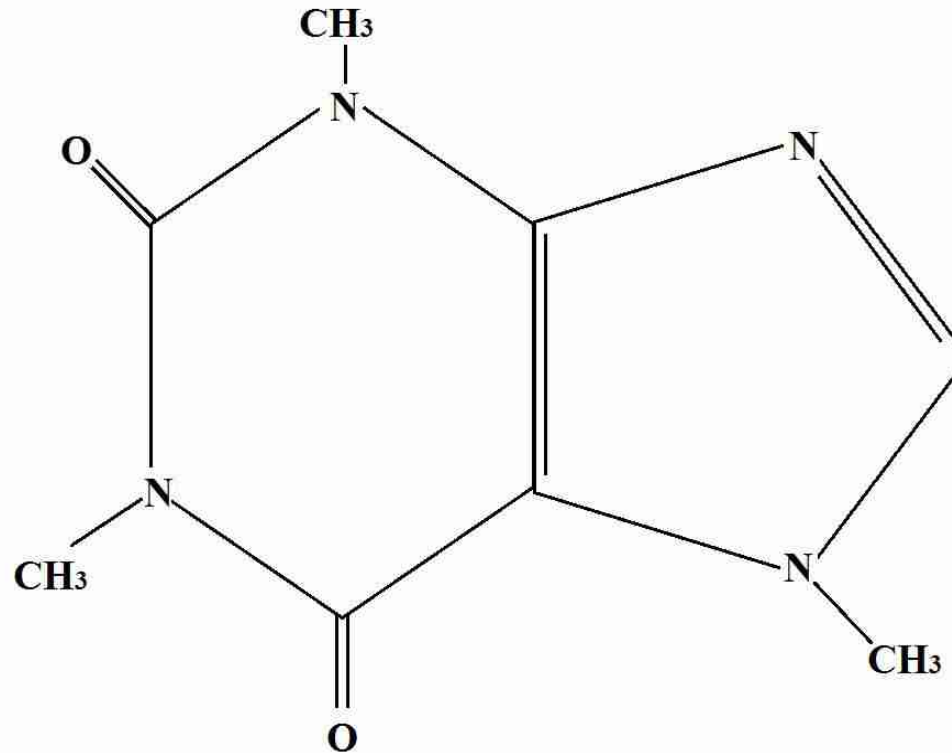


Modes d'obtention de la caféine



Mélanie PHILIPPE
PC
Année 2018-2019

Introduction :



Comment **obtenir** de la **caféine** ? Comment **purifier** celle-ci ?

→ En quoi l'obtention de la caféine rentre-t-elle dans le cadre de la **chimie verte** ?

PLAN

I. Méthodes d'obtention:

1. Synthèse :

- a) Protocole
- b) Résultats
 - Rendement
- c) Analyses
 - Spectre IR
 - CCM

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

- a) Protocole
- b) Résultats
 - Rendement
- c) Analyses
 - Spectre IR
 - CCM

3. Extraction par CO₂ supercritique :

- a) Protocole
- b) Résultats et analyses
 - UPLC
 - Spectre UV
 - Spectre RMN

II. Méthode de purification :

1. Recristallisation à deux solvants

- a) Protocole

2. Purification par sublimation

- a) Protocole
- b) Résultats
 - Spectre IR

I. Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

a) Protocole

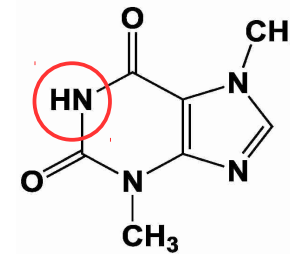
Erlenmeyer de 50 mL

Aimant

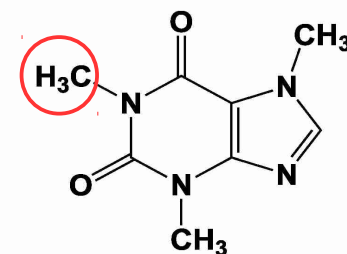
Agitateur magnétique



- 0,20g de théobromine
- 5mL d'hydroxyde de sodium à 10%
- 1mL de sulfate de diméthyle

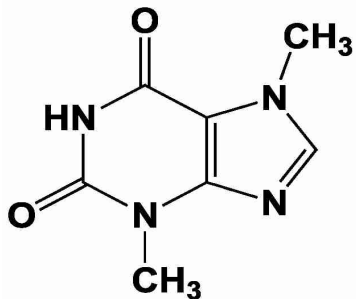


Théobromine

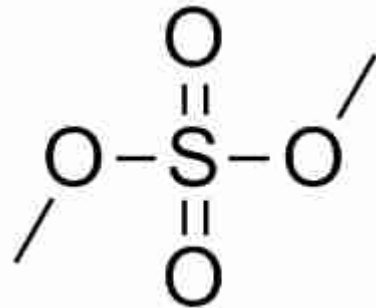


Caféine

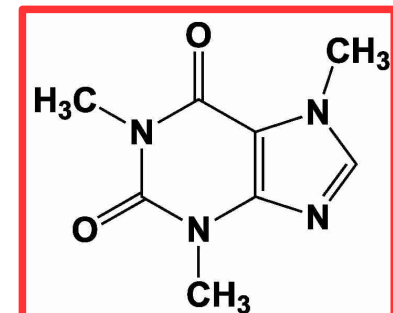
Équation de réaction :



+



soude



Caféine

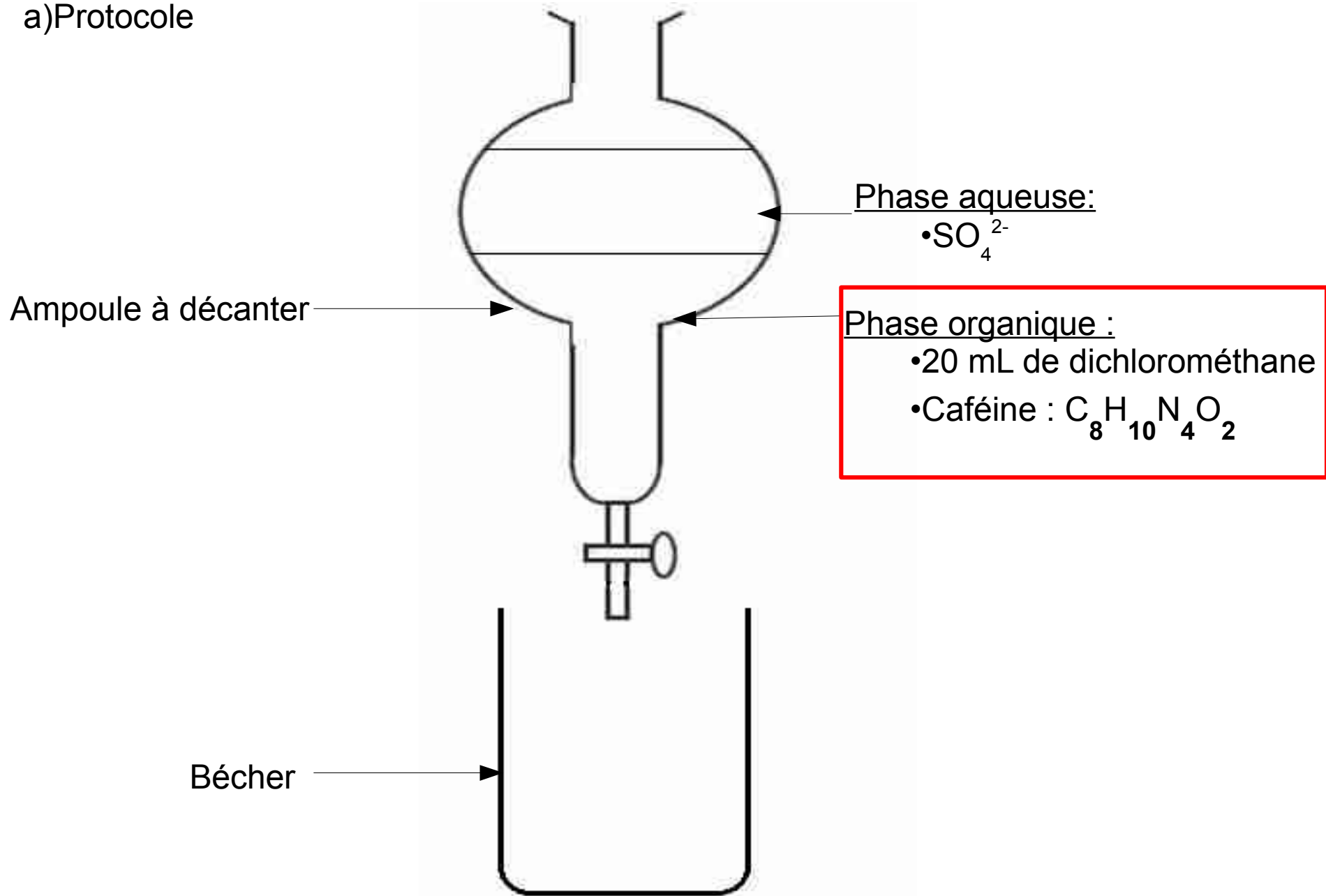
Théobromine

Sulfate de diméthyle

I.Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

a)Protocole

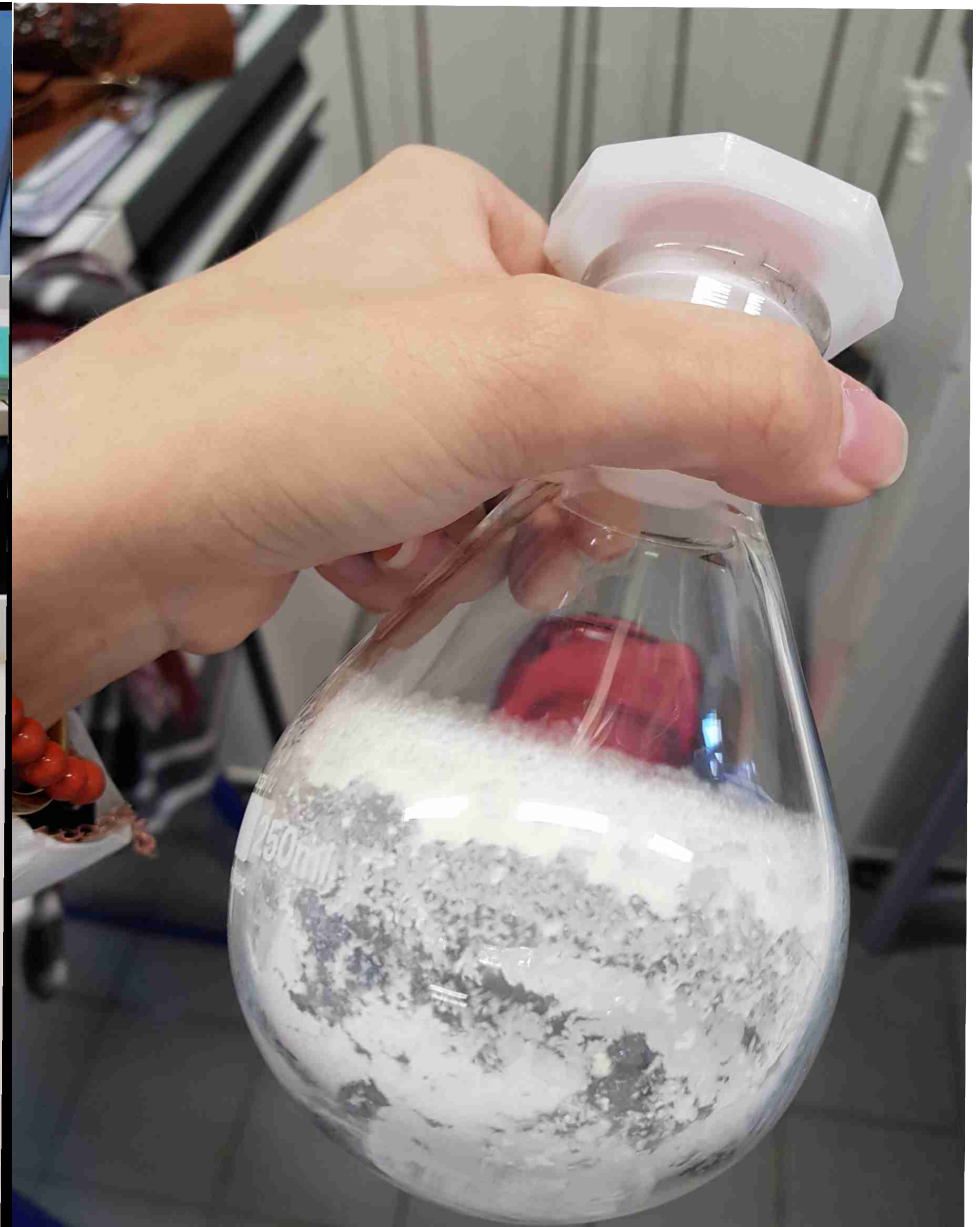
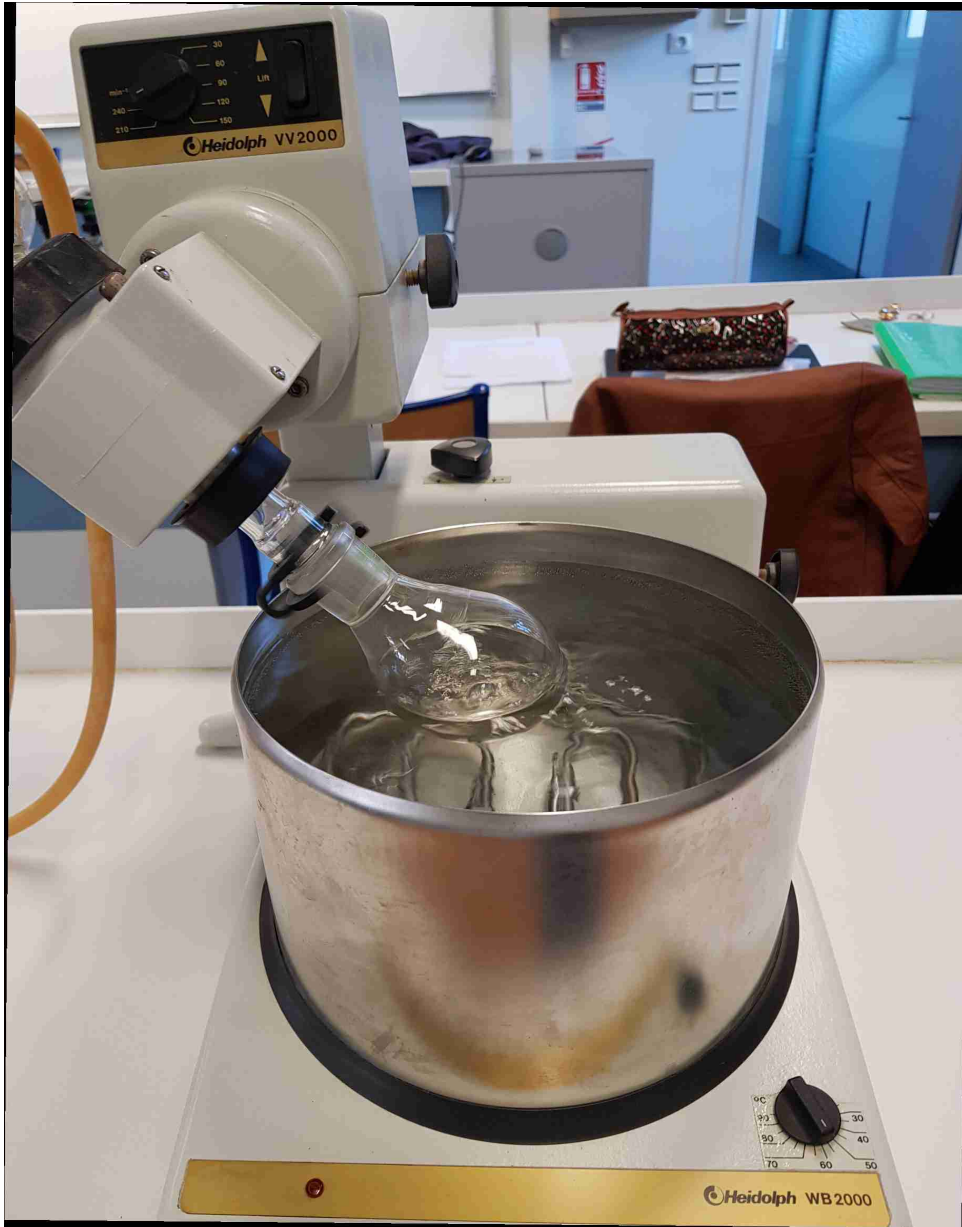


