

TP N° 2 : BROYAGE

I- OBJECTIF

Réaliser le broyage d'un matériau afin de réduire sa taille et d'obtenir une poudre fine pour des analyses ou des utilisations spécifiques.

II-DEFINITION

Broyage : est une étape essentielle dans de nombreux processus industriels et de laboratoire pour obtenir des matériaux de tailles spécifiques. La maîtrise des paramètres de broyage permet d'optimiser la qualité et les caractéristiques du produit final.

II- MATERIEL NECESSAIRE :

1. Broyeur (à billes, à marteaux, ou autre type selon le matériau)
2. Matériau à broyer (aspirine, morceaux de craie,)
3. Tamis de différentes tailles
4. Balance de précision
5. Filtre, pipettes, spatules
6. **Solvant** : éthanol, eau distillée, acide chlorhydrique dilué
7. **Réactif** : Chlorure ferrique (FeCl_3), Iode

1^{ER} PARTIE : PROCEDURE DE BROYAGE

1. Préparation

- Peser une quantité précise du matériau à broyer à l'aide de la balance de précision.

2. Chargement du broyeur

- introduire le matériau dans le broyeur.
- Ajouter des billes de broyage si nécessaire (pour les broyeurs à billes).

3. Réglage du broyeur

- Régler la vitesse et la durée du broyage en fonction du matériau et de la finesse souhaitée. Ces paramètres peuvent varier et doivent être optimisés pour chaque type de matériau.

4. Broyage

- Fermer le broyeur et démarrer l'appareil.
- Surveiller le processus de broyage et noter le temps de broyage.
- Arrêter le broyeur après la durée définie.

5. Récupération du matériau broyé

- Ouvrir le broyeur avec précaution et récupérer le matériau broyé.
- Tamiser le matériau pour obtenir des particules de la taille souhaitée.

- Si nécessaire, répéter le processus de broyage pour obtenir une poudre plus fine.

6. Nettoyage

- Nettoyer soigneusement le broyeur et les accessoires pour éviter toute contamination croisée lors des futurs broyages.
- Éliminer les déchets conformément aux procédures de sécurité en vigueur.

7. Analyse

- Peser la quantité finale de poudre obtenue et comparer avec la quantité initiale.
- Effectuer des analyses supplémentaires sur la poudre obtenue (granulométrie, composition, etc.).

2^{ème} PARTIE : IDENTIFICATION CHIMIQUE DES COMPOSANTS

1- L'ASPIRINE

1-OBJECTIF

- Identifier qualitativement les constituants principaux d'un comprimé d'aspirine.
- Détecter la présence d'excipients courants (amidon, cellulose, lubrifiants).

2. PRINCIPE

L'aspirine (acide acétylsalicylique) peut être hydrolysée pour libérer l'acide salicylique, qui forme un complexe coloré violet avec Fe^{3+} .

L'amidon donne une coloration bleue en présence d'iode. Les excipients insolubles peuvent être séparés par filtration.

3. PROCEDURES EXPERIMENTALES

A. Détection de l'acide acétylsalicylique par hydrolyse + FeCl_3

1. Broyer un comprimé d'aspirine dans un mortier.
2. Dissoudre la poudre dans 10 mL d'eau distillée + quelques gouttes d'HCl dilué.
3. Chauffer 5 minutes au bain-marie pour **hydrolyser**.
4. Laisser refroidir puis ajouter 2 à 3 gouttes de FeCl_3 .
5. **Observation** : coloration violette → présence d'acide salicylique → donc d'aspirine.

B. Détection de l'amidon par le test à l'iode

1. Filtrer la solution précédente pour séparer les éléments insolubles.
2. Prendre un peu de résidu solide dans un tube à essai.
3. Ajouter quelques gouttes de solution d'iode.
4. **Observation** : coloration bleue → présence d'amidon.

2- MORCEAUX DE CRAIE

1-OBJECTIF

- Identifier chimiquement les composants principaux d'un échantillon de craie.
- Vérifier la présence du CaCO_3 , constituant majeur de la craie naturelle.
- Détecter les additifs secondaires (sulfate de calcium, argile, liants organiques).

2-MATERIEL ET REACTIFS NECESSAIRES

- Morceaux de craie (blanche)
- Tube à essai, pipette - Papier filtre
- Acide chlorhydrique dilué (HCl 0,1 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)
- Nitrate d'argent (AgNO_3) -Oxyde de baryum ou Chlorure de baryum (BaCl_2) -
Solution de Soude (NaOH)

3-PRINCIPE CHIMIQUE

La craie naturelle est principalement composée de Carbonate de calcium, qui réagit facilement avec les acides en libérant du dioxyde de carbone :



D'autres constituants possibles :

- Sulfate de calcium ($\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) → ne réagit pas avec les acides faibles.
- Argile (silicates) → insoluble, reste dans le résidu solide.
- Liants organiques (colles, polymères) → peuvent brûler ou se décomposer à la flamme.

4-PROTOCOLE EXPERIMENTAL

I. Test à l'acide chlorhydrique (détection du carbonate)

1. Déposer un petit morceau de craie dans un tube à essai.
2. Ajouter quelques gouttes d'HCl dilué.
3. Observation attendue :

-Dégagement gazeux effervescent (bulles de CO_2).

4. Vérifier le gaz : faire passer dans de l'eau de chaux → elle devient trouble → présence de CO_2 .

II. Détection des ions sulfate (SO_4^{2-})

1. Dissoudre une petite quantité de poudre de craie dans HCl dilué.
2. Filtrer pour éliminer les particules insolubles.
3. Ajouter quelques gouttes de Chlorure de baryum (BaCl_2).

4. Observation attendue :

-Précipité blanc de Sulfate de baryum(BaSO_4) → indique la présence de Sulfate de calcium(CaSO_4) dans la craie.

III. Détection des ions chlorure (Cl^-) — additifs éventuels

1. Prélever un peu de solution filtrée.
2. Ajouter quelques gouttes de Nitrate d'argent (AgNO_3).

3. Observation attendue :

-Précipité blanc de Chlorure d'argent (AgCl) → présence possible de sels ajoutés (colle, stabilisant, etc.).

IV. Détection de matières organiques (liants)

1. Chauffer doucement un petit fragment de craie sur une flamme propre.

2. Observation :

-Si une odeur de brûlé ou une coloration brune apparaît → présence de liant organique.

-Si aucun changement → craie minérale pure.

QUESTIONS

1^{er} partie :

1. Donner la définition de l'hydrolyse et citer quelques exemples.

2. Expliquer pourquoi on dilue la solution de KI lors du test à l'iode.
3. Donner la formule chimique de l'acide salicylique.
4. Existe-t-il d'autres méthodes d'analyse permettant de détecter l'acide salicylique dans l'aspirine ?

2^{eme} Partie :

1. Quelle réaction chimique se produit lorsque la craie est en contact avec l'acide chlorhydrique ?
2. Quelle expérience permet d'identifier le gaz dégagé ?
3. Pourquoi utilise-t-on Chlorure de baryum pour détecter les ions sulfate ?
4. Comment distinguer une craie naturelle d'une craie artificielle à base de Sulfate de calcium (gypse) ?
5. Pourquoi certains morceaux de craie contiennent-ils des liants organiques ?
6. Quels usages industriels exploitent les propriétés du Carbonate de calcium ?

CONCLUSION