EXPERIMENT 8: EXTRACTION

A Separation and Isolation Technique

INTRODUCTION

فصل مادة من خليط باستخدام مذيب يذيب تلك المادة بشكل تفضيلي. إذا تم استخلاص المادة من طور صلب، تسمى العملية استخلاص صلب-سائل، كما هو الحال في عزل الكافيين من أوراق الشاي باستخدام الماء الساخن. يُطلق على استخلاص مادة من طور سائل اسم استخلاص سائل-سائل. التطبيقات الأكثر شيوعًا لهذه التقنية الأخيرة هي: أ. استعادة منتج عضوي من خليط تفاعل يحتوي على مواد زائدة غير متفاعلة ونواتج ثانوية. استخلاص

Extraction is the separation of a substance from a mixture by means of a solvent that preferentially dissolves that substance. If the substance is extracted from a solid phase, the process is called solid-liquid extraction, asin the isolation of caffeine from tea leaves by means of hot water.

Extraction of a substance from a liquid phase is called liquid-liquid extraction. The most common applications of this latter technique are:

a. The recovery of an organic product from a reaction mixture containing excess unreacted materials and by-products.
b. Isolation of an organic substance from its natural source, such as a plant.

ب. عزل مادة عضوية من مصدرها الطبيعي، مثل النبات. الاستخلاص السائل-السائل. هذا هو النوع الأكثر شيوعًا من الاستخلاص. يتضمن رج الخليط السائل مع مذيب غير قابل للامتزاج والذي يذيب المركب المطلوب بشكل تفضيلي. عند تركه، تشكل المرحلتان غير القابلتين للامتزاج (عادةً عضوية ومائية) طبقتين منفصلتين (علوية وسفلية) يمكن فصلهما بواسطة قمع فصل. تتوزع المواد المذابة المختلفة في الخليط بين المرحلتين العضوية والمائية وفقًا لذوبانها النسبي في كل مذيب. عند في حالة الاتزان، تُسمى نسبة تركيز (C) أو ذوبانية (S) المادة في الطور العضوي (C_o) أو S) إلى تركيزها في الطور المائي (Cw أو Sw) بمعامل التوزيع (K_o).

Liquid-Liquid Extraction. This is the most common type of extraction. It involves shaking the liquid mixture with an immiscible solvent which preferentially dissolves the desired compound. On standing, the two immiscible phases (usually organic and aqueous) form two separate layers (upper and lower) that can be separated by means of a separatoryfunnel. The various solutes in the mixture distribute themselves between theorganic and aqueous phases according to their relative solubilities in each solvent. At equilibrium, the ratio of the concentration (C) or solubility (S)of the substance in the organic phase, (C_o or S_o) to that in the aqueous phase(C_w or S_w) is called the distribution coefficient (K_D).

$$K_D = \frac{C_o}{C_w} = \frac{S_o}{S_w}$$

A large distribution coefficient implies that the compound is much more soluble in the organic phase than in the aqueous one and, in this case, a single extraction suffices to remove the desired compound from the mixture. When K_D is small, it means that the compound distributes itself

يشير معامل التوزيع الكبير إلى أن المركب أكثر قابلية للذوبان في الطور العضوي منه في الطور المائي، وفي هذه الحالة، يكفي استخلاص واحد لإزالة المركب المطلوب من الخليط. عندما يكون KD صغيرًا، فهذا يعني أن المركب يتوزع

بشكل أكثر تساوياً في كلا الطورين، لذلك يلزم إجراء عمليات استخلاص متكررة لاستعادة مثل هذا المركب من الخليط المائي.

more evenly in both phases, so that repeated extractions are required to recover such a compound from the aqueous mixture.

In general, it is more efficient to divide the total volume of extracting solvent over several extractions than to use the whole volume in a single extraction.

بشكل عام، من الأفضل تقسيم الحجم الكلي لمذيب الاستخلاص على عدة عمليات استخلاص بدلاً من استخدام الحجم الكامل في عملية استخلاص واحدة.

