



REPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE "Abbes *LAGHROUR* " KHENCHELA

FACULTE des Sciences et Technologies
DEPARTEMENT des Science de la Matière

N° de série :.....

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme de

Master (LMD)

Filière: **Chimie**

Spécialité : **Chimie Analytique**

Intitulé:

***Extraction, Synthèse et étude de l'activité de
caféine***

Soutenu le : 26-06-2022

Réalisé par :

- *KADDOURI Amina*
- *BERRANI Meroua*

Dirigé par:

Dr. BOUTOBBA Zina

Membres de jury:

Dr. TAKOUACHET Radouane
Dr. HAMMADI Fouzia

MC_A
MA_A

L'année Universitaire 2021/2022



REPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE "Abbes LAGHROUR " KHENCHELA

FACULTE des Sciences et Technologies
DEPARTEMENT des Science de la Matière

N° de série :.....

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme de

Master (LMD)

Filière: **Chimie**

Spécialité : **Chimie Analytique**

Intitulé:

***Extraction, Synthèse et étude de l'activité de
caféine***

Soutenu le : 26-06-2022

Réalisé par :

- *KADDOURI Amina*
- *BERRANI Meroua*

Dirigé par:

Dr. BOUTOBBA Zina

Membres de jury:

Dr. TAKOUACHET Radouane
Dr. HAMMADI Fouzia

MC_A
MA_A

L'année Universitaire 2021/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

J'exprime tout d'abord, mes profonds remerciements et louanges à DIEU tout puissant, qui m'a guidé sur le droit chemin et m'a donné le courage et la volonté d'achever ce travail. Au terme de ce travail,

*Nous adressons nos vifs remerciements à notre encadreur **Dr. BOUTOBBA Zina** pour ses conseils et ses dirigés du début jusqu'à la fin de ce travail de recherche.*

*Ils s'adressent également à **Dr. TAKOUCHET Radouane**, maître de conférences à Université Abbes Laghrour, Khenchela et à **Dr. HAMADI Fouzia** maître Assistante à Université Abbes Laghrour, Khenchela. Pour l'honneur qu'ils me font en prenant la charge de rapporteurs et en siégeant à ce jury*

*Je tiens également à témoigner toute ma reconnaissance à **Pr. Boumaza ABDECHERIF**, Professeurs à l'universitaire de Khenchela pour tous les spectres IR,*

*Nous tenons présents nos vifs remerciements à l'enseignante **Hammadi Fouzia** pour son aide, Je voudrais aussi remercier l'ensemble des membres du Laboratoire*

Enfin, nos remerciements vont également à toutes les personnes qui, ont participé à de près ou de loin l'élaboration de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce travail à :

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

*Mon frère **BACEM** pour sa soutien et sa présence que dieux vous garde pour moi*

*À mon petit neveu **SIRAJ***

*A mes sœurs **RITAJ** et **KHAOULA**, mes frères **ZINOUE** et **NASRO**, merci pour votre présence et votre aide et ton soutien moral.*

A mes chères copines :

*SABRINE, CHAHINEZ, DJOUHAINA, NOUR, CHAHI, RANIA, NADA, DOUAA,
WIAM*

À mes collègues

À tous ceux et toutes celles Qui m'ont accompagné et soutenu Durant la réalisation de ce travail

Marwa

MERCI

MERCI

Dédicace

Je dédie ce travail à :

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

*Mon frère ZAKARIA pour sa soutien et sa présence que dieux vous garde pour moi
A ma sœur AICHA et mon frère AYMEN, merci pour votre présence et votre aide et ton soutien moral.*

A mes chères copines :

Marwa, Sabrina, Chahinez, Djouhaina, Nour, Khaoula, Malek

À tous ceux et toutes celles Qui m'ont accompagné et soutenu Durant la réalisation de ce travail

Amina

MERCI

MERCI

Liste des tableaux

Chapitre I: Étude Bibliographique

Tableau I.1: Le pourcentage des différents composants est illustre ci-dessous	6
Tableau I.2: Propriétés chimiques	

Chapitre III: Résultat et Discussion

Tableau III.1: rendements d'extraction de caféine	32
Tableau III.2 : Point de fusion des caféines obtenues	34
Tableau III.3: Les nombres d'ondes et les types de liaison des différents vibrations des molécule de caféine extraite	39

Liste des Figures

Chapitre I: étude bibliographique

Figure I.1: caféine à l'état pur	6
Figure I.2: Molécule de la caféine	7
Figure I.3 : Présentation de Purine, xanthine, théophylline, paraxanthine et caféine	8
Figure I.4: Synthèse de la caféine	9
Figure I.5: Diagramme du teneur en caféine des différents aliments et boissons	9
Figure I.6 : Schéma de principe de l'extraction liquide-liquide	12
Figure I.7: Les étapes de l'extraction liquide /liquide	13
Figure I.8: Représentation schématique de L'extraction solide-liquide	14
Figure I.9 : Représentation schématique de La macération	15
Figure I.10: Les modes de vibrations moléculaires des molécules H ₂ O et CH ₂	17
Figure I.11: Domaines de l'IR dans le spectre électromagnétique Spectromètre IRTF	18
Figure I.12: Schéma représentant les principaux éléments d'un spectromètre IRTF	18
Figure I.13: Schéma simplifié des modes d'acquisition spectrales en spectroscopie IR	19

Figure I.14: Schéma montrant les étapes de l'obtention d'un spectre IRTF	20
Figure I.15: Distance« d »entre deux signaux spectraux et l'interférogramme Correspondant	21

Chapitre II : l'extraction de caféine

Figure II.1 : Structure chimique de la caféine	22
Figure II.2: Les étapes de l'extraction de caféine	22
Figure II.3 : Montage de chauffage à reflux.	23
Figure II.4 : Filtration de la caféine	24
Figure II.5 : Décantation de la caféine	25
Figure II.6: dégazage	25
Figure II.7: Extraction de la caféine	26
Figure II.8: Le séchage	27
Figure II.9: Montage d'évaporateur rotatif .	27
Figure II.10: Infusion du thé	28
Figure II.11: Filtration de la caféine	29
Figure II.12 : Décantation de la caféine	29
Figure II.13 : Évaporation du solvant	30

Chapitre III : Résultat et Discussion

Figure III.1: photo représentant la caféine obtenue à partir de marc de café (a) et de feuille de thé (b)	32
Figure III.2 : montage de point de fusion	34
Figure III.3: Spectrophotomètre à transformée de fourrier (FT-IR / FIR).	35
Figure III.4: Presse pour passtillage	36
Figure III.5 : Spectre infrarouge de la caféine récupérée de feuille de thé	37
Figure III.6: Spectre infrarouge de la caféine récupérée de déchet de café	38

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Chapitre I: Etude bibliographique

I.	Introduction	3
II.	Historique	3
III.	La caféine dans les espèces végétales	3
III.1.	Le café	4
III.2.	Le thé	4
III.3.	Le cacao	4
III.4.	La noix de cola	5
III.5.	Les boissons dites énergisantes	5
IV.	Propriétés physico-chimiques	5
IV.1.	Propriétés physiques	5
IV.2.	Propriétés chimiques	6
V.	Synthèse de la caféine	8
VI.	Abondance naturelle de la caféine et de ses dérivés	9
VII.	Les applications de la caféine	10
VIII.	Utilisations de la caféine	11
IX.	Les méthodes d'analyse	11
IX.1.	Méthode d'extraction liquide-liquide	12
IX.1.1.	Principe de l'extraction liquide-liquide	12
IX.1.2.	Mise en œuvre	12
IX.2.	Méthode d'extraction solide- liquide	13
IX.2.1	Principe de fonctionnement	14
IX.2.2.	La macération	14
IX.3.	Méthode d'extraction infusion	15
IX.3.1.	définition	15
X.	Les méthodes caractéristiques	15
X.1.	Point de fusion	15
X.2.	Détermination de la structure par la spectroscopie	15
X.3.	Les modes de vibrations moléculaires	16
X.3. 1.	Élongation	16
X.3.2.	Déformations dans et hors du plan	16
X.4.	Principe de la spectroscopie IR	17
X. 5.	Génération d'un spectre IRTF	19
X.6.	Résolution spectrale	20
XI.	Conclusion	21

SOMMAIRE

Chapitre II : l'extraction de caféine

I.	Introduction	22
II.	Extraction de la caféine	22
II.1.	Mode opératoire caféine de marc de café	23
II.1.1.	Extraction liquide- solide	23
II.1.2.	Extraction liquide -liquide (décantation)	24
II.1.3.	Séchage de la phase organique	26
II.1.4.	Élimination du solvant (évaporation)	27
II.2.	Mode opératoire caféine de déchet de thé	27
II.2.1.	Infusion du thé	28
II.2.2.	Filtration	28
II.2.3.	Extraction liquide-liquide	29
II.2.4.	Séchage du solvant organique	30
II.2.5.	Évaporation du solvant	30
III.	Conclusion	31

Chapter 3: Résultat et Discussion

I.	Introduction	32
II.	Extraction de la caféine	32
III.	Caractérisation de caféine obtenue	33
III.1.	Détermination de point de fusion de caféine	33
III.1.1.	Matériel	33
III.1.2.	Mode opératoire	33
III.2.	Spectrophotométrie Infrarouge	35
III.2.1.	Principe	35
III.2.2.	Mode opératoire	35
III.2.3.	Analyse des caféines récupérées par spectroscopie IR	36
IV.	Conclusion	41
V.	Conclusion Générale	42
VI.	Références bibliographiques	43

Résumé



INTRODUCTION

INTRODUCTION

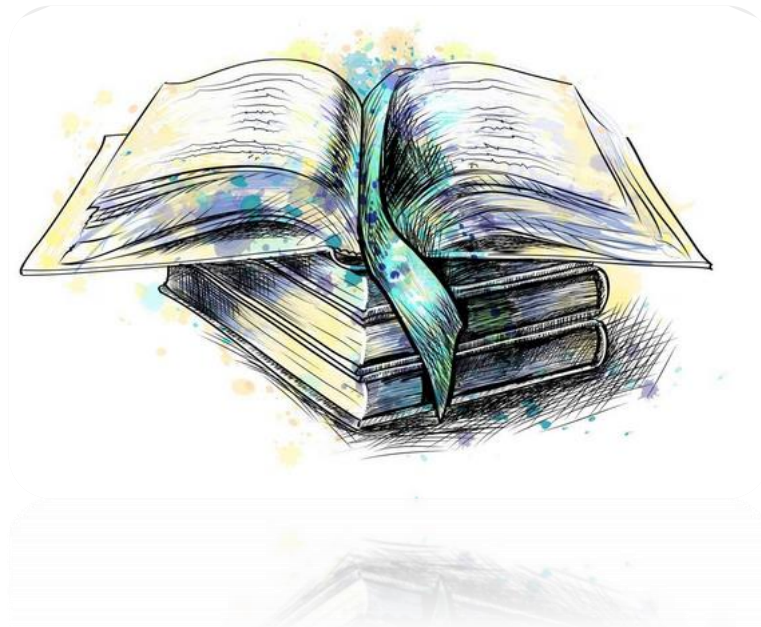
Les alcaloïdes sont des substances naturelles et organiques provenant essentiellement des plantes, ils jouent un rôle important dans le domaine pharmaceutique, ils sont utilisés comme principes actifs pour la préparation des médicaments. Les alcaloïdes sont utilisés soit tels quels, soit sous forme de dérivés plus actifs, mieux tolérés par l'organisme, ou manifestant des effets différents. La caféine est un alcaloïde de la famille de méthylxanthine, découverte par le chimiste allemand Friedrich Ferdinand Ring en 1819. La caféine est la substance psychoactive la plus consommée dans le monde.

La quantité de caféine dans le café varie selon la marque, mais la moyenne dans les marques communes est généralement d'environ 30-40 mg caféine/sac à café. La caféine est d'origine naturelle, substance présente dans les feuilles, les graines et les fruits de nombreuses espèces végétales d'un groupe de composés appelés triméthylxanthine. Sa formule chimique est $C_8H_{10}N_4O_2$. De plus de 63 espèces végétales dans le monde entier. , La majorité de la caféine consommée provient de sources alimentaires telles que le café, le thé, fèves de cacao et noix de cola.. La caféine est la substance psychoactive la plus consommée et peut être un stimulant doux du système nerveux central. La caféine nombre de choses ingérées par les gens. La caféine agit comme un stimulant. Il stimule le cœur, la respiration, le centre système nerveux, et est un diurétique. Son utilisation peut causer nervosité, insomnie et maux de tête. Il est physiquement addictif. La caféine ainsi extraite peut être convertie dans les articles que nous aimons dans notre vie quotidienne - sodas, cosmétiques et produits pharmaceutiques. Pilules de régime et cosmétiques entreprises sont les plus grands consommateurs de caféine. Il peut également être utilisé dans la fabrication de nettoyant pour le corps, savon, baume à lèvres, gommage pour le visage et plusieurs autres produits comme le rouge à lèvres caféine

Dans le cadre de ce mémoire nous nous sommes intéressés à l'étude de cette substance active. L'objectif principal de notre travail était l'obtention de la caféine par extraction liquide – solide (eau chaude et feuilles de thé et marc de café) suivie d'une extraction liquide-liquide (phase organique et phase aqueuse)

Ce mémoire est composé de trois chapitres:

- **La première chapitre** sera axée sur l'étude bibliographique La caféine dans les espèces végétales (café; thé; cacao....etc.) et ses méthodes extraction et les caractéristique physico-chimiques et méthode caractéristiques
- **Le second chapitre** est décrit le matériel et les protocoles expérimentaux utilisés pour l'obtention de la caféine
- **Le troisième chapitre** est consacré à la présentation et à l'interprétation des différents résultats expérimentaux obtenus
- Finalement nous clôturons notre mémoire par une conclusion générale





CHAPITRE CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Introduction

La caféine est présente dans de nombreux aliments, boissons et médicaments. Elle agit comme un stimulant du système nerveux central et du système cardiovasculaire. Il est important de connaître les propriétés physico-chimiques de sa toxicité et les méthodes d'extraction.

II. Historique

Les hommes consomment de la caféine depuis l'âge de la pierre ^[1]. Les premiers peuples ont découvert que mâcher les graines, l'écorce ou les racines de certaines plantes diminuait provisoirement la fatigue, et stimulait la vigilance ou améliorait l'humeur. C'est bien plus tard qu'il fut constaté que l'effet de la caféine augmentait en faisant tremper certains composants végétaux séchés et/ou torréfiés et broyés dans de l'eau chaude. De nombreuses cultures ont des légendes qui attribuent la découverte de telles plantes à des gens vivant il y a des milliers d'années.

La caféine, anciennement appelé guaranine, fut isolée découverte en 1819 par un chimiste allemand Friedrich Runge ^[2] et décrit en même année par les chimistes français Pierre Joseph Pelletier et Pierre Jean Robiquet. Les grains de café et décrite en 1821 par les chimistes français Pierre Joseph Pelletier et Pierre Jean Robiquet. En 1827, Oudry isola des feuilles de thé une substance qu'il dénomma «théine» et ce n'est qu'en 1838, que Gerardus Mulder et lobat ont montré que ces deux composés n'en formaient en réalité qu'un seul ^[3,4,5]. Ces deux appellations continuent pourtant d'être utilisées de nos jours.

III. La caféine dans les espèces végétales

Dans le monde végétal, la caféine est retrouvée dans plusieurs espèces végétales de différentes familles originaires d'Amérique du Sud principalement, mais aussi d'Asie et

^[1]- Caféine (en ligne). <http://fr.m.wikipedia.org/wiki/caféine> (consulté le 06 février 2015).

^[2]- B. A. Weinberg, B. K. Beale, *The World of Caffeine*, Routledge, 2002.

^[3]-Caféine (en ligne). <http://fr.m.wikipedia.org/wiki/caféine> (consulté le 06 février 2015).

^[4]- cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille 1, France.

^[5] - cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille 1, France.

d'Afrique ^[6]. La caféine est souvent accompagnée d'autres alcaloïdes, notamment des méthylxanthines comme la théobromine et théophylline. On y trouve

III.1. Le café

Le café est une plante originaire d'Ethiopie. Parmi les quatre (04) espèces existantes, *Coffea arabica* et *Coffea robusta* représentent respectivement 70 et 29% de la consommation mondiale. Au-delà des propriétés liées à la présence de la caféine, le café est utilisé dans les compléments alimentaires comme source d'acide chlorogénique, une substance présente dans les pommes de terre et les carottes.

La teneur en caféine d'une tasse de café peut varier de façon considérable selon l'origine et la composition du mélange, la méthode de préparation; même les graines issues d'une même plante peuvent présenter des différences de concentration. En fonction de la méthode de préparation,

III.2. Le thé

Tous les différents thés sont issus de la même plante *Camelia sinensis*. Les bourgeons et les jeunes tiges du théier sont ramassés, laisser oxyder à l'air quelques heures et séchés rapidement dans de grands plats chauffés. La durée de l'oxydation (appelé improprement fermentation) détermine le type de thé produit. Ainsi on distingue les thés verts qui possèdent une teneur en caféine comprise entre 110 et 180 mg/L et les thés noirs dont la teneur en caféine varie de 180-280 mg/L ^[7].

III.3. Le cacao

Le cacao est extrait à partir des fèves (graines) contenu dans la cabosse (le fruit) d'un arbre, *Theobroma cacao*. La teneur en caféine des produits à base de cacao (chocolat) varie selon leur concentration en cacao.

^[6] M. Chabaud, *La caféine*, AMPD, Languedoc-Roussillon, Montpellier, 2010.

^[7] Marian Chabaud (2010), *La caféine*, Antenne Médicale de Prévention du Dopage Languedoc-Roussillon (AMPD LR).

Une barre de chocolat au lait de 28g contient ainsi à peu près autant de caféine qu'un café décaféiné (13 mg/L) ^[8].

III.4. La noix de cola

Récoltée sur des arbres d'Afrique de l'ouest (*Cola nitida* et *Cola acuminata*), la noix de cola est la source traditionnelle de caféine dans les pays africains. Sa teneur en caféine est légèrement supérieure à celle du café. Elle se mâche pour chasser la fatigue.

III.5. Les boissons dites énergisantes

Depuis quelques années, les boissons «énergisantes» ont fait leur apparition dans les rayons des supermarchés. Les boissons « énergisantes» ou « stimulantes» correspondent au concept anglo-saxon des «energy drinks », boissons destinées à donner un regain d'énergie à leur consommateur, c'est-à-dire une stimulation mentale et/ou physique.

Le terme « boisson énergisante » désigne tout produit se présentant sous la forme d'une boisson ou d'un concentré liquide et qui prétend contenir un mélange d'ingrédients ayant la propriété de rehausser les niveaux d'énergie et de vivacité, excluant les boissons pour sportifs ^[9,10]. Ces boissons auraient vues le jour en Écosse en 1901 où elles étaient commercialisées sous le nom de « Iron Brew ».

L'ingrédient principal de ces boissons est la caféine souvent accompagnée de diverses autres substances tels que la taurine, le D-glucuronolactone ainsi que des vitamines du groupes B qui contribueraient supposément à leur effet stimulant.

^[8]-La caféine dans les aliments- Additifs alimentaires (en ligne). <http://www.cs-hc.gc.ca> (consulté le 14 novembre 2014).

^[9]-Laurie Plamondon (2011), Les boissons énergisantes: entre menace et banalisation, collection TOPO, Numéro 2, Institut National de Santé Public du Québec, Québec.

^[10]-Joel Rotstien, Jennifer Borber, Carl Strowbridge, Stephen Hayward, Rong Huang et Samuel Benrejeb Godefroy, Guin (2013). Boissons énergisantes: une évaluation des risques potentiels pour la santé en contexte canadien. *Int. Food risk. J.*, vol 3 page 1-37.

IV. Propriétés physico-chimiques

IV.1. Propriétés physiques:

- ✚ La caféine se présente sous forme de poudre blanche ayant un goût extrêmement amer (**Figure I.1**)
- ✚ La masse molaire de la caféine est égale à : 194 g/mol
- ✚ Le pourcentage des différents composants est illustré ci-dessous

Tableau I.1: Le pourcentage des différents composants est illustré ci-dessous

Hydrogène	Carbone	Azote	Oxygène
5, 16 %	49, 48 %	28, 86 %	16, 50 %



Figure I.1: caféine à l'état pur

IV.2. Propriétés chimiques

La caféine est stable dans les milieux acides et basiques, elle se présente sous forme d'une base faible et peut réagir avec des acides pour donner des sels, cependant dans une solution aqueuse neutre, elle n'est pas ionisée. Elle absorbe dans l'UV avec un maximum d'absorption à $\lambda = 274$ nm. La caféine sous forme protonée, est beaucoup plus stable que sous forme nonprotonée (**Tableau I.2**)

La caféine (C₈H₁₀N₄O₂) ou 1,3,7-triméthylpurine-2,6-dione ou encore 1,3,7-triméthyl-1H-purine-2,6(3H,7H)-dione, naturellement présente dans le café, est un alcaloïde de la famille des méthylxanthines qui comprend également la théophylline et la théobromine [11,12,13]. Dans sa forme pure, elle se présente comme un solide inodore, blanc ayant la forme

[11]-Anne-Amandine Decroix (2009), Stabilité physique et désordre orientationnel dans un cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille I, France.

194.19 g/mol. En raison de sa polarité modérée, sa solubilité est faible dans l'eau et les solvants organiques [1,2]. Une représentation schématique de la molécule est proposée à la (Figure I.2)

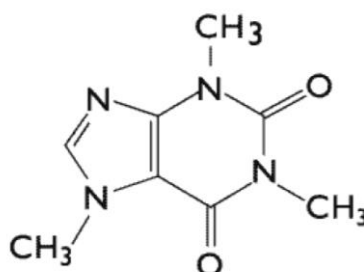


Figure I.2: Molécule de la caféine

Tableau I.2: Propriétés chimiques

Nom	Caféine
Nom chimique	1, 3, 7-triméthylxanthine ou 1, 3, 7-triméthyl-1H-purine-2, 6-dione [3]
Famille chimique	Méthylxanthine
Formule chimique	C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂
Masse molaire	94,19 g/mol
Température de fusion	238 °C
Température de sublimation	178 °C
Aspect	poudre blanche, inodore et de goût amer
Solubilité	bonne solubilité dans les solvants organiques tels que le chloroforme, le dichlorométhane, l'acétate d'éthyle
Solubilité dans l'eau	variable selon la température. de 21,7 g/L à 25 °C, elle augmente progressivement avec la température de l'eau, jusqu'à 455 g/L à 65 °C

[1]-Marian Chabaud (2010), La caféine, Antenne Médicale de Prévention du Dopage Languedoc-Roussillon (AMPD LR).

[2]-Constance BEGUERIE (2014). Boissons dites « énergisantes»: composition et conséquences sur la santé des consommateurs, Thèse de docteur en Pharmacie, Université de Bordeaux, France.

[3]- bryant j. suicide by ingestion of caffeine.archpathollab med 1981;105:685-670.

La caféine est un alcaloïde de la famille des méthylxanthines tout comme la théophylline, la théobromine et la para xanthine. Ces trois molécules sont des dérivés de la xanthine, elle-même dérivée de la purine. Une présentation schématique de ces molécules est présentée sur la (**figure I.3**)

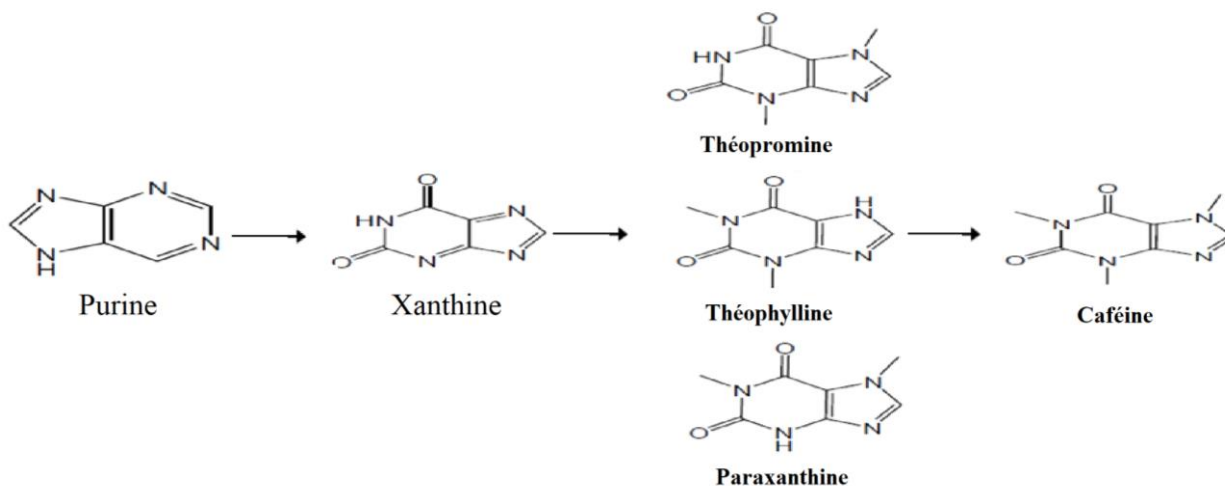


Figure I.3 : Présentation de Purine, xanthine, théophylline, paraxanthine et caféine.

V. Synthèse de la caféine

La structure de la caféine (**Figure I.4**) a été élucidée vers la fin du XIXe siècle par Hermann Emil Fischer qui a été également le premier à en réussir la synthèse totale ^[17]. Fischer sera d'ailleurs récompensé par le Prix Nobel de chimie de 1902 en partie pour ce travail. Le caractère aromatique de la caféine est dû au fait que les atomes d'azote y sont essentiellement plans. La caféine n'est généralement pas synthétisée car elle est déjà disponible en grande quantité en tant que sous-produit de la décaféination ^[18]. On peut cependant la synthétiser à partir de la diméthylurée et de l'acide malonique ^[19]. La caféine peut être synthétisée par une méthode simple, rapide, efficace et nouvelle. La plupart des intermédiaires ainsi que la caféine ont été produits avec des rendements élevés dans des conditions douces. Les IR et RMN des produits intermédiaires et le produit final assorti avec les spectres de la littérature

^[17]- H. J. Théel, *The Nobel Prize in Chemistry*, The Nobel Foundation, **1902**.

^[18]- S. Tilling, *Crystalline caffeine*, Bristol University, **2009**, <http://www.chm.bris.ac.uk/webprojects/2001/tilling/synthesis.htm>.

^[19]- T. Wilson et N. J. Temple, *Beverages in Nutrition and Health*, Humana Press, p. 427, **2004**.

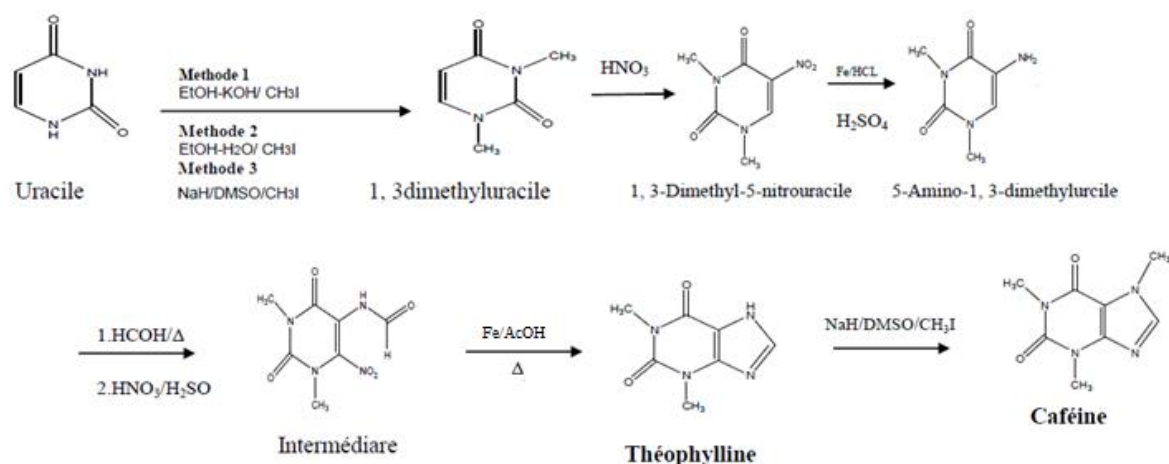


Figure I.4: Synthèse de la caféine

VI. Abondance naturelle de la caféine et de ses dérivés

La présence de caféine a été détectée dans 63 espèces végétales, comme le grain de café, le thé, la noix de cola ou la graine de guarana...etc, où elle joue le rôle de pesticide naturel, en particulier dans les plantules dont le feuillage est en cours de développement et qui n'ont pas encore mis en place de mécanisme de protection; la caféine entraîne la paralysie voire la mort de certains insectes qui se nourrissent de la plante. Comme par exemple le médicament panadol, La Théophylline de marque Cylmin...etc. (Figure I.5)

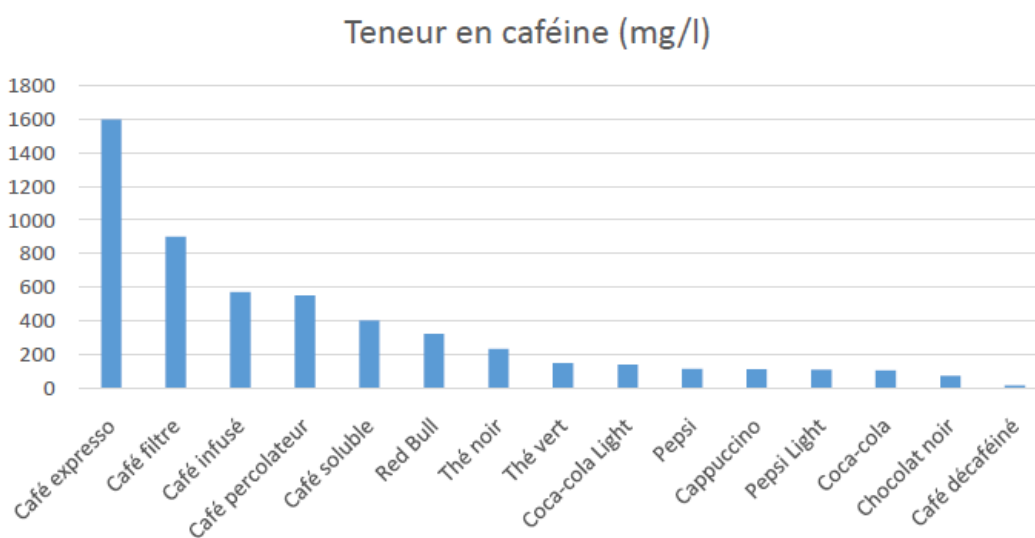


Figure I.5: Diagramme du teneur en caféine des différents aliments et boissons

VII. Les applications de la caféine

L'utilisation de la caféine la plus répandue au niveau thérapeutique, réside dans le traitement de l'apnée du nouveau-né. Il a été démontré que la caféine est plus performante que la théophylline pour traiter ce type d'affection. Par contre, la théophylline est plus souvent utilisée que la caféine dans les traitements de troubles respiratoires tels que l'asthme [20,21]. La caféine est également utilisée en fécondation in vitro car elle permet d'augmenter la mobilité des spermatozoïdes, après leur décongélation. Par ailleurs, la caféine entre dans la composition de différentes préparations pharmaceutiques, parfois dites de confort, incluant des stimulants, des analgésiques, des diurétiques, des coupe-faim,...etc. On retrouve aussi de la caféine dans des préparations pour les traitements de l'acné (et autres problèmes de peau), de l'obésité, de certaines allergies, ou encore de l'hyperactivité chez l'enfant [22,23]. La caféine peut inhiber ou potentialiser les effets de quelques médicaments mais aussi protéger l'organisme contre certains de leurs effets toxiques [24]. De même, à fortes doses, cet alcaloïde accroît le pouvoir anti tumoral de certaines substances [25].

Dans le milieu médical, la caféine est également utilisée pour mettre en évidence certains troubles hépatiques [26,27], ainsi que l'hyperthermie maligne. Parallèlement, la caféine demeure une molécule modèle en recherche biomédicale et pharmacologique [28]. De par ses effets stimulants, la caféine a également été utilisée pour améliorer les performances sportives [29,30]. Bien que les études sur ce sujet aient donné des résultats assez contradictoires, la caféine a néanmoins été ajoutée à la liste officielle des produits interdits dans le sport du Comité International Olympique [31]. L'agro-alimentaire est le deuxième domaine d'application de la caféine [32,33]. Son goût amer caractéristique en a fait une des principales substances de référence pour les tests organoleptiques. La caféine est utilisée comme agent de flaveur en

[20]- B. Stavric, *Pood Chem. Toxicol.*, 26, 541-565, 1988.

[21]- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[22]- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[23]- M.J.Arnaud, *Prog. Drug Res.*, 31, 273-313, 1987.

[24]- G. Debry, *Le café et la santé*, John LibbeyEurotext, p. 200-211, Paris, 1993.

[25]- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[26]- M. Berode, M. A. Boillat, M. P. Guillemin, M. M. Wu, H. Savolainen, *Pharmacol. Toxicol.* 67, 41-46, 1990.

[27]- E. Tanaka, A. Ishikawa, S. Misawa, *Pharmacol. Toxicol.* 70, 177-180, 1992.

[28]- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[29]- G. Debry, *Le café et la santé*, John LibbeyEurotext, p. 200-211, Paris, 1993.

[30]- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[31]- M. Carbó, J. Segura, R. DE LA Torre, *Science & Sports*, 4, 7-13, 1989.

[32]- M.J.Arnaud, *Prog. Drug Res.*, 31, 273-313, 1987.

[33]- I.F.T.E.P.F.S.N., Institute of Food Technologists' Expert Panel on Food Safety and Nutrition, *Food Technol.*, 37, 87-91, 1983.

alimentaire. Si on la retrouve en confiserie et en pâtisserie, c'est essentiellement dans les boissons de type soda (Coca-cola, Pepsi-Cola,...) que cette substance est ajoutée, plus pour ces effets stimulants que pour ses caractéristiques organoleptiques [34,35]. Ainsi, environ 9.5 % de la caféine contenue dans une boisson à base de cola est exogène [36]

VIII. Utilisations de la caféine

Quelques exemples de l'expérience avec la consommation de caféine comprennent [37] :

- Surmontant la privation de sommeil : la caféine peut augmenter la vigilance et réduire la somnolence.
- Acuité mentale : la caféine est cependant d'amplifier la concentration et la mémoire temporaire de travail.
- Performance matérielle : la caféine peut augmenter la performance matérielle, réduisant la perception de la douleur musculaire et augmentant l'énergie.
- Soulageur de mal de tête : les vaisseaux sanguins dilatent souvent pendant un mal de tête et comme vasoconstricteur, la caféine est vraisemblablement utile pour soulager des maux de tête.

La caféine peut également jouer un rôle préventif dans le développement de la maladie de Parkinson et de la maladie d'Alzheimer. Les études ont expliqué que la consommation régulière et modérée de la caféine peut éviter des calculs biliaires.

IX. Les méthodes d'analyse

Les extractions sont parmi les méthodes les plus utilisées en analyse pour séparer les mélanges. Elles reposent sur la différence d'affinité d'un soluté entre deux phases non-miscibles entre elles. Nous donnons ici le principe de l'extraction liquide-liquide qui permet de transférer un soluté d'une phase liquide à une autre phase liquide non-miscible à la première. Et ici nous touchons à plusieurs façons d'extraire.

[34]- M.J.Arnaud, *Prog. Drug Res.*, 31, 273-313, 1987.

[35]- G. Galasko, I. Furman, E. Alberts, *Food Chem. Toxicol.* 27, 49-51, 1989.

[36] J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, 1991.

[37]- <http://www.rochester.edu/uhs/healthtopics/nutrition/files/Caffeine.pdf>

IX.1. Méthode d'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une méthode de purification basée sur la différence de solubilité d'un soluté dans deux phases non miscibles. En chimie organique, on utilise habituellement une phase aqueuse et une phase organique.

IX.1.1. Principe de l'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide ^[38] est un procédé hydro- métallurgique qui doit son origine à la chimie analytique dont les méthodes d'identification des espèces en solution sont fondées sur des techniques de séparation. Plus précisément, elle permet la séparation de deux ou plusieurs constituants d'un mélange en mettant à profit leur distribution inégale entre deux liquides pratiquement non miscibles. Le passage de l'espèce à extraire de la phase aqueuse vers la phase organique se fait par mélange intime entre les deux phases. La phase organique (ou solvant) se compose d'une ou plusieurs molécules extractantes dissoutes dans un diluant organique. La phase aqueuse comporte un ou plusieurs cations métalliques qui seront plus ou moins extraits en phase organique par formation de complexes organosolubles avec l'extractant.

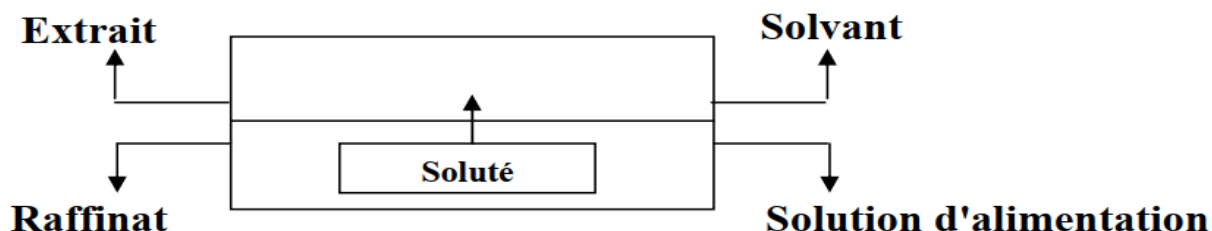


Figure I.6 : Schéma de principe de l'extraction liquide-liquide

IX.1.2. Mise en œuvre ^[39]

On agite l'ampoule doucement de sorte que l'excès de tension de vapeur se développe lentement, renversée et on ouvre le robinet afin de libérer l'excès de pression. Le robinet est de nouveau fermé, l'ampoule à décanter est agitée, et la pression interne libérée

^[38] K. S. Ehrlich, M.A. Jackson et al, ann. int. med., 110,710 (1989)

^[39] <http://www.gfev.univ-tln.fr/ternaire/extraction.htm>

Lorsque l'atmosphère à l'intérieur de l'ampoule à décanter est saturée de vapeur de solvant, c'est-à-dire que l'air n'est plus expulsée, on agite vigoureusement pendant 2 à 3 minutes pour assurer le maximum possible de transfert de la substance à extraire dans la phase organique. On s'assure qu'il n'y a plus de pression additionnelle, on enlève le bouchon et on laisse reposer afin de permettre la séparation du mélange. Quand deux couches nettement définies se sont formées, on laisse s'écouler la couche inférieure en la séparant aussi complètement que possible. Les volumes disponibles vont de quelques litres à quelques millilitres. La partie sphérique assure un bon mélange des composés liquides, la partie droite permet, après décantation, une séparation relativement fine des différentes phases. Le schéma suivant (Figure I.7) récapitule les étapes de l'opération d'extraction :

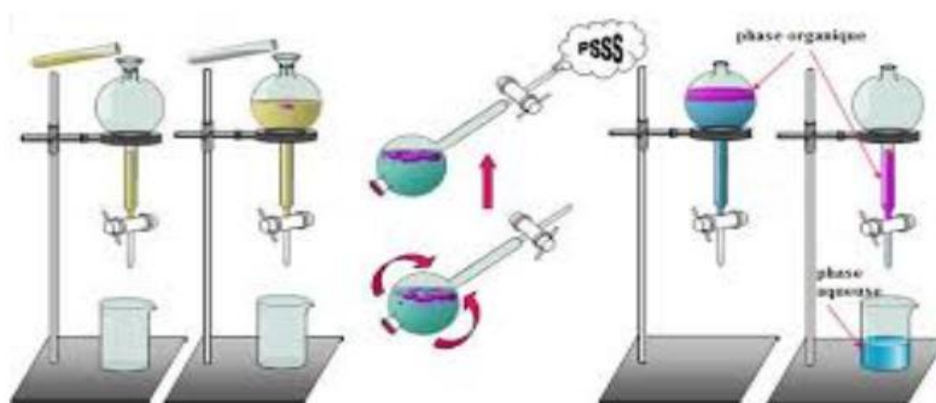


Figure I.7: Les étapes de l'extraction liquide /liquide

IX.2. Méthode d'extraction solide- liquide

L'extraction ^[40] solide-liquide est un phénomène lent qui permet d'extraire une substance présente dans un solide pour la faire passer dans un solvant liquide. Dans les laboratoires de chimie on utilise souvent des appareils plus efficaces, comme l'extracteur de Soxhlet ou l'extracteur de Kumagawa. Les laboratoires de chimie analytique et les entreprises qui fabriquent des parfums utilisent des pilotes d'extraction solide- liquide discontinue (soxhlet) pour augmenter leurs rendements d'extraction et gagner plus de temps.

^[40] Deltalab, [https:// www.deltalab-smt.com/fr/ genie-desprocedes/chimie/mp1035/ extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html](https://www.deltalab-smt.com/fr/genie-desprocedes/chimie/mp1035/extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html).

IX.2.1 Principe de fonctionnement ^[41]

L'extraction solide - liquide est un procédé semi-continu, couplant une distillation avec une cartouche de type « Soxhlet » contenant le produit solide imprégné d'un principe actif (soluté) à extraire par dissolution dans un solvant chaud. La colonne de distillation génère des vapeurs de solvant qui sont condensées, ce solvant pure chaud alimente la cartouche contenant le solide inerte et le soluté. Lorsque la cartouche est pleine, la solution obtenue (solvant et soluté) se vide automatiquement par siphonage (lixiviation) puis retourne dans le bouilleur où le solvant est de nouveau porté à l'ébullition. La lixiviation peut également être opérée par passage continu du solvant ou par vidanges manuelles successives. Le solvant peut être également alimenté en une seule « passe » pour l'infusion puis l'extrait obtenu est soutiré manuellement

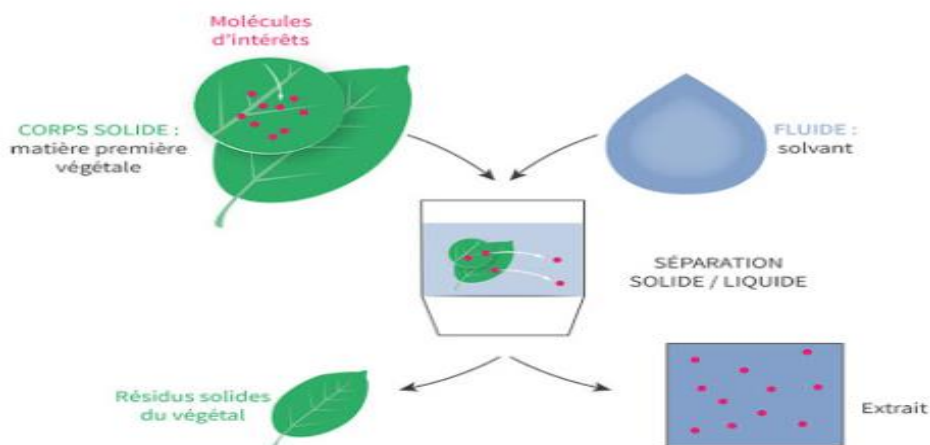


Figure I.8: Représentation schématique de L'extraction solide-liquide

IX.2.2. La macération

On laisse séjourner à froid une matière végétale dans un solvant organique (éthanol, cyclohexane, huile, éther, ...) ou bien l'eau. Les espèces chimiques contenues dans la substance solide et solubles dans le solvant choisi sont alors extraites (**figure I.9**)

^[41] Deltalab, https://www.deltalab-smt.com/fr/genie-desprocedes/chimie/mp1035/extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html.

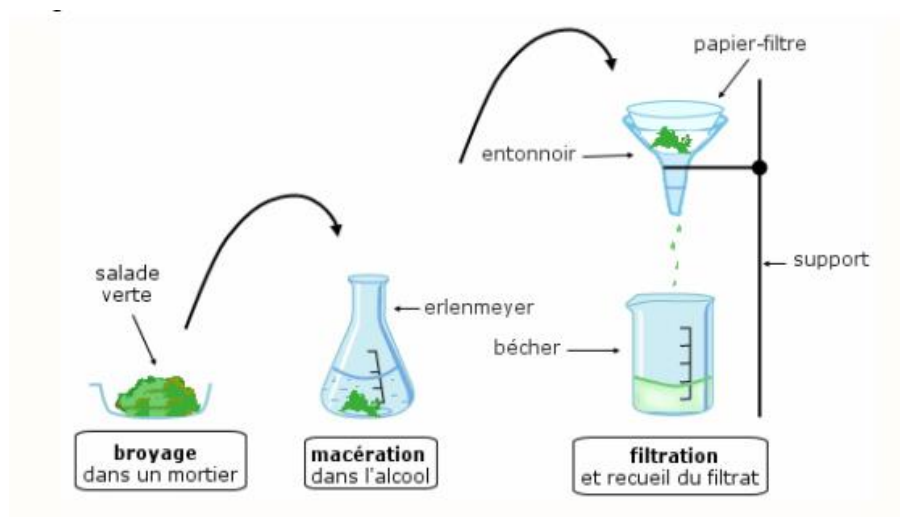


Figure I.9 : Représentation schématique de La macération

IX.3. Méthode d'extraction infusion

IX.3.1. définition ^[42]

L'infusion est une méthode d'extraction des principes actifs ou des arômes d'un végétal par dissolution dans un liquide initialement bouillant que l'on laisse refroidir. Le solvant n'est pas nécessairement de l'eau, il peut être également une huile ou un alcool.

X. Les méthodes caractéristiques

X.1. Point de fusion

C'est la température à laquelle une substance passe de l'état liquide sous la pression atmosphérique. Cette valeur, notée T_f est caractéristique d'un composé et permet d'en vérifier sa pureté, la présence d'impuretés dans le composé entraînent une diminution de la température de fusion.

X.2. Détermination de la structure par la spectroscopie

^[42] Marília Locatelli Corrêa-Ferreira, Guilhermina Rodrigues Noleto et Carmen Lúcia Oliveira Petkowicz, « Artemisia absinthium and Artemisia vulgaris: A comparative study of infusion polysaccharides », Carbohydrate Polymers, vol. 102, février 2014, p. 738-745

La spectroscopie **IR** est une technique d'analyse permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans un échantillon et d'en caractériser les groupements moléculaires afin d'obtenir de nombreuses informations sur la conformation et les éventuelles interactions.

La spectroscopie vibrationnelle est un outil d'analyse qui permet de déterminer la composition chimique d'une substance (*solide, liquide ou gaz*) par l'interaction entre une onde électromagnétique excitatrice et les liaisons moléculaires qui la composent. Elle fournit des informations qualitatives et quantitatives de l'échantillon étudié.

X.3. Les modes de vibrations moléculaires

Les vibrations moléculaires dépendent de la géométrie de la molécule, des atomes qui la composent et de la nature des liaisons entre les atomes. En étudiant ces vibrations, on est par conséquent capable d'extraire des informations sur la structure de la molécule. Ceci forme la base de la spectroscopie vibrationnelle.

Les vibrations simples peuvent être classées en deux grands groupes : les vibrations d'élongation (*stretching*) et les vibrations de déformation (*bending*) et qui se déclinent en fonction de leur symétrie.

X.3. 1. Élongation

Appelée aussi *vibration de valence* ou "*stretching*", ce mode concerne la vibration de la molécule le long de l'axe des liaisons. Ce mouvement implique une variation de la distance interatomique.

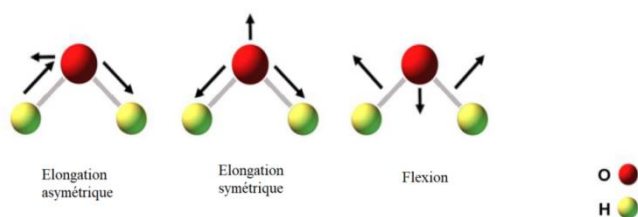
Les vibrations d'élongation sont représentées par «*v*». Ces vibrations se situent dans la région du spectre allant de **4000 à 1000 cm^{-1}** . Ce mode de vibration peut être *symétrique* ou *asymétrique*:

- *Vibration symétrique (ν_s)*: C'est une vibration avec conservation de la symétrie moléculaire.
- *Vibration asymétrique (ν_{as})*: C'est une vibration avec une perte d'un ou plusieurs éléments de symétrie de la molécule ce qui exige plus d'énergie

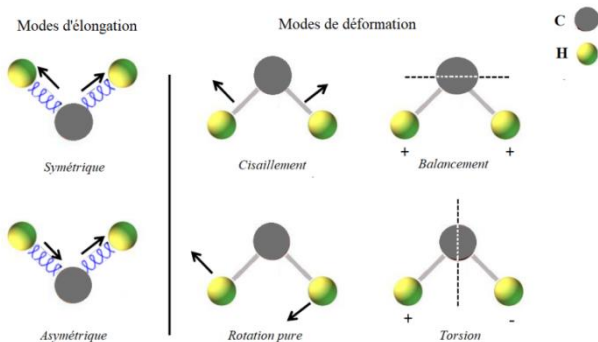
$$\nu_{as} > \nu_s$$

X.3. 1. Déformations dans et hors du plan

La (Figure I.10) présente les modes de vibrations fréquemment rencontrés en spectroscopies vibrationnelles pour deux molécules H_2O et CH_2 :



Des différents modes de vibration de H_2O



Des différents modes de vibration de CH_2

Figure I.10: Les modes de vibrations moléculaires des molécules H_2O et CH_2 .

Les vibrations de déformations sont d'intensité plus faible que celle d'élongation. Elles sont nombreuses et beaucoup plus sensibles à l'environnement car elles ont besoin pour se produire d'un volume plus important et risquent donc d'être entravées par la présence d'atomes voisins.

X.4. Principe de la spectroscopie IR

Les régions du proche **IR** et du lointain **IR** ont suscité un certain intérêt et ont été utilisé dans plusieurs études. Cependant, le moyen **IR** reste le plus adapté et le plus utilisé pour l'étude de la composition moléculaire d'un échantillon.

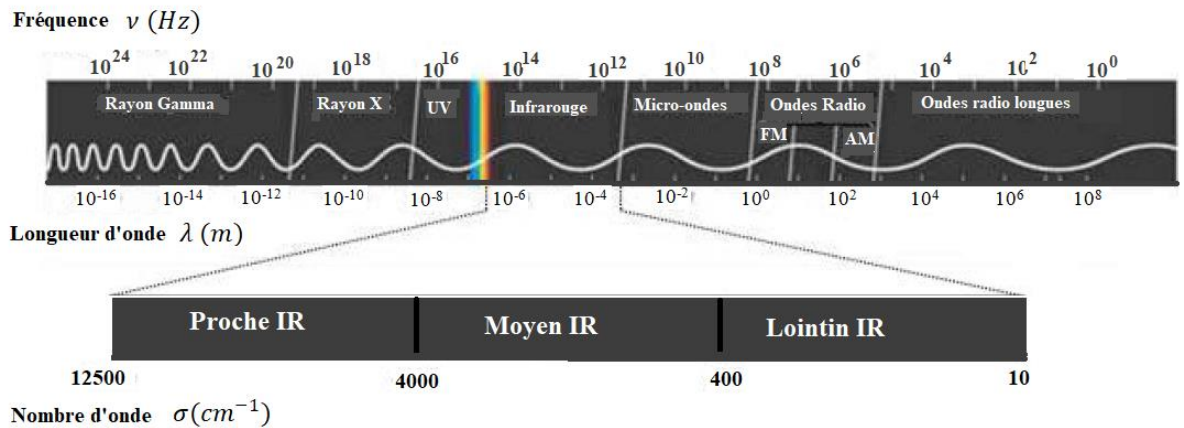


Figure I.11: Domaines de l'IR dans le spectre électromagnétique Spectromètre IRTF

Un spectromètre **IRTF** comporte essentiellement 5 parties comme montré dans la (**Figure I.12**) Une source lumineuse polychromatique, type Globar

- ✓ Un interféromètre, un dispositif permettant de moduler le signal et générer les interférences
- ✓ Un compartiment échantillon
- ✓ Un détecteur ou capteur photosensible
- ✓ Un convertisseur analogique numérique qui interroge le détecteur à des intervalles réguliers et transforme le signal analogique en un signal numérique manipulable par le système informatique.

