

Isolierung eines Naturstoffes aus Orangenschalen

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Wasserdampfdestillation

Geräte:

Standardgerät und Wasserdampfkanne

Chemikalien:

- dest. Wasser
- *tert*-Butylmethylether

Warnhinweise:

Für *tert*-Butylmethylether siehe „Allgemeine Gefahstoffliste“.

Ausführung:

Die Schalen von 1 kg Orangen pro 4er-Gruppe werden gewogen, aufgeteilt und mit einem Mixer (zu Hause) oder Schere zerkleinert, in einen 1-L-Dreihalskolben überführt und mit wenig Wasser überschichtet. Der Kolben wird an eine einfache Destillationsapparatur angeschlossen, deren 250-mL-Vorlagekolben mit einem Eis/Wasser-Bad gekühlt wird (*Warum wird das Eis mit Wasser versetzt?*).

Es werden gleichzeitig die Mischung im Kolben und das Wasser in der Wasserdampfkanne mit einer Kochplatte zum Sieden erhitzt. Der Dampf sollte auf den Boden des Destillationskolbens geleitet werden. Während der Destillation kann über den einen Hals des Dreihalskolbens die abdestillierte Menge an Wasser ergänzt werden.

Die Destillation ist beendet, wenn ein klares Destillat übergeht (*wechseln Sie zur Beurteilung den Vorlagekolben; welche Möglichkeit gibt es noch um das Destillationsende festzustellen?*).

Das Destillat wird in einem Scheidetrichter mit ca. 20 mL *tert*-Butylmethylether versetzt und extrahiert. Nach dem Trennen der Phasen wird diese Prozedur mit der wässrigen Phase noch zweimal wiederholt. Die wässrige Phase wird verworfen (*Wie wird festgestellt, welches die wässrige und welches die organische Phase ist?*) und die etherische über MgSO₄ ca. 20 min getrocknet.

Das Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingengt und in einen kleinen tarierten Kolben überführt. Im Vakuum wird bis zur Trockene eingengt, sodass ein öliges Rückstand im Kolben zurückbleibt. Durch erneutes Wiegen des Kolbens wird die Menge der Substanz ermittelt und die Gewichtsprozentage relativ zur Einwaage der Schalen errechnet.

Ausbeute: g entsprechen Gew. %

n_D^{20} :

Zur Reinigung wird das Öl einer Vakuumdestillation unterworfen.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C / mbar

Fragen vor Ausführung des Versuches:

1. Geben Sie Namen und Strukturformel der Substanz an, welche Sie als Produkt erwarten!
2. Informieren Sie sich über die Bedeutung etherischer Öle und ihrer Vorkommen in Naturprodukten. Zu welcher Verbindungsklasse gehören diese Verbindungen häufig? Geben Sie einige repräsentative Beispiele!
3. Erläutern Sie das Prinzip der Wasserdampfdestillation. Worin besteht der Vorteil dieses Verfahrens gegenüber der normalen Destillation?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produktes und zu dessen Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuches:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!
6. Wozu kann die gewonnene Substanz verwendet werden? Praktische Anwendung?