

Εργαστηριακή άσκηση 11



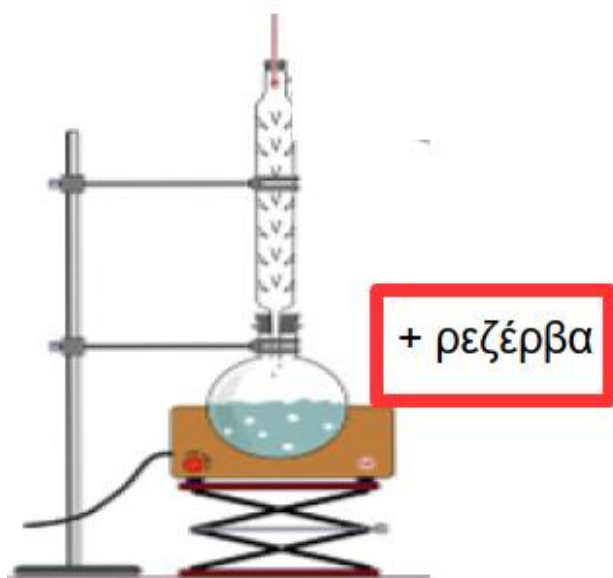
Απομόνωση καφεΐνης από τσάι

1. Πειραματικό μέρος

1. Ζυγίζονται 15 γρ τσάι. Με το χέρι θρυμματίζεται σε μικρότερα κομμάτι



2. Μεταφέρονται σε δίκαιμη φιάλη των 250 ml, όπου προστίθενται επίσης 15 γρ ανθρακικό ασβέστιο



3. Προστίθενται επίσης 200 ml νερό. Το μίγμα ανακινείται ισχυρά και τοποθετείται στην θερμαντική πλάκα. (φιάλη μαζί με ψυκτήρα)
Παράλληλα τοποθετείται ποτήρι ζέσης με 100 ml νερό για ρεζέρβα

4. Το μίγμα θερμαίνεται έως βρασμού για τουλάχιστον 30 λεπτά υπό συνεχή ανάδευση

1. Πειραματικό μέρος

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

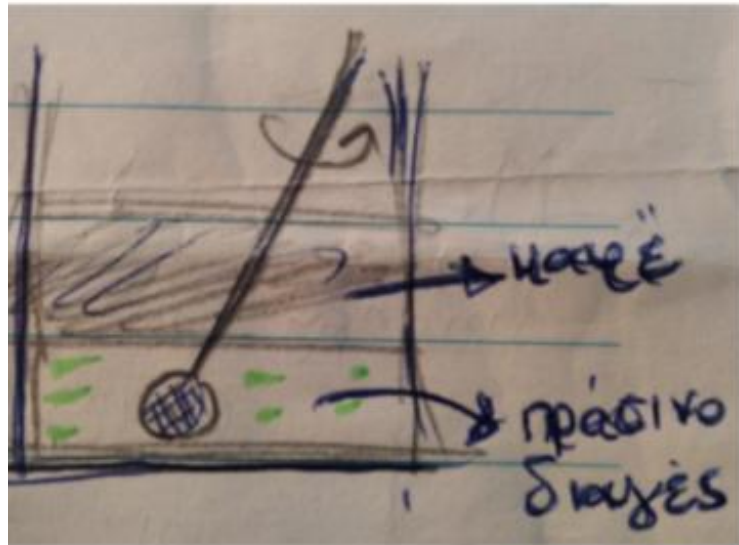


Αφού ετοιμαστεί το σύστημα διήθησης, γίνεται διήθηση υπό κενό όπως είναι ζεστό, χωρίς να προσθέσουμε νερό για έκπλυση !!!!!!!

***** πιέζουμε με σπάτουλα τα φύλλα τσαγιού που τυχόν παρέμειναν στη φιάλη για να στραγγίσουν**

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

1. Πειραματικό μέρος



Κατόπιν προστίθενται 100 ml διαλύματος $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CHCl}_3$ 1:1.

Προσθέτουμε επίσης 15 γραμμάρια χλωριούχο νάτριο.