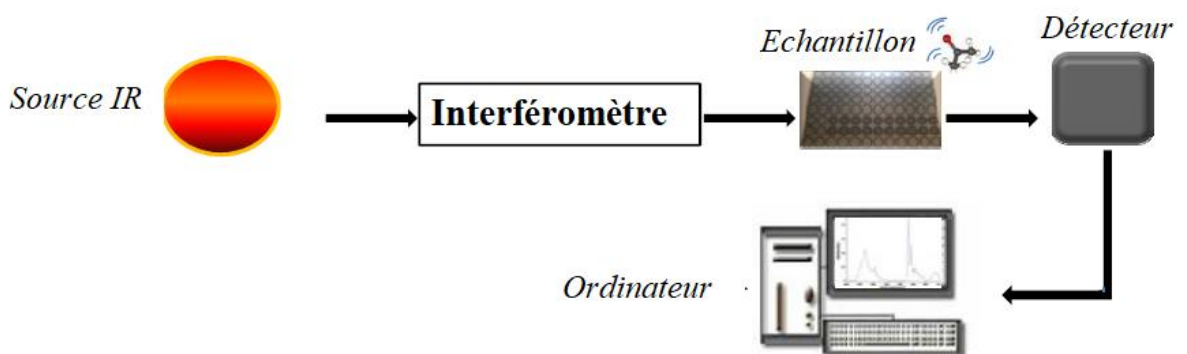


Figure I.12: Schéma représentant les principaux éléments d'un spectromètre IRTF

Deux modes de mesure sont généralement possibles en spectroscopie **IR** : la transmission et la réflexion (**Figure I.13**).

En mode « *transmission* », le faisceau infrarouge passe à travers l'échantillon et l'énergie provenant de ce dernier est mesurée. Le signal est recueilli et envoyé au détecteur. En effet, avant l'échantillon, l'intensité de la lumière est I_0 . Elle est égale à I après avoir traversé l'échantillon. On obtient alors une *transmission* $T = I/I_0$. L'absorbance est donc :

$$A = -\log T = \log\left(\frac{I_0}{I}\right)$$

Ce mode de mesure nécessite l'utilisation de supports transparents dans le moyen infrarouge et peu absorbant. Il en existe une multitude parmi ceux-ci, le *fluorure de calcium* (CaF_2), le *bromure de potassium* (KBr), le *sélénure de zinc* ($ZnSe$), le *fluorure de baryum* (BaF_2) et le *germanium* (Ge). Avant toute mesure, une référence doit être enregistrée sur le support vide.

- En mode réflexion, la lumière infrarouge est réfléchi par l'échantillon. Le rayonnement incident est collecté par la même optique et ensuite acheminé vers le détecteur. Dans cette configuration, le signal est alors exprimé en % de réflexion par rapport au "100% de réflexion" obtenu en présentant un échantillon de "référence" considéré comme réfléchissant à 100% (par exemple : miroir en *or* ou en *argent*). Sur des échantillons de surface non homogène ou rugueuse, ou de poudres, il s'agit alors de réflexion "*diffuse*". Sur des échantillons polis ou de surface très plane, la réflexion "*spéculaire*" est largement prépondérante (*comportement miroir*), le faisceau réfléchi est monodirectionnel (**Figure I.13**)

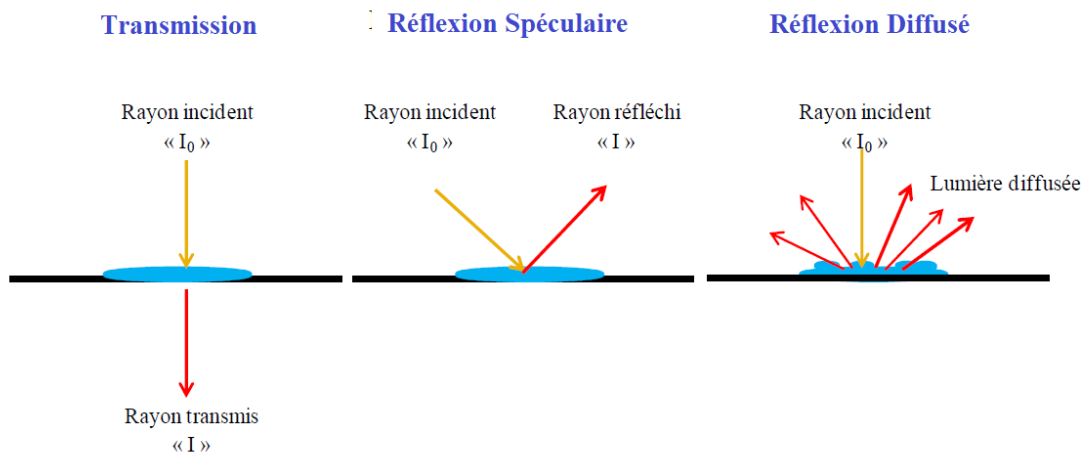


Figure I.13: Schéma simplifié des modes d'acquisition spectrales en spectroscopie IR.

X. 5. Génération d'un spectre IRTF

Un spectre infrarouge est obtenu selon les étapes illustrées dans la (**Figure I.14**):

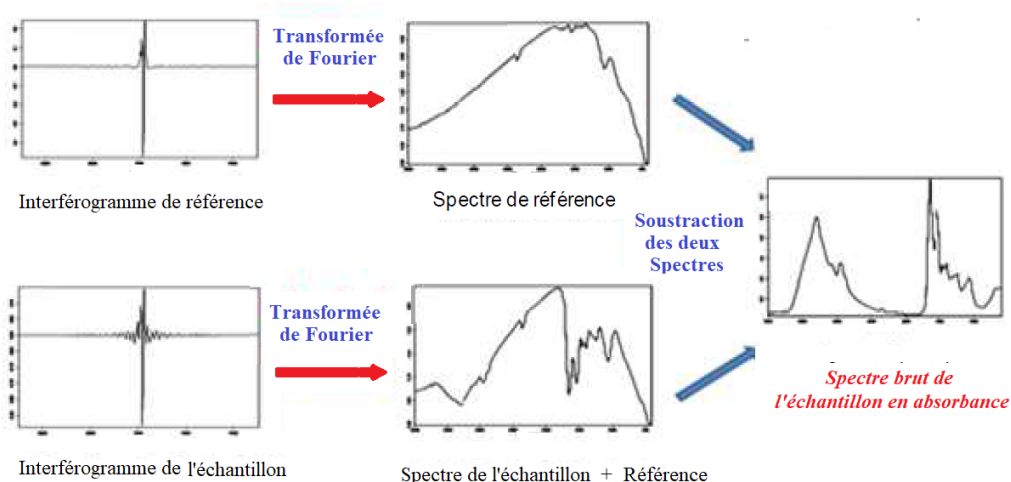


Figure I.14: Schéma montrant les étapes de l'obtention d'un spectre IRTF

La première étape est l'enregistrement d'un interférogramme de référence sur le support porte-échantillon (spectre de référence), ensuite le spectromètre procède à l'enregistrement d'un interférogramme simple-faisceau de l'échantillon à analyser. Ces deux signaux sont ensuite transformés par l'équation mathématique de transformée de Fourier en spectres. Le spectre infrarouge de l'échantillon est obtenu après la soustraction des deux spectres [(spectre (échantillon+ référence) –spectre de référence)].

Le spectre *IRTF* a la caractéristique de fournir des informations *qualitatives* et *quantitatives* de l'échantillon analysé :

- ✓ *Informations qualitatives* : L'échantillon absorbe à des longueurs d'onde précises et qui sont caractéristiques des groupements chimiques qui le composent.
- ✓ *Informations quantitatives* : L'intensité d'absorption à une longueur d'onde précise est proportionnelle à la concentration du groupement chimique qui est à l'origine de cette absorption (mesure de l'aire du pic caractéristique).

X.6. Résolution spectrale

Ce paramètre est illustré sur la (**Figure I.15**). Un écart « d » entre deux bandes sur l'échelle des nombres d'onde est observable lorsqu'une modulation périodique de « $1/d$ » est constatée sur l'interférogramme : pour obtenir une séparation correcte de « d » entre deux bandes dans le domaine des nombres d'onde, il faut au minimum mesurer l'interférogramme sur une distance $D=1/d$

La résolution spectrale est un paramètre très important qui définira la précision du signal enregistré. C'est-à-dire, plus la résolution est grande, plus le spectre est bien défini. On observera alors le maximum de détail de l'enregistrement. La résolution (en cm^{-1}) est liée au parcours du miroir mobile et est donc un paramètre que l'on réglerá selon le type de précision d'analyse que l'on désire. L'appareil effectue une mesure tous les $X \text{ cm}^{-1}$ du spectre infrarouge. X est définie en début de mesure.

Exemple : pour une résolution spectrale de 4 cm^{-1} il faudra au minimum un déplacement du miroir mobile de $0,25 \text{ cm}$.

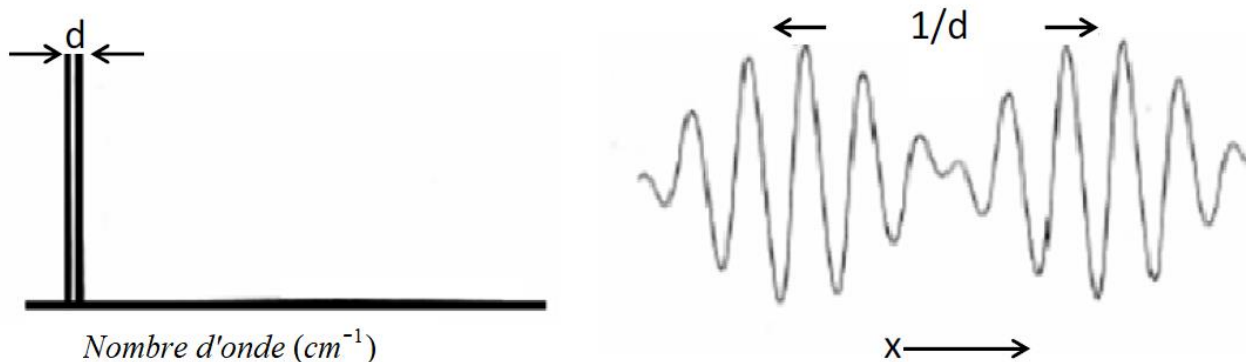


Figure I.15: Distance « d » entre deux signaux spectraux et l'interférogramme Correspondant.

X. Conclusion:

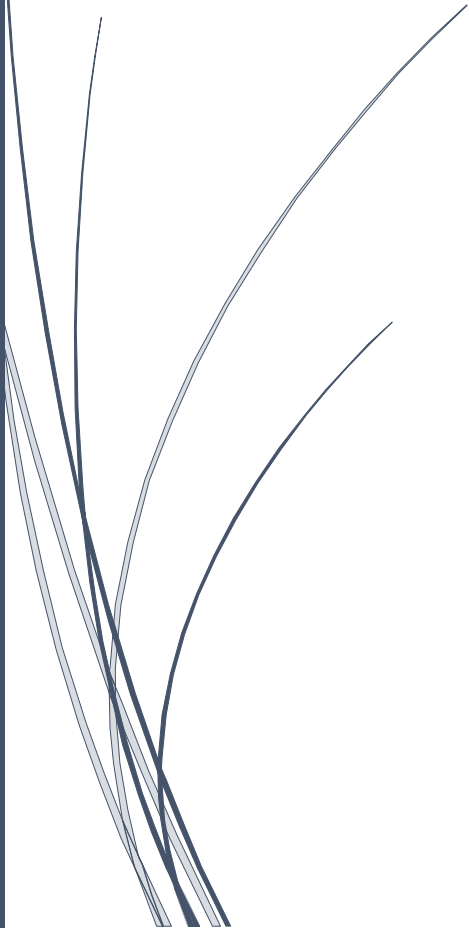
Analyse bibliographique nous a permis dans un premier temps de rassembler toutes les informations concernant la caféine. Cette molécule naturellement produite par une soixantaine de végétaux dont le caféier et le thé. est un alcaloïde dérivé de la xanthine. Ses caractéristiques physico-chimiques sont bien définies. Enfin, il existe diverses méthodes de dosage de la caféine et de ses dérivés caféine est surtout connue pour ses propriétés stimulantes du système nerveux central.

L'effet excitant qu'elle procure a d'ailleurs largement concouru au succès de boissons telles que le café, le thé ou les colas. Les incidences de l'absorption de caféine sur le comportement et la santé de l'homme sont connues, mais ses mécanismes d'action n'ont pas tous et élucidés. Néanmoins, on reconnaît aujourd'hui que la consommation modérée de caféine est sans réel danger pour l'homme.

A dark blue vertical bar on the left side of the page, with a blue arrow pointing to the right, overlapping the bar.

CHAPITRE I CHAPITRE II

EXTRACTION DE CAFIENE



I. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les différentes étapes de l'extraction de la caféine (**Figure II.1**) à partir de deux déchets solides, qui concernent l'extraction de la caféine du thé et l'extraction de la caféine du café,

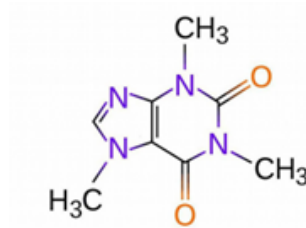


Figure II.1 : Structure chimique de la caféine.

