



Univerza v Mariboru

*Fakulteta za kemijo in
kemijsko tehnologijo*

Željko Knez, Zoran Novak

Organska tehnologija

Navodilo za laboratorijske vaje

Maribor, 2010

VAJA 1: Pridobivanje eteričnih olj iz rastlinskih materialov

TEORIJA

Eterična olja so intenzivno aromatična, lahko hlapna in gibajoča se tekočina, ki se topi v lipofilnih topilih. So mešanica večjega števila kemičnih spojin, v katerih prevladujejo terpeni (seskviterpeni in tetraterpeni). Drugi sestavni deli pripadajo fenilpropanskim derivatom in verigam ogljikovodikov teh spojin z dušikom in žveplom. Zaradi svoje sestave so težko topna v vodi in praviloma lažja od nje.

Vsebnost eteričnega olja rastlinskega izvora določamo z destilacijo z vodno paro. Ta omogoča popolno ločevanje hlapnih snovi od nehlapnih v ustrezni Clevenger-jevi aparaturi (slika 1.1).

NALOGA

- a) Določitev vsebnosti eteričnih olj z metodo po Clevenger-ju.
- b) Pridobivanje eteričnih olj iz rastlinskega materiala v veliko laboratorijskem merilu.
- c) Določitev surovinskega normativa.

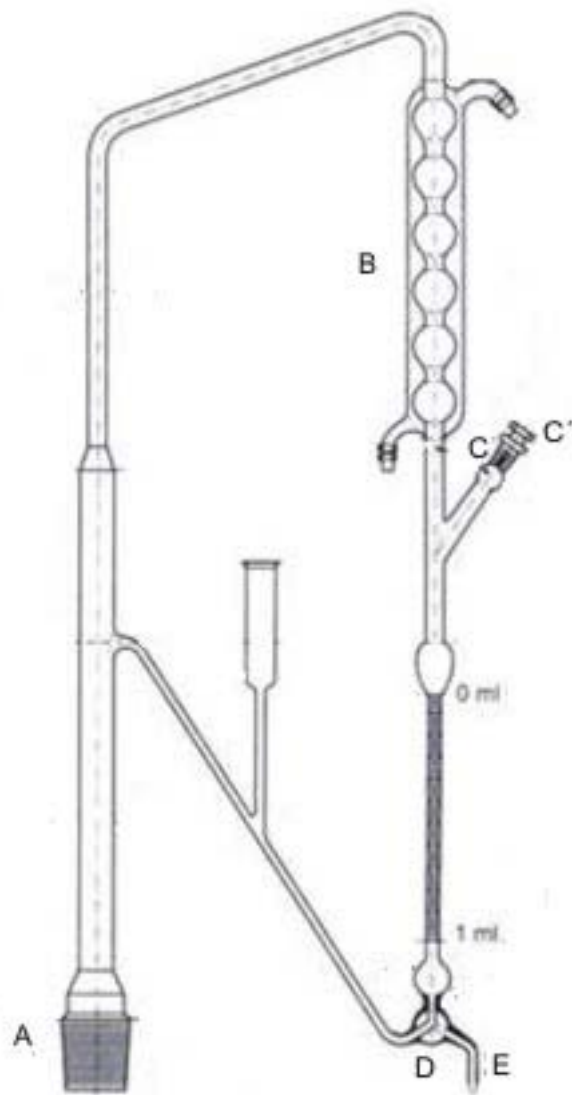
VARNOST

Pri delu obvezno uporabljamo zaščitna očala, rokavice in haljo. Vajo izvajamo v dobro prezračenem prostoru.

a.) Določitev vsebnosti eteričnih olj z metodo po Clevenger-ju

APARATURA

Clevenger-jeva aparatura (slika 1.1) je sestavljena iz različnih steklenih delov, ki so med seboj spojeni s hladilnikom (B). K aparaturi spada bučka z okroglim dnom, ki jo vstavimo na obris (A) tako, da dobro tesni. Na odprtini (C) in zamašku (C') morata biti luknjici poravnani, saj nastane tlak, če je zamašek zaprt. Med potekom destilacije mora biti tropotni ventil (D) obrnjen tako, da je zaprta pot (E). Skozi njo po končani destilaciji ločimo po kapljicah vodo in eterično olje.



Slika 1.1: Clevenger-jeva aparatura za določitev vsebnosti eteričnih olj.

EKSPERIMENTALNI DEL

Oprema

- 1000 ml bučka z okroglim dnom,
- 500 ml merilni valj,
- grelnik,
- posoda za oljno kopel,
- vrelni kamenčki,
- elektronska tehtnica,
- Clevenger-jeva aparatura,
- puhalka z destilirano vodo,
- termometer,
- viala.

