

EXTRACTION Solide-Liquide

Définition

EXTRACTION Solide-Liquide

Les techniques d'extraction reposent sur la nature des interactions moléculaires, qui dépendent principalement des polarités différentes des constituants d'un mélange.

EXTRACTION Solide-Liquide

Définition

L'extraction solide/liquide est une opération de transfert de matière entre une phase solide, la matière à extraire, et une phase liquide, le solvant d'extraction.

EXTRACTION Solide-Liquide

Définition

L'extraction solide liquide permet d'extraire rapidement et efficacement les matières organiques des matrices solides

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

L'extraction solide/liquide est réalisée par contact intime entre le solide et le solvant. L'opération comprend trois stades :

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

- la dissolution du soluté au sein des particules de solvant,**

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

- la diffusion de la solution de l'intérieur du solide vers l'extérieur**

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

-le transfert ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant.

Ces trois étapes définissent la vitesse globale d'extraction solide/liquide.

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

L'opération comprend trois stades :

- la dissolution du soluté au sein des particules de solvant**
- la diffusion de la solution de l'intérieur du solide vers l'extérieur**
- le transfert ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant.**

EXTRACTION Solide-Liquide

Les Différentes Étapes

Ces trois étapes définissent la vitesse globale d'extraction solide/liquide.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Nature du solide :

La nature et la taille des particules ont une influence directe sur la vitesse d'extraction.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Nature du solvant :

Le choix du solvant obéit à certains critères

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Critères pour le choix du solvant :

État physique du solvant :

le solvant doit être liquide à la température et à la pression où l'on réalise l'extraction.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Critères pour le choix du solvant

Miscibilité du solvant :

le solvant doit être non miscible à la phase qui contient initialement le composé à extraire.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Critères pour le choix du solvant

Solubilité :

le composé à extraire doit être très soluble dans le solvant.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Critères pour le choix du solvant

Densité du solvant :

il est nécessaire de connaître ce paramètre car c'est lui qui détermine si la phase organique, contenant le composé à extraire, se trouve au-dessus ou en dessous de la phase aqueuse (à éliminer) dans l'ampoule à décanter.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Les solvants les plus utilisés

**l'eau,
l'éthanol,
l'acétone,
l'acétate d'éthyle,
l'hexane
et le dichlorométhane**

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Les solvants les plus utilisés


les nouveaux solvants sont à base de fluor tels que les hydrofluoroéthers (HFE).

Les HFE sont très stables, inodores, incolores, non toxiques (au contact ou par ingestion) et ininflammables.

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Classement par polarité croissante de certains solvants



**éther de pétrole
cyclohexane
tétrachlorométhane
trichloréthène
toluène
benzène
dichlorométhane
éther diéthylique
trichlorométhane
éthanoate d'éthyle
pyridine
propanone
propan-1-ol
éthanol
méthanol
eau
acide éthanoïque**

EXTRACTION Solide-Liquide

Facteurs intervenant dans l'extraction solide/liquide

Température du milieu :

L'élévation de la température a une influence favorable car elle accroît la solubilité et la facilité de diffusion du soluté et elle diminue la viscosité du solvant.

Toutefois, une trop importante élévation de température peut faciliter également la dissolution de composés nuisibles ou bien une détérioration des composés extraits

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

EXTRACTION Solide-Liquide

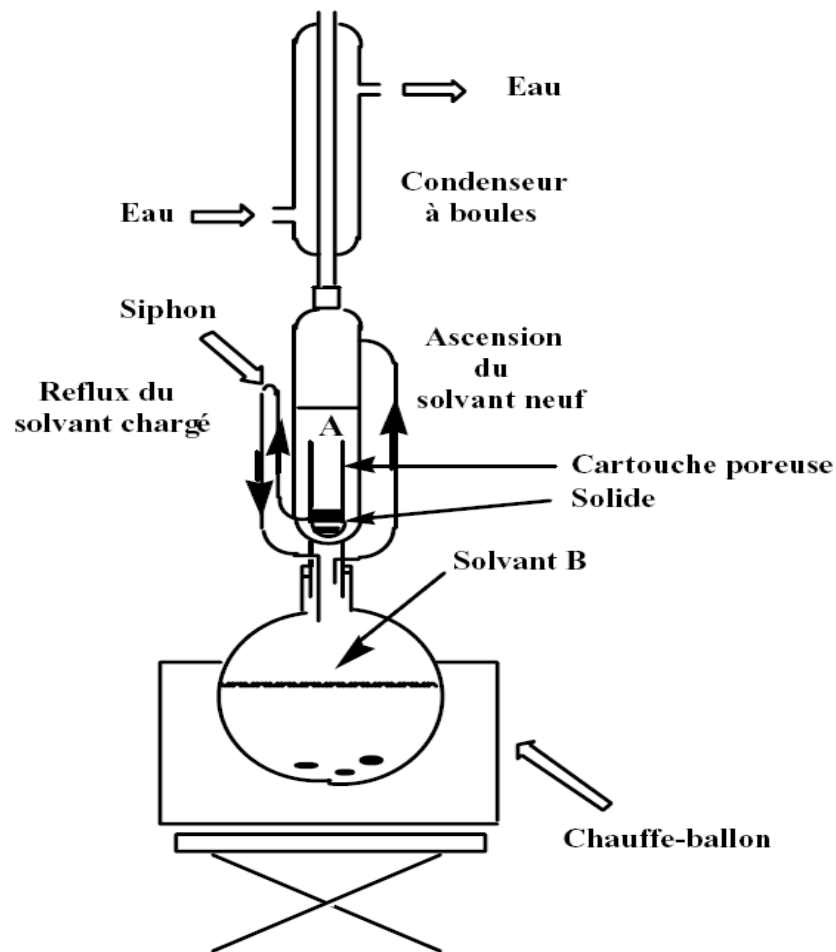
L'extracteur de Soxhlet

L'extraction continue est un procédé beaucoup plus long que l'extraction discontinue (ampoule à décanner), mais elle a l'avantage d'être plus complète.

L'extracteur de Soxhlet est un appareil spécialement conçu pour l'extraction continue solide-liquide.