GENERAL EXPERIMENTAL CONSIDERATIONS

Choice of Solvent. A solvent used for extraction should have the following characteristics:

1. Immiscible with the liquid in which the solute is present.
2. Readily dissolve the solute to be extracted.
3. Extract little or none of the impurities and other compounds present in the mixture.
4. Non-flammable, nontoxic, cheap and easily removable from the solute after extraction (*i.e.*, volatile).

1. غير قابل للامتزاج مع السائل الذي يوجد فيه المذاب.
2. يذيب المذاب المراد استخلاصه بسهولة.
3. يستخلص القليل من الشوائب والمركبات الأخرى الموجودة في الخليط أو لا يستخلصها على الإطلاق.
4. غير قابل للاشتعال، وغير سام، ورخيص الثمن، وسهل الإزالة من المذاب بعد الاستخلاص (أي متطاير).

Salting-out. Extraction of organic compounds from aqueous mixtures is usually improved by saturating the aqueous phase with a salt such as NaCl or Na_2CO_3. This phenomenon is called salting-out and has the following effects:

التمليح. عادةً ما تتحسن عملية استخلاص المركبات العضوية من المخاليط المائية بتشبيع الطور المائي بملح مثل كلوريد الصوديوم (NaCl) أو كربونات الصوديوم (Na2CO3). تُسمى هذه الظاهرة بالتمليح ولها التأثيرات التالية:

1. Decreases the solubility of organic compounds in the saturated aqueous phase.
2. Decreases the solubility of the organic and aqueous phases in each other, thus improving their separation. This is particularly useful in breaking up emulsions.

1. يقلل من ذوبان المركبات العضوية في الطور المائي المشبع.
2. يقلل من ذوبان الطورين العضوي والمائي في بعضهما البعض، مما يحسن فصلهما. وهذا مفيد بشكل خاص في تفكيك المستحلبات.

Emulsions. In certain cases, the two immiscible phases do not separate cleanly into two distinct layers; instead, they form an emulsion which, once formed, is usually difficult to break. It is therefore advisable to prevent the formation of emulsions during extraction. This is best achieved by avoiding vigorous shaking of the layers whenever an emulsion is expected to form

المستحلبات. في بعض الحالات، لا ينفصل الطوران غير القابلين للامتزاج بشكل نظيف إلى طبقتين متميزتين، بل يشكلان مستحلبًا، وبمجرد تشكله، يصعب عادةً تفكيكه. لذلك، يُنصح بمنع تكوين المستحلبات أثناء الاستخلاص. ويتحقق ذلك على أفضل وجه عن طريق تجنب رج الطبقات بقوة كلما كان من المتوقع تكوين مستحلب

(على سبيل المثال، عند استخلاص المحاليل المائية القلوية بالكلوروفورم أو ثنائي كلورو الميثان). إذا تشكل مستحلب، يمكن غالبًا كسره عن طريق: 1. تحريك الطبقة المستحلبة برفق بقضيب زجاجي. 2. تشبيع الطبقة المائية بالملح. 3. الطرد المركزي.

(*e.g.*, when alkaline aqueous solutions are extracted with chloroform or dichloromethane). If an emulsion still forms one can often break it by:

1. Stirring the emulsified layer gently with a glass rod.
2. Saturating the aqueous layer with a salt.
3. Centrifugation.

عوامل التجفيف، غالبًا ما تُظهر المرحلة العضوية عكارة بسبب وجود آثار من الماء من المرحلة المائية. يمكن استخدام كلوريد الكالسيوم اللامائي، أو كبريتات المغنيسيوم، أو كبريتات الصوديوم كعوامل تجفيف تمتص آثار الماء الموجودة في المرحلة العضوية. عندما تجف، تصبح المرحلة العضوية صافية.

Drying Agents. The organic phase often shows turbidity due to the presence of traces of water from the aqueous phase. Anhydrous $CaCl_2$, $MgSO_4$, or Na_2SO_4 may be used as drying agents which absorb the traces of water present in the organic phase. When dry, the organic phase becomes clear.

