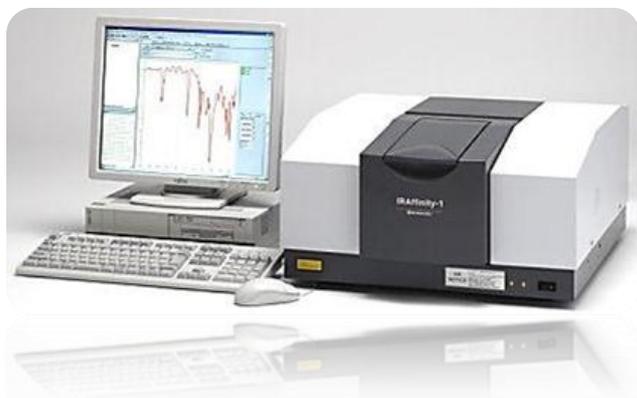
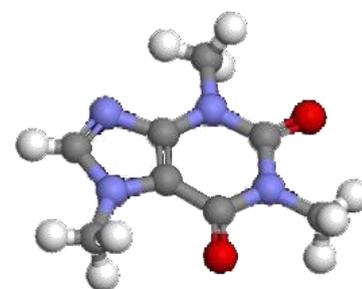


Caractériser la caféine du café



L'extraction

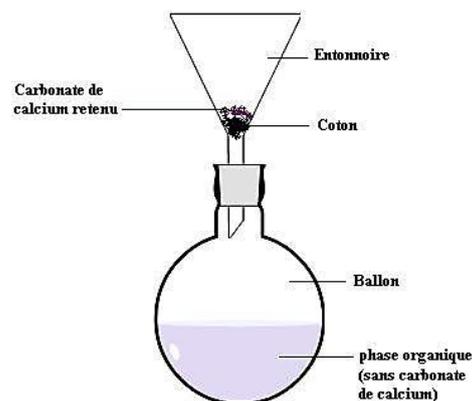
Réalisée lors de la séance précédente, on récupère la phase organique (dichlorométhane + caféine) conservée en flacon brun :

Une fois l'extraction liquide-liquide réalisée, dans un Erlenmeyer, sécher la phase organique :

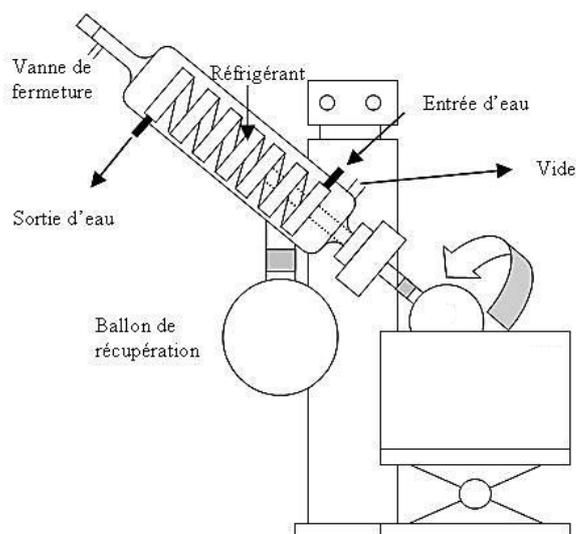
Afin de sécher la phase organique (éliminer les traces d'eau), ajouter, spatule par spatule dans l'Erlenmeyer, du chlorure de calcium anhydre ou du sulfate de magnésium anhydre, tout en remuant, jusqu'à ce que le sel versé ne s'agglomère plus au fond de l'Erlenmeyer mais reste mobile. Les molécules d'eau sont captées par le sel anhydre.

Filtrer le tout à l'aide d'un entonnoir contenant un bout de coton (voir schéma).

Récupérer la phase organique dans un ballon sec rodé.



1. Évaporation du dichlorométhane



Au moyen d'un évaporateur rotatif ou par distillation du solvant dans un montage de distillation simple (ballon + réfrigérant descendant) 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. Quel est le but de cette opération ? (exploiter le **tableau ci-dessous**).

