

## Esperienza 4

### Estrazione della caffeina dal thè

#### Scopo dell'esperienza

Estrarre la caffeina dal thè.

#### Minime note di sicurezza:

In questa esperienza viene fatta un'estrazione acqua/diclorometano dopo aver fatto bollire l'acqua. Bisogna aspettare che l'acqua sia a temperatura ambiente prima di fare l'estrazione, altrimenti il diclorometano evapora rapidamente e manda in pressione l'imbuto separatore. Ricordatevi di ispezionare l'imbuto prima di usarlo. Sfiatate sempre.

#### Minima introduzione

La caffeina è un composto organico con caratteristiche basiche. In prima approssimazione, i componenti principali di una bustina di thè sono cellulosa, tannini, caffeina. La cellulosa è un polimero del glucosio, insolubile in acqua, i tannini sono composti polifenolici, leggermente acidi, mentre la caffeina è basica. A caldo si estraggono in acqua sia i tannini che la caffeina, mentre viene eliminata la cellulosa. Con un'estrazione acido/base i tannini vengono deprotonati e portati in soluzione acquosa, mentre la caffeina rimane nel solvente organico.

#### Materiali e reagenti

- Bustine di thè
- Carbonato di sodio
- 
- Diclorometano
- Etere di petrolio
- 
- Solfato di sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )
- (Ghiaccio)

#### Procedura:

- 1) Mettere quattro bustine di thè in un becker da 150 mL, aggiungere 30 mL d'acqua e 2 g di carbonato di sodio e portare a bollore per 10 minuti, coprendo il becker con un vetrino da orologio;
- 2) Decantare la soluzione in una beuta da almeno 100 mL, aggiungere 20 mL di acqua al becker con le bustine di thè e portare di nuovo a bollore per 10 minuti. Decantare la soluzione nella beuta contenente le acque della precedente estrazione;
- 3) Una volta a temperatura ambiente, trasferire il contenuto della beuta in un imbuto separatore da 125 mL ed estrarre con due aliquote di diclorometano da 10 mL. Agitare gentilmente con movimento rotatorio, per evitare che si formi un'emulsione. Recuperare la fase organica (ed eventualmente anche l'emulsione formatasi) in una piccola beuta;

- 4) Anidrificare con sodio solfato, filtrare su carta direttamente in un pallone pesato e portare a secco al rotavapor. [punto per fare pausa fino alla settimana successiva, trasferendo il solido in un portacampioni etichettato e consegnandolo al docente];
- 5) Sotto cappa. Trasferire il composto in un becker, aggiungere pochi mL di diclorometano (circa 5 dovrebbero bastare) fino a disciogliere completamente il solido. Ridisciogliere il solido nella minima quantità di diclorometano tiepido (attenzione, il diclorometano bolle a 40 °C). Rimuovere la soluzione dalla piastra, aggiungere una minima quantità di etere di petrolio (1 mL circa dovrebbe andare), fino a vedere la soluzione che diventa torbida. Raffreddare in bagno ghiaccio, eventualmente grattando il fondo del becker con una bacchetta di vetro per favorire la cristallizzazione. Filtrare su buchner e pesare il solido ottenuto;
- 6) Misurare il punto di fusione del prodotto ricristallizzato; (p.f. della caffeina 238 °C)
- 7) Calcolare il contenuto di caffeina per bustina di tè.