

# EXTRACTION D'ESPÈCES CHIMIQUES

## UTILISATION DE SOLVANTS ORGANIQUES APPROPRIÉS

*Objectifs : Modéliser le mécanisme d'extraction de la caféine par un solvant organique en effectuant des analogies de comportement entre les espèces chimiques mises en jeu.*

### I. L'EXTRACTION DE LA CAFÉINE PAR LE DICHLOROMÉTHANE

*Document 1 : Décaféination au dichlorométhane - <http://www.demus.it/fr/pagina/utilizzo-del-diclorometano.htm> (Site commercial)*

#### Utilisation du dichlorométhane dans la décaféination

Le dichlorométhane (ou chlorure de méthylène) est un solvant organique fréquemment utilisé pour la décaféination du café vert ainsi que pour l'extraction de la théine. Au cours du procédé, les grains de café sont en contact direct avec le solvant qui est ensuite éliminé par vaporisation. Le dichlorométhane est très volatil. Son point d'ébullition se situe à 40°C, ce qui facilite son élimination au terme du procédé. Il est indétectable sur le café torréfié. Le dichlorométhane utilisé pour la décaféination est de qualité alimentaire et sa pureté est certifiée par le producteur ainsi que par Demus, par le biais d'analyses périodiques et de contrôles, afin de s'assurer qu'il satisfait aux critères de la directive européenne 2009/32/CE du 23 avril 2009 et de l'arrêté ministériel italien n.390 du 20 juillet 1987.

Son utilisation est réglementée en Europe et aux États-Unis, par le biais des normes ci-après:

- Europe: Directive européenne 2009/32/CE du 23 avril 2009, Annexe I, partie II, qui établit une limite maximale de 2 parties par million (mg/kg) dans le café torréfié;
- États-Unis: F.D.A. Code des règlements fédéraux, titre 21, chapitre 1, sous-chapitre B, part. 173, sec. 173.255 – « Le chlorure de méthylène peut être présent: ... dans le café, en quantité résiduelle, résultant de son utilisation comme solvant... En quantité non supérieure à 10 parties par million (0,001%) dans le café décaféiné torréfié et dans l'extrait de café soluble décaféiné. »

Ces limites maximales de dichlorométhane résiduel ont été établies afin d'écartier tout risque pour le consommateur humain. Chez Demus, le contenu de DCM au terme du processus industriel est bien inférieur à cette limite, déjà dans le café vert. Après la torréfaction, à une température supérieure à 200°C, les résidus de dichlorométhane sont généralement imperceptibles. Les craintes concernant une éventuelle toxicité pour le consommateur sont donc infondées. Par ailleurs, l'industrie pharmaceutique utilise, elle aussi, le dichlorométhane lors de certains procédés de fabrication. Il apparaît même dans la liste des excipients de certains médicaments, bien que présent en faibles concentrations.

*Document 2 : Décaféination - Extrait de l'article Wikipédia*

#### Extrait de l'article Décaféination

La décaféination est l'extraction de caféine de grains de café, de maté, de cacao, de feuilles de thé ou de tout autre produit contenant de la caféine. Ce procédé industriel peut faire intervenir :

- une extraction par un solvant organique ;
- une extraction par un fluide supercritique (du dioxyde de carbone) ;
- une extraction à l'eau.

La première méthode, qui a été utilisée pendant des années, tend à être remplacée par la deuxième pour des raisons de santé (traces résiduelles de solvants), d'impact sur l'environnement, de coût et de saveur. La dernière est la moins efficace et peut dénaturer le goût. Ces trois procédés sont décrits ci-dessous dans le cas de la décaféination du café.

#### Extraction par des solvants organiques

C'est le procédé classique qui repose sur la solubilité différentielle (coefficient de partage) de la caféine. La caféine du café est dissoute dans le solvant organique, généralement un solvant chloré (chloroforme, trichloréthylène et dichlorométhane), qui est ensuite éliminé par distillation. L'utilisation du dichlorométhane est réglementée en Europe et aux États-Unis.

Des solvants organiques tels que l'acétate d'éthyle présentent bien moins de risques pour la santé et l'environnement que les solvants aromatiques et chlorés utilisés par le passé. Une autre méthode consiste à utiliser les huiles triglycéridiques obtenues lors de la mouture du café.



QRCode 1 : Lire la vidéo sur le procédé de décaféination par solvant

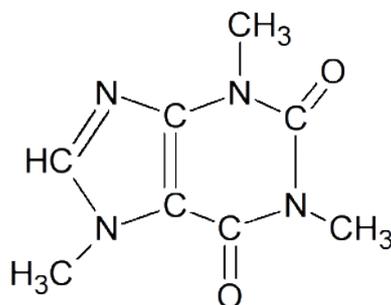


Illustration 1 : Formule semi-développée de la caféine

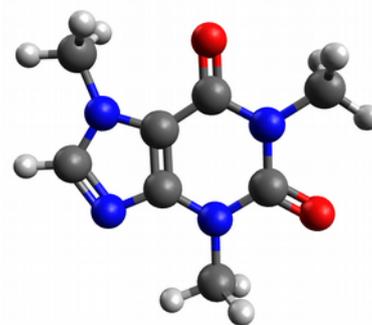


Illustration 2 : Modèle moléculaire de la caféine

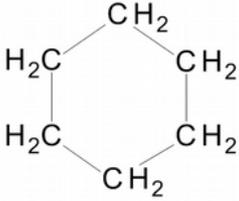
## Exploitation des documents

1. La caféine est-elle une espèce chimique naturelle ou de synthèse ?
2. Quelle est la formule brute de la molécule de caféine ?
3. À partir des documents et de la vidéo, dresser la liste des raisons pour lesquelles le dichlorométhane est présenté comme un bon solvant pour extraire la caféine des grains de café.
4. Pourquoi l'utilisation de solvants organiques tels que le dichlorométhane nécessite un contrôle rigoureux du produit en fin de processus ?
5. Quelles alternatives au dichlorométhane sont mentionnées dans les documents ? Pourquoi ne sont-elles pas davantage mises en œuvre ?
6. Que fait-on de la caféine extraite des grains de café ?

## II. MÉCANISMES DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT — MISE EN ŒUVRE D'UN PROTOCOLE ANALOGUE À L'EXTRACTION DE LA CAFÉINE

On souhaite se représenter les mécanismes à l'œuvre lors de l'extraction d'une espèce chimique par un solvant organique en procédant par analogie. Dans le protocole à mettre en place, le rôle de la caféine contenue dans les grains de café est joué par du diiode  $I_2$  en solution dans de l'eau (eau iodée). Le dichlorométhane est remplacé par d'autres solvants organiques moins nocifs pour la santé et pour l'environnement.

### 1. Quelques données et définitions

	Eau	Dichlorométhane	Cyclohexane	Éthanol
<b>Molécule</b>	$H-O-H$	$\begin{array}{c} Cl \\   \\ Cl-C-H \\   \\ H \end{array}$		$CH_3-CH_2-OH$
<b>Solubilité du diiode <math>I_2</math></b>	Faible	Forte	Forte	Forte
<b>Miscibilité avec l'eau</b>		Non miscible	Non miscible	Miscible
<b>Densité</b>	1,0	1,33	0,78	0,79
<b>Température d'ébullition</b>	100 °C	40 °C	81 °C	79 °C

**Solubilité :** La solubilité caractérise la capacité d'une espèce chimique à se dissoudre dans un solvant pour obtenir une solution. Plus la solubilité est élevée, plus l'espèce chimique peut être dissoute en grande quantité. L'espèce chimique dissoute est appelée soluté.

**Miscible :** Cette notion s'applique à deux liquides. Deux liquides sont miscibles s'ils se mélangent parfaitement, en toutes proportions, conduisant à un mélange homogène d'une seule phase (partie). Si on tente de mélanger deux liquides non miscibles, on obtient un mélange hétérogène, contenant deux phases, où on distingue séparément les deux constituants.

**Ampoule à décanter :** Verrerie utilisée pour séparer les deux phases d'un mélange hétérogène. La décantation consiste à laisser reposer le mélange jusqu'à séparation spontanée des deux phases : les phases se répartissent en fonction de la densité des liquides. Un robinet permet de recueillir les phases séparément l'une de l'autre.

Utilisation : pour une extraction, on introduit les deux liquides, puis on agite robinet fermé et en maintenant fermement le bouchon. On laisse échapper les éventuelles surpressions en ouvrant de temps à autre le robinet dirigé vers le haut. Une fois la décantation réalisée, on recueille les deux phases.

**Température d'ébullition :** C'est la température de changement d'état correspondant au passage de l'état liquide à l'état de vapeur. Plus cette température est basse, plus l'espèce chimique est volatile et plus elle passe facilement à l'état de vapeur.



Illustration 3 :  
Un mélange hétérogène d'huile et d'eau

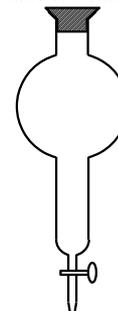


Illustration 4 : Ampoule à décanter

## 2. Mise en place du protocole pour réaliser l'objectif fixé

Vous disposez d'eau iodée contenant du diiode dissout dans de l'eau ainsi que quelques solvants. Le diiode en dissout dans l'eau se reconnaît à la teinte jaune-orange de la solution.

Vous devrez décrire puis mettre en œuvre un protocole expérimental permettant d'atteindre l'objectif suivant : obtenir 50 mL d'eau débarrassée du diiode initialement dissout.

### 1. Rédaction du protocole

Votre protocole doit indiquer toutes les étapes que vous comptez mettre en place pour atteindre l'objectif en répondant impérativement aux questions suivantes :

1. Quel solvant allez-vous utiliser ? Pour quelles raisons ?  
Vous pouvez procéder à des tests afin de valider votre réponse.
2. Comment allez-vous faire pour récupérer l'eau débarrassée du diiode et comment allez-vous pouvoir vous approcher le plus possible d'une eau sans diiode ?

### 2. Mise en œuvre et compte-rendu

Votre compte-rendu devra reprendre les éléments détaillés du protocole que vous avez rédigé avec en plus des schémas ou photos commentées des étapes de l'extraction mise en œuvre.

Vous répondrez par ailleurs aux questions suivantes :

1. Quelle observation vous permet d'affirmer que le diiode passe bien dans le solvant organique que vous avez choisi ?
2. Quelle donnée vous permet de repérer à coup sûr la position de l'eau et du solvant organique dans l'ampoule à décanter ?
3. En raisonnant par analogie avec l'expérience que vous venez de réaliser, expliquer en quelques phrases simples le mécanisme de l'extraction de la caféine par le dichlorométhane.
4. Question complémentaire : Avec le matériel dont vous disposez, comment pourriez-vous vérifier les indications de densité des espèces chimiques utilisées ?

*Remarque* : la densité est liée à la masse volumique  $\rho = \frac{\overbrace{m}^{\text{masse du corps}}}{\underbrace{V}_{\text{Volume occupé}}}$ .

$d = \frac{\rho}{\rho_0}$ , avec  $\rho_0 = 1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} = 1,00 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ . Par exemple, une densité de 1,25 signifie que la masse volumique est  $\rho = 1,25 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ .