

Zur Kenntnis von Buchen-Sulfitablaugen*.

(Kurze Mitteilung.)

Von

Th. Kleinert und **Marietta Floriantschitsch.**

Aus der Zellwolle Lenzing Aktiengesellschaft, Lenzing (Oberösterreich).

(Eingelangt am 14. Dez. 1951. Vorgelegt in der Sitzung am 17. Jan. 1952.)

Bei Untersuchungen über die Schaumbildung¹ in Buchen-Sulfitablaugen wurden aus Schaumproben Zellstoffasern isoliert, die einen erheblichen Gehalt an extrahierbaren, zum Teil stark kapillaraktiven Stoffen enthielten. Als Extraktionsmittel wurden Äther bzw. neutrale Äther-Äthylalkohol-Gemische verwendet. In den Extrakten wurden neben Fetten, Wachsen, auch harzartige, die *Liebermann-Storchsche* Reaktion zeigende Stoffe, sowie methoxylhaltige Substanzen gefunden. Aus den ätherischen Extraktlösungen schieden sich beim Stehen geringe Mengen eines bräunlich-cremefarbenen Körpers ab, der nach Waschen mit Äther der Methoxylbestimmung nach *Zeisel* unterworfen wurde. Es errechneten sich Methoxylwerte für die methoxylhaltige Substanz von 23 bis 24%. Diese Werte liegen über dem bekannten Methoxylgehalt des Buchenlignins². Möglicherweise handelt es sich um höhermethoxylierte offene oder cyclisierte Diarylbutane vom Typ des Conidendrins oder Olivils. Denkt man sich im Conidendrin bzw. Olivil in einem aromatischen Ring eine zweite Methoxylgruppe eingetreten, dann errechnen sich Methoxylwerte für diese Produkte von 24,1% bzw. 22,9%, also ebenfalls Werte, die über dem Methoxylgehalt des Buchenlignins liegen.

In einer kürzlich erfolgten Veröffentlichung haben *Lackey, Moyer* und *Hearon*³ eine neue Methode zur Isolierung von Conidendrin aus

* Herrn Prof. Dr. A. Zinke zum 60. Geburtstag.

¹ Die Veröffentlichung dieser Experimentaluntersuchungen erfolgt demnächst an anderer Stelle.

² *E. Hägglund*, Holzchemie, 2. Aufl., S. 229. 1939. — *K. Freudenberg* und *G. Dietrich*, Liebigs Ann. Chem. **563**, 146—156 (1949).

³ *H. B. Lackey, W. W. Moyer* und *W. M. Hearon*, TAPPI **32**, 469 (1949).

Nadelholz-Sulfitablaugen durch Ausfällung mit organischen Flüssigkeiten beschrieben.

Wir haben versucht, die angegebene Methode auf Buchen-Sulfitablaugen anzuwenden. Es wurden Fällungen mittels Trichloräthylen bzw. Toluol versucht. Die so aus Buchen-Sulfitablaugen ausscheidbaren Mengen organischer Substanz waren sehr gering und ließen sich außerdem nur schwierig filtrieren. Die Abscheidung wurde verbessert, wenn in der Sulfitablauge vor Zusatz des organischen Fällungsmittels kleine Mengen (2 g/l) Kieselgur verteilt wurden. Die Niederschläge ließen sich dann ohne Schwierigkeit filtrieren und zentrifugieren. Die Aufarbeitung der Präzipitate erfolgte in verschiedener Weise. Die ohne Kieselgurzusatz erhaltenen Niederschläge wurden direkt verarbeitet, die mit Kieselgur gefällten dagegen erst einer Extraktion mit Trichloräthylen unterzogen, nachdem festgestellt worden war, daß die gefällten organischen Substanzen darin in geringem Maße löslich sind. Anschließend wurden die Extrakte verarbeitet. Zur Gewinnung der organischen Substanz wurde das organische Fällungs- oder Lösungsmittel durch Wasserdampfdestillation abgetrieben. Ebenso wurde mit der Toluolausschüttelung frischer Buchen-Sulfitablauge verfahren. Es zeigte sich, daß nach dem Abreiben des Trichloräthylens bzw. Toluols mit dem Wasserdampf in geringen Mengen ein wasserlöslicher, zitronengelb gefärbter und aromatisch (zimtartig) riechender Stoff übergang, der Halogen anlagert, leicht oxydierbar ist und dem anscheinend Aldehydnatur zukommt. Dieser Stoff läßt sich aus dem wäßrigen Destillat mit Äther ausschütteln. Die Ermittlung seiner Konstitution wird versucht werden. Die unlöslichen Rückstände der Wasserdampfdestillation wurden zur Entfernung von Fett- und Wachssubstanzen erschöpfend mit Äther extrahiert und der Methoxylbestimmung unterworfen. Die hellbraunen Rückstände ergaben in einem Falle Methoxylwerte von 21,4%.

Die geringeren Ausbeuten an fällbaren organischen Substanzen in Buchenablaugen gegenüber den von *Lackey*, *Moyer* und *Hearon*³ bei Nadelholz-Sulfitablaugen erhaltenen können möglicherweise ihren Grund darin haben, daß die höhermethoxylierten Diarylbutane im Vergleich zum Conidendrin eine größere Löslichkeit in den angewandten Fällungsmitteln besitzen. Die bisher gewonnenen Produkte sind nicht genügend rein, um endgültige Schlüsse ziehen zu können. Vermutlich liegen Gemische vor. Es soll versucht werden, eine Trennung durch Adsorptionschromatographie der Lösungen in organischen Lösungsmitteln durchzuführen, ähnlich wie dies kürzlich von *A. Bailey*⁴ an Lignin beschrieben wurde.

⁴ *A. Bailey*, Paper Ind. Paper Wld. **31**, 205—209 (1949); Chem. Abstr. **43**, 5590 (1949); J. Amer. chem. Soc. **73**, 2325—2326 (1951).