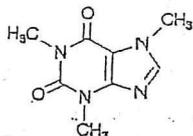


12.1.1. Coffein (1,3,7-Trimethylxanthin)

Aufgabe : Isolierung aus Tee



Ansatz : 3 Teebeutel à 1,5 g; 50 ml Dichlormethan; 150 ml Ethylacetat

Vorschrift : In einem 250-ml-Rundkolben werden die Teebeutel mit 40 ml Wasser erhitzt, mindestens 2 Minuten im siedenden Wasser extrahiert und danach entfernt. Nach Abkühlen im Eisbad wird der erkaltete „Tee“ viermal mit je 10 ml Dichlormethan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Natriumsulfat getrocknet und am Rotationsverdampfer bis zum Auftreten einer leichten Trübung (5-10 ml) eingengt. (nach : D.F.TABER und R.S.HOERRNER J.Chem.Educ. 68 (1), 1991, S.73)

Säulenchromatographie : Die Säulenchromatographie wird nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift durchgeführt.

Bedingungen : Säule : Länge : 18 cm, Durchmesser 1,4 cm; Füllmaterial : ca. 6,0 g Kieselgel 60 grob - Korngröße 0,063-0,200 mm (70-230 mesh ASTM); Füllhöhe : 9 cm; Suspensionsmittel : Dichlormethan. Aufgabemenge : 5-10 ml des Dichlormethanextraktes sowie 5 ml Dichlormethan zum Ausspülen des Kolbens; Elution : mit 150 ml Ethylacetat, das in Reagenzgläsern in 10 ml Portionen aufgefangen wird.

Detektion : Der Nachweis von Coffein in den einzelnen Fraktionen erfolgt dünnenschichtchromatographisch auf Silicagelfolien. Laufmittel : Dichlormethan/Ethanol/konz. Ammoniak (94:5:1); Detektion : UV-Licht; R_F-Wert : 0,35. Als Vergleich dient der „Tee“-Extrakt.

Aufarbeitung : Die Fraktionen, die nur Coffein enthalten, werden in einem ausgewogenen 50-ml-Rundkolben überführt und am Rotationsverdampfer bis zur Trockene eingengt. Von dem Coffein werden das Gewicht und der Schmelzpunkt bestimmt sowie ein IR-Spektrum aufgenommen.

Produkt : Coffein (1,3,7-Trimethylxanthin) : Schmp.: 235°C

Ausbeute : ca 20 mg

Aufgabenstellung : Isolierung eines Naturstoffes aus pflanzlichem Material mit anschließender säulenchromatographischer Reinigung.

Bemerkungen : Die Vorschriften der allgemeinen Arbeitsanweisung sind für ein Gelingen der säulenchromatographischen Trennung unbedingt einzuhalten. Für gute Dünnenschichtchromatogramme ist es erforderlich, Versuche für die richtige Konzentration der Lösung durchzuführen. Die IR-Aufnahmen des Produktes kann bei Frau Leon mit Aufnahmen des Standards verglichen werden.

