

Les Techniques de Séparation des Mélanges (homogènes et hétérogènes)

1. Introduction

L'analyse chimique est l'ensemble de procédures permettant l'identification qualitative et quantitative de la composition d'un échantillon. L'analyse chimique immédiate est la séparation des corps purs d'un mélange ces procédés sont basés sur les différences des propriétés physiques (masse volumique (décantation), température d'ébullition (distillation), taille de particules (tamisage), solubilité (dissolution), etc...) présentées par les constituants.

L'analyse chimique s'effectue en deux temps :

- La séparation des constituants d'un mélange, appelée résolution d'un mélange.
- La détermination de la quantité ou de la concentration de l'un ou plusieurs de

Ceux-ci.

2. Définitions :

Un mélange est une substance composée de plusieurs constituants différents. Il peut être hétérogène ou homogène.

- **Un mélange hétérogène** : est un mélange pour lequel on peut distinguer au moins 2 constituants à l'œil nu.
- **Un mélange homogène** : est un mélange pour lequel on ne distingue pas les différents constituants à l'œil nu.

La séparation des mélanges se base sur les différentes propriétés physiques de chaque constituant. Les méthodes utilisées dans ce cas permettent de séparer les mélanges en corps purs.

3. Mélanges hétérogènes

Les mélanges hétérogènes sont faciles à séparer. Il existe de nombreuses techniques. Le choix de la technique dépend de la nature de mélange hétérogène :

Les procédés utilisés varient suivant les cas :

Mélange de solides : on utilise principalement :

- **Tamisage** : si les particules sont de dimensions différentes.
- **Lévigation** : si les particules ont des masses volumiques différentes, on utilise des courants d'eau (séparation de l'or du sable).
- **Dissolution** : si l'un des constituants est soluble dans l'eau ou un autre liquide.
- **Triage magnétique** : Si l'un des solides est magnétique (fer, nickel ou cobalt), on pourra le séparer à l'aide d'un aimant

Mélange constitué de solide et de liquide

- **Filtration** : permet la séparation des constituants d'une suspension (suspension de sable dans l'eau).
- **Centrifugation**

Mélange de liquides

- **Décantation** : se base sur la masse volumique des différents liquides non miscibles (Eau + huile).

4. Mélanges homogènes

L'objectif principal du traitement est de transformer le mélange homogène en mélange hétérogène auquel, par la suite, on pourra appliquer les procédés de séparation :

Rupture de phases

- Par élimination du solvant (provoquer la formation d'un solide)
- diminution du pouvoir solvant

Transfert de phases

En faisant dissoudre préférentiellement dans un solvant approprié, certains constituants d'un mélange homogène : Extraction, Chromatographie...

Changement d'état

En faisant passer l'un des constituants à l'état de vapeur :

La distillation, si le mélange initial est un liquide

La sublimation, si le mélange initial est un solide

Mélange de liquides

Distillation : se base sur la différence de températures d'ébullition des liquides (séparation du pétrole brut : essence - mazout).

Mélange solide-liquide :

Cristallisation (l'eau de mer : eau + sel) Principe :

Solide → dissolution → évaporation → solide.

Mélange gazeux :

Liquéfaction puis distillation, adsorption.

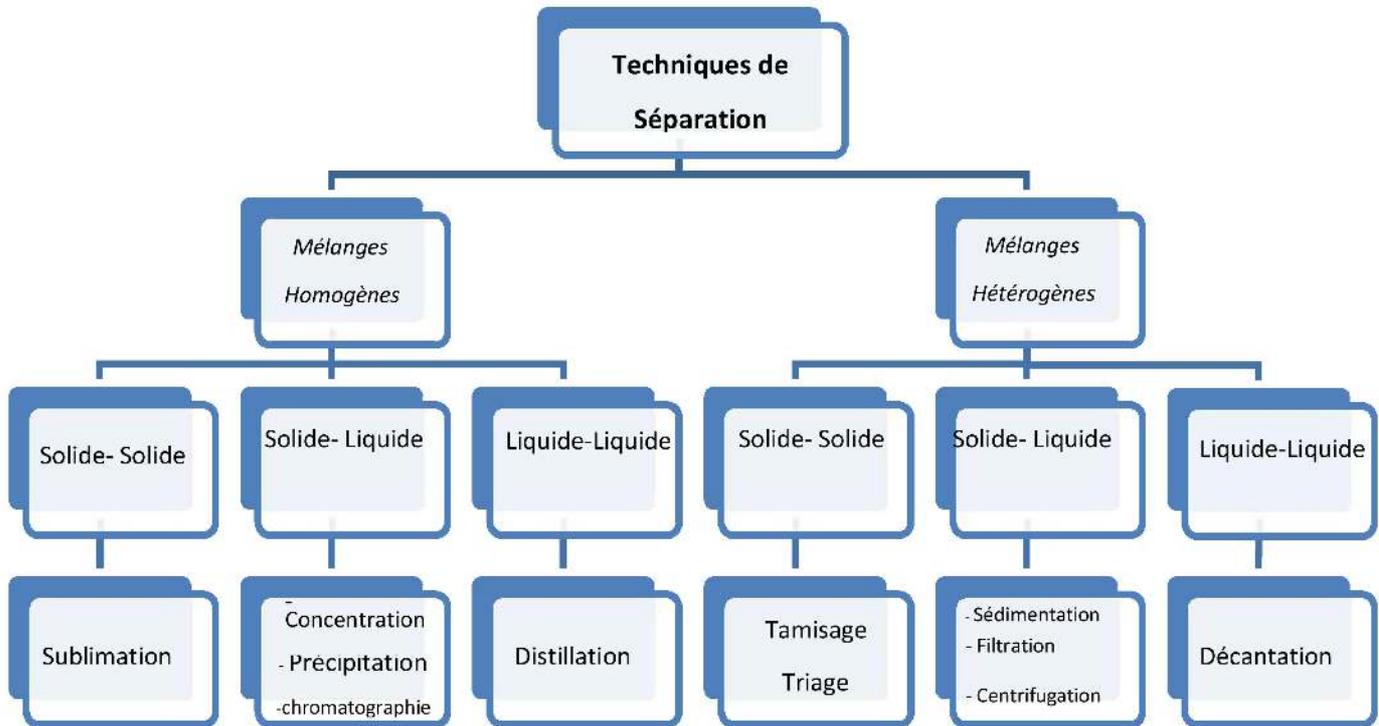


Figure 1 : Techniques de séparation des différents mélanges

On distingue deux grandes classes de procédés de séparation :

La **séparation des mélanges** permet d'isoler ou de séparer certains constituants des mélanges dans lesquels ils se trouvent. Il est souvent nécessaire, pour obtenir une substance pure, de la séparer de toutes les autres substances qui l'accompagnent. Le choix de la technique varie en fonction du mélange, de la substance que l'on doit séparer du reste du mélange et des phases qui constituent le mélange.

Les techniques les plus utilisées sont les suivantes :

5. Techniques de Séparation

5.1. Séparation par sédimentation et décantation

La sédimentation consiste dans le dépôt des particules solides en suspension dans les fluides sous l'effet d'un champ de forces gravimétrique, centrifuge ou électrique.

On distingue deux types de matière décantable :

- Les particules grenues, qui se sédimentent indépendamment les uns des autres, avec une vitesse de chute constante,

- Les particules plus ou moins floculées, qui résultent d'une agglomération naturelle ou provoquée des matières colloïdales en suspension

La décantation c'est un procédé de séparation mécanique qui permet de séparer les constituants d'un mélange hétérogène composé de deux liquides non miscibles sous l'effet de leur densité

On laisse reposer les deux liquides dans un ampoule à décantation. Cette technique peut être utilisée pour séparer un mélange d'eau et d'huile par exemple

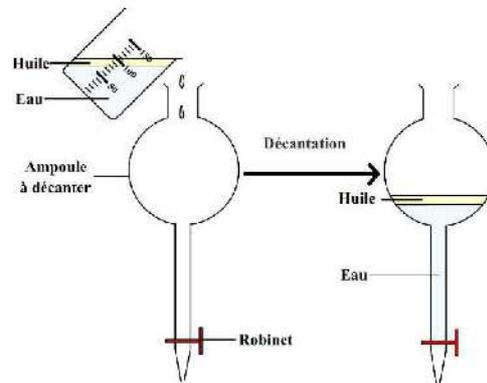


Figure 2 : Séparation de deux liquides par ampoule à décantation

Lors d'une décantation, les particules en suspension se déposent au fond du récipient. La séparation obtenue est parfois partielle, car il reste quelques particules en suspension. Dans certains cas, par exemple lorsque l'eau est mélangée à du sable, la décantation permet d'obtenir un liquide limpide. On peut l'utiliser pour la séparation d'un solide en suspension d'un liquide sous l'effet du poids (souvent nommé sédimentation). La séparation se réalise en laissant seulement se reposer le mélange. Les corps les plus lourds vont alors se déposer dans le fond du récipient. Lorsque les deux phases sont bien distinctes, on peut les séparer facilement. La séparation obtenue est parfois partielle ne permettant pas d'obtenir un liquide limpide.

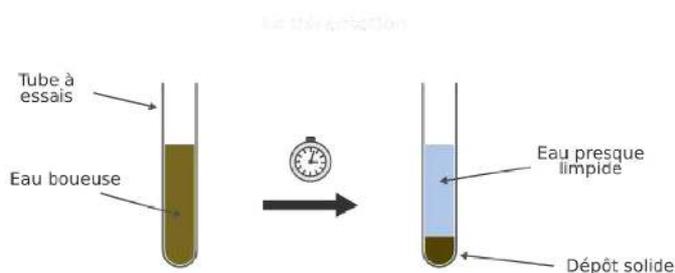


Figure 3 : La décantation (sédimentation)

5.2. Sublimation

Elle permet la séparation d'un mélange de solides selon leur point de sublimation

Exemple : iode + fer

- On chauffe légèrement
- L'iode sublime tandis que le fer reste à l'état solide

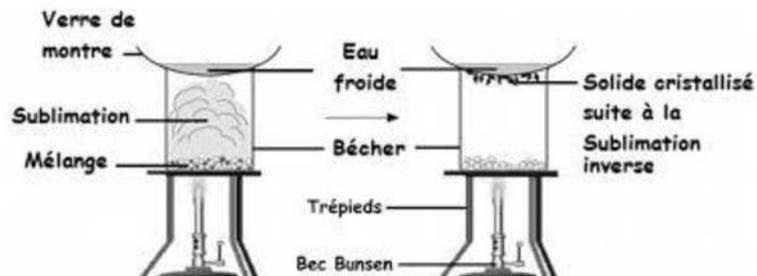


Figure.4 : séparation d'un mélange de solides selon leur point de sublimation

5.3. Flottation

La flottation est un procédé de séparation solide-liquide ou liquide-liquide qui s'appliquent à des particules dont la masse volumique est inférieure à celle du liquide qui les contient. Ces agrégats étant recueillis, in fine, sous forme d'écumes flottées à la surface supérieure de l'appareil.

A. Flottation naturelle

La différence de masse volumique est naturellement suffisante pour la séparation

B. Flottation assistée

Elle consiste en une insufflation de bulles d'air au sein de la masse liquide pour améliorer la séparation des particules naturellement flottables.

C. Flottation provoquée

Dans ce cas la masse volumique de la particule est, au départ, supérieure à celle du liquide. Elle est artificiellement réduite grâce à des bulles de l'air. En effet certaines particules solides ou liquides peuvent s'unir à des bulles pour former des particule-bulle moins dense que le liquide.

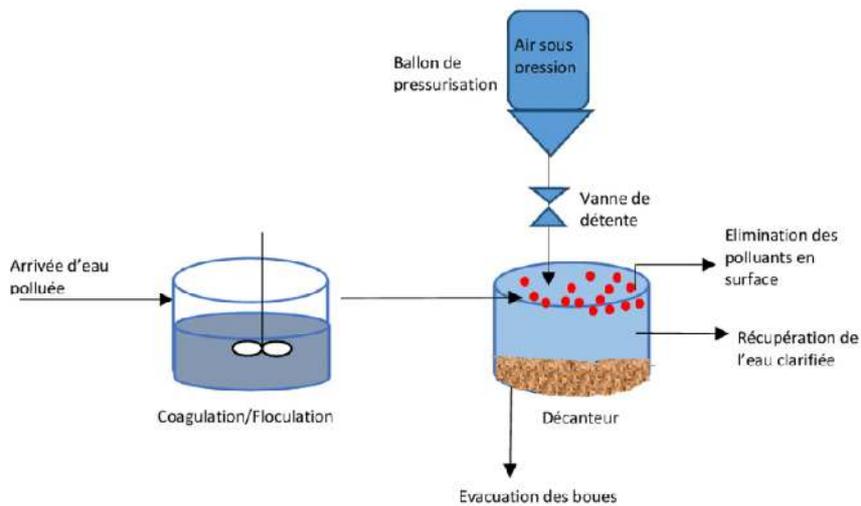


Figure.5 : principe du processus de flottation par air dissous

5.4. La magnétisation

Elle permet une séparation de deux substances solides dont l'un a des propriétés magnétiques et l'autre non

Exemple : fer + cuivre

Le fer est attiré par l'aimant, pas le cuivre

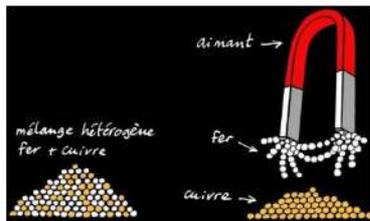


Figure.6 : Séparation magnétique

5.5. L'évaporation

L'évaporation est un processus par lequel on élimine la partie liquide d'un mélange en le transformant en gaz. L'évaporation sert à récupérer la partie solide d'un mélange hétérogène ou encore le soluté solide d'une solution.

L'évaporation est une méthode utilisée aussi pour séparer les constituants d'un mélange homogène.

L'eau salée est un mélange homogène formé de chlorure de sodium à l'état solide et d'eau liquide, il faut effectuer une évaporation de l'eau pour récupérer le sel dissous.

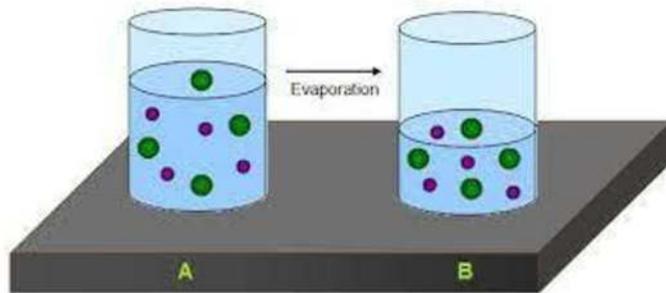


Figure.7 : schéma d'évaporation

5.6. Le tamisage

La technique du tamisage consiste à séparer les constituants d'un mélange de substances solides à l'aide d'un tamis. Un tamis est un instrument qui ressemble à un grillage. L'espace entre les fils est plus ou moins grand, ce qui permet de laisser passer les particules plus petites du mélange et d'emprisonner les particules plus grosses. Il est alors possible de séparer les constituants du mélange selon la grosseur de ses particules.

