

- **Introduction**

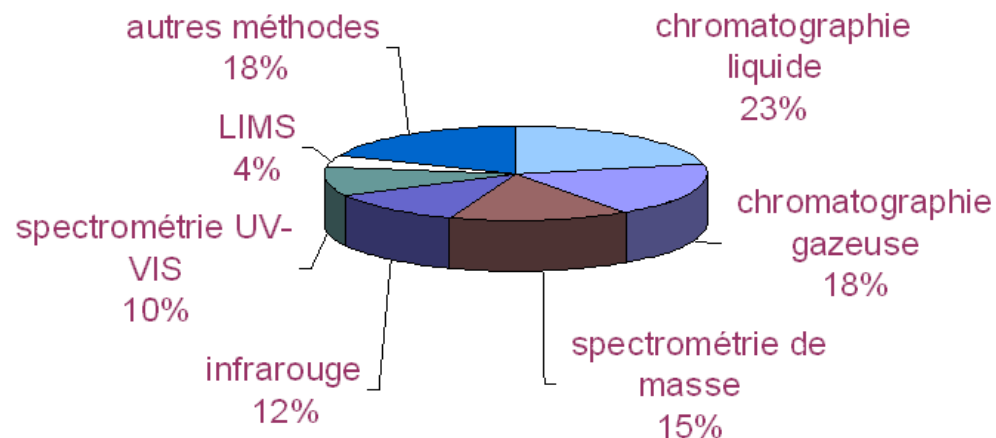
La chimie instrumentale est la science qui permet de connaître les méthodes instrumentales susceptibles de comprendre les différents problèmes d'analyse et d'apprécier la justesse d'une méthode analytique. Ceci demande l'étude de la *Chimie Analytique*.

La *chimie analytique* est une science proche de la chimie physique. Elle se rapporte à l'étude du comportement chimique et physique des composés purs ou en solution soumis à diverses conditions.

D'ailleurs, l'*Encyclopaedia universalis* définit la Chimie Analytique comme suit:
« *La Chimie Analytique est la branche de la chimie qui a pour but l'identification, la caractérisation et la quantification des substances chimiques ainsi que le développement des méthodes nécessaires à cette analyse. Elle s'intéresse également à la compréhension des phénomènes mis en jeu dans les processus et les techniques d'analyse afin de pouvoir sans cesse les améliorer* ».

Cette définition souligne le rôle incontournable de cette discipline pour maîtriser ***la qualité*** dans des domaines aussi divers que ceux de la santé, l'agroalimentaire et l'environnement. Cet aspect réduit de la chimie analytique n'est autre que l'*analyse chimique* qui rassemble toutes les méthodes et procédés permettant de résoudre les problèmes concrets d'analyse. Le terme *chimique* rappelle qu'il s'agit de l'analyse des *éléments chimiques* et des *composés définis* qui en dérivent.

chiffre d'affaire mondial de l'instrumentation d'analyse moléculaire



En analyse chimique, il est d'usage de distinguer deux catégories de méthodes :

◆ La première regroupe les méthodes chimiques proprement dites qui mettent en jeu les propriétés *chimiques* pour obtenir l'information chimique sur la matière traitée ;

◆ et la seconde, dorénavant comprend les méthodes *physiques* et *physico-chimiques* utilisant des propriétés particulières de la matière pour aboutir à des mesures en relation avec cette même information chimique.



❖ Pour mener à bien ces études, l'analyste doit être formé aux différentes techniques.

❖ Il doit être expert et connaître les concepts de base de la chimie, sachant qu'il arrive souvent qu'un composé puisse être dosé par des méthodes différentes.

❖ Choisir une bonne méthode, et si possible la meilleure, exige la connaissance de beaucoup de paramètres. On doit se poser tout un ensemble de questions :

➡ de quel type d'échantillon s'agit-il (acier, terre, eau...) ?

➡ est-ce un constituant majeur, mineur ou à l'état de trace (moins de 0,01%) ?

➡ s'agit-il d'une analyse partielle ou complète de l'échantillon ?

- ➡ l'échantillon doit-il être récupéré après la mesure ?
- ➡ l'analyse demandée est-elle unique ou sera-t-elle répétitive?
- ➡ quel est le degré de précision nécessaire ?
- ➡ quelle est la fiabilité des résultats de la méthode envisagée ?
- ➡ quelles sont les conséquences d'erreurs possibles ?
- ➡ dispose-t-on du personnel compétent pour mener à bien l'analyse ?
- ➡ quel sera le coût de l'analyse ?
- ➡ quel est le laps de temps dont on dispose pour fournir le résultat ?

CHAPITRE 1

LES OUTILS DE LA CHIMIE ANALYTIQUE

I- GÉNÉRALITÉS

I.1- Qu'est ce que la chimie analytique (CA)?

C'est la branche de la chimie qui concerne *l'analyse chimique (AC)* des produits, c-à-d l'identification (*analyse qualitative*) et le dosage (*analyse quantitative*) de substances chimiques connues ou non appelées **analytes**.

Le champ de la **CA** est très vaste et couvre toute une gamme de techniques et de *méthodes* manuelles, *chimiques* et *instrumentales*.

L'analyse qualitative permet de préciser la nature des impuretés présentes dans un échantillon donné ou confirmer l'absence de certaines impuretés.

L'analyse quantitative consiste à déterminer les proportions dans lesquelles se trouvent tous les constituants ou certains d'entre eux en particulier.

I.2- Applications

En **santé**, on se sert de l'**AC** comme aide au diagnostic ou pour suivre l'évolution de l'état des malades.

En **agriculture**, les analyses de sols servent à déterminer leur teneur en nutriments essentiels et d'éléments favorables à une bonne croissance végétale afin de choisir la nature du fertilisant et l'amendement nécessaire.

I.3- Étapes de l'analyse

Même pour une seule substance, une **AC** complète implique une série d'opérations dans le cadre d'un protocole expérimental.

La validité et l'efficacité de chacune ont été soigneusement étudiées afin de réduire au maximum les erreurs et d'obtenir des résultats à la fois **justes** et **reproductibles**.

Étapes d'une analyse chimique

Étapes	Exemples d'opérations
1. Échantillonnage	Dépend de la taille et de la nature physique de l'échantillon
2. Préparation de l'échantillon analytique	Réduction de la taille de la particule, mélange pour assurer l'homogénéité, séchage, mesure de la masse ou du volume de l'échantillon
3. Dissolution de l'échantillon	Chauffage, calcination, fusion, utilisation de solvant(s), dilution
4. Élimination des espèces interférant avec l'analyte	Filtration, extraction par un solvant, séparation chromatographique sur résine échangeuse d'ions
5. Mesure de l'échantillon et contrôle des facteurs instrumentaux	Mise de l'appareil à des conditions standard, étalonnage, optimisation, mesure du temps de réponse; absorbance, signal d'émission, potentiel, intensité du courant
6. Résultat(s)	Calcul des résultats de l'analyse et examen statistique de la qualité des données
7. Présentation des données	Impression des résultats, représentations graphiques, sauvegarde de données (archivage)

I.4- Choix de la méthode

Parmi les facteurs importants à prendre en compte lors du choix d'une méthode d'analyse, on considère :

- la nature de l'information recherchée,
- la taille de l'échantillon disponible et la proportion du constituant à analyser,
- le but pour lequel les données analytiques sont requises.

Les analyses quantitatives chimiques peuvent être classées en 4 catégories suivant les données qu'elles fournissent:

1. L'analyse élémentaire permet de déterminer la quantité de chacun des éléments d'un échantillon mais pas l'état dans lequel il se trouve.
2. L'analyse partielle permet de doser certains constituants particuliers de l'échantillon.
3. L'analyse de traces est un type d'analyse partielle appliqué à des constituants présents en quantités très minimes.
4. L'analyse complète permet de déterminer les proportions de tous les constituants de l'échantillon.

Les méthodes analytiques peuvent être classées sur la base de la taille de l'échantillon:

- **macro**, pour $m \geq 0,1 \text{ g}$
- **méso** (semi-micro) pour $10^{-2} \text{ g} \leq m \leq 10^{-1} \text{ g}$
- **micro** pour $10^{-3} \text{ g} \leq m \leq 10^{-2} \text{ g}$
- **submicro** pour $10^{-4} \text{ g} \leq m \leq 10^{-3} \text{ g}$
- **ultramicro** pour $m \leq 10^{-4} \text{ g}$
- **traces** pour $10^2 \leq m \leq 10^4 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ (de 100 à 10000 ppm)
- **microtraces** pour $10^{-1} \leq m \leq 10^2 \text{ pg} \cdot \text{g}^{-1}$ (10^{-7} à 10^{-4} ppm)
- **nanotracés** pour $10^{-1} \leq m \leq 10^2 \text{ fg} \cdot \text{g}^{-1}$ (10^{-10} à 10^{-7} ppm)

I.5- Recherche documentaire

Pour mettre au point des analyses entièrement nouvelles on recherchera les données déjà publiées dans la littérature chimique.



Consultation d'ouvrages de référence ; ou bien un abrégé de méthodes.

I.6- Analyse quantitative

Les techniques principales de l'analyse quantitative s'appuient sur

- le caractère quantitatif de réactions chimiques appropriées avec, soit la mesure de la quantité de réactif nécessaire pour avoir une réaction complète, soit celle de la quantité de produit final obtenu;
- des mesures électriques (potentiométriques, par exemple) ;

- la mesure de certaines propriétés spectroscopiques (spectres d'absorption, par exemple)
- la mesure de la vitesse de migration caractéristique d'une espèce dans un milieu défini et dans des conditions contrôlées (électrophorèse par exemple).