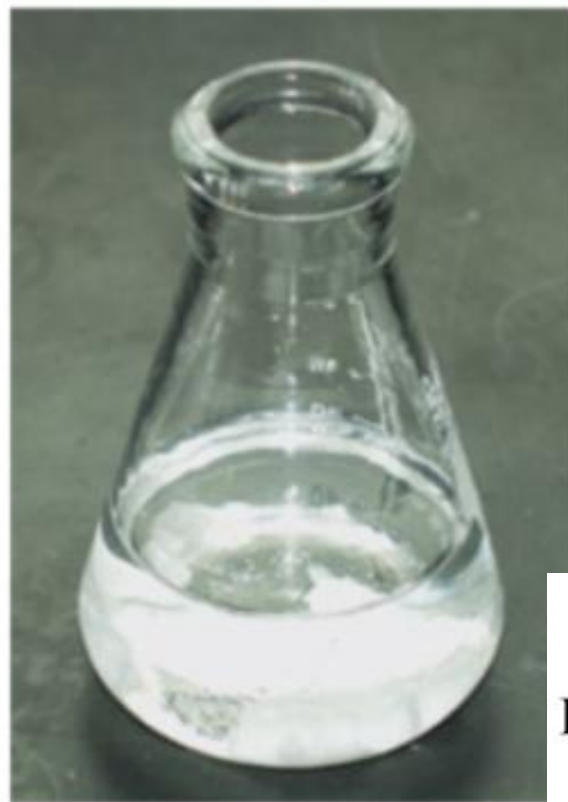
Κάνουμε ανάδευση με γυαλινή ράβδο για 15 λεπτά.

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 **MONO** για διαχωρισμό **ΌΧΙ** ανάδευση.

1. Πειραματικό μέρος

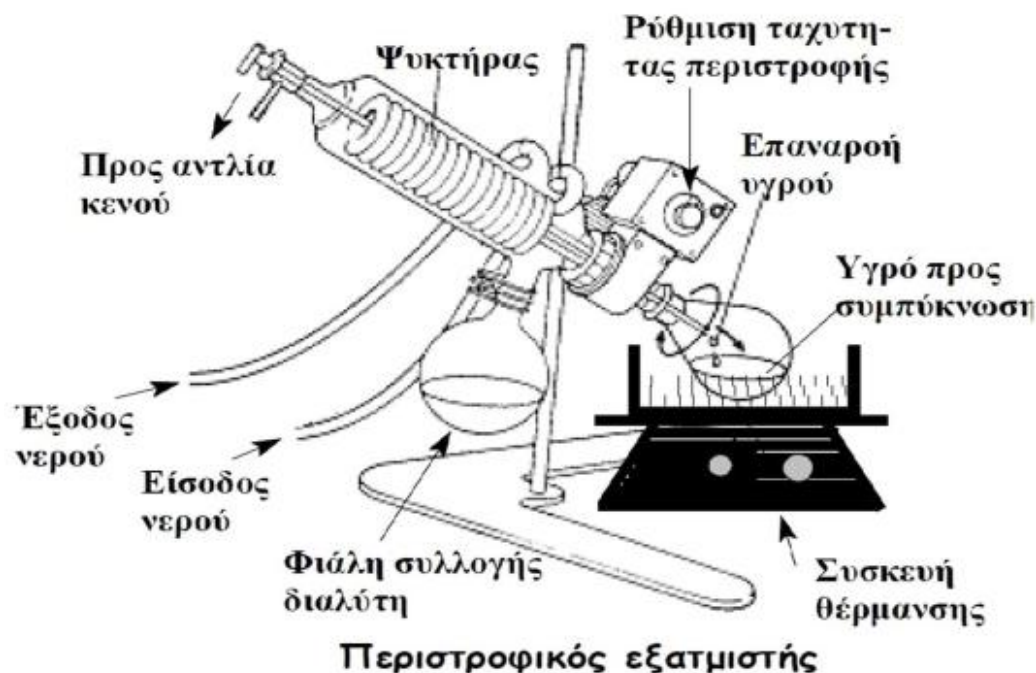


Κατόπιν απομακρύνεται η κάτω φάση με προσοχή σε στεγνή κωνική φιάλη. Προστίθενται 7 γρ θειικό νάτριο και το διάλυμα αφήνεται προς ξήρανση για 10 λεπτά

Στην συνέχεια φιλτράρεται κατευθείαν σε Ποτήρι ζέσηςτων 250 ml

Το στερεό εκπλένεται με 10 ml από το μίγμα διχλωρομεθανίου-χλωροφορμίου

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 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 προσθέτουμε **10ml 2-propanol**. Θερμαίνουμε ώστε να διαλυθεί η καφεΐνη.

