

Estrazione della caffeina dalla polvere di caffè

## Materiale occorrente

Caffè macinato

Diclorometano,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$

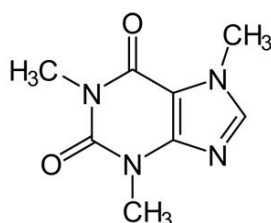
Carbonato di calcio,  $\text{CaCO}_3$

Acqua



## Introduzione

In questa esperienza viene proposta l'estrazione della caffeina dalla polvere del caffè. Questa molecola appartiene alla famiglia degli alcaloidi e si trova non solo nel caffè, ma anche nel tè, nel guaranà e in piccola quantità nel cacao. La caffeina è preziosa per l'uomo per le sue proprietà stimolanti che attivano il sistema nervoso, inibiscono il sonno e aumentano l'attività cerebrale. Un consumo eccessivo di caffè è, tuttavia, fortemente sconsigliato perché può provocare irrequietezza, insonnia e irritabilità.



Separare la caffeina non è un procedimento banale. Nel chicco del caffè sono presenti numerose sostanze tra cui zuccheri, proteine, sali e lipidi. Solo poche di queste sostanze sono solubili in acqua ed è per questo che la procedura di estrazione prevede una bollitura. Dopo questa fase, la caffeina e gli zuccheri saranno sciolti nella soluzione acquosa. Per ottenere una separazione più selettiva è bene usare dell'acqua basica per carbonato di calcio in modo da precipitare eventuali residui acidi presenti nella polvere di caffè.

La caffeina sarà separata dagli zuccheri per estrazione con diclorometano.

**N.B. La caffeina pura è una sostanza pericolosa che può provocare gravi danni all'organismo. NON ingerire o inalare. Evitare il contatto con gli occhi.**

## Procedura

In un becker da 150 mL vengono versati 30 g di polvere di caffè, 10g di  $\text{CaCO}_3$  e 100 mL di acqua. La miscela viene portata all'ebollizione per 15-20 minuti (tenere il tempo dall'inizio dell'ebollizione). Una volta terminato il riscaldamento, si spegne la piastra e si filtra su buchner con l'aiuto della pompa ad acqua per velocizzare la filtrazione.

Il liquido viene quindi versato in un imbuto separatore ed estratto con 50 mL di diclorometano. L'estrazione avviene per delicata agitazione dei due componenti non miscibili.

**(Attenzione: c'è il rischio che si formi una emulsione difficile da rompere, agitare delicatamente).**

La componente organica, che contiene la caffeina, rimane sul fondo dell'imbuto separatore e viene raccolta in una beuta da 150mL facendo attenzione a non far scendere gocce di acqua insieme al diclorometano. Mantenendo l'acqua nell'imbuto separatore, si ripete l'estrazione con altri 50 mL di diclorometano che vengono raccolti nella stessa beuta usata in precedenza.

Gli estratti riuniti si versano in una beuta e si aggiunge il solfato di sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , sale disidratante) per allontanare l'acqua eventualmente presente. Si filtra su filtro a pieghe e la soluzione organica così ottenuta viene svaporata tramite rotavapor. Si ottiene un solido marroncino che può essere purificato per cristallizzazione con il metodo del solvente misto. Si scioglie il solido residuo acetone, scaldando fino a dissoluzione completa del solido. Si aggiunge lentamente, goccia a goccia, alla soluzione verdina così ottenuta etere di petrolio fino a debole intorbidamento della soluzione. Si lascia raffreddare e si osserva la formazione di un solido cristallino marroncino (la caffeina), che viene separato per filtrazione.

## Caratterizzazione

La polvere ottenuta contiene la caffeina estratta e viene caratterizzata per spettroscopia NMR.

La spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare (NMR) è una **tecnica analitica strumentale** attraverso la quale si possono ottenere informazioni sulla struttura molecolare dei composti in esame.

La spettroscopia NMR misura l'assorbimento di radiazione elettromagnetica di frequenza radio in molecole immerse in un forte campo magnetico. Queste radiazioni provocano **transizioni di spin nucleare** in particolari atomi (tipicamente  $^1\text{H}$  o  $^{13}\text{C}$ ). Quindi, con la spettroscopia NMR, le informazioni sulla struttura molecolare vengono dedotte osservando il comportamento dei nuclei atomici. Nonostante i nuclei rappresentino la parte meno reattiva degli atomi (solitamente le reazioni chimiche avvengono per interazione tra gli elettroni) le loro proprietà possono dirci molto sulla disposizione degli atomi nello spazio. L'atomo più semplice e solitamente più studiato con la risonanza magnetica nucleare è l'idrogeno. Il nucleo dell'idrogeno si può approssimare ad un unico protone che ruota su sé stesso generando un momento magnetico. Se l'atomo di idrogeno viene sottoposto ad un forte campo magnetico esterno, il momento magnetico del protone tenderà ad adattarsi alla direzione del campo magnetico imposto. Il cambiamento del momento magnetico di ogni singolo atomo immerso in un forte campo magnetico ci da informazioni sul tipo di atomo e sulla sua posizione nello spazio. Il comportamento di ogni singolo atomo di idrogeno può, infatti, essere influenzato dagli atomi che ci sono intorno, dal solvente in cui è immerso e dalla disposizione tridimensionale della molecola. Grazie a tutte queste informazioni è possibile ottenere una mappa unica degli idrogeni presenti in una molecola. Questa mappa è costituita da picchi che possono essere interpretati singolarmente da un chimico esperto oppure possono essere confrontati con uno standard.