C'est sur le caractère quantitatif de certaines réactions chimiques que reposent les méthodes classiques d'analyse chimique (gravimétrie et titrimétrie).

En analyse gravimétrique, la substance à doser est convertie en un précipité insoluble que l'on recueille et que l'on pèse.

En analyse titrimétrique (volumétrie), on fait réagir la substance titrée avec un réactif approprié, ajouté sous forme de solution étalon (titre connu), et l'on mesure le volume de solution nécessaire pour que la réaction soit complète.

Les réactions les plus courantes de la titrimétrie sont les réactions de neutralisation **acide-base**, de formation de **complexe**, de **précipitation** et d'**oxydo-réduction**.

Les méthodes électrochimiques d'analyse (à l'exception de l'électrogravimétrie) impliquent la mesure de l'intensité d'un courant, d'une tension ou d'une résistance, quantités liées à la concentration d'une espèce donnée en solution.

Les méthodes spectroscopiques d'analyse reposent sur la mesure du flux énergétique d'une radiation de longueur d'onde donnée, absorbée par l'échantillon, ou sur celle du flux énergétique d'une radiation de longueur d'onde donnée qu'il émet.

Les méthodes spectroscopiques d'absorption sont habituellement classées d'après la longueur d'onde, en spectrophotométrie dans le visible (colorimétrie), l'ultraviolet ou l'infrarouge.

I.7- Analyse des données

Comme pour toute mesure physique, tout résultat est assorti d'un certain degré d'**incertitude**, dont il convient d'établir l'ordre de grandeur pour que les résultats aient un sens.



Il faut indiquer la précision des résultats, c.-à-d. dans quelle mesure ils sont **reproductibles**.

Cette précision s'exprime généralement à partir des différences entre les valeurs expérimentales et la valeur **moyenne** de tous les **résultats**.

La différence entre la plus élevée et la plus faible d'une série de valeurs est appelée **dispersion**.

La dispersion donne une indication de la précision des mesures, mais celle-ci est surtout caractérisée par l'**écart-type** et la **variance**.

II- PRODUITS CHIMIQUES, EQUIPEMENT DE BASE ET OPERATION UNITAIRE DE CHIMIE ANALYTIQUE

La **CA** se base sur un ensemble d'*opérations* et d'*appareillages* qui sont nécessaires au travail de laboratoire.

II.1- Choix et manipulation des produits chimiques

La pureté des réactifs utilisés détermine l'*exactitude* que l'on peut attendre de toute analyse.



Il est essentiel que la qualité d'un réactif réponde à l'usage auquel il est destiné.

II.1.1- Classification des produits chimiques

a- Qualité « pour analyse »

Les produits « pour analyse » sont conformes aux normes minimales établies par les *organisme spécialisés*.

Certains fournisseurs indiquent les *limites maximales d'impuretés* permises par les normes, alors que d'autres donnent les *teneurs* réelles des diverses *impuretés* présentes.

b- Réactifs chimiques à usage particulier

On peut également se procurer des produits chimiques préparés pour des applications spécifiques (solvants pour HPLC).

Des informations appropriées relatives à leur utilisation sont jointes à ces réactifs.

II.1.2- Règles de manipulation des réactifs et des solutions

Pour prévenir toute contamination accidentelle des réactifs et des solutions, observez les règles suivantes :

1. Choisissez la meilleure qualité des produits pour analyse. Lorsque c'est possible, prenez le plus petit flacon contenant la quantité souhaitée.

2. Refermez chaque flacon *immédiatement après le prélèvement du réactif* ; ne vous reposez pas sur quelqu'un d'autre pour le faire.
3. Gardez en main les bouchons des flacons de réactif ; ne déposez jamais un bouchon sur un plan de travail.
4. *Sauf spécification contraire, ne remettez jamais de réactif prélevé en excès dans le flacon d'origine. Cette perte est largement compensée par le risque de contaminer la totalité du flacon.*
5. Sauf indication contraire, n'introduisez jamais de spatule, de cuillère ou de couteau dans un flacon qui contient un produit solide.
 - Il est préférable de secouer vigoureusement le flacon fermé ou de le tapoter sur une table en bois pour fragmenter les incrustations éventuelles, et de déverser ensuite la quantité souhaitée.
 - Si cette méthode est malgré tout inefficace, utilisez une cuillère en porcelaine bien nettoyée.

6. Gardez l'étagère à réactifs et la balance de laboratoire dans un état de propreté parfaite. Nettoyez immédiatement toute salissure.
7. Utilisez des récipients adéquats pour récupérer les excédents de réactifs et de solutions.

II.2- Nettoyage et marquage du matériel de laboratoire

Chaque bécher, fiole ou creuset destiné à contenir l'échantillon doit être soigneusement nettoyé avant utilisation.

Il faut laver l'appareillage avec une solution chaude de détergent puis le rincer, d'abord avec de grandes quantités d'eau du robinet et finalement avec plusieurs petites portions d'eau désionisée.

Une verrerie convenablement nettoyée doit pouvoir être uniformément mouillée par un film continu d'eau.

L'emploi d'un solvant organique, comme le benzène ou l'acétone, permet d'enlever les films de graisse.

II.3- Évaporation des liquides

Il est souvent nécessaire de réduire le volume d'une solution qui contient un soluté non volatil.

Certaines espèces indésirables peuvent être éliminées par évaporation:

- On peut chasser les chlorures et nitrate d'une solution en y ajoutant H_2SO_4 et en évaporant jusqu'à ce qu'il y ait dégagement d'importantes fumées blanches de SO_3 (cette opération doit être menée sous hotte).
- l'urée permet d'éliminer l'ion nitrate et les oxydes d'azote à partir de solutions acides.
- les constituants organiques d'une solution s'éliminent fréquemment par addition de H_2SO_4 et chauffage jusqu'à l'apparition des fumées de SO_3 (sous hotte). On appelle ce processus **minéralisation par voie humide**.

II.4- Mesure de la masse

Les **balances analytiques (BAs)** sont des instruments hautement sensibles conçus pour mesurer la masse avec exactitude.

Les **BAs** ont un paravent ou une chambre de pesée pour que les petits échantillons ne soient pas affectés par les ***courants d'air***.

Les **BAs** doivent être supervisée avec attention et calibrée fréquemment.

La plupart des **BAs** ont le calibrage motorisé interne automatique et le calibrage externe avec des masses de calibrage.

Balance analytique



Masses de calibrage

II.4.1- Règles d'utilisation d'une balance analytique

1. Centrez le mieux possible la charge sur le plateau.
2. Protégez la balance de la corrosion. Les objets à poser sur le plateau doivent être en métaux inertes, en plastiques non réactifs ou en matériaux vitreux.
3. Prenez des précaution spéciales pour peser les liquides.
4. Consultez l'assistant si la balance semble dérégulée.
5. Maintenez la balance dans un état de propreté rigoureux.
Utilisez une brosse en poil de chameau pour éliminer les poussières et tout produit renversé.
6. Avant de le peser, laissez refroidir à la température ambiante tout objet qui a dû être chauffé.
7. Utilisez des pinces, des gants ou des bandes de papier cristal pour manipuler les objets secs et éviter d'y déposer des traces de doigts.

II.4.2- Sources d'erreurs de pesée

a- Poussée d'Archimède (PA)

Une erreur due à la **PA** affecte la mesure de la masse de tout objet dont la densité diffère significativement de celle des poids étalons.

Cette erreur trouve son origine dans la différence des forces de poussée exercées par le milieu (l'air) sur l'objet et sur les poids.

Pour les balances électroniques, la correction d'Archimède peut s'effectuer à l'aide de l'équation

$$m_1 = m_2 + m_2 \left(\frac{d_{\text{air}}}{d_{\text{objet}}} - \frac{d_{\text{air}}}{d_{\text{poids}}} \right) \quad (*)$$

où m_1 est la masse corrigée de l'objet,

m_2 est la masse apparente de l'objet,

d_{objet} la masse volumique de l'objet,

d_{poids} la masse volumique des poids,

d_{air} la masse volumique de l'air déplacé par les masses et l'objet.

La valeur de d_{air} est de $0,0012 \text{ g} / \text{cm}^3$.

b- Effets de la température

Si l'on pèse un objet dont la température diffère de celle du milieu ambiant, il peut en résulter une erreur significative.

Les erreurs dues à la différence de température ont 2 origines:

- les courants de convection dans l'enceinte de la balance exercent un effet de poussée sur le plateau et l'objet.
- l'air chaud piégé dans un récipient fermé pèse moins que le même volume d'air à une température plus basse.

Ces 2 effets conduisent à une valeur trop faible de la masse apparente de l'objet.

Les objets chauds doivent toujours être refroidis à la température ambiante avant d'être pesés.

II.5- Équipement et manipulations associés à la pesée

La 1^{ère} étape d'une analyse consiste à sécher l'échantillon de manière à ce que les résultats ne soient pas faussés par le taux d'humidité ambiante.

Un échantillon, un précipité ou un récipient est amené à poids constant par une suite d'opérations comprenant chauffage (généralement d'au moins une heure) à une température adéquate, refroidissement et pesée.

Cette séquence est répétée jusqu'à ce que l'on obtienne deux masses successives qui ne diffèrent pas de plus de 0,2 à 0,3 mg.

II.5.1- Pèse-filtres

Les pèse-filtres sont des récipients utilisés pour sécher et conserver des solides.



II.5.2- Dessiccateurs et les desséchants

Pour minimiser la réabsorption d'humidité durant leur refroidissement, les matériaux séchés sont entreposés dans un **dessiccateur**.



