

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

Université Abderrahmane Mira Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département BPC



Pharmaco-Toxicologie Analytique

TD Extraction

Dr MOULAOU KENZA

M1 Pharmaco-Toxicologie
Année universitaire 2022-2023

Purification

Diverses méthodes de purification physiques ou chimiques peuvent être appliquées pour séparer ou concentrer un échantillon avant l'analyse. On peut citer notamment l'absorption, la chromatographie, la distillation, l'extraction, l'échange d'ions, la filtration, la formation de complexes, la cristallisation, le séchage, et bien d'autres encore.



1. Filtration

Elle permet la séparation solide-liquide d'un mélange hétérogène. Cette opération s'effectue soit à la pression atmosphérique sur un filtre plissé, soit sous vide sur un entonnoir de Büchner.

a. Filtration sur filtre plissé.

On utilise un entonnoir dans lequel on place un filtre plissé ; l'entonnoir étant posé sur le col du récipient dans lequel on veut récupérer le liquide.



b. Filtration sous vide

On utilise une fiole à vide surmontée d'un entonnoir Büchner dans lequel on a placé un filtre rond et on aspire dans la fiole au moyen d'une trompe à eau. Pour récupérer le solide après un essorage sur Büchner, il faut débrancher le tuyau reliant la fiole à vide à la trompe à eau avant de fermer le robinet d'eau afin d'éviter un retour d'eau dans la fiole à vide.



La centrifugation

La centrifugation est une technique qui permet la séparation des composés d'un mélange en fonction de leur **densité** sous l'action d'une **force centrifuge**. Elle permet de récupérer un précipité (culot) et un surnageant. Le mélange à séparer peut être constitué de deux phases liquides ou de particules solides en suspension dans un liquide.

L'ultracentrifugation utilise des vitesses de rotation encore plus grandes (allant jusqu'à 75000 tours par minute) et permet la sédimentation de particules ultramicroscopiques.



Recristallisation

La recristallisation est une technique de laboratoire utilisée pour purifier les solides en fonction de leurs **différentes solubilités**.

Une petite quantité de solvant est ajoutée à un flacon contenant un solide impur. Le contenu du ballon est chauffé jusqu'à dissolution du solide. Ensuite, la solution est refroidie. Le solide le plus pur précipite, laissant les impuretés dissoutes dans le solvant. La filtration sous vide est utilisée pour isoler les cristaux. La solution usée est jetée



L'Évaporateur Rotatif

C'est un appareil qui permet d'éliminer le solvant d'un mélange réactionnel par évaporation sous pression réduite. La pression exercée par la vapeur d'un liquide en vase clos est appelée tension de vapeur. La pression de vapeur doit augmenter avec la température du liquide. Puisque le point d'ébullition dépend de la pression et diminue avec l'abaissement de celle-ci, la température nécessaire à la distillation peut être réduite si on abaisse la pression à l'aide d'une trompe à vide.

