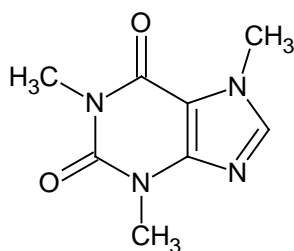


Gruppe 11 – eigener Versuch

Extraktion von Coffein

Strukturformeln:



Coffein

Zeitbedarf:

Vorbereitung:	15 min
Versuchsdurchführung:	65 min
Nachbereitung:	10 min

Chemikalien:

Chemikalien	Summenformel	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbole	Schuleinsatz (HessGiss)
feingepulverter Kaffee	-	1 g	-	-	-	S 1
konz. Schwefelsäure	H ₂ SO ₄	2 mL	35	26-30-45	C	S 1
Dichlormethan	CH ₂ Cl ₂	25 mL	40	23-24/25-36/37	Xn	S 1 (*)
Coffein	C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂	-	22	-	Xn	S 1

(*) Eine Ersatzstoffprüfung ist wichtig.

Geräte und Materialien:

- Rundkolben (100 mL)
- Becherglas (250 mL)
- Magnetrührer
- 2 x Rührfische
- Scheidetrichter (250 mL)
- Kunststoffstopfen NS 29
- Petrischale
- Weithals-Erlenmeyerkolben (250 mL)
- Glasrichter mit Faltenfilter
- Spritze (2 mL) mit Kanüle

Versuchsaufbau:



Abb. 1: Kaffeepulver und konz. Schwefelsäure.



Abb. 2: Rundkolben mit Kaffeepulver und Wasserbad.



Abb. 3: Erlenmeyerkolben mit Faltenfilter.



Abb. 4: Scheidetrichter mit Kunststoffstopfen.

Versuchsdurchführung:

1 g feingepulverter Kaffee und 2 mL konz. Schwefelsäure werden in einen 100 mL Rundkolben gegeben und 15 min in einem Wasserbad auf 100 °C erwärmt. Anschließend wird das Reaktionsgemisch vorsichtig mit 50 mL entionisiertem Wasser versetzt und nochmals 15 min lang im Wasserbad erwärmt. Jetzt wird das Reaktionsgemisch heiß filtriert und das Filtrat in einem 250 mL Weithals-Erlenmeyerkolben aufgefangen. Nach dem Erkalten des Filtrats wird dieses zusammen mit 25 mL Dichlormethan in einen 250 mL Scheidetrichter gegeben und kräftig geschüttelt. Die abgetrennte organische Phase wird in eine Petrischale gegeben und zum Abdampfen unter einen Abzug gestellt.

Beobachtungen:

Das Kaffee-Schwefelsäure-Gemisch schlammte beim Erhitzen im Wasserbad auf. Nach dem Abfiltrieren lag ein klares, braun-oranges Filtrat vor. Ein Kaffeearoma war eindeutig wahrnehmbar. Nach dem Befüllen des Scheidetrichters mit Dichlormethan und dem Filtrat lag ein zweiphasiges System vor. Dabei setzte sich die organische Phase im unteren Gefäßteil ab. Nach dem Ausschütteln war das anfangs klare Dichlormethan leicht getrübt. Beim Abdampfen des Lösungsmittels trübte sich die Lösung zunehmend. Es bildete sich ein gelber kristallartiger Rückstand, der sich auf dem Glas absetzte.

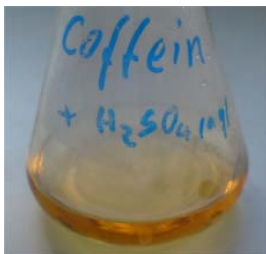


Abb. 5: Orange-braunes Filtrat.



Abb. 6: Kristallartiger, gelber Rückstand.

