

ANWENDUNG VON MINIATURISIERTEN LABORGERÄTEN IM PHARMAZEUTISCH-ANALYTISCHEN BEREICH

Teil 1. Allgemeine Durchführungen

M. Schallies* und F. İ. Morgil**

ABSTRACT: Glassware and apparatus constructed for microscale chemistry such as "Minilabor" can be used for various standard laboratory operations and analytical work. In microscale laboratory work less chemicals are needed, energy consumption is reduced, reaction times are shortened, laboratory work is more simple and can easily be rationalized, and waste production is drastically reduced.

KEY WORDS: microscale chemistry; pharmaceutical chemistry; analytical chemistry; standard laboratory operations.

ÖZET: Kimya eğitiminde geliştirilen minyatür araç gereç çok çeşitli kimya uygulamalarında kullanılabilir. Kullanılan araç gerecin boyutlarının ufak olması daha az kimyasal madde, daha az enerji kullanımına, kimyasal reaksiyon süresinin kısalmasına ve sonuçta reaksiyon atıklarının doğal olarak az oluşmasına neden olmaktadır.

Bu araç gereç hem Eczacılık Eğitimi kimya uygulamalarında ve hem de Eczacılar tarafından Eczanelerde kullanılacak niteliktedirler.

ZUSAMMENFASSUNG: Die für chemisches Experimentieren im Halbmikrobereich entwickelten Geräte des Minilabors können für die unterschiedlichsten Untersuchungen eingesetzt werden.

Die Miniaturisierung der Geräte hat zur Folge, daß sehr viel geringere Mengen an Chemikalien benötigt werden, der Energieverbrauch zurückgeht, die Reaktionszeiten kürzer sind, die Laboratoriumsarbeit sich vereinfachen und rationalisieren läßt und weniger Abfallstoffe anfallen.

Diese Geräte eignen sich sowohl für den Gebrauch in den chemischen Praktika während des Pharmaziestudiums als auch für die praktische Anwendung durch die Apotheker in der Apotheken.

1. Einleitung und Zielsetzung

Eine Verkleinerung der bei chemischen Untersuchungen verwendeten Geräte hat eine Abnahme der benötigten Substanz- und Energiemengen zur Folge und führt darüberhinaus zu einer Verkürzung der Versuchszeiten.

Bedingt durch die geringeren Substanzmengen entstehen weniger Abfälle; somit ist die Verwendung von miniaturisierten Laborgeräten auch für den Umweltschutz von großer Bedeutung.

Die Entwicklung der für diese Arbeit verwendeten miniaturisierten Laborgeräte ist das Ergebnis der gemeinsamen Arbeit von einem Industriechemiker und einem Chemiedidaktiker, die nachweisen, daß diese Geräte für allgemeine Laboratoriumsarbeiten und in den Chemiepraktika während der Hochschulausbildung mit gutem Erfolg eingesetzt werden können (1-4). Die ersten Anregungen für Konstruktion und Gebrauch der in unserer Arbeit verwendeten miniaturisierten Laborgeräte gab J. Redeker (4), während die Evaluierung von M. Schallies begonnen wurde.

Zunächst wurden die miniaturisierten Laborgeräte bei allgemeinen Arbeitsoperationen wie Extraktion, Filtration, Destillation und Erhitzen unter Rückfluß erprobt. Später ging man dazu über, die Geräte auch für speziellere Untersuchungen wie z.B. die Isolierung von Naturstoffen einzusetzen und zu erproben.

Es entstand ein Glas- und Gerätesatz, ein komplettes Labor im Koffer, das unter dem Namen Minilabor von der Firma Zinsser Analytic GmbH hergestellt und vertrieben wird.

Das Minilabor paßt in einen kleinen Handkoffer und enthält folgende Glas- und Geräteteile: Reaktionsgefäße aus Borosilicatglas von 24 ml und 4 ml Inhalt, auch mit Seitenarm von 45° bzw. 90°, Kühler, großes und kleines Refluxrohr, Gewinderohr, Y-Stück, kleines und großes T-Stück, Absperrhähne, Tropftrichter, Glasrohre 45° und 90°, PTFE-Filterträger, PTFE-Filtrationsmembranen, Silicongummi/PTFE-Septen, Schraublockkappen, Schraubverschlüsse, Thermometer, Pulvertrichter, Silicongummi-Schlauch, Schlauchadapter, Magnetclipse, Miniatur-Rührmagneten, Schraubkupplungen, Adapterkupplungen, "0"-Ringe, Schlaucholiven, Thermoblock, Halter aus Edelstahl, Glasrohr und eine ferromagnetische Arbeit-

* Abteilung für Chemie und Didaktik der Chemie der Pädagogischen Hochschule Heidelberg/Almanya.

** Prof. Dr. İnci Morgil, H.Ü. Eğitim Fakültesi, Kimya Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara, Türkiye.

splatte. Die Glasteile werden über Außengewinde mit den Schraub- oder Adapterkupplungen zu selbsttragenden Apparaturen verbunden. Ein Digitalthermometer und ein Magnetheizrührer vervollständigen gegebenenfalls die Ausstattung.

Qualitative und quantitative Untersuchungen der Inhaltsstoffe von Arzneien sind ein Teil der pharmazeutischen Analytik, wobei jedes Land die durchzuführenden Untersuchungen in nationalen Bestimmungen festlegt, wie z.B. dem DAB 8 oder TF 1974.

Im ersten Teil unserer Arbeit wird über die allgemeinen Arbeitsoperationen berichtet, die mit dem Minilabor ausgeführt werden können, und welche die Grundlage für die auszuführenden Analysen im pharmazeutischen Bereich bilden.

2. Allgemeine Laboroperationen in Halbmikrotechnik

2.1. Trennverfahren

2.1.1. Filtration

Eine einfache Filtrationseinheit läßt sich aus einem Gewinderohr, einem Hahn und einer Kupplung 13,20 mit eingelegtem PTFE-Filterträger/Filtrationsmembran aufbauen (Abb. 1, Variante 1). Sie wird an der senkrecht aufgestellten Arbeitsplatte mit einer Magnethalterung befestigt. Die Eigenschaften der PTFE-Filtrationsmembran können mit einem einfachen Versuch demonstriert werden: Dazu wird eine Mischung aus je 2 ml Dichlormethan/Wasser aufgegeben. Während die organische Phase glatt durch die Membran abläuft, wird die wäßrige Phase unter Normdruck nicht durchgelassen. Somit wirkt die Filtrationsmembran wie ein automatischer Scheidetrichter. Damit auch eine wäßrige Phase die Membran passieren kann, muß eine größere Druckdifferenz durch Anlegen von Unterdruck bzw. Überdruck erzeugt werden.

Die Saugfiltration wird mit folgender Einheit ausgeführt: Gewinderohr, PTFE-Filterträger / Filtrationsmembran, Kupplung 20, 20 und Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° werden zusammenschraubt und an der Arbeitswand mit einer Magnethalterung befestigt (Abb. 1, Variante 2).

Umfülloperationen sollten bei quantitativem Arbeiten im Mikro- oder Halbmikromaßstab möglichst vermieden werden, da Substanzverluste durch Adhäsion an den Gefäßwänden auftreten. Wenn sich ein zu filtrierendes Gemisch aus Flüssigkeit und Feststoff bereits in einem Reaktionsgefäß befindet (z.B. am Ende einer Reaktion durch eine Kristallisation oder Fällung), wird dieses

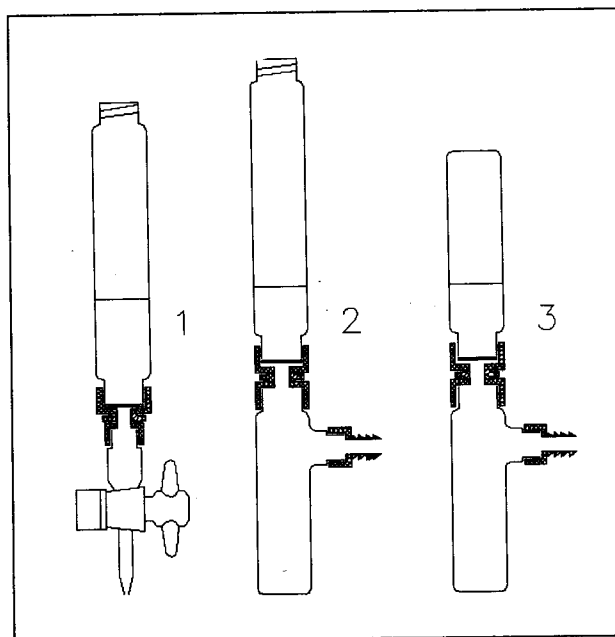


Abb. 1: Apparaturen zur Filtration. (1) normale Filtration; (2) Saugfiltration; (3) Saugfiltration im geschlossenen System

- 1 : für Filtration unter Normdruck
- 2 : für Saugfiltration
- 3 : für Saugfiltration im geschlossenen System.

