

Les substances les plus courantes dans la nature sont des mélanges. L'eau salée, par exemple, est un mélange d'eau et de sel tandis que l'air est un mélange de divers gaz. Il arrive très souvent qu'une substance doive être purifiée avant d'être utilisée. Ainsi, l'eau de mer n'est pas potable mais l'eau distillée est potable.

La séparation de divers mélanges fait appel à des techniques de purification/séparation variées. Cela nous procure donc l'occasion d'étudier de petites techniques.

Les techniques de séparation des mélanges servent à isoler ou à 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.

Un mélange peut être sous deux formes, hétérogène lorsqu'il forme deux ou plusieurs phases, homogène lorsqu'il forme une seule phase, le premier mélange hétérogène sa séparation effectuée dans un appareillage à décantation, le second mélange homogène nécessite la mise en œuvre de procédés parfois complexes.

I. Séparation de Phase

I.1. Pressage

I.1.1. Définition

Le pressage (extraction par pression) est une technique de séparation qui permet de séparer les liquides à partir d'un produit composé de solides et de liquides en leur appliquant une pression extérieure. Le produit est supporté par une paroi ou une toile permettant le passage du liquide (Figure 1)

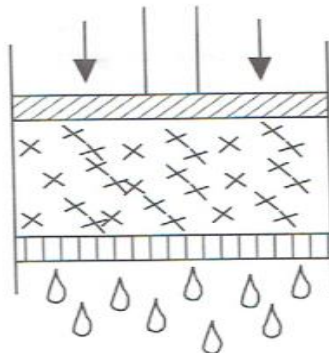


Figure 1 : Principe de l'extraction par pression



En IAA, cette opération est relativement répandue et est utilisée à :

- extraire le jus (raisins, fruits, tomates);
- extraire l'huile (olives, graines oléagineuses);
- débarrasser de son sérum le caillé de fromagerie ;
- concentrer en matière sèche (pulpes de sucrerie de betterave, divers déchets et boues)...

I.1.2.Mécanisme de base

Il s'agit de faire sortir un liquide d'une masse poreuse sous l'effet d'une diminution de volume de l'ensemble. Les mécanismes de base sont donc :

- la *déformation d'un milieu complexe* (mélange solide-liquide, le plus souvent cellulaire);
- l'*écoulement du liquide* à travers ce milieu poreux et la paroi-support, perforée ou poreuse.

I.1.3.Matériel industriel

➤ Presses discontinues

Les presses discontinues peuvent être de quatre types :

- les *pressoirs traditionnels à barreaux*, actionnés par vis ou pression hydraulique, toujours utilisés au niveau artisanal ou fermier pour le raisin et d'autres fruits (figure 2 a);
- les *presses à toiles et claies* (figure 2 b), mêmes remarques que pour les précédents, mais plus performantes du fait de la moindre épaisseur de couche ;

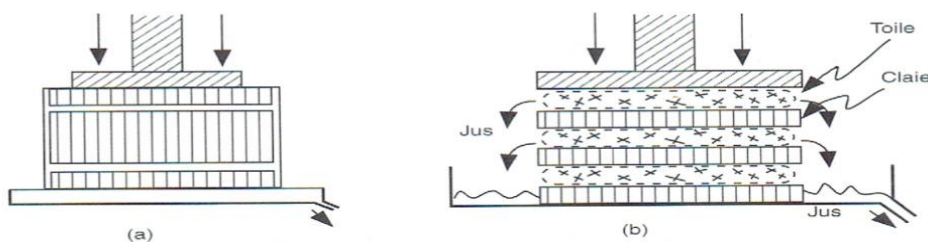


Figure 2 : Pressoirs traditionnels (a) à barreaux, (b) à toiles et claies

- les *presses pneumatiques* (figure 3). Un tube élastique, lorsqu'on le gonfle, presse la masse vers la paroi perforée. Elles sont très utilisées pour le raisin. Les types de presses ci-dessus jouent sur des pressions limitées à 15-20 bar au maximum. Ils concernent donc des produits mous ;

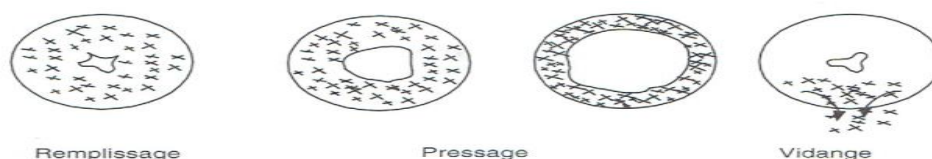


Figure 3 : Presse pneumatique

-Les presses à disques peuvent, elles, supporter jusqu'à 1 000 bar et sont utilisées pour extraire la matière grasse de la masse de cacao.

