



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Larbi Tébessi-Tébessa-

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : Sciences de la matière

**MEMOIRE DE MASTER**

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie de produits naturels

**THEME :**

# **Etude de l'effet de l'anti-solvant sur la solubilité de la glycine**

Présenté par :

**TOUAHRIA Mohammed salah**

Devant le jury :

<b>W.BOUKHEDNA</b>	<b>MAA</b>	<b>U. Larbi Tébessi</b>	<b>Président</b>
<b>C. BELGHIT</b>	<b>MAA</b>	<b>U. Larbi Tébessi</b>	<b>Encadreur</b>
<b>S. SELLAMI</b>	<b>MAA</b>	<b>U. Larbi Tébessi</b>	<b>Examineur</b>

**Date de soutenance : 27/ 05/ 2018**

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

## Résumé

La glycine , un acide aminé qui est un composant dans un grand nombre de médicaments , La purification et la séparation de la glycine est réalisée par cristallisation lié à sa solubilité ,Le contrôle de cette opération unitaire pour obtenir une forme et quantité, la qualité et la quantité souhaités est une exigence dan l'industrie .

Cette étude concerne la solubilité de la glycine dans un milieu eau / anti-solvant en fonction de la température, L'influence de la présence du méthanol sur les caractéristiques de la solubilité , les limites de saturation et de sursaturation.

Les résultats montrent que l'augmentation du pourcentage du méthanol dans le milieu diminue sa solubilité, réduit la limite de sursaturation de la glycine.

**Mots clé :** glycine , anti-solvant , dosage conductimétrique , méthanol .

## **Abstract**

Glycine, an amino acid that is a component in a large number of drugs, Purification and separation of glycine is achieved by crystallization related to its solubility, The control of this unitary operation to obtain a shape and quantity, the desired quality and quantity is a requirement in the industry.

This study concerns the solubility of the glycine in the environment of water / anti-solvent in several degrees of temperature, The influence of the presence of methanol on the characteristics of solubility, saturation limits and supersaturation. The results show that the increasing of methanol percentage in the environment decreases its solubility, and reduces the glycine supersaturation limits.

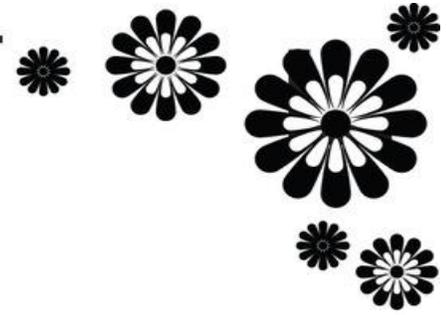
**Key words:** glycine, anti-solvent, conductimetric titration , methanol.

## ملخص

الجليسين ، وهو حمض أميني مكون لعدد كبير من الأدوية ، ويتم تنقية وفصل الجليسين عن طريق التبلور المتعلق بالذوبان ، والسيطرة على هذه العملية المهمة للحصول على الشكل والكمية والجودة هي شرط اساسي في الصناعة.

تتناول هذه الدراسة ذوبانية الجليسين في بيئة ( الماء / مضاد للذوبان) في درجات حرارة مختلفة ، تأثير وجود الميثانول على خصائص الذوبانية وحدود التشبع تظهر النتائج أن زيادة نسبة الميثانول في البيئة تقلل من قابلية الجليسين للذوبان ، وتقلل من حدود التشبع ايضا .

**الكلمات المفتاحية :** الجليسين ، مضادات الذوبان ، المعايير الموصلية ، الميثانول.



## Remerciment

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Je remercie très chaleureusement et exprime ma profonde gratitude au Mr BELGHIT Chafik pour m'avoir encadré. Pour sa disponibilité, sa rigueur, son assistance, sa patience, je le remercie pour la confiance qu'il m'a accordée pendant toute la réalisation de ce travail.

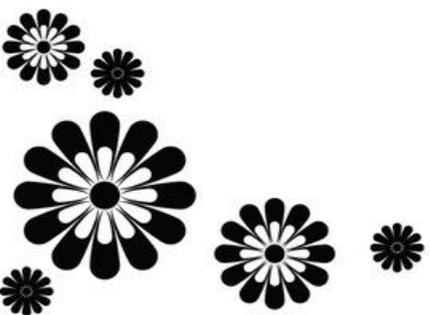
Je tiens à remercier Mme W.BOUKHEDNA pour présider ce travail et monsieur S.SELLAMI pour le temps qu'il m'a accordé pour examiner ce travail de mémoire.

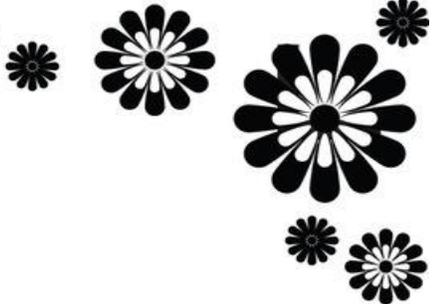
Mon remerciement s'adresse à mon frère tarek bouakal et pour son aide et son soutien moral et ses encouragements.

Je remercie également tous les autres membres de l'équipe qui ont partagé cette vie de labo et qui ont contribué à rendre l'ambiance de travail très agréable et avec qui j'ai eu le plaisir de partager de nombreux moments de sympathie.

Nos profonds remerciements vont également à toutes les personnes qui nous ont aidés et soutenue de près ou de loin.

merci





## Dédicace

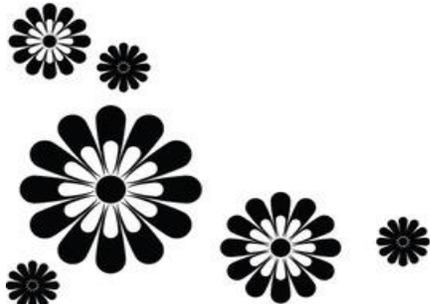
Je dédie ce travail à :

A mes parents .Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler. Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A celui que j'aime beaucoup et qui m'a soutenue tout au long de ce projet.

A toute ma famille, et mes amis.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.



## Liste des tableaux

- Tableau 1.** Propriétés chimiques et physiques du glycine .
- Tableau 2** propriétés chimiques et physiques du méthanol .
- Tableau 3** avantages et inconvénients du cellule conductimétrique .
- Tableau 4** données de dosage de la solution 0% a 30°C.

## Liste des figures

- Figure 1 :** Courbe de solubilité .
- Figure 2 :** structure générale d'un  $\alpha$ -acide aminée
- Figure 3 :** Représentation spatiale de la glycine
- Figure 4 :** glycine sous forme poudre
- Figure 5 :** Réaction de la synthèse bio de la glycine
- Figure 6 :** L'équation de la réaction de synthèse de la glycine
- Figure 7 :** Solubilités du  $\alpha$ -glycine dans différents mélanges eau-éthanol
- Figure 8 :** migration des ions en solution
- Figure 9 :** Exemple d'une courbe linéaire de titrage.
- Figure 10 :** montage d'un dosage conductimétrique .
- Figure 11 :** graph du dosage de la solution 0% a 30°C.
- Figure 12 :** courbes de solubilité du glycine en fonction du T.
- Figure 13 :** Solubilités de la glycine en fonction de la concentration du méthanol dans l'eau.
- Figure 14 :** réaction du glycine avec hydroxide de sodium .

## Liste des abréviations

**(v/v)** : volume / volume

**AQ** : aqueuse

**%** : Pourcentage

**°C** : Degré CELSIUS

**µg** : Microgramme

**µs**:micro simens .

**Abs** : absorbance

**ml** : milli litre

**gly** : glycine .

**MeOH** ou **CH<sub>3</sub>OH** : methanol .

**UICPA** : l'**Union internationale de chimie pure et appliquée**

**UIBBM** :International Union of Biochemistry and Molecular Biology.

**Tpm** : tour par minute .

**S**: solubilité .

**G**:conductance .

**E**: ereur .

# Table des matières

## RESUME

## SOMMAIRE

### INTRODUCTION GENERALE

### CHAPITRE 1 : GENERALITES

1.1- La solubilité : .....	5
1-2- La saturation: .....	5
1.3- La sursaturation: .....	6
1.4- la cristallisation: .....	6
1.4.1-l'objectif de cristallisation : .....	6

### CHAPITRE 2: Les acides aminés (la glycine)

2.1-generalites sur les acides aminés : .....	8
2.1.1-Introduction .....	8
2.1.2-Les acides aminés: .....	9
2.2- La glycine : .....	10
2.2.1- Généralités : .....	10
2.2.2-Propriétés physiques : .....	11
2.2.3- fonctions biologiques : .....	11
2.2.4-L'importance du glycine : .....	12
2.3- Voies de syntheses: .....	13
2.3.1- synthèse biologique : .....	13
2.3.2-Synthese chimique : .....	14
2.4- Solubilité de la glycine : .....	15

### CHAPITRE 3: Anti-solvant (méthanol)

3.1- L'anti-solvant : .....	17
3.1.1- Définition : .....	17
3.1.2- Effet de l'anti-solvant sur la solubilité : .....	18
3.2-methanol : .....	18
3.2.1-production et synthèse : .....	20

3.2.2-utilisations :	21
3.2.3-toxicité :	21
<b>CHAPITRE 4: Conductivité et dosage Conductimétrique</b>	
1. la conductivité :	25
1.1. Conductance :	25
1.2. mesure de la conductivité :	25
1.3 Cellules de Conductivité:	26
<b>CHAPITRE 5: Dosage conductimétrique</b>	
2.Dosage conductimétrique :	29
2.1 . Conductance d'une solution :	29
2.2 Appareillage :	30
2.3-Description de la méthode :	32
2.4- Dosage :	33
3.résultats et discussion :	38
4. Calcul d'erreurs et d'incertitudes :	39

## CONCLUSION GENERALE

## ANNEXE DES TABLEAUX ET GRAPHS



# **introduction générale**



## Introduction générale

La glycine ( $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$ ) est un acide aminé simple qui est un composant dans un grand nombre de médicaments [1]. Cette molécule joue un rôle important dans la synthèse du glutathion, une enzyme qui réduit le stress oxydatif responsable de nombreuses maladies [2]. Un taux élevé de glutathion peut aider à prévenir diverses maladies comme le diabète, l'arthrite ou les maladies cardiaques [3]. La purification et la séparation de la glycine est réalisée par cristallisation lié à sa solubilité, Le contrôle de cette opération unitaire pour obtenir une forme, quantité et la qualité souhaités est une exigence des industries pharmaceutiques, car ces caractéristiques ont un impact sur les propriétés d'utilisation et affectent également les processus en aval comme la filtration, le séchage, le transport et le stockage du produit.

Plusieurs études de cristallisation de la glycine ont été menées, qui ont permis une meilleure compréhension des mécanismes du processus et ont fourni de nombreuses méthodologies pour le contrôle du processus [4-5]. Cependant, la majorité de ces études n'ont pas abordé l'effet de la modification du solvant et anti-solvant sur la solubilité de la glycine. Cette modification reste donc un chemin à explorer pour le contrôle de la cristallisation, donc la solubilité.

L'objectif de cette mémoire est d'étudier la solubilité de la glycine dans l'eau et dans mélange « eau-méthanol », cette recherche menées pour l'amélioration des performances des procédés des produits Dans cette étude, l'eau a été remplacée par un mélange eau-anti solvant. Les anti solvants sont connus pour abaisser la solubilité des solutés et pour modifier le milieu de la sursaturation [6]. Les anti-solvants sont caractérisés par leur Solubilité non-soluté et par leur miscibilité totale ou partielle avec le solvant [7]. Quand un soluté est hydrophile - le cas de la glycine - les alcools peuvent jouer le rôle d'anti solvant [8]. L'alcool utilisé dans la majorité des expériences réalisées était le méthanol.

Cette étude a consisté à étudier l'effet de l'augmentation de la quantité du méthanol dans le milieu de sur la solubilité l'opération (saturation et sursaturation) de la glycine, avec un changement dans la température qui augmente de  $30^\circ\text{C}$  jusqu'à  $60\text{-}70^\circ\text{C}$ .

L'étude de la solubilité est très importante dans les calculs des équilibres liquide-solide et aussi à la détermination du mécanisme et la cinétique de nucléation de croissance cristalline.

Ce manuscrit sera articulé autour de quatre chapitres.

- ❖ Le chapitre 1 permettra au lecteur de se familiariser au domaine de la solubilité. Pour ce faire, nous présenterons des notions générales sur la solubilité, la saturation, la sursaturation et la cristallisation.
- ❖ Le chapitre 2 est un bilan des recherches menées pour les acides aminées en général, puis une définition de la glycine ces propriétés physico-chimiques et ainsi que les différents techniques de synthèses dans la littérature seront exposées.
- ❖ Le chapitre 3 présentera une recherche bibliographique sur l'anti-solvant, ces propriétés, synthèse et plus important son effet sur la solubilité.
- ❖ Le chapitre 4 et 5 présentera la partie expérimentale de notre travail, où on décrit le mode opératoire puis nous décrirons également le matériel employé et les méthodes appliquées pour le dosage et pour le calcul de la solubilité.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE :

- [1] M. Rabesiaka, M. Sghaier, B. Fraisse, C. Porte, J.-L. Havet, E. Dichi, Preparation of glycine polymorphs crystallized in water and physicochemical characterizations, *Journal of Crystal Growth* 312 (2010) 1860-1865.
- [2] Z. Zhang, X. Zhang, X. Fang, M. Niimi, Y. Huang, H. Piao, S. Gao, J. Fan, J. Yao, Glutathione inhibits antibody and complement-mediated immunological cell injury via multiple mechanisms, *Redox Biology* 12 (2017) 571-581.
- [3] M. Julius, C.A. Lang, L. Gleiberman, E. Harburg, W. Di Franceisco, A. Schorck, Glutathione and Morbidity in a community-based sample of elderly, *Journal of Clinical Epidemiology* 47 (1994) 1021-1026.
- [4] K. Allen, R. J. Davey, E. Ferrari, The crystallization of glycine polymorphs from emulsions, microemulsions, and lamellar phases, *Crystal Growth and Design* 6 (2002) 523-527.
- [5] S. Nii, S. Takayanagi, Growth and size control in anti-solvent crystallization of glycine with high frequency ultrasound, *Ultrasonics Sonochemistry* 21 (2014) 1182-1186.
- [6] K. Shogo, Effect of Supersaturation on crystal size and number of crystals produced in antisolvent crystallization, *Journal of Chemical Engineering of Japan* 35 (2002) 1219-1223.
- [7] M. Uusi-Penttila, Spectroscopic monitoring of environmentally benign anti-solvent crystallization, *Journal of Crystal Growth* 166 (1996) 967-970.
- [8] A. Borissova, Z. Dashova, Examination of the semi-batch crystallization of Benzophenone from saturated methanol solution via aqueous antisolvent 2004 .