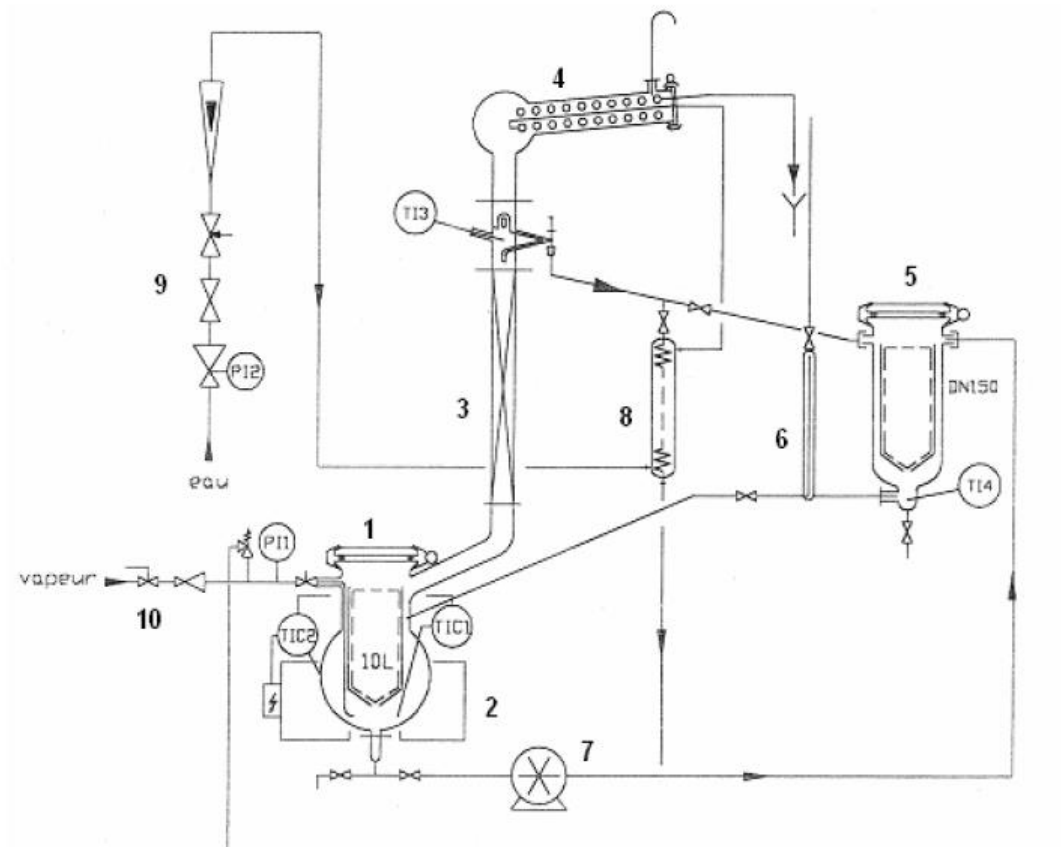
EXTRACTION Solide-Liquide

EXTRACTEUR SOXHLET



EXTRACTION Solide-Liquide

Installation

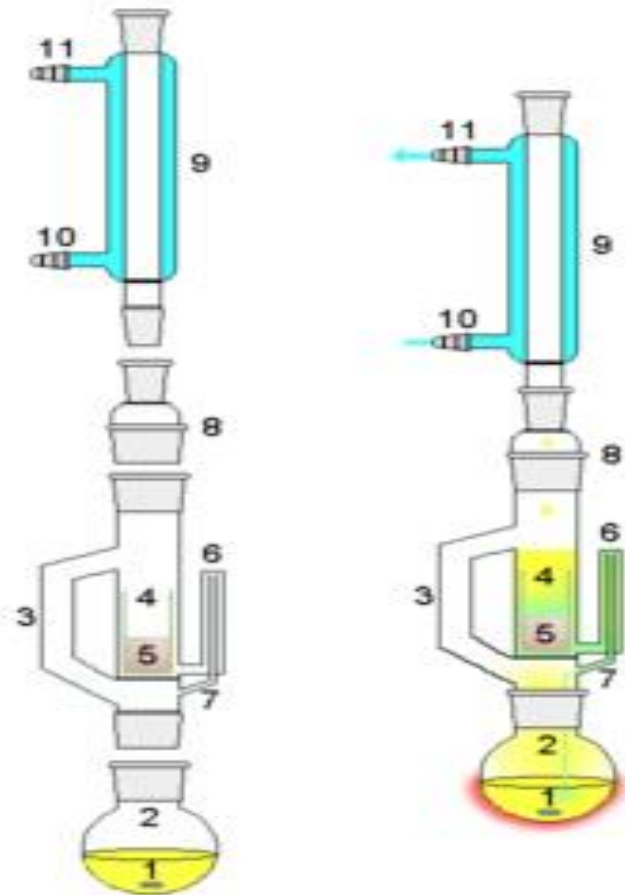


EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet: Principe de Fonctionnement