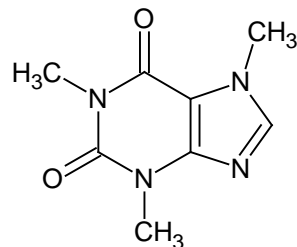
Entsorgung:

Die Lösungsmittelreste wurden neutral in den Sammelbehälter für organische Lösungsmittel gegeben. Da das Lösungsmittel vollständig ausgedampft war, wurde das Rohcoffein mit Wasser und einem Spülschwamm ausgewaschen und in den Ausguss gegeben.

Fachliche Analyse:

Bei den Alkaloiden handelt es sich um stickstoffhaltige, heterocyclische Basen. Sie kommen als Salze organischer Säuren (z. B. Essig-, Oxal-, Wein-, Citronensäure) in bestimmten Pflanzen vor. Der Name Alkaloid, „alkali-ähnlich“ deutet auf den basischen Charakter hin. Schon

den Menschen der Antike war die Anwesenheit basisch wirkender Stoffe in der Pflanzenasche bekannt. Sie nutzten die Asche, um damit z. B. Laugen herzustellen, die zur Seifenherstellung benötigt wurden. Neben den alkalischen Eigenschaften weisen Alkaloide eine hohe pharmakologische Wirkung auf. Schon geringe Mengen alkaloider Stoffe können starke physiologische Wirkungen hervorrufen. Ein Beispiel hierfür ist das Coffein.



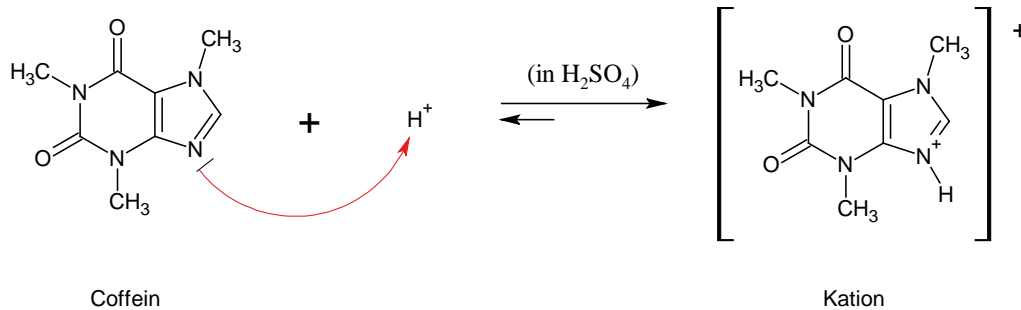
Coffein

Die Aufnahme geringer Mengen an Coffein, z. B. über Getränke, wirkt erregend auf das zentrale Nervensystem. Es regt die Herzstätigkeit, die Atmung und den Stoffwechsel an. Zudem steigen der Blutdruck, die Körpertemperatur sowie die Blutumlaufgeschwindigkeit. In der Summe wird damit eine leistungssteigernde Wirkung erzielt. Werden höhere Dosen des Alkaloids (ca. 300 mg, enthalten in 5 – 6 Tassen Kaffee) aufgenommen, so kann dies zu Händezittern und Herzrasen führen. Die für den Menschen letale Dosis an Coffein ist nicht genau bekannt und wird grob zwischen 5 – 30 g vermutet, was der Einnahme von etwa 50 – 300 Tassen Kaffee entspräche.