Gefäß einfach in die Filtrationseinheit mit einbezogen: Zunächst wird die Schraubkupplung 20,20 zusammen mit einem PTFE-Filterträger/Filtrationsmembran aufgeschraubt. Dann wird ein weiteres Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° angekuppelt. Diese Filtrationseinheit wird an der Arbeitsplatte befestigt (Abb. 1, Variante 3). Durch Drehen um 180° kommt das Feststoff/Flüssigkeitsgemisch auf die Membran zu liegen. Durch Anlegen von Unterdruck mit der Wasserstrahlpumpe wird die Flüssigkeit abgesaugt. Die Flüssigkeit kann solange ablaufen, als eine Druckdifferenz zwischen den beiden Seiten der Filtrationsmembran besteht. Bei längerem Absaugen wird die anfängliche Druckdifferenz abgebaut, da das Gefäß mit Flüssigkeits/Feststoffgemisch zur Atmosphäre hin abgeschlossen ist. Dadurch stockt die Filtration. Es muß nun kurz die Verbindung zur Wasserstrahlpumpe unterbrochen werden (durch Lockern der Verschraubung der Schlaucholive), um so die Apparatur zu belüften; dadurch kommt es im Gefäßinneren zum erneuten Ausgleich mit dem Atmosphärendruck. Nun kann die Verbindung zur Wasserstrahlpumpe wieder hergestellt werden, um die Filtration weiter zu führen. Durch periodisches Absaugen/Belüften kann die Flüssigkeit vollständig aus dem ursprünglichen Gefäß entfernt werden; auf der Membran bleibt der Feststoff zurück.

2.1.2 Zentrifugation

Die Trennung von schlecht filtrierbaren Feststoff-/Flüssigkeitsgemischen kann oft vorteilhafter durch Zentrifugieren erfolgen. Die Reaktionsgefäße des Minilabors können dabei direkt in geeigneten Tischzentrifugen (z.B. "Labofuge"; Fa. Heraeus) eingestellt werden. Sie sind trotz ihres flachen Bodens ausreichend mechanisch stabil, um die Belastungen einer Zentrifugation zu bestehen. Eine Gummiauflage im Zentrifugenbecher, in den die Reaktionsgefäße eingestellt werden, ist jedoch Voraussetzung.

2.1.3 Erhitzen unter Rückfluß

Dies ist eine häufig angewendete Methode, um Reaktionen unter definierten thermischen Verhältnissen (nämlich beim Siedepunkt des Lösemittels) über einen längeren Zeitraum durchführen zu können. Um das Entweichen von Lösemitteldämpfen zu verhindern, wird ein Refluxrohr als Rückflußkühler aufgeschraubt. Bei miniaturisierten Gefäßen reicht bei vielen Lösemitteln die Kühlung durch Luft zum Kondensieren bereits aus (aufgrund der großen Oberfläche im Vergleich zum Volumen bei verkleinerten Glasgefäßen). Die Heizleistung im Thermoblock wird dann so einreguliert, daß die Kondensation des Lösemittels etwa in der Mitte des Refluxrohres zu beobachten ist.

Wo intensivere Kühlung erforderlich wird, verwendet man zusätzlich den Kühlmantel, der auf das Refluxrohr aufgeschoben werden kann. Dies wird in Abb. 2, der Standardapparatur zum Erhitzen unter Rückfluß, gezeigt. Der Anschluß von Kühlwasser (mit Hilfe der Schlauchadapter des Minilabors) erfolgt zweckmäßigerweise im Gegenstromprinzip.

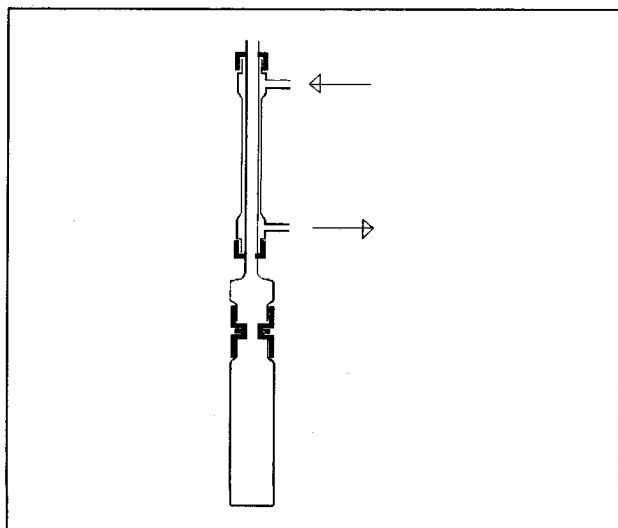


Abb. 2: Apparatur zum Erhitzen unter Rückfluß; Anschluß des Kühlwassers im Gegenstromprinzip

Erhitzen unter Rückfluß wird z.B. bei der Umkristallisation notwendig. Dies ist eine zum Reinigen von verunreinigten Feststoffen häufig angewendete Laboroperation. Im einzelnen werden bei einer Umkristallisation folgende Arbeitsschritte ausgeführt:

1. Finden eines geeigneten Lösemittels.
2. Herstellen einer in der Siedehitze gesättigten Lösung der umzukristallisierenden Substanz
3. Filtration in der Hitze (nur erforderlich, wenn unlösliche Verunreinigungen anwesend sind)
4. Kristallisation der reinen Substanz durch Abkühlen
5. Abfiltrieren der reinen Kristalle von der Mutterlauge.

2.1.4. Destillation

Allgemein gibt es sehr viele unterschiedliche Möglichkeiten, Destillationsapparaturen aus den Teilen des Minilabors zusammenzubauen (vgl. Abb. 3). So können z.B. Verwendung finden:

- 1) einfaches Reaktionsgefäß, Y-Stück, gewinkeltes Glasrohr 45° mit Kühlmantel, 2 Adapter 13, Kupplung 20,13
- 2) Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, gewinkeltes Glasrohr 45° mit Kühlmantel, Adapter 20, Adapter 13
- 3) Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90°, gewinkeltes Glasrohr 90° mit Kühlmantel, Adapter 20, Adapter 13
- 4) Reaktionsgefäß, Y-Stück, gewinkeltes Glasrohr 135° mit Kühlmantel, 2 Adapter 13, Kupplung 20,13
- 5) Reaktionsgefäß, Y-Stück, gerades Glasrohr mit Kühlmantel, 2 Adapter 13, Kupplung 20,13
- 6) Reaktionsgefäß, Y-Stück, Refluxrohr 13 mit Kühlmantel (Aufbau analog 5), Adapter 13, Kupplung 20,13, Kupplung 13, 13.

Die Art des Aufbaus hängt vom Destillationsproblem ab: bei hochsiedenden Flüssigkeiten sollte der Weg des Dampfes möglichst "kurz" sein (z.B. Variante 3); bei Flüssigkeitsgemischen (etwa Ethanol/Wasser) ist ein gewisser Rückfluß zur sauberen Trennung von Vorteil (Variante 4, 5 oder 6), der mit Variante 1 bei im Siedepunkt eng zusammenliegenden Komponenten (z.B. bei Versuchsansätzen zur Estersynthese) noch gesteigert werden kann. Zu beachten ist, daß sich bei der Destillation sehr kleiner Mengen (ca. 1 ml) die Trägheit der Anzeige von Quecksilber- oder Alkoholthermometern nachteilig bemerkbar macht: u.U. ist die Substanz schon vollständig abdestilliert, bevor die Quecksilbersäule bis zum echten Wert des

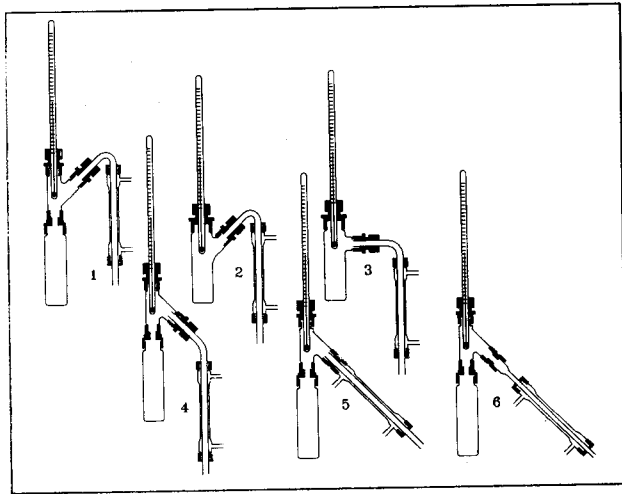


Abb. 3: Apparatur zur Destillation. Erläuterungen im Text

Siedepunktes steigen konnte. In diesem Fall müssen schnell ansprechende Thermofühler eingesetzt werden (z. B. "Digitemp"). Bei Destillationsmengen in Größenordnungen von 4-5 ml spielt dieser Effekt noch keine Rolle.