I.Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

a)Protocole

Réalisation :



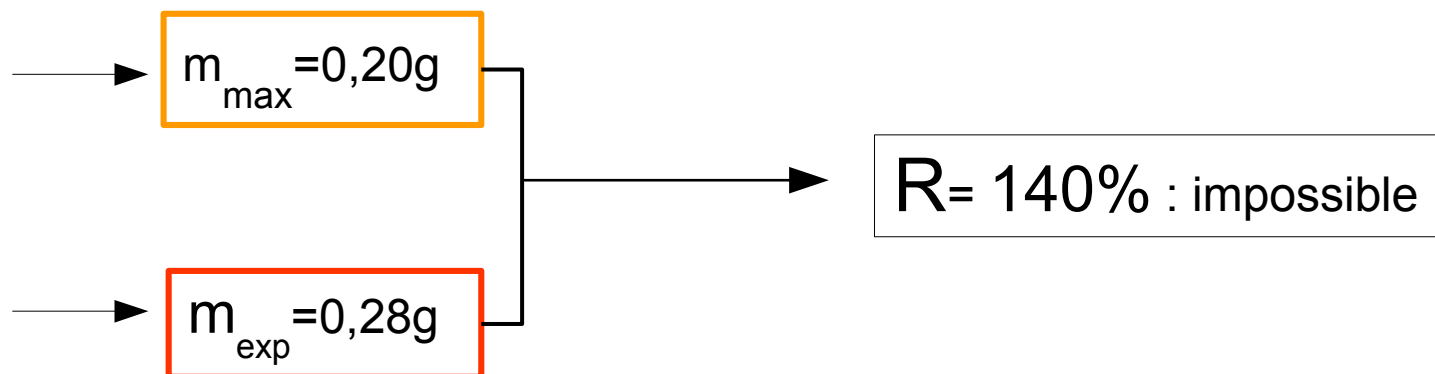
I. Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

b) Résultats et exploitation

Réaction supposée totale :

	$\text{H}_3\text{C-SO}_2\text{-O-CH}_3$	$+$	$\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$	\longrightarrow	$\text{HO-SO}_2\text{-O-CH}_3$	$+$	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$
État initial	10,5 mmol		1,03 mmol				
État final	9,47 mmol		~ 0 mmol		1,03 mmol		1,03 mmol

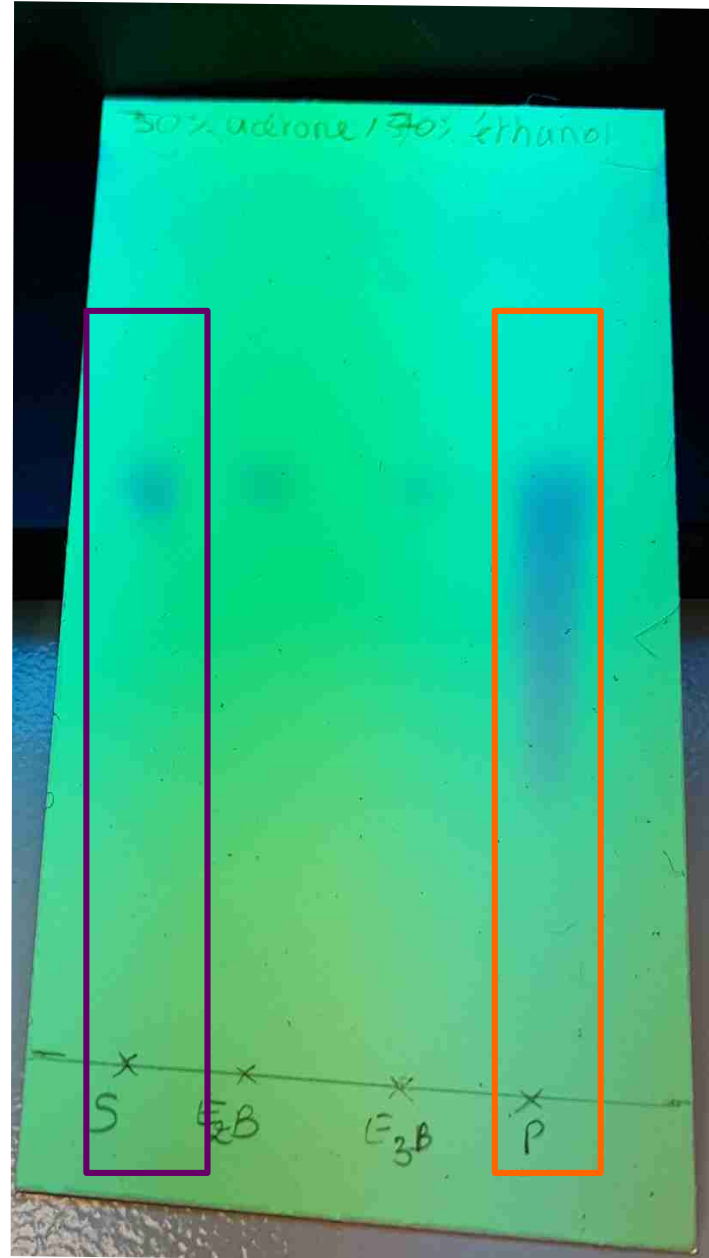


I. Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

c) Analyses

• Chromatographie sur couche mince :



— synthétisée

— pure

I.Méthodes d'obtention :

1. Synthèse

c)Analyses

•Spectre infrarouge :



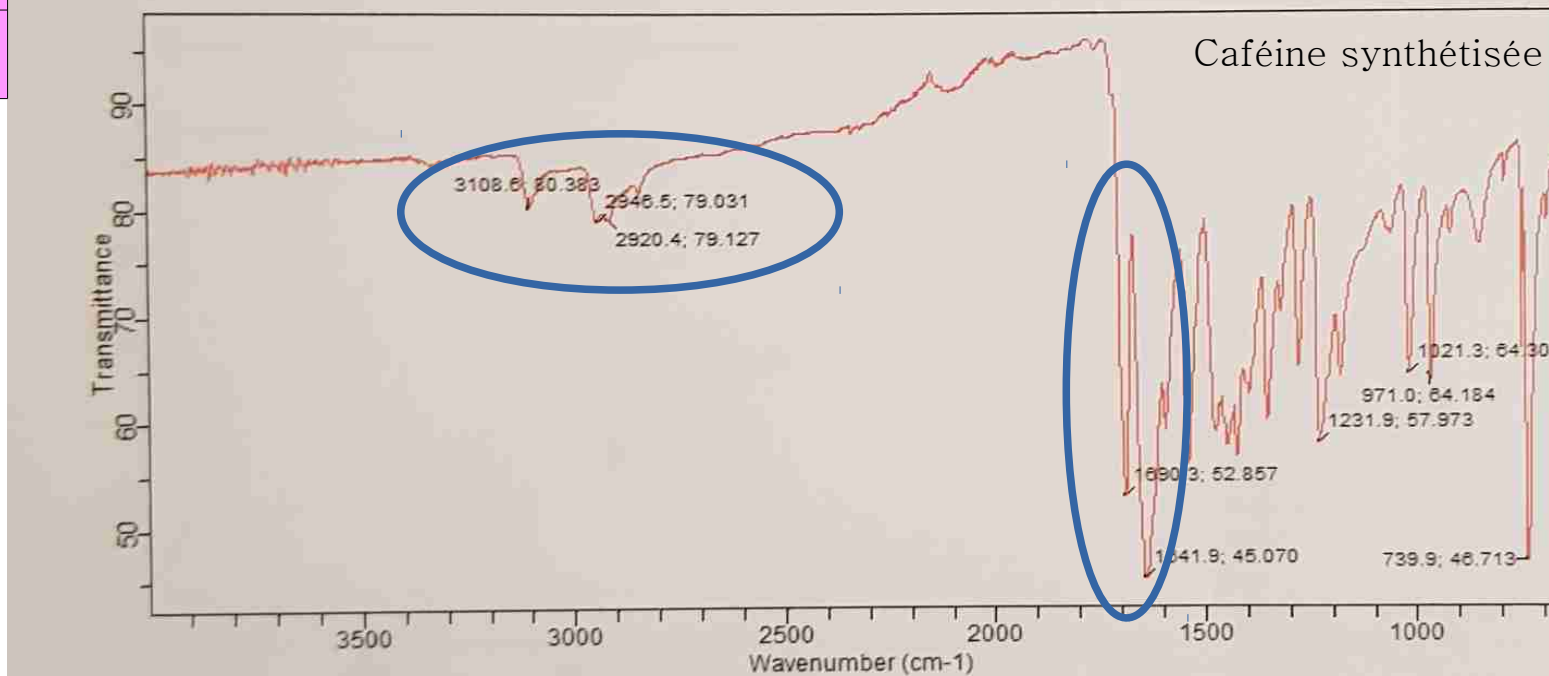
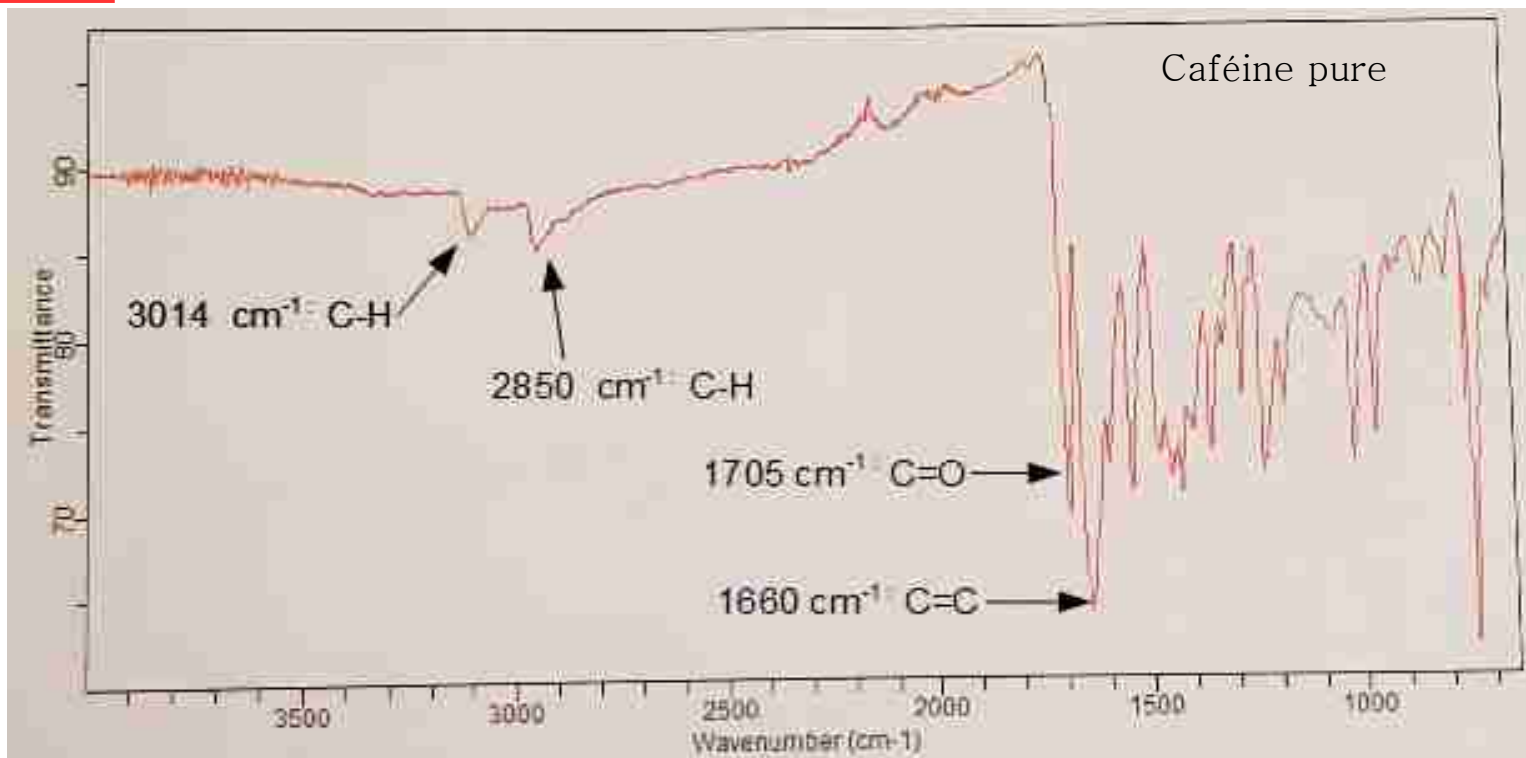
I. Méthodes d'obtention :