II.6- Filtration et calcination des solides

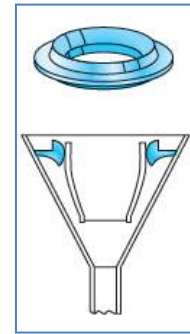
II.6.1- Appareillage

a- Creusets simples

Les creusets en porcelaine, en oxyde d'aluminium, en silice et en platine conservent une masse constante et sont utilisés principalement pour amener les précipités dans l'état où ils doivent être pesés.

b- Creusets filtrants

Les creusets filtrants servent non seulement de récipients, mais également de filtres.



On utilise le vide pour accélérer la filtration.



Système de filtration sous vide.

c- Papier-filtre

Tous les papiers ont tendance à absorber l'humidité atmosphérique.



Il est nécessaire de détruire le papier par calcination avant de peser le précipité recueilli.

II.6.2- Filtration et calcination des précipités

a- Préparation des creusets

Le creuset est d'abord soigneusement nettoyé et soumis au même régime de chauffage et de refroidissement que celui que requiert le précipité.

Ces opérations sont répétées jusqu'à l'obtention d'une masse constante, c.-à-d. jusqu'à ce que les pesées successives ne diffèrent pas de plus de **0,3 mg**.

b- Filtration et lavage des précipités

La filtration d'un précipité analytique comporte 3 étapes : la **décantation**, le **lavage** et le **transfert**.

Lors de la décantation, on fait passer sur le filtre le plus possible de liquide surnageant sans perturber le précipité accumulé au fond du bécher où il s'est formé.

Cette procédure accélère la vitesse globale de filtration en retardant le moment où les pores du filtre se colmatent.

Le liquide de lavage est ensuite ajouté dans le bécher où il est intimement mélangé avec le précipité.

On laisse sédimenter le solide, puis le liquide surnageant est également déversé sur le filtre.



La plus grande partie du précipité est transférée du bécher sur le filtre à l'aide de jets de liquide de lavage.

Comme dans la décantation et le lavage, l'écoulement s'effectue le long d'une baguette en verre.



II.7- Mesure du volume

Dans beaucoup de méthodes analytiques, la mesure précise du volume est aussi importante que la mesure précise de la masse.

$$1 \text{ L} = 1 \text{ dm}^3$$

$$1 \text{ mL} = 0,001 \text{ L}$$

$$1 \text{ }\mu\text{L} = 10^{-6} \text{ L} = 10^{-3} \text{ mL}$$

II.7.1- Appareillage pour la mesure précise des volumes

La mesure précise d'un volume s'effectue à l'aide d'une ***pipette***, d'une ***burette*** ou d'une ***fiolle jaugée***.

a- Pipettes

Plusieurs types différents de pipettes sont disponibles.



Deux exemples de pipettes volumétriques de 10 mL.

Les pipettes permettent de transférer des volumes exactement connus et précis d'un récipient à un autre.

Une pipette de transfert livrant moins de 100 mL est généralement exacte au centième d'un mL.

Les pipettes de transfert plus grandes sont exactes au dixième de mL.

Par exemple, la pipette de transfert de 10 mL fournira 10,00 mL avec une précision de $\pm 0,02$ mL.

Toutes les pipettes jaugées et graduées sont d'abord remplies jusqu'au trait, mais la manière d'effectuer le transfert dépend du type de pipette.

Les micropipettes numériques délivrent des volumes contrôlables de liquide de l'ordre du microlitre.



b- Burettes

Les burettes permettent de délivrer n'importe quel volume inférieur ou égal à leur capacité maximale.

Une burette est constituée d'un tube calibré qui contient la solution titrante et d'un dispositif de contrôle de l'écoulement de la solution.



Certaines solutions, notamment les bases, peuvent entraîner à la longue le blocage du robinet ; un rinçage soigneux est donc nécessaire après chaque utilisation.

c- Fioles jaugées

Les fioles jaugées ont des capacités comprises entre 5 mL et 5 L et sont usuellement étalonnées *pour contenir un volume spécifié lorsqu'elles sont remplies jusqu'au trait gravé sur leur col.*



Elles sont utilisées pour préparer les solutions étalons et pour amener des échantillons à volume fixe avant d'en prélever des prises à l'aide d'une pipette.

II.7.2- Utilisation du matériel jaugé

Un degré de propreté identique est requis au laboratoire afin que ces traits correspondent au volume indiqué.

Un film continu de liquide ne se forme que sur une surface de verre propre.

La saleté ou la graisse entraînent la rupture de ce film, donc, la présence de gouttelettes est l'indication certaine d'une surface qui n'est pas propre.

Nettoyage

Un bref trempage dans une solution chaude de détergent suffit généralement à éliminer la graisse et la saleté responsables de la rupture du film d'eau.

Après nettoyage, il faut rincer la verrerie à fond à l'eau de robinet, puis avec trois ou quatre portions d'eau distillée.

L'erreur de parallaxe

La surface supérieure d'un liquide enfermé dans un tube étroit présente une courbure appelée **ménisque**.

On utilise la partie inférieure du ménisque comme point de repère lors de l'étalonnage et de l'utilisation de la verrerie jaugée.



II.7.3- Règles d'utilisation d'une pipette

Le liquide est aspiré dans la pipette par application d'un léger vide. N'aspirez jamais avec la bouche en raison du risque d'absorption accidentelle du liquide à prélever ; utilisez plutôt une poire.

Le rôle des 3 valves est le suivant : (A) permet de charger la propipette (elle est mise en dépression en appuyant sur le corps), (S) permet de remplir la pipette par aspiration et (E) de la vider.



II.7.4- Règles d'utilisation d'une burette

Nettoyage

Nettoyez soigneusement le tube de la burette avec du détergent et un goupillon.



Rincez soigneusement à l'eau de distribution et ensuite à l'eau distillée. Vérifiez l'intégrité du film liquide. Répétez le traitement si nécessaire.

Graissage d'un robinet en verre

Éliminez soigneusement toute trace de graisse résiduelle de la carotte en verre et de son siège à l'aide d'une serviette en papier, et séchez complètement les 2 parties.

Graissez légèrement la carotte en évitant la zone adjacente à la lumière.

Placez la carotte dans le siège et tournez-la plusieurs fois en exerçant une légère pression.

Remplissage

- Vérifier si le robinet est bien fermé. Verser 5 à 10 ml de la solution titrante et faire tourner la burette sur elle-même afin d'en mouiller complètement l'intérieur.
- Laisser s'écouler le liquide par l'embout. Répétez cette opération deux fois. Remplir ensuite la burette jusqu'au dessus du trait zéro.
- Éliminez les bulles d'air contenues dans l'embout en actionnant rapidement le robinet et en faisant ainsi s'écouler de petites quantités de solution.
- Enfin, amenez le niveau du liquide en face du trait zéro. Attendez (≈ 1 min) que le drainage soit terminé et notez le volume initial à $\pm 0,01$ ml.
- Vérifiez si la pointe de la burette est bien située à l'intérieur du flacon du titrage.



Méthode de manipulation du robinet

- Ajouter le titrant par fractions d'environ 1 ml et agitez continuellement afin d'assurer un mélange efficace.
- Réduisez les volumes ajoutés au fur et à mesure de l'avancement du titrage ; ajoutez la solution titrante goutte à goutte au voisinage immédiat du point de fin de titrage.
- Lorsqu'il ne manque plus que quelques gouttes, rincez les parois du récipient. Attendez 30 s avant de terminer le titrage. Notez le volume final $\pm 0,001$ ml.

II.7.5- Règles d'utilisation d'une fiole jaugée

- Après transvasement du soluté, remplissez à moitié la fiole jaugée et agitez son contenu afin d'accélérer la dissolution. Rajoutez du solvant et mélangez bien.
- Amenez le niveau du liquide presque au trait et laissez se terminer le drainage (± 1 min) ; utilisez alors un compte-gouttes pour l'addition finale du solvant jusqu'au trait. Bouchez soigneusement la fiole et renversez-la plusieurs fois sur elle-même afin d'obtenir un mélange parfait.

III- CALCULS UTILISES EN CHIMIE ANALYTIQUE

III.1- Quelques unités de mesure importantes

Ce système est basé sur les 7 unités de base fondamentales:

Grandeur physique	Nom de l'unité	Symbole de l'unité
courant électrique	ampère	A
intensité lumineuse	candela	cd
longueur	mètre	m
masse	kilogramme	kg
quantité de matière	mole	mol
température	kelvin	K
temps, durée	seconde	s

De nombreuses unités utiles, telles que volts, hertz, coulombs et joules, sont dérivées de ces unités de base.

Pour exprimer de petites ou grandes quantités mesurées en quelques chiffres simples, des préfixes sont utilisés avec ces unités de base et d'autres unités dérivées:

Puissance de 10	Préfixe	Symbole
10^{24}	yotta	Y
10^{21}	zetta	Z
10^{18}	exa	E
10^{15}	péta	P
10^{12}	téra	T
10^9	giga	G
10^6	méga	M
10^3	kilo	k
10^2	hecto	h
10^1	déca	da

Puissance de 10	Préfixe	Symbole
10^{-1}	déci	d
10^{-2}	centi	c
10^{-3}	milli	m
10^{-6}	micro	μ
10^{-9}	nano	n
10^{-12}	pico	p
10^{-15}	femto	f
10^{-18}	atto	a
10^{-21}	zepto	z
10^{-24}	yocto	y

Ces préfixes multiplient l'unité par diverses puissances de 10.

En chimie analytique, nous déterminons souvent la quantité d'espèces chimiques à partir des mesures de masse. Pour de telles mesures, les unités métriques de kilogrammes (kg), grammes (g), milligrammes (mg) ou des microgrammes (μg) sont utilisés.

