|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | **EXTRACTION GAZ/SOLIDE** | **EXTRACTION LIQUIDE/LIQUIDE** | **DISTILLATION PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR** |
| **Principes** | Piéger des solutés contenus dans la matrice gazeuse sur une matière adsorbante. L’extraction est fonction de l’affinité solutés/matière.  Phénomène : **adsorption**  Technique statique  Technique dynamique | Faire passer des solutés d’un échantillon liquide vers un solvant d’extraction liquide.  L’extraction fonction de l’affinité pour l’extractant.  Phénomène : **solubilité**  Il faut 2 phases liquides non miscibles | Entrainer avec de la vapeur d’eau des solutés contenus dans une matrice liquide  L’extraction est fonction de l’affinité solutés/vapeur (solubilité)  Phénomène : volatilité |
| **Appareillage** | Mode statique :  **Piège**= matière adsorbante  (rien d’autre, molécules bougent autour et celles qui ont une affinité vont venir se coller sur le piège)  Mode dynamique :  **Piège + pompe**  On peut faire passer sur le piège ou dans le piège. | **Ampoule à décanter** (de quelques mL à quelques L) | **Ampoule de coulée** (réserve d’eau)  **Ballon tricol ou bicol** (contient l’échantillon)  **Colonne de distillation**  **Réfrigérant à eau**  **Récipient collecteur** |
| **Méthodologie** | Piégeage des solutés par contact échantillon gazeux/ adsorbant.  Récupération des solutés par dissolution dans solvant ou **désorption thermique.** | Introduction échantillon + solvant d’extraction=> 2 phases liquides  Agitation => obtention d’une seule phase : **une émulsion**  **Décantation** (ouvert)  Collecte des phases liquides | Introduction échantillon et eau dans ballon (ampoule de coulée)  Chauffage du ballon générant de la vapeur et entraine les solutés (si volatiles et affinité avec vapeur)  Condensation (vapeur d’eau +solutés) par refroidissement  Récupération dans récipient |
| **Avantages** | Statique :  Simple et peu couteux.  Dynamique :  Beaucoup plus d’air analysé (plus sensible et plus rapide). | Se fait à température ambiante  Large domaine d’applications | Technique simple  N’utilise pas de solvant polluant |
| **Inconvénients** | Statique :  Long et peu sensible  Uniquement pour contrôler des zones assez polluées.  Dynamique :  Risque de perte de solutés à travers le piège. Utile dans des zones moins polluées. | Utilise beaucoup de solvant  Concentration souvent nécessaire  Rendement souvent faible : à réitérer plusieurs fois. | Perte des solutés les plus volatiles (glace)  Chauffage peut entrainer des pollutions de l’échantillon  Applications restreintes (solutés volatiles, peu thermosensibles, affinité avec eau) |
| **Applications** | **Analyse de l’air :**  Contrôle d’ambiance de travail grâce à des badges.  Analyse du styrène dans un air exhalé par des ouvriers fabricants des matières plastiques. | **Solutés contenus dans matrice liquide** (échantillon du mg au Kg) : Extraction protéines des aliments  Extraction métaux lourds dans sol  Extraction principes actifs médicamenteux | **Solutés contenus dans une matrice liquide** :  Extraction alcools ou acides volatiles dans vin  Extraction azote dans sol |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | **EXTRACTION EN PHASE SOLIDE** | **MICRO EXTRACTION EN PHASE SOLIDE** | **EXTRACTION PAR SOXHLET** |
| **Principes** | Passage des solutés d’une matrice liquide vers un adsorbant solide.  L’extraction est fonction de l’affinité relative des solutés et de la matrice pour la matière adsorbante.  Phénomène : **adsorbtion** | Identique extraction phase solide | Passage des solutés de matrice solide vers solvant à chaud.  Extraction fonction de l’affinité des solutés pour le solvant d’extraction.  Phénomène : **solubilité** |
|
| **Appareillage** | - Tube ou cartouche (colonne en verre) contenant adsorbant et 2 frittés  - Système de filtration sous vide comportant un adaptateur portant le **disque d’adsorbant** | **Fibre** qui peut rentrer et sortir d’une aiguille grâce à un piston.  Adsorbant sur un support situé sur la fibre. | Récipient  Corps en verre contenant **tube d’adduction** + **tube siphon** dans lequel est placé cartouche en papier filtre contenant le solide à extraire  **Réfrigérant** |
| **Méthodologie** | Conditionnement de l’adsorbant par **solvant d’activation** (remplissage jusqu’au niveau haut du fritté).  Passage de l’échantillon liquide à travers l’adsorbant (on laisse du liquide jusqu’au niveau haut du fritté) il reste encore des impuretés.  Eliminations des impuretés restantes par le passage d’un **solvant de lavage.**  Récupération des solutés par un **solvant d’élution.** | Passage de l’aiguille au travers d’un septum (fibre rétractée)  Sortie de la fibre (exposition à l’échantillon)  Sortie de l’aiguille (fibre rétractée)  Passage de l’aiguille à travers le septum d’un injecteur  Sortie fibre et chauffage pour désorber les solutés  Sortie de l’injecteur (fibre rétractée) | Vaporiser le solvant d’extraction par chauffage du ballon  Le solvant à l’état vapeur remonte par le tube d’adduction et va se recondenser grâce eu réfrigérant  Accumulation du liquide au niveau du corps du soxhlet contenant l’échantillon  Le liquide monte progressivement dans le corps en verre. Il y a retour discontinu du solvant d’extraction enrichi en solutés dans le ballon par le siphon |