Kemikalije

- parafinsko olje,
- destilirana voda,
- rastlinski material.

Postopek

1. Oljno kopel pripravite tako, da postavite posodo na grelnik in jo do polovice napolnite s parafinskim oljem. Vzdržujte temperaturo med 130 in 140°C.
2. V 1000 ml bučko z okroglim dnom natančno zatehtajte 30 g materiala, dodajte vrelni kamenčke in dolijte približno 400 ml destilirane vode.
3. Bučko vpnete v Clevenger-jevo aparaturo ter destilirajte, dokler se v aparaturi izloča eterično olje.
4. Ne pozabite odpreti hladilne vode.
5. Po končani destilaciji po kapljicah spuščajte vodo (da uravnavate tlak v sami aparaturi), ki jo zavržete. Olje zberite v vialo, ki jo predhodno zatehtate.

REZULTATI

Izračunajte praktični izkoristek destilacije (računan na začetno maso materiala).

b.) Pridobivanje eteričnih olj iz rastlinskega materiala v veliko laboratorijskem merilu

APARATURA

Slika 1.2 prikazuje aparaturo za destilacijo z vodno paro, na katero je vezan hladilnik (A). Eterično olje in kondenzirana para se zbirata v steklenem delu (B), kjer se na osnovi razlik v gostotah ločita eterično olje in voda. Če ima eterično olje gostoto, ki je višja od gostote vode, odpremo ventil (C), če pa je gostota olja nižja od gostote vode, odpremo ventil (D). Eterično olje zbiramo v bučki (E).



Slika 1.2 : Aparatura za vodno destilacijo pridobivanja eteričnih olj.

EKSPERIMENTALNI DEL

Oprema

- 20 l buča z okroglim dnom,
- 1000 ml merilni valj,
- grelnik,
- posoda s parafinskim oljem,
- elektronska tehtnica,
- aparatura za destilacijo z vodno paro,
- termometer,
- steklena posoda za shranjevanje eteričnega olja.

Kemikalije

- parafinsko olje,
- destilirana voda,
- rastlinski material.

Postopek

1. V 20 l bučo z okroglim dnom dajte 0,5 kg materiala in dolijte 6 l destilirane vode (pazite na olje v posodi!), aparaturo pritrdite na bučo.
2. Zagrejte olje v posodi na 130-140°C in to temperaturo vzdržujte tekom destilacije.
3. Bučo segrevajte do vrelišča in destilirajte, dokler se izloča eterično olje.
4. Ne pozabite odpreti hladilne vode.
5. Po končani destilaciji počasi spuščajte eterično olje v bučko (glej sliko 1.2).

REZULTATI

Na osnovi masnih bilanc izračunajte praktični izkoristek destilacije (računan na začetno maso materiala).

c.) **Določitev surovinskega normativa**

Na osnovi izkoristkov določite surovinski normativ za 1 kg produkta (surovega eteričnega olja) in iz teh podatkov ocenite količino odpada.

Tabela 1.1: Surovinski normativ za 1 kg surovega eteričnega olja.

Material	Količina (kg)
Rastlinski material	
Destilirana voda	

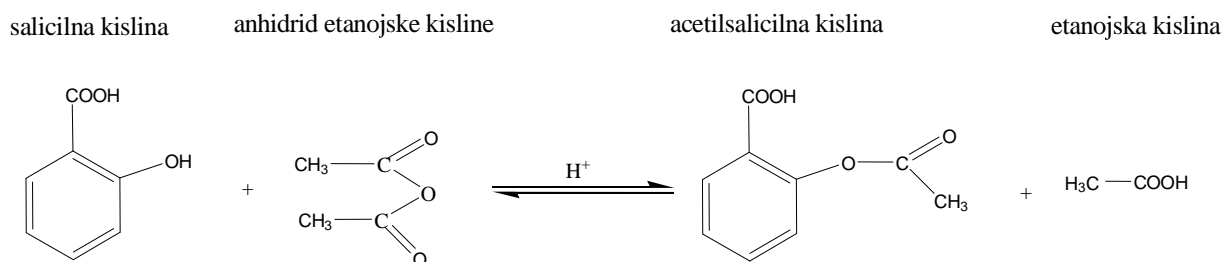
VAJA 2.: Sinteza acetilsalicilne kisline – Aspirin

TEORIJA

Aspirin je tržno ime za acetilsalicilno kislino, ki jo je 1899 pri cesarskem patentnem uradu v Berlinu zaščitil nemški farmacevt Felix Hoffman. Zdravilo je prvič sintetiziral v takrat še majhnem podjetju Bayer. Zdravilo se uporablja kot analgetik (proti bolečinam), antipiretik (za zniževanje telesne temperature) in kot protivnetno sredstvo. Prav tako deluje tudi kot antikoagulant (zavira strjevanje krvi), dolgoročno uživanje manjših količin aspirina pa prečuja infarkt.

