

Lehrerinformation: Analyse eines Haarshampoos auf Zitronen-Aromastoffe

In den Probe-Versuchsdurchführungen wurde folgendes Produkt verwendet:

GARDNER, Ultra-Beauty-Pflege-Shampoo, Olivenöl & Zitrone

Destillation:

Da in Schulen meist keine umfangreiche Ausstattung zur Wasserdampfdestillation zur Verfügung steht, wurde die Destillation mit einer vereinfachten Apparatur durchgeführt. Da die Destillation etwa eine Stunde dauert empfiehlt es sich, die kleineren Versuche zur Oberflächenspannung und den Tensiden sowie die Redoxtitration während der Destillationsphase von den Schülern durchführen zu lassen. Auch können sie schon das Laufmittel und die DC-Platten vorbereiten.

Dünnschichtchromatographie:

Citral-Lösung, Ansatz für 10 mL (für alle Schülergruppen):

1 mL Citral, 9 mL Toluol

Sprühreagenz/ Anisaldehydlösung, Ansatz für 100 mL (für alle Schülergruppen):

0,5 mL Anisaldehyd, 10 mL Eisessig,
85 mL Methanol, 5 mL konz. Schwefelsäure

Laufmittel, Ansatz für 10 mL (pro Schülergruppe):

9,5 mL Toluol, 0,5 mL Ethylacetat

Um eine relativ gute Referenzprobe zu erhalten, werden Zitronenschalen mit Toluol versetzt und zerrieben. Als weitere Referenzlösung wird die Citral-Lösung aufgetragen, da Citral als Hauptbestandteil im Zitronenöl vorhanden ist.

Bei der DC ist darauf zu achten, dass die DC-Kammer nach der Befüllung mit dem Laufmittel (etwa ½ cm hoch) mit geschlossenem Deckel etwa 15 min stehen gelassen wird. Auf den DC-Platten wird im Abstand von 1 cm vom unteren Rand die Startlinie markiert. Dort werden dann die Substanzen aufgetragen und die Startpunkte ebenfalls markiert. Es sollte darauf geachtet werden, dass möglichst gleich große Portionen aufgebracht werden. Hierzu eignen sich besonders gut kleine Kapillare oder eine Nadel von einer Spritze. Bevor die DC-Platte in das Laufmittel gestellt wird, sollte das Lösungsmittel von der DC-Platte abdampfen können. Nun kann die DC-Platte mit der Startlinie nach unten in die DC-Kammer hineingestellt werden und der Deckel wird wieder verschraubt. Wenn das Laufmittel noch etwa 1 cm vom oberen Rand entfernt ist, wird die Platte herausgenommen und getrocknet. Sofort nach dem

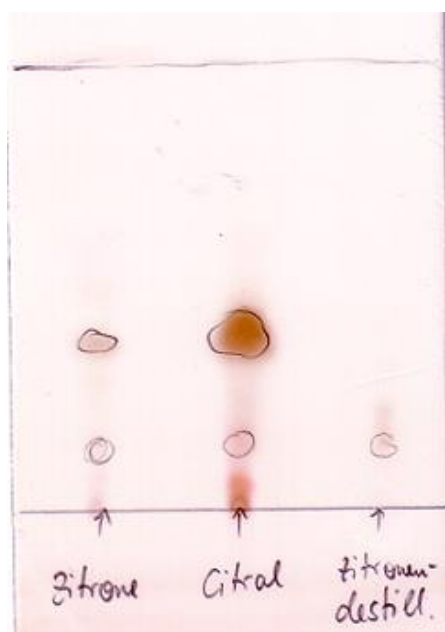
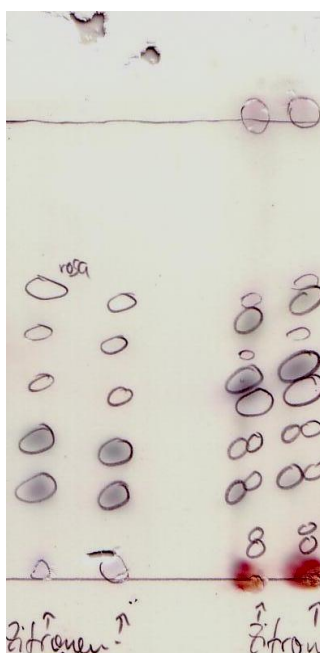
Herausnehmen ist die obere Laufmittelgrenze mit einem Bleistift zu kennzeichnen, damit später die R_f -Werte bestimmt werden können.

Zum Trocknen der DC-Platte eignet sich ein Fön. Hierbei sollte etwa 10 min auf höchster Stufe getrocknet werden. Auch kann die DC-Platte auf einer Heizplatte bei 80-150 °C für etwa 10 min getrocknet werden. Nachdem unter Tageslicht/UV-Licht mögliche Spots gekennzeichnet wurden, wird nun die DC-Platte mit der Sprühreagenz besprüht und anschließend wieder entsprechend getrocknet. Es wird neuerlich unter Tageslicht/ der UV-Lampe nach Spots gesucht und diese ggf. gekennzeichnet.

Für das Haarshampoodestillat bzw. das Zitronenschalenextrakt ergaben sich bei den Probeversuchsdurchführungen folgende Ergebnisse:

Zitronenschalenextrakt		Haarshampoodestillat	
R_f -Wert	Farbe	R_f -Wert, UV	Farbe
0	violett	0	leicht violett
0,18	grau, gelblich	0,18	grau
0,28	grau, blau	0,28	grünlich, grau
0,34	grünlich		
0,42	blau, UV	0,42	gelblich
0,54	grün, gelblich	0,54	leicht rosa
0,60	rosa	0,62	rosa (UV)
1	violett, braun		

Bei Citral ergibt sich als Referenz ein R_f -Wert von 0,32 und eine grau/violette Farbe.



Mögliche Ergebnisse für die DC-Platten mit dem Haarshampoogeldestillat, dem Zitronenextrakt und dem Citral.

Theorie der Dünnschichtchromatographie (DC):

Bei der Dünnschichtchromatographie verwendet man als Trägermaterial für die stationäre Phase Kieselgel (wie auch hier) oder Aluminiumoxid, das mit Gips als Bindemittel auf einer Platte oder Folie aufgetragen worden ist. Eine solche Arbeitsweise gestattet die Trennung von Substanzen, die Papier angreifen, sowie die Anwendung von aggressiven Reagenzien zum Sichtbarmachen der Substanzflecken.

Chromatographische Methoden wurden anfangs ausschließlich für Trennprobleme gefärbter Substanzen verwendet. Da die überwiegende Anzahl organischer Verbindungen farblos ist, müssen zum Verfolgen des chromatographischen Trennvorganges Detektoren eingesetzt werden. Zur Detektion sind Farbreaktionen bei der Dünnschichtchromatographie üblich. Bei der Dünnschichtchromatographie macht man die einzelnen Komponenten durch Besprühen der Dünnschichtplatte mit einem Nachweisreagenz, das mit den Substanzen farbige Verbindungen bildet oder durch Bestrahlung mit UV-Licht (254 nm Fluoreszenzindikator) sichtbar. Zur Charakterisierung wird der R_f -Wert (Ratio of front) herangezogen. Dieser ist für jeden Stoff in einem bestimmten Lösungsmittel eine Stoffkonstante und wird als Quotient der Wanderungsstrecke der Substanz (D) und der Wanderstrecke der Lösungsmittelfront (L) definiert. Durch Extraktion der Flecken ist die Isolierung der einzelnen Komponenten möglich.