Ψύχουμε σε υδατόλουτρο και αφού ψυχθεί προσθέτουμε 7 ml κρύου πετρελαϊκού αιθέρα για αλλαγή διαλυτότητας.

Στην συνέχεια ψύχουμε καλά σε παγόλουτρο.



Προχωράμε σε διήθηση υπό κενό σε ηθμό P3.
Αφήνουμε 10 λεπτά για ξήρανση.

Έλεγχος με TLC για την καθαρότητα του απομονωθέντος προϊόντος.
Διαλύεται μικρή ποσότητα σε αιθανόλη και αναπτύσσεται σε σύστημα:
Οξικού αιθυλεστέρα-Οξικού οξέος 5%



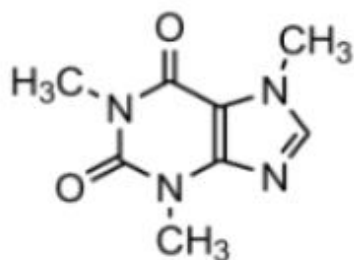
Η καφεΐνη αφού ξηρανθεί στο φούρνο για 10 λεπτά παραδίδεται σε φάκελο

2. Θεωρητικό μέρος



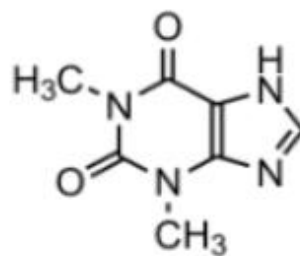
ΤΕΧΝΙΚΕΣ:

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



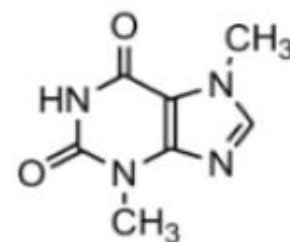
caffeine
(1,3,7-trimethylpurine-2,6-dione)

ΚΑΦΕΣ/ΜΑΥΡΟ ΤΣΑΙ



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

ΠΡΑΣΙΝΟ ΤΣΑΙ

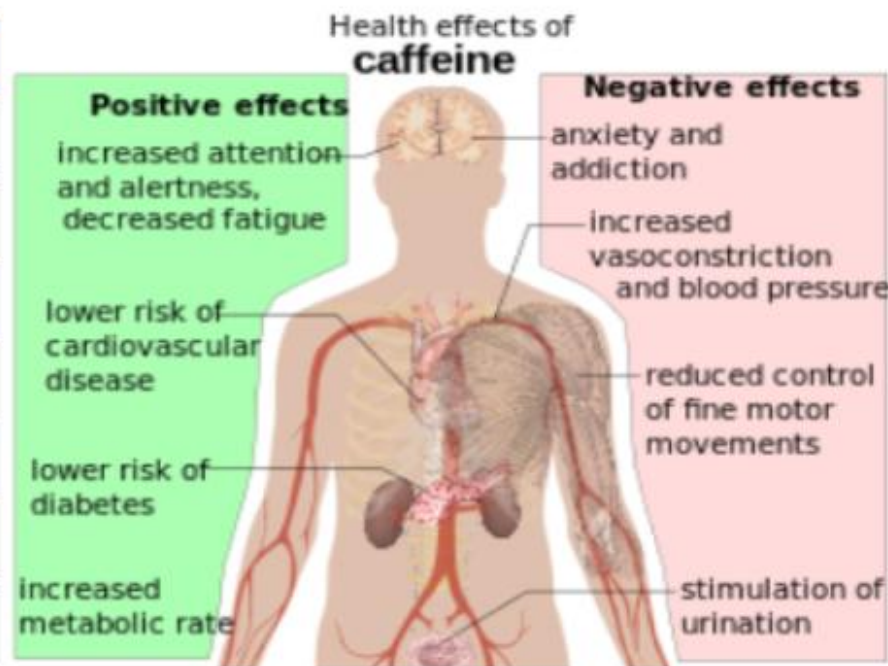


theobromine
(3,7-dimethylpurine-2,6-dione)