Les volumes de liquides sont mesurés en unités de litres (L), en millilitres (mL), et parfois en microlitres (μL).

Le litre, l'unité SI de volume, est défini comme exactement 10^{-3} m^3 .

Le millilitre est défini comme 10^{-6} m^3 , ou 1 cm^3 .

III.2- Différence entre masse et poids

III.2.1- Masse

La masse d'un objet mesure simplement la quantité de matière contenue dans cet objet c.-à-d. la masse des particules qui constituent cet objet (atomes ou molécules).

Cette quantité de matière (donc la masse) sera la même quel que soit l'endroit où se trouve l'objet dans l'univers.

III.2.2- Poids

Le poids mesure la force d'attraction qu'exerce un astre sur un objet et cette force d'attraction sera d'autant plus grande que cet astre aura une masse élevée.

Donc, le poids d'un objet varie dans l'univers et dépend de l'astre où il se trouve.

Masse et poids sont reliées l'une à l'autre par la relation

$$\text{Poids} = \text{Masse} \times g$$

où g représente l'accélération de la pesanteur qui a une valeur différente selon l'astre où l'on se trouve .

L'accélération de pesanteur sur la Terre est environ 6 fois plus grand que celle sur la Lune c.-à-d. que la Terre attirera les objets 6 fois plus vers elle que la Lune et que leur poids sera 6 fois plus grand sur la Terre que sur la Lune.

En chimie analytique on emploie la masse plutôt que le poids pour décrire les quantités de substances.

III.3- Mole et millimole

La mole est l'unité SI pour la quantité d'une espèce chimique.

Elle est associée à une formule chimique et représente le nombre d'Avogadro ($6,022 \times 10^{23}$) de particules représentées par cette formule.

La masse molaire d'une substance est la masse en grammes de mole de cette substance.

Les masses molaires sont calculées en additionnant les masses atomiques de tous les atomes apparaissant dans une formule chimique.

Parfois, il est plus commode de faire des calculs avec des millimoles (mmole) plutôt que des moles.

Le millimole est 1/1000 d'une mole.

Calcul de la quantité d'une substance en moles ou millimoles

L'exemple qui suit illustre comment le nombre de moles ou millimoles d'une espèce peut être déterminé à partir de sa masse en grammes.

Exemple 1

Combien de moles et millimoles d'acide benzoïque ($M = 122,1 \text{ g / mol}$) sont contenus dans 2,00 g de l'acide pur?

Si l'on utilise HBz pour représenter l'acide benzoïque, on peut écrire que 1 mol de HBz a une masse de 122,1 g. Ainsi la quantité de matière de HBz (n_{HBz}) est

$$\begin{aligned} n_{\text{HBz}} &= 2.00 \text{ g HBz} \times \frac{1 \text{ mol HBz}}{122.1 \text{ g HBz}} \\ &= 0.0164 \text{ mol HBz} \end{aligned}$$

Pour obtenir le nombre de millimoles, on divise par la masse millimolaire (0,1221 g / mmol):

$$2.00 \text{ g HBz} \times \frac{1 \text{ mmol HBz}}{0.1221 \text{ g HBz}} = 16.4 \text{ mmol HBz}$$

III.4- Solutions et leurs concentrations

III.4.1- Concentration de solutions

a- Concentration molaire

La **concentration molaire** C_x d'une solution d'une espèce chimique X est le **nombre de moles** de cette espèce qui est contenu dans **1 L** de la **solution** (**pas 1 L du solvant**).

L'unité de concentration molaire est la molarité, M, qui a les dimensions de mol.L^{-1} .

$$c_x = \frac{\text{no. mol solute}}{\text{no. L solution}} = \frac{\text{no. mmol solute}}{\text{no. mL solution}}$$

Exemple 2

Calculer la concentration molaire de l'éthanol dans une solution aqueuse contenant 2,3 g de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (46,07 g / mol) dans 3,5 L de solution.

Parce que la molarité est le nombre de moles de soluté par litre de solution, ces deux quantités seront nécessaires. Le nombre de litres est donné comme 3,50, donc tout ce que nous devons faire est de convertir le nombre de grammes d'éthanol au nombre correspondant de moles.

$$\begin{aligned}n_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} &= 2.30 \text{ g } \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \times \frac{1 \text{ mol C}_2\text{H}_5\text{OH}}{46.07 \text{ g } \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} \\&= 0.04992 \text{ mol C}_2\text{H}_5\text{OH}\end{aligned}$$

Pour obtenir la concentration molaire de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ nous divisons par le volume. Ainsi,

$$\begin{aligned}c_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} &= \frac{2.30 \text{ g } \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \times \frac{1 \text{ mol C}_2\text{H}_5\text{OH}}{46.07 \text{ g } \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}}}{3.50 \text{ L}} \\&= 0.0143 \text{ mol C}_2\text{H}_5\text{OH/L} = 0.0143 \text{ M}\end{aligned}$$

b- Concentration en pourcentage

Les chimistes expriment fréquemment des concentrations en termes de pourcentage:

$$\text{weight percent (w/w)} = \frac{\text{weight solute}}{\text{weight solution}} \times 100\%$$

$$\text{volume percent (v/v)} = \frac{\text{volume solute}}{\text{volume solution}} \times 100\%$$

$$\text{weight/volume percent (w/v)} = \frac{\text{weight solute, g}}{\text{volume solution, mL}} \times 100\%$$

Notez que le dénominateur dans chacune de ces expressions fait référence à la solution plutôt qu'au solvant.

Le pourcentage en poids est fréquemment employé pour exprimer la concentration de réactifs aqueux commerciaux.

Par exemple, l'acide nitrique est vendu sous forme de solution à 70%, ce qui signifie que le réactif contient 70 g de HNO_3 pour 100 g de solution.

Le pourcentage en volume est utilisé généralement pour indiquer la concentration d'une solution préparée en diluant un composé liquide pur avec un autre liquide.

Par exemple, un soluté de 5% de méthanol décrit habituellement une solution préparée en diluant 5 ml de méthanol pur avec assez d'eau pour donner 100 ml.

Le pourcentage en poids/volume est souvent utilisé pour indiquer la composition des solutés dilués des réactifs solides.

Par exemple, le AgNO_3 de 5% se rapporte souvent à une solution par dissolution de 5 g de nitrate d'argent dans suffisamment d'eau pour préparer 100 ml de solution.

c- Parties par million and parties par billion

Pour les solutions très diluées, les parties par million (ppm) parties par billion (ppb) est une manière simple d'exprimer la concentration :

$$c_{\text{ppm}} = \frac{\text{mass solute (mg)}}{\text{volume solution (L)}}$$

$$c_{\text{ppb}} = \frac{\text{mass solute (g)}}{\text{mass solution (g)}} \times 10^9 \text{ ppb}$$

III.4.2- Densité et masse volumique

La masse volumique d'une substance est sa masse par unité de volume, tandis que sa densité est le rapport de sa masse à la masse d'un volume égal de l'eau à 4°C.

La masse volumique s'exprime en kg/L ou g/mL dans le système métrique.

La densité est sans dimensions et ainsi n'est pas attachée à n'importe quel système d'unités particulier.

Pour cette raison, la densité est employée couramment en décrivant des articles de commerce.

Puisque la masse volumique de l'eau est approximativement 1 g/ml et puisque nous utilisons le système métrique dans tout ce cours, la densité et la masse volumique seront confondues.

Chapitre 2

Les méthodes relatives à l'analyse Chimique

Introduction

La chimie analytique englobe l'ensemble des méthodes utilisées pour déterminer la composition chimiques d'échantillons de matière.

Les méthodes **qualitatives** fournissent des informations relatives à la **nature** des espèces atomiques ou moléculaires ou encore des groupes fonctionnels présents dans l'échantillons;

Les méthodes **quantitatives**, quant à elles, fournissent des informations numériques telles que **la quantité** relative d'un ou plusieurs composants.

Par exemple, déterminer si un échantillon de sel contient l'élément iode est une analyse **qualitative** ; doser le pourcentage massique de l'iode présent dans l'échantillon est une analyse **quantitative**.

Classifications des méthodes analytiques

Les méthodes analytiques sont souvent classées en deux catégories:

 les méthodes classiques

 les méthodes instrumentales

Cette classification est essentiellement d'origine historique, les méthodes classiques, parfois appelées méthodes chimiques par voie humide, précédant les méthodes instrumentales d'un siècle sinon plus.

1. Les méthodes Classiques:

Au début de la chimie, la plupart des analyses étaient effectuées en séparant les composants de l'échantillons auxquels on s'intéressait (les analytes) par:

➡ Précipitation

➡ Extraction

➡ Filtration

➡ Distillation

➡ ...etc

Dans le cas d'une analyse *qualitative*, les composants séparés étaient traités par des réactifs conduisant à des produits aisément reconnaissable;

- à leur couleur;
- à leur température d'ébullition ou de fusion;
- à leur solubilité dans différents solvants;
- à leur odeur;
- à leur activité optique;
- à leur indice de réfraction;

Dans le cas d'une analyse **quantitative**, la quantité d'analyte était obtenue à partir de pesées ou titrages.

- ▶ En gravimétrie, on mesurait la masse d'analyte ou celle d'un composé produit à partir de celui-ci.

- ▶ Dans les méthodes par titrages, on déterminait le volume ou la masse d'un réactif étalon nécessaire pour réagir quantitativement avec l'analyte.

