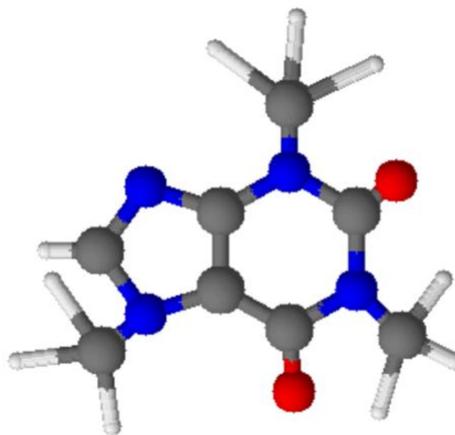
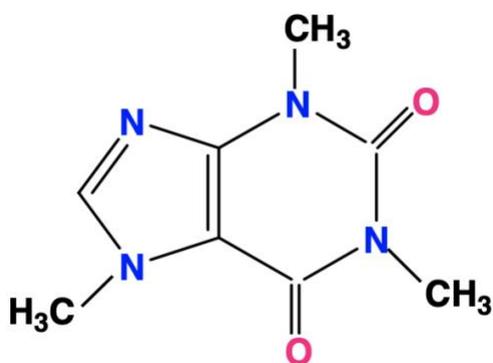


Extraction de la caféine

I/ INTRODUCTION

La caféine (ou 1,3,7-triméthylxantine) a pour formule brute $C_8H_{10}N_4O_2$. Elle fait partie de la famille des méthylxanthines (ou xanthines). On la retrouve dans plusieurs plantes tropicales : elle est présente dans les grains de café, les feuilles de thé, le cacao (chocolat) ou la noix de kola. Dans sa forme pure elle consiste en une poudre blanche d'un goût extrêmement amer.



La caféine a été découverte en 1819 par Friedrich Ferdinand Runge (chimiste Allemand) qui l'a isolée à partir du café d'où le nom de caféine. La caféine est également présente dans le thé (on l'appelle alors théine), le Coca-Cola®, les boissons énergisantes, etc. La caféine permet de stimuler le système nerveux central et le système cardio-vasculaire. Elle permet également de surmonter la fatigue, d'augmenter la vigilance, d'activer la circulation sanguine et de dilater les muscles pulmonaires. C'est également un diurétique puissant qui permet d'éliminer les toxines produites par l'organisme lors de l'effort. Cependant, à trop forte dose, elle favorise la déshydratation, ce qui entraîne une baisse de la concentration en minéraux dans le sang (ions Mg^{2+} , Na^+ , Ca^{2+}) ce qui peut favoriser les blessures, les troubles cardiaques voire être mortel.

La caféine est bien connue pour ses propriétés stimulantes du système nerveux central et du système cardio-vasculaire : elle diminue la sensation de fatigue, facilite le travail intellectuel et combat la somnolence.

II/ PRINCIPE

Dans cette expérience, on se propose d'extraire la caféine du café moulu. On procède à une extraction **liquide-solide** (eau chaude - café moulu) suivie d'une extraction **liquide-liquide** (eau froide - chloroforme).

La méthode d'extraction repose sur la bonne solubilité de la caféine dans l'eau chaude et le solvant :

- Dans l'eau chaude, on extrait la caféine, mais aussi les tanins acides (solubles dans l'eau), des pigments et le glucose.
- Lors de l'extraction liquide-liquide, les anions provenant des acides restent dans la solution aqueuse basique, la caféine passe dans la phase organique.

