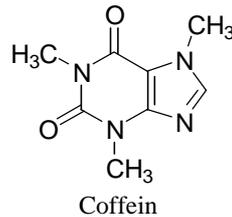


Extraktion von Coffein aus Tee

Macroscale



Extraktion

Umkristall.

Chemikalien:

Schwarzer Tee: 24 g oder 10 Beutel (à 2.4 g)

Dichlormethan: 80 ml

Aceton: 5 ml

Hexan

Calciumchlorid wasserfrei

Durchführung:

In einen Erlenmeyerkolben gibt man 225 ml Wasser und wenige Siedesteinchen, bringt das Wasser zum Kochen und brüht ohne weiteres Erhitzen mit 24 g Tee 5 Minuten lang. Der Tee (ohne Blätter) wird in einen zweiten Erlenmeyerkolben dekantiert, zu den Teeblättern erneut 50 ml siedendes Wasser gegeben und nach kurzem Umschütteln dieser Extrakt mit dem ersten vereinigt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Tee im Scheidetrichter dreimal mit je 20 ml Dichlormethan extrahiert. Man achtet darauf, dass die beiden Phasen gut durchmischt, aber nicht zu heftig geschüttelt werden, da sich sonst eine schlecht zu trennende Emulsion bilden kann; die Emulsionszone läßt man jeweils bei der Tee-Phase. Zu den vereinigten Extrakten gibt man so lange in Portionen Calciumchlorid und schüttelt, bis dieses nicht mehr zusammenklumpt; dann wird die Lösung im verschlossenen Gefäß unter mehrmaligem Schütteln 10 Minuten lang getrocknet. Die trockene Lösung wird in einen Rundkolben, der vorher gewogen wurde, überführt, das Calciumchlorid mit 20 ml Dichlormethan ausgespült, und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bei Normaldruck vollständig abdestilliert. Man bestimmt das Gewicht des rohen, lösungsmittelfreien Coffeins.

Isolierung und Reinigung:

Zum Umkristallisieren wird das Rohprodukt in 5 ml heißem Aceton gelöst, aus dem Rundkolben in einen kleinen Erlenmeyerkolben überführt und dann, solange die Lösung noch heiß ist, langsam so viel Hexan zugegeben, bis eine schwache Trübung entsteht (Coffein ist in Hexan viel schlechter löslich als in Aceton). Dann läßt man langsam auf Raumtemperatur abkühlen, kühlt anschließend im Eisbad und saugt dann die Kristalle im Hirschtrichter ab; die Kristalle werden mit einigen Tropfen Hexan gewaschen. Man versucht, die Ausbeute durch einen zweiten Kristallisationsprozeß zu erhöhen; dazu wird die Mutterlauge bis zur beginnenden Trübung eingeeengt, abgekühlt und abgesaugt, wie oben beschrieben. Es wird die Ausbeute bestimmt und der Schmelzpunkt des Coffeins in einem zugeschmolzenen Schmelzpunkt-röhrchen ermittelt.