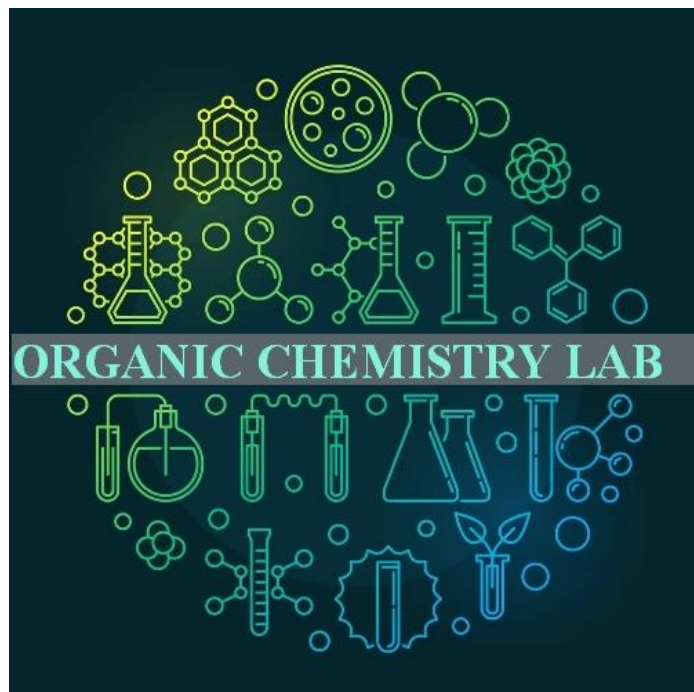


Εργαστηριακή άσκηση 11



Απομόνωση καφεΐνης από τσάι

Δομή της παρουσίασης

1. Πειραματικό μέρος,

2. Θεωρητικό υπόβαθρο

3. Ασκήσεις για αναφορά

1. Πειραματικό μέρος

Ζυγίζονται 15 γρ τσάι. Με το χέρι
θρυμματίζεται σε μικρότερα κομμάτια.



Μεταφέρονται σε κωνική φιάλη των
250 ml, όπου προστίθενται επίσης
15 γρ ανθρακικό ασβέστιο

Προστίθενται επίσης 150 ml νερό.



Το μίγμα ανακινείται ισχυρά και τοποθετείται στην θερμαντική
πλάκα. Παράλληλα τοποθετείται ποτήρι ζέσης με 100 ml νερό για
ρεζέρβα

Το μίγμα θερμαίνεται έως βρασμού για τουλάχιστον 20 λεπτά υπό
συνεχή ανάδευση

1. Πειραματικό μέρος



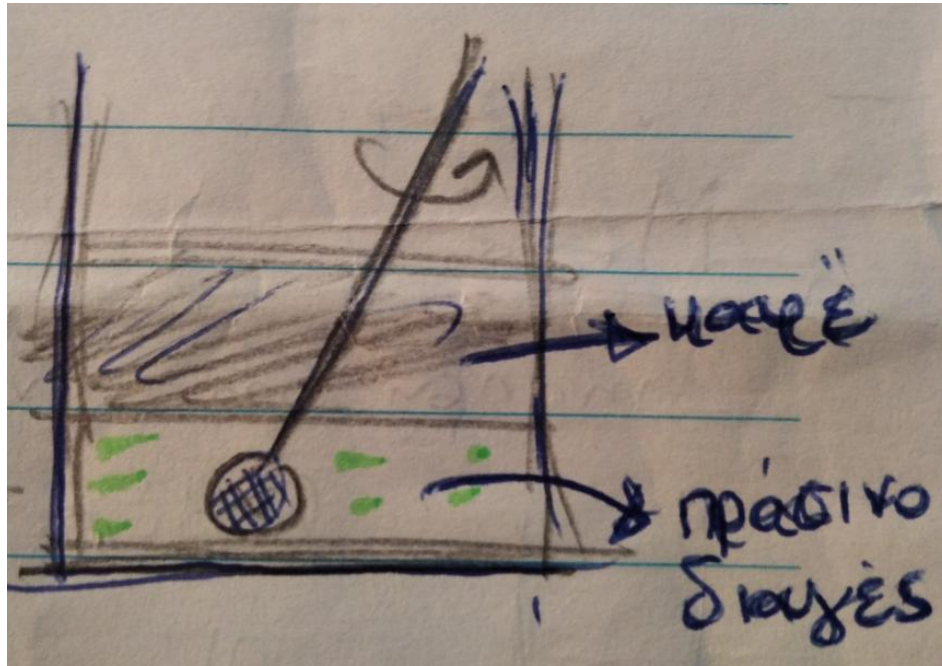
Στην διάρκεια της θέρμανσης κόβεται διηθητικό χαρτί για 3πλό ηθμό για buchner

Αφού ετοιμαστεί το σύστημα διήθησης, γίνεται διήθηση υπό κενό όπως είναι ζεστό, χωρίς να προσθέσουμε νερό για έκπλυση

Πίεση (για να στραγγίσει το υγρό) στο τσάι που μένει πάνω στον ηθμό με την βάση μιας μικρή κωνική φιάλης.

Το διήθημα μεταφέρεται σε μεγάλο ποτήρι και ψύχεται σε υδατόλουτρο μέχρι θερμοκρασία δωματίου.

1. Πειραματικό μέρος



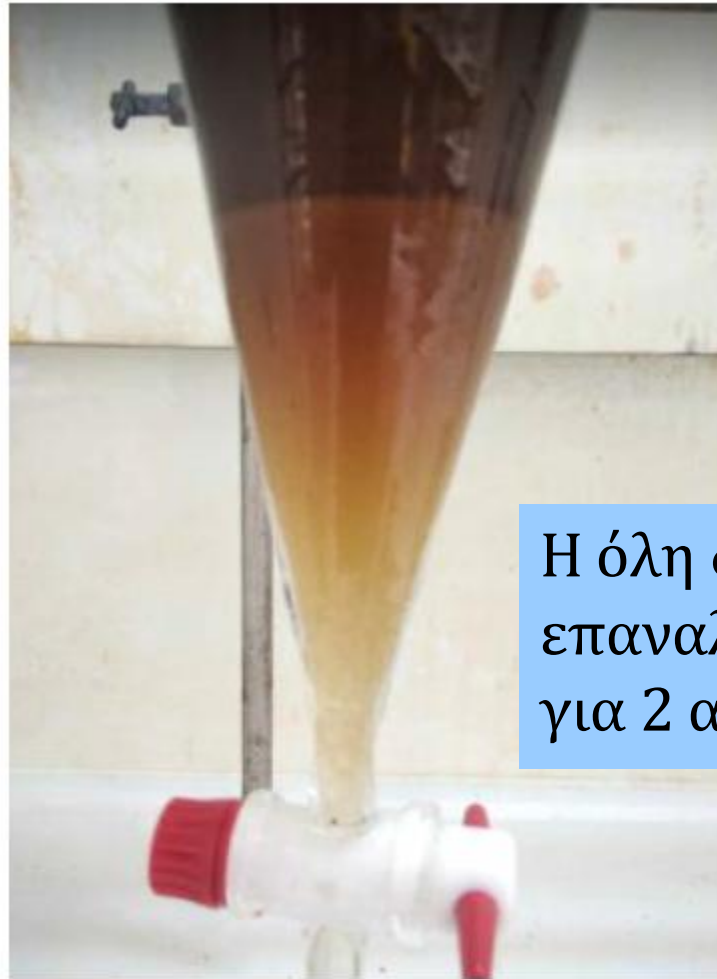
Κατόπιν προστίθενται 40 ml διαλύματος CH_2Cl_2 .

Προστίθενται επίσης 15 γρ χλωριούχο νάτριο. Ήπια ανάδευση με γυάλινη ράβδο για 5 μιν.

Πάνω θα βρίσκεται η υδατική φάση (χρωματισμένη καφέ λόγω της παρουσίας φλαβινών) και κάτω ο οργανικός διαλύτης (χρωματισμένος ελαφρά πράσινος λόγω της παρουσίας της χλωροφύλλης)

Στην συνέχεια το μίγμα μεταφέρεται σε διαχωριστική χοάνη **ΜΟΝΟ** για διαχωρισμό **ΟΧΙ** ανάδευση.

1. Πειραματικό μέρος

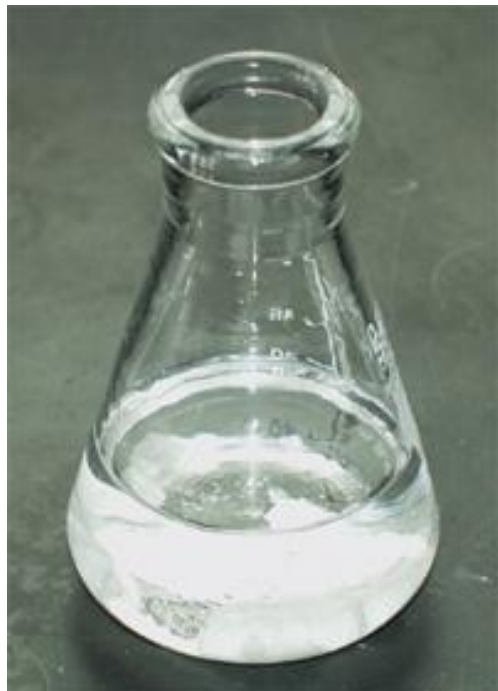


Η όλη διαδικασία
επαναλαμβάνεται
για 2 ακόμα φορές

Εικόνα χοάνης μόλις
μεταφερθεί το διάλυμα

Εικόνα χοάνης μετά
το δεκάλεπτο

1. Πειραματικό μέρος



Κατόπιν απομακρύνεται η κάτω φάση με προσοχή σε στεγνή κωνική φιάλη. Προστίθενται 8 γρ θειικό νάτριο και το διάλυμα αφήνεται προς ξήρανση για 10 λεπτά

Στην συνέχεια φιλτράρεται κατευθείαν σε δίκλιμη σφαιρική των 250 ml η οποία περιέχει μαγνητάκι αναδευσης. Το στερεό εκπλένεται με 10 ml διχλωρομεθανίου.



1. Πειραματικό μέρος



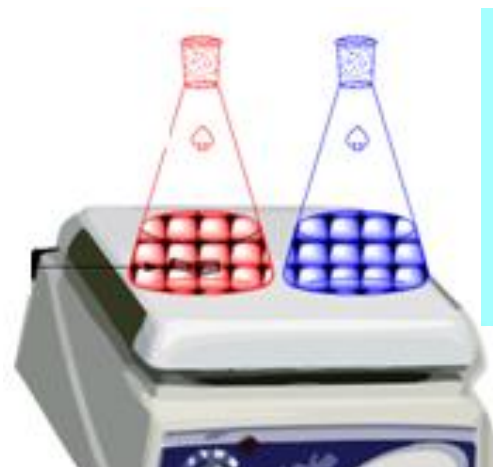
Στην συνέχεια αποστάζεται ο διαλύτης. Η απόσταξη συνεχίζεται μέχρι ο όγκος να φτάσει περίπου τα 10 ml.

Κατόπιν το απόσταγμα μεταφέρεται στο μπουκάλι που είχε τον διαλύτη, ενώ το υπόλειμμα των 10 ml σε **προζυγισμένο** μικρό ποτήρι ζέσης των 50 ml.

Η σφαιρική εκπλένεται με 5 ml διαλύτη και οι εκπλύσεις μεταφέρονται στο ποτήρι ζέσης.