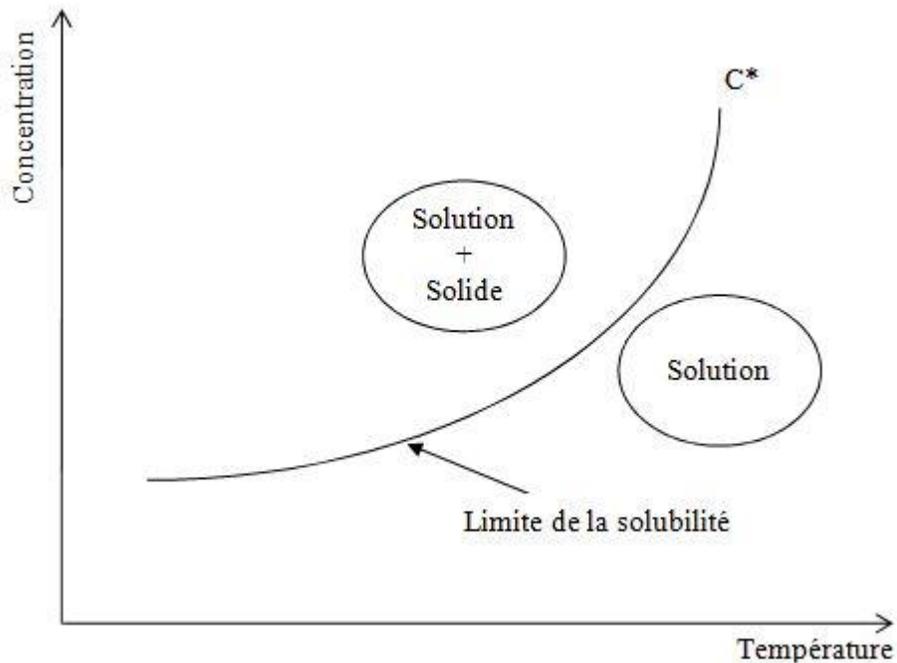
# Chapitre 1



# Généralites

## 1.1- La solubilité :

La solubilité est la capacité d'une substance, appelée soluté, à se dissoudre dans une autre substance appelée solvant, pour former un mélange homogène appelé solution. En thermodynamique, la solubilité est une grandeur physique notée  $s$  désignant la concentration massique maximale du soluté dans le solvant, à une température donnée. La solution ainsi obtenue est alors saturée. La solubilité s'exprime en g/L ou en mol/L. la solubilité  $C^*$  en fonction de la température à une pression donnée est présentée à la figure 1. [1].



**Figure 1.** Courbe de la solubilité .

## 1-2- La saturation:

La saturation (ou limite de solubilité) est l'état qui correspond à la quantité maximale de produit que l'on peut dissoudre dans un volume de solvant donné à une température et une pression données [1]. La saturation dépend de plusieurs paramètres tels que la nature du solvant et la présence d'anti-solvant [2], la température, le pH, la présence d'impuretés [3].

## 1.3- La sursaturation:

Une action physique ou chimique sur une solution saturée donne lieu à une solution sursaturée. Cette action provoque un déséquilibre thermodynamique qui conduit à l'évacuation du soluté sous forme solide. On peut définir la sursaturation comme étant la différence du potentiel chimique entre la solution sursaturée et le cristal.

Pour obtenir une solution sursaturée, il faut chauffer le solvant, y dissoudre le maximum de soluté et laisser la solution refroidir le plus lentement possible. L'ajout d'un germe de cristal de soluté à une solution sursaturée entraîne la croissance de celui-ci et cela peut être une voie d'obtention de cristaux de bonne qualité.

## 1.4- la cristallisation:

La cristallisation est un changement d'état qui permet d'obtenir une phase solide cristallisée à partir d'une phase gazeuse ou liquide. Il y a cristallisation lorsque la solubilité (saturation) d'un des composants dans la solution est dépassée et atteint la sursaturation.

### 1.4.1-l'objectif de cristallisation :

L'objectif de la cristallisation peut être :

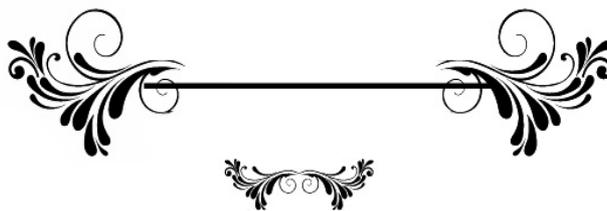
- isoler un produit pour le récupérer sous forme solide ; c'est en quelque sorte l'inverse d'une distillation ;
- purifier un produit : lors de la cristallisation, les impuretés sont rejetées dans la phase liquide ;
- conférer au produit la bonne forme cristalline (morphologie, taille de particules, structure cristalline...) afin de l'étudier par différentes techniques comme la diffraction des rayons X ou pour lui assurer la stabilité et la biodisponibilité nécessaire dans le cas d'une substance pharmaceutique.



# **CHAPITRE 2**



## **Les acides aminés (La glycine)**



## 2.1-generalites sur les acides aminés :

### 2.1.1-Introduction

Les protéines sont des composants structuraux et fonctionnels principaux de toutes les cellules dans le corp [4] . Ce sont des macromolécules composées d'un enchaînement d'acides aminés reliés entre eux par des liaisons peptidiques (CO-NH). Toutes les protéines sont synthétisées à partir d'un répertoire de 20 acides aminés différents, la séquence spécifique de chaque protéine étant sous contrôle génétique. L'azote est le constituant chimique caractéristique des protéines (mais on trouve aussi de l'azote, en faible quantité, dans d'autres macromolécules comme les acides nucléiques et surtout dans l'urée) [5] .

Plus de 700 acides aminés ont été découverts en nature et la plupart d'entre eux est  $\alpha$ - acides aminés. Les bactéries, les mycètes et les algues et d'autres usines fournissent presque tous ces derniers, qui existent sous la forme libre ou lié dans de plus grandes molécules (comme constituants des peptides et des protéines et d'autres types d'amide, et de structures estérifiées). Les vingt acides aminés (réellement, dix-neuf  $\alpha$  - acides aminés et un  $\alpha$  - acide imine) cela sont utilisés en cellules vivantes pour la synthèse de protéine sous la commande des gènes sont dans une catégorie spéciale puisqu'ils sont fondamentaux à toutes les formes de vie en tant que blocs constitutifs pour des peptides et des protéines. Cependant, les raisons pour lesquelles tous les autres acides aminés normaux sont localisés où ils sont rarement connues, bien que ce soit une superficie de beaucoup spéculation. Par exemple, quelques acides aminés peu communs sont présents en beaucoup de graines et ne sont pas nécessaires par la plante mûre. Les peptides et les protéines jouent une large variété de rôles dans la matière organique et montrent une gamme des propriétés (de l'activité hormonale efficace de quelques petits peptides au soutien et à la protection structuraux de l'organisation montrée par les protéines insolubles) [6] .

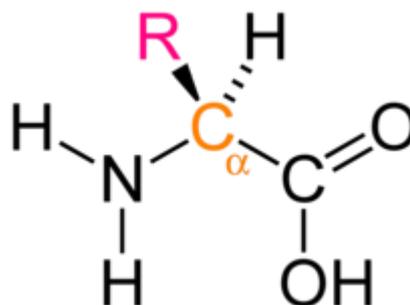


Figure2.structure générale d'un  $\alpha$ -acide aminée.

### 2.1.2-Les acides aminés:

Un acide aminé est un acide carboxylique qui possède également un groupe fonctionnel amine. De tels composés organiques ont donc à la fois un groupe carboxyle  $-\text{COOH}$  et un groupe amine, par exemple une amine primaire  $-\text{NH}_2$  ou une amine secondaire  $-\text{NH}-$ . On connaît environ 500 acides aminés, dont environ 149 sont présents dans les protéines<sup>1</sup>. Ces acides aminés peuvent être classés de nombreuses manières différentes : on les classe ainsi souvent en fonction de la position du groupe amine par rapport au groupe carboxyle en distinguant par exemple les acides  $\alpha$ -aminés,  $\beta$ -aminés,  $\gamma$ -aminés ou  $\delta$ -aminés ; on peut également les classer en fonction de leur polarité, de leur point isoélectrique ou de leur nature aliphatique, aromatique, cyclique ou à chaîne ouverte, voire de la présence de groupes fonctionnels autres que le carboxyle et l'amine qui définissent cette classe de composés.

Les acides aminés protéinogènes sont les unités de base de construction des protéines. Ils polymérisent en formant des polypeptides linéaires dans lesquels les résidus d'acides aminés sont unis par des liaisons peptidiques. La biosynthèse des protéines se déroule sur les ribosomes<sup>8</sup>, qui réalisent la traduction de l'ARN messager en protéines. Il existe en tout 22 acides aminés protéinogènes .

Le corps humain est capable de synthétiser 12 des 21 acides aminés protéinogènes qu'il utilise comme la glycine , tandis que neuf d'entre eux, dits acides aminés essentiels, doivent lui être apportés par l'alimentation :

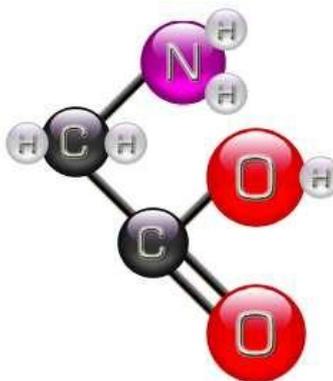
histidine, isoleucine, leucine, lysine, méthionine, phénylalanine, thréonine, tryptophane et valine .

## 2.2- La glycine :

### 2.2.1- Généralités :

Avec une chaîne latérale réduite à un atome d'hydrogène, c'est le plus simple et le plus petit des acides aminés, Avec une chaîne latérale réduite à un atome d'hydrogène, et le seul acide aminé protéinogène non chiral. Sa formule chimique est la suivante :  $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$ .

(Abréviations UICPA-UIBBM : Gly et G) La composition de cette molécule a été déterminée par Hosford en 1848 [3] . Sa présentation dans l'espace est la suivante :



**Figure 3.** Représentation spatiale de la glycine.

Nom UICPA	acide aminoacétique
Synonyms	G, Gly, acide 2-aminoéthanoïque
Formule brute	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$
Masse molaire	$75,0666 \pm 0,0028 \text{ g/mol}$
Pka	2.4/9.7
Solubilité	$225 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$

**Tableau 1.** Propriétés chimiques et physiques du glycine .

En solution, la glycine se transforme sous forme d'un ion bipolaire, qui est un anion par  $\text{COO}^-$  et un cation par  $\text{NH}_3^+$ . La glycine se comporte comme une base en présence d'un acide et peut fixer un proton, par contre en présence d'une base elle se comporte comme un acide et libère un proton [7].

La glycine reste parmi les molécules les plus utilisées dans le domaine pharmaceutique (présente dans 174 médicaments). Son rôle est de contribuer à la synthèse d'une enzyme qui s'appelle le glutathion et cette dernière possède des effets anti-vieillesse, anti-dépendance au tabac, à l'alcool et à la caféine. Cette enzyme permet également de limiter les états de surexcitation, de stress, et de susceptibilité à l'agressivité [3].

### 2.2.2-Propriétés physiques :

La molécule de glycine est un dipôle. Au regard de sa structure, c'est le seul acide aminé qui n'est pas actif optiquement car la molécule de glycine ne possède pas de carbone asymétrique et de ce fait n'a pas de stéréo-isomère. Le point de fusion de la glycine est de  $233^\circ\text{C}$ . Cependant, la glycine se décompose avant d'atteindre ce point de fusion : elle jaunit dès  $60^\circ\text{C}$ . Les masses volumiques d'un cristal de glycine et d'une solution titrée de glycine sont respectivement de  $1,617\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  et  $1,068\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  à une température de  $25^\circ\text{C}$ .



**Figure4.** glycine sous forme poudre .

### 2.2.3- fonctions biologiques :

- La molécule de glycine joue un rôle de neurotransmetteur inhibiteur au niveau de la moelle épinière.

- La glycine est un précurseur des porphyrines, mais aussi de la créatine (dans le foie), de l'acide urique (forme d'excrétion de l'ammoniac chez les oiseaux), du glutathion (composé qui participe à la réduction des radicaux libres), de l'acétylcholine(neurotransmetteur).
- La synthèse du collagène nécessite de la glycine[8].
- Elle entre dans la composition des acides biliaires primaires : elle se conjugue aux sels biliaires, les rendant plus solubles.
- Ajoutée au succinyl-CoA, elle forme l'hème, de l'hémoglobine par exemple.
- Elle s'interconvertit avec la sérine et la thréonine, et constitue la molécule finale de la dégradation de la choline .

#### 2.2.4-L'importance du glycine :

La glycine a plusieurs rôles importants dans le corps. Il est essentiel pour la production de nombreux acides différents, y compris les acides nucléiques, les acides biliaires, le phosphate de créatine et les porphyrines. À plus grande échelle, la glycine est impliquée dans la régulation et le soutien de nombreux processus essentiels.

Cet acide aminé est étroitement associé au système nerveux central et au système digestif. La glycine aide à la dégradation des graisses en régulant la concentration des acides biliaires.

la glycine est également requise pour la biosynthèse de l'hème. L'hème est un composant clé de l'hémoglobine. L'hémoglobine est essentielle au maintien de l'intégrité des globules rouges et à la capacité optimale de transport de l'oxygène.

En raison de la gamme de fonctions accomplies par la glycine, cet acide aminé s'est avéré important dans le traitement de diverses conditions médicales, ainsi que pour le bien-être général. Certains des avantages de la glycine sont décrits ci-dessous.

