

Isolierung eines Naturstoffes aus Tee

Geräte:

Standardgeräte, Soxhletapparatur, evtl. Sublimationsapparatur, Metallbad, Ölpumpe

Chemikalien:

- Teepulver (40 g)
- Magnesiumoxid (25 g)
- Ethanol (ca. 200 mL)
- konz. H₂SO₄ (12 mL)
- Chloroform (100 mL)
- verd. NaOH

Warnhinweise:

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

Die Dämpfe des verflüssigten Metallbades und das Metallbad selbst sind giftig. Das Bad darf daher nur im Abzug gehandhabt werden.

Ausführung:

40 g Tee werden im Mörser fein pulverisiert, in einem 250-mL-Rundkolben mit ca. 200 mL Ethanol versetzt und *mindestens* 6 Stunden extrahiert. Machen Sie sich mit der Wirkungsweise des Extraktors vertraut! Achten Sie insbesondere darauf, dass ausreichend Lösungsmittel vorhanden ist! (*Was passiert wenn zu wenig Lösungsmittel verwendet wird?*).

Nach der Feststoffextraktion wird der alkoholische Auszug zu einer Aufschlammung von 25 g Magnesiumoxid in 150 mL Wasser gefügt und bis zur Trockene eingengt. Der pulvrige Rückstand wird einmal mit 250 mL, dann noch dreimal mit je 125 mL Wasser ausgekocht und heiß abgesaugt.

Die vereinigten wässrigen Auszüge werden nach Zugabe von 12 mL konz. Schwefelsäure auf etwa ein Drittel eingedampft, wenn nötig noch heiß von einem sich zuweilen bildenden flockigen Niederschlag abfiltriert und dann fünfmal mit je 20 mL Chloroform ausgeschüttelt.

Die hellgelbe Chloroform-Lösung wird mit einigen mL verdünnter Natronlauge, dann mit ebenso viel Wasser gewaschen und eingedampft.

Ausbeute (roh): g Schmp.: °C

Das zurückbleibende Rohprodukt wird aus wenig heißem, Wasser umkristallisiert.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Das erhaltene Rohprodukt kann auch durch Sublimation gereinigt werden. Dazu wird die Substanz in eine Sublimationsapparatur überführt. (*Überlegen Sie sich eine Strategie, wie Sie das am besten quantitativ bewerkstelligen können! Alternativ kann die Sublimation auch im Kugelrohrföfen durchgeführt werden. Wenn Sie diesen verwenden wollen, lassen Sie sich von Ihrem Assistenten einweisen!*).

Vorsichtig: Die Kolben des Kugelrohrföfens sind sehr teuer!

Die Substanz ist nur in Wasser oder Ethanol nennenswert löslich.

Die Sublimationsapparatur wird an einen Ölpumpenstand (bestehend aus Ölpumpe, Manometer und Kühlfalle) angeschlossen. Machen sie sich mit der Bedienung des Pumpstands vertraut und evakuieren Sie vorsichtig die Sublimationsapparatur (*Wenn Sie zu schnell evakuieren, kann die Substanz aufgewirbelt werden*).

Die Apparatur wird zusammen mit einem Laborthermometer vorsichtig in ein knapp oberhalb des Schmelzpunktes erwärmtes Metallbad getaucht und nach dem Anschalten des Kühlwassers langsam auf etwa 200-220 °C hochgeheizt. Dabei sublimiert die Substanz an den Kühlfinger. U. a. ist es dabei zweckmäßig, die Sublimation einige Male zu unterbrechen, um das sublimierte Produkt vom Kühlfinger abzuschaben. Nach dem Ende der Sublimation wird die gesamte vom Kühlfinger abgeschabte Substanz vereinigt und ausgewogen. Entfernen Sie Thermometer und Sublimationsapparatur aus dem Metallbad, bevor diese wieder fest wird! Andernfalls zerbricht das Thermometer sehr leicht.

Hinweise:

- Vermeiden Sie es, die genannten Geräte bei der Sublimation zu großen Temperatursprüngen auszusetzen!
- Reste des Metallbades lassen sich durch Abschaben von den Geräten entfernen.

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 insbesondere das Mischen und Erhitzen bis zur Trockene mit Magnesiumoxid?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produktes und zu dessen Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

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

Literatur:

Römpf's Chemielexikon;

Gattermann, Wieland: *Die Praxis des organischen Chemikers*, deGruyter.