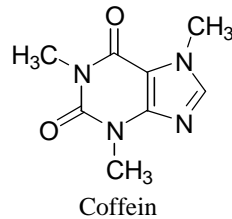


Extraktion von Coffein aus Tee

Microscale



Extraktion
Sublimation

Chemikalien:

Schwarzer Tee: 2 Beutel (à 2.4 g)

Natriumcarbonat: 2 g

Dichlormethan: 10 ml

Natriumsulfat wasserfrei: 1 g

Durchführung:

In ein kleines Becherglas gibt man 15 ml Wasser, 2 g Natriumcarbonat und wenige Siedesteinchen. Man bringt das Wasser im Sandbad zum Kochen und brüht mit einem Teebeutel (2.4 g Tee) 5 Minuten lang. Nach dem Abkühlen wird der Teebeutel so gut wie möglich ausgedrückt, der Tee wieder zum Sieden erhitzt und ein zweiter Teebeutel hinzugefügt. Auch dieser Teebeutel wird nach dem Abkühlen gut ausgedrückt, der Tee in das Zentrifugenglas gegeben und der Teebeutel mit möglichst wenig kochendem Wasser ausgespült. Man achtet darauf, dass das Gesamtvolumen an Tee 12 ml nicht übersteigt. Der gesamte Teeextrakt im Zentrifugenglas wird dort dreimal mit je 2 ml Dichlormethan extrahiert. Dazu wird das Glas verschlossen und die beiden Phasen gut durchmischt, aber nicht zu heftig geschüttelt, da sich sonst eine schlecht zu trennende Emulsion bilden kann. Nach jeder Extraktion wird die organische Phase (wo befindet sich die?) in einen kleinen Erlenmeyerkolben überführt, wobei man die Emulsion bei der Teephase lässt. Zu den vereinigten Extrakten gibt man so lange in kleinen Portionen Natriumsulfat und schüttelt, bis dieses nicht mehr zusammenklumpt; dann wird die Lösung unter mehrmaligem Schütteln 10 Minuten lang getrocknet. Die trockene Lösung wird in die kleine Saugflasche, die vorher gewogen wurde, überführt, das Natriumsulfat zweimal mit je 2 ml Dichlormethan ausgespült, und das Lösungsmittel unter Anlegen eines schwachen Vakuums (Filternutsche auf die Saugflasche, Druck regeln durch partielles Verschließen der Nutsche) vollständig entfernt. Man bestimmt das Gewicht des rohen, lösungsmittelfreien Coffeins.

Isolierung und Reinigung:

Man verwendet zum Sublimieren des Coffeins die nebenstehende Apparatur und füllt das Zentrifugenglas mit Eis. Einige Studenten verschließen den Vakuumstutzen mit einem Pipettenhütchen, die restlichen legen während des Erhitzens der Saugflasche im Sandbad Vakuum an die Saugflasche an. Ohne Vakuum sublimiert Coffein bei ca. 170 °C. Wenn das sinnvoll erscheint, kippt und dreht man die Saugflasche im heißen Sandbad und erwärmt die obere Wand mit einem Heißluftgebläse. Wenn die Sublimation beendet ist, läßt man die Saugflasche abkühlen, holt das Zentrifugenglas heraus, entfernt das Eiswasser und kratzt die Coffeinkristalle auf ein Wägebapier, von dem aus sie in ein tariertes Gläschen umgefüllt werden. Es wird die Ausbeute bestimmt und der Schmelzpunkt des Coffeins in einem zugeschmolzenen Schmelzpunktröhrchen ermittelt.

