

Expérience # 3

Extraction de la caféine du thé

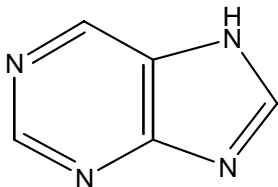
1. But

Le but de l'expérience consistera à extraire la caféine du thé. Nous pourrions ainsi nous familiariser avec les techniques d'extraction par solvant et d'évaporation sous vide.

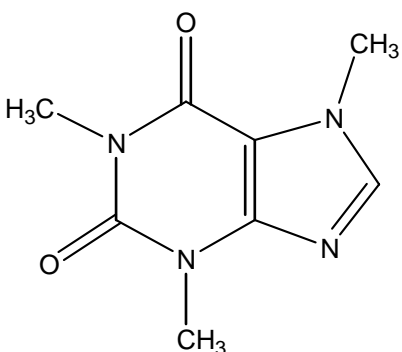
2. Théorie

La caféine est un composé présent dans le fruit et l'écorce de nombreuses plantes incluant le thé, le café, le cacao et la noix de cola. La feuille de thé séchée peut contenir de 2 à 5 % de caféine alors que le grain de café vert peut en contenir environ 1,2 %. La caféine est un stimulant doux et possède aussi une action diurétique (qui fait uriner). Elle est largement utilisée dans les médicaments à propriétés stimulantes.

La caféine est un dérivé d'un groupe très important de composés, appelés purines, qui sont parmi les constituants majeurs des acides nucléiques. Le noyau purine se retrouve dans les structures de composés naturels dont l'acide urique qui est la forme sous laquelle est éliminée l'azote chez les animaux n'appartenant pas au groupe des mammifères.



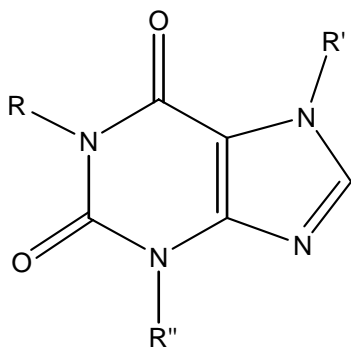
NOYAU de PURINE



Molécule de CAFÉINE

La caféine appartient à une famille de composés naturels appelés xanthines. Les xanthines sont possiblement les plus vieux stimulants connus. Ces composés stimulent le système nerveux central et les muscles. La caféine possède un très grand pouvoir sur le système nerveux. Par contre, il n'en est pas de même pour toutes les xanthines. Par exemple, la théobromine, une xanthine trouvée dans le cacao, a un pouvoir beaucoup plus faible que la caféine. Il est par ailleurs grandement utilisé par les médecins comme

produit diurétique. D'autres xanthines sont aussi très utiles en médecine pour contrôler certains problèmes cardiaques.



XANTHINES

caféine $R=R'=R''=CH_3$

théobromine $R=H, R'=R''=CH_3$

xanthine $R=R'=R''=H$

L'être humain peut développer une dépendance à la caféine. Par exemple, un bon buveur de café (environ 5 tasses de café par jour) peut ressentir des maux de tête, des nausées ou autres symptômes après 18 heures d'abstinence. En plus de provoquer de l'insomnie, de l'irritabilité, etc., une trop grande consommation de café peut même devenir toxique, voire même mortelle (on parle de 100 tasses de café ingurgitée en un très court laps de temps !!!).

Dans cette expérience, la caféine est d'abord extraite avec l'eau par infusion. Des agents de saveurs comme la chlorophylle et des tannins sont entraînés avec l'eau mais l'addition de carbonate de calcium les transforme en sels insolubles éliminés par filtration. La caféine et la chlorophylle sont extraites de la solution aqueuse par le dichlorométhane (chlorure de méthylène) et la purification finale est réalisée par recristallisation.

Nous connaissons déjà le principe de la recristallisation. Celui de l'extraction par solvant correspond au transfert du **soluté** d'un **solvant** à un autre **solvant**. Le soluté (ou substance à extraire) est extrait d'un solvant à un autre parce qu'il est plus soluble dans le second solvant. Les deux solvants ne doivent pas être miscibles l'un dans l'autre. Ils doivent former deux phases distinctes (exemple : eau et huile).

En **industrie**, ce procédé est utilisé notamment pour extraire la caféine du café. Le procédé utilisé fonctionne en continu ce qui implique un rendement plus important. L'exemple de la caféine constitue un exemple parmi tant d'autres car il existe plusieurs autres applications industrielles de cette technique.

