

**ANALYSE POUR DETERMINER LA
COMPOSITION D'UN PRODUIT
COMMERCIAL : DOSAGES ET ANALYSE
CPG**

Étudiants :

Bérénice DEHODANG

Valentine LE MONNIER DE GOUVILLE

Cassandra LESEURRE

Clara MANNEHEUT

Justine PIQUOT

Deelayna SPITZ-STRULO

Enseignant-responsable du projet :

Isabelle Delaroche

Date de remise du rapport : **18/06/2018**

Référence du projet : **STPI/P6/2018 – 32**

Intitulé du projet :

Analyse pour déterminer la composition d'un produit commercial : dosages et analyse CPG

Type de projet : expérimental.

Objectifs du projet:

Les principaux objectifs de ce projet de P6 sont de choisir et de mettre en oeuvre des méthodes analytiques d'identification et de dosage afin de déterminer la composition d'un produit nettoyant fourni par une entreprise.

Le groupe doit ainsi établir différents protocoles et effectuer plusieurs manipulations.

Mots-clefs du projet (4 maxi) : manipulation, analyse, chimie, concentration.

N° cahier de laboratoire associé : **xxx**

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	6
I) Méthodologie / Organisation du travail	6
II) Analyse CPG DIF	7
2.1. Description de l'appareil	7
2.2. Préparation des solutions	8
2.3. Résultats de l'analyse	9
2.3.1. 2-Aminoéthanol	10
2.3.2. Acide 2-éthylhexanoïque	13
2.4. Interprétation	15
III) Analyse CPG SM	16
3.1. Description de l'appareil	16
3.2. Préparations des solutions	16
3.3. Résultats de l'analyse	17
IV) Dosage de l'edta	18
4.1. Sécurité	18
4.2. Technique utilisée : Complexométrie	18
V) Dosage des alcalins	20
5.1. Sécurité	20
5.2. Technique utilisée : Spectrophotométrie d'émission de flamme	20
Conclusion	25
Bibliographie	26
lien internet :	26
Annexes	27
1/ Analyse statistique de la CPG	27

2/ Documentation technique	28
3/ Extrait de la Fiche De Sécurité du FC 3000	29
4/ Schémas de montages, plans de conception...	30
Schéma d'un chromatographe	30
5/ Protocole de dosage de l'EDTA	30
6/Analyse statistique de la spectrophotométrie par émission de flamme	31

INTRODUCTION

La société NTS (Normalisation Traitement de Surface), spécialisée dans les produits nettoyants pour la flexographie et l'héliogravure, souhaite vérifier la composition d'un de ses nettoyant pour encre et nous a fourni pour cela un échantillon industriel, l'échantillon FC 3000, qui est utilisé pour le nettoyage des encres à l'eau.

I) MÉTHODOLOGIE / ORGANISATION DU TRAVAIL

Nous sommes 12 étudiants, séparés en deux groupes de 6 personnes, à travailler sur ce projet. Nous avons travaillé sur les analyses de chromato et l'autre groupe sur les analyses de spectro. Chaque groupe a alors été divisé en deux sous-groupes de trois personnes afin de faciliter le déroulement des manipulations et la conduite du projet.

Le tableau ci-dessous résume les tâches des différents membres du groupe :

Sous-groupe	Molécules dosées	Techniques utilisées
Bérénice DEHODANG Clara MANNEHEUT Justine PIQUOT	<ul style="list-style-type: none"> ● 2-aminoéthanol ● acide 2-éthylhexanoïque 	Chromatographie en phase gazeuse Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse
Valentine LE MONNIER DE GOUVILLE Cassandre LESEURRE Deelayna SPITZ-STRULO	<ul style="list-style-type: none"> ● EDTA ● Ca²⁺ ● K⁺ ● Na⁺ 	Complexométrie Spectrophotométrie d'émission de flamme

Le groupe étant divisé en deux sous-groupes de trois personnes, pour la suite du rapport nous allons détailler dans un premier temps le travail d'un sous-groupe et dans un second temps le travail de l'autre.

Avant de commencer nos analyses, nous avons recherché les propriétés des différentes espèces utilisées ainsi que les différents procédés d'analyse adaptés à chaque espèce.

II) ANALYSE CPG DIF

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative parmi les plus employées car elle allie rapidité et efficacité de séparation. Elle permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou de composés qui peuvent être volatilisés sans être décomposé. Notre objectif, en utilisant cette méthode, est d'analyser deux molécules présentes dans le produit selon la FDS qui sont le 2-aminoéthanol et l'acide 2-éthylhexanoïque.

Lors de la manipulation de ces produits, nous avons dû manipuler sous une hotte avec des EPI puisque le méthanol, utilisé comme diluant, est CMR et le 2-aminoéthanol est corrosif et irritant. Quant au rôle de ces derniers, nous avons déterminé que le 2-aminoéthanol était une matière première pour la préparation de savons ou d'émulsifiants pour produits d'entretien ce qui semble correspondre au cadre du FC3000. D'autre part, l'acide 2-éthylhexanoïque semble avoir le même rôle au sein de la formulation: celle donc d'un émulsifiant.

2.1. Description de l'appareil

On utilise le chromatographe BRUKER Scion 436, équipé d'une colonne apolaire HP5 (diamètre 0.32 mm, longueur 30 m, épaisseur de phase stationnaire 0.25 m, Tmax 300°C) et d'un détecteur à ionisation de flamme.

Les réglages sont les suivants :

- Injecteur : 250°C
- Détecteur : 300°C
- Programme en température du four : La température du four débute à 50°C puis augmente de 10°C/min, avec une température finale de 300°C pendant 10 minutes.
- Gaz vecteur : Hélium avec un débit d'1 mL/min
- Taux de split 30 :1
- Volume injecté : 1 µL
- Rinçage seringue : 10 µL et le rinçage est répété trois fois