- Traitement des troubles neurocomportementaux
- neurocomportementaux
- Règlement sur le sucre dans le sang
- La croissance musculaire
- Propriétés anti-vieillessement
- Régulation hormonale

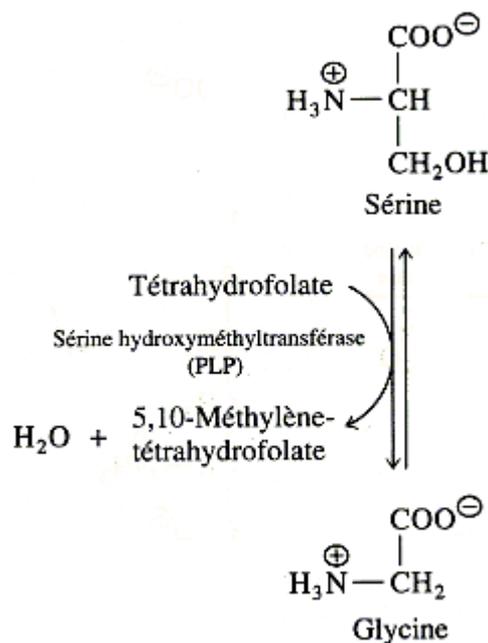
### 2.3- Voies de synthèses:

La glycine peut être obtenue à partir de substances naturelles telles que la fibroïne de soie, riche en protéines ou la gélatine mais actuellement, la voie chimique est la plus utilisée industriellement pour la produire [9]., un des Leaders dans la production industrielle de cet acide aminé, la production mondiale de la glycine s'élève à 6000 tonnes par an en 2002.

#### 2.3.1- synthèse biologique :

Parmi les vingt acides aminés qui constituent les protéines, certains sont fabriqués par l'organisme, On les appelle acides aminés non-essentiels, et d'autres ne le sont pas, ils doivent être apportés dans le corps par l'alimentation : on les appelle acides aminés essentiels.

- La sérine est le précurseur direct de la glycine ,
- cette enzyme ne fonctionne qu'en présence de deux cofacteurs : le phosphate de pyridoxal et le tétrahydrofolate.



**Figure5.** Réaction de la synthèse bio de la glycine .

### 2.3.2-Synthèse chimique :

**A-**La voie de synthèse la plus connue est la méthode Strecker [9]. Cette synthèse s'effectue en deux étapes. Tout d'abord, il y a formation d'aminocétonitrile ( $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CN}$ ) à partir du formaldéhyde ( $\text{CH}_2\text{O}$ ), d'acide cyanhydrique ( $\text{HCN}$ ) et d'ammoniac ( $\text{NH}_3$ ). La seconde étape est une étape d'hydrolyse acide ou basique donnant alors la molécule de la glycine. Les conditions opératoires varient selon que l'hydrolyse s'effectue en milieu acide ou en milieu alcalin [7]. Quel que soit le type d'hydrolyse, les rendements obtenus sont comparables et sont de l'ordre de 85%.

La synthèse de l'aminocétonitrile est maintenant bien connue et effectuée par des procédés continus. C'est pourquoi, cette méthode est souvent utilisée dans l'industrie pour produire la glycine.

### **B-** La méthode de Bücherer-Bergs

Cette méthode permet d'obtenir la glycine à partir de l'hydantoïne ( $\text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$ ). Cet intermédiaire est obtenu en incubant une solution d'hydrogénocarbonate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ ) et de cyanure de sodium ( $\text{NaCN}$ ), dans laquelle le paraformaldéhyde ( $\text{H}-(\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ ) est introduit. L'hydantoïne ainsi obtenue est soumise alors à une hydrolyse alcaline. Après passage sur une résine échangeuse d'ions, cette méthode permet d'obtenir u

n rendement pour la glycine de 83 à 87%.

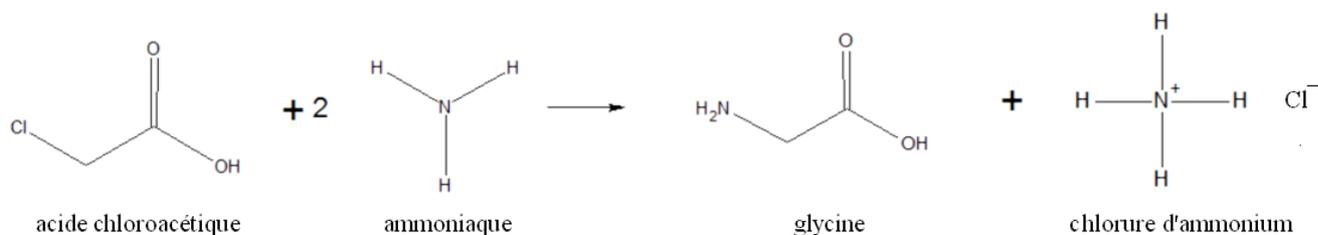


Figure6. L'équation de la réaction de synthèse de la glycine.

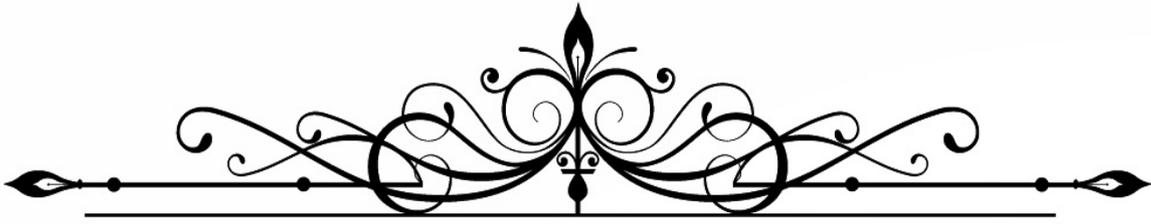
**2.4- Solubilité de la glycine :**

La solubilité de la glycine est supérieure ou égale à 100 mg / mL à 25°C, et est une fonction croissante de la température, ce qui montre que la dissolution des cristaux est endothermique. Pour l'intervalle de température compris entre 15 et 70°C, la solubilité est considérée comme étant une fonction linéaire de la température. Dans ce cas, l'équation représentant la solubilité en fonction de la température [3] s'exprime par cette équation :

$$C^* (T) = 0,565T + 11,8$$

$C^*$  est la concentration de la solution saturée (g/100 g d'eau) à la température  $T$  (°C).

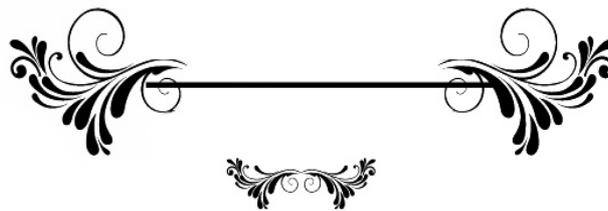
- Insoluble dans l'éthanol, l'éther éthylique, légèrement soluble dans l'acétone.



# **CHAPITRE 3**



## **Anti-solvant (méthanol)**



### 3.1- L'anti-solvant :

#### 3.1.1- Définition :

Un anti-solvant est un produit baissant la solubilité et générant une sursaturation plus élevée [10]. Généralement, l'anti-solvant est totalement ou partiellement miscible avec le solvant et le soluté est insoluble ou peu soluble dans l'anti-solvant [11]. Les molécules d'anti-solvant se lient avec celles du solvant ce qui a pour conséquence de réduire sa disponibilité pour la solvataion des molécules de soluté [10]. Par exemple, des alcools peuvent être utilisés comme anti-solvants pour des solutés hydrophiles ou de l'eau pour des solutés hydrophobes [2].

L'utilisation des anti-solvants en cristallisation a plusieurs avantages :

- Le rendement de récupération de soluté est important [11].
- Les cristaux issus d'une cristallisation par anti-solvant sont plus purs que ceux issus d'une simple cristallisation [11].
- La cristallisation par anti-solvant permet des économies d'énergie importantes, car il peut remplacer certaines cristallisations évaporatoires ainsi que certaines cristallisations par refroidissement [10].
- L'utilisation des anti-solvants peut présenter un intérêt pour la cristallisation des molécules dont la solubilité ne dépend pas de la température et pour les molécules qui sont instables à haute température [14].
- La maîtrise de la taille, de la forme et du polymorphisme [2.12.13].

Mais l'utilisation d'anti-solvant en cristallisation a aussi plusieurs inconvénients :

- Dans le cas d'une cristallisation semi-continue par ajout d'anti-solvant, le fait de travailler à débits importants peut donner lieu à des cristaux de faibles tailles et susceptibles de s'agglomérer [12].
- Beaucoup d'anti-solvants sont des hydrocarbures chlorés ce qui peut causer des dégâts environnementaux [11].
- Il est nécessaire d'avoir une unité de récupération d'anti-solvant et cette opération s'avère parfois difficile et coûteuse [1].

### 3.1.2- Effet de l'anti-solvant sur la solubilité :

L'anti-solvant a pour effet de baisser la solubilité du soluté pour une température donnée. Plusieurs travaux ont été réalisés sur l'effet d'un anti-solvant sur la solubilité [1.2.15].

La figure 7 montre l'exemple de la solubilité du  $\alpha$ -glycine dans un mélange eau-éthanol (l'éthanol est l'anti-solvant). On observe que la solubilité en fonction de la température diminue lorsque le pourcentage d'eau augmente.

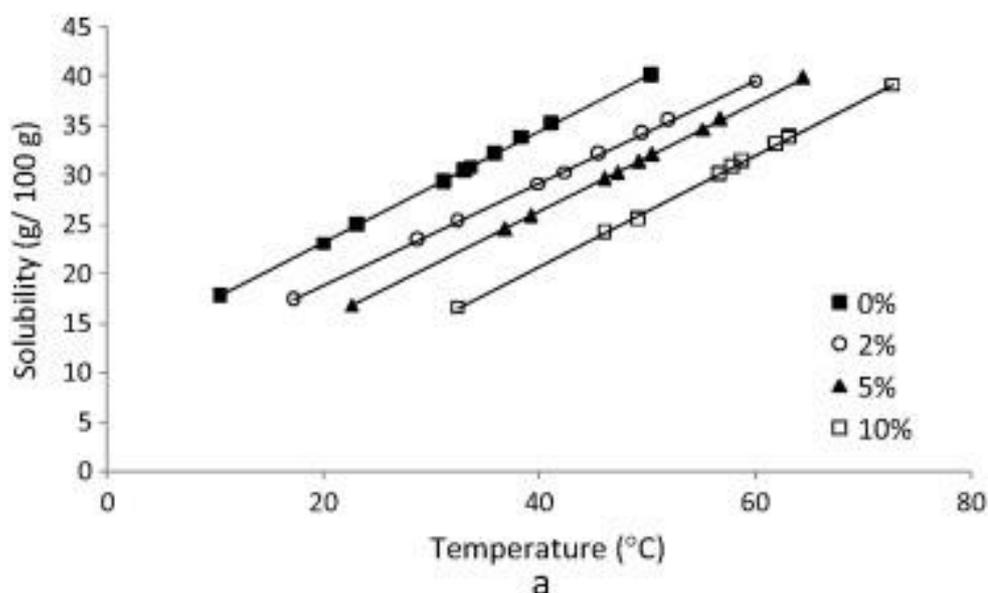


Figure 7. Solubilités du  $\alpha$ -glycine dans différents mélanges eau-éthanol.[16]

### 3.2-methanol :

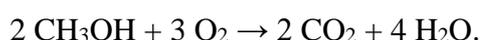
Le méthanol (ou alcool méthylique, carbinol, alcool de bois, naphte de bois ou esprit de bois) est un composé chimique de formule :  $\text{CH}_3\text{OH}$  (souvent abrégé en MeOH). C'est le plus simple des alcools. C'est un liquide léger, volatil, incolore, inflammable, toxique avec une odeur caractéristique, plus douce et sucrée que celle de l'éthanol (alcool éthylique). À température ambiante, ce liquide polaire sert d'antigel (pour liquide de refroidissement par exemple), de solvant, et comme dénaturant de l'alcool éthylique. Ces deux alcools restent néanmoins dissociables par distillation. En effet la température d'ébullition de l'alcool méthylique n'est que de 65 °C alors que celle de l'éthanol est de 79 °C. Le méthanol sert aussi à produire le biodiesel par réaction de trans-estérification. [17].

<b>Formule brute</b>	<b>CH<sub>4</sub>O</b>
<b>Masse molaire</b>	32,0419 ± 0,0014 g/mol
<b>T° ébullition</b>	65 °C
<b>Masse volumique</b>	0,7910 g·cm <sup>-3</sup>
<b>Conductivité électrique</b>	5.10 <sup>-9</sup> Ω <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup> à 25 °C
<b>Miscibilité</b>	miscible dans l'eau et dans l'acétone en toute proportion

**Tableau2.**proprietes chimiques et physiques du méthanol .

Le méthanol est naturellement produit par le métabolisme d'organismes anaérobies de nombreuses variétés de bactéries, ce qui explique une petite fraction de vapeur de méthanol présente dans l'atmosphère. En quelques jours, ce méthanol atmosphérique est oxydé par l'oxygène de l'air avec l'action favorisante de la lumière du soleil pour former du dioxyde de carbone et de l'eau.

Le méthanol brûle dans l'air en formant du dioxyde de carbone et de l'eau :



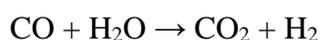
Sa flamme presque incolore et invisible est source de risque de brûlure.

Pour ses propriétés toxiques, le méthanol est fréquemment utilisé comme additif dénaturant pour l'éthanol fabriqué à usage industriel, cet ajout d'un poison permet aux industriels de l'éthanol d'économiser le versement des énormes taxes sur les alcools qui sont perçues sur toutes les boissons alcoolisées. Il est dit "alcool de bois", car autrefois sous-produit de la distillation du bois. Il est aujourd'hui synthétisé en plusieurs étapes. En résumé, du gaz naturel et de la vapeur sont reformés dans un four pour produire de l'hydrogène et du monoxyde de carbone, ensuite l'hydrogène et le monoxyde de carbone en mélange gazeux à haute pression réagissent ensemble en présence d'un catalyseur. [18]

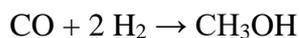
### 3.2.1-production et synthèse :

Le méthanol n'étant pas présent en quantité importante dans la nature, il doit être produit industriellement. Plusieurs voies de synthèse existent à partir des molécules les plus accessibles contenant un seul atome de carbone : CO et CO<sub>2</sub>.

