

1-25 Isolierung eines Naturstoffes aus Gewürznelken

Arbeitstechniken und Methoden: Standardverfahren, Wasserdampfdestillation

Geräte: Standardgeräte, Mörser oder Mühle

Chemikalien:

Gewürznelken (10 g), Diethylether (20 ml), Benzoylchlorid (1 ml), Natriumhydroxid, Methanol

Warnhinweise:

Benzoylchlorid ist tränenreizend.

Ausführung:

1. Isolierung des Naturstoffes:

10 g Gewürznelken werden in einer elektrischen Mühle (Raum 31.02) oder einem Mörser fein zerrieben und in einem 500-ml-Dreihalskolben mit 150 ml Wasser versetzt. Der Kolben wird mit einem Tropftrichter (250 ml) versehen und 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 zum Sieden erhitzt bis das Destillat übergeht. Während der Destillation wird durch den Tropftrichter 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 mit 2 Portionen von jeweils ca. 10 ml Diethylether extrahiert und die wässrige Phase verworfen. Die vereinigten organischen Phasen werden mit wenig wasserfreiem Natriumsulfat zur Trocknung versetzt, geschüttelt oder gerührt und nach kurzem stehen lassen filtriert. Das Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingengt und in einen kleinen 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 die Gewichtsprozent relativ zur Einwaage der Gewürznelken errechnet. bestimmen Sie die erhaltene Menge und den Brechungsindex.

2. Darstellung eines Derivats des Naturstoffes:

0,5 g des Rohprodukts 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 der 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! Unterschätzen Sie den Zeitbedarf für diese Umsetzung nicht! Rechnen Sie mit mindestens 3 Stunden! Beginnen Sie die Reaktion also am besten am Anfang eines Praktikumsstages! Da es sich um eine Mehrphasenreaktion handelt, beschleunigt kräftiges Rühren die Reaktion.

Unter kräftigem Rühren wird die Lösung mit ca. 5 %iger 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 Minuten weiterem Rühren keine weitere Säure mehr entwickelt wird. Die Mischung wird im Eis/Wasser-Bad gekühlt. Falls hierbei nicht spontan ein 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 und nach dem Trocknen im Exsiccator über Calciumchlorid die Rohausbeute bestimmt.

Ausbeute (roh): g

Es wird aus wenig Methanol umkristallisiert.

Ausbeute (rein): g Schmp.: °C

Fragen vor 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 diese Reaktion?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und zu deren Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanzen entsprechend Frage 4!
6. Geben Sie den prozentualen Gehalt des im ersten Teil extrahierten Stoffes in den Nelken an! Vergleichen Sie mit Literaturwerten!