EXTRACTION Solide-Liquide

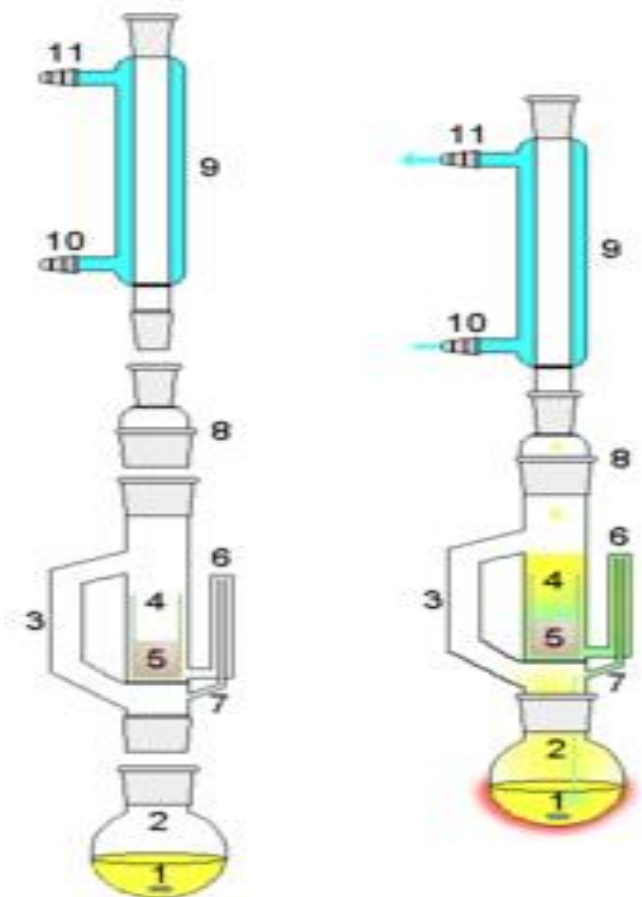
L'extracteur de Soxhlet



- 1 Agitateur magnétique
- 2 Ballon à col rodé
- 3 Retour de distillation (tube d'adduction)
- 4 Corps en verre
- 5 Filtre
- 6 Haut du siphon
- 7 Sortie du siphon
- 8 Adaptateur d'expansion
- 9 Condensateur
- 10 Entrée de l'eau de refroidissement
- 11 Sortie de l'eau de refroidissement

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet: Principe



Quand le ballon est chauffé(2), les vapeurs de solvant passent par le tube adducteur(3), se condensent dans le réfrigérant(9) et retombent dans le corps de l'extracteur(4,5), faisant ainsi macérer le solide dans le solvant (chauffé par les vapeurs se trouvant en dessous). Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon(6), qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites, et le solvant contenu dans le ballon s'enrichit donc progressivement en composés solubles. Le cycle peut se répéter indéfiniment, jusqu'à épuisement complet du solide, d'où l'efficacité remarquable de cette technique par rapport à la simple macération

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

Son principe de fonctionnement

Le solvant (5 à 10 fois la quantité de l'échantillon solide à extraire) est porté à ébullition, puis condensé avec le condenseur à boules, dans le réservoir à siphon, contenant le solide à extraire dans une cartouche de papier épais. Le contact entre le solvant et le produit à extraire dure pendant l'accumulation de solvant dans le réservoir, puis quand le solvant atteint un certain niveau, il amorce le siphon et retourne dans le ballon en entraînant la substance dissoute. Ce cycle peut être répété plusieurs fois, selon la facilité avec laquelle le produit est obtenu

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

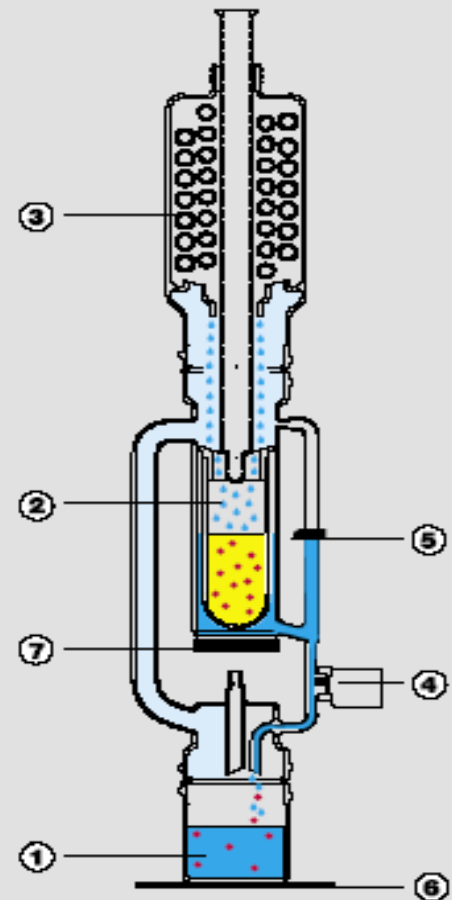
Les différentes étapes

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

1^{re} étape: Extraction

L'échantillon est introduit dans une cartouche dans la chambre d'extraction

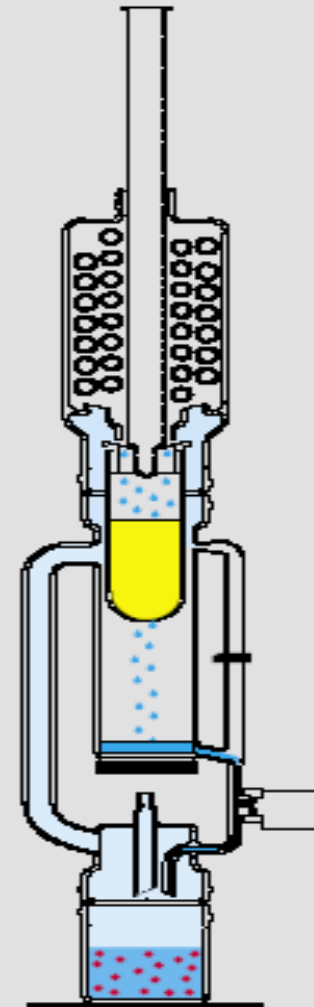


EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

2^e étape: Rinçage

La soupape s'ouvre.
La cartouche échantillon est rincée
avec du solvant frais.
La cartouche échantillon est
automatiquement levée.
L'étape de rinçage permet de rincer
tous les restes d'échantillon se
trouvant sur la cartouche
échantillon et sur les parois de la
chambre d'extraction.
De même, cela garantit que tout
extrait éventuellement déposé sur le
bord du verre sera entièrement
rincé vers le béccher à solvants.



