

## Chapitre 5

### I. Le tamisage

Après broyage, une poudre subit généralement un tamisage pour séparer les particules trop grossières des plus fines.

#### 1. Matériel utilisé

**a. Des tamis:** sont des récipients le plus souvent couverts (pour éviter la dissémination des poudres dans l'atmosphère), de formes variées (ronds, carrés ou rectangulaires), agités à la main ou mécaniquement, possédant 2 compartiments séparés par une surface tissée de fils métalliques ou de nylon dessinant des ouvertures carrées régulières (mailles). La distance entre deux fils ou mailles correspond à une dimension précise, exprimée en micromètre, qui définit le numéro du tamis correspondant.

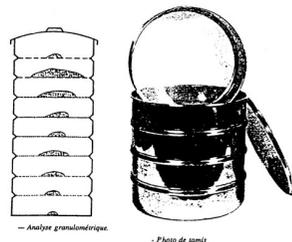
**b. Des cribles:** sont constitués par des plaques métalliques percées de trous circulaires régulièrement répartis sur toute leur surface.

#### 2. Rôles

✓ **Tamisage de sécurité :** Elimination des substances étrangères introduites accidentellement.

✓ **Tamisage de sélection :** Elimination des particules de taille supérieure à celle des mailles du tamis.

✓ **Tamisage de démottage :** Division des amas de poudre susceptibles d'apparaître lors du stockage.



### 3. Procédé des tamisage

1- Dépôt de la poudre sur une colonne composée de plusieurs **tamis de dimensions de mailles décroissantes de haut en bas**.

2- Agitation mécanique de la colonne de tamis et **répartition des particules selon leur granulométrie**.

3- Pesée de chaque fraction retenue sur les différents tamis.

4- Etablissement d'une **courbe de distribution granulométrique**.

### II. La filtration

#### 1. Définitions

La filtration est une opération qui a pour but de séparer les contaminants particuliers d'un liquide ou d'un gaz à l'aide d'un milieu filtrant poreux. Le fluide filtré s'appelle filtrat.

Un filtre se compose d'un milieu filtrant poreux et d'un support ou carter qui, avec l'ensemble de l'appareillage annexe, permet la réalisation de l'opération.

En fonction des dimensions des particules à séparer, on distingue aussi :

- ✓ La filtration clarifiante qui retient les particules visibles de plus de 450  $\mu\text{m}$  environ.
- ✓ La microfiltration qui arrête les particules de 0,01 à 10  $\mu\text{m}$ .
- ✓ L'ultrafiltration qui sépare les particules de 0,001 à 0,01  $\mu\text{m}$ .
- ✓ L'osmose inverse séparant des particules de 0,001 à 0,0001  $\mu\text{m}$ .

## 2. Objectifs de la filtration

- ✓ Purification d'une solution en éliminant toutes les particules solides qu'il referme.
- ✓ Les particules peuvent également provenir d'impuretés présentes dans les solvants, de particules métalliques ou plastiques.
- ✓ Filtrat : non pas pour éliminer les particules solides en suspension, mais pour recueillir (précipité).

## 3. Mécanismes de rétention

La rétention peut se faire par deux mécanismes principaux : le criblage et l'adsorption.

**a. Le criblage:** est un phénomène mécanique où le filtre retient les particules dont la taille est supérieure à celles des pores du réseau. L'accumulation des particules solides provoque un colmatage qui ralentit progressivement le débit et peut même arrêter complètement l'écoulement du filtrat.

**b. L'adsorption:** est un phénomène physique qui consiste à retenir, à l'intérieur des canaux du réseau poreux, des particules de taille inférieure au diamètre des pores. Des forces électrostatiques peuvent intervenir dans le cas des particules ionisées.

## 4. Caractéristiques des filtres

Une installation de filtration est définie essentiellement par la porosité du filtre et par le débit assuré dans des conditions déterminées.

**a. Porosité :** La porosité est le rapport entre le volume total des vides et le volume apparent du réseau. Dans le cas d'un filtre, elle est définie par le diamètre moyen des pores.

**b. Débit :** Théoriquement, il peut être déterminé par

la formule de Poiseuille :

$$V = N \cdot \frac{dP \times r^4}{8 \times \eta \times L}$$

$V$  : débit en mL par mm.

$N$  : nombre de canaux proportionnel à la surface filtrante.

$dP$  : différence de pression entre les deux faces du filtre.

$r$  : rayon moyen des canaux.

$\eta$  : viscosité du liquide.

$L$  : résistance du filtre exprimée par la longueur des tubes capillaires (épaisseur du filtre).

Dans la pratique, on détermine le débit d'une installation de filtration en mesurant le temps que met un volume donné de liquide pour traverser le filtre.

On vérifie ainsi que le débit croît avec le diamètre et le nombre des pores, donc avec la surface du filtre, et avec la différence de pression entre les deux faces du filtre et qu'il décroît avec l'épaisseur du filtre, la viscosité du liquide et au fur et à mesure du dépôt des particules qui colmatent progressivement les pores du filtre.

