

B-EXTRACTION (SUITE)

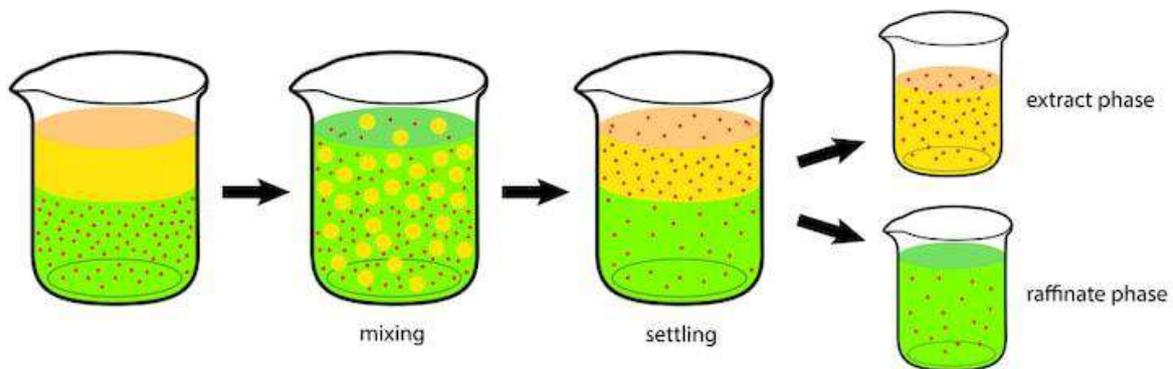
B-1- Extraction par le solvant

B-1-1- Extraction Liquide/Liquide (ELL)

B-1-1-a Extraction simple/unitaire

Rappel :

Lors d'une opération d'extraction par le solvant de type ELL, un soluté présent dans une phase liquide de départ (**phase extraite**) est mis en présence d'une deuxième phase liquide (**phase extractante**), non miscible à la première. Les deux phases sont énergiquement mélangées (formation de micelles), pour permettre un échange (une redistribution ou répartition) du soluté entre les deux phases puis le système est laissé retourner à l'équilibre (reformation de deux phases séparées). A la fin de l'opération, la phase extractante (généralement organique) enrichi en soluté est récupérée et éventuellement concentrée par évaporation.



shutterstock.com • 510367069

A l'équilibre le soluté se trouve reparti (distribué) entre les deux phases conformément à son coefficient de partage $K_d = ([S]_{sup}/[S]_{inf})$ ou sup et inf désignent, respectivement, la phase supérieure (généralement organique, notée **o**) et la phase inférieure (généralement aqueuse, notée **a**).

A une température donnée, K_d est indépendant de la quantité totale de soluté en présence, et quelle que soit cette quantité elle se répartira toujours dans les mêmes proportions (pourcentages) entre les deux phases.

La **fraction** de soluté **extraite** par le solvant (**sup** ou **o**)

$$E = \frac{\text{quantité totale de soluté extraite dans la phase organique}}{\text{quantité totale de soluté dans les deux phases}}$$

$$E = \frac{C_o V_o}{C_o V_o + C_a V_a} = \frac{1}{1 + \frac{1}{K_d} \cdot \frac{V_a}{V_o}}$$

(Le **taux d'extraction** = $E \times 100$)

De la même façon la **fraction** de soluté **restante** dans la phase aqueuse après extraction est

$$E' = \frac{C_a V_a}{C_o V_o + C_a V_a} = \frac{1}{1 + K_d \cdot \frac{V_o}{V_a}}$$

Plus le K_d et /ou V_o sont élevés, plus l'extraction est efficace. Cependant, si le K_d est faible il serait nécessaire d'augmenter V_o pour avoir une extraction satisfaisante, action qui présente un certain nombre d'inconvénients (manipulation peu pratique de grands volumes de solvant organique, aussi bien lors de son utilisation que lors de son recyclage, coût économique et environnemental, sécurité...).

Une autre alternative pour améliorer le taux d'extraction d'un soluté de faible K_d est la réalisation de plusieurs extractions successives, à partir de la même phase de départ (phase aqueuse), par des petites portions de phase extractante (phase organique) ; Les portions de phase organique utilisées sont ensuite réunies pour utilisation ultérieure : c'est **l'extraction multiple discontinue**.