2. Synthèse

c) Analyses

• Spectre IR :

Bandes	Pure (cm ⁻¹)	S (cm ⁻¹)
C-H	3014	3108
C-H	2850	2920
C=O	1705	1690
C=C	1660	1641

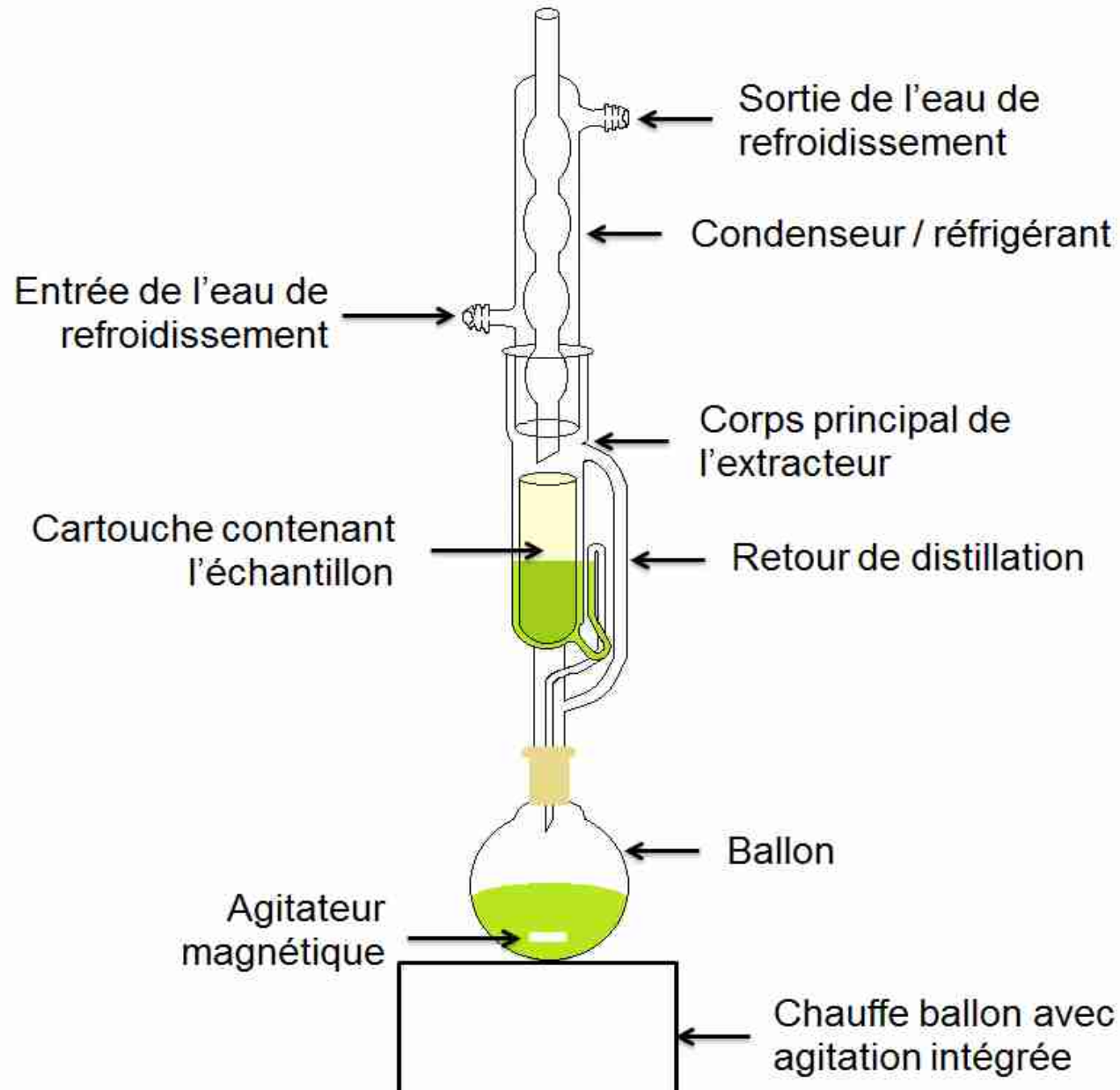


I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

a) Protocole

• Extracteur de Soxhlet :



I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

a) Protocole

• Montage :



- Thé blanc
- 12g de chlorure de calcium

- 200mL d'eau distillée
- Pierres ponce

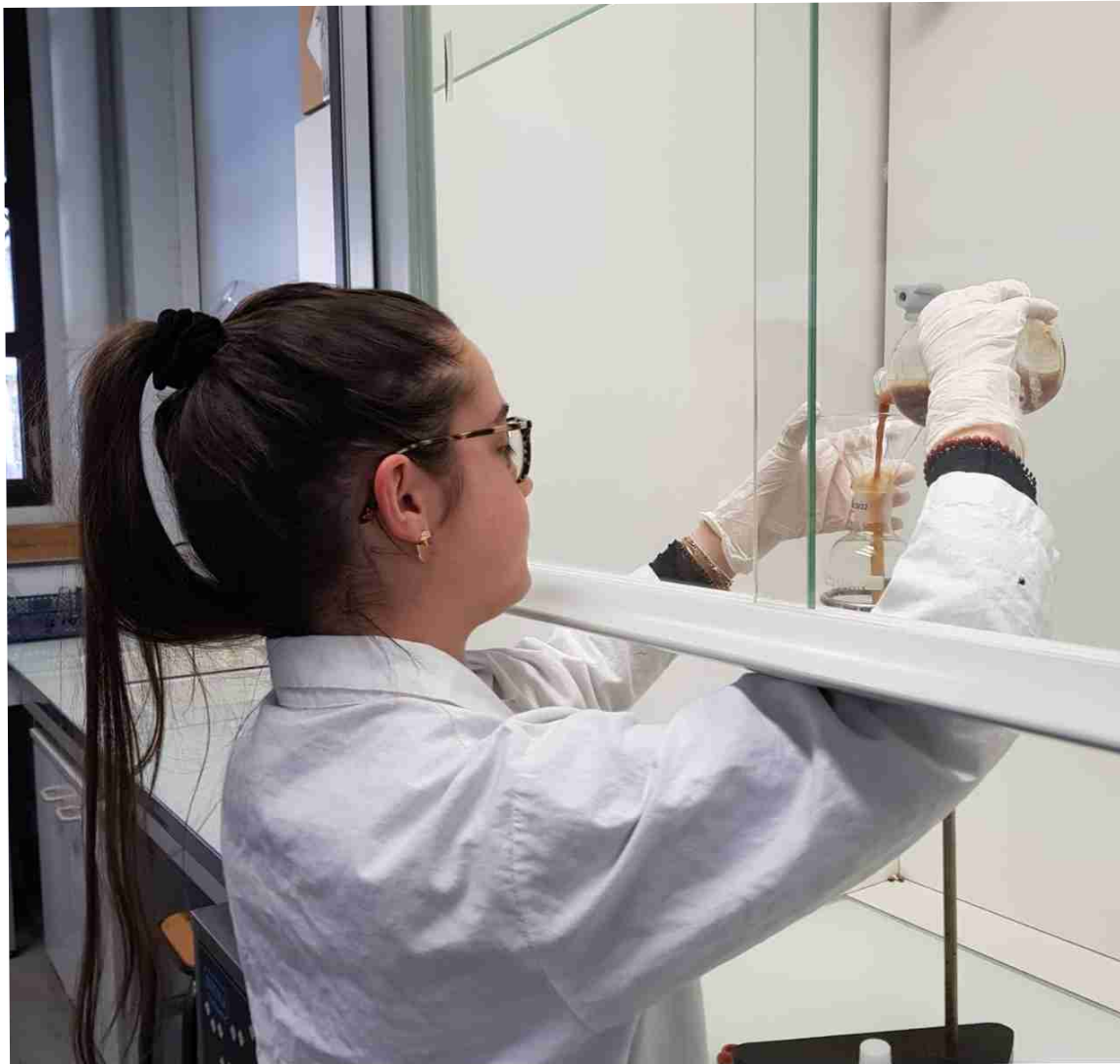


I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

a) Protocole

• Séparation des phases :



I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

a) Protocole

• Séparation des phases :

Phase aqueuse :

- Eau
- Trace de caféine
- Tanins

Émulsion

Phase organique :

- 20mL de dichlorométhane
- Caféine

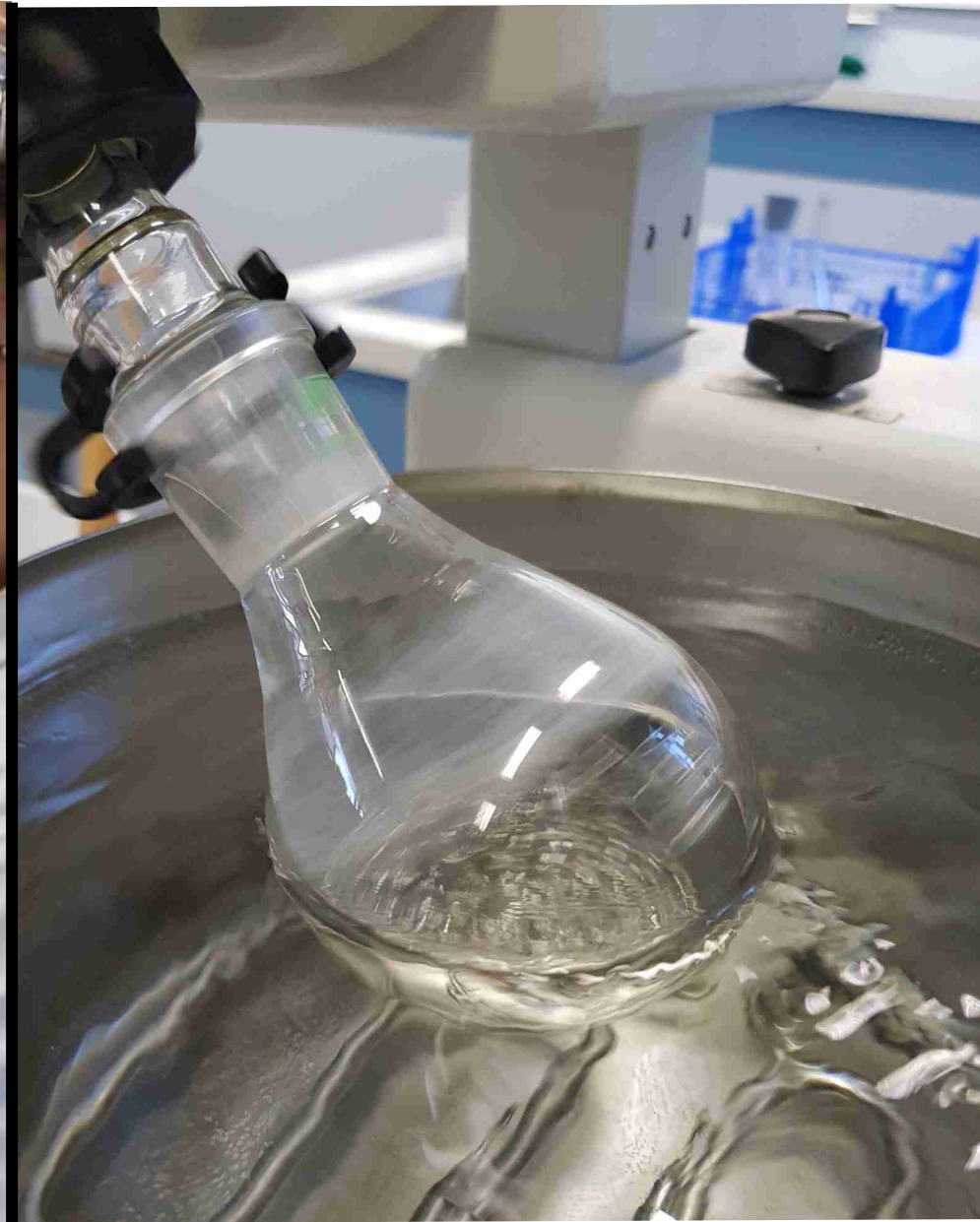


I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

a) Protocole

• Évaporation du solvant :



I.Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

b)Résultats

Extraction n°	Feuilles	Masse thé (g)	Masse caféine (g)	Rendement
1 (E1E)	Entières	28g	0,15g	0,5 %
2 (E2E)	Entières	28g	0,30g	1,1 %
3 (E3E)	Entières	16,38g	0,30g	1,8 %
4 (E1B)	Broyées	28g	0,24g	0,8 %
5 (E2B)	Broyées	16,44g	0,31g	1,8 %
6 (E3B)	Broyées	28g	0,27g	0,9 %

I.Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

b) Résultats

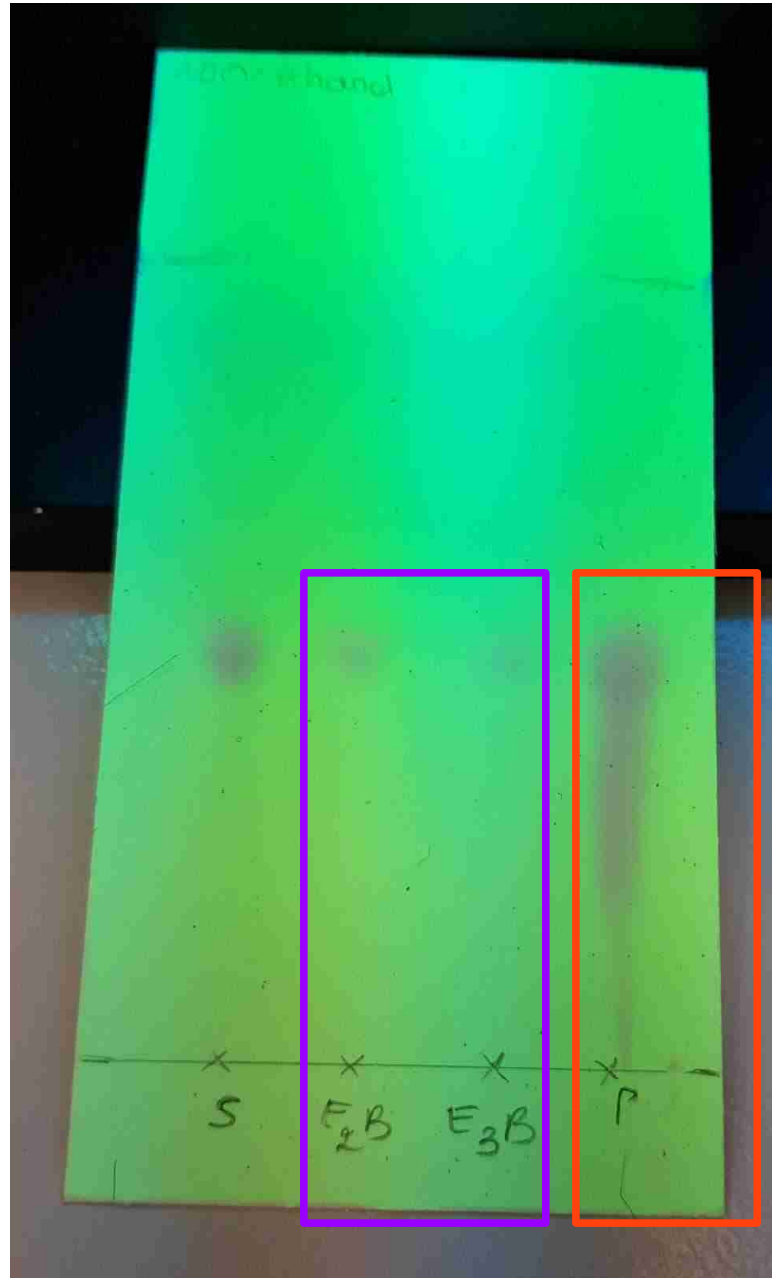
Extraction n°	Feuilles	Masse thé (g)	Masse caféine (g)	Rendement
1 (E1E)	Entières	28g	0,15g	0,5 %
2 (E2E)	Entières	28g	0,30g	1,1 %
3 (E3E)	Entières	16,38g	0,30g	1,8 %
4 (E1B)	Broyées	28g	0,24g	0,8 %
5 (E2B)	Broyées	16,44g	0,31g	1,8 %
6 (E3B)	Broyées	28g	0,27g	0,9 %