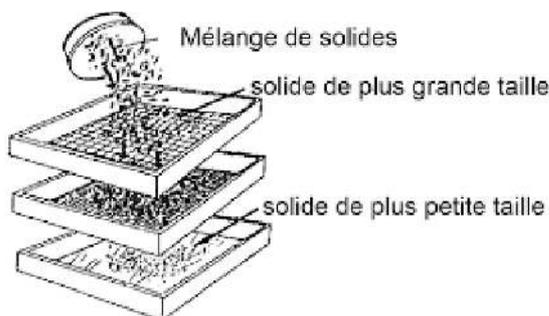


Figure.8 : séparation par tamisage

5.7- La filtration

5.7.1. Définition

La filtration est une technique de base permettant la séparation des phases solides et liquides d'un mélange hétérogène, les particules solides étant retenues par le filtre qui laisse passer le liquide contenant les espèces chimiques.

La filtration est une opération dans laquelle les particules solides restent sur le filtre et on récupère un mélange homogène.

L'utilisation d'un filtre permet de retenir les particules du mélange hétérogène qui sont plus grosses que les trous du filtre. Le liquide ayant subi la filtration se nomme filtrat, et ce que le filtre retient se nomme un résidu. La filtration stérilisante est un cas particulier, les particules étant des microorganismes.

Les applications de la filtration courante résultent de la séparation d'un solide dispersé dans un liquide pour obtenir :

- Un liquide clarifié (débarrassé des particules solides).
- Un solide essoré de l'excès de liquide.

5.7.2. Principe de la filtration

La filtration est une séparation selon le diamètre des particules solides de différentes tailles, qui sont dispersées dans un liquide. La différence de pression force le liquide à passer à travers le filtre, ce filtre permet de retenir les particules solides qui sont plus grosses que les pores (trous) du filtre. Le liquide qui passe au travers du filtre est appelé filtrat et le solide que l'on recueille dans le filtre est appelé résidu.

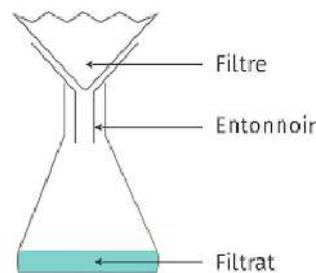


Figure.9. La filtration

Il existe trois types de filtration :

- Filtration gravimétrique
- Filtration sous vide
- Filtration sous pression

A- Filtration gravimétrique

On utilise des filtres, généralement en papier, à travers lequel le liquide s'écoule sous l'action de son propre poids. La différence de pression est créée par la hauteur du liquide sur le filtre.

Principe

Elle repose sur l'utilisation d'un filtre constitué de mailles qui laissent passer l'eau mais retiennent les particules qu'elle contient. Les grosses particules retenues sur le papier filtre constituent le résidu tandis que ce qui traverse le filtre s'appelle le filtrat.

Montage

Pour réaliser une filtration, il faut un filtre et un dispositif pour le soutenir : le porte filtre. La plupart du temps on utilise un entonnoir.

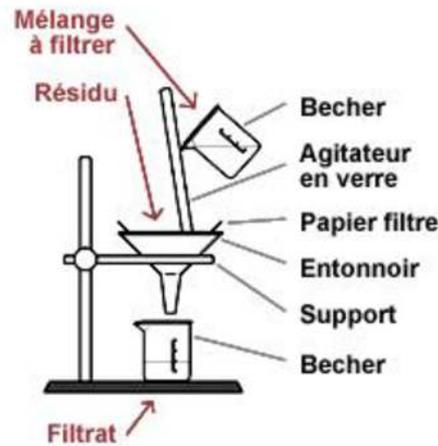


Figure.10 : Montage de filtration par gravité.

Cette méthode est généralement lente et ne permet pas une séparation optimale. Pour pallier ces inconvénients, une filtration sous vide est souvent utilisée.

B. Filtration sous vide

La filtration sous vide permet de filtrer plus rapidement et plus efficacement qu'une filtration classique. On verse le mélange : le solide reste dans le Büchner alors que le filtrat passe dans l'erenmeyer.

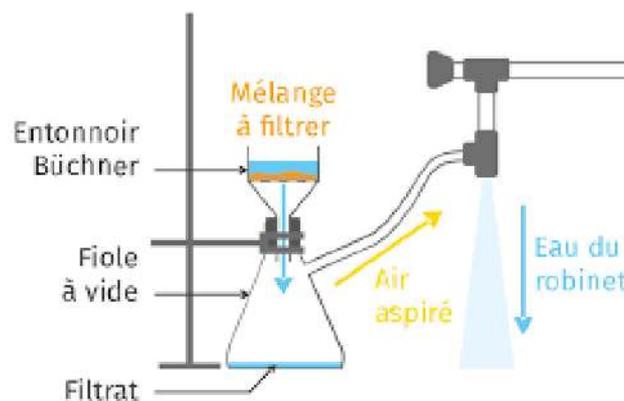


Figure.11 : Schéma d'une filtration sous vide.

- Le filtre de type « Büchner »

En porcelaine, de forme cylindrique avec un tamis à gros trous, on place dessus un filtre circulaire en papier, suffisamment grand pour couvrir la totalité du tamis.

- Le filtre en verre fritté

Il s'agit d'un entonnoir en verre qui contient un disque en verre fritté, de porosité fixée. On utilise ce type de filtre dans des conditions de pH extrêmes où le papier ne résisterait pas.

C. Filtration sous pression

La vitesse de filtration est augmentée en exerçant une pression sur le liquide à filtrer en amont du matériel filtrant représenté par une membrane filtrante. La filtration sous pression évite le moussage et l'évaporation du solvant ; elle est d'un emploi fréquent dans l'industrie. Ce système de filtration sous pression avec membranes filtrantes existe également sous forme de cartouches filtrantes (millipore) adaptable sur une seringue pratique pour la filtration des petits volumes de solution à filtrer. Au laboratoire, la microfiltration stérilisante à l'aide du dispositif Swinnex Millipore est une filtration sous pression. Ce dispositif est constitué de deux pièces plastiques, que l'on visse l'une sur l'autre enserrant une membrane filtrante

5.7.3. Mécanismes de filtration

Le criblage

C'est un phénomène mécanique, autrement appelé filtration en surface. Le filtre est une membrane perforée par des pores calibrés et de diamètres voisins. Le filtre retient toutes les particules dont le diamètre est supérieur au diamètre des pores. On parle de filtre écran ou de filtre membrane. L'avantage de cette technique est qu'elle ne retient pas les liquides. Les inconvénients sont :

- Possibilité de colmatage du filtre. Pour y pallier, on augmente le diamètre du filtre et/ou on utilise un préfiltre de diamètre supérieur.
- Faible capacité de rétention.

L'adsorption

Autrement appelée filtration en profondeur. Ce mécanisme consiste à retenir à l'intérieur du réseau poreux du filtre des particules dont la taille peut être inférieure au diamètre des pores.

C'est un phénomène physique, avec 2 facteurs principaux :

- Réseau poreux chargé électriquement
- Constitué par de longs et fins canalicules fortement contournés.

Filtres constitués de cellulose, laine, coton.

L'avantage

Grande capacité de rétention.

Les inconvénients sont

- Possibilité de relâcher les particules (relargage ou désorption).
- Adsorption de liquides.
- Difficulté de définir la porosité.