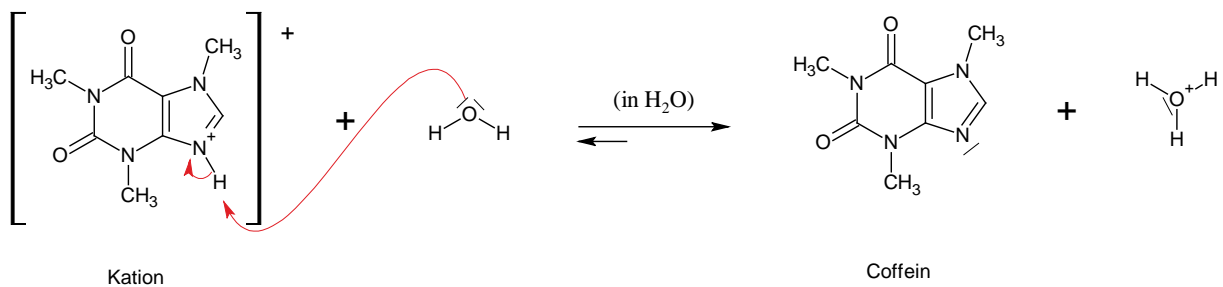
Coffein ist zu etwa 0,7 – 2,5 % in Kaffee, 1 – 4,5 % in schwarzem Tee und 0,2 % in Kakaoenkernen enthalten. Die prozentualen Angaben beziehen sich dabei auf die jeweiligen Trockensubstanzen. Als Reinstoff liegt Coffein in Form von weißen kristallinen Nadeln vor. Das Kristallgitter ist in hexagonalen Prismen koordiniert. Das Coffein hat einen bitteren Geschmack und lässt sich in Wasser lösen. Dabei hängt die Löslichkeit des Stoffes empfindlich von der Wassertemperatur ab. In 100 mL 18 °C warmen Wassers lassen sich 2 g Coffein lösen. Wird dagegen dieselbe Menge an Wasser auf 100 °C erhitzt, so können etwa 70 g dieses Stoffes gelöst werden. Noch besser lässt es sich jedoch in leicht polaren Lösungsmitteln wie z. B. Dichlormethan lösen. Diese Eigenschaft begründet sich durch den molekularen Aufbau des Stoffes. Durch die Keto-Gruppen, die am Sechsring des Purins lokalisiert sind, sowie durch die Anwesenheit der ebenfalls polarisierenden N-Atome, erlangt das Coffein ebenfalls einen leicht polaren Zustand.

Um Coffein z. B. aus feingepulvertem Kaffee zu extrahieren wird das Kaffeepulver zunächst mit konzentrierter Schwefelsäure versetzt und das Gemisch erhitzt. Die Behandlung mit einer stark deprotonierenden Säure dient zur Erhöhung der Wasserlöslichkeit des Coffein-

Moleküls. Durch die Anwesenheit der freien Protonen kann das unsubstituierte N-Atom des Fünfrings protoniert werden. Nun liegt das Molekül als polares Kation vor und kann besser in polaren Lösungsmitteln wie z. B. Wasser gelöst werden. Bei dieser Reaktion handelt es sich um eine Gleichgewichtsreaktion. Durch einen Überschuss an Schwefelsäure kann das Gleichgewicht nach dem Prinzip des kleinsten Zwangs auf die rechte Seite gedrückt werden.



Wird nun das Reaktionsgemisch mit Wasser versetzt und weiter erhitzt, so kann das Kation gut vom Wasser gelöst werden. Ist das Molekül einmal in Lösung und von einer Solvathülle umgeben, so wird das Proton sofort wieder abgespalten und von einem Wassermolekül abgefangen. Dies geschieht zum einen, da durch die Verdünnung mit Wasser eine Verschiebung des obigen Gleichgewichtes auf die linke Seite eintritt, zum anderen, da das Wassermolekül eine stärkere Base ist als das Coffein-Molekül.



Da das Coffein nun wieder im ungeladenen, leicht polaren Zustand vorliegt kann es gut mit dem organischen Lösungsmittel Dichlormethan ausgeschüttelt werden. Aufgrund günstigerer Lösungsmiteleigenschaften wird das Coffein fast vollständig in die organische Phase gezogen. Um das Rohcoffein vom Lösungsmittel zu trennen, wird es zum Abdampfen am besten in eine offene Petrischale gegeben. Durch den niedrigen Siedepunkt von 40 °C weist das Lösungsmittel auch bei Raumtemperatur einen hohen Dampfdruck (470 mbar bei 20 °C) auf und verflüchtigt sich rasch. Durch den Übergang des Dichlormethans in die Gasphase, steigt die Konzentration des Coffeins stetig. Schließlich ist die Konzentration so hoch, dass es am Gefäßboden auskristallisiert. Da das kristalline Rohcoffein noch Verunreinigungen aufweist, ist es leicht gelblich gefärbt.