I. Méthodes d'obtention :

2. Extraction grâce à un Soxhlet :

c) Analyses

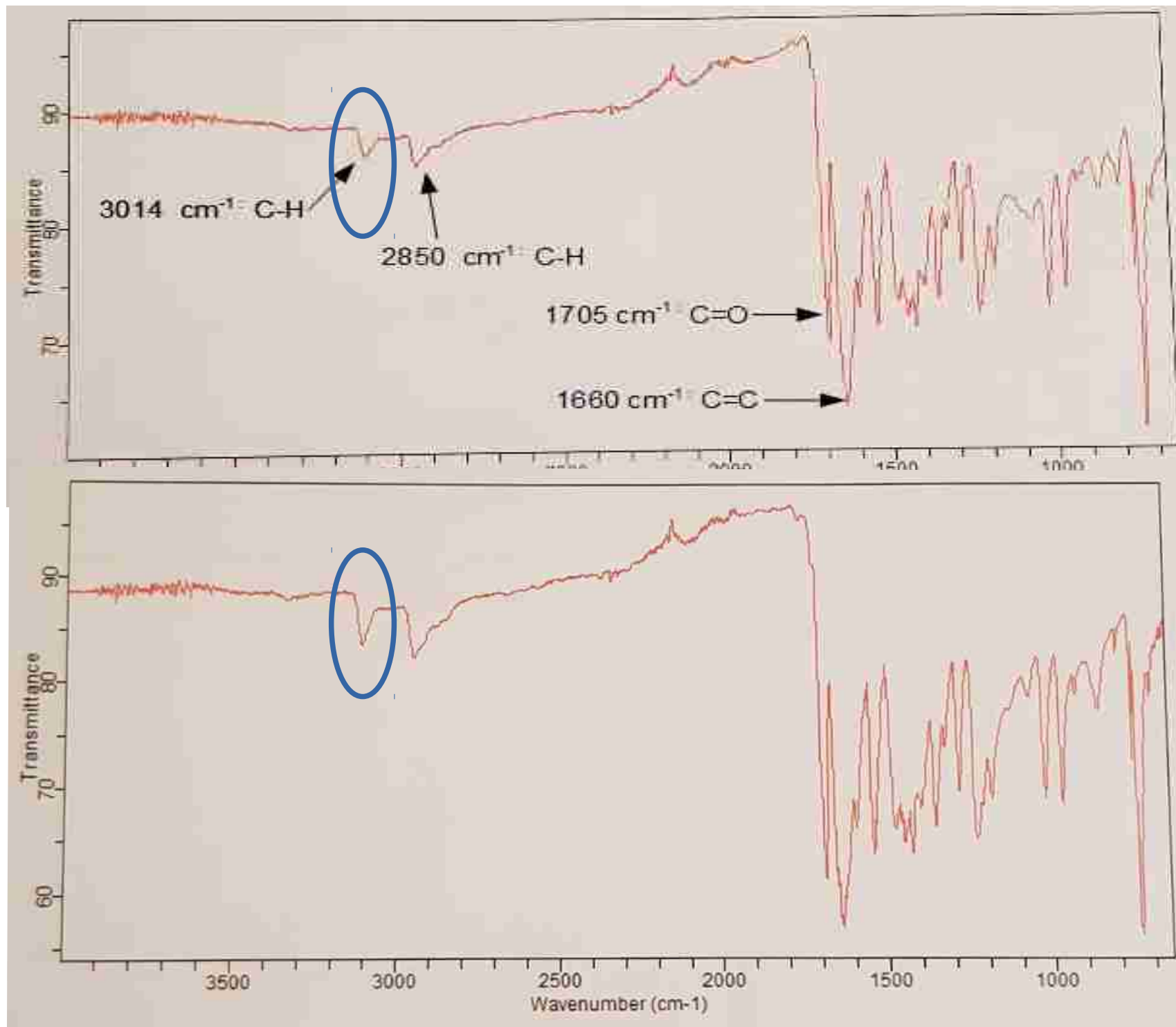
• CCM :



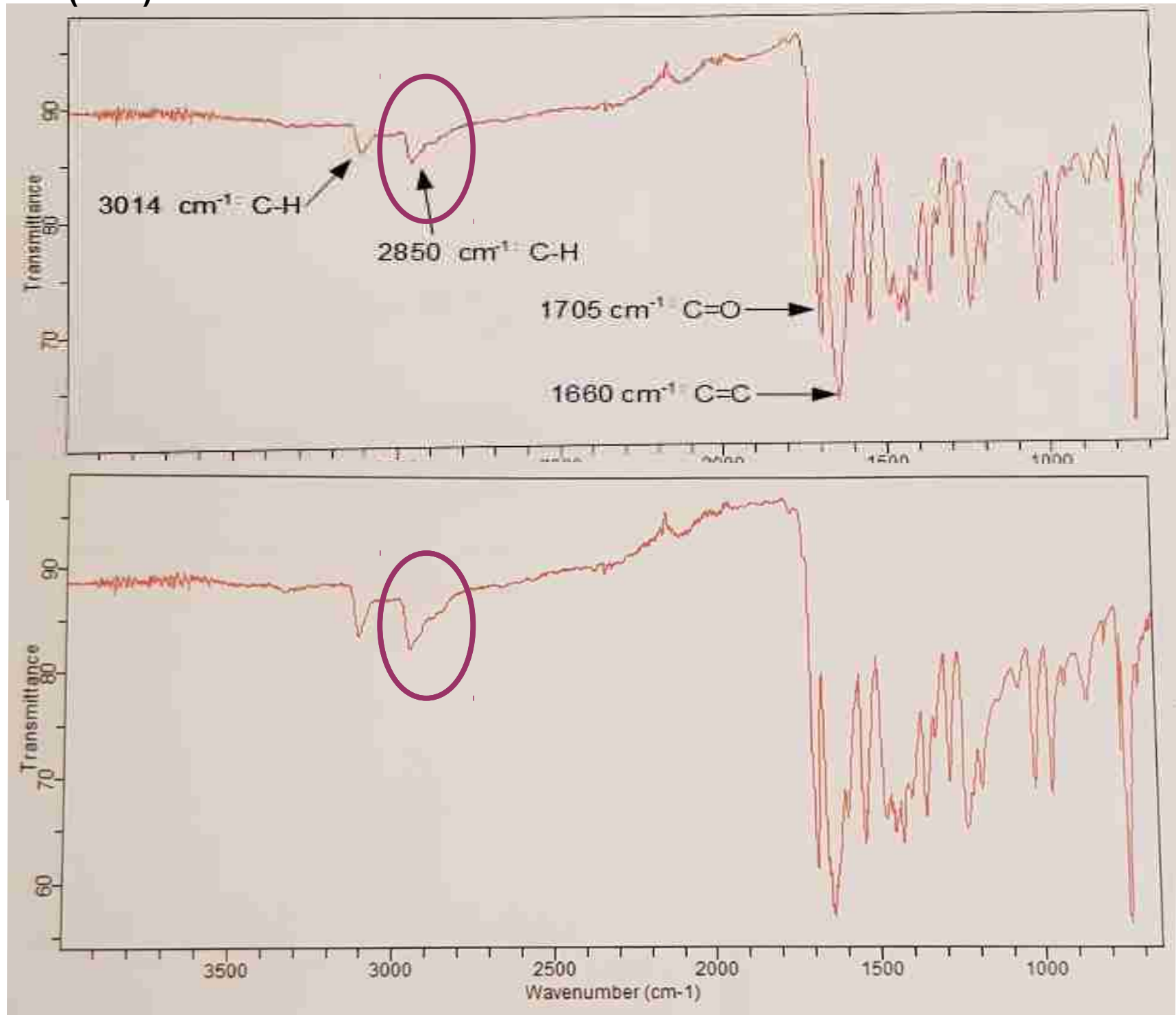
— Échantillon extrait

— Pure

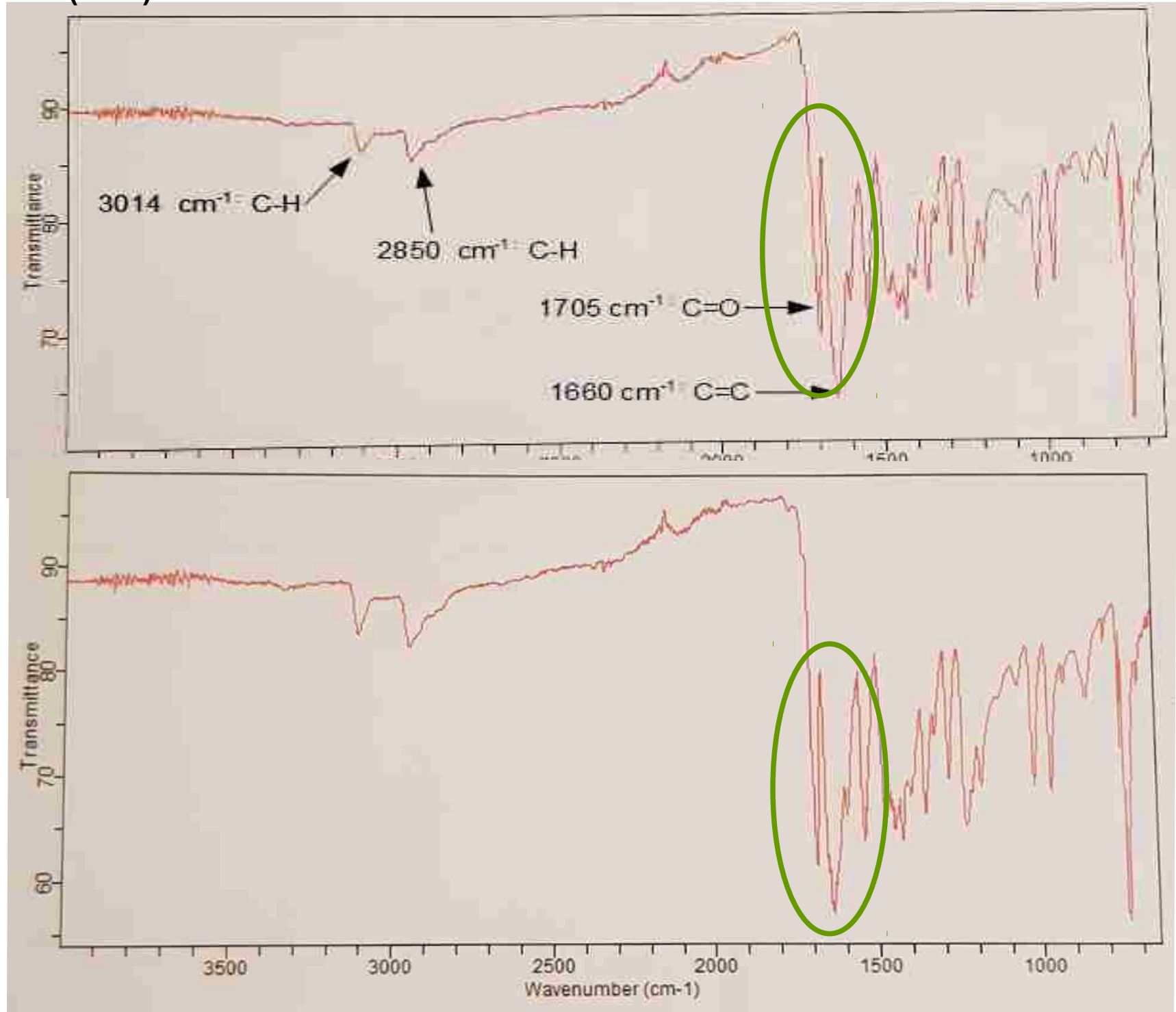
• Spectre IR : (E1B)



• Spectre IR : (E1B)



• Spectre IR : (E1B)



I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

a) Protocole



$M_{\text{thé-entier}} = 2,0824\text{g}$



Réacteur de 30mL



$P=80\text{bar}$
 $T=35^{\circ}\text{C}$

I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

a) Protocole

- Variation du niveau de co-solvant (éthanol) :

échantillon	Débit CO ₂	Débit co-solvant
1	10mL/min	0 mL/min
2	10mL/min	0,5 mL/min
3	10mL/min	1,0 mL/min
4	10mL/min	1,5 mL/min
5	10mL/min	2,0 mL/min
6	10mL/min	2,5 mL/min
7	10mL/min	3,0 mL/min
8	10mL/min	3,5 mL/min
9	10mL/min	4,0 mL/min

I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

a) Protocole



I.Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses

- UPLC (Ultra Performance Liquid Chromatography) :
- Spectre UV



Paramètres :

- ▣ Volume d'injection : 1,0 μ L
- ▣ Colonne : CSH C18
- ▣ Phase mobile : H₂O/CH₃OH
- ▣ Débit : 0,5 mL/min
- ▣ Longueur d'onde : 275 nm

