

Analyse 2

Erscheinen und physikalische Eigenschaften

Die zu analysierende Substanz ist ein farbloser Feststoff, der sowohl kristallin als auch als Pulver vorlag. Der Versuch, den Stoff zu entzünden misslang, stattdessen bildete die Substanz einen braunen, Bläschen schlagenden Brei, der nach und nach verkohlte.

Die Substanz löste sich gut in Wasser ($pH \approx 1-2$), in Salzsäure und Natronlauge. In Ether war die Substanz nicht löslich. Somit kann ein stark polarer und saurer Charakter nicht ausgeschlossen werden.

Die Substanz schmilzt etwa bei 186 °C und zersetzt sich kurz darauf bei 188 °C unter Braunfärbung und Gasentwicklung.

Vorproben

BEILSTEIN-Probe und Natriumaufschluss, mit den anschließenden Proben auf Halogene, Pseudohalogene, Schwefel und Stickstoff, fielen negativ aus, somit können Heteroatome, mit Ausnahme von Sauerstoff, ausgeschlossen werden.

Proben auf bestimmte Gruppen

Die Umsetzung mit Kaliumpermanganat bzw. Brom in wässriger Lösung erfolgte auch in größeren Mengen glatt, somit konnte ein stark reduzierender bzw. ungesättigter Charakter der Substanz als gesichert gelten.

Da keine DIELS-ALDER-Reaktion mit Furan und Cyclopentadien erfolgte, wurde eine ungesättigte Verbindung ausgeschlossen.

Die Zugabe von Analysensubstanz zu einer Suspension von Aluminiumchlorid in Chloroform zeigte keine Färbung des Aluminiumchlorids und somit keinen Hinweis auf eine aromatische Verbindung.

Die Analysensubstanz reduzierte das Cerammonium-Reagenz zum Nachweis von Alkoholen vollständig.

Da aufgrund der sauren Reaktion in wässriger Lösung zuerst eine Carbonsäure vermutet wurde, wurde der Versuch unternommen, die Analysensubstanz zu verseifen, dies gelang jedoch nicht.

Eine Umsetzung mit FEHLING'scher Lösung erfolgte schon bei Raumtemperatur, somit wurde ein Aldehyd bzw. eine Aldose vermutet. Die Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazon und mit Ninhydrin erfolgte nicht, was weder für ein Keton, noch für eine Aldehyd-Gruppe sprach.

Der MOLISCH-Test zum Zuckernachweis verlief positiv, weshalb mehrere Blindproben mit Aldehyden, Ketonen und Zuckern angestellt wurde, demnach war eine Keto-Gruppe sehr wahrscheinlich.

Aufgrund der Vorproben und der physikalischen Eigenschaften wurde Ascorbinsäure als wahrscheinlicher Kandidat ausfindig gemacht:

Eigenschaft:	experimentelle Werte:	Literaturwerte [1]:
Zersetzungspunkt	188 °C	190 °C
$[\alpha]_D^{25}$	20,7°	21,0°

Derivate

Um obige Vermutung zu verifizieren, wurde mittels der spezifischen optischen Eigenschaft und vergleichender DC die Bestätigung für die Vermutung erbracht, da die möglichen Derivate zu umständlich erschienen, z.B. die Reduktion zu in der Technik verwendeten Vorstufen und deren Nachweis, oder die Oxidation und der Nachweis der Oxidationsprodukte.

Drehwinkelmessung:

Es wurde der Drehwinkel einer 10%igen Lösung zu $[\alpha]^{20} = 20,7^\circ$ bestimmt, dies entspricht der Literaturangabe von $[\alpha]^{20} = 21^\circ$ extrem gut. Eine optische Untersuchung der Kristallstruktur war nicht möglich.

DC:

Im Vergleich wurde ein DC von Ascorbinsäure und Analysesubstanz mit einem Gemisch aus Propanol, Wasser und Essig (4:1:1) gemacht. Als Anfärbe-Reagenz wurde zur Hälfte Kaliumpermanganat-Lösung und zur Hälfte Bromwasser genutzt. Die Ergebnisse mit dem Bromwasser waren nicht sehr deutlich, beim Kaliumpermanganat ergab sich für Probe und Referenz ein ungefährender R_f -Wert von 0,35.

Bei der Betrachtung aller Erkenntnisse konnte die Vermutung, bei der Analysesubstanz handele es sich um *L*-Ascorbinsäure, verifiziert werden.

Literatur

[1] Fluka Katalog 1999/2000.