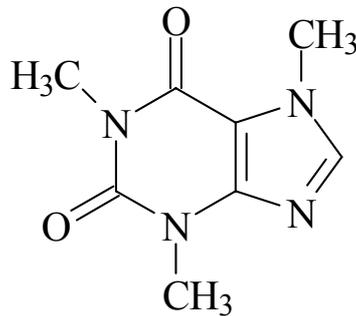


Präperat Nr. 4: Coffein-Isolierung aus Tee (Naturstoffextraktion)



Coffein (1,3,7-Trimethyl-2,6-dioxo-1,2,3,6-tetrahydropurin)
($C_8H_{10}N_4O_2$)

1. Das Grundprinzip der Extraktion:

Aus handelsüblichen Teeblättern wird mit Wasser in der Siedehitze Coffein extrahiert. Die mitextrahierten Gerbstoffe werden mit Pb^{2+} ausgefällt und anschließend überschüssiges Blei als schwerlösliches Bleisulfat ausgefällt. Nach Neutralisation mit Ammoniaklösung wird aus der wässrigen Lösung Coffein mit Dichlormethan extrahiert.

2. Durchführung und Beobachtungen:

50 g Teeblätter wurden in 350 ml Wasser suspendiert und unter Rühren 15 Minuten in einem Becherglas gekocht. Die Teeblätter wurden anschließend mit Hilfe eines handelsüblichen Stoff-Teenetzes und eines Mörsers ausgedrückt und der Extraktionsvorgang mit 350 ml Wasser wiederholt.

Die vereinigten Extrakte wurden durch Absaugen über Kieselgur ein wenig geklärt und anschließend auf 65 °C erhitzt. In der Hitze wurden unter Rühren 80 ml einer 10%-igen Bleiacetat-Lösung zugegeben, wodurch die mitextrahierten Gerbstoffe voluminös als brauner Niederschlag ausfielen. Nach Absetzen des Niederschlages wurde durch Zugabe einiger Tropfen Bleiacetat-Lösung auf vollständige Fällung geprüft und schließlich der braune Niederschlag abgesaugt. Dieser wurde nochmals in 200 ml Wasser aufgekocht, abgesaugt und anschließend verworfen.

Die nun klaren, orangenen Wasserextrakte wurden vereinigt und in der Siedehitze mit 20 ml 20%-iger Schwefelsäure versetzt, wobei weißes Bleisulfat ausfiel. Nach Überprüfung auf Vollständigkeit der Fällung durch Zugabe einiger weiterer Tropfen Schwefelsäure wurde das ausgefällte Bleisulfat abgesaugt und das klare, orangene Filtrat (ca. 1 l) am Rotationsver-

dampfer auf 250 ml eingengt. Aufgrund der Einengung färbte sich die Lösung rot, und es fiel weiteres Bleisulfat nach, welches abgesaugt wurde.

Zur eingengten Lösung wurden 20 ml einer 25%-igen Ammoniak-Lösung gegeben; durch die Veränderung des pH-Wertes wechselte die Farbe der Lösung deutlich ins Tiefrote.

Die weiterhin klare Lösung wurde in einem Scheidetrichter fünfmal mit je 20 ml Dichlormethan ausgeschüttelt. Die Dichlormethan-Extrakte wurden vereinigt und über Natriumsulfat über Nacht getrocknet. Das Trockenmittel wurde anschließend angesaugt.

Am Rotationsverdampfer wurde ein wenig Dichlormethan abrotiert und der voluminöse gräuliche Rückstand in der Siedehitze in ca. 22 ml Dichlormethan vollständig in Lösung gebracht.

Am Rotationsverdampfer wurden anschließend rund 7 ml Dichlormethan abrotiert und zur Lösung 2 ml Petrolether (40-60 °C) gegeben. Es fiel feindispers in geringen Mengen ein weißes Pulver aus. Dieser Niederschlag wurde in der Hitze mit 6 Tropfen Dichlormethan wieder in Lösung gebracht und die Lösung in den Kühlschrank gestellt.

Aus der nun fast farblosen Lösung fiel nach ca. 5 Stunden das Coffein als weißes Pulver aus. Es wurde abgesaugt, mit geringen Mengen eines tiefgekühlten Dichlormethan-Petrolether-Gemisches gewaschen und anschließend im Exsikkator getrocknet.

3. Ausbeute:

Es wurden 0,25 g Coffein gewonnen, Literatursausbeute [1]: max. 0,5 g. Zum Vergleich: in 50 g Tee sind je nach Teesorte 1g – 2,5 g Coffein enthalten.

4. Charakterisierung:

a) Schmelzpunktbestimmung: Der Schmelzpunkt wurde im zugeschmolzenen Röhrchen bestimmt, da Coffein stark zur Sublimation neigt.

Literaturwert [1]: 235-238 °C

Gemessener Wert: 237 °C

b) IR-Spektrum:

Feststoff-IR in KBr

Wellenzahl [1/cm]	Schwingungstyp	Verbindungen
3110	$\begin{array}{c} \text{---N=C---} \\ \\ \text{H} \end{array}$ (–C–H–Streckschwingung)	
2940	–CH ₃ -Valenz	Gesättigte Kohlenwasserstoffe und Kohlenwasserstoffreste
1695, 1655	–C=O-Valenz	Carbonylverbindungen; hier Carbonsäureamide

1585, 1535, 1450	C=N-Streckschwingung (Pyrimidin-System)	Pyrimidin-Derivate
1480	-CH ₃ -Deformation	Gesättigte Kohlenwasserstoffe und Kohlenwasserstoffreste

5. Literatur:

[1]: Stahl, E; Schild, W.: Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen, Stuttgart, New York: Fischer 1986, Seite 76 ff.

Anhang:

-IR-Spektrum von Coffein

-Vergleichs-IR-Spektrum von Coffein [1]