ACID-BASE EXTRACTION

تُفصل مخاليط الأحماض والقواعد العضوية عادةً عن طريق استخلاص الحمض والقاعدة. تُحوّل هذه المركبات إلى أملاحها بمعالجتها بحمض أو قاعدة. على عكس المركبات الأصلية، عادةً ما تكون الأملاح المقابلة قابلة للذوبان في الماء، مما يُمكّن من نقلها من الطور العضوي إلى الطبقة المائية. بعد فصل الطبقات، يُستعاد الحمض أو القاعدة العضوية عن طريق معادلة الطبقة المائية. نظرًا لأن الحمض أو القاعدة غير قابل للذوبان في الماء، فإنه يترسب ويُجمع بالترشيح. يوضح الشكل 16 مخططًا انسيابيًا لهذا الفصل.

Mixtures of organic acids and bases are commonly separated by acid-base extraction. Such compounds are converted to their salts by treatment with acid or base. Unlike the original compounds, the corresponding salts are usually soluble in water, thus enabling their transfer from the organic phase to the aqueous layer. After separation of the layers, the organic acid or base is recovered by neutralization of the aqueous layer. Since the acid or base is insoluble in water it precipitates out, and is collected by filtration. A flow diagram for such a separation is shown in Figure 16.

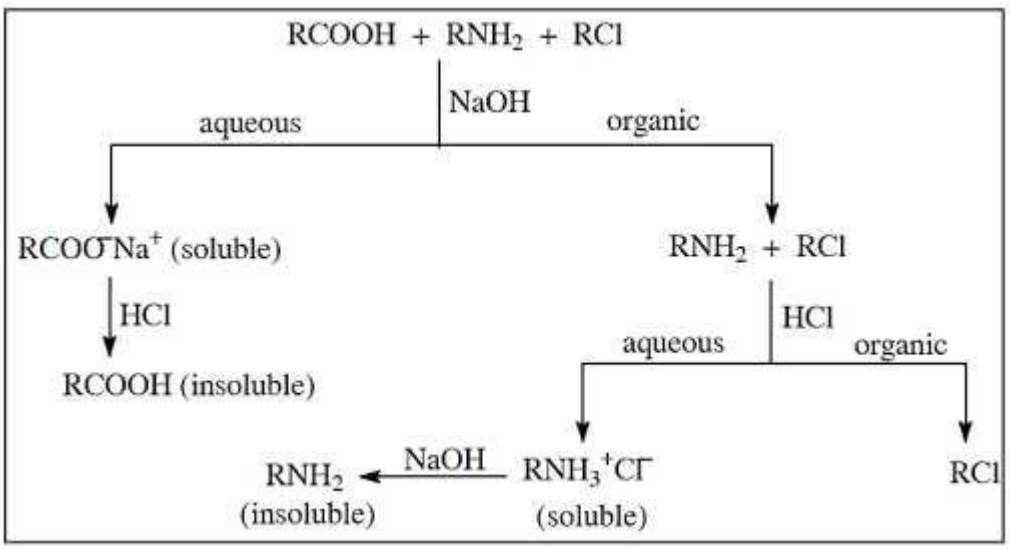


Figure 16. Flow chart for separation of a mixture by acid base extraction.

APPARATUS AND PROCEDURE

يوضح الشكل 17 إعداد الاستخلاص باستخدام قمع الفصل. يجب تشحيم الصنبور والسدادة قبل الاستخدام. يُمسك قمع الفصل رأسًا على عقب بكلتا اليدين، بحيث تُمسك السدادة بإحكام باليد اليسرى، بينما تتحكم اليد اليمنى في الصنبور (الشكل 17). يُرج القمع برفق في البداية ويُفرغ الضغط منه دوريًا من خلال

The set-up for an extraction using the separatory funnel is shown in Figure 17. The stopcock and stopper should be greased before use. The separatory funnel is held upside down in both hands, such that the stopper is firmly held in the left hand, while the right hand controls the stopcock (Figure 17). The funnel is shaken gently at the beginning and vented periodically through the

الصنبور لتحرير الضغط الزائد المتراكم في الداخل. بمجرد عدم وجود المزيد من تراكم الضغط في القمع، يمكن أن يكون الرج أكثر قوة لضمان استخلاص جيد.

