



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Ecole Nationale polytechnique d'Oran
Département Génie des Procédés et Matériaux

Spécialité : Génie des procédés « GP »

Filière : GP

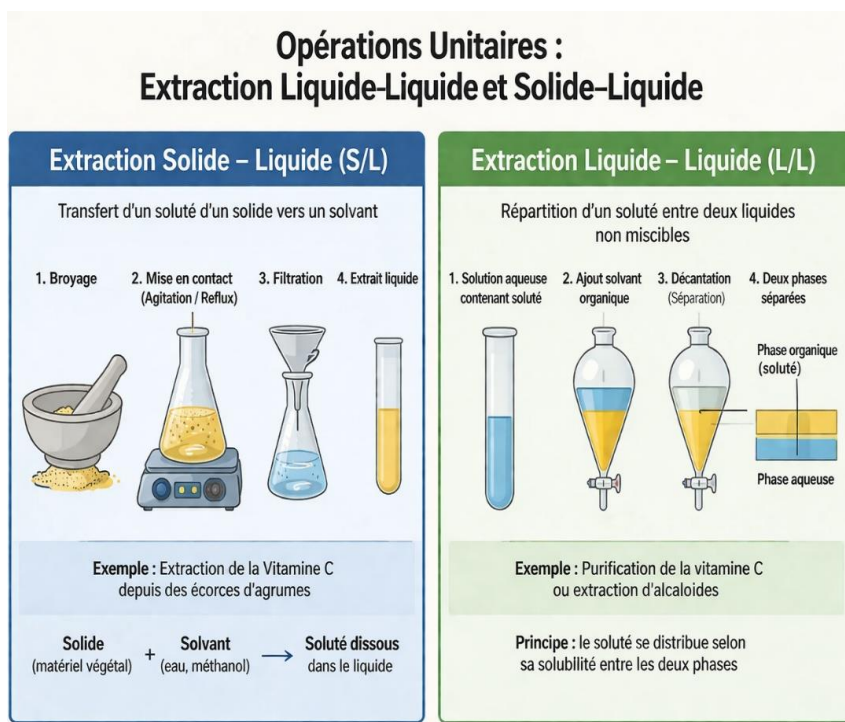
Cycle : Ingénieur

La matière : Les opérations unitaires

Travaux pratiques : Extraction Liquide-Liquide et Solide-Liquide

Semestre : S2

Polycopié de Travaux Pratiques :



Présenté par Dr. Naoual Bensaad

Année universitaire : 2025-2026

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات بوهران - موريس أودان
École Nationale Polytechnique d'Oran - Maurice AUDIN

**Département de Génie des
Procédés et Matériaux**



قسم هندسة الطرائق والمواد

Réf : 01./ 2026

Oran, le : 20 /09/ 2026

**EXTRAIT DE PROCES VERBAL DE LA REUNION DU COMITE
SCIENTIFIQUE DU DEPARTEMENT**

N	Date	Nature	
		Ordinaire	Extraordinaire
05	06/07/2026	x	

Ordre du jour :

- Évaluation de polycopie de Mme BENSAD Naoual.

Mme BENSAD Naoual enseignante, grade MCB au département de Génie des Procédés et Matériaux a déposé un polycopie de travaux pratiques intitulé « Opérations Unitaires : extraction liquide-liquide et solide-liquide. ».

Suite aux avis favorables des deux experts :

- Mme BENYOUNES Hassiba PR à l'USTO – MB
- Mme BOUANANI Farida PR à l'ENPO - MA

Le CSD a émis un avis favorable.

Chef de Département



Ecole Nationale Polytechnique d'Oran
Présidente du Comité Scientifique
du Département de Génie
des Procédés et Matériaux
Présidente du CSD
Professeur:
BENCHENANE Halima

Sommaire

Avant-propos

1. Introduction générale.....	1
2. Objectifs généraux des travaux pratiques.....	1
3. Principe et méthodologie l'extraction solide- liquide.....	2
3-1. Principe.....	2
3-2. Méthodologie.....	3
4. Principe et Méthodologie de l'extraction liquide -liquide.....	5
4-1. Principe.....	5
4-2. Méthodologie.....	6
TPn°1 : Extraction de l'acide acétique.....	8
TPn°2 : Hydrodistillation de l'écorce de citron.....	15
TPn°3 : Extraction par macération.....	19
TPn°4 : Extraction des composés bioactifs d'une plante médicinale par Soxhlet.....	22
TPn°5 : Extraction par décoction.....	26
TPn°6 : Extraction de la vitamine C.....	29
TPn°7 : Extraction de la caféine.....	35
5. Conclusion générale.....	40

Références bibliographiques

Avant-propos

Ces travaux pratiques d'opérations unitaires s'inscrivent dans le cadre de la formation en **génie des procédés (GP)** destinée aux étudiants de première année de l'École Nationale Polytechnique d'Oran, spécialité GP.

Dans le cadre de cette formation, la maîtrise des techniques expérimentales constitue une étape essentielle du parcours de l'étudiant. Ce polycopié de travaux pratiques a été élaboré afin d'initier l'élève ingénieur aux méthodes et manipulations fondamentales réalisées en laboratoire, avec un accent particulier sur les techniques d'extraction solide-liquide et liquide-liquide, largement utilisées dans la séparation des mélanges.

L'objectif principal de ces travaux pratiques est de développer une démarche expérimentale rigoureuse et structurée. Il s'agit de permettre à l'étudiant de concevoir, réaliser et exploiter des expériences dans des conditions optimales. À travers ces manipulations, il sera amené à appliquer les protocoles expérimentaux tout en comprenant les phénomènes de transfert de matière ainsi que les principes physico-chimiques qui gouvernent les différentes techniques d'extraction.

À l'issue de ces séances, l'étudiant sera capable d'identifier la nature d'un mélange à traiter, de choisir la méthode d'extraction la plus adaptée et de conduire les opérations expérimentales avec précision, dans le respect des règles de sécurité. Il saura également analyser les résultats obtenus, évaluer les performances des procédés, notamment à travers le calcul du rendement d'extraction, et établir un lien entre les observations expérimentales et les concepts théoriques.

Ainsi, ce polycopié constitue un support pédagogique essentiel pour la formation expérimentale en génie des procédés. Il contribue au renforcement de la rigueur scientifique, au développement de l'esprit d'analyse ainsi qu'à l'autonomie de l'étudiant face aux problématiques rencontrées en laboratoire et en milieu industriel.

Dr BENZAAD N.

1-Introduction générale

Les opérations unitaires constituent le socle fondamental du génie des procédés. Elles regroupent l'ensemble des étapes physiques mises en œuvre pour transformer, séparer ou purifier des substances. Dans le domaine du génie des procédés, ces opérations sont essentielles pour l'obtention de principes actifs à haute pureté.

Ce document vise à présenter de manière détaillée les principales opérations unitaires appliquées à l'extraction de composés naturels, notamment la vitamine C et les alcaloïdes. L'objectif est de fournir aux étudiants une compréhension approfondie des mécanismes, des paramètres influents et des applications industrielles.

L'extraction, qu'elle soit liquide-liquide ou solide-liquide, constitue une étape essentielle dans l'obtention de principes actifs possédant une activité biologique spécifique. Ces composés, généralement d'origine naturelle (plantes, écorces, graines), nécessitent la mise en œuvre de procédés rigoureux de séparation et de purification afin de garantir leur qualité et leur efficacité.

Le présent polycopié de travaux pratiques, destiné aux élèves ingénieurs de la spécialité « GP » du second cycle, a pour objectif de présenter et de mettre en œuvre deux opérations unitaires fondamentales en génie des procédés :

- L'extraction liquide-liquide (L/L)
- L'extraction solide-liquide (S/L)

Ces techniques seront abordées à travers des applications concrètes portant sur l'extraction :

- L'acide acétique
- L'huile essentielle d'écorce de citron
- L'extraction par macération
- Extraction des composés bioactifs d'une plante médicinale par Soxhlet
- L'extraction par décoction
- Extraction de la vitamine C
- Extraction de la caféine

2-Objectifs généraux des travaux pratiques

- Sélectionner un solvant approprié et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'un soluté moléculaire.
- Maîtriser l'utilisation de l'ampoule à décanter dans les opérations de séparation de phases.
- Appliquer une technique d'extraction permettant l'isolement et l'identification d'un composé d'intérêt.
- Comprendre les principes fondamentaux de l'extraction
- Identifier les paramètres influençant le rendement
- Maîtriser les techniques expérimentales (filtration, décantation, séchage...)

- Appliquer les opérations unitaires à des cas industriels réels
- Calculer le rendement d'extraction

3- Principe et Méthodologie de l'Extraction solide-liquide

3-1. Principe

L'extraction solide-liquide est un procédé de séparation qui a pour but d'extraire un ou plusieurs constituants d'un solide, par immersion dans un liquide [1]. Le principe de cette méthode repose sur un transfert ou un échange de matière entre une phase solide contenant la molécule ou la matière à extraire et une phase liquide. Ainsi, la différence de solubilité et l'affinité chimique sont des paramètres clés, car la molécule à extraire doit être soluble dans le solvant choisi, facilitant ainsi sa dissolution et son extraction [2].

L'extraction solide-liquide passe en général par trois étapes :

1. Dissolution : Le solvant pénètre dans la matrice solide et dissout les substances cibles.
2. Diffusion : Les solutés dissous se déplacent de l'intérieur vers la surface du solide, puis dans le solvant.
3. Séparation : Le liquide enrichi (l'extrait) est séparé du résidu solide

Plusieurs paramètres influencent l'efficacité du procédé d'extraction, tels que la température, la surface d'échange et le Choix du solvant [3].