## 5. Substances filtrantes

De nombreuses substances sont utilisées :

- ✓ Soit des fibres d'origine naturelle telles que les fibres de cellulose (*papier filtre*) ou des filtres de laine.
- ✓ Soit des fibres synthétiques qui peuvent être en matières plastiques et surtout en esters de cellulose. Ils servent notamment, lors de la filtration stérilisante.

Des réseaux filtrants rigides existent aussi : filtres métalliques, bougies (ou colonne poreuse) et le verre fritté.

## 6. Contrôle de la filtration

Les contrôles qui peuvent être effectués avant, pendant ou après une opération de filtration sont les suivants :

### a. Avant la filtration

Cet essai permet de détecter les points faibles des filtres (au niveau des plis ou des soudures des cartouches) ou des défauts de montage.

### b. Pendant la filtration

- Mesure du débit.
- Mesure de la pression en amont et en aval du filtre pour détecter l'évolution du colmatage. Une brusque variation est en général le signe d'une altération du filtre, fissure ou déchirure.

### c. Après la filtration

- Absence de particules en suspension par examen optique, microscope, compteur électronique...

- Non-adsorption par le filtre des principes dissous (dosages).
- Recherche des impuretés solubles pouvant être apportées par les filtres.

## III. La décantation

### 1. Définition

La décantation est une opération de séparation liquide-solide fondées sur le phénomène de sédimentation, ayant pour but de séparer les particules en suspension dans un liquide, par dépôt sous l'action de leur poids (décantation gravimétrique) ou de la force centrifuge (décantation centrifuge).

### 2. Principe

Basée sur la différence de densité entre les particules en suspension et la phase liquide, les particules solides les plus lourdes se déposent au fond du récipient et permettent la récupération de la phase liquide surnageante.

### 3. Facteurs régissant la séparation

De nombreux facteurs influencent la décantation, parmi les plus importants:

- ✓ La suspension : concentration de la phase solide, débit, température, durée de formation.
- ✓ La phase liquide : nature, densité, viscosité, ...
- ✓ La phase solide : nature, densité, granulométrie, structure, tendance à l'agglomération.

- ✓ L'opération de décantation : vitesse et courbe de sédimentation, durée de la sédimentation, type d'appareil, mode de fonctionnement, adjuvants.
- ✓ Les produits résultés : concentration de la phase liquide dans le sédiment, concentration de la phase solide dans la surverse.

#### IV. La centrifugation

La centrifugation est une opération de séparation mécanique, par action de la force centrifuge, de deux à trois phases entraînées dans un mouvement de rotation.

Son but est d'accélérer la décantation puisque les particules sédimentent non plus en fonction de leur poids, mais en fonction de poids qui multiplie la force centrifuge.

Pour séparer plus rapidement des substances ayant des densités très voisines (ex: sérum sanguin), on utilise des centrifugeuses ou des ultracentrifugeuses.

#### V. La clarification

Son but est de rendre limpide un liquide trouble, on clarifie les liquides que l'on ne peut pas filtrer car ils sont trop visqueux. Elle consiste à ajouter des adjuvants de filtration tels que pâte à papier, charbon, talc, ... qui adsorbent les impuretés.

#### VI. Séchage

La dessiccation ou séchage a pour but d'éliminer par vaporisation un corps liquide volatil contenu dans un autre corps non volatil. En pharmacie, le liquide volatil est généralement l'eau.

L'eau à éliminer peut se trouver dans différents états qui sont schématiquement :

- ✓ L'eau de constitution ou eau de cristallisation liée chimiquement à la molécule et souvent difficile à enlever sans dénaturer le produit.
- ✓ L'eau d'adsorption : une substance placée dans une atmosphère à humidité relative déterminée acquiert une humidité en équilibre avec cette humidité atmosphérique.
- ✓ L'eau libre imprégnant les substances à sécher.

Selon les conditions opératoires, le séchage enlève l'eau libre et plus ou moins d'eau adsorbée.

#### Méthodes de séchage par l'air chaud

##### 1. Séchage à l'air libre

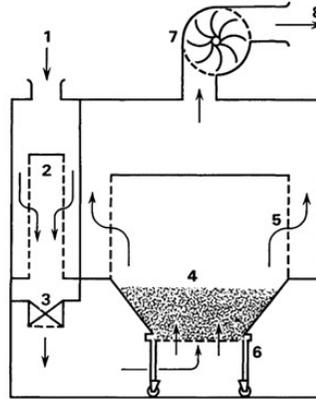
Il est réalisé pour les plantes dont les principes actifs ne sont pas fragiles. Il s'effectue dans des hangars bien aérés. Les substances à sécher sont déposées en couches peu épaisses sur des claies. Ce procédé est long et risque d'entraîner une dégradation et une pollution des produits.

