

## Chapitre I : Rappels sur les méthodes d'analyses

### 1. Introduction :

Les méthodes de chimie analytique désignent les techniques utilisées pour la détection, l'identification, la caractérisation ainsi que la quantification de composées chimiques. Ces méthodes sont couramment utilisées pour la recherche, le développement et le contrôle qualité de produits.

Les méthodes utilisées permettent des analyses quantitatives ou qualitatives, plus ou moins invasives et destructives des échantillons, et typiquement requiert une instrumentation sophistiquée.

Les propriétés analysées sont la masse, la composition chimique, la structure moléculaire, la radioactivité, les interactions entre molécules, etc.. Les applications varient de l'identification de molécules en présence dans un échantillon à la validation de méthode de production.

### 2. Méthodes d'analyse en chimie

Avant d'analyser un composé, on en **prélève un échantillon**, puis on sépare les différents constituants du mélange. Si le mélange est constitué de plusieurs phases, on commence par séparer ces phases. Par exemple, on peut séparer la phase solide de la phase liquide par **filtration** ou **tamissage**. La séparation d'un mélange homogène utilise les différences de propriétés physiques entre les constituants. Par exemple, on extrait facilement le sel d'un mélange sel-sable au moyen de l'eau, car le sel est soluble dans l'eau et le sable ne l'est pas. Par contre, la limaille de fer et le sable sont tous deux insolubles dans l'eau : on ne pourra donc pas les séparer par différence de solubilité dans ce liquide. Cependant, seule la limaille de fer est magnétique, on pourra donc la récupérer par triage magnétique. On peut séparer des constituants liquides par distillations successives ou fractionnées. Dans certains cas, des cristallisations successives permettent de séparer les constituants solides.

Les analyses peuvent donc être classées :

- Selon le type : **analyse qualitative** ou **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.

**L'analyse qualitative** classique est une méthode d'analyse chimique, non-instrumentale, qui recherche la composition élémentaire de composés. C'est la recherche de présence, ou non, d'éléments déterminés (ou de composés).

- L'analyse qualitative peut être par méthodes classiques ou instrumentales.

- L'échantillon est soumis à l'analyse soit pour connaître l'identité de ses constituants soit pour déterminer les teneurs de ses constituants.
- Si l'on ne sait pas à quel type de matériau on a affaire, il peut être nécessaire de faire une analyse qualitative avant de faire une analyse quantitative.

➤ Selon la manière de l'exécuter : **analyse classique**, ou **analyse instrumentale**.

Les techniques de l'analyse classique utilisent des réactions quantitatives. Les instruments utilisés sont simples (éprouvettes graduées, pipettes graduées...), balances analytiques, pH-mètres... Elles sont, en général destructives. Lorsqu'elles font appel à des solutions aqueuses, on parle de "voie humide".

Les techniques de l'analyse instrumentale utilisent un appareillage qui permet les déterminations se basant sur des propriétés physiques, exécutées soit sur l'échantillon tel quel (elle est alors non-destructive), soit sur des solides préparés, soit sur des solutions des échantillons.

➤ Selon le produit cible : **analyse minérale** ou **organique**.

L'analyse minérale s'applique au produit non-organique mais aussi aux minéraux contenus dans des produits organiques.

➤ selon la quantité d'échantillons utilisée : **macro** ou **microanalyse**.

Analyse destructive ou non destructive. En général, l'analyse classique est destructive, et l'analyse instrumentale ne l'est pas toujours.

### 3. **Élucidation (détermination) de la structure**

L'élucidation de la structure est le processus de détermination de la structure chimique d'un composé. Pour les composés organiques, cela impliquera souvent l'utilisation de la spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (spectroscopie RMN). D'autres techniques de caractérisation comprennent la spectrométrie de masse, la spectroscopie infrarouge et la cristallographie et les rayons X.