Ob ein Kühlmantel mit Wasserkühlung notwendig ist, hängt von der Wärmekapazität der Lösemittel im flüssigen und gasförmigen Zustand ab.

Bei vielen organischen Stoffen (z.B. Alkanen) reicht die Luftkühlung an einem absteigenden Glasrohr aus; zum Kondensieren von Wasserdampf ist stets der Kühlmantel mit Wasseranschluß nötig.

2.1.5. Vakuumdestillation

Der Umbau von Normdruck - Destillationsapparaturen zur Vakuumdestillation erfolgt durch Ankoppeln eines T- Stücks an das Kühlerrohr (vgl. Abb. 4). Der Anschluß erfolgt mit einer Kupplung 13,13 und eingelegter Dichtscheibe direkt an den Kühlmantel.

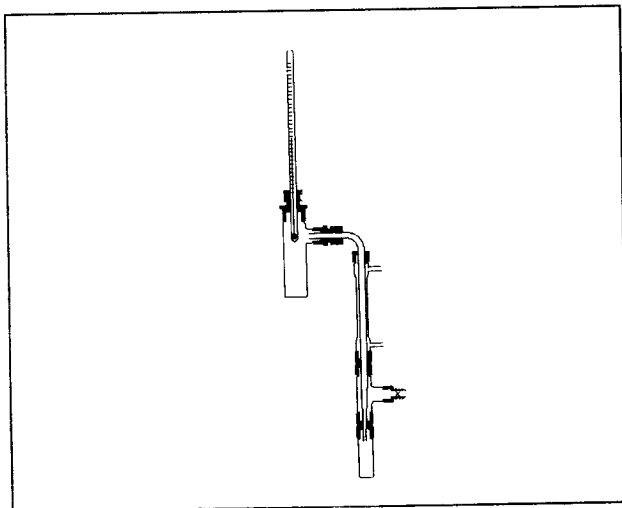


Abb. 4: Apparatur zur Vakuumdestillation.

Da das Glasrohr auch durch das T-Stück hindurchreichen muß, wozu die Länge des fertig gebogenen Glasrohrs im Standardsatz des Minilabors nicht ausreicht, wird das beiliegende gerade Glasrohr von 6 mm Durchmesser selbst entsprechend geformt und an der Spitze etwas ausgezogen. Die freien Enden des TStücks werden mit der Vorlage bzw. mit Druckschlauch über eine Schlaucholive zur Wasserstrahlpumpe verbunden. Vorlagenwechsel erfolgt nach Unterbrechung der Destillation: zum Belüften der Apparatur wird die Verschraubung der Schlaucholive kurz gelockert.

Alternativ könnte die Vakuumdestillationsapparatur auch analog Abb. 3 Variante 4, 5 oder 6 aufgebaut werden, wobei das kleine Refluxrohr für den Ablauf des Destillats verwendet wird. Es ist lang genug, um sowohl den Kühlmantel als auch das kleine T-Stück zu tragen. Es wird mit einer Kupplung 13,13 direkt an das Y-Stück angeschraubt.

2.1.6. Wasserdampfdestillation

Die Wasserdampfdestillation wird mit kleinen Substanzmengen und in miniaturisierten Gefäßen vorteilhaft als Co-Destillation durchgeführt. Dazu muß eine kleine Menge Wasser hinzugegeben werden (gewöhnlich reichen wenige ml; gegebenenfalls während der Destillation Wasser nachfüllen). Es kann jedoch auch ein kleiner Dampfgenerator aus einem Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, einer Kupplung 13,13 und Hahn Verwendung finden. Der Dampf wird in diesem Fall über den Wasserschlauch, ein gebogenes Glasrohr und eine Adapterkupplung 20 in das Reaktionsgefäß mit der zu destillierenden Substanz eingeführt. Dampfgenerator und Reaktionsgefäß stehen dabei im selben Thermoblock (Abb. 5).

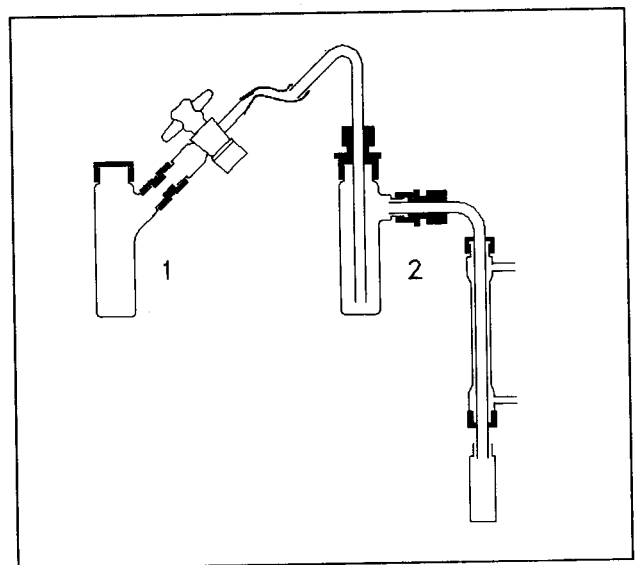


Abb. 5 : Wasserdampfdestillation. (1) fungiert als Wasserdampfgenerator, (2) enthält den Ansatz, der der Wasserdampfdestillation unterworfen wird.

2.1.7. Sublimation

Am einfachsten kann die Sublimation in einem geschlossenen Reaktionsgefäß durchgeführt werden. Etwas Substanz (ein bis zwei kleine Spatelspitzen, ca. 20-50 mg) werden in das Gefäß gegeben. Es wird mit einem Schraubdeckel verschlossen und in den Thermoblock oder frei auf eine Heizplatte gestellt. Es muß darauf geachtet werden, daß die eingestellte Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur der Substanz bleibt. Die Kühlung durch Luft an den nicht geheizten Flächen des Reaktionsgefäßes reicht zur Resublimation völlig aus.

2.1.8 Extraktion

2.1.8.1 Flüssig-Fest-Extraktion

Bei der Flüssig-Fest-Extraktion wird eine Substanz selektiv mit einem geeigneten Lösungsmittel aus einem vorliegenden Feststoffgemisch herausgelöst. Verschiedene Versuchsaufbauten mit dem Minilabor sind möglich (Abb. 6):

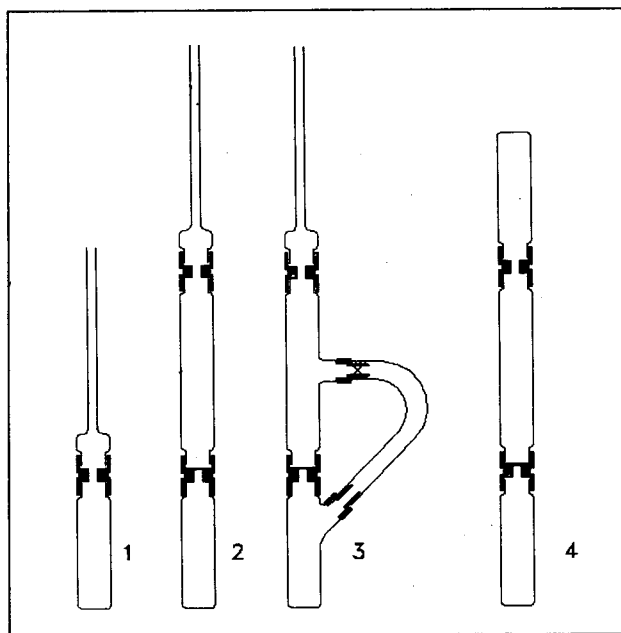


Abb. 6 : Apparaturen zur Flüssig-Fest-Extraktion

1. der einfachste Aufbau besteht aus einem Reaktionsgefäß und Refluxrohr. Der Feststoff wird in ein Lösemittel gegeben und unter Rückfluß erwärmt (Variante 1).

