennung und Identifizierung der isomeren Kresole und des Phenols

Separation and Identification of the Isomeric Cresols and of Phenol by Thin-Layer Chromatography

Trenn. von Kresolen und Phenol; Chromatographie, Dünnschicht

Horst Thielemann

Eingegangen am 17. Oktober 1972

Über unterschiedliche Möglichkeiten zur dünn-schicht-chromatographischen Trennung der Kupp-lungsprodukte von Phenolverbindungen als Azofarb-stoffe konnte bereits berichtet werden [1–4].

Eine besonders schnelle Auftrennung der freien isomeren Kresole und des Phenols gelang an Cellu-loseschichten, während sich Kieselgel G-, Kiesel-gel D-, Polyamid- bzw. auch Mischschichten und Fertigfolien UV 254, die sowohl imprägniert als auch aktiviert (0,5 und 1 h) waren, nicht oder nur bedingt eigneten. Die 6 isomeren Dimethylphenole (Xyle-nole), außerdem 1- und 2-Naphthol beeinflussen bei Einhaltung der im experimentellen Teil angegebenen Reaktionsbedingungen die Trennung nicht (Sub-stanzen laufen mit der Laufmittelfront bzw. liegen kurz darunter). Die Polyphenole: 1,2-Dihydroxy-benzol (Brenzcatechin), 1,3-Dihydroxybenzol (Re-sorcin), 5-Methylresorcin (Orcin), 1,4-Dihydroxy-benzol (Hydrochinon), 1,2,3-Trihydroxybenzol (Py-ro gallol), 1,3,5-Trihydroxybenzol (Phloroglucin) blei-ben unter den angegebenen Reaktionsbedingungen am Startpunkt (Ausnahme 1,2-Dihydroxybenzol).

Experimenteller Teil

Zur Herstellung der Platten empfiehlt es sich, auf Cellulose-pulver zur Dünnschicht-Chromatographie (FND – ohne Bindemittel der Spezialpapierfabrik Niederschlag des VEB Freiburger Zellstoff- und Papierfabrik zu Weißenborn) zurückzugreifen.

25 g Pulver wurden in 60 ml dest. Wasser (ausreichend für 5 Platten, 20×20 cm) 30–60 sec mit einem elektrischen Mixerät aufgeschlagen und danach sofort auf die Platten in der gewünschten Schichtdicke aufgetragen. Die nassen Schichten können nur an der Luft getrocknet werden.

Für das Sichtbarmachen der aufgetragenen Substanzen eignete sich diazotierte Sulfanilsäure, gelöst in 5%iger Na-triumcarbonatlösung. Die Lösung muß stets frisch hergestellt werden. Bei stärkerer Sodakonzentration tritt eine Braun-färbung der Celluloseschicht ein und verhindert bzw. be-einträchtigt die Identifizierung der Substanzen.

Tabelle 1. hR_f -Werte der isomeren Kresole und des Phenols an unterschiedlichen Schichtmaterialien
[Laufmittel: Methylenchlorid/Cyclohexan (55:45)]

Phenol- verbindungen	A	B	C	D	E	F	G
Phenol	15	16	a	17	70	b	a
o-Kresol	33	32	a	31	92	b	a
m-Kresol	30	22	a	22	86	b	a
p-Kresol	20	21	a	22	81	b	a
	c	c	d	c	d	c	c

a Starke Schweißbildung.

b Laufmittelfront, teils Startpunkt.

c Alle aufgetragenen Polyphenole bleiben am Startpunkt.

d 1,2-Dihydroxybenzol (Brenzcatechin) hR_f -Wert 6, alle anderen Polyphenole Startpunkt.

e 1,2-Dihydroxybenzol (Brenzcatechin) hR_f -Wert 9, alle anderen Phenole Startpunkt.

A = Kieselgel G nach Stahl — Schichten imprägniert mit einem Gemisch von Formamid/Aceton (1:2), Laufzeit 1 h (o- und m-Kresol ließen sich nicht trennen).

B = Fertigfolien UV 254 der Fa. Sklárný Kavalier (ČSSR). Zusammensetzung: Sorptionsmittel: Kieselgel für Chromato-graphie mit einem Lumineszenzindicator; Unterlage: Alu-miniumfolie; Bindemittel: Stärke.

C = Fertigfolie UV 254 — imprägniert mit Formamid/Aceton (1:2).

D = Fertigfolien UV 254 — aktiviert 0,5 bzw. 1 h (m- und p-Kresol ließen sich nicht trennen).

E = Celluloseschichten.

F = Celluloseschichten — aktiviert 30 min bei 100°C im Trockenschrank.

G = Celluloseschichten — imprägniert mit Formamid/Aceton (1:2).

Die hR_f -Werte für die einzelnen Phenolverbin-dungen können der Tabelle entnommen werden. Be-sonders darauf hinzuweisen wäre, daß die Trennung der isomeren Kresole und des Phenols stets mit einem frisch hergestellten Lösungsmittelsystem vorgenom-men werden sollte, da sonst beträchtliche Schwan-kungen hinsichtlich der hR_f -Werte und somit der Trennung der Substanzen auftreten können.

Literatur

1. Thielemann, H.: Z. Chem. 9, 350 (1969).
2. Thielemann, H.: Wiss. Z. Univ. Halle, XVIII'M, 136 (1969).
3. Thielemann, H.: J. Prakt. Chem. 312, 728 (1970).
4. Thielemann, H.: diese Z. 253, 124 (1971).

Dr. rer. nat. H. Thielemann
DDR-36 Halberstadt, Wasserturmstraße 10
Deutsche Demokratische Republik