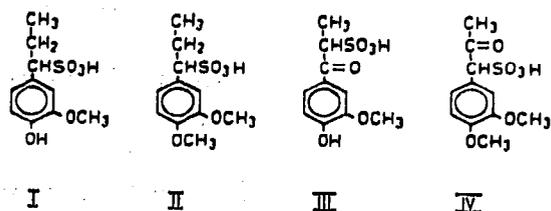


CHROM. 6063

## Gaschromatographische Trennung und Reinigung von Methylestern verschiedener Lignosulfonsäure-Modellsubstanzen

Zur Trennung und Identifizierung phenolischer und neutraler Hydrogenolyseprodukte des Lignins ist die Gaschromatographie vielfach mit Erfolg herangezogen worden<sup>1-3</sup>. Um das hydrogenolytische Verhalten von Lignosulfonsäure-Modellen, über das wir an anderer Stelle berichten werden, zu untersuchen, wurde eine geeignete gaschromatographische Methode zur Trennung deren Methylester entwickelt, die es gestatten soll, nicht umgesetzte Lignosulfonsäure-Modellsubstanzen in Hydrogenolysaten zu erfassen.

Die gaschromatographische Trennung von aliphatischen und aromatischen Sulfonsäuren in Form ihrer Ester ist bereits von KIRKLAND<sup>4</sup> und von BENDEL *et al.*<sup>5</sup> beschrieben worden. Es gelang nun in ähnlicher Weise auch die Methylester nachfolgender Lignosulfonsäure-Modelle gaschromatographisch zu trennen und zu reinigen.



Die Trennung konnte auf einer 10 ft.  $\times$  1/8 in. Säule, 20% SE-30, bei 200° mit Stickstoff als Trägergas (20 ml min<sup>-1</sup>) im Gaschromatographen Varian 2868 erreicht werden. Den Trennungsverlauf zeigt Fig. 1.

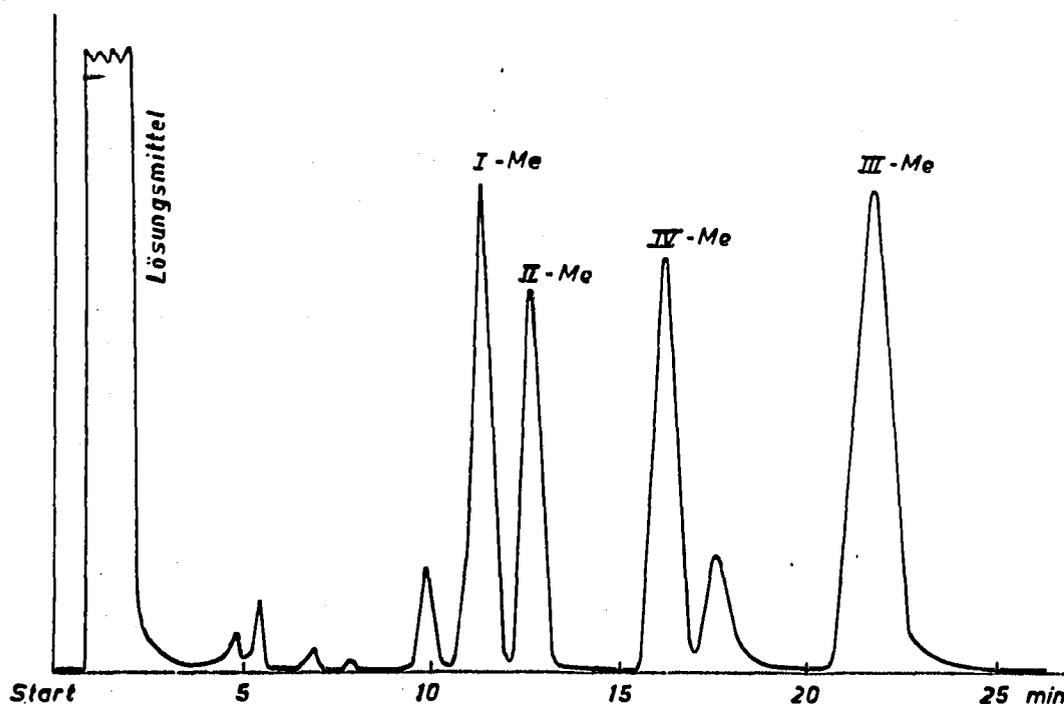


Fig. 1. Gaschromatogramm von Methylester von Lignosulfonsäure-Modellen. Einzelheiten vgl. Text.

Da sich die Substanzen unter diesen Bedingungen unzerstört von der Säule eluieren lassen, konnte auch eine gaschromatographische Reinigung erreicht werden. Diese erfolgte mit Hilfe des Gerätes Autopräp A 700 (Varian) auf einer 10 ft.  $\times$  3/8 in. Säule, 30% SE-30, mit Helium als Trägergas (120 ml min<sup>-1</sup>). Den Effekt der Reinigung zeigen die in Tabelle I gegebenen Analysenbeispiele.

TABELLE I

EFFEKT DER GASCHROMATOGRAPHISCHEN REINIGUNG VON METHYLESTERN VON LIGNOSULFON-SÄUREN

Substanz	% OCH <sub>3</sub>		
	Berechnet	Roh	Nach Trennung
II-Me	33.9	30.5	33.1
III-Me	22.6	20.1	23.0

*Experimentelles*

Die Synthese der Verbindungen I und II erfolgte nach ADLER UND HERNESTAM<sup>6</sup>; III wurde nach KRATZL<sup>7</sup> und IV nach VON WACEK<sup>8</sup> erhalten. Die Methylierung erfolgte in Anlehnung an die Vorschriften von KIRKLAND<sup>4</sup>. Da die zu methylierenden Verbindungen nicht in Äther löslich waren, wurde in Tetrahydrofuran als Lösungsmittel gearbeitet. Die Methylierung von I und II führte unter diesen Bedingungen zu den entsprechenden Estern, ohne dass eine Methylierung an der phenolischen OH-Gruppe eintrat.

Institut für Holzchemie und chemische Technologie des  
Holzes der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft,  
Reinbek, 205 Hamburg 80 (B.R.D.)

P. HOFFMANN  
W. SCHWEERS

- 1 B. F. HRUTFIORD, in K. V. SARKANEN UND C. H. LUDWIG (Herausgeber), *Lignins*, Wiley, New York, 1971, S. 487.
- 2 W. SCHWEERS, *Holzforschung*, 23 (1969) 5.
- 3 W. SCHWEERS, *Holzforschung*, 23 (1969) 120.
- 4 J. J. KIRKLAND, *Anal. Chem.*, 32 (1960) 1388.
- 5 E. BENDEL, B. FELL, A. COMMICHAU, H. HÜBNER UND W. MELTZOW, *J. Chromatogr.*, 19 (1965) 277.
- 6 E. ADLER UND S. HERNESTAM, *Acta Chem. Scand.*, 9 (1955) 319.
- 7 K. KRATZL, *Ber.*, 76 (1943) 895.
- 8 A. VON WACEK, *Ber.*, 77 (1944) 85.

Eingegangen am 10. März 1972

*J. Chromatogr.*, 69 (1972) 368-369