



ECE : Extraction de la caféine

Compétences travaillées (capacités et attitudes) :

- **ANA** : exploiter des informations extraites des données, proposer un protocole expérimental.
- **REA** : réaliser un protocole expérimental ; observer ; respecter les règles de sécurité.
- **VAL** : exploiter des résultats pour valider une démarche expérimentale.

ANA	REA	VAL	
...	/20

CONTEXTE

L'Actron[®] est un médicament prescrit en cas de fièvre, de douleur et/ou de fatigue. Il se présente sous forme de comprimés effervescents.

Nicolas est fiévreux et dissout un comprimé dans un verre d'eau. Soudain, en lisant la notice, il se rend compte que l'Actron[®] contient de la caféine, molécule à laquelle il est allergique. Il faudrait qu'il arrive à retirer la caféine de l'eau qu'il a dans son verre afin de ne prendre aucun risque.

Le but de l'épreuve est d'extraire la caféine contenue dans l'eau du verre et de vérifier que cette action a été efficace.

VOS DOCUMENTS

Doc. 1 : Etiquette du médicament



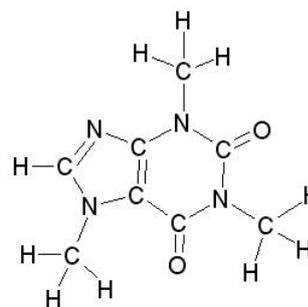
Doc. 2 : Fiche technique de la caféine

Nom : caféine

Formule brute : $C_8H_{10}N_4O_2$

Masse volumique : $1,23 \text{ g.cm}^{-3}$

$T_f = 128 \text{ }^\circ\text{C}$; $T_{eb} = 278 \text{ }^\circ\text{C}$



Toxique, irritant sensibilisant.

Doc. 3 : L'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une mise en œuvre de l'extraction par transfert entre deux phases liquides. Un mélange [contenant un ou des solutés et un solvant] dont on veut effectuer la séparation est mis en contact avec un troisième liquide non miscible appelé solvant [extracteur]. Ce dernier est choisi pour sa capacité à dissoudre préférentiellement l'un des éléments du mélange. Après l'opération, on récupère deux phases séparées par décantation : l'extrait formé du solvant extracteur enrichi en soluté, et le raffinat, soit le mélange appauvri en soluté.

La comparaison des densités des différentes phases permet de reconnaître la phase à récupérer une fois l'extraction réalisée (la phase la moins dense « surnage »). Pour information, une phase contenant de l'eau est appelée « phase aqueuse » et une phase contenant un solvant organique est appelée « phase organique ».

REPÈRES POUR L'ÉVALUATION

Le candidat est en situation d'évaluation, l'examineur ne doit pas fournir d'explicitation des erreurs ni de la démarche à conduire. Ses interventions sont précises, elles servent de relance pour faire réagir le candidat ou bien pour lui permettre d'avancer pour être évalué sur d'autres compétences.

Les erreurs détectées par le professeur en continu ou lors d'un appel sont forcément suivies d'un questionnement ouvert si ces erreurs conduisent l'élève à une impasse.

Analyser des données et élaborer un protocole expérimental

La compétence ANALYSER est évaluée lors des appels 1 et 2.

Les critères retenus pour l'évaluation de la compétence ANALYSER sont les suivants : *exploiter des informations extraites de données, concevoir un protocole expérimental.*

L'examineur évalue globalement ce que lui présente le candidat. Il attend de la part de celui-ci qu'il justifie le choix du solvant extracteur et la place des phases et qu'il propose un protocole de CCM correct.

Il devra donc indiquer que :

- le solvant utilisé est l'éthanoate de butyle car la caféine y est très soluble, il est non miscible à l'eau et assure un maximum de sécurité comparativement aux autres solvants proposés ;
- la densité de l'eau étant supérieure à celle de l'éthanoate de butyle, la phase aqueuse (à tester) sera la phase inférieure et la phase organique sera la phase supérieure.