| **Avantages** | Extraction de faibles volumes concentrés (bonne sensibilité)  Bonne sélectivités des adsorbants  Couplage possible avec analyse en phase liquide   * Cette technique tend à remplacer la technique d’extraction liquide/ liquide | Extraction de très faible volume concentré (**état de trace**) => très grande sensibilité.  Bonne sélectivité des adsorbants.  Couplage possible avec technique d’analyse. | Peu couteux  Retour discontinu permet l’augmentation du temps de contact solvant/échantillon  Répétition possible de cycle jusqu’à épuisement complet du solide |
| **Inconvénients** | Risque de bouchage  Disques permettent des débits plus élevés mais choix d’adsorbant limité car il doit être très adsorbant  Adsorbant fragile qui nécessite un **reconditionnement régulier** | Nécessite un étalonnage rigoureux | Plusieurs cycles donc peut être plus ou moins long (2 à 48h)  Demande un volume de solvant important (100 à 250mL)  Si le solvant n’est pas agité avec le solide, il pénètre difficilement dans celui-ci d’où extraction imparfaite  Méthode peu sélective, purification ultérieure souvent nécessaire  Dégradation des solutés thermosensibles |
| **Applications** | **Extraction de solutés solides dans échantillons liquide :**  Pesticides ou herbicides dans l’eau  Analyse matière grasse ou arôme dans les aliments | **Extraction solutés solides dans échantillon liquide** :  Extraction des composés odorants dans eau  Analyse hydrocarbures dans le sol | **Extraction des solutés (semi-volatils dans matrice solide)**  Extraction d’hydrocarbures aromatiques polycycliques ou composés organochlorés dans les sols pollués  Extraction matière grasse dans fourrages |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | EXTRACTION PAR ESPACE DE TÊTE | | |
| Principe | Passage des solutés de matrice solide ou liquide vers des gaz  L’extraction est fonction de l’affinité relative des solutés pour la matrice et le gaz.  Phénomène : **volatilité** | | |
| Espace de tête statique :  Contact statique entre matrice et le gaz | Espace de tête dynamique par balayage :  Contact dynamique entre la matrice et le gaz | Purge and trap :  contact dynamique entre la matrice liquide et le gaz qui la traverse |
| Appareillage | Flacon en verre (qq centaine de mL) fermé hermétiquement par **un septum** (**pastille d’élastomère**) | tube en verre (fermé par septum) comportant 3 ouvertures (entrée/sortie gaz, entrée échantillon)  + agitation | Tube en verre fermé hermétiquement (par septum) et comportant au moins 3 ouvertures et **un fritté**. |
| Méthodologie | Introduction échantillon et fermeture hermétique.  On attend l’équilibre entre la concentration en solutés dans l’échantillon et dans l’espace de tête (30 à 60 min)  Prélèvement d’un volume de l’espace de tête (seringue) | Introduction échantillon et fermeture hermétique (max 1/3 espace de tête)  Balayage en continu de l’espace de tête par un flux de gaz **pur** et **inerte** (pas d’équilibre)  Piégeage des solutés sur un **adsorbant solide** | Introduction échantillon + fermeture hermétique  Passage du gaz **pur** et **inerte** sous forme de petites bulles au travers de l’échantillon, les solutés sont continuellement entrainés par les gaz, pas d’équilibre  Piégeage des solutés sur **adsorbant solide** |
| Avantages | Très grand choix de piège (mélange, **tenax** est le plus universel)  Possibilité de couplage directe avec technique d’analyse en phase gazeuse  Simple  Pas de solvant  Température ambiante possible (thermosensible non dégradé)  Spécifiques (volatils et semi volatils)  Concentration des solutés par le piège  Espace de tête dynamique extrait une quantité importante de soluté  Purge and trap assure une surface de contacte maximale entre échantillon et gaz | |  |
| Inconvénients | Nécessite un gaz de haute pureté pour éviter la contamination et inerte (gaz ne doit pas réagir avec solutés)  Restreinte aux composés volatiles et souvent peu soluble dans l’eau.  Difficulté à relier la concentration extraite à la concentration initiale.  Statique : la quantité extraite est fonction du coefficient de partage qui dépend de la nature des solutés.  dynamique : la quantité extraite est fonction de toutes les conditions opératoires.  pièges doivent retenir les solutés et ensuite les relâcher entièrement. | | |
| Applications | **Extraction solutés volatils et semi-volatils contenus dans matrice liquide ou solide**. Très largement utilisée pour l’extraction et la concentration de composés organiques volatils contenus dans les sols, les sédiments, les eaux, les aliments, les boissons ou les produits pharmaceutiques :  Extraction arômes dans aliments  Extraction d’hydrocarbures aromatiques et halogénés dans les sols | |  |