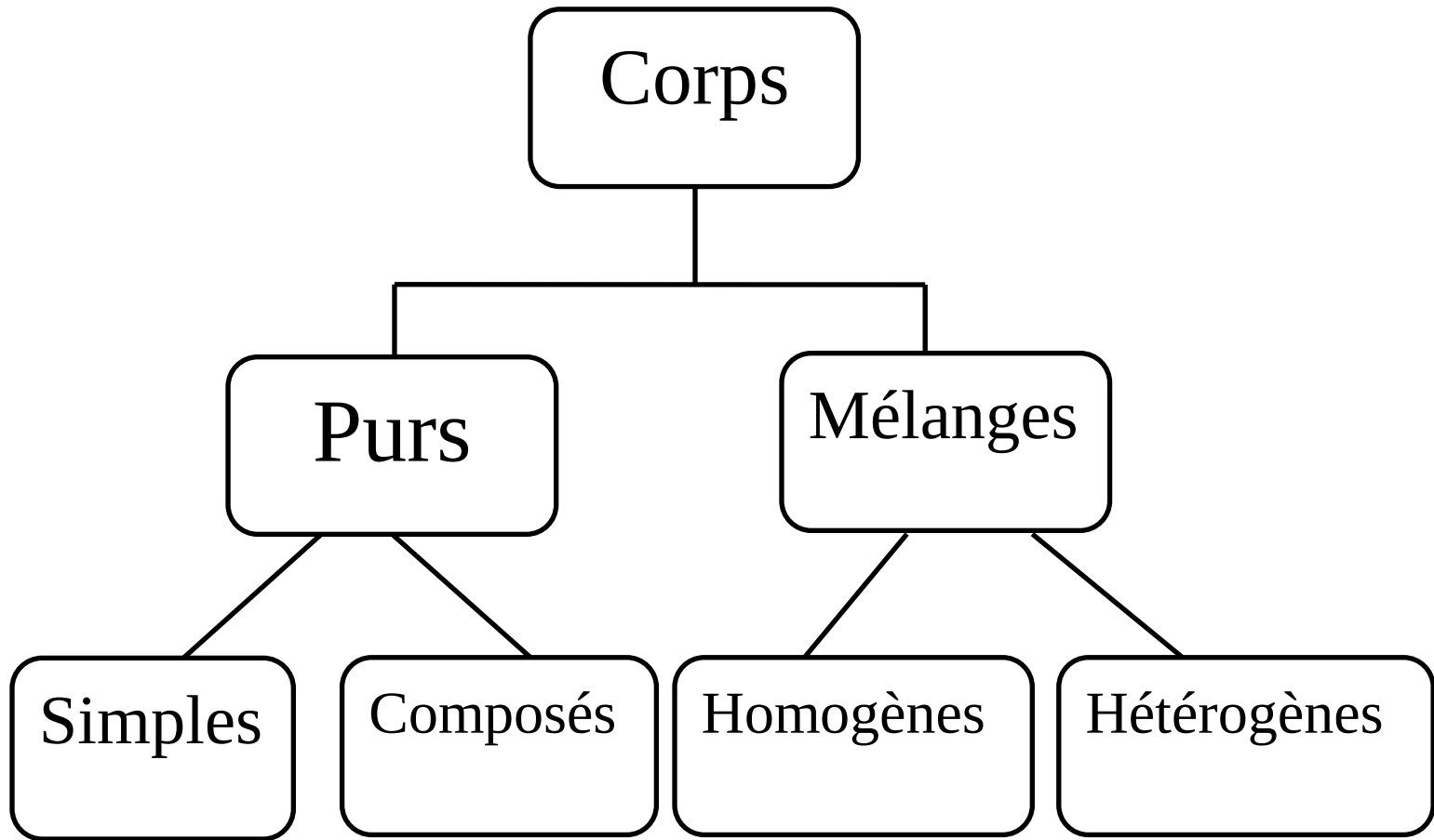
Les méthodes classiques d'analyses sont encore utilisées dans de nombreux laboratoires, néanmoins leur emploi diminue en raison de leur remplacement progressif par les méthodes instrumentales

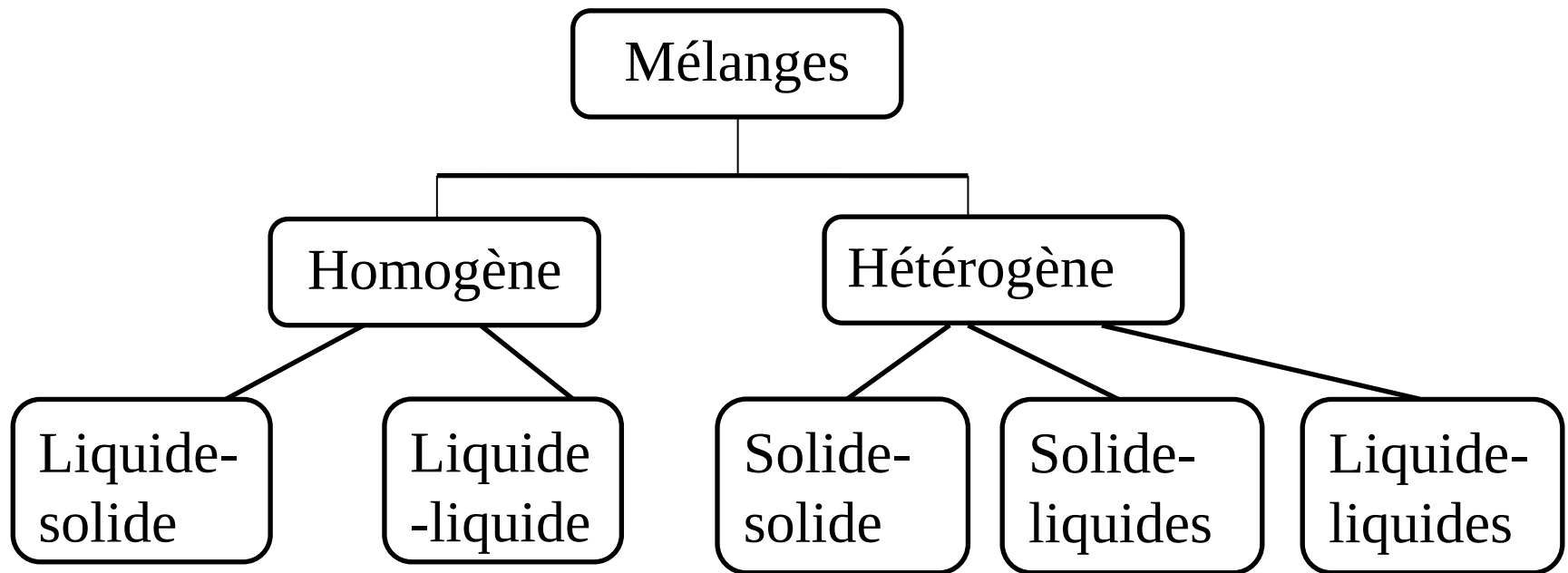
Les méthodes classiques

Quand on a un composé chimique qu'on appelle Analyte, on doit faire deux types d'analyses pour séparer ses constituants :

- qualitative (donne la nature de l'analyte)
- quantitative (détermine la quantité d'analyte).
- On a deux types de corps à analyser : purs ou mélanges.

Le schéma 1 représente les méthodes de séparation des corps purs et mélanges.





Eau + Sol
(Solution)

Eau + alcool

Huile+ eau

-Evaporation

-Distillation

-Tamisage

-Décantation

-Décantation

-Chromatographie
(Migration)

-Chromatographie

(Taille différente)

-Filtration

-Aimantation
(cas du Fer)

-Centrifugation

La filtration:

■ Est un procédé permettant de séparer une phase continue (liquide ou gazeuse) et une phase dispersée (solide ou liquide) initialement mélangées. Le procédé n'est d'autre que le passage à travers le milieu filtrant poreux (médium filtrant), la rétention des particules se fait beaucoup plus par action physique et aussi par action chimique.

Les deux phases en présence peuvent être:

- Gaz-solide (fumée)
- Gaz-liquide (brouillard)
- Liquide-solide (suspension)
- Liquide-liquide non miscible (émulsion)

On se limitera, à l'étude de la filtration des mélanges liquide-solide

Exemple: Filtration d'une suspension

La filtration a pour objectif, en partant d'une suspension de solide dans un liquide, d'obtenir:

- Le mélange hétérogène à filtré nommé **préfiltrat**
- un liquide clair nommé **filtrat** , plus ou moins clarifié (par exemple pas de particules supérieures à 100, 10 ou 1mm, eau de mer)
- un solide nommé **gâteau**, déposé sur le filtre ou soutiré en continu, plus ou moins sec

■ La surface filtrante (ou **média filtrant**) peut être constituée de nombreux matériaux parmi lesquels le papier, la toile, le verre fritté, le sable, du treillis inox, etc... Le solide déposé sur le filtre (gâteau) joue également le rôle de média filtrant.

■ Lors de la filtration, il y a une résistance au passage du liquide liée entre autres à la porosité du milieu et à la viscosité. Cette résistance se traduit par une perte de charge (ΔP) d'autant plus élevée que l'épaisseur du gâteau est importante ou que la vitesse du liquide est importante.

■ Ainsi, les éléments qui déterminent le débit de filtration sont:

- la surface du média filtrant
- sa résistance (liée à son épaisseur, sa porosité, la viscosité, etc...)
- la ΔP appliquée de part et d'autre du milieu filtrant.