5.7.4. Classification des filtrations

Mode de passage du fluide

Il existe deux principales techniques de filtration :

- **La filtration frontale :**

La plus connue, consiste à faire passer le fluide à filtrer perpendiculairement à la surface du filtre. Les particules étant retenues par le filtre, cette technique est limitée par l'accumulation des particules à sa surface, qui finissent peu à peu par le boucher (colmatage).

- **La filtration tangentielle**

Cette technique est réservée à la filtration des très petites particules, d'une taille allant du nanomètre jusqu'au micromètre. Consiste à faire passer le fluide tangentiellement à la surface du filtre. C'est la pression du fluide qui permet à celui-ci de traverser le filtre. Les particules, dans ce cas, restent dans le flux de circulation tangentielle, et le bouchage s'effectue ainsi beaucoup moins vite.

Dimension des particules

On peut aussi nommer différemment l'opération de filtration suivant la taille des pores du filtre :

- Filtration clarifiante : le diamètre des pores se situe entre 10 et 450 micromètres
- Microfiltration : le diamètre des pores se situe entre 10 nm et 10 micromètres
- Ultrafiltration : le diamètre des pores se situe entre 1 et 10 nm
- Osmose inverse : le diamètre des pores se situe entre 0,1 et 1 nm
- Filtration stérilisante : le diamètre des pores est inférieur à 0,22 micromètres (permet la rétention de Micro-organisme).

Rôle de la filtration

Le but de la filtration est d'opérer la séparation la plus complète possible entre l'eau et différentes sortes de particules en suspension. La séparation s'effectue dans une masse granulaire.

Des particules à éliminer peuvent exister à l'état naturel dans les ressources :

- argiles, sables
- plancton, bactéries,
- parasites et parfois des virus.

En pharmacie galénique on distingue :

La filtration clarifiante qui comprend :

La filtration : filtration de particules jusqu'à 10 μm

La microfiltration : filtration de particules de 10 μm jusqu'à 0.2 μm

La filtration stérilisante qui comprend :

L'ultrafiltration : filtration de particules de 0.2 μm jusqu'à 0.002 μm

L'osmose inverse : filtration de particules de $0.002\mu\text{m}$ à $0.0003\mu\text{m}$.

5.7.4. Application

- En chimie (gravimétrie)

- En pharmacie, on utilise les méthodes de filtration et centrifugation pour la purification des solutions, pour la préparation des solutions stériles ou les échantillons analytiques.

Les laboratoires d'analyses médicales utilisent une centrifugeuse pour séparer les constituants Solides du sang (plaquettes, globules rouges et globules blancs) de son constituant liquide (le plasma). la préfiltration des solutions chargées ou pour la préparation de molécules complexes pure et fonctionnelles.

- En industrie agroalimentaire : stabilisation, clarification, extraction ou concentration de produits

- En traitement des eaux : potable, purifiée, stérile, usée.

5.8. La centrifugation

La centrifugation est une technique de séparation qui, par l'action de la force centrifuge, permet de séparer de deux à trois phases d'un mélange, le mélange est entraîné dans un mouvement de rotation très rapide. Les particules solides les plus lourdes sont alors poussées vers les parois du récipient sous l'action de la force centrifuge, alors que les particules plus légères et les liquides restent en surface, ce qu'on nomme le surnageant. A l'aide d'une centrifugeuse on peut par exemple séparer les globules rouges du plasma sanguine.



Figure.12 : schéma d'une centrifugeuse

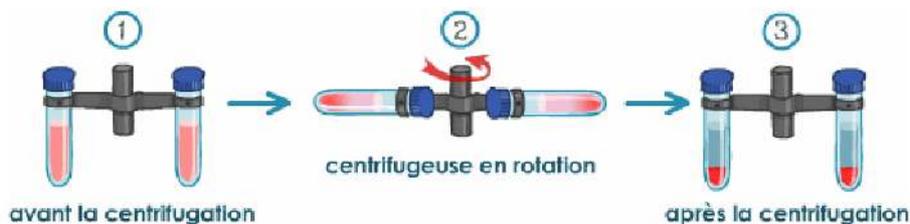


Figure.13 : Principe de la centrifugation.

On peut aussi séparer :

- Deux phases liquides
- Une phase solide en suspension dans une phase liquide
- Deux phases liquides contenant une phase solide

Applications de la centrifugation

Elles s'appliquent aussi bien aux mélanges homogènes qu'aux mélanges hétérogènes

- **Centrifugation préparative** : séparations des constituants de mélanges de nature chimique ou biologique
- **Centrifugation analytique** : étude de la centrifugation des macromolécules

C'est la détermination des constantes physiques des macromolécules

- 1- Mesure des coefficients de diffusion et de translation
- 2- Détermination des masses moléculaires
- 3- Mesure la constante de sédimentation
- 4- Détermination de la densité des particules
- 5- Détermination la forme et les dimensions

6. Les Méthodes d'extraction

70% des principes actifs proviennent des végétaux, pour récupérer une substance (principe actif, arôme, colorant, ...) On procède à une extraction

6.1. L'extraction par solvant

L'opération consiste à transférer l'espèce A d'une phase complexe (mélange) à une autre phase (solvant S) où il devient majoritaire. C'est par affinité que A passe dans le solvant S : on dit que A est très soluble dans S. Par ailleurs, S ne doit être ni nocif, ni dangereux.

6.2. Hydrodistillation

Cette méthode est utilisée pour extraire à partir de toute partie des végétaux, les substances volatiles, telles que les arômes et les huiles essentielles.

Principe

Certains composés organiques sont peu solubles dans l'eau : ils sont donc difficiles à extraire par macération dans l'eau ou par décoction dans l'eau. D'autre part, la présence de résidus dans les mélanges complexes rend difficile l'extraction par solvant organique.

On préfère utiliser la technique de l'hydrodistillation.

Dans une Hydrodistillation, la partie végétale (pétale, baie, écorce, ...) est broyée et mélangée à l'eau. L'ensemble est porté à ébullition. Sous l'action de la chaleur, les cellules des végétaux éclatent et libèrent des composés organiques odorants et volatils. La vapeur d'eau formée entraîne les composés organiques à l'état gazeux vers le réfrigérant. La condensation de ce mélange gazeux, permet de récupérer un condensat liquide. Ce condensat est constitué de deux phases non miscibles :

- Une phase organique huileuse et très odorante, appelée "huile essentielle", contenant la majorité des composés odorants.
- Une phase aqueuse, odorante, appelée "eaux aromatiques ", qui n'en contient que très peu.

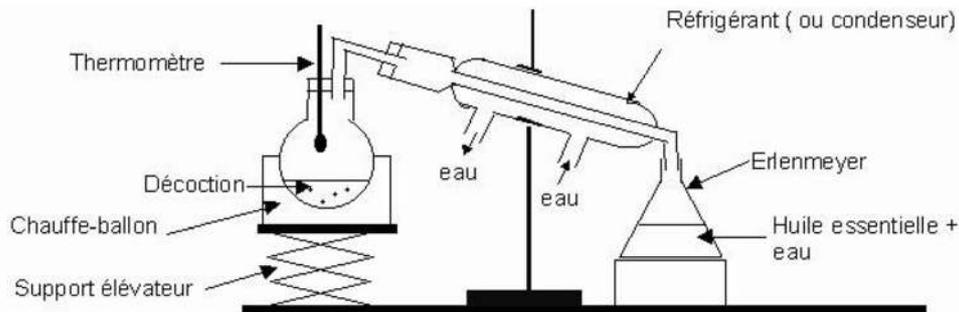


Figure.14 : Schéma de l'hydrodistillation

6.3. La distillation par entraînement à la vapeur

Cette technique ressemble à celle de l'hydrodistillation, cependant pour celle-ci, on ne place pas les plantes dans l'eau. En effet, on fait bouillir de l'eau dans un ballon appelé chaudière pour générer de la vapeur d'eau qu'on fait passer à travers les plantes dont on veut récupérer l'huile. La vapeur va détruire la structure des cellules végétales qui vont libérer leurs huiles essentielles. Sous l'effet de la chaleur, les huiles s'évaporent et comme deux gaz sont toujours miscibles, les vapeurs d'eau et d'huile vont se mélanger et la vapeur d'eau entraîne avec elle les huiles essentielles de plante. On liquéfiera et récupérera de la même façon que pour l'hydro distillation, l'huile essentielle et l'eau étant encore séparées en deux phases.