II. Extraction de la caféine

Cette étude, deux déchets solides café (Arouma) et déchet de thé (Kamya) ont été employés comme matière première. Les étapes de l'extraction de la caféine sont représentées dans le diagramme suivant.

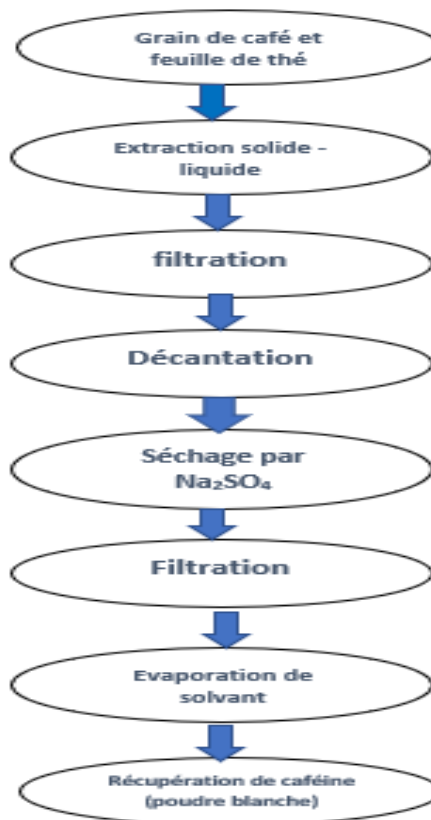


Figure II.2: Les étapes de l'extraction de caféine

II.1. Mode opératoire caféine de marc de café

II.1.1. Extraction liquide- solide

On prépare un montage de chauffage à reflux simple(**Figure II.3**). Dans un ballon de 250 ml muni d'un agitateur et d'un réfrigérant on place 15 g de grains du café et 150 ml d'eau distillée on ajoute une pierre ponce et on porte le tout à reflux durant 30 min à une température de 100°C.

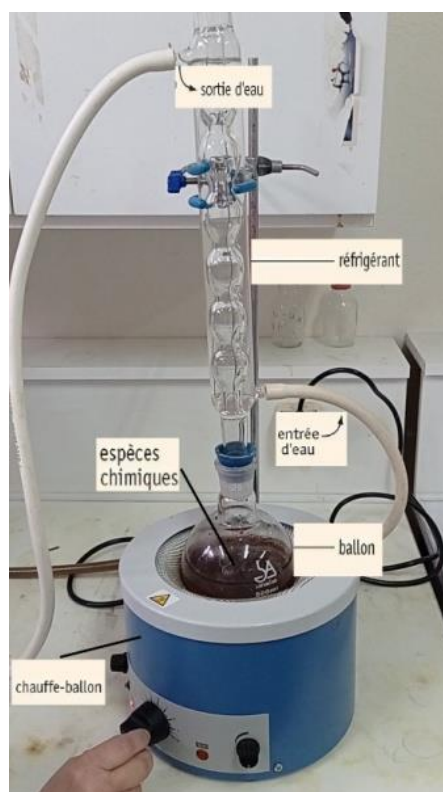


Figure II.3 : Montage de chauffage à reflux.

On refroidit sous la température ambiante (inférieure à 20°C) dans un bain de glace et on ajoute 8 g du carbonate de sodium et on filtre les grains de café.(**Figure II.4**)



Figure II.4 : Filtration de la caféine

Le filtrat contient la caféine extraite en solution dans l'eau. On place ce liquide dans une ampoule à décanter.

II.1.2. Extraction liquide -liquide (décantation)

La décantation (**Figure II.5**) est un procédé permettant la séparation de deux phases liquides non miscibles de densités différentes ; en vue de procéder à une extraction liquide - liquide. Dans la majorité des cas, l'une des phases est aqueuse, l'autre organique. La phase organique étant souvent moins dense que la phase aqueuse, excepté pour le cas des solvants halogénés. Pour séparer les deux phases, on utilise l'ampoule à décanter. On fixe un anneau à l'aide d'une noix sur un support et on place l'ampoule à décanter et on verse la solution à extraire dans l'ampoule puis on ajoute 50ml de solvant d'extraction (dichlorométhane). On ferme avec un bouchon rodé pour éviter l'évaporation du composé volatil.

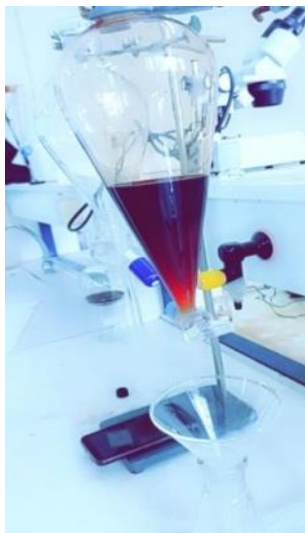


Figure II.5 : Décantation de la caféine.

On agite modérément pour minimiser la formation d'émulsions. En cours d'agitation, on laisse régulièrement échapper les vapeurs de solvant, en ouvrant le robinet après avoir retourné l'ampoule robinet vers le haut (dégazage). **(Figure II.6)**



Figure II.6: dégazage

On pose l'ampoule, on enlève le bouchon et on laisse les liquides non miscibles se séparer : les deux liquides non miscibles **(Figure II.7)** se séparent progressivement, jusqu'à ce qu'on observe deux phases bien distinctes.

On récupère la phase organique qui se trouve en dessous et on renouvelle l'opération d'extraction deux autres fois, on rassemble les phases organiques et on jette la phase aqueuse restant dans l'ampoule.



Figure II.7: Extraction de la caféine

II.1.3. Séchage de la phase organique

Le séchage d'un composé organique liquide sert à éliminer les traces d'eau que contient le produit après la synthèse.

La phase organique, qui contient la caféine, contient également des traces d'eau, difficile à évaporer. On ajoute 15 à 20 g de granules de sulfate de sodium et on continue d'ajouter jusqu'à qu'une partie des cristaux de Na_2SO_4 ajoutés ne s'agglomèrent pas. Le desséchant hydraté est éliminé par filtration et la solution obtenue est limpide.



Figure II.8: Le séchage

II.1.4. Elimination du solvant (évaporation)

On évapore le dichlorométhane à 62°C à l'aide de l'évaporateur rotatif. On obtient un solide légèrement verdâtre (présence d'impuretés, notamment de pigments comme la chlorophylle).



Figure II.9: Montage d'évaporateur rotatif.

II.2. Mode opératoire caféine de déchet de thé :

Le thé contient de la caféine que nous allons extraire en utilisant deux solvants : l'eau et le dichlorométhane. Nous allons les utiliser le fait que la caféine est plus soluble dans le solvant organique que dans l'eau, et que les deux solvants ne sont pas miscibles.

Dans un premier temps, lors de l'infusion du thé, les petites molécules polaires telle la caféine se dissolvent dans l'eau chaude et sont séparées des grosses molécules non polaires telles la cellulose, les protéines et les lipides des feuilles de thé. On sépare ensuite la caféine

de l'eau grâce à une extraction liquide-liquide et le solvant organique est ensuite évaporé pour permettre d'obtenir des cristaux, dont on mesurera la température de fusion.

II.2.1. Infusion du thé:

On infuse 15g des feuille de thé dans 150ml d'eau distillé

Placer 150 ml d'eau dans un bécher sur une plaque chauffant à un température 100 °C .on ajoute 15g de feuilles du thé



Figure II.10: Infusion du thé

On ajoute 8g de carbonate de sodium et mélangé

But(Na_2SO_4): Le séchage d'un composé organique liquide sert à éliminer les traces d'eau que contient le produit après la synthèse.

II.2.2 .Filtration

On sépare la partie solide (feuilles de thé) et le solvant (eau) qui contient des espèces chimiques dissoutes (dont la caféine). On prendra un entonnoiret utiliser du papier filtre

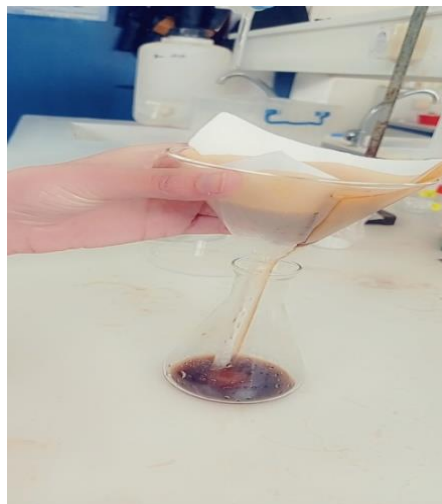


Figure II.11: Filtration de la caféine

II.2.3 .Extraction liquide-liquide

On réalise cette extraction deux fois(**Figure II.12**). On place la solution aqueuse en contact avec environ 50 ml de solvant organique (dichlorométhane) . Ces solvants ne sont pas miscibles, et comme le dichlorométhane est plus dense que l'eau il coule au fond de l'ampoule à décanter. On brasse le mélange avec l'ampoule, endégazant régulièrement.



Figure II.12 : Décantation de la caféine.

II.2.4. Séchage du solvant organique

Le solvant organique récupéré peut encore contenir un peu d'eau, on va donc le «sécher» en ajoutant quelques spatules de sulfate de sodium anhydre qui va absorber les molécules d'eau. On filtre ensuite ce solvant pour se débarrasser des grains solides ayant piégés l'eau.

II.2.5 .Évaporation du solvant

On évapore le dichlorométhane à 62°C à l'aide de l'évaporateur rotatif. On obtient un solide légèrement verdâtre (présence d'impuretés, notamment de pigments comme la chlorophylle).



Figure II.13 :Évaporation du solvant

III. Conclusion

Le thé et le café contiennent de la caféine, qui est extraite à l'aide de deux micelles : l'eau et le dichlorométhane. Nous utiliserons le fait que la caféine est plus soluble dans un solvant organique que dans l'eau, et que les deux solvants sont non miscibles. Initialement, lors de l'infusion du thé ou du café, les petites molécules polaires telles que la caféine se dissolvent dans l'eau chaude et sont séparées des grosses molécules non polaires telles que la cellulose, les protéines et les lipides des feuilles de thé ou des grains de café. La caféine est ensuite séparée de l'eau par extraction liquide-liquide et le solvant organique est ensuite évaporé pour obtenir des cristaux.





CHAPITRE II
CHAPITRE III

**RESULTAT
ET
DESCUTION**



I- Introduction

Dans cette partie, nous présentons en premier lieu, les résultats de l'extraction de la caféine qui ont été effectués au niveau du laboratoire.

II- Extraction de la caféine

Le rendement d'extraction de la caféine à partir de feuille de thé et de marc de café a été évalué par la formule suivante

$$R(\%) = \frac{\text{masse de la caféine récupérée}}{\text{masse de déchet solide utilisé}} \cdot 100$$

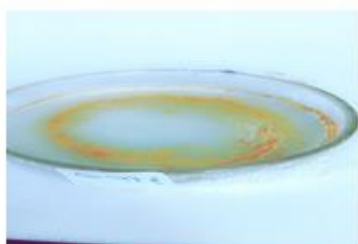
Les résultats des rendements d'extraction obtenus sont présentés dans le **Tableau III.1** suivant

Tableau III.1: rendements d'extraction de caféine

Matière	Masse de déchet (g)	Masse de caféine obtenue	Rendement %
Marc de café	15	0,28	1,87
Déchet de thé	15	0,16	1,06

Les résultats obtenus montrent que le rendement d'extraction de caféine à base de marc de café est plus élevé que celui à base de feuille de thé

Les extraits obtenus après le séchage et la purification se présentent sous forme de poudre de couleur blanche cassée pour le thé et Marrou pour le marc café



a



b

Figure III.1: photo représentant la caféine obtenue à partir de marc de café (a) et de feuille de thé (b)

III. Caractérisation de caféine obtenue

La caféine extraite du marc café et du feuille de thé est analysée par les méthodes d'analyse disponible : par la détermination de point de fusion et par spectroscopie infrarouge.

III.1. Détermination de point de fusion de caféine

Le point de fusion de notre produit recristallisé.

III .1.1.Matériel

- Thermomètre
- bécher (100 ml)
- tube capillaire
- trépied,
- bruleur bunsen
- support en fer avec serrage
- composé organique donné (Caféine),
- Huile de glycérine végétale

III.1.2.Mode opératoire

- Fermer une extrémité du tube capillaire en le chauffant sur la flamme du brûleur Bunsen. Remplir le tube capillaire d'un centimètre de long avec le composé organique (caféine).
- Détermination du point de fixation du tube capillaire avec thermomètre à l'aide d'un fil.
- En gardant à l'esprit que la base du tube capillaire et l'ampoule du thermomètre doivent être au même niveau.
- Accrocher le thermomètre avec la pince du support en fer en utilisant le filetage comme indiqué dans la (**figure III.2**)
- Nous mettre 100 ml d'huile de glycérine végétale dans un bécher
- Placez ce bécher sur le trépied. Plongez ensuite le thermomètre et le tube capillaire dans le bécher, comme indiqué dans la (**figure III.2**).
- Le thermomètre doit être complètement immergé dans l'huile de glycérine.



