

# Méthodes de séparation analytiques

Méthodes de séparations

## Introduction

- ⇒ Le présent chapitre retrace de façon très succincte les principales méthodes de séparations, en fonction des principes physiques mis en œuvre.
- ⇒ Séparations par changement d'état:
  - ↳ Distillation fractionnée
  - ↳ Distillation fractionnée avec pervaporation
  - ↳ Sublimation fractionnée
- ⇒ Séparations par transfert de phase:
  - ↳ Extraction liquide-liquide
  - ↳ Extraction solide-liquide
  - ↳ Extraction solide-gaz
  - ↳ Extraction liquide-gaz

⇒ Séparations par changement de phase:

↳ Décantation

↳ Sédimentation

↳ Centrifugation

⇒ Séparations membranaires:

↳ Filtration

↳ Pervaporation

↳ Perméation gazeuse

↳ Osmose

↳ Dialyse

⇒ Séparations par migration:

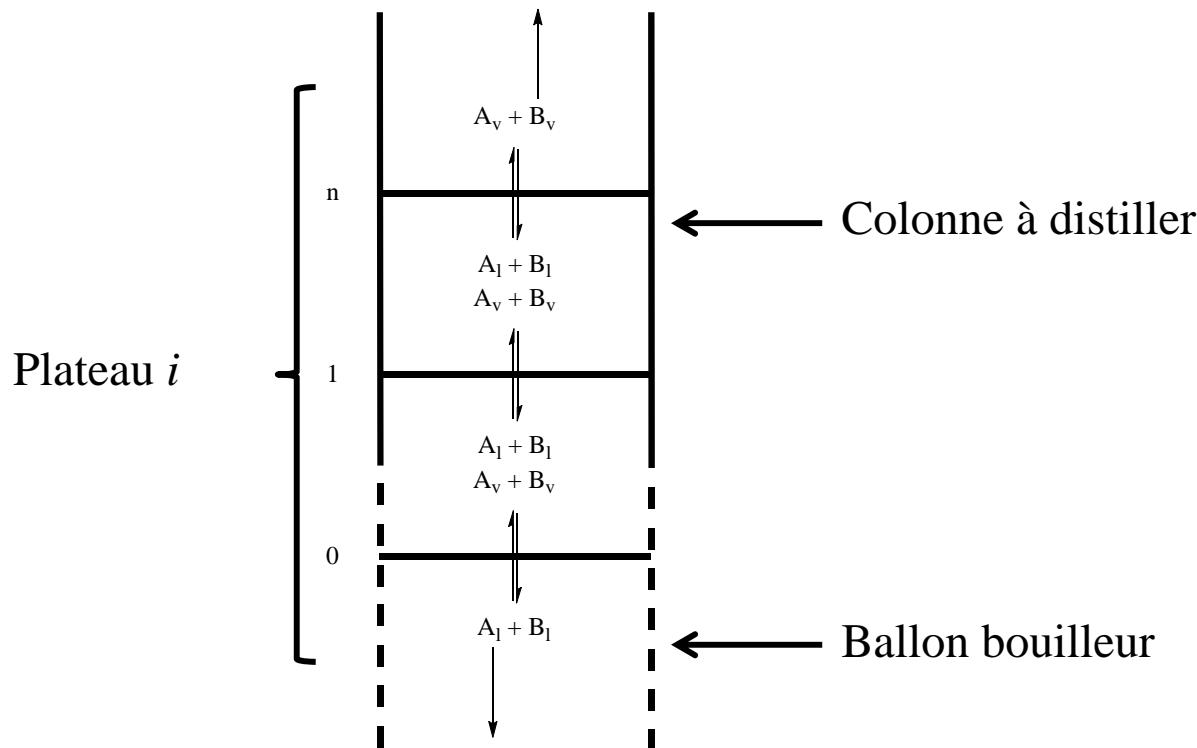
↳ Séparations chromatographiques

↳ Séparations électrophorétiques