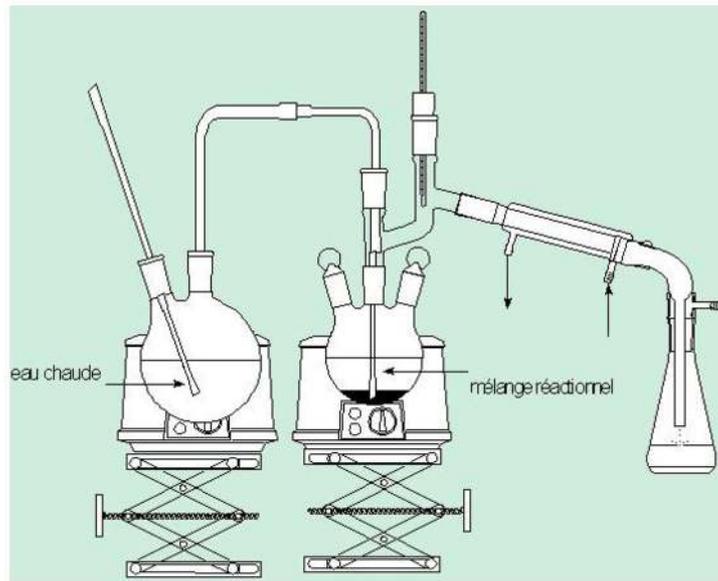


Figure.15 : Schéma de la distillation par entraînement à la vapeur

7.La distillation

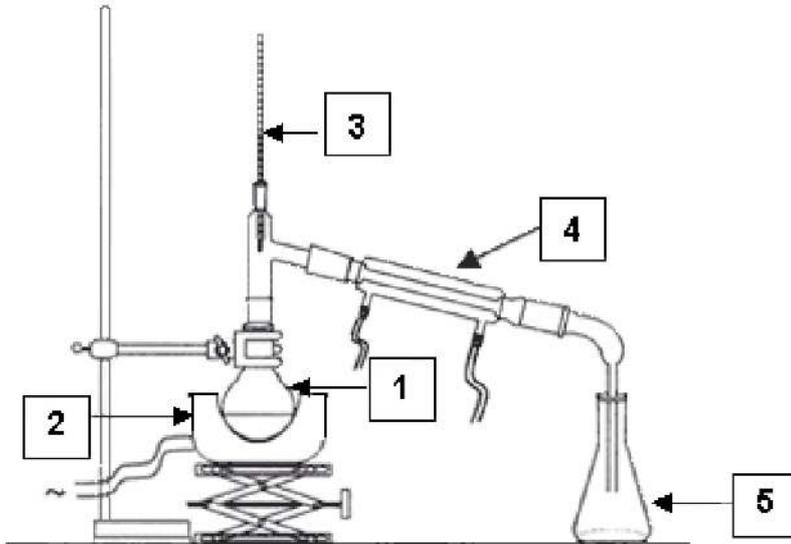
La distillation permet de séparer les constituants d'un mélange homogène.

Principe

La solution à distiller est un mélange de liquides dont les températures d'ébullition sont différentes. Si on considère un mélange de deux liquides : celui dont la température d'ébullition est la plus basse est le plus volatil. Si on chauffe le mélange, les vapeurs seront plus riches en produit le plus volatil. On condense les vapeurs dégagées : on obtient un « distillat » enrichi en substance la plus volatile et dans le ballon reste un liquide enrichi en la substance la moins volatile.

7.1.La distillation simple

Elle convient lorsqu'on veut séparer des liquides ayant des températures d'ébullition très différentes (écart > 100°C). On arrive alors à obtenir un distillat avec une bonne pureté



1- Ballon 2-Chauffe-ballon 3-Thermomètre 4- Réfrigérant à eau 5- Erlen

Figure.16 : Schéma de la distillation

7.2. La distillation fractionnée ou rectification

Elle est nécessaire lorsque l'écart entre les températures d'ébullition est trop faible.

On doit alors surmonter le ballon d'une « colonne » (Vigreux le plus souvent) qui permet un contact intensif entre les vapeurs ascendantes et le reflux (vapeurs condensées dans la colonne par éloignement de la source de chaleur). A la sortie en haut de la colonne, on condense les vapeurs : les différents produits sortent quasi purs les uns après les autres (les plus volatils passent en premiers). Le thermomètre indique leur température d'ébullition à leur passage permettant de les identifier.

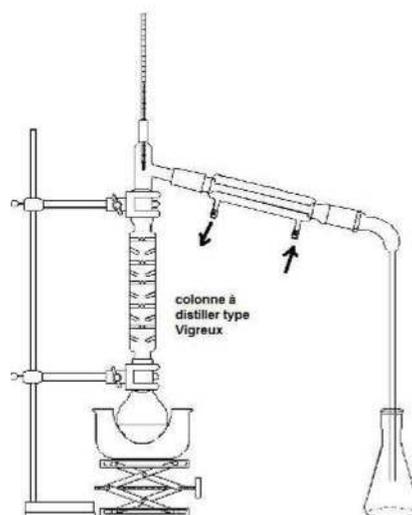


Figure .17 : schéma de la distillation fractionnée

7.3. Chauffage à reflux

Le chauffage à reflux permet d'augmenter la température d'un mélange réactionnel sans perdre ni produit ni réactif.

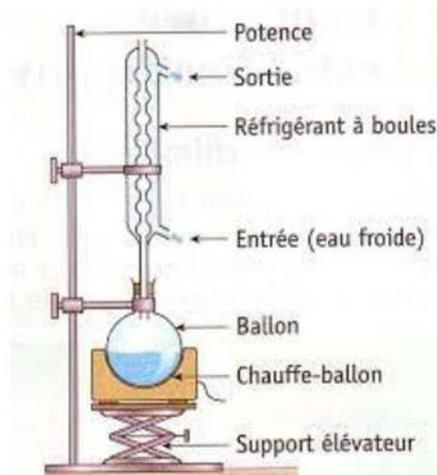


Figure. 18 : schéma de chauffage à reflux

8. La recristallisation

La recristallisation est utilisée pour purifier une espèce solide, mélangée à des impuretés. On utilise pour cela un solvant, convenablement choisi, dans lequel l'espèce solide n'est soluble qu'à chaud, et les impuretés sont solubles aussi bien à chaud qu'à froid. Le solide cristallisé contenant les impuretés est dissous à chaud dans le solvant. On refroidit ensuite tout doucement la solution obtenue. Le solide étant peu soluble dans le solvant à froid, recristallise, tandis que les impuretés, restent en solution. En filtrant, on récupère le solide pur, les impuretés restant dans le filtrat.

