



PROTOKOLL ORGANISCHE CHEMIE III

Gewinnung von ätherischen Ölen aus Naturstoffen

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank

Protokollführer:	Roman-Luca Zank
Datum der Versuchsdurchführung:	05.11.2020
Abgabe:	07.11.2020

Merseburg den 07.11.2020

1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch werden aus handelsübliche Nelkenblüten die ätherischen Öle extrahiert und charakterisiert. Wesentliche Arbeitsmethoden sind bei diesem Versuch die Wasserdampfdestillation, das Extrahieren, sowie das Rotationsverdampfen. Die ätherischen Öle der Nelken werden massenspektroskopisch per Gaschromatografie analysiert.

Die Hauptkomponenten der ätherischen Öle der Nelke, die in diesem Versuch extrahiert wurden, wird nach Recherchen mit den Verbindungen *Eugenol* und *Eugenolacetat* beschrieben [1, 2].

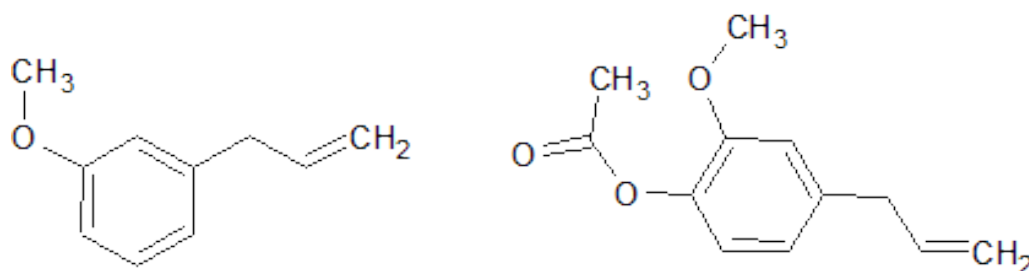


Abb. 1: Strukturformeln der Verbindungen Eugenol und Eugenolacetat

2 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- Magnetrührer mit Rührfisch
- 250 mL-Messzylinder
- 2 L-Einhalsrundkolben
- 1 L-Zweihalsrundkolben
- Rundkolben für Destillat
- großer und kleiner Scheidetrichter
- Glastrichter
- großer Kunststofftrichter
- Filterpapier
- Laborschlagmühle
- Gaschromatograf
- Wasserschläuche
- LIEBIG-Kühler
- Hebebühne
- Heizpilze für Rundkolben
- Verbindungsschlauch für Rundkolben
- Thermometer
- Löffel und Spatel
- 90 °-Vakuum-Destillations-Adapter
- Watte

Proben/Chemikalien:

- 25 g Nelkenblüten
- Cyclohexan
- destilliertes Wasser
- Natriumsulfat
- 100 mL gesättigte Natriumchlorid-Lösung

3 Versuchsdurchführung

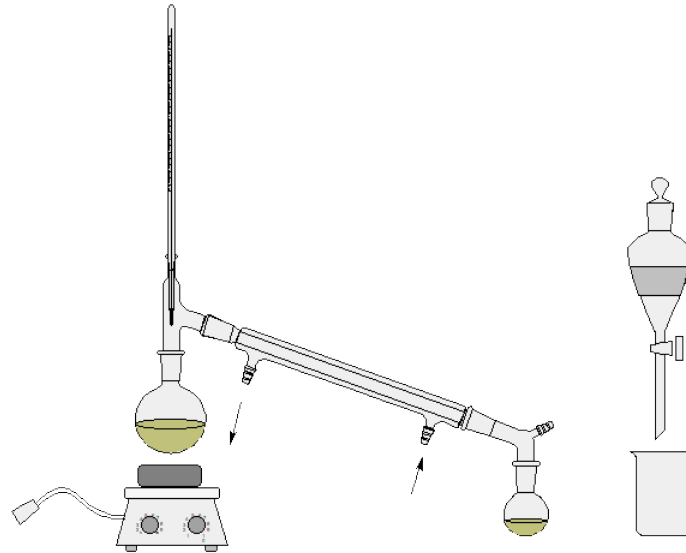


Abb. 2: Schematischer Versuchsaufbau der Naturstoffextraktion

Durchführung:

Der Versuch begann mit der Einwaage von 25,03 g handelsüblichen Nelkenblüten. Diese wurden mittels elektrischer Laborschlagmühle fein zu einem Pulver zerkleinert. Daraufhin wurde das Nelkenblütenpulver zusammen mit 200 mL destilliertes Wasser in einen 1 L-Zweihalskolben gegeben. Es erfolgte der restliche Aufbau der Destillationsapparatur mit LIEBIG-Kühler, Thermometer, einem zu $\frac{2}{3}$ 2 L-Rundkolben gefüllt mit vorgewärmten destillierten Wasser und einem Auffangkolben für das Destillat. Zusätzlich wurden dem 2 L-Kolben vier Siedesteinchen zugegeben.

Das Thermometer zeigte zu Beginn des Versuches eine Temperatur von 22 °C.

Nun wurden der 2 L-Kolben mit dem Wasser und der 1 L-Kolben mit der Nelkenpulver Suspension jeweils mit einem Heizpilz erwärmt. Sobald das Wasser im 2 L-Einhalskolben siedete, wurden beide Rundkolben über einen Schlauchstück-Aufsatz miteinander verbunden, sodass der Wasserdampf nun in den Kolben der Nelkensuspension gelangt.

Nach fünf Minuten ist am Thermometer eine Temperatur des austretenden Dampfes von 98 °C abzulesen und die Suspension mischte sich stark mit dem Wasserdampf. Im LIEBIG-Kühler kondensierte sich der Dampf aus und der Rundkolben füllte sich langsam mit einer weiß-trüben Emulsion.