Το διάλυμα στο ποτήρι ζέσης θερμαίνεται με προσοχή στην θερμαντική πλάκα μέχρι ξηρού (!!!!!!!)

1. Πειραματικό μέρος

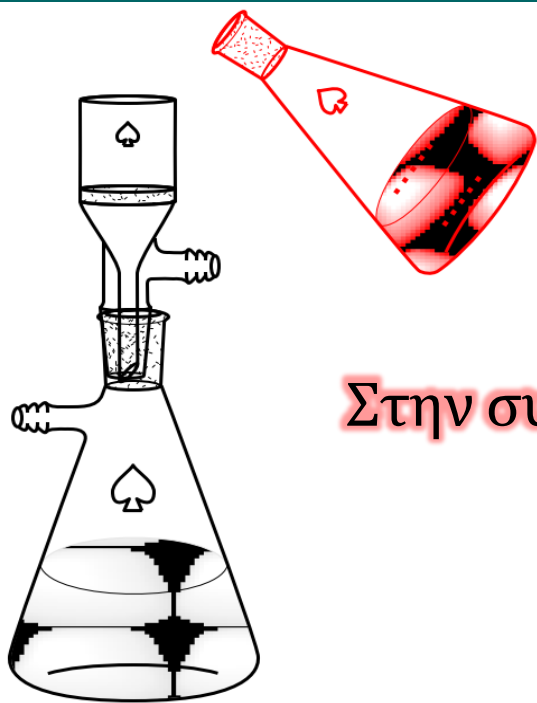


Κατόπιν γίνεται ανακρυστάλλωση χρησιμοποιώντας 2 κωνικές φιάλες των 50 ml με διαλύτη 1-προπανόλη. Προστίθενται 1ml για κάθε 20mg ακάθαρτης καφεΐνης.

Επίσης προστίθενται στην ρεζέρβα επιπλέον 5 ml Θερμανση ώστε να διαλυθεί η καφεΐνη.

Διαλύτης ανακρυστάλλωσης:
1-προπανόλη

Γίνεται ψύξη σε υδατόλουτρο και στην συνέχεια σε παγόλουτρο.



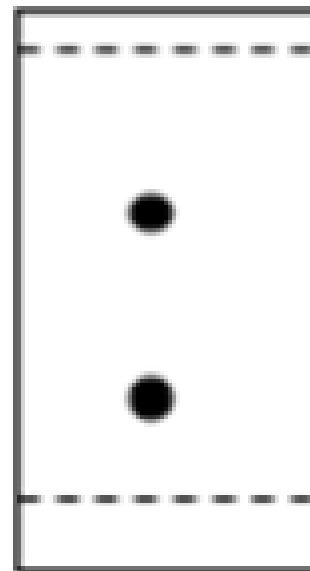
Στην συνέχεια γίνεται διήθηση υπό κενό σε ηθμό P3. Αφήνουμε 10 λεπτά για ξήρανση.

1. Πειραματικό μέρος

Έλεγχος με TLC για την καθαρότητα του απομονωθέντος προϊόντος.

Διαλύεται μικρή ποσότητα σε αιθανόλη και αναπτύσσεται σε σύστημα:

Οξικού αιθυλεστέρα-Οξικού οξέος 5%



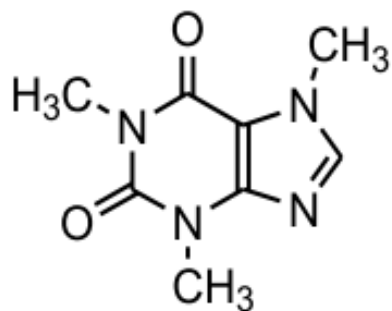
Η καφεΐνη αφού ξηρανθεί στο φούρνο μέχρι σταθερού βάρους παραδίδεται σε φάκελο

2. Θεωρητικό μέρος



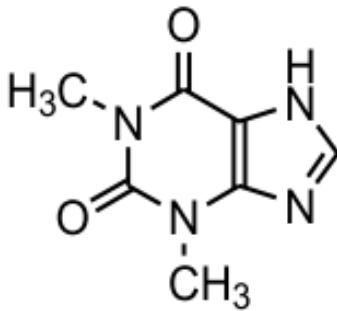
ΤΕΧΝΙΚΕΣ:

Εκχύλιση στερεό-υγρό, εκχύλιση υγρό-υγρό, στράγγιση, ξήρανση
διήθηση, έκπλυση, απόσταξη, ανακρυστάλλωση, χρωματογραφία



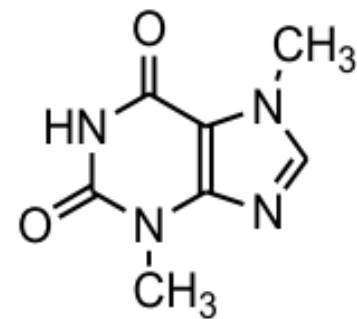
caffeine

(1,3,7-trimethylpurine-2,6-dione)



theophylline

(1,3-dimethyl-7H-purine-2,6-dione)



theobromine

(3,7-dimethylpurine-2,6-dione)