La détermination structurale d'un composé chimique est utilisée pour :

- **Identifier le composé (la détermination de la maille élémentaire est suffisante)**
- **Vérifier la configuration et déterminer la géométrie (distances interatomiques et angles)**
- **Déterminer la conformation de la molécule à l'état solide**
- **Obtenir des coordonnées tridimensionnelles (en vue d'obtenir un point de départ de certains calculs)**
- **Analyser les interactions intra- et inter- moléculaires**
- **Identifier et analyser des polymorphes (faisable aussi en fonction de la température)**
- **Déterminer la configuration absolue (si certaines conditions sont remplies)**

### 4. **Techniques de chimie analytique**

La chimie analytique est une science en laquelle des matériaux sont séparés, recensés et mesurés. Les techniques utilisées dans cette succursale de chimie sont définies comme produit chimique ou principes matériels utilisés pour étudier une substance qui doit s'analyser (l'analyte). Les techniques pour effectuer ces objectifs peuvent être combinées ou chacun peut être fait séparé. L'identification de la question à l'étude est exécutée utilisant l'analyse qualitative, alors que l'analyse quantitative est employée pour déterminer quelle quantité (concentration relative ou montant total) de substance est présent dans l'analyte.

Les techniques utilisées dans la chimie analytique comprennent :

## 1. Techniques classiques

### 1.1. Techniques qualitatives classiques

#### 1.1.1. Techniques de séparation

- **Précipitation:** C'est une méthode gravimétrique dans laquelle les réactifs et les produits d'une réaction chimique sont employés pour analyser une substance. Les ions métalliques de beaucoup d'éléments peuvent entrer dans une réaction aux ions négatifs pour former une substance insoluble neuve appelée le précipité, qui arrange au bas de la solution. Ceci est filtré à l'extérieur et lavé. La masse du solide précipité est écrite dans l'équation chimique appropriée pour prévoir le montant total ou la valeur de parent (concentration) de composés ioniques en solution.
- **Extraction:** C'est une procédure dont une substance est retirée d'une modification, les deux qui ont lieu en deux phases non-miscibles. Un exemple classique est de l'extraction d'un composé organique d'une phase aqueuse dans une phase organique. La technique la plus utilisée généralement pour l'extraction d'un composé d'une solution aqueuse est l'extraction liquide-liquide (LLE). Le mouvement du corps dissous est basé sur la condition d'équilibre des deux phases, comme décrit par la théorie de partition. L'extraction de phase solide (SPE) est une méthode très utilisée de préparation des échantillons employée pour séparer et enrichir les composantes épurées de la solution aqueuse. Beaucoup de techniques avancées d'extraction également sont développées.
- **Distillation:** C'est un procédé de l'évaporation et de la condensation par lequel une composante est séparée hors d'un mélange des liquides. Il est basé sur la différence aux remarques bouillantes ou la volatilité entre les substances variées actuelles dans le mélange.

#### 1.1.2. Techniques d'identification :

Celles-ci sont basées sur les propriétés de couleur, d'odeur, de fusion et de bouillir de remarques, radioactives ou réactives de l'analyte.

### 1.2. Techniques quantitatives classiques

- Les méthodes de titration comprennent l'acidobasique ou la titration complexométrique. Les aides de titration d'acidobasique mesurent un acide ou une base inconnu en solution en trouvant sa concentration basée sur la quantité exacte de base ou d'acide de opposition exigé pour la neutraliser. Elle est basée sur la réaction de neutralisation. La titration complexométrique est une forme d'analyse volumétrique. Le point final de la titration est la formation d'un composé coloré caractéristique, qui est habituellement un composé en métal. Ainsi des mélanges des ions en métal peuvent être caractérisés.
- Les techniques gravimétriques emploient la précipitation ou la volatilisation pour déterminer la masse de l'analyte de ses techniques variées ioniques de Massachusetts sont employées, comme la précipitation, la volatilisation, ou électroanalytique.
- Techniques coulométriques : Cet ensemble de techniques aide à déterminer la masse de la question transformée par électrolyse de la quantité de courant électrique utilisée ou produite pendant la réaction.