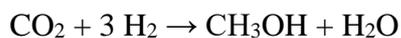
Le reformage auto thermique, pour fournir la stœchiométrie voulue pour la synthèse du méthanol :



Le monoxyde de carbone et l'hydrogène réagissent ensuite sur un second catalyseur pour produire du méthanol. Aujourd'hui, le catalyseur le plus largement utilisé est un mélange de cuivre, d'oxyde de zinc et d'alumine utilisé pour la première fois par ICI en 1966. À une pression de 5 à 10 MPa (50 à 100 atm) et une température de 250 °C, il peut catalyser la production de méthanol à partir du monoxyde de carbone et de l'hydrogène de façon très sélective :



La production de gaz de synthèse à partir du méthane produit 3 moles d'hydrogène pour chaque mole de monoxyde de carbone, tandis que la synthèse de méthanol consomme seulement 2 moles d'hydrogène pour chaque mole de monoxyde de carbone. Une façon de pallier l'excès d'hydrogène consiste à injecter du dioxyde de carbone dans le réacteur de synthèse du méthanol, où il réagit lui aussi, pour former du méthanol selon l'équation chimique :



- Le mélange final contient 75 % de méthanol et 25% d'eau. Une distillation permet de séparer le méthanol des impuretés (eau, éthanol, diméthyléther, formiate de méthyle).

La société française Air Liquide est leader mondial dans l'ingénierie de la production de méthanol à partir du méthane, c'est-à-dire en pratique, du gaz naturel. En effet cette synthèse consomme des quantités très importantes d'oxygène dont l'Air Liquide est un des plus gros producteurs mondiaux. [18]

Bien que le gaz naturel soit le produit le plus économique et le plus largement utilisé, d'autres matières premières peuvent également être employées pour produire du méthanol. Là où le gaz naturel n'est pas disponible, les dérivés légers du pétrole peuvent être utilisés à sa place. La firme sud africaine Sasol produit du méthanol à l'aide de gaz de synthèse à partir du charbon.

### 3.2.2-UTILISATIONS :

Le méthanol est utilisé comme solvant dans les vernis-laques, peintures, ciments, encres, antigel, colorants, plastiques et diverses peintures industrielles. C'est aussi un carburant pour les fusées.

- Le méthanal (formaldéhyde) est actuellement le principal débouché du méthanol, mais le méthyltertiobutyléther (MTBE), est de plus en plus utilisé comme adjuvant dans les carburants.

- Le procédé Monsanto de synthèse de l'acide acétique utilise également le méthanol comme matière première.

- Dans les années 80, suite au second choc pétrolier, il fut utilisé comme carburant. Ceci représentait 12,5 % de la consommation de méthanol en 1987.

- Le méthanol est utilisé dans des piles à combustible. Les applications sont nombreuses, pour l'alimentation des téléphones portables ou des ordinateurs, pour les futurs scooters et voitures électriques. Il existe deux types de piles :

- Les piles RMFC (Reformed Méthanol Fuel Cell) où le méthanol est reformé pour produire l'hydrogène qui alimentera la pile.
- Les piles DMFC (Direct Methanol Fuel Cell) où le méthanol est directement oxydé dans le coeur de la pile et ne nécessite pas d'être reformé.

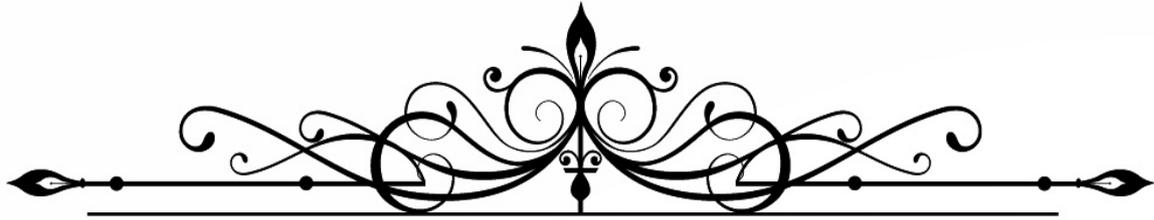
Contrairement à l'hydrogène, le méthanol, liquide à température ambiante, constitue un moyen simple et efficace de stockage de l'énergie.

- Parmi les autres débouchés, on peut citer le formiate de méthyle, les chlorométhanes, les méthylamines, le méthacrylate de méthyle (pour polymères acryliques PMMA), le téréphtalate de diméthyle (pour le polyéthylènetéréphtalate (PET)).

### 3.2.3-TOXICITÉ :

Le méthanol est un composé classé comme toxique : Une absorption de 100 à 250 mL peut-être mortelle pour l'homme, bien que des cas de mort soient survenus pour moins de 30 mL. Une absorption moindre peut causer la cécité.

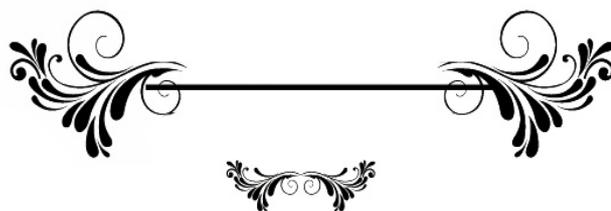
Le méthanol étant volatil, il faut se protéger de ses vapeurs. Les teneurs maximales admises dans l'air sont de 200 ppm pour une exposition quotidienne de 8 heures , et 1000 ppm pour une exposition d'une heure . [19]



# CHAPITRE 4



# Conductivité et dosage Conductimétrique



## Introduction

La mesure de la conductivité est une méthode extrêmement répandue et utile, tout particulièrement dans des applications de contrôle de la qualité. De par sa grande fiabilité, sa sensibilité et son faible coût, la conductivité est une technique potentielle de premier ordre pour toute application de surveillance. Pour certaines applications, on préférera exprimer le résultat en résistivité (inverse de la conductivité). laquelle est reliée à la conductivité par un facteur qui, lui-même, dépend du niveau et du type d'ions présents en solution.

La conductivité peut être mesurée sur un intervalle très large puisqu'il s'étend de  $1 \times 10^{-7}$  S/cm pour la conductivité de l'eau pure jusqu'à 1 S/cm pour des solutions très concentrées.

D'une manière générale, on peut dire que la conductivité constitue un moyen rapide et peu coûteux de déterminer la force ionique d'une solution. Attention cependant à ne pas oublier que c'est une méthode non spécifique, c'est-à-dire qu'elle n'est pas capable de distinguer les différents types d'ions et ne peut fournir qu'un résultat proportionnel à tous les ions présents.

## 1. la conductivité :

La conductivité est la mesure de la capacité d'une solution, d'un métal ou d'un gaz ou autrement dit de tous les matériaux à conduire un courant électrique. La conductivité varie en fonction de la température. Elle est liée à la concentration et à la nature des substances dissoutes. En général, les sels minéraux sont de bons conducteurs par opposition à la matière organique qui conduit peu.

Un certain nombre de facteurs entre en jeu pour qu'une solution conduise l'électricité :

- la concentration.
- la mobilité des ions.
- la valence des ions.
- la température .

Chaque substance possède un certain degré de conductivité ,Pour les solutions aqueuses, le niveau de la force ionique s'étend des très faibles conductivités pour les eaux ultra pures jusqu'aux très fortes conductivités pour des échantillons chimiques concentrés. [20]

### 1.1. Conductance :

La conductance  $G$  est définie comme étant l'inverse de la résistance électrique  $R$  d'une solution entre deux électrodes.

$$G = 1/R (S)$$

La résistance d'une longueur  $L$  de solution électrolytique piégée dans la cellule conductimétrique de surface d'électrodes  $S$ , s'exprime sous la forme

$$R = \rho * L/S .$$

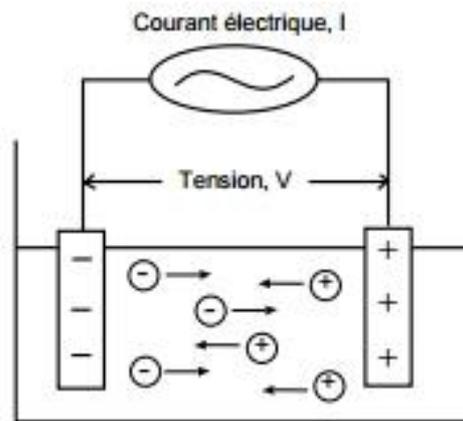
- $\rho$  est la résistivité de la solution (unité SI :  $\Omega \cdot m$ )
- $G$  se mesure en  $\Omega^{-1} = S$  (siemens)  $G = \sigma S/L$ .

### 1.2. mesure de la conductivité :

La conductivité se mesure en appliquant un courant électrique alternatif ( $I$ ) à deux électrodes immergées dans une solution et en mesurant la tension ( $V$ ) qui en résulte. Lors de cette expérience, les cations migrent en direction de l'électrode négative, les anions se dirigent vers l'électrode positive et la solution se comporte comme un conducteur électrique.

L'étalonnage est une étape importante puisqu'il permet de déterminer la valeur correcte de la constante de cellule dans vos conditions de travail.

Théoriquement, ce facteur est déterminé par la géométrie de la cellule mais pratiquement, on utilise des étalons dont la conductivité est connue, par exemple une solution de KCl 0,01D. [21]



**Figure8.** migration des ions en solution .

- L'exactitude d'une mesure de conductivité peut être influencée par les paramètres ci-dessous :
  - Polarisation .
  - Contamination.
  - Géométrie.
  - Résistance du câble.
  - Capacitance du câble .
  - Changement de fréquence.
  - Température.

### 1.3 Cellules de Conductivité:

Afin de réduire les effets de polarisation, qui entraînent une erreur sur la mesure, on peut déposer sur les pôles (anneaux ou plaques) une couche de noir de platine. Ceci va augmenter la surface de l'électrode, la densité de courant va donc être plus petite, ce qui va diminuer l'effet de polarisation.[22]

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- <b>Entretien facile</b></li><li>- <b>Utilisable avec un passeur d'échantillons</b></li><li>- <b>Economique</b></li><li>- <b>Recommandée pour les échantillons visqueux et les échantillons contenant des particules en suspension .</b></li><li>- <b>Linéaire sur une gamme de conductivité très étendue .</b></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Polarisation avec des échantillons de conductivité élevée.</li><li>- Effets de champ - la cellule doit être placée au centre du bécher de mesures.</li><li>- Utiliser un étalon dont la valeur est proche de celle de l'échantillon pour déterminer la constante de cellule.</li></ul>

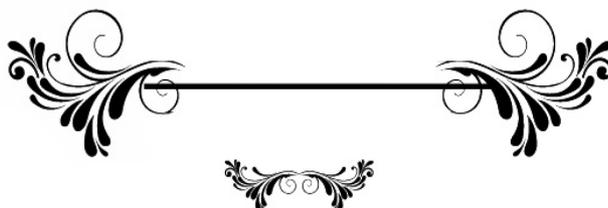
Tableau 3. avantages et inconvénients du cellule .



# **CHAPITRE 5**



## **Dosage conductimétrique**



### 2. Dosage conductimétrique :

Le dosage conductimétrique consiste à déterminer la concentration d'une solution inconnue en utilisant une réaction chimique durant laquelle on étudie l'évolution de la conductance  $G$  de la solution pour différents états d'avancement.

#### 2.1 . Conductance d'une solution :

La conductance  $G$  d'une solution varie en fonction de la nature des espèces chimiques qui la composent, de leurs concentrations et des conditions de température et de pression.

Seuls les ions conduisent le courant électrique en solution ; cela signifie que seules les solutions ioniques (acide chlorhydrique, soude, chlorure de sodium, etc.) ont une conductance non négligeable.

Au cours d'une réaction chimique, la nature et les concentrations (ou les quantités) des espèces chimiques varient, ce qui implique que, si la réaction fait intervenir des ions, la conductance de la solution varie.

Faire un dosage conductimétrique consiste à étudier l'évolution de la conductance d'une solution lorsqu'une réaction chimique faisant intervenir des ions s'y produit.

#### Courbe de dosage :

La courbe de titrage présente la conductance ou la conductivité en fonction du volume de réactif titrant ajouté. Cette courbe est constituée de deux parties linéaires de pentes différentes. L'intersection des droites obtenues par extrapolation des deux parties linéaires donne le point de fin de titrage ou le point de l'équivalence .

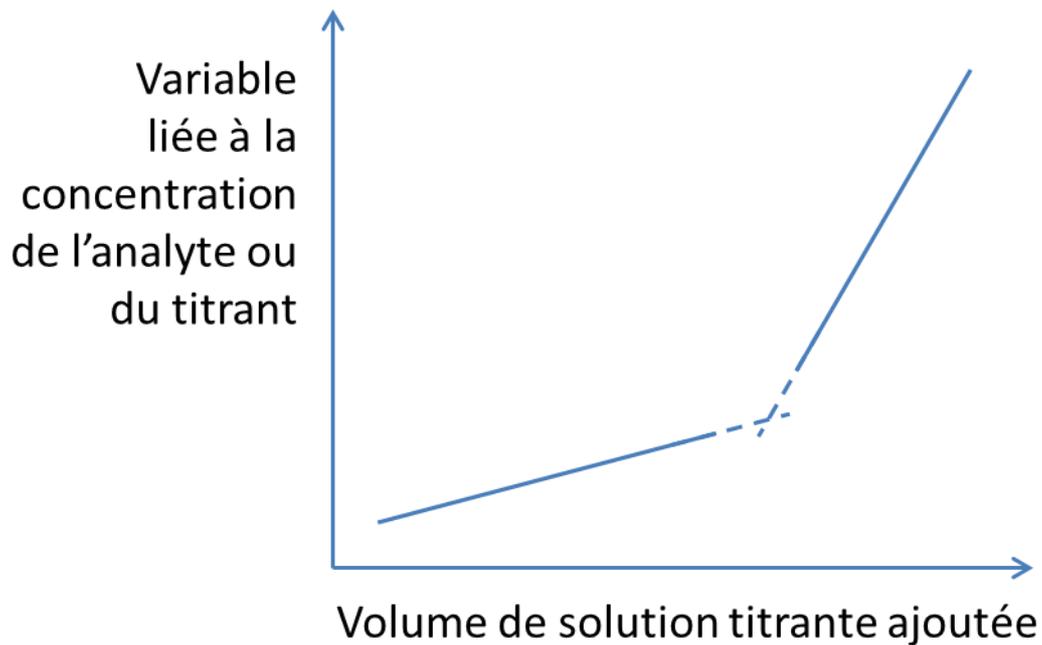


Figure 9. Exemple d'une courbe linéaire de titrage.

### 2.2 Appareillage :

- Conductivimètre avec une cellule pour mesurer la conductivité .
- Thermomètre .
- Agitateur magnétique (environ 500 tpm) .
- Balances analytiques dont la sensibilité est de 0,1 mg et 0,01 g.
- Burette graduée et bécher .