ΚΑΦΕΣ/ΜΑΥΡΟ ΤΣΑΙ

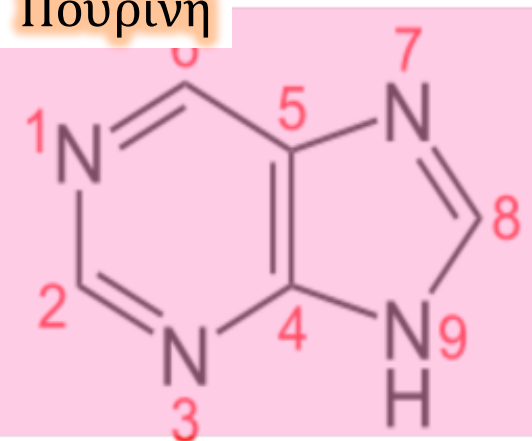
ΠΡΑΣΙΝΟ ΤΣΑΙ

ΣΟΚΟΛΑΤΑ

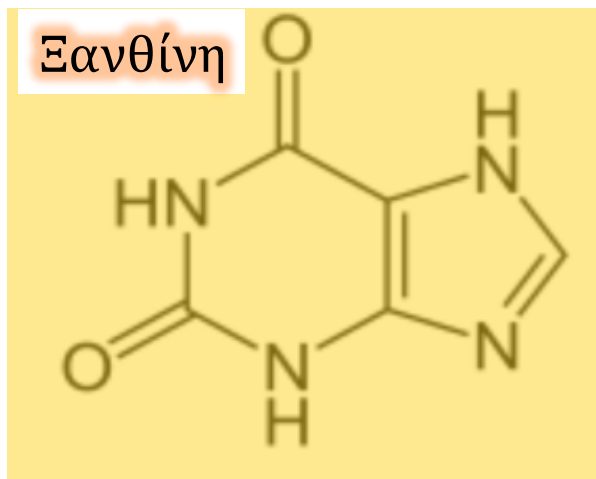
2. Θεωρητικό μέρος

Η καφεΐνη είναι ένα φυσικό αλκαλοειδές που ανήκει στην κατηγορία των ξανθινών. Υπάρχει σε διαφορετικές ποσότητες σε σπόρους, φύλλα και φρούτα ορισμένων φυτών, όπου δρα ως φυσικό εντομοκτόνο επειδή μπορεί να παραλύσει ή ακόμα και να σκοτώσει τα έντομα που τρέφονται με το φυτό.

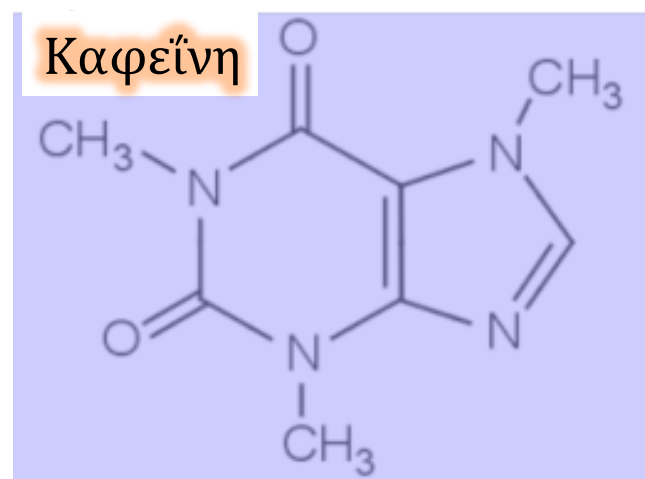
Πουρίνη



Ξανθίνη



Καφεΐνη



Στον άνθρωπο η καφεΐνη επιδρά στο ΚΝΣ ως διεγερτικό. Απομονώθηκε πρώτη φορά από τον F. Runge το 1819 και συντέθηκε εργαστηριακά από τον H. E. Fischer το 1895.

<http://www.caffeineinformer.com/>

2. Θεωρητικό μέρος



Caffeine Content

% per weight of dry tea leaves

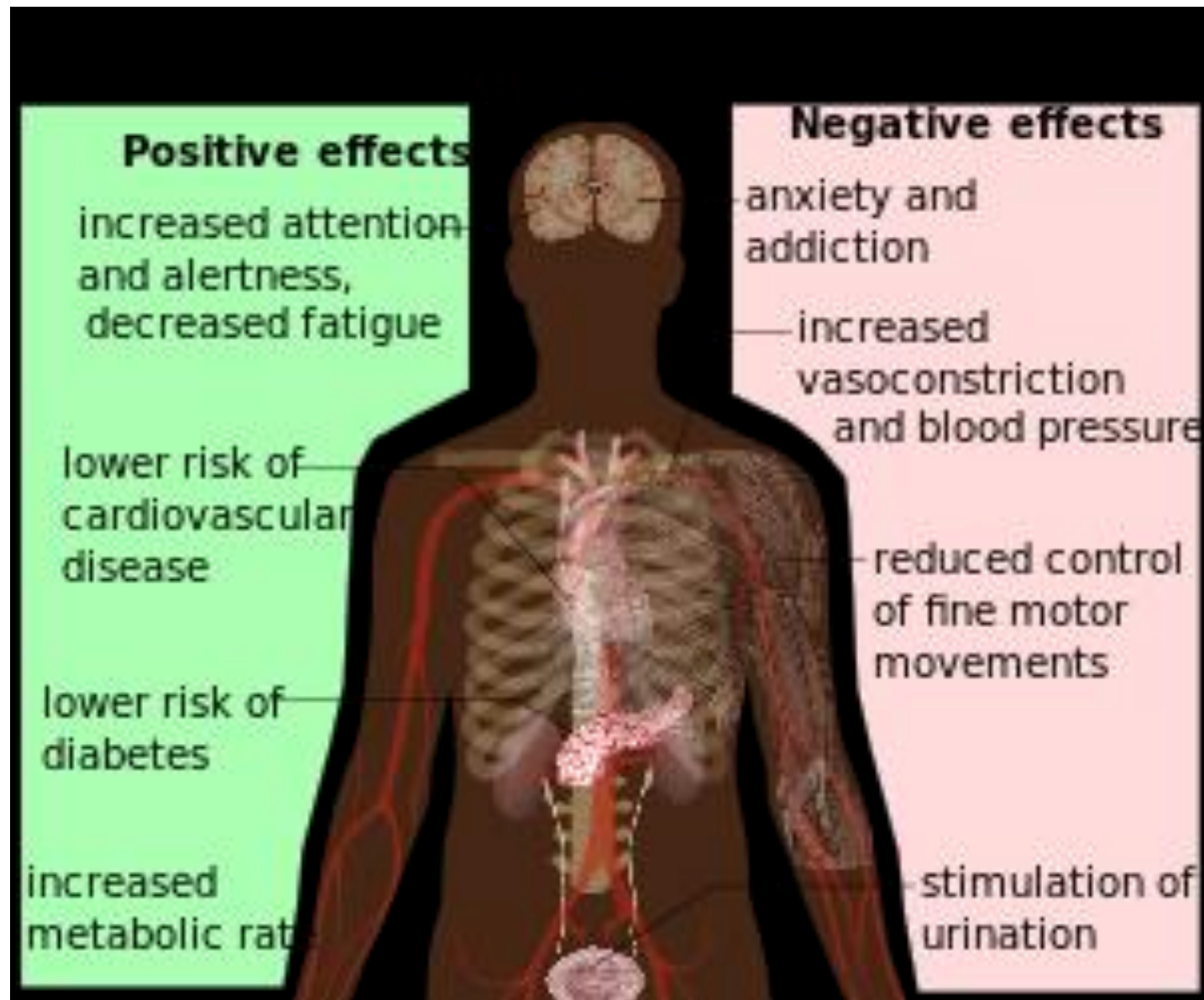
Flower Tea	0%
White Tea	~1.5%
Green Tea	~2%
Oolong Tea	~3%
Black Tea	~4%
Matcha	~6%
Decaf	~2%
Coffee	~9%