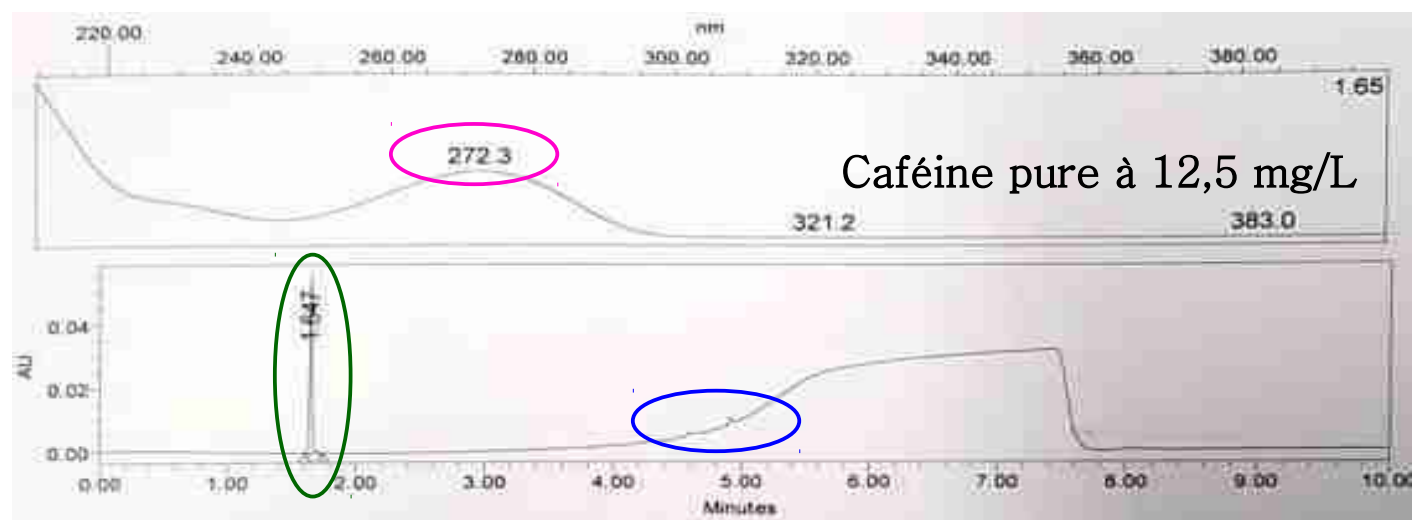
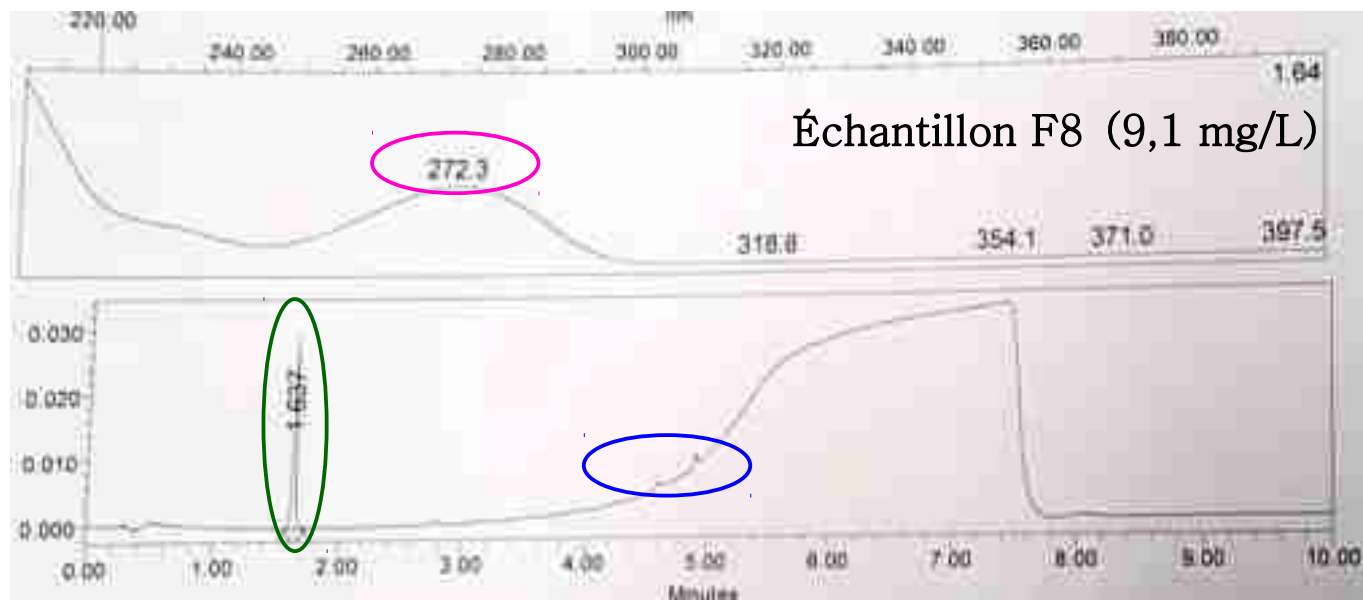
I.Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses

• **Spectre UV et UPLC :**

Signaux	Pure	F8
UV (nm) ○	272,3	272,3
UPLC (min) ○	1,647	1,637
UPLC (min) ○	4,2-4,9	4,2-4,9



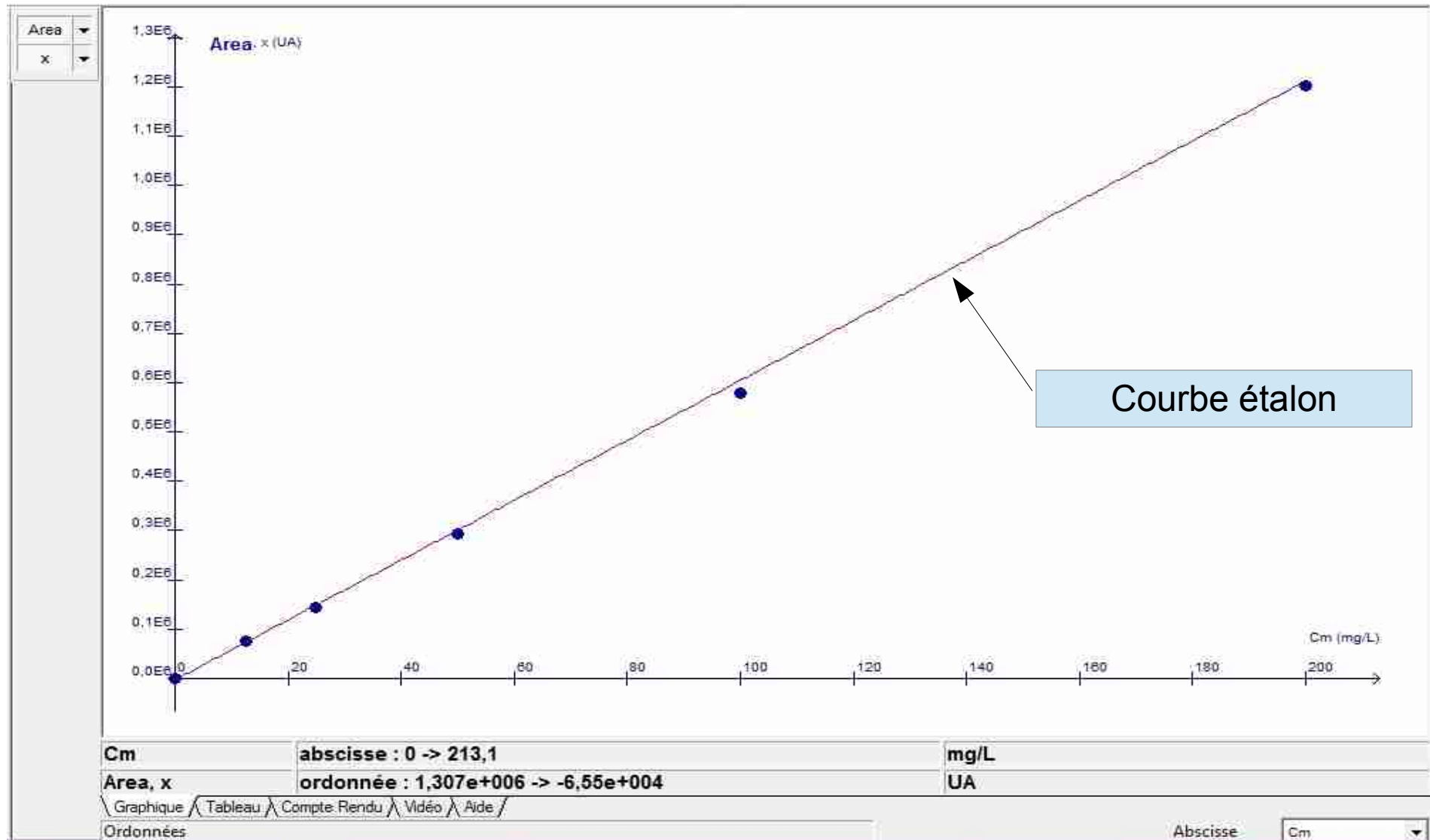
I.Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses

Exploitation :

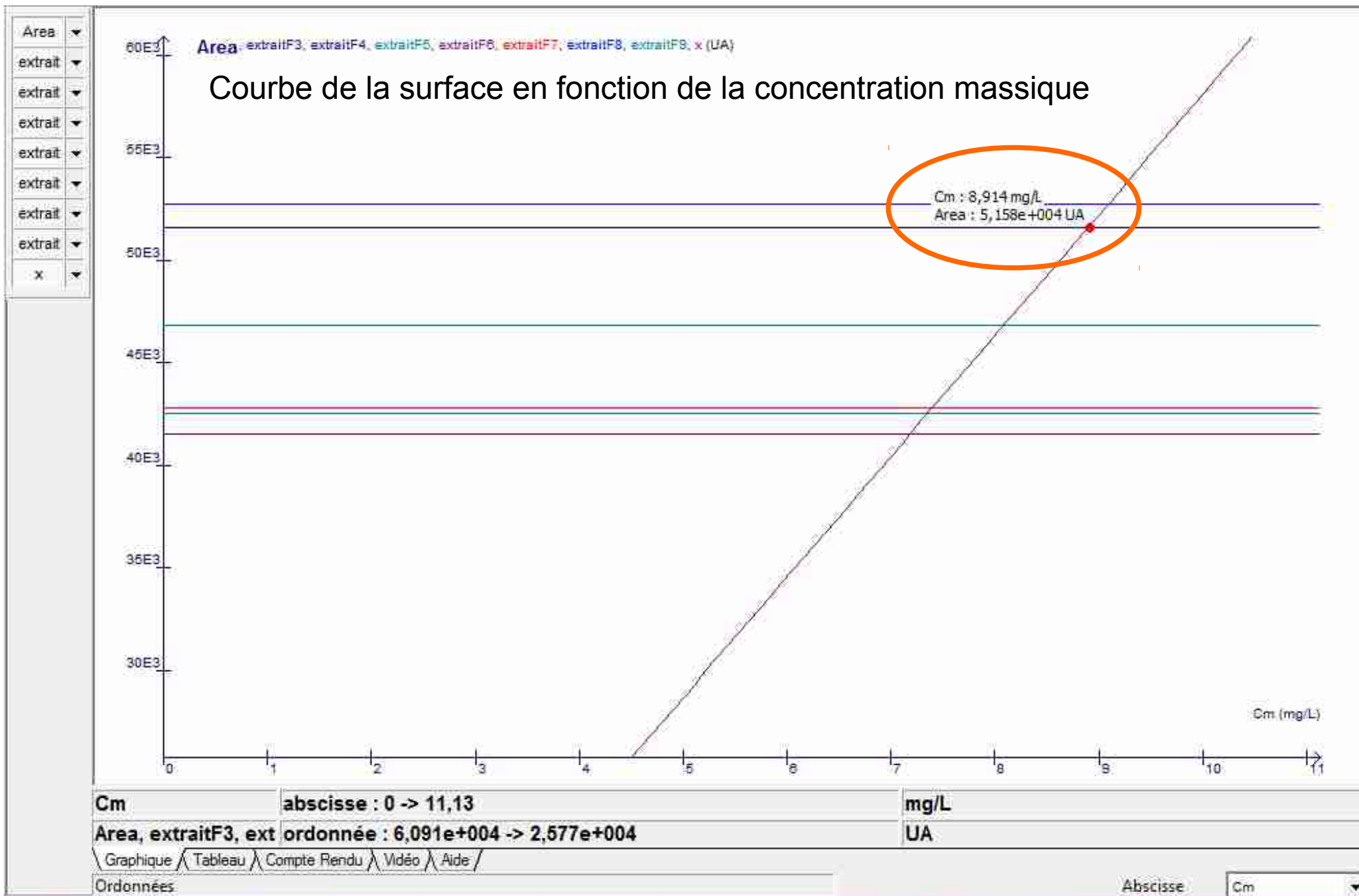
Courbe de la surface en fonction de la concentration massique



I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses



I.Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses

Extrait	Concentration massique (mg/L)	Concentration molaire (mol/L)
3	73,68	3,79E-4
4	35,66	1,83E-4
5	29,41	1,51E-4
6	28,72	1,47E-4
7	29,62	1,52E-4
8	36,44	1,87E-4
9	32,35	1,66E-4

Concentration totale : 37,98 mg/L

$$R = 37,89E-3 / 2,082 = 1,824 \%$$

I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses

• Spectre RMN :



