

Über den papierchromatographischen Nachweis von Saccharinsäuren

MAURI MOILANEN und
HERMANN RICHTZENHAIN

*Holzchemische Abteilung des Schwedischen
Instituts für Holzforschung, Stockholm,
Schweden*

Die Trennung der beim Erwärmen von Zuckern mit Alkali neben anderen Produkten entstehenden Saccharinsäuren durch fraktionierte Kristallisation ihrer Alkaloidsalze ist, wie die Arbeiten von Kiliani¹ und Nef² gezeigt haben, äusserst mühsam. Im Zusammenhang mit Untersuchungen über den alkalischen Abbau von Polysacchariden³ schien eine papierchromatographische Methode zum Nachweis der verschiedenen Säuren wünschenswert.

Auf Whatman-Papier Nr. 1 gelingt eine einigermaßen befriedigende Trennung bei Anwendung eines Lösungsmittelgemisches Äthylacetat – Wasser – Essigsäure im Verhältnis 10:1:1,3. Die Lage der einzelnen Flecken wird durch Besprühen mit ammoniakalischer Silberlösung bestimmt, wobei Mengen von 1 γ noch erkennbar sind. Folgende R_F -Werte wurden gefunden: α -Dextrometasaccharin 0,41, β -Dextrometasaccharin 0,36, α -Galaktometasaccharin 0,30, β -Galaktometasaccharin 0,35, α -Isosaccharin 0,43, 1,3-Dioxybuttersäurelacton 0,69, 1,3-Dioxybuttersäure 0,41, Milchsäure 0,67 und Glykolsäure 0,52. Die den genannten C_6 -Lactonen ent-

sprechenden Säuren haben ziemlich übereinstimmende R_F -Werte von 0,14–0,15. Die entsprechenden C_5 -Säuren aus Pentosen haben R_F -Werte von 0,22. Die Chromatogramme der Säuregemische, welche beim Erhitzen von Glukose und Galaktose mit 8 N Natronlauge entstehen, zeigen neben Flecken der C_6 -Saccharinsäuren u.a. auch Flecken, die auf die Anwesenheit von C_5 -Saccharinsäuren hindeuten. Die Chromatogramme der analog aus Xylose und Arabinose erhaltenen Säuregemische zeigen u.a. Flecken, die auf die Anwesenheit von C_5 -Saccharinsäuren hinweisen.

Bei der Untersuchung der Säure- bzw. Lactongemische, welche beim Alkaliabbau von Polysacchariden oder auch beim Sulfataufschluss des Holzes entstehen, erwies es sich zweckmässig, das Rohgemisch zunächst zu acetylieren und die Acetate mittels fraktionierter Destillation einer groben Trennung zu unterwerfen. Die entacetylierten Fraktionen werden chromatographiert. In vereinzelt Fällen konnten nach der Entacetylierung kristallisierte Anteile erhalten werden.

Die Ausarbeitung einer Methode zur zweidimensionalen Papierchromatographie der Saccharinsäuren ist im Gang.

1. Kiliani, K. and Mitarbeiter, *Ber.* **15** (1882) 2966; **16** (1883) 2625; **18** (1885) 642, 1555; **26** (1893) 1649; **35** (1902) 3528; **38** (1905) 624, 2667; **41** (1908) 159.
2. Nef, *J. U. Ann.* **357** (1907) 214; **376** (1910) 1; **403** (1914) 204.
3. Richtzenhain, H., Lindgren, B. O., Abrahamson, B. und Holmberg, K., *Svensk Papperstidn.* **57** (1954) *Im Druck*.

Eingegangen am 29. April 1954.