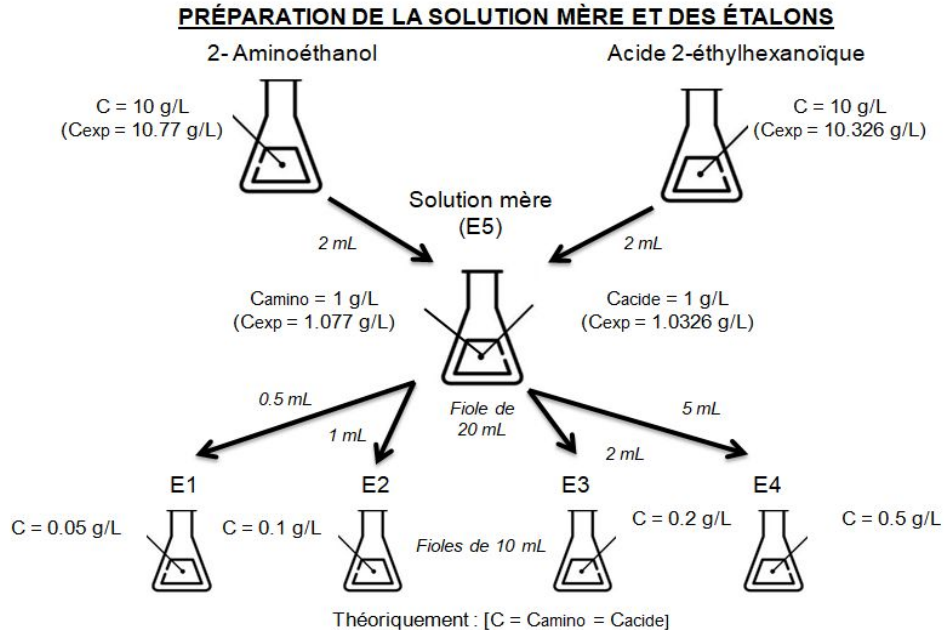
2.2. Préparation des solutions

Nous avons préparé une solution mère contenant à la fois de le 2-aminoéthanol de concentration 1 g/L (expérimentalement 1,077 g/L) et l'acide 2-éthylhexanoïque de concentration 1 g/L également (expérimentalement 1,0326 g/L) dans du méthanol . Pour ce faire nous avons réalisé une dissolution une première fois du 2-aminoéthanol et de l'acide pour obtenir deux solutions à 10 g/L distinctes

La gamme d'étalonnage comprend ainsi 5 solutions étalons plus un blanc. Les étalons E1, E2, E3, E4 ont été préparés à partir de la solution mère (appelée E5) dans des fioles de 10 mL dans du méthanol.

Notons que, ne seront mentionnés par la suite dans les résultats, que 4 étalons (E5, E4, E3, E0) . En effet, les étalons E1 et E2 se sont révélés, après analyse, trop peu concentrés pour faire apparaître sur le chromatogramme un quelconque pic indiquant la présence de nos deux produits. Nous avons donc effectué nos analyses sans.

L'ensemble de la préparation des étalons préparés à partir de la solution mère ainsi que leur concentration sont décrites dans le schéma et le tableau ci-après:

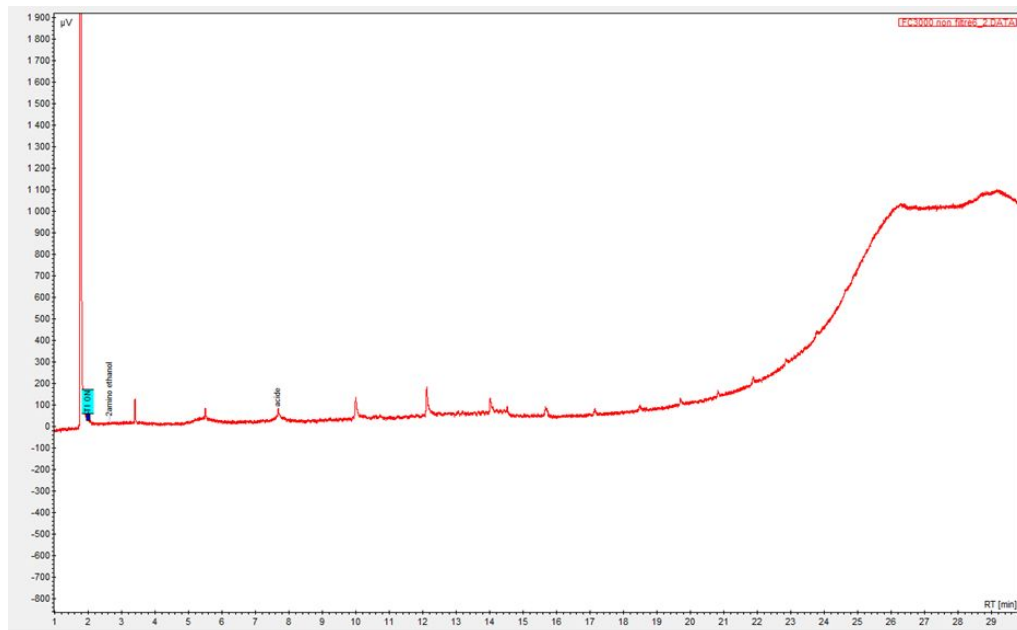


	Volume prélevé	Concentration Théorique (g/L)	Concentration Expérimentale Amino (g/L)	Concentration Expérimentale Acide (g/L)	Fiole
E5	Solution mère	1	1.077	1.0326	20 mL
E4	5 mL de E5	0,5	0,5385	0,5163	10 mL
E3	2 mL de E5	0,2	0,2154	0,20652	10 mL
E2	1 mL de E5	0,1	0,1077	0,10326	10 mL
E1	0.5 mL de E5	0,05	0,05385	0,05163	10 mL
E0	BLANC	-	-	-	

De plus, nous avons pesé une masse de 2.0119 g de notre produit à étudier : le FC3000. Puis nous avons effectué une dilution de ce produit dans une fiole de 50 mL avec du méthanol. Soit un facteur de dilution de 25 (V/m). Après avoir fait cette préparation, nous avons filtré une partie de la solution diluée. En effet, celle-ci était trouble indiquant la présence d'éléments solides pouvant éventuellement altérer les résultats et boucher la colonne capillaire de la CPG. Ce sont certainement des espèces ioniques, en particulier la soude ou la potasse, qui sont insolubles dans le méthanol.

2.3. Résultats de l'analyse

Voici l'un des chromatogrammes obtenus après analyse de CPG. Nous avons donc étudié l'ensemble des chromatogrammes des étalons et du produit FC3000 en déterminant l'aire de chaque pic correspondant au 2-aminoéthanol et à l'acide et en relevant le temps de rétention calculé par le logiciel d'analyse.



2.3.1. 2-Aminoéthanol

RÉSULTATS ÉTALONNAGE

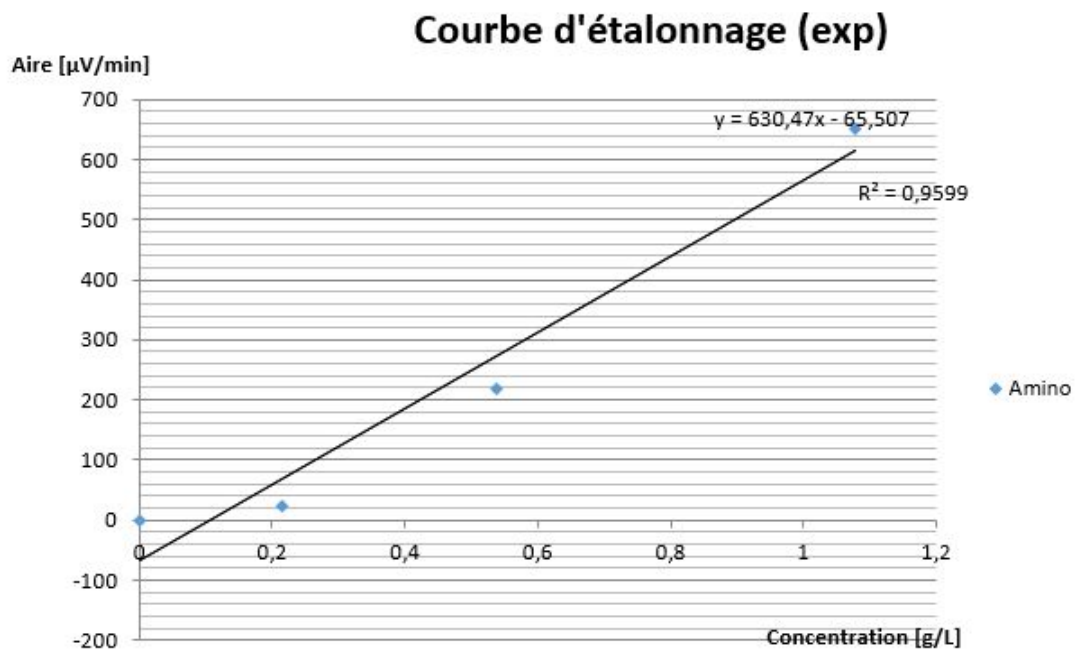
On obtient alors après analyse des chromatogrammes obtenus les résultats suivant:

<u>2-Aminoéthanol</u>	Concentrations expérimentales [g/L]	Temps de rétention [min]	Aire [µV/min]
E0	0	0	0
E3	0,22	2,42	22,60
E4	0,54	2,35	219,30
E5	1,08	2,34	650,40

Observons que les valeurs du temps de rétention correspondant à cette espèce varient de 2.34 à 2.42 minutes (E3). Ces valeurs sont censées être plus ou moins constantes.

RÉSULTATS RÉGRESSION LINÉAIRE

A l'aide de ces valeurs obtenues nous pouvons alors établir la courbe d'étalonnage suivante afin d'effectuer une régression linéaire:



On obtient alors :

- l'équation : $y = 630.47x - 65.507$
- $R^2 = 0.9599$

On vérifie par test statistique que la courbe d'étalonnage passe bien par 0:

Passage par 0 de la courbe d'étalonnage			
nombre de mesures :			4
t critique= $t(1-\alpha/2;n-2)$:		4,303	
a1 =	630,47	a0 =	-65,51
sa1 =	91,07	sa0 =	55,70
amplitude int. conf. a1 =	391,88	plitude int.conf.a0 =	239,68
0 appartient à l'intervalle de confiance sur a0 donc la droite passe par l'origine			

EXPLOITATIONS DES ÉCHANTILLONS

<u>2-Aminoéthanol</u>	Temps de rétention [min]	Aire [µV/min]
FC3000 filtré-1	2,35	913,3
FC3000 filtré-2	2,35	1001,5
FC3000 filtré-3	2,35	1109,2
FC3000 non-filtré-1	2,35	1040,7
FC3000 non-filtré-2	2,35	984,2
FC3000 non-filtré-3	2,35	1085,1
MOYENNE GÉNÉRALE	2.35	1022,333333

Nous pouvons alors calculer la concentration Camino à l'aide de la droite de régression linéaire

$$\text{Aire} = 630,47 \cdot \text{Camino} - 65,507$$

$$\text{D'où Camino} = (\text{Aire} + 65,507) / 630,47 = \mathbf{1,73 \text{ g/L}}$$

$$\text{Teneur massique FC3000} = (\text{Camino}) / (\text{masse pesée} \times \text{facteur de dilution}) = 1,73 / 25 \times 2,0119$$

D'où dans la solution de FC3000 :

Teneur massique amino FC3000 = 4 ± 2 %

Pour trouver les intervalles de confiance de la teneur massique des deux composés dans le FC3000, nous avons dû effectuer une étude statistique en appliquant cette formule et en utilisant la table de Student:

$$x_{\text{calculé}} \pm \frac{t(1 - \frac{\alpha}{2}, n - 2) s}{|a_1|} \sqrt{\frac{1}{k} + \frac{1}{n} + \frac{(x_{\text{calculé}} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

2.3.2. Acide 2-éthylhexanoïque

RÉSULTATS ÉTALONNAGE

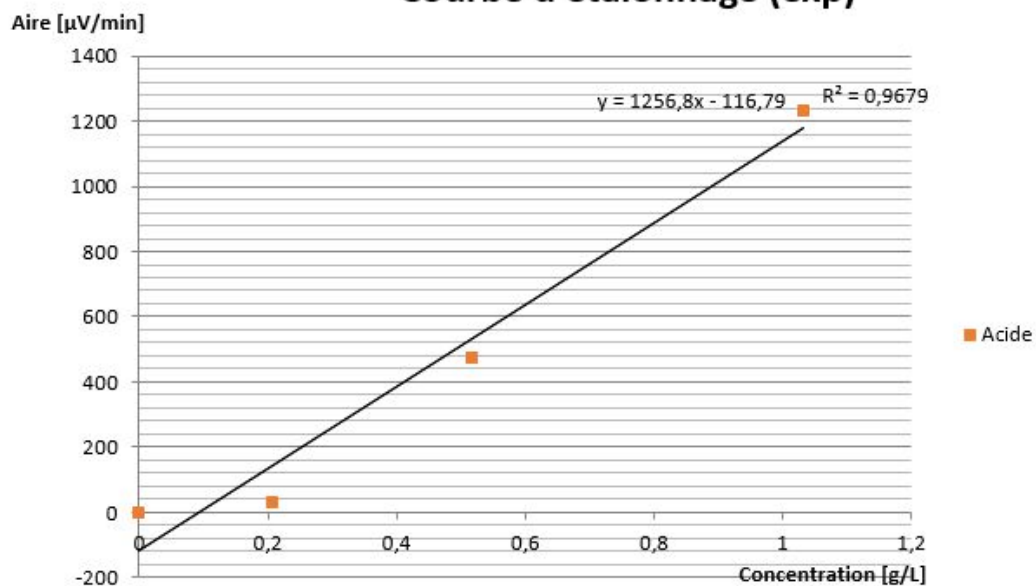
Nous procédons de manière identique pour l'acide 2-éthylhexanoïque.

<u>Acide 2-éthylhexanoïque</u>	Concentration expérimentales [g/L]	Temps de rétention [min]	Aire [μV/min]
E0	0	0	0
E3	0,20652	7,22	34,1
E4	0,5163	7,18	472,4
E5	1,0326	7,23	1232,6

Observons que les temps de rétentions sont plutôt proches d'un étalon à l'autre.

RÉSULTATS RÉGRESSION LINÉAIRE

Courbe d'étalonnage (exp)



On obtient alors :

- l'équation : $y = 1256.8x - 116.79$
- $R^2 = 0.9679$

On vérifie par test statistique que la courbe d'étalonnage passe bien par 0:

Passage par 0 de la courbe d'étalonnage			
nombre de mesures :	4		
t critique= $t(1-\alpha/2;n-2)$:	4,303		
a1 =	161,78	a0 =	94,87
sa1 =	0,97	sa0 =	125,85
amplitude int. conf. a1 =	4,16	int.conf.a0 =	541,53
0 appartient à l'intervalle de confiance sur a0 donc la droite passe par l'origine			

EXPLOITATION DES ÉCHANTILLONS

Acide 2-éthyl hexanoïque (Solution filtrée)	Temps de rétention [min]	Aire [$\mu\text{V}/\text{min}$]	(Solution non-filtrée)	Temps de rétention [min]	Aire [$\mu\text{V}/\text{min}$]
FC3000 filtré-1	7,67	363,3	FC3000 non-filtré-1	7,67	105,4
FC3000 filtré-2	7,67	162,6	FC3000 non-filtré-2	7,67	80,3
FC3000 filtré-3	7,67	145,6	FC3000 non-filtré-3	7,67	116,9
MOYENNE		223,83333	MOYENNE		100,8667

Dans le cas de l'acide, nous observons une différence assez élevée entre les valeurs trouvées pour le FC 3000 filtré et non filtré. Pour la suite, nous n'avons sélectionné que le FC 3000 non filtré dont les valeurs nous ont paru plus cohérentes.