**Figure10.**montage d'un dosage conductimétrique .

### Réactifs et étalons :

- Solution de chlorure de potassium,  $\text{KCl}$  0,010 M. Cette solution a une conductivité de  $1\,409\ \mu\text{S}/\text{cm}$  à  $25\ ^\circ\text{C}$ .
- Solution sature de la glycine .
- Méthanol utilisé comme anti solvant 99.7%.
- $\text{NaOH}$  .

### 2.3-Description de la méthode :

le but de cette recherche est de déterminer l'effet du méthanol comme antisolvant sur la solubilité de la glycine dans différentes concentrations et différentes températures et de constater que nous allons mesurer la solubilité de la glycine dans différentes concentrations de méthanol qui sont : 0%, 2%, 4%,.. En utilisant le titrage conductimétrique.

D'abord, nous faisons une solution de glycine saturée pour les températures suivantes (30,40,50,60,70).

Les étapes sont:

- Mettez 20 g de glycine dans une becher avec 50 ml d'eau.
- Fixer la température désirée en 20 mns pour assurer la portée d'une solution saturée.
- Filtrer la solution pour se débarrasser de l'excès de glycine
- Nous prenons 5 ml et le diluer dans un fiole jaugé de 250 ml.

La première concentration est de 0%, puis de la répéter pour les trois prochaines concentrations.

Pour calculer le volume de méthanol dans chaque concentration, nous utilisons la masse volumique du méthanol qui est de  $0,7910 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ .

$$2\% = M_{MeOH} / (M_{MeOH} + M_{H_2O})$$

$$0.02 = M_{MeOH} / (M_{MeOH} + 50)$$

$$0.02 * (M_{MeOH} + 50) = M_{MeOH}$$

$$0.02 M_{MeOH} + 1 = M_{MeOH}$$

$$M_{MeOH} (1 - 0.02) = 1$$

$$M_{MeOH} = 1/0.98$$

$$M_{MeOH} = 1.02 \text{ g}$$

Pour trouver le volume nous diviser par sa masse volumique

$$V_{MeOH} = 1.02/0.791 = 1.289 \text{ ml.}$$

on répétons les mêmes calculs pour 4% et 6%:

## Partie Pratique

$$V_{MeOH}(4\%) = 2.629 \text{ ml.}$$

$$V_{MeOH}(6\%) = 4.035 \text{ ml.}$$

Nous ajoutons la quantité de méthanol à la solution saturée de glycine avant de la filtrer puis nous suivons les mêmes étapes.

### 2.4- Dosage :

- On remplit une burette graduée (25 ml) avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration molaire  $C_A = 0.1 \text{ mol /l}$ .
- Avec une pipette munie de sa propipette, on prélève un volume  $V_2 = 25,0 \text{ ml}$  de solution du glycine diluée.
- On les verse dans un bécher propre, puis on plonge la cellule conductimétrique.
- On ajoute de l'eau distillée afin d'immerger l'électrode et un barreau aimanté.
- On réalise le montage électrique permettant de mesurer la conductance  $G$  de la solution.
- On ajoute successivement des volumes de solution SA de NaOH égaux à 0.5 ml jusqu'à ce que le volume total ajouté soit  $V = 25 \text{ ml}$ .
- Après chaque ajout, on détermine la valeur de la conductance  $G$  de la solution.

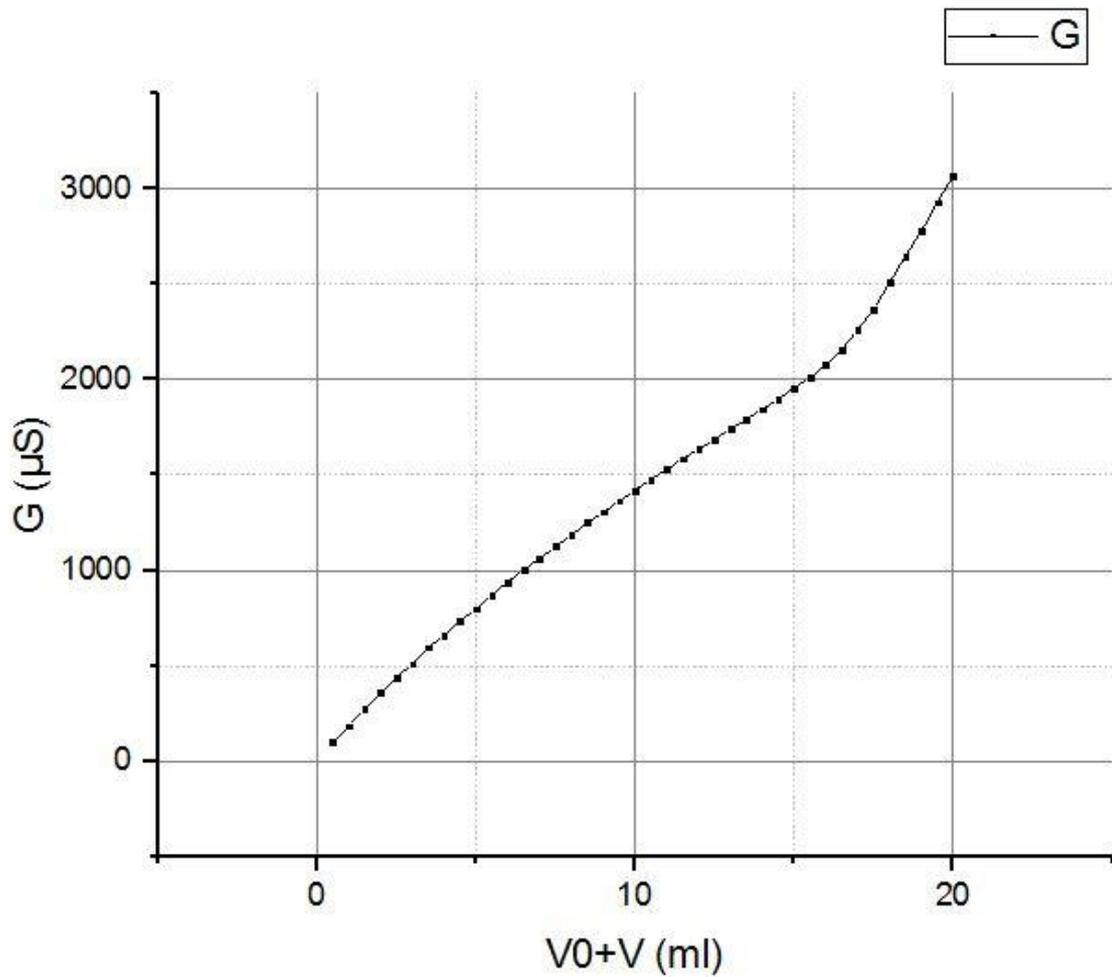
On donne le tableau de valeurs :

$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$								
0,5	101	5	798	9,5	1363	14	1845	18,5	2650
1	183	5,5	872	10	1418	14,5	1900	19	2780
1,5	272	6	938	10,5	1477	15	1957	19,5	2930
2	357	6,5	1004	11	1531	15,5	2010	20	3070
2,5	439	7	1061	11,5	1586	16	2080		
3	510	7,5	1125	12	1635	16,5	2160		
3,5	595	8	1186	12,5	1688	17	2260		
4	661	8,5	1251	13	1741	17,5	2370		
4,5	733	9	1305	13,5	1791	18	2510		

Tableau 4.données de dosage de la solution 0% a 30°C.

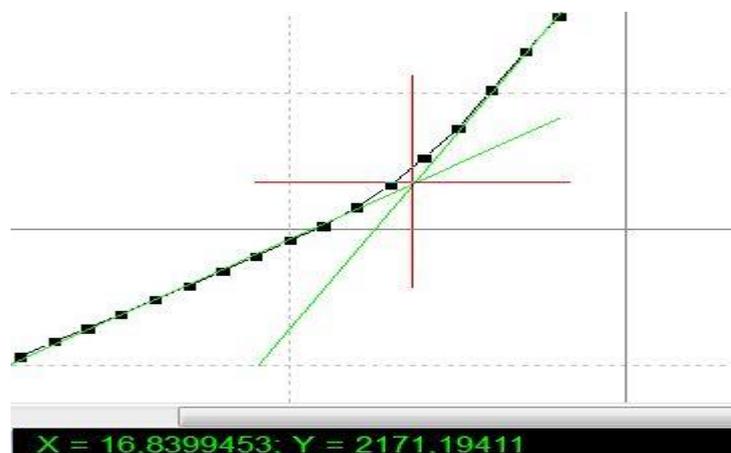
en utilisant le programme OriginLab, pour tracer le graph des variations de G :

$$G = f[V(\text{NaOH})]$$



**Figure11.** graph du dosage de la solution 0% a 30°C.

L'intersection des droites obtenues par extrapolation des deux parties linéaires donne le point d'équivalence. Donc on obtient



## Partie Pratique

Point d'équivalence E :

$$G_{eq} = 2171.19 \text{ et } V_{eq} = 16.83 \text{ mL}$$

A l'équivalence, les réactifs ont été mélangés dans les proportions stœchiométriques ,

Donc on calcule la concentration de la glycine de la solution titrée .après on le multiple par le facteur de dilution pour obtenir la concentration de la solution saturé, donc la solubilité.

$$C_{gly} * V_{gly} = C_{NaOH} * V_{eq}$$

$$C_{gly} = C_{NaOH} * (V_{eq} / V_{gly})$$

$$C_{gly} = 0.1 * (16.83/25)$$

$$C_{gly} = 0.06732 \text{ mol/l}$$

Et le multiplier par le facteur de dilution : /  $f = 50$

$$0.06732 * 50 = 3.366 \text{ mol/l}$$

Donc la concentration du glycine a 0% du methanol et dans 30 degree celcus est 3.366 mol/l

$$\text{Ou } 3.366 * 75.07 = 252.68 \text{ gr/l}$$

$$\text{Donc } S_{0\%,30^\circ c} = 252.68 \text{ gr/l}$$

On répétons les étapes précédentes pour calculer le reste des concentrations qui signifie les différents Solubilité de la glycine dans différents température et pourcentages de lanti-solvant,

Et puis on utilisons les résultats de solubilité pour dessiner le graph de solubilité en fonction de la température pour chaque concentration de l'anti solvant .

\* tout le reste des tableaux et graphs se trouve dans le chapitre annexe.

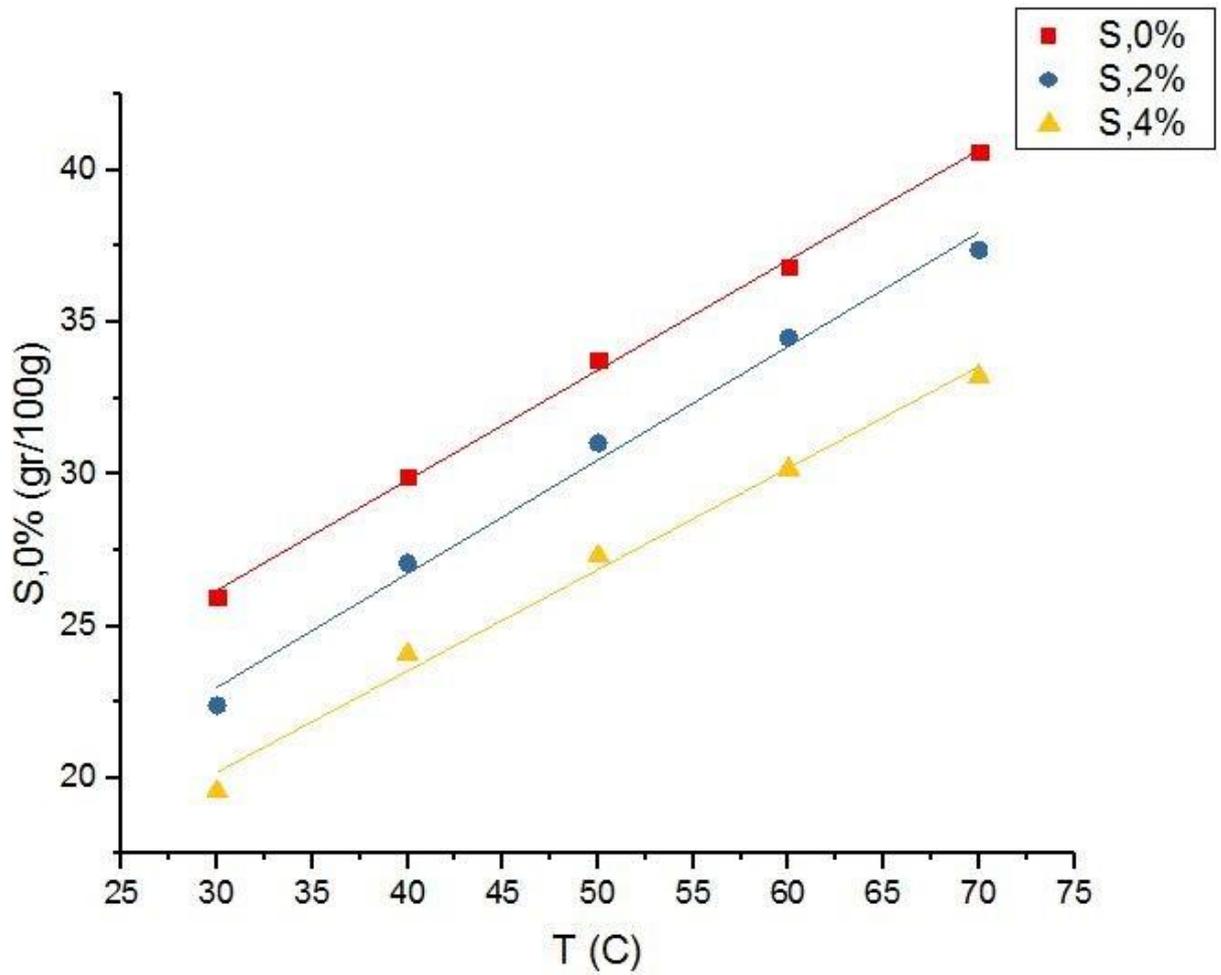


Figure 12. courbes de solubilité du glycine en fonction du T.

