

Dr. Z. GOUASMI

Analyse immédiate

PLAN DU COURS

Introduction.

A- Mélange hétérogène.

- 1- Mélange de phases solides.
- 2- Mélange de phases solides et liquides.
 - Filtration.
 - Flottation.
 - Décantation.
 - Centrifugation.
- 3- Mélange de phases liquides non miscibles.

B- Mélange homogène.

- 1- Rupture de phases.
 - Élimination du solvant.
 - Diminution du pouvoir solvant.
- 2- Transfert de phases.
 - Extraction par un solvant non miscible.
 - Chromatographie.
 - Electrophorèse.
- 3- Changement d'état.
 - Sublimation.
 - Distillation.

Introduction :

L'analyse immédiate regroupe les différentes méthodes de séparations utilisées en industrie et même au laboratoire. Ces méthodes peuvent être simple (filtration) ou élaborées (chromatographie) et sont différentes selon que le produit de départ soit un mélange hétérogène ou une solution homogène.

Un mélange homogène, par opposition au mélange hétérogène, est un mélange dont on ne peut distinguer les constituants à l'œil nu ou sous microscope.

I- Mélange hétérogène :

Selon la nature du mélange, on distingue :

I-1- Mélange de phases solides :

La séparation de ce type de mélange est rarement pratiquée, exemples :

- ⊙ La séparation des tartrates droit et gauche menée par Pasteur à l'aide d'une pince et une loupe.
- ⊙ La lévigation: est un mode de séparation physique largement utilisée dans l'industrie minière, elle consiste à entraîner les particules les moins denses par un courant d'eau.

I-2- Mélange de phases solides et liquides :

1.2.1. La filtration : consiste à séparer une phase continue (liquide ou gaz) d'une phase dispersée (solide ou liquide) à travers un milieu filtrant poreux, on obtient un filtrat et un gâteau.

La rétention des particules se fait par action physique ou chimique.

- ⊙ Classification:

a/ Selon le mécanisme de filtration, on distingue :

- Filtration sous pression normale → lente.

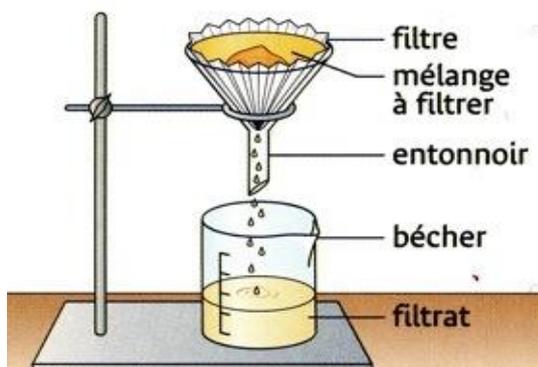


Figure 1 : Dispositif de filtration sous pression normale

- Filtration sous vide : Création d'une dépression en aval du montage qui permet d'accélérer l'opération.

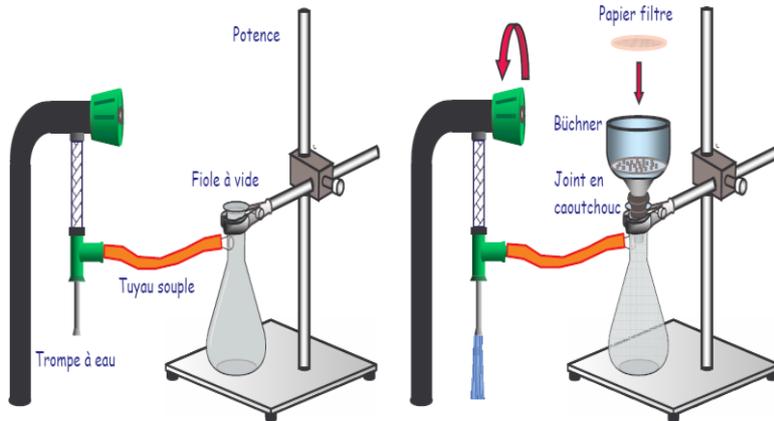


Figure 2 : Dispositif de filtration sous vide

b/ Selon le mode de passage du fluide:

- Flux frontal : son principal inconvénient est le colmatage rapide des pores qui diminue le débit et ralentit l'opération.

- Flux tangentiel : permet d'éviter le colmatage des pores.

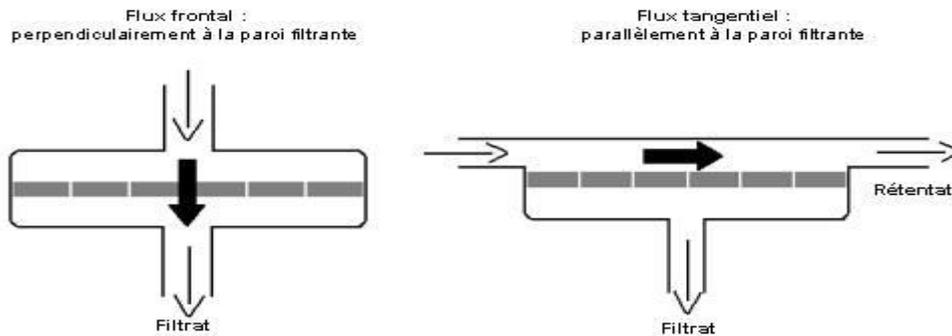


Figure 3 : Dispositif de filtration selon le mode de passage du fluide

c/ Selon le mode d'alimentation du filtre:

- Filtration discontinue : Filtre de Büchner.

- Filtration continue : Filtre rotatif à tambour.

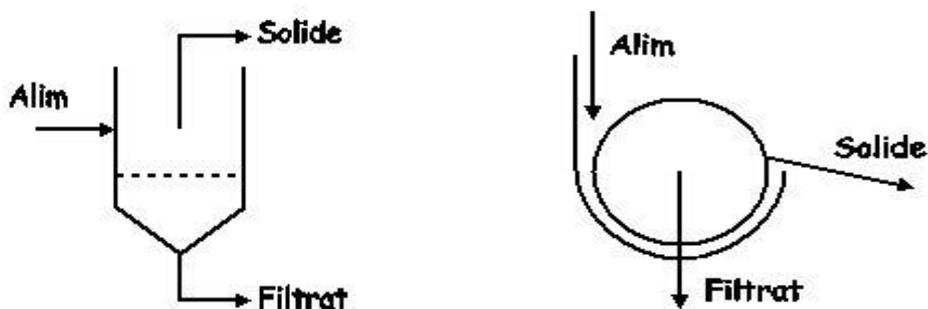


Figure 4 : Modes d'alimentation du filtre, à gauche en discontinu et à droite en continu

d/ Selon la taille des particules retenues :

- Filtration clarifiante : $\Phi > 450\mu\text{m}$.
- Microfiltration : $10 < \Phi < 0.01\mu\text{m}$.
- Ultrafiltration : $0.01 < \Phi < 0.001\mu\text{m}$.
- Osmose inverse : $0.001 < \Phi < 0.0001\mu\text{m}$
- Filtration stérilisante : Rétention des micro-organismes ($\Phi > 0.22\mu\text{m}$).

⊙ Matières filtrantes : Ce sont des substances fibreuses ou poreuses minérales ou organiques.

a/ Les produits minéraux:

- Dérivés de la silice.
- Coton de verre ou laine de verre.
- Verre fritté : il est préparé en chauffant légèrement une poudre de verre de granulation définie pour souder les diverses particules tout en laissant entre elles des lacunes. Selon la préparation, on obtient des filtres de porosité différents.

Remarque : Les filtres précédents sont sensibles aux solutions fortement alcalines qui les dissolvent sous forme de silicates.

b/ Les matières organiques :

- Papiers filtres et pâtes de cellulose : produits à base de cellulose sensibles aux solutions alcalines mais présentant un pouvoir adsorbant non négligeable.
- Polymères organiques: ils ont des porosités bien définies et permettent la filtration de produits de taille différentes même des bactéries mais sont solubles dans un certains nombre de solvants.

⊙ Applications :

- Chimie (ex: gravimétrie).
- Pharmacie : préparations de solutions stériles.
- Biotechnologies : préparation de milieux de cultures, purification et extraction de matériel génétique, cellulaire.
- Industrie agro-alimentaire : stabilisation, clarification, extraction ou concentration de produits.
- Traitement des eaux usées.

