

Esperienza 3

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. Sfiatare 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, e 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, da cui viene isolata.

Preparazione

E' utile guardare "How to extract caffeine from coffee" di "NileRed" su youtube (https://www.youtube.com/watch?v=_CoxEgbyeK4), pur ricordando che questo autore ogni tanto opera in modo un po' grossolano. Ricordo che sono disponibili i sottotitoli. La parte da 3:17 a 4:40 è visivamente molto simile a quello che farete. Da notare la gentilezza con cui viene agitato l'imbuto separatore, per evitare la formazione di emulsione. Poi nel video procedono con l'anidrifazione usando dei setacci molecolari e non il sodio solfato, ma il concetto è lo stesso. L'evaporazione e la ricristallizzazione sono fatti in modo non corretto: non si evapora il diclorometano all'aria (sapete che è nocivo), e scaldando così vigorosamente durante la ricristallizzazione si rischia di degradare il prodotto. All'inizio del video viene fatta una filtrazione, ma nel nostro caso preferiamo tenere le bustine di thè intatte e lasciare che fungano da filtro. Con una filtrazione classica su Buchner si intasa facilmente il filtro e bisogna cambiarlo più volte. Inoltre, usare le bustine risolve anche largamente il problema di dover filtrare a caldo (cosa che viene commentata nel video). [Sullo stesso canale c'è anche un video in cui viene estratta la caffeina dal thè, ma ci sono dei passaggi un po' diversi da quello che farete. Il prodotto in quel caso viene anche cristallizzato.]

Materiali e reagenti

- Bustine di thè
- Carbonato di sodio
- Caffeina (commerciale)
- Diclorometano
- Salamoia (H_2O satura di NaCl)
- Solfato di sodio (Na_2SO_4)
- (Ghiaccio)

Procedura:

- 1) Mettere quattro bustine di thè in un becker da 250 mL (il più piccolo che trovate in cui stiano 4 bustine), aggiungere 60 mL d'acqua e 4 g di carbonato di sodio e portare a bollore moderato per 10 minuti, coprendo il becker con un vetrino da orologio [se necessario, nelle fasi iniziali aiutarsi con una bacchetta di vetro per tenere in immersione le bustine – impostare la piastra ad una temperatura un po' superiore ai 100 gradi, e valutare man mano se aumentare la temperatura della piastra].
- 2) Decantare la soluzione in una beuta da almeno 200 mL, aggiungere 50 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, lavare le bustine con 10 mL di acqua, da riunire alle acque delle precedenti estrazioni.
- 3) Una volta a temperatura ambiente, trasferire il contenuto della beuta in un imbuto separatore da 250 mL ed estrarre con due aliquote di diclorometano da 20 mL (estrarre la fase acquosa con 20 mL, recuperare la fase organica, e poi estrarre nuovamente la fase acquosa). Agitare gentilmente e/o 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) Lavorare sulla fase organica: lavarla (estrarla) con 20 mL di salamoia (acqua satura di NaCl).
- 5) Anidrificare con sodio solfato la fase organica, filtrare su carta direttamente in un pallone pesato e portare a secco al rotavapor. Pesare il solido ottenuto (si lavora su scala di 100 mg, quindi meglio non trasferirlo). [punto per fare pausa fino alla settimana successiva, trasferendo il solido in un portacampioni etichettato e consegnandolo al docente, se c'è tempo fare anche il punto 6].
- 6) Verificare tramite TLC la purezza della caffeina estratta, confrontandola con un campione commerciale di caffeina (identificare autonomamente le condizioni migliori per l'analisi).
- 7) Calcolare il contenuto di caffeina per bustina di thè.

Per ottimizzare le esperienze del laboratorio non verrà ricristallizzata la caffeina, né verrà fatto il punto di fusione (238 °C). Una procedura di ricristallizzazione che andrebbe bene in questo caso è sciogliere la caffeina nella minima quantità di diclorometano a caldo (buon solvente), e poi precipitarla aggiungendo etere di petrolio (cattivo solvente, troppo apolare) a freddo. Notate che nel video indicato procedono diversamente: ci sono varie opzioni possibili.