➤ Presses continues

Ces presses sont conçues pour traiter des débits importants, pouvant atteindre des dizaines voire des centaines de tonnes à l'heure.

-Les presses à vis (figure 4) sont des appareils qui conviennent à de très nombreuses situations : graines oléagineuses, pulpes de sucrerie, luzerne, drêches de malt ou de maïs, marcs de café, peaux de citrons, déchets de viande, fruits, etc. La pression croît de l'entrée vers la sortie et peut, selon le produit, atteindre des valeurs élevées. La rotation de la vis et ces hautes pressions entraînent des frottements importants qui peuvent générer de forts échauffements du produit. On doit limiter, autant que possible, les frottements enfin de ne pas nuire à la valeur alimentaire du solide (cas du tourteau d'oléagineux).

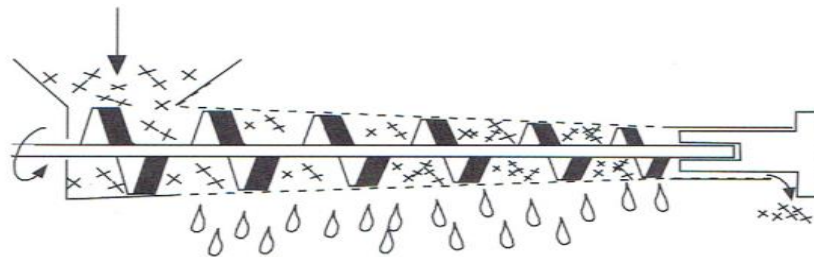


Figure 4 : Presse à vis

-Les moulins sont des systèmes à cylindres presseurs (figure 5) générant eux aussi de fortes pressions, exclusivement utilisés en sucrerie de canne, en combinaison avec une addition d'eau d'imbibition comme on l'a signalé plus haut. L'opération complète comporte une série de 4 à 7 moulins.

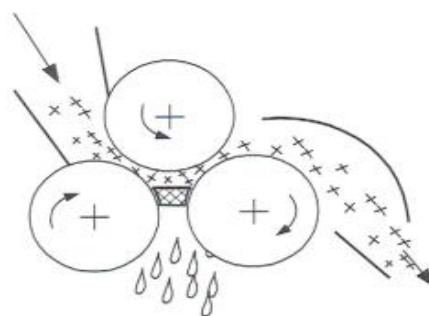


Figure 5 : Presse à vis

-Les presses à bandes (figure 6) utilisent, elles, des rouleaux et des bandes textiles ou métalliques et fonctionnent à basse pression comme les presses des machines de papeterie. Elles sont employées pour les boues de traitement des eaux ainsi que pour divers déchets des IAA.



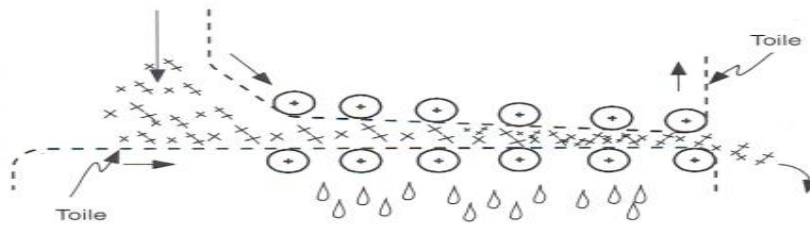


Figure 6 : Presse à bandes

I.2. Décantation

1.2.1. Définition

Opération physique de séparation de plusieurs phases non miscibles entre elles dont l'une au moins est liquide. Elle s'applique aux suspensions de matières dans un liquide (dispersion S/L), aux émulsions (dispersion L/L), aux solutions contenant du gaz (dispersion G/L). Le principe de la décantation s'appuie sur les différences de densité entre les phases dispersées et dispersantes, sous l'action de la gravitation. Lorsque la gravitation terrestre n'est pas augmentée, on parle de décantation statique. Si elle est accélérée, on parle souvent de décantation centrifuge ou centrifugation. **(glossaire)**

1.2.2. Décantation dans une éprouvette

L'observation de la décantation dans une éprouvette d'une suspension de granulométrie à peu près homogène (figure 7) montre trois zones assez distinctes (cas de solide plus dense que le liquide) : en haut, du liquide clarifié (zone A); au fond, une couche de sédiments (zone C); entre les deux, une zone B de composition assez homogène, où les particules, s'entraînant les unes les autres, sédimentent en bloc avec une vitesse uniforme appelée « vitesse de sédimentation entravée ». L'interface qui sépare les zones A et B progresse donc à vitesse constante (comme le montre la figure). Quand les deux interfaces A/B et B/C se rapprochent l'une de l'autre, la densité et la viscosité de la suspension augmentent ; les particules butent sur la couche de sédiments ; la vitesse de décantation diminue très sensiblement. Enfin, la zone intermédiaire disparaît totalement. Du liquide clair peut encore être exprimé par la couche de sédiments qui continue à se compacter lentement (on parle de consolidation).

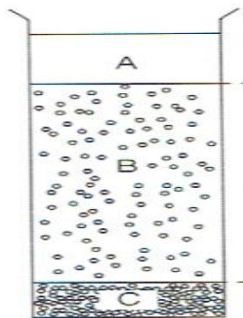


Figure 7 : Evolution de l'aspect d'une suspension en sédimentation



I.2.3. Technologie des décanteurs gravitaires

➤ Décantation solide/liquide

Les décanteurs sont adaptés à la séparation de solides dont la masse volumique est supérieure à celle du liquide (tendance à tomber au fond du bac, ce qui est le cas le plus courant). Dans le cas contraire, c'est la technique de flottation qui devra être adoptée.

-**Décanteur classique solide-liquide** est représenté figure 8. C'est un appareil de forme cylindro-conique, de faible épaisseur, alimenté en son centre. Le liquide clarifié est récupéré par débordement dans une gouttière périphérique. Les boues sont évacuées par le fond et reprises par une pompe, dont le débit fixe la concentration. Un système d'agitation lent permet de transférer les sédiments vers le fond et contribue à augmenter leur concentration. Cet appareil est classiquement utilisé en traitement d'effluents.

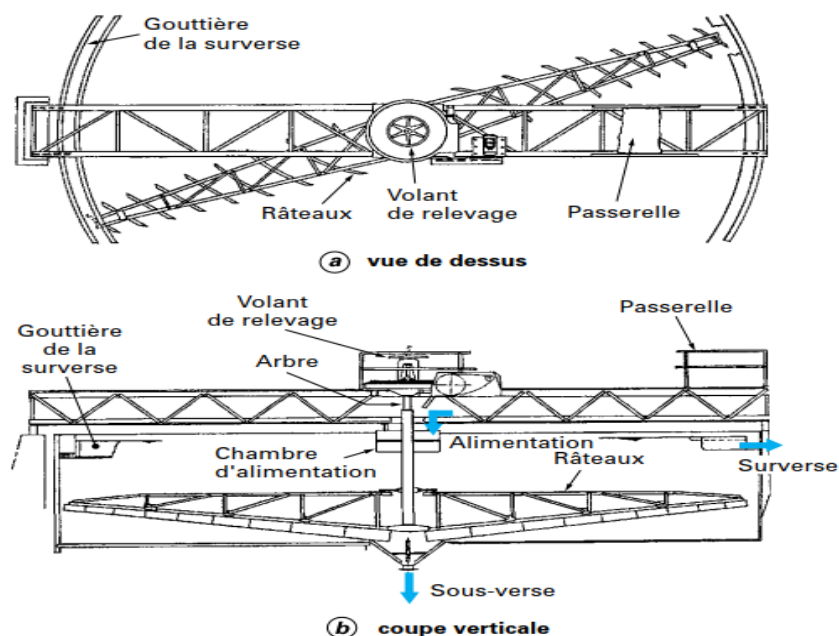


Figure 8 : Schéma d'un décanteur circulaire classique

-**Les décanteurs à étages** comportent plusieurs étages de décanteurs, reliés en parallèle ou en série. Celui de la figure 9 présente un appareil utilisé en sucrerie pour la décantation des boues résultantes du chaulage et de la carbonatation. Chaque étage est alimenté en parallèle par la suspension. Les boues épaissies glissent d'étage en étage. Les surverses de chaque étage sont réunies vers la sortie.



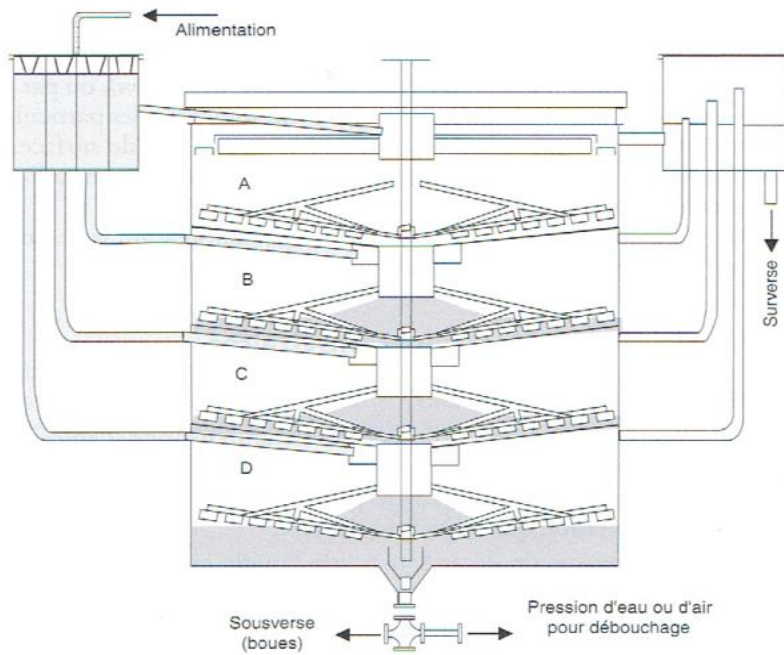


Figure 9 : Décanteur à étages

➤ **Décantation liquide-liquide**

Ce type de décanteur offre deux particularités (figure 10). D'une part l'alimentation se fait au niveau de l'interface liquide-liquide : ce qui est impossible en solide-liquide (bouchage) permet ici de raccourcir la distance à parcourir et de limiter les turbulences. D'autre part, pour éviter le désamorçage du bac à la sortie, une cloison plonge profondément dans la sortie de la phase lourde. On retrouvera ces éléments dans la conception des centrifugeuses à assiettes destinées à la séparation liquide-liquide.

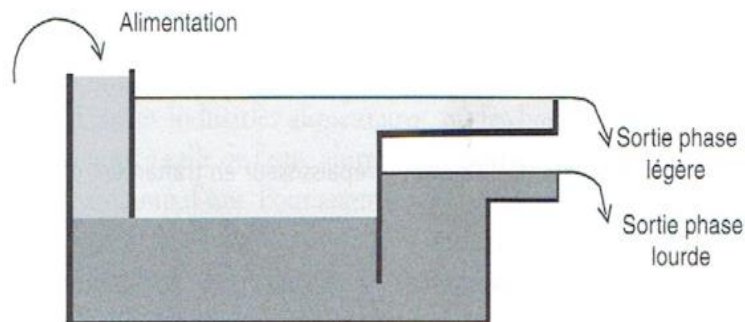


Figure 10 : Schéma de principe du décanation

I.3. Centrifugation

L'un des moyens d'augmenter le débit limite de décanation est d'utiliser la force centrifuge.



I.3.1. Définition de la centrifugation

La centrifugation est un procédé de séparation des composés d'un mélange en fonction de leur différence de densité en les soumettant à une force centrifuge. Le mélange à séparer peut être constitué soit de deux phases liquides (émulsion), soit de particules solides en suspension dans un fluide.

La centrifugation encore appelée décantation centrifuge, il s'agit d'une opération unitaire de séparation de particules (solides ou liquides) dispersées dans un liquide grâce à la force centrifuge obtenue par une rotation rapide du bol qui contient le produit.

Physiquement parlant : Soumises à la force centrifuge ($F_c = m \cdot G$), les particules vont être projetées vers la périphérie du bol (si elles sont plus denses ou lourdes que le liquide) ou vers l'axe du bol (si elles sont plus légères que la phase liquide).

- **Force centrifuge (F_c)**

$$F_c = m \cdot G$$

La force centrifuge (F_c) s'applique sur la particule et est proportionnelle à :

- La masse (m) de la particule
- L'accélération (G) de la centrifugeuse ; $G = \omega^2 \cdot R$

avec ω = la vitesse de rotation du bol et R = le rayon du bol

I.3.2. Matériels

Les centrifugeuses sont utilisées dans beaucoup de domaines : agro-alimentaire, biotechnologie, industrie pharmaceutiques, industries chimiques, pétrolière, traitements des eaux... Nous nous concentrerons sur les applications alimentaires

En industrie alimentaire, la centrifugation encore appelée décantation centrifuge permet d'atteindre divers objectifs :

- La clarification des boissons ou d'autres liquides en éliminant les particules qui troublent le liquide
- La concentration de la phase solide d'un produit fluide (caillé de fromagerie, suspension de levures de boulangerie, boue de station d'épuration) en éliminant la phase liquide du produit
- La séparation des 2 phases légères et lourdes d'une émulsion (écrémage du lait)

❖ La Centrifugeuse clarificatrice

L'objectif est de **clarifier un liquide trouble** (exemple d'une boisson trouble comme le jus de pommes).



- Bilan matière : 1 entrée (jus trouble) + 2 sorties (jus clarifié + boues)

Vidéo illustre l’auto-débouillage d’une centrifugeuse clarificatrice :

Les particules (appelées sédiments ou bourbes ou boues) sont souvent éliminées en continues par ouverture périodique du bol (système hydraulique qui abaisse le fond du bol amovible pendant 1 à 3 sec.) ; on parle d’appareil auto-débouilleur (self-cleaning).