2. Es wird zusätzlich ein Gewinderohr eingesetzt. Zwischen das Reaktionsgefäß und das Gewinderohr wird die PTFE-Filterträger in die Kupplung eingelegt. Darauf wird das zu extrahierende Feststoffgemisch gegeben (es sollte grobkörnig sein; wie z.B. gemahlene Leinsamen).

Es wird bis zum Sieden des Lösemittels erwärmt, das nach Kondensation im Gewinderohr oder Kühler durch den Feststoff perkoliert (Variante 2).

3. Möglich ist auch ein Aufbau für kontinuierliche Extraktion unter Verwendung eines Reaktionsgefäßes mit Seitenarm 45°, einer Filterträger, eines T-Stücks, eines Refluxrohrs sowie von Schlauch und Schlaucholiven (Variante 3). Der durch den Seitenarm aufsteigende Lösemitteldampf wird im Refluxrohr kondensiert, das Kondensat tropft durch den Feststoff, extrahiert dabei die Substanzen und gelangt wieder in das als Verdampfer verwendete Reaktionsgefäß mit Seitenarm.

4. Extraktion im geschlossenen Gefäß. Voraussetzung hierbei ist die Verwendung eines Expansionsgefäßes, das die beim Erwärmen expandierende Luft System aufnehmen kann, und eine im Vergleich zur beheizten Fläche große luftgekühlte Oberfläche, an der Lösemitteldämpfe wieder kondensieren können. Der Aufbau besteht aus zwei Reaktionsgefäßes und einem Gewinderohr, die miteinander verschraubt werden. Das zu extrahierende Gut wird mit Hilfe einer Filterträger oder Glaswolle im Gewinderohr gehalten; das Lösemittel wird in das untere Reaktionsgefäß gegeben und die ganze Apparatur bis zum Siedepunkt des Lösemittels im Thermoblock erwärmt (Variante 4).

2.1.8.2. Flüssig-Flüssig-Extraktion

Bei der Flüssig-Flüssig-Extraktion wird ein im Gemisch vorliegender gelöster Stoff aus einer flüssigen Phase mit einem zweiten Lösemittel, das mit dem ersten nicht mischbar ist, selektiv extrahiert. Dazu muß die Löslichkeit des zu extrahierenden Stoffes in dem zweiten Lösemittel größer sein. Zur Ausführung der Extraktion mit dem Minilabor wird ein Gewinderohr über eine Kupplung 13,20 mit einem Hahn verbunden. Zum Extrahieren werden in der Regel spezifisch schwerere Flüssigkeiten verwendet, damit die untere Phase, die den extrahierten Stoff enthält, durch den Hahn abgelassen werden kann.

Durch Einlegen der PTFE-Filtrationsmembran in die Kupplung kann beim Extrahieren wäßriger Lösungen mit halogenierten Lösemittel (z.B. Dichlormethan) ein "automatisierter" Hahn gebaut werden: die untere halogenierte Phase läuft durch die Membran frei ab; sobald die wäßrige Phase auf die Membran trifft, stoppt der Flüssigkeitsstrom.

2.1.9. Adsorption

Bei der Reinigung von Flüssigkeiten und Gasen werden häufig Feststoffe als Adsorbentien (z.B. Aktivkohle) verwendet. Reaktionen, bei denen sich z.B. gesundheitsschädliche Gase entwickeln, lassen sich auch ohne Abzug durchführen, wenn ein entsprechendes granuliertes

Adsorptionsmittel, eingefüllt in ein Gewinderohr, auf die Öffnung des Reaktionsgefäßes aufgeschraubt wird. Analog können Lösemittel für Versuche getrocknet werden, indem man sie ein Gewinderohr, gefüllt mit einem geeigneten Adsorptionsmittel (z.B. Molekülsieb), gibt. Selektive Adsorption organischer Stoffe aus wäßrigen Lösungen mit Hilfe von Adsorberharzen ist eine einfache Methode, um die gelösten Stoffe für spätere Untersuchungen anzureichern.

2.2. Arbeiten mit Gasen

2.2.1. Einfache Gasentwickler

Eine allgemeine Methode für die Herstellung der gebräuchlichen Gase im Laboratorium besteht darin, sie durch eine Umsetzung aus Flüssigkeit und Feststoff herzustellen. Ein einfacher Gasentwickler kann durch folgende Konstruktionen verwirklicht werden (vgl. Abb.7):

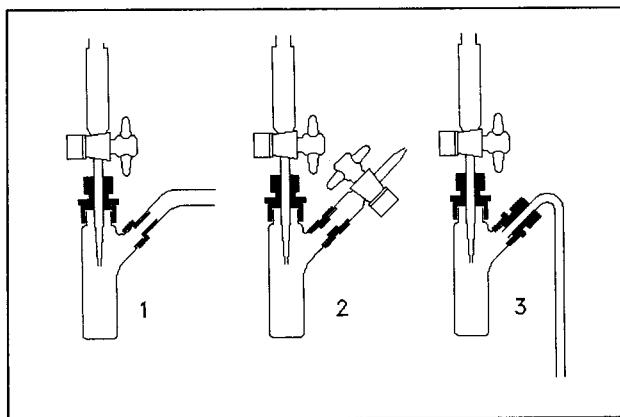


Abb. 7 : Gasentwickler

1. Verwendung von Tropftrichter, Adapter 20, Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, Schlauch und Olive (Abb. 7.1: sehr einfach, aber großes Totvolumen)

2. Verwendung von Tropftrichter, Adapter 20, Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, Kupplung 13,13, Hahn und Schlauch (Abb. 7.2: nur bei kondensierbaren Gasen verwenden!)

3. Verwendung von Tropftrichter, Adapter 20, Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, Adapter 13 und Glasrohr (Abb. 7.3: geeignet bei größeren Reaktionsapparaturen, z.B. bei Synthesen unter Beteiligung von Reaktionsgasen). Nach Möglichkeit sollte die Spitze des Glasrohr ausgezogen werden, um kleine Gasblasen und damit bessere Umsetzung zu erzielen.

Die einfachste Möglichkeit der Gaseinleitungen in wäßrige Lösungen besteht in der Verwendung der Filtrationsmembranen, die für wäßrige Phasen unter Norm-

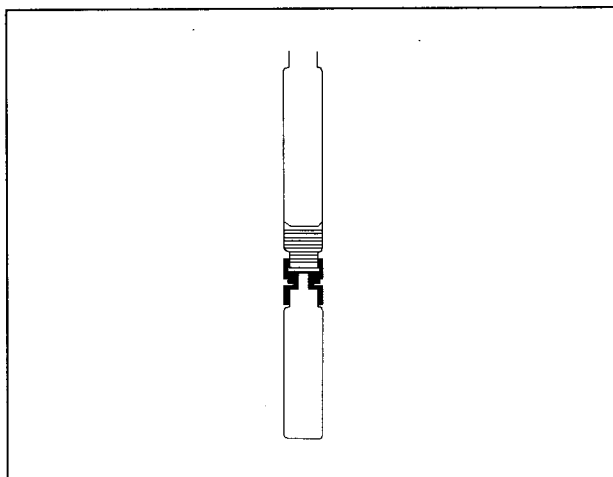


Abb. 8 : Gasreaktor unter Verwendung der PTFE-Filtrationsmembran

druck nicht durchlässig sind. Die gasentwickelnde Reaktion wird in einem einfachen Reaktionsgefäß durchgeführt. Über eine Kupplung 20,20 mit eingelegter Filterträger und Filtrationsmembran wird das Gewinderohr aufgeschraubt, das die wäßrige Reagenzlösung enthält (Abb. 8). Das sich im Reaktionsgefäß entwickelnde Gas kann die Membran durchdringen und mit der Reagenzlösung reagieren (z.B. Ausfällen von schwerlöslichen Sulfiden durch H_2S oder ähnliche Reaktionen). Nach Beendigung der Reaktion muß die Kupplung vorsichtshalber gelockert werden, damit nicht durch möglicherweise entstehenden Unterdruck die wäßrige Phase in das Reaktionsgefäß gezogen wird.