III/ MODE OPÉRATOIRE

Matériel :

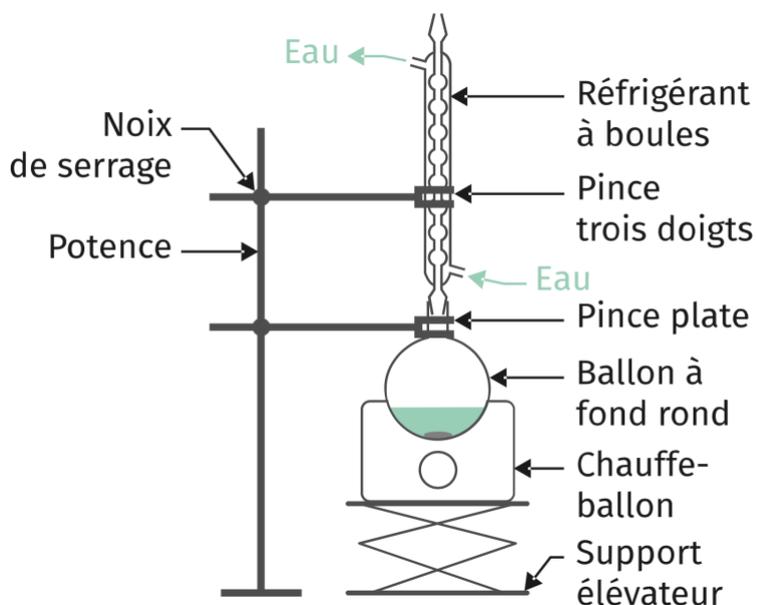
- 35 g de café fin
- Hydroxyde de sodium (1 M)
- Sulfate de magnésium ou de sodium anhydre ou également chlorure de calcium anhydre
- Eau
- Ampoule à décantier
- Réfrigérant à boule
- Ballon rond
- Filtre Büchner + Fiole à vide
- Erlenmeyer de 100ml
- pH-mètre
- lampe UV 254 nm
- cuve à chromatographie + plaques silice-UV
- chloroforme
- éthanol
- éther de pétrole
- montage de distillation simple
- bain marie
- cristalliseur + glaçons
- acétone
- caféine pure de référence

1°) Extraction solide/liquide par décoction (montage à reflux)

La première étape consiste en une extraction solide/liquide par décoction. Pour cela, verser 35 g de café réduit en poudre dans le ballon de 250 mL. Ajouter 150 mL d'eau et l'hydroxyde de sodium.

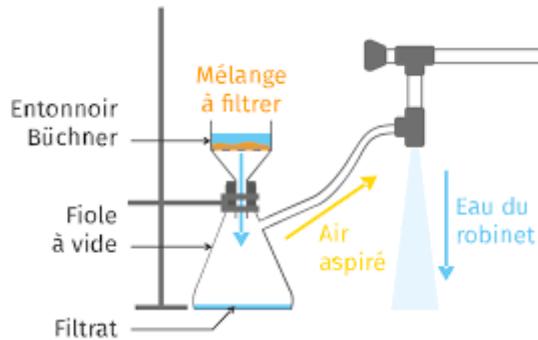
Vérifier que le pH est proche de 9. Ajouter quelques pierres ponce (ils jouent un rôle mécanique dont l'effet est de réguler l'ébullition du mélange : cela limite le bouillonnement).

Munir le ballon du réfrigérant, de façon à pouvoir chauffer sans perte de matière. Maintenir le mélange à ébullition douce durant deux heures.



2°) Filtration

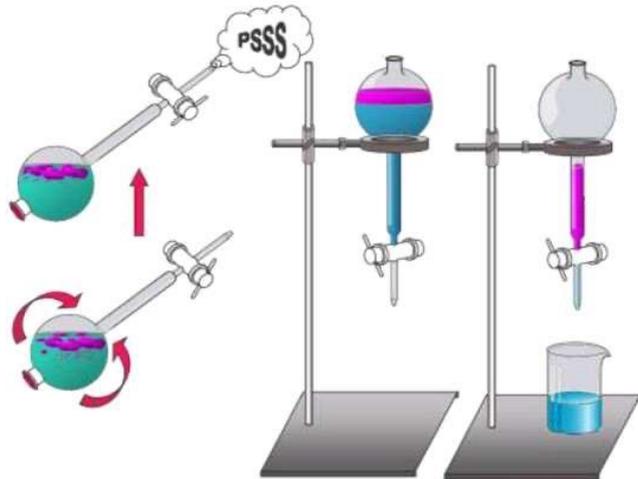
Au terme de cette décoction, filtrer sur Büchner et recueillir le jus marron. Laisser refroidir la solution.