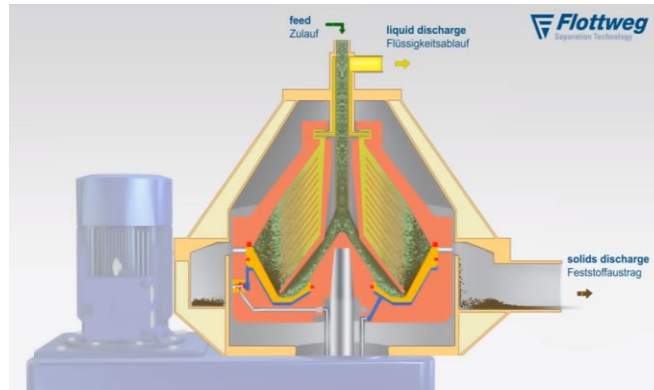


Figure 11 : centrifugeuse clarificatrice

❖ La centrifugation séparatrice ou séparatrice centrifuge

Le bol est dit clarificateur s’il permet de séparer un solide en suspension dans une phase liquide ; il est dit séparateur s’il permet de séparer deux phases liquides d’une émulsion comme le lait entier qu’on envoi dans une écrémeuse.

Dans le cas où la centrifugeuse doit séparer les deux phases liquides (lourdes et légères) d’une émulsion. C’est le cas des **écrémeuses en laiterie**, dont l’objectif est d’écrémer le lait c’est-à-dire de récupérer la matière grasse (crème) du lait.

Bilan matière : 1 entrée (lait entier)= 2 sorties phase légère (crème) + phase lourde (lait écrémé)

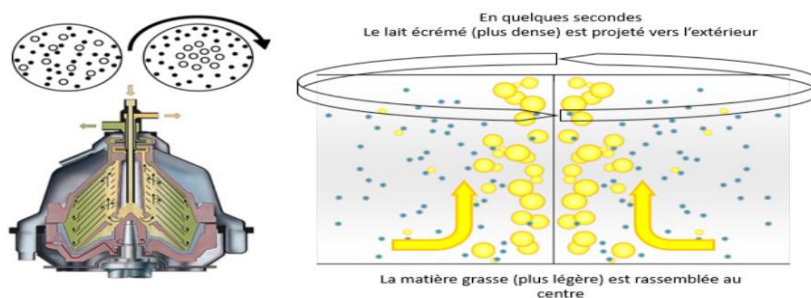


Figure 12 : Principe de fonctionnement d’une écrémeuse, où la force centrifuge remplace la gravité

En haut à gauche : représentation des globules gras qui se rassemblent au centre

En bas à gauche : coupe transversale d’une écrémeuse. A droite : représentation de la séparation dans une écrémeuse en coupe transversale



❖ Centrifugeuse épaississante (ou concentrateur)

Le produit concerné est toujours une suspension comme dans le premier cas de la centrifugeuse clarificatrice, mais ici la phase noble est le sédiment appelé encore concentrât.

L'objectif est de **concentrer la phase solide** c.à.d. de l'essorer (éliminer de la phase liquide de la phase solide) ; c'est le cas de l'égouttage du caillé de fromagerie ou de la production de levure.

Bilan matière : 1 entrée (suspension de levure ou lait caillé) = 2 sorties : phase liquide = eau ou lactosérum) + phase solide concentrée (= levure ou caillé égoutté)

❖ Le décanteur centrifuge horizontal

Les décanteurs sont des machines centrifuges munies d'une vis dont le bol tourne sur un axe horizontal. Ils sont utilisés principalement pour clarifier (décanteur deux phases) des **mélanges à forte teneur en sédiments** (jusqu'à 60 %) (Image 3)

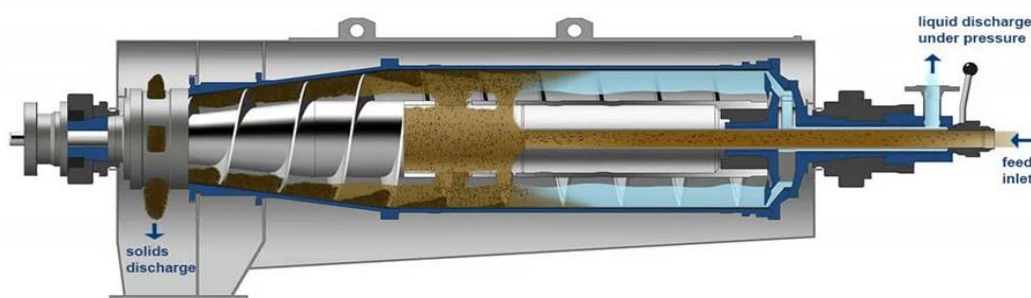


Figure 13 : décanteur centrifuge horizontal

Application à la production d'huile d'olive :