Le processus de l'extraction utilisé en laboratoire est illustré et résumé à la figure suivante :

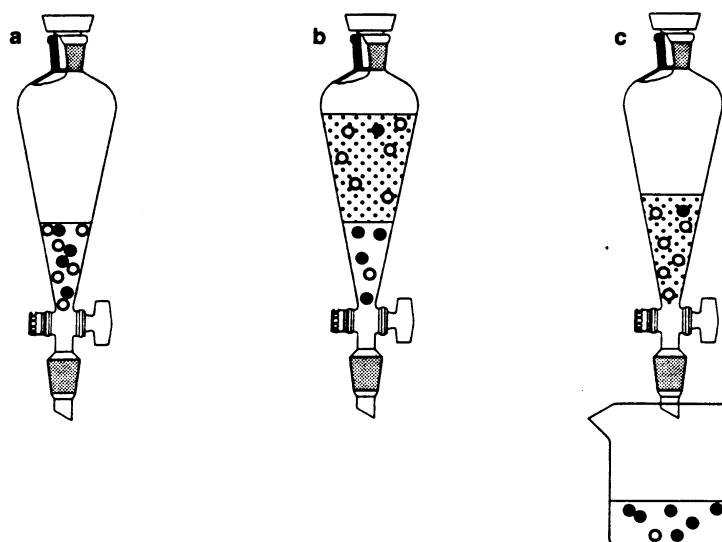


Figure 1 : Processus d'extraction

- a)** La solution aqueuse contient un mélange de molécules (solvant + solutés).
- b)** Le solvant d'extraction (zone ombragée) est ajouté et agité vigoureusement (sauf dans les cas où il y a formation d'émulsion) avec la solution à extraire.
- c)** La phase la plus dense est décantée. Cette dernière peut être soit la phase extraite ou la phase à extraire... À vous de déterminer!

3. Mode opératoire

3.1 Infusion du thé (l'étape 3.1.1 doit être réalisée à l'avance)

1. Pesez exactement environ 15 g de feuilles de thé, environ 10 g d'acétate de plomb (éthanoate de plomb) en poudre et environ 10 g de carbonate de calcium dans un erlenmeyer de 500 mL (ce s produits précipitent les tannins). Ajoutez environ 150 mL d'eau et chauffez le mélange jusqu'à ébullition sur une plaque chauffante. Laissez bouillir doucement pendant 15 à 20 minutes et mélangez de temps à autre.
2. Préparez un montage pour une filtration sous vide et filtrez sur buchner. L'utilisation d'une mince couche de célite (facultatif) permet d'éviter le blocage des pores du filtre. La filtration est ainsi plus rapide.
3. Rincez (lavez) avec une portion d'environ 10 à 30 mL d'eau. Essorez les feuilles dans le filtre.

3.2 Extraction de la caféine

1. Versez le filtrat dans une ampoule à extraction. Ajoutez environ (l'extraction n'est pas quantitative) 20 mL de dichlorométhane dans l'ampoule et agitez **TRÈS LÉGÈREMENT** (nous voulons éviter de former une émulsion ☺).
2. Laissez décanter (les couches se séparent) pendant quelques minutes et récupérez la couche organique dans un erlenmeyer de 125 mL.
3. Répétez cette extraction encore deux autres fois avec de nouvelles portions de dichlorométhane. Ajoutez ces portions à l'erlenmeyer qui est propre et SEC (assurez-vous de ne jamais jeter vos phases, extraite et d'extraction).
4. Asséchez le solvant (dichlorométhane contenant la caféine extraite) en ajoutant une bonne spatule de sulfate de magnésium (pour enlever toute trace d'eau). Demandez à un(e) responsable du laboratoire de vous expliquer comment savoir que l'eau est retirée (captée par l'agent desséchant).

3.3 Récupération de la caféine

1. Filtrez le mélange par gravité dans un ballon de 100 mL et rincez avec environ 10 mL de dichlorométhane. Ajoutez environ 20-25 mL de cyclohexane.
2. Évaporez le dichlorométhane à l'aide de l'évaporateur rotatif et du ballon de 100mL. Une grande quantité de solide devrait normalement apparaître ☺.
3. Continuez la précipitation dans un bain de glace.
4. Filtrez sur un entonnoir de verre à fond poreux et lavez le solide avec une portion de cyclohexane.
5. Récupérez dans un cupule que vous aurez préalablement pesé.
6. Laissez sécher, pesez et mesurez le point de fusion. Notez que ces opérations s'effectueront la semaine suivante. Conservez le reste du solide pour des expériences subséquentes.

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Données et observations

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données et observations (2,5 pts)
 - Présentez toutes vos données et vos observations sous la forme d'un tableau (N'oubliez pas les conditions de l'infusion).
3. Résultats (2,5 pts)
 - Indiquez le % de caféine de votre échantillon, son point de fusion mesuré et prévu ainsi que l'écart et le point de sublimation dans un tableau correctement présenté.
4. Discussion (4,0 pts)
 - Rappelez vos principaux résultats et commentez-les (fiables, correspondent-ils à la quantité de caféine que l'on devrait retrouver dans le café ou le thé?, pureté).
 - Qu'est-ce qui pourrait faire diminuer le rendement observé d'extraction de la caféine (le % de caféine déterminé lors de l'expérience)
 - Expliquez vos observations (émulsion, couleurs, aspect...).
 - Qu'est-ce qui pourrait contaminer la caféine avant la recristallisation? Expliquez.
 - Suggérez (et expliquez brièvement) une autre méthode pour récupérer la caféine du thé ou du café.
 - Pourquoi utilise-t-on un évaporateur rotatif (expliquez ce qui se passe ainsi que les avantages).
5. Références (1,0 pt)