ΣΟΚΟΛΑΤΑ

2. Θεωρητικό μέρος

Drink	mg/30ml
Coffee Brewed	20
Tea (black)	5.2
Tea (green)	3.1
Espresso	51
Coca-Cola	2.8
Red Bull	9.5
5 Hour Energy, Rockstar	100



Η καφεΐνη είναι ένα φυσικό αλκαλοειδές που ανήκει στην κατηγορία των ξανθινών. Υπάρχει σε διαφορετικές ποσότητες σε σπόρους, φύλλα και φρούτα ορισμένων φυτών.

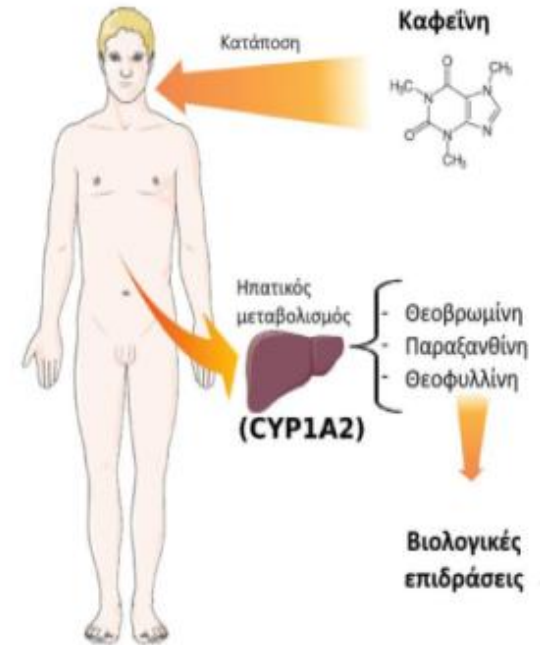
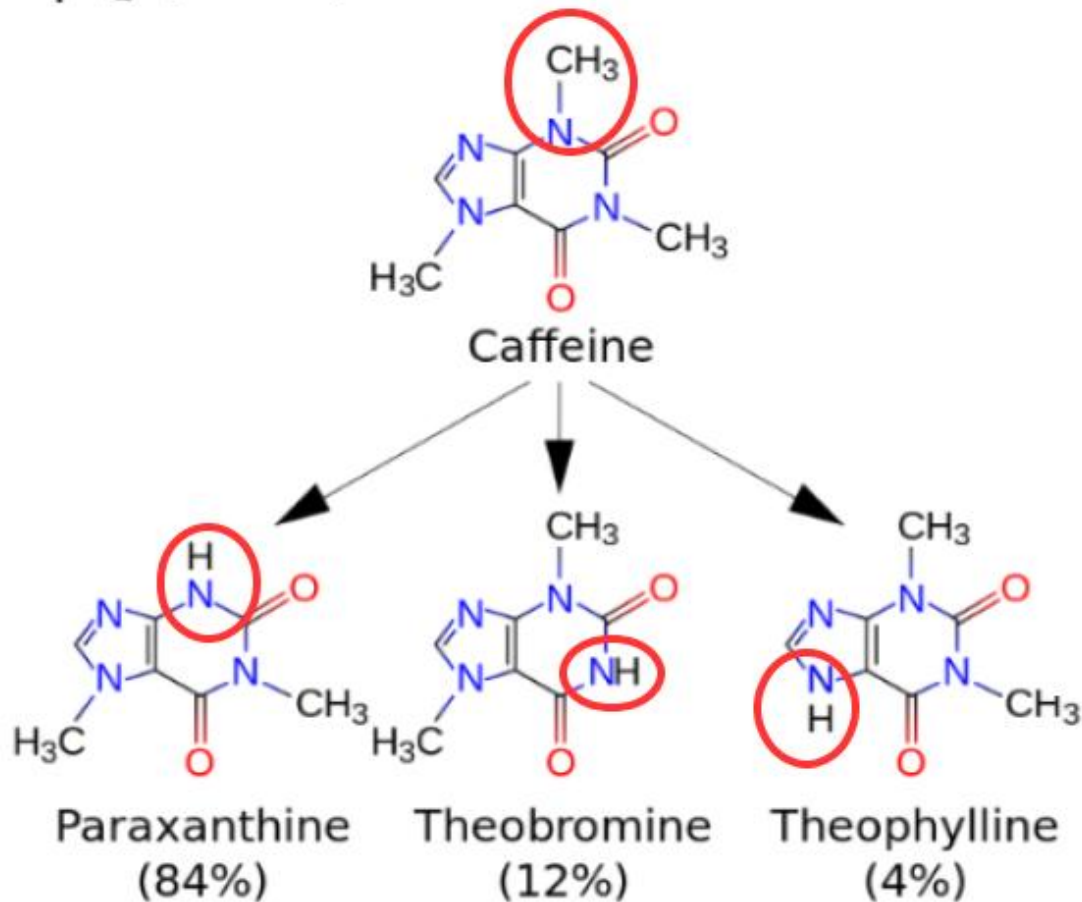
Στον άνθρωπο η καφεΐνη επιδρά στο ΚΝΣ ως διεγερτικό.