EXTRACTION Solide-Liquide

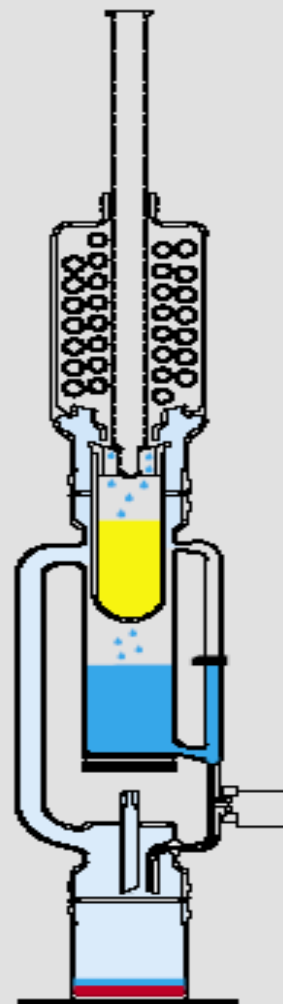
L'extracteur de Soxhlet

3^e étape: Séchage

La soupape se referme tandis que le chauffage inférieur reste en marche. Le solvant s'évapore, se condense au contact des réfrigérants et est collecté dans la chambre d'extraction vide.

Le solvant est ainsi presque complètement éliminé en peu de temps.

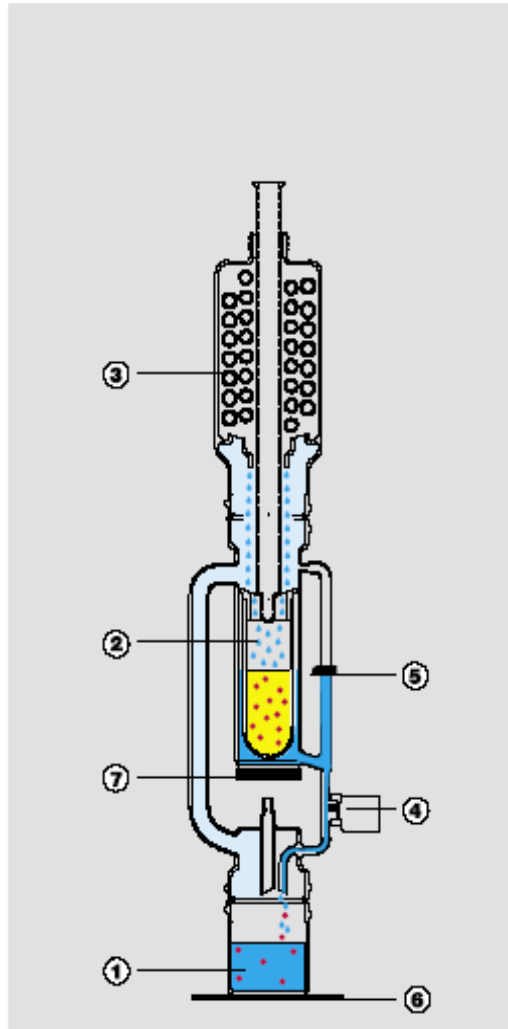
L'extrait maintenant hautement concentré est alors disponible pour l'analyse qui suit.



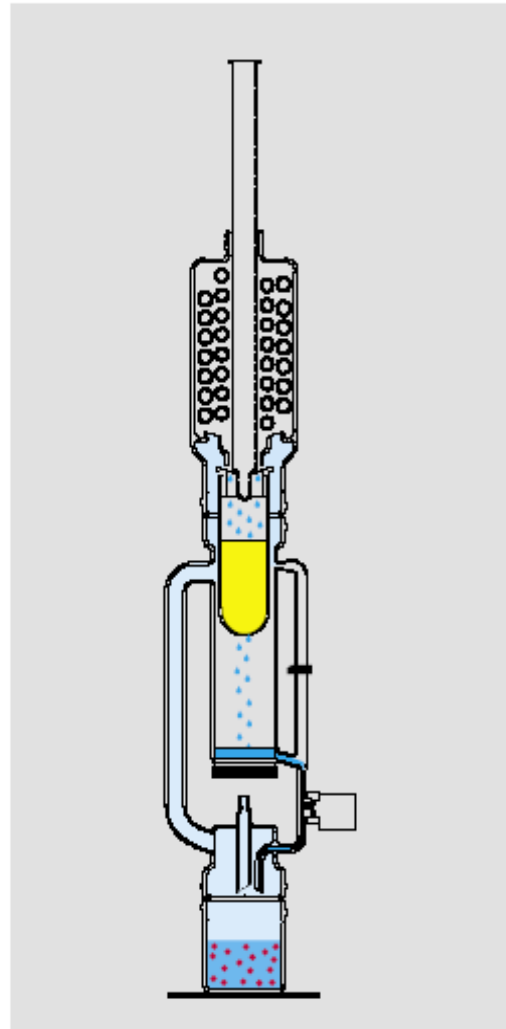
EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet: les étapes

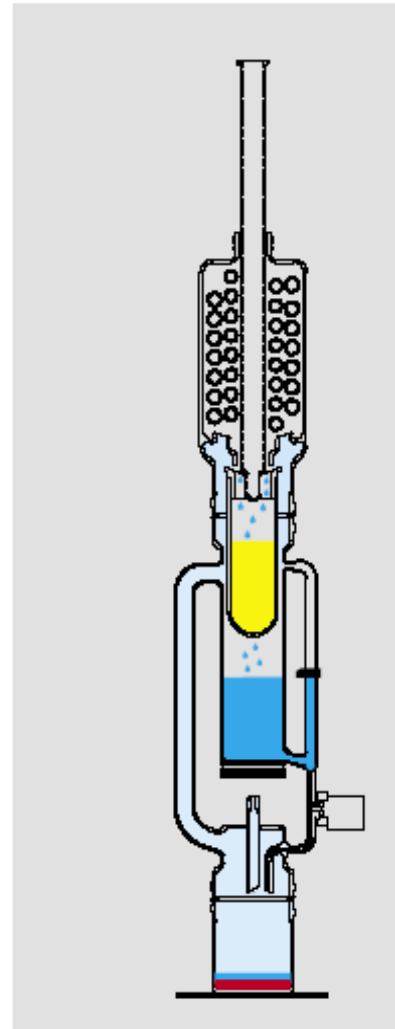
1^{re} étape: Extraction



2^e étape: Rinçage



3^e étape: Séchage



- ① Bêcher à solvant
- ② Cartouche échantillon
- ③ Réfrigérant
- ④ Soupape en verre
- ⑤ Cellule photoélectrique
- ⑥ Chauffage du bas
- ⑦ Chauffage du haut

- Echantillon
- Extrait
- Résidu d'échantillon
- Solvant
- Vapeur de solvant

EXTRACTION Solide-Liquide

L'extracteur de Soxhlet

Avantages/inconvénients

Extraction en continu

Manipulations simples

Extractions longues (1 à 24 heures)

Travail à température d'ébullition

Grands volumes de solvants (100 à 1000 ml)

EXTRACTION

Décoction

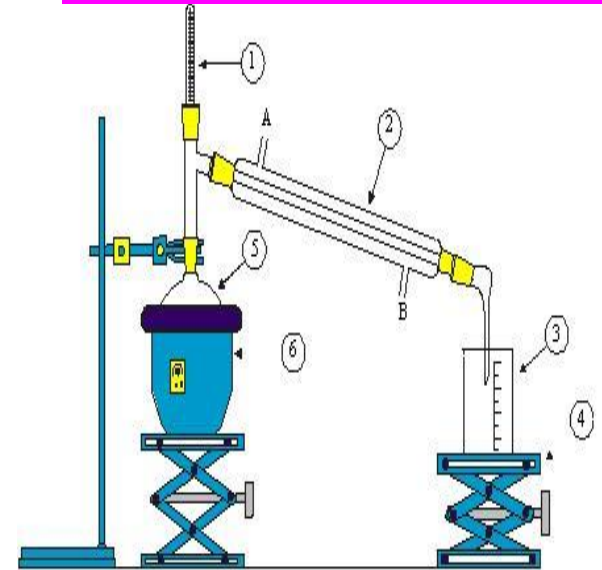


L'INFUSION

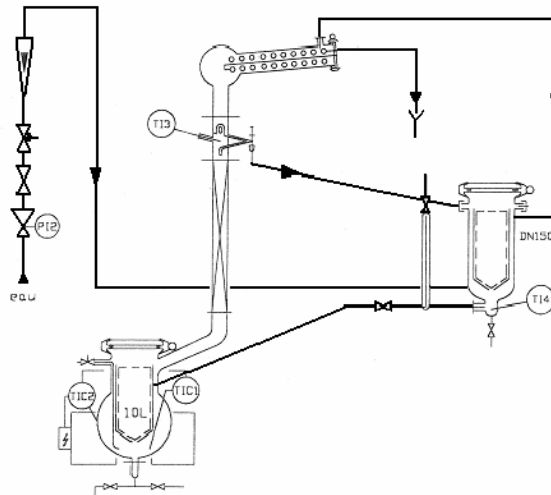


Autres

L'hydrodistillation



La Percolation



Macération



EXTRACTION

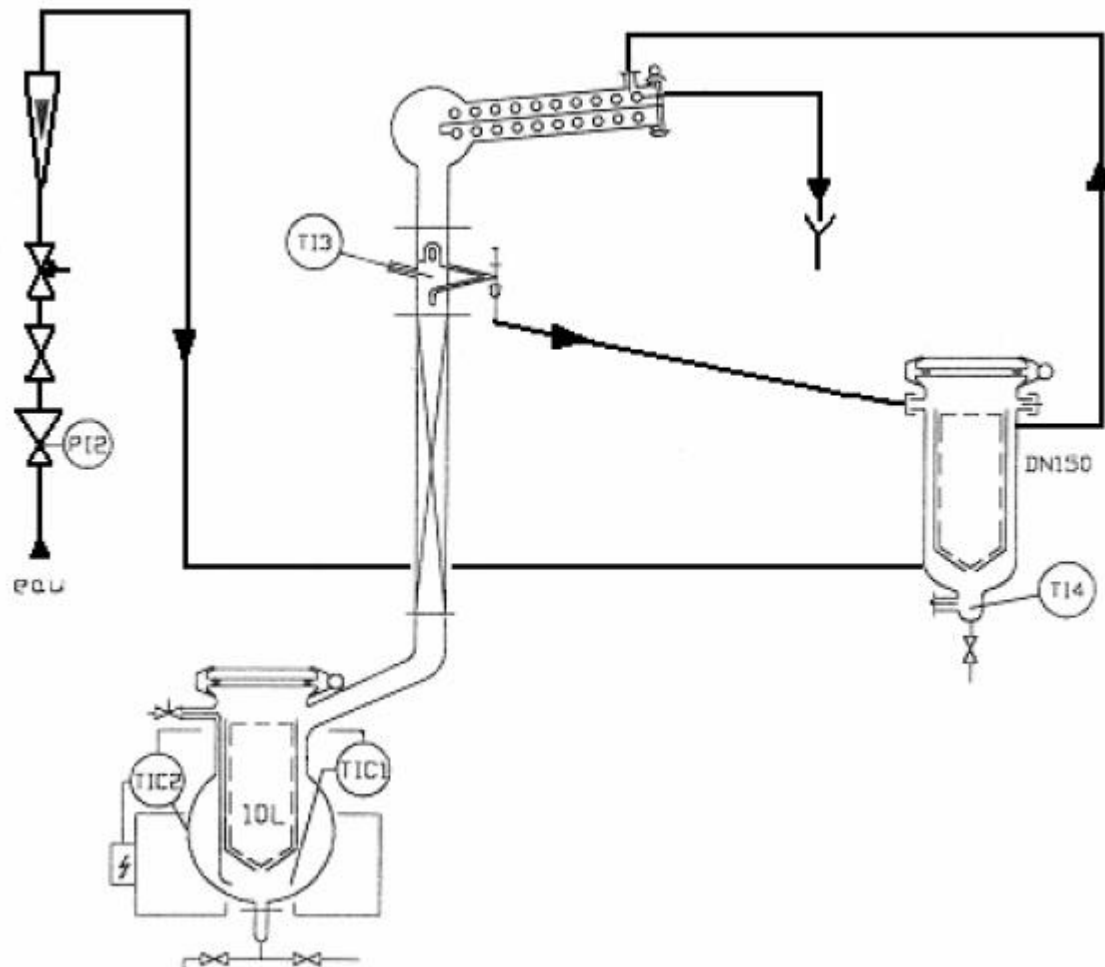
L'INFUSION

L'infusion consiste à introduire un solide plus ou moins divisé dans un liquide chaud ou à verser un liquide chaud sur un solide afin de dissoudre les constituants utiles puis à laisser refroidir le mélange.



EXTRACTION

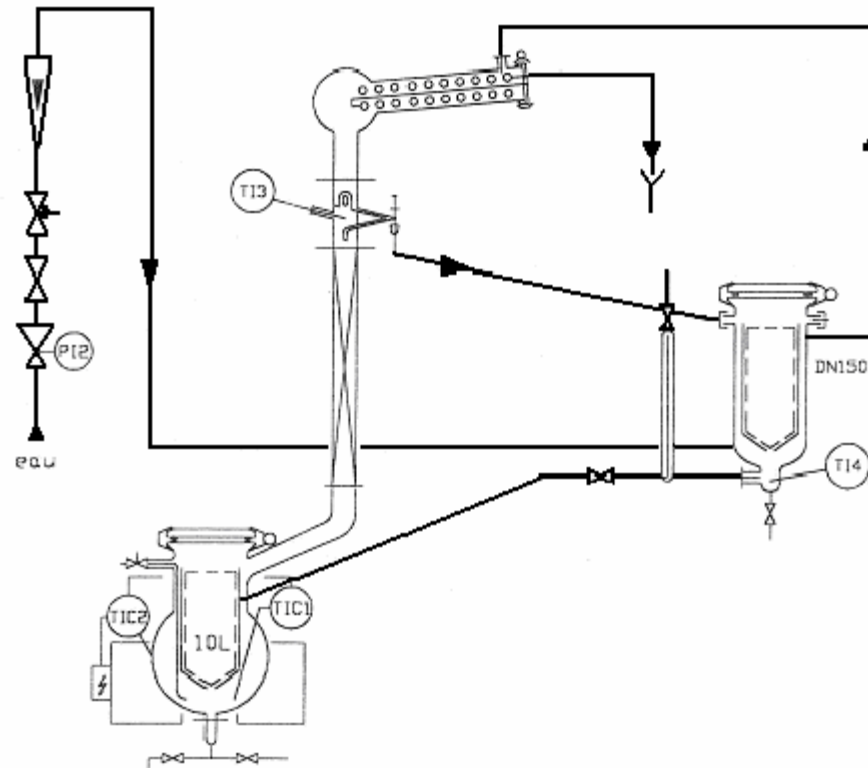
L'INFUSION



EXTRACTION

La Percolation

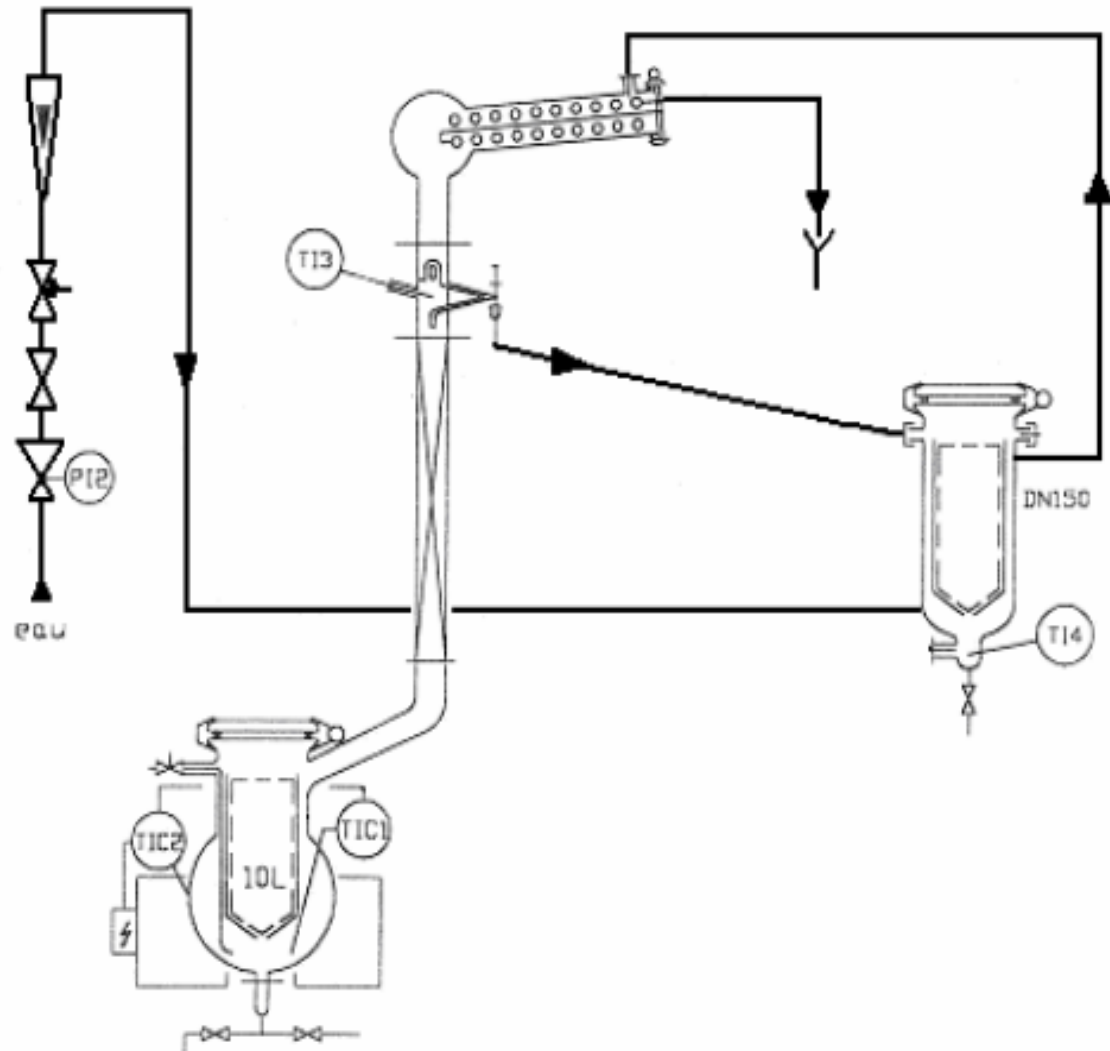
La percolation consiste à laisser couler un solvant, généralement chaud, sur un lit de solide afin de dissoudre les constituants solubles qui y sont contenus.