B-1-1-b- Extraction multiple

Le processus d'extraction multiple se déroule comme suit :

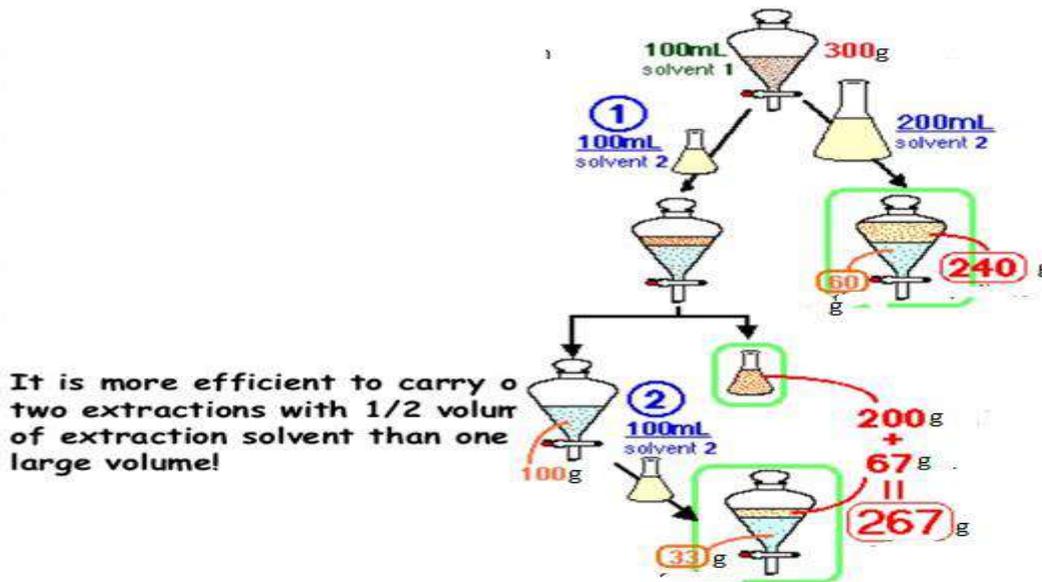
Considérons un soluté X de coefficient de partage $K_d = 2$, et présent à raison de $Q_t = 300$ g dans 100ml de phase aqueuse (inférieure), à extraire en une seule opération par 100 ml de phase organique (supérieure)

Après mélange des phases et atteinte de l'équilibre le soluté se répartit entre les deux phases à raison de (Q_a g) dans la phase aqueuse et $Q_o = Q_t - Q_a$

$$K_d = 2 = \frac{\frac{Q_t - Q_a}{V_o}}{\frac{Q_a}{V_a}} = \frac{300 - Q_a}{\frac{100}{Q_a}} \quad \text{on déduit } Q_a = 100\text{g et } Q_o = 200\text{g}$$

Si $V_a=100$ ml et $V_o= 200$ ml, on peut calculer $Q_a=60$ g et $Q_o= 240$ g (V_o augmente, Q_o augmente).

Maintenant, si au lieu d'utiliser $V_o =200$ ml en une seule fois nous la partageons en deux portions de 100 ml chacune , et réalisons deux extractions successives selon le schéma ci-après, la quantité totale de soluté extraite après les deux opérations se trouve augmentée (267g au lieu de 240g) :



Donc l'augmentation du nombre d'extractions permet d'augmenter le taux d'extraction , tout en utilisant moins de solvant.

Dans le **cas général**, considérons Q_t grammes d'un soluté, présente initialement dans V_a ml de solvant aqueux, à extraire par des portions successives et égales (pour simplifier) V_o de solvant organique, nous avons :

$$K_d = C_o/C_a ; Q_t = Q_a + Q_o ; Q_a = C_a V_a ; Q_o = C_o V_o$$

Après le premier équilibre (la première extraction)

La fraction ,notée E' , de soluté restante dans la phase aqueuse :

$$E' = \frac{Q_{a1}}{Q_t} = \frac{C_{a1} V_a}{C_{a1} V_a + C_{o1} V_o} = \frac{V_a}{V_a + V_o \frac{C_{o1}}{C_{a1}}} = \frac{V_a}{V_a + K_d V_o}$$

$$\text{Et } Q_{a,1} = Q_t \left(\frac{V_a}{V_a + K_d V_o} \right)$$

La deuxième extraction est identique à la première, sauf que Q_t , qui est la quantité initiale de soluté, est remplacée par $Q_{a,1}$, la quantité restante dans la phase aqueuse après la première extraction ; Alors, par analogie (en répétant le même raisonnement que précédemment) on a :

$$Q_{a,2} = Q_{a,1} \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right) = Q_t \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right)^2$$