Nous pouvons alors calculer à partir de l'équation de la courbe de tendance trouvée la concentration C_{acide} :

- *Courbe de tendance* : $y = ax + b$ Avec $a = 1256,8$ et $b = -116,79$
- Aire = $1256,8 \cdot C - 116,79$

D'où $C_{\text{acide}} = (\text{Aire} + 116,79) / 1256,8 = \mathbf{0,173 \text{ g/L}}$

Teneur massique FC3000 = $(C_{\text{acide}}) / \text{masse pesée} \times \text{facteur de dilution} = 0,173 / 2,0119 \times 25$

D'où dans la solution de FC3000:

Teneur massique acide FC3000 = 0,4 ± 0,1 %

De la même manière voir les annexes pour le calcul de l'incertitude.

2.3.3. Résumé des résultats de l'analyse de CPG du FC3000

FC3000	2-Aminoéthanol	Acide 2-éthylhexanoïque
TENEUR MASSIQUE	$4 \pm 2 \%$	$0.4 \pm 0.1 \%$

2.4. Interprétation

Grâce à l'étude statistique, nous remarquons que notre marge d'erreur est assez élevée (2% pour le 2-aminoéthanol et 0,1% pour l'acide). Cela est dû notamment à cause du nombre d'étalons assez restreint (3) afin de réaliser la régression linéaire. Ainsi, nous pouvons en conclure que nos résultats ne permettent d'avoir qu'un ordre de grandeur.

En parallèle avec notre analyse CPG, un autre groupe a réalisé un dosage acido-basique permettant aussi de calculer la teneur massique en 2-aminoéthanol dans le FC3000. Nos deux résultats sont très proches, ce qui permet d'affirmer que nos résultats sont cohérents et fiables.

Ainsi, dans le FC3000, il y a $4 \pm 2 \%$ de 2-aminoéthanol et $0,4 \pm 0.1\%$ d'acide 2-éthylhexanoïque sous sa forme basique (pH). Nous pouvons aussi remarquer qu'il existe un facteur 10 entre ces deux composés.

Cependant, d'après la FDS du produit, nous aurions dû trouver une teneur massique inférieure à 2.5 % pour le 2-aminoéthanol et pour l'acide 2-éthylhexanoïque. Le résultat est cohérent pour l'acide mais ne correspond pas pour le 2-aminoéthanol à la FDS fournie par l'entreprise. Nous pouvons supposer que cette dernière contient une erreur d'analyse compte tenu de nos résultats cohérents avec l'autre groupe qui a effectué le dosage acido-basique.

III) ANALYSE CPG SM

La chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse est une technique du même type que la précédente, seulement le détecteur permet l'identification des différents composés de notre échantillon, car chaque composé a un spectre de masse unique que l'on peut comparer avec la base de données de l'appareil. Le courant des ions permet au détecteur d'émettre des signaux électriques d'intensités différentes. Ainsi on peut traiter ces signaux qui se présentent sous la forme d'un spectre. L'objectif de cette analyse est d'identifier les substances mentionnés par le fabricant sur l'étiquette du produit mais également de voir si nous pouvons en identifier d'autres.

3.1. Description de l'appareil

On utilise le chromatographe VARIAN 3900 Saturn 2100 T GC/MS équipé d'une colonne CP9154 (60 mm x 0,25 mm, épaisseur de phase stationnaire 0.25 m, Tmax 300°C) et d'un détecteur spectromètre de masse.

Les réglages sont les suivants :

- Injecteur : 250°C Détecteur : 250°C
- Programme en température du four : La température du four débute à 50°C pendant 2 minutes puis augmente de 10°C/min, avec une température finale de 280°C pendant 2 minutes.
- Gaz vecteur : Hélium avec un flux d'1 mL/min
- Taux de split 30 :1
- Volume injecté : 0,5 µL
- Rinçage seringue dans du méthanol (avant et après prélèvement du produit commercial)
 - Pour la partie masse, détection à partir de 3,89 minutes des masses comprises entre 40 et 200 g/mol
- Mode d'ionisation : impact électronique (mode E/I)

3.2. Préparations des solutions

Pour cette analyse nous avons simplement pris un vial de la solution de FC 3000 non filtré que nous avons déjà préparé pour l'analyse de la CPG DIF. Nous avons placé sur le plateau, en position 1, du méthanol puis notre échantillon à tester en position 2. Le méthanol sert à nettoyer la seringue de prélèvement.

3.3. Résultats de l'analyse

Les chromatogrammes que nous avons obtenus n'étaient pas exploitables. En effet il y avait beaucoup trop d'impuretés sûrement à cause d'une colonne encrassée, c'est à dire pas suffisamment rincée au méthanol. Christine nous a alors conseillé de réaliser à nouveau l'expérience en faisant passer le méthanol 2 ou 3 fois avant le FC 3000 afin de bien nettoyer l'appareil, ainsi que de neutraliser et de diluer la solution. Malheureusement nous n'avons pas disposé de suffisamment de temps pour réaliser une nouvelle solution et retenter l'expérience.

IV) DOSAGE DE L'EDTA

4.1. Sécurité

Durant la préparation de notre protocole d'analyse, nous avons d'abord cherché les éléments de sécurité relatifs à chaque espèce. L'EDTA pouvant être irritant nous avons choisi de mettre des EPI (blouse, gants et lunettes) pour manipuler. Il n'est pas nécessaire de se placer sous hotte.

4.2. Technique utilisée : Complexométrie

D'après nos recherches documentaires, la technique de dosage d'EDTA la plus commune est celle par complexométrie. Habituellement l'EDTA est la solution titrante (solution dont on connaît la concentration) et cette fois-ci il a fallu inverser le processus pour en faire la solution titrée (solution dont on ne connaît pas la concentration).

Le principe de cette méthode est le suivant : les cations divalents dans la solution titrante sont captés par l'EDTA contenu dans le produit à doser jusqu'à l'équivalence visualisée par un changement de couleur du mélange (présence d'un indicateur coloré).

