



Université Mohamed Khider - Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département de Génie Civil et Hydraulique



Matière: Méthode expérimentale
Master 1: Matériaux de construction

Analyse gravimétrique et volumétrique

Présentée par :
Dr. IZEMMOUREN Ouarda

Introduction



Analyse quantitative

L'analyse **quantitative** permet de déterminer la concentration des différents éléments, ou composés, recherchés. En chimie analytique, c'est la mesure des quantités d'éléments, ou de composés, présents dans un volume. Elle est en cela complémentaire de l'analyse **qualitative** où l'on cherche uniquement à déterminer si tel ou tel élément, ou composé, est ou non présent. Parmi les méthodes quantitatives: la méthode gravimétrique et volumétrique.

1. Analyse gravimétrique

Définition

Méthode d'analyse chimique quantitative qui permet de déterminer la masse ou la concentration d'une substance en mesurant une variation de masse. Le produit chimique qu'on souhaite quantifier est appelé *l'analyte*.

En chimie analytique, un analyte est la substance ou la quantité à déterminer d'une espèce chimique dans une analyse chimique

1. Analyse gravimétrique



On utilise l'analyse gravimétrique pour répondre aux questions suivantes :

- Quelle est **la concentration** de l'analyte en solution ?
- Quelle est **la pureté** de l'échantillon ? Ici, l'échantillon peut être un solide ou en solution.

1. Analyse gravimétrique



Il existe deux méthodes d'analyse gravimétrique: les méthodes par **volatilisation ou les méthodes par **précipitation**. Les deux reposent sur une modification de l'analyte pour le séparer du reste du mélange, provoquant ainsi une variation de la masse.**

1. Analyse gravimétrique



La gravimétrie par volatilisation permet de séparer les composants d'un mélange par chauffage ou par décomposition chimique de l'échantillon. Cela permet de séparer n'importe quel composé volatil. Soit le produit volatil est recueilli et analysé, soit la perte de masse de l'échantillon est déterminée.

1. Analyse gravimétrique



L'analyse ou ses produits de décompositions sont volatilisés par traitement chimique et ou thermique.

- a) Le produit volatil est collecté puis pesé.
- b) La quantité de produit volatil est déterminé indirectement par la perte de masse de l'échantillon.

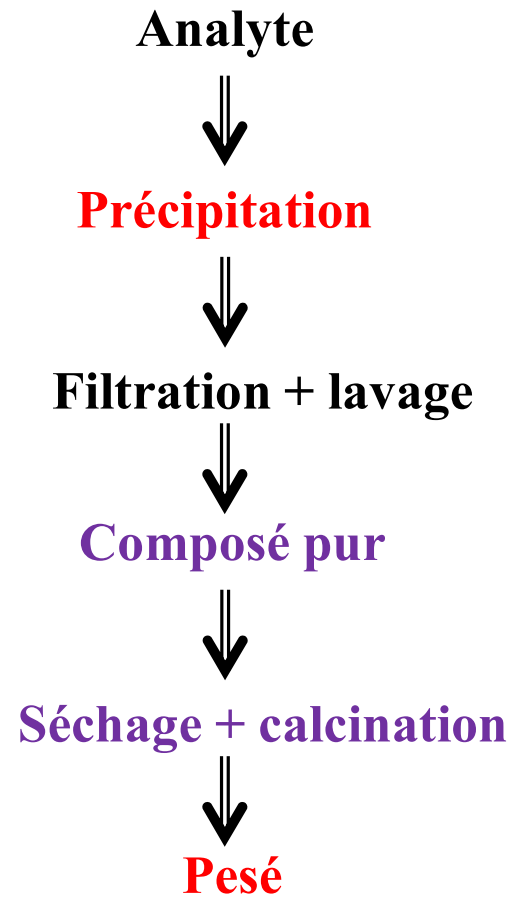
1. Analyse gravimétrique



La gravimétrie par précipitation permet de séparer plusieurs composants d'une solution par précipitation, c'est-à-dire en intégrant cette solution à un solide. L'analyte change alors d'état puisque il se trouve d'abord en solution puis réagit pour former un précipité solide. Le solide est séparé des composants liquides par filtration. La masse de solide formé permet de calculer la quantité ou la concentration de composés ioniques en solution.

