



Figure 2.2.18.-1. – Appareil pour la détermination du point de solidification

Dimensions en millimètres

**Mode opératoire.** Dans le tube intérieur, introduisez une quantité suffisante de la substance à examiner liquide ou fondue au préalable de façon qu'elle recouvre entièrement le réservoir du thermomètre. Déterminez le point de solidification approximatif par refroidissement rapide. Plongez ensuite le tube intérieur dans un bain dont la température est supérieure de 5 °C environ au point de solidification approximatif et maintenez-le jusqu'à quasi-disparition de toute trace de cristaux. Remplissez le vase cylindrique d'eau ou d'une solution saturée de chlorure de sodium dont la température est inférieure de 5 °C environ au point de solidification présumé. Insérez le tube intérieur dans le tube extérieur, assurez-vous de la présence de germes cristallins, plongez l'appareil dans le bain et agitez énergiquement jusqu'à solidification. Notez la température la plus élevée observée au cours de la solidification.

01/2008:20219

## 2.2.19. TITRAGE AMPÉROMÉTRIQUE

Au cours d'un titrage ampérométrique le point de fin de titrage est déterminé en suivant la variation de l'intensité du courant, mesurée entre 2 électrodes (une électrode indicatrice et une électrode de référence ou 2 électrodes indicatrices) plongeant dans la solution à examiner et maintenues à une différence de potentiel constante, en fonction de la quantité de réactif titrant ajouté.

Le potentiel de l'électrode de mesure doit être tel qu'il existe un courant de diffusion de la substance électroactive.

**Appareillage.** L'appareillage comporte une source de tension réglable ainsi qu'un microampèremètre sensible ; le système de détection est généralement constitué d'une électrode indicatrice (par exemple une électrode de platine, une électrode à goutte de mercure, une électrode à disque tournant ou une électrode au carbone) couplée à une électrode de référence telle que l'électrode au calomel ou l'électrode à l'argent-chlorure d'argent.

Un appareil à 3 électrodes peut également être utilisé : outre l'électrode indicatrice et l'électrode de référence, il comporte une électrode auxiliaire polarisée.

**Mode opératoire.** Réglez le potentiel de l'électrode indicatrice selon les indications de la monographie et portez sur un graphique l'intensité initiale du courant ainsi que les valeurs obtenues par la suite en fonction de la quantité de réactif titrant ajouté. Ajoutez celui-ci en au moins 3 quantités successives représentant un volume total d'environ 80 pour cent du volume théorique correspondant au point d'équivalence présumé. Les 3 valeurs obtenues doivent se situer sur une droite. Poursuivez l'addition du réactif titrant au-delà du point d'équivalence présumé, en au moins 3 quantités successives : les 3 valeurs obtenues doivent aussi se situer sur une droite. Le point de fin de titrage est situé au point d'intersection des 2 droites.

Dans le cas d'un titrage ampérométrique à 2 électrodes indicatrices, il convient d'enregistrer la totalité de la courbe de titrage et d'utiliser celle-ci pour déterminer le point de fin de titrage.

01/2008:20220  
corrigé 6.0

## 2.2.20. TITRAGE POTENTIOMÉTRIQUE

Au cours d'un titrage potentiométrique le point de fin de titrage est déterminé suivant la variation de la différence de potentiel mesurée entre 2 électrodes (une électrode indicatrice et une électrode de référence ou 2 électrodes indicatrices) plongeant dans la solution à examiner, en fonction de la quantité de réactif titrant ajoutée.

La mesure du potentiel est habituellement effectuée en maintenant le courant nul ou pratiquement nul.

**Appareillage.** L'appareillage utilisé (potentiomètre simple ou appareils à circuits électroniques) comporte un voltmètre permettant une lecture à 1 mV près.

Le choix de l'électrode indicatrice est fonction de la nature des composés à doser : électrode de verre ou électrode métallique (platine, or, argent, mercure, etc.). L'électrode de référence est généralement une électrode au calomel ou une électrode argent-chlorure d'argent.

Dans le cas de titrages acido-basiques et sauf mention contraire dans la monographie, un système d'électrodes de verre/calomel ou verre/argent-chlorure d'argent est utilisé.

**Mode opératoire.** Le mélange de solvants est neutralisé, si nécessaire, avant la dissolution de la substance à examiner. Portez sur un graphique les variations de potentiel en fonction de la quantité de réactif titrant ajouté, en continuant l'addition de ce dernier au-delà du point d'équivalence présumé. Le point de fin de titrage correspond à une variation brusque du potentiel.

01/2008:20221

## 2.2.21. FLUORIMÉTRIE

La fluorimétrie est une méthode qui utilise la mesure de l'intensité de lumière fluorescente émise par la substance à examiner par rapport à celle émise par un étalon déterminé.

**Mode opératoire.** Dissolvez la substance dans le solvant ou le mélange de solvants indiqué dans la monographie, versez la solution dans la cuve ou le tube du fluorimètre et illuminez par un faisceau de lumière excitatrice autant que possible monochromatique dont la longueur d'onde est indiquée dans la monographie.

Mesurez l'intensité de la lumière émise sous un angle de 90° par rapport à la direction du faisceau illuminant, après lui avoir fait traverser un filtre qui arrête la lumière incidente et laisse passer la radiation de fluorescence. D'autres types d'appareils peuvent être utilisés à condition qu'ils conduisent à des résultats identiques.