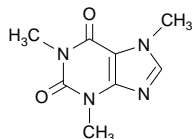


12.1.1. Coffein (1,3,7-Trimethylxanthin)

Aufgabe: Isolierung eines Naturstoffes aus pflanzlichem Material mit anschließender säulenchromatographischer Reinigung, Isolierung aus Tee



Ansatz: 3 Teebeutel à 1,5 g
50 mL Dichlormethan
150 mL Ethylacetat
Natriumsulfat,

Vorschrift: Die Teebeutel werden mit 40 mL Wasser mindestens 2 Minuten im siedenden Wasser extrahiert und danach entfernt. Nach Abkühlen im Eisbad wird der „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. Die Isolierung des Produktes erfolgt mit Hilfe der Säulenchromatographie.

Säulenchromatographie: Die Säulenchromatographie wird nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift durchgeführt. Siehe das Script Hinweise zu den Labortechniken oder Stine Hinweise und Mitteilungen

Füllmaterial: ca. 6,0 g Kieselgel 60 grob - Korngröße 0,063-0,200 mm (70-230 mesh ASTM);

Suspensionsmittel: Dichlormethan; Aufgabemenge: 5-10 mL des Dichlormethanextraktes sowie 5 mL Dichlormethan zum Ausspülen des Kolbens;

Elution: mit mindestens 150 mL Ethylacetat, das in Reagenzgläsern in 10 mL Portionen aufgefangen wird. Es wird so lange eluiert bis in den Fraktionen kein Stoff mehr nachweisbar ist bzw. bis Sie Ihre Stoffe vollständig von der Säule desorbiert haben.

Detektion: Der Nachweis von Coffein in den einzelnen Fraktion erfolgt dünnstichtchromatographisch auf Silica-gelfolien. 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 zusammengewaschen, getrocknet, in einen ausgewogenen Rundkolben überführt und am mit Hilfe des Rotationsverdampfers bis zur Trockene eingengt. Von dem Produkt werden das Gewicht und der Schmelzpunkt bestimmt sowie ein IR-Spektrum aufgenommen. Die anderen (reinen) Fraktionen werden ebenfalls aufgearbeitet und identifiziert. Die Identifizierung erfolgt mittels NMR-Spektroskopie.

Literatur: D.F.Taber und R.S.Hoerner *J.Chem.Educ.* 68 (1), 1991, S.73

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

Bemerkungen: Die Vorschriften der allgemeinen Arbeitsanweisung sind für ein Gelingen der säulenchromatographischen Trennung unbedingt einzuhalten. Für gute Dünnstichtchromatogramme ist es erforderlich, Versuche für die richtige Konzentration der Lösung durchzuführen.

Gefährdung: Coffein ist gesundheitsschädlich (Xn), Verschlucken 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.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Coffein	194,19	234-236	89/15 mm	Xn	H302	P264, P301+P312, P330, P501
Dichlormethan	84,93	-97	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
Ethylacetat (Essigester)	88,10	-83	77	F, Xi	H225, H319+ EUH066, H336	P210, P241, P243, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P405, P501
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Coffein							
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Ethylacetat	ADL	BKH	WK	WA	LB	WKFA	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		