

Obtention de l'eau distillée au laboratoire

Sur une idée de David Lacaille

Mise à jour novembre 2021

ans un laboratoire de chimie, l'eau est une matière d'œuvre essentielle. Elle est le solvant de presque toutes les solutions que nous sommes amenés à préparer. Dans un laboratoire de chimie de l'enseignement, l'eau doit répondre à trois critères principaux : son pH doit être le plus proche possible de 7, sa concentration en ions chlorure doit être la plus faible possible, sa dureté (quantité d'ions Ca²+ et Mg²+ dissous) doit être la plus faible possible. Elle n'est pas potable d'un point de vue bactériologique pour les élèves tentés de la boire. Nous allons développer les différentes méthodes de production d'eau distillée au laboratoire, leurs avantages et leurs inconvénients.



1. LES DIFFÉRENTS DISPOSITIFS

1.1. Les distillateurs

La distillation est la technique la plus utilisée dans les laboratoires de l'enseignement. La méthode est simple : on distille en continu l'eau du robinet. Les impuretés restent dans le fond du distillateur. Les distillateurs disponibles sur les catalogues ne sont pas un trop gros investissement et s'entretiennent relativement facilement. Leur prix d'achat est d'environ 1000 €. Chaque pièce peut ensuite être achetée individuellement. Ils ont cependant trois inconvénients majeurs :

- coût énergétique important : la résistance chauffante ayant une puissance de 3 000 W;
- ♦ le débit horaire : le constructeur annonce 4 L·h⁻¹. Dans la pratique, il faut régler correctement le débit d'arrivée d'eau, ce qui est parfois délicat ;
- ♦ *la conception* : lors de la distillation de l'eau, toutes les impuretés se déposent dans la cuve. Ce qui fait que l'appareil s'entartre très vite et nécessite un entretien régulier.

Détartrage de la machine

Beaucoup de collègues détartrent ce genre de distillateur avec une solution d'acide formique à 15 %. C'est à déconseiller. L'acide formique attaque en effet le revêtement de la résistance chauffante et à terme entraîne sa défaillance. La meilleure méthode réside encore avec ce bon vieux vinaigre et l'huile de coude.

<u>Remarque</u>: le vinaigre contient de l'acide acétique à environ $1,0 \text{ mol} \cdot L^{-1}$; cet acide est aussi complexant, sans doute plus que l'acide formique. Il est cependant beaucoup moins concentré, ce qui fait la différence.

Voici la marche à suivre :

- après avoir fait marcher le distillateur à fond sur quelques jours, on fait une première trempe en remplissant la cuve de vinaigre, on laisse reposer un peu;
- on démonte la résistance (il faut veiller à ne pas attendre qu'il y ait trop de calcaire au moment de cette étape, le démontage pourrait alors se trouver malaisé);
- on gratte la couche de calcaire avec soit une brosse à bougie ou un goupillon assez solide;
- on remonte la résistance :
- on fait circuler un peu l'eau sans mettre en route le chauffage.

D'une manière générale, le premier bidon d'eau après un détartrage n'est jamais très bon.

1.2. Les osmoseurs

L'osmose inverse est un procédé de séparation physique. L'eau traverse une membrane constituée d'une multitude de pores microscopiques. La plupart des entités chimiques en solution dans l'eau, beaucoup plus grosses que les molécules d'eau et souvent chargées, ne peuvent traverser cette membrane.

L'eau osmosée est quasi pure. Elle ne comporte pratiquement plus de métaux lourds, de chlorures et sa dureté est très faible. De plus, l'appareil n'a besoin que d'un accès d'eau et ne consomme pas d'énergie.

Le système pourrait sembler presque parfait pour les besoins d'un laboratoire de chimie. Cependant, les appareils sont assez chers et leur débit est très faible. Le laboratoire doit disposer d'une pression d'eau assez confortable pour pouvoir faire fonctionner l'osmoseur au mieux. C'est un système à réserver pour des besoins très spécifiques en eau purifiée.

1.3. Les filtres à charbons actifs

Il existe deux types de filtres à charbons actifs : les filtres à cartouche et le filtrepresse. Le principe est assez simple : l'eau s'écoule à travers les minuscules pores d'un charbon actif. Les particules plus grosses que les pores sont retenues tandis que les autres traversent sans encombre. Les particules retenues sont liées chimiquement au charbon actif. Ces filtres retiennent les matières en suspension, les grosses particules, les métaux lourds et le chlore dans une certaine limite. Ces filtres sont enrichis en argent qui a une action toxique sur les germes et les microbes.

Les carafes achetées dans le commerce, basées sur les filtres à charbon actif ont une action limitée sur l'épuration de l'eau et visent surtout à en améliorer le goût. Cependant, leur coût très faible et leur mise en œuvre assez simple peuvent être intéressants pour un laboratoire d'enseignement ne disposant pas de beaucoup de moyens. Comme nous le verrons par la suite, le système peut se révéler intéressant au laboratoire même s'il est très limité.

1.4. L'eau déminéralisée ou eau permutée

Les ions en solution dans l'eau (chlorures, calcium, magnésium...) sont échangés sur des résines contre des ions : H^+_{aq} pour les cations et $HO^-_{(aq)}$ pour les anions. Lorsque la résine est épuisée, il faut la régénérer avec une solution d'acide concentré d'une part et avec une solution de soude concentrée d'autre part. Pour l'eau affinée, seuls les cations sont échangés par l'ion $Na^+_{(aq)}$. La résine est régénérée avec une solution concentrée de $NaC\ell$.