# Séparations par changement d'état

## Distillation fractionnée

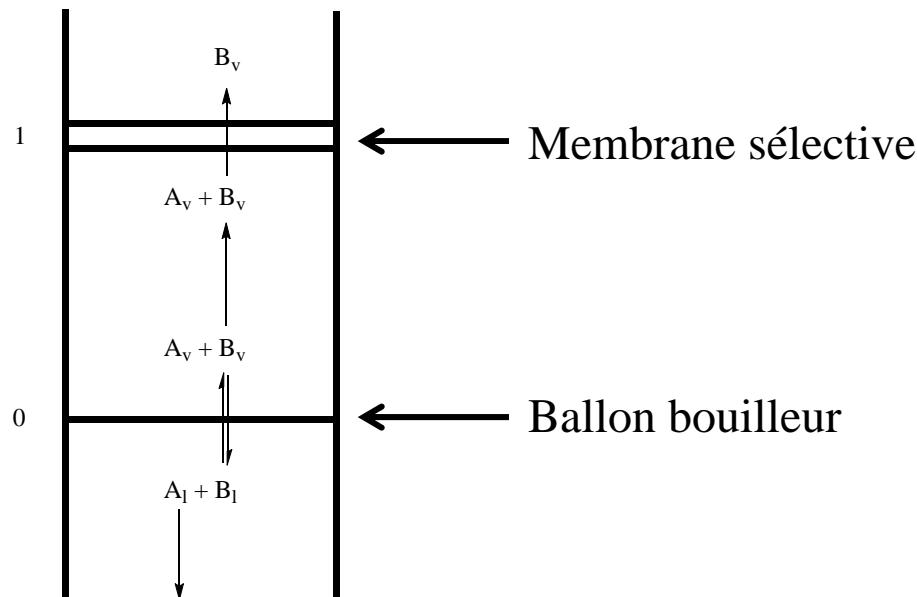
⇒ Le liquide le plus volatil **B** est distillé en premier.



Mélange de liquides miscibles A-B

## Distillation fractionnée avec pervaporation

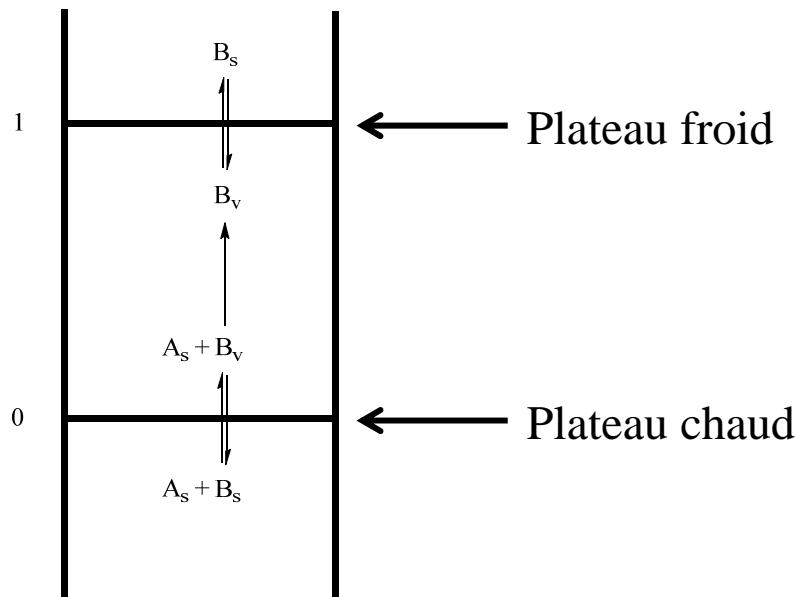
⇒ Le gaz **B** pur est recondensé dans un réfrigérant et collecté.



Mélange de liquides miscibles A-B

## Sublimation fractionnée

⇒ Le solide **B** pur est recondensé sur un plateau froid qui sert de collecteur.

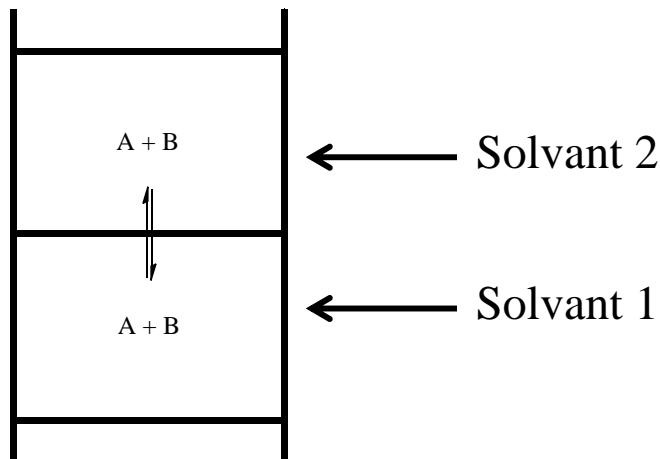


Mélange de solides A-B

# Séparations par transfert de phase

## Extraction liquide-liquide

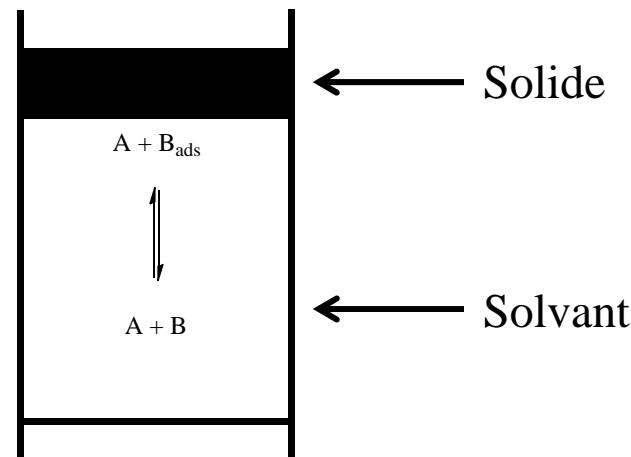
- ⇒ Les molécules **A** et **B** sont dissoutes dans un solvant **1**.
- ⇒ On additionne un solvant **2** non miscible au solvant **1**.
- ⇒ Les molécules se partagent entre les deux solvants.