Figure 17. Correct position for holding a separatory funnel.

stopcock to release excess pressure which builds up inside. Once there is no more pressure build-up in the funnel, shaking may be more vigorous to ensure goodextraction.

The mixture is left standing for some time until the two layers are well separated. The lower layer is drained through the stopcock, while the upper layer is poured through the top of the funnel into a separate container.

To determine whether a given layer is organic or aqueous, place a few drops of it on a watch glass containing a few milliliters of water and check the solubility. As a precaution, never discard any layer before you get your product.

يُترك الخليط لبعض الوقت حتى تنفصل الطبقتان جيدًا. تُصفى الطبقة السفلية من خلال الصنبور، بينما تُسكب الطبقة العلوية من أعلى القمع في وعاء منفصل. لتحديد ما إذا كانت طبقة معينة عضوية أم مائية، ضع بضع قطرات منها على زجاجة ساعة تحتوي على بضعة ملليلترات من الماء وتحقق من الذوبان. كإجراء احترازي، لا تتخلص أبدًا من أي طبقة قبل الحصول على المنتج.

OBJECTIVES

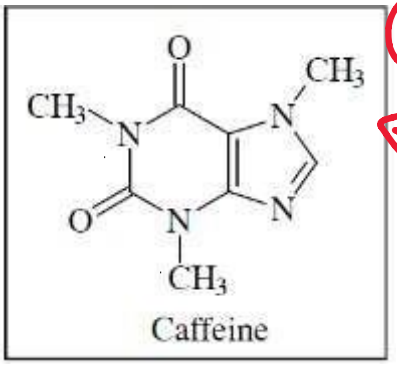
1. Isolating caffeine from tea leaves.
2. Separating a two-component mixture (acid and neutral).

EXPERIMENTAL

MATERIALS NEEDED	Glassware: Beaker (600 mL), 2 beakers (100 mL), 2 Erlenmeyer flasks (100 mL), stand, wire gauze, clamp, ring, clamp holder, graduated cylinder (10 mL), separatory funnel (100 mL), cheesecloth 20x20 cm. Chemicals: 15 g Tea leaves, 10 g sodium carbonate, 30 mL dichloromethane, 1.0 g anhydrous sodium sulfate, 1 g benzoic acid, 1 g p-dichlorobenzene, 25 mL ether, 40 mL of 10% sodium hydroxide, 20 mL concentrated hydrochloric acid, anhydrous calcium chloride, blue litmus paper.

➢ *EXTRACTION OF CAFFEINE FROM TEA LEAVES*

Caffeine is an organic compound present in the fruit and bark of some plants, as well as in tea leaves, coffee, cocoa and cola beans. The caffeine content in dried tea leaves is about 3-4%.



Caffeine

الكافيين مركب عضوي موجود في ثمار ولحاء بعض النباتات، وكذلك في أوراق الشاي والقهوة والكاكاو وحبوب الكولا. تبلغ نسبة الكافيين في أوراق الشاي المجففة حوالي 3-4%.

ينتمي الكافيين إلى عائلة من المركبات الحلقية القاعدية المحتوية على النيتروجين تسمى القلويات. وهو منبه خفيف ويستخدم على هذا النحو في العديد من الأدوية والمسكنات. تبلغ ذوبانية الكافيين في درجة حرارة الغرفة 2.2 جم/100 مل من الماء و18 جم/100 مل من الكلوروفورم.

