

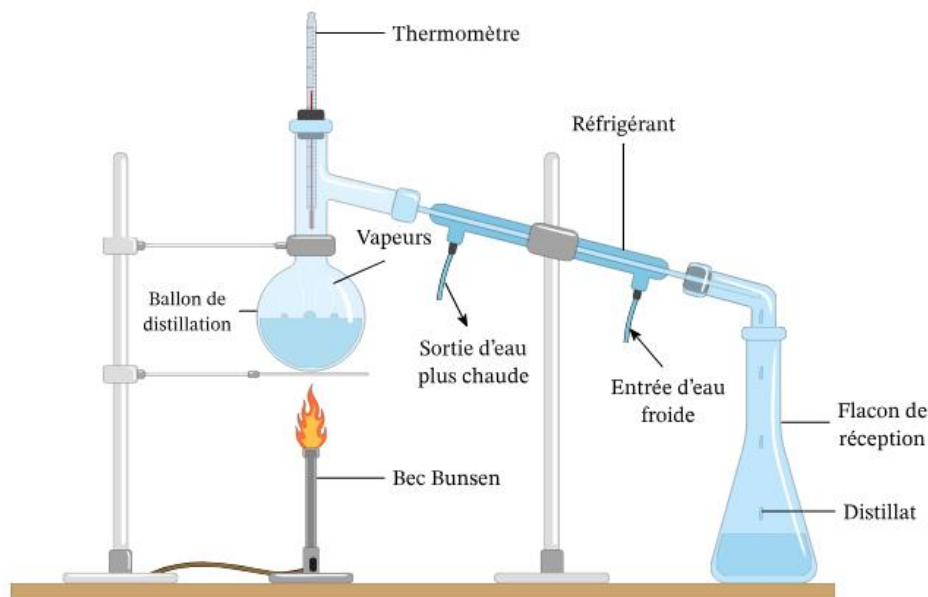
I. Distillations

La distillation est une méthode de transfert de matière ayant pour but de séparer les constituants d'un mélange liquide, homogène ou hétérogène. Il existe deux types de distillation :

- Distillation simple
- Distillation fractionnée

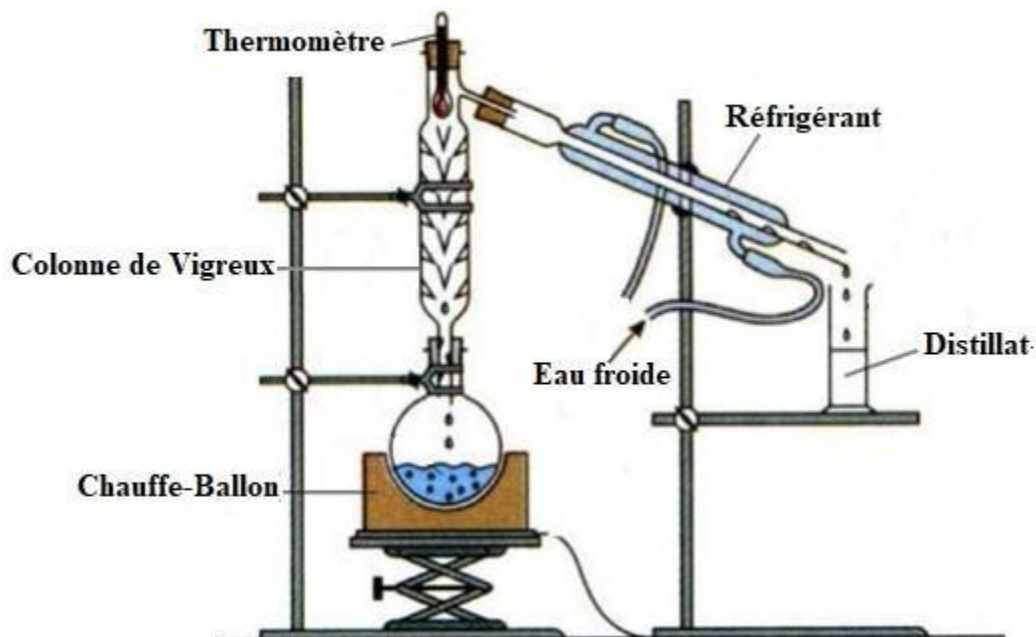
I.1. Distillation simple

Il s'agit d'un type de distillation au cours de laquelle le composant le plus volatil d'un mélange est séparé du reste en chauffant le mélange, puis en condensant et en collectant directement les vapeurs. Les distillations simples impliquent souvent des mélanges de deux liquides.



I.2. Distillation fractionnée

Il s'agit d'un type de distillation au cours de laquelle on sépare plusieurs composants d'un mélange de façon successive ; on chauffe le mélange, on fait passer les vapeurs à travers une colonne de fractionnement qui en améliore la pureté, puis ces vapeurs sont condensées et les liquides obtenus sont collectés. Les distillations fractionnées sont généralement utilisées pour des mélanges qui donnent plusieurs fractions.



II. Filtration

La filtration est une opération dont le but est de séparer une phase contenant (liquide ou gazeuse) des matières solides ou liquides (phase dispersée) qui y sont présentes en suspension, par l'aide d'un entonnoir, elle se réalise par le passage de la suspension à travers un milieu filtrant adéquat capable de retenir par action physique, plus rarement chimique, les particules solides.

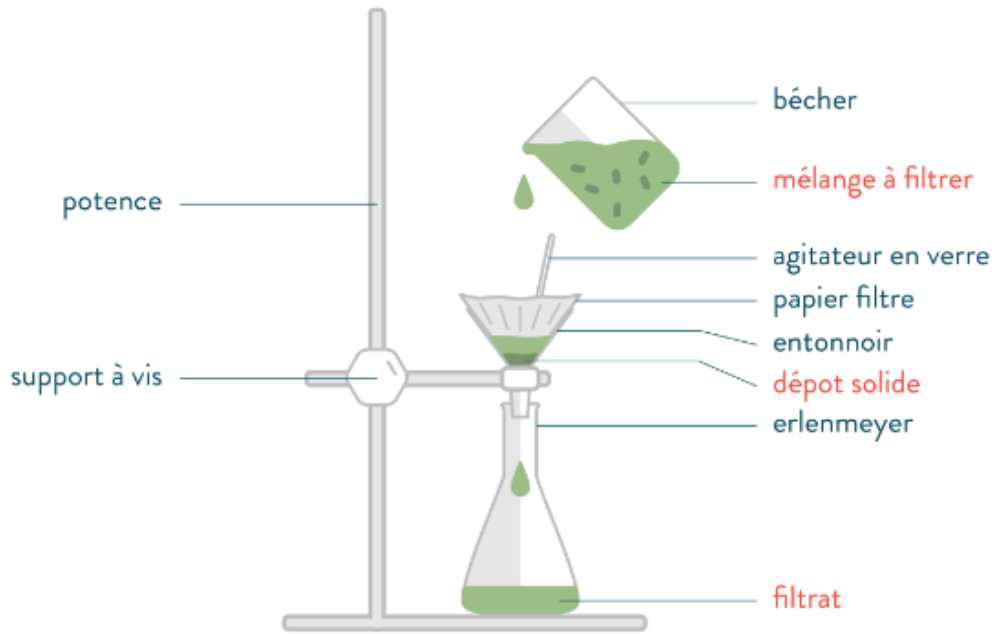
Il existe trois types de filtration :

- Filtration gravimétrique
- Filtration sous vide
- Filtration sous pression

II.1. Filtration gravimétrique

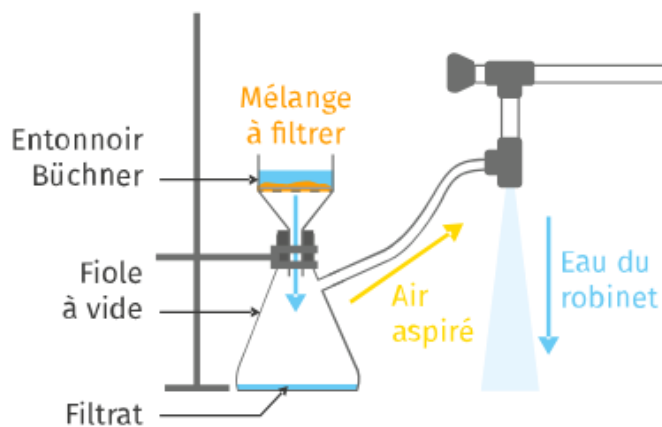
Elle repose sur l'utilisation d'un filtre constitué de mailles qui laissent passer l'eau mais retiennent les particules qu'elle contient. La filtration permet donc d'obtenir un liquide homogène.

Les trous d'un papier filtre sont si petits qu'ils ne laissent passer aucune particule plus grosse qu'une bactérie. Les grosses particules retenues sur le papier filtre constituent le résidu tandis que ce qui traverse le filtre s'appelle le filtrat.



II.2. Filtration sous vide

À l'aide d'une trompe à eau, un vide partiel est réalisé dans la fiole à vide. Ceci permet au filtrat dans l'entonnoir Büchner d'être aspiré dans la fiole, ce qui rend la filtration plus efficace.



II.3. 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 (Fig. 5). 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.

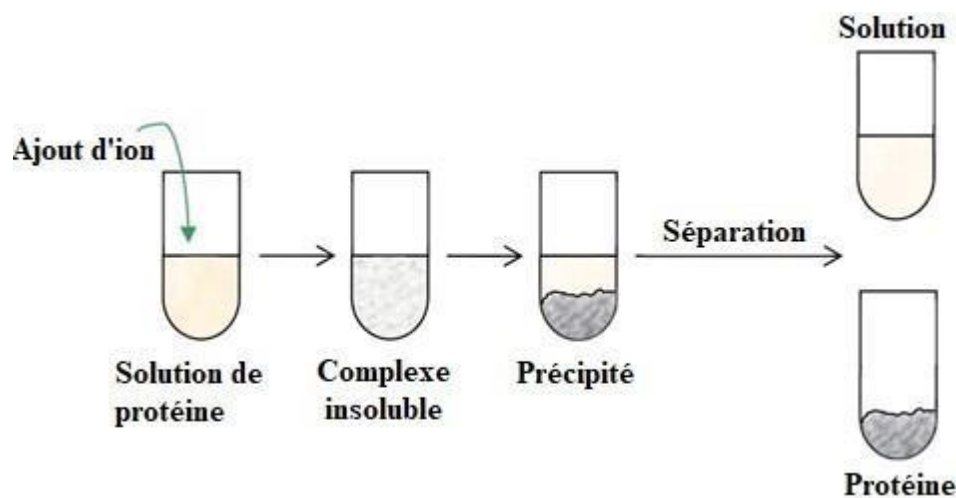


III. Précipitation

Il existe des techniques plus complexes de séparation des mélanges, qui nécessitent l'ajout de réactifs pour initier une réaction chimique (la précipitation). La précipitation peut être utilisée afin d'extraire une espèce chimique particulière d'un mélange, l'espèce précipitée étant en suite filtrée.

Un certain nombre de paramètres peut servir à séparer un échantillon intéressant des impuretés en réduisant sa solubilité et désolidarisé de la solution sous forme de solide. Tout d'abord, la force ionique de la solution peut changer une solubilité de substances. Cela implique souvent l'ajout de sel supplémentaire (également appelé relargage), ou l'ajout d'un contre-ion, qui forme une espèce moins soluble avec le composé d'intérêt.

La précipitation est la création d'un solide à partir d'une solution. Lorsque la réaction se produit dans une solution liquide, le solide formé est appelé "précipité". Le produit qui provoque la formation du solide est appelé «précipitant».



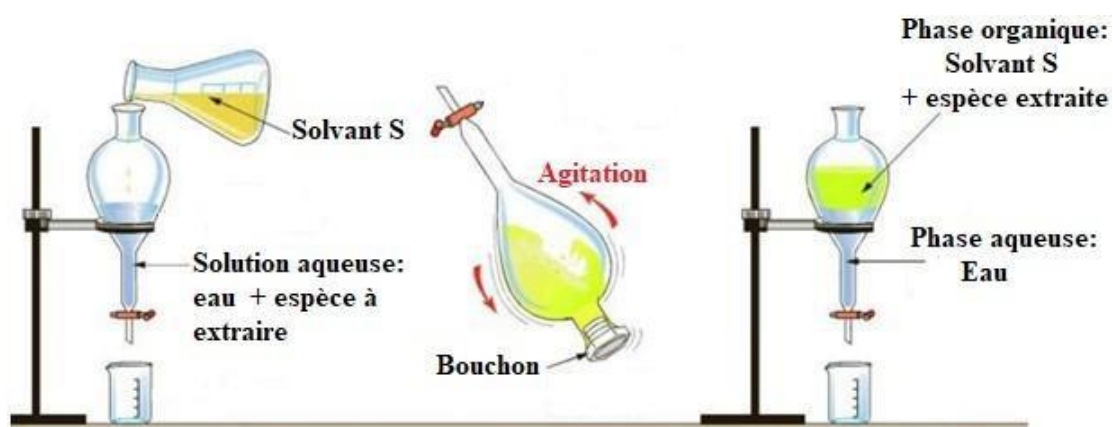
IV. Extraction

Les extractions sont parmi les méthodes les plus utilisées en analyse pour séparer les mélanges. Cette technique utilise un moyen pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés chimiques ou physiques. Le moyen d'extraction n'est pas ou peu miscible avec les composants principaux du mélange alors que le composé à extraire possède plus d'affinité avec le moyen d'extraction qu'avec les composants principaux du mélange. L'opération d'extraction se compose dès lors de 2 parties : une première phase d'extraction proprement dite où on assiste à un transfert du composé à extraire entre le mélange initial et le moyen d'extraction.

L'évolution des techniques est motivée par la diversité des matières premières et par l'optimisation des conditions d'échange entre phases tout en cherchant à minimiser la consommation de solvant. C'est au cours du 18ème siècle que commence l'utilisation de solvant organique pour l'extraction des matières naturelles.

IV.1. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est l'une des techniques de préparation d'échantillons les plus anciennes. C'est une opération fondamentale de transfert de matière entre deux phases liquides non miscibles, sans transfert de chaleur. Cette technique permet d'extraire une substance dissoute dans un solvant, à l'aide d'un autre solvant, appelé solvant d'extraction, dans lequel elle est plus soluble. Le solvant initial et le solvant d'extraction ne doivent pas être miscibles.



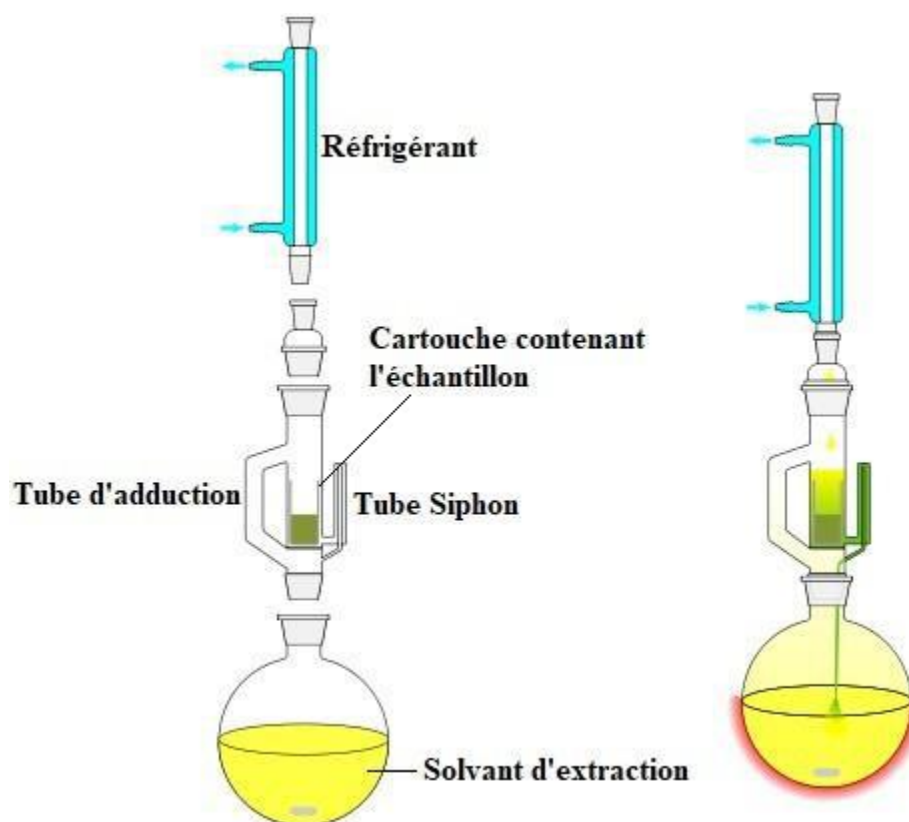
IV.5. Extraction solide-liquide

Chapitre 4 : Méthodes de fractionnement

L'extraction solide-liquide est une technique d'extraction par solvant qui consiste à extraire une espèce chimique se trouvant dans un solide pour la transférer dans un solvant choisi judicieusement. Ce type d'extraction se réalise à l'aide d'un montage chauffage à reflux.

