

Isolierung eines Naturstoffes aus Weizenmehl

Geräte:

Standardgeräte, Kochen unter Rückfluss, Filtration, Umkristallisation

Chemikalien:

- Backmehl (Typ 405) (50 g)
- Salzsäure konz. (150 mL)
- Aktivkohle
- Celite

Warnhinweise:

Informieren Sie sich - z.B. in der Ihnen ausgehändigten „Allgemeine Gefahstoffliste“- über die Gefahren im Umgang mit den von Ihnen zu verwendenden Lösungsmitteln und Chemikalien!

Konz. Salzsäure verursacht Verätzungen und reizt die Atmungsorgane.

Ausführung:

50 g Backmehl werden zunächst mit destilliertem Wasser aufgeschlämmt und anschließend mehrmals mit Wasser gewaschen bis die Waschlösung eine klare Flüssigkeit bildet. Anschließend wird der zähe gummiartige Klumpen in konz. Salzsäure (150 mL) unter Rühren für 6 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Lösung mit etwa 10 g Aktivkohle versetzt und über einen Büchnertrichter abgesaugt (evtl. Celite als Filtrationshilfe verwenden). Die Rückstände werden mit wenig konzentrierter Salzsäure gewaschen.

Anschließend wird das leicht gelbliche Filtrat am Rotationsverdampfer auf das halbe Volumen eingengt und über Nacht im Eisfach zur Kristallisation gebracht. Der Feststoff wird abgesaugt und die Mutterlösung anschließend im Vakuum weiter eingengt und erneut über Nacht im Eisfach zur Kristallisation gebracht.

Ausbeute (roh): g entsprechen Gew. %

Die vereinigten leicht gelben Rohprodukte werden nun in 20 mL heißem Wasser gelöst und abermals mit ca. 0.5 g Aktivkohle und 16 mL konz. Salzsäure entfärbt. Nach dem Abfiltrieren der Aktivkohle wird die Mutterlösung über Nacht im Eisfach gekühlt und der Feststoff am nächsten Morgen abgesaugt.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Namen und Strukturformel der Substanzen an, welche Sie als Produkt erwarten!
2. Erläutern Sie kurz die durchzuführenden Schritte. Wozu dient die Aktivkohle?
3. Was ist Celite und wofür dient es im Allgemeinen?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produktes und zu dessen Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Bestimmen Sie unter der Annahme, dass Sie den gesamten Naturstoff extrahiert haben, den Gehalt an diesem Stoff in %! Vergleichen Sie mit entsprechenden Literaturwerten!
6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!

Literatur:

King, H. et al. *Organic Synthesis Coll. Vol. 1* **1941**, 1, 286.