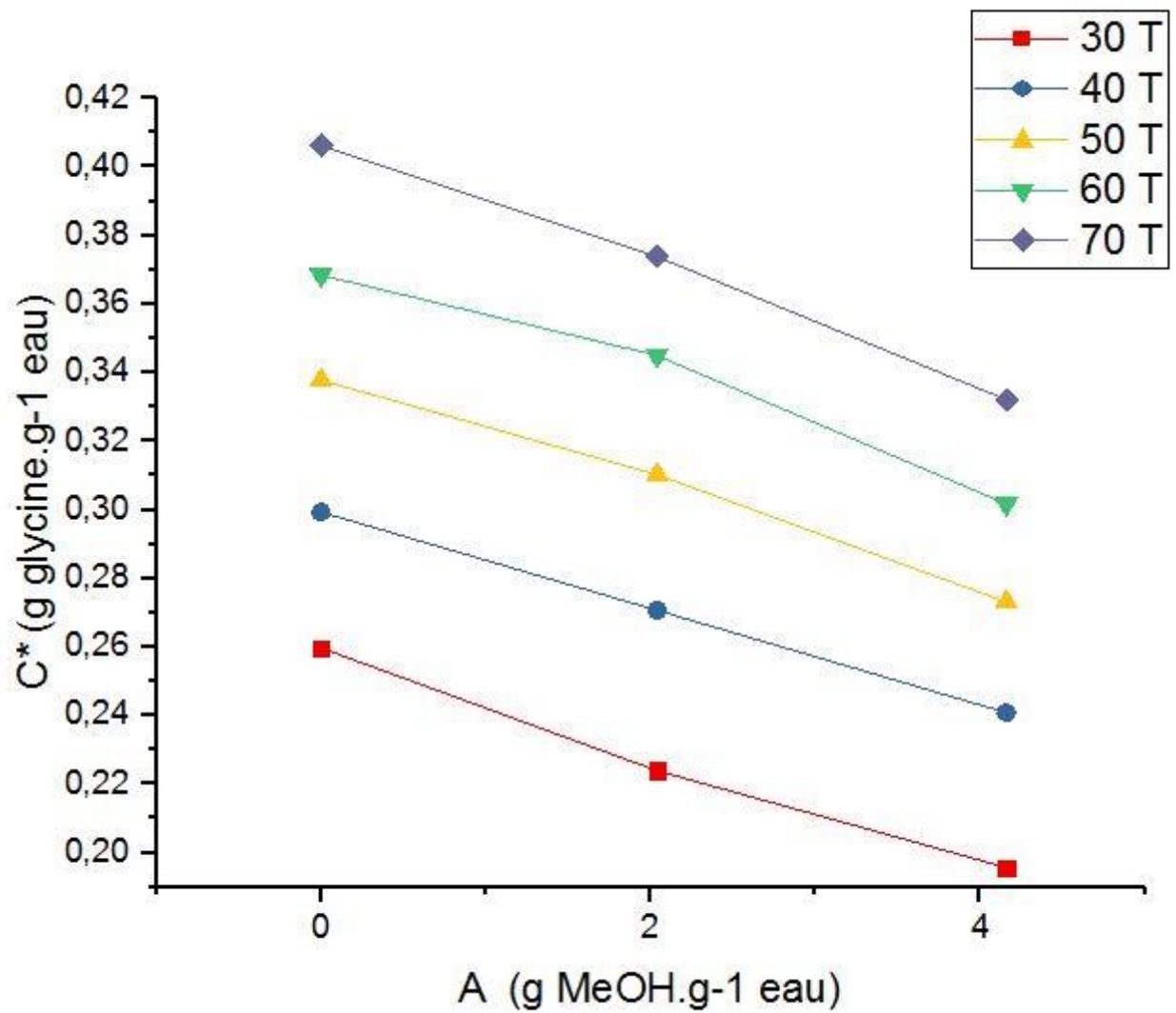


Figure 13. Solubilités de la glycine en fonction de la concentration du méthanol dans l'eau.

### 3. résultats et discussion :

Cet étude concerne la solubilité de la glycine dans un milieu eau / anti-solvant. L'influence de la présence du méthanol sur la solubilité et sur la saturation a été étudiée. Les courbes de solubilité en fonction de la température pour de nombreux pourcentages massiques du méthanol dans l'eau sont présentées dans la figure 12. Les résultats montrent que l'augmentation du pourcentage du méthanol dans le milieu de cristallisation diminue la solubilité de la glycine. Cette diminution de la solubilité peut être expliquée par l'établissement de limites préférées entre les molécules de solvant et les molécules de l'anti-solvant, réduisant ainsi le nombre de molécules de solvant disponibles pour la solvataion de la glycine.

Il est possible d'utiliser nos résultats à la détermination de la croissance cristalline, les caractéristiques de cristallisation, les limites de saturation et de sursaturation et les mécanismes fondamentaux de la nucléation, et aussi l'effet du méthanol sur la diffusion de la glycine.

## 4. Calcul d'erreurs et d'incertitudes :

L'incertitude relative  $\Delta x/x$  représente l'importance de l'erreur par rapport à la grandeur mesurée.

L'incertitude relative n'a pas d'unités et s'exprime en général en % ( $100\Delta x/x$ ).

$$c_1 v_1 = c_2 v_2$$

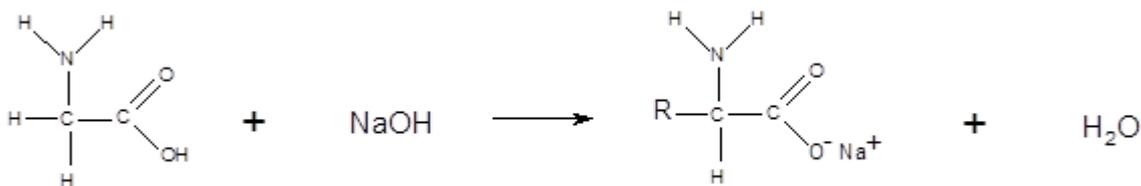
$$c_1 = \frac{c_2 v_2}{v_1}$$

$$\Delta c_1 = c_1 \left( \frac{\Delta c_2}{c_2} + \frac{\Delta v_1}{v_1} + \frac{\Delta v_2}{v_2} \right)$$

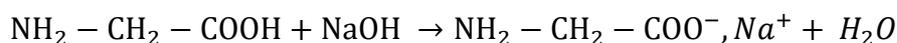
$$\Delta c_2 = c_2 \left( \frac{\Delta M}{M} + \frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta m}{m} \right)$$

$$\frac{\Delta c}{c} \times 100 = E$$

L'équation du titrage est :



**Figure 14.** réaction du glycine avec hydroxide de sodium .



de la réaction ,les coefficient stoechiométrique sont 1.

Application numerique :

$$\Delta c_2 = 0.1 \left( \frac{0.001}{2} + \frac{0.01}{40} + \frac{0.4}{500} \right)$$

$$\Delta c_2 = 0.00015$$

En remplace dans la'équation , donc :

$$\Delta c_1 = 0.05964 \left( \frac{0.00015}{0.1} + \frac{0.05}{11.93} + \frac{0.08}{25} \right)$$

## Partie Pratique

$$\begin{aligned} &= 0.0596(0.0015 + 0.00419 + 0.0032) \\ &= 0.00052 \end{aligned}$$

$$\text{Donc : } C_{30C^{\circ},0\%} = 0.0596 \pm 0.00052$$

$$C_{30C^{\circ},0\%} = 2.98 \pm 0.026 \text{ M/L}$$

Donc l'incertitude est de pourcentage de :

$$E = \frac{0.026}{2.98}$$

$$E = 0.872 \%$$

La majorité du valeur d'incertitude est inferieur de 2% , ca montre que les resultat est acceptable et dans l'enorme .

- Le reste du valeur d'incertitude sont dans la partie d'annexe .

### Références :

- [1] Couriol C, Mise au point du procédé continu de fabrication industrielle de la glycine et optimisation de sa préparation par cristallisation, Thèse de l' université Pierre et Marie Curie, Paris, 1997.
- [2] Borissova A, Dashova Z, Examination of the semi-batch crystallization of Benzophenone from saturated methanol solution via aqueous antisolvent drowing-out as monitored in- process using ATR FTIR spectroscopy, *Crystal Growth & Design*, 4- 5, 1053-1060, 2004.
- [3] Rabesiaka M, Compréhension et contrôle des mécanismes mis en jeu dans la cristallisation de composés d'intérêt pharmaco- cosmétique : application à la glycine et à la Dihydroxyacétone, Thèse de l'université Pierre et Marie Curie, Paris, 2006.
- [4] Espghan, *Journal Pediatric Gastroenterology and Nutrition*, 41, 2, 2005, 12-18.
- [5] B. Beaufrière, *Métabolisme des acides aminés chez l'homme normal*, France, 2002.
- [6] G.C. Barrett, D.T. Elmore, *Amino Acids and Peptides*, université Cambridge, 2004.
- [7] Ajimonoto, Coinc., *Aminoacids*, British Patent N° 908735, *Chemical Abstract*, 58, 468B 1963.
- [8] « La science dévoile le secret de la longévité » sur [julienvenesson.fr](http://julienvenesson.fr)
- [9] Williams RE, *Preparation of amino acids*, U.S Patent N° 3,190, 914, 1965.
- [10] Shogo K, Effect of Supersaturation on crystal size and number of crystals produced in antisolvent crystallization, *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 35, 1219-1223, 2002.
- [11] Uusi-penttila M, Spectroscopic monitoring of environmentally benign anti-solvent crystallization, *Journal of Crystal Growth*, 166, 967-970, 1996.
- [12] Yu. Z, Effects of operating conditions on agglomeration and habit of paracetamol in anti- solvent crystallization, *Journal Of Crystal Growth* 279, 477-488, 2005
- [13] Mark Roelands C.P, Antisolvent Crystallization of the Polymorphs of L-Histidine as a function of Supersaturation Ratio and Solvent Composition, *Crystal Growth & Design*, 4, 953-963,2006.
- [14] Grady D, The effect of mixing on the metastable zone width and nucleation kinetics in the anti-solvent crystallization of benzoic acid, *Chemical Engineering Research and Design*, 85, 945-952, 2007.
- [15] Hao H., Hou B, Jing-Kang W, Effect of solvent on crystallization behavior of xylitol, *Journal of Crystal Growth*, 290, 192-196, 2006.

- [16] Antisolvent crystallization: Effect of ethanol on batch crystallization of  $\alpha$  glycine  
.Wail El Bazi Catherine Portea Isabelle Mabillec Jean-Louis Havet October 2017
- [17] David R. Lide, Handbook of chemistry and physics, CRC, 16 juin 2008, 89e éd. p. 9-50.
- [18] Chimie et catalyse avec les molécules mono-carbonées , TKATCHENKO I. 1984, n° 249, pp. 115-121
- [19] Fiche toxicologique n° 5 de l'Institut national de recherche et de sécurité 2018.
- [20] Conductivité Théorie et Pratique , MeterLab , Radiometer Analytical SAS .2004
- [21] Kim Hansen, Electrical Properties of Atomic-Sized Metal Contacts (thèse de doctorat), Aarhus, mars 2000.
- [22] Lydia L. Sohn, Leo P. Kouwenhoven et Gerd Schön, Mesoscopic Electron Transport, 2013.



# **Conclusion générale**



## **Conclusion general**

Ce travail a étudié les effets antisolvant sur la cristallisation de la glycine. L'influence de la présence de méthanol sur la solubilité, la sursaturation limite a été étudiée. Les résultats montrent qu'il y a une diminution de la solubilité avec l'augmentation du pourcentage de masse d'éthanol dans le milieu de cristallisation.

Les résultats expérimentaux montrent clairement que l'augmentation du taux d'alcool dans le mélange entrave la croissance cristalline.