L'extraction solide-liquide pose un problème particulier: en règle générale, un solide ne se laissera pas traverser par un liquide. Il est donc nécessaire de réaliser un grand nombre d'extractions successives. On utilise pour cela un extracteur de Soxhlet, ou alors sa variante plus économique.

L'extracteur de Soxhlet est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide liquide avec une grande efficacité. L'appareil porte le nom de son inventeur: Franz von Soxhlet. Le Soxhlet est une méthode classique pour l'extraction solide-liquide. Les avantages du Soxhlet sont les suivants : l'échantillon entre rapidement en contact avec une portion fraîche de solvant, ce qui aide à déplacer l'équilibre de transfert vers le solvant. Cette méthode ne nécessite pas de filtration après extraction. Le Soxhlet est indépendant de la matrice végétale.



IV.3. Extraction discontinue

Chapitre 4 : Méthodes de fractionnement

Les méthodes liées à l'extraction discontinue sont multiples La décoction: est l'opération dans laquelle le solide est plongé dans le solvant liquide mis en ébullition. Il s'agit d'une opération brutale qui doit être réservée à l'extraction de principes actifs non thermolabiles. Elle est cependant très rapide et parfois indispensable.

- **L'infusion:** est une décoction durant laquelle le solvant est chauffé sans être mis en ébullition, suivie du refroidissement du mélange. La préparation du thé est l'exemple type de cette opération.
- **La macération:** est une infusion dans un solvant à froid. L'opération bien que généralement longue et à rendement souvent médiocre, est la seule méthode utilisable dans le cas de l'extraction d'un ensemble de molécules fragiles. la macération peut être opérée dans un récipient couvert, le tout à l'abri de la lumière et dans certains cas, maintenue dans un réfrigérateur.
- **La digestion:** est une macération à chaud. Cette opération et la macération sont utilisées particulièrement en pharmacie et en parfumerie. Il s'agit là d'une opération plus rapide que la précédente.

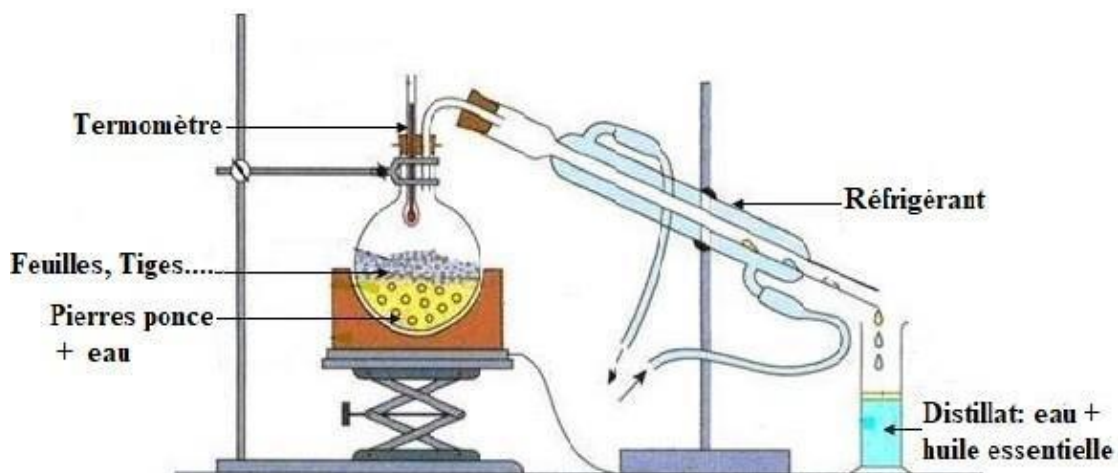
IV.4. Extraction continue

L'extraction continue est une méthode beaucoup plus longue que l'extraction discontinue, mais plus efficace.

- **Percolation:** elle consiste à faire passer lentement un solvant à travers une couche de substance finement pulvérisée, habituellement contenue dans une cartouche de papier poreux et épais ou une pochette de papier filtre.

