



## LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2024-2025

### Esperienza #5: Estrazione della Caffaina dal Thè

#### Scopo dell'esperienza

- Estrarre la caffeina dal thè.

#### Minime note di sicurezza:

Indossare sempre gli occhiali/la visiera, camice e i guanti. **Prima di iniziare l'esperienza, visionare con attenzione le schede di sicurezza ed annotare nel quaderno di laboratorio le frasi H e P relative alle sostanze che verranno usate.** Si ricorda di maneggiare i solventi sempre sotto cappa e di tenere le cappe accese (interruttore grigio, si sente il rumore della ventola) con i saliscendi laterali sempre abbassati. Il saliscendi frontale va tenuto quanto più possibile abbassato (tipicamente, mentre si lavora l'altezza corretta è sopra il livello dei gomiti, così da lavorare comodamente in piedi). Si ricorda di coprire i recipienti nei tragitti tra le cappe dei solventi e la propria cappa. Disporre i solventi esausti negli appositi recipienti, prima sotto cappa e poi nei bidoni di recupero. 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.

#### 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 bollire 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]. Scrivere sul quaderno la struttura molecolare della caffeina;
- 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 bollire 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) per 3 volte;



## LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2024-2025

- 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);
- 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) Determinare il punto di fusione della caffeina estratta (p.f. caffeina = 238°C)
- 8) Calcolare il contenuto di caffeina per bustina di thè.