1.2.2. La flottation : Procédé de séparation utilisé lorsque le mélange est solide-liquide ou liquide-liquide et que la densité (ρ) d'une phase est inférieure la densité de la deuxième. La flottation peut être :

a/ Flottation naturelle : La différence de densité est suffisante pour permettre une séparation.

b/ Flottation assistée : L'insufflation de bulles d'air au sein de la masse liquide améliore la séparation des particules naturellement flottable.

c/ Flottation provoquée : Lorsque la ρ particules $>$ ρ liquide, on injecte des bulles de gaz ce qui permet d'alléger les particules \Rightarrow ρ particules-gaz $<$ ρ liquide.

1.2.3. La décantation : Opération de séparation sous l'action de la gravité appliquée au mélange de deux phases liquides non miscibles ou au mélange d'une phase solide en suspension dans une phase liquide \Rightarrow sédimentation.

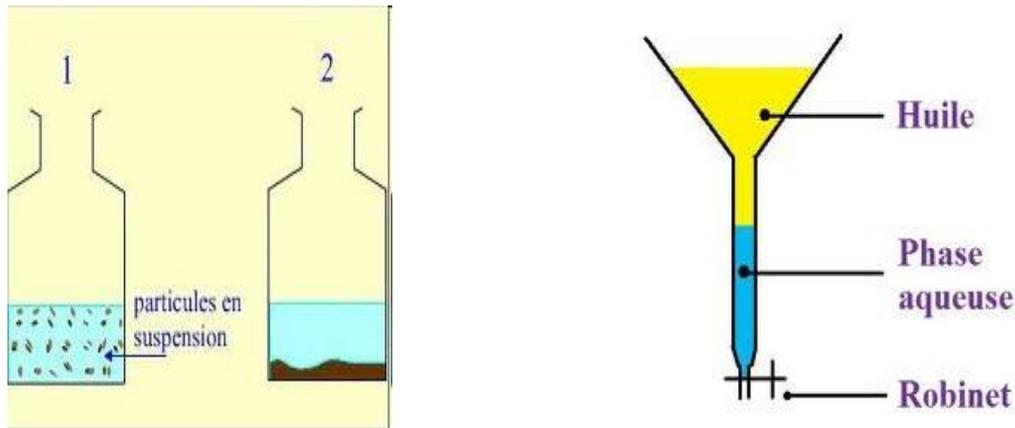


Figure 5 : Décantation d'un mélange liq-solide (à gche) et liq-liq (à dte)

1.2.4. La centrifugation : C'est la séparation d'un mélange sous l'action d'une force centrifuge. L'appareil est une machine tournante à grande vitesse appelée centrifugeuse.

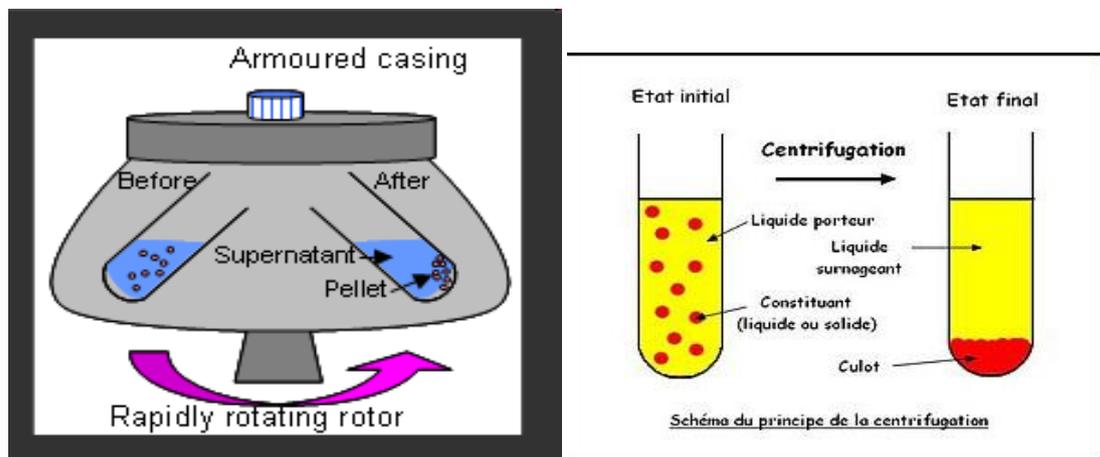


Figure 6 : centrifugeuse

I-3- Mélange de phases liquides non miscibles:

La séparation se fait en règle générale de façon mécanique. Dans une ampoule à décantation, on laisse reposer le mélange jusqu'à séparation des deux phases, celles-ci sont alors successivement soutirées.

