



Préparation des échantillons « poids par poids »

François Azière*, ancien responsable du Laboratoire d'analyses
contrôle-qualité d'Avecia (ex. Zeneca)

Cet article met en avant les avantages du travail « poids par poids » en analyse chimique grâce aux balances électroniques.

J'entend par le terme « poids par poids » la substitution de l'utilisation du volume par le poids en terme de méthode de travail dans un laboratoire d'analyses.

Les questions à se poser sont :

Pourquoi utilise-t-on comme unité le volume en chimie (mol/L) ?

L'analyse chimique a pris naissance au siècle dernier en même temps que la chimie. Pour résoudre les problèmes rencontrés, les chimistes ont employé la technologie dont ils disposaient. Pour l'analyse quantitative de solutions, ils ont utilisé comme mesure le volume car c'était la méthode la plus pratique à mettre en œuvre. Ils disposaient de verre avec de bonnes résistances chimiques et thermiques, facile à travailler au laboratoire. Depuis, sur toutes les paillasses se trouvent burettes, pipettes et fioles jaugées.

Ils auraient pu utiliser le poids, mais à cette époque, ils disposaient de balances à plateaux, plus tard mécaniques, qui sont fragiles et d'utilisation fastidieuse. Elles ne permettent pas un travail rapide, nécessitent beaucoup de maintenance et doivent être utilisées par du personnel qualifié.

L'utilisation du volume pour déterminer des concentrations a des atouts, mais avec les progrès techniques, *ces avantages sont-ils encore valables aujourd'hui ?*

Ne faudrait-il pas revoir les méthodes de travail dans les laboratoires d'analyses ?

Avec l'arrivée, il y a plus de 20 ans, des balances électroniques, nous avons un nouvel outil de travail très performant et le plus souvent sous-exploité. Les balances actuelles ont de grandes gammes de mesure et de plus, elles permettent de faire des pesées négatives, des tares automatiques, et du multiplesage. Par ailleurs, elles sont très stables et peuvent être directement utilisées sur une paillasse. Toutes ces possibilités remplacent dans beaucoup de cas les instruments volumétriques de laboratoires, mais impliquent une autre méthodologie de travail.

Les avantages de travailler en poids sont nombreux, prenons-les au cas par cas :

La précision

Pour comparer la précision entre les balances et la verrerie jaugée, il faut le faire à quantité équivalente. Dans le cas de la verrerie, à chaque instrument correspond un volume, alors que pour les balances, on peut considérer deux classes :

- La balance de précision au 1/10 000 de gramme avec un plage de pesée de l'ordre de 200 grammes et une précision de 0,1 mg ;
- Le Trébuchet au 1/100 de gramme avec un plage de pesée de 1 gramme à 3 kilogrammes et une précision de 0,02 gramme.

Pour la verrerie jaugée, quelques exemples de précisions sont données dans le *tableau I*.

Tableau I.

Verrerie	Tolérance en mL
Fiole de 5 mL	0,004
Fiole de 50 mL	0,01
Fiole de 500 mL	0,04
Fiole de 1000 mL	0,1
Pipette de 1 mL	0,003
Pipette de 5 mL	0,006
Pipette de 10 mL	0,007
Pipette de 20 mL	0,009

On constate dans tous les cas que les balances sont beaucoup plus précises que la verrerie volumétrique.

La reproductibilité

Quelque soit l'instrument utilisé pour prélever un volume, la reproductibilité dépend du manipulateur, alors qu'avec une balance, la reproductibilité ne dépend que de l'appareil.

* Le Président, allée B, rue Saint-Alban, Les Vignes, 38200 Vienne.
Tél. : 04 74 53 38 78. Fax : 04 72 71 26 07. E-mail : francois-aziere@wanadoo.fr



RECHERCHE

LES BONNES PRATIQUES DU LABO

La mise en œuvre

Pour travailler en « poids par poids » dans un laboratoire, il existe un grand nombre de possibilités, et tout dépend du besoin.