Le protocole de la CCM devra indiquer :

- le matériel à utiliser (plaque de silice, cuve contenant l'éluant, pique-olive, lampe à UV) et les solutions à déposer sur la plaque (la phase aqueuse dont on veut vérifier qu'elle ne contient plus de caféine et la solution de caféine pure). Pour information, on pourra accepter la réponse consistant à déposer la phase organique en plus sur la plaque de CCM (il faudra bien veiller à les repérer sur la plaque avant élution pour éviter les confusions).
- les étapes de la CCM (préparation de la plaque et dépôts, élution, révélation UV).

Si certains points sont flous ou non présents, l'examineur pourra les faire préciser au candidat à l'aide de questions ouvertes.

- Si les tâches demandées ont été correctement réalisées, le niveau acquis est le **niveau A**. En cas de réponse incomplète, l'examineur attend que le candidat sache corriger seul une maladresse ou apporte seul un complément lors des appels. Si le candidat y parvient, le niveau acquis reste le **niveau A**.
- Si malgré le questionnement ouvert de l'examineur, les réponses ou le protocole sont toujours incomplètes, l'examineur fournit au candidat une solution partielle (pouvant être donnée oralement) adaptée aux besoins du candidat. Le niveau acquis est alors le **niveau B**.
- Le niveau acquis est le **niveau C** si l'examineur doit apporter au candidat des réponses partielles pour parvenir à réaliser les tâches demandées. Si une solution totale est donnée pour la question 1, alors le niveau obtenu est le **niveau C**.
- Si le candidat est incapable de réaliser les tâches demandées malgré les solutions fournies et que l'examineur a dû lui donner les moyens de poursuivre en lui fournissant les solutions totales, le niveau acquis est le **niveau D**.

Exemples de solutions partielles

Solution partielle n°1 ANA : Je ne sais pas comment choisir le bon solvant extracteur !

En tant que chimiste avisé, vous ne devez pas prendre de risques pour votre santé !

Solution partielle n°2 ANA : Je ne sais pas comment choisir le bon solvant extracteur !

La caféine doit être plus soluble dans le solvant extracteur que dans le solvant de départ !

Solution totale ANA : Je ne sais pas comment choisir le bon solvant extracteur !

Il faut utiliser l'éthanoate de butyle.

Solution partielle n°1 ANA : Je suis perdu(e) avec mes deux phases !

L'eau a une densité de 1,00.

Solution partielle n°2 ANA : Je suis perdu(e) avec mes deux phases !

Comparez la densité de l'eau et celle du solvant extracteur !

Solution totale ANA : Je suis perdu(e) avec mes deux phases !

La phase inférieure est la phase aqueuse et la phase supérieure est la phase organique (éthanoate de butyle).

Solution partielle n°1 ANA : Je ne sais pas préparer ma plaque !

Il faut commencer par tracer une ligne à 1 cm du bord inférieur de la plaque, c'est la **ligne de dépôt**.

Solution partielle n°2 ANA : Je ne sais pas quoi déposer sur la plaque de CCM !

Que cherche-t-on à vérifier ? De fait, laquelle des deux phases doit être déposée sur la plaque ?

Vous aurez besoin d'un « **témoin** » pour révéler la présence de caféine ... ne l'oubliez pas !

Solution totale ANA : Réalisation de la chromatographie

REALISER LES 4 ETAPES SUIVANTES :

- Préparer la plaque de silice en traçant un trait fin à 1 cm du bord inférieur de la plaque et en faisant deux croix (ne pas appuyer trop fort sur le crayon !).
- Déposer la phase aqueuse obtenue dans le bécher 1 ainsi que la solution de caféine pure, sur la plaque, avec des piques-olives (faire plusieurs dépôts sur la croix pour chaque solution, sans trop appuyer à chaque fois, et en attendant entre chaque dépôt).
- Sous la hotte, placer ensuite la plaque dans une cuve contenant l'éluant.
- Une fois l'élution réalisée, sécher le chromatogramme et le révéler à l'aide d'une lampe UV.

