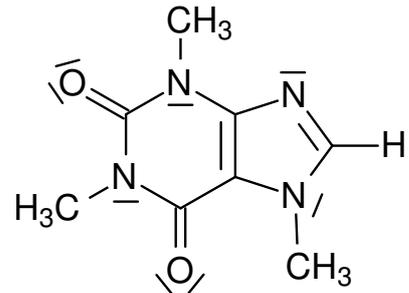


Extraction de la caféine du Red Bull®

1 Introduction

La caféine a été découverte en 1819 par Friedrich Ferdinand Runge (chimiste Allemand) qui l'a isolée à partir du café d'où le nom de caféine. La caféine est également présente dans le thé (on l'appelle alors théine), le Coca-Cola®, les boissons énergisantes, etc. La caféine permet de stimuler le système nerveux central et le système cardio-vasculaire. Elle permet également de surmonter la fatigue, d'augmenter la vigilance, d'activer la circulation sanguine et de dilater les muscles pulmonaires. C'est également un diurétique puissant qui permet d'éliminer les toxines produites par l'organisme lors de l'effort. Cependant, à trop forte dose, elle favorise la déshydratation, ce qui entraîne une baisse de la concentration en minéraux dans le sang (ions Mg^{2+} , Na^+ , Ca^{2+}) ce qui peut favoriser les blessures, les troubles cardiaques voire être mortel.



Le Red Bull® est une boisson énergisante qui est censée donner un regain d'énergie à son consommateur grâce à des apports en molécules dites « stimulantes » comme la caféine. L'action des boissons énergisantes est encore sujette à controverse, mais aucune étude n'a encore pu prouver un lien direct entre ces boissons et les résultats sportifs. Cependant, la teneur en caféine étant très importante, on a déjà constaté des problèmes liés à l'anxiété ainsi que des troubles du rythme cardiaque en cas de consommation répétée ou abusive. La concentration en caféine dans le Red Bull® est de 320 mg.L^{-1} ce qui est une teneur très élevée. Il est donc conseillé de ne pas boire plus de deux canettes de 250 mL par jour pour ne pas dépasser le seuil de toxicité de la caféine. La caféine n'est pas considérée comme un agent dopant tant qu'elle n'est pas présente en trop grande quantité dans le sang et que de fortes teneurs en caféine ne se répètent pas pour un sportif.

Lors de ce TP, nous allons extraire la caféine et mettre en évidence sa présence à l'aide de différentes techniques de caractérisation.

⚠ Précautions (à lire impérativement)

- Le port de la **blouse et des lunettes de protection** est OBLIGATOIRE pendant toute la séance (si nécessaire, des lunettes de sécurité pourront vous être fournies au début du TP).
- Le port de **lentilles de contact** est INTERDIT. ⚠ L'accès à la salle de TP vous sera INTERDIT si vous en portez.
- Toute la verrerie nécessaire sera disponible sur votre paillasse. Cependant, toute la verrerie utilisée lors du TP devra être **rincée à l'eau et posée sur le chariot de vaisselle sale avant de partir.**

2 Extraction de la caféine

2.1 Mode opératoire

- Prélever 50 mL de Red Bull® et y ajouter 9 mL d'une solution de carbonate de calcium 1 M (ou 1 mol.L⁻¹).
- À l'aide de papier pH, vérifier que le pH de la solution est proche de 9.
- Verser cette solution dans une ampoule à décanter.
- Ajouter 15 mL d'acétate d'éthyle, bien agiter, laisser décanter (séparation de la phase aqueuse et de la phase organique), puis récolter la phase organique.
- Ajouter de nouveau 15 mL d'acétate d'éthyle puis répéter l'opération.
- Rassembler les phases organiques.
- Sécher sur sulfate de sodium anhydre et filtrer sur coton.
- Évaporer le solvant à l'évaporateur rotatif (le bain d'eau doit être à 40 °C). *Appeler un encadrant avant d'utiliser l'évaporateur rotatif.*

Questions :

- Pourquoi utilise-t-on deux fois 15 mL d'acétate d'éthyle plutôt qu'une fois 30 mL ?
- Pourquoi se place-t-on à pH = 9 ?

3 Caractérisations

3.1 Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

- Préparer environ 10 mL d'un éluant composé de 10 volumes d'acétate d'éthyle pour un volume d'éthanol.
- Le verser dans une cuve d'élution. On y placera un papier absorbant pour être sûr de saturer la cuve en éluant.
- Ajouter 1 mL d'acétate d'éthyle à la caféine extraite. On analysera cette solution par la suite.
- Sur une plaque de chromatographie, faire un dépôt de caféine commerciale qui servira de témoin, un dépôt de Red Bull® et un dépôt de caféine extraite.
- Procéder à l'élution.

Questions :

- Calculer les rapports frontaux des différents composés.
- Que pouvez-vous dire sur la pureté de votre échantillon.