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

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



Εικόνα 1. Μεταβολισμός της καφεΐνης στο ήπαρ.

2. Θεωρητικό μέρος

Solvent	Temperature	g/L
Water	25	21
	80	200
	100	670
Ethanol	25	15
	78	32
Acetone	30	22
Diethyl ether	25	1.9

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

Η διαλυτότητα της καφεΐνης διαφοροποιείται σημαντικά αναλόγως του διαλύτη.

Γιατί επιλέξαμε ΝΕΡΟ ως διαλύτη απομάκρυνσης από το στερεό;

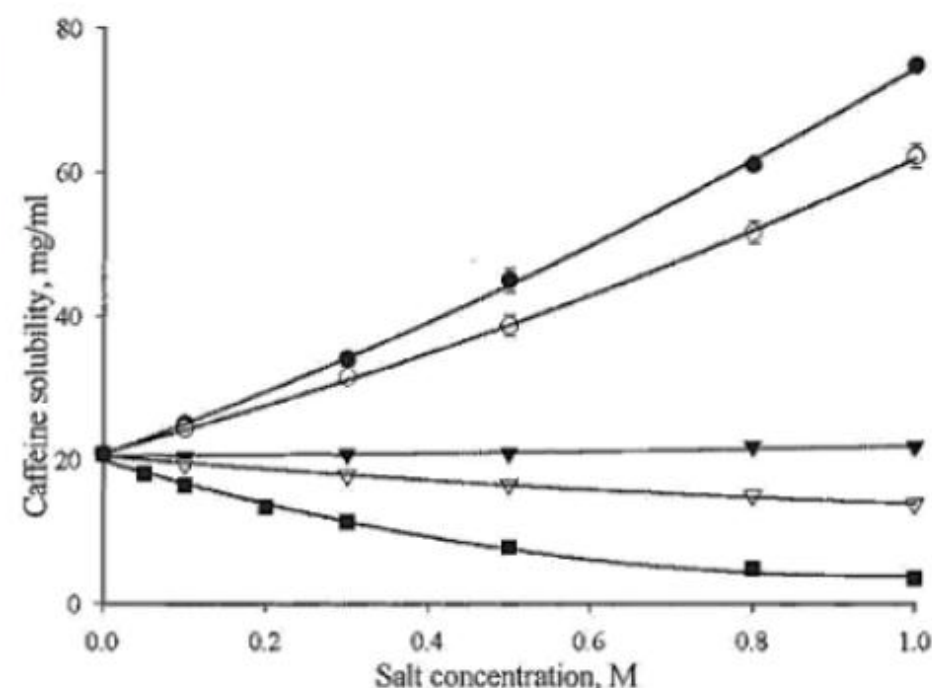