Les olives réceptionnées dans une trémie sont débarrassées des feuilles puis lavées. La pâte obtenue par broyage est dirigée vers un malaxeur. C'est dans celui-ci qu'a lieu l'extraction de l'huile contenue dans la pulpe d'olive. La pâte est séparée ensuite sur un décanteur (3 phases)

Bilan matière : 1 entrée (pâte d'olive) = 3 sorties : phase liquide lourde (= eau) + phase liquide légère (huile) + phase solide dégraissée (= grignon = résidu solide = peau, résidus de pulpe & fragments de noyau)

I.4. Filtration

I.4.1. Définition

La filtration est un procédé de séparation permettant de séparer les constituants d'un mélange qui possède une phase liquide et une phase solide au travers d'un milieu poreux qui constitue un filtre et retient la phase solide.



L'utilisation d'un filtre permet de retenir les particules du mélange hétérogène qui sont plus grosses que les trous du filtre (porosité). Le liquide ayant subi la filtration est nommé filtrat ou perméat, tandis que la fraction retenue par le filtre est nommée résidu, rétentat ou gâteau. On récupère après filtration soit le solide, soit le liquide, soit le liquide et le solide.

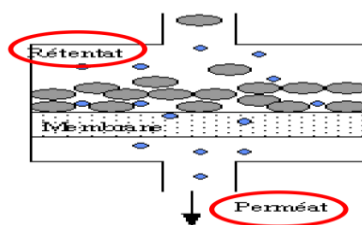


Figure 14 schéma illustratif de l'opération de la filtration

I.4.2. Mode de passage du fluide

A. Filtration frontale : filtration classique qui existe depuis des centaines d'années est encore appelée filtration frontale car le liquide à filtrer circule perpendiculairement (ou frontalement) par rapport au milieu poreux (appelé médium filtrant) chargé d'arrêter les particules. Utilisée en industries alimentaire, dont l'objectif recherché est soit l'extraction du solide, sous forme plus au moins sèche, soit la purification du liquide.

B. Filtration tangentielle : récemment apparu où le liquide à filtrer circule parallèlement à la surface filtrante (encore appelée membrane).

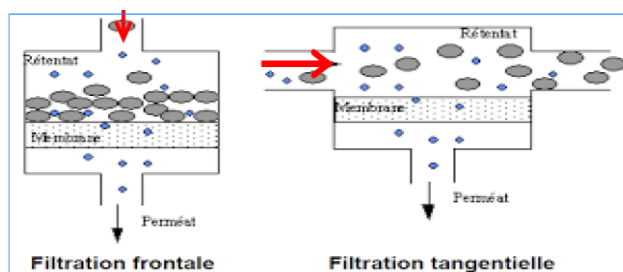


Figure 15 schéma des modes de filtration

Mécanismes de filtration

Si la matière en suspension est retenue à la surface du filtre, la filtration est dite en surface, en gâteau ou en support. Si les matières sont retenues dans l'épaisseur du filtre, elle est dite en volume, en profondeur ou sur lit filtrant.

- **Le tamisage :** permet de séparer d'un liquide des particules solides dont la taille est supérieure à la maille du tamis (particules de 100 μm - qq1 mm de diamètre). Exemples : les enveloppes cellulosiques de l'amidon, les folles bagasse de canne ou que l'on élimine des particules en suspension dans le sirop.



- **La filtration sur support** : entraîne l'entassement des particules à la surface du milieu filtrant et crée, ainsi, progressivement, un "gâteau" qui retient les particules plus petites que la maille du support, et devient le véritable milieu filtrant. Le support (toile synthétique ou grille métallique) est choisie le plus lâche possible pour permettre la constitution du gâteau sans provoquer de perte de charge inutile ; les premiers volumes filtrés sont d'ailleurs souvent impurs et doivent être recyclés. Ce mode de filtration est utilisé pour des suspensions dont la concentration en particules est suffisamment élevée ($>0,1$ % en poids) pour pouvoir constituer rapidement une épaisseur significative de gâteau.
- **La filtration en profondeur** : dans ce mode de filtration, les particules sont retenues, par effets mécaniques ou électrostatiques, dans l'épaisseur (pores, canaux) du milieu filtrant. Les particules retenues (taille $0,2 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$) peuvent être, par exemple, des micro-organismes comme les bactéries ou les levures. Ce type de filtration, appelée aussi clarification, provoque un colmatage plus ou moins rapide du filtre, ce qui la destine à des suspensions peu chargées ($<0,1\%$ en poids). Les filtres utilisés sont :
 - plaques de cellulose de quelques mm d'épaisseur (filtration stérilisante de sirops, polissage d'huile de table avant embouteillage).
 - lit de sable de 1 à 2 m de hauteur (traitement d'eau potable), cartouches ou précouches d'adjuvant (élimination des protéines floculées de sirop de glucose, filtration de saumures).

