

Name:

Datum:

Analyse eines Haarshampoos auf Zitronen-Aromastoffe

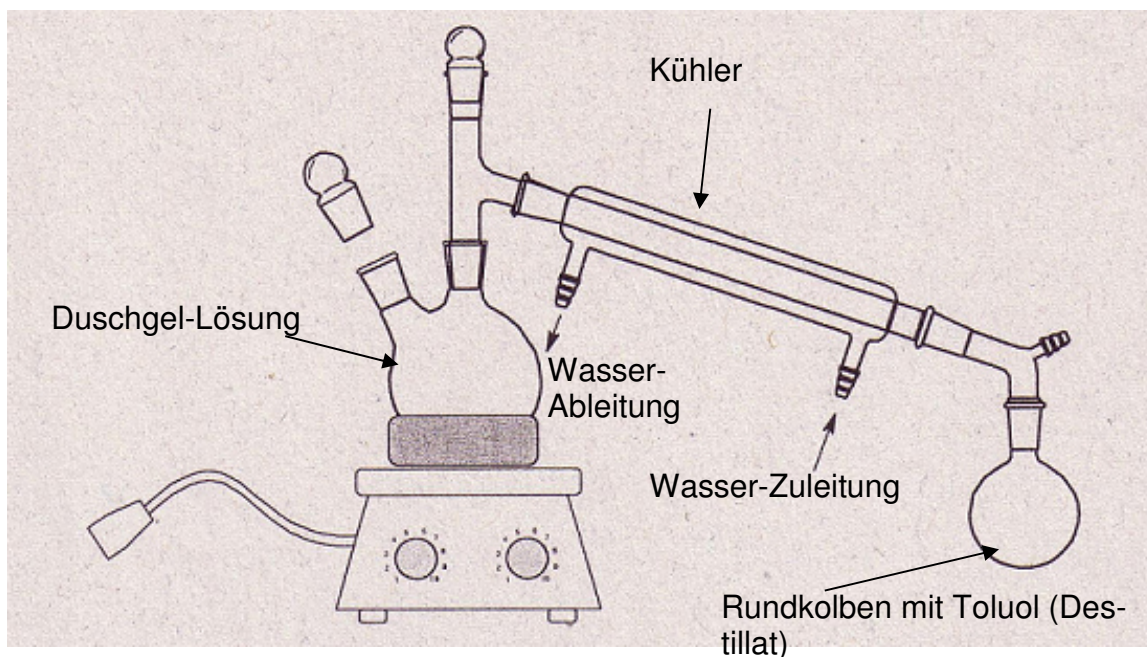
1) Destillation - vereinfachter Aufbau

Geräte: 1000 mL Rundkolben, 100 mL Rundkolben, Heizpilz, Kühler, Bechergläser, Messzylinder (100 mL), Pipette (5 mL), Klemmen, Waage, Stopfen für Kolben

Chemikalien: Haarshampoo, Wasser, Toluol, Siedesteinchen

Durchführung:

- Zuerst gibst du etwa 3 g Haarshampoo in den 1000 mL Rundkolben.
- Dann fügst du 70 mL destilliertes Wasser und 3 Siedesteinchen hinzu.
- In den anderen Rundhalskolben (100 mL) gibst du 5 mL Toluol. In diesem Kolben soll das Destillat aufgefangen werden.
- Jetzt baust du die Destillations-Apparatur auf und schließt den Kühler an den Wasseranschluss an. Achte dabei darauf, dass das Wasser von unten nach oben im Kühler fließt, also nach dem Gegenstromprinzip gekühlt wird.



- Nun wird mit dem Heizpilz die Haarshampoo-Lösung erhitzt. Stelle hierzu den Heizpilz auf Stufe 2.

Beachte: Während die Lösung siedet, kann es durchaus passieren, dass sich Schaum bildet, der in der Destillationsapparatur hoch steigt. Dies schadet nicht den weiteren Untersuchungen.

- Nach etwa einer Stunde kannst du den Heizpilz ausstellen und die Apparatur abkühlen lassen.
- Falls sich noch Destillat in der Apparatur befindet (z. B. im Kühler) kannst du dies vorsichtig in den Auffangkolben geben.

Der Destillat-Auffangkolben wird mit einem Stopfen verschlossen. Das Destillat wird für die weiteren Untersuchungen eingesetzt.

Entsorgung

Die Lösung mit dem Duschgel kannst du ins Waschbecken kippen.

Name:




Datum:

2) Dünnschichtchromatographische (DC-) Analyse des Destillats

Geräte: Bechergläser, Scheidetrichter, Schnappdeckelgläschen, Pipette (10 mL, 1 mL), Heizplatte/Föhn, Glas mit Schraubdeckel, DC-Karten, Mörser, Pistill, Messer, Pinzette

Chemikalien: Destillat aus Versuch 1, Toluol, Ethylacetat, Anisaldehyd-Lösung, Zitrone, Citral-Lösung (10 %ig in Toluol)

Gefahrstoffhinweise

<p>Toluol Leichtentzündlich, Gesundheitsgefahr</p>  <p>H: 225 – 361d – 304 – 373 – 315 – 336 P: 210 – 301+310 – 331 – 302+352</p>	<p>Ethylacetat Leichtentzündlich, Gefahr</p>  <p>H: 225-.319 – 336 P: 210 – 240 – 305+351+338</p>
<p>Anisaldehyd Achtung</p>  <p>H: 302 P: 280</p>	

Durchführung:**i) Aufarbeitung des Destillats**

- Gib das Destillat aus Versuch 1 in den Scheidetrichter und warte einige Zeit, bis sich zwei Phasen gebildet haben. Für die weitere Untersuchung ist die obere Phase relevant.
- Nun lässt du die untere Phase in ein Becherglas laufen. Du solltest darauf achten, dass du ruhig etwas von der oberen Phase mit auslaufen lässt, damit du nun wirklich nur die obere Phase in einem Schnappdeckelgläschen auffängst.
- Verschließe das Schnappdeckelgläschen mit einem Deckel und bewahre es für die weitere Untersuchung auf.