De manière générale, les techniques d'extraction se répartissent en deux catégories :

a. Extraction discontinue : Elle repose principalement sur la **macération**, qui consiste à mettre la matière végétale en contact avec un solvant à température ambiante ou à chaud afin d'en extraire les composés d'intérêt. Après filtration, l'opération peut être renouvelée avec une nouvelle quantité de solvant afin d'améliorer le rendement. Cette extraction est utilisée dans l'extraction des parfums

b. Extraction continue : Plus longue mais généralement plus performante, elle comprend notamment :

- **L'extraction par Soxhlet**, qui consiste à faire circuler en continu un solvant à travers une cartouche contenant l'échantillon finement broyé, assurant ainsi une extraction exhaustive des composés.
- **La percolation** : Elle consiste à mettre en contact un lit de particules et un fluide en écoulement, généralement chaud pour extraire en continu un soluté ou une molécule.

Le champ d'application de l'extraction solide-liquide est très vaste et couvre notamment les industries agroalimentaire, pharmaceutique et de la parfumerie. Par exemple, dans l'industrie

agroalimentaire, cette technique est employée pour l'extraction de la caféine des grains de café et des composés aromatiques des épices et des plantes aromatiques. Dans l'industrie pharmaceutique, elle permet l'extraction de principes actifs naturels tels que les alcaloïdes, les polyphénols et les flavonoïdes à partir de plantes médicinales, tandis que dans l'industrie de la parfumerie, elle est largement utilisée pour la production d'huiles essentielles de lavande, de rose ou d'eucalyptus destinées à la formulation de parfums et de produits cosmétiques [2-6].

3-2. Méthodologie

a) Préparation de l'échantillon

L'échantillon solide est d'abord broyé ou réduit en particules fines afin d'augmenter la surface de contact entre la phase solide et le solvant. Cette étape favorise une meilleure diffusion des composés vers le solvant.

b) Choix du solvant

Le solvant est sélectionné en fonction de :

- La polarité du composé cible,
- La sélectivité vis-à-vis des impuretés,
- La stabilité chimique du soluté,
- La sécurité et la facilité d'élimination du solvant.

c) Mise en contact solide-solvant

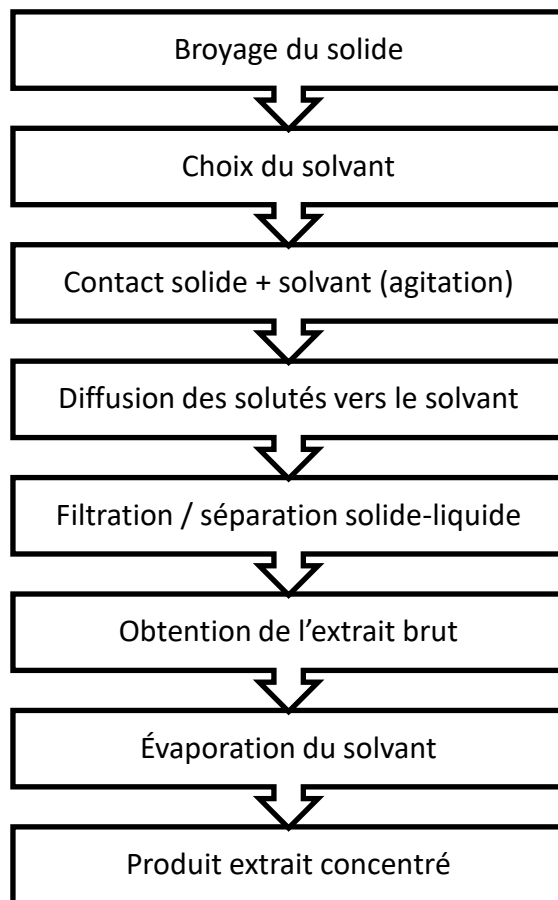
Le solide est mis en contact avec le solvant par agitation (mécanique ou magnétique). Cette étape permet le transfert de matière du solide vers le liquide par diffusion.

d) Séparation des phases

Après extraction, le mélange est filtré ou décanté afin de séparer le résidu solide de la solution extractive (extrait brut).

e) Concentration de l'extrait

Le solvant est ensuite éliminé par évaporation (rotavapor ou chauffage doux) pour obtenir l'extrait concentré contenant les composés d'intérêt.



Tab.1 : Schéma opératoire des techniques d'extraction solide-liquide

4- Principe et Méthodologie de l'extraction liquide -liquide

4-1. Principe

L'extraction liquide–liquide est une technique de séparation basée sur la distribution d'un soluté entre deux solvants non miscibles, généralement une phase aqueuse et une phase organique. Cette méthode consiste donc à faire passer une substance d'un solvant dont elle est difficilement séparable à un autre où elle sera isolable. Il faudrait que les deux solvants soient non miscibles, et que la substance à extraire doit être beaucoup plus soluble dans le solvant d'extraction que dans le solvant original.

Considérons deux solvants A et B non miscibles, et D le composé que l'on cherche à extraire.

L'équilibre mis en jeu est :



La constante d'équilibre K appelée également coefficient de partage associée est :

$$K = \frac{C_B}{C_A}$$

Avec :

C_A : Concentration molaire en composé D dans le solvant A et

C_B : Concentration molaire en composé D dans le solvant B

K : Constante thermodynamique d'équilibre qui ne dépend que de la température.

On définit également le rendement d'extraction R qui représente le rapport entre la quantité de matière n_B de D passée dans le solvant B et la quantité de matière initiale n_0 de D dans le solvant A.

$$R = \frac{n_B}{n_0}$$

Avec :

n_B : Quantité de matière de D passée dans le solvant B

n_0 : Quantité de matière initiale de D.

Le champ d'application de l'extraction liquide-liquide est très vaste et couvre de nombreux secteurs industriels, notamment les industries pharmaceutiques, agroalimentaire et chimique. Par exemple, dans l'industrie pharmaceutique, cette technique est utilisée pour la purification et la récupération de principes actifs (antibiotiques, alcaloïdes ou vitamines) à partir de milieux réactionnels ou de fermentation. Dans l'industrie agroalimentaire, elle est employée pour la décaféination du café et du thé à l'aide de solvants appropriés, ainsi que pour la purification de certains arômes et colorants naturels [7–10].

4-2. Méthodologie

L'extraction liquide -liquide passe par les différentes étapes décrite ci-dessous :

a) Préparation de la solution initiale

La solution contenant le soluté est introduite dans une ampoule à décanter.

b) Ajout du solvant extracteur

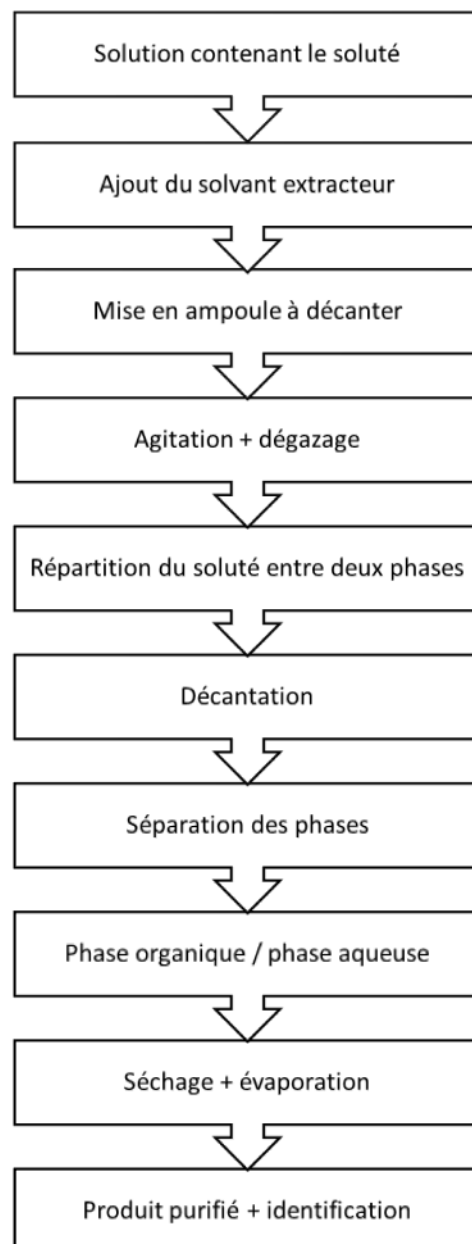
Un solvant non miscible à la phase initiale est ajouté. Le choix du solvant dépend de sa :

- Sélectivité pour le soluté,

- Densité,
- Faible miscibilité avec l'autre phase.

c) Agitation et équilibrage

L'ampoule est agitée doucement puis vigoureusement en prenant soin de dégazer régulièrement afin d'éviter toute surpression. Cette étape permet le transfert du soluté vers la phase la plus favorable thermodynamiquement.



Tab.2 : Schéma opératoire des techniques d'extraction liquide-liquide

d) Décantation

Le mélange est laissé au repos jusqu'à la séparation complète des deux phases selon leur densité.

e) Séparation des phases

Les deux couches sont récupérées séparément :

- Phase aqueuse,
- Phase organique contenant le soluté extrait.

f) Purification et identification

La phase contenant le produit est éventuellement lavée, séchée (Na_2SO_4 ou MgSO_4), puis le solvant est évaporé. Le composé est ensuite identifié par des méthodes physiques ou chimiques (CCM, spectroscopie, tests spécifiques).

SÉCURITÉ ET PRÉCAUTIONS

- Manipulation des solvants organiques avec précaution
- Port des EPI (gants, lunettes, blouse)
- Travail sous hotte pour solvants volatils
- Respect des réglementations de sécurité lors des manipulations

TP n°1 : Extraction de l'acide acétique

1. Introduction

L'extraction liquide-liquide constitue une opération unitaire fondamentale en génie des procédés, largement utilisée dans les industries chimiques, pharmaceutique et agroalimentaire. Elle permet la séparation sélective de composés dissous dans une phase liquide grâce à leur transfert vers une phase immiscible. Dans ce TP, nous nous intéressons à l'extraction de l'acide acétique à partir d'une solution aqueuse, en mettant en évidence les aspects théoriques, expérimentaux et analytiques de cette opération. Cette étude vise à illustrer les mécanismes de transfert de matière ainsi que les paramètres influençant l'efficacité de l'extraction [12-15].

