

Faculté des sciences exactes et informatique

Département de Chimie

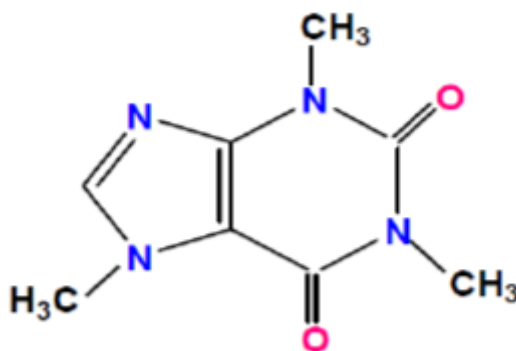
3^{ème} année chimie analytique

TP/Problèmes d'analyse réelle II

TP III : Extraction de la caféine des feuilles de Thé

Objectifs : Séparer et identifier les colorants d'un sirop de menthe.

- I- Introduction :** La caféine est une molécule présente dans de nombreuses boissons énergisantes. Son nom vient du café où elle a été extraite et identifiée en 1819 par le chimiste allemand Friedrich Ferdinand Runge. La caféine (1,3,7-triméthylxanthine ou (1,3,7-triméthylpurine-2,6-dione)) a pour formule brute $C_8H_{10}O_2N_4$. Elle fait partie de la famille des méthylxanthines (ouxanthines). 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 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 des feuilles de thé. On procède à une extraction liquide-solide (eau chaude - feuilles de thé) suivie d'une extraction liquide-liquide (eau froide - dichlorométhane). La méthode d'extraction repose sur la bonne solubilité de la caféine dans l'eau chaude et les solvants chlorés :

- Dans l'eau chaude, on extrait la caféine, mais aussi les tannins 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- Protocole expérimental

Partie 1: Préparer un montage de chauffage à reflux simple.

Dans un ballon de 500 ml, introduire 20 g de feuilles de thé (réduit en poudre), 10 g de carbonate de calcium ou de sodium (CaCO_3 ou Na_2CO_3) et 200 ml d'eau

Ajouter quelques pierres ponce. Adapter le réfrigérant à reflux, mettre sous agitation et chauffer pendant 30 mn. Laisser refroidir le ballon, puis filtrer les feuilles de thé en les pressant pour enlever tout le liquide qu'elles contiennent. Le filtrat contient la caféine extraite en solution dans l'eau. Placer ce liquide dans une ampoule à décanter, extraire avec 3x30ml de dichlorométhane. Les phases organiques réunies sont séchées sur du sulfate de magnésium anhydre, filtrées puis distillées.

Décantation : La décantation est un procédé permettant la séparation de deux phases liquides non miscibles de densités différentes ; en vue de procéder à une extraction liquide-liquide.

- Fixer un anneau à l'aide d'une noix sur un support et placer l'ampoule à décanter.
- Verser la solution à extraire dans l'ampoule puis ajouter le solvant d'extraction. Fermer avec un bouchon rodé pour éviter l'évaporation du composé volatil.
- Prendre l'ampoule à deux mains. Tenir le bouchon d'une main en le maintenant bien appuyé pour éviter toute fuite. Tenir le robinet de l'autre main.
- Renverser l'ampoule, l'orienter vers une paroi et ouvrir doucement le robinet afin d'éviter les surpressions. Agiter vigoureusement en laissant "dégazer" de temps en temps. Dans tous les cas, bien maintenir le bouchon avec le pouce.
- Vérifier que le robinet est fermé puis replacer l'ampoule à décanter sur son support et ôter le bouchon.
- Laisser les liquides non miscibles se séparer : les deux liquides non miscibles se séparent progressivement, jusqu'à ce qu'on observe deux phases bien distinctes.
- Isoler la phase organique dans un bécher.
- Recommencer l'opération deux fois.
- Les phases organiques réunies sont ensuite séchées (élimination des dernières traces d'eau), sous agitation ; puis filtrées et récupérées dans un bécher.

Partie 2: Nous utilisons les techniques suivantes : Séchages, Filtration simple, Distillation pour cristallisation et Recristallisation

Séchages : Le séchage d'un composé organique liquide sert à éliminer les traces d'eau que contient le produit après la synthèse. Les desséchants chimiques sont des solides inorganiques qui fixent l'eau lorsqu'ils sont ajoutés au milieu humide. Ils sont choisis parmi des sels anhydres susceptibles de s'hydrater: MgSO_4 (le plus efficace), Na_2SO_4 , CaCl_2 (pour les hydrocarbures et les dérivés halogénés)

Le choix du desséchant tient compte des critères suivants :

- Il ne doit pas provoquer, de réactions chimiques avec le liquide organique à sécher...
- Il doit avoir un pouvoir desséchant efficace et rapide ;
- Il ne doit pas se dissoudre dans le liquide à sécher ;
- Il doit être aussi économique que possible.
- Placer une pointe de spatule de desséchant dans un erlenmeyer contenant le liquide. Agiter doucement.
- Continuer à ajouter le desséchant jusqu'à ce que les cristaux ne s'agglomèrent plus et forment une pluie de cristaux fins.
- Boucher l'erlenmeyer et agiter quelques minutes.
- La solution, après séchage doit être limpide.
- Le desséchant hydraté est éliminé par filtration, à l'aide d'un entonnoir posé sur un anneau et muni d'un filtre plissé (Filtration simple).
- Le liquide organique est recueilli dans un erlenmeyer sec et bouché.

Distillation : La distillation est une méthode de séparation basée sur la différence de température d'ébullition des différents liquides qui composent un mélange. Si on chauffe un mélange de liquides, c'est le liquide le plus volatil: celui qui a la température d'ébullition ($T_{éb}$) la plus basse qui s'échappera le premier. Dans ce cas, on utilise l'évaporateur rotatif (ou rotavapor) est un appareil utilisé en chimie afin de distiller rapidement des solvants, dans le but de concentrer partiellement une solution ou pour concentrer à sec (on enlève tout le solvant) une solution ou une suspension.

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- QUESTIONS

Quel est l'intérêt du montage à reflux ?

Quel est le rôle du réfrigérant ?

2- Quel est le rôle de la pierre ponce ?

3- Calculer le rendement de l'extraction.

4- Les feuilles de thé contiennent, en moyenne, 5% en masse de caféine.

5- Quelle est la masse maximale que l'on aurait pu espérer récupérer ?

6- Déterminer le point de fusion expérimental, le comparer au point de fusion théorique

BOUDJERDA ABDELHAMID