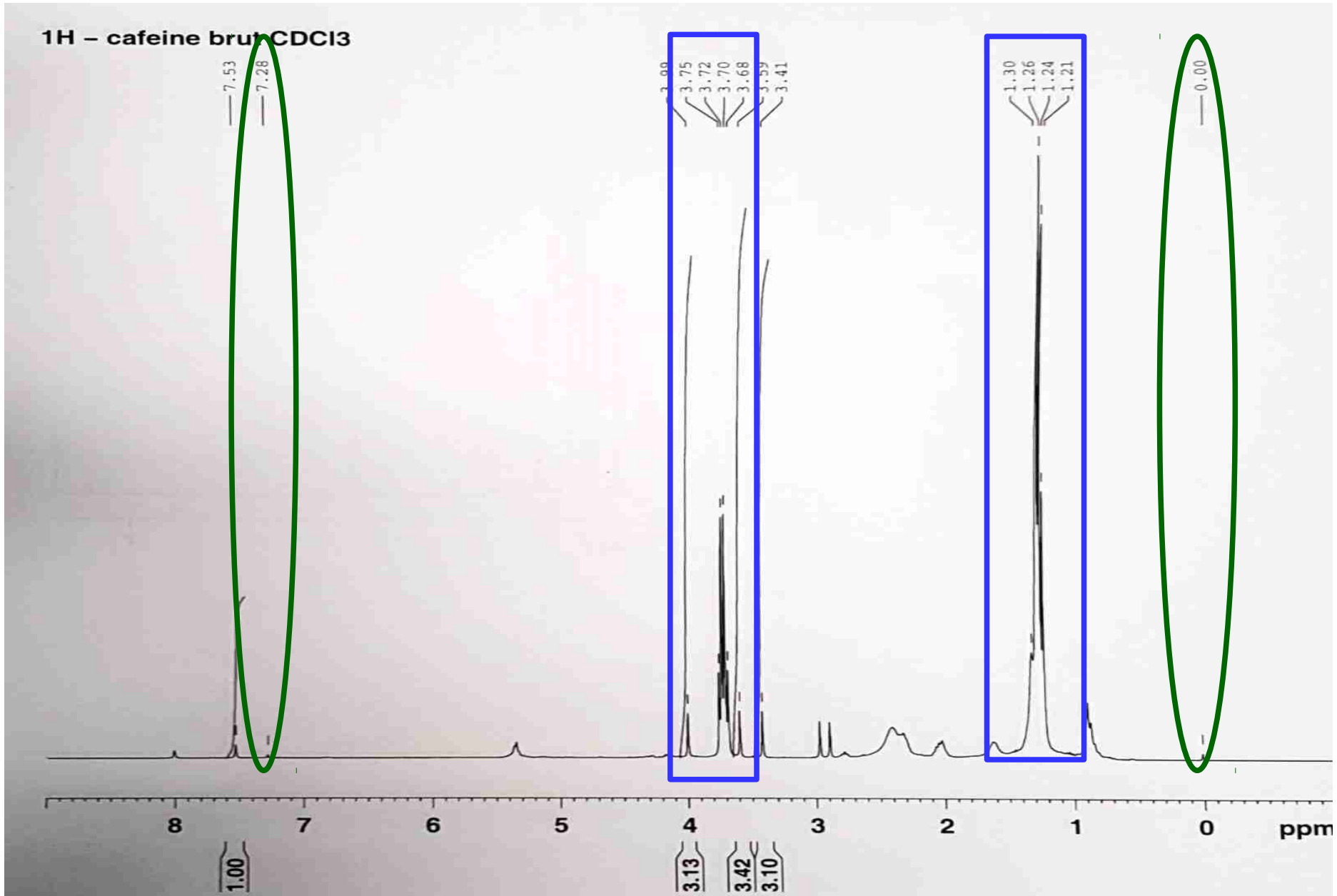
I. Méthodes d'obtention :

3. Extraction par CO₂ supercritique :

b) Résultats et analyses


• Spectre RMN :

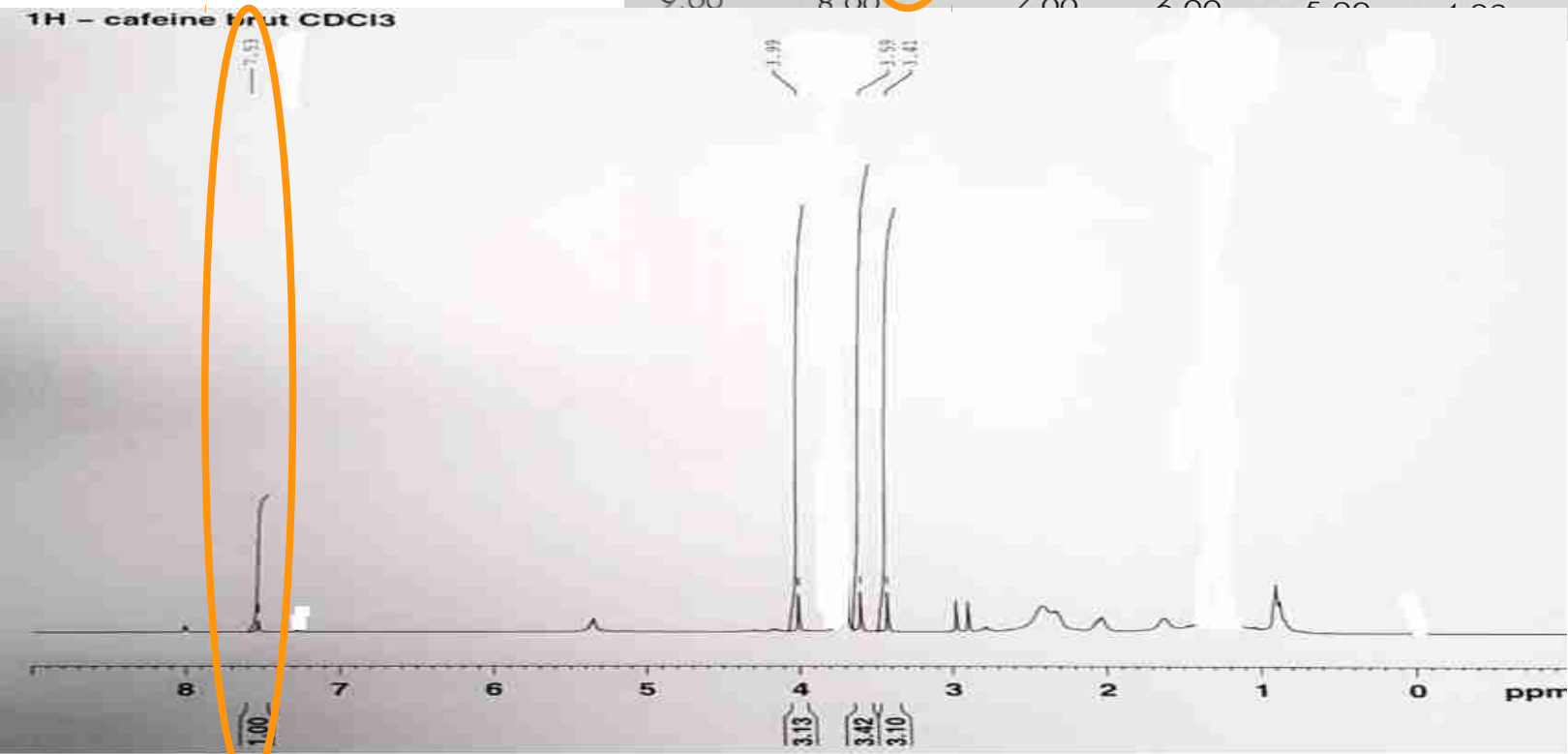
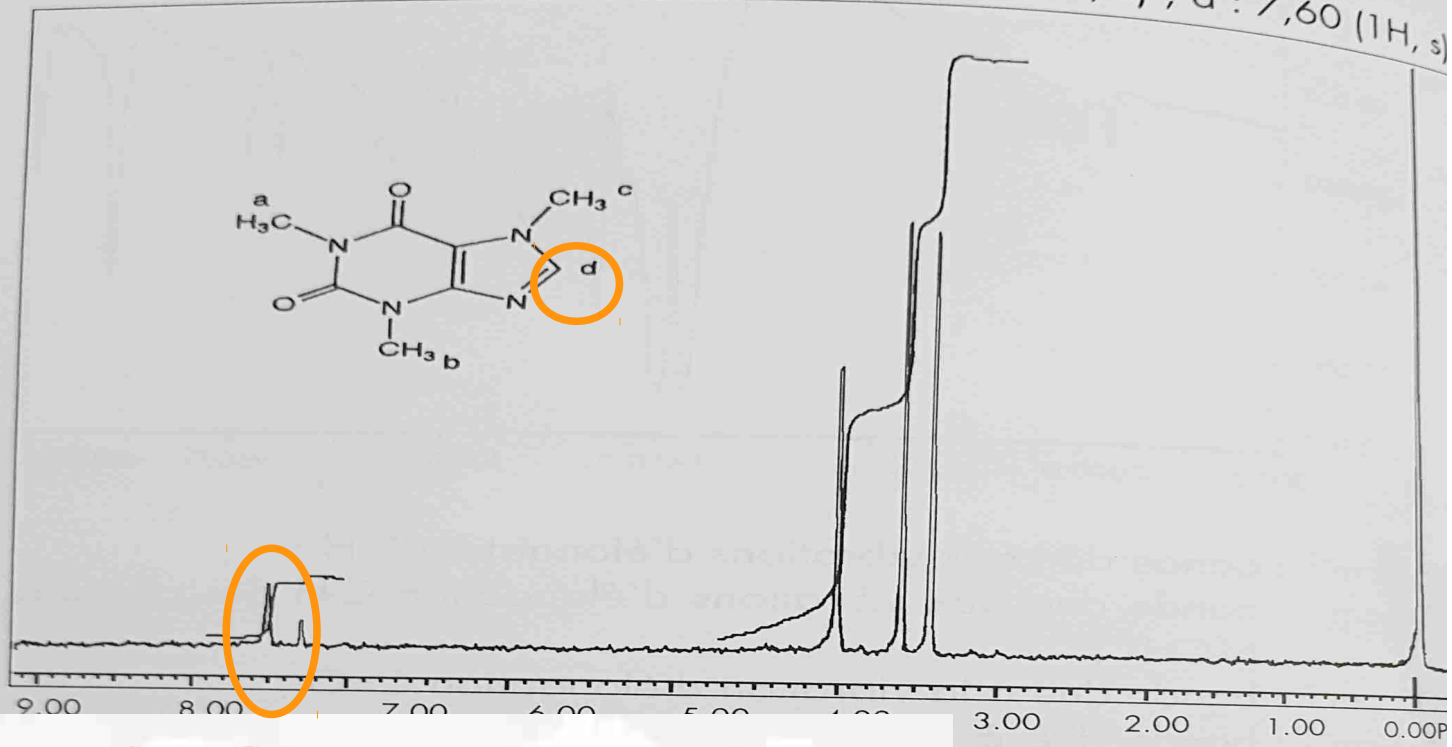
— solvant
— éthanol



• Spectre RMN :



Spectre RMN : déplacement chimique (intégration, multiplicité)
 a : 3,35 (3H, s) ; b : 3,55 (3H, s) ; c : 3,95 (3H, s) ; d : 7,60 (1H, s)

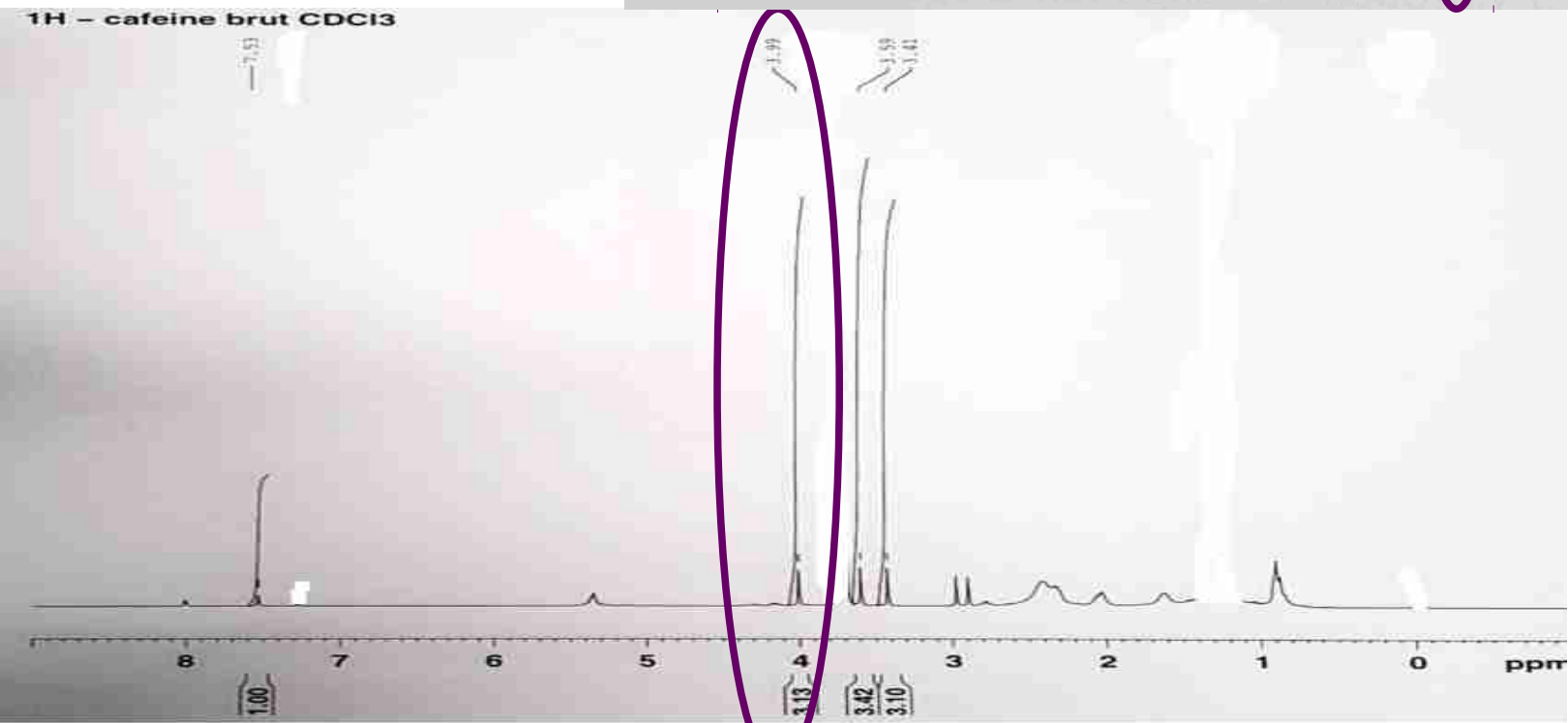
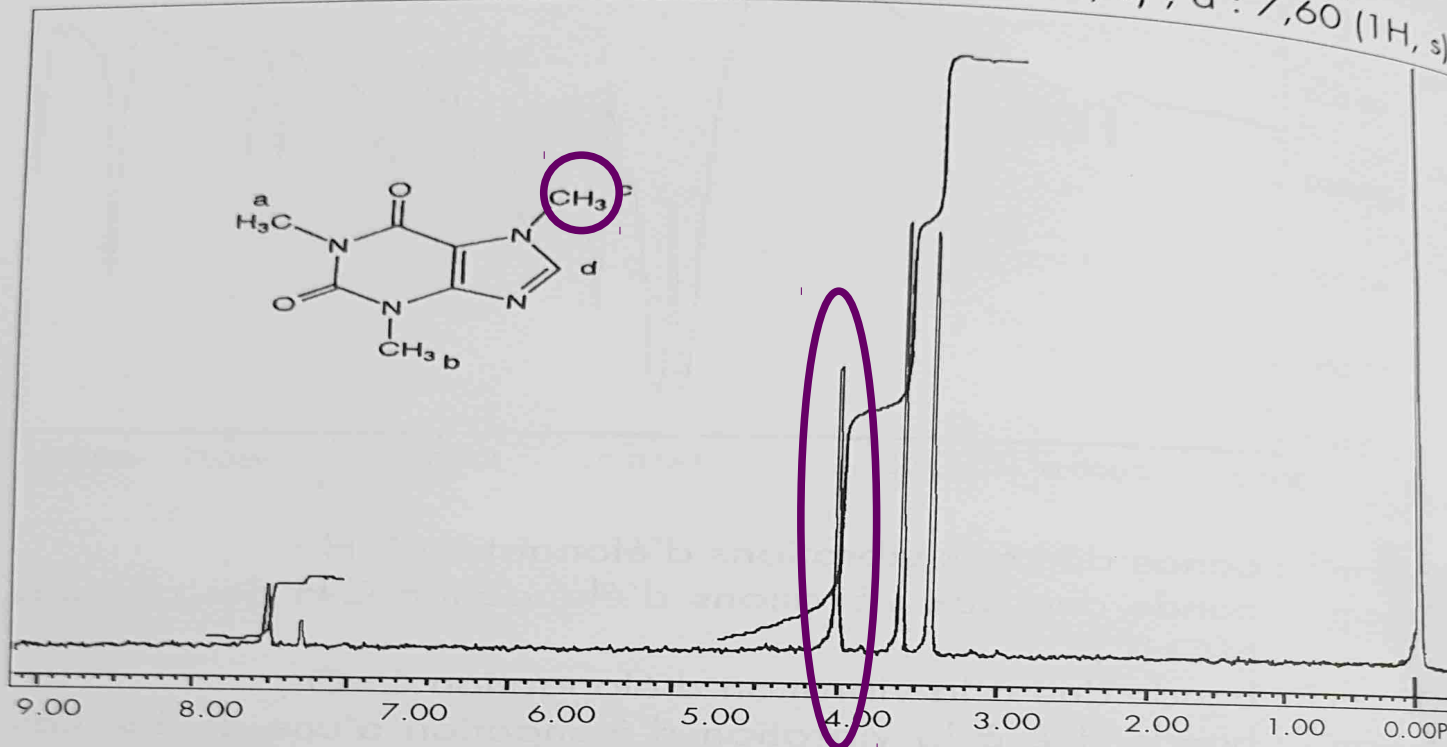
Intégration	Pure (ppm)	Echantillon (ppm)
1H 	7,60	7,53



