

Soxhlet-Extraktion von Blättern

Versuchsziele

- Extraktion als Aufreinigungsverfahren kennenlernen.
- Die Soxhlet-Apparatur als Hilfsmittel zur Extraktion kennenlernen.
- Trennung von Stoffgemischen.
- Das Verteilungsgesetz bei einer Feststoffextraktion kennenlernen.
- Blattextrakt selber herstellen.

Grundlagen

Extraktion ist die Bezeichnung für einen Vorgang, bei welchem mittels eines Extraktionsmittels ein Stoff aus einem Feststoff, einer Flüssigkeit oder einem Gas herausgelöst wird. Der Stoff, aus dem eine Substanz herausgelöst werden soll, wird auch als Extraktionsgut bezeichnet. Zurück bleiben am Ende der Extraktion zum einen der Extrakt, welcher die gewünschte Substanz enthält, und zum anderen das Raffinat, aus welchem die Substanz herausgelöst wurde.

Als Extraktionsmittel kann nicht jedes beliebige Lösemittel dienen. Es darf nur den gewünschten Stoff aus dem Extraktionsgut herauslösen und muss davon große Mengen aufnehmen. Außerdem darf das Extraktionsmittel nicht mit einem anderen im Extraktionsgut enthaltenen Stoff chemisch reagieren.

Die Extraktion als Aufreinigungsverfahren wird häufig angewendet, wenn Destillation oder Rektifikation nicht durchgeführt werden können. Anwendungsgebiete der Extraktion sind vor allem in der gesamten chemischen Industrie zu finden. Es wird zur Befreiung von Bauxiterz von Eisenoxid angewendet und auch zur Gewinnung von Pflanzenextrakten in der Kosmetik.

Eine Variante der Extraktion ist die Soxhlet-Extraktion. Mit ihrer Hilfe können schwerlösliche Substanzen aus Feststoffen mittels eines Lösemittels herausgelöst werden. Ursprünglich wurde dieses Verfahren von Franz von Soxhlet eingeführt, welcher es zur Bestimmung des Fettgehaltes in Lebensmitteln einsetzte.

Bei diesem Verfahren befindet sich in einem Kolben das Lösemittel, welches zum Sieden erhitzt wird. Daraufhin steigen Lösemitteldämpfe in der gesamten Apparatur auf und kondensieren an einem Rückflusskühler. Von diesem tropft das Lösemittel auf eine Extraktionshülse aus Cellulose, welche im Soxhlet-Aufsatz sitzt und mit dem Extraktionsgut befüllt ist. Das Extraktionsmittel tropft somit direkt auf das Extraktionsgut und sammelt sich im Soxhlet-Aufsatz. Wird ein kritischer Flüssigkeitsspiegel erreicht entleert sich der Soxhlet-Aufsatz schlagartig in den Kolben. Dieser Vorgang wird auch als Abhebern bezeichnet und geschieht aufgrund von Saug-Hebewirkungen. Im Kolben wird nun wieder das Lösemittel vom Extrakt abdestilliert und so neuen Extrakt aus dem Extraktionsgut herauslösen.


In diesem Versuch soll die Soxhlet-Apparatur zur Extraktion von Blättern eingesetzt werden, um Blattfarbstoffe aus diesen zu lösen.



Abb. 1: Versuchsaufbau.

Gefährdungsbeurteilung

Ethanol ist leicht entzündlich. Es sollte während des Versuches darauf geachtet werden, dass die Apparatur dicht verschlossen ist und keine Brandquellen in der Nähe sind. Der Versuch sollte unter einem Abzug durchgeführt werden.

Ethanol	
 <p>Gefahr</p>	<p>Gefahrenhinweise</p> <p>H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.</p> <p>Sicherheitshinweise</p> <p>P210 Vor Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten.</p>

Geräte und Chemikalien

1	Rückflusskühler nach Dimroth, 250 mm	665 422
1	Extraktionsapparat nach Soxhlet, 70 ml.....	665 453
1	Rundkolben Boro 3.3, 250 ml, NS 19/26.....	664 301
1	Schliffklemme Kunststoff, NS 19/26,.....	665 391ET10
1	Schliffklemme Kunststoff, NS 29/32,.....	665 392ET10
1	Heizhaube 250 ml, regelbar	666 6523
1	Laborboy 16 cm x 13 cm.....	300 76
1	Stativfuß V-förmig, groß	300 01
1	Stativstange 75 cm, 12 mm Ø.....	300 43
2	Universalklemme 0...80 mm.....	666 555
2	Doppelmuffe S	301 09
2	PVC-Schlauch 7 mm Ø, 1 m	667 193
2	Schlauchschele 8...12 mm	604 460
1	Extraktionshülse 80 x 26 mm Ø, Satz 25	661 050
1	Pinzette stumpf, 130 mm	667 027
1	Steilbrustflasche Braunglas, 250 ml	661 167
1	Trichter Boro 3.3, 100 mm Ø.....	665 005
1	Ethanol, Lösungsmittel, 1 l.....	671 9720
1	Schliff-Fett, 60 g	661 082
1	Siedesteine, 100 g	661 091
1	Glaswolle, 500 g	672 1020