2. Principe de l'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide repose sur la distribution d'un soluté entre deux phases liquides non miscibles :

- Une phase aqueuse contenant initialement le soluté
- Une phase organique jouant le rôle de solvant extracteur

Le transfert de l'acide acétique dépend de sa solubilité relative dans chaque phase. À l'équilibre, la répartition est décrite par le coefficient de partage K :

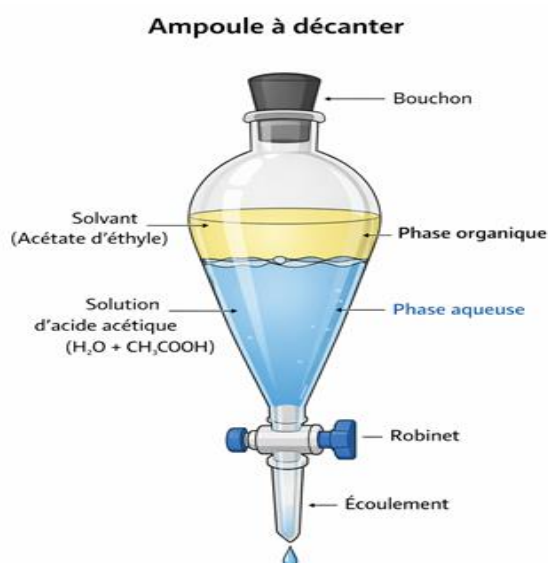
$$K = C_{\text{org}} / C_{\text{aq}}$$

Où :

- C_{org} : Concentration dans la phase organique
- C_{aq} : Concentration dans la phase aqueuse

3. Matériels utilisés

- Ampoule à décanter
- Béchers
- Éprouvettes graduées
- Pipettes
- Burette
- Erlenmeyer



4. Produits chimiques

- Solution d'acide acétique (CH_3COOH)
- Solvant organique (acétate d'éthyle ou éther)
- Hydroxyde de sodium (NaOH)
- Phénolphthaléine
- Eau distillée

5-Mode opératoire

a) Préparation de la solution

Une solution aqueuse d'acide acétique de concentration connue est préparée. Un volume précis est introduit dans l'ampoule à décanter.

b) Extraction

Un volume déterminé de solvant organique est ajouté. L'ampoule est agitée avec précaution afin de favoriser le transfert de matière.

c) Décantation

Après agitation, les deux phases sont laissées au repos pour permettre leur séparation sous l'effet de la gravité.

d) Séparation

Les phases sont récupérées séparément en utilisant le robinet de l'ampoule.

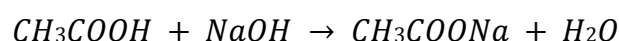
e) Répétition

L'opération est répétée plusieurs fois pour améliorer le rendement global.

f) Dosage de l'acide acétique

Le dosage est réalisé par titrage acido-basique avec une solution de NaOH en présence de phénolphthaléine.

Réaction chimique :



Le point d'équivalence est détecté par le changement de couleur de l'indicateur.

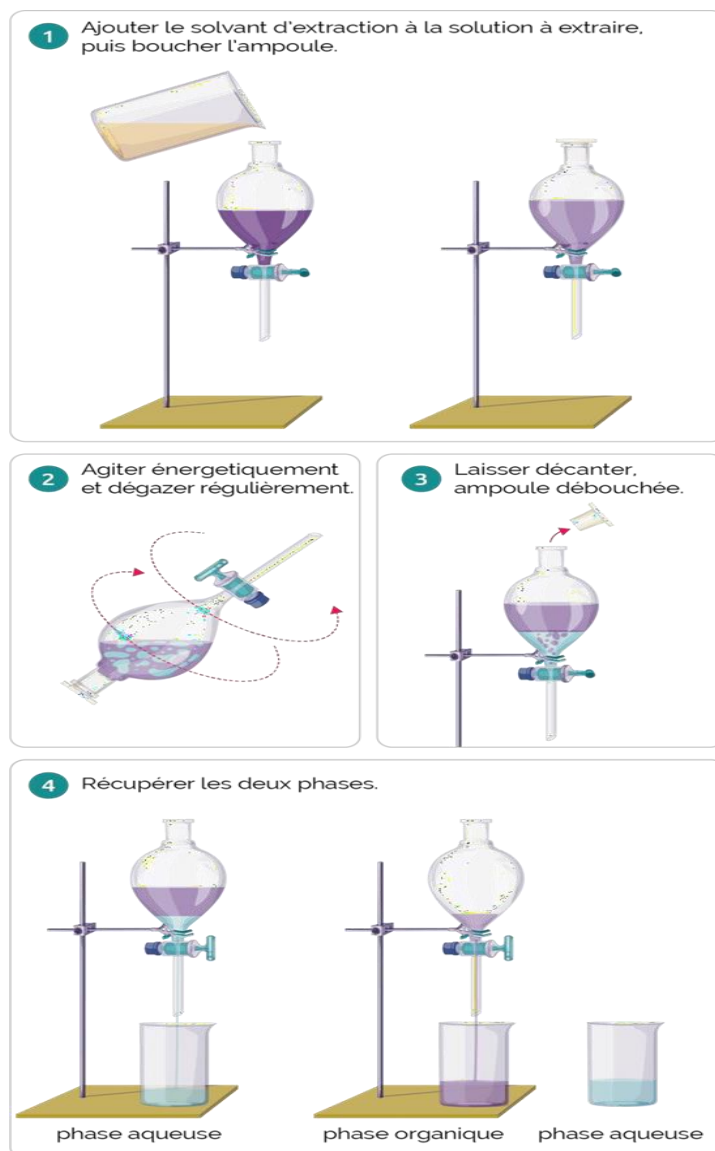


Fig.1 : Protocole d'extraction liquide-liquide

6. Exploitation des résultats

- **Calcul de la concentration**

La concentration de l'acide acétique est déterminée à partir du volume de NaOH utilisé. Pour l'exploitation des résultats du TP, il est conseillé de prévoir un tableau séparé pour la phase aqueuse (raffinat) et la phase organique (extrait) afin de déterminer les concentrations et les quantités d'acide acétique transférées.

Tableau 1 : Résultats du dosage des phases extrait et raffinat

Phase	Volume prélevé pour dosage (mL)	Volume NaOH à l'équivalence (mL)	Concentration NaOH (mol/L)	Concentration CH ₃ COOH (mol/L)	Quantité d'acide acétique (mol)
Solution initiale					
Raffinat (phase aqueuse)					
Extrait (phase organique)					

Avec :

$$C_{H_3COOH} = (C_{NaOH} \times V_{NaOH}) / V_{\text{échantillon}}$$

Tableau 2 : Bilan de matière et rendement d'extraction

Paramètre	Valeur
Volume initial de solution aqueuse (mL)	
Concentration initiale de CH ₃ COOH (mol/L)	
Quantité initiale de CH ₃ COOH (mol)	
Volume du raffinat (mL)	
Concentration dans le raffinat (mol/L)	
Quantité restante dans le raffinat (mol)	
Quantité extraite (mol)	
Rendement d'extraction (%)	

- **Rendement d'extraction**

Le rendement est donné par :

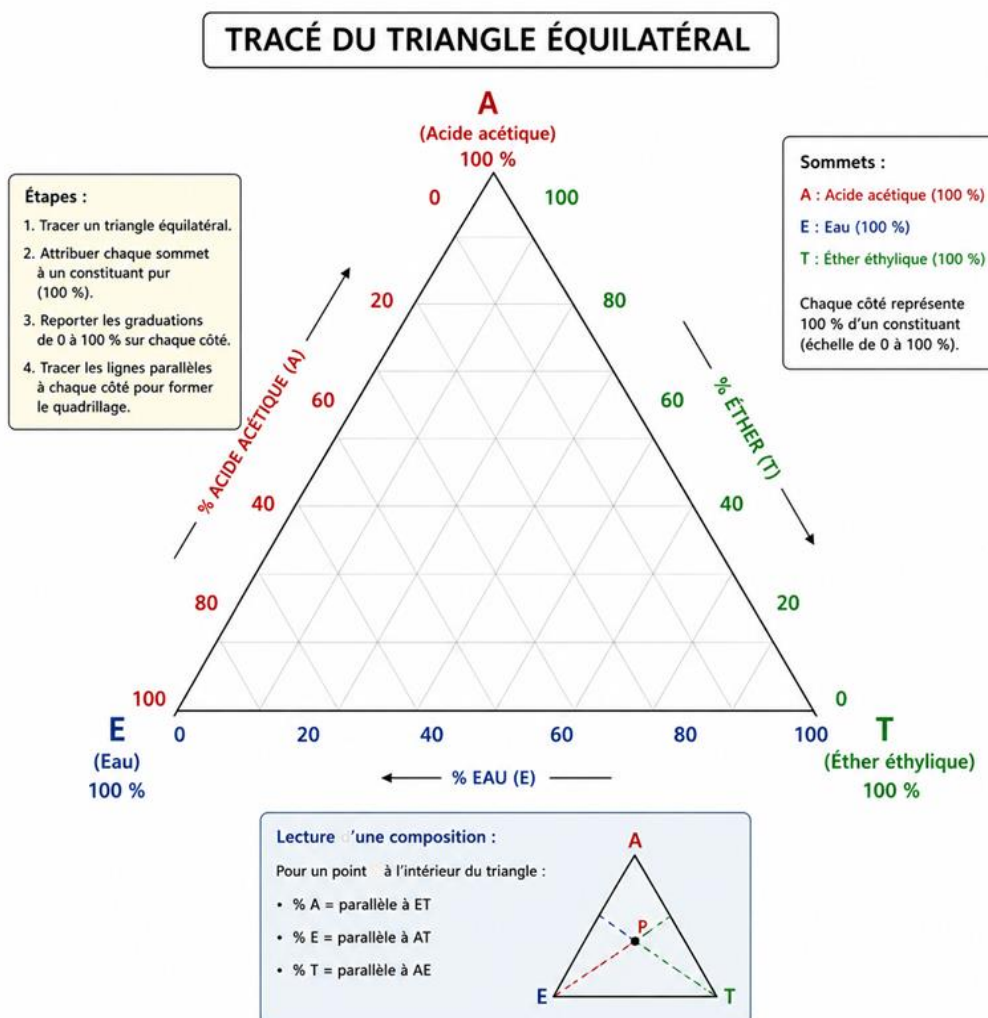
$$R (\%) = (\text{quantité extraite} / \text{quantité initiale}) \times 100$$