3.2 Chromatographie en Phase Vapeur (CPV)

On cherche à identifier la caféine obtenue par Chromatographie en Phase Vapeur (CPV). Le principe de la CPV est similaire à celui de la CCM.

Le produit à analyser (ou échantillon) est vaporisé dans l'injecteur puis il est entraîné par un gaz vecteur, le tout forme la phase mobile. Puis l'échantillon migre le long d'une colonne qui sert de phase stationnaire. Plus les interactions entre les constituants de l'échantillon et la colonne sont fortes, plus les composés sont retenus. À la sortie de la colonne, un détecteur permet de repérer la sortie des différents constituants de l'échantillon. Le temps que met le composé pour parcourir la colonne est une manière de le caractériser. Cette technique d'analyse est par exemple couramment utilisée lors des contrôles antidopage.

Appeler un encadrant avant d'effectuer une mesure en CPV.

- À l'aide d'une seringue, injecter 1 µL de votre solution à analyser dans la colonne de type SE 30.
- Mesurer le temps de rétention.

Questions :

- Le temps de rétention obtenu est-il proche de celui de la caféine commerciale ? En déduire si vous avez isolé la caféine.
- Que pouvez-vous dire sur la pureté de votre échantillon.

3.3 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

Le spectre RMN d'un échantillon obtenu après extraction est fourni ci-contre.

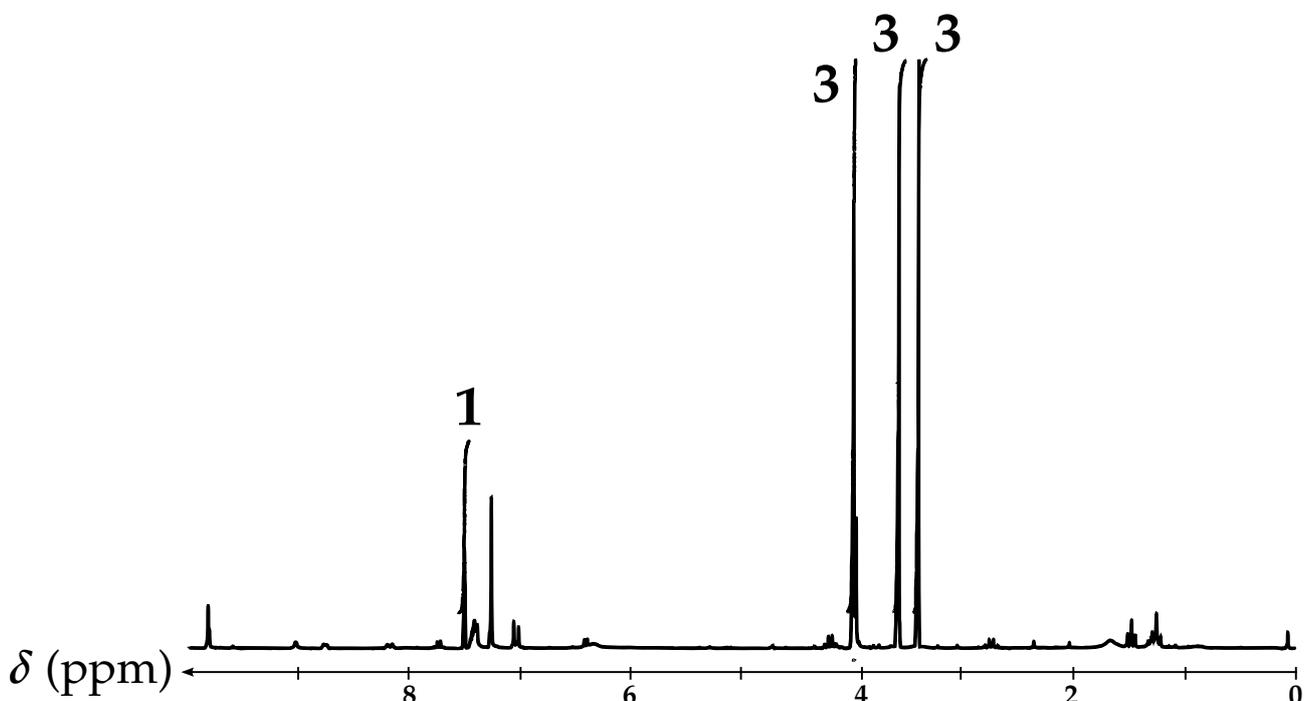


Figure 1 – Spectre RMN de la caféine extraite du Red Bull®. Les chiffres indiqués donnent correspondent à l'intégration pour chaque pic.

Questions :

- Combien d'atomes d'hydrogènes sont présents dans une molécule de caféine ?
- Combien de types d'hydrogènes différents y'a-t-il dans la caféine.
- Combien de pics sont obtenus sur le spectre ? Le spectre RMN obtenu est-il en accord avec celui attendu pour la molécule de caféine.
- Que pouvez-vous dire sur la pureté de votre échantillon.

En fonction du temps, le principe de la RMN sera rapidement expliqué pour les élèves n'ayant pas vu cette partie du cours.