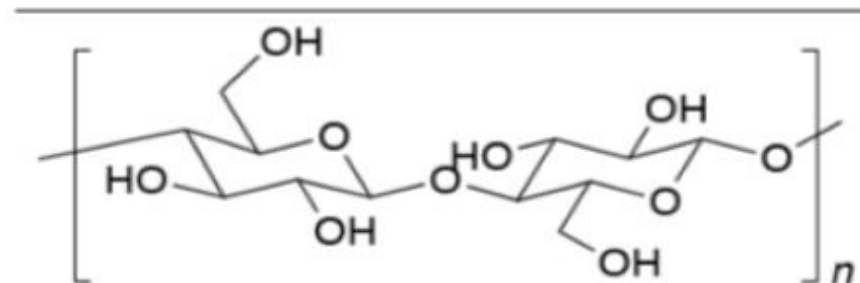
Figure 1. Caffeine solubility in different salt solutions at 25°C. Key: (●) NaClO₄; (○) NaSCN; (▼) NaBr; (▽) NaCl; (■) Na₂SO₄.

2. Θεωρητικό μέρος

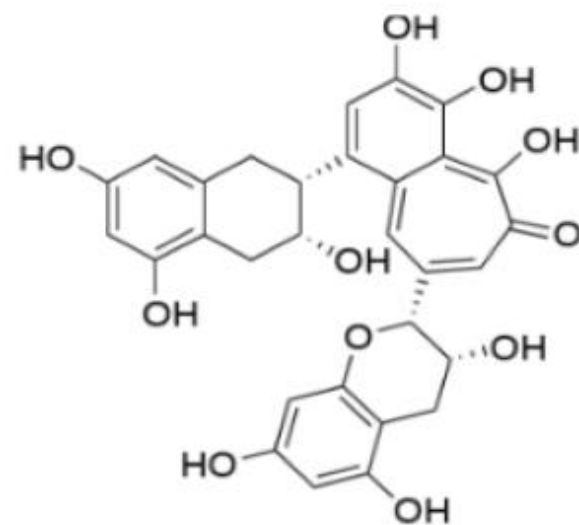
Στα φύλλα τσαγιού υπάρχουν εκτός της καφεΐνης μια σειρά από άλλα συστατικά

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)



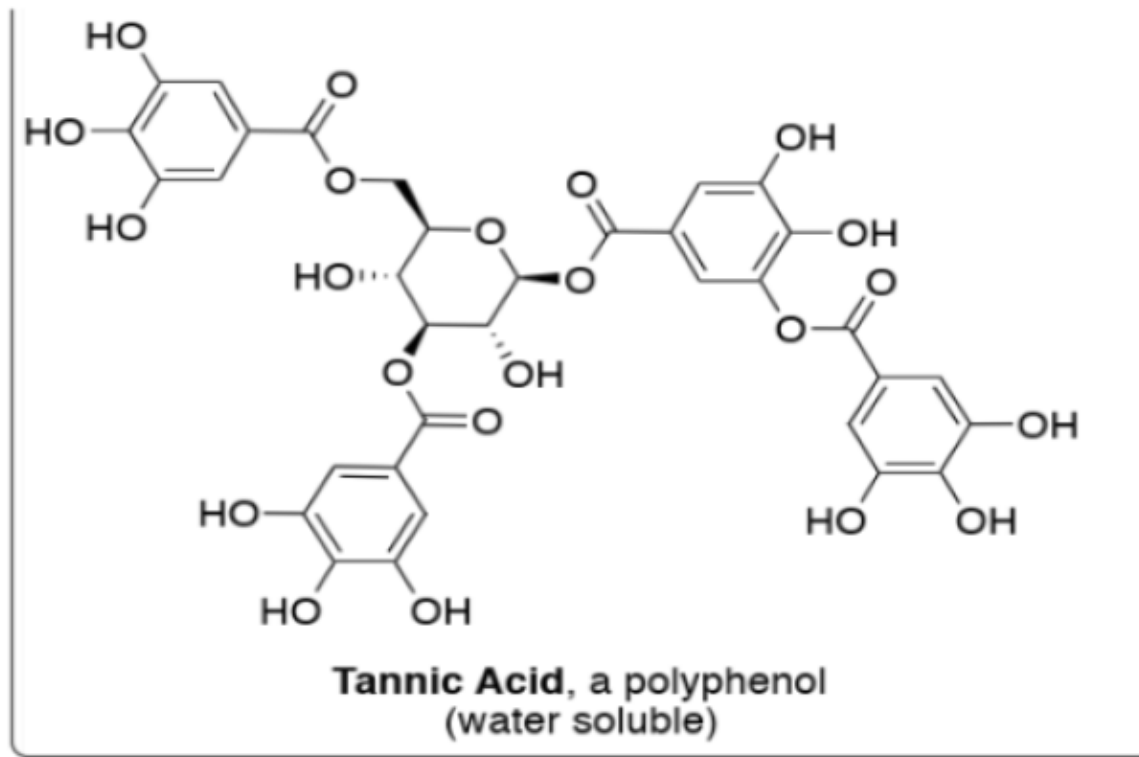
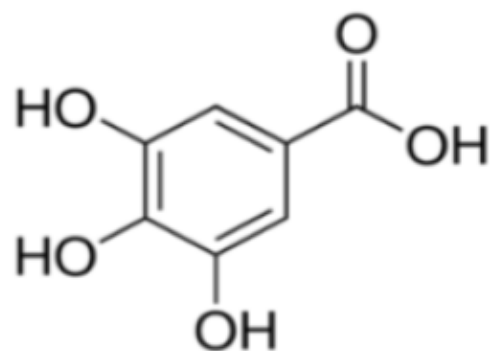
Theaflavin, a polyphenol
(water soluble)