- Détermination du coefficient de partage

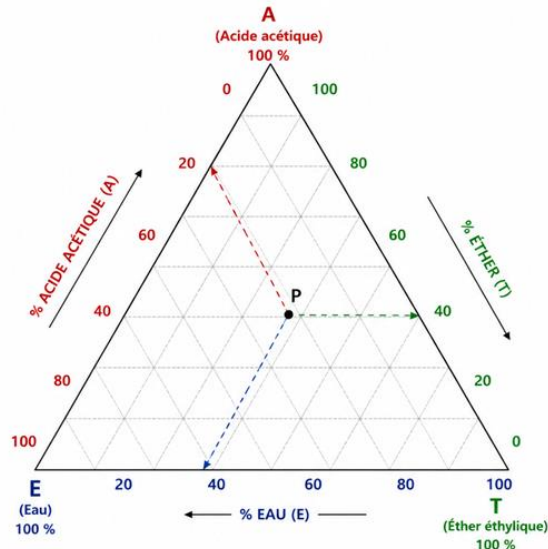
Tableau 3 : Calcul expérimental du coefficient de partage

Essai	Concentration dans l'extrait (C) (mol/L)	Concentration dans le raffinat (C) (mol/L)	Coefficient de partage $A = \frac{C_e/V_s}{C_r/V_{aq}}$
1			
2			
3			
Moyenne			

- Construction graphique de la courbe de solubilité



LECTURE D'UNE COMPOSITION SUR UN DIAGRAMME TERNAIRE



MÉTHODE DE LECTURE

Pour un point P à l'intérieur du triangle :

- % A (acide acétique) : tracer par P une droite parallèle à ET (base). Lire la valeur sur le côté A.
- % E (eau) : tracer par P une droite parallèle à AT.
- % T (éther) : tracer par P une droite parallèle à AE.

La somme des trois pourcentages doit toujours être égale à 100 %.

EXEMPLE

Pour le point P :

% A (acide acétique) = 35 %
 % E (eau) = 45 %
 % T (éther) = 20 %

35 + 45 + 20 = 100 % ✓

ÉTAPES GRAPHIQUES DE LECTURE

1. Lecture de A (acide acétique)

Par P, tracer une droite parallèle à ET. Lire sur le côté A.
 % A = 35 %

2. Lecture de E (eau)

Par P, tracer une droite parallèle à AT. Lire sur le côté E.
 % E = 45 %

3. Lecture de T (éther)

Par P, tracer une droite parallèle à AE. Lire sur le côté T.
 % T = 20 %

Pour tracer la courbe de solubilité (courbe binodale) du système ternaire Eau – Acide acétique – Éther éthylique, il faut déterminer les compositions des mélanges au moment où apparaît le trouble (limite de miscibilité).

Tableau 4 : Données expérimentales pour le tracé de la courbe de solubilité

Point	% Eau	% Acide acétique	% Éther
1	94	4	2
2	88	7	5
3	80	10	10
4	70	13	17
5	60	16	24
6	50	18	32
7	40	19	41
8	30	18	52
9	20	15	65
10	10	10	80

Tableau 5 : Les données des droites d'équilibres

Phase raffinat (% Eau, % Acide, % Éther)	Phase extrait (% Eau, % Acide, % Éther)
(88 ; 7 ; 5)	(5 ; 10 ; 85)
(80 ; 10 ; 10)	(8 ; 15 ; 77)
(70 ; 13 ; 17)	(10 ; 18 ; 72)
(60 ; 16 ; 24)	(12 ; 20 ; 68)
(50 ; 18 ; 32)	(15 ; 22 ; 63)

Questions de compréhension du TP

1. Quel est le principe de l'extraction liquide-liquide ?
2. Pourquoi est-il nécessaire de dégazer pendant l'agitation ?
3. Comment reconnaît-on la phase aqueuse et la phase organique ?
4. Quel est l'intérêt de réaliser plusieurs extractions successives ?
5. Calculer le coefficient de partage ?
6. Calculer le rendement dans le cas d'une extraction simple et le comparer à l'extraction en plusieurs étapes.

• Exploitation graphique

Les compositions des phases d'équilibres sont ensuite reportées sur un **diagramme ternaire Eau–Acide acétique–Éther**. Les points sont reliés afin d'obtenir la **courbe de solubilité (courbe binodale)** qui délimite : La zone monophasique (une seule phase liquide), la zone biphasique (deux phases liquides en équilibre).

Cette courbe constitue la base pour l'étude des **droites d'équilibre (tie-lines)** et le dimensionnement des opérations d'extraction liquide-liquide.

- Tracer la courbe de solubilité (exploiter les données du tableau 4).
- Représenter un point de Mélange 'M' sur le diagramme triangulaire pour $X_{AF} = 45\%$ et un taux de solvant ($\beta = 2$). (Utiliser la règle du bras de levier).
- Tracer les droites d'équilibres en suivant les données du tableau 5

TP n°2 : Hydrodistillation de l'écorce de citron



1.Introduction

L'hydrodistillation est une technique d'extraction des huiles essentielles basée sur la co-distillation de l'eau et des composés volatils à des températures inférieures à leurs points d'ébullition. Elle est largement utilisée pour extraire les substances aromatiques présentes dans les végétaux [1,16].

Dans ce TP, l'écorce de citron, riche en huile essentielle principalement constituée de limonène, est utilisée comme matière première. L'objectif est d'extraire cette huile par hydrodistillation, puis de la séparer de la phase aqueuse afin d'étudier les principes des opérations de séparation et d'extraction en génie des procédés.

2. Principe

L'hydrodistillation repose sur l'extraction des composés volatils par entraînement à la vapeur d'eau.

Lors du chauffage en présence d'eau :

- La vapeur d'eau entraîne les composés volatils,
- Ces composés se vaporisent à une température inférieure à leur point d'ébullition normal,
- Le mélange vapeur d'eau + huile essentielle est ensuite condensé,
- L'huile essentielle est séparée par décantation.

3. Objectifs

- Extraire l'huile essentielle de l'écorce de citron par hydrodistillation
- Comprendre le principe de la co-distillation eau–huile essentielle
- Mettre en œuvre un montage de distillation simple
- Séparer et récupérer une phase organique (huile essentielle)
- Calculer le rendement d'extraction
- Observer les propriétés physiques de l'huile essentielle obtenue

4. Matériels utilisés

- Ballon à distillation (500 mL)
- Chauffe-ballon ou plaque chauffante
- Réfrigérant à eau (Liebig)
- Ampoule à décanter
- Bécher
- Entonnoir
- Papier filtre
- Balance analytique
- Thermomètre
- Pierre ponce (anti-bouillonnement)
- Broyeur ou couteau

5. Produits chimiques

- Écorces de citron fraîches ou séchées
- Eau distillée
- Chlorure de sodium (NaCl) pour le relargage
- Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) pour le séchage de l'huile

6. Étapes expérimentales

a) Préparation de la matière première

- Laver soigneusement les citrons pour éliminer les impuretés
- Séparer les écorces (zeste)
- Découper ou broyer les écorces pour augmenter la surface de contact.



Fig.2 : Ecorce de citron

b) Mise en place du montage

- Introduire les écorces dans le ballon
- Ajouter de l'eau distillée (recouvrement complet du solide)
- Ajouter quelques grains de pierre ponce
- Monter le système de distillation : ballon + réfrigérant + récipient de collecte

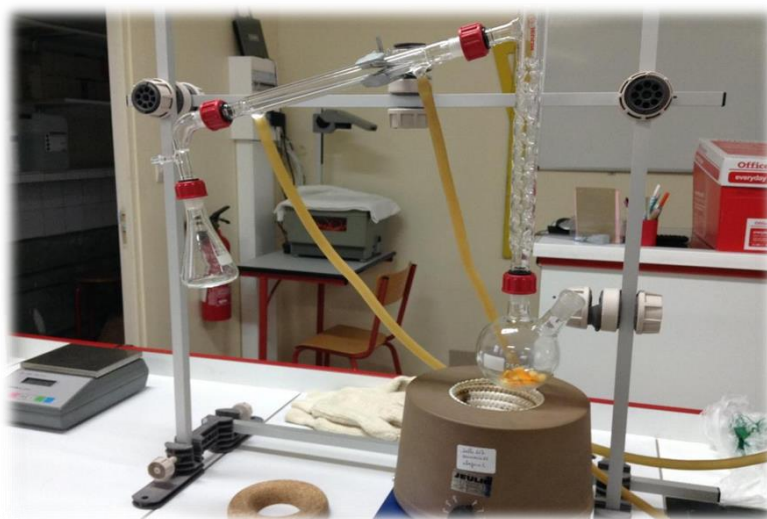


Fig.3 : Dispositif de l'hydrodistillation

c)Hydrodistillation

- Chauffer progressivement le mélange
- Maintenir une ébullition douce
- Les vapeurs d'eau entraînent l'huile essentielle
- Condensation dans le réfrigérant
- Collecte du distillat (eau + huile essentielle)

d)Séparation de l'huile essentielle

- Transférer le distillat dans une ampoule à décanter
- Laisser reposer jusqu'à séparation des phases : phase aqueuse (hydrolat)-phase organique (huile essentielle)
- Récupérer la phase supérieure (huile essentielle du citron)

e) Purification (optionnelle)

- Ajouter du sulfate de sodium anhydre pour éliminer les traces d'eau
- Filtrer pour obtenir une huile plus pure.

