

TP 2 mesure du pH et Conductivité

1. Mesure du pH

1.1. Appareillage

Le matériel de mesure du pH se compose de :

- Un pH mètre WTW 521 équipé d'une électrode combinée ;
- Un thermomètre intégré ;
- Un agitateur magnétique.

1.2. Mode opératoire

1.2.1. Préparation de l'instrumentation

- Vérifier les diverses connexions : secteur, électrodes, etc.;
- Dégager l'électrode de son support ;
- Oter le chapeau protecteur de l'électrode double, le déposer en lieu sûr ;
- Compléter éventuellement le niveau en électrolyte de remplissage, rincer abondamment l'extrémité de l'électrode avec de l'eau distillée ;
- Essuyer l'extrémité de l'électrode avec du papier JOSEPH ;
- Replacer l'électrode sur son support.

1.2.2. Etalonnage

☞ 1ère étape

Mesurer approximativement le pH de l'échantillon à l'aide d'un papier indicateur.

☞ 2ème étape

- Introduire dans le vase de mesure parfaitement propre un petit barreau magnétique ;
- Rincer le vase et le barreau à l'eau distillée tout propre puis avec un premier tampon dont le pH est inférieur à celui de la solution à étudier ;
- Introduire le tampon dans le vase ;
- Immerger l'électrode en veillant :
 - à ce que le fritté de l'électrode de référence soit immergé,
 - à ce que le barreau magnétique puisse tourner librement.

- Mettre l'appareil sous tension, attendre quelques minutes (2 – 5 minutes);
- Mesurer la température du tampon et l'afficher sur le correcteur de température, une certaine valeur de pH s'affiche ;
- Amener cette valeur à celle du tampon en actionnant sur le potentiomètre de standardisation (bouton gauche) et attendre que la lecture soit stable ;
- Retirer l'électrode, la rincer et l'essuyer ;
- Retirer l'électrode, la rincer et l'essuyer ;
- Remettre le tampon dans son flacon d'origine ;
- Rincer le vase de mesure et l'électrode à l'eau distillée puis avec un second tampon dont le pH est supérieur à celui de l'échantillon.

☞ 3ème étape

- Introduire le second tampon dans le vase ;
- Agir comme si dessus pour la température, immerger l'électrode, une nouvelle valeur de pH s'affiche ;
- Amener cette valeur à celle correspondant au pH du second tampon à l'aide du potentiomètre de réglage de pente (slope) ;
- Attendre que la lecture soit stable ;
- Replacer le deuxième tampon dans son flacon et rincer l'électrode.
- L'appareil est alors étalonné et prêt à l'emploi.

1.2.3. Mesure du pH

- Rincer le vase, le barreau magnétique, l'électrode, avec de l'eau distillée puis avec l'échantillon ;
- Remplir le vase de mesure avec l'échantillon ;
- Faire la correction de température ;
- Immerger l'électrode avec les précautions habituelles et agiter ;
- Lire directement le pH lorsque la valeur s'est stabilisée.

1.3. Travail à effectuer

Pour chacun des échantillons proposés :

- Evaluer approximativement le pH à l'aide du papier pH,
- Sélectionner les tampons convenant le mieux à l'étalonnage de l'appareil,
- Effectuer la standardisation et le réglage de la pente,
- Mesurer le pH de l'échantillon.

2. Mesure De La Conductivité

2.1. Manipulation

2.1.1. Instrumentation

On utilisera un appareil de terrain soit le LF 90, soit le LF 91. Ces deux appareils sont munis d'une compensation de température manuelle pour le LF 90, automatique pour le LF 91.

2.1.2. Mode opératoire

Quel que soit l'appareil utilisé :

- Vérifier les connexions cellule/conductivimètre ;
- Rincer soigneusement la cellule de mesure à l'eau distillée et l'essuyer convenablement.

A. Vérification de la constante

En général, la valeur de la constante est gravée sur la cellule. S'agissant des cellules utilisées ici, la constante donnée est égale à 1. C'est cette valeur qu'il convient de contrôler.

Dans un bêcher parfaitement propre, introduire un volume d'étalon qui permet d'immerger convenablement la cellule.

Note : On aura toujours intérêt à « étalonner » l'appareil à partir d'un standard dont la conductivité est de l'ordre de celle que l'on se propose de mesurer. Durant toutes les mesures qui suivent, la solution devra être modérément agitée en vue de son homogénéisation.

*** Conductivimètre LF 90**

- Mettre l'appareil sous tension, commutateur inférieur ;
- Mesurer la température de l'étalon et placer le compensateur de température sur la position correspondant à cette valeur ;
- A partir de cet instant tous les résultats seront relatifs à la température habituelle à laquelle on mesure C, soit 20°C ;
- Placer le commutateur sur mS/cm, (milli siemens) ;
- Lire le résultat, soit C1.

S'il apparaît une discordance entre la valeur lue C1 et la conductivité réelle de l'étalon Cr, c'est que la constante de cellule est différente de celle inscrite sur sa gaine.

On a : $C_r = C_1 \cdot K$ (Eq. 9)

D'où : $K = C_r / C_1$ (Eq. 10)

Par la suite, il conviendra de toujours multiplier le résultat affiché par K et noter cette valeur.

* **Conductivimètre LF 91**

- Mettre l'appareil sous tension ;
- Placer le commutateur inférieur sur X ;
- Placer le commutateur supérieur sur mS/cm (milli siemens) ;
- La compensation de température est automatique, l'appareil rend directement la conductivité à 20°C. (On peut connaître la température en plaçant le commutateur sur °C) ;
- Procéder ensuite comme avec le LF 90.

B. Mesure d'une conductivité

- Rincer et essuyer soigneusement la cellule ;
- Immerger la cellule dans la solution inconnue ;
- Placer le commutateur sur Ms/cm et lire le résultat ;
- Multiplier le résultat par la valeur K pour avoir la valeur exacte de la conductivité.

2. 2. Travail à effectuer

- Déterminer la constante de la cellule ;
- Mesurer la conductivité des échantillons proposés (en $\mu\text{S}/\text{cm}$) ;
- Calculer la résistivité de ces mêmes échantillons (en ohm.cm) ;
- Déduire de ces mesures leur minéralisation.