Zusätzlich erforderlich:

Grüne Laubblätter, trocken, fein zerkleinert

Versuchsaufbau und –vorbereitung

Aufbau der Apparatur

1. Die Apparatur wie in Abb.1 zu sehen aufbauen.
2. Dazu die Stativstange im Stativfuß befestigen.
3. An der Stativstange ininigem Abstand zwei Doppelmuffen S anbringen, an diesen wiederum zwei Universalklemmen befestigen.
4. An der unteren Universalklemme den 250 ml Kolben befestigen.

Hinweis: Darauf achten, dass die Höhe so angepasst ist, dass Heizhaube und Laborboy unter den Kolben passen.

5. In den Kolben den Extraktionsapparat nach Soxhlet einsetzen. Dafür den unteren Schliff der Apparatur mit etwas Schliff-Fett einreiben.
6. Auf die Soxhlet-Apparatur den Rückflusskühler aufsetzen. Dazu ebenfalls den unteren Schliff mit Schliff-Fett einfetten und mittels einer Schliffklemme befestigen.
7. Den Rückflusskühler zusätzlich durch die zweite Universalklemme sichern.

8. Am Rückflusskühler an beiden Enden zur Wasserzufuhr und -abfuhr je einen PVC-Schlauch mit je einer Schlauchschele befestigen.

9. Die Schläuche so anschließen, dass das Wasser in das spiralförmige Rohr eintritt und durch das senkrechte Rohr wieder austritt. So entsteht eine Kühlung im Gegenstrom.

10. Unterhalb des Kolbens den Laborboy und darauf die Heizhaube platzieren.

Vorbereitung des Versuches

1. Den Kolben ca. bis zur Hälfte mit Ethanol füllen und einige Siedesteine hinzufügen.
2. Einige der getrockneten Blätter zerkleinern und in die Extraktionshülse gegeben, so dass diese ungefähr bis zur Hälfte gefüllt ist. Diese locker mit Glaswolle verschließen und in den Soxhlet-Aufsatz einsetzen.

Durchführung

1. Die Wasserkühlung anstellen.
2. Die Heizhaube einschalten und um den Kolben herum mit Hilfe des Laborboys hochfahren.
3. Das Ethanol vorsichtig zum Sieden bringen.
Hinweis: Das Ethanol sollte nicht zu stark siedeln!
4. Die Extraktion etwa 30 - 40 Minuten laufen lassen.
5. Der Versuch lässt sich am besten beenden, wenn die Flüssigkeit zum zweiten Mal aus der Extraktionsapparatur abgegeben wurde.
6. Heizhaube entfernen und den Kolben abkühlen lassen.
7. Die abgekühlte Extraktionsflüssigkeit kann für weitere Versuche in einer Braunglasflasche möglichst im Dunkeln aufbewahrt werden.

Beobachtung

Nach kurzer Zeit des Erhitzens beginnt das Ethanol zu sieden und Ethanoldämpfe steigen langsam in der Apparatur herauf. Am Kühler kondensieren diese Dämpfe und tropfen in die mit den Blättern gefüllte Extraktionshülse, wo sie sich sammeln. Das wieder kondensierte Ethanol nimmt nach dem Kontakt mit den Blättern eine grüne Farbe an. Nach dem ersten Abhebern der Extraktionsflüssigkeit verbleibt ein deutlich grüner Rest an Ethanol bei der Extraktionshülse.

Auch das Ethanol im Kolben zeigt eine grünliche Farbe nach dem ersten Abhebern, welche sich nach dem zweiten Mal deutlich intensiviert.

Ergebnis

Aus den getrockneten Blättern wurde als Extrakt etwas herausgelöst, was dem Ethanol eine grüne Färbung verleiht. Es handelt sich dabei um Blattfarbstoffe wie Chlorophyll und Carotinoide.

Der in diesem Versuch erhalten Extrakt kann für den Versuch C2.4.2.2 weiterverwendet werden.

Reinigung und Entsorgung

Lösemittelreste dürfen nicht in die Kanalisation gelangen. Sie müssen in Abfallbehälter entsorgt werden, welche als organische Lösemittelabfälle gekennzeichnet sind. Auch nicht mehr benötigtes Extraktionsgut muss im organischen Lösemittelabfall entsorgt werden. Soll der Extrakt für weitere Versuche verwendet werden, sollte er in einem gekennzeichneten Braunglasgefäß möglichst im Dunkeln aufbewahrt werden.