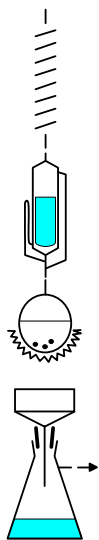
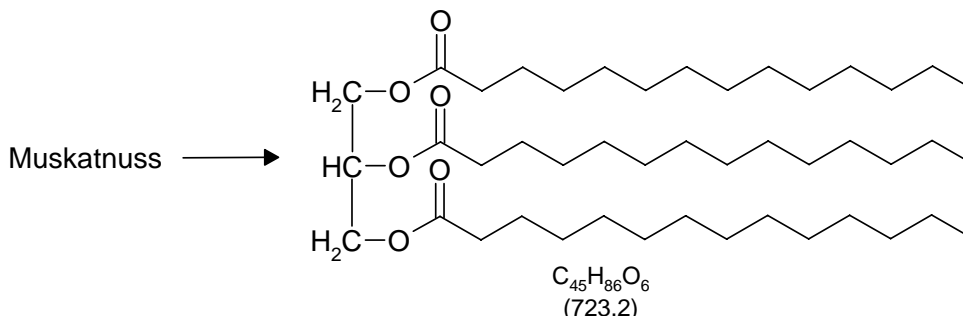


Versuch B11: Kontinuierliche Extraktion (Soxleth): Isolierung von Trimyrustin aus Muskatnuss

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 8



Apparatur: Soxleth-Extraktor, Rundkolben, Rückflusskühler

Aufbau: In einem 250 ml NS29-Rundkolben mit Magnetrührstab werden 150 ml *tert*-Butylmethylether vorgelegt. Ein Soxlethaufsatz wird aufgesetzt, in die Extraktionshülse 25 g fein gemahlene Muskatnuss gefüllt und mit Glaswolle abgedeckt. Zuletzt wird ein NS29-Rückflusskühler über ein Reduzierstück aufgesetzt, die Wasserkühlung angeschlossen und überprüft.

Durchführung: Der Rundkolben wird mit einem Heizmantel ("Heizpilz") erhitzt bis das Lösungsmittel am Rückflusskühler kondensiert und 8 Stunden extrahiert (evtl. am Abend ausschalten und am nächsten Tag weiter extrahieren!). Es ist unbedingt darauf zu achten, dass stets eine ausreichende Menge Lösungsmittel im Kolben verbleibt und die Kühlleistung des Rückflusskühlers ausreichend ist. Der Heizmantel sollte einen Luftspalt zum Kolben haben und nur auf Stufe 1–2 betrieben werden.

Nach Beendigung der Extraktion wird der Extrakt über etwas Natriumsulfat getrocknet (mindestens 2 h). Das Trockenmittel über einen Büchnertrichter abgetrennt. Das Filtrat wird in einen tarierten 250 ml NS-29-Rundkolben überführt und der Ether am Rotationsverdampfer bei Normaldruck abdestilliert. Zuletzt wird der Vorlagekolben mit dem Ether geleert (der abdestillierte Ether wird in den Sammelbehälter für Recycling-*tert*-Butylmethylether gegeben) und noch einige Minuten Vakuum angelegt.

Der breiartige Rückstand wird mit 25 ml kaltem Ethanol versetzt, mit einem Spatel oder Glasstab gut durchgearbeitet und zur Kristallisation 1–2 Stunden in ein Eisbad oder über Nacht in den Kühlschrank gestellt.

Anschließend wird über einen Büchnertrichter abgesaugt, 2–3-mal mit je 10 ml eiskaltem Ethanol nachgewaschen und im Vakuum-Exsikkator getrocknet. Es sind etwa 5 g reines Trimyrustin, Schmp. 54–55 °C zu erwarten.

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

Recycling und Entsorgung:

Der Filterhülse mit dem Extraktionsrückstand lässt man über Nacht im Abzug ausdampfen, danach kann sie in den normalen Abfall gegeben werden. Das abfiltrierte Trockenmittel wird in den Sammelbehälter für anorganische Feststoffe gegeben. Der am Rotationsverdampfer abdestillierte Ether wird in den Sammelbehälter für Recycling-*tert*-Butylmethylether, das ethanolische Filtrat in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben.

Sicherheitshinweise:

tert-Butylmethylether und Ethanol sind leichtentzündlich. Das Extrakt, Rohprodukt und die Mutterlauge enthalten auch Myristicin: Myristicin ist ein toxischer Inhaltsstoff der Muskatnuss mit narkotischer Wirkung und wird deshalb nicht isoliert.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit *tert*-Butylmethylether und Ethanol! Schutzbrille tragen, alle Vorratsgefäße nach Gebrauch sofort wieder verschließen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

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.