Methodisch-didaktische Analyse:

1. Einordnung

Der Versuch kann wie folgt in die Themengebiete des hessischen Lehrplans (G8) eingebettet werden.

Jahrgangsstufe u. Unterrichtseinheit	Themengebiet
7G.1	<u>Trennverfahren für Stoffgemische:</u> Homogene und heterogene Stoffsysteme; Labortechniken anwenden: Destillation, Filtration. Weitere Beispiele zur Auswahl: Abdampfen, Abscheiden, Extraktion, Chromatographie).
9G.1	<u>Wasser:</u> Wasser als Lösemittel: Vergleichen mit den Eigenschaften anderer Lösemittel.
9G.1	<i>Fakultativ:</i> <u>Eigenschaften molekularer Stoffe:</u> Struktur-Eigenschafts-Beziehungen: weitere Beispiele für permanente Dipole; Schmelztemperatur, Siedetemperatur, Löslichkeit, Lösemittel.
12G.2	<u>Nahrungsmittel:</u> Herstellung; Analyse; Struktur; Abbau im Organismus; Inhaltsstoffe; Zusatzstoffe; Konservierung; Beispiele: Bierbrauen; Joghurtherstellung, Milchverarbeitung, Fettgewinnung, gentechnisch erzeugte Lebensmittel.

2. Aufwand

Alle verwendeten Geräte zählen zur Standardausrüstung einer Chemie Sammlung. Da in diesem Versuch mit Dichlormethan gearbeitet wird, muss das Experiment in einem Klassenraum erfolgen, der über einen Abzug verfügt. Aufgrund der begrenzten Arbeitsplatzkapazität unter dem Abzug kann es in der Durchführung des Versuchs als Schülerexperiment zu Engpässen kommen. Die benötigten Chemikalien werden nur in kleinen Mengen verbraucht, so dass der Versuch keine hohen Kosten verursacht. Das Experiment ist innerhalb einer Doppelstunde durchführbar. Damit ist der Versuch gut für den Einsatz in der Schule geeignet.

3. Durchführung

Der Versuch funktioniert sehr zuverlässig. Alle Effekte sind aus der Nähe gut zu beobachten. Insbesondere das Auskristallisieren des Rohcaffeins beim Abdampfen des Dichlormethans ist sehr gut zu sehen. Dazu sollten die Schüler direkt an das Versuchsgeschehen herantreten. Allerdings fällt die Coffein-Ausbeute nicht besonders groß aus, so dass der Versuchsansatz in einem größeren Maßstab gewählt werden sollte. Alle verwendeten Chemikalien sind nach HessGiss für Schülerexperimente ab der Sekundarstufe I freigegeben. Für die Verwendung von Dichlormethan ist eine Ersatzstoffprüfung erforderlich. Der Versuch darf dennoch als Schülerversuch durchgeführt werden, sofern das Arbeiten unter einem Abzug gewährleistet werden kann.

Literatur:

- Versuchsvorschrift aus : **Naturwissenschaften im Unterricht**, Heft 84, S. 19, Ausgabe 6/ 2004.
- <http://omikron-online.de/cyberchem/cheminfo/0160-lex.htm>; Zugriff: 26.07.09.
- <http://www.suchtzentrum.de/drugscouts/dsv3/stoff/caffee.html>; Zugriff: 26.07.09.
- K. P. C. Vollhardt, N. E. Schore, **Organische Chemie, Dritte Auflage**, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2000.
- Charles E. Mortimer, Ulrich Müller, **Chemie, das Basiswissen der Chemie**, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 2003.
- **HessGiss-Datenbank**, V 11.0 – 2006/2007.
- www.dguv.de, **GESTIS-Stoffdatenbank**, 2009, Zugriff: 12.07.09.
- **Lehrplan Chemie, Gymnasialer Bildungsgang, Jahrgangsstufen 7G bis 12G**, Hessisches Kultusministerium 2008.