Caffeine belongs to a family of basic, nitrogen-containing, cyclic compounds called alkaloids. It is a mild stimulant and is used as such in many drugs and analgesics. The solubility of caffeine at room temperature is 2.2 g/100 mL of water and 18 g/100 mL of chloroform.

In this experiment, you will extract caffeine from tea leaves with hot water. This treatment also extracts tannins, a class of acidic organic compounds, also present in the leaves. Sodium carbonate is used to remove the acidic tannins by converting them to water-soluble salts.

في هذه التجربة، ستستخلص الكافيين من أوراق الشاي بالماء الساخن. هذه المعالجة تستخلص أيضًا التانينات، وهي فئة من المركبات العضوية الحمضية، أيضًا موجودة في الأوراق. يُستخدم كربونات الصوديوم لإزالة التانينات الحمضية عن طريق تحويلها إلى أملاح قابلة للذوبان في الماء.

Procedure. You will be provided with a large tea bag containing about 15 g dry tea leaves. Place the tea bag in a 600 mL beaker, add 10 g of sodium carbonate and 150 mL of water, and boil the mixture gently for 20 minutes. Cool the dark brown aqueous solution to room temperature and

squeeze the tea bag to extract the liquid fully before discarding the bag.

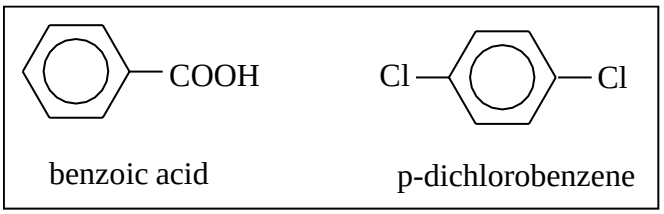
Transfer the dark solution to a separatory funnel and extract twice with 15 mL portions of dichloromethane.

Avoid vigorous shaking of the funnel since emulsions may form readily; instead, swirl the funnel gently or turn it upside down several times. After each extraction drain the denser dichloromethane layer into a small flask. Dry the combined organic extracts with anhydrous sodium sulfate until the solution is clear. Decant the dichloromethane into a small beaker andevaporate to dryness over a water bath in the fume hood. Do not heat the residue any longer than necessary since caffeine decomposes readily. Weigh the crude caffeine and calculate its percentage in the tea leaves. Determine the melting point of your product.

➢ *SEPARATION OF A TWO COMPONENT MIXTURE*

In this part, a mixture of benzoic acid and *p*-dichlorobenzene (or any other neutral compound such as naphthalene, *p*-dimethoxybenzene or diethoxybenzene) will be separated into its components by means of extraction.

في هذا الجزء، سيتم فصل خليط من حمض البنزويك وبارا-ثنائي كلورو بنزين (أو أي مركب متعادل آخر مثل النفثالين، بارا-ثنائي ميثوكسي بنزين، ثنائي إيثوكسي بنزين) إلى مكوناته عن طريق الاستخلاص.