Questions de compréhension du TP

1. Comment calcule-t-on le rendement de l'hydrodistillation ?
2. Quels sont les facteurs pouvant influencer le rendement d'extraction ?
3. Comment améliorer le rendement de l'extraction dans ce type de procédé ?
4. Proposer une méthode pour déterminer la pureté de l'huile essentielle obtenue.

TP 3 : Extraction par macération de composés actifs végétaux

1.Introduction

L'extraction des composés actifs à partir des matières végétales constitue une étape fondamentale en génie des procédés, notamment dans les secteurs pharmaceutique, agroalimentaire et cosmétique. Parmi les techniques les plus simples et les plus anciennes figurent la macération, qui repose sur des mécanismes de transfert de matière solide–liquide [13,17].

2.Principe

La macération est une technique d'extraction solide–liquide réalisée à température ambiante. Elle repose sur la diffusion progressive des composés solubles contenus dans une matière végétale vers un solvant (eau, éthanol ou mélange hydroalcoolique). Le transfert de matière se fait par gradient de concentration, sans apport important d'énergie thermique.

3. Objectifs

- Mettre en œuvre une extraction par macération
- Comprendre le phénomène de diffusion solide–liquide
- Extraire des composés bioactifs (polyphénols, tanins, pigments)
- Étudier l'effet du temps de contact sur le rendement
- Comparer macération et autres méthodes d'extraction

4. Matériels utilisés

- Bécher ou erlenmeyer
- Agitateur magnétique (optionnel)
- Papier filtre / Büchner
- Balance
- Entonnoir
- Flacons de stockage

5. Produits chimiques

- Feuilles de plantes (thé vert, menthe, romarin, lavande.)
- Eau distillée ou éthanol (ou mélange hydroalcoolique)

6. Étapes expérimentales

a) Préparation de la matière

- Peser une masse connue de matière végétale
- Broyer légèrement pour augmenter la surface de contact

b) Macération

- Placer le solide dans un solvant à température ambiante
- Laisser en contact pendant un temps déterminé (30 min à 48 h selon étude)
- Agiter occasionnellement ou en continu

c) Filtration

La filtration permet de séparer efficacement la phase solide de la phase liquide. Elle consiste à faire passer le mélange à travers un milieu filtrant (papier filtre, toile ou membrane) qui retient les particules solides tout en laissant s'écouler le liquide.

- Séparer le solide du liquide par filtration.

d) Récupération de l'extrait

- Conserver le filtrat contenant les composés extraits
- Obtention d'un extrait coloré ou odorant

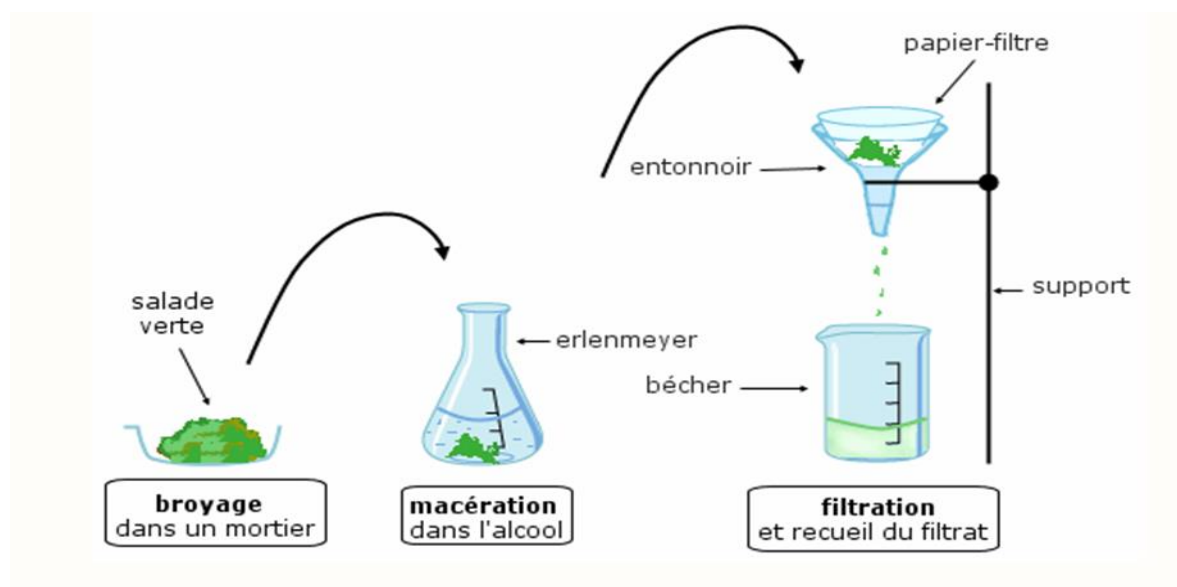


Fig.4 : Schéma représentatif de la macération.

Questions de compréhension du TP

1. Pourquoi broie-t-on la matière végétale avant l'extraction ?
2. Pourquoi la décoction nécessite-t-elle un chauffage ?
3. Quels sont les avantages et les inconvénients de la macération ?
4. Quels sont les risques liés à une température élevée lors de la décoction ?
5. Calculer le rendement de cette extraction ?

TP n°4 : Extraction des composés bioactifs d'une plante médicinale par Soxhlet

1.Introduction

L'extraction des substances naturelles constitue une étape essentielle en chimie médicinale, en pharmacognosie et en industrie pharmaceutique. Les plantes médicinales renferment de nombreux composés bioactifs tels que les polyphénols, flavonoïdes, alcaloïdes, terpènes, tanins et huiles essentielles.

L'extraction par **Soxhlet**, développée par Franz von Soxhlet en 1879, est une méthode classique d'extraction solide-liquide qui permet d'obtenir un excellent rendement tout en limitant la consommation de solvant [3,11].

Cette technique est particulièrement adaptée lorsque les composés recherchés sont peu solubles à froid mais solubles dans un solvant chauffé.

2. Principe

- L'échantillon végétal est placé dans une cartouche en cellulose introduite dans un extracteur de Soxhlet.
- Le solvant contenu dans un ballon est porté à ébullition.
- Les vapeurs montent dans le réfrigérant où elles se condensent.
- Le condensat tombe sur la plante et dissout progressivement les composés bioactifs.
- Lorsque la chambre d'extraction est remplie, le siphon se déclenche automatiquement et renvoie le solvant enrichi dans le ballon.
- Le cycle se répète plusieurs dizaines de fois jusqu'à épuisement de la matière végétale.

3.Objectifs

À l'issue de cette séance, l'étudiant sera capable de :

- Extraire les composés bioactifs d'une plante médicinale par la méthode de Soxhlet.
- Comprendre le principe de l'extraction solide-liquide continue.
- Choisir un solvant adapté à la nature des molécules à extraire.
- Calculer le rendement d'extraction.
- Identifier les facteurs influençant l'efficacité de l'extraction.

4. Matériel

- Extracteur de Soxhlet
- Ballon à fond rond (250 ou 500 mL)
- Réfrigérant à eau
- Chauffe-ballon
- Cartouche d'extraction (papier filtre)
- Balance analytique
- Mortier
- Évaporateur rotatif
- Capsule de pesée
- Dessiccateur

5. Réactifs

- 20 g de feuilles séchées de menthe, romarin ou thym
- Éthanol à 95 %
- Eau distillée

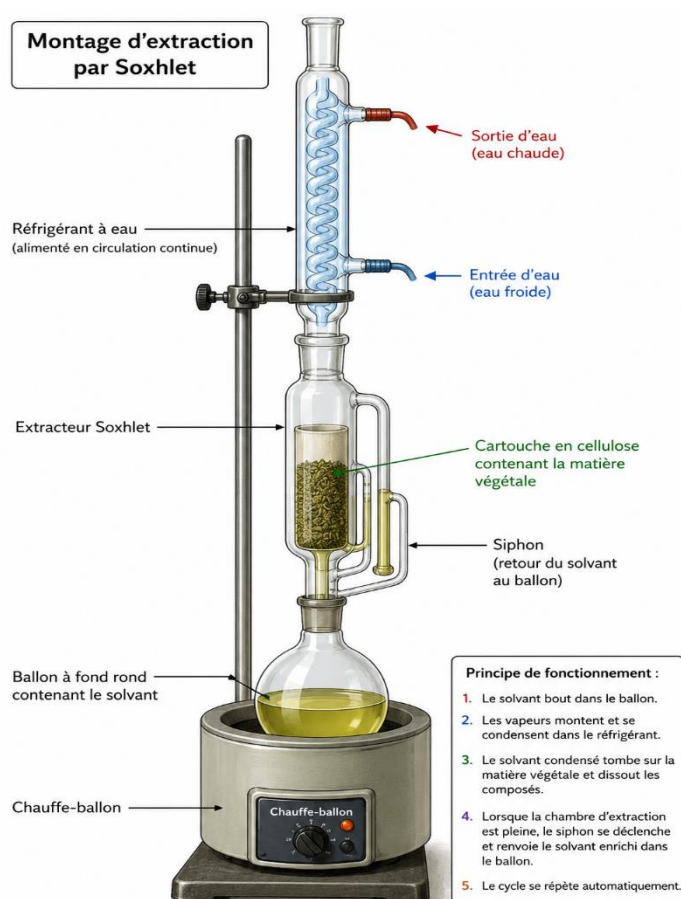


Fig.11 : Schéma de fonctionnement par Soxhlet

6. Mode opératoire

Préparation de l'échantillon

- Sécher la plante si nécessaire.
- Broyer finement les feuilles.
- Peser précisément : $m_0=20,0$ g
- Introduire la poudre dans une cartouche de cellulose.