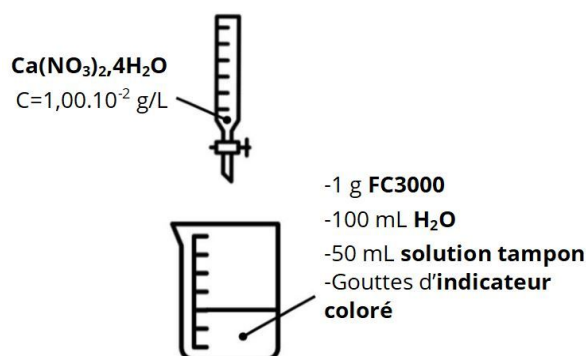
4.2.1. Préparation des solutions nécessaires et dosage effectué

Afin de mettre en oeuvre notre protocole détaillé en annexe, il a fallu calculer la quantité de solution titrante à prélever ainsi que les dilutions à préparer pour avoir les concentrations qui nous intéressaient. De plus, nous ne pouvions choisir forcément les sels de cation divalent indiqués dans les protocoles trouvés sur internet. Il a en effet fallu nous adapter aux produits disponibles au laboratoire et au prix de ceux que nous souhaitions.

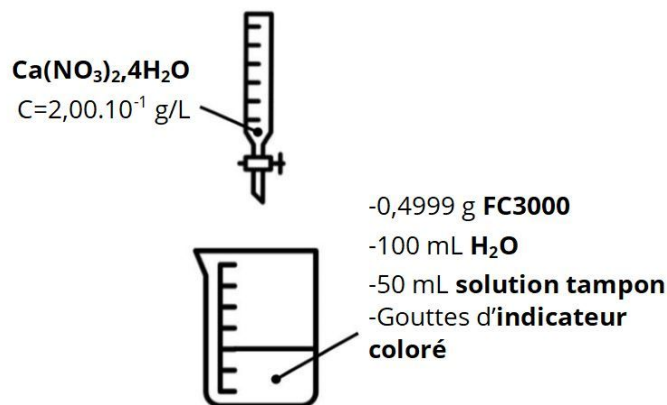
Par exemple les indicateurs colorés préconisés étaient beaucoup trop chers, nous nous sommes donc rabattus sur le noir ériochrome T, plus abordable et disponible au laboratoire.

Nous utilisons du nitrate de calcium tétrahydraté comme solution titrante (0,499g dilué dans 100mL puis dilué 5 fois).

Voici les solutions titrantes et les dosages effectués :



Pour ce premier dosage aucune équivalence n'a été trouvée (nous avons versé l'intégralité de la burette graduée = 25 mL). En faisant quelques tests (ajout de Ca^{2+} non dilué dans la solution titrée), nous en déduisons qu'il faut diminuer la concentration de de produit nettoyant et augmenter celle de Ca^{2+} .



Un changement de couleur a été observé autour de 15 mL mais n'est pas assez significatif pour conclure. Nous avons alors effectué un test avec les ions oxalates et le NET pour vérifier si les ions sont complexés en ajoutant une solution tampon au mélange. Il n'y a pas eu de changement de couleur, les ions oxalates n'ont donc pas été complexés par le NET.

4.2.2. Interprétation

Cette méthode ne nous a pas permis de conclure quand à la concentration d'EDTA dans notre produit nettoyant. En effet le virage coloré était trop diffus pour nous permettre d'avoir un résultat précis.

Suite à l'échec de cette approche, une analyse par chromatographie ionique a été effectuée par un groupe différent pour chercher à la fois l'EDTA et les oxalates.

4.2.3. Préparation d'étalons

Nous avons par la suite préparé les solutions nécessaires d'EDTA pour le groupe qui s'occupe du dosage par chromatographie ionique:

Il faut être à $5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ soit $2 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ d'EDTA minimum pour que les analyses puissent être faites.

Solution mère de concentration $0,05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Il faut donc diluer 2500 fois. Cela a été fait en deux fois, 50 puis 50.

V) DOSAGE DES ALCALINS

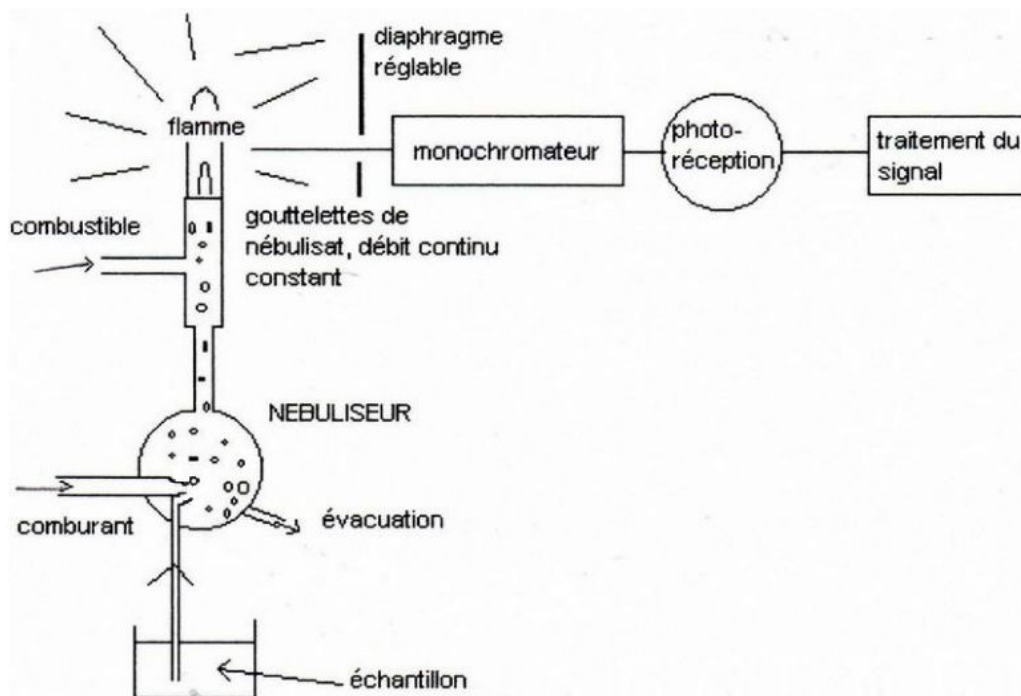
5.1. Sécurité

Les solutions utilisées ont une concentration en potassium et en sodium relativement faibles, elles ne sont pas dangereuses pour la santé. Malgré tout nous avons manipulé avec une blouse pour éviter les projections sur les vêtements.

5.2. Technique utilisée : Spectrophotométrie d'émission de flamme

Parmi les analyses demandées par l'entreprise, connaître la forme des hydroxydes présente (KOH ou NaOH) était demandé. Une fois de plus nous avons cherché un protocole permettant de réaliser ces analyses et Mme Delaroché nous a dirigés vers la méthode de spectrophotométrie d'émission de flamme utilisée pour doser les alcalins.

Cette technique utilisable pour des alcalino-terreux comme Li, Ba et ceux qui nous intéressent c'est à dire Na et K, consiste à vaporiser l'échantillon ce qui permet l'atomisation de l'élément à doser. Il y a alors une excitation suivie d'une désexcitation des atomes avec émission de rayonnements caractéristiques de l'élément. Les dosages sont réalisés par comparaison avec les résultats d'émission obtenus pour des solutions étalons de l'élément à doser.