9. Extraction liquide-liquide

Les extractions sont parmi les méthodes les plus utilisées en analyse chimiques. En effet, Il en existe deux procédés, l'extraction solide-liquide et l'extraction liquide-liquide.

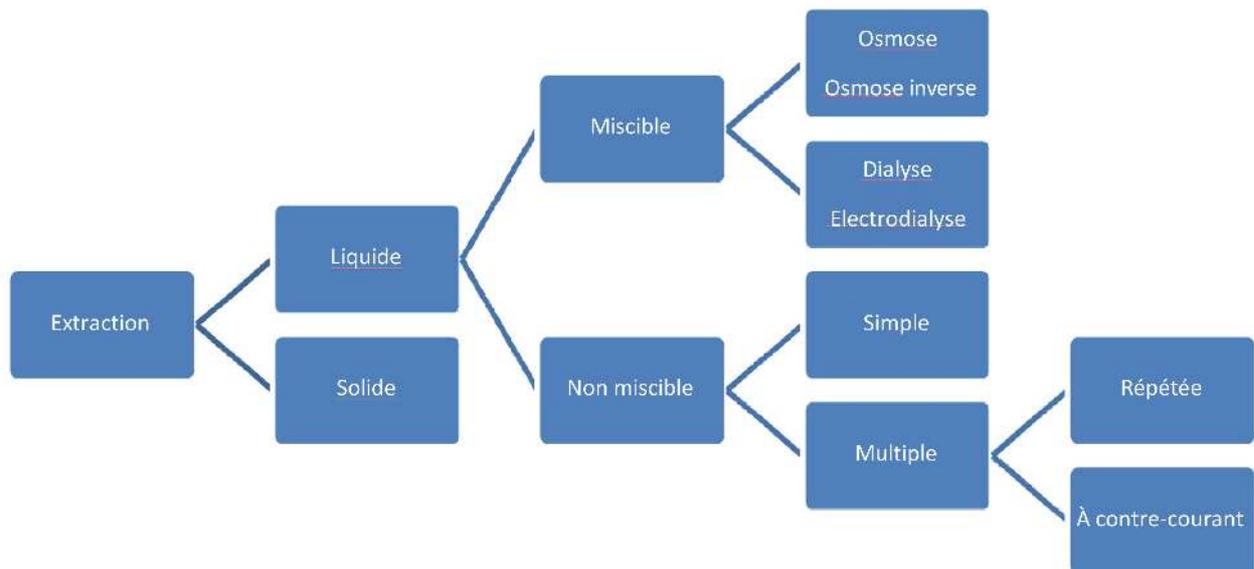


Figure.19 : Les différents procédés d'extraction

9.1. L'extraction solide-liquide :

L'extraction solide-liquide est un phénomène lent qui permet d'extraire une substance présente dans un solide pour la faire passer dans un solvant liquide (exemples : l'infusion, la décoction et la macération, ...).

Définitions des procédés d'extraction d'espèces odorantes à partir du végétal

Infusion :

L'eau bouillante est versée sur les feuilles ou sur les fleurs finement hachées de la plante pour qu'elles libèrent tout l'arôme et leur principe actif. Laisser infuser une dizaine de minutes. (C'est le principe du thé)

Décoction

La plante est mise dans l'eau froide. Porter à l'ébullition quelques temps. Cette méthode de transformation ne permet pas d'extraire autant de principes actifs que l'infusion, mais elle est adaptée aux racines, écorces pour lesquelles l'extraction est difficile. (Principe de la tisane).

Macération

Action de laisser séjourner, à froid, dans un solvant organique une substance pour en extraire les constituants solubles.

Expression

Pressage des zestes de fruits frais, citrals et hespéridés.

Enfleurage

Technique d'extraction par absorption dans des graisses des substances odorantes livrées par le végétal.

9.2. L'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une opération fondamentale de transfert de matière entre deux phases liquides qui permet de séparer un ou plusieurs constituants en fonction de leur différence d'affinité entre les deux phases. Cette technique permet donc d'extraire une substance dissoute dans un solvant, à l'aide d'un autre solvant, appelé solvant d'extraction ou solvant extractif, dans lequel elle est plus soluble.

9.2.1. Extractions multiples

Les extractions multiples sont employées dans deux cas :

- Le rendement d'extraction simple n'est pas satisfaisant
- L'extrait n'est pas suffisamment purifié.

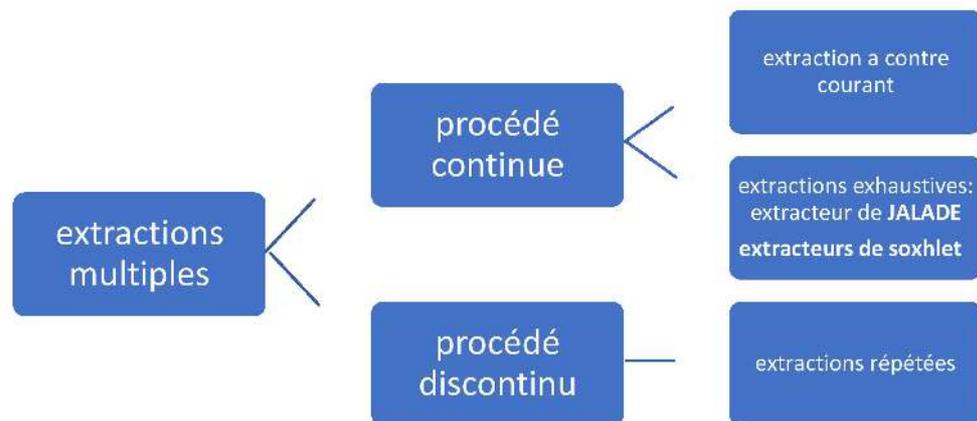


Figure.20 : Les différents procédés d'extraction multiples

9.2.2. Extraction exhaustive

On utilise l'extraction exhaustive lorsque les taux de distribution sont défavorables, l'extraction est réalisée dans un dispositif expérimental. Le cycle : distillation, condensation, et extraction est répété pendant le temps nécessaire.

L'appareil utilisé est le perforateur de Jalade, dont il existe deux types :

- L'un pour solvants plus denses que la solution à extraire, le solvant traversant la solution de haut en bas.
- L'autre pour solvant moins dense que la solution à extraire, le solvant traversant la solution de bas en haut.

Le perforateur est adapté sur un ballon et surmonté d'un réfrigérant. La solution à extraire est introduite dans le perforateur, le solvant extractif dans le ballon, ce dernier est chauffé. Les vapeurs du solvant extractif sont condensées dans le réfrigérant et retombent en fines gouttelettes dans le perforateur. Celles-ci traversent la solution puis par un système de siphonage retombent dans le ballon.

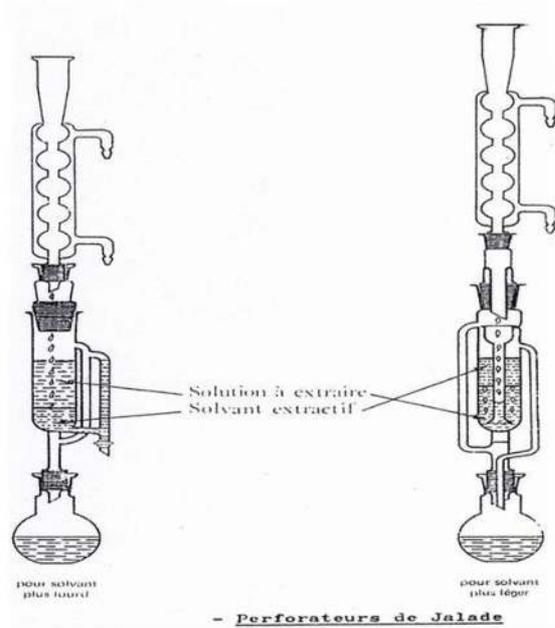


Figure.21 : Perforateur (extracteur) de Jalade

A gauche → Solvant lourd

A droite → Solvant léger

Kumagawa extraction

L'extracteur de Kumagawa est une pièce de verrerie utilisée dans le domaine de la chimie et de la biologie médicale. Il est composé d'un ballon à fond rond à col évasé.

