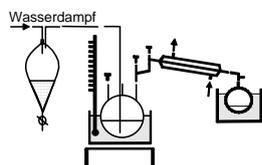
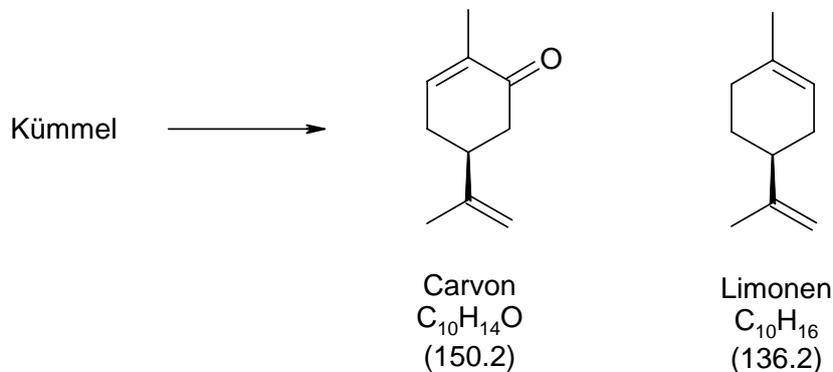


Versuch B10: Wasserdampfdestillation: Isolierung des etherischen Öls aus Kümmel

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.4



Apparatur: Wasserdampfgenerator, 500 ml Scheidetrichter, NS29-Destillationsapparat mit Dampfeinleitungsrohr

Aufbau: In einem 500 ml NS29-3-Halskolben werden 50.0 g fein gemahlener Kümmel in 150 ml Wasser suspendiert. Auf die rechte Schlifföffnung wird eine NS29-Destillationsbrücke mit absteigendem Kühler und 250 ml Vorlagekolben aufgesetzt (ohne Thermometer und Rührstab!). Die linke Schlifföffnung wird verschlossen, durch die mittlere Schlifföffnung wird das Dampfeinleitungsrohr durch einen Gummistopfen oder Quickfit eingeführt.

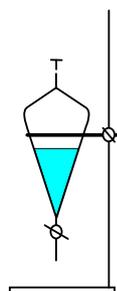
Der Destillationskolben wird so befestigt, dass eine elektrische Heizplatte mit Wasserbad darunter geschoben werden kann. Die Wasserschläuche werden angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft. Der Vorlagekolben wird mit einer Eis/Wassermischung gut gekühlt.

Zwischen Dampferzeuger und Einleitungsrohr wird ein Scheidetrichter geschaltet, unter den Auslasshahn wird ein 500 ml Erlenmeyerkolben zum Ablassen von Kondenswasser gestellt.

Durchführung: Der Auslasshahn des Scheidetrichters wird geöffnet und das Wasserbad zum Sieden erhitzt. Erst wenn das Wasserbad siedet wird der Dampferzeuger eingeschaltet. Wenn sich ein ausreichend starker Dampfstrom entwickelt hat, wird der Auslasshahn am Scheidetrichter geschlossen, der Dampf strömt jetzt durch den Destillationskolben.

Es wird solange destilliert, bis kein Öl mehr übergeht. (Das übergehende Destillat muss klar sein, es werden 100–150 ml Destillat gesammelt).

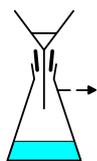
Der Ablasshahn am Scheidetrichter wird wieder geöffnet (**Achtung: Verbrühungsgefahr!**), danach werden das Heizbad und der Wasserdampfzeuger abgeschaltet.



Nach dem Abkühlen werden ca. 5 g Natriumchlorid (Kochsalz) zur besseren Phasentrennung in das übergegangene Destillat gegeben und gelöst, danach wird das Destillat in einen 250 ml Scheidetrichter überführt. Der Vorlagekolben wird mit 20 ml Cyclohexan ausgespült, das Cyclohexan wird ebenfalls in den Scheidetrichter gegeben. Es wird kräftig geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die wässrige Phase (untere Phase) in einen 250 ml Erlenmeyerkolben abgelassen.

Die organische Phase wird in einen 100 ml Erlenmeyerkolben abgelassen, mit einem Uhrglas abgedeckt und beiseite gestellt.

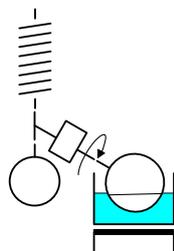
Die wässrige Phase wird wieder in den Scheidetrichter gegeben, der Erlenmeyerkolben mit 20 ml Cyclohexan nachgespült und das Cyclohexan ebenfalls in den Scheidetrichter überführt. Nun wird nochmals ausgeschüttelt, nach der erfolgten Trennung der Phasen wird die Wasserphase wieder abge-



lassen, die organische Phase wird zur 1. Fraktion im 100 ml Erlenmeyerkolben gegeben.

Zur organischen Phase gibt man etwas Natriumsulfat, deckt den Erlenmeyerkolben wieder mit einem Uhrglas ab und lässt ihn unter gelegentlichem Umschwenken 2 h stehen. Die so getrocknete organische Phase wird vom Natriumsulfat über einen Hirschtrichter abgesaugt (Das Natriumsulfat mit ca. 10 ml Cyclohexan nachwaschen!), in einen tarierten 100 ml NS 29-Rundkolben überführt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Der verbleibende Rückstand ist das Kümmelöl. Bestimmen Sie die Ausbeute in g!



Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltene Menge (in g), Farbe und Aussehen sind anzugeben.

Recycling und Entsorgung:

Der Destillationsrückstand (Kümmel in Wasser) kann in das Abwasser gegeben werden. Die wässrige Phase der Extraktion enthält Cyclohexan und Natriumchlorid, sie wird deshalb in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenhaltigen organischen Sonderabfall gegeben. Das abdestillierte Cyclohexan wird in den Sammelbehälter für Recycling-Cyclohexan gegeben.

Sicherheitshinweise:

Cyclohexan ist leichtentzündlich und reizt die Haut. Limonen ist entzündlich, reizt die Haut und kann durch Hautkontakt sensibilisierend wirken.

Carvon ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Cyclohexan kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, die Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

Cyclohexan und Limonen sind sehr giftig für Wasserorganismen, sie können in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Cyclohexan! Zum Ausschütteln unbedingt im Abzug arbeiten. Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden. Cyclohexan und Limonen darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen. Sofort Arzt hinzuziehen und die Arbeitsvorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.