

Extraction de la caféine du thé

« **Extraire** » : Une espèce chimique (ici la caféine) se trouvant dans un milieu 1 donné (des feuilles de thé), mélangé à de nombreuses autres espèces, est confrontée à un autre milieu 2 (par exemple un solvant liquide, pourquoi pas de l'eau) avec lequel elle a des interactions très favorables. La confrontation, la mise en présence efficace des deux milieux peut alors spontanément provoquer le transfert de l'espèce chimique du milieu 1 vers le milieu 2. L'espèce est bien extraite de son milieu d'origine vers son milieu d'accueil, on peut dire d'extraction.

Les questions que l'on doit se poser :

- Lors de l'extraction, est-on certain de n'extraire que l'espèce qui nous intéresse ?
- L'extraction fonctionne-t-elle à 100 % ou bien faut-il sans doute la recommencer ?
- Comment séparer l'espèce chimique extraite de son nouveau solvant, comment l'isoler ?
- Comment vérifier que l'on a bien extrait de la caféine et pas autre chose ?

Méthode possible 1 : la percolation (comme pour le café ou le thé en sachet)

La percolation consiste à faire passer lentement un solvant à travers une couche de substance pulvérisée, habituellement contenue dans une cartouche de papier épais et poreux ou une pochette de papier filtre. Les dispositifs domestiques les plus courants correspondant à ce procédé sont la cafetière et le sachet de thé.

Le laboratoire de chimie, vous propose un montage analogue : un ballon contenant le solvant surmonté d'un tube contenant la cartouche pleine de la substance, le tout encore surmonté d'un réfrigérant à reflux. On porte le solvant à ébullition, Cela fonctionne !! (*Réfléchissez*)

Ce montage s'appelle le montage Soxhlet.

Ce dispositif est spécialement conçu pour ce genre d'extraction. L'avantage est que le solvant condensé s'accumule dans un réservoir à siphon, ce qui augmente la durée de contact entre le solvant et la substance à extraire. Quand le solvant atteint un certain niveau, il amorce le siphon et retourne dans le ballon en entraînant avec lui la substance extraite. Quel que soit le type d'appareil utilisé, la durée de l'extraction est variable selon la rapidité avec laquelle le produit diffuse dans le solvant.

Le montage est donc constitué, du bas vers le haut des pièces suivantes :

support élévateur, chauffe-ballon, ballon, soxhlet (contenant la cartouche pleine), réfrigérant à reflux. Des pinces judicieusement positionnées permettent de sécuriser le montage.

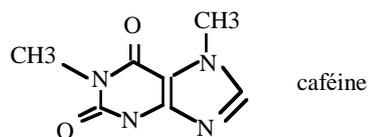
Vous avez le montage soxhlet sous les yeux, il faudra le dessiner fidèlement. Vous représenterez aussi, à l'aide de flèches de couleurs les trajets des vapeurs (qui montent) et des liquides (qui descendent).

Malheureusement nous n'avons pas 12 montages Soxhlet et vous allez devoir procéder différemment...

Votre extraction de la caféine de feuilles de thé

La molécule

La caféine est un stimulant bien connu, on la trouve dans les grains de café, les feuilles de thé, le cacao ou les noix de cola.



Principe de l'extraction

La caféine sera dans un premier temps extraite à l'eau. Des agents de saveurs, comme la chlorophylle ou les tannins, seront aussi entraînés, mais de nombreuses autres molécules organiques présentes dans les feuilles de thé ne le seront pas.

En milieu légèrement basique, la chlorophylle et les tanins se présentent sous une forme très soluble dans l'eau et très peu soluble dans un solvant organique courant (dichlorométhane, éthanoate d'éthyle, ...).

la caféine extraite à l'eau pourra donc par la suite être séparée de la chlorophylle et des tannins à l'aide d'un solvant organique bien choisi.

Résumé : On extrait d'abord un ensemble d'espèce, dont la caféine, avec de l'eau.

Ensuite on confronte la solution aqueuse obtenue avec un solvant adapté vers lequel seule la caféine est extraite.

Une fois obtenu le mélange {deuxième solvant + caféine}, il faut se débarrasser du solvant.

Nous disposons alors de caféine seule... A analyser.

La caféine finalement extraite et isolée pourrait être purifiée par une technique appelée recristallisation, mais nous ne procéderons pas à cette étape.

Solvants possibles :

- éther diéthylique: *extrêmement inflammable, explosif ;*

- dichlorométhane: *inflammable, liquide et vapeurs toxiques (forts soupçons de cancérogénité), absorption cutanée élevée ;*

- Acétate d'éthyle : *peu inflammable, moins toxique mais aussi nettement moins volatil que les deux solvants précédents.*

Ces trois solvants permettent l'extraction de nombreuses molécules organiques présentes dans les feuilles de thé et ne peuvent donc pas être utilisés directement dans la mesure où nous souhaitons récupérer uniquement de la caféine (voir explications précédentes).