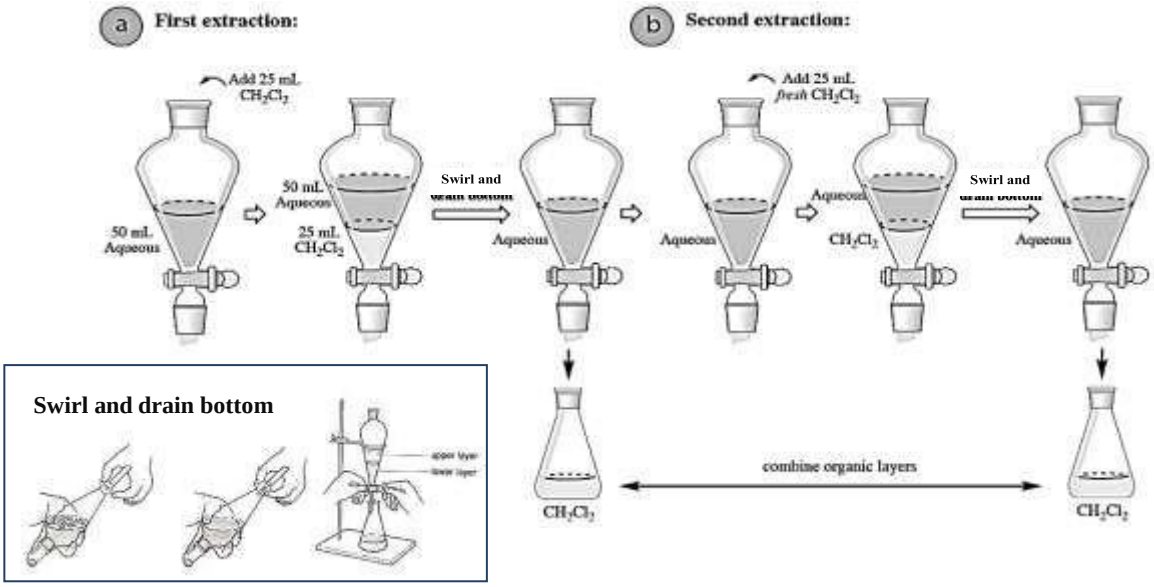
Procedure. Obtain from your instructor a 2.0 g sample of the two-component mixture, dissolve it in 25 mL of ether, and pour the solution into a 100 mL separatory funnel. To extract the benzoic acid from the mixture, shake the ether solution with 20 mL of 10% NaOH solution.

Draw off the lower (aqueous) layer into a flask and repeat extractionof the ether solution with another 20 mL of 10% NaOH solution followed by 10 mL of water. Combine the three aqueous extracts and cool in an ice

bath. Neutralize the cold aqueous phase by adding concentrated HCl until the solution is acid to blue litmus paper (about 8 mL). Collect the precipitated benzoic acid by suction filtration.

Dry the product, determine its weight and its melting point. Pour the remaining ether solution (which contains the neutral component) into a small flask and add enough anhydrous calcium chloride to remove any traces of water. Decant the dry ether solution into a small, weighedbeaker and evaporate the solvent in the fume hood (use a low temperature water bath since *p*-dichlorobenzene may sublime). Determine the weight of yourproduct.

PROCEDURE SUMMARY DIAGRAM



Useful links

Extraction of Caffeine from tea leaves:
https://www.youtube.com/watch?v=5K1t4-1TDdo
How to use the separatory funnel:
https://www.youtube.com/watch?v=EFiFPoOzqtk&t=161s

Caffeine

Caffeine

Introduction

المكون النشط الذي يجعل الشاي والقهوة قيمين للإنسان هو الكافيين. الكافيين هو قلويد، وهو فئة من المركبات الطبيعية التي تحتوي على النيتروجين ولها خصائص قاعدة الأمين العضوي. يوجد الكافيين في أكثر من 60 نوعًا من النباتات. ينتمي الكافيين إلى عائلة من المركبات الطبيعية المعروفة باسم الزانثينات. الزانثينات، التي تأتي من النباتات، ربما تكون أقدم المنبهات المعروفة. الكافيين هو أقوى الزانثينات في قدرته على زيادة اليقظة، وتأخير النوم، وزيادة قدرة الشخص على التفكير. الكافيين موسع للأوعية الدموية (يرخي الأوعية الدموية) وكذلك مدر للبول (يزيد من التبول).

- The active ingredient that makes tea and coffee valuable to humans is **caffeine**. Caffeine is an **alkaloid**, a class of naturally occurring compounds containing nitrogen and having the properties of an organic amine base. Caffeine is found in over 60 plant species. Caffeine belongs to a family of naturally occurring compounds known as **xanthines**. The xanthines, which come from plants, are possibly the oldest known stimulants. Caffeine is the most powerful xanthine in its ability to increase alertness, put off sleep and to increase ones capacity for thinking. Caffeine is a vasodilator (relaxes the blood vessels) as well as a diuretic (increases urination).