Figure III.2 : montage de point de fusion

Nous Prenons la température à laquelle l'acier (caféine) commence à fondre comparer à la température de fusion standard point du composé organique [234 °C -239 °C]

Les valeurs trouvées sont représentées dans le **tableau III.2**

Tableau III.2 : Point de fusion des caféines obtenues

	Caféine extraite de marc de café	Caféine extraite de feuille de thé
Point de fusion (°C)	232 °C	230°C

En comparant les valeurs trouvées avec ceux de la littérature, on a constaté qu'elles sont en bon accord ^[1]

¹ - R. H. B. Beda., P. M. Niamien., E.B. Avo Bilé, and A. trokourey, "Inhibition of Aluminium Corrosion in 1.0 M HCl by caffeine: Experimental and DFT studies", advances in chemistry, Volume 2017, Article ID 6975248, 10 pages

III.2. Spectrophotométrie Infrarouge

La Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau

III.2.1. Principe

La spectrophotométrie infrarouge est adaptée aux mesures du spectre dans la région de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} ou éventuellement jusqu'à 200 cm^{-1} . Le spectre est généralement présenté sous forme de $T=f(\gamma)$ où γ correspond au nombre d'onde en (cm^{-1}). La transmittance T étant le rapport de l'intensité du rayonnement transmise à celle du rayonnement incident.

$$T = \frac{I}{I_0}$$

- I_0 : Intensité du rayonnement incident.
- I : Intensité du rayonnement transmis.



Figure III.3: Spectrophotomètre à transformée de fourrier (FT-IR / FIR).

III.2.2. Mode opératoire

- 1- Procéder à la mise en marche du spectrophotomètre 30 minutes avant son utilisation pour assurer sa stabilité.
- 2- L'échantillon solide doit être préparé sous forme de pastille de KBr, transparent à la radiation IR. Pour cela suivre les opérations suivantes :

- Nettoyer les différents accessoires nécessaires à l'aide du chloroforme, et les laisser sécher dans l'étuve pendant quelques minutes.
- Triturer 30mg de la substance à examiner avec 100 mg de bromure de potassium (KBr) qui doit être finement pulvérisé et desséchée; ces quantités suffisent généralement pour préparer une pastille d'un diamètre de 13 mm qui doit être translucide et uniforme.
- Broyer soigneusement le mélange, étendez-le uniformément dans une matrice spéciale et soumettez-le sous vide à une pression 10 tonnes, on obtient ainsi une pastille translucide qu'on met dans le porte échantillon solide puis dans la cellule d'échantillonnage du spectrophotomètre.



Figure III.4: Presse pour passtillage

- On procède ainsi pour les produits (caféine (ligand), chlorure de cuivre(II) (Métal), complexe).

III.2.3. Analyse des caféines récupérées par spectroscopie IR

Réaliser des spectres IR pour différents échantillons solides que nous allons interpréter en vue de déterminer les différents groupements fonctionnels, c'est-à-dire identification du composé.

Les différentes bandes de vibration enregistrées sur ces figures permettent de vérifier les différents groupements fonctionnels identifiants la caféine issue de feuille de thé et de marc de café. Sont indiqués les nombres d'ondes et les types de vibration des molécules obtenues.

a. Le spectre IR du caféine de feuille de thé

Spectre FT-IR de la caféine extraite à partir de feuilles de thé est identique avec le spectre de référence sauf dans la partie entre 3200 à 3600 cm^{-1} où on distingue la présence d'une bande large caractéristique de la fonction OH des traces d'eaux. Des signaux autour de 1702 et 1658 cm^{-1} correspondant à des étirements asymétriques C=O et C=C et C=N, plusieurs groupes fonctionnels peuvent être présents dans cette région spécifique du spectre IR. Une bande fine moyenne à 1550 cm^{-1} dû à la vibration d'élongation de la fonction imine. Les bandes de vibration entre 2854 à 2922 cm^{-1} caractéristique aux carbones sp^3 . Sur le **Tableau III.4** suivant sont indiqués les nombres d'ondes et les types de vibration obtenus.

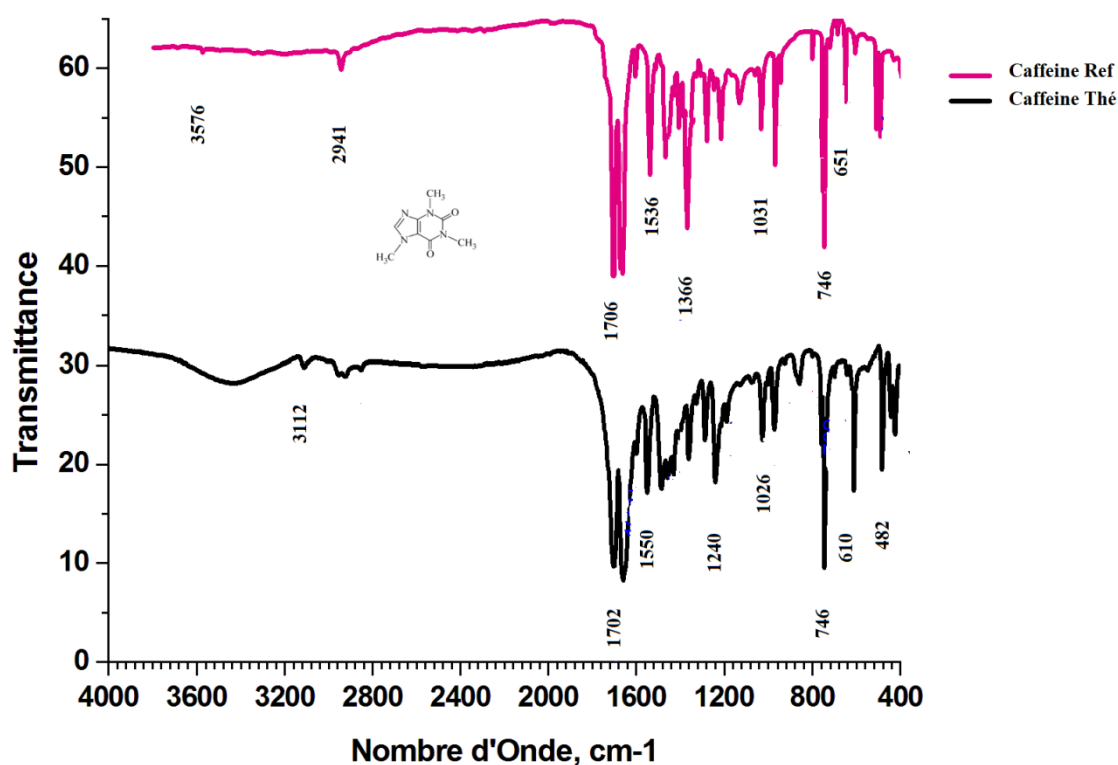


Figure III.5: Spectre infrarouge de la caféine récupérée de feuiller de thé

b. Le spectre IR du caféine de marc de café

Le spectre FTIR (**Figure-III.6**) du caféine de marc de café dans un domaine de nombre d'onde allant de 400 à 4000 cm^{-1} . Le composé a été préparé sous forme de pastilles de KBr. Etant donné que le bromure de potassium ne présente aucun pic dans le

domaine exploité, toutes les bandes de vibrations enregistrées sont par conséquent propres au composé

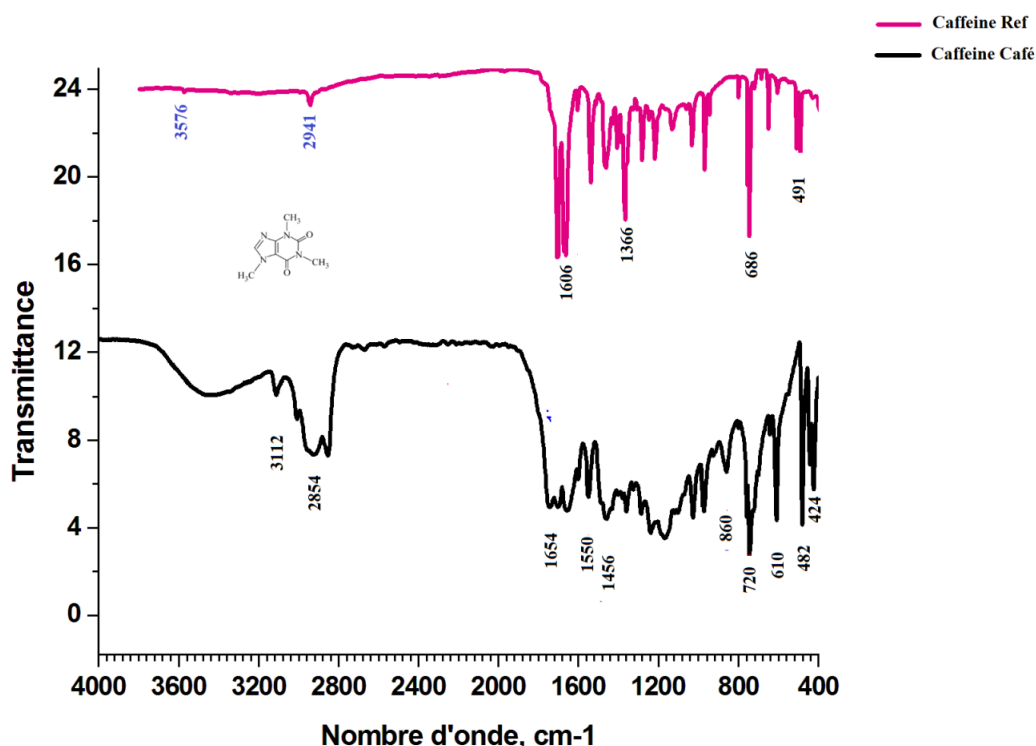


Figure III.6: Spectre infrarouge de la caféine récupérée de marc de café

- *Vibrations la molécule d'eau:*

Spectre FT-IR de la caféine extraite à partir de feuilles de thé est identique avec le spectre de référence sauf dans la partie entre 3200 à 3600 cm^{-1} où on distingue la présence d'une bande large caractéristique de la fonction OH des traces d'eaux.

- *Elongation de doubles liaisons*

Le spectre IR présente également des fréquences d'étirement asymétriques, à savoir C=O et C=C et C=N, dans la région 1702 et 1654. Plusieurs groupes fonctionnels peuvent être présents dans cette région spécifique du spectre IR.

- *Fonction imine*

On observe deux bandes d'intensité fine moyenne observées à 1550 qui sont associées aux vibrations d'élongation de la fonction imine

- *Vibrations le groupe CH₃*

Les bandes de vibration dans la région 2854 à 2922 cm⁻¹ caractéristique aux carbones sp³

c. Comparaison entre des deux caféines

Caféine extraite a été également analysée par spectroscopie infrarouge. Les spectres obtenus sont reproduits sur les **figure III.7 et 8**

Les différentes bandes de vibration enregistrées sur ces figures permettent de vérifier les différents groupements fonctionnels identifiants la caféine issue de feuille de thé et de marc de café ; sur le tableau **III.3**. Sont indiqués les nombres d'ondes et les types de vibration des molécules obtenues.

L'existence de ces différentes bandes d'adsorption témoigne de la présence des groupements fonctionnels caractérisant la caféine. Il apparaît que les nombres d'ondes des différentes vibrations des deux caféines récupérées sont très proches.

Tableau III.3: Les nombres d'ondes et les types de liaison des différentes vibrations des molécules de caféine extraite

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Liaison ou Groupe	Type de vibration	Caféine
3112	HC=	Elongation	Feuilles de Thé
3112			Marc de café
2922	CH ₃	Elongation	Feuilles de Thé
2922			Marc de café
2854	CH ₃	Deformation	Feuilles de Thé
2854			Marc de café
1702	C=O	Elongation	Feuilles de Thé
1744			Marc de café
1658	C=C	Elongation	Feuilles de Thé
1654			Marc de café
1550	C=N	Elongation	Feuilles de Thé
1550			Marc de café

