

Name:

Datum:

Analyse eines Duschgels auf Orangen-Aromastoffe

A. Destillation - vereinfachter Aufbau

Geräte:

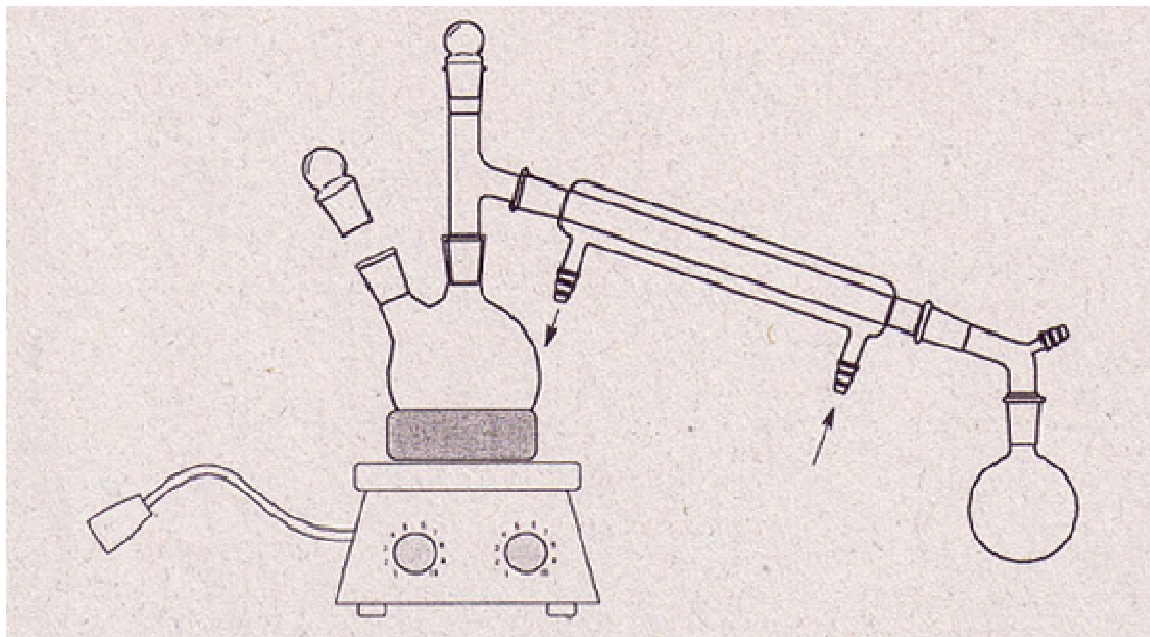
1000 mL Rundkolben, 100 mL Rundkolben, Heizpilz, Kühler, Bechergläser, Messzylinder (100 mL), Pipette (5 mL), Klemmen, Waage, Stopfen für Kolben

Chemikalien:

Duschgel, Wasser, Toluol, Siedesteinchen

Durchführung:

1. Zuerst gibst du etwa 3 g Duschgel in den 1000 mL Rundkolben.
2. Dann fügst du 70 mL destilliertes Wasser und 3 Siedesteinchen hinzu.
3. In den anderen Rundhalskolben (100 mL) gibst du 5 mL Toluol. In diesem Kolben soll das Destillat aufgefangen werden.
4. 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.



5. Nun wird mit dem Heizpilz die Duschgel-Lösung erhitzt. Stelle hierzu den Heizpilz auf Stufe 2.
Beachte: Während die Lösung siedet, kann es passieren, dass sich Schaum bildet, der in der Destillationsapparatur hoch steigt. Dies schadet den weiteren Untersuchungen nicht.
6. Nach etwa einer Stunde kannst du den Heizpilz ausstellen und die Apparatur abkühlen lassen.
7. Falls sich noch Destillat in der Apparatur befindet (z. B. im Kühler), kannst du dies vorsichtig in den Auffangkolben geben.
8. Verschließe den Destillat-Auffangkolben wird mit einem Stopfen. Das Destillat wird für die weiteren Untersuchungen eingesetzt.