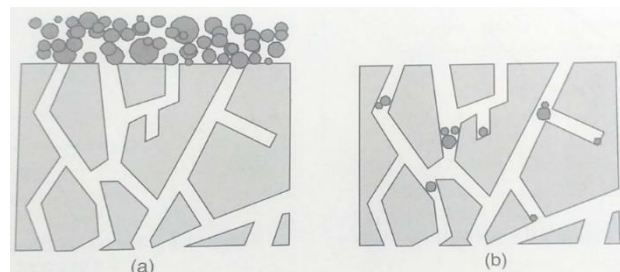


Figure 16: Mécanismes de la filtration : (a) sur support, (b) en profondeur

II. Séparation à l'échelle moléculaire

II.1. Extraction

On appelle extraction, l'opération consistant à faire passer un constituant d'une phase à une autre grâce à une différence de potentiel chimique de ce constituant dans les deux phases. Celles-ci sont : un solide et un liquide (extraction solide-liquide) ou deux liquides non ou peu miscibles (extraction liquide-liquide).

II.1.2. Principes des extracteurs industriels

L'alimentation (Fd) est constituée d'un «diluant» et du soluté à extraire. Après extraction d'une partie du soluté, cette phase constitue le raffinat (Rt). Le terme diluant est employé ici pour éviter la



confusion avec le « solvant » constitutif de l'autre phase. Ce solvant (Sv) s'enrichit en soluté et devient l'extrait (Ex).

Si par exemple, on veut extraire un antibiotique de son jus de fermentation (aqueux) par un solvant organique (il s'agit donc d'une extraction liquide-liquide), le diluant sera l'eau. Lors de l'extraction (solide-liquide) de l'huile de graines oléagineuses par un solvant organique, on appelle diluant tout ce qui, dans les graines, n'est pas l'huile.

II.1.3. Technologie et applications

-Extracteurs solide-liquide

Ce mode d'extraction est largement utilisé en IAA. En tonnage, les grandes applications sont :

- l'extraction à l'eau du sucre des cossettes (lamelles) de betteraves ; en sucrerie de canne, l'extraction par l'eau est complémentaire du pressage en moulins ;

industries des corps gras: extraction des matières grasses résiduelles après, là aussi, pressage mécanique.

Mais on extrait aussi :

la fraction soluble des grains de café broyés, par l'eau à haute température; - des colorants de matières végétales;

des jus de fruit (le plus souvent en complément du pressage);

- des arômes;

- des carraghénanes à partir des algues.

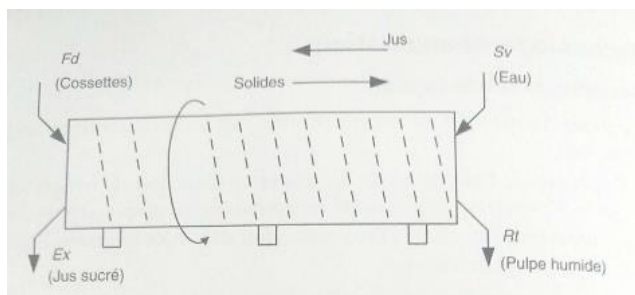


Figure 17 : Extracteur solide liquide horizontal (sur l'exemple de la sucrerie de betterave)

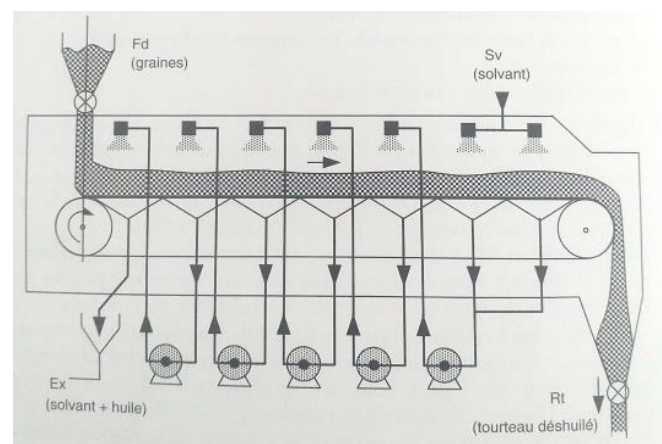


Figure 18 : Extracteur solide liquide à tapis (sur l'exemple de l'extraction de l'huile de graines oléagineuses par solvant)

-Extracteurs liquide-liquide

Les extracteurs liquide-liquide sont surtout utilisés en industries biochimiques pour purifier et concentrer les métabolites produits par les bioréactions (antibiotiques, purifier additifs alimentaires).