2. Θεωρητικό μέρος

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

Οι ταννίνες είναι υδατοδιαλυτές και δυσκολεύουν την απομόνωση της καφεΐνης.

Υδρόλυση τους δίνει γλυκόζη και γαλλικό οξύ



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

2. Θεωρητικό μέρος

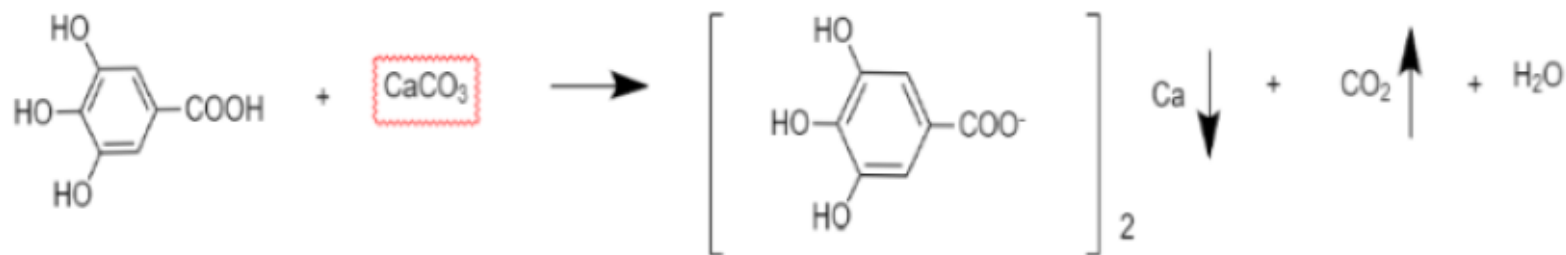
Για την αποφυγή των παραπάνω προβλημάτων στην αρχική εκχύλιση προστίθεται ανθρακικό ασβέστιο

Το ανθρακικό ασβέστιο εξυπηρετεί 3 σκοπούς

Ως βάση που είναι αποπρωτονιώνει την καφεΐνη με συνέπεια την αυξημένη διαλυτότητα της στον οργανικό διαλύτη

Βοηθάει στην μείωση του αφρισμού λόγω καθίζησης των άλατα ασβεστίου των όξινων πολυμερικών ταννινών

Ακόμα απομακρύνει το παραγόμενο γαλλικό οξύ ως άλας ασβεστίου



3. Ασκήσεις για αναφορά

Για όλους

1. Άσκηση σημειώσεων

2. 1 γραμμάριο 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!!

3. Γιατί προστίθεται χλωριούχο νάτριο πριν την εκχύλιση της υδατικής φάσης με τον οργανικό διαλύτη;