2.2.2. Kontinuierliche Gasentwicklung

Zur Herstellung größerer Mengen von Gasen aus granulierten Feststoffen und Flüssigkeit können mit Teilen des Minilabors selbstregulierende Apparaturen nach dem Prinzip Kipp (bzw. Gupser) aufgebaut werden (vgl. Abb 9).

2.3. Substanztrocknung

2.3.1. Feststoffe

Zum Trocknen von Feststoffen wird ein miniaturisierter Exsikkator aus einem Reaktionsgefäß mit Seitenarm und einem einfachen Reaktionsgefäß aufgebaut (Abb 10). Beide Gefäße werden mit einer Kupplung 20,20 und innenliegendem Filterträger/PTFE-Filtrationsmembran verbunden. Der zu trocknende Feststoff befindet sich in dem einfachen Reaktionsgefäß, das granuliertem Trockenmittel in dem Reaktionsgefäß mit Seitenarm. Über den Seitenarm wird mittels einer Kupplung 13,13 und Hahn die Verbindung zur Wasserstrahlpumpe hergestellt. Zur Beschleunigung des Trockenvorgangs wird die Apparatur in

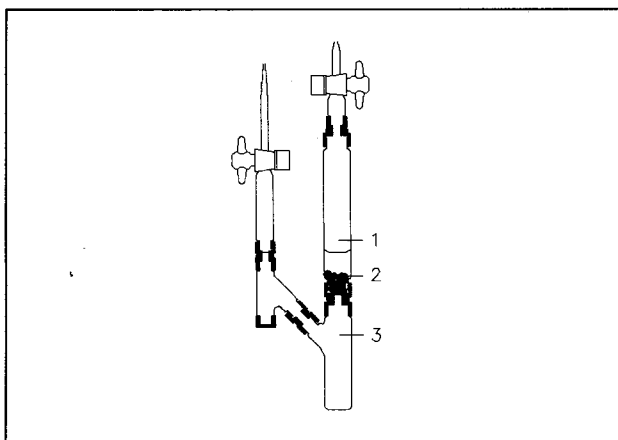


Abb. 9 : Apparatur zur kontinuierlichen Gasentwicklung aus Feststoff und Flüssigkeit. (1) oberer Gasraum, (2) granulierter Feststoff, (3) Flüssigkeit

einen Thermoblock (entsprechend dem zu entfernenden anhaftenden Lösemittel temperiert) eingestellt.

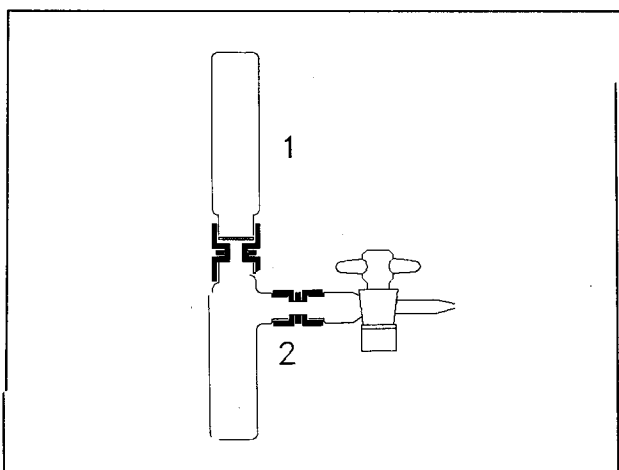


Abb. 10 : Miniaturisierter "Exsikkator". (1) enthält den zu trocknenden Stoff, getrennt von (2) durch eine PTFE-Filtrationsmembran. In (2) befindet sich das granuliert Trocknensmittel, z.B. Siccapent.

2.3.2. Flüssigkeiten und Gase

Kleine Flüssigkeitsmengen können unter Verwendung von Molekülsieben oder granulierten Trockenmitteln getrocknet werden. Dazu wird ein Aufbau aus einem Gewinderohr, einem Hahn und einer Kupplung 20,13 mit innenliegender Filterträger/PTFE-Filtrationsmembran benötigt. Das Gewinderohr wird mit dem Molekülsieb gefüllt. Das zu trocknende Lösemittel wird in das Gewinderohr eingefüllt und langsam durch die Säulenfüllung perkoliert. Gase werden analog getrocknet. Alternativ kann zum Trocknen von Gasen aus Teilen des Minilabors eine "Waschflasche" aus einem Reaktionsgefäß mit Seitenarm

45° und einem gebogenen Glasrohr, das über eine Adapterkupplung 20 eingeführt wird, aufgebaut werden (Abb. 11).

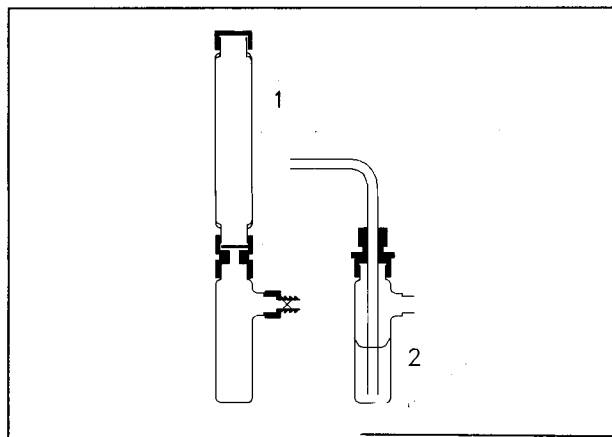


Abb. 11 : Apparativer Aufbau zur Trocknung von Flüssigkeiten mit Molekülsieben (1) oder Gasen durch Einleiten in eine miniaturisierte "Waschflasche"

2.4 Bestimmung von Siedepunkten

Hierzu wird ein Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°, eine Kupplung 20,20, ein Refluxrohr, ein Adapter 13 und das Thermometer verwendet (Abb. 12). Das Reaktionsgefäß wird in den Thermoblock gestellt. Eine Rührnadel wird zugegeben. Ca. 5 ml der Flüssigkeit, deren Siedepunkt bestimmt werden soll, werden mit einer Pipette (z.B. Pasteur - Pipette oder PE-Einwegpipette) zugegeben. Das Thermometer wird mit Hilfe der Adapterkupplung in die kleine Gefäßöffnung eingeführt. An die große Gefäßöffnung wird das Refluxrohr als Rückflußkühler angeschraubt. Unter Rühren wird auf einem Magnetheizrührer erhitzt. Es gibt einen zunächst fast linearen Temperaturanstieg. Nach etwa 6 Minuten bleibt die Temperaturanzeige konstant (vgl. Abb. 13). Es muß darauf geachtet werden, daß nicht so stark erhitzt wird, daß die Dämpfe durch den Kühler brechen.

3. Praktische Durchführungen

Die Anwendungsmöglichkeiten für das Minilabor im pharmazeutisch-analytischen Bereich können in zwei Gruppen zusammengefaßt werden:

Im ersten Teil umfassen sie die allgemeinen grundlegenden Laboroperationen im Halbmikromaßstab (vgl. Tab.1), im zweiten Teil die Anwendungen dieser Grundoperationen auf typische Untersuchungen im Bereich der Pharmazie, wie sie z.B. im pharmacognostischen Praktikum durchgeführt werden können (Vgl. Tab.2).

Die dazugehörigen Versuchsvorschriften wurden an der Pädagogischen Hochschule Heidelberg mit Studenten und Mitarbeitern, an der Heinrich-Lanz-Gewerbeschule in Mannheim mit angehenden Chemotechnikern, an der Realschule Ketsch/Brühl bei Heidelberg mit Schülern vers-

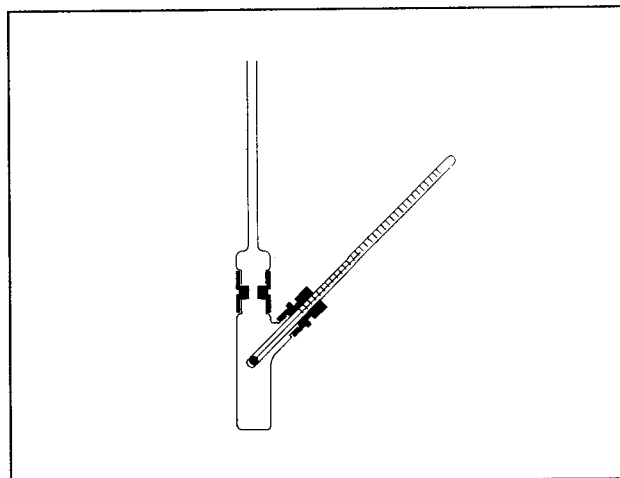


Abb. 12 : Apparatur zur Siedepunktbestimmung

chiedener Altersstufen und in Fortbildungsveranstaltungen mit Lehrern erprobt. Die langjährigen Erprobungen haben gezeigt, daß die miniaturisierten Laboratoriumsgeräte äußerst einfach zu handhaben sind und sich ideal für alle denkbaren Einsatzbereiche eignen.