De la même façon, après n extraction :

$$Q_{a,n} = Q_t \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right)^n, \quad Q_t \text{ étant la quantité initiale de soluté en présence,}$$

$$Q_t = Q_{a,n} + \sum_{i=1}^n Q_{o,i}$$

$$\sum_{i=1}^n Q_{o,i} = Q_{o,1} + Q_{o,2} + Q_{o,3} + \dots + Q_{o,n}$$

La quantité de soluté extraite par le solvant organique après n extractions est

$$\sum_{i=1}^n Q_{o,i} = Q_t - Q_{a,n} = Q_t - Q_t \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right)^n = Q_t \left(1 - \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right)^n \right) \text{ et la fraction}$$

de soluté extraite est :

$$E = \left(1 - \left(\frac{V_a}{V_a + K_d \cdot V_o} \right)^n \right)$$

Plus le nombre d'extraction augmente plus la quantité (ou la fraction) de soluté extraite augmente (de façon exponentielle) ; Normalement, quelques cinq extractions doivent être suffisantes, sinon il faudrait utiliser un solvant plus favorable (permettant un K_d supérieur).

B-1-1-c- Pratique de la LLE

La sélectivité et l'efficacité de la LLE est fortement influencée par le choix des deux phases non miscibles. Le solvant organique (extracteur) doit répondre à certains critères, tels que :

- faible solubilité dans la phase aqueuse (typiquement < 10%)
- Volatilité élevée afin de faciliter son évaporation et la concentration de l'échantillon

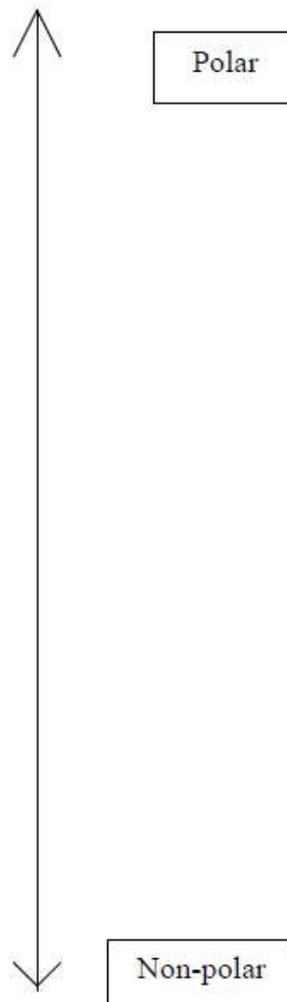
-haut degre de pureté (pour eviter la concentration des impuretés lors de l'évaporation)

-Compatibilité avec les techniques d'analyses prévues (en particulier les méthodes de detection)

-Polarité relative et capacité de former des liaisons Hydrogene, ce qui permet une meilleur extraction (augmentation du K_d)

D'autre part, le k_d peut être influencé par d'autres facteurs affectant la reactivité du soluté d'intéret dans l'une ou l'autre des deux phases (rappelez vous le taux de distribution D), tels que le pH, la complexation, la formation de paires d'ions....

Water
Acetic Acid
Ethyleneglycol
Methanol
Ethanol
Isopropanol
Pyridine
Acetonitrile
Nitromethane
Diehylamine
Aniline
Dimethylsulfoxide
Ethylacetate
Dioxane
Acetone
Dicholoroethane
Tetrahydrofuran
Dicholoromethane
Chloroform
Diethylether
Benzene
Toluene
Xylene
Carbontetrachloride
Cyclohexane
Petroleum ether
Hexane
Pentane



Deux approches distinctes sont possible pour une LLE, le mode **dicontinu**, durant lequel un equilibre est atteint entre les deux phases, et le **mode continu** durant lequel l'équilibre pourrait ne pas être atteint.

La **LLE discontinue** est celle réalisée dans une **fiolle à decanter** (voir plus haut) ; En fonction du K_d (normalement suffisamment grand), l'extraction est **unitaire** ou alors **multiple**.

Dans certain cas la cinétique de distribution du soluté entre les deux phases est lente (K_d faible) et le choix d'une **LLE continue** s'impose ; Dans ce cas deux dispositifs differents sont utilisables selon que le **solvant extracteur** (normalement organique) est plus dense ou moins dense que la phase à extraire.

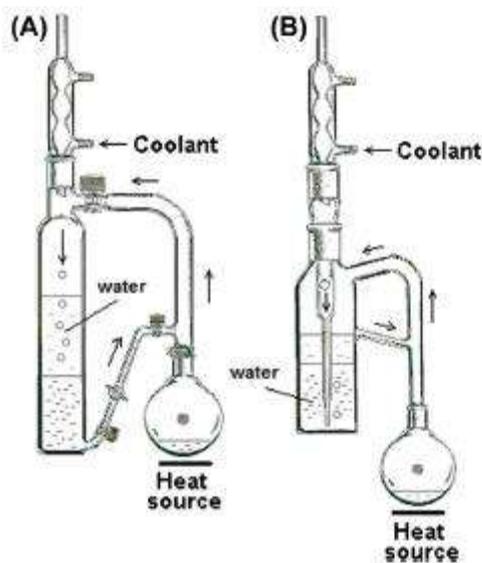


FIGURE 6.1.6 Two continuous liquid-liquid extractors, 10035 one for a solvent heavier than water (A) and the other for a solvent lighter than water (B).