- Caffeine does not exist alone in tealeaves; the leaves are mainly cellulose, pigments and chlorophylls, and tannins. Tannins are **phenolic** compounds of high molecular weight. The acidic phenols of tannins can complex with metals like calcium to form solid precipitates.

لا يوجد الكافيين بمفرده في أوراق الشاي: الأوراق تتكون أساسًا من السليلوز والأصباغ و الكلوروفيل والتانينات. التانينات مركبات فينولية ذات وزن جزيئي عالٍ. يمكن للفينولات الحمضية في التانينات أن تتحد مع معادن مثل الكالسيوم لتكوين رواسب صلبة.

من بين المصادر النباتية الأكثر شهرة حبوب البن والكاكاو وأوراق الشاي وجوز الكولا. في حين أن القهوة والشاي كلاهما منتجات شائعة تحتوي على الكافيين، إلا أن الكميات تختلف اختلافًا كبيرًا في الحصة الواحدة. ومما يزيد الأمر تعقيدًا، أن حبوب البن تحتوي على كافيين أقل من أوراق الشاي عند قياسها جافة. ومع ذلك، تحتوي حصة القهوة على ضعف كمية الكافيين الموجودة في الشاي تقريبًا. يأتي جزء كبير من نكهة القهوة والشاي من التانينات وعوامل النكهة الأخرى.

- Some of the better-known plant sources are coffee and cocoa beans, tea leaves, and kola nuts. While coffee and tea are both popular products containing caffeine, the amounts vary widely in a single serving. To further confuse the matter, coffee beans contain less caffeine than tea leaves when measured dry. However, a serving of coffee contains roughly twice the caffeine of tea. Much of the flavor of coffee and tea comes from tannins and other flavoring agents.

- Caffeine has a slightly bitter flavor. As a result, decaffeinating coffee beans and tea leaves will leave the flavor slightly changed even if no other compounds are lost

للكافيين نكهة مُرة قليلاً. ونتيجة لذلك، فإن إزالة الكافيين من حبوب البن وأوراق الشاي ستترك النكهة متغيرة قليلاً حتى لو لم تُفقد أي مركبات أخرى

Theory/Discussion

الكافيين (C8H10N4O2) هو قلويد. القلويدات هي مركبات طبيعية تحتوي على النيتروجين ذات مذاق مر، وتوجد في النباتات. غالبًا ما يُلاحظ أن للقلويدات نشاطًا فسيولوجيًا قويًا. من الأمثلة المعروفة: المورفين، والهيروين، وحمض الإيسيرجيك (LSD)، والكوكايين، والكينين، والستريكنين، والنيكوتين.

- Caffeine (C8H10N4O2) is an alkaloid. **Alkaloids** are bitter tasting, natural nitrogen-containing compounds found in plants. Alkaloids are often found to have potent physiological activity. Some better known examples are morphine, heroin, lysergic acid (LSD), cocaine, quinine, strychnine, and nicotine.

- The basic property of alkaloids come from the lone pair of electrons found on at least one nitrogen. The basic N in caffeine can be used to increase or decrease its water solubility. Acidic conditions will form the conjugate acid salt giving caffeine increased water solubility as a cation. On the other hand if caffeine is in a basic environment it takes the neutral form and is only somewhat polar.

تأتي الخاصية الأساسية للقلويدات من زوج الإلكترونات الحر الموجود على ذرة نيتروجين I واحدة على الأقل. يمكن استخدام النيتروجين الأساسي في الكافيين لزيادة أو تقليل ذوبانه في الماء. ستؤدي الظروف الحمضية إلى تكوين ملح الحمض المرافق مما يمنح الكافيين قابلية ذوبان متزايدة في الماء كأيون موجب. من ناحية أخرى، إذا كان الكافيين في بيئة قاعدية، فإنه يأخذ الشكل المتعادل ويكون قطبيًا إلى حد ما فقط.

لاستخلاص أي مادة بنجاح من مذيب إلى آخر، يجب زيادة الاختلافات في الذوبانية إلى أقصى حد.