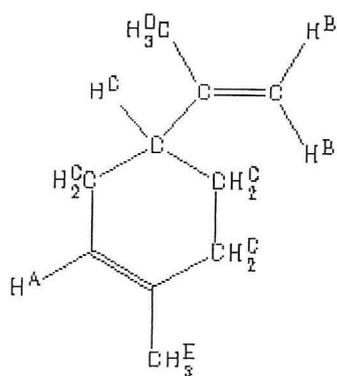
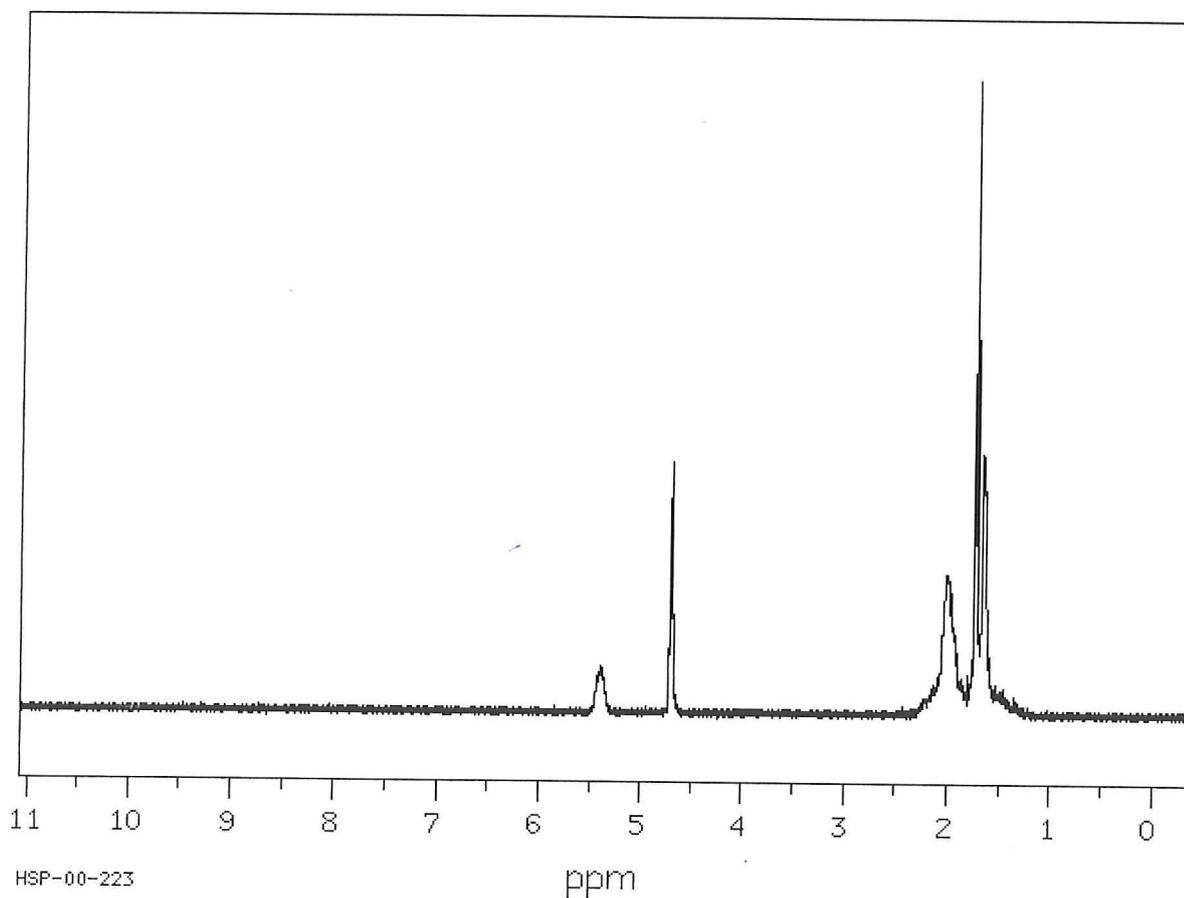
Gefährdung : Coffein ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Ethylacetat und Ethanol sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Ammoniak wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden.

Entsorgung : Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Ethylacetat in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Kieselgel nach Abdunsten des Ethylacetats unter dem Abzug in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Zeitaufwand : Apparaturaufbau : 0,5 h ; Extraktionsdauer : 0,5 h ; Aufarbeitung : 0,5 h ; Säulenchromatographie : 2,5 h.

SDBS-¹H NMR SDBS No. 2573HSP-00-223

89.56 MHz

C₁₀H₁₆0.04 ml : 0.5 ml CDCl₃**(+)-limonene***(R)-(+)-Limonene*

Assign.	Shift (ppm)
A	5.40
B	4.70
C	2.37 to 1.19
D	1.729
E	1.65

peak data

SDBS No. 2573HSP-00-223