

## OBTENÇÃO DE CAFEÍNA POR EXTRAÇÃO DAS FOLHAS DE CHÁ

Participantes: Ana Isabel Pinto de Azevedo, Luís Manuel Matos Pinto

Professor responsável: Pedro Nuno Monteiro Alves

Escola: Colégio de São Gonçalo (Amarante)

e-mail: prof.pedro.cfq@gmail.com

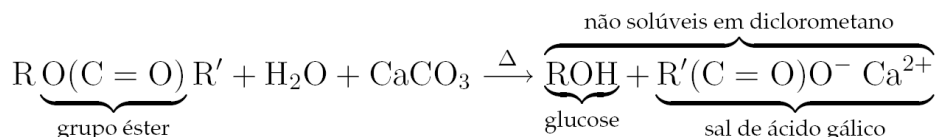
---

### RESUMO

O trabalho consiste na extração e determinação da  $\%(m/m)$  de cafeína de folhas de chá preto, sem purificação. Para o efeito realizaram-se várias operações unitárias: extração sólido-líquido de uma mistura de água, folhas de chá e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) levada à ebulição, com posterior filtração a pressão reduzida; extração líquido-líquido com diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ); e filtração da fase orgânica seguida de uma destilação. Obtivemos uma percentagem mássica de 3,719 %. Algumas vantagens da atividade assentam na diversidade de execução de técnicas laboratoriais presentes no currículo do ensino secundário e no conhecimento científico de alguns tópicos de Química Orgânica, tais como mecanismos de reação e coeficientes de partição.

### CONCEITOS

A cafeína é uma substância branca, que constitui 2-3,5 % do conteúdo das folhas de chá, juntamente com polissacarídeos, como amido e celulose, aminoácidos e taninos, entre outros. A solubilidade da cafeína em água é de 2,2 mg/mL, a 25 °C, e de 670 mg/mL, a 100 °C, contrariamente ao amido e à celulose, que são praticamente insolúveis em água. Por conseguinte, leva-se uma mistura de água, chá e  $\text{CaCO}_3$  à ebulição durante 30 minutos. Na extração sólido-líquido dessa mistura, a maior parte da cafeína passa para a fase aquosa. Outros compostos igualmente solúveis em água, tais como os taninos, ainda estão presentes na solução, sendo indesejáveis na extração orgânica posterior. Estes possuem uma polaridade intermédia, pelo que é necessário convertê-los em compostos mais polares para que não se dissolvam num solvente não polar, como o diclorometano, e sejam separados da cafeína. Assim, recorre-se à hidrólise básica do grupo éster por tratamento com  $\text{CaCO}_3$ , ocorrendo a seguinte e principal reação química da atividade:




Posteriormente, o diclorometano separa a cafeína dos constituintes polares, formando um sistema bifásico que muitas vezes pode emulsionar. Finalmente, procede-se a uma destilação (preferencialmente a pressão reduzida) do diclorometano e pesagem da cafeína impura obtida.

## PROTOCOLO EXPERIMENTAL

### Segurança:

Utilização de bata, óculos e luvas durante a atividade. Houve um cuidado muito especial no manuseamento do diclorometano (ver CAS 75-09-2). Uma vez que é o mais relevante da atividade em termos de segurança, na *tabela 1* foram incluídos riscos e fatores de prevenção que devem ser bem conhecidos.

Reagente	Riscos	Prevenção
Diclorometano $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ 	<p><u>Fogo</u>: combustível sob circunstâncias específicas. Produz gases irritantes ou tóxicos em caso de fogo;</p> <p><u>Explosão</u>: perigo de fogo/explosão em caso de contacto com alguns metais e bases ou oxidantes fortes;</p> <p><u>Inalação</u>: tonturas, suor, dores de cabeça, náuseas, perda de consciência, fraqueza, morte;</p> <p><u>Pele</u>: pele seca, inflamação;</p> <p><u>Olhos</u>: olhos vermelhos, dor, queimaduras profundas graves;</p> <p><u>Ingestão</u>: dor abdominal (<i>ver inalação</i>).</p>	<p>— Evitar todo o contacto;</p> <p>— Ventilação, exaustão ou proteção respiratória;</p> <p>— Luvas e vestuário protetor;</p> <p>— Óculos de proteção;</p> <p>— Guardar separadamente dos metais, em local fresco e com ventilação pelo chão.</p>