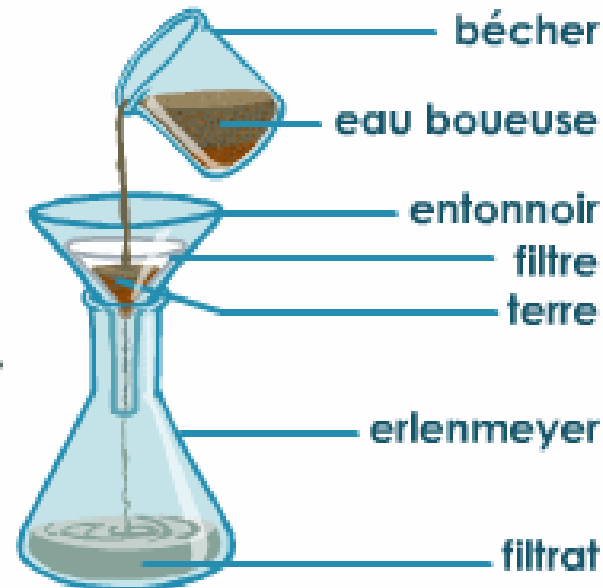
La ΔP , force motrice de la filtration peut être obtenue par:

- gravité (hauteur de suspension au dessus du media filtrant),
- mise en pression de la suspension à filtrer (jusqu'à quelques bars),
- mise sous vide en aval du filtre, la suspension étant alors en général à pression atmosphérique.

Les objectifs de la filtration sont:

- ▶ Récupération d'un solide: exemple d'un solide dans l'eau
- ▶ Purification d'un liquide: exemple: eaux usées
- ▶ Récupération et purification: exemple: recristallisation d'un solide dans un solvant

Réalisation de la filtration



Les matériaux filtrants:

◆ *Les produits minéraux*

Substances fibreuses ou poreuses et sont des dérivés de la silice

 Coton de verre

 Coton de verre fritté

◆ *Les produits organiques*

Substances poreuses et sont des produits à base de cellulose:

 papier filtre

 Pate de cellulose

 Polymères organiques: membranes filtrantes: disques en polymère de porosité parfaitement définie

Papier filtre en fibre de celluloses:

- Les plus couramment utilisés dans les laboratoire

- Plats ou plissés

- Porosité: 2.5 – 25 μm



Papier filtre en fibre de verre /fibre de quartz:

- Microfibres borosilicatés ou de quartz avec ou sans liant.

- Stables jusqu'à 500°C (900°C fibre de quartz)

- Grande stabilité aux principaux solvants organiques, aux acides et bases (sauf HF et aux bases fortes)

- Utilisés sans pliage pour éviter des cassures sur des supports types Buchner.

- Porosité 0.7 - 2.7 μ



Filtre sous forme de seringue



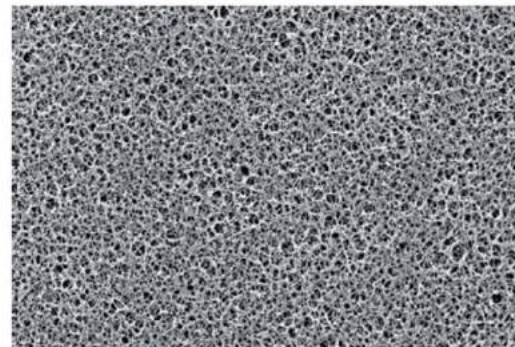
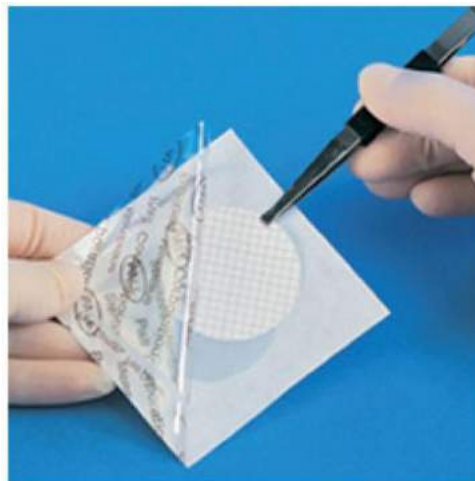
Filtre en fibre de quartz



Filtration sur Membranes

La membrane est définie comme une barrière séparant deux compartiments et permettant le passage préférentiel d'au moins une espèce parmi les autres sous l'action d'une force de transfert chimique (concentration ...) ou physique (pression).

En général, les constituants qui sont plus petits que les pores de la membrane sont capables de passer à travers sous l'effet d'une pression appliquée tandis que les substances et les molécules de taille plus importante sont retenues.



La technologie de la filtration sur membrane peut être appliquée pour la séparation fluide / fluide ou particules / fluide en vue de récupérer les espèces valorisables (eau, lactose, sels minéraux....).

Les membranes ont des structures poreuses ou denses permettant de laisser passer de manière sélective les composants d'une solution sous l'action d'une différence de pression entre l'amont et l'aval de la membrane.

Deux fractions sont obtenues : le rétentat, en amont de la membrane, qui contient les éléments retenus par la membrane, et le perméat, en aval, qui contient les éléments qui ont traversé la membrane.

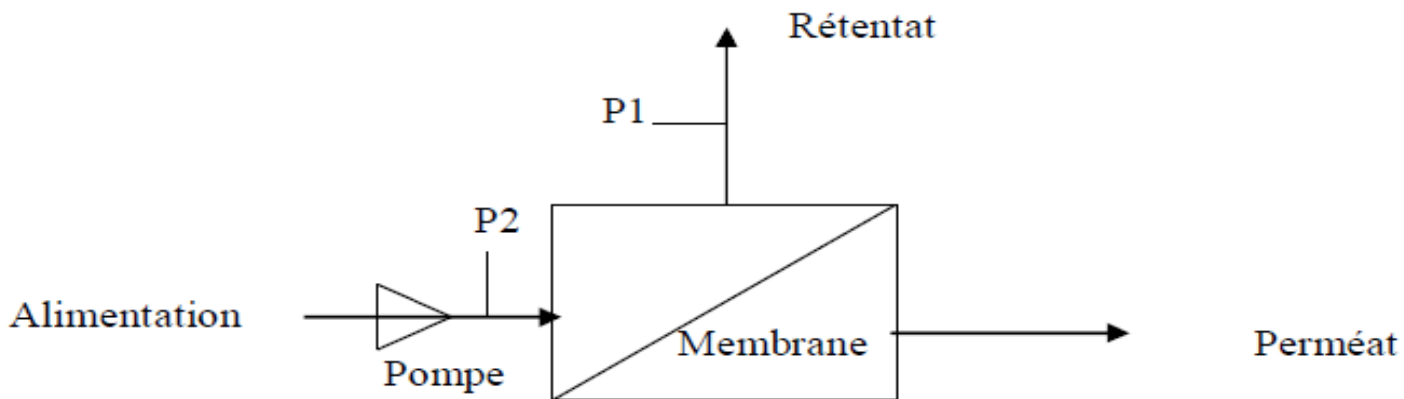


Figure I-1 : Procédé de séparation membranaire tangentielle.

Conclusion sur la Filtration

Applications

- Chimie (exemple: gravimétrie)
- Pharmacie (ex: préparations de solutions stériles, échantillons analytiques, la préfiltration de solutions chargées ou pour la préparation de molécules complexes particulièrement pures et fonctionnelles.)
- Biotechnologies (préparation de milieux de cultures, purification et extraction de matériel génétique, cellulaire,..)
- Industrie agro-alimentaire (stabilisation, clarification, extraction ou concentration de produits)
- Traitement des eaux (potable, purifiée, stérile, usée)

Décantation

C'est un procédé mécanique qui permet de séparer :

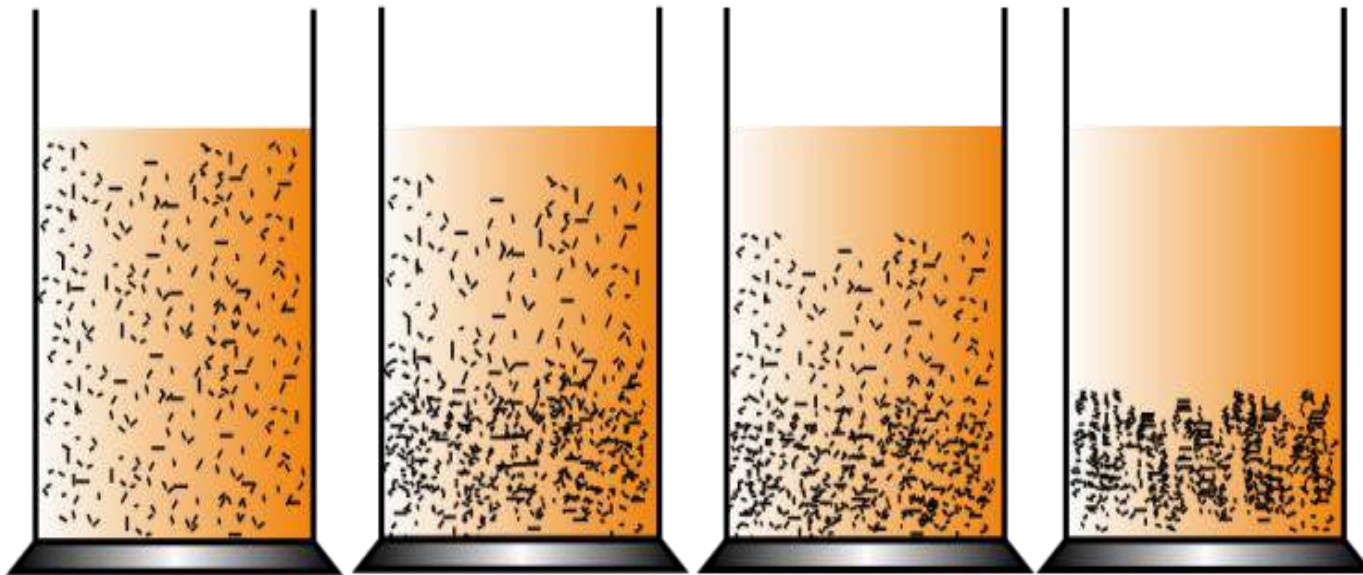
- Soit une phase solide de matières en suspension dans un liquide de masse volumique moindre (solide - liquide)
- Soit deux phases liquides non miscibles de densités différentes (liquide – liquide) et de polarité différente.