## 2. Séchage par l'air chaud

Ce procédé convient aussi bien pour les poudres et les granulés que pour les plantes. Il est réalisé dans des séchoirs de deux types :

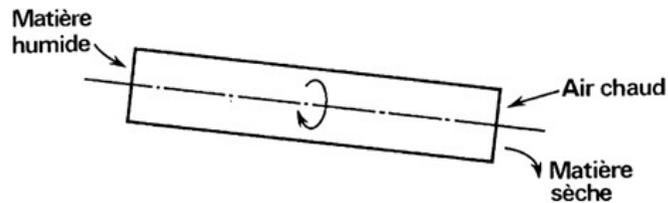
### a. Séchoirs discontinus

Reçoivent une charge complète de produit à dessécher. Dans le cas des séchoirs à lit fluidisé, le granulé ou la poudre se trouve dans un récipient dont le fond perforé est traversé de bas en haut par de l'air chaud. Ce courant d'air provoque un brassage de la masse humide jusqu'à dessiccation complète.



### b. séchoirs continus

La substance humide arrive de façon continue à une extrémité du séchoir et en sort sèche à l'autre extrémité. L'air chaud circule en sens inverse. La traversée du tunnel s'effectue soit sur des wagonnets porteurs de plateaux, soit sur une bande sans fin. L'air chaud circule en sens inverse de la matière à sécher.

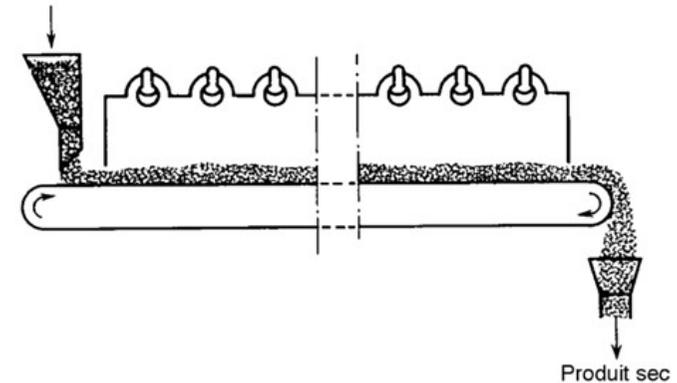


L'avantage de ces séchoirs, en plus de marcher en continu, aussi que la dessiccation s'y fait progressivement.

## 3. Infrarouge

Les longueurs d'onde les plus efficaces sont de 10 000 et 12 000 Å. Ici, ce sont les effets calorifiques du rayonnement infrarouge qui sont utilisés.

Les lampes utilisées sont des lampes à filament de tungstène avec cuivrage intérieur de la moitié supérieure de l'ampoule de façon à ce que le rayonnement soit orienté dans une seule direction. Elles sont placées à 30 cm environ du produit à dessécher. Le séchage peut se faire sur des plateaux ou dans un tunnel sur une bande sans fin.



## 4. Micro-ondes

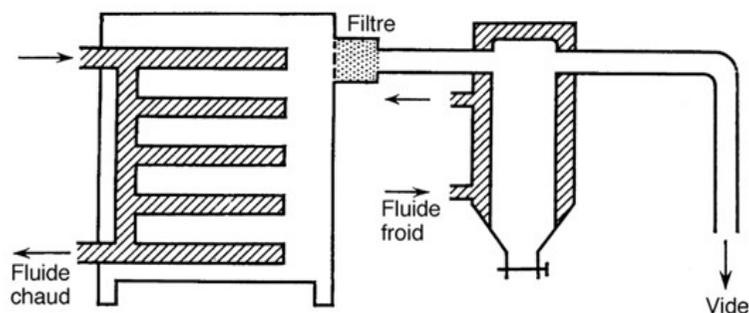
Le produit à sécher est placé dans un champ électrique alternatif de fréquence élevée de l'ordre de 2500 MHz. Les calories sont produites au sein de la matière à sécher, car l'énergie calorifique est provoquée par le mouvement des molécules polarisées.

Le récipient et l'air ambiant restent froids, tandis que l'eau chauffe facilement.

Ce procédé est rapide mais coûteux.

### 5. Sous vide

La dessiccation des produits pouvant s'altérer à la chaleur et au contact de l'air se fait en général sous vide. L'abaissement de la pression permet d'opérer à plus basse température.



### 6. Lyophilisation ou cryodessiccation

La lyophilisation est une technique de dessiccation par sublimation de la glace de solutions, de suspensions, de tissus animaux ou végétaux, etc. préalablement solidifiés par congélation.

Les conditions du procédé : basse température, pression réduite, absence de phase liquide intermédiaire éliminent en grande partie les facteurs d'altération et de dénaturation intervenant à des degrés divers dans les autres méthodes de dessiccation.

Le produit sec obtenu, de texture poreuse, friable, possède un caractère « lyophile », une avidité pour l'eau en particulier, qui permet une

reconstitution rapide et intégrale de la solution ou de la pseudosolution initiale. La lyophilisation est utilisée comme moyen de stabilisation et de conservation de corps ou de mélanges fragiles, de préparations aseptiques, de produits biologiques, etc.