Sinteza acetilsalicilne kisline je reakcija estrenja. Acetilsalicilna kislina je ester hidroksibenzojske (salicilne) in oetne kisline.

Reakcija:



NALOGA

- Sinteza aspirina iz salicilne kisline in anhidrida oetne kisline (ledocet).
- Čiščenje – prekristalizacija produkta.
- Analiza produkta – temperatura tališča.
- Izračun izkoristkov reakcije, surovinski normativ.

VARNOST

Pri delu obvezno uporabljamo zaščitna očala, rokavice in haljo. Sintezo izvajamo v digestoriju. Določevanje tališča izvajamo v dobro prezračenem prostoru. Odpadnih kemikalij ne zlivamo v odtok, temveč jih odstranimo v posebne posode.

Anhidrid oetne kisline in žveplova (VI) kislina (katalizator) sta jedki, salicilna kislina je zdravju škodljiva.

POSTOPEK



EKSPERIMENTALNI DEL

Oprema

- digestorij,
- dve 250 ml čaši (ena bo uporabljena za kopel z vročo vodo),
- posoda, do dveh tretjin napolnjena z zdrobljenim ledom (ledena kopel),
- plinski gorilnik, trinožnik z mrežico (ali električna grelna plošča),
- 50 ml erlenmajerica,
- Büchnerjev lij s filtrirnim papirjem,
- elektronska tehtnica,
- urno steklo,
- puhalka z destilirano vodo,
- termometer,
- aparat za določanje tališča.

Kemikalije

- 2-hidroksibenzojska kislina (salicilna kislina),
- anhidrid očetne kisline,
- žveplova (VI) kislina,
- etanol,
- destilirana voda,
- zdrobljeni led.

Postopek

1. Pripravite vodno kopel tako, da postavite čašo na trinožnik z mrežico, in jo do polovice napolnite z destilirano vodo. Segrevajte jo z gorilnikom in vzdržujte temperaturo od 70 do 80°C.
2. V 50 ml erlenmajerico pazljivo odtehtajte 3g 2-hidroksibenzojske kisline.
3. V digestoriju dodajte 5 ml anhidrida očetne kisline in nato še 1 kapljico 85 % žveplove (VI) kisline. Reakcijsko zmes postavite v vodno kopel in jo med stalnim mešanjem pustite v njej 15 minut.
4. Erlenmajerico vzemite iz vodne kopeli in jo postavite v stojalo. Zmes prelijte z vročo vodo. Ko se zmes ohladi in se pričnejo izločati kristali, postavite erlenmajerico v ledeno kopel in jo pustite v njej nekaj minut, dokler reakcijska zmes ni ledeno hladna.
5. Hladno zmes prefiltrirajte. Izperite z majhno količino ledeno hladne destilirane vode.
6. Filtrirni papir s produktom prenesite na urno steklo in ga posušite v sušilniku pri 105°C.

Če čas dopušča:

7. Določite tališče neočiščenega produkta.
8. Prekristalizirajte neočiščeni produkt tako, da uporabite 25 ml destilirane vode, ki ste ji dodali 1 ml etanola.
9. Prekristalizirane kristale odnučirajte in sperite z malo ledeno mrzle destilirane vode. Prenesite filtrirni papir s produktom na urno steklo in ga posušite v sušilniku pri 105°C.

REZULTATI

Izračunajte teoretični izkoristek reakcije (računan na salicilno kislino) in ga primerjajte s praktičnim izkoristkom pred prekrystalizacijo in po prekrystalizaciji.

Prav tako izmerite tališče surovega produkta (pred prekrystalizacijo) in tališče aspirina po prekrystalizaciji.

Na osnovi izkoristkov določite surovinski normativ za 1 kg produkta in iz teh podatkov ocenite količino odpada.

Tabela 2.1: Surovinski normativ za sintezo 1 kg acetilsalicilne kisline.

Kemikalije	Količina (kg)
2-hidroksibenzojska kislina (salicilna kislina)	
anhidrid očetne kisline	
žveplova (VI) kislina	
etanol	