- In order to successfully extract any substance from one solvent into another, we must maximize differences in solubility.

١، إضافة كلوريد الصوديوم إلى الكافيين في محلول مائي:

- 1. Adding NaCl to the caffeine in water solution:

The water will be more attracted to the very polar NaCl and less attracted to caffeine thus "salting out" the caffeine from water solution.

سينجذب الماء بشكل أكبر إلى كلوريد الصوديوم شديد القطبية، وسيكون انجذابه للكافيين أقل، وبالتالي *يترسب* الكافيين من المحلول المائي.

أ. هذا يجعل المحلول قاعديًا، مما يضع الكافيين في أقل أشكاله قطبية، وبالتالي يذوب بسهولة أكبر في المذيبات العضوية ويقل انجذابه للماء.

ب. يحتوي المحلول المائي على أكثر من مجرد الكافيين، وبعض هذه المركبات قابلة للذوبان أيضًا في المذيبات العضوية. يتفاعل Ca(OH)2 القاعدي مع أحماض التانيك لتكوين أملاح التانين غير القابلة للذوبان التي تترسب، وبالتالي يمكن إزالتها من المحلول قبل استخلاص الكافيين.

٢. إضافة Ca(OH)2 أو CaCO3 إلى محلول الكافيين في الماء:

- 2. Adding Ca(OH)2 or CaCO3 to a caffeine in water solution:

a. This makes the solution basic so puts caffeine in its least polar form and so more readily solvated in organic solvents and less attracted to water.

b. The water solution contains much more than just caffeine, and some of these compounds are also soluble in organic solvents. Basic Ca(OH)2 reacts with tannic acids to form insoluble tannin salts which precipitate and so can be removed from the solution before the caffeine is extracted.

Procedure

Reagents Required:

- Dichloromethane.
- Anhydrous sodium sulfite.
- Distilled water
-

Materials Required:

- Tea bags.
- Beaker (500ml).
- Hot plate.
- Separating funnel.
- Melting point apparatus.

تستخدم أكياس الشاي كمصدر للكافيين في هذه التجربة.

- Tea bags are used as the source of caffeine for this experiment.

- Take 1 tea bags and record the weight of these tea bags.
- Take 600 ml beaker add 150 ml of distilled water to it. Now place the tea bags in this beaker.
- add 10 g of sodium carbonate
- Boil the contents in the beaker vigorously using a hot plate 15 minutes.

- Allow the mixture to cool for 5 minutes and then decant the mixture into another beaker.
- Gently squeeze the tea bag to liberate the rest of the water.
- Cool the aqueous solution to near room temperature.
- Extract the solution two times with 30-mL portions of dichloromethane (CH2Cl2). Do not get dichloromethane on your hands.
-

Extraction step:

- a. The tea solution is poured into a separating funnel and 20ml of dichloromethane is added to it. The mixture will separate into two layers - the top layer is the tea layer and bottom layer is the dichloromethane since it is denser than tea.
  b. Remove the funnel from the stand and keep your fingers on the stopper and carefully shake the separating funnel.
  c. Vent the separating funnel periodically (every 30 sec) to relieve vapour pressure created inside the funnel.

- d. When the contents have been sufficiently shaken place the separating funnel back on the ring stand and let the two layers separate.
  e. Drain the bottom layer into a conical flask because now the caffeine is extracted into the dichloromethane layer. Cover the mouth of the conical flask to avoid evaporation of solution
- f. Repeat steps a) through e) twice.

- Dry the combined organic extracts with anhydrous sodium sulfate until the
- solution is clear. Decant the dichloromethane into a small beaker
- Decant the dichloromethane into a conical flask (100ml). Evaporate the dichloromethane solvent in a hot water bath.
- When all the solvent is removed you observe a residue of yellowish green - white crystalline caffeine.
- **Weigh the beaker before and after the solveny is removed**
- **Calculate the percentage yield**