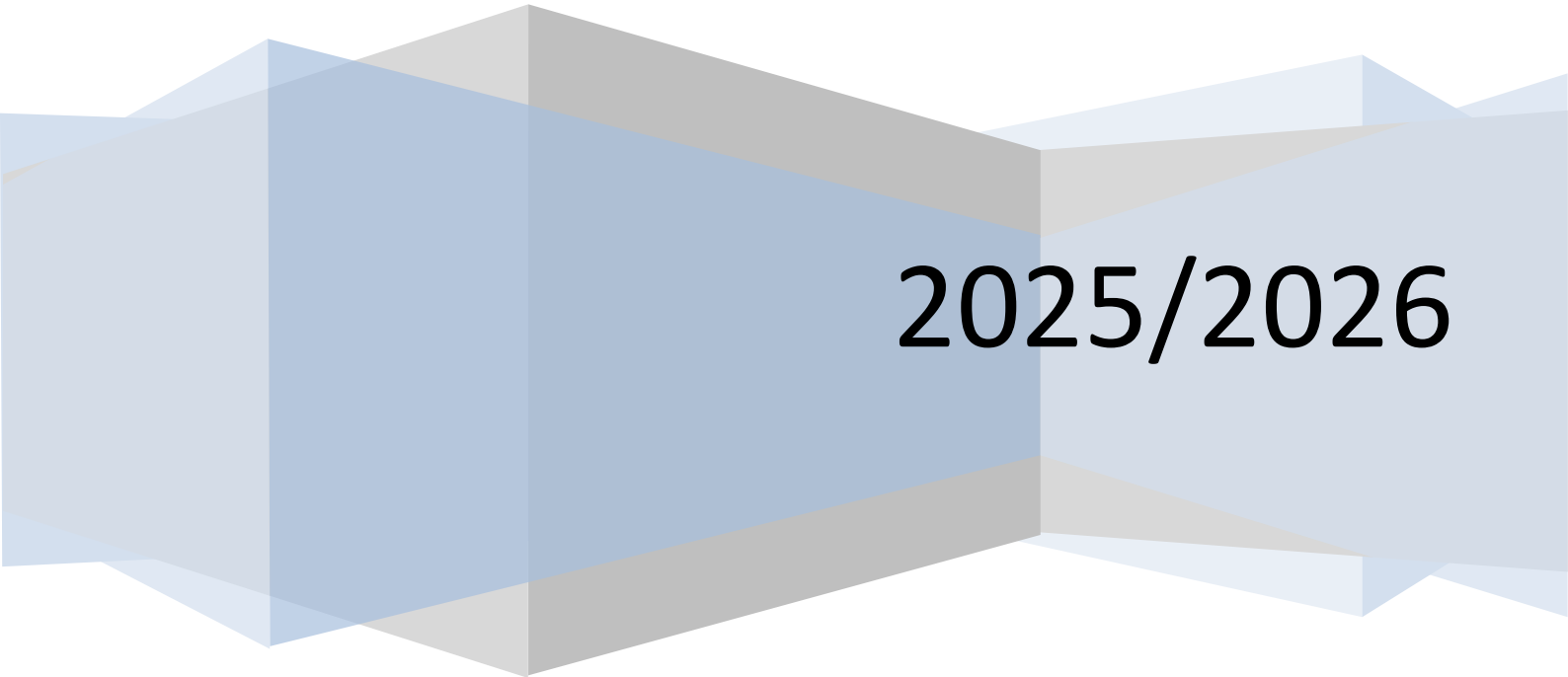


CHAPITRE I. Méthodes séparatives basées sur l'extraction

Extraction Solide-Liquide

Pr. AYAD R.



2025/2026

INTRODUCTION

Les méthodes extractives sont des procédés utilisés pour séparer et isoler une ou plusieurs substances d'un mélange, comme l'extraction de principes actifs de plantes ou de composés chimiques. Elles peuvent être basées sur des techniques physiques comme la pression pour les jus ou la décoction et l'infusion pour les matières végétales.

D'autres méthodes font appel à des solvants, tels que l'extraction par solvant ou l'extraction liquide-liquide, pour extraire des molécules spécifiques.

I. L'extraction solide- liquide

L'extraction solide- liquide est la technique la plus utilisée pour la récupération de molécules bioactives à partir de sources végétales. Elle est largement appliquée en industries agro-alimentaire et pharmaceutique pour extraire des composés d'intérêt à partir des plantes pour la production de boissons et de médicaments.

I.1. Principe et mécanisme de l'extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est une opération physique de transfert de matière entre une phase solide, qui contient la substance à extraire et une phase liquide (le solvant d'extraction). Suite au contact entre le solvant et le solide hétérogène, les substances ayant une affinité pour le solvant sont solubilisées et passent de la phase solide dans la phase liquide. Au cours de l'extraction, leurs teneurs (fractions) dans la phase solide diminuent et leurs concentrations dans la phase liquide augmentent. Le transfert de matière se réalise par diffusion moléculaire et par convection. L'extraction est un processus non stationnaire qui s'arrête au moment où s'établit un équilibre entre les deux phases.

Cependant si le solvant est continuellement renouvelé, la diffusion se poursuit jusqu'à épuisement de la phase solide. Généralement, l'extraction n'est pas très sélective. En plus des molécules d'intérêt, d'autres substances sont également co-extraites à partir de la phase solide vers le solvant.

La solution obtenue est appelée extrait. La matière solide obtenue après évaporation du solvant est aussi appelée extrait ou extrait sec. La source solide épuisée après l'extraction contient très peu ou pas de soluté. Elle est appelée raffinat ou résidu(Fig.1).

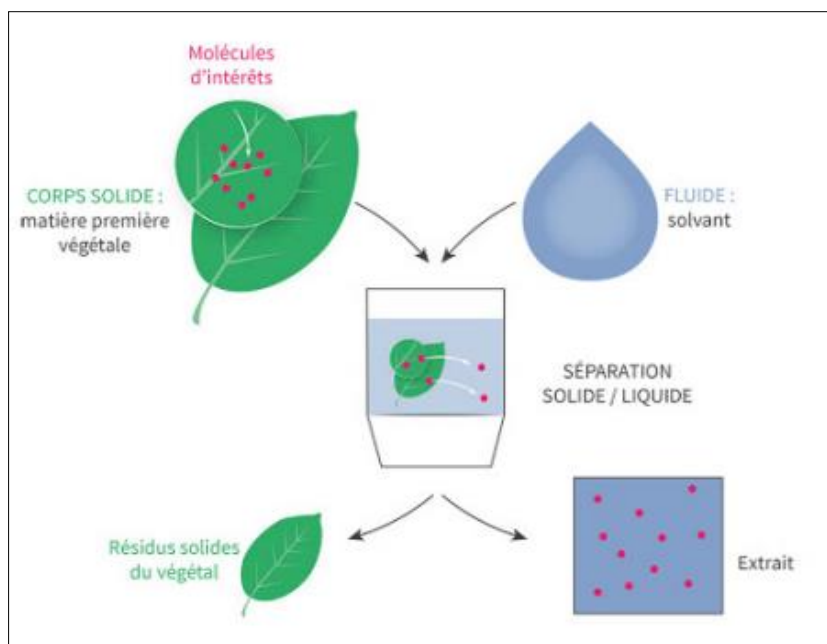


Figure 1 : Représentation schématique de L'extraction solide-liquide

I.2. Les techniques conventionnelles de l'extraction solide-liquide

I.2.1 Macération

La macération est une **extraction solide-liquide** dans lequel le composé bioactif (soluté) à l'intérieur de la matière végétale est **extraît par un solvant** spécifique pendant une période de temps bien déterminée. **L'efficacité** du processus de macération est déterminée par **deux facteurs principaux la solubilité et la diffusion**. La macération est le choix le plus fréquent des chercheurs vu la simplicité de la mise d'un système d'extraction par macération. **L'inconvénient** de la macération est la **longue durée d'extraction** réduite toutefois par agitation.



Figure 2 : Macération par solvant

I.2.2. L'infusion

Une infusion est un procédé qui consiste à extraire des composés solubles des plantes dans un liquide chaud, le plus souvent de l'eau, en laissant les plantes tremper pendant un certain temps pour libérer leurs principes actifs, arômes et saveurs. L'infusion peut également désigner la boisson ainsi obtenue, comme une tisane ou un thé.



Figure 3 : Infusion du thé

I.2.3. La décoction

Une décoction est un procédé qui consiste à faire bouillir des ingrédients (souvent des plantes ou des parties dures comme les racines et écorces) dans de l'eau pour en extraire les principes actifs, ainsi que le liquide obtenu lui-même. Cette méthode permet une extraction plus complète que l'infusion, mais peut dégrader certaines molécules sensibles à la chaleur.



Figure 4 : Exemple d'une décoction

I.2.4. Extraction par reflux et par soxhlet

L'extraction par reflux ainsi que par Soxhlet est basée sur **un procédé de distillation** qui est largement utilisé dans les laboratoires et les industries alimentaires et non alimentaires. Le procédé consiste à **chauffer une solution à ébullition** puis à **renvoyer les**

vapeurs condensées dans le ballon d'origine. L'extraction par Soxhlet **diffère** de l'extraction par reflux par **le placement de la matière végétale dans une cartouche** et non pas dans le ballon (figure 5).

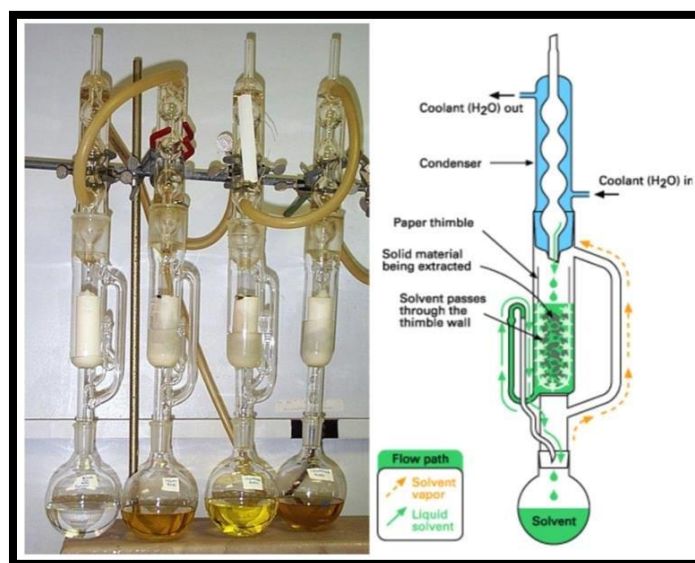


Figure5 : Représentation schématique d'un extracteur Soxhlet

I.2.5. Extraction par méthodes d'extraction conventionnelles successives

Cette technique consiste à utiliser deux méthodes d'extraction conventionnelles successivement **dans le but d'obtenir des molécules bioactives hautement purifiées**

I.3. Les techniques vertes de l'extraction solide-liquide

I.3.1 Extraction assistée par ultrasons (UAE)

L'extraction assistée par ultrasons consiste à **traiter sous ultrasons** un solide, sec ou humide, **en contact avec un solvant**. Le phénomène des ultrasons consiste à créer des bulles de cavitation dans le solvant permettant de dénaturer la paroi de la cellule végétale. Les **ultrasons permettent d'accélérer** l'extraction et de réduire le ratio solvant/soluté ce qui conduit à un meilleur rendement d'extraction des composés bioactifs.

Deux types d'équipements à ultrasons sont couramment utilisés dans les laboratoires. Le premier est le **bain à ultrasons** qui est couramment utilisé pour la dispersion de solides dans un solvant ou pour le dégazage des solutions. Le second équipement, **une sonde à ultrasons**, est beaucoup plus puissant en raison d'une intensité ultrasonore délivrée sur une petite surface (pointe de la sonde) par rapport au bain à ultrasons.



Figure 6 : Extraction par ultrasons

I.3.2 Extraction assistée par micro-ondes (MAE)

Les micro-ondes sont **des ondes électromagnétiques non ionisantes** avec une gamme de fréquences de 0,3 à 300 GHz. Les micro-ondes sont capables de **pénétrer dans les biomatériaux** et de générer de la chaleur en interagissant avec les molécules polaires comme l'eau.

L'interaction entre les micro-ondes et les molécules polaires conduit à un surchauffage interne et une perturbation de la structure cellulaire facilitant la diffusion du composé bioactif à partir de la matrice végétale

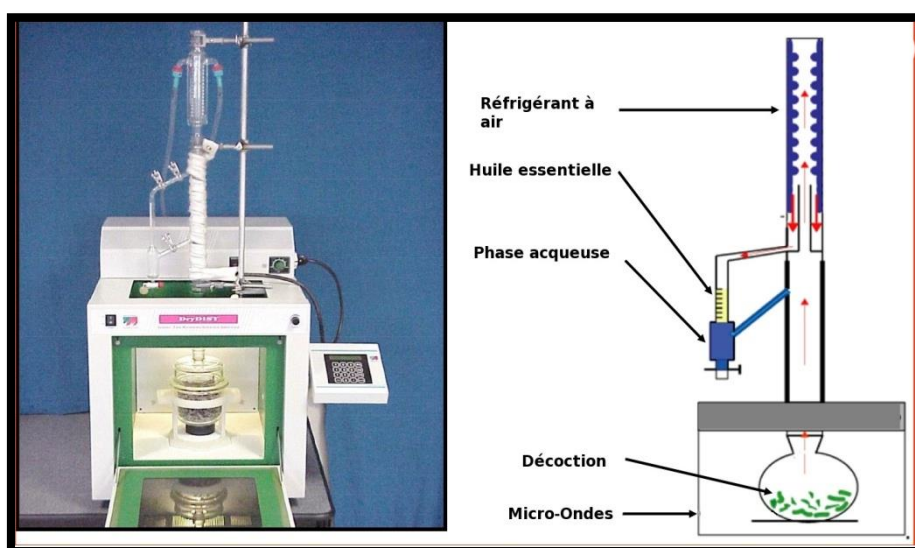


Figure 7 : Extraction par microonde

I.3.3 Extraction accélérée par solvant (ASE)

L'extraction accélérée par solvant (ou PLE : extraction par liquide pressurisé) est une technique d'extraction moderne utilisée pour l'extraction des molécules bioactives en utilisant **des solvants à haute température et haute pression**, mais sans atteindre le point critique. L'extraction accélérée par solvant **se caractérise par un temps d'extraction court** (15-25 minutes) et **un volume réduit de solvant utilisé** (15-45 ml)



Figure 8 : Système de l'extraction par solvant accéléré

I.3.4 Extraction par fluide supercritique (EFS)

L'extraction par fluide supercritique est une technique d'extraction verte utilisée pour **l'extraction d'une grande variété de molécules bioactives**. L'extraction par fluide supercritique présentant les avantages d'être rapide, sélective et économise les solvants, elle nécessite peu ou pas de solvant organique par rapport aux autres techniques d'extraction. L'état supercritique se produit lorsque la température et la pression du fluide sont élevées au-dessus de son point critique. Le dioxyde de carbone CO_2 est le solvant le plus utilisé dans l'extraction par fluide supercritique.

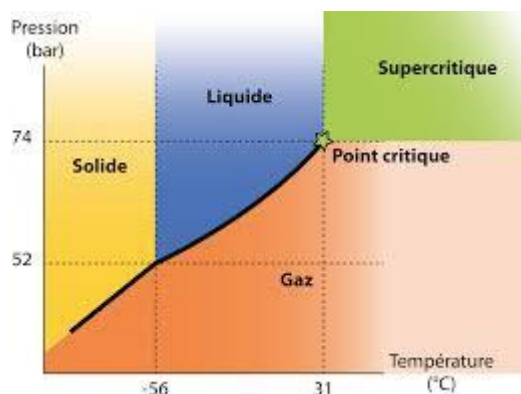


Figure 9 : diagramme de phase du CO_2

L'extraction à l'aide de **CO₂ supercritique** présente l'avantage d'une pénétration de matrice élevée et d'une faible viscosité à des températures relativement basses et en l'absence d'oxygène, ceci est important pour les composés qui peuvent être thermolabiles ou facilement oxydables.

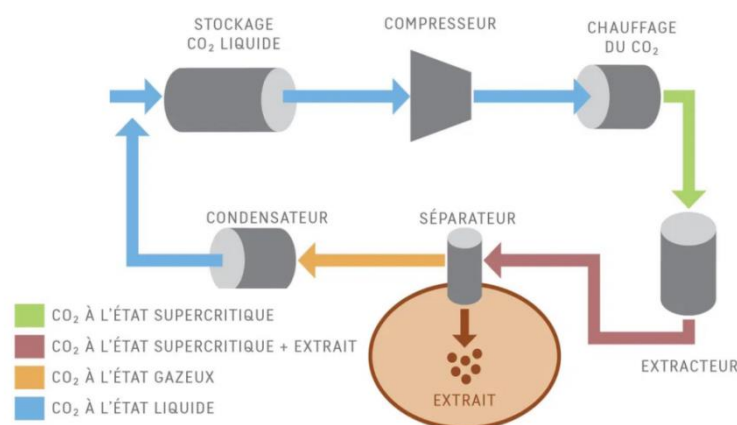


Figure 10 : extraction par CO₂ supercritique

I.4. Sélection du solvant de l'étude selon les principes de la chimie verte

Depuis leur apparition dans la littérature, les termes « vert » et « durable » sont de plus en plus utilisés et sont de nos jours omniprésents dans plusieurs domaines de recherche. L'origine de la « chimie verte » pourrait être attribuée au lancement de l'initiative « Care » par le Conseil américain de chimie. La chimie verte peut être considérée comme le contexte scientifique et économique dans lequel les universités, l'industrie et le gouvernement tentent de converger leurs efforts pour le développement d'une civilisation durable.

L'objectif principal de la chimie verte est d'intégrer la sécurité, la prévention de la pollution, la minimisation des déchets et l'optimisation énergétique dans les processus chimiques existants. Les solvants utilisés dans l'industrie chimique et pharmaceutique sont couramment des solvants pétrochimiques non renouvelables, inflammables et nocifs pour l'environnement. **Pour se conformer aux principes de la chimie verte**, les industriels et les chercheurs sont de plus en plus orientés vers les solvants renouvelables, biodégradables et non toxiques issus de produits naturels. **Le solvant vert** le plus utilisé en industrie chimique et pharmaceutique est **l'éthanol vu sa disponibilité, son prix, sa non-toxicité et sa nature biodégradable**.

I.5. Facteurs influençant les performances de l'extraction

I.5.1. La température

Il est difficile de cerner de façon simple l'influence de la température sur l'extraction. Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction et ceci pour quatre principales raisons :

- La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation,
- La gamme des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire,
- Elle augmente les coefficients de diffusion,
- Enfin, elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse de substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation. La limite supérieure de la température est imposée par le point d'ébullition du solvant, par les risques de : dégradation thermique du soluté risques d'extraire des composés nuisibles

I.5.2. Temps d'extraction

Les quantités de substances extraites sont fonction du temps de séjour du matériel au sein du solvant (temps nécessaire à la pénétration du solvant à l'intérieur des vacuoles, dissolution du composé etc.).

Généralement, une élévation de la température traduisant l'agitation moléculaire permet de diminuer les temps de contact et ce, sans diminution notable du rendement. A titre indicatif, une méthode comme la macération dure environ 8 à 10 jours, par contre des méthodes comme la décoction ne nécessitent que des temps de contact rapides de l'ordre d'une dizaine de minutes

I.5.3. Degré d'agitation

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'opération.

Dans le cas de l'extraction aqueuse, l'agitation permet de réduire la résistance au transfert de solutés au niveau de l'interface solide liquide (couche limite) et d'augmenter le coefficient de transfert. Si l'agitation est maintenue durant une longue période, elle va favoriser les chocs entre les différentes particules et permettre ainsi l'éclatement de certaines cellules qui vont libérer leur contenu cellulaire dans le milieu

I.5.4. Taille des particules

Tous les auteurs s'accordent sur l'effet généralement positif du broyage sur les opérations d'extraction. Le broyage du solide permet d'intensifier les phénomènes de transfert du solvant à travers l'augmentation de la surface spécifique (surface d'échange entre le solvant et le solide).

D'autre part, dans les opérations de transfert de matière par diffusion, le gradient de concentration augmente directement avec la diminution de la taille de la particule et le temps de traversée nécessaire intervient généralement proportionnellement au carré de la distance traversée (vitesse d'extraction). L'opération doit donc être nettement mieux intensifiée à la suite d'un bon broyage.

I.5.5. La nature du solvant

Un solvant est, par définition, une substance qui a le pouvoir de former avec d'autres substances une solution homogène. Un solvant d'extraction est choisi en fonction de :

- Ses propriétés physiques : densité, viscosité, point d'ébullition, chaleur spécifique, etc. déterminant les conditions de l'épuisement, vitesse d'écoulement et de filtration, conditions de distillation et de concentration, pertes par volatilisation.
- La nature des principes à dissoudre, Ses caractéristiques économiques et son prix de revient.