Tableau de données

	Eau	Eau (en milieu basique)	dichlorométhane	caféine
Solubilité de la caféine	22g/L à 25°C 455 g/L à 65°C	22 g/L à 25°C	142 g/L à 25°C	
Solubilité des colorants végétaux du café	moyenne	bonne	moyenne	
Température d'ébullition	100°C	100°C	40°C	237°C
Densité	1,00	1,00	1,33	1,447

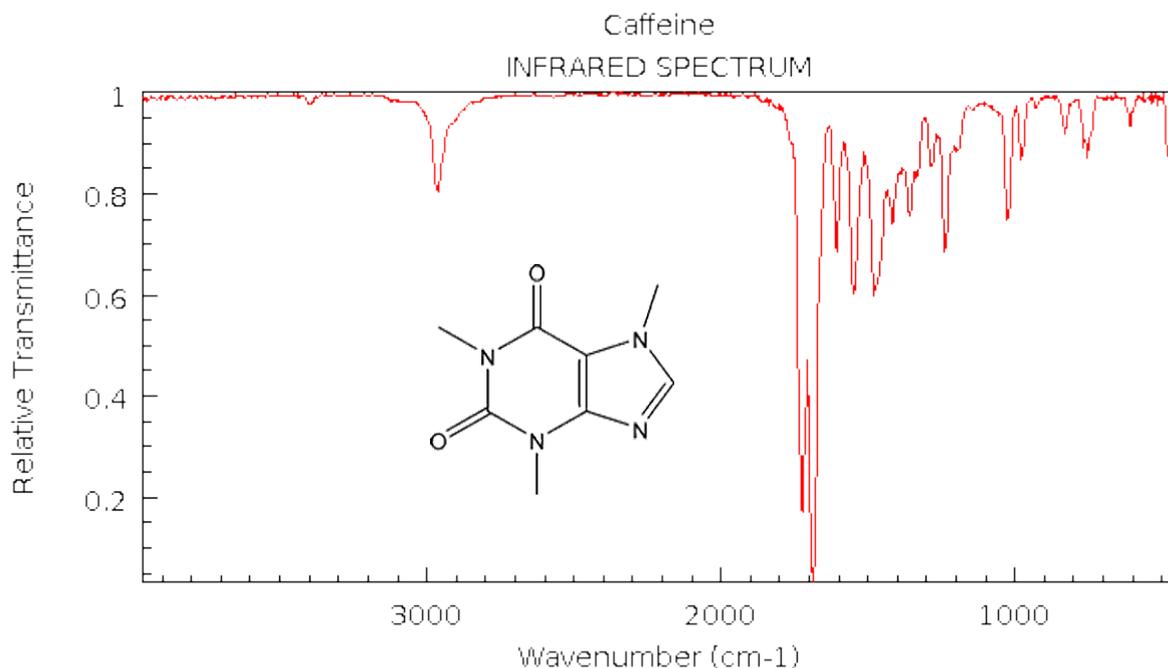
2. Identification

- Par l'observation des bandes d'absorption en IR

Réaliser, durant l'évaporation du dichlorométhane, le spectre infrarouge de la caféine extraite du thé ou la caféine pure du commerce.

Commenter, comparer et conclure à partir du document ci-dessous.

Spectre Infra-rouge de la caféine



- Par mesure du point de fusion

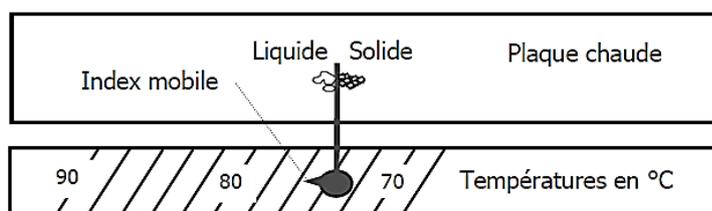
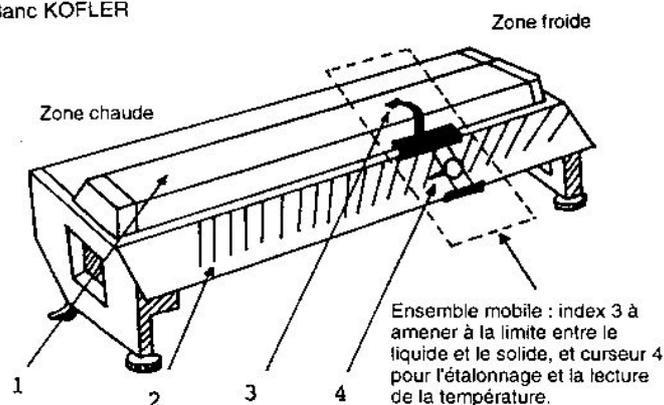
En mesurant la température de fusion du produit obtenu, on va pouvoir à la fois prouver l'identité du produit et juger sa pureté (d'autant plus grande que la température de fusion mesurée sera proche de celle tabulée).

Pour réaliser cette mesure on utilise le **banc Köfler**, schématisé à côté. Celui-ci est constitué d'un bloc métallique (1) dans lequel se trouve une résistance chauffante, disposée de telle sorte qu'il existe un gradient de température à peu près linéaire sur la longueur du banc.