5.2.1 Préparation des solutions et de l'appareil

Nous avons d'abord dilué le produit nettoyant afin d'obtenir une concentration proche de celle des solutions étalons. Afin d'avoir une idée du facteur de dilution nous avons procédé ainsi:

La concentration attendue en KOH est de l'ordre de 10-25% d'après la FDS.
Les balances analytiques ne pouvant peser avec précision une masse de moins de 50 mg, nous estimons qu'il serait préférable d'utiliser une masse pesée de 0,1 g de FC 3000, à dissoudre ensuite dans une première fiole de 10 mL.

Les balances analytiques ne pouvant peser avec précision moins de 50 mg, nous choisissons de peser une masse $m = 0,1024$ g.

On effectue donc une dissolution dans une fiole de 10 mL, c'est la solution S1.

On dilue d'un facteur 25 en introduisant 2 mL de S1 dans une fiole jaugée de 50 mL. On obtient la solution S2.

On réalise une dernière dilution d'un facteur 5, en prélevant 5 mL de la solution précédente dans 25 mL pour obtenir la solution S3.

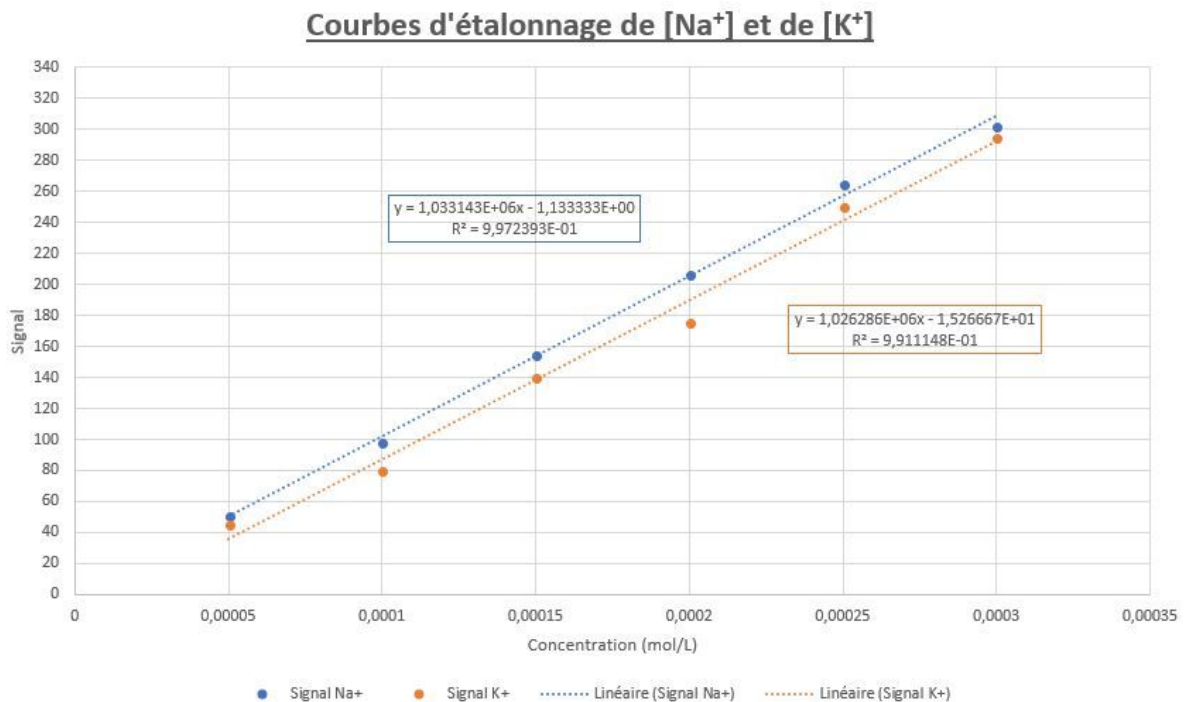
On récupère ensuite les résultats d'émission pour les solutions étalons déjà prêtes qui contiennent les deux ions analysés à la même concentration :

Concentration (.10 ⁴ mol.L ⁻¹)	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
signal pour K ⁺	45	80	140	176	250	295
signal pour Na ⁺	51	98	155	207	265	302

5.2.2. Résultats obtenus

On obtient un signal de 134 pour K^+ (solution S3) et un autre de 274 pour Na^+ (solution S2).

On trace ensuite les courbes d'étalonnage des deux éléments présentant le signal obtenu en fonction de la concentration en K^+ pour le premier et en fonction de la concentration en Na^+ pour le deuxième. A l'aide de l'équation de la droite trouvée (fonction affine) correspondant à la courbe de tendance, nous déterminons la concentration en ions hydroxyde dans le produit nettoyant.



Avec la courbe d'étalonnage précédente nous obtenons les droites de régression pour les ions K^+ et Na^+ :

$$K^+ : y = 1,026E+06x - 15,267$$

Le signal affiché par le spectrophotomètre est de 134 avec x la concentration de S3 en K^+

$$D'où x = (134 + 15,267)/1,026E+06 = 1,454 \quad (*10^{-4} \text{ mol.L}^{-1})$$

Le facteur de dilution entre S3 et S2 est de 5, celui de S2 à S1 est de 25.

$$Donc C_1 = C_3 * 125 = 1,818 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$$

$$D'où n_1 = C_1 * V_1 = 1,818 \cdot 10^{-2} * 10 \cdot 10^{-3} = 1,818 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

Ce résultat est obtenu avec une masse pesée de 0,1024 g.

Ceci correspond à la teneur molaire suivante :

$$\text{Teneur molaire } K^+ \text{ FC3000} = 1,78 \cdot 10^{-3} \pm 0,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.g}^{-1}$$

Pour obtenir la teneur massique correspondante on multiplie le résultat précédent par la masse molaire de K ce qui donne :

$$\text{Teneur massique } K^+ \text{ FC3000} = 7\% \pm 2\%$$

Pour trouver les intervalles de confiance de la teneur massique des deux composés dans le FC3000, nous avons dû effectuer une étude statistique (ANNEXE) en appliquant cette formule et en utilisant la table de Student:

$$x_{\text{calculé}} \pm \frac{t(1 - \frac{\alpha}{2}, n - 2) s}{|a_1|} \sqrt{\frac{1}{k} + \frac{1}{n} + \frac{(x_{\text{calculé}} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$Na^+ : y = 1,033E+06x - 1,133$$

Le signal affiché par le spectrophotomètre est de 274 avec x la concentration de S2 en Na^+

$$D'où x = (274 + 1,133)/1,033E+06 = 2,663 \quad (*10^{-4} \text{ mol.L}^{-1})$$

Le facteur de dilution entre S2 et S1 est de 25.

$$Donc C_1 = C_2 * 25 = 6,658 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$$

$$D'où n_1 = C_1 * V_1 = 6,658 * 10^{-3} * 10 \cdot 10^{-3} = 6,658 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

Comme plus haut ce résultat est obtenu avec une masse pesée de 0,1024 g.