1. Analyse gravimétrique

Analyse par
précipitation



1. Analyse gravimétrique



Espèce chimique aura les propriétés suivantes :

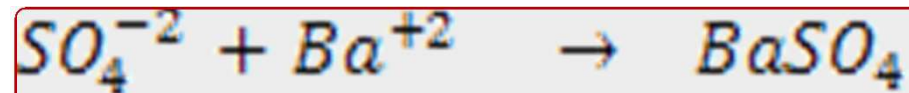
- elle ne sera pas soluble dans le milieu réactionnel.
- elle ne devra pas absorber d'autres ions, ni une quantité inconnue de solvant.
- pour faciliter la filtration, donc son isolation, elle devra bien cristalliser.

1. Analyse gravimétrique

Exemple: Détermination gravimétrique du dosage de sulfate dans le ciment (EN 196-2):

Principe:

Les ions sulfate mis en solution par attaque **chlorhydrique** du ciment sont précipités entre pH 1 et 1.5 par une solution de **chlorure de baryum (BaCl₂)**. L'opération est réalisée à ébullition.



Le dosage est exprimé en SO₃

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

Peser, à $1 \pm 0,0005$ g, $(1,00 \pm 0,05)$ g de ciment (m_9), disposer dans un bécher de 250 ml, ajouter 90 ml d'eau et, tout en agitant vigoureusement le mélange, **ajouter** 10 ml **d'acide chlorhydrique** concentré . **Chauffer** la solution doucement et écraser l'échantillon avec l'extrémité aplatie d'un agitateur en verre, jusqu'à la décomposition complète. Laisser digérer la solution pendant 15 min à une température juste au-dessous du point d'ébullition.

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

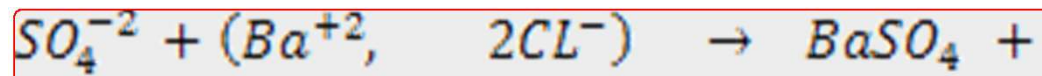
Filtrer le résidu sur un papier-filtre **moyen**, dans un bécher de 400 ml. Laver soigneusement à l'eau chaude jusqu'à la disparition totale des ions chlorure, vérifié par le test au nitrate d'argent.

Les papiers filtres utilisés doivent être sans cendre.
Les papiers filtres dont le diamètre moyen des pores est de l'ordre de 2 μm sont dits fins, ceux dont le diamètre moyen des pores est de l'ordre de 7 μm sont dits moyens et ceux dont le diamètre moyen des pores est de l'ordre de 20 μm sont dits lâches.

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

Essai au nitrate d'argent



Précipité



1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

Essai au nitrate d'argent



Après généralement cinq ou six lavages d'un précipité, rincer la base de la tige de l'entonnoir avec quelques gouttes d'eau. Laver le papier filtre et son contenu avec plusieurs millilitres d'eau et recueillir le filtrat dans un tube à essais. Ajouter quelques gouttes de la solution de nitrate d'argent. Contrôler l'absence de turbidité ou de précipité dans la solution. Dans le cas contraire, continuer le lavage en contrôlant périodiquement, jusqu'à ce que le test au nitrate d'argent soit **négatif**.

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

-Porter le volume à 250 ml environ. Si nécessaire, ajuster le pH de la solution à une valeur comprise entre 1,0 et 1,5 avec de l'acide perchlorique et dans le bocal pendant 5 min. Vérifier que la solution est limpide. Sinon, recommencer le dosage avec une nouvelle prise d'essai. Tout en agitant vigoureusement, maintenir la solution au point d'ébullition et ajouter, goutte à goutte, 10 ml de la solution de chlorure de baryum. chauffée juste au-dessous du point d'ébullition. Maintenir la solution juste au-dessous du point d'ébullition pendant au moins 30 min, en surveillant le volume qui doit être maintenu entre 225 ml et 250 ml. Laisser ensuite reposer le bécher couvert à température ambiante pendant 12 h à 24 h, avant le filtrage.