• Spectre RMN :




Spectre RMN : déplacement chimique (intégration, multiplicité)
 a : 3, 35 (3H, s) ; b : 3,55 (3H, s) ; c : 3,95 (3H, s) ; d : 7,60 (1H, s)

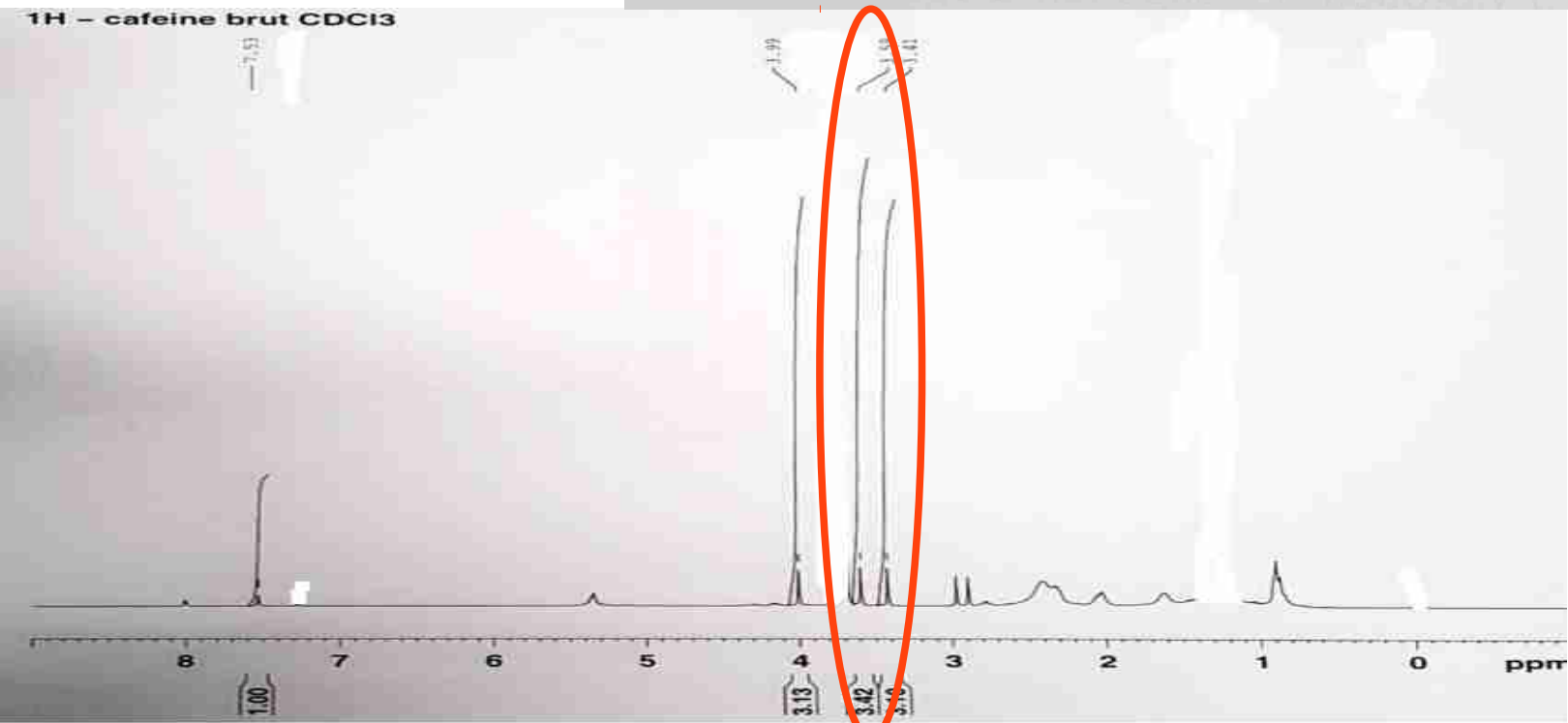
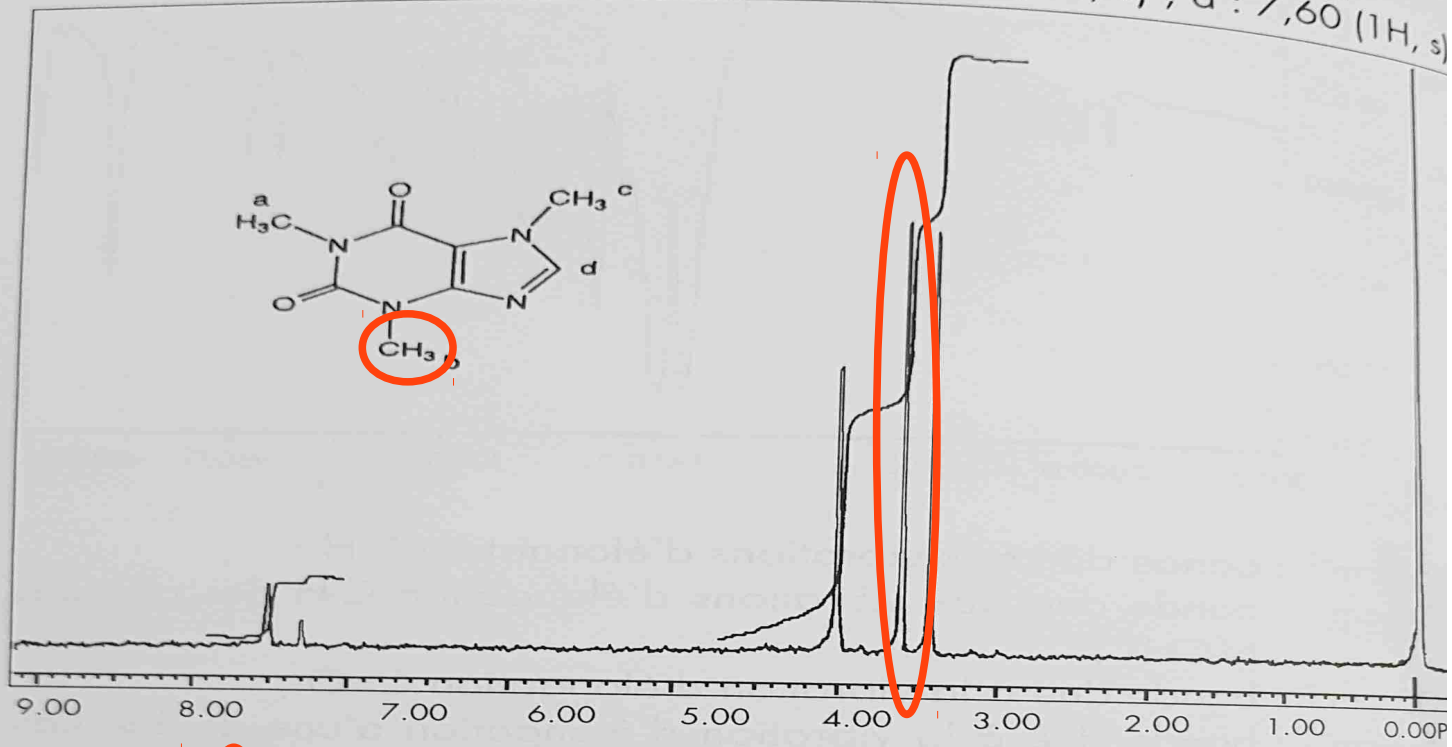
Intégration	Pure (ppm)	Echantillon (ppm)
1H 	7,60	7,53
3H 	3,95	3,99



• Spectre RMN :





Spectre RMN : déplacement chimique (intégration, multiplicité)
 a : 3,35 (3H, s) ; b : 3,55 (3H, s) ; c : 3,95 (3H, s) ; d : 7,60 (1H, s)

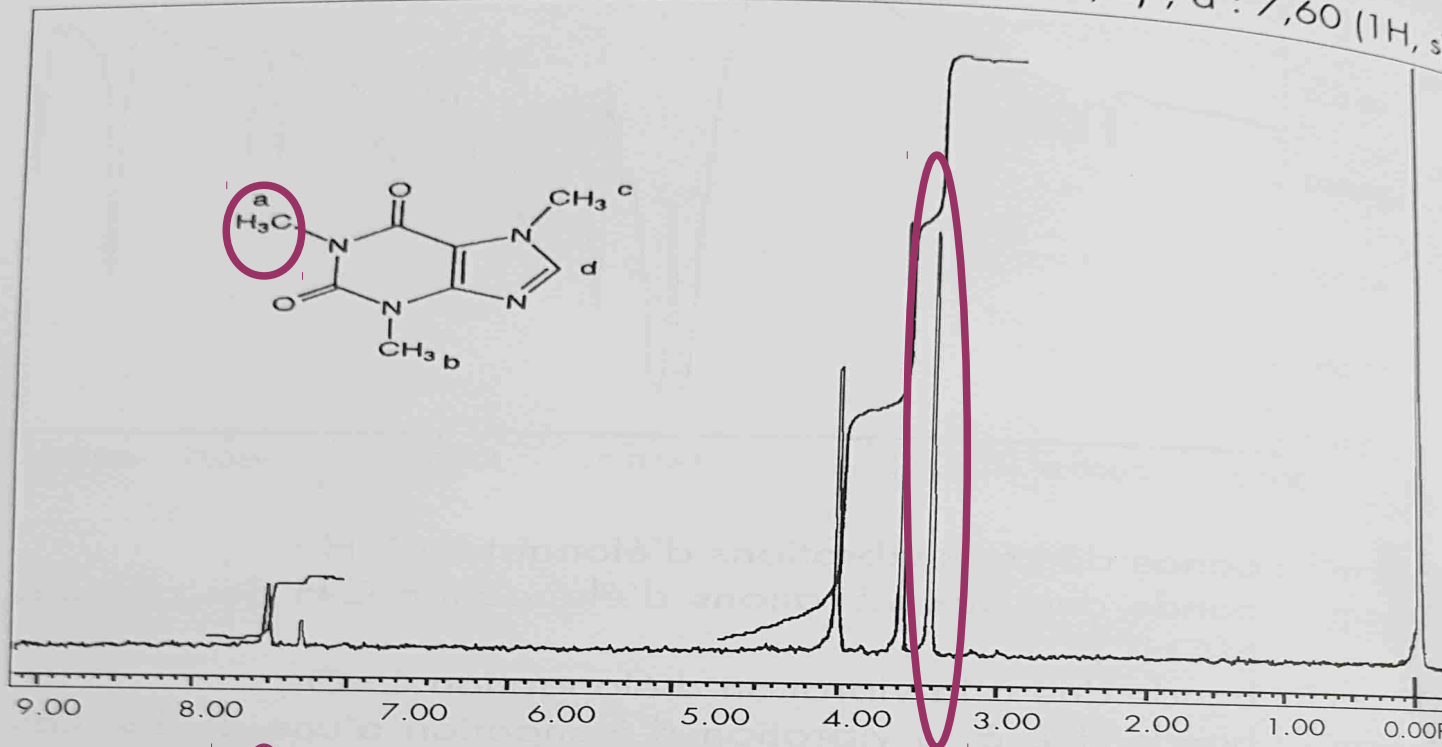
Intégration	Pure (ppm)	Echantillon (ppm)
1H 	7,60	7,53
3H 	3,95	3,99
3H 	3,55	3,59