L'appareil de kumagawa est composé de :

- D'un ballon contenant le solvant extractif
- D'un dispositif de condensation de vapeurs du solvant (Réfrigérant)
- D'un extracteur qui est placé au milieu du courant de vapeurs

L'extraction se fait à la température d'ébullition voisine de celle du solvant

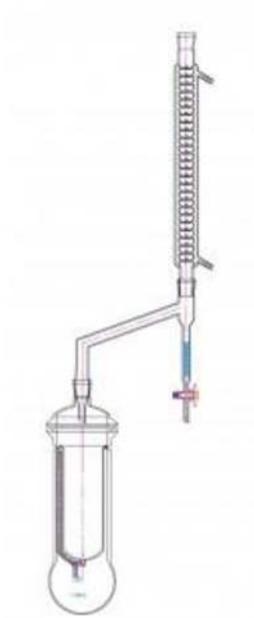


Figure.22 : Extracteur Kumagawa

Extraction au Soxhlet

L'extracteur de Soxhlet est un élément de verrerie permettant l'extraction d'un composé chimique contenu dans une poudre solide. L'extracteur de Soxhlet permet de faire l'extraction par solvant continue d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide. Cette méthode est avantageuse car elle nécessite peu de solvant. L'extracteur Soxhlet est principalement utilisé dans la préparation d'échantillons avant analyse, dans la détermination de matières grasses dans les eaux, de détergents.

Principe

C'est une méthode classique pour l'extraction solide-liquide. L'échantillon entre rapidement en contact avec une portion de solvant pur, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant. Ses inconvénients les plus significatifs sont la durée importante d'extraction et la grande quantité de solvant consommée, ce qui limite sa rentabilité économique et la rend peu écologique. Il n'y a pas de possibilité de travailler à froid, ce qui peut être gênant avec des substances sensibles à la chaleur.

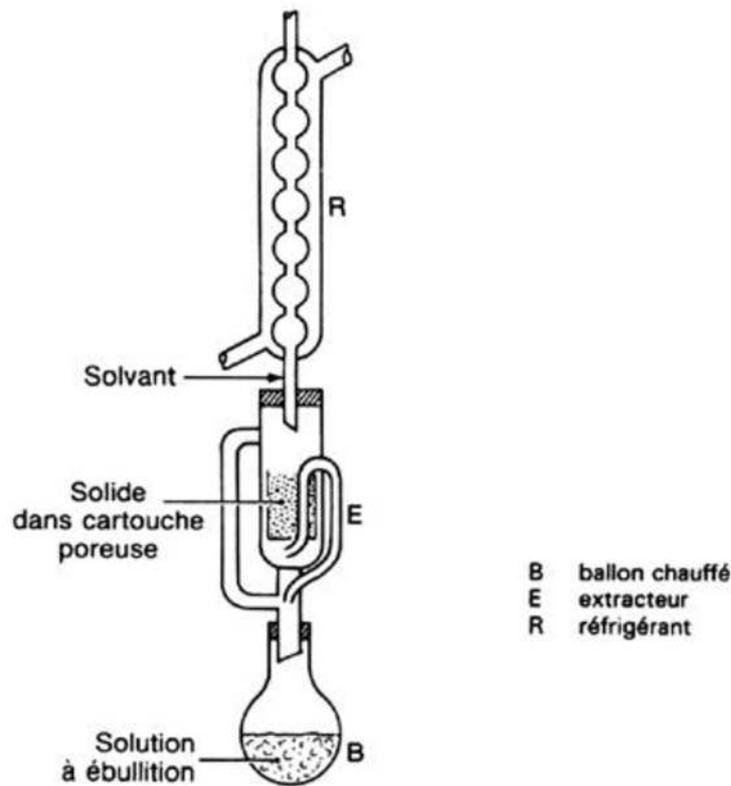


Figure.24 : extracteur de Soxhlet

10.Applications de l'extraction liquide-liquide

Cette technique peu coûteuse a fait l'objet de plusieurs applications importantes :

- La fabrication de plusieurs composés chimiques dont les acides minéraux : acide phosphorique, les acides organiques (acide carboxylique, acide gallique...etc), les acide nitrofluorhydrique, le brome, le nitrate de potassium.
- La séparation des composés à températures d'ébullition voisines (séparation de certains hydrocarbures aromatiques et aliphatiques)
- La séparation des azéotropes tel que l'eau avec les acides minéraux
- La séparation de composés thermosensibles ou instables (obtention des antibiotiques)
- La concentration et la purification des solutions diluées, opérations souvent plus économiques que la distillation (cas des solutions diluées de sels métalliques tels que : cuivre, uranium, vanadium).
- La séparation d'éléments ayant des propriétés chimiques voisines (séparation uranium -vanadium et hafnium-zirconium).
- L'obtention de produits de haute pureté (sels d'uranium de pureté nucléaire, sels de terres rares destinés à l'industrie optique ou électronique).
- Production des radionucléides utilisés en agriculture, médecine et dans le domaine de recherche scientifique

- L'extraction est le plus souvent utilisée lorsque les constituants à traiter sont thermosensibles ou que les points d'ébullition sont proches.
- Ce procédé permet la concentration et la purification de :
- Principes actifs pharmaceutiques d'origine synthétique ou naturelle.
- Plusieurs autres molécules (pesticides, stéroïdes, lipides, vitamines, métaux. . .etc).
- Les échantillons (biochimiques, pharmacologiques ou toxicologiques) préalablement à une analyse par méthode chromatographique. C'est le cas notamment l'extraction de stéroïdes urinaires et des antidépresseurs sérotoninergiques.

11. Extraction par un solvant miscible

Ce sont des techniques de purification de solutions par effet de diffusion à travers une membrane. On distingue différents types de membranes. Les membranes hémiperméables qui ne laissent passer que le solvant. Les membranes dialysantes ayant des pores de diamètre identiques et connus qui laissent passer le solvant et les solutés en dessous d'une certaine taille.

11.1. Osmose

L'osmose est le passage de molécules de solvant, en général de l'eau, à travers une membrane semi-perméable (c'est-à-dire laissant passer le solvant mais non la substance dissoute), depuis le milieu le moins concentré (hypotonique) en solutés vers celui le plus concentré (hypertonique). Ce phénomène s'arrête lorsque les deux liquides séparés par la membrane ont atteint la même concentration. On parle alors de milieux isotoniques. La pression hydrostatique due à la différence de hauteur d'eau entre ces deux milieux compense alors la pression osmotique.

Un même phénomène devrait se produire en sens inverse pour le soluté, mais la membrane n'est pas perméable aux molécules de soluté.