## 2. Techniques instrumentales

Des techniques instrumentales sont de plus en plus utilisées à des niveaux plus élevés de recherche, et le même instrument est souvent suffisant pour séparer, recenser et doser l'analyte.

### 2.1 Techniques de séparation instrumentales :

- **Chromatographie :**

Cette technique emploie une phase mobile l'où le mélange est introduit. Ceci est réussi par la phase stationnaire. En raison des différents régimes auxquels les composantes de la course de mélange par la phase stationnaire, elles peuvent être séparées. La vitesse de course est basée sur le coefficient de partition du composé qui détermine la période de l'assemblage la phase stationnaire.

La chromatographie liquide de haute performance (HPLC) est une technique dans laquelle l'analyte est contenue dans une phase mobile (telle que le méthylène ou acétonitrile avec de l'eau ou solution tampon) réussie par un fléau d'acier inoxydable qui est entre le cm 1 et 25 longtemps et moins de 1,0 millimètres à de 4,6 millimètres en diamètre interne, rempli fortement de particules de taille de micron permettant aux composantes variées d'un mélange non-volatile complexe de séparer rapidement.

La concentration finale est déterminée utilisant des calculs automatisés basés sur les sorties aux quantités variables du composé organique.

- Il y a de nombreux types de chromatographie basés en circuit :
  - la forme du bâti, à savoir, de fléau et de planaire (chromatographie de papier ou en couche mince)
  - la condition matérielle de la phase mobile, à savoir, de gaz et de liquide. La chromatographie gazeuse (GC) est méthode employée pour séparer les échantillons qui contiennent les composés organiques volatiles. Le fléau capillaire typique de CHROMATOGRAPHIE GAZEUSE est un tube 10-60 m long et 0.1-0.5 millimètre de long, effectué de la silice avec la phase stationnaire composée de polymère de silicones vêtu sur l'intérieur.
  - le mécanisme de la séparation, telle que l'échange ionique (qui emploie les différents frais sur les particules ionisées pour les séparer) et la chromatographie de taille-exclusion basée sur leur diamètre hydrodynamique
  - d'autres techniques spéciales telles que la chromatographie à phase renversée (avec une phase mobile plus polaire), la chromatographie bidimensionnelle (utilisant deux fléaux dans l'ordre avec différentes propriétés matérielles et chimiques pour résoudre plus de composantes), et la chromatographie hydrophobe d'interaction (basée sur des interactions hydrophobes entre les protéines et la modification)
- **Électrophorèse**

Ceci utilise un champ électrique pour séparer des particules dans un liquide à cause du développement d'une surface adjacente chargée entre elles

- Fractionnement de flux d'inducteur

Dans cette technique une suspension ou une solution liquide est alimentée par une glissière étroite et un inducteur est appliqué perpendiculairement à lui, entraînant les particules dans l'inducteur séparer à cause de leur mobilité variable en réponse à l'équipe sur le terrain.

## **2.2 Techniques qualitatives et quantitatives instrumentales**

Celles-ci peuvent utiliser la lumière, électromagnétique, la chaleur et des combinaisons de ces derniers pour recenser les analytes, comprenant :

- Spectrométrie : Ceci utilise les instruments qui peuvent isoler des particules basées sur les propriétés variées telles que la masse, l'élan ou l'énergie. Il comprend des techniques telles que la spectrométrie d'ion-mobilité basée sur la mobilité des particules ionisées en gaz porteur, ou spectrométrie de masse qui mesure le rapport de la masse à la charge des ions.
- Spectrophotométrie : Dans cette technique, un matériau ou une composante est recensé par sa réflexion ou boîte de vitesses de la lumière, qui dépend de la longueur d'onde. Elle peut être basée sur l'utilisation de visible, du proche-ultra violet ou de la lumière de proche-infrarouge. Elle peut être employée pour étudier des gaz, des solides ou des solutions.