C'est le dichlorométhane qui sera utilisé. Le protocole proposé devra montrer que l'exposition aux vapeurs de ce solvant sera vraiment infime (voir plus loin les aides proposées pour le protocole élève).

Des expériences préliminaires illustrant le phénomène d'extraction sont présentées (transfert de diiode d'une phase aqueuse vers une phase organique, récupération de la phase organique).

Protocole expérimental officiel d'extraction de la caféine du thé présenté et commenté par le professeur :

- Introduire environ 150 mL d'eau déminéralisée dans le ballon du montage soxhlet.
- Placer un mélange de 5 g de thé et 2,5 g de carbonate de calcium dans la cartouche, insérer le tout dans l'extracteur.
- Complétez le montage et chauffer. Observez l'ébullition, la montée des vapeurs, le reflux et les cycles d'extraction en train de se réaliser.
- Refroidir à température ambiante, transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter.
- Procéder à deux extractions sur la solution aqueuse avec chaque fois 10 mL du solvant organique choisi.
- Sécher la phase organique obtenue.
- Evaporer le solvant.
- Récupérer, peser, analyser la caféine obtenue (voir pendant la séance pour la technique d'analyse : spectroscopie infra-rouge et mesure du point de fusion)

Travail demandé : répondre par écrit aux questions posées, mettre en œuvre un protocole cohérent d'extraction de la caféine du thé, le décrire par écrit et en présenter les résultats.

Questions (les réponses doivent être justifiées) :

- *Quel est le rôle probable du carbonate de calcium et pourquoi ne pas avoir directement procédé à une confrontation entre le solvant choisi et les feuilles de thé ?*
- *Quel solvant choisir ?*
- *Proposer une explication du fonctionnement du Soxhlet (arrivée permanente de solvant pur, rôle du réfrigérant, siphonnage, enrichissement progressif en extrait dans le ballon, ...).*

Manipulation élèves

- *Ne disposant pas d'un soxhlet par groupe, vous devez proposer un protocole acceptable permettant de récupérer la caféine des feuilles de thé (Vous travaillerez avec 10 g de thé, 5 g de carbonate de calcium et environ 150 mL d'eau déminéralisée). Ce protocole devra être validé par le professeur avant sa mise en œuvre.*
- L'utilisation de l'évaporateur rotatif et du spectroscope infrarouge se feront en présence du professeur. Vous serez, par contre, autonomes pour les parties extractions, filtration et séchage.*

Matériel disponible pour chaque groupe :

- Ballon monocol 250 mL, erlenmeyer, béchers, ampoule à décanter, réfrigérant.
- Valet, support élévateur, pinces noix, potences.
- Entonnoir, filtre plissé, support à filtration.
- Spatule, sabot de pesée.
- MgSO₄ anhydre, dichlorométhane, thé, carbonate de calcium.

Au cours de la première séance, vous devez rédiger (pas forcément au propre) un protocole complet d'obtention de la caféine présente dans 10 g de thé. La présentation de ce protocole peut s'accompagner de schémas des montages envisagés.

Au cours de la deuxième séance, vous mettrez en œuvre le protocole expérimental choisi.

Ce protocole se poursuivra et sera prolongé par des analyses, des calculs et la rédaction d'un compte-rendu (troisième séance).

Le compte-rendu complet devra contenir :

- **La description du Soxhlet**
- **La description du protocole effectivement réalisé ;**
- **La présentation des résultats ;**
- **Les réponses aux questions posées.**

Aides pour le protocole.

- *Le dispositif d'extraction sera un simple montage à reflux.*
- *Il faut ensuite envisager une filtration avant de passer à la deuxième extraction.*
- *Le prélèvement du dichlorométhane se fait sous sorbonne (salle d'instrumentation) : 10 mL de dichlorométhane sont préalablement versés dans une ampoule à décanter. Celle-ci est ensuite disposée bouchée sur son support, le tout étant installé dans la sorbonne de votre paillasse.*
- *Lors de transfert de la caféine de la phase aqueuse vers le dichlorométhane, on n'agit pas trop fort, on se contentera de faire tourner l'ampoule (voir démonstration).*
- *L'opération de séchage du liquide organique sera présentée pendant la séance.*
- *Toutes les phases {dichlorométhane + caféine} sont réunies dans un même ballon pour l'évaporation du solvant.*
- *L'ensemble de la caféine est pesé et la masse obtenue est divisée par le nombre de groupes. La valeur ainsi trouvée permet d'estimer le pourcentage de caféine dans le thé.*
- *Les analyses consistent à mesurer la température de fusion (mesure sur banc Kofler) et à enregistrer un spectre infrarouge de la poudre obtenue (en interrogeant la bibliothèque du spectroscope quant à la nature de la substance testée).*