

4. Extracteur de Soxhlet

1. Définition

Un extracteur de Soxhlet (ou appareil de Soxhlet) est une pièce de verrerie utilisée en chimie analytique et en chimie organique qui permet de faire l'extraction par solvant en continu d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide. Cet appareil porte le nom de son inventeur : Franz von Soxhle

2. Les composent de soxhlet

Il se compose d'un corps en verre (4) dans lequel est placée une cartouche en papier-filtre épais en forme d'un bâtonnet (5), d'un tube siphon (6-7) et d'un tube d'adduction (3). Dans le montage, l'extracteur est placé sur un ballon (2) contenant le solvant d'extraction (1). Dans l'extracteur est insérée une cartouche dans laquelle est placée la poudre contenant l'espèce à extraire ; puis un réfrigérant (9-10-11) est adapté au-dessus de l'extracteur (il est également souhaitable d'utiliser un chauffe-ballon avec agitation magnétique intégrée, afin d'éviter des à-coups d'ébullition qui provoquent une remontée du liquide contenu dans le ballon et non de vapeurs de solvant pures. À défaut on peut placer des billes de verres dans le ballon).

Quand le ballon est chauffé, les vapeurs de solvant passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'extracteur, faisant ainsi macérer le solide dans le solvant (chauffé par les vapeurs se trouvant en dessous). Le solvant condensé s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon, qui provoque alors le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites, et le solvant contenu dans le ballon s'enrichit donc progressivement en composés solubles.

Le solvant continue alors de s'évaporer, alors que les substances extraites restent dans le ballon (leur température d'ébullition doit être nettement supérieure à celle du solvant extracteur).

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

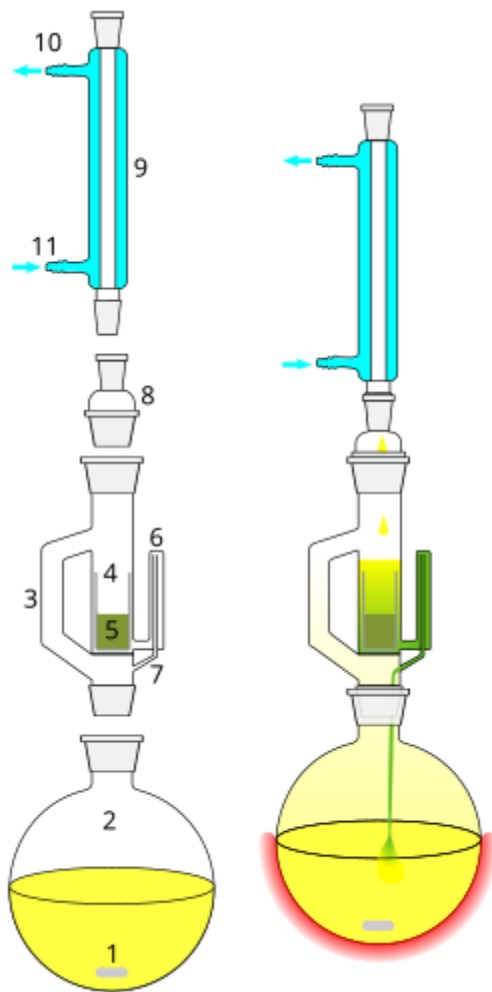


Fig.1 : Représentation schématique d'un extracteur de Soxhlet

3. Les Étapes d'Utilisation de l'Extracteur de Soxhlet

A. . Préparation de l'Échantillon et du Matériel

- **Préparer l'échantillon solide :** L'échantillon à extraire (par exemple, des graines, des feuilles, ou un polymère) doit être finement broyé pour augmenter la surface de contact solide-liquide.

Placer l'échantillon dans la cartouche : L'échantillon broyé est placé dans une cartouche d'extraction (souvent en cellulose ou en papier filtre épais). Pour éviter la fuite de particules, on peut recouvrir l'échantillon d'un morceau de coton ou de laine de verre.

Choisir et ajouter le solvant : Sélectionner un solvant dans lequel la substance à extraire est très soluble, mais avec un point d'ébullition nettement inférieur à celui de l'extrait souhaité (pour ne pas le dégrader). Ajouter ce solvant dans le ballon à fond rond (préalablement taré) qui sera chauffé.