**Tabela 1:** Principais riscos e prevenção na utilização do diclorometano. Sugere-se a consulta do CAS 75-09-2.

**Reagentes:**

- 10 pacotes de chá preto (~15 g de folhas);
- ~4 g de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) em pó;
- ~180 mL de água destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ );
- ~5 g de cloreto de sódio ( $\text{NaCl}$ );
- 50 mL de diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ );
- ~4 g de sulfato de magnésio anidro ( $\text{MgSO}_4$ ).

**Material:**

<i>Nome</i>	<i>Quantidade</i>	<i>Capacidade</i>	<i>Incerteza</i>
Balança analítica	1	-----	$\pm 0,0001 \text{ g}$
Espátula	1	-----	-----
Vidros de relógio	3	-----	-----
Placa de aquecimento	1	-----	-----
Proveta	1	250,00 mL	$\pm 0,05 \text{ mL}$
Gobelé	3	1 x 1 L ; 2 x 50 mL	-----
Vareta de vidro	1	-----	-----
Papel de filtro	5	-----	-----
Funil de Büchner	1	-----	-----
Kitasato	1	-----	-----
Ampola de decantação com suporte universal e argola metálica	1	> 250 mL	-----
Funil de vidro	1	-----	-----
Evaporador rotativo ou material de destilação	1	-----	-----
Máscara	1	-----	-----

**Tabela 2:** Material mais relevante para a execução da atividade.

**Procedimento:**

- Pesar ~15 g de folhas de chá preto e ~5 g de  $\text{CaCO}_3$ , e juntar a ~180 mL de água destilada;
- Aquecer a mistura à ebulição durante 30 min, agitando sempre;
- Filtrar a pressão reduzida;
- Adicionar ~5 g de  $\text{NaCl}$  ao filtrado e agitar;
- Transferir a solução para uma ampola de decantação e extrair a cafeína em duas etapas de 25 mL + 25 mL de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ;
- Adicionar ~4 g  $\text{MgSO}_4$  anidro à fase inferior recolhida, e agitar vigorosamente durante 10 minutos, de forma a absorver alguma água que ainda persista;
- Proceder a uma filtração simples, transferindo a solução resultante para um balão previamente tarado;
- Destilar o diclorometano e guardá-lo num frasco devidamente rotulado;
- Pesar o balão e determinar a  $\%(m/m)$  de cafeína.

**APLICAÇÕES**

A atividade pode ser explorada para exemplificar numa só experiência várias operações unitárias, a importância que estas representam na indústria, alavancada pelo tratamento adequado de variáveis e pela resolução de problemas, e consciencialização do papel que a gestão ambiental de recursos exerce nas sociedades modernas. Sugere-se que o tratamento crítico do resultado obtido passe pela pesquisa de formas de purificação e recristalização da cafeína e avaliação do seu grau de pureza. Não obstante, há conceitos de Química Orgânica que podem ser o mote para trabalhos de projeto, tais como utilização de solventes orgânicos ou interações moleculares.

**CONCLUSÕES**

Com um grau de dificuldade médio, na obtenção de um bom resultado concluímos que os principais cuidados a ter em conta na execução da atividade são a transferência total da cafeína na extração sólido-líquido para a fase aquosa, a emulsão surgida na extração líquido-líquido e a não utilização de um evaporador rotativo. Verificámos que a solução orgânica era esverdeada, mas deveria estar mais transparente, pelo que a  $\%(m/m)$  do resíduo obtido (3,719 %) reflete a presença de impurezas. Questões exploratórias poderão passar pela recristalização ou sublimação da cafeína. Sugere-se a comparação com o ponto de fusão tabelado (235-239 °C).