IV.6. Extraction par hydrodistillation

L'hydrodistillation consiste à distiller un composé par entraînement à la vapeur d'eau. L'hydrodistillation est la méthode la plus utilisée pour extraire des huiles essentielles. Elle montre ses limites lorsque les molécules à extraire sont fragiles et ne résisteront pas au chauffage.



V. Séparation par membrane

Une membrane est une barrière matérielle (film polymère, céramique ou, rarement, métallique) qui permet le passage sélectif de certains composés du fluide à traiter, sous l'action d'une force agissante: gradient de pression, de potentiel électrique ou de potentiel chimique.

Les procédés à membranes sont utilisés pour séparer et surtout concentrer des molécules ou des espèces ioniques en solution et/ou pour séparer des particules ou des microorganismes en suspensions dans un liquide selon leur taille et leur charge.

1. Microfiltration

La microfiltration tangentielle peut être définie comme un procédé de séparation solide liquide qui met en oeuvre des membranes dont les diamètres de pores sont compris entre 0,1 et 10 μm . Ce procédé permet donc la rétention des particules en suspension, des bactéries, indirectement des colloïdes et de certains ions après fixation de ces derniers sur des particules plus grosses obtenues par complexation, précipitation ou floculation.

Une pression de filtration comprise entre 0,5 et 3 bars, un flux de l'ordre de 200 à 450 $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ et une vitesse de l'eau d'environ 3 m/s sont les paramètres moyens de fonctionnement. Les particules d'un diamètre supérieur à celui des pores sont arrêtées par criblage. Un colmatage progressif se développe. Le dé-colmatage est très difficile. En général, une préfiltration à un seuil d'environ 500 μm , est

nécessaire pour éviter toute détérioration prématurée des membranes. La microfiltration est adaptée pour le traitement des eaux souterraines à forte turbidité occasionnelle telles que les eaux karstiques.

