

TYÖ 15. LIMONEENIN UUTTO APPELSIINEISTA HÖYRYTISLAUKSELLA

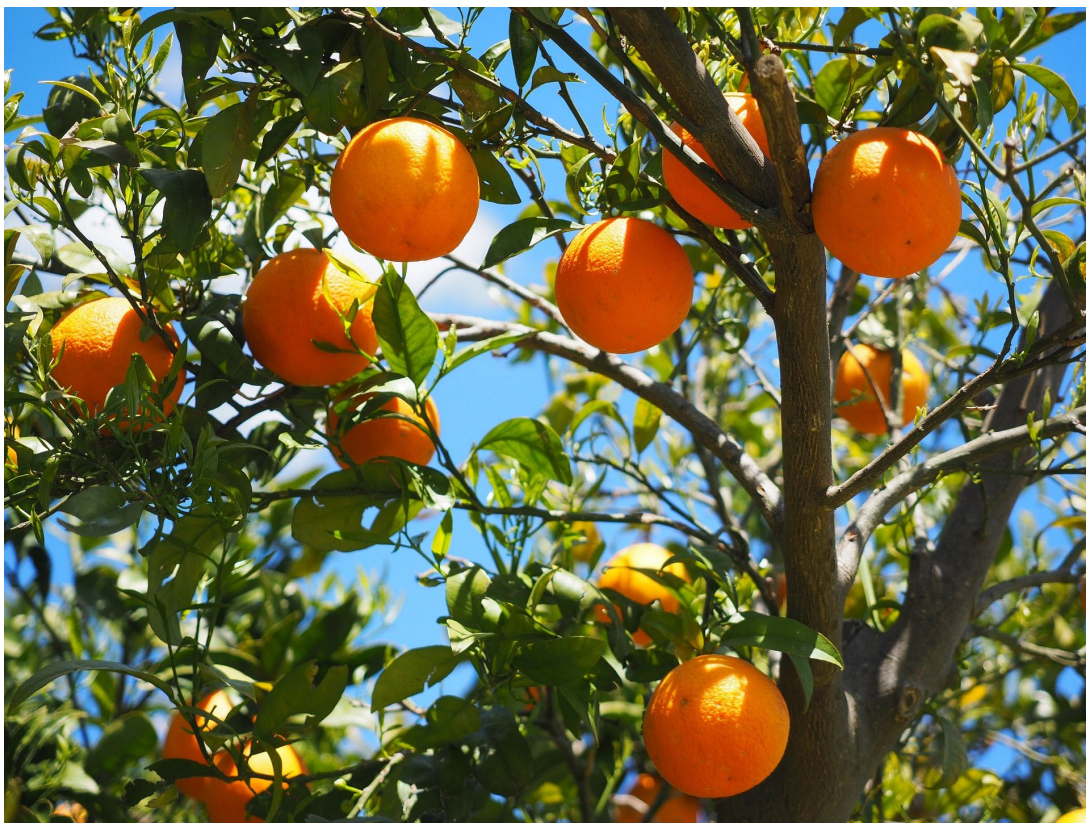
[HUOM. Opettajan ohjeessa taustatietoja ja kysymyksiin vastaukset]

KOHDERYHMÄ: Työ soveltuu lukion KE3-kurssista eteenpäin.

KESTO: 1,5-2 h.

TAVOITE: Tislausmenetelmään tutustuminen, laboratoriotyöskentelyyn orientoituminen sekä lasilaitteistojen rakentamiseen perehtyminen.

AVAINSANAT: Uutto, tislaus, limoneeni, orgaaninen kemia, halogenaatio, additioreaktio



Kuva 1: Hans (Pixabay)