Ceci correspond à la teneur molaire suivante :

$$\text{Teneur molaire Na}^+ \text{ FC3000} = 6,5 \cdot 10^{-4} \pm 0,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol.g}^{-1}$$

Pour obtenir la teneur massique correspondante on multiplie le résultat précédent par la masse molaire de Na ce qui donne :

$$\text{Teneur massique Na}^+ \text{ FC3000} = 1,5\% \pm 0,2\%$$

5.2.3. Interprétation

Les masses calculées nous permettent de dire que le produit nettoyant est composé à environ 10% d'ions K⁺ et à 1,5% d'ions Na⁺. Ces résultats sont cohérents avec les dosages acides-bases réalisés par un autre groupe. En effet, ils obtiennent une teneur molaire en OH⁻ de $1,89 \cdot 10^{-3} \pm 0,07 \cdot 10^{-3} \text{ mol.g}^{-1}$ et si nous additionnons nos teneurs molaires en K⁺ et Na⁺ nous obtenons $2,43 \cdot 10^{-3} \pm 0,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol.g}^{-1}$, ces résultats sont donc relativement similaires.

CONCLUSION

Comme l'on peut le voir à travers ce rapport, de nombreuses analyses ont été réalisées, aussi variées les unes que les autres. Différentes techniques, vues en cours précédemment ou non, ont pu être mises en place. Cela nous a permis d'élargir nos connaissances sur les différentes techniques d'analyse ainsi que les problèmes qu'elles peuvent poser. En effet durant les TP de cours, le protocole prévu est fait pour mettre en évidence une certaine espèce et est étudié pour fonctionner. Ici la démarche est différente. Un protocole est prévu mais parfois la présence d'une autre espèce rentre en concurrence avec celle que l'on veut doser. Ainsi, un autre protocole doit être imaginé pour contourner ce problème.

Le fait de travailler pour une entreprise sur quelque chose de concret et devoir faire face à des problèmes est également quelque chose de nouveau et très enrichissant. Il s'agit ici de notre premier projet de la sorte avec des demandes de l'entreprise auxquelles l'on doit répondre le plus précisément possible.

De plus nous avons travaillé en groupe de 3 à 12 suivant les moments. Il fallait donc gérer ceci et communiquer avec l'ensemble des personnes, les analyses étant parfois liés. Nous étions comme une mini entreprise où les gens doivent collaborer pour réaliser leurs tâches personnelles.

Même si une partie d'entre nous ne poursuit pas ses études dans le domaine de la chimie, ce projet fut tout de même très enrichissant aussi bien pour acquérir des connaissances dans un domaine particulier (la chimie analytique) que dans la gestion du travail de groupe, la suivie d'un planning et la recherche de solutions aux problèmes posés.

Finalement si nous avons fini nos analyses pour ce produit, il serait tout à fait possible d'en effectuer de nouvelles sur un nouveau ou bien continuer sur le FC3000 en poussant davantage (refaire nos manipulations pour confirmer nos résultats, chercher de nouveaux protocoles pour recouper les résultats, ou doser d'autres espèces). Les perspectives pour ce projet sont donc diverses et nombreuses.

BIBLIOGRAPHIE

lien internet :

<http://culturesciences.chimie.ens.fr/la-chromatographie-en-phase-gazeuse-principe-et-exemples-dapplications-12> (valide à la date du 31/05/2018).

<https://fr.wikipedia.org/wiki/EDTA>

<https://www.aquaportail.com/definition-3066-edta.html>

http://www.inrs.fr/publications/bdd/fichetox/fiche.html?refINRS=FICHETOX_276

http://licence3-chimie.u-bourgogne.fr/Annales/L3_electrochimie_20110524_cor.pdf

http://fdanieau.free.fr/cours/bts/A1/biochimie/TP/PhotometrieEmissionAtomiqueFlamme_TP8.pdf

http://www.perrin33.com/biochanalys/photons/cours_emissionatomique_v20062007.pdf

(valide à la date du 07/06/2018).

<http://www.eaglabs.fr/cm/gc-ms.html> (valide à la date du 07/06/2018).

https://fr.wikipedia.org/wiki/Chromatographie_en_phase_gazeuse-spectrométrie_de_masse

(valide à la date du 07/06/2018).

ANNEXES

1/ Analyse statistique de la CPG

Nous avons réalisé notre analyse statistique grâce à la formule ci-dessous et la table de Student :

$$x_{\text{calculé}} \pm \frac{t(1-\frac{\alpha}{2}, n-2) s}{|a_1|} \sqrt{\frac{1}{k} + \frac{1}{n} + \frac{(x_{\text{calculé}} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Avec :

- n = 4, le nombre de points de calibration,
- Risque d'erreur α de 5 % et d'après la table de Student, on obtient $t((1-\alpha)/2, n-2) = 4.303$
- k = 6 pour le 2-aminoéthanol et k = 3 pour l'acide, le nombre de répétitions sur le FC3000
- $x_{\text{calculé}}$ la valeur moyenne des concentrations des étalons
- s et a1 les paramètres statistiques obtenus par la régression linéaire dans les tableaux ci-dessous :

Résultat régression 2-aminoéthanol:			
	Pente	Ordonnée	
a1	630,4713288	-65,50748899	a0
sa1	91,07151648	55,70101782	sa0
r2	0,9599402131	73,88924084	s
	47,92537794	2	n-2 deg lib
	261654,3477	10919,23982	

Intervalle de confiance sur l'inconnue		
x calculé = (c inconnu)	1,725443452	
x barre =	0,46	
somme (xi -xbarre)carré	0,87767961	
k nb de répétitions inconnu	6	
n : nb d'étalons	4	
amplitude int de conf=	0,7560696851	g/L
incertitude teneur massique amino FC3000	0,01878994197	soit 2%

Résultat régression acide:		
	Pente	Ordonnée
	1256,82913	-116,790748
a1	161,783538	94,8705260
sa1	0,96792348	125,848888
r2	60,3509096	2
	955834,242	31675,8852

Intervalle de confiance sur l'inconnue	
x calculé = (c inconnu)	0,17318321
x barre =	0,59
somme (xi - xbarre)carré	0,69662500
k nb de répétitions inconnu	3
n : nb d'étalons	4
amplitude int de conf=	0,04837335 g/L
incertitude teneur massique acide FC3000	0,00120218 soit 0,2%