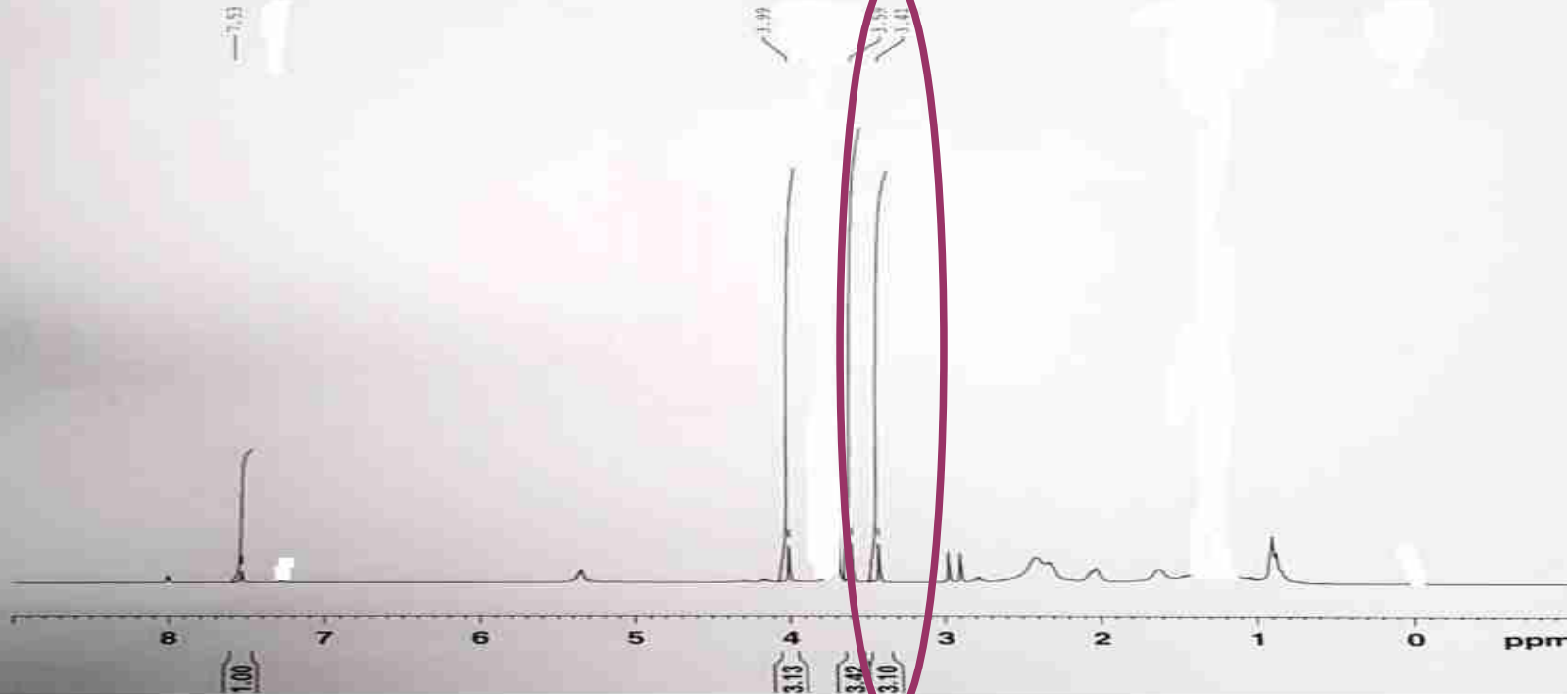
• Spectre RMN :

Spectre RMN : déplacement chimique (intégration, multiplicité)
 a : 3,35 (3H, s) ; b : 3,55 (3H, s) ; c : 3,95 (3H, s) ; d : 7,60 (1H, s)

Intégration	Pure (ppm)	Echantillon (ppm)
1H 	7,60	7,53
3H 	3,95	3,99
3H 	3,55	3,59
3H 	3,35	3,41



1H - caffeine brut CDCl3



I. Mode de purification :

1. Recristallisation à deux solvants

a) Protocole



II. Mode de purification :

1. Recristallisation à deux solvants

a) Protocole



II. Mode de purification :

1. Recristallisation à deux solvants

a) Protocole

Éther de pétrole



II. Mode de purification :

1. Recristallisation à deux solvants

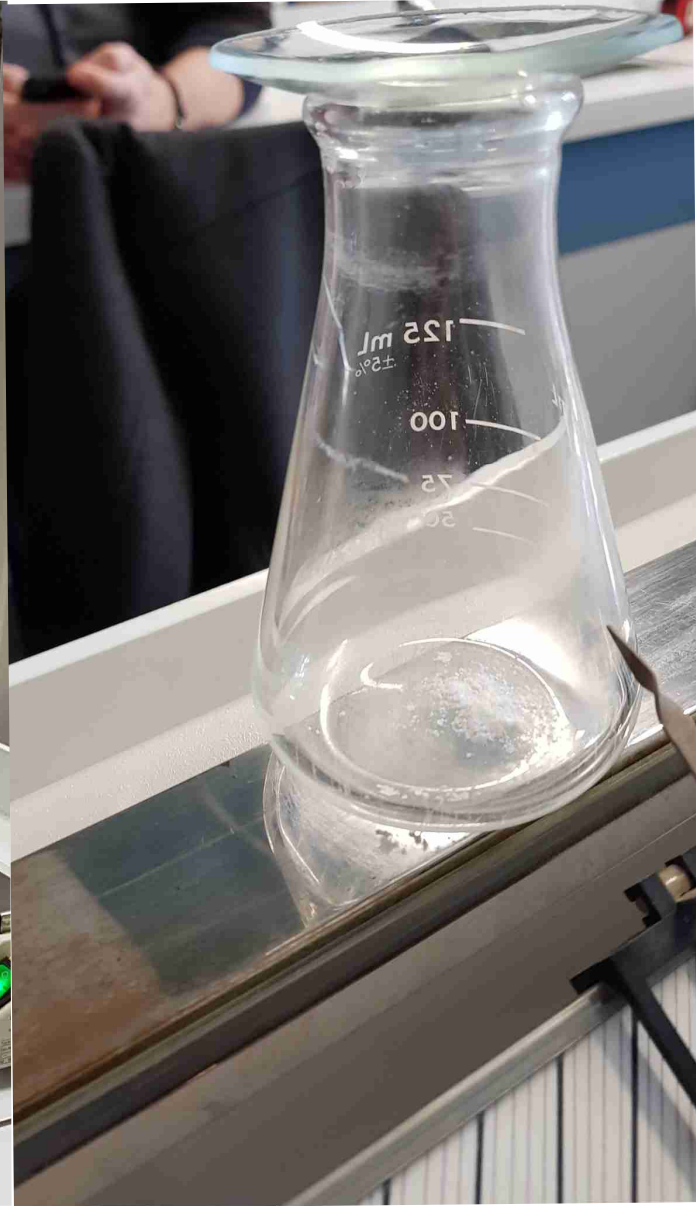
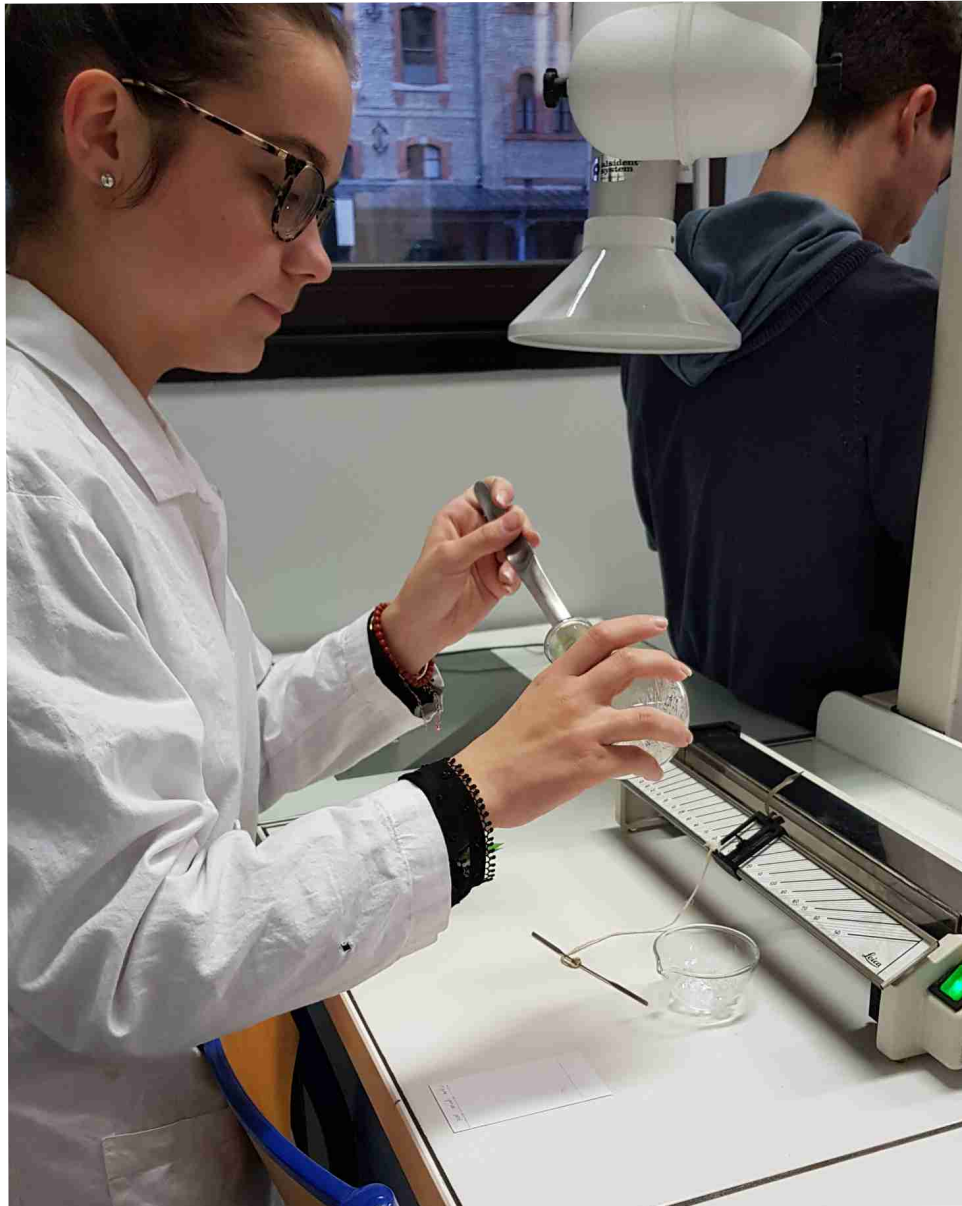
a) Protocole



II. Mode de purification :

2. Purification par sublimation

a) Protocole



II. Mode de purification :

2. Purification par sublimation

a) Protocole

• Nouvelle manipulation :



Caféine pure

Caféine extraite

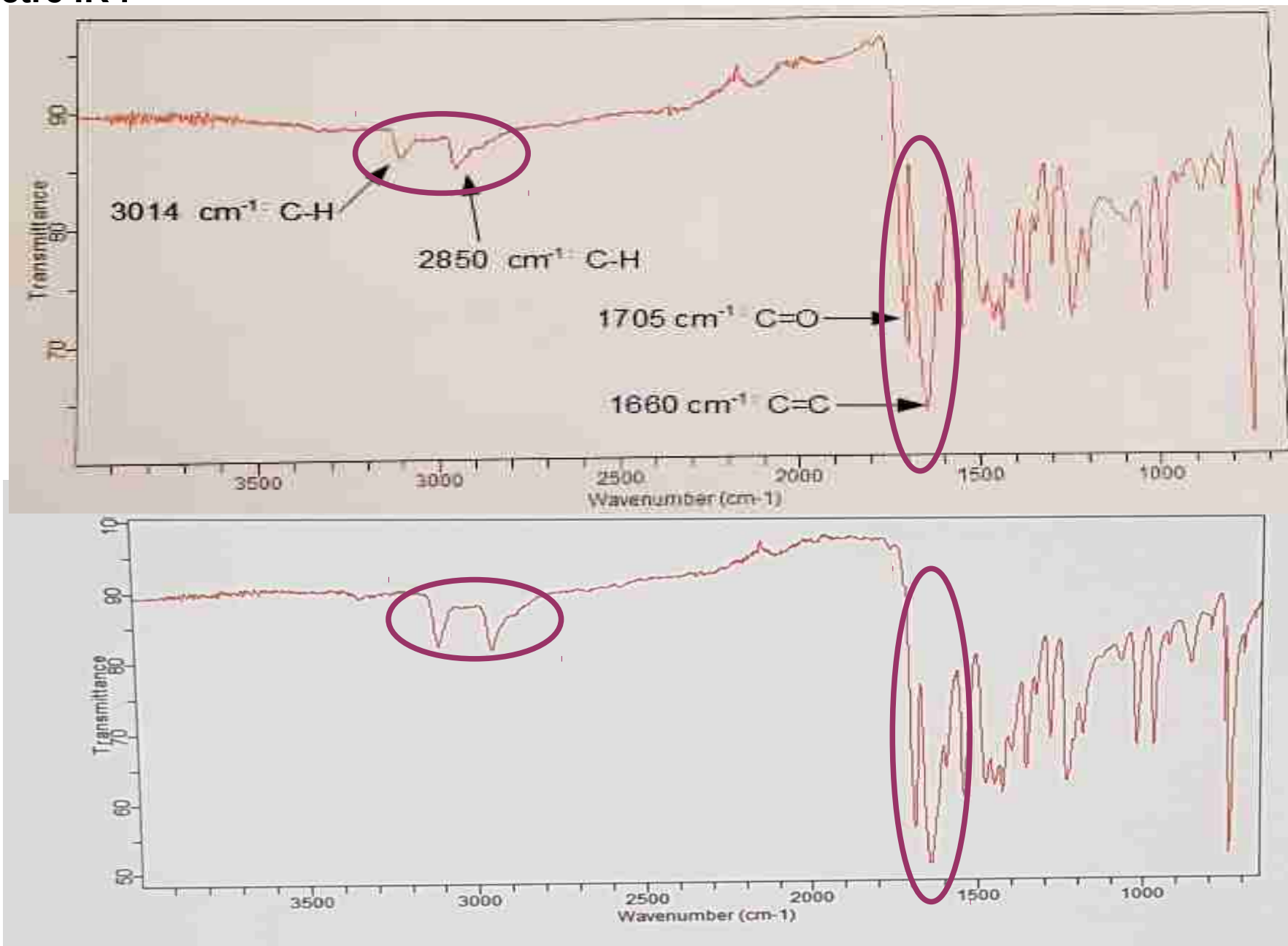


II. Mode de purification :

2. Purification par sublimation

b) Analyse

• Spectre IR :



CONCLUSION :

•Obtention de caféine pure

Synthèse :

- Réactif : théobromine

Extraction :

- Soxhlet
- CO₂ supercritique

•Impossibilité d'étudier les rendements :

Méthodes de dosage :

- Spectrophotométrie UV
- Par complexation

•Chimie verte :

- Produits décaféinés
- Réutilisation de la caféine
- Peu polluant