1. TYÖN IDEA

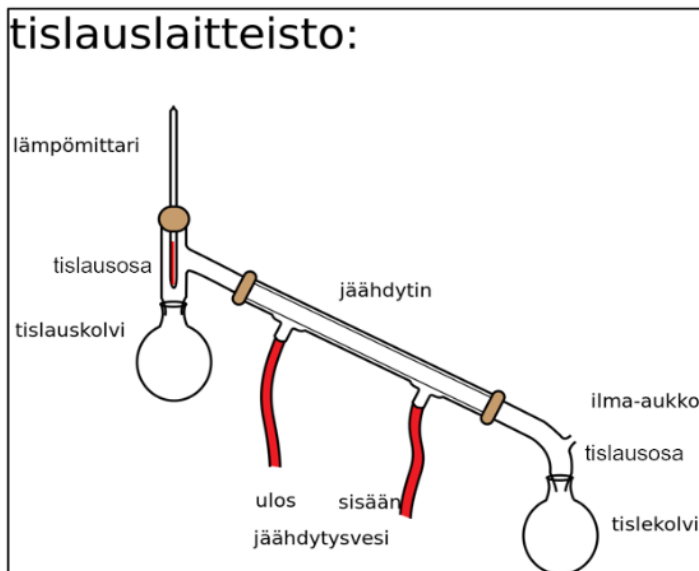
Tislausta käytetään liuoksessa olevien aineiden erottamisessa toisistaan. Tässä työssä tislataan limoneeni appelsiinin kuorista höyrytislauksella sekä tutkitaan hapettavan aineen vaikutusta kaksoissidoksellisiin yhdisteisiin. Limoneeni on appelsiinissa oleva yhdiste, joka tuoksuu "sitruksiselta". Limoneenia esiintyy useiden kasvien eteerisissä öljyissä. Limoneeni esiintyy raseemisena seokseja ja kahtena enantiomeerina. Limoneenia eristetään teollisesti joko sentrifugoimalla tai höyrytislaamalla.

2. TAUSTATEORIA

Tislaus perustuu aineiden eri höyrystymislämpöihin. Eri aineilla on eri höyrönpaine, eli kuinka helposti aine höyrystyy, eri lämpötiloissa. Tislauksessa ainesekset keitetään, jotta saadaan aikaiseksi höyrystymistä eli haihtumista. Yleinen väärinkäsitys on, että tislaus perustuu kiehumispisteisiin, mutta todellinen erotus tapahtuu haihtumisfaasissa (veden kiehumispiste 100°C vs. limoneenin kiehumispiste 176°C). Tislaus on ns. yksikköoperaatio, eikä tislauksen aikana tapahdu reaktioita.

Tislaus tapahtuu tislauslaitteistolla, joka koostuu tislauskolvista (250 ml pyörökolvi), tislausosista, jäähdyttimestä sekä tislekolvista (100 ml pyörökolvi). Tislauslaitteisto on esitetty Kuvassa 2. Kuvaa luetaan vasemmalta oikealle: tislauskolviin laitetaan tislattavat aineet ja sen alle lämmönlähde, joka voi olla esimerkiksi sähkölämmitin (ns. linnunpesä), bunsenpoltin, vesihaude tai öljyhaude. Tässä työssä käytetään sähkölämmitintä, koska vesihauteella ei päästä tarpeeksi korkeisiin lämpötiloihin. Tislauskolvin jälkeen tulee tislausosa, jossa itse aineiden erotus tapahtuu. Yleensä tislausosaan myös liitetään lämpömittari, jolla seurataan höyrön lämpötilaa, koska joskus aineiden

Kuva 2: Tislauslaitteisto (Wikimedia Commons/Antimoni)



höyrystymislämpötilat ovat muutaman asteen päässä toisistaan. Jäähdytin on lämmönsiirrin, jonka vesikierron avulla saadaan höyry kondensoitumaan takaisin nesteeksi. Toinen tislausosa tiputtaa nestettä keräysastiaan, joka voi olla joko keitinlasi tai pyörökolvi riippuen tislauksesta. Tässä tislausosassa on ilma-aukko, joka tasaa laitteiston sisään muodostunutta painetta. Ilma-aukkoon voidaan myös liittää vakuumpumppu, joka muodostaa alipaineen laitteistoon. Vakuumia joudutaan käyttämään, mikäli höyrönpaine tislattavalla aineella on korkea.

3. ENNAKKOTEHTÄVÄT ENNEN OPINTOKÄYNTIÄ

Mihin tislausta käytetään?

- *Liuksessa olevien aineiden erottamiseen toisistaan.*

Minkä tyyppisiä tislauksia on olemassa?

- *Esim. höyrytislauk, vakuumitislauk*

Mikä on raseeminen seos?

- *Raseeminen seos on optisten (peilikuvaisomeria) isomeerien seos, joka sisältää molempia enantiomeereja yhtä paljon.*

Mikä on enantiomeeri?

- *Enantiomeerit ovat isomeerejä, jotka ovat toistensa peilikuvia.*

Mikä käyttötarkoitus eri tislauksilla on?