Entsorgung

Die Lösung mit dem Duschgel kannst du ins Waschbecken kippen.

B. 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 (20 mL Ethanol + 1 mL konz. Schwefelsäure + 0,5 mL Anisaldehyd), Orangenschale, 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:

Aufarbeitung des Destillats

1. Gib das Destillat aus Versuch 1 in den Scheidetrichter und warte einige Zeit, bis sich zwei Phasen gebildet haben. Für die weitere Untersuchung wird die obere Phase eingesetzt.
2. 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.
3. Verschließe das Schnappdeckelgläschen mit einem Deckel und bewahre es für die weitere Untersuchung auf.
4. Entsorge die untere Phase in dem Behälter für Lösemittelabfälle.

Herstellung eines Laufmittels für die DC

5. Gib in ein Becherglas 9,5 mL Toluol und 0,5 mL Ethylacetat.
6. Nun füllst du etwas dieser Lösung (des Laufmittels) in das Glas, sodass der Boden bedeckt ist und verschraubst das Glas mit dem Deckel.

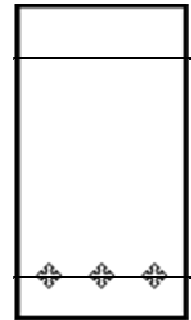
7. Diese DC-Kammer lässt du 10 min geschlossen stehen.

Herstellen einer Vergleichsprobe

8. Schneide ein ca. 1-Euro-großes Stück der Orangenschale sehr klein und gib es in den Mörser.
9. Füge mit der Pasteurpipette 1,5 mL Toluol hinzu und zerreiße die Orangenschalen mit dem Pistill im Mörser, bis sich ein Extrakt gebildet hat.
10. Fülle die Flüssigkeit mit der Pipette in ein Gläschen.
11. Sie dient als Vergleich mit dem Duschgel-Destillat.
12. Lass das Toluol im Abzug von den Orangenschalen abdampfen und entsorge die Schalen dann im Müll.

DC des Duschgel-Destillats

13. 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 Striche in gleichen Abständen auf die Startlinie.
14. Beschrifte die Striche unterhalb der Linie mit D für Duschgel-Destillat, O für Orangenschalen-Extrakt und C für Citral.
15. Gib nun vorsichtig mithilfe der Kapillare kleine Tropfen des Duschgel-Destillats, des Orangenschalen-Extrakts sowie der Referenzlösung Citral (hiervon nur einen Tropfen) auf die Kreuze der Startlinie.
16. 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.
17. 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.
18. 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.



Auswertung der DC-Karte

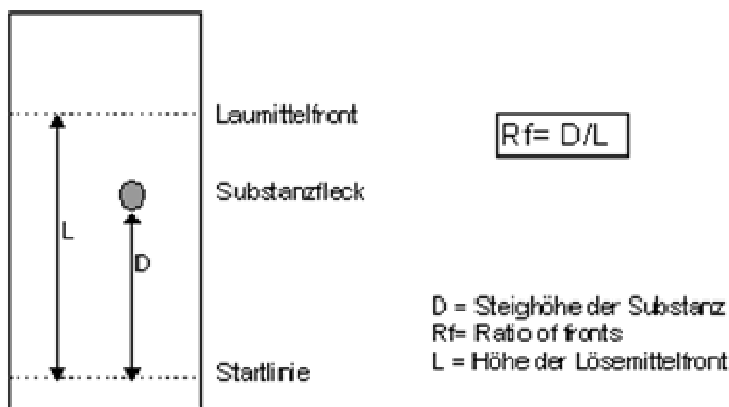
19. Was kannst du beobachten wenn die DC-Karte trocken ist?

20. Jetzt besprühst du die DC-Karte mit einer Anisaldehyd-Lösung und legst sie wieder zum Trocknen 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?

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

Jeder Bestandteil des Duschgel-Destillats und des Orangenschalen-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.

Orangenschalen-Extrakt		Duschgel-Destillat		Citral
R_f -Wert	Farbe	R_f -Wert	Farbe	R_f -Wert

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

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