Réaliser les protocoles expérimentaux

Protocole à fournir aux élèves une fois l'appel 2 validé :

- Vérifier que le robinet de l'ampoule à décantier est fermé.
- Prélever 5 mL de solution aqueuse contenant de l'Actron® dans l'éprouvette graduée puis les verser dans l'ampoule à décantier.
- Y ajouter 5 mL de solvant extracteur.
- Placer le bouchon sur l'ampoule puis agiter pendant 5 min en dégazant régulièrement.
- Replacer l'ampoule sur son support, déboucher puis laisser décantier 1 min.
- Séparer les deux phases en plaçant la phase inférieure dans le bécher 1 et la phase supérieure dans le bécher 2.

La compétence REALISER est évaluée en continu dans cette partie et lors de l'appel 3 (qui sert à s'assurer que le candidat a choisi la bonne phase pour la CCM, la phase aqueuse).

Les critères retenus pour l'évaluation de la compétence REALISER sont les suivants : suivre un protocole, utiliser le matériel de manière adaptée en respectant les consignes de sécurité.

L'examineur évalue globalement ce que lui présente le candidat. Il attend de la part de celui-ci qu'il suive le protocole d'extraction proposé et qu'il réalise la CCM.

Lors de l'extraction, il devra donc :

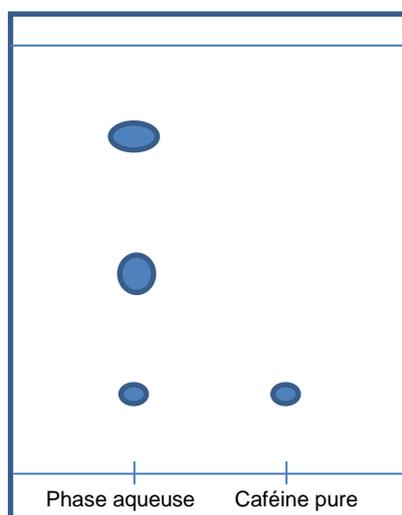
- respecter les quantités indiquées ;
- procéder à une agitation et à un dégazage corrects ;
- réaliser la décantation.

Lors de la CCM, il devra donc :

- veiller au tracé de la ligne de dépôt et à la qualité des dépôts ;
- veiller à l'immobilité de la cuve ;
- veiller au tracé du front de l'éluant ;
- réaliser une révélation de la plaque aux UV.

L'examineur observe en continu le candidat pendant la mise en œuvre du protocole.

- Si nécessaire, il intervient oralement (sous forme de questions) et de façon très ponctuelle pour réguler la mise en œuvre du protocole et veiller à une utilisation adaptée du matériel. Dans ce cas, les candidats ne sont pas pénalisés. De la même façon, un candidat demandant une aide très ciblée et bien explicitée ne l'est pas non plus. Dans tous ces cas le **niveau A** pour le domaine de compétences REA est obtenu.
- Si, malgré les questions ouvertes, le candidat ne parvient pas à mettre en œuvre le protocole proposé, l'examineur lui apporte une aide ciblée. Le niveau acquis est le **niveau B s'il parvient à réaliser parfaitement les autres manipulations.**
- Si le candidat est à nouveau bloqué dans une autre réalisation, le professeur lui fournit une réponse partielle. Si celle-ci permet de le débloquent et que celui-ci poursuit la manipulation, le niveau acquis est le **niveau C.**
- S'il est toujours bloqué (aucun résultat sous lampe UV, ou chromatogramme pas exploitable), le niveau acquis est le **niveau est D** ; le professeur fournit alors au candidat le résultat (plaque de CCM schématisée ci-dessous ; ce qui lui permet de procéder à l'exploitation même en cas de difficulté.



Exploiter les résultats expérimentaux

La compétence VALIDER est évaluée lors de l'appel 4.

Les critères retenus pour l'évaluation de la compétence VALIDER sont les suivants : *exploiter des résultats pour valider une démarche expérimentale.*

L'examineur évalue globalement ce que lui présente le candidat. Il attend de la part de celui-ci qu'il interprète le chromatogramme et qu'il vérifie le résultat de l'extraction.

