

Reinigung einer Substanz mit Wasserdampfdestillation

Versuchsziele

- Die Wasserdampfdestillation als Trennmethode kennenlernen.
- Wasser als Trägermittel bei der Wasserdampfdestillation begreifen.
- Die Temperaturabhängigkeit von wasserdampfflüchtigen Substanzen verstehen.
- Die Ausbildung eines Zweiphasensystems genauer beobachten.

Grundlagen

Bei der Wasserdampfdestillation wird ausgenutzt, dass sich auch eine schwer flüchtige Komponente in Wasserdampf geringfügig löst und bei der Destillation mitgerissen werden kann.

In diesem Versuch wird für die Destillation die Schale einer Citrusfrucht ins Lösungsmittel Wasser gegeben. Die Mischung wird anschließend bis zum Sieden erhitzt. Es entsteht Wasserdampf, welcher als Trägermittel fungiert und die Duft- und Aromastoffe aus der Schale löst. Diese ätherischen Öle sind jedoch nur wenig wasserdampfflüchtig und stellen daher nur einen geringen Anteil im Dampf dar. Der größte Teil der Gasphase besteht aus Wasser. Um viel der gewünschten Duft- und Aromastoffe zu erhalten, muss daher sehr viel Wasser überdestilliert werden. Wegen des hohen Wasseranteils braucht bei der Destillationen auch nicht der Temperaturverlauf aufgenommen, da die Siedetemperatur bei etwa 100 °C liegt.

Der Wasserdampf kühlt in der Destillationsbrücke ab und im Auffangkolben entstehen zwei Phasen. Das Wasser und das Öl entmischen sich, da die Löslichkeit des Citruschalenöls in Wasser temperaturabhängig ist. Das Öl ist dabei hydrophob, also „wasserhassend“, da es keine guten Wechselwirkungen mit Wasser eingehen kann. Um so wenig Kontaktfläche mit dem Wasser wie möglich zu erreichen, bilden sich kleine Öltröpfchen auf der Wasseroberfläche aus. Zudem schwimmt das Öl auf dem Wasser, da es im Vergleich zu Wasser die geringere Dichte hat.

Der Vorteil dieser Trennmethode ist, dass die Extraktion von ätherischen Ölen und die Abtrennung gleichzeitig geschehen. Bei der Destillation wird nur eine wasserdampfflüchtige Komponente in Wasser und nicht zwei verschiedene Stoffe destillativ getrennt. Zudem ist die Wasserdampfdestillation sehr substanzschonend und selektiv, da es nur sehr wenige Substanzen gibt, die wasserdampfflüchtig sind.



Abb. 1: Versuchsapparatur für eine Wasserdampfdestillation.

Gefährdungsbeurteilung

Auch wenn das Citruschalöl ein Naturprodukt ist, stehen einige Bestandteile darin im Verdacht, krebserregend zu sein. Aus diesem Grund sollte auf eine weitere Verwendung des Öls verzichtet werden.

Geräte und Chemikalien

| | | |
|---|--|-------------|
| 2 | Magnet-Hafttafel, 500 mm..... | 666 4659 |
| 1 | Halter, magnetisch, Gr. 2, 11...14 mm..... | 666 4662 |
| 2 | Halter, magnetisch, Gr. 3, 18...22 mm..... | 666 4663 |
| 1 | Heizhaube 250 ml | 666 6522 |
| 1 | Destillierbrücke nach Claisen 250 mm | 665 338 |
| 1 | Rundkolben Boro 3.3, 100 ml, NS 19/26 .. | 664 300 |
| 1 | Rundkolben Boro 3.3, 250 ml, NS 19/26 .. | 664 301 |
| 2 | Schliffklemme Kunststoff, NS 19/26, aus .. | 665 391ET10 |
| 1 | Profilrahmen C50, zweizeilig, für CPS..... | 666 425 |
| 1 | Alkohol-Thermometer, -10...+220 °C/1 K .. | 666 161 |
| 1 | Laborboy 16 cm x 13 cm | 300 76 |
| 2 | PVC-Schlauch 7 mm Ø, 1 m | 604 501 |
| 4 | Schlauchschelle 8...12 mm | 604 460 |
| 1 | Silikondichtung, GL 18/8, Satz 10 | 667 295 |
| 1 | Siedesteine, 100 g..... | 661 091 |
| 1 | Schliff-Fett, 60 g | 661 082 |

zusätzlich erforderlich:
eine Zitrone oder Orange (möglichst ungespritzt)

Versuchsaufbau und -vorbereitung

Vorbereitungen für die Destillation

Herstellung des Ausgangsgemischs: Die Schale einer Citrusfrucht wird ohne den weißen Anteil in den 250-ml-Kolben mit ca. 150 ml Wasser gegeben. Anschließend werden einige Siedesteinchen in den Kolben hinzugefügt.

Aufbau der Apparatur

Für die Wasserdampfdestillation wird wie in Abbildung 1 dargestellt auf der Magnetwand eine Destillationsbrücke mit Hilfe von drei Haltern befestigt. Zwei dieser Halter werden an der Brücke selbst und die letzte an der Seite des Destillationskolbens angebracht. Die Wasserschläuche werden unter Rückfluss an der Destillationsbrücke angeschlossen. Anschließend wird das Alkohol-Thermometer in die GL-Verschraubung gesteckt. Dafür wird die GL-Kappe aufgeschraubt, das Thermometer eingesteckt und die Kappe wieder zugeschraubt. So entsteht eine dichte Verbindung. Der Heizkolben mit Laborboy wird aufgebaut und angeschlossen. Dann werden der Vorlagekolben und der Auffangkolben gefettet und mittels Schliffklemme an die Apparatur geklemmt. Als letztes wird unter dem Destillationskolben der Heizkolben platziert.

Hinweis: Das Thermometer sollte durch eine Dichtung gut abgedichtet sein. Falls zusätzlich der Temperaturverlauf der Destillation aufgenommen werden soll, kann statt des Thermometers auch ein Thermofühler verwendet werden. Zudem sollten die Wasseranschlüsse vor Beginn der Destillation getestet werden.

Versuchsdurchführung

1. Der Heizkolben wird angeschaltet und die Destillation damit gestartet beginnen.

Hinweis: Falls ein Thermofühler statt eines Thermometers verwendet wird, sollte die Messung mit dem Anschalten des Heizkolbens gestartet werden.

2. Die Destillation wird durchgeführt, bis eine genügende Menge an Wasser mit ätherischem Öl überdestilliert ist und kleine Öltröpfchen sichtbar sind.

Beobachtung

Durch das Erhitzen werden einige Inhaltsstoffe der Citruschale freigesetzt und die Lösung färbt sich der Schalenfarbe entsprechend entweder gelb oder orange. Wird die Lösung weiter erhitzt, so geht die flüssige Phase in die Gasphase über. Dabei werden die leichtflüchtige Duft- und Aromastoffe der Citruschale mitgerissen, da diese in dem heißen Wasserdampf löslich sind. Trifft der heiße Dampf auf das kalte Glas des Kolbens, kondensiert dieser und es bilden sich kleine Tropfen.

Durch weiteres Erhitzen bildet sich immer mehr Dampf, der am Glas der Apparatur kondensiert und als Tropfen wieder in den Kolben zurückfließt. Der heiße Dampf erwärmt das Glas und steigt so in der Apparatur auf.

Nach einiger Zeit trifft der Dampf auf das Thermometer und erhitzt dieses. Die Temperatur des Thermometers steigt bis zur Siedetemperatur von Wasser an. In der Destillationsbrücke wird der heiße Dampf dann schlagartig abgekühlt und kondensiert. Das Kondensat fließt zum Auffangkolben und wird dort gesammelt.

Die Wasserlöslichkeit des Citruschalöls ist temperaturabhängig. Das bedeutet, dass sich beim Abkühlen in der Destillationsanlage das Wasser und das Citruschalöl entmischen. In dem abgekühlten Destillat entstehen so zwei Phasen. Die Duft- und Aromastoffe des Citruschalöls haben zudem einen charakteristischen Geruch, der auch im Auffangkolben wahrgenommen werden kann.

Ergebnis

Mit der Wasserdampfdestillation kann gezeigt werden, wie ätherische Öle aus festen Bestandteilen, z.B. Citruschalen extrahiert werden. Zudem kann beobachtet werden, dass die Wasserlöslichkeit von ätherischen Ölen temperaturabhängig ist.

Die Duft- und Aromastoffe werden vom Wasserdampf mitgerissen. Kühlt dieser in der Destillationsbrücke ab, so entstehen zwei Phasen im Auffangkolben. Die untere ist die Wasserphase und in der oberen befindet sich das Citruschalöl. Die ätherischen Öle der Citruschale können so einfach vom Lösungsmittel Wasser abgetrennt werden. Die obere Phase ist dabei jedoch meist sehr klein, da nur ein geringer Anteil des Öls wasserdampflich ist und vor allem Wasser überdestilliert wird. Durch eine Geruchsprobe können die Duft- und Aromastoffe der Citruschale zudem wahrgenommen werden.

Reinigung und Entsorgung

Die entstandenen Lösungen können mit viel Wasser in den Abfluss geschüttet und die Reste der Citruschale im Hausmüll entsorgt werden.