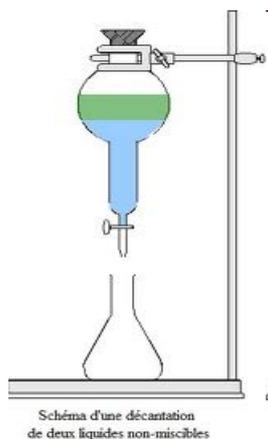


Figure 7 : Décantation

Remarque : Lorsqu'il s'agit d'une émulsion, il est possible d'accélérer l'opération grâce à une centrifugation préalable.

II- Mélange homogène :

Dans ce cas, l'objectif principal du traitement est de transformer le mélange homogène en mélange hétérogène auquel, par la suite, on pourra appliquer l'un des procédés de séparation qu'on a vu précédemment. La résolution peut se faire de plusieurs façons :

II-1- La rupture de phases :

II.1.1. Élimination du solvant par concentration de la solution.

- Concentration à la pression atmosphérique par élévation de la T° (chauffage) → Risque d'altération.
- Concentration sous pression et à faible T° (pas de risque d'altération) grâce à un évaporateur rotatif :

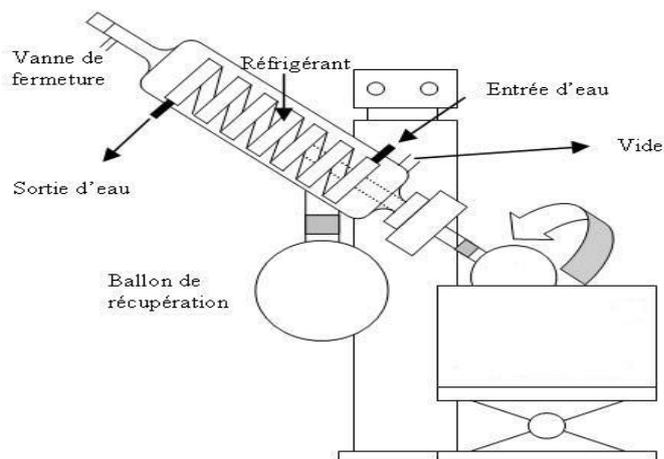


Figure 8 : Evaporateur rotatif (rotavapor*)

Cet appareil permet de concentrer partiellement ou à sec une solution ou une suspension, son principe est celui de la distillation sous vide. La T° de chauffage correspond à la T° d'évaporation du solvant à éliminer.

II.1.2. Diminution du pouvoir solvant:

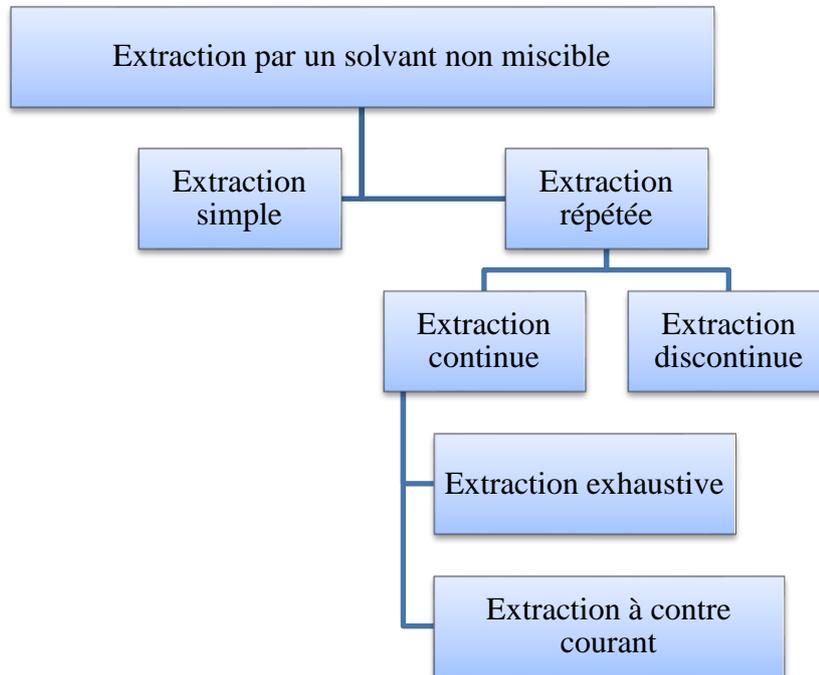
- Variation de T° → dissolution à chaud puis lent retour à la T° ordinaire => apparition de cristaux.
- Addition d'un non solvant → Précipitation de l'ac. salicylique en solution alcoolique par addition d'eau => extraction par un solvant miscible.
- Relargage → introduction d'une substance plus soluble que le soluté.