La première opération consiste à étalonner le banc avec une substance étalon (dont la température de fusion est connue avec précision) qui a la température de fusion la plus proche de celle du produit testé (ici la caféine).

- Déposer sur le banc quelques cristaux (il en faut très peu !) de la substance étalon. A l'aide de la petite spatule, pousser doucement vers la gauche les cristaux selon une ligne oblique jusqu'à observation de la fusion.
- Positionner l'index mobile (3) à la limite solide-liquide ; régler le curseur (4) sur la température de fusion lue sur l'échelle (2).
- Nettoyer immédiatement le banc avec un coton si possible sans l'imbiber d'éthanol pour éviter de dérégler le banc et tester votre produit.

Banc KÖFLER

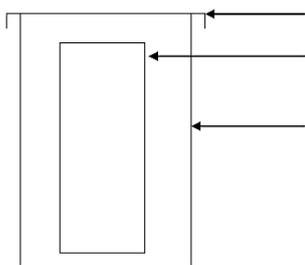


- Commenter : Le produit obtenu est de la caféine ou non ?

– Par Chromatographie sur Couche Mince

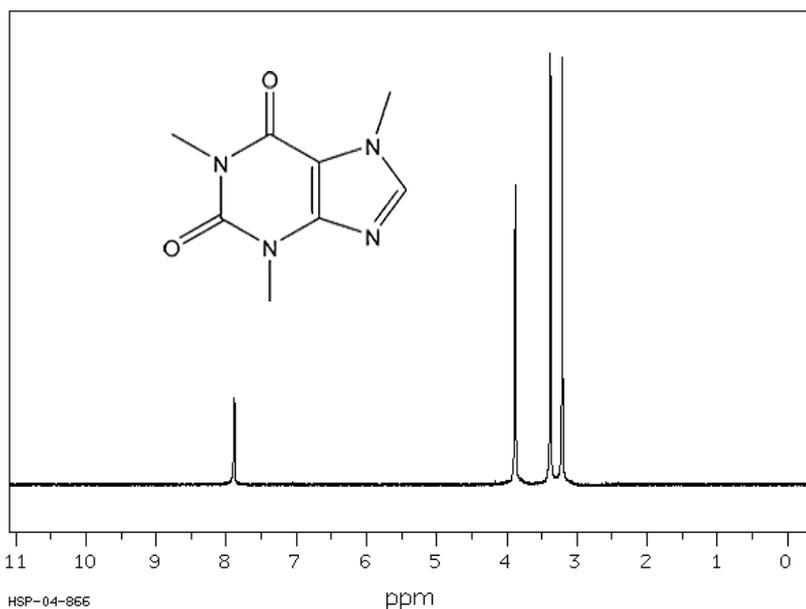
- Préparer une solution d'éluant en mélangeant **12 mL d'éthanol** et **8 mL d'eau distillée**. Ceci constituera la **solution S₀**.
- Diluer la **caféine extraite du café** dans le plus petit volume d'éthanol pur possible (de **2 à 5 mL** selon la quantité). Ceci constituera la solution **S₁**.
- De la même façon diluer **1 g de caféine de référence**, c'est à dire la caféine pure du commerce, dans un même volume d'éthanol pur. Ceci constituera la solution **S₂**.
- Sur une plaque chromatographique en silice, tracer au crayon la « ligne de dépôts » à environ 2 cm du bas.
- Sur cette ligne, déposer une goutte de solution **S₁**, puis une goutte de solution **S₂**, en évitant l'étalement de la goutte (utiliser un tube capillaire de préférence).
- Sécher la plaque au sèche-cheveux.
- Introduire dans le bocal à chromatographie quelques mL de solution d'éluant **S₀** afin de remplir le bocal sur 0,5 cm de hauteur. Déposer soigneusement la plaque chromatographique dans le bocal, les zones de dépôt étant en bas de la plaque.
- Fermer le bocal avec son couvercle et ne pas toucher au bocal durant l'élution, afin de laisser les espèces migrer sur la plaque chromatographique.
- Au terme, ouvrir le bocal, retirer la plaque, la sécher entièrement au sèche-cheveux, puis l'observer sous lampe ultraviolette : si la manipulation a été correctement effectuée, on doit observer deux traînées s'arrêter à la même hauteur, ce qui prouve qu'il s'agit de la même molécule.

Reproduire, compléter et légénder les schémas suivants :



Commenter le chromatogramme obtenu.

– Par spectroscopie RMN



Interpréter le signal RMN de la caféine.

δ	8,55	4	3,55	3,35
Intégration	1	3	3	3
Multiplicité	s	s	s	s

*RMN 1H de la caféine (dans D₂O)
(fréquence 89,56 Mhz)*