Untersuchungen zur Analytik von mehrwertigen Phenolverbindungen an ammoniummolybdatimprägnierten Sorptionsschichten für die Dünnschicht-Chromatographie

Horst Thielemann

Großstrasse 8, DDR-1702 Treuenbrietzen,
Deutsche Demokratische Republik

Investigations on the analysis of multi-valent phenolic compounds on TLC sorption layers impregnated with ammonium molybdate

1 Allgemeine Bemerkungen

Eine dünnschicht-chromatographische Abtrennung und Identifizierung von mehrwertigen Phenolverbindungen (1,2-, 1,3-, 1,4-Dihydroxybenzen sowie 1,2,3-, 1,3,5- und 1,2,4-Trihydroxybenzen) aus einem komplexen Gemisch von Mono- und Polyphenolverbindungen läßt sich, wie aus umfangreichen Versuchsvarianten hervorgeht, erfolgreich an ammoniummolybdatimprägnierten Fertigfolien¹ erreichen. Die Reaktion von Molybdänverbindungen der Oxidationsstufe +6 durch mehrwertige Phenolverbindungen (reduzierende Komponente) führt zu Verbindungen niedriger Oxidationsgrade. In den (als Molybdänblau) erhaltenen Produkten liegt vermutlich jeweils weder eine einzige Verbindung noch ein einheitlicher Oxidationsgrad vor. Je nach Reaktionsbedingungen gelangt man zu verschiedenen Verbindungen, die oxidischer oder hydroxidischer Natur sein können. Das Vorliegen von Produkten hydroxidischer Natur resultiert aus Untersuchungen kernmagnetischer Protonenresonanz.

Die beschriebene Untersuchungsmethodik konnte z.B. bei der hygienischen Bewertung bzw. Beurteilung von uferfiltrierten Grund- und Oberflächenwässern u. a. wertvolle Hinweise über die qualitative Zusammensetzung (Abwesenheit von mehrwertigen Phenolverbindungen etc.) zu identifizierender Phenolkomponenten geben.

2 Experimentelle Ergebnisse

Die Herstellung der ammoniummolybdatimprägnierten Sorptionsschichten erfolgte mit 5%iger wäßriger Ammoniummolybdatlösung, und zwar durch aufsteigende eindimensionale Chromatographie.

Verwendete Chemikalien: Ammoniummolybdat-4-hydrat reinst zur Analyse (purissimum) vom VEB Jenapharm, Laborchemie Apolda, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$. Die an der Luft (bzw. auch im Trockenschrank bei 80–100°C) getrockneten Folien sind dann jederzeit einsetzbar.

¹ Verwendet wurden Silufol-Fertigfolien der Firma Sklárný Kavalier (ČSSR) mit folgender Zusammensetzung: Sorptionsmittel: Silpearl, weitporiges Silicagel nach Pitra mit Leuchtstoff für UV 254; Bindemittel: Stärke; Unterlage: Aluminiumfolie

Tabelle 1. Dünnschicht-chromatographische Nachweisgrenzen von mehrwertigen Phenolverbindungen an ammoniummolybdat-imprägnierten Fertigfolien

Verbindung	Nachweisgrenzen	
	a	b
1,2-Dihydroxybenzen	0,6	2
1,3-Dihydroxybenzen	0,8	8
1,4-Dihydroxybenzen	1	8
1,2,3-Trihydroxybenzen	0,8	6
1,3,5-Trihydroxybenzen	1	8
1,2,4-Trihydroxybenzen	1	8
1-Naphthol	0,6	4
2-Naphthol	1	10

a Optisch erkennbar ab µg

b Semiquantitativ bestimmbar ab µg

Für die Trennung und Identifizierung der zweiwertigen Phenole eignete sich als Laufmittelsystem ein Gemisch aus Toluol/Aceton/Chloroform (40 + 35 + 25). Gearbeitet wurde bei Kammer-sättigung, Laufzeit ca. 40 min.

hRf-Werte: 1,2-Dihydroxybenzen 10, dunkelblaugrauer Fleck; 1,3-Dihydroxybenzen 41, gelbgrüner Fleck; 1,4-Dihydroxybenzen 33, grüner Fleck.

Laufmittel für die dreiwertigen Phenole: Benzen/Aceton (70 + 30), Laufzeit 30 min bei Kammer-sättigung (N-Kammer).

hRf-Werte: 1,2,3-Trihydroxybenzen Startpunkt, grüner Fleck; 1,3,5-Trihydroxybenzen 21, grüner Fleck; 1,2,4-Trihydroxybenzen 26, grüner Fleck.

Die ermittelten dünnschicht-chromatographischen Nachweisgrenzen einiger Polyphenole sind aus der Tabelle 1 ersichtlich.

Monophenole wie z.B. 2-Methylphenol, 3-Methylphenol, 4-Methylphenol, 2-, 3-, 4-Nitrophenol, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,4- und 3,5-Dimethylphenol (Xylenole) und Salicylsäure ergaben unter den angeführten Arbeitsbedingungen keine Fleckbildung auf den Folien bzw. nur ganz schwach gelb gefärbte Konturen auf gelbem Untergrund, die aber in keiner Weise die Trennung und Identifizierung der mehrwertigen Phenolverbindungen beeinträchtigte.

Eine Ausnahme zeigten nur 1- und 2-Naphthol.

hRf-Werte: 1-Naphthol 88, brauner Fleck; 2-Naphthol 80, brauner Fleck.

Zur besseren Farbentwicklung empfiehlt es sich, die imprägnierten Folien kurze Zeit (10 min) im Trockenschrank bei 100°C aufzubewahren.

Eingegangen am 1. September 1987