

Zur Dünnschicht-Chromatographie der isomeren Dimethylphenole an einfachen und imprägnierten Fertigfolien

Thin-Layer Chromatography of Isomeric Dimethylphenols on Untreated and Impregnated Ready-Made Foils

Trenn. von Dimethylphenolen; Chromatographie, Dünnschicht; Fertigfolien

H. Thielemann

Eingegangen am 16. April 1973

Eine dünn-schicht-chromatographische Trennung der isomeren Dimethylphenole sollte über die Kupplungsprodukte mit Echtrotsalz AL (stab. Form des Anthrachinon-1-diazoniumchlorids) in Angriff genommen werden. Zur Problematik der dünn-schicht-chromatographischen Trennung der Kondensationsprodukte von Dimethylphenolen mit 1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-aminopyrazolon-(5) bzw. der Kupplungsprodukte mit 4-Benzoylamino-2,5-diäthoxyanilin (Echtblausalz BB) wurden bereits Untersuchungsergebnisse publiziert [1–4].

Herstellung der Kupplungsprodukte der 6 isomeren Xylenole mit der stab. Form des Anthrachinon-1-diazoniumchlorids (Echtrotsalz AL) [3]:

Es empfiehlt sich, die jeweiligen Testsubstanzen in 1–2 ml 0,1 N Natronlauge zu lösen und mit ca. 5–10 mg Echtrotsalz AL zu versetzen und schließlich mit 20 ml Wasser zu verdünnen. Nach einer Reaktionszeit bei Zimmertemperatur von ca. 30 min kann die Lösung mit einigen Tropfen 2 N HCl angesäuert und diese mit etwa 10 ml Chloroform ausgeschüttelt werden. Die Chloroformlösung enthält die unterschiedlich gefärbten Azofarbstoffe, welche auf Silufol Fertigfolien UV 254 der Fa. Sklárný Kavalier (ČSSR) aufgetragen wurden. Diese Fertigfolien zeichnen sich besonders durch eine schnelle Laufzeit aus (ca. 20 min) und besitzen als Sorptionsmittel Kieselgelschichten mit einem Lumineszenzindicator, wobei als Unterlage eine Aluminiumfolie und als Bindemittel Stärke dient.

Laufmittel I: Chloroform/Benzol (70 + 30); Laufmittel II: Benzol/Methylenchlorid (50 + 50); Laufmittel III: Benzol/Äther (90 + 30); Laufmittel IV: Benzol/Aceton (120 + 10); Laufmittel V: Methylenchlorid/Essigsäureäthylester/Diäthylamin (92 + 5 + 3); Laufmittel VI: Benzol, rein.

Die dünn-schicht-chromatographischen Versuche zur Trennung der Kupplungsprodukte von 2,5- und 2,3-Dimethylphenol mit Echtrotsalz AL an unvorbehandelten Silufol Fertigfolien UV 254 scheiterten aus unterschiedlichen Gründen. Durch Imprägnieren der Folien mit einer 0,5 N Dikaliumcarbonatlösung (Einsprühen der Folien mit einem Zerstäuber an der Luft und anschließendem Trocknen bei Zimmertemperatur) ließen sich die Kupplungsprodukte von 2,5- und 2,3-Xylenol mit Echtrotsalz AL unter Verwendung des in der Tabelle angeführten Laufmittelsystems V einwandfrei trennen, wobei für das Kupplungsprodukt von 2,5-Xylenol ein hR_f -Wert von 93 und für 2,3-Xylenol ein hR_f -Wert von 78 ermittelt wurde.

Tabelle 1

Kupplungsprodukte der Xylenol-Verbindung mit Echtrotsalz AL	hR _f -Werte mit Laufmittel					
	I	II	III	IV	V	VI
2,3-Dimethylphenol	24 ^a	4 ^a	73 ^a	53 ^a	88 ^a	0
2,4-Dimethylphenol	75	50	91	86 ^b	100	31
2,5-Dimethylphenol	25 ^a	4 ^a	70 ^a	58 ^a	94 ^a	0
2,6-Dimethylphenol	43	10	84	75	100	3
3,4-Dimethylphenol	62	32	90 ^a	84 ^b	100	10
3,5-Dimethylphenol	9	0	44	26	36	0

^a Keine Trennung.

^b Schlechte Trennung.

0 = Startpunkt; 100 = Laufmittelfront.

Tabelle 2

Kupplungsprodukte der Xylenol-Verbindung mit Echtrotsalz AL	hR _f -Werte mit Laufmittel	
	III an einfachen Kieselgel-G- Platten	V an dikalium- carbonat- imprägnierten Platten
2,3-Dimethylphenol	69 ^a	84
2,4-Dimethylphenol	92	
2,5-Dimethylphenol	65 ^a	91
2,6-Dimethylphenol	82	
3,4-Dimethylphenol	89	
3,5-Dimethylphenol	42	

^a Im Gemisch keine Trennung.

Stehen keine Fertigfolien zur Verfügung, so ist es auch möglich, die Kupplungsprodukte der 6 stellungsisomeren Dimethylphenole unter Verwendung von Laufmittelsystem III bzw. an dikaliumcarbonat-imprägnierten Kieselgel-G-Platten (30 g Kieselgel G nach Stahl und 60 ml 0,5 N Dikaliumcarbonatlösung sind ausreichend für die Herstellung von etwa 4 Platten, 20 × 20 cm) unter Verwendung von Laufmittel V zu trennen (vgl. Tab. 2).

Allgemein läßt sich die gewählte und beschriebene Methodik der dünn-schicht-chromatographischen Trennung der isomeren Xylenole über ihre Kupplungsprodukte mit Echtrotsalz AL (stab. Form des Anthrachinon-1-diazoniumchlorids) auch bei Vorhandensein der isomeren Kresole (o-, m-, p-), des Phenols, der Naphthole (1- und 2-) bei Verwendung geeigneter Laufmittelsysteme mit Erfolg durchführen [1].

Literatur

1. Thielemann, H.: *Wiss. Z. Univ. Halle XVIII/M*, 136 (1969).
2. Thielemann, H.: *Pharmazie* **26**, 92 (1971)
3. Thielemann, H.: *diese Z.* **253**, 124 (1971)
4. Thielemann, H.: *diese Z.* **253**, 38 (1971)

Dr. rer. nat. H. Thielemann

DDR-36 Halberstadt

Wasserturmstr. 10

Deutsche Demokratische Republik