Le lavage des huiles par une solution alcaline, s'apparente à une extraction liquide-liquide avec réaction chimique. Dans tous ces cas, les transferts de solutés s'effectuent entre des gouttes de l'une des phases (« phase discontinue ») et l'autre phase (« phase continue »). La phase recevant les solutés est choisie notamment pour être la plus sélective possible pour le soluté recherché.

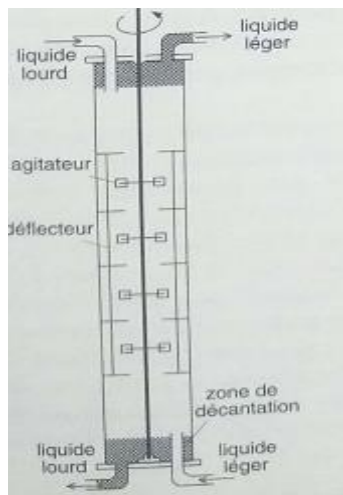


Figure 19 : Extracteur liquide-liquide à compartiments agités

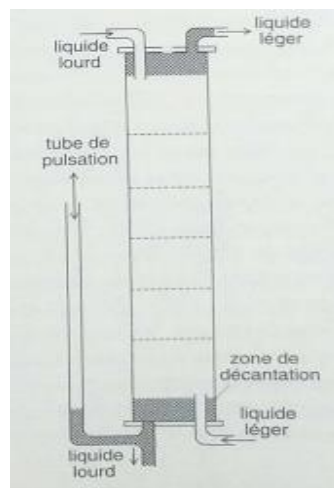


Figure 20 : Extracteur liquide-liquide à colonne pulsée

II.2. Distillation

La distillation est une opération de transfert de matière ayant pour but de séparer les constituants d'un mélange liquide, homogène ou hétérogène. Elle consiste en l'ébullition d'un mélange liquide suivie de la condensation des vapeurs obtenues, en un liquide « pur » ou en fractions liquides plus ou moins riches en constituants du mélange vaporisé. Elle se base sur la différence de volatilité entre ces constituants. C'est une des opérations de séparation les plus employées dans le domaine de la chimie et de la pétrochimie, concernant l'industrie alimentaire c'est en particulier la filière éthanol (l'industrie de l'alcool).

Principe : lors de la mise en équilibre d'une phase liquide avec sa phase vapeur, on s'aperçoit que la phase vapeur est plus riche en constituant volatil. Ainsi, en vaporisant partiellement un liquide contenant deux constituants ayant des volatilités différentes, on obtient une phase vapeur enrichie en constituant volatil. On parle alors de distillation simple (ou flash). Lorsque l'on réalise avec ce mélange et un appareillage adapté une succession d'équilibres liquide-vapeur, on parle alors de rectification.



II.3.Évaporation

L'évaporation est l'opération consistant à concentrer une solution ou une suspension de composés essentiellement non-volatils, appelés ici «matière sèche », par ébullition du solvant qui est lui volatil (en général l'eau).

Ici, à la différence du séchage, le produit initial est forcément liquide, et le produit final appelé « concentré » doit rester un liquide « pompable », malgré sa viscosité élevée après évaporation partielle du solvant. Dans l'industrie alimentaire, le solvant est le plus souvent l'eau, mais d'autres substances volatiles peuvent éventuellement se vaporiser en même temps : arômes, alcool, ammoniac, gaz dissous, etc.

Le but de l'évaporation est souvent multiple :

- réduire le volume et le poids, afin de diminuer les coûts de transport, d'emballage et de stockage (moûts, concentrés de jus de fruits, lait, extraits de viande, etc.),
- améliorer la conservation par la diminution de l'activité de l'eau du produit : sirop de sucre, confiture, sérum de fromagerie, ... Cependant, la concentration seule est rarement suffisante pour empêcher tout développement microbien (moisissures), et il faut souvent faire appel à des moyens complémentaires (pH, conservateurs, techniques aseptiques,...), et les concentrés sont éventuellement plus vulnérables à certaines détériorations chimiques (réactions de Maillard par exemple,
- le plus souvent, l'évaporation est une étape intermédiaire avant d'autres opérations telles que la cristallisation, la précipitation, la coagulation, ou le séchage final, sachant qu'elle peut être beaucoup plus économe en énergie.