B. Montage de l'Appareil

Assembler l'extracteur :

- Placer la cartouche contenant l'échantillon dans le corps de l'extracteur de Soxhlet.
- Fixer le corps de l'extracteur au-dessus du ballon à fond rond contenant le solvant.
- Adapter un réfrigérant à eau (condenseur) au-dessus de l'extracteur.
- Mettre en place la circulation d'eau : Raccorder le réfrigérant à une source d'eau froide (l'eau entre par le bas et ressort par le haut) pour assurer une condensation efficace des vapeurs de solvant.
- Chauffer : Placer le ballon à fond rond sur une source de chaleur (chauffe-ballon, bain d'huile, etc.).

C. Cycle d'Extraction

Le chauffage du ballon initie le cycle d'extraction :

- Vaporisation et Montée : Le solvant dans le ballon est chauffé jusqu'à ébullition. Les vapeurs de solvant (qui sont pures) montent par le tube d'adduction (chemin latéral de l'extracteur).
- Condensation : Les vapeurs atteignent le réfrigérant où elles sont refroidies et se condensent, retombant sous forme liquide sur la cartouche dans le corps de l'extracteur.
- Lixiviation (Macération) : Le solvant pur s'accumule dans le compartiment de l'extracteur, submerge la cartouche et dissout la substance à extraire dans l'échantillon.
- Siphonage : Lorsque le niveau du solvant atteint le sommet du tube-siphon (un tube en U inversé), l'effet de siphon se déclenche. Le solvant, maintenant riche en substance extraite, est aspiré et renvoyé entièrement dans le ballon à fond rond.

- Répétition : Le solvant retourne dans le ballon, laissant l'extrait s'accumuler, puis s'évapore à nouveau pour recommencer le cycle. Le solvant qui revient à l'échantillon est toujours pur, ce qui garantit une extraction continue et efficace.

Ce cycle est répété pendant plusieurs heures (parfois toute une nuit) jusqu'à ce que l'extraction soit considérée comme complète (souvent vérifiée par un test colorimétrique sur le solvant de siphonage).

D. Récupération de l'Extrait

- Arrêt de l'extraction : Une fois l'extraction terminée, arrêter le chauffage et retirer le ballon de l'appareil. La solution dans le ballon contient la substance extraite dissoute dans le solvant.
- Évaporation du Solvant : Le solvant est séparé de l'extrait, le plus souvent par évaporation rotative (rotavapor), pour récupérer l'extrait sous sa forme concentrée ou sèche.
- Pesée et Analyse : Le ballon contenant l'extrait pur est séché à l'étuve, refroidi, puis pesé. L'extrait peut ensuite être analysé (par exemple, pour déterminer le rendement d'extraction ou sa composition).

4. Maintenance et Précautions Clés

1. Nettoyage Immédiat Après Utilisation pour éviter la contamination croisée entre les expériences.
2. Retirer la cartouche d'extraction contenant le résidu solide et l'éliminer conformément aux procédures de laboratoire.
3. Le solvant usagé (qui contient potentiellement des impuretés et des traces d'extrait) doit être versé dans un récipient de récupération des solvants pour recyclage ou élimination appropriée.
4. Nettoyage de la Verrerie :
 - Démonter entièrement l'appareil (ballon, corps de l'extracteur, réfrigérant).
 - Laver les pièces immédiatement avec un détergent doux et de l'eau, puis rincer abondamment à l'eau du robinet, et enfin avec de l'eau déminéralisée ou distillée pour éviter les dépôts de minéraux.
 - Si l'extrait était particulièrement gras ou tenace, un nettoyage aux solvants de rinçage (acétone, éthanol) peut être nécessaire avant le lavage à l'eau.

- Séchage : Sécher toutes les pièces de verrerie à l'étuve (si elles résistent à la température) ou à l'air libre, ou par un dernier rinçage à l'acétone pour accélérer le séchage.

2. Inspection et Entretien du Matériel

- Vérification de la Verrerie
- S'assurer que les joints rodés sont propres et sans résidus de produit chimique qui pourraient les coller.
- Vérifier le bon état de la source de chaleur (chauffe-ballon) et de son régulateur.
- Inspecter les tuyaux d'eau du réfrigérant pour s'assurer qu'ils ne sont pas fissurés ou obstrués.

Sécurité : Étant donné l'utilisation de solvants inflammables et volatils (éther, hexane, etc.) et le chauffage, l'extraction doit toujours se faire sous une hotte aspirante bien ventilée.

https://fr.wikipedia.org/wiki/Extracteur_de_Soxhlet