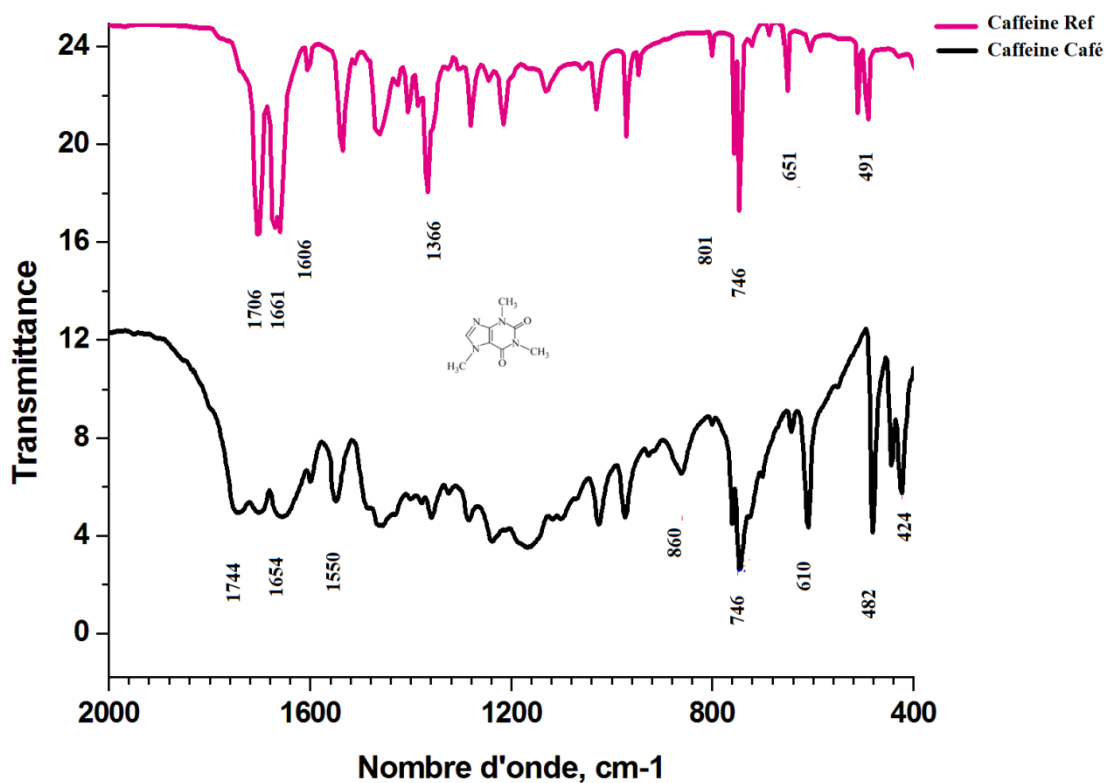


Figure III.7: Spectre infrarouge de la caféine récupérée de feuiller de thé

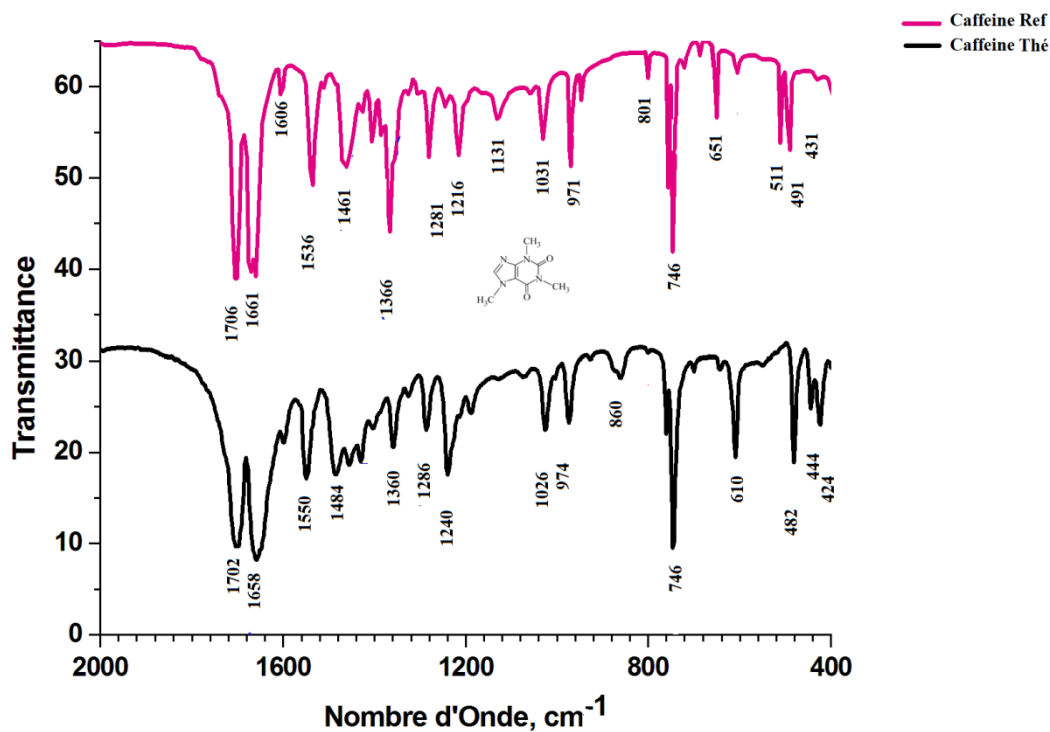


Figure III.8: Spectre infrarouge de la caféine récupérée de feuiller de thé

IV. Conclusion

Au cours de ce travail nous avons préparé une extraction de la caféine, qui est obtenus par extraction solide-liquide suivie par extraction liquide-liquide.

Le produit obtenu à été caractérisé par une technique usuelle: infrarouge IR et une propriété physique le point de fusion

L'existence de ces différentes bandes d'adsorption témoigne de la présence des groupements fonctionnels caractérisant la caféine. Il apparait que les nombres d'ondes des différentes vibrations des deux caféines récupérées son très proches.





CONCLUSION

La caféine se trouve principalement dans des boissons tels que le thé, les boissons énergisantes, ainsi que dans le café. Cette substance est très appréciée dans le monde, où sa consommation est très importante, le café étant la boisson la plus consommée au monde après l'eau.

Une explication à ce phénomène serait que la caféine provoque plusieurs effets sur l'organisme, bénéfiques mais aussi parfois nuisibles. Elle peut donc être utilisée comme une sorte de produit dopant (en libérant de l'adrénaline, en augmentant la dopamine...), elle a également des effets thérapeutiques (amélioration de l'absorption des glucides, augmentation de la pression artérielle...) mais elle provoque également des effets plus nuisibles pour l'organisme, par exemple en consommation excessive.

La caféine permettrait aussi de minimiser les risques de développer certaines maladies tels que le diabète, Alzheimer ou encore Parkinson. Son utilisation comme composant de médicaments est donc compréhensible, comme pour lutter contre le rhume ou la migraine, par exemple. Nous avons également réalisé une interview avec un professionnel de santé afin de mieux nous renseigner sur les utilisations médicales.

L'extraction de caféine sera effectuée par simplement ajouter une portion de solvant au café. La caféine est plus soluble dans le solvant que dans le café, de sorte qu'il « se déplace du café et dans le solvant. Le solvant, maintenant contenant de la caféine dissoute, est ensuite séparé du café. Si le solvant est laissé s'évaporer ou est retiré dans d'une certaine manière, la caféine sera laissée derrière comme un blanc poudre

Pour accélérer l'extraction d'un produit solide dans un liquide, on le chauffe. Et pour conserver la quantité, on fait une extraction à reflux : c'est la technique d'une macération à chaud d'une extraction solide-liquide.

Alors de l'extraction liquide-liquide, on a pu voir que la caféine est un composé organique naturel qui est soluble dans le dichlorométhane,

L'existence de ces différentes bandes d'adsorption témoigne de la présence des groupements fonctionnels caractérisant la caféine. Il apparaît que les nombres d'ondes des différentes vibrations des deux caféines récupérées son très proches.



RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUE
RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- A. Mendes-Oustrie, A. Guerrin, P. Roualt, I. Roux, A. Pech, O. Coste, (2010). Etude d'impact de condition extrême de stockage de comprimés en opérations: cas de la caféine à libération prolongée. *Médecine et armées*, N° 38 (4), page 321-328.
- Anne-Amandine Decroix (2009), Stabilité physique et désordre orientationnel dans un cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille I, France.
- B. A. Weinberg, B. K. Beale, *The World of Caffeine*, Routledge, **2002**.
- B. Stavric, *Pood Chem. Toxicol.*, 26, 541-565, **1988**.
- bryant j. suicide by ingestion of caffeine. *archpathol lab med* 1981;105:685-670
- Caféine (en ligne). <http://fr.m.wikipedia.org/wiki/caféine> (consulté le 06 février 2015).
- Caféine (en ligne). <http://fr.m.wikipedia.org/wiki/caféine> (consulté le 06 février 2015)
- Constance BEGUERIE (2014). Boissons dites « énergisantes»: composition et conséquences sur la santé des consommateurs, Thèse de docteur en Pharmacie, Université de Bordeaux, France.
- cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille I, France.
- cristal à usage thérapeutique: La caféine, Thèse de docteur en Molécules et Matière condensée, Université de Lille I, France.
- Deltalab, [https:// www.deltalab-smt.com/fr/genie-desprocedes/chimie/mp1035/extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html](https://www.deltalab-smt.com/fr/genie-desprocedes/chimie/mp1035/extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html).
- Deltalab, https://www.deltalab-smt.com/fr/genie-desprocedes/chimie/mp1035/extraction-solide-liquide-discontinue-soxhlet-et-distillationdiscontinue_ca55.html.
- Denis Sylvain (1996). Dégradation de la caféine par *Aspergillus* sp et *Penicillium* sp. Étude physiologique et Biochimique, Thèse de docteur en Biochimie et Biologie Moléculaire, Université Montpellier 2, France.
- E. Tanaka, A. Ishikawa, S. Misawa, *Pharmacol. Toxicol.* 70, 177-180, **1992**.
- G. Debry, *Le café et la santé*, John LibbeyEurotext, p. 200-211, Paris, **1993**.
- G. Galasko, I. Furman, E. Alberts, *Food Chem. Toxicol.* 27, 49-51, **1989**.
- H. J. Théel, *The Nobel Prize in Chemistry*, The Nobel Foundation, **1902**.
- <http://www.gfev.univ-tln.fr/ternaire/extraction.htm>
- <http://www.rochester.edu/uhs/healthtopics/nutrition/files/Caffeine.pdf>

- I.F.T.E.P.F.S.N., Institute of Food Technologists' Expert Panel on Food Safety and Nutrition, *Food Technol.*, 37, 87-91, **1983**.
- J.E.James, *Caffeine and health*. Academic Press, London, **1991**.
- Joel Rotstien, Jennifer Borber, Carl Strowbridge, Stephen Hayward, Rong Huang et Samuel BenrejebGodefroy, Guin 2013). Boissons énergisantes: une évaluation des risques potentiels pour la santé en contexte canadien. *Int. Food risk. J.*, vol 3 page 1-37.
- K. S. Ehrlich, M.A. Jackson et al, *ann. int. med.*, 110,710 (**1989**)
- La caféine dans les aliments- Additifs alimentaires (en ligne). <http://www.cs-hc.gc.ca> (consulté le 14 novembre 2014).
- Laurie Plamondon (2011), Les boissons énergisantes: entre menace et banalisation, collection TOPO, Numéro 2, Institut National de Santé Public du Québec, Québec.
- Lúcia Oliveira Petkowicz, « Artemisia absinthium and Artemisia vulgaris: A comparative study of infusion polysaccharides », *Carbohydrate*
- M. Berode, M. A. Boillat, M. P. Guillemin, M. M. Wu, H. Savolainen, *Pharmacol. Toxicol.* 67, 41-46, **1990**.
- M. Carbó, J. Segura, R. DE LA Torre, *Science & Sports*, 4, 7-13, **1989**.
- M. Chabaud, *La caffeine*, AMPD, Languedoc-Roussillon, Montpellier, **2010**.
- M.J.Arnaud, *Prog. Drug Res.*, 31, 273-313, **1987**.
- Marian Chabaud (2010), La caféine, Antenne Médicale de Prévention du Dopage Languedoc-Roussillon (AMPD LR).
- Marília Locatelli Corrêa-Ferreira, Guilhermina Rodrigues Noletto et Carmen
- *Polymers*, vol. 102, février 2014, p. 738-745
- R. H. B. Beda., P. M. Niamien., E.B. Avo Bilé, and A. trokourey, "Inhibition of Aluminium Corrosion in 1.0 M HCl by caffeine: Experimental and DFT studies", *advances in chemistry*, Volume 2017, Article ID 6975248, 10 pages
- S. Tilling, *Crystalline caffeine*, Bristol University, **2009**, <http://www.chm.bris.ac.uk/webprojects/2001/tilling/synthesis.htm>.
- T. Wilson et N. J. Temple, *Beverages in Nutrition and Health*, Humana Press, p. 427, **2004**.

ملخص

الكافيين مادة منشطة يتم استهلاكها بشكل قانوني ويومي في جميع أنحاء العالم خاصة في الأطعمة والمشروبات حيث أنها تعمل كمنشط للجهاز العصبي والجهاز الورياني القلبي

في عملنا هذا ركزنا على استخراج الكافيين من مطحون القهوة وأوراق الشاي باستعمال طرق الاستخراج و حساب مردوده في كل منهما ومعرفة خصائصه الكيميائية والفيزيائية ولقد أجرينا تحاليل الأشعة تحت الحمراء ونقطة الانصهار لمعرفة إذا كانت المادة المستخرجة كافيين أم لا .

Résumé

La *caféine* est un stimulant qui est consommé légalement et quotidiennement dans le monde entier, en particulier dans les aliments et les boissons, car elle agit comme un activateur du système nerveux et du système cardiovasculaire.

Dans notre travail, nous nous sommes concentrés sur l'extraction de la caféine du marc de café et du feuille de thé en utilisant les méthodes d'extraction habituelles et en calculant leurs retours respectifs et en connaissant leurs propriétés chimiques et physiques. Nous avons procédé à une analyse infrarouge et au point de fusion pour voir si la matière extraite était suffisante ou non.

Abstract

Caffeine is a stimulant that is consumed legally and daily around the world especially in foods and drinks as it acts as an activator of the nervous system and cardiovascular system

In our work, we focused on extracting caffeine from coffee and tea using the usual extraction methods and calculating their respective returns and knowing their chemical and physical properties. We conducted infrared analysis and melting point to see if the extracted material was sufficient or not.