Aufgrund der vorliegenden Erfahrungen sind wir außerdem der Meinung, daß der Einsatz der o.g. miniaturisierten Geräte bei den vorgeschriebenen und von den Apothekern in den Apotheken durchzuführenden Unter-

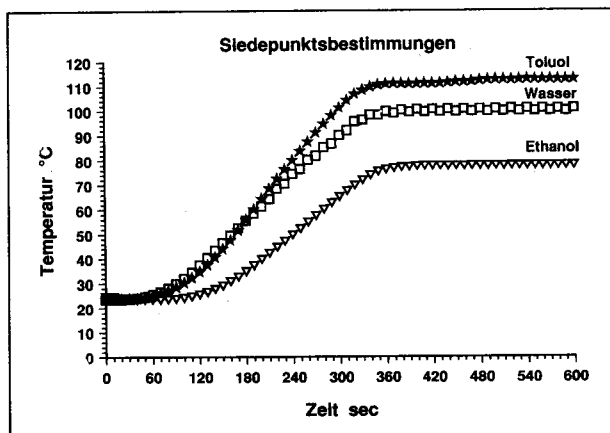


Abb. 13: Siedepunktbestimmungen

suchungen wirtschaftlicher als mit konventionellen Geräten und Methoden ist, und zusätzlich durch die wesentlich geringeren Abfallmengen auch einen Beitrag zum Umweltschutz leistet.

Literatur

1. J. Redeker, M. Schallies, PdN-Ch. 36, 7-12 (1987)
2. M. Schallies, PdN-Ch. 40, 2-5 (1991)
3. J. Redeker, PdN-Ch. 40, 11-12 (1991)
4. M. Schallies, J. Redeker, J.Chem.Educ. 65, 74-77 (1988)

Tabelle 1. Allgemeine grundlegende Laboroperationen

<p>V1: FILTRATION</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>5,0 ml</td> </tr> <tr> <td>Aktivkohle</td> <td>p.A.</td> <td>0,5 g</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° 1 Kupplung 20,20 1 Filterscheibe 1 PTFE-Filtermembran 1 Schlaucholive 	Substanz	Qualität	Menge	Wasser	dest.	5,0 ml	Aktivkohle	p.A.	0,5 g	<p>Versuchsdurchführung: Wasser und Aktivkohle werden in ein Reaktionsgefäß gegeben und verrührt. In eine Schraubkupplung werden die Filterscheibe und die Filtermembran eingelegt. Die Kupplung wird auf das Reaktionsgefäß so aufgeschraubt, daß das Stoffgemisch zuerst auf die Filtermembran treffen wird. Nun wird das Reaktionsgefäß mit Seitenarm ebenfalls angekuppelt. Die Apparatur wird mit einer Magnethalterung an der Arbeitswand befestigt. Am Seitenarm wird über eine Schlaucholive die Verbindung zur Wasserstrahlpumpe hergestellt. Die Apparatur wird nun an der Arbeitswandum 180° gedreht, so daß das Feststoff/ Flüssigkeitsgemisch auf die Filtrationsmembran zu liegen kommt. Durch Anlegen von Vakuum kann nun die Flüssigkeit abgezogen werden.</p>			
Substanz	Qualität	Menge											
Wasser	dest.	5,0 ml											
Aktivkohle	p.A.	0,5 g											
<p>V2: Umkristallisation</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1,3-Dinitrobenzol</td> <td>krist.</td> <td>200 mg</td> </tr> <tr> <td>Ethanol</td> <td>96%</td> <td>2,0 ml</td> </tr> <tr> <td>H₂O</td> <td>dest.</td> <td>2,0 ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Thermoblock 1 Reaktionsgefäß 1 Kupplung 20,20 1 Refluxrohr 20 	Substanz	Qualität	Menge	1,3-Dinitrobenzol	krist.	200 mg	Ethanol	96%	2,0 ml	H ₂ O	dest.	2,0 ml	<p>Versuchsdurchführung: Das Dinitrobenzol wird in das Reaktionsgefäß gegeben und mit einem Teil des Lösemittelgemisches versetzt. Zunächst wird in der Kälte gerührt und das Lösungsverhalten beobachtet. Danach wird das Gefäß in den Thermoblock gestellt, das Refluxrohr wird aufgeschraubt und das Lösemittel unter Rühren bis zum Sieden erwärmt und noch so viel des restlichen Lösemittelgemisches hinzugegeben, bis in der Siedehitze die gesamte Substanzmenge vollständig gelöst ist. Anschließend wird die Versuchsanordnung aus dem Thermoblock herausgenommen und zum Abkühlen mit einer Magnethalterung an der Arbeitswand befestigt. Die ausgefallenen Kristalle werden nach V1 abfiltriert.</p>
Substanz	Qualität	Menge											
1,3-Dinitrobenzol	krist.	200 mg											
Ethanol	96%	2,0 ml											
H ₂ O	dest.	2,0 ml											
<p>V3: DESTILLATION VON ROTWEIN</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Rotwein</td> <td>käuflich</td> <td>5,0 ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45° 1 Kühler 1 Adapter 20 1 Reaktionsgefäß (4 ml) als Vorlage 1 Adapter 13 	Substanz	Qualität	Menge	Rotwein	käuflich	5,0 ml	<p>Versuchsdurchführung: In ein Reaktionsgefäß mit Seitenarm werden 5 ml Rotwein mit einer Pipette (Pasteur-Pipette, Eppendorf-Multipette o.ä.) eingefüllt. Ein Kühler wird am Seitenarm angeschraubt. Ein Thermometer wird mit Hilfe einer Thermometeradapterkupplung eingeführt. Eine Rührnadel wird hinzugefügt. Die Apparatur (Abb. 8, Variante 2) wird in einen Thermoblock eingestellt und auf einem Magnetheizrührer erhitzt.</p>						
Substanz	Qualität	Menge											
Rotwein	käuflich	5,0 ml											

Tabelle 1. Fortsetzung

<p>V4: Vakuumdestillation von Anilin</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Anilin</td> <td>pro synth.</td> <td>5,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <p>1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° 1 Reaktionsgefäß klein 1 Adapterkupplung 20 1 Adapterkupplung 13 1 Kühler 1 T-Stück 2 Kupplungen 13,13 1 Schlaucholive</p>	Substanz	Qualität	Menge		Anilin	pro synth.	5,0	ml	<p>Versuchsdurchführung: Anilin wird in ein Reaktionsgefäß mit Seitenarm eingefüllt. Über die Adapterkupplung 20 wird ein Thermometer eingeführt. Mit der Adapterkupplung 13 wird am Seitenarm der Kühler befestigt. Am Kühlmantel wird mit der Kupplung 13,13 das T-Stück angeschraubt. An die freien Schenkel werden Schlaucholive und Vorlage angekuppelt. Eine Rührmadel wird hinzugefügt und der Versuchsansatz in den Thermoblock eingestellt. Zunächst wird die Apparatur unter Rühren auf dem Magnetheizrührer mit der Wasserstrahlpumpe evakuiert. So bald am Geräusch der Pumpe zu hören ist, daß sich ein stabiles Va-kuum eingestellt hat, wird die Destillation durch Aufheizen begonnen.</p>				
Substanz	Qualität	Menge											
Anilin	pro synth.	5,0	ml										
<p>V5: WASSERDAMPFDESTILLATION von Gewürznelken</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Gewürznelken</td> <td></td> <td>1,0</td> <td>g</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <p>1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45° 1 Kühler 1 Adapter 20 1 Reaktionsgefäß einfach 1 Hahn 1 großes T-Stück 2 Kupplungen 13,20</p>	Substanz	Qualität	Menge		Gewürznelken		1,0	g	<p>Versuchsdurchführung : In ein Reaktionsgefäß mit Seitenarm werden die pulverisierten Nelken und 5 ml Wasser eingefüllt. Ein Thermometer wird in der großen Gefäßöffnung mittels einer Adapterkupplung angebracht; der Seiten-arm wird mit einer weiteren Adapterkupplung mit dem absteigenden Kühler verbunden. Die Apparatur wird in einen Thermoblock gestellt und unter Rühren zum Sieden erhitzt. Als Vorlage wird ein weiteres Reaktionsgefäß verwendet.</p>				
Substanz	Qualität	Menge											
Gewürznelken		1,0	g										
<p>V6: EXTRAKTION VON CHLOROPHYLL</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Brennesselblätter</td> <td></td> <td>2</td> <td>Stück</td> </tr> <tr> <td>Methanol</td> <td>techn.</td> <td>5</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <p>1 Reaktionsgefäß 1 Refluxkühler 1 Kupplung 20,20</p>	Substanz	Qualität	Menge		Brennesselblätter		2	Stück	Methanol	techn.	5	ml	<p>Versuchsdurchführung : Zwei etwas klein geschnittene Brennesselblätter werden in ein Reaktionsgefäß gegeben und mit 5 ml Methanol versetzt. Ein Reflux-rohr wird aufgeschraubt und die Mischung unter Rühren 5 Minuten im Thermoblock zum Sieden erwärmt.</p>
Substanz	Qualität	Menge											
Brennesselblätter		2	Stück										
Methanol	techn.	5	ml										