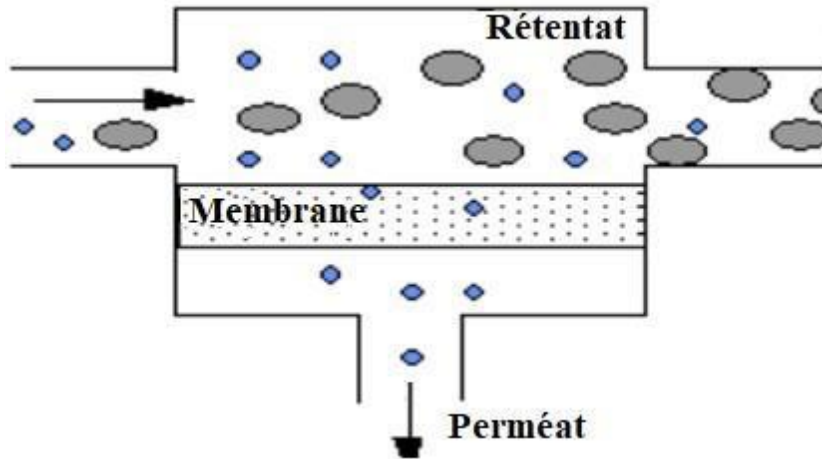


Figure Schéma de microfiltration

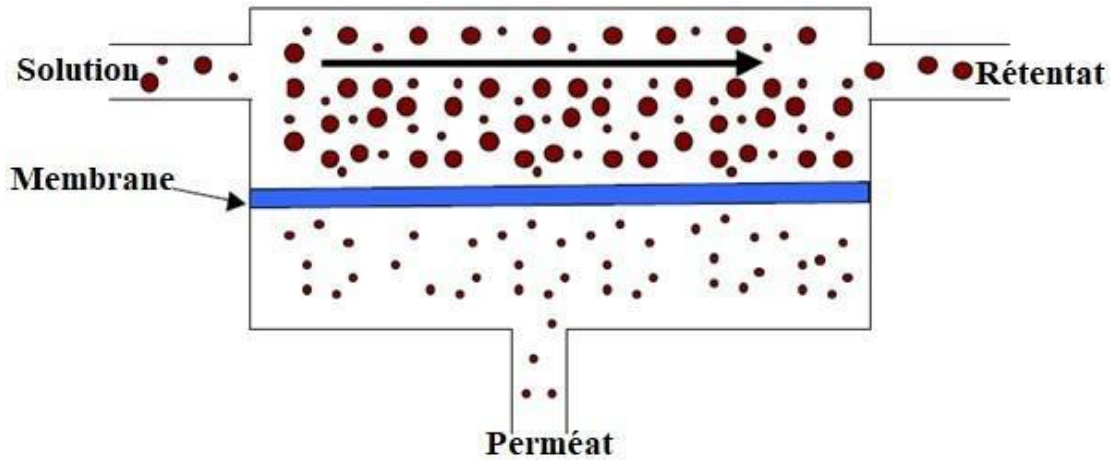
2. Ultrafiltration

Cette technique utilise des membranes microporeuses. La porosité de membrane est comprise entre 0,5 et 0,002 μm . La pression de service est en moyenne de 0,5 à 10 bars et la vitesse tangentielle de l'eau est 1 m/s. Les ions sont en partie retenus en amont de la membrane, ce qui provoque une polarisation de concentration et un colmatage.

L'ultrafiltration permet la rétention de la totalité des particules en suspension, des colloïdes, protéines, polymères et des micro-organismes, y compris les virus. L'ultrafiltration n'élimine pas les micropolluants organiques s'il n'y a pas d'association du charbon actif en poudre (CAP). L'injection du CAP se situe dans la boucle de circulation. Les taux de traitement sont compris entre 10 et 20 g. m⁻³. Généralement, les membranes utilisées sont en polysulfone, matériau qui autorise une température d'utilisation de 80 à 121 °C. La membrane peut être sous forme tubulaire ou spiralée comme les membranes d'osmose. Un rétro lavage horaire et un dé-colmatage chimique tous les trois mois sont recommandés. Les applications sont multiples:

- Concentration de solutions macromoléculaires (protéines, polysaccharides, polymères variés)

- Elimination de macro solutés présents dans les effluents ou dans l'eau à usage domestique.



3. Nanofiltration

Nanofiltration (NF) est le terme utilisé pour désigner une nouvelle technique séparative à membranes se situant entre l'osmose inverse et l'ultrafiltration. Elle permet la séparation de composants ayant une taille en solution voisine de celle du nanomètre. Les sels ionisés monovalents et les composés organiques non ionisés de masse molaire inférieure à environ

300 g/mol ne sont pas retenus par ce type de membrane. Les sels ionisés multivalents (Calcium, Magnésium, Aluminium, Sulfates....) et les composés organiques non ionisés de masse molaire supérieure à environ 300 g/mol sont, par contre, fortement retenus.

Ce type de membrane est très efficace pour éliminer les petites molécules dissoutes telles que les pesticides, les acides humiques et fulviques précurseurs d'organochlorés et le carbone organique dissous biodégradable. Le passage global en sels est de 30 à 60 % pour les ions monovalents et de 5 à 15 % pour les bivalents. Ce procédé est surtout utilisé en potabilisation ou dans les chaînes de traitement des eaux résiduaires. Il est à ce jour peu utilisé pour la production d'eau ultra pure.

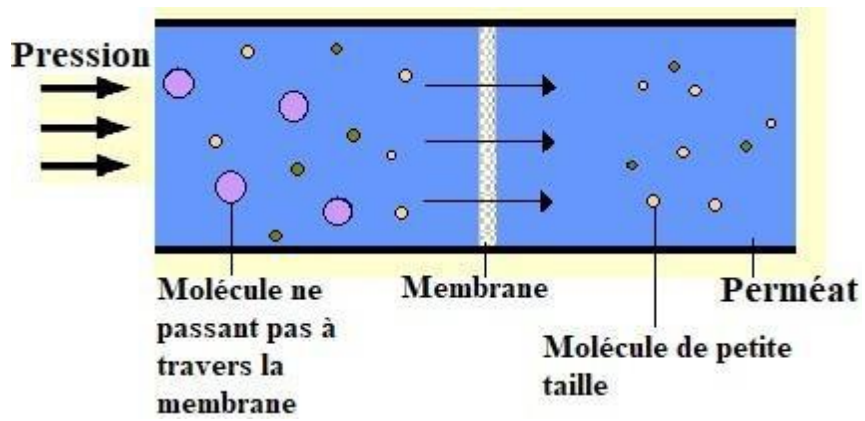


Figure : Principe de nanofiltration