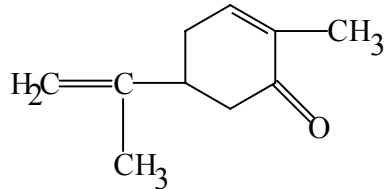


Naturstoffgewinnung: (S)-Carvon aus Kümmel



$$M = 150,22 \text{ g/mol}$$

Ansatz: 50g Kümmel

Versuchsdurchführung:

Zunächst wurden die 50g Kümmel im Mörser zerkleinert und dann mit 400ml Wasser in einen Dreihalskolben gegeben, um nun eine Wasserdampfdestillation durchzuführen. Die Wasserdampfdestillation lief ungefähr 6 Stunden. Das Wasser im Dreihalskolben wurde vor Destillationsbeginn auf etwa 95°C erhitzt und möglichst während der ganzen Destillation auf dieser Temperatur gehalten, um keine Kondensation im Dreihalskolben zu erhalten. Aus der wässrigen überdestillierten Phase wurde das Öl durch 3-maliges Ausschütteln mit n-Hexan extrahiert. Das n-Hexan wurde dann am Rotationsverdampfer eingeeengt.

Zur Kontrolle wurde nun ein Dünnschichtchromatogramm mit einer Vergleichsprobe vom Enantiomer angefertigt. Hierbei konnte außerdem ein geeignetes Lösungsmittel, ein 9:1 Gemisch von n-Hexan und Essigsäureethylester, gefunden werden. Der RF-Wert betrug 0,75. Dasselbe Laufmittel wurde nun auch für die Reinigung in einer 50cm-Chromatographie-Säule verwendet. Dafür wurde die Säule mit Watte, Seesand und einer Kieselgel-Laufmittel-Mischung befüllt. In den Fraktionen 13 – 25 konnte S-Carvon festgestellt werden. Diese Fraktionen wurden zusammengegeben und das n-Hexan wurde am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Auswertung:

Ausbeute: 1,5g

Sdp.: 230°C, (Lit.[1]: 230°C)

n_D^{20} : 1,4976, (Lit.[1]: 1,4988)

IR: $\nu = 3320 \text{ cm}^{-1}$ (C=O;m), 3080 cm^{-1} (C=C, exocyclisch;m-s), 3020 cm^{-1} (C=C, endocyclisch;m-w), $2870\text{-}2960 \text{ cm}^{-1}$ (–CH₃-Valenz;s-m), $1660\text{-}1690 \text{ cm}^{-1}$ (C=O;s), $1630\text{-}1675 \text{ cm}^{-1}$ (C=C-Valenz;m), $1400\text{-}1470 \text{ cm}^{-1}$ (–CH₃-Deform., –CH₂-Deform.; s-m), 890 cm^{-1} (=C-H-Deform. exocyclisch;s)

Literatur:

[1] Stahl/Schild, Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, 1986; S. 71-73

[2] Autorenkollektiv Organikum, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 1999, 20. Auflage S.93-95