Si l'on travaille sur des quantités inférieures à 100 g, une balance au 1/10 000 g avec une plage de 160 g suffit.

Si les méthodes requièrent des dilutions importantes, par exemple 1 g à 500 g ou 0,1 g à 1 000 g, il est nécessaire d'employer 2 balances, une au 1/10 000 de gramme pour le soluté et une au 1/100 de gramme avec une plage de 2 à 5 kg pour le solvant. En ce qui concerne le matériel de prélèvement et la vaisselle, une fois encore, tout dépend des besoins, mais il est recommandé d'utiliser le plus possible du consommable jetable du type compte-gouttes en plastique ou en verre, pots en polyéthylène, etc.

Les dilutions

Avec 2 balances, une au 1/10 000 et une au 1/100 de gramme, on peut effectuer des gammes de dilution presque illimitées.

De plus, les dilutions « poids par poids » permettent de résoudre les problèmes de mousses, de viscosités, de traits de jauge et de parallaxes rencontrés avec de la verrerie.

La conformité des appareils

Il est très facile de vérifier ou de calibrer une balance, soit par des moyens internes, soit par l'intermédiaire de spécialistes (service après-vente des fournisseurs).

Par contre, il est problématique et très onéreux de faire certifier une pipette, une fiole jaugée ou une burette.

Par ailleurs, la masse ne dépend pas de la température alors que le volume, lui, y est sensible. L'étalement des balances est donc moins contraignant.

La sécurité

Le verre est une cause importante d'accidents dans les laboratoires. Pour les éviter, il faut diminuer son usage, d'où l'avantage d'utiliser les balances électroniques car elles permettent d'employer un maximum de matériels consommables jetables. En outre, le travail en poids supprime les risques de « pipetage » avec la bouche qui est interdit, mais hélas encore quelquefois pratiqué.

Les coûts

Il est moins onéreux de travailler avec des balances électroniques que d'utiliser de la verrerie volumétrique de laboratoire. D'abord les balances ne cassent pas comme du verre, et les éléments suivants démontrent cette affirmation :

- Une balance de précision coûte en moyenne 25 000 F,
- Une balance au 1/100 de gramme coûte 10 000 F. Soit pour 2 balances, un coût de 290 F par mois, avec une durée de vie de 10 ans minimum.

Le coût d'une seule fiole jaugée de 1 litre est déjà de 400 F.

Si l'on considère que les laboratoires sont déjà équipés de balances, le coût de revient de cette méthode de travail est équivalent à celui du consommable.

Au point de vue temps de manipulations, l'expérience montre que la méthode « poids par poids » est aussi rapide que les méthodes traditionnelles et que de surcroît, on gagne sur le temps de lavage en utilisant du matériel consommable en plastique.

L'utilisation d'une balance comme burette

L'utilisation d'une balance comme burette n'est pas fréquente dans les laboratoires d'analyses chimiques. Voici un exemple démontrant les possibilités qu'offrent les balances électroniques.

Matériel à utiliser :

- une balance électronique,
- un flacon de solution titrante,
- un compte-gouttes en plastique,
- un agitateur magnétique,
- un erlenmeyer de 250 mL.

Mode opératoire :