Décantation solide – liquide : Sédimentation

Elle consiste simplement à laisser reposer un mélange hétérogène (solide – liquide) en attendant que les constituants se séparent spontanément.

Exemple : la décantation d'un mélange d'eau et de terre



Décantation: Sédimentation

Après agitation les particules de terre se dispersent dans l'eau. On observe ensuite :

- Une couche de terre qui se forme petit à petit au fond du récipient : elle est constituée des particules de terre qui retombent sous l'effet de leur poids.
- Le liquide s'éclaircit progressivement car il comporte de moins en moins de particules. Les moins denses sont plus lentes à se déposer au fond du récipient.
- Au bout d'un temps suffisamment long le liquide finit par redevenir limpide car toutes les particules sont tombées au fond du récipient.

Décantation liquide-liquide

Deux phases liquides non miscibles :

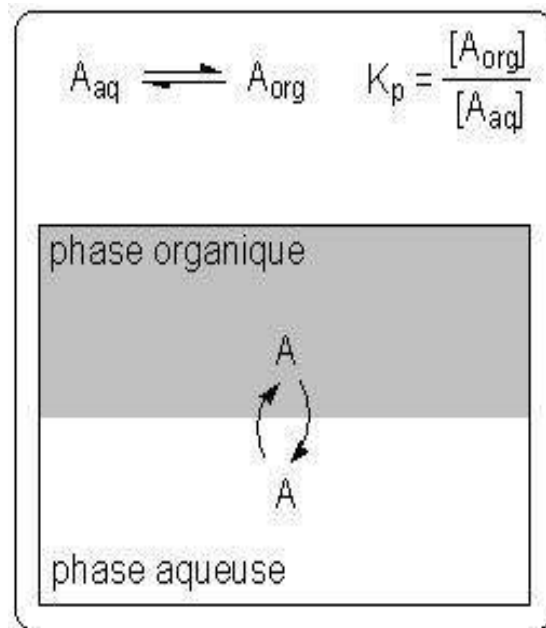
C'est le partage d'une espèce entre deux liquides non miscibles en fonction de la **Permittivité**, la **polarité** et de l'**affinité** des deux phases et de l'espèce : c'est une **extraction** liquide – liquide.

Principe physico-chimique

L'extraction liquide-liquide repose sur la différence d'affinité d'un soluté entre deux phases liquides non miscibles.

Considérons un soluté A en solution dans l'eau à extraire par une phase organique non-miscible à l'eau. Lorsque les deux phases liquides sont en contact il s'établit l'équilibre de partage suivant pour le soluté A, figure 1.

Le partage du soluté A est un processus dynamique qui implique un échange constant de molécules de A à travers la zone de contact des deux phases non miscible. Le soluté à extraire doit être plus soluble dans le solvant d'extraction que dans la solution initiale.





extraction liquide liquide.mp4

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.

On peut séparer

- ☐ deux phases liquides
- ☐ une phase solide en suspension dans une phase liquide
- ☐ deux phases liquides contenant une phase solide



PRINCIPES DE BASE

Une particule soumise à un champ gravitationnel tend à se déplacer dans ce champ jusqu'à ce qu'elle rencontre une résistance capable de l'arrêter complètement. Ce principe fondamental de physique est très utilisé en biochimie pour séparer des précipités, des cellules, des organites et même des macromolécules.

En mettant une préparation biochimique dans le rotor d'une centrifugeuse et en faisant tourner celui-ci, on génère une accélération qui va pousser les particules qui la composent vers l'extérieur du rotor, c'est-à-dire le fond du tube à centrifuger.

La vitesse avec laquelle se déplaceront ces particules est proportionnelle à

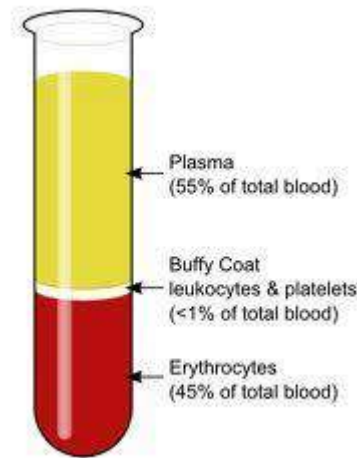
- la force gravitationnelle à laquelle la particule est soumise

- la masse de la particule

- la différence entre la densité de la particule et celle du solvant,

et inversement proportionnelle à

- la friction avec le milieu, en fonction de la taille et à la géométrie des particules.



La séparation des composés d'un mélange est réalisable par décantation, sous l'action de la seule gravitation mais elle nécessite parfois une longue durée pour acquérir de bons résultats et est donc souvent inefficace. Il est donc plus efficace d'utiliser la centrifugation¹. Au cours de cette opération de séparation, les composés dans le fluide situés à une distance r de l'axe de rotation sont soumis à différentes forces² :

- La force de pesanteur descendante F_p
- La poussée d'Archimède ascendante F_a
- Une force de friction F_v
- La force centripète F'_c
- La force centrifuge F_c

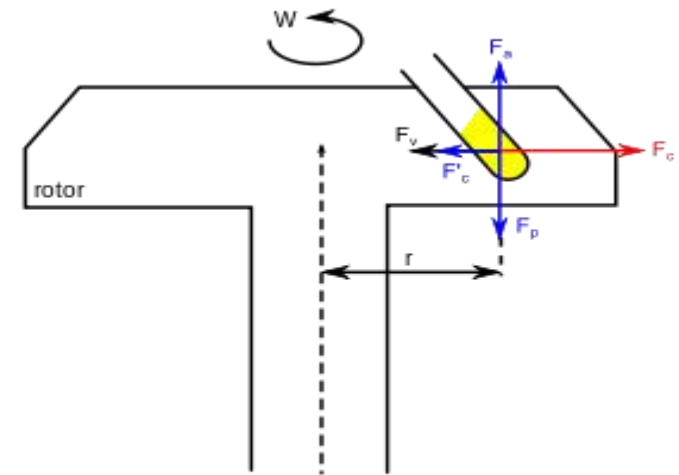


Schéma des différentes forces s'appliquant sur le composé à centrifuger

La séparation s'opère par l'action de la force centrifuge F_c sur les composés. Cette force centrifuge, exprimée en [newtons](#), est donnée par la relation

$$F_c = m\gamma_c \text{ avec } \gamma_c = r\omega^2 \text{ en m/s}^2$$

dont :

- La masse m du composé à séparer
- La distance r du tube à l'axe de rotation de la centrifugeuse
- La [vitesse angulaire](#) ω exprimée en radians par seconde ou en tour par minute.

Le rapport de la force centrifuge F_c sur le poids F_p est appelé **intensité de la pesanteur artificielle** et s'exprime en "g"[3](#).

Les valeurs utilisées en centrifugation sont d'environ 400 à 10 000 g ce qui correspond à des vitesses de rotation de l'ordre 2 000 à 10 000 tr/min suivant le rayon des rotors[4](#).

La centrifugation fait appel à la force centrifuge exercée sur les particules incluses dans la solution, afin de ségréguer certaines composantes. Cette séparation s'effectue selon la densité des particules. La force exercée par l'accélération à haute vitesse de la solution à séparer est régie par la [loi de Stokes](#) :

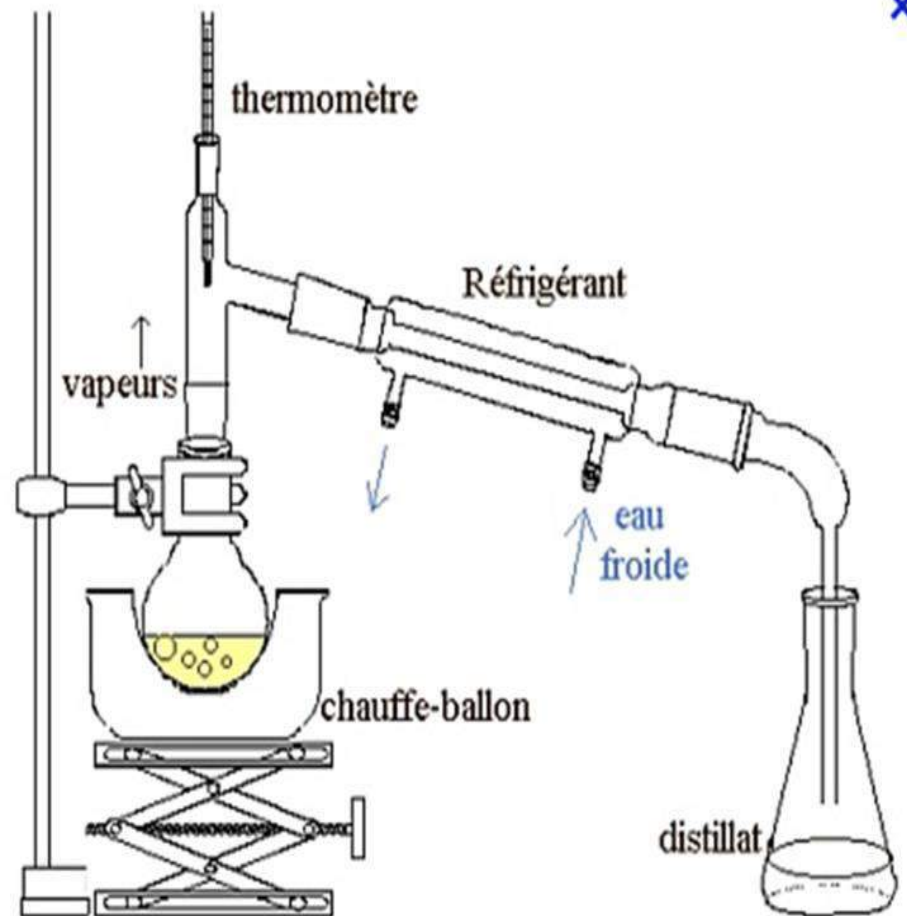
$$V_s = \frac{2r^2 g \Delta\rho}{9\eta}$$

Cette loi permet de calculer la vitesse de sédimentation des particules. Dans cette équation, la composante v_s est la vitesse de sédimentation. Le r est le rayon de la particule en solution. Le $\Delta\rho$ est la différence de densité entre la particule et le milieu où la particule est contenue. Le "g" est l'accélération due à la force centrifuge dans la centrifugeuse. Le η est la viscosité de la solution.