2. Θεωρητικό μέρος

Caffeine Content in Tea, by Steeping Temperature and Time

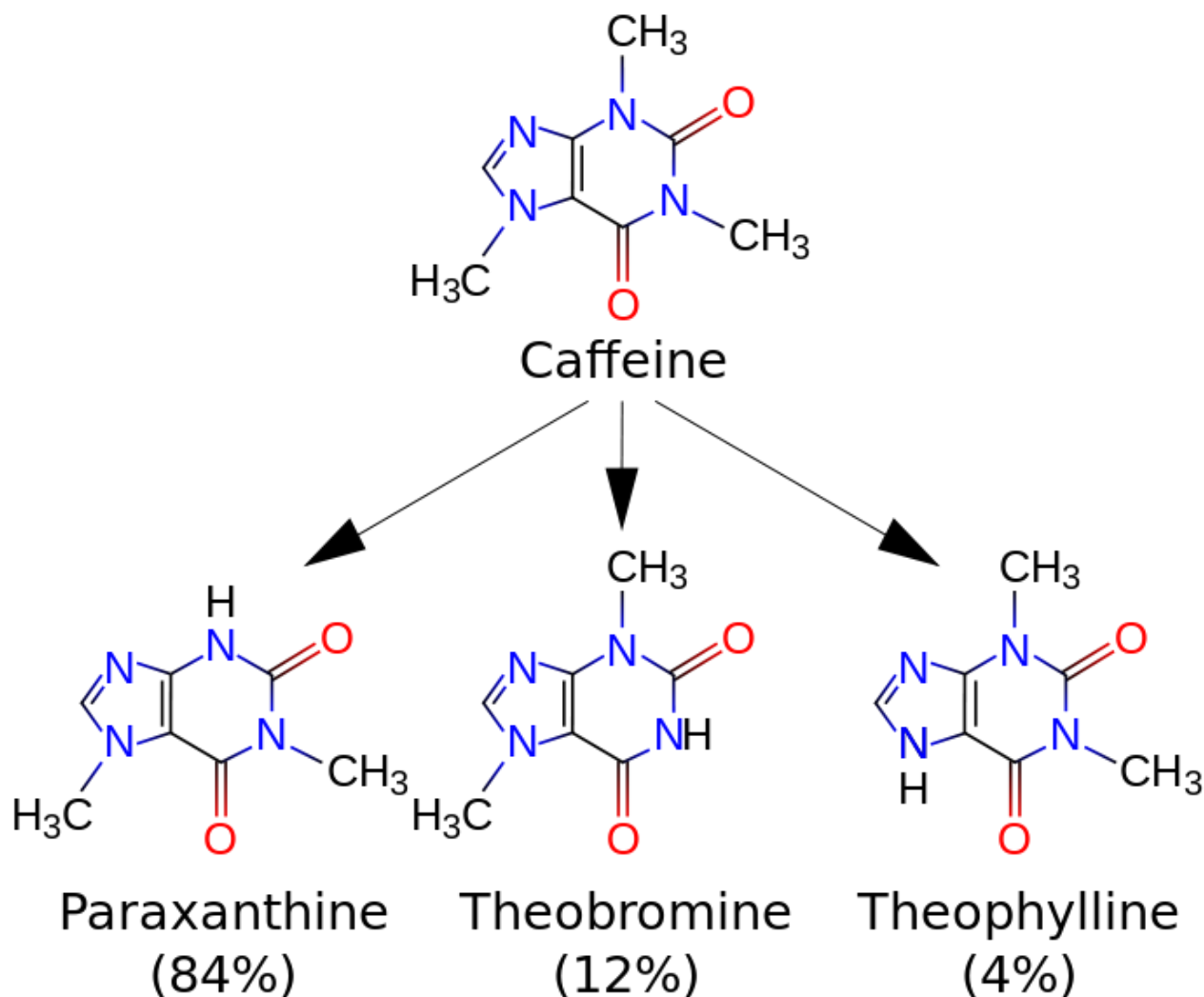
TREATMENTS	TEMPERATURE (°C)	TIME (MINUTES)	CAFFEINE (MG/ML)
 WHITE TEA	10-11°C	5	0.006
		30	0.099
		60	0.135
	50°C	5	1.382
		30	1.116
		60	1.532
	90-100°C	5	1.916
		30	1.506
		60	1.558
 BLACK TEA	10-11°C	5	0.367
		30	0.442
		60	0.33
	50°C	5	1.243
		30	0.886
		60	0.122
	90-100°C	5	1.385
		30	1.254
		60	0.898
 GREEN TEA	10-11°C	5	0.46
		30	0.368
		60	0.238
	50°C	5	0.102
		30	0.708
		60	0.508
	90-100°C	5	0.833
		30	0.653
		60	0.777

