

Lavage et essorage d'un solide

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 14 :

Cependant, les opérations de séparation et de purification (extraction liquide-liquide, distillation, recristallisation, filtration) sont souvent menées de manière très approximative sans que les lois physiques permettant leur compréhension et leur pilotage ne soient totalement maîtrisées. [...] De même les filtrations sont souvent mal menées. La réalisation d'une filtration sur Büchner nécessite de fixer la fiole à vide, d'humidifier le papier filtre, de transvaser la totalité du solide quitte à gratter avec une spatule ou à utiliser un peu de solvant, de couper l'aspiration lors du rinçage par des quantités modérées de solvant froid, de triturer le solide pour le sécher par aspiration puis de collecter quantitativement le solide.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 06 :

Pour les filtrations sur entonnoir de Buchner, les fioles à vide ne sont presque jamais fixées avec une pince. D'autre part, la technique de l'essorage n'est que très rarement appliquée alors que celle du lavage est très mal exécutée.

Pour rappel : la fiole à vide doit impérativement être fixée à l'aide d'une pince (3 doigts de préférence) ; le lavage doit être *exécuté après avoir cassé le vide et en triturant le solide dans le solvant de lavage avec une spatule, le vide est ensuite remis et après un essorage succinct l'opération est répétée* (le nombre de fois indiqué) ; l'essorage s'effectue *sous vide pendant plusieurs minutes en appuyant sur le solide avec une spatule*.

L'essorage est parfait éventuellement entre 2 feuilles de papier Joseph (cette opération n'intervient *qu'une fois le produit quasiment sec*).

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 12 :

La réalisation d'une filtration sur Büchner suppose de fixer la fiole à vide, d'humidifier le papier filtre, de transvaser la totalité du solide quitte à gratter avec une spatule ou à utiliser un peu de solvant, de couper l'aspiration lors du rinçage par des quantités modérées de solvant froid, de triturer le solide pour le sécher par aspiration puis de collecter quantitativement le solide.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 15 :

Lors d'une filtration sous vide, la fiole à vide, dont le nom n'est pas toujours connu des candidats, doit être fixée. Le vide doit être coupé lors du lavage d'un solide.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques des ENS 14 :

Il est assez courant d'observer des fioles à vide non fixées. Le lavage d'un solide sur un Büchner doit s'effectuer en triturant le solide dans le solvant de lavage refroidi, aspiration coupée. La plupart des candidats se contente de faire passer du solvant de lavage sous vide établi

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 12 :

Essorage sur Büchner : cette opération de base n'est connue par pratiquement aucun candidat. L'essorage consiste à éliminer mécaniquement la plus grande partie du solvant. Il est souvent confondu avec un séchage à l'étuve. Beaucoup de candidats «essorent» directement leur solide entre deux feuilles de papier joseph, ce qui est peu efficace et prend beaucoup de temps.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de l'X 14 :

La séparation des solides par filtration est en général correctement effectuée. Certains candidats oublient que cette opération doit être menée sous pression réduite [...]. Précisons néanmoins que les fioles à vide doivent être maintenues, et qu'un joint est nécessaire pour permettre un vide efficace ! D'autre part quand il est demandé de laver le solide obtenu par un solvant quelconque, ce lavage est plus efficace si le solide est trituré avec le solvant ce qui suppose de couper le vide avant de le remettre pour achever la filtration.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de CCP 14 + 15 :

Lavage et essorage sur Büchner : il s'agit de deux opérations de base qui ne sont connues par pratiquement aucun candidat. En effet rares ont été les candidats qui ont pensé à casser le vide durant le lavage sur büchner. Quant à l'essorage qui consiste à éliminer mécaniquement la plus grande partie du solvant, il est souvent confondu avec un séchage à l'étuve. Dans le meilleur des cas, les candidats ont essoré directement le solide entre deux feuilles de papier joseph, ce qui est peu efficace et prend beaucoup de temps.

Rapport de l'épreuve de travaux pratiques de Centrale 15 :

La méthode de séchage d'un solide à l'étuve est en général mal connue et mise en œuvre. Certains candidats mettent leur solide à l'étuve dans une boîte de Pétri fermée. La vérification du séchage à masse constante est très peu utilisée.