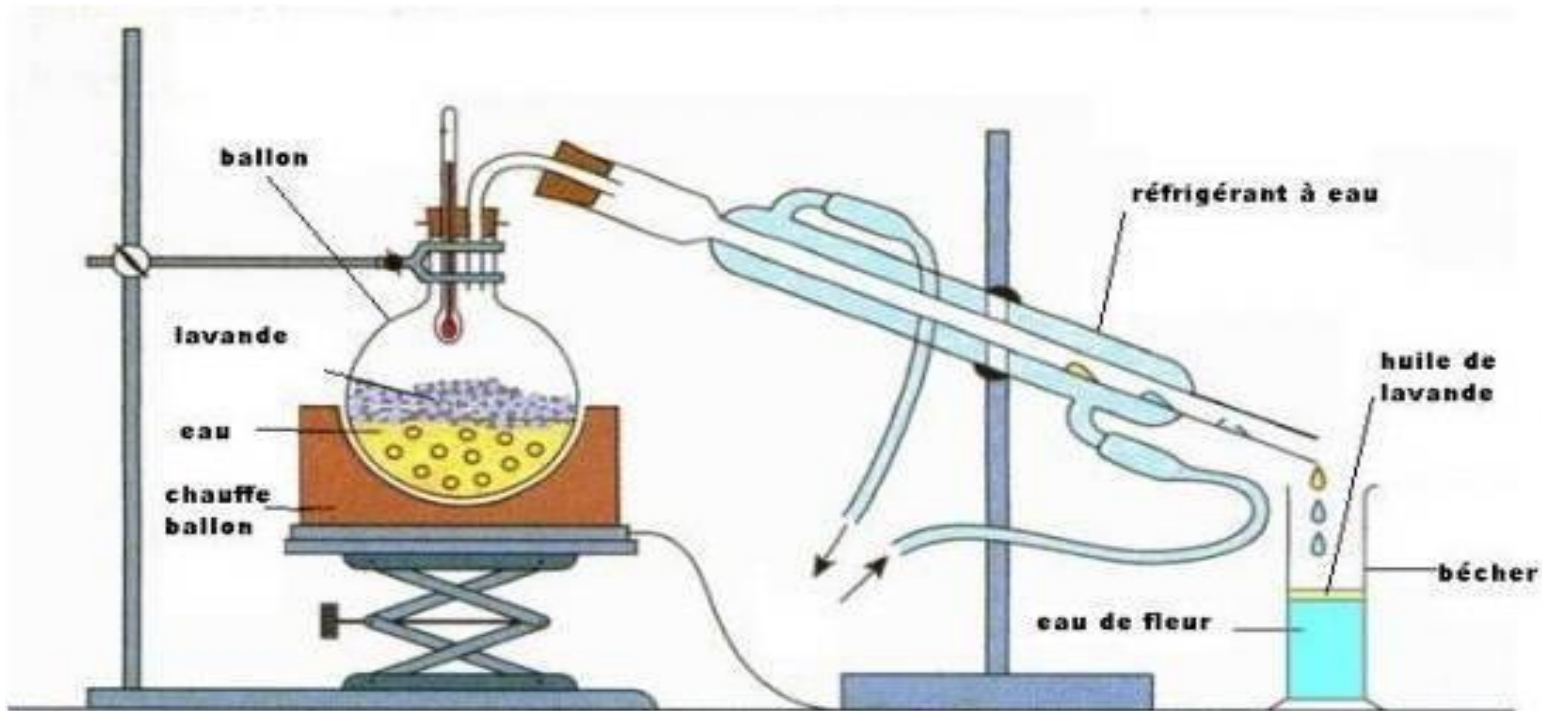


La rotation du ballon au cours de l'évaporation a pour but d'homogénéiser la température de la solution, de régulariser l'ébullition et d'augmenter la surface d'évaporation (évaporation plus rapide). Le solvant vaporisé est condensé au contact de la spirale réfrigérante et recueilli dans le ballon récepteur.