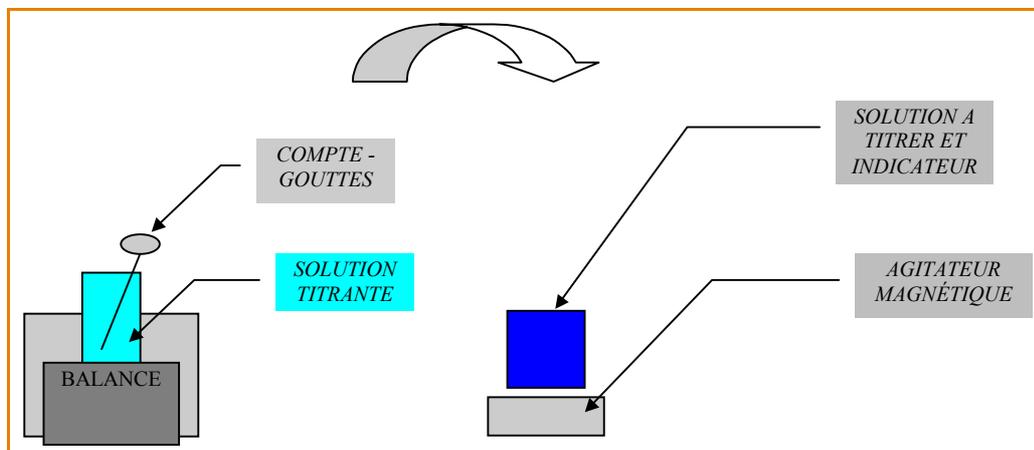
- mettre le flacon de solution titrante et le compte-gouttes sur la balance,
- effectuer la mise à zéro,
- mettre la quantité en masse de produit à doser et l'eau dans l'eren,
- mettre l'eren sous agitation,
- ajouter le mode de détection dans l'eren (indicateur coloré ou électrode),
- doser en ajoutant la solution titrante avec le compte-gouttes,
- au point équivalent mettre le compte-gouttes sur la balance et relever la masse (valeur négative), car elle correspond au volume équivalent.

RECHERCHE

LES BONNES PRATIQUES DU LABO



Schéma :



Cette méthode supprime les problèmes de parallaxe des burettes manuelles et des bulles d'air dans les tuyaux pour les burettes automatiques. Elle permet d'avoir autant de réactifs que l'on veut pour un coût qui reste modeste. Elle est conforme à toutes les normes en vigueur si la balance est étalonnée régulièrement.

- Si l'on utilise des solutions titrantes de l'ordre de 0,01 mol/L, la masse au point équivalent correspond directement au volume car la densité est voisine de 1.
- Si l'on utilise des solutions titrantes plus concentrées (1 ; 2 ; 0,1 mol/L), il faut tenir compte de la densité.

Exemples d'utilisation du travail « poids par poids » en analyse chimique

- Les méthodes « poids par poids » s'adaptent facilement à l'analyse de l'eau. Par exemple, dans le cas de la D.B.O.₅¹, l'avantage principal de travailler « poids par poids » est que l'on peut utiliser les dilutions que l'on veut pour obtenir le meilleur résultat possible.
- La préparation des échantillons et des étalons pour l'analyse des métaux par ICP ou absorption atomique est très pratique et rapide.
- Pour la préparation des éluants pour HPLC, la méthode « poids par poids » supprime les problèmes de contraction de volume due au mélange de solvants.

- La préparation des échantillons et des étalons pour les analyses chromatographiques en « poids par poids » permet parfois de les effectuer directement dans des vials² de 2 mL pour un passeur d'échantillons.

Pour toutes ces raisons, je pense que cette méthodologie de travail a de l'avenir dans la chimie analytique. Mais il faut former et convaincre les chimistes que c'est un plus pour la qualité de leur travail. Dans certains cas, on est obligé d'utiliser les volumes, aussi je conseillerais d'utiliser les pipettes automatiques qui sont reproductibles et peuvent être étalonnées aisément.

Le mode de travail « poids par poids » va dans le sens de la diminution de l'utilisation de verre dans les laboratoires de chimie qui est souvent cause d'accidents.

Avec le matériel actuel, essentiellement le consommable en plastique, la verrerie peut être remplacée dans de nombreux cas.

Alors que les appareils d'analyses ont beaucoup progressé (ils permettent de détecter des ppt), l'échantillonnage et la préparation des échantillons peuvent, quant à eux, encore évoluer.

Notes

¹D.B.O.₅: demande biochimique en oxygène après 5 jours (indique la biodégradabilité d'une eau résiduaire).

²Vial: flacon standardisé (généralement de 2 mL) pour les passeurs automatiques d'échantillons HPLC, CPG ou autres.