Entsorge die untere Phase in dem Behälter für Lösemittelabfälle.

ii) Herstellen eines Laufmittels für die DC

- Gib in ein Becherglas 9,5 mL Toluol und 0,5 mL Ethylacetat.
- Nun füllst du etwas dieser Lösung (des Laufmittels) in das Glas, sodass der Boden bedeckt ist und verschraubst das Glas mit dem Deckel.
- Diese DC-Kammer lässt du 10 min geschlossen stehen.

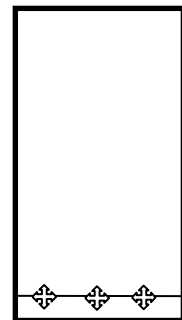
iii) Herstellen einer Vergleichsprobe

- Schneide einige kleine Stücke der Zitronenschale ab und gib sie in den Mörser.
- Gib etwa 3 mL Toluol hinzu und zerreiße die Zitronenschalen im Mörser, bis sich ein Zitronenschalen-Extrakt gebildet hat.
- Die Flüssigkeit kannst du nun mit einer Pipette in ein Gläschen geben.
- Sie dient als Vergleich mit dem Haarshampoo-Destillat.

Die Zitronenschalen kannst du im Müll **entsorgen**.

iv) DC des Haarshampoo-Destillats

- Auf die DC-Karten zeichnest du mit einem Bleistift (nicht zu fest aufdrücken) in einem Abstand von 1 cm vom unteren Rand einen waagerechten Strich. Dies ist die Startlinie für die zu untersuchenden Lösungen. Zeichne 3 kleine Kreuze in gleichen Abständen auf die Startlinie.
- Beschrifte die Kreuze unterhalb der Linie mit H für Haarshampoo-Destillat, Z für Zitronenschalen-Extrakt und C für Citral.
- Gib nun vorsichtig mithilfe der Kapillare kleine Tropfen des Haarshampoo-Destillats, des Zitronenschalen-Extrakts sowie der Referenzlösung Citral (hiervon nur einen Tropfen) auf die Kreuze der Startlinie.
- Warte kurz, bis die Flüssigkeiten getrocknet sind und stelle dann die DC-Karte in das Glas. Hierbei muss die Karte in die Flüssigkeit eintauchen, aber nur bis unterhalb des Strichs. Verschraube das Glas wieder und warte etwa 10-15 min.
- Mit der Pinzette nimmst du die DC-Karte aus dem Glas, sobald das Laufmittel knapp unter dem oberen Rand angekommen ist. Dann markierst du die Höhe bis zu der das Laufmittel geflossen ist durch einen Bleistiftstrich.
- Du kannst nun mit dem Föhn die DC-Karte etwa 10 min lang trocknen oder sie für 10 min auf die Heizplatte bei etwa 100 – 150 °C legen.

**v) Auswertung der DC-Karte**

Was kannst du beobachten wenn die DC-Karte trocken ist?

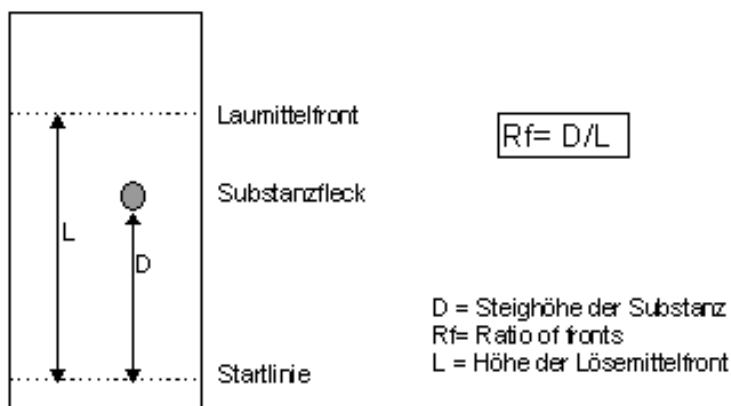
- Markiere die Flecken vorsichtig mit einem Bleistift.

- Jetzt besprühst du die DC-Karte mit einer Anisaldehyd-Lösung und legst sie wieder zum Trocken auf die Heizplatte (100 -150 °C für 10 min) oder trocknest sie etwa 10 min mit dem Föhn.

Beschreibe die Veränderungen auf der DC-Karte!

- Markiere mit einem Bleistift die Flecken, die neu zu sehen sind.

Jeder Bestandteil des Haarshampoo-Destillats und des Zitronenschalen-Extrakts hinterlässt einen Fleck auf der DC-Karte. Jedem dieser Flecke wird ein charakteristischer Wert, der R_f -Wert zugeordnet. Er berechnet sich als Quotient der Entfernung des Flecks von der Startlinie (D) und der Entfernung der Laufmittelfront von der Startlinie (L).



Berechne nun für die gekennzeichneten Flecke die R_f -Werte und bestimme deren Farbe.

Zitronenschalen-Extrakt		Haarshampoo-Destillat		Citral
R_f -Wert	Farbe	R_f -Wert	Farbe	R_f -Wert

Was kannst du mithilfe der Dünnschichtchromatographie über das Haarshampoo-Destillat, den Zitronenschalen-Extrakt und die Citral-Lösung aussagen?

Entsorgung

Gib die Lösung aus dem Glas (Laufmittel) in den Behälter für (halogenfreie) Lösungsmittel.