Distillation

La distillation est une opération de séparation d'un mélange liquide binaire homogène en ses deux composants par vaporisation basée sur la différence entre leurs points d'ébullition (ou leurs pressions de vapeur { l'état pur).

Exemple de mélanges miscibles : (L'eau et l'acide acétique, le benzène et le toluène, l'éthanol et l'eau)

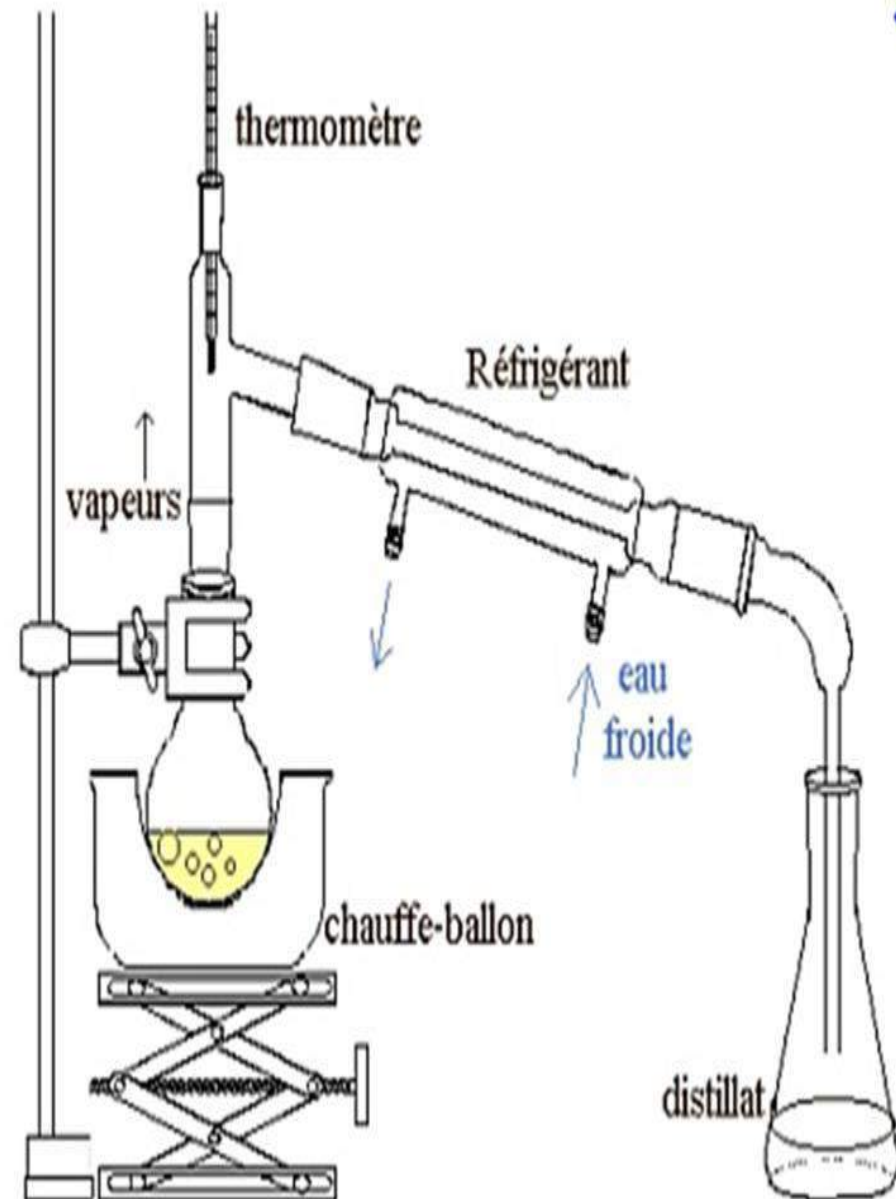


x

1. Principe de la distillation

■ Identifier dans un système complexe les éléments constituant la distillation.

La distillation est un procédé de séparation d'un mélange de substances liquides dont les températures d'ébullition sont différentes. Elle permet de séparer les constituants d'un mélange homogène. Sous l'effet de la chaleur ou d'une faible pression (loi des gaz parfaits), les substances se vaporisent successivement, et la vapeur obtenue est liquéfiée pour donner le distillat.



1. Distillation simple :

La séparation se fait grâce à la différence de volatilité (capacité à s'évaporer selon la température) entre les constituants.

- **Le bouilleur porte à ébullition le mélange ;**
- **Les vapeurs du composé le plus volatil montent plus facilement**
- **Le condenseur transforme les vapeurs en liquide par condensation ;**
- **Le distillat a une concentration plus élevée en composé le plus volatil.**

2. Distillation fractionnée

On utilise aussi le terme de rectification.

La séparation s'effectue par **fractionnement**. Le principe est le même que la distillation simple mais se distingue par l'utilisation d'une **colonne de séparation, qui permet une meilleure discrimination des constituants du mélange.**

Le mélange entre à nouveau en ébullition et les vapeurs continuent à monter dans la colonne.

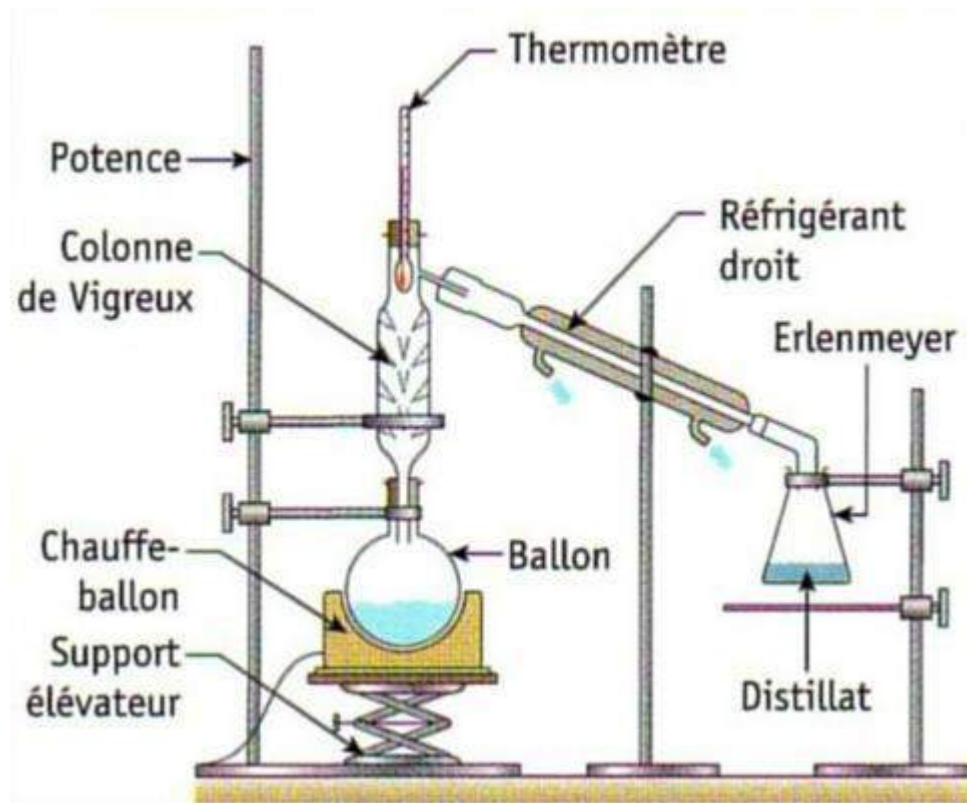
La colonne à distillée est le lieu d'un équilibre liquide-vapeur où il y a une succession de vaporisation-liquéfaction.

En haut de la colonne le mélange contient beaucoup plus de composé le plus volatil.

Lorsque les vapeurs montent dans la colonne leur température diminue (éloignement de la source chaude).

Elles ont tendance à se reliquéfier au contact des pointes de **la colonne de Vigreux**.

Le mélange étant devenu plus riche en composé volatil qu'à l'origine, sa température d'ébullition diminue.



Le mélange entre à nouveau en ébullition et les vapeurs continuent à monter dans la colonne.

La colonne à distillée est le lieu d'un équilibre liquide-vapeur où il y a une succession de vaporisation-liquéfaction. En haut de la colonne le mélange contient beaucoup plus de composé le plus volatil.

Remarque :

La reliquéfaction peut se faire par différents systèmes : des pointes (Vigreux), des hélices ou cylindre de verre, des anneaux métalliques ou en plastiques, des tresses métalliques.