Solution contenant A et B

## Extraction solide-liquide

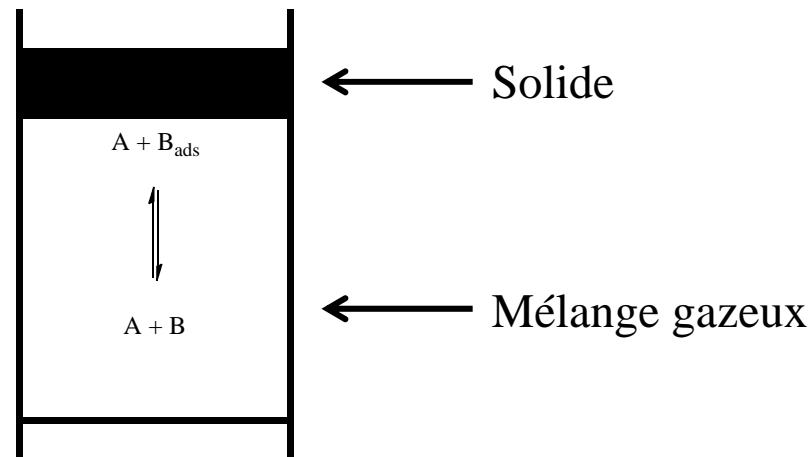
- ⇒ Les molécules **A** et **B** sont dissoutes dans un solvant.
- ⇒ On additionne un solide insoluble dans le solvant.
- ⇒ Les molécules **B** s'adsorbent spécifiquement au solide ( $B_{ads}$ ) alors que les molécules **A** sont toujours libres.



Solution contenant A et B

## Extraction solide-gaz

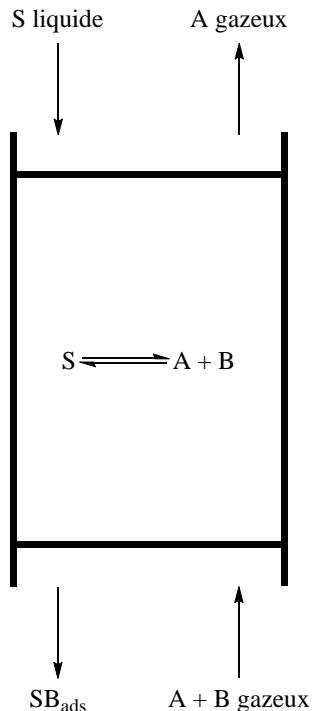
- ⇒ Les molécules **A** et **B** sont à l'état gazeux.
- ⇒ On additionne un solide insoluble dans le mélange gazeux.
- ⇒ Les molécules **B** s'adsorbent spécifiquement au solide ( $B_{ads}$ ) alors que les molécules **A** sont toujours libres.



Mélange gazeux contenant A et B

## Extraction liquide-gaz

- ⇒ Les molécules **A** et **B** constituent un mélange gazeux.
- ⇒ On fait circuler un solvant **S** à contre-courant du mélange gazeux. Les molécules **B** s'adsorbent spécifiquement au solvant **S** pour générer une espèce  $SB_{ads}$  liquide alors que les molécules **A** sont toujours libres.



Mélange gazeux contenant A et B

# Séparations par changement de phase

## Généralités

⇒ La séparation de phase peut être naturelle, induite physiquement (variation de pression, de température) ou chimiquement (addition d'un réactif). On considère les séparations de phase homogènes (liquide/liquide, gaz/gaz) et hétérogènes (solide/liquide, gaz/liquide).

## Séparations par décantation / sédimentation

⇒ Il s'agit d'un mélange de deux liquides non miscibles qui se sépareront en formant deux phases, la décantation. Le liquide le plus dense est éliminée par soutirage.

⇒ Il peut s'agir du cas où un solide est dispersé dans un liquide. Ce dernier flocule par gravité au fond d'un tube conique, il forme ce que l'on appelle un culot. Ce procédé est appelé décantation ou sédimentation.

## Séparations par centrifugation

⇒ On peut forcer la décantation ou la sédimentation naturelle en mettant en œuvre une centrifugation (mise en rotation de l'échantillon) pour accélérer le phénomène naturel.

⇒ Lorsqu'il s'agit d'un mélange solide/liquide, on observe la formation d'un culot. Pour un mélange liquide/liquide, le liquide le moins dense est éliminé par pompage.

# Séparations membranaires

## Séparations membranaires

⇒ La séparation peut se faire naturellement ou assistée sous pression ou champ électrique:

Tableau 1 – Comparaison des différentes techniques séparatives à membrane					
	Caractéristiques de la membrane	Produits traités	Espèces retenues	Pression ( $p$ ) Débit ( $D_v$ ) (si pertinent)	Applications
Microfiltration	Microporeuse Capillaire $10^2$ à $10^4$ nm	Mélanges hétérogènes (suspension, émulsion)	Particules, colloïdes	$\Delta p : 0,2$ à 2 bar $D_v : 150$ à $1\,500 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ Gradient de pression	Épuration bactérienne du lait Fractionnement des globules gras du lait Purification d'eau de process Fractionnement de protéines Traitement des émulsions huile/eau
Ultrafiltration	Microporeuse Capillaire $1$ à $100$ nm	Solutions vraies et colloïdales	Macromolécules, colloïdes	$\Delta p : 2$ à 10 bar $D_v : 50$ à $300 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ Gradient de pression	Concentration de protéines Clarification et stabilisation de mouts, jus, vins Fabrication de préfromage liquide Traitement des eaux blanches Traitement des effluents (saumure, nettoyage en place)
Nanofiltration	Microporeuse Solubilisation/ diffusion + capillaire $1$ à $10$ nm	Solutions vraies et ionisées	Petites molécules ( $M \geq 300 \text{ g/mole}$ ) Ions	$\Delta p : 7$ à 40 bar $D_v : 50$ à $100 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ Gradient de pression	Séparation et concentration d'antibiotiques Fractionnement d'acides aminés Adoucissement d'eau potable Concentration et déminéralisation de lactosérum Réduction de DCO dans le perméat des mouts de fermentation
Osmose inverse	Dense Solubilisation/ diffusion < $0,5$ nm	Solutions vraies	Sels	$\Delta p : 30$ à 80 bar $D_v : 10$ à $60 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ Gradient de pression	Concentration de lactosérum, de sang, de blanc d'œuf, de sirop d'éryable Désalcoolisation des vins, de la bière Dessalement des eaux Traitement d'effluents (eaux de nettoyage, de rinçage)
Électrodialyse	Dense et chargée Solubilisation-diffusion Exclusion ionique	Solutions vraies et ionisées	Ions ou substances neutres		Déminalérisation de lactosérum, des jus de sucreries Stabilisation tartrique du vin Extraction d'acides aminés Désacidification des jus d'agrumes
Pervaporation	Dense Absorption/ diffusion Désorption/ évaporation	Solutions avec composés volatils	Substances non volatiles	$\Delta p : < 1$ bar Gradient de pression partielle	Extraction d'arômes Désalcoolisation du vin et de la bière Extraction d'huiles essentielles
Perméation gazeuse	Microporeuse Diffusion/ absorption	Mélanges gazeux	Gaz lents	$\Delta p : 40$ à 80 bar Gradient de pression	Production d'azote sur site de conservation des fruits (inertage)

# Séparations par migration

## **Séparations chromatographiques**

- ⇒ Il s'agit d'une séparation réalisée par migration continue à l'aide d'un éluant (fluide). L'éluant peut être délivré de façon naturelle (gravité, capillarité) ou artificielle (pression, force centrifuge).
- ⇒ Les composés à séparer migrent à des vitesses différentes sur le support chromatographique.
- ⇒ En chromatographie planaire, les solutés migrent sur le support chromatographique plan jusqu'à ce que le processus soit arrêté volontairement. Les composés séparés sont détectés sur le support chromatographique puis peuvent être désorbés du support pour être isolés.
- ⇒ En chromatographie d'élution, les solutés migrent sur le support chromatographique cylindrique (colonne chromatographique) jusqu'à ce qu'ils sortent de ce dernier. Ils sont détectés et/ou analysés en continu en sortie de colonne chromatographique.

## **Séparations électrophorétiques**

- ⇒ Il s'agit d'une séparation réalisée par migration continue à l'aide d'un champ électrique.

- ⇒ La séparation s'effectue en phase liquide. Les composés à séparer migrent à des vitesses différentes en fonction de leur densité de charge électrique et de l'interaction de ces derniers avec le support de la phase liquide.
- ⇒ L'électrophorèse peut s'effectuer sur un support plan (papier, gel) ou à travers un support cylindrique (tube de verre, capillaire).
- ⇒ Dans tous les cas, la détection est réalisée dans/ou sur le support de la phase liquide.
- ⇒ Lorsqu'il s'agit d'électrophorèse sur support, les composés séparés peuvent être désorbés du support pour être isolés.