

Isolierung eines Naturstoffes aus Gewürznelken

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Wasserdampfdestillation

Geräte:

Standardgeräte und Mörser

Chemikalien:

- Gewürznelken (10 g)
- *tert*-Butylmethylether (100 mL)
- Benzoylchlorid (1 mL)
- Natriumhydroxid
- Methanol

Warnhinweise:

Benzoylchlorid ist tränenreizend. Für die Lösungsmittel siehe „Allgemeine Gefahstoffliste“. Der 2. Versuchsteil ist unbedingt im Abzug auszuführen.

Ausführung:

Teil 1: Isolierung des Naturstoffes

10 g Gewürznelken werden in einem Mörser fein zerrieben und in einem 500 mL Dreihalskolben mit 150 mL Wasser versetzt. Der Kolben wird an eine einfache Destillationsapparatur angeschlossen, deren Vorlagekolben (250 mL) in einem Eis/Wasser-Bad gekühlt wird (*Warum wird das Eis mit Wasser versetzt?*). Der Kolbeninhalt wird nun bis zum Sieden erhitzt bis das Destillat übergeht. Während der Destillation wird die abdestillierte Menge Wasser fortlaufend ergänzt. Die Destillation ist beendet, wenn klares Destillat übergeht (wechseln Sie zur Beurteilung den Vorlagekolben!).

Das Destillat wird in einem Scheidetrichter zweimal mit jeweils ca. 50 mL *tert*-Butylmethylether extrahiert und die wässrige Phase wird verworfen (Bei schlechter Phasentrennung ggf. aussalzen). Die vereinigten organischen Phasen werden mit wenig wasserfreiem Natriumsulfat zur Trocknung versetzt, geschüttelt oder gerührt und nach kurzem Stehenlassen filtriert. Das Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingeeengt und in einen kleineren tarierten Kolben überführt. Der Rest des Lösungsmittels wird am Rotationsverdampfer abgezogen, worauf ein öliger Rückstand im Kolben zurückbleibt. Durch erneutes

Wiegen des Kolbens wird die Menge der Substanz ermittelt und das Gewichtsprozent relativ zur Einwaage der Gewürznelken errechnet.

Ausbeute: g entsprechend Gew.%

n_D^{20} :

Teil 2: Darstellung eines Derivates des Naturstoffes (**nicht für Grundpraktikum**)

0.5 g des Rohproduktes werden in einem kleinen Rundkölbchen mit Magnetrührkern in 5 mL Wasser suspendiert und mit einem Tropfen einer Lösung von wenig Methylrot in Aceton sowie 1 mL Benzoylchlorid versetzt.

Hinweis:

Für das Gelingen dieses Versuches ist es entscheidend, die Reaktionslösung nach Zugabe des Benzoylchlorids unter ständiger Kontrolle im Sinne der nachstehenden Vorschrift zu halten! Insbesondere darf der Versuch bis zum Absaugen des Produkts nicht unterbrochen werden.

Unter kräftigem Rühren wird die Lösung mit ca. 5 N Natronlauge (vorher herstellen!) bis zum Umschlagspunkt des Indikators titriert. Die bei fortwährendem Rühren weiterhin sauer reagierende Lösung wird nun fortlaufend mit der Lauge genau am Umschlagspunkt des Indikators gehalten (*Verdünnen Sie falls erforderlich die Lauge entsprechend!*), bis auch nach 15 min weiterem Rühren keine weitere Säure mehr entwickelt wird.

Falls hierbei kein Niederschlag ausfällt, wird zusätzlich mit einem Glasstab an der Kolbeninnenseite gekratzt.

Wird auch hierbei kein Niederschlag erhalten, so wird die wässrige Phase (*Welche ist das?*) abpipettiert und der Rückstand mit Methanol versetzt. Es wird mit einer kleinen tarierten Nutsche abgesaugt (ganz feines Filterpapier benutzen) und nach dem Trocknen im Exsikkator über Calciumchlorid die Rohausbeute bestimmt.

Ausbeute (roh): g

Es wird aus wenig Methanol umkristallisiert.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. 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!
2. Erläutern Sie das Prinzip der Wasserdampfdestillation. Worin liegt der wesentliche Vorteil dieses Verfahrens gegenüber der normalen Destillation?
3. Formulieren Sie die Reaktion des 2. Versuchsteils.

Hinweis:

**Es handelt sich um die Derivatisierung eines Phenols mit Benzoylchlorid.
Wie heißt die Reaktion?**

4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und zu deren Struktursicherung!
5. Berechnen Sie die Menge an Natriumhydroxid, die benötigt wird, um 39 mL eine 5 N Natronlauge herzustellen!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

6. Sichern sie die Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanzen entsprechend Frage 4.

Literatur:

--