EXTRACTION

La Macération

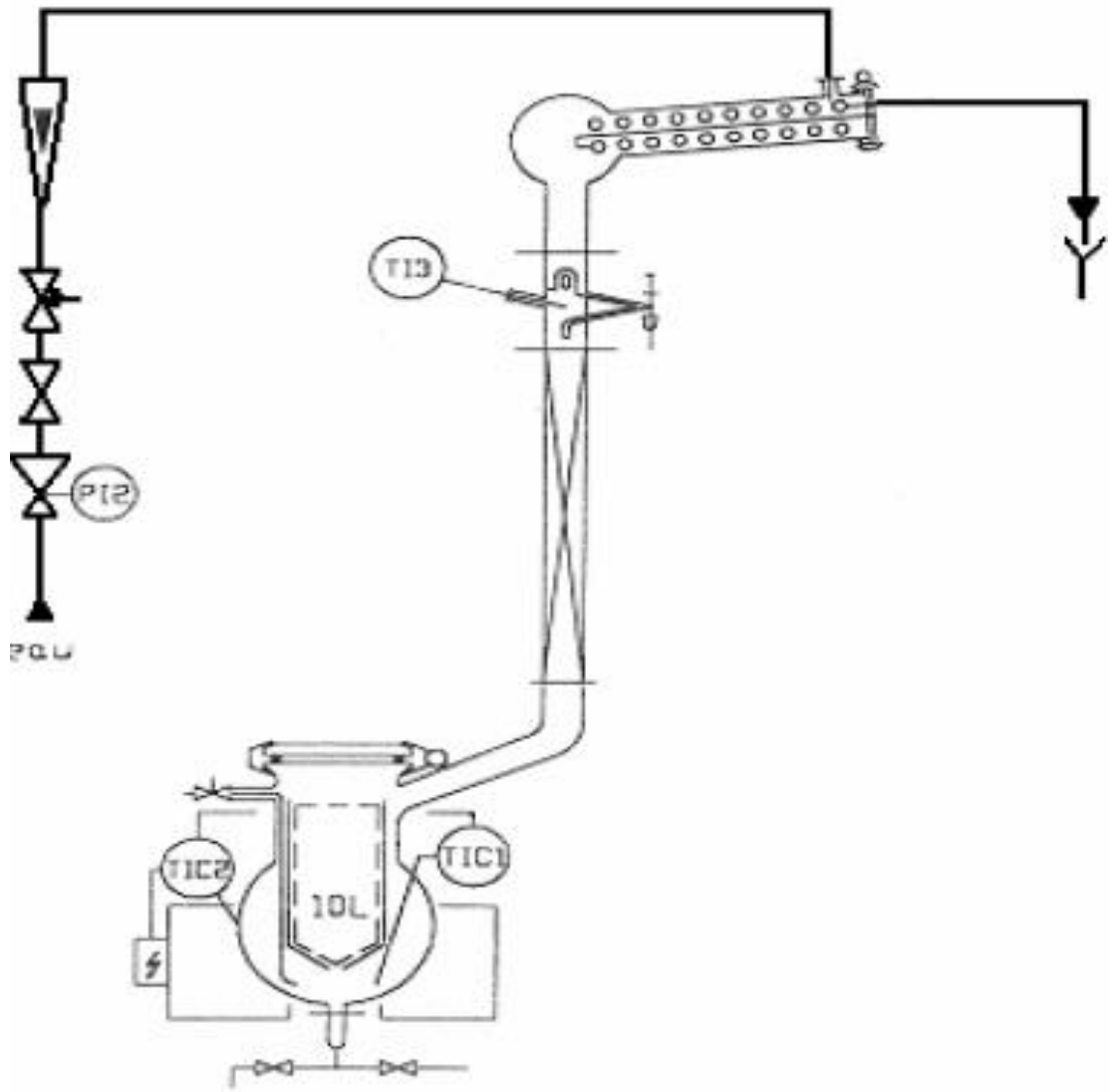
La macération à chaud est réalisée par le séjour plus ou moins prolongé d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles dans le solvant.



EXTRACTION

La Décoction

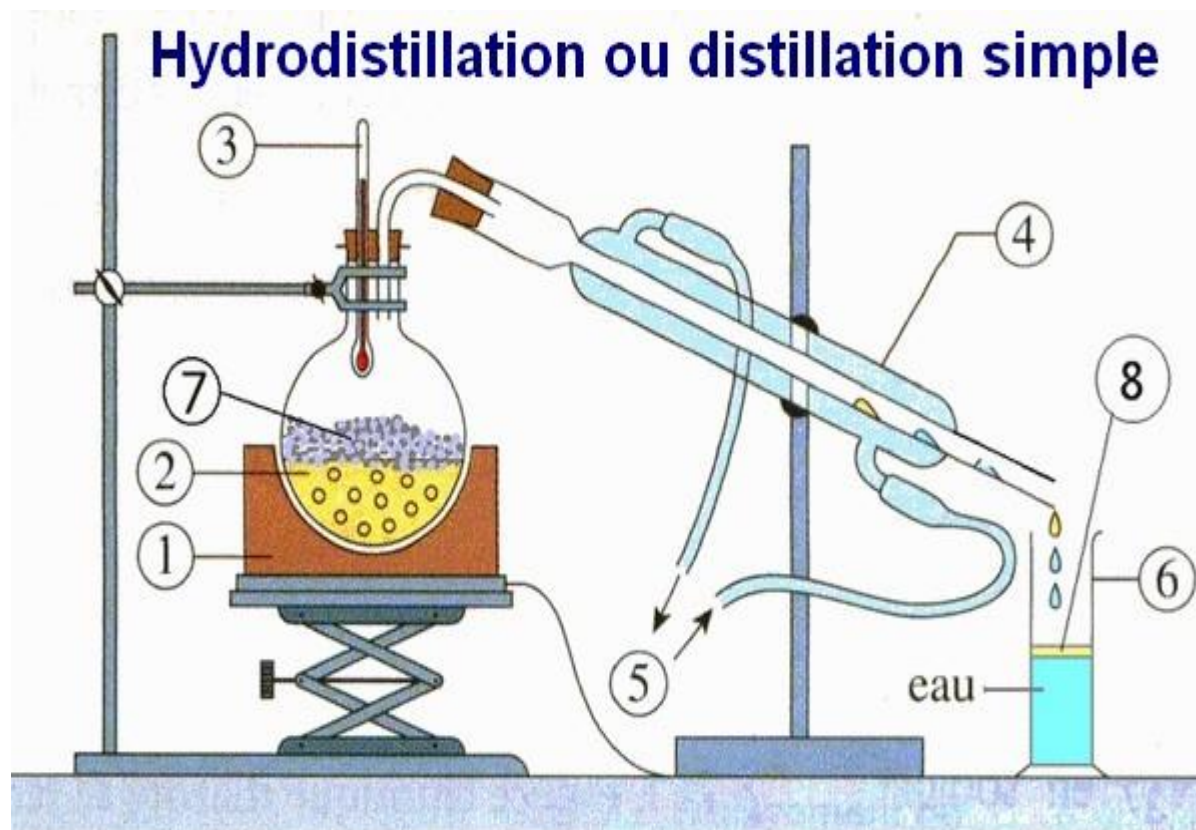
La décoction est le traitement subi par des particules solides que l'on fait bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles.