Im weiteren Verlauf der Wasserdampfdestillation wies die Temperatur einen Wert 100 °C des austretenden Dampfes auf. Die Temperatur wurde daraufhin nun ca. alle zehn Minuten überprüft und blieb konstant bei den genannten 100 °C. Nach dem der erste Auffangkolben fast gefüllt war, wurde die erste Fraktion im Eisbad gekühlt und ein weiterer Auffangkolben moniert. Es ließ sich beobachten, dass die 2. Fraktion ebenfalls als weiß-trüb beschrieben lässt und eine Stunde nach Beginn der Wasserdampfdestillation befand sich im Destillat keine Trübung mehr. Die zweite Fraktion wurde nun ebenfalls gekühlt, welche optisch gleich der 1. Fraktion erscheint.

Isolierung und Reinigung:

Nach der durchgeführten Wasserdampfdestillation wurde die Apparatur abgebaut und der Inhalt der beiden Auffangkolben in den großen Scheidetrichter zusammen mit 20 mL Cyclohexan gegeben.

Nach dem ersten Schütteln im Scheidetrichter bildete sich eine feine Emulsion aus Cyclohexan, den ätherischen Ölen und Wasser. Um die ätherischen Öle im Cyclohexan Zwang zu lösen, wurden diese mittels Zugabe von 100 mL gesättigte Natriumchlorid-Lösung aus dem Wasser verdrängt und der Scheidetrichter nun erneut geschüttelt. Im Scheidetrichter war nun oberhalb eine ölige Phase und unterhalb die restliche Wasser-Öl-Emulsion zu beobachten. Es erfolgte das Abscheiden der Cyclohexan-Öl-Mischung.

Die Extraktion wird auf diese Weise, ohne weitere Zugabe von Natriumchlorid-Lösung weitere zwei Mal wiederholt, bis lediglich eine erkennbare Emulsionsphase übrig blieb. Das Extrakt aus Cyclohexan und ätherischen Öl wurde nun mit acht gehäuften Spatelspitzen Natriumsulfat versetzt, um das Wasser aus dem Cyclohexan zu binden. Die trübe Cyclohexan-Öl-Mischung wurde dadurch klar.

Danach wurde sich abgesetzten Natriumsulfat mittels Watte und Glastrichter abfiltriert. Es folgte die Destillation im Rotationsverdampfer bei 70 °C und 265 mbar Absolutdruck.

In dieser Zeit wird ein weiterer, kleinere Kolben ergänzend mit 33,796 g leer eingewogen. Die vordestillierte Lösung wurde in den kleineren Kolben gegeben und erneut bei 70 °C und 265 mbar Absolutdruck wiederholt destilliert. Nach zehn Minuten erfolgte eine Anpassung der Temperatur und des Druckes auf 60 °C und 200 mbar. Nach weiteren zehn Minuten wurden der Auffangbehälter für das Cyclohexan in den organischen Abfällen entsorgt und die Destillation erneut begonnen. Die eingestellte Temperatur betrug 60 °C und der Druck 80 mbar absolut.

Nach dem die Destillation durch die Laborbetreuung als abgeschlossen galt, wurde die Lösung in den vorgewogenen Rundkolben gegeben und es ließen sich 37,676 g an Masse messen. In der Differenz zum Leergewicht ergab sich somit eine Probenmenge von 3,87 g ätherischen Öls.

Ein Teil des Öls wurde anschließend entnommen und für die Gaschromatografie vorbereitet.

Entsorgung:

Die Nelkensuspension wird in einem Kunststofftrichter mit Filterpapier abfiltriert. Der Filterkuchen wurde im Hausmüll und das Filtrat im Abfluss entsorgt. Das Cyclohexan wurde im organischen Abfallbehälter entsorgt.

4 Ergebnisse

Mit den eingewogenen 25 g Nelkenblüten und der Probenmasse von 3,87 g berechnet sich in Gleichung 1 die Ausbeute für diese Versuchsdurchführung.

$$\begin{aligned}\eta &= \frac{m_{\text{Probe}}}{m_{\text{Naturstoff}}} \\ &= \frac{3,87 \text{ g}}{25,03 \text{ g}} \\ &= \underline{15,46 \%}\end{aligned}\tag{1}$$

GC-Ergebnisse

5 Diskussion der Ergebnisse

Eine Ausbeute von 15,48 % erscheint realistisch, da Nelken die ätherischen Öle lediglich als flüchtige Komponenten und nicht Strukturbausteine der Blüten enthalten.

Anhand des Vergleiches der R_f -Werte zwischen Referenzsubstanz und Produkt lässt sich grob die Reinheit des Produktes bewerten. Da die R_f -Werte von 2-Naphthol und Orange II mit 0,918 und 0,411 sich relativ unterschiedlich sind, ist davon auszugehen, dass sich das 2-Naphthol in der Synthese zum Großteil umgesetzt hat. Da jedoch das 2-Naphthol keinen eindeutigen Endpunkt für die Dünnschichtchromatografie aufwies, sollte die genutzte 4:1 Essigsäureethylester-Methanol-Lösung als Laufmittel hinterfragt werden. Für genauere Untersuchungen ist unter Umständen ein alternatives Laufmittel zu verwenden.

Literatur

- [1] BERGER, Andrea ; HARTMANN-SCHREIER, Jenny: *Eugenol*. Thieme Gruppe, 2017 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-05-02145>
- [2] KRAMMER, Gerhard: *Nelkenöle*. Thieme Gruppe, 2003 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-14-00705>