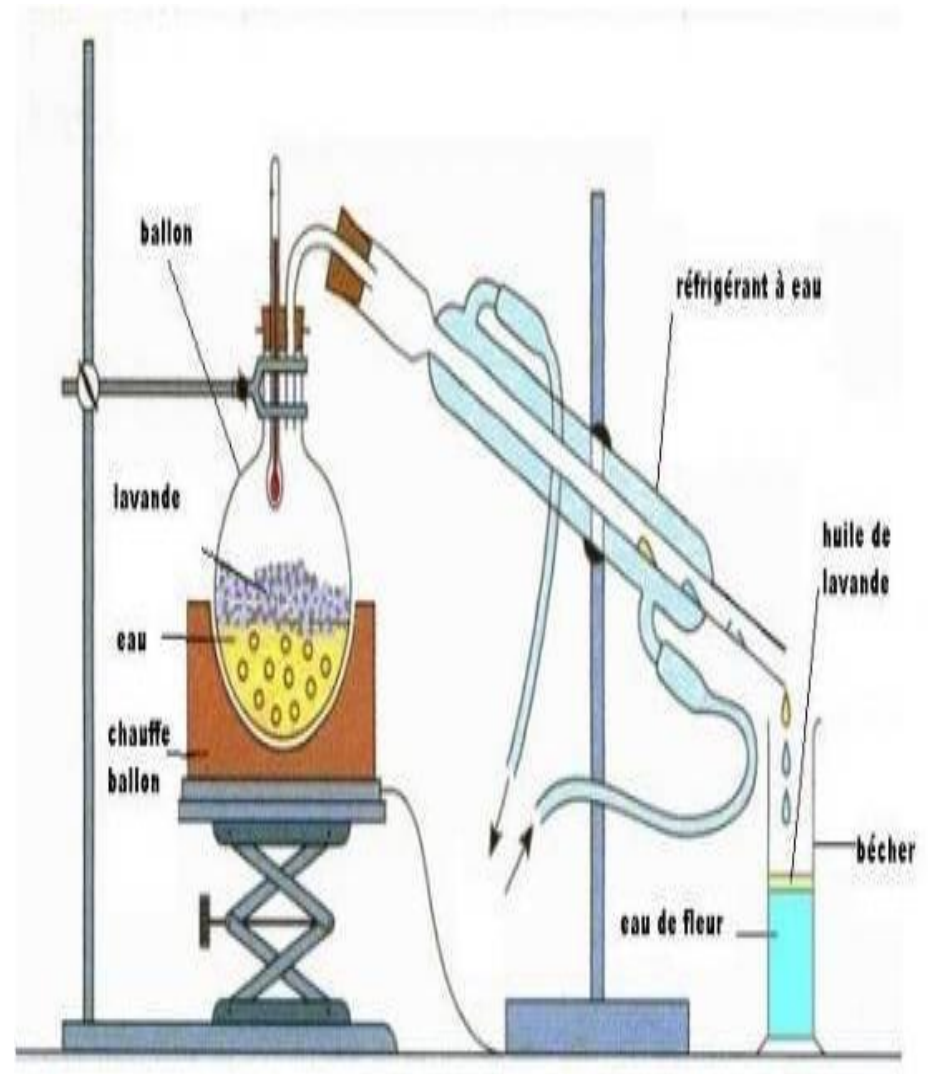


Hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues.



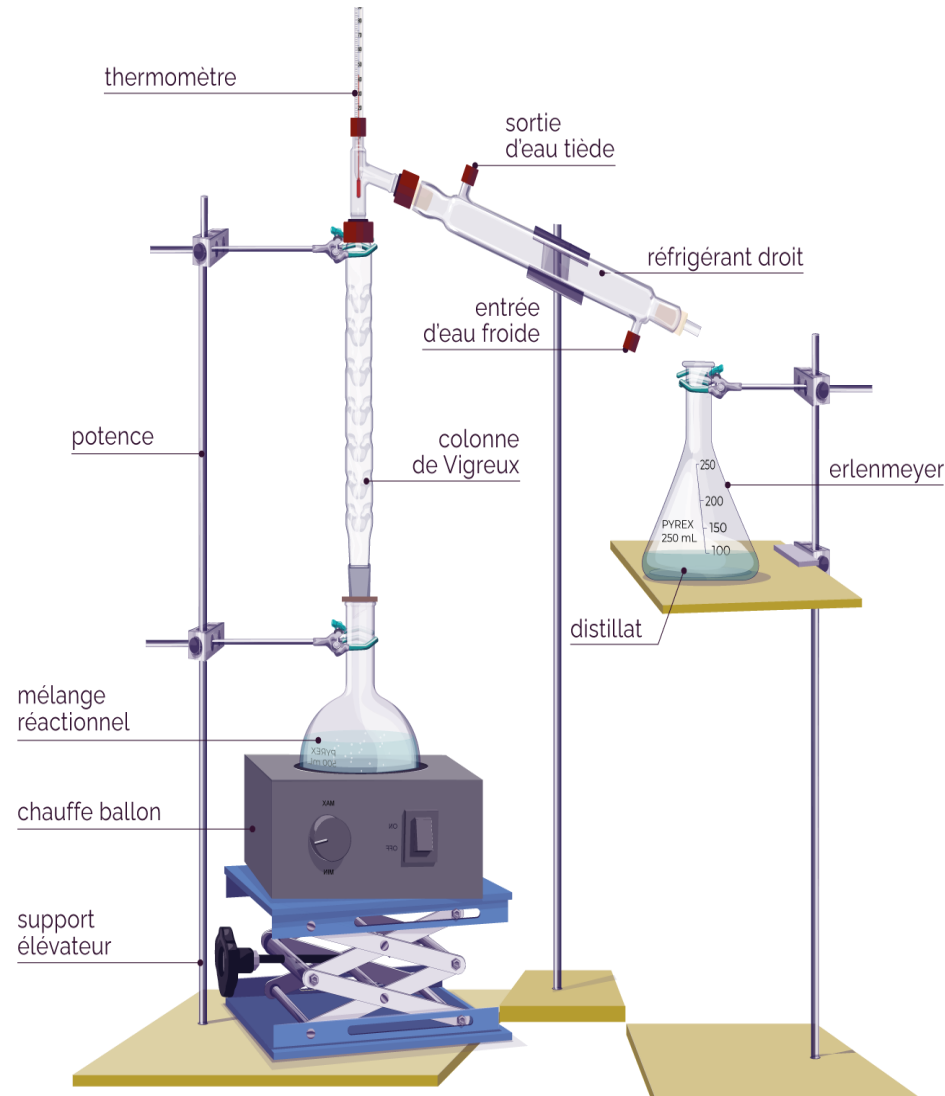
Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité.