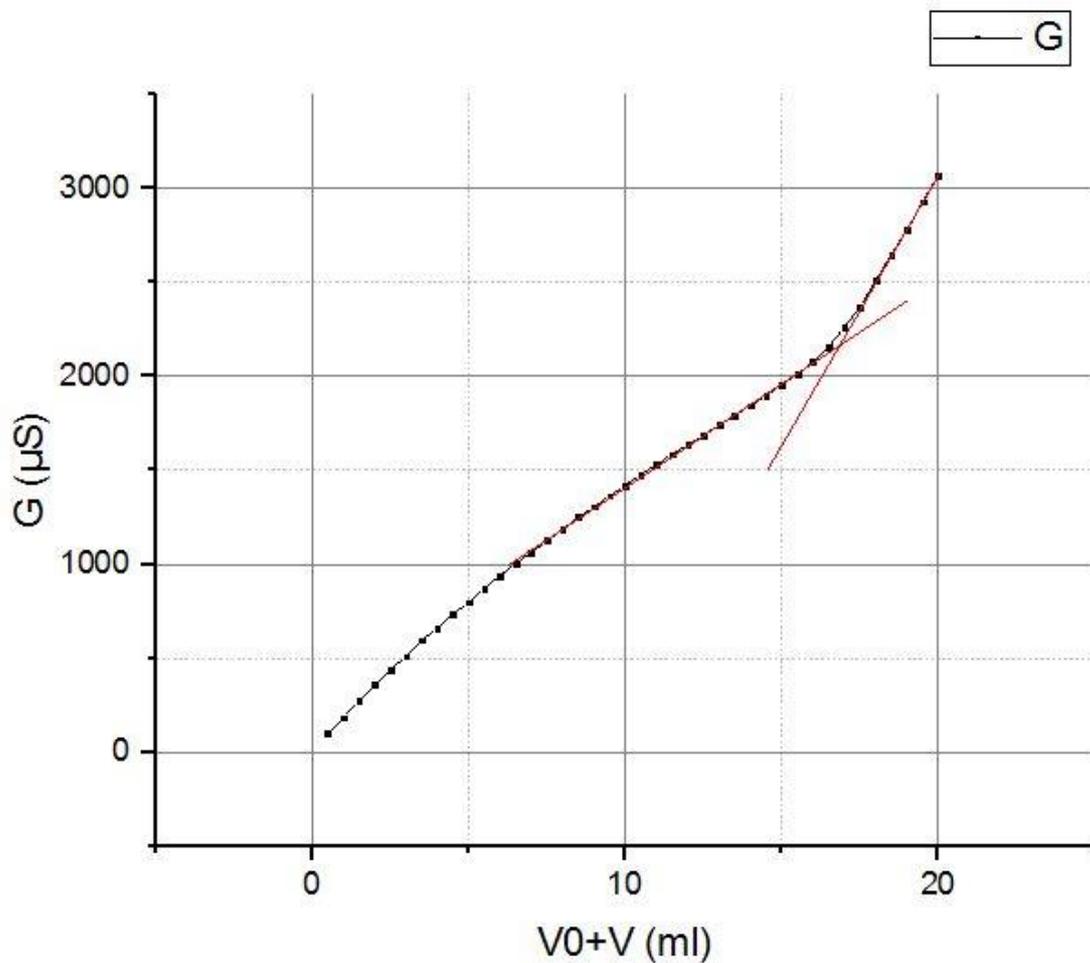


# **Annexe des Tableaux et Graphs**



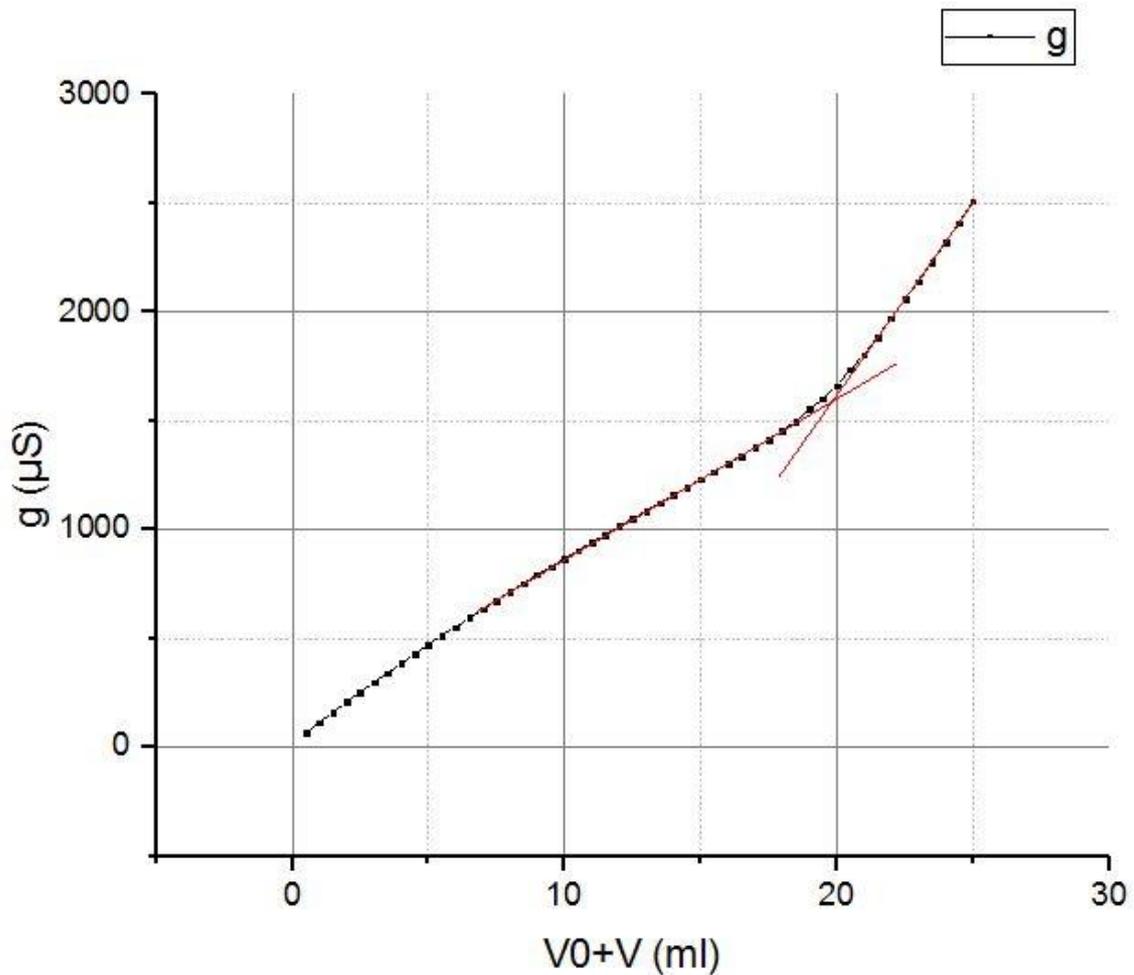
➤ Tableau de titrage de la solution 0% méthanol dans 30°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
<b>0,5</b>	101	<b>5</b>	798	<b>9,5</b>	1363	<b>14</b>	1845	<b>18,5</b>	2650
<b>1</b>	183	<b>5,5</b>	872	<b>10</b>	1418	<b>14,5</b>	1900	<b>19</b>	2780
<b>1,5</b>	272	<b>6</b>	938	<b>10,5</b>	1477	<b>15</b>	1957	<b>19,5</b>	2930
<b>2</b>	357	<b>6,5</b>	1004	<b>11</b>	1531	<b>15,5</b>	2010	<b>20</b>	3070
<b>2,5</b>	439	<b>7</b>	1061	<b>11,5</b>	1586	<b>16</b>	2080		
<b>3</b>	510	<b>7,5</b>	1125	<b>12</b>	1635	<b>16,5</b>	2160		
<b>3,5</b>	595	<b>8</b>	1186	<b>12,5</b>	1688	<b>17</b>	2260		
<b>4</b>	661	<b>8,5</b>	1251	<b>13</b>	1741	<b>17,5</b>	2370		
<b>4,5</b>	733	<b>9</b>	1305	<b>13,5</b>	1791	<b>18</b>	2510		



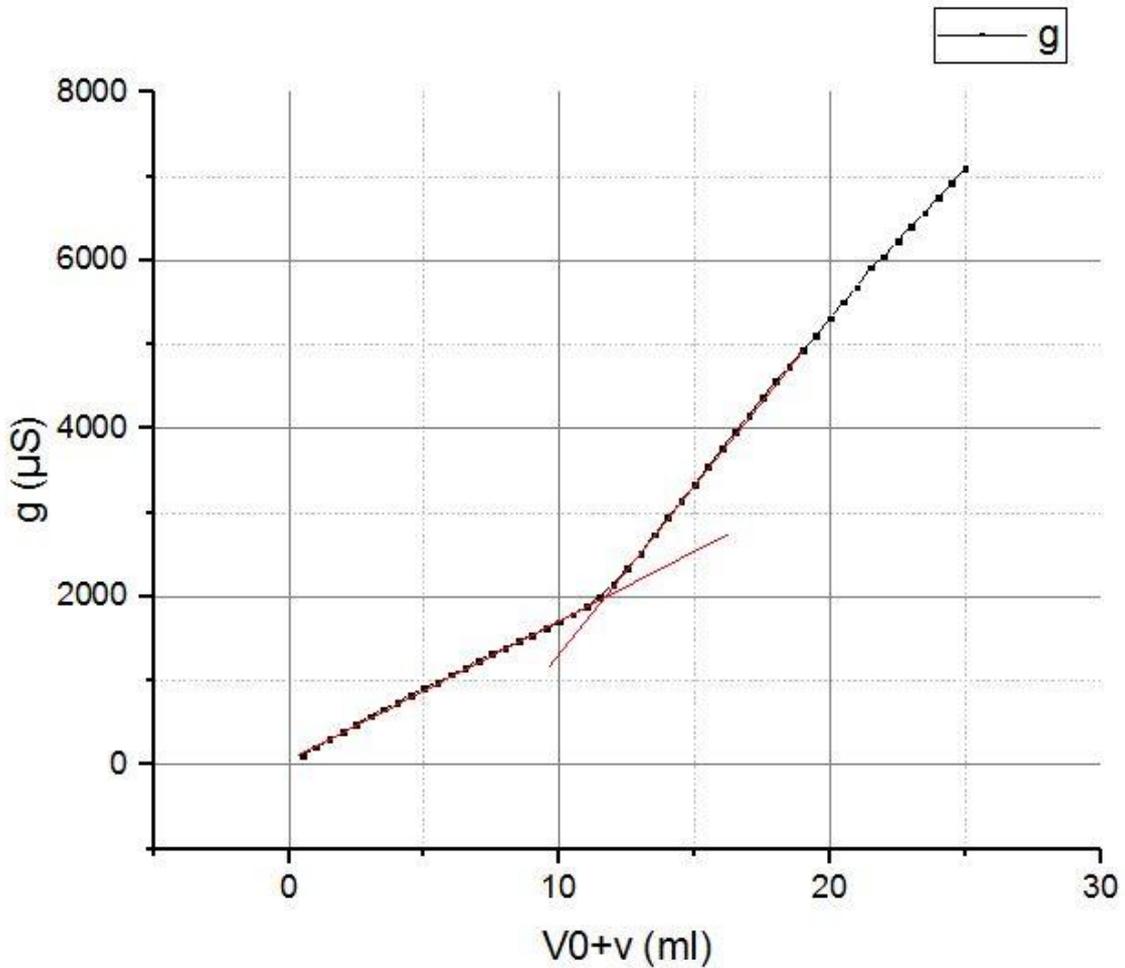
➤ Tableau de titrage de la solution 0% méthanol dans 40°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	66,6	5,5	516	10,5	905	15,5	1265	20,5	1737
1	115,1	6	552	11	943	16	1302	21	1804
1,5	161,2	6,5	594	11,5	976	16,5	1339	21,5	1886
2	209	7	634	12	1015	17	1378	22	1972
2,5	254	7,5	676	12,5	1050	17,5	1415	22,5	2060
3	299	8	714	13	1086	18	1455	23	2140
3,5	342	8,5	753	13,5	1123	18,5	1500	23,5	2230
4	385	9	795	14	1159	19	1554	24	2320
4,5	428	9,5	828	14,5	1194	19,5	1602	24,5	2410
5	473	10	866	15	1231	20	1661	25	2510



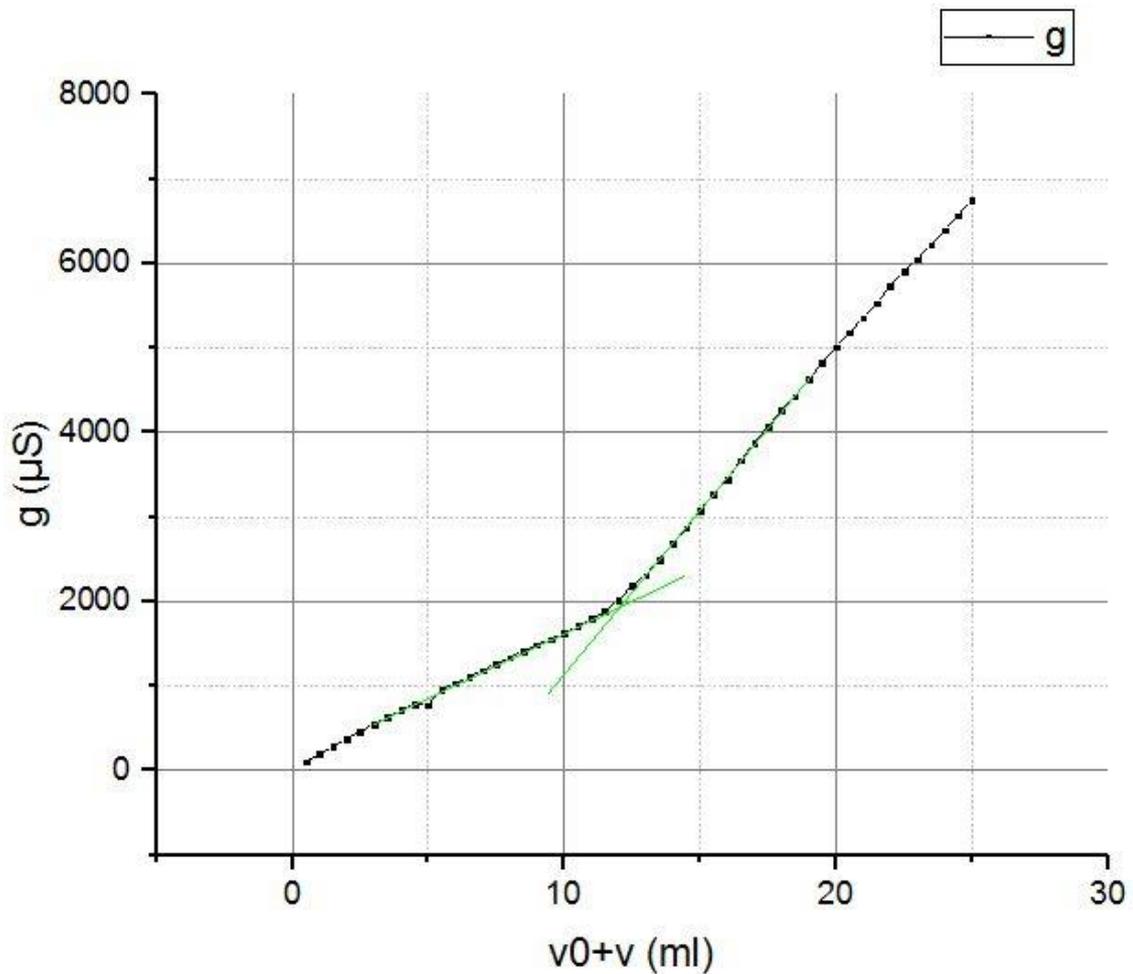
➤ Tableau de titrage de la solution 0% méthanol dans 50°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
<b>0,5</b>	116,2	<b>5,5</b>	979	<b>10,5</b>	1792	<b>15,5</b>	3550	<b>20,5</b>	5510
<b>1</b>	209	<b>6</b>	1074	<b>11</b>	1887	<b>16</b>	3760	<b>21</b>	5680
<b>1,5</b>	302	<b>6,5</b>	1158	<b>11,5</b>	2000	<b>16,5</b>	3960	<b>21,5</b>	5920
<b>2</b>	390	<b>7</b>	1241	<b>12</b>	2150	<b>17</b>	4160	<b>22</b>	6050
<b>2,5</b>	488	<b>7,5</b>	1320	<b>12,5</b>	2340	<b>17,5</b>	4370	<b>22,5</b>	6230
<b>3</b>	577	<b>8</b>	1390	<b>13</b>	2520	<b>18</b>	4560	<b>23</b>	6410
<b>3,5</b>	665	<b>8,5</b>	1470	<b>13,5</b>	2740	<b>18,5</b>	4740	<b>23,5</b>	6570
<b>4</b>	745	<b>9</b>	1546	<b>14</b>	2940	<b>19</b>	4940	<b>24</b>	6750
<b>4,5</b>	833	<b>9,5</b>	1622	<b>14,5</b>	3140	<b>19,5</b>	5110	<b>24,5</b>	6920
<b>5</b>	920	<b>10</b>	1704	<b>15</b>	3330	<b>20</b>	5310	<b>25</b>	7100