2. LA QUALITÉ DES DIFFÉRENTES EAUX

Les paramètres étudiés sont les suivants : pH, taux d'ions chlorure et dureté de l'eau. Nous vous proposons ci-dessous des modes opératoires pour analyser ces différents paramètres, soit qualitativement, soit quantitativement. Les résultats présentés sont ceux d'un établissement de l'académie de Rouen.

2.1. Aspect qualitatif

	Test nitrate d'argent (chlorure)	Test phosphate d'ammonium (ions responsables de la dureté)	pН
Distillée	0	0	5,6
Déminéralisée	0	0	5,0
Filtrée	+	0	6,8
Osmosée	-	-	-
Eau du robinet	++	+++	7,5

^{0 :} rien de significatif ♦ + : un peu ♦ ++ : beaucoup ♦ +++ : très important.

Tableau 1

<u>Remarque</u>: le test au phosphate d'ammonium n'est pas proposé dans le précis d'analyse qualitative [1]. Les ions oxalate donnent une limite de sensibilité de 300 ppm soit environ $0,008 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (TH = 8). Le test qualitatif recommandé utilise le fluorure d'ammonium.

2.2. Aspect quantitatif

2.2.1. Degré hydrotimétrique des eaux

Le dosage a été fait sur l'eau du robinet et l'eau filtrée sur charbon actif. On a utilisé une solution d'EDTA à 0,01 mol·L⁻¹ avec un volume d'essai de 20 cm³.

On rappelle qu'un degré hydrotimétrique (°TH) correspond à une concentration en ions Ca^{2+} et Mg^{2+} égale à $C=10^{-4}$ mol· L^{-1} . Une eau douce correspond à environ 15 °TH, dure de 15 à 35 °TH et très dure à plus de 35 °TH.

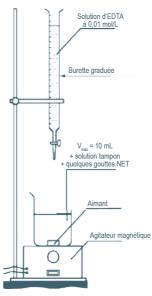


Figure 1

Remarque: modification proposée

On a utilisé une solution d'EDTA à $0.01~\mathrm{mol\cdot L^{-1}}$ avec un volume d'essai de $10~\mathrm{cm^3}$. On ajoute 1 mL de solution tampon et 2 mL d'indicateur NET. La solution de NET est préparée en dissolvant un comprimé de NET dans 25 mL d'eau distillée chaude.

	Volume équivalent 1 (cm³)	Volume équivalent 2 (cm³)	Concentration en Ca ²⁺ et Mg ²⁺	Degré hydrotimétrique (°TH)
Robinet	5,2	5,1	$2,58 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot L^{-1}$	25,8
Filtrée	1,9	1,8	$9,25 \cdot 10^{-4} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	9,25

Tableau 2(1)

2.2.2. Dosage des ions chlorure dans les eaux⁽²⁾

Le dosage des ions chlorure dans l'eau peut être effectué par la méthode de Mohr : méthode colorimétrique utilisant l'ion chromate ${\rm CrO_4^{2-}}$ (souvent du chromate de potassium).

<u>Remarque</u> : la solution doit être à pH voisin de 7 pour visualiser correctement le changement de couleur.

⁽¹⁾ Voir aussi : «Détermination de la dureté de l'eau» ([2], p. 695 à 698).

⁽²⁾ Voir : «Titrage d'halogénures par le nitrate d'argent » ([2], p. 683-684), méthode potentiométrique.

Dans la prise d'essai de solution à doser, on ajoute quelques gouttes de cet indicateur, la solution est alors jaune. On dose alors les ions chlorure par une solution de nitrate d'argent, la réaction support de ce dosage ayant pour équation :

$$Ag^{+}_{(aq)} + C\ell^{-}_{(aq)} = AgC\ell_{(solide)}.$$

Dans un premier temps, on observe la formation du précipité blanc de chlorure d'argent puis, lorsque la quantité d'ions chlorure disponibles devient négligeable, on observe la formation d'un précipité rouge de chromate d'argent Ag_2CrO_4 ce qui permet de détecter l'équivalence du dosage.

Ici, la manipulation a été effectuée avec les valeurs suivantes :

- volume de la prise d'essai $V_E = 100,0 \text{ mL}$;
- concentration de la solution de nitrate d'argent $[Ag^+] = 7,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot L^{-1}$;
- deux dosages concordants ont été effectués ;
- cinq gouttes de solution de chromate de potassium $100 \,\mathrm{g} \cdot \mathrm{L}^{-1}$.

	Volume équivalent moyen (mL)	Concentration massique en chlorure $(\text{mg}\cdot L^{-1})$
Eau du robinet	8,10	20
Eau distillée	1,30	3,2
Eau permutée	2,45	6,1

Tableau 3 - Tableau de résultats.

3. QUELLE EAU POUR QUEL TP?

En conclusion, le choix d'une méthode de purification de l'eau dépend avant tout de son usage et des moyens du laboratoire. L'eau filtrée sur charbon actif, économique et relativement simple d'utilisation peut se révéler un bon choix pour un laboratoire qui n'aurait pas beaucoup de moyens. Pour les autres, la meilleure méthode reste encore le distillateur bien qu'il ressorte une eau très acide.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] G. Double, G. Ferroni et A. Petrocchi, *Travaux pratiques de chimie minérale : précis d'analyse qualitative (Maîtrise de chimie)*, Dunod Université, Paris : Dunod, 1970.
- [2] Ciba-Geigy, Labo: le guide pratique Ciba du laboratoire de chimie, Lausanne (Suisse): Livre Total S.A. et Paris (France): Polytechnica, 2^e édition, 1994.