II-2- Transfert de phases :

II.2.1. Extraction par un solvant non miscible: Consiste à transférer un soluté initialement contenu dans une phase liquide, vers une 2^e phase non miscible au premier milieu. Ses étapes sont :

- Mélange homogène = soluté + solvant(1).
- Addition d'un solvant(2).
- Agitation => mélange non homogène.
- Décantation du mélange: extrait + raffinat.
- Récupération des deux phases séparément.

→ Classification :



II.2.2. La chromatographie: Elle est basée sur les différences d'affinités des substances à l'égard de 2 phases en contact, une phase stationnaire et une phase mobile. Les étapes de l'opération sont :

- Fixation de l'échantillon par la Φ stationnaire.
- Déplacement sélectif par la Φ mobile.
- Identification des différentes fractions.

→ Classification:

Phénomène	Phase mobile	Phase stationnaire	Type
Adsorption	Liquide	Solide	SL
	Gaz	Solide	GS
Partage	Liquide	Liquide	LL
	Gaz	Liquide	GL
Échange d'ions	Liquide ionique	Échangeuse d'ions	Échange d'ions
Exclusion stérique	Liquide	Gel	Exclusion

II.2.3. L'électrophorèse: C'est une technique de séparation et de purification des molécules solubles, elle est basée sur la migration des molécules chargées soumises à un champ électrique. La vitesse de migration varie selon la charge, la masse, la forme, et la nature du support.

II-3- Changement d'état :

II.3.1. La sublimation: C'est le passage d'une molécule de l'état solide à l'état gazeux par chauffage sous pression réduite.

II.3.2. La distillation: C'est la séparation de substances liquides de volatilités différentes. La distillation commence par le chauffage du mélange permettant une évaporation successive des différents composés, les vapeurs sont ensuite condensées lors de leur passage par le réfrigérant.

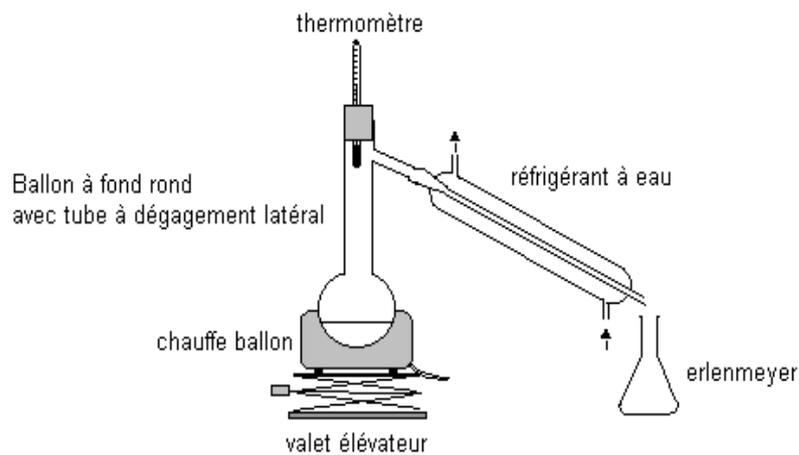


Figure 9 : Distillation