Préparation du montage

- Verser : $V=250$ mL d'éthanol dans le ballon.
- Monter l'appareil Soxhlet.
- Vérifier l'étanchéité.
- Mettre en circulation l'eau de refroidissement.

Extraction

- Chauffer jusqu'à ébullition douce.
- Observer les cycles de remplissage et de siphonnage.
- Laisser fonctionner : 3 à 5 heures ou jusqu'à ce que le solvant dans le siphon devienne pratiquement incolore.

Concentration de l'extrait

- Arrêter le chauffage.
- Laisser refroidir.
- Récupérer le solvant.
- Éliminer le solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif.
- Sécher l'extrait jusqu'à masse constante.

Pesée

- Peser l'extrait sec.
- Soit : m_e

7. Calcul du rendement

Le rendement d'extraction est donné par : $R (\%) = m_e / m_0 \times 100$

Avec :

m_e : masse de l'extrait obtenu (g)

m_0 : masse initiale de plante (g)

8. Calculs des résultats

Masse de plante (g)	Volume de solvant (mL)	Temps d'extraction (h)	Masse d'extrait (g)	Rendement (%)
20,0	250			

9. Observations

Noter :

- La couleur de l'extrait ;
- L'odeur ;
- La viscosité ;
- Le nombre approximatif de cycles de siphonnage ;
- L'évolution de la coloration du solvant.

10.Résultats et discussion

L'étudiant analysera :

- L'efficacité de l'extraction ;
- Le choix du solvant ;
- L'influence de la température ;
- L'influence du temps d'extraction ;
- Les pertes éventuelles de produit ;
- Les avantages et les limites de la méthode de Soxhlet.

Questions de compréhension du TP

- Quel est le principe de l'extraction par Soxhlet ?
- Pourquoi cette méthode est-elle qualifiée d'extraction continue ?
- Quel est le rôle du siphon dans l'appareil ?
- Pourquoi utilise-t-on un réfrigérant à eau ?
- Quels critères guident le choix du solvant d'extraction
- Quels sont les principaux composés bioactifs présents dans les plantes médicinales ?
- Quels paramètres influencent le rendement d'extraction ?
- Quels sont les avantages de la méthode Soxhlet par rapport à une macération ?
- Quels sont les inconvénients de cette méthode ?
- Pourquoi l'évaporateur rotatif est-il utilisé après l'extraction ?

TP n°5 : Extraction par décoction de principes actifs végétaux



1.Introduction

Parmi les méthodes les plus simples et les plus utilisées en laboratoire figurent la décoction, qui repose sur des principes de diffusion et de solubilisation des composés dans un solvant [18]. Ce TP contribue à mettre en œuvre cette technique, d'en comprendre les mécanismes et de comparer leur efficacité en fonction des conditions opératoires telles que la température, le temps de contact et la nature du solvant.

2.Principe

La décoction est une extraction solide–liquide réalisée à chaud, généralement à ébullition. Le solvant chaud améliore la solubilité et la diffusion des composés actifs contenus dans les tissus végétaux rigides (racines, écorces, graines).

3. Objectifs

- Réaliser une extraction par décoction
- Étudier l'effet de la température sur l'extraction
- Extraire des composés thermorésistants
- Comparer décoction et macération

4. Matériels utilisés

- Ballon ou bécher chauffant
- Chauffe-ballon ou plaque chauffante
- Réfrigérant (optionnel pour reflux)
- Filtre
- Balance
- Thermomètre

5. Produits chimiques

- Écorces, racines ou graines (gingembre, cannelle,)
- Eau distillée

6. Étapes expérimentales

a) Préparation de la matière

- Peser la matière végétale
- Broyer si nécessaire

b) Décoction

- Introduire le solide dans l'eau
- Chauffer jusqu'à ébullition
- Maintenir l'ébullition pendant 15 à 60 min selon l'étude
- Agiter légèrement



Fig.5 : Dispositif d'extraction par Décoction

c) Filtration

La filtration constitue une étape essentielle permettant de séparer la phase liquide contenant les composés extraits des résidus solides issus de la matière première.

L'objectif principal de cette étape est d'obtenir un liquide limpide, débarrassé des particules solides, afin de faciliter les étapes ultérieures de purification ou d'analyse.

- Filtrer à chaud ou à froid pour éliminer les résidus solides

d) Collecte de l'extrait

Après filtration, le filtrat obtenu constitue l'extrait brut contenant les composés actifs extraits de la matière première. L'extrait collecté peut ensuite subir différentes opérations de traitement selon l'objectif du procédé, telles que la concentration, la purification ou l'évaporation du solvant. Cette étape est cruciale car elle conditionne la qualité finale de l'extrait et le rendement global de l'extraction.

- Récupérer le filtrat riche en composés extraits.

Questions de compréhension du TP

1. Quelle est la différence principale entre la macération et la décoction ?
2. Quels types de composés peut-on extraire par ces deux méthodes ?
3. Quel est le rôle du solvant dans l'extraction solide-liquide ?
4. Calculer le rendement de cette extraction ?

TP n°6 : Extraction de la Vitamine C



1.Introduction

La vitamine C est naturellement présente en grande quantité dans les agrumes tels que l'orange, le citron ou le pamplemousse. Elle joue un rôle essentiel en tant qu'antioxydant et est largement utilisée dans les domaines pharmaceutique et agroalimentaire. Son extraction à partir des matières végétales repose principalement sur des opérations unitaires de type solide-liquide, basées sur des phénomènes de diffusion et de solubilisation dans un solvant polaire comme l'eau ou l'alcool [19]. Dans ce TP, on s'intéresse à la mise en œuvre de cette technique afin d'extraire la vitamine C à partir d'une matrice végétale, tout en étudiant les principaux paramètres influençant son rendement et son efficacité

La vitamine C, ou acide ascorbique, est une molécule hydrosoluble largement présente dans les agrumes. Cette technique d'extraction fait appel au transfert de matière de type solide-liquide. Après broyage de la matière végétale, on utilise un solvant polaire comme l'eau ou le méthanol pour extraire la vitamine C grâce au phénomène de diffusion. Cette technique est largement exploitée dans les industries pharmaceutique et agroalimentaire, notamment pour la fabrication de compléments alimentaires.

3.Objectif

Ce travail pratique a pour objectif de mettre en œuvre une extraction solide-liquide afin d'isoler la vitamine C (acide ascorbique) à partir d'une matrice naturelle, telle que les agrumes.

Il vise également à :

- Comprendre le principe de diffusion et de solubilité des composés hydrosolubles dans un solvant polaire
- Maîtriser les différentes étapes expérimentales d'une extraction (broyage, dissolution, filtration)
- Mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires (température, temps d'extraction, nature du solvant)
- Quantifier la vitamine C extraite et évaluer l'efficacité du procédé à travers le calcul du rendement.

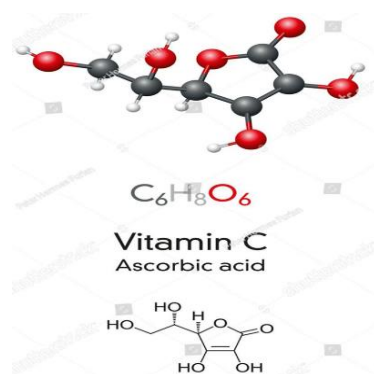


Fig. 6 : Formule chimique de la vitamine C

4.Étapes expérimentales

a) Préparation de la matière première

- Lavage

L'étape de lavage consiste à nettoyer les agrumes afin d'éliminer les contaminants présents en surface. Elle permet principalement de retirer les poussières, les impuretés ainsi que les micro-organismes susceptibles d'altérer la qualité du produit final ou d'interférer avec les étapes ultérieures du procédé.

- Séchage (à basse température)

Le séchage est réalisé à une température contrôlée, inférieure à 50 °C, afin de préserver les composés thermosensibles. Cette étape a pour objectif de réduire la teneur en eau du produit sans provoquer la dégradation des constituants sensibles, notamment la vitamine C.

- Broyage

Le broyage consiste à transformer le fruit séché en une poudre fine. Cette opération permet d'augmenter la surface spécifique du matériau, facilitant ainsi les étapes d'extraction ultérieures et améliorant le rendement du procédé.



a) Lavage



b) Séchage



c) Broyage

Fig.7 : Étapes de préparation de la matière première.

b) Extraction solide-liquide

On met la poudre végétale en contact avec un solvant polaire comme l'eau ou le méthanol.

La vitamine C diffuse du solide vers le liquide et se dissout dans le solvant.

-Facteurs influençant l'extraction de la Vitamine C :

- Température : une température modérée favorise la diffusion de la vitamine C vers le solvant.
- Temps d'extraction : un temps suffisant permet une meilleure extraction.
- Rapport solvant/matière : la quantité de solvant utilisée influence la quantité extraite.
- pH acide : un milieu acide permet de stabiliser la vitamine C et d'éviter son oxydation.

c) Filtration

Après l'extraction, on réalise une filtration pour séparer le résidu solide du liquide contenant la vitamine C.



Fig.8 : Dispositif de filtration.

d)Extraction liquide–liquide

Le filtrat est introduit dans une ampoule à décanter avec un solvant organique. Deux phases se forment : Une phase aqueuse et une phase organique. Cette étape permet d'améliorer la purification.