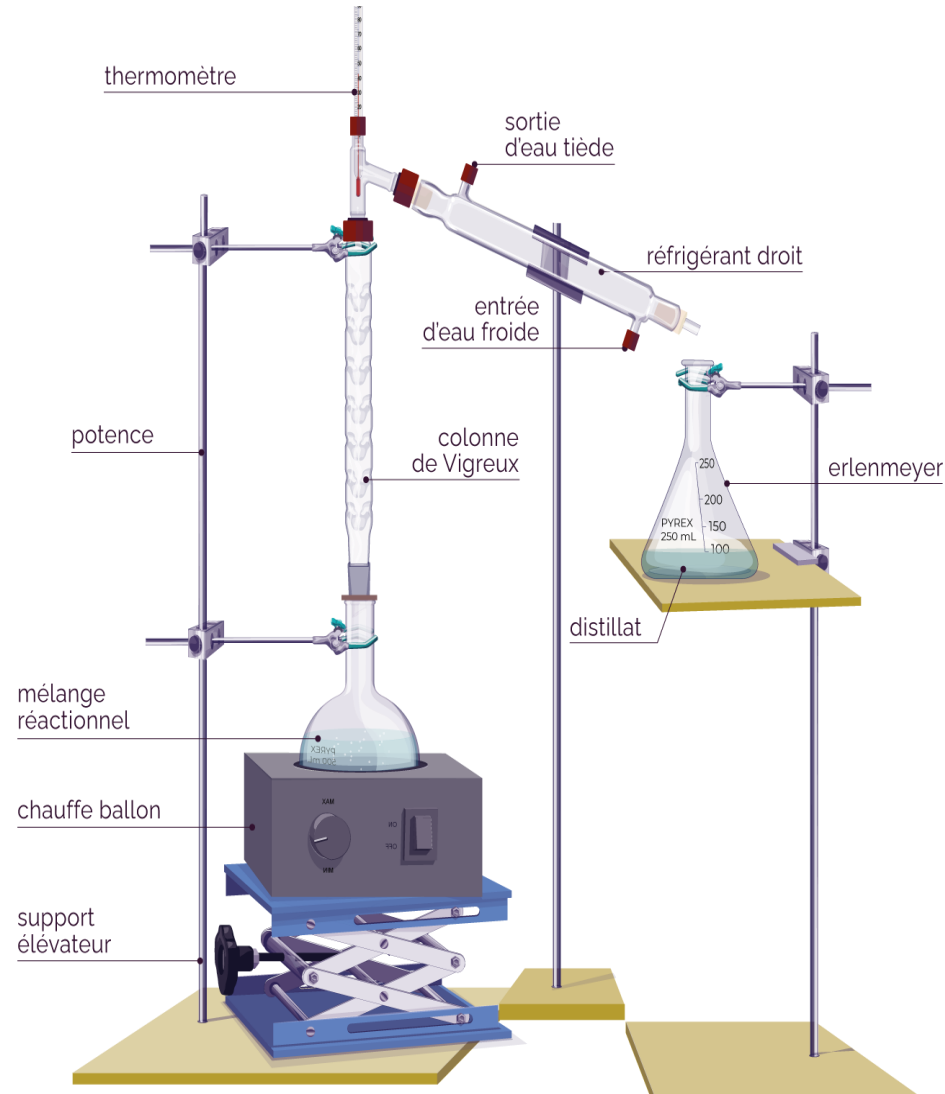
La distillation

La distillation est un processus bien connu par lequel l'eau est chauffée jusqu'à évaporation ; la vapeur est ensuite condensée, puis collectée.