2/ Documentation technique

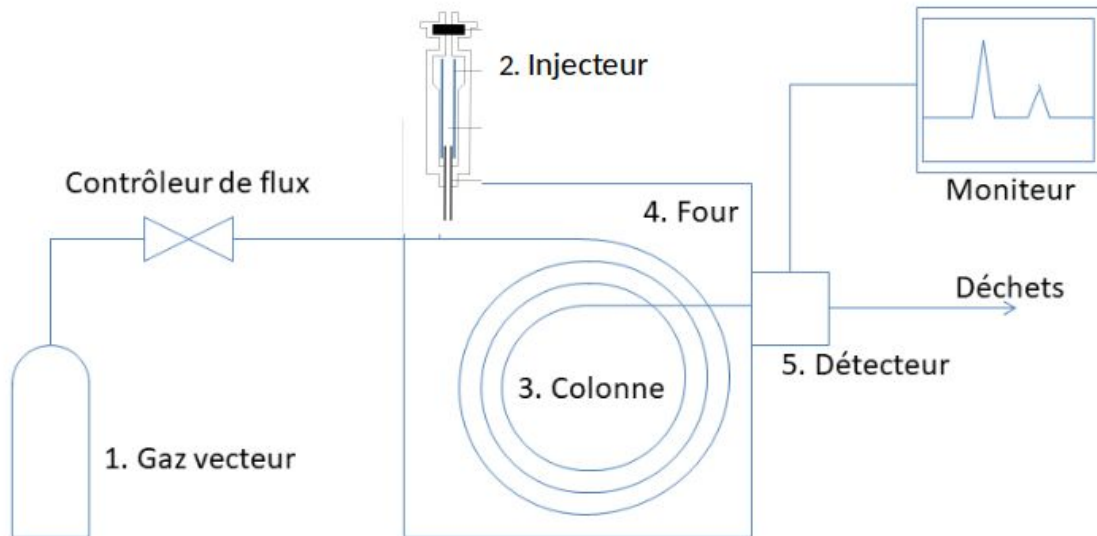
Table de Student, risque unilatéral					
v	↓	0,95	0,975	0,995	← P pour risque unilatéral
	1	6,314	12,706	63,657	
	2	2,920	4,303	9,925	
	3	2,353	3,182	5,841	
	4	2,132	2,776	4,604	
	5	2,015	2,571	4,032	
	6	1,943	2,447	3,707	
	7	1,895	2,365	3,499	
	8	1,860	2,306	3,355	
	9	1,833	2,262	3,250	
	10	1,812	2,228	3,169	
	11	1,796	2,201	3,106	
	12	1,782	2,179	3,055	
	13	1,771	2,160	3,012	
	14	1,761	2,145	2,977	
	15	1,753	2,131	2,947	
	16	1,746	2,120	2,921	
	17	1,740	2,110	2,898	
	18	1,734	2,101	2,878	
	19	1,729	2,093	2,861	
	20	1,725	2,086	2,845	
	∞	1,646	1,960	2,576	

3/ Extrait de la Fiche De Sécurité du FC 3000

3 Composition/informations sur les composants			
Caractérisation chimique: Mélanges			
<i>Description: Mélange des substances mentionnées à la suite avec des additifs non dangereux.</i>			
Composants dangereux:			
CAS: 1310-58-3 EINECS: 215-181-3	hydroxyde de potassium	C R35; Xn R22	10-25%
CAS: 141-43-5 EINECS: 205-483-3	2-aminoéthanol	C R34; Xn R20/21/22	≤ 2,5%
CAS: 75534-59-7 EINECS: 288-330-3	Alkane Sulphonate	Xi R38-41	≤ 2,5%
CAS: 149-57-5 EINECS: 205-743-6	acide 2-éthylhexanoïque	Xn R63 Repr. Cat. 3	≤ 2,5%
Indications complémentaires: Pour le libellé des phrases de risque citées, se référer au chapitre 16.			

4/ Schémas de montages, plans de conception...

Schéma d'un chromatographe



(d'après [Gas chromatography](#), Wikipédia [1])

5/ Protocole de dosage de l'EDTA

I - Sécurité EDTA

Irritant, faible toxicité.
Forme complexe toxique.
Difficilement biodégradable.
→ EPI, bac de récupération

II - Sécurité nitrate de calcium tétrahydraté

Irritant, corrosif.
Lésions oculaires graves et nocif en cas d'ingestion.
→ EPI, bac de récupération

III - Sécurité de noir ériochrome T

irritant et dangereux pour l'environnement

→ EPI, bac de récupération

Bleu puis devient rouge au contact d'ions métalliques.

IV - Protocole

Liste du matériel :

- Produits : produit nettoyant, nitrate de calcium tétrahydraté, noir ériochrome T
- Verrerie : fioles jaugées de 100mL et de 50mL, balance de précision, pipette jaugée 1mL, bécher de 200mL, burette graduée, agitateur magnétique, barreau aimanté, turbulent.

1 : Prélever 401mg de nitrate de calcium tétrahydraté, mettre dans une fiole jaugée de 100 ml.

Compléter avec de

l'eau. Prélever 1mL de solution mère avec une pipette jaugée, mettre dans une fiole jaugée de 50mL.

Compléter avec de l'eau.

2 : Prélever 1g de produit nettoyant, diluer dans 100mL d'eau dans un bécher de 200mL . Ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré.

3 : Placer la solution titrante (S0) dans la burette (en nettoyant auparavant) et la solution titrée (S1) en dessous avec un agitateur. Ajouter S0 petit à petit en réduisant autour de l'équivalence (10mL). Noter l'équivalence quand le changement de couleur persiste

4 : Refaire la manipulation deux fois si cela a fonctionné puis vérifier avec une solution d'EDTA de concentration connue.

6/Analyse statistique de la spectrophotométrie par émission de flamme

Comme pour l'analyse statistique de la CPG, nous avons utilisé la formule ci-dessous et la table de Student :

$$x_{\text{calculé}} \pm \frac{t(1 - \frac{\alpha}{2}, n - 2) s}{|a_1|} \sqrt{\frac{1}{k} + \frac{1}{n} + \frac{(x_{\text{calculé}} - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Avec :

- n = 6, le nombre de points de calibration,
- D'après la table de Student on obtient $t((1-\alpha)/2, n-2) = 2,776$

- $k = 1$ pour K^+ et $k = 1$ pour Na^+ car nous avons effectué une mesure
- $x_{\text{calculé}}$ la valeur moyenne des concentrations des étalons
- s et a_1 les paramètres statistiques obtenus par la régression linéaire dans les tableaux ci-dessous :

Résultat régression K ⁺ :			
	Pente	Ordonnée	
a1	102,6285714	-15,26666667	a0
sa1	4,858599221	9,460762747	sa0
r2	0,991114753	10,16248938	s
	446,1844338		4 n-2 deg lib
	46080,22857	413,1047619	

Intervalle de confiance sur l'inconnue (S3)			
x calculé = (c inconnu)	0,000145444		
x barre =	1,75		
somme (xi -xbarre)carré	3,5		
k nb de répétitions inconnu	1		
n : nb d'étalons	6		
amplitude int de conf=			
	0,392760888	$\times 10^{-4}$ mol/L	
Incertitude teneur molaire K ⁺ FC3000	0,000479444	mol/g	soit $0,5 \cdot 10^{-3}$ mol/g

Résultat régression Na:			
	Pente	Ordonnée	
a1	103,3142857	-1,133333333	a0
sa1	2,717942399	5,292432453	sa0
r2	0,997239301	5,684984399	s
	1444,908207	4	n-2 deg lib
	46698,05714	129,2761905	

Intervalle de confiance sur l'inconnue (S2)			
x calculé = (c inconnu)	0,000266307		
x barre =	1,75		
somme (xi -xbarre)carré	3,5		
k nb de répétitions inconnu	1		
n : nb d'étalons	6		
amplitude int de conf=			
	0,218249098	x10 ⁻⁴ mol/L	
Incertitude teneur molaire Na+ FC3000	0,000053283	mol/g	soit 0,6.10 ⁻⁴ mol/g