EXTRACTION

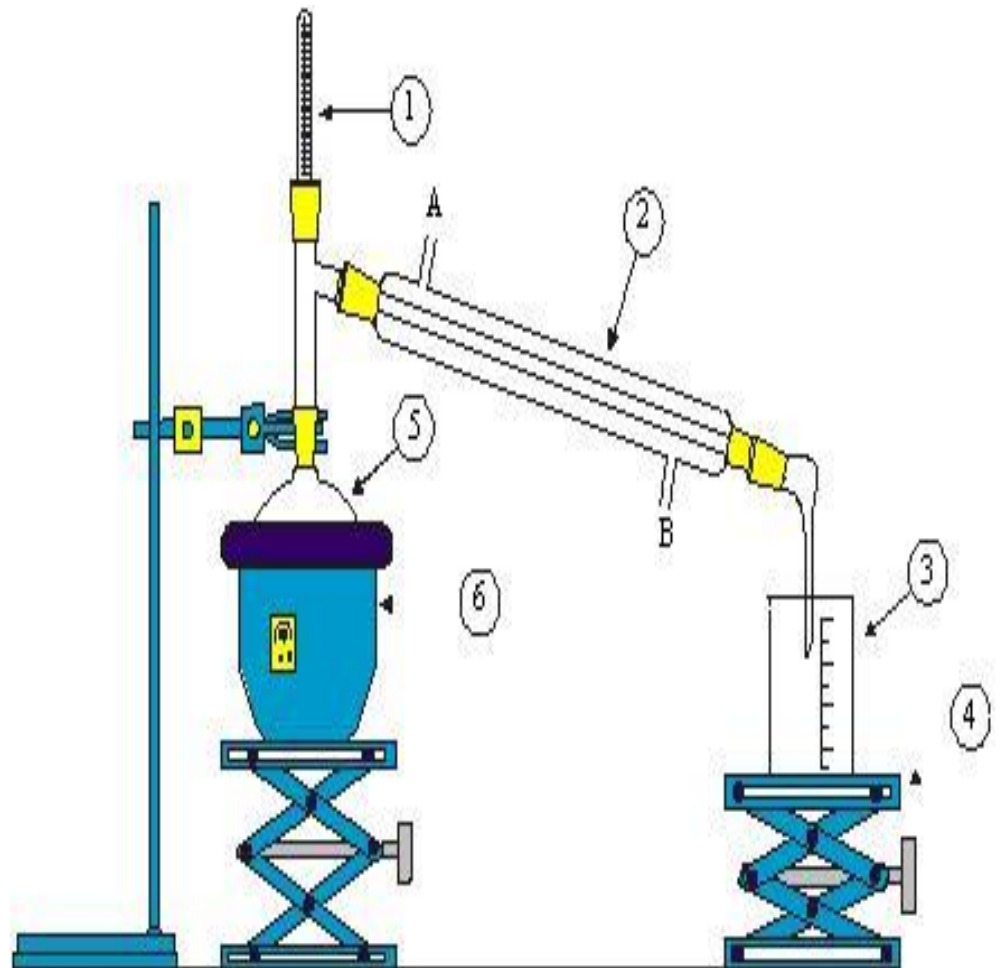
L'hydrodistillation

Une hydrodistillation ou entraînement à la vapeur d'eau est la distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'un liquide organique non miscibles



EXTRACTION

L'hydrodistillation



EXTRACTION

Les techniques d'extraction reposent sur la nature des interactions moléculaires, qui dépendent principalement des polarités différentes des constituants d'un mélange.

Techniques mise en œuvre	Objectif	Propriétés exploitées	Caractéristiques physico-chimiques correspondantes
hydrodistillation	extraction d'une espèce liquide présente dans une substance naturelle	non miscibilité de l'eau et du liquide à extraire	l'eau est polaire, le liquide à extraire ne l'est pas
macération	extraction d'une espèce solide ou liquide présente dans une substance naturelle	solubilité de l'espèce extraite dans le solvant de macération	l'espèce extraite et le solvant sont soit tous deux polaires, soit tous deux peu polaires
décantation	séparation de deux liquides non-miscibles	non-miscibilité des deux liquides mis en jeu, et différences de densité	l'un des liquides est polaire, l'autre non
filtration	séparation d'un liquide et d'un solide	différences d'état physique des deux espèces, et non solubilité du solide dans le liquide	l'une des espèces est polaire, l'autre non
recristallisation	purification d'une espèce solide E	solubilité de E dans le solvant S faible à froid mais très importante à chaud ; solubilité des impuretés I dans le solvant S importante à froid et à chaud	E et S ont des polarités différentes mais pas trop ; I et S ont des polarités de même type