Selon la conception du distillateur, l'eau produite a une résistivité proche d'1 MW cm. Elle est stérile si elle est utilisée immédiatement. Mais la distillation n'est pas une méthode de production "à la demande" ; de ce fait, une partie de l'eau distillée doit être stockée pour un usage ultérieur.



Les stockages doivent être spécifiquement conçus afin de protéger l'eau distillée de toute recontamination par les impuretés véhiculées dans l'air ambiant (bactéries, composés volatiles : CO₂, ammoniac...). En outre, les matériaux utilisés lors du stockage doivent être inertes afin d'éviter toute contamination ionique et organique par les parois du contenant.



Techniques d'extraction chimiques

A froid

•Extraction par solvants organiques

L'extraction par solvant organique volatil reste la méthode la plus pratiquée. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol moins fréquemment le dichlorométhane et l'acétone.

Une extraction par solvant consiste à extraire une espèce chimique d'un milieu solide ou liquide par solubilisation dans un solvant. Lorsque l'espèce chimique est extraite d'un liquide (mélange ou solution), ce liquide et le solvant extracteur doivent être non miscibles. Au cours de l'extraction on obtient deux phases (ou parties non mélangées). La phase supérieure correspond au liquide dont la densité est la plus faible.

Macération

Cette préparation s'obtient en mettant les substances en contact, à froid, avec un liquide quelconque. Le temps de contact est parfois très long. Les macérations à l'eau, plus rarement employées, car elles ont l'inconvénient de fermenter facilement, ne doivent pas, de toute manière, excéder une dizaine d'heures.

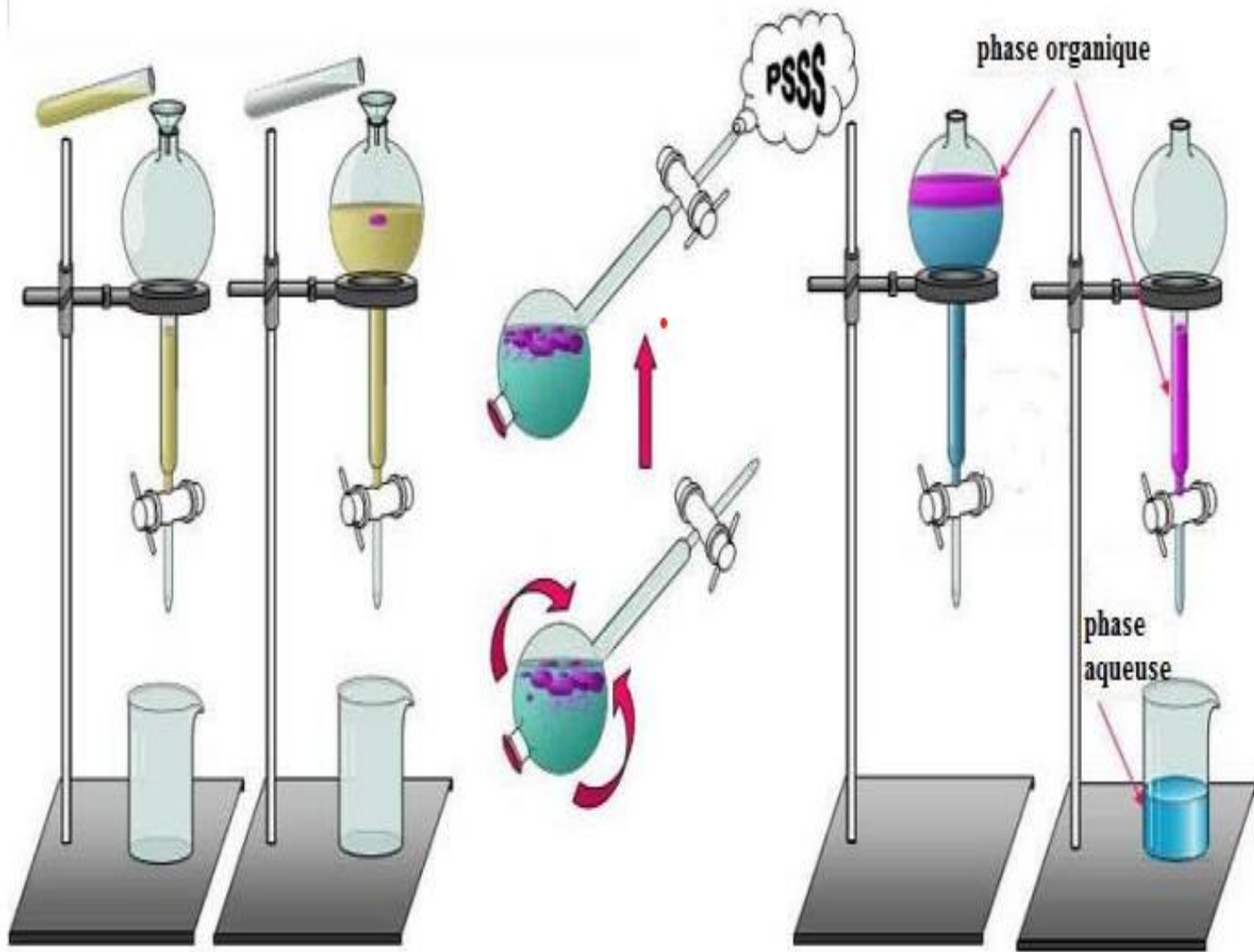
C'est une technique au cours de laquelle on immerge longuement des matières végétales dans un liquide froid afin d'en extraire les espèces chimiques solubles dans ce liquide.



Décantation

La décantation est un procédé permettant la séparation de deux phases liquides non miscibles de densités différentes ; en vue de procéder à une extraction liquide-liquide. Dans la majorité des cas, l'une des phases est aqueuse, l'autre organique. La phase organique étant souvent moins dense que la phase aqueuse. Pour séparer les deux phases, on utilise l'ampoule à décanter :





A chaud

Extraction Soxhlet

L'extracteur de Soxhlet est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité. L'appareil porte le nom de son inventeur : Franz von Soxhlet.

Le Soxhlet est une méthode simple et convenable nous permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à épuisement complet du soluté dans la matière première, d'où vient son efficacité élevée.



Méthodes physiques

Extraction par pression

Par ce procédé, on obtient une huile très pure ne contenant aucune substance étrangère. Par contre, ce procédé ne retire pas l'entièreté de l'huile des graines. Il reste, selon le type de graines extraites, 9 à 20% d'huile dans le tourteau d'extraction.

Cette partie de l'huile ne pourra donc pas être valorisée comme huile de consommation. Ceci explique pourquoi les huiles "pression" sont plus onéreuses que les huiles "solvant".



Méthode d'extraction mécanique

Aujourd'hui, l'extraction mécanique existe toujours. Elle est réalisée dans des presses à barreaux qui permettent l'extraction continue de l'huile. Ce type d'extraction est moins efficace que l'extraction au solvant mais nettement plus sécurisant quant-à la sécurité alimentaire puisqu'elle fait appel à une action mécanique et non à des substances étrangères aux aliments (solvants organiques issus des produits pétroliers). Actuellement, les presses les plus utilisées sont les presses à barreaux à simple ou double vis.



L'extraction par ultrasons

Les ultrasons sont des ondes mécaniques qui sont capables de se déplacer dans un milieu élastique à une fréquence supérieure à la limite maximale d'audibilité de l'oreille humaine.

La diversité des appareillages et des actions des ultrasons permet une large gamme d'applications. Dans le domaine de l'agroalimentaire celles-ci peuvent être de l'ordre de la transformation, de l'extraction ou encore de la préservation des produits alimentaires.



L'extraction par ultrasons

L'utilisation des ultrasons pour l'extraction sur les matrices végétales ou alimentaires est un nouvel outil permettant d'augmenter les rendements ou/et d'accélérer les cinétiques d'extraction.

Les applications couvrent aujourd'hui l'extraction de nombreux des composés comme les arômes, les antioxydants, les huiles et les colorants.