2. Θεωρητικό μέρος



2. Θεωρητικό μέρος

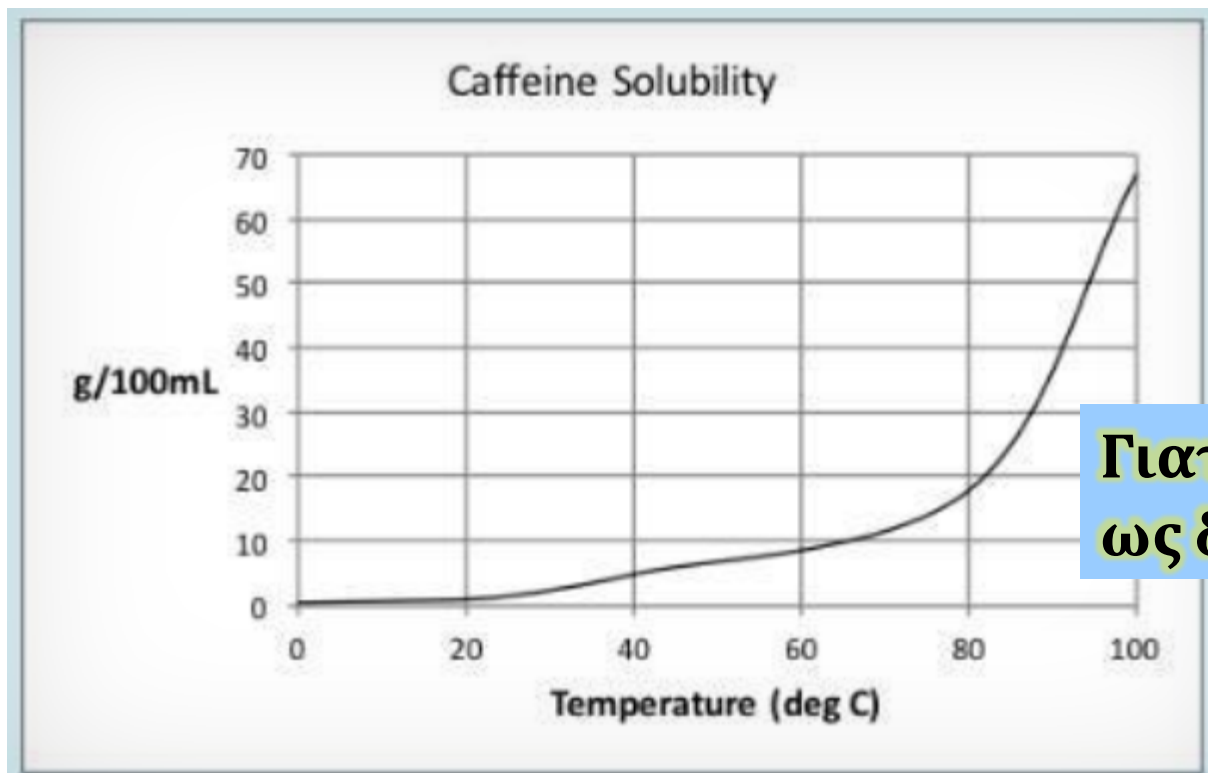
Η καφεΐνη (1,3,7-trimethylpurine-2,6-dione) μεταβολίζεται στο συκώτι μέσω της οξειδάσης του κυτοχρώματος P450, προκαλώντας απομεθυλίωση σε διάφορες θέσεις.



2. Θεωρητικό μέρος

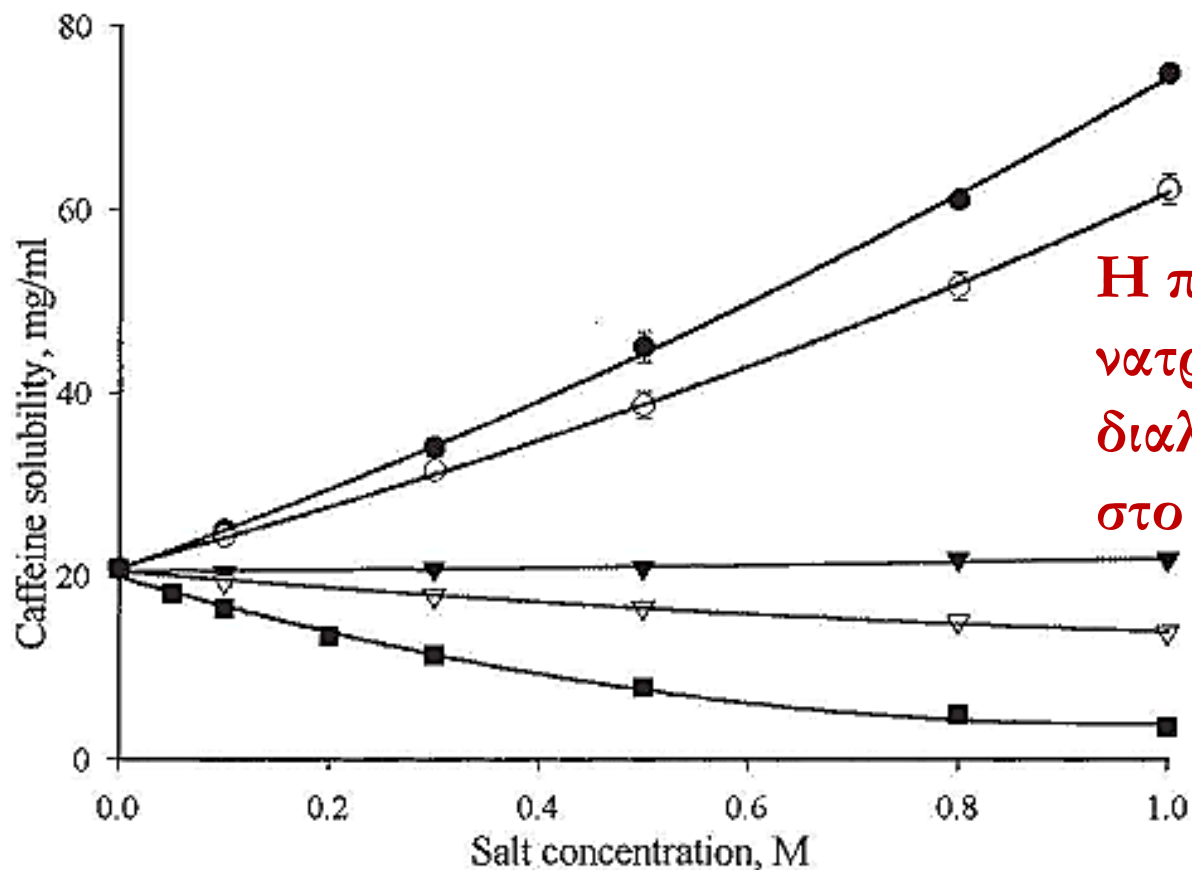
Η διαλυτότητα της καφεΐνης διαφοροποιείται σημαντικά αναλόγως του διαλύτη.

Solvent	Temperature	g/L
Water	25	21
	100	670
Ethanol	25	15
Acetone	30	22
Diethyl ether	25	1.9



Γιατί επιλέχθηκε το ΝΕΡΟ ως διαλύτης ανάκτησης

2. Θεωρητικό μέρος



Η προσθήκη χλωριούχου νατρίου ελαττώνει την διαλυτότητα της καφεΐνης στο νερό.

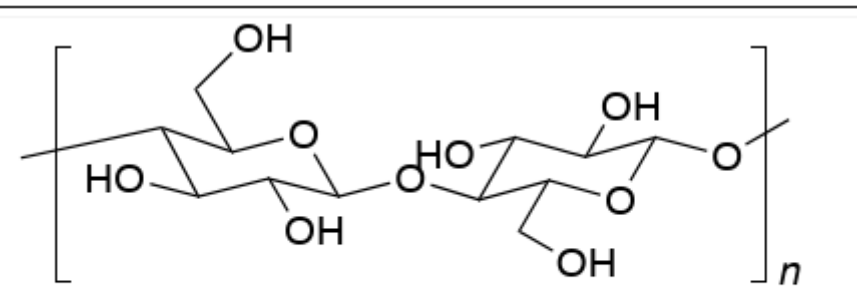
Figure 1. Caffeine solubility in different salt solutions at 25°C. Key: (●) NaClO₄; (○) NaSCN; (▼) NaBr; (▽) NaCl; (■) Na₂SO₄.

2. Θεωρητικό μέρος

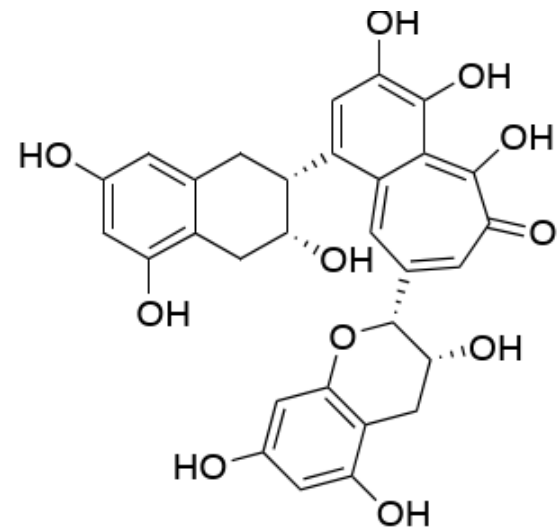
Στα φύλλα τσαγιού υπάρχουν εκτός της καφεΐνης μια σειρά από άλλα συστατικά

Πχ Κυτταρίνη η οποία αποτελεί δομικό συστατικό για όλα τα φυτά. Όμως επειδή είναι αδιάλυτη στο νερό δεν μεταφέρεται κατά την αρχική εκχύλιση από το τσάι στο νερό

Φλαβονοειδή, έγχρωμες υδατοδιαλυτές ενώσεις



Polymeric unit of cellulose
(water insoluble)



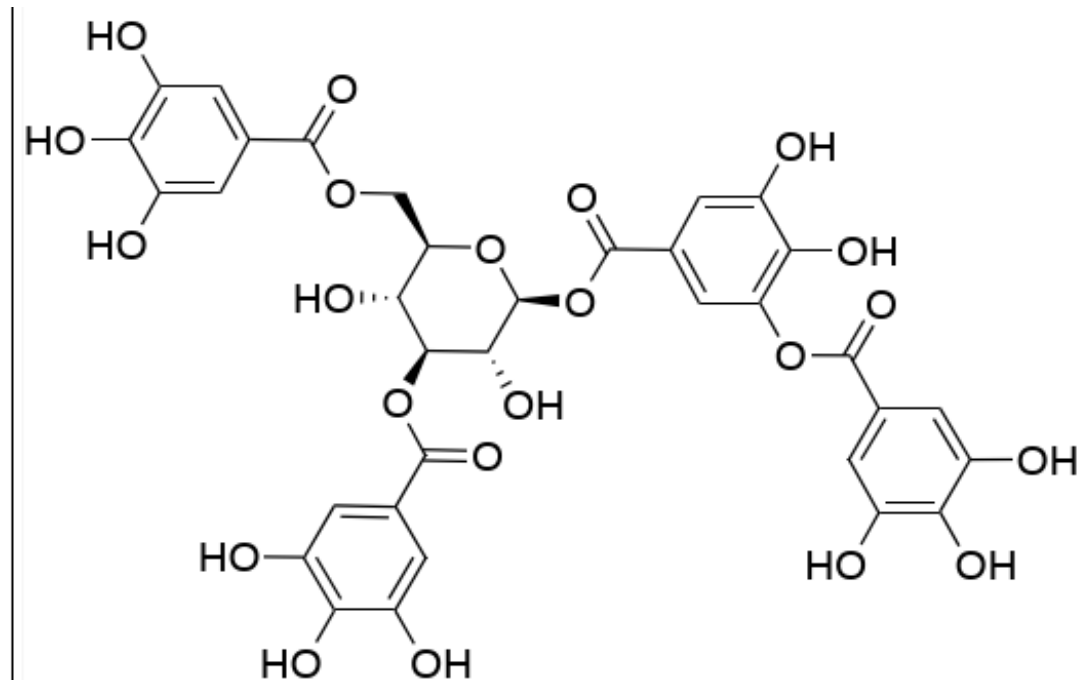
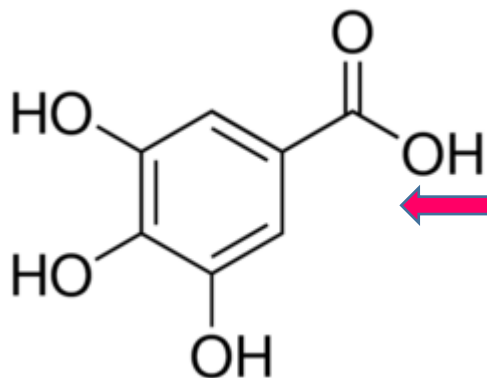
Theaflavin, a polyphenol
(water soluble)

2. Θεωρητικό μέρος

Υπάρχουν επίσης ταννίνες που αποτελούν πολυφαινολικές ενώσεις με MB 50-20000

Οι ταννίνες είναι υδατοδιαλυτές και δυσκολεύουν την απομόνωση της καφεΐνης.

Υδρόλυση τους δίνει
γλυκόζη και γαλλικό
οξύ



Tannic Acid, a polyphenol
(water soluble)

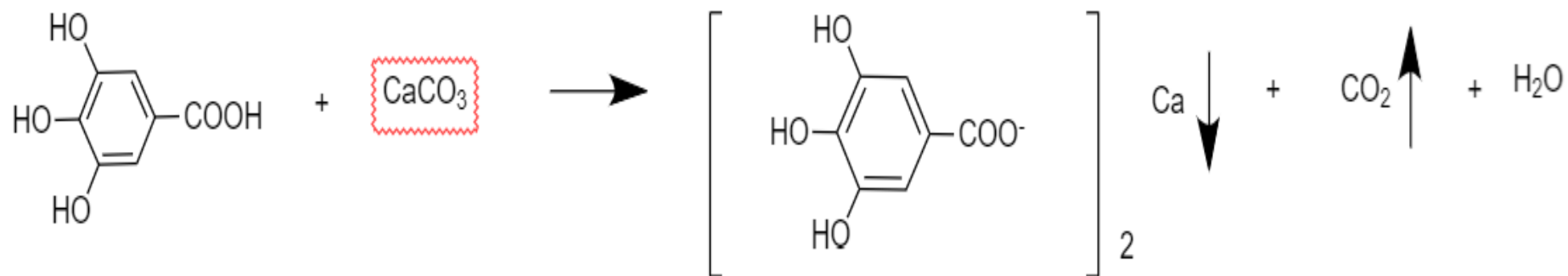
■ Το γαλλικό οξύ έχει παρόμοια συμπεριφορά με την καφεΐνη και δημιουργεί σημαντικό πρόβλημα στην απομόνωση της

2. Θεωρητικό μέρος

Για την αποφυγή των παραπάνω προβλημάτων στην αρχική εκχύλιση προστίθεται ανθρακικό ασβέστιο

Το ανθρακικό ασβέστιο εξυπηρετεί 3 σκοπούς

1. Απομακρύνει το παραγόμενο γαλλικό οξύ ως άλας ασβεστίου
2. Βοηθάει στην μείωση του αφρισμού λόγω καθίζησης ως άλατα ασβεστίου των όξινων πολυμερικών ταννινών
3. Ως βάση που είναι αποπρωτονιώνει την καφεΐνη με συνέπεια την αυξημένη διαλυτότητα της στον οργανικό διαλύτη



3. Ασκήσεις για αναφορά

1. Άσκηση σημειώσεων

2. 1 γρ καφεΐνης μπορεί και διαλύεται σε 55 mL νερού, 7 mL διχλωρομεθανίου, 530 mL διαίθυλαιθέρα, και 100 mL βενζολίου. Μετατρέψτε τις διαλυτότητες σε αυτούς τους 4 διαλύτες σε μονάδες mg/mL. Προσδιορίστε τον συντελεστή κατανομής της καφεΐνης, ανάμεσα στο νερό και σε καθένα από τους τρεις οργανικούς διαλύτες. Ποιος είναι ο βέλτιστος διαλύτης για την εκχύλιση της από ένα υδατικό διάλυμα. Εξηγείστε!!



ESPRESSO



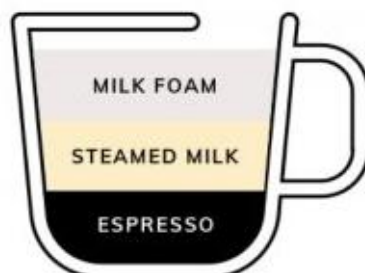
DOPPIO



AMERICANO



CAPPUCCINO



LATTE



MOCHA



CORTADO



FLAT WHITE



MACCHIATO



CON PANNA



AFFOGATO



IRISH COFFEE

