Reinheitsprüfung von Guajacol (1-Hydroxy-2-methoxybenzen) an einfachen und silbernitratimprägnierten Sorptionsschichten für die Dünnschicht-Chromatographie

Horst Thielemann

Großstrasse 8, DDR-1702 Treuenbrietzen,
Deutsche Demokratische Republik

**Purity test for guaiacol (1-hydroxy-2-methoxybenzene)
on simple and silver nitrate impregnated sorption layer for TLC**

1 Einführung

Guajacol, Brenzcatechinmonomethylether, 1-Hydroxy-2-methoxybenzen, wurde von O. Unverdorben 1826 [1] aus dem Guajakharz durch Destillation gewonnen. Außerdem konnte Guajacol u.a. in dem aus Buchenholztee gewonnenen Kreosot gefunden und auch daraus isoliert werden [2]. Die wichtigsten Bestandteile des Kreosotes sind das Kresol und das Guajacol. Letzgenannte Verbindung wird heute meist synthetisch hergestellt, und zwar durch Methylierung von 1,2-Dihydroxybenzen [3–5]. Es dient beispielsweise als Linderungsmittel bei Erkrankungen der Atmungsorgane. Guajacolpräparate wurden zur Bekämpfung der Tuberkulose eingenommen, wobei die Wirkung medizinisch umstritten ist.

2 Versuche zur dünn-schicht-chromatographischen Identifizierung von 1,2-Dihydroxybenzen und Kreosol als Verunreinigungs-komponenten in Guajacol (Kreosot)

Die bei Versuchszwecken benutzten Silufol-Fertigfolien UV 254 (ČSSR) eigneten sich sehr gut für eine empfindliche Nachweisreaktion von 1,2-Dihydroxybenzen und Kreosol (Monomethylether des Homobrenzcatechins) in 1-Hydroxy-2-methoxybenzen (Guajacol). Verwendet man als Laufmittelsystem ein Gemisch von Benzen/Aceton (90 + 10), so ergeben sich nach dem Einsprühen der Folien mit einer 0,02%igen ethanolischen Lösung von Rhodamin B für die einzelnen Verbindungen recht beständige rosa bis violette Flecke nach 5 min UV-Behandlung (UV-Strahler, Typ Q63/1, 600 W, VEB Thelta Zella-Mehlis).

hRf-Werte: 1,2-Dihydroxybenzen 23; 1-Hydroxy-2-methoxybenzen (Guajacol) 66; Monomethylether des Homobrenzcatechins (Kreosol) 76; für die drei isomeren Methylphenole bzw. sechs isomeren Dimethylphenole (Xylenole) ließen sich die hRf-Werte ermitteln: 2-Methylphenol 71; 3-Methylphenol 66; 4-Methylphenol 65; 3,4-Dimethylphenol 62; 2,4-Dimethylphenol 71;

2,6-Dimethylphenol 80; 2,3-Dimethylphenol 73; 3,5-Dimethylphenol 66; 2,5-Dimethylphenol 74.

Kieselgel-G-Platten nach Stahl, die 1 h bei 110°C im Trockenschrank aktiviert wurden, können nur bedingt eingesetzt werden, da meist stark verschwommene Flecke nach entsprechender Entwicklung zu erkennen waren (hRf-Werte Guajacol 66; Kreosol 58; 1,2-Dihydroxybenzen 24).

1,2-Dihydroxybenzen läßt sich außerdem an silbernitratimprägnierten Fertigfolien bzw. Kieselgel-G-Schichten als 1,2-Benzochinon mit einer 2%igen wäßrigen Lösung von 4-Aminoantipyrin [1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-aminopyrazolon-(5)] als violettes Reaktionsprodukt identifizieren. Die drei isomeren Dihydroxybenzene sind bei gleichzeitiger Anwesenheit von beispielsweise 1,2,3-Trihydroxybenzen, 1,3,5-Trihydroxybenzen und Phenol an silbernitratimprägnierten Kiesel-G-Schichten trenn- und identifizierbar [6]. Diese Trennung wird dadurch möglich, daß in Anwesenheit von Silbernitrat 1,2- und 1,4-Dihydroxybenzen zu 1,2- bzw. 1,4-Benzochinon oxidiert werden, beim 1,3-Dihydroxybenzen diese Oxidation jedoch nicht auftritt. Das Imprägnieren der Silufol-Fertigfolien UV 254 kann mit einem Chropa-Sprüher und Verwendung von 0,1 mol/l AgNO₃-Lösung bis zur Sättigung vorgenommen werden. Nach anschließender Lufttrocknung in einem dunklen Raum bzw. Trockenschrank bei ca. 50°C sind die Folien für die Untersuchungszwecke verwendbar.

Zur Beschichtung von fünf Platten (20 × 20 cm) mit einer Schichtdicke von 0,25 mm werden 25 g Kieselgel-G (Merck) mit 50 ml dest. H₂O und 1 g AgNO₃ vermischt und anschließend mit dem Streichgerät ausgezogen. Es empfiehlt sich, die Platten an der Luft zu trocknen (dunkler Raum); anschließend 1 h zu aktivieren und dann an einem dunklen Ort aufzubewahren.

Literatur

1. Unverdorben O (1825–1829) Ann Phys 8:402
2. Behal A, Choay E, Uebel CR (1893) Seances Acad Sci 116:197
3. Gorup-Besanez E v (1968) Liebigs Ann Chem 147:248
4. Zollinger EH, Röhling H (1916) DRP 305281
5. I. G. Farben (1931) DRP 591534
6. Thielemann H, bisher unveröffentlichtes Manuskript

Eingegangen am 1. September 1987

Fresenius Z Anal Chem (1988) 330:530
© Springer Verlag 1988