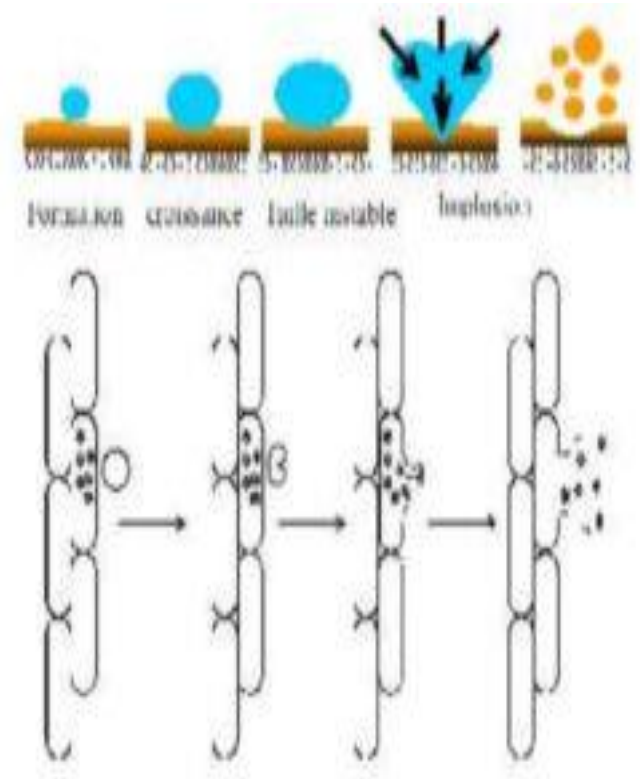


• Le principe des ultrasons

Le principal effet physique et mécanique des ultrasons est alors la production de micro-jets dirigés vers une surface solide lors de l'implosion des bulles de cavitation.

Le mécanisme le plus probable par lequel les ultrasons opèrent est l'intensification du transfert de masse et la facilitation de l'accès du solvant à l'intérieur des cellules végétales.

Ce procédé permet d'améliorer le rendement de l'extraction car au cours de la sonication quand les cellules éclatent, ce qui améliore la diffusion des substances vers le milieu extérieur



Technique de Conservation

La conservation par séchage

Le séchage est l'une des plus anciennes méthodes de conservation des aliments. Il fait intervenir la chaleur. Le séchage solaire (fruits, viande, poissons) fait participer le rayonnement UV. Cette technique est très répandue dans les pays chauds et secs mais aussi fréquemment dans les pays industrialisés à l'aide de techniques artificielles comme les fours et les séchoirs. Elle est simple, peu agressive, économique et surtout naturelle.

La plupart des procédés de séchage nécessitent le contrôle de la température, de l'humidité, de la turbulence de l'air, du temps, etc.



La déshydratation

Cette technique de stabilisation est très ancienne, Aujourd'hui, les denrées sont déshydratées par différentes techniques: séchoirs à air chaud, cylindres chauffants Le but de la déshydratation est d'éliminer la plus grande partie d'eau liée présente dans le produit pour empêcher le développement de micro-organismes et bloquer l'activité enzymatique.

Les aliments sont soumis à un courant d'air chaud et sec. L'air est à la fois la source de chaleur et le véhicule permettant l'élimination de la vapeur d'eau.

Les produits obtenus par déshydratation peuvent être conservés à température ambiante dans des emballages les protégeant de l'humidité.



La lyophilisation

La lyophilisation (sublimation de l'eau à froid ou cryodessiccation) est un procédé très utilisé qui conserve les propriétés du produit.

Le produit est d'abord congelé puis placé à pression réduite et chauffé. Le solvant passe directement de l'état solide à l'état de vapeur (sublimation). Le solvant sublimé est généralement de l'eau, mais peut être également un alcool. La durée moyenne d'un cycle de lyophilisation est comprise entre 60 et 72 heures.



La lyophilisation consiste à enlever l'eau d'un produit liquide, pâteux ou solide, à l'aide de la surgélation puis une évaporation sous vide de la glace sans la faire fondre. Le réchauffement de l'eau à l'état solide à très basse pression conduit à sa sublimation (passage directement de l'état solide à l'état gazeux). La vapeur d'eau (ou de tout autre solvant) quitte le produit et sera capturé par congélation à l'aide d'un condenseur. Ce procédé préserve particulièrement bien les propriétés et la structure du produit sensible à la chaleur.

