

# Protocole 1

Extrait et adapté de [http://wiki.scienceamusante.net/index.php?title=La\\_caf%C3%A9ine](http://wiki.scienceamusante.net/index.php?title=La_caf%C3%A9ine)

## [...] Matériel

Ballon de 500 mL ; réfrigérant ascendant ; entonnoir et filtre, si possible büchner et fiole à vide ; béchers de 250 mL ou plus ; éprouvette graduée de 100 mL ; ampoule à décanter de 250 mL ; montage de distillation ou, mieux, évaporateur rotatif ; cristalliseur. Plaque de verre ou de métal de dimension suffisante pour recouvrir l'ouverture du bécher. Café ou thé ; eau distillée ; dichlorométhane  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ; carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  ; Chlorure de calcium anhydre  $\text{CaCl}_2$  ou sulfate de magnésium anhydre  $\text{MgSO}_4$  ; acétone.

## Protocole expérimental

La première étape consiste en une extraction solide/liquide par décoction. Pour cela, verser 50 g de café réduit en poudre dans le ballon de 500 mL. Ajouter 300 mL d'eau et 25 g de carbonate de calcium. L'idéal est d'obtenir un pH de 9 (L'acide gallique présent dans le café sera sous une forme peu soluble dans le dichlorométhane lors de l'étape suivante.) Munir le ballon du réfrigérant ascendant, de façon à pouvoir chauffer sans perte de matière. Maintenir le mélange à ébullition douce durant deux heures. Au terme de cette décoction, filtrer sur büchner et recueillir le jus marron. Laisser refroidir la solution.

La seconde étape est une extraction liquide/liquide. Introduire 150 mL du jus marron dans l'ampoule à décanter et ajouter 50 mL de dichlorométhane. Agiter vigoureusement, en dégazant régulièrement. La caféine change alors de phase et passe dans le dichlorométhane. Laisser décanter (sans bouchon) et récupérer la phase organique (le dichlorométhane) d'une part, et la phase aqueuse d'autre part. Sur cette phase aqueuse, refaire une extraction avec 50 mL de dichlorométhane, de façon à extraire le maximum de caféine. Répéter la décantation et une nouvelle extraction des 150 mL de phase aqueuse avec 50 mL de dichlorométhane. Une fois ces extractions réalisées, regrouper les phases organiques dans un bécher. Afin de sécher la phase organique (éliminer les traces d'eau), ajouter, spatule par spatule dans le bécher, 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 du bécher mais reste mobile. Les molécules d'eau sont captées par le sel anhydre. Filtrer la solution et récupérer la phase organique dans un ballon.

Procéder à l'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.

## Purification

1. **Par recristallisation.** Dissoudre la caféine brute dans quelques mL d'acétone, dans le cristalliseur. Laisser l'acétone s'évaporer (sous hotte !), ce qui provoque la cristallisation de la caféine en petites aiguilles blanches.
2. **Par sublimation.** Introduire la caféine brute dans un bécher en Pyrex, qui sera fermé en déposant une plaque de verre ou de métal à sa surface. Chauffer doucement le bécher : la caféine se sublime, sous forme d'abondantes vapeurs blanches à l'intérieur du bécher. Une fois que tout la caféine brute s'est sublimée, stopper le chauffage. La caféine se dépose alors sur les parois du bécher et de la plaque sous formes d'aiguilles.

## Identification [...] Chromatographie sur couche mince (CCM)

Préparer une solution d'éluant en mélangeant 12 mL d'éthanol et 8 mL d'eau distillée. Ceci constituera la solution  $S_0$ . 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  $S_1$ . 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  $S_2$ .

Sur une plaque chromatographique en silice (ou le papier filtre, à défaut), tracer au crayon deux repères de part et d'autre qui serviront à déposer les gouttes à la même hauteur, à environ 2 cm du bas. Sur cette ligne imaginaire, déposer une goutte de solution  $S_1$  côté gauche, puis une goutte de solution  $S_2$  côté droit, en évitant l'étalement de la goutte (utiliser un tube capillaire de préférence). Sécher la plaque au sèche-cheveux, puis déposer à nouveau une goutte de chaque solution au même endroit. Sécher à nouveau. Répéter l'opération (dépôt + séchage) jusqu'à avoir déposé une dizaine de gouttes. (Il est impératif que les zones de dépôt soient suffisamment espacées pour qu'elles ne se touchent pas après que les dix gouttes aient été appliquées !)

Introduire dans le bocal à confiture quelques mL de solution d'éluant  $S_0$  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. (Attention : la solution d'éluant  $S_0$  doit être en dessous de la ligne de dépôt, les taches ne devant pas tremper dans la solution !). Fermer le bocal avec son couvercle et ne pas toucher au bocal durant une heure, afin de laisser les espèces migrer sur la plaque chromatographique. À ce 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. [...]