3°) Extraction liquide/liquide

La seconde étape est une extraction liquide/liquide. Introduire le jus marron dans l'ampoule à décanter et ajouter 15 mL de chloroforme. Agiter vigoureusement, en dégazant régulièrement. La caféine change alors de phase et passe dans le chloroforme. Laisser décanter (sans bouchon) et récupérer la phase organique (chloroforme) d'une part, et la phase aqueuse d'autre part. Sur cette phase aqueuse, refaire une extraction avec 15 mL de chloroforme, de façon à extraire le maximum de caféine. Répéter la décantation et une nouvelle extraction des 15 mL de phase organique.

Rassembler dans un seul bécher la phase aqueuse.



4°) Séchage

Une fois ces extractions réalisées, regrouper les phases organiques dans un erlenmeyer. Afin de sécher la phase organique (éliminer les traces d'eau), ajouter, spatule par spatule dans l'erlenmeyer, du chlorure de calcium anhydre, tout en remuant, jusqu'à ce que le sel versé ne s'agglomère plus au fond de l'erlenmeyer mais reste mobile. Les molécules d'eau sont captées par le sel anhydre. Filtrer la solution et récupérer la phase organique dans un ballon.

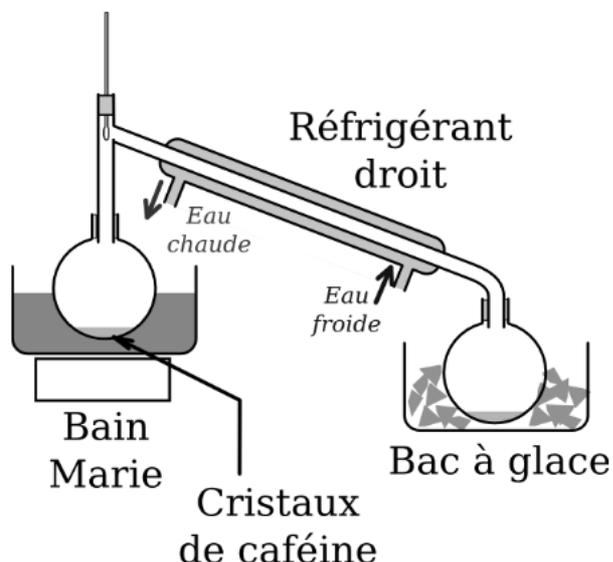
Le petit erlenmeyer doit être parfaitement sec.



5°) Évaporation

Procéder à l'évaporation de l'acétate d'éthyle au moyen d'un montage modifié de distillation en surveillant la température (si celle-ci était trop élevée la caféine serait détruite).

Une fois que tout le solvant est évaporé, il reste au fond du ballon une poudre jaune pâle : il s'agit de caféine brute.



6°) Recristallisation

Dissoudre le résidu solide, restant au fond du ballon de distillation, dans 10 mL d'acétone à chaud. Ajouter lentement de l'éther de pétrole jusqu'à cristallisation. Refroidir dans la glace. Essorer les cristaux sur Büchner.

IV/ Caractérisation par chromatographie sur Couche Mince (CCM)

- Préparer environ 10 mL d'un éluant composé de 10 volumes d'acétate d'éthyle pour un volume d'éthanol.
- Le verser dans une cuve d'élution.
- Ajouter 1 mL d'acétate d'éthyle à la caféine extraite.
- Broyer un comprimé de caféine pure, en prélever une pointe de spatule, ajouter 1 mL d'acétate d'éthyle à la caféine extraite.
- Sur une plaque de chromatographie, faire un dépôt de caféine commerciale qui servira de témoin, et un dépôt de caféine extraite.
- Nécessité de 10 spots par dépôt.
- Procéder à l'élution.
- Révélation : U.V. à 254 nm