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

solution de chlorure de
baryum



Solution de chlorure de baryum. Dissoudre 120 g de chlorure de baryum ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et porter à 1 000 ml.

1. Analyse gravimétrique

Mode Opérateur

-Filtrer le précipité sur un papier-filtre fin, et laver à l'eau bouillante jusqu'à la disparition complète des ions chlorure, vérifiée par le test au nitrate d'argent.

-Calciner à $(950\text{ C}^\circ + 25)$, jusqu'à une masse constante.

En général, un temps de calcination de **15 min** est suffisant pour obtenir la masse constante.

1. Analyse gravimétrique

Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en sulfate, exprimée sous forme de SO_3 , en pourcentage, par la formule :

$$\text{SO}_3 = \frac{m_{10} \times 0,343 \times 100}{m_9} = 34,3 \times \frac{m_{10}}{m_9}$$

où :

m_9 : est la masse de la prise d'essai, en grammes ;

m_{10} : est la masse de sulfate de baryum, en grammes.

1. Analyse volumétrique



Principe

Cette méthode d'analyse est basée sur, la mesure exacte du volume de la solution du réactif, de la concentration et la préparation d'une solution titrée.

c'est à dire à une technique où la concentration d'une solution inconnue est déduite de la mesure d'un certain volume d'une autre solution de concentration connue.

1. Analyse volumétrique

Il s'agit de trouver
la concentration d'une substance **A** dans une solution **K**.

Pour cela, on provoque une réaction entre



la substance **A** présente dans **K**
La solution à titrer



et une autre espèce chimique **B**
d'une solution **E** « titrante »

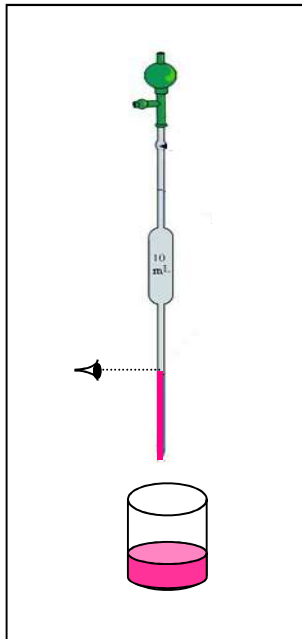


Cette réaction doit être complète et instantanée

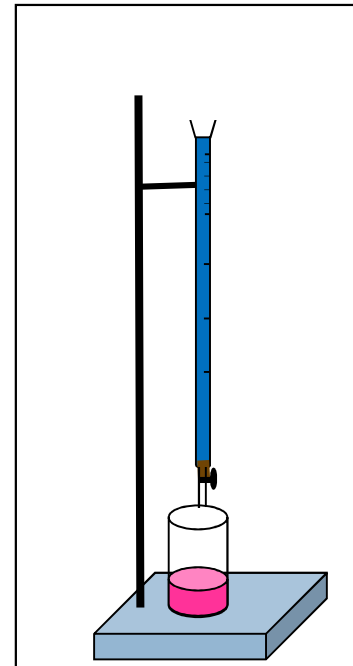
1. Analyse volumétrique

Soit $C_{A(S)}$ la concentration en substance **A** recherchée dans S

1. On place un **volume connu et précis** V_S de la solution S dans un bécher



2. On place la solution E contenant **B**, de **titre connu** ($C_{B(E)}$) dans une burette.
B réagit avec A selon une réaction connue

