

Isolierung eines Naturstoffes aus Kakao

Geräte:

Standardgeräte, Sublimationsapparatur, Ölpumpe

Chemikalien:

- Kakaopulver (20 g)
- Magnesiumoxid (6 g)
- Diethylether (ca. 450 mL)
- Cyclohexan (100 mL)

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 sind giftig. Das Bad darf daher nur im Abzug gehandhabt werden. Achten Sie darauf, dass Thermometer vor dem vollständigen Abkühlen des Metallbades zu entfernen.

Ausführung:

20 g Kakaopulver werden zum Entölen in einem 250 mL Rundhalskolben mit aufgesetzten Rückflusskühler mit 100 mL Cyclohexan nach Hinzufügen eines Rührkerns eine Stunde unter Rückfluss ausgekocht. Nach dem Abkühlen wird abgesaugt und das Pulver im Vakuum (Trockenpistole oder Exsikkator) getrocknet (*Temperatur?, Trockenmittel?*).

Das völlig trockene Pulver wird in einer Porzellanschale mit 6 g Magnesiumoxid innig vermischt und darauf mit 50 mL Wasser zu einer homogenen Paste verrieben. Die Paste wird in einem Erlenmeyer auf dem Wasserbad unter gelegentlichem Umrühren bis zur Trockene abgedampft. Danach wird ausgiebig im Exsikkator über Calciumchlorid getrocknet (*Warum?*).

Die erhaltenen Brocken werden fein zerkleinert und in die Extraktionshülse eines Soxhlet-Extraktors eingefüllt. Es wird für mindestens 24 h mit Diethylether extrahiert (24 h-Abzug im Vorbereitungsraum). Machen Sie sich mit der Wirkungsweise des Extraktors vertraut! Achten Sie insbesondere darauf, dass ausreichend Lösungsmittel vorhanden ist, sodass der Kolben niemals trocken laufen kann! Die verwendete Extraktionshülse muss so lang sein, dass sie bei den Extraktionszyklen niemals mit dem Ether völlig überschwemmt wird!

Am Ende der Extraktion enthält der Kolben bereits einen Niederschlag. Engen Sie die Mischung am Rotationsverdampfer ein (*Welches Vakuum wollen Sie anlegen?*)! Achten Sie darauf, dass der Niederschlag möglichst nicht an der Kolbenwand festklebt. Lässt sich dies nicht vermeiden, so versuchen Sie, wenigstens in einen kleinstmöglichen Kolben zu überführen! Der Etherextrakt enthält noch eine weitere Substanz (*Welche?*), die im Gegensatz zu Ihrem Produkt in Ether gut löslich ist.

Deshalb wird die Mischung nicht bis zur Trockene abgedampft, sondern filtriert, wenn das Volumen noch etwa 50 mL beträgt (Klebt alles an der Kolbenwand, so reicht auch dekantieren). Der Rückstand wird im Vakuum vom restlichen Lösungsmittel befreit.

Ausbeute (roh): g Schmp.: °C

Das erhaltene Rohprodukt wird 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, Aceton oder Ethanol nennenswert löslich. Die Apparatur 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 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. Unter Umständen 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.

Ausbeute (roh): g Schmp.: °C

Hinweise:

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 Erhitzen mit Magnesiumoxid?
3. Welche Gefahr besteht, wenn nachträglich ein Siedesteinchen in eine bereits erhitzte Lösung gegeben wird? Erläutern Sie, wie in diesem Fall korrekt zu verfahren ist!
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 des Kakaopulvers an diesem Stoff in %! Vergleichen Sie mit entsprechenden Literaturwerten!
6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!

Literatur:

Römpf's Chemielexikon;
Gattermann, Wieland: *Die Praxis des organischen Chemikers*, deGruyter-Verlag.