- *Tislauskolvi: pitää aineet sisällään.*
- *Tislausosa/kolonne: liitinosa jäähdytimeen ja lämpömittarin liittämiseen, auttaa puhtaamman tisleen saantia.*
- *Lämpömittari: höyryn lämpötilan seuraaminen.*
- *Jäähdytin: kondensoi tislettä, jotta se voidaan kerätä talteen.*
- *Toinen tislauksosa: tiputtaa tislettä keräysastiaan.*
- *Tisleskolvi: kerää tisleen talteen.*

4. TYÖTURVALLISUUS JA KEMIKAALIT

I. Kaliumpermanganaattiliuos

- Ärsyttää ihoa ja voimakkaasti silmiä
- Myrkyllistä vesiliöille, pitkäaikaisia haittavaikutuksia
- **Ensiaputoimenpiteet:**
 - **Hengitettynä:** Anna raitista ilmaa.
 - **Iholle saatuna:** Suihkuta iho vedellä.
 - **Silmäkosketus:** Silmiä huuhdottava luomet auki juoksevan veden alla vähintään 10 minuuttia.
 - **Nieltynä:** Huuhdo suu.
 - Mikäli minkäänlaista ärsytystä havaitaan, on konsultoitava lääkäriä.





Aalto-yliopisto



II. 1-hekseeni

- Helposti syttyvä neste ja höyry
- Voi olla tappavaa nieltynä ja joutuessaan hengitysteihin
- Suojaa lämmöltä, kuumilta pinnoilta, avotulelta ja muilta sytytyslähteiltä.



- **Ensiaputoimenpiteet:**

- **Hengitettynä:** Anna raitista ilmaa. Kaikissa epävarmoissa tapauksissa tai jos oireet eivät hellitä, on saatettava lääkärin hoitoon.
- **Iholle saatuna:** Pestävä runsaalla vedellä. Kastuneet vaatteet on vaihdettava.
- **Silmäkosketus:** Huuhdeltava välittömästi ja huolellisesti silmäsuihkulla.
- **Nieltynä:** Välittömästi yhteys Myrkytystietokeskukseen. Ei saa oksennuttaa.

III. n-heksaani

- Helposti syttyvä neste
- Voi olla tappavaa nieltynä tai joutuessaan hengitysteihin
- Ärsyttää ihoa
- Saattaa aiheuttaa uneliaisuutta ja huimausta
- Myrkyllistä vesieliöille, aiheuttaa pitkäaikaisia haittavaikutuksia



- **Ensiaputoimenpiteet:**

- **Hengitettynä:** Anna raitista ilmaa ja pidä lepoasennossa, jossa on helppo hengittää.
- **Iholle saatuna:** Suihkuta iho vedellä.
- **Silmäkosketus:** Huuhdo silmää huolellisesti veden alla usean minuutin ajan luomet auki.
- **Nieltynä:** Huuhdo suu. Ei saa oksennuttaa. Ota välittömästi yhteys lääkäriin.

5. TYÖN SUORITUS

a. Tarvittavat välineet

- Tislauslaitteisto:
 - Pyörökolvi (250 ml)
 - Jäähdytin (Liebig)
 - Lämpömittari hioksella
 - Tislausosat
 - Pyörökolvi (100 ml) tisleen keräämistä varten
 - Kaksi vesiletkua
 - Liitosklipsit
- Sähkölämmitin
- Raastin
- Kolme koeputkea
- Koeputkiteline
- Pasteur-pipettejä
- Kouria
- Statiiveja

TYÖTURVALLISUUS JA JÄTTEIDEN KÄSITTELY

Suojatakki, -lasit -ja hanskat!

Lue työohjeen työturvallisuus ja kemikaalit -osio huolellisesti läpi!

b. Reagenssit

- Kaliumpermanganaatti
- Heksaani
- Hekseeni
- Appelsiini

c. Työvaiheet

OSA 1:

Rakenna tislauslaitteisto kuvan 2 mukaan.

Raasta appelsiinin oranssi kuori ja ole varovainen, ettei valkoista sisäkuorta tule mukaan! Laita raastettu kuori isompaan pyörökolviin (250 ml) ja lisää kuoren lisäksi 100 ml vettä.