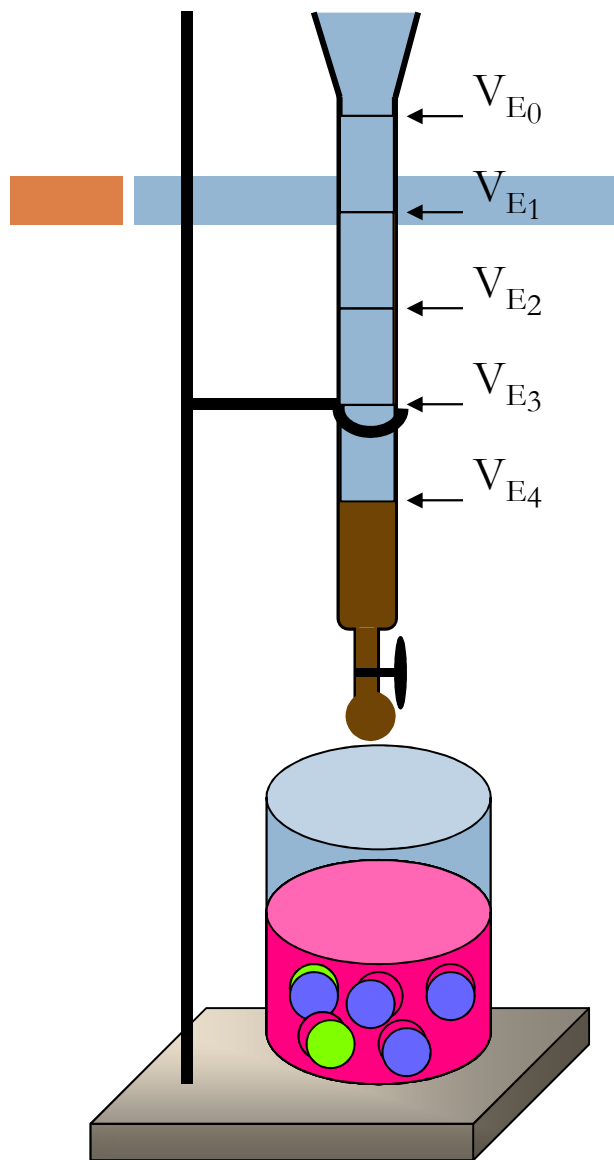


Solution E « titrante »

V_E mesuré
 $C_{B(E)}$ connue

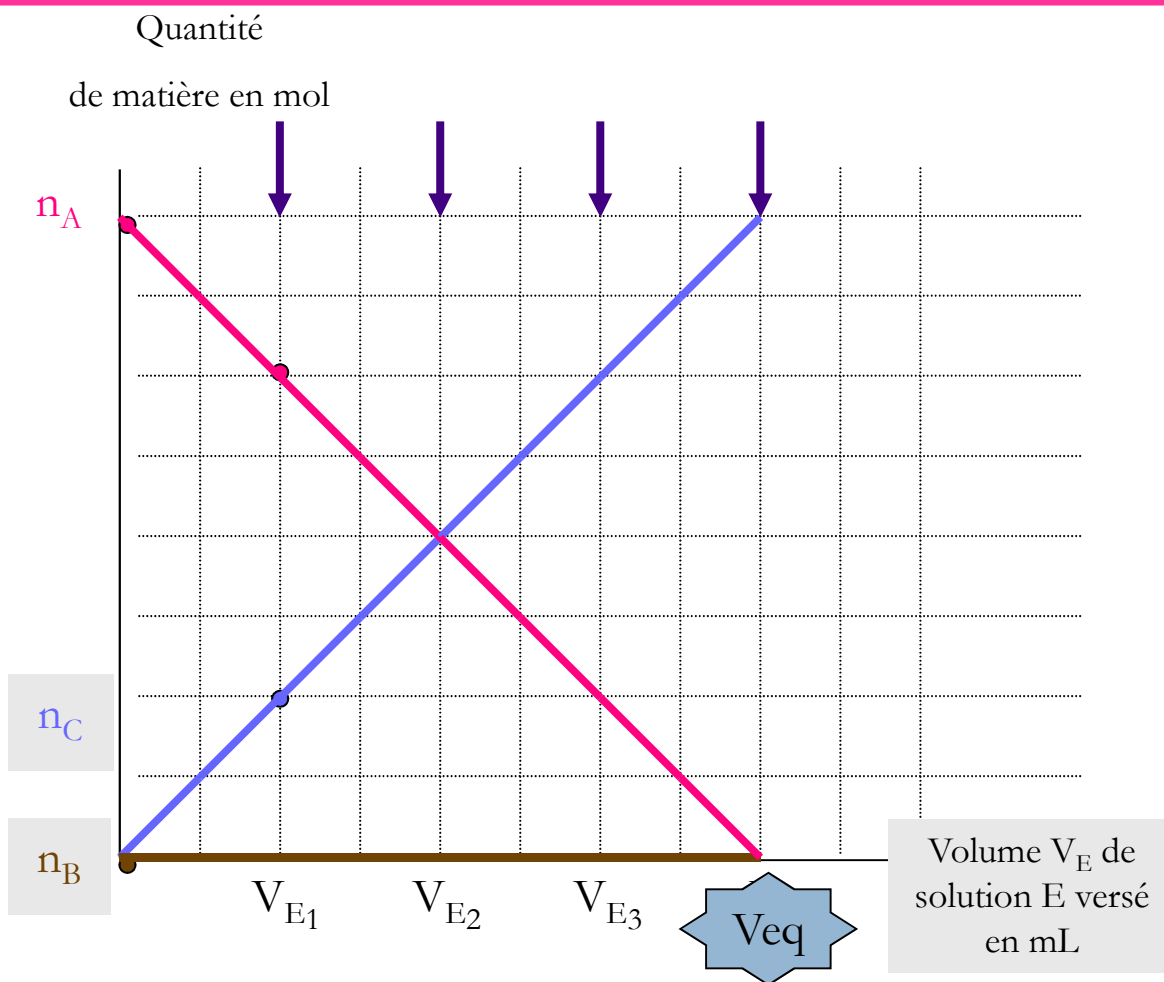
Solution S à
« titrer »

