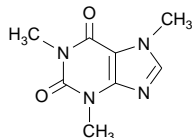


12.1.2. Coffein (1,3,7-Trimethylxanthin)

Aufgabe: Extraktion aus Teeblättern



Ansatz: 25 g Teeblätter
150 mL Ethanol
12 g MgO
50 mL Dichlormethan
15 mL 2n H₂SO₄
Natriumhydroxid

Vorschrift: Die zerkleinerten Teeblätter werden in die Hülse eines Soxhlets gegeben und 5 Stunden mit dem Ethanol bei kräftigem Rückfluß extrahiert. Anschließend wird der alkoholische Auszug mit einer Aufschlämmung des Magnesiumoxids in 75 mL Wasser versetzt und in einer Porzellanschale unter häufigem Umrühren auf dem Dampfbad zur Trockene eingedampft. Der Rückstand soll zuerst mit 125 mL, dann noch dreimal mit je 65 mL siedendem Wasser aufgekocht und jeweils heiß abgesaugt werden. Die vereinigten wässrigen Auszüge werden abgekühlt, mit 15 mL 2n Schwefelsäure versetzt und im Vakuum auf etwa ein Drittel eingeeengt. Wenn nötig, wird von einem sich bildenden flockigen Niederschlag heiß abfiltriert. Nach dem Abkühlen wird fünfmal mit je 10 mL Dichlormethan ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden zur Entfärbung mit 5 mL 1n Natronlauge, dann mit ebensoviel Wasser geschüttelt. Es wird getrocknet und dann das Lösungsmittels abgetrennt. Der Rückstand soll aus wenig heißem Wasser umkristallisiert werden.

Literatur: Gattermann und Wieland, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, **1982**, 43. Auflage, 689

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

Ausbeute: ca. 1,0 g

Mechanismus: Extraktion eines Naturstoffes aus pflanzlichem Material

Bemerkungen: Zur Reinigung kann auch im Wasserstrahlvakuum sublimiert werden (bei ca. 89°C/15 mm), da das Umkristallisieren auf Grund der nur erforderlichen geringen Wassermenge häufig Schwierigkeiten bereitet.

Gefährdung: Coffein ist gesundheitsschädlich (Xn), Verschlucken vermeiden. Dichlormethan ist gesundheitsschädlich (Xn), Einatmen der Dämpfe und Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Ethanol ist leicht entzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Dichlormethan in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel. Schwefelsaure Lösungen in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Alkalische Lösungen in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Waschwasser in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Magnesiumoxid in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau 0,5 h; Reaktionsdauer 5,0 h; Aufarbeitung 4,5 h.

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
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Magnesiumoxid						
Dichlormethan	84,93	-97	40	Xn	H351	P201, P202, P281, P308+P313, P405, P501
Schwefelsäure, halbkonzentriert			> 119	C	H314	P260, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501

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							
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Magnesiumoxid							
Dichlormethan	ADKL	BHK	KW	WA	L	WKA	CSchP
Schwefelsäure, verd.	ADL	BHK	WA	WA	LA	WA	W
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch