Fiche sur la technique de filtration et d'essorage

Publié le 22.06.04 | Par Edith Thummen, Anthony Bourgeais

La séparation de deux phases de nature différente est un procédé relativement aisé, ce qui explique son utilisation importante comme technique de séparation ou de purification. Cette séquence illustre la séparation d'une phase liquide et d'une phase solide. Si on désire récupérer la phase liquide (appelée filtrat) et éliminer la phase solide, on parle alors de filtration, et dans le cas contraire, lorsque l'on souhaite récupérer le solide, on parle d'essorage.

 Sécurité.	Attention, les produits utilisés doivent être manipulés sous une hotte, avec gants et lunettes de protection.

1. Présentation du matériel

Nous avons ici besoin de ces différents éléments :

- hotte ventilée,
- bain d'huile,
- agitateur magnétique chauffant et barreau aimanté,
- support élévateur,
- ballon tricol de 500 mL,
- ampoule de coulée,
- thermomètre rodé,
- réfrigérant à eau droit (+ tuyaux),
- potence, noix et pinces,
- différents réactifs :
  - acide propanoïque,
  - benzaldéhyde,
  - pyrrole fraîchement distillé,
  - éthanol,
- bain de glace,
- trompe à eau (+tuyaux),
- fiole à vide,

- buchner et filtres (ou fritté),
- baguette en verre et spatule.

Revenons sur quelques uns de ces élèments :

- La trompe à eau permet d'atteindre des pressions réduites par effet Venturi. Elle est branchée sur un robinet d'arrivée d'eau, et est constituée d'une pièce conique et d'un robinet de sortie.
- Les filtres permettent de réaliser la filtration, c'est à dire la séparation des phases liquide et solide. Il en existe de différentes tailles et de différentes porosités.

2. Mise en place du matériel

Le montage à reflux est mis en place comme décrit dans la fiche le concernant.
La fiole à vide est fixée à une potence à l'aide d'une pince et d'une noix. Elle est reliée à la trompe à eau par un tuyau. Le buchner est placé au-dessus de la fiole à vide, l'étanchéité étant assurée par un cône en caoutchouc de taille appropriée placé entre eux.

Un filtre en papier de taille adaptée est placé dans le buchner. Le montage est le même avec un fritté, pour lequel le filtre en papier est inutile. On préfèrera utiliser au cours de cette expérience le buchner plutôt que le fritté afin d'éviter sa détérioration.

3. Réalisation de l'expérience

On va s'intéresser dans un premier temps à la synthèse de la *méso*-tétraphénylporphyrine (*méso*-TPP) à partir de benzaldéhyde et de pyrrole.

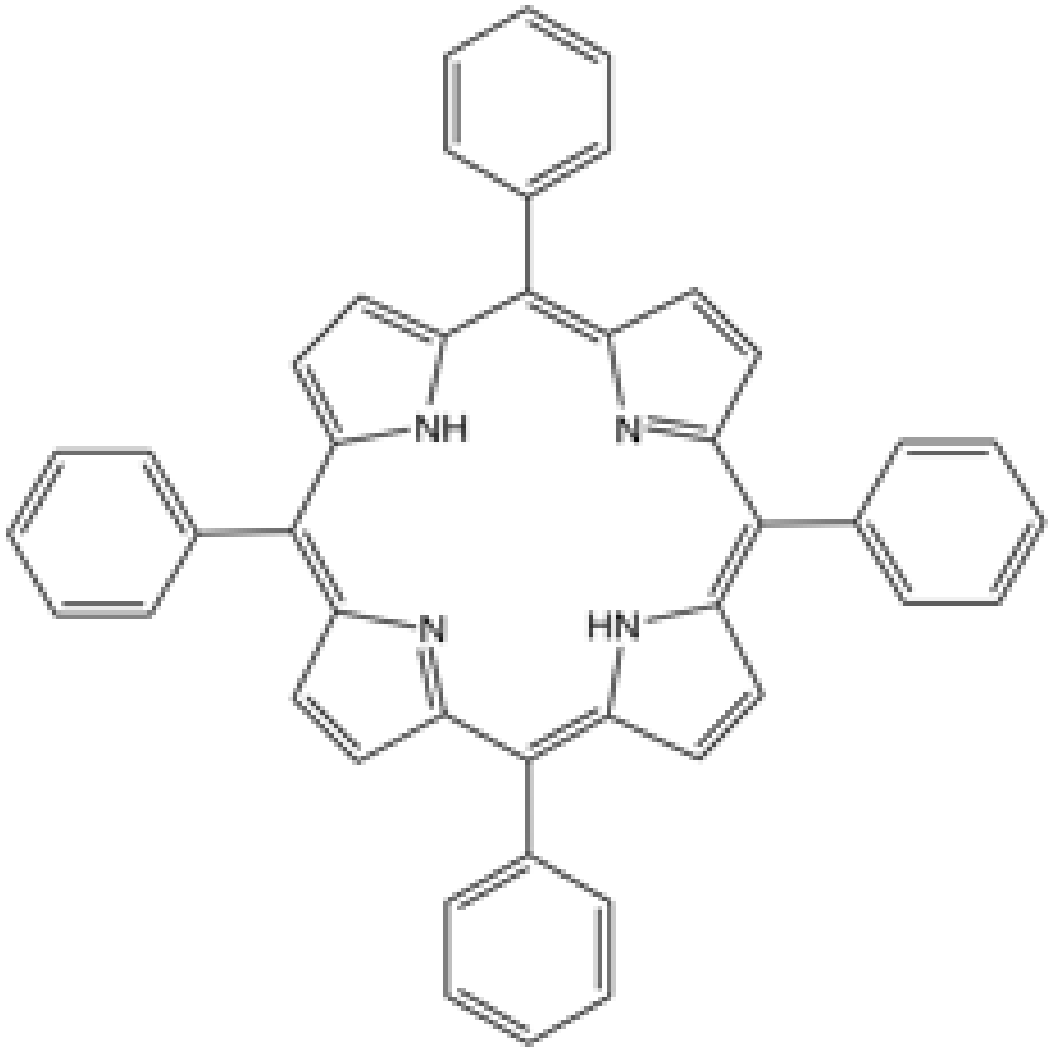


Figure 1 - *méso*-tétraphénylporphyrine (TPP)

Licence : CC-BY-SA

Le montage à reflux est placé sous la hotte ventilée. En effet, on utilise ici des substances nocives par inhalation comme le pyrrole. De plus, il est obligatoire de manipuler avec des gants et des lunettes, car l'utilisation, entre autre, de l'acide propanoïque provoque de graves brûlures.

On place 300 mL d'acide propanoïque dans le ballon et on porte à reflux. La température indiquée par le thermomètre est égale à la température d'ébullition de l'acide propanoïque, soit 141°C. On ajoute alors 10 mL de benzaldéhyde (0,1 mol) à travers de l'ampoule de coulée. On place ensuite 10 mL de pyrrole fraîchement distillé dans l'ampoule et on l'ajoute goutte à goutte. Après 30 minutes à reflux, on arrête le chauffage et on laisse le mélange revenir à température ambiante. On le refroidit ensuite à l'aide d'un bain de glace.

L'étape de filtration commence alors. Le robinet d'arrivée d'eau est ouvert, le robinet de sortie fermé. Le filtre est mouillé avec le solvant, ici l'acide propanoïque. On ouvre alors le robinet de sortie. Ceci permet de s'assurer de l'étanchéité du montage et d'éviter que le filtre se déchire. La pression dans la fiole à vide est alors réduite, égale à celle en sortie de trompe à eau, soit environ 15 mm de mercure à 15°C (760 mm de mercure = $1{,}013*10^5$ Pa). On ferme le robinet de sortie et on verse alors le mélange réactionnel avant d'ouvrir de nouveau le robinet de sortie. On observe l'apparition dans le buchner d'une phase solide violette, précipité de *méso*-TPP. Ce solide contient des impuretés qui doivent être éliminées, notamment l'acide propanoïque. On doit donc laver le précipité. Le solvant de lavage doit être choisi de façon à entraîner les impuretés sans solubiliser le produit. On utilise ici de l'eau bouillante puis du méthanol. Le robinet de sortie est fermé et le solvant de lavage est ajouté de façon à couvrir le solide. Le contact entre les deux phases est assuré par triturage : on remue la phase solide dans le solvant de lavage à l'aide d'une baguette en verre. Le robinet de sortie est ensuite ouvert et le solvant de lavage, contenant les impuretés, est éliminé. Après ces étapes de lavage, le solide est récupéré à l'aide d'une spatule et séché à l'étuve si nécessaire. On peut alors par exemple déterminer le rendement de la réaction, ici autour de 20 %.



Filtration et essorage

Il faut noter ici que dans le cas où les composés utilisés ont une température d'ébullition sous pression réduite inférieure à la température ambiante, on observera leur ébullition et ils seront rejetés à l'évier, ce qu'il faut éviter. Le problème ne se pose pas ici :

Composé	acide propanoïque	benzaldéhyde	pyrrole
Température d'ébullition (à 15 mm Hg)	37-39 °C	64-66 °C	31-33 °C

4. Conclusion

La séparation entre phases liquide et solide a été ici illustrée par l'essorage d'un solide, la *méso*-TPP. Il est de même tout à fait possible d'éliminer des impuretés solides présentes en phase liquide, par exemple les grains de pierre ponce utilisés lors des montages de chauffage à reflux. Dans ce cas, la filtration peut se faire à l'aide d'un simple papier plissé placé dans un entonnoir, sans utilisation de pression réduite.

Ce genre de séparation entre phases liquide et solide est également possible par centrifugation, qui permet d'obtenir la phase solide au fond d'un tube et la phase liquide au dessus (on l'appelle alors le surnageant).

5. Références bibliographiques pour approfondir

- A. Fuxa. T. Pelletier. G. Pilicar. *Synthèse organique : une approche expérimentale*. Ed. Masson. 1996.
- M. Chavanne. G. J. Beaudouin. A. Jullien. F. Flammand. *Chimie organique expérimentale*. Ed. Modulo. 1991.

CRÉDITS

AUTEUR(S)/AUTRICE(S)

Edith Thummen

Professeure agrégée de chimie, conceptrice et responsable éditoriale du site CultureSciences-Chimie de 2002 à 2004 en collaboration avec D. Jaouen et J.B. Baudin, et avec le soutien des membres du département de chimie de l'ENS. Enseignante en CPGE depuis 2004.

Anthony Bourgeais

Professeur agrégé de chimie

RELECTURE SCIENTIFIQUE

Nicolas Cheymol

Professeur agrégé de chimie

MISE EN LIGNE

Hagop Demirdjian

Docteur en chimie théorique, ancien élève de l'École Normale Supérieure Lyon, responsable éditorial du site CultureSciences-Chimie de 2004 à 2008.

LICENCE DU TEXTE DE L'ARTICLE



Creative Commons - Attribution - Pas d'utilisation commerciale