Nel nostro caso, ad esempio, è possibile confrontare la caffeina pura con quella appena isolata per verificare l'effettiva riuscita della estrazione.

La tecnica NMR è utilizzata ampiamente anche in medicina per valutare lo stato di organi e tessuti interni. Anche in quel caso l'atomo preso in esame è l'idrogeno, in particolare si tratta dell'idrogeno presente nell'acqua di cui il corpo umano è ricco. Le differenze nella quantità e nell'intorno chimico delle molecole d'acqua crea una mappa che ci permette di visualizzare con precisione i tessuti e gli organi interni.

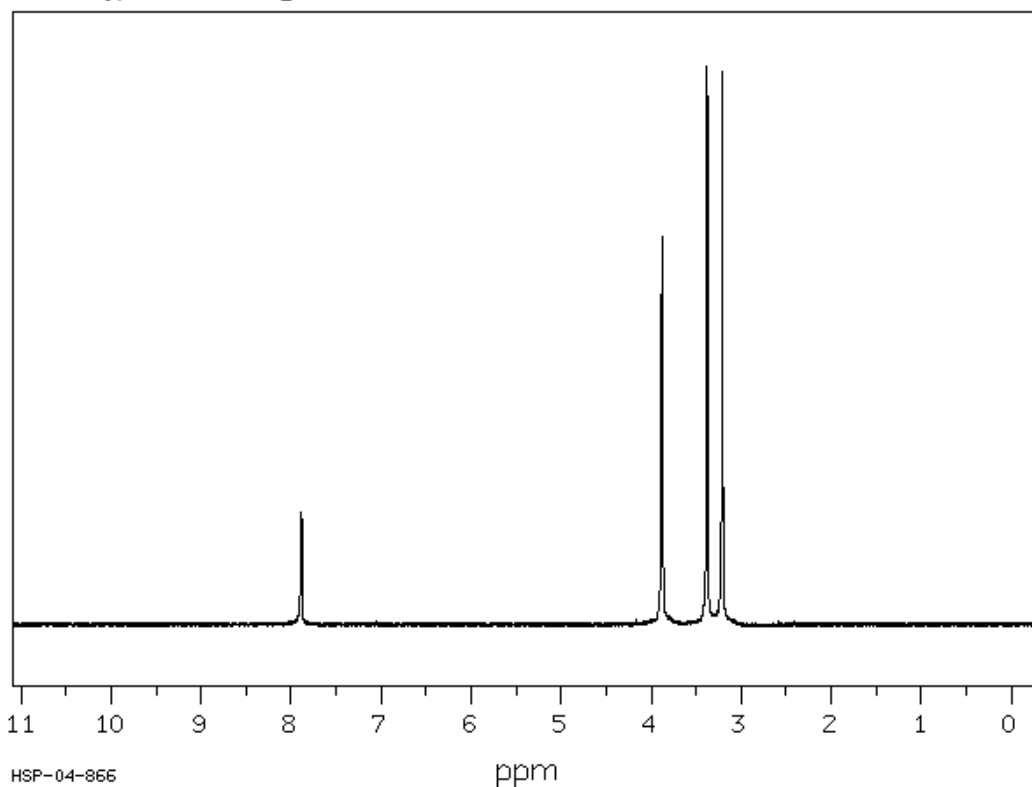
**Confrontando uno spettro NMR della caffeina pura con quello ottenuto dall'esperienza è possibile notare differenze? Se sì quali? Il composto ottenuto è puro?**

**Product Name:** [Caffeine](#)

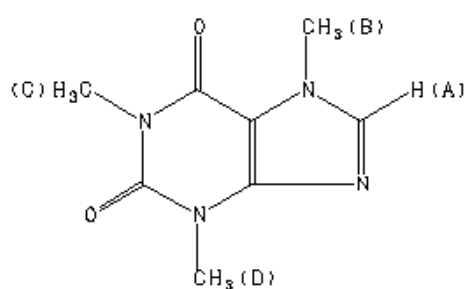
**CAS:**[58-08-2](#)

89.56 MHz

0.028 g : 0.5 ml D<sub>2</sub>O



HSP-04-866



标记氢	化学位移 (ppm)
A	7.884
B	3.877
C	*1 3.376
D	*1 3.208

Hz	ppm	Int.
706.38	7.888	202
705.75	7.881	188
347.50	3.881	695
302.44	3.377	1000
292.00	3.261	25
287.31	3.209	992