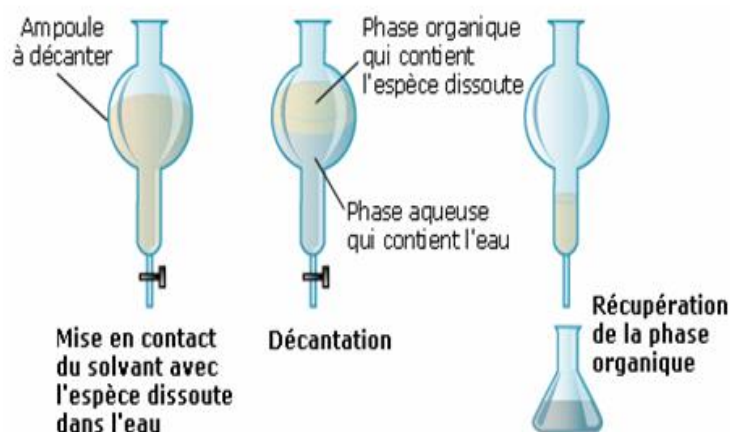


Fig. 9 : Schéma de principe de l'extraction liquide–liquide

e) Relargage

On ajoute du chlorure de sodium (NaCl) pour diminuer la solubilité du composé dans l'eau et améliorer la séparation des phases.

f) Séchage

La phase organique est séchée à l'aide de sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) afin d'éliminer l'eau résiduelle.

g) Concentration et cristallisation

Le solvant est ensuite évaporé sous vide pour concentrer la solution. Après refroidissement, des cristaux de vitamine C se forment.

h) Calcul du rendement

Le rendement permet d'évaluer l'efficacité du procédé d'extraction.

$$R\% = (m / m_0) \times 100$$

Avec :

m : masse de Vitamine C obtenue après l'extraction

m_0 : masse initiale de la matière végétale utilisée.

5.Matériels utilisés

-Bécher (250 mL ou 500 mL)

- Mortier et pilon (ou broyeur)
- Agitateur en verre
- Papier filtre et entonnoir
- Erlenmeyer
- Ampoule à décanter (si extraction complémentaire)
- Balance électronique
- Plaque agitatrice ou agitateur magnétique
- Pipettes graduées.

6.Produits chimiques

- Agrumes (orange, citron ou autre fruit riche en vitamine C)
- Eau distillée (solvant d'extraction principal)
- Méthanol (éventuellement, selon le protocole)
- Acide oxalique ou acide citrique (optionnel, pour stabiliser la vitamine C)
- Glace (pour limiter l'oxydation)

7.Mode opératoire

a) Préparation de la matière première

Les agrumes sont lavés, pelés puis découpés en petits morceaux afin de faciliter l'extraction. La matière végétale est ensuite broyée à l'aide d'un mortier et pilon afin d'augmenter la surface de contact.

b) Extraction solide–liquide

La pulpe obtenue est introduite dans un bécher contenant de l'**eau distillée froide** (ou légèrement acidifiée). Le mélange est agité pendant un certain temps afin de favoriser la diffusion de la vitamine C dans le solvant.

c)Filtration

Le mélange est filtré à l'aide d'un entonnoir et d'un papier filtre afin de séparer le résidu solide (fibres végétales) du filtrat contenant la vitamine C dissoute.

d)Récupération de l'extrait

Le filtrat obtenu constitue la solution aqueuse contenant la vitamine C. Cette solution peut ensuite être utilisée pour des dosages ou analyses complémentaires.

***Précautions**

- Travailler à basse température pour éviter l'oxydation de la vitamine C
- Éviter l'exposition prolongée à l'air et à la lumière
- Utiliser des solutions fraîchement préparées.

Questions de compréhension du TP

1. Quel est le principe de l'extraction de la vitamine C à partir d'un produit naturel ?
2. Pourquoi utilise-t-on une extraction plutôt qu'une autre méthode de séparation ?
3. Indiquer la solubilité des de la vitamine C dans les solvants (eau, ou méthanol).
4. Quel paramètre permet de distinguer entre les deux phases (organique et aqueuse) afin de déterminer leur position dans l'ampoule à décanter ?
5. Quels sont les facteurs qui peuvent influencer le rendement d'extraction de la vitamine C ?
6. Pourquoi la vitamine C est-elle sensible aux conditions expérimentales (lumière, température, oxygène) ?
7. Quel est le rôle du solvant utilisé dans l'extraction ?
8. Calculer le rendement d'extraction ?

TP n°7 : Extraction de la Caféine



1.Introduction

La caféine est un alcaloïde naturel présent dans des plantes comme le café, le thé et le cacao., qui appartient à la famille des méthylxanthines. Elle est connue pour ses effets stimulants sur le système nerveux central, en réduisant la fatigue et en augmentant la vigilance et la concentration. Grâce à ces propriétés, elle est largement utilisée dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique. La caféine appelée également 1, 3,7-triméthylxanthine appelée aussi 1, 3,7-triméthyl-1H-purine-2,6 dione, de formule chimique $C_8H_{10}N_4O_2$, est un pseudo-alcaloïde d'origine végétale appartenant à la famille des bases puriques ou plus précisément des méthylxanthines. Cette molécule est proche de la théophylline et de la théobromine [11-18].

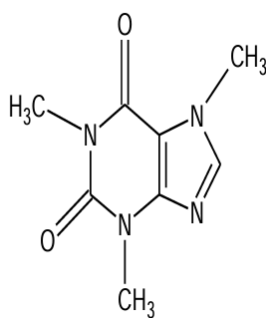


Fig. 10 : Formule chimique de la caféine

La caféine est stable dans les milieux acides et basiques, elle se présente sous forme d'une base faible et peut réagir avec des acides pour donner des sels, cependant dans une solution aqueuse neutre, elle n'est pas ionisée. La caféine sous forme protonée, est beaucoup plus stable que sous forme non protonée (grâce aux doublets libres de l'azote) [16-19].

2.Principe

L'extraction de la caféine repose sur des équilibres de solubilité et de partage entre deux phases non miscibles, ainsi que sur le contrôle du pH du milieu.

La caféine est une molécule organique faiblement basique (alcaloïde) :

- Peu ionisée en milieu basique
- Relativement apolaire sous forme neutre

Elle est donc plus soluble dans les solvants organiques que dans l'eau lorsqu'elle est non ionisée.

3.Objectifs

Ce travail pratique a pour objectif de mettre en œuvre une extraction liquide-liquide afin d'isoler la caféine à partir d'une matrice végétale (généralement le thé) et d'évaluer le rendement du procédé. Il vise aussi à :

- Extraire la caféine sous forme dissoute à partir du thé dans la phase aqueuse.
- Mettre en œuvre une extraction liquide-liquide.
- Purifier le produit obtenu
- Calculer le rendement d'extraction.

4.Etapes expérimentales

L'extraction de la caféine repose sur plusieurs étapes :

a) Extraction solide-liquide

La caféine est d'abord extraite du thé par de l'eau chaude. Cette étape permet de transférer les composés solubles dans la phase liquide.

b) Traitement basique

Une base (comme le carbonate de sodium) est ajoutée afin de :

- Neutraliser les acides présents
- Maintenir la caféine sous forme non ionisée (plus soluble dans un solvant organique).

c)Extraction liquide-liquide

La solution aqueuse obtenue après extraction est mise en contact avec un solvant organique non miscible à l'eau, tel que le dichlorométhane ou le chloroforme. Lors de cette mise en contact, la caféine, en raison de sa meilleure affinité pour la phase organique, se répartit entre les deux phases selon son coefficient de partage.

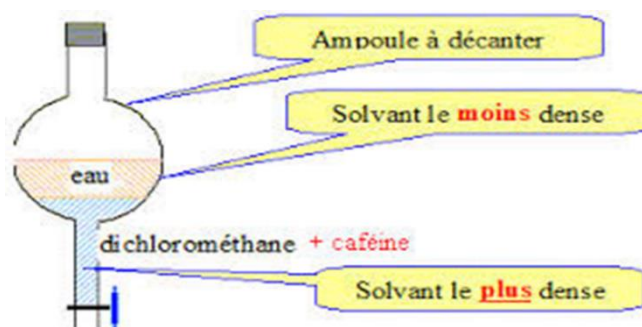


Fig.10 : Dispositif d'extraction de la caféine

***Principe de partage (coefficient de distribution)**

Lorsqu'un soluté est mis en contact avec deux solvants non miscibles (eau / solvant organique), il se répartit selon un équilibre :

$$K = C_{\text{organique}}/C_{\text{aqueuse}}$$

- $K > 1 \rightarrow$ la caféine passe majoritairement dans la phase organique
- Cet équilibre est la base de l'extraction liquide-liquide

Plus le coefficient de partage est élevé, plus l'extraction est efficace.

***Séparation des phases**

Après l'étape d'extraction, les deux phases liquides non miscibles (phase aqueuse et phase organique) sont séparées à l'aide d'une ampoule à décanter.

Cette séparation repose sur la différence de densité entre les deux phases :

- La phase la plus dense se place en bas
- La phase la moins dense reste au-dessus

L'ampoule à décanter permet ainsi :

- D'identifier visuellement les deux phases
- De récupérer séparément chaque phase en ouvrant le robinet
-

Il est important de :

- Laisser reposer le mélange afin d'obtenir une séparation nette
- Éliminer les éventuelles émulsions
- Dégazer régulièrement lors de l'agitation pour éviter toute surpression

Cette étape est essentielle pour isoler la phase contenant le composé d'intérêt la caféine.

***Importance des extractions successives**

Une seule extraction ne permet pas de récupérer toute la caféine. Plusieurs extractions avec de petites quantités de solvant sont qu'une seule extraction avec un grand volume.

d)Séchage avec le sulfate de magnésium (MgSO_4)

-Après l'extraction liquide-liquide, la phase organique contient souvent des traces d'eau résiduelle. Afin d'éliminer cette humidité, on procède à un séchage chimique à l'aide de sulfate de magnésium anhydre (MgSO_4).

-Après agitation avec le desséchant, le mélange est filtré afin de séparer le solide hydraté de la solution organique sèche contenant la caféine.

e) Évaporation du solvant

Après la séparation des phases et la récupération de la phase organique contenant la caféine dissoute, le solvant organique (dichlorométhane ou chloroforme) est éliminé par évaporation, généralement sous hotte et à température modérée.