Cette approche est utilisée pour extraire de larges volumes de phase aqueuse. Dans ce cas du solvant organique frais est chauffé à ébullition, condensé puis forcé à percoler de façon répétitive à travers la colonne de phase aqueuse contenant le soluté. Le processus dure normalement plusieurs heures (6 à 24h) et permet des concentrations appréciables de l'échantillon en soluté, après quoi le ballon à solvant est récupéré et le solvant évaporé.

B-1-2- Extraction Solide/Liquide (SLE)

Comme nous l'avons indiqué précédemment, l'homogénéisation d'un échantillon solide en présence d'une phase liquide constitue une opération

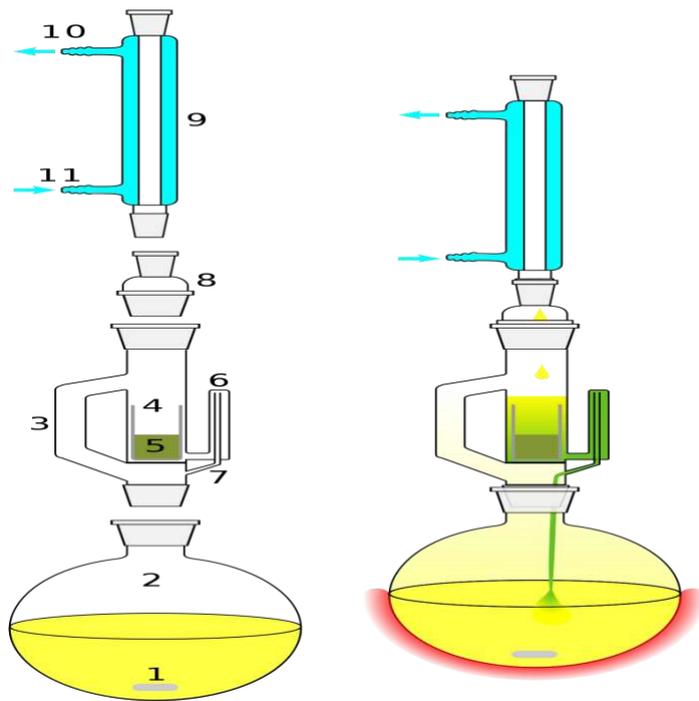
d'extraction solide liquide, la phase liquide pouvant être aqueuse ou organique ; Dans ce cas aussi les deux phases (solide et liquide) ne sont pas miscibles et les solutés se répartissent (partitionnent/ se distribuent) entre les deux phases conformément à leur coefficient de partage K_d ; la théorie du partage demeure la même que dans la LLE.

La SLE peut aussi être réalisée en mode **unitaire** ou **multiple**, de façon **discontinue** ou **continue**.

L'homogénéisation en présence d'une phase liquide constitue un exemple classique de **SLE discontinue (unitaire ou multiple)**, nous nous contenterons de considérer l'exemple comme acquis.

La SLE continue est souvent utilisée pour extraire les **solutés thermostables** à partir de divers échantillon solides à l'aide d'un dispositif appelé SOXHLET.

Lors de d'un SLE dans un soxhlet (voir schéma ci après), un échantillon solide finement divisé est placé dans une cartouche filtrante (numéro 4). Un dispositif ingénieux permet l'évaporation (ballon 1) puis la condensation (3 et 9) du solvant extracteur (faible point d'ébullition) qui est ensuite amené à percoler (de façon répétitive) à travers l'échantillon (4) en emportant le soluté avec lui avant de revenir (6 et 7) dans le ballon (1) à solvant. Plusieurs cycles d'évaporation/ condensation/ extraction sont réalisés sur une durée de 6 à 24h (voir vidéo).



Représentation schématique d'un 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 Condenseur 10 Sortie de l'eau de refroidissement 11 Entrée de l'eau de refroidissement

Bon courage



LIENS UTILES 🙌

Visiter :

1. <https://biologie-maroc.com>

- Télécharger des cours, TD, TP et examens résolus (PDF Gratuit)

2. <https://biologie-maroc.com/shop/>

- Acheter des cahiers personnalisés + Lexiques et notions.
- Trouver des cadeaux et accessoires pour biologistes et géologues.
- Trouver des bourses et des écoles privées

3. <https://biologie-maroc.com/emploi/>

- Télécharger des exemples des CV, lettres de motivation, demandes de ...
- Trouver des offres d'emploi et de stage