11.2. L'osmose inverse

L'osmose inverse est un procédé de séparation en phase liquide par perméation à travers des membranes semi-sélectives (Une membrane semi-sélective ou semi-perméable est une membrane imperméable aux corps dissous (ionique ou non) et perméable au solvant), sous l'effet d'un gradient de pression. L'Osmose inverse est une technique qui complète la déminéralisation et la distillation. Si on applique une pression sur la solution concentrée, la quantité de solvant transférée par osmose va diminuer. Avec une pression suffisamment forte, le flux de solvant va même s'annuler : cette pression est nommée la pression osmotique π . Si on dépasse la valeur de la pression osmotique, on observe un flux d'eau dirigé en sens inverse du flux osmotique : c'est le phénomène d'osmose inverse. Comme son nom le suggère, les échanges de solvant se font par perméation sous l'effet d'un gradient de pression depuis le milieu hypertonique vers le milieu hypotonique, ce qui revient à concentrer davantage le milieu le plus concentré. Le liquide est refoulé au travers de la membrane, laissant les

solides dissous derrière. L'osmose inverse utilise des membranes denses sans porosité qui laissent passer le solvant et arrêtent les ions.

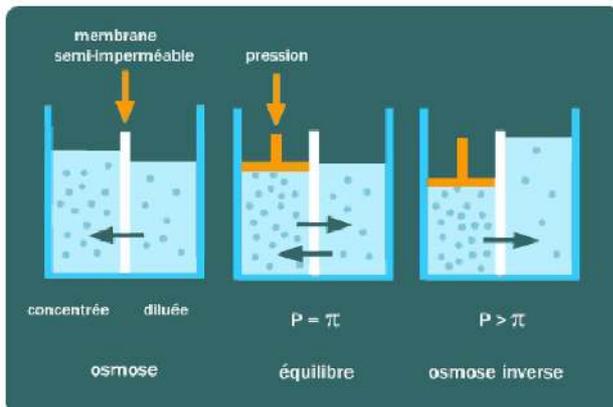


Figure.23 : principe de l'osmose et l'osmose inverse

11.3. La nanofiltration

L'osmose inverse peut éventuellement être couplée à la nanofiltration. Cette technique permet la séparation en taille de composants de l'ordre du nanomètre. Ce procédé a l'avantage de laisser passer les ions monovalents et les composés organiques non ionisés de masse molaire inférieure à environ 200 - 250 g/mol mais de retenir les ions divalents (Calcium, Magnésium, sulfates...) et les composés organiques non ionisés de masse molaire supérieure à environ 200 - 250 g/mol. Le rétentat est donc chargé en ions divalents alors que le perméat est concentré en ions monovalents.

Pression osmotique

Loi de Van't Hoff

Pour des solutions suffisamment diluées, la pression osmotique π peut être assimilée à pression d'un gaz parfait dont les "molécules" seraient précisément les espèces en solution (ions Na^+ et Cl^-) :

$$\pi = iCRT$$

i : nombre d'ions

C : concentration (mol/l)

R : constante des gaz parfaits (0,081 L.atm/K/mol)

T : température en K

1atm = 1,013 bars

Caractéristiques principales d'une unité d'osmose inverse

Deux paramètres sont pris en compte :

- le taux de conversion c'est-à-dire la fraction du débit de liquide qui traverse la membrane,

$$Y = \frac{Q_P}{Q_D}$$

- la sélectivité de la membrane définie par le taux de rejet R (taux de rétention) de l'espèce que la membrane peut retenir.

$$R = \frac{C_0 - C_P}{C_0} = 1 - \frac{C_P}{C_0}$$

11.4. Applications

Les principales applications de l'osmose inverse et de l'ultrafiltration sont les suivantes :

- Traitement des eaux : dessalement de l'eau de mer et des eaux saumâtres, production de l'eau ultrapure (industries électronique, pharmaceutique ...).
- Extraction de protéines du lactosérum dans l'industrie laitière.

11.5. Dialyse

Principe

La dialyse est un procédé de séparation par membrane perméable, des molécules ou des ions en solution. Les membranes utilisées laissant filtrer les molécules petites et moyennes (cristalloïdes) en retenant les plus grosses (macromolécules de structure colloïdale)

La dialyse permet de séparer les ions inorganiques (chlorures, sodium...) ou de molécule organique de petites tailles (Glucose) des grosses molécules (protéines).

Par effet de diffusion, les petites molécules traverseront la membrane dialysante, tandis que les grosses molécules seront retenues. Le produit d'une dialyse (solution de recueil des petites molécules) s'appelle un dialysat. La principale application de la dialyse dans le domaine médical concerne les personnes souffrant d'une insuffisance rénale :

- Hémodialyse
- Epuration extra -rénale du sang (insuffisance rénale chronique) à l'aide d'un rein artificiel

Inconvénient

Méthode lente

11.6. Electro dialyse

L'électrodialyse est un procédé électrochimique qui permet d'extraire les ions contenus dans une solution.

L'électrodialyse désigne le transfert d'ions à travers des membranes sous l'effet d'un champ électrique. Cette technique, tout d'abord mise au point pour le dessalement de l'eau de mer, remplace de plus en plus des procédés physico-chimiques beaucoup plus polluants, comme l'extraction liquide-liquide ou l'échange d'ions sur résine.

C'est un processus membranaire, au cours duquel les ions sont transportés à travers une membrane semi-perméable, sous l'influence d'un potentiel électrique. Les membranes sont sélectives pour les cations ou les anions, rejettent les ions de même charge. Les membranes sélectives pour les cations sont constituées de polystyrène sulfoné, tandis que les membranes sélectives pour les anions sont constituées de polystyrène avec de l'ammoniac quaternaire. Les particules qui ne portent pas de charge électrique ne sont pas éliminées. Cette technique peut être appliquée pour éliminer les ions de l'eau.

Application au dessalement de l'eau

L'électrodialyse est utilisée pour le dessalement d'eau de mer pour le dessalement de l'eau. En fin de traitement on récupère à la fois de l'eau douce et de la saumure.

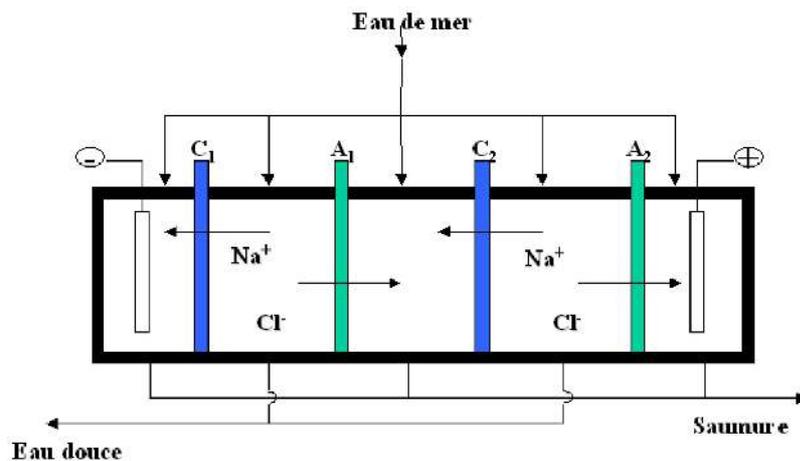


Figure.24 : Principe de l'électrodialyseur.

Principe de fonctionnement

Sous l'effet d'un courant appliqué dans les bacs externes les ions Na^+ sont attirés vers l'électrode négative et les ions Cl^- vers l'électrode positive. En raison de la sélectivité des membranes ; c'est à dire

les ions Na^+ peuvent uniquement traverser les membranes cathodiques et les ions Cl^- les membranes anioniques, on obtient de l'eau douce dans deux des quatre compartiments.

11.6. Application

- Purification du sérum sanguin
- Purification des solutions d'enzymes
- Concentrer les métaux en solution
- Séparation des acides amines