V_S connu
 $C_{A(S)}$ recherchée



La quantité de B versée a permis de transformer la totalité de **A** initialement présent dans le bécher : **c'est le point d'équivalence**

$$V_{E4} = V_{eq} \text{ tel que } C_{B(E)} V_{eq} = C_{A(S)} V_S$$



1. Analyse volumétrique

- La détermination de V_{eq} est simple si le contenu du bécher change de couleur au point d'équivalence

C'est ce que l'on observe parfois lorsque A, B et C sont de couleur différente

- Plus fréquemment, l'équivalence sera repérée par divers moyens
 - ▣ **indicateurs colorés : molécules qui changent de couleur au point d'équivalence**
 - ▣ **pH-mètre,**

1. Analyse volumétrique

L'équation de la réaction permet de définir les proportions stoechiométriques :

le nombre de moles du produit A qui réagit avec une mole du produit B

Reprenons notre exemple

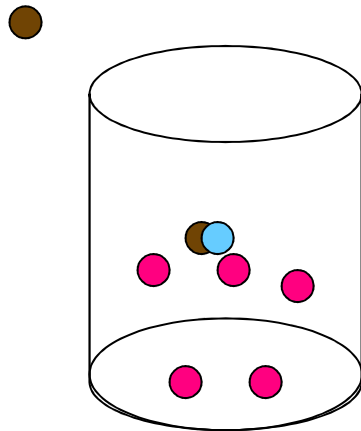


1 mole de A réagit avec 1 mole de B

On peut donc écrire

Conclusion

$$C_{A(S)} = \frac{(C_{B(E)} V_{eq})}{V_S}$$



Milieu réactionnel

Ce que l'on cherche

$$C_{A(S)} V_S = C_{B(E)} V_{Eq}$$

Connu

Déterminé expérimentalement

1. Analyse volumétrique



A l'équivalence, on peut alors écrire l'équation suivante

$$\frac{n_A \text{ initialement présent dans } S}{x} = \frac{n_B \text{ versé à l'équivalence}}{y}$$

D'où

Conclusion

$$C_{A(S)} = \frac{x}{y} \left[\frac{(C_{B(E)} V_{eq})}{V_S} \right]$$