Cette opération permet de volatiliser le solvant tout en conservant le composé d'intérêt, la caféine, qui est moins volatil et reste sous forme solide après évaporation complète du solvant.

5. Matériels utilisés

- Ampoule à décanter - balance - Ballon Bicol - Barreau aimanté - Filtre Büchner - erlenmeyer
- Fiole à vide – Réfrigérant

6. Produits chimiques

- 6 sachets de thé
- Carbonate de calcium CaCO_3 .
- Sulfate de magnésium ou de sodium anhydre ou également chlorure de calcium anhydre.
- Dichlorométhane ou chloroforme -Eau.

7. Mode opératoire

a) Extraction (Solide → Liquide) et traitement basique

La première étape consiste en une extraction solide/liquide par décoction.

- Pour cela, dans un ballon de (250 ml) muni du réfrigérant ascendant, de façon à pouvoir chauffer sans perte de matière (chauffage à reflux).
- Verser 10 g de thé réduit en poudre.
- Ajouter 100 ml d'eau et 5 g de carbonate de calcium (CaCO_3).
- Maintenir le mélange à ébullition douce durant 1/2 heures.
- Laisser refroidir le ballon et préparez un montage pour une filtration sous vide puis filtrer les feuilles de thé (marc).
- On sépare le liquide (extrait aqueux) des résidus solides.
- Le filtrat contient : caféine + autres composés solubles (catéchines)

b) Extraction liquide → liquide

- Introduire un volume entre (50-100 ml) de filtrat de couleur marron dans l'ampoule à décanter et ajouter 50 ml de dichlorométhane.
- Fermer avec un bouchon rodé pour éviter l'évaporation du composé volatil.
- Appuyé pour éviter toute fuite.

-Après avoir bouché l'ampoule, on la tient retournée, à deux mains, et on agite vigoureusement pour extraire le soluté de façon optimale, en prenant soin de dégazer entre chaque agitation pour éviter une surpression dans l'ampoule.

-La caféine change alors de phase et passe dans le dichlorométhane.

-Laisser décanter (sans bouchon) et récupérer la phase organique d'une part, et la phase aqueuse d'autre part.

-Sur cette phase aqueuse, refaire une extraction avec 50 ml de dichlorométhane, de façon à extraire le maximum de caféine.

-Répéter la décantation, dont une nouvelle extraction des 100 ml de phase aqueuse avec 50 ml de dichlorométhane.

-Une fois ces extractions réalisées, regrouper les phases organiques dans un erlenmeyer sec.

c) Séchage avec le sulfate de magnésium (MgSO_4)

-On ajoute du MgSO_4 anhydre à la phase organique contenant la caféine.

-Le MgSO_4 est un agent déshydratant : Il absorbe l'eau résiduelle présente dans le solvant organique.

-Après agitation, on observe la formation de grains solides hydratés.

-On élimine ensuite le MgSO_4 par filtration, on obtient à la fin : Phase organique sèche contenant uniquement la caféine dissoute.

d) Évaporation du solvant

Après extraction, le solvant contenant la caféine est éliminé par évaporation à basse température afin d'obtenir la caféine sous forme concentrée.

Questions de compréhension du TP

1. Pourquoi ajoute-t-on une base lors de l'extraction ?
2. Pourquoi la caféine passe-t-elle dans la phase organique ?
3. Quel est le rôle du sulfate de sodium ?
4. Calculer le rendement
5. Comment améliorer le rendement d'extraction ?

Conclusion générale

Les techniques d'extraction solide-liquide et liquide-liquide constituent des opérations unitaires essentielles en génie des procédés, largement utilisées dans les industries chimiques, pharmaceutique et agroalimentaire. Elles reposent sur des principes fondamentaux de transfert de matière et d'équilibre entre phases, permettant la séparation sélective de composés d'intérêt à partir de matrices complexes.

Dans le cadre de ce travail pratique, l'application de ces techniques a permis de mettre en évidence les paramètres influençant l'efficacité de l'extraction, notamment le choix du solvant, le temps de contact, l'agitation ainsi que les conditions de séparation des phases. L'utilisation de l'ampoule à décanter pour l'extraction liquide-liquide et les étapes de mise en contact solide-solvant pour l'extraction solide-liquide illustrent concrètement les phénomènes théoriques abordés en cours.

Ainsi, ce TP, d'opération unitaires, contribue à renforcer la compréhension des étudiants en génie des procédés en reliant les notions théoriques de transfert de matière à leur application pratique. Il permet également de développer les compétences nécessaires à la conduite, à l'analyse et à l'optimisation des opérations unitaires, compétences indispensables pour la pratique professionnelle en milieu industriel.

Enfin, la maîtrise de ces techniques constitue une base fondamentale pour l'étude et la conception des procédés de séparation plus complexes rencontrés en ingénierie des procédés.

Spécialité : Génie des procédés

Matière : Opérations unitaires S2

Volume horaire des travaux pratiques :

Chaque TP est effectué en double réalisation. L'ensemble des travaux pratiques représente un volume horaire total de 28 heures, réparties sur 14 semaines, à raison d'une séance hebdomadaire de 2 heures.

Titre du TP	VHH (h)	VHT	Nbr de semaines
TP n°1 : Extraction de l'acide acétique	2	4	2
TP n°2 : Hydrodistillation de l'écorce de citron	2	4	2
TP n°3 : Extraction par macération de principes actifs végétaux	2	4	2
TP n°4 : Extraction des composés bioactifs d'une plante médicinale par Soxhlet	2	4	2
TP n°5 : Extraction par décoction de principes actifs végétaux	2	4	2
TP n°6 : Extraction de la vitamine C	2	4	2
TP n°7 : Extraction de la caféine	2	4	2
Total		28	14

-**VHH** : Volume Horaire Hebdomadaire (heures par séance).

-**VHT** : Volume Horaire Total (heures consacrées à chaque TP sur l'ensemble de sa réalisation).

Références bibliographiques

- [1] Treybal, R. E. (1980). Mass-transfer operations (3rd ed.). McGraw-Hill.
- [2] Handa, S. S., Khanuja, S. P. S., Longo, G., & Rakesh, D. D. (2008). Extraction technologies for medicinal and aromatic plants. International Centre for Science and High Technology (ICS-UNIDO).
- [3] Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N. A. N., & Omar, A. K. M. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426–436. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014>
- [4] Chemat, F., & Strube, J. (Eds.). (2015). Green extraction of natural products: Theory and practice. Wiley-VCH.
- [5] Goulart, A. C., et al. (2024). Liquid-liquid and solid-liquid extractions with low-temperature partitioning: A review. *Analytica Chimica Acta*, 1316, Article 342795.
- [6] Bird, R. B., Stewart, W. E., & Lightfoot, E. N. (2002). Transport phenomena (2nd ed.). John Wiley & Sons.
- [7] Seader, J. D., Henley, E. J., & Roper, D. K. Separation Process Principles: Chemical and Biochemical Operations, 4th ed., Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, 2016.
- [8] Cusack, R. W., & Miller, D. J. "Liquid–Liquid Extraction," dans *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley-VCH, 2012.
- [9] Coulson, J. M., & Richardson, J. F. (2002). Chemical engineering: Volume 2. Particle technology and separation processes (5th ed.). Butterworth-Heinemann.
- [10] Duroudier, J.-P. (2016). Liquid-liquid and solid-liquid extractors. ISTE Press & Elsevier.
- [11] Geankoplis, C. J. (2003). Transport processes and separation process principles (4th ed.). Prentice Hall.
- [12] Hanson, C. (Ed.). (1971). Recent advances in liquid-liquid extraction. Pergamon Press.
- [13] McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriott, P. (2005). Unit operations of chemical engineering (7th ed.). McGraw-Hill.
- [14] Notardonato, I., & Avino, P. (2024). Dispersive liquid–liquid microextraction: A review of the last five years. *Separations*, 11(7).
- [15] Perry, R. H., & Green, D. W. (Eds.). (2008). Perry's chemical engineers' handbook (8th ed.). McGraw-Hill.
- [16] Poole, C. F. (Ed.). (2020). Liquid-phase extraction. Elsevier.

[18] Tay, K. S. J., & See, H. H. (2025). Recent advances in dispersive liquid–liquid microextraction for pharmaceutical analysis. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*.

[19] Thornton, J. D. (1992). *Science and practice of liquid-liquid extraction: Phase equilibria, mass transfer and interfacial phenomena*. Clarendon Press.

Bibliographie de l’auteure

Mme Naoual Bensaad est enseignante-chercheuse en génie des procédés à l’École Nationale Polytechnique d’Oran Maurice Audin (ENPO), Algérie, au sein du Département de Génie des Procédés et Matériaux. Ses activités s’articulent autour de l’enseignement, de la recherche scientifique et de l’encadrement de travaux académiques dans le domaine du génie des procédés et traitement des eaux.

Ses recherches portent sur les procédés de séparation conventionnels et membranaires, les opérations unitaires, l’intensification des procédés, les phénomènes de transfert de matière et de chaleur, ainsi que les technologies dédiées au traitement des eaux, aux énergies renouvelables et la valorisation énergétique.

Dans le cadre de ses activités pédagogiques, elle encadre des mémoires d’ingéniorat, de master et de doctorat, conçoit des supports d’enseignement et des travaux pratiques, et participe à l’évolution des programmes de formation en génie des procédés. Elle contribue également à l’évaluation scientifique de projets de recherche, d’articles et de manifestations académiques.

Auteure de nombreuses publications scientifiques et communications présentées lors de congrès nationaux et internationaux, Mme Bensaad participe activement à la diffusion des connaissances scientifiques et au développement de solutions innovantes répondant aux enjeux de la transition énergétique, du développement durable et de l’ingénierie des procédés.

Dr Bensaad Naoual

Enseignante-chercheuse

Département Génie des Procédés et Matériaux (GPM)

École Nationale Polytechnique d’Oran – Maurice Audin

nawel.bensaad@enp-oran.dz