Tabelle 2. Beispiele im Bereich Pharmazie

<p>V1: LÖSLICHKEIT VON SALZEN</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Kupfersulfat</td> <td>krist.</td> <td>0,20</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Kaliumnitrat</td> <td>krist.</td> <td>0,20</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Kaliumaluminium-sulfat</td> <td>krist.</td> <td>0,20</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>3,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <p>3 Reaktionsgefäße</p>	Substanz	Qualität	Menge		Kupfersulfat	krist.	0,20	g	Kaliumnitrat	krist.	0,20	g	Kaliumaluminium-sulfat	krist.	0,20	g	Wasser	dest.	3,0	ml	<p>Versuchsdurchführung : Drei verschiedene Salze werden verwendet: Kupfersulfat (blaue Kristalle, Algenbekämpfungsmittel im Schwimmbad); Kaliumnitrat (weiße Kristalle, Pökelsalz) und Kaliumaluminiumsulfat (weiße Kristalle, Beizmittel=Rasierstein). Nach der ersten Substanzzugabe lösen sich alle drei Salze vollständig in Wasser. Nach den weiteren Substanzzugaben entstehen mit Kupfersulfat und Kaliumaluminiumsulfat Bodenkörper (gesättigte Lösungen), während Kaliumnitrat vollständig gelöst wird. Beim Erhitzen zum Sieden gehen auch die Bodenkörper vollständig in Lösung. Die heißen Lösungen werden mit Holzklammern aus dem Thermoblock entnommen und in einem Aluminiumgestell abgestellt. Die Gefäße werden mit einem Schraubdeckelverschluss und bis zur vollständigen Abkühlung stehengelassen.</p> <p>Beim Abkühlen kristallisieren Kupfersulfat und Kaliumaluminiumsulfat sofort aus, während Kaliumnitrat in Lösung bleibt. Nachdem eine Woche vergangen ist, bilden sich jedoch auch hier Kristalle. Die Kristallformen und -farben werden verglichen. Da die Lösung über den Kupfersulfatkristallen noch blau gefärbt ist, kann dies als Beweis angesehen werden, daß die Kristallisation der Lösung nicht vollständig abläuft, sondern eine gesättigte Lösung zurückbleibt ("Mutterlauge").</p>				
Substanz	Qualität	Menge																							
Kupfersulfat	krist.	0,20	g																						
Kaliumnitrat	krist.	0,20	g																						
Kaliumaluminium-sulfat	krist.	0,20	g																						
Wasser	dest.	3,0	ml																						
<p>V2: SYNTHESE VON KOHLENDIOXID AUS DEN ELEMENTEN</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Holzkohle</td> <td>ca. 0,5x 1,0 cm</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mangandioxid</td> <td>chem.rein</td> <td>1,5g</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Wasserstoffperoxid</td> <td>10%-ig</td> <td>5ml</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>7ml</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Calciumhydroxid</td> <td>verdünnt</td> <td>2ml</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <p>2 Reaktionsgefäße 1 großes T-Stück 1 T-Stück 1 Tropftrichter 1 gebogenes Glasrohr 90° 1 Adapter 20 1 Adapter 13 2 Kupplungen 13,20 1 Schraubdeckel 13</p>	Substanz	Qualität	Menge		Holzkohle	ca. 0,5x 1,0 cm			Mangandioxid	chem.rein	1,5g		Wasserstoffperoxid	10%-ig	5ml		Wasser	dest.	7ml		Calciumhydroxid	verdünnt	2ml		<p>Versuchsdurchführung : Der Aufbau der Apparatur wird genauso wie bei der Synthese von Schwefeldioxid ausgeführt (vgl. Abb. 18). Als Nachweislösung wird Calciumhydroxid eingefüllt. Wenn die Sauerstoffentwicklung gleichmäßig in Gang gekommen ist, wird durch den Seitenarm des großen T-Stücks ein Stückchen glimmende Holzkohle eingeführt. Danach wird sofort wieder verschlossen. Sobald die Holzkohle in den Gasstrom kommt, glüht sie hell auf. Die Calciumhydroxidlösung trübt sich und ein Niederschlag fällt aus.</p>
Substanz	Qualität	Menge																							
Holzkohle	ca. 0,5x 1,0 cm																								
Mangandioxid	chem.rein	1,5g																							
Wasserstoffperoxid	10%-ig	5ml																							
Wasser	dest.	7ml																							
Calciumhydroxid	verdünnt	2ml																							