Il devra donc indiquer que :

- la phase aqueuse est un mélange parce qu'on observe plusieurs taches sur le chromatogramme (à la différence de la caféine pure) et qu'elle contient de la caféine puisqu'on observe, sur le chromatogramme, deux taches à des hauteurs identiques (même rapport frontal) correspondant à la caféine ;
 - l'extraction n'a pas réussi puisqu'il reste donc de la caféine en phase aqueuse \Rightarrow Nicolas ne peut pas prendre son médicament.
-
- Si les tâches demandées ont été correctement réalisées, le niveau acquis est le **niveau A**. En cas de réponse incomplète, l'examineur attend que le candidat sache corriger seul une maladresse ou apporte seul un complément lors des appels. Si le candidat y parvient, le niveau acquis reste le **niveau A**.
 - Si malgré le questionnement ouvert de l'examineur, les réponses sont toujours incomplètes, l'examineur fournit au candidat une solution partielle (pouvant être donnée oralement) adaptée aux besoins du candidat. Le niveau acquis est alors le **niveau B**.
 - Le niveau acquis est le **niveau C** si l'examineur doit apporter au candidat des réponses partielles pour parvenir à réaliser les tâches demandées.
 - Si le candidat est incapable de réaliser les tâches demandées malgré les solutions fournies, le niveau acquis est le **niveau D**.

Exemples de solutions partielles

Solution partielle n°1 VAL : Je ne sais pas interpréter le chromatogramme !

Comparer le nombre de taches et leurs hauteurs relatives.

Solution partielle n°2 VAL : Je ne sais pas interpréter le chromatogramme !

Rappel : deux espèces qui migrent à la même hauteur sont identiques !

MATERIEL

Précisions :

Attention, il ne faut pas hésiter à refaire chaque dépôt plusieurs fois avec le pique-olive (préalablement écrasé) sur la plaque de CCM pour que le chromatogramme soit bien lisible (il faudra le dire aux élèves au moment de la réalisation). Pour information, on peut faire 5 dépôts successifs pour chaque espèce.

Matériel à disposition sur chaque paillasse :

- 1 flacon de 10 mL de solution aqueuse Actron® obtenue en dissolvant 1 comprimé effervescent dans 100 mL d'eau distillée.
- Des lunettes de laboratoire + des gants de protection.
- 1 ampoule à décanter + support.
- 2 béchers de 50 mL numéroté 1 et 2.
- 1 éprouvette graduée de 10 mL.
- 2 pipettes PVC.
- 1 pot poubelle.
- 1 plaque à chromatographie + des pique-olive + 1 coupelle en porcelaine.
- 1 petit flacon (ou un tube à hémolyse) contenant la solution de caféine (caféine en poudre dissoute dans de l'éthanoate de butyle).

Matériel à distribuer à la demande :

- 1 flacon contenant de l'éthanoate de butyle (solvant devant être choisi). A NE DONNER QU'UNE FOIS TROUVE !
- 1 sèche-cheveu.

Matériel à disposition sur la paillasse du professeur :

- Les solutions partielles et totales (à imprimer à l'avance).
- Le protocole d'extraction (à imprimer à l'avance).
- Lampe à UV.

Matériel sous la hotte (x 9) : à préparer un peu à l'avance pour que les cuves soit saturées d'éluant

- 1 cuve à chromatographie avec couvercle contenant l'éluant préparé en mélangeant 3 volumes d'éthanoate de butyle, 2 volumes de cyclohexane et 1/2 volume d'acide méthanoïque (soit 3 mL d'éthanoate de butyle + 2 mL de cyclohexane + 0,5 mL d'acide méthanoïque par cuve). On précisera que le contenu des cuves doit être conservé pour la séance suivante (A NE PAS JETER !).

GRILLE D'ÉVALUATION

		TITRE	Seconde : Extraction de la caféine																		
		Nom :					Nom :					Nom :					Nom :				
		Prénom :					Prénom :					Prénom :					Prénom :				
<i>compétence</i>	<i>Coefficient</i>	Niveau validé				Niveau validé				Niveau validé				Niveau validé							
		A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D				
<i>S'approprier</i>	0																				
<i>Analyser</i>	3																				
<i>Réaliser</i>	2																				
<i>Valider</i>	1																				
<i>Communiquer</i>	0																				
Note	/ 20	NON EVALUE				NON EVALUE				NON EVALUE				NON EVALUE							