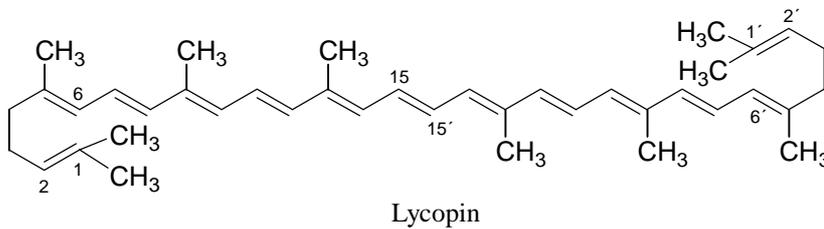


# Dünnschichtchromatographie (DC) von Pflanzenfarbstoffen

Macroscale



Extraktion
DC

## Chemikalien:

Tomatenmark: 4.0 g

Aceton: 10 ml

Dichlormethan: 30 ml

Natriumchlorid

Calciumchlorid (wasserfrei)

Hexan

Cyclohexan

Toluol

Ethanol

## A: Isolierung von Farbstoffen (Lycopin etc.) aus Tomaten

### Durchführung:

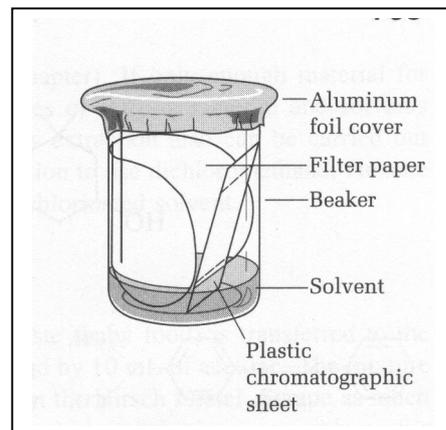
In ein kleines Becherglases werden 4.0 g Tomatenmark eingewogen und anschließend mit 10 mL Aceton versetzt. Die Mischung wird mehrere Minuten gründlich mit dem Spatel gerührt und dann filtriert. Das Tomatenmark wird im Trichter gut ausgedrückt, anschließend wird das Filtrat in einen kleinen Erlenmeyerkolben gegossen. Das Tomatenmark wird wieder in das Becherglas überführt, im Abzug gründlich mit 10 mL Dichlormethan verrührt und filtriert. Das Filtrat wird zum Aceton-Extrakt im Erlenmeyerkolben gegeben. Diese Extraktion mit Dichlormethan wird noch zweimal wiederholt. Die vereinigten Filtrate werden in einen Scheidetrichter mit Wasser und Natriumchlorid (etwa gesättigte Lösung, vermindert Emulsionsbildung) vorsichtig, aber gründlich ausgeschüttelt. Dabei werden Aceton und wasserlösliche Komponenten von den in Dichlormethan löslichen Carotinoiden getrennt. Die farbige organische Phase läßt man in einen 50 ml Spitzkolben laufen, gibt langsam so viel wasserfreies Calciumchlorid zu, bis keine Verklumpungen des Trockenmittels mehr auftreten und trocknet im verschlossenen Kolben unter häufigem Schütteln ca. 20 Minuten lang. 1 ml dieser Lösung wird für die Dünnschichtchromatographie abgetrennt und im verschlossenen Kolben unter Stickstoff aufbewahrt. Der Rest der Lösung wird vom Trockenmittel abfiltriert oder dekantiert, am Rotationsverdampfer ohne Vakuum bis auf 2-3 ml eingengt, das Konzentrat in ein vorher genau gewogenes kleines Becherglas überführt, der Kolben mit **wenig** Dichlormethan ausgespült (ebenfalls in das Becherglas) und im Abzug der Rest des Lösungsmittels mit Stickstoff (Pasteurpipette vorne auf den Stickstoffschlauch) abgeblasen. Die Menge des Extrakts wird durch Gegenwiegen bestimmt.

## B: Dünnschichtchromatographie

### Dünnschichtchromatographie (DC) von Lycopin

Von einer mit Kieselgel beschichteten DC-Alufolie werden vorsichtig Streifen von ca. 25 mm Breite und 70 mm Länge abgeschnitten.

Zum Auftragen der Farbstofflösung erhitzt man ein Schmelzpunktröhrchen in der Mitte in der Flamme, bis das Glas weich wird, nimmt es dann aus der Flamme und zieht es einige Zentimeter auseinander. Dadurch sollte in der Mitte eine weniger als 0,5 mm dünne Kapillare entstehen. Man bricht diese Kapillare an einer geeigneten Stelle und versucht, eine möglichst gerade Bruchstelle zu erreichen; evtl. muss die Bruchstelle mit feinem Schleifpapier nachbearbeitet werden. Mit dieser Kapillare trägt man nebeneinander drei Flecken von je ca. 1-2 mm Durchmesser im Abstand von ca. 10 mm vom unteren DC-Plattenrand und ca. 8mm vom Seitenrand auf, ohne die DC-Schicht zu verletzen. Die Auftraglinie wird seitlich an der Folie mit kurzen Bleistiftstrichen markiert. Zwei Flecken (spots) konzentriert man durch mehrmaliges Auftragen der gleichen Lösung (noch einmal bzw. noch zweimal).



Vorher hat man den Boden eines 150 ml Becherglases etwa 5 mm hoch mit dem Lösungsmittelgemisch (zuerst Hexan / Aceton im Vol-Verhältnis 80:20) bedeckt, das auch für die Trennung verwendet wird, und einen Rundfilter einmal gefaltet und so gebogen, dass er sich der Innenwand des Becherglases anpasst; er soll mithelfen, die Atmosphäre der "DC-Kammer" mit Lösungsmitteldämpfen zu sättigen. Die Kammer wird mit einem Uhrglas oder mit Alufolie verschlossen. In die so vorbereitete Kammer wird die Dünnschichtfolie mit den Pflanzenfarbstoffen eingestellt und so lange darin stehen lassen, bis die Lösungsmittelfront sich bis auf etwa 8 mm dem oberen Rand der Folie genähert hat. Die Folie wird herausgenommen und sofort die Position der Lösungsmittelfront mit Bleistift markiert.

Die Laufstrecken der auf der entwickelten DC-Folie erkennbaren Farbstoffe werden mit einem Lineal ausgemessen und die  $R_f$ -Werte nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$R_f \text{ (ratio of fronts)} = \frac{\text{Laufstrecke von Start bis Mitte Substanzfleck}}{\text{Laufstrecke Start bis Lösungsmittelfront}}$$

Es wird eine Tabelle angefertigt mit  $R_f$ -Werten und Farben der Farbstoffflecken.

Probieren Sie mit weiteren DC-Folien und dem gleichen Farbstoffgemisch zusätzlich die folgenden Lösungsmittel aus:

Cyclohexan

Toluol und

Hexan / Ethanol in verschiedenen Mischungsverhältnissen (Beobachtung?).