Tabelle 2. Fortsetzung

<p>V3: Nachweis von Methanol</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Methanol</td> <td>dest.</td> <td>2,0</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Borsäure</td> <td>krist.</td> <td>1,0</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Schwefelsäure</td> <td>conc.</td> <td>1,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 1 Refluxrohr 1 Kupplung 20,20 	Substanz	Qualität	Menge		Methanol	dest.	2,0	ml	Borsäure	krist.	1,0	g	Schwefelsäure	conc.	1,0	ml	<p>Versuchsdurchführung : Methanol, Borsäure und Schwefelsäure werden in ein Reaktionsgefäß gegeben. Ein Refluxrohr wird aufgeschraubt. Der Ansatz wird im Heizblock unter Rühren zum Sieden erhitzt (Heizblock auf ca. 100° C. einstellen). Nach 4 Minuten siedet der Ansatz, und nach 7 Minuten lassen sich die aus dem Refluxrohr an der Spitze austretenden Dämpfe entzünden. Die deutlich grüne, 1 - 5 cm hohe Flamme brennt ca. 5 Minuten lang. Der Versuch dauert 15 Minuten. Analog ist die Reaktion von Borsäure mit Ethanol zu Borsäuretriethylester durchzuführen. Der erhaltene Ester brennt mit hellgelber, grünesäuerter Flamme.</p>												
Substanz	Qualität	Menge																											
Methanol	dest.	2,0	ml																										
Borsäure	krist.	1,0	g																										
Schwefelsäure	conc.	1,0	ml																										
<p>V4: ALKOHOLISCHE GÄRUNG</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Glucose</td> <td>krist.</td> <td>2,0</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Backhefe</td> <td>käuflich</td> <td>2,0</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>5,0</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Kalkwasser</td> <td>verdünnt</td> <td>3,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 1 Gewinderohr 1 Kupplung 20,20 1 Filterscheibe (PTFE) 1 PTFE-Membran 	Substanz	Qualität	Menge		Glucose	krist.	2,0	g	Backhefe	käuflich	2,0	g	Wasser	dest.	5,0	ml	Kalkwasser	verdünnt	3,0	ml	<p>Versuchsdurchführung : Der Heizblock wird auf 50° C. vorgeheizt. Hefe, Glucose und 5 ml Wasser werden in ein Reaktionsgefäß gegeben und so lange geschüttelt, bis eine feine Aufschlammung der Hefe entsteht. Auf das Reaktionsgefäß wird eine Kupplung aufgeschraubt. In diese wird eine Filterscheibe und eine PTFE-Filtrationsmembran gelegt und ein Gewinderohr aufgeschraubt. In das Gewinderohr werden 3ml Kalkwasser eingefüllt und die Apparatur in den Heizblock gestellt.</p> <p>Nach ca. 2 Minuten fängt der Ansatz an zu gären. Es bildet sich ein Schaum, und Gasbläschen perlen durch das Kalkwasser. Nach ca. 8 Minuten ist das Kalkwasser sehr deutlich getrübt.</p> <p>Zum Nachweis des gebildeten Alkohols wird der Ansatz nach 30 Minuten Reaktionszeit aus dem Thermoblock entnommen. Zum Entfernen der Hefe wird entweder zentrifugiert (siehe 2.1.2) oder filtriert. Zur besseren Filtrierbarkeit muß eine Filtrationshilfe (z.B. Cellulosepulver MN 300) hinzugegeben werden. Das Filtrat wird in ein Reaktionsgefäß mit Seitenarm gefüllt und destilliert. Mit den ersten Tropfen des Filtrats wird die Iodoform-Probe durchgeführt.</p>								
Substanz	Qualität	Menge																											
Glucose	krist.	2,0	g																										
Backhefe	käuflich	2,0	g																										
Wasser	dest.	5,0	ml																										
Kalkwasser	verdünnt	3,0	ml																										
<p>V5: FETTVERSEIFUNG</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Fett</td> <td>"Palmin"</td> <td>1,0</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>NaOH</td> <td>techn.</td> <td>0,2</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>1,0</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Glycerin</td> <td>DAB 7</td> <td>0,2</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>NaCl</td> <td>techn.</td> <td>3,0</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Wasser</td> <td>dest.</td> <td>10,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 1 Refluxrohr 1 Kupplung 20,20 1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° 1 Filterscheibe 1 PTFE-Membran 1 Schlaucholive 	Substanz	Qualität	Menge		Fett	"Palmin"	1,0	g	NaOH	techn.	0,2	g	Wasser	dest.	1,0	ml	Glycerin	DAB 7	0,2	ml	NaCl	techn.	3,0	g	Wasser	dest.	10,0	ml	<p>Versuchsdurchführung : Fett ("Palmin"), Natronlauge und Wasser werden in ein Reaktionsgefäß gegeben. Ein Refluxrohr wird aufgeschraubt. Der Ansatz wird in einen Thermoblock gestellt und 10 Minuten unter Rückfluß und Rühren gekocht.</p> <p>Zunächst wird eine Dispersion erhalten, die nach ca. 4 Minuten im Aussehen opak erscheint. Schaum beginnt sich zu bilden, der nach ungefähr 8 Minuten das Gefäß zu 2/3 ausfüllt. Die Reaktion wird abgebrochen, wenn der Gefäßinhalt homogen geworden ist.</p> <p>Der Ansatz wird aus dem Thermoblock entnommen. Der Inhalt wird zum Aussalzen mit einer Lösung von 3 g NaCl in 10 ml Wasser unter Rühren versetzt. Die ausgefallene Seife wird abfiltriert und einmal mit destilliertem Wasser gewaschen. Nach Absaugen der Waschflüssigkeit wird der Gefäßinhalt mit dem Glycerin versetzt und im Thermoblock bei ca. 80° C. aufgeschmolzen. Sobald eine Schmelze entstanden ist, wird sie in eine Form ausgegossen.</p> <p>Beim Waschen der Rohseife geht eine kleine Menge als Schaum verloren. Die zum Schluß erhaltene Reinseife ist fest, weiß und schäumt gut mit destilliertem Wasser.</p>
Substanz	Qualität	Menge																											
Fett	"Palmin"	1,0	g																										
NaOH	techn.	0,2	g																										
Wasser	dest.	1,0	ml																										
Glycerin	DAB 7	0,2	ml																										
NaCl	techn.	3,0	g																										
Wasser	dest.	10,0	ml																										
<p>V6: EXTRAKTION VON CHINARINDE</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Chinarinde pulverisiert</td> <td>DAB</td> <td>1</td> <td>g</td> </tr> <tr> <td>Ammoniak</td> <td>12,5%ig</td> <td>1</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Methanol dest.</td> <td>5</td> <td>ml</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 1 Kupplung 20,20 1 Refluxrohr 1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 90° 1 Filterscheibe 1 Filtrationsmembran 	Substanz	Qualität	Menge		Chinarinde pulverisiert	DAB	1	g	Ammoniak	12,5%ig	1	ml	Methanol dest.	5	ml		<p>Versuchsdurchführung : Chinarinde, Methanol und Ammoniak werden in ein Reaktionsgefäß gegeben. Ein Refluxrohr wird angekuppelt und die Mischung 10 Minuten im Thermoblock unter Rühren bei 50-60° C. gehalten.</p> <p>Eine trübe rot-braune Lösung wird erhalten. Sie wird mit einer Filtrationseinheit filtriert. Das klare Filtrat wird dünnschichtchromatographisch auf Kieselgelplatten 4cm x 8 cm untersucht.</p> <p>Laufmittel: Toluol/ Ether/ Diethylamin im Verhältnis 55/ 35/ 10 Volumenteile. Es wird zweimal mit Zwischentrocknen entwickelt. Als Vergleichssubstanz wird reines Chinin verwendet. Sichtbarmachung der Substanzen mit Dragendorff-Reagenz (Machery-Nagel) oder Identifizierung unter UV-Licht.</p> <p>Die Zeit für die Chromatographie beträgt ca. 6-7 Minuten pro Lauf. Es werden ca. 8 verschiedene Substanzen sichtbar (Chinin und Neben-alkaloide).</p>												
Substanz	Qualität	Menge																											
Chinarinde pulverisiert	DAB	1	g																										
Ammoniak	12,5%ig	1	ml																										
Methanol dest.	5	ml																											
<p>V7: Isolierung von Citronensäure</p> <p>Chemikalien:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Substanz</th> <th>Qualität</th> <th>Menge</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Zitronensaft</td> <td>gepreßt</td> <td>5,0</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Ammoniak</td> <td>25 %</td> <td>0,5</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Calciumchlorid-Lösung</td> <td>10%</td> <td>5,0</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>Schwefelsäure</td> <td>10%</td> <td>10,0</td> <td>ml</td> </tr> </tbody> </table> <p>Geräte:</p> <ul style="list-style-type: none"> 1 Reaktionsgefäß 2 Reaktionsgefäße mit Seitenarm 45° 1 Kühler 1 Adapter 13 1 Kupplung 20,20 1 Filterscheibe 1 Filtrationsmembran 1 Schlaucholive 	Substanz	Qualität	Menge		Zitronensaft	gepreßt	5,0	ml	Ammoniak	25 %	0,5	ml	Calciumchlorid-Lösung	10%	5,0	ml	Schwefelsäure	10%	10,0	ml	<p>Versuchsdurchführung : Frisch gepreßter Zitronensaft wird in ein Reaktionsgefäß gefüllt und mit dem gleichen Volumen destilliertem Wasser verdünnt. Mit Hilfe einer Filtrationseinheit aus Filterscheibe, Filtermembran und Reaktionsgefäß mit Seitenarm wird abfiltriert. Das Filtrat wird mit dem Ammoniak alkalisch gemacht (ca. 3 Tropfen). Die Calciumchlorid-Lösung wird hinzugefügt und die Mischung zum Sieden erwärmt. Mit der Filtrationseinheit wird heiß abfiltriert. Der feste Rückstand wird in der Schwefelsäure aufgelöst. Falls keine klare Lösung erhalten wird, muß noch einmal filtriert werden. Die klare Lösung wird durch Abdampfen von etwa der Hälfte des Lösungsmittels eingedampft und zum Auskristallisieren stehen gelassen. Der ursprüngliche Zitronensaft ist nach der Filtration noch ein wenig trübe. Beim Alkalisieren verändert er seine Farbe nach hell-gelb. Nach der Zugabe der Calciumchlorid-Lösung kristallisiert das Rohprodukt sehr schnell aus (innerhalb von ca. 3 Minuten). Der Zeitbedarf für das Experiment beträgt etwa 25 Minuten. Das Reineprodukt kristallisiert über Nacht vollständig aus.</p>								
Substanz	Qualität	Menge																											
Zitronensaft	gepreßt	5,0	ml																										
Ammoniak	25 %	0,5	ml																										
Calciumchlorid-Lösung	10%	5,0	ml																										
Schwefelsäure	10%	10,0	ml																										