Laita isompi pyörökolvi takaisin kiinni tislauslaitteistoon ja laita vesikierto päälle. Lämmitä tislauskolvia tasaisesti, jotta tislaus sujuu mahdollisimman tasaisesti. Hyvä nopeus tislaukselle on noin tippa tislettä sekunnissa. Tislauskolvin sisältö ei myöskään saa kiehua liian kovaa. Ensimmäinen tislausosa kannattaa peittää foliolla, jotta lämpötila olisi tarpeeksi korkea tislaukselle, mutta kolvin sisältö ei saa myöskään kiehua liian kovaa.

Tislää noin 50 ml tislettä eli puoleen väliin tislekolvia. Tislekolviin muodostuu kaksi kirkasta faasia, joista päällimmäinen on öljyfaasi, joka tässä tapauksessa on limoneenia. Pipetoi öljykerros varovaisesti vesikerroksen päältä. Jos öljykerroksen paksuus on todella pieni, niin liuoksen voi siirtää esimerkiksi mittalasiin, josta pipetoiminen on helpompaa.

OSA 2:

Aseta kolme koeputkea telineeseen ja lisää muutama tippa kaliumpermanganaattiliuosta kaikkiin koeputkiin. Kannattaa olla todella varovainen, koska kaliumpermanganaattiliuoksen konsentraatio täytyy olla todella matala, jottei se värjää liuosta liikaa.

Lisää koeputkiin muutama tippa seuraavia aineita:

- Koeputki 1: Heksaania
- Koeputki 2: Hekseeniä
- Koeputki 3: Tislettä eli limoneenia

d. Siivous ja jätteiden käsittely

Jokainen liuos kerätään omaan jäteastiaansa. **MITÄÄN EI SAA KAATAA VIEMÄRIIN!**

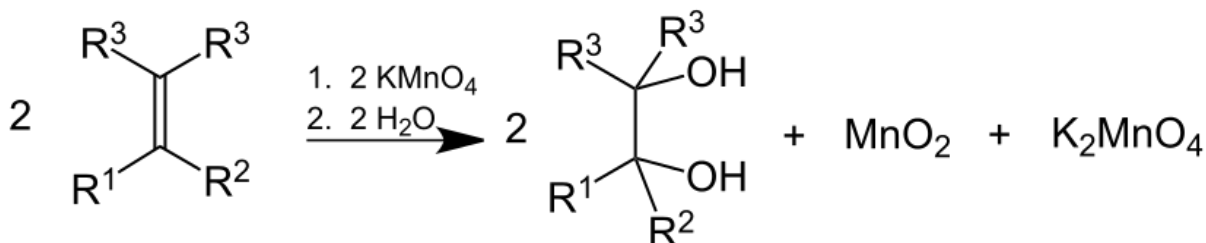
6. TULOKSET JA KOONTI

Mitä tapahtui, kun lisäsit kaliumpermanganaattiliuokseen:

- *Heksaania*
 - *Liuos muuttui violetiksi*
- *Hekseeniä*
 - *Liuos muuttui kellertäväksi*
- *Limoneenia*
 - *Liuos muuttui kellertäväksi tai oranssiksi riippuen limoneenin määrästä*

Miksi muutokset tapahtuivat?

- *Hekseenillä ja limoneenilla molemmilla on kaksoissidos rakenteessaan, joten kaliumpermanganaattiliuos hapettaa kaksoissidoksen, jolloin hydroksyyliyhymät (-OH) liittyvät hiiliatomeihin (Kuva 3).*



Kuva 3: Kaksoissidoksen ja kaliumpermanganaatin reaktio vesiliuoksessa.

7. VIITTEET

- I. RSC, Advancing the chemical sciences, Experiment 11: Extracting limonene from oranges by steam distillation, <http://www.rsc.org/learn-chemistry/resource/res00000692/extracting-limonene-from-oranges?cmpid=CMF00000770> 7.9.2017
- II. Clayden, Jonathan. Organic Chemistry. Oxford: Oxford University Press, 2001, ISBN: 978-0-19-850346-0
- III. Kuva 1: Hans, Pixabay, CC, Haettu 4.1.2023 osoitteesta <https://pixabay.com/photos/oranges-fruits-grove-orange-trees-1117628/>
- IV. Kuva 2: Antimoni, Wikimedia Commons, CC, Haettu 4.1.2023 osoitteesta <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Tislauslaitteisto.svg>
- V. Kuva 3: Rakennekaava, Wikimedia Commons, CC, Haettu 4.1.2023 osoitteesta https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Baeyer's_Probe_Alkenes_V.2.svg