

# Umsetzung von Glycerin mit Fenton's Reagenz und chromatographische Untersuchung des Reaktionsgemisches

---

## 1) Umsetzung von Glycerin mit Fenton's Reagenz

Versuchsbeschreibung: Zunächst wird eine Lösung A aus 5 g Glycerin (86-88 %ig) und 0,2 g Eisen(II)-sulfat heptahydrat in 100 ml Wasser hergestellt. Lösung B wird aus 7,5 ml 30 %igem Wasserstoffperoxid und 92,5 ml Wasser erhalten. Die Lösungen A und B werden zusammengewaschen, mit Hilfe eines Glasstabes gut durchmischt und ins Dunkle gestellt.

Nach abgelaufener Reaktionszeit (15 Minuten, 1 Tag oder 1 Woche) werden 20 ml des Reaktionsgemisches 15 Minuten lang unter Rühren in einer Porzellanschale eingeeengt. Dies geschieht auf einem Magnetrührer bei voller Heizleistung. In der Regel bleibt genügend Flüssigkeit für die Durchführung der Nachweisreaktionen erhalten. Im Notfall muss der BTB-Test im halben Maßstab durchgeführt werden. Mit der eingeeengten Lösung wird außerdem eine Dünnschichtchromatographie durchgeführt. Diese wird in Versuchsteil 2 beschrieben.

## 2) Chromatographische Untersuchung des Reaktionsgemisches

Versuchsbeschreibung: Auf einer 5 cm x 10 cm großen DC-Karte wird 1 cm vom unteren Rand entfernt und parallel zur kürzeren Seite mit einem weichen Bleistift eine Linie gezeichnet.

5 Punkte werden markiert und beschriftet. Auf diese Punkte werden die folgenden Proben aufgetragen:

- Glycerinaldehydlösung (0,02 g Feststoff + 1 ml Wasser); 2x auftragen
- Dihydroxyacetonlösung (0,02 g Feststoff + 1 ml Wasser); 2x auftragen
- eingeeengtes Reaktionsgemisch aus dem 1. Versuchsteil; 2x auftragen
- eingeeengtes Reaktionsgemisch; 3x auftragen
- eingeeengtes Reaktionsgemisch; 4x auftragen

Die beim Auftragen entstehenden Flecken sollten so klein wie möglich sein (ca. 2-3 mm Durchmesser). Um möglichst wenig Probe aufzutragen, wird die Kapillare beim Aufsetzen auf die DC-Karte mit dem Zeigefinger oben verschlossen. Sobald die Flecken getrocknet sind, wird ein zweites Mal aufgetragen. Um die für eine aussagefähige Chromatographie geeignete Probemenge des Reaktionsgemisches zu finden, wird dieses 2x, 3x und 4x aufgetragen (nach jedem Auftragen die Flecken trocknen lassen). Nach dem Trocknen der Flecken wird die DC-Karte in ein als Chromatographietank dienendes Einmachglas gestellt, das ca. 40 ml des frisch angesetzten Fließmittels (Essigsäureethylester/2-Propanol/Eisessig/Wasser = 65 : 24 : 4 : 5) enthält.

Nach 27-30 Minuten befindet sich die Fließmittelfront 1 cm unterhalb des oberen Kartenrandes. Die Karte wird nun getrocknet (evtl. mit Föhn) und mit dem frisch hergestellten Reagenz aus 1 ml Anisaldehyd, 50 ml Eisessig und 1 ml konz. Schwefelsäure im Abzug besprüht.

Ein Teil der hinteren Abzugswand wird mit Papier beklebt. An diesem Papier wird mit Hilfe eines Stückes Klebeband das Chromatogramm befestigt. Es wird mit einer Stickstoff-getriebenen Sprühhvorrichtung, aus der ein feiner, gerade erkennbarer Nebel entweicht, besprüht. Das Besprühen wird dann beendet, wenn auf der DC-Karte erste feuchte Stellen sichtbar werden.

Nun wird die Karte solange im 90 °C warmen Trockenschrank erhitzt, bis eine Färbung erkennbar wird (ca. 5-10 Minuten). Die Flecken werden mit einem Bleistift umrandet. Sie sind in der Regel relativ hell gefärbt, aber gut erkennbar. Bei zu schwacher Färbung kann ein Nachsprühen erforderlich werden.

Literatur: Buch von Harsch und Heimann (1998), S. 274

---