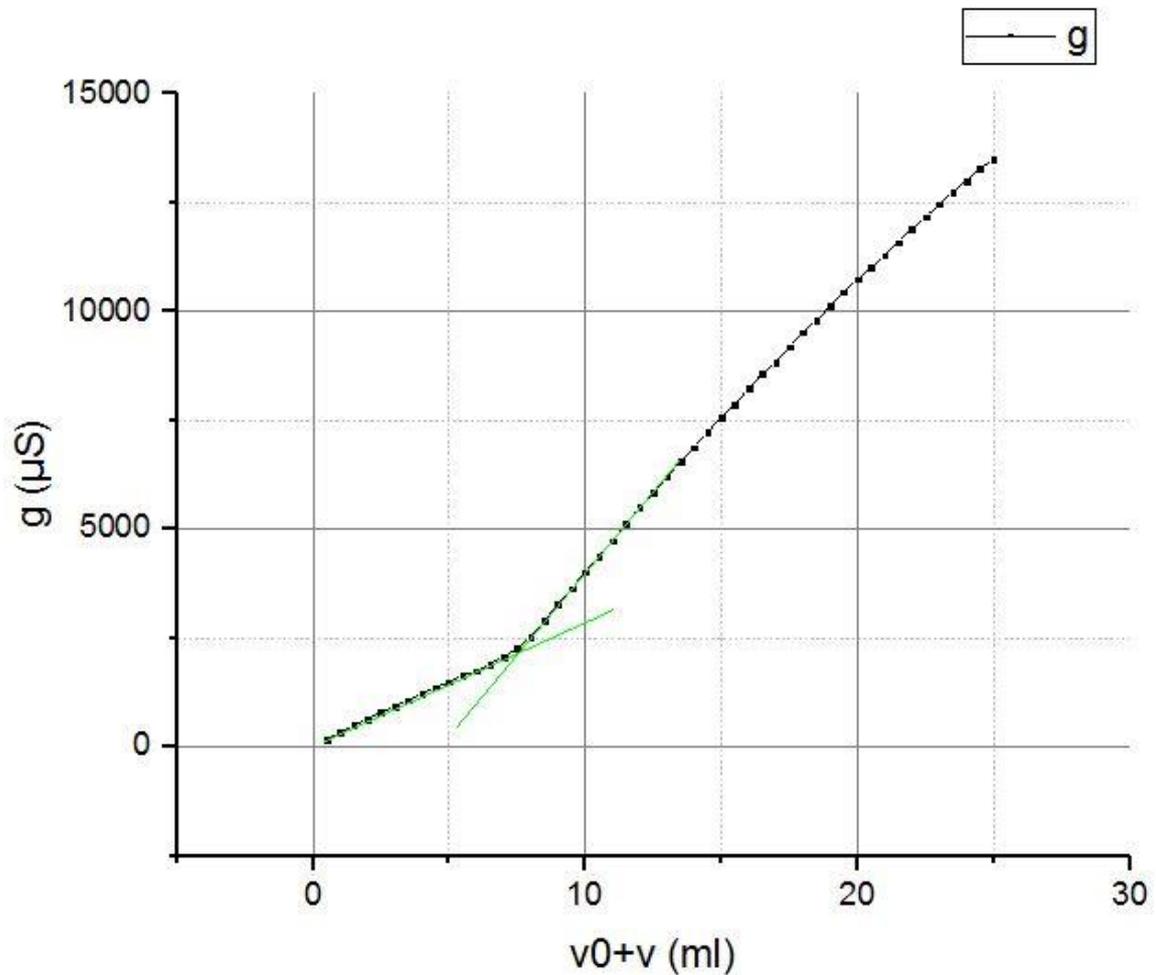
➤ Tableau de titrage de la solution 0% méthanol dans 60°C :

V <sub>A</sub> (ml )	G(μS )								
<b>0,5</b>	101,2	<b>5,5</b>	958	<b>10,5</b>	1706	<b>15,5</b>	3270	<b>20,5</b>	5180
<b>1</b>	196,8	<b>6</b>	1035	<b>11</b>	1794	<b>16</b>	3450	<b>21</b>	5360
<b>1,5</b>	284	<b>6,5</b>	1109	<b>11,5</b>	1884	<b>16,5</b>	3670	<b>21,5</b>	5530
<b>2</b>	371	<b>7</b>	1183	<b>12</b>	2010	<b>17</b>	3880	<b>22</b>	5730
<b>2,5</b>	465	<b>7,5</b>	1266	<b>12,5</b>	2190	<b>17,5</b>	4070	<b>22,5</b>	5910
<b>3</b>	550	<b>8</b>	1339	<b>13</b>	2310	<b>18</b>	4260	<b>23</b>	6050
<b>3,5</b>	629	<b>8,5</b>	1413	<b>13,5</b>	2500	<b>18,5</b>	4430	<b>23,5</b>	6220
<b>4</b>	718	<b>9</b>	1486	<b>14</b>	2680	<b>19</b>	4630	<b>24</b>	6390
<b>4,5</b>	788	<b>9,5</b>	1554	<b>14,5</b>	2870	<b>19,5</b>	4820	<b>24,5</b>	6570
<b>5</b>	774	<b>10</b>	1626	<b>15</b>	3080	<b>20</b>	5010	<b>25</b>	6750



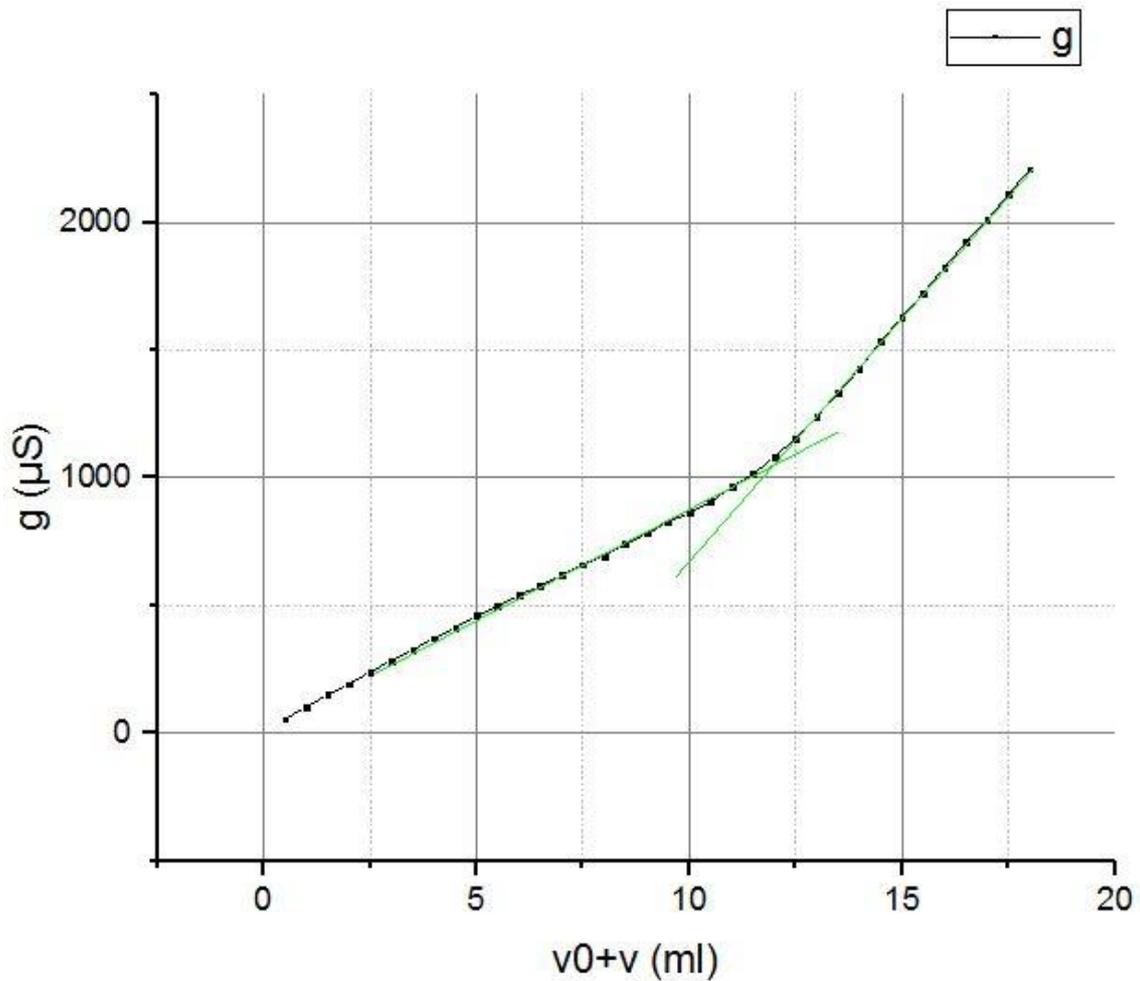
➤ Tableau de titrage de la solution 0% méthanol dans 70°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
<b>0,5</b>	183,4	<b>5,5</b>	1639	<b>10,5</b>	4390	<b>15,5</b>	7870	<b>20,5</b>	11010
<b>1</b>	332	<b>6</b>	1750	<b>11</b>	4730	<b>16</b>	8240	<b>21</b>	11290
<b>1,5</b>	496	<b>6,5</b>	1905	<b>11,5</b>	5120	<b>16,5</b>	8570	<b>21,5</b>	11590
<b>2</b>	638	<b>7</b>	2070	<b>12</b>	5500	<b>17</b>	8840	<b>22</b>	11900
<b>2,5</b>	797	<b>7,5</b>	2260	<b>12,5</b>	5840	<b>17,5</b>	9190	<b>22,5</b>	12170
<b>3</b>	938	<b>8</b>	2520	<b>13</b>	6200	<b>18</b>	9530	<b>23</b>	12460
<b>3,5</b>	1077	<b>8,5</b>	2890	<b>13,5</b>	6570	<b>18,5</b>	9800	<b>23,5</b>	12740
<b>4</b>	1220	<b>9</b>	3290	<b>14</b>	6880	<b>19</b>	10120	<b>24</b>	13000
<b>4,5</b>	1365	<b>9,5</b>	3640	<b>14,5</b>	7220	<b>19,5</b>	10450	<b>24,5</b>	13270
<b>5</b>	1492	<b>10</b>	4020	<b>15</b>	7580	<b>20</b>	10740	<b>25</b>	13490



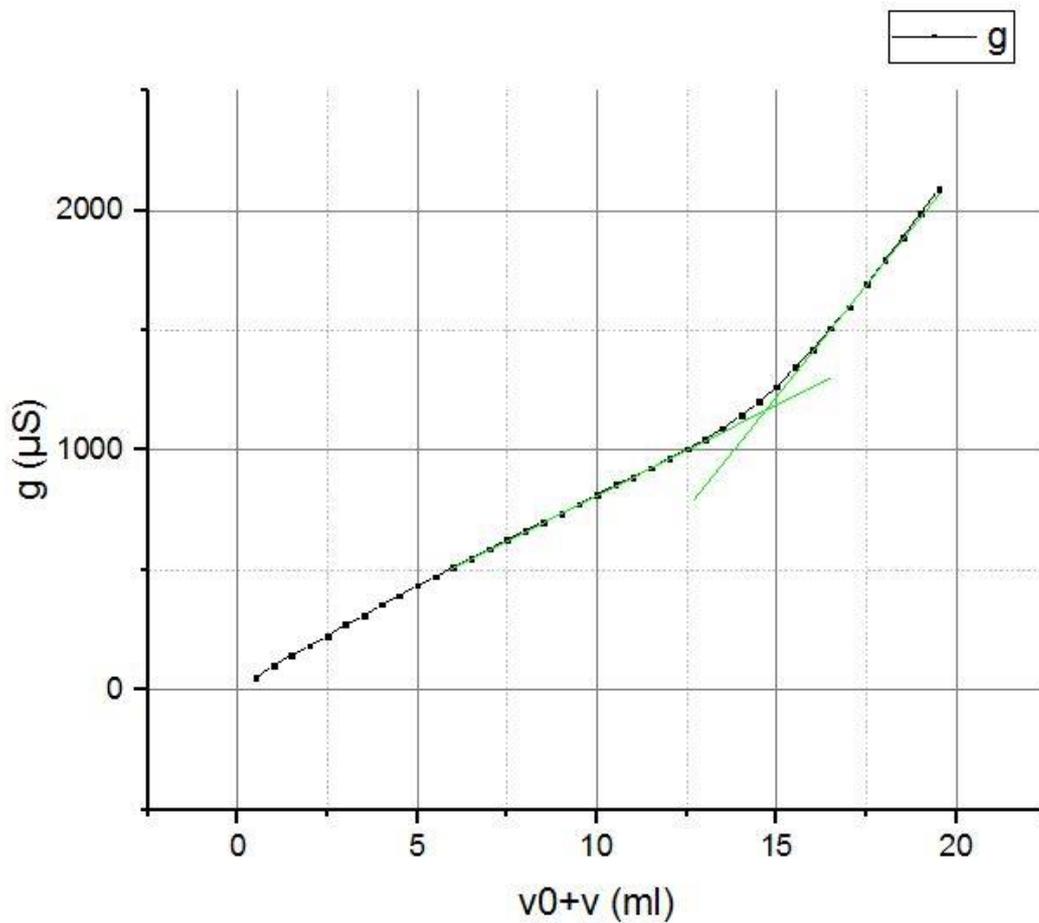
➤ Tableau de titrage de la solution 2% méthanol dans 30°C :

$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$
<b>0,5</b>	56	<b>5,5</b>	497	<b>10,5</b>	907	<b>15,5</b>	1723
<b>1</b>	101	<b>6</b>	539	<b>11</b>	964	<b>16</b>	1825
<b>1,5</b>	150	<b>6,5</b>	578	<b>11,5</b>	1015	<b>16,5</b>	1923
<b>2</b>	193	<b>7</b>	620	<b>12</b>	1082	<b>17</b>	2010
<b>2,5</b>	239	<b>7,5</b>	661	<b>12,5</b>	1155	<b>17,5</b>	2110
<b>3</b>	284	<b>8</b>	695	<b>13</b>	1241	<b>18</b>	2210
<b>3,5</b>	326	<b>8,5</b>	741	<b>13,5</b>	1332		
<b>4</b>	372	<b>9</b>	783	<b>14</b>	1426		
<b>4,5</b>	414	<b>9,5</b>	825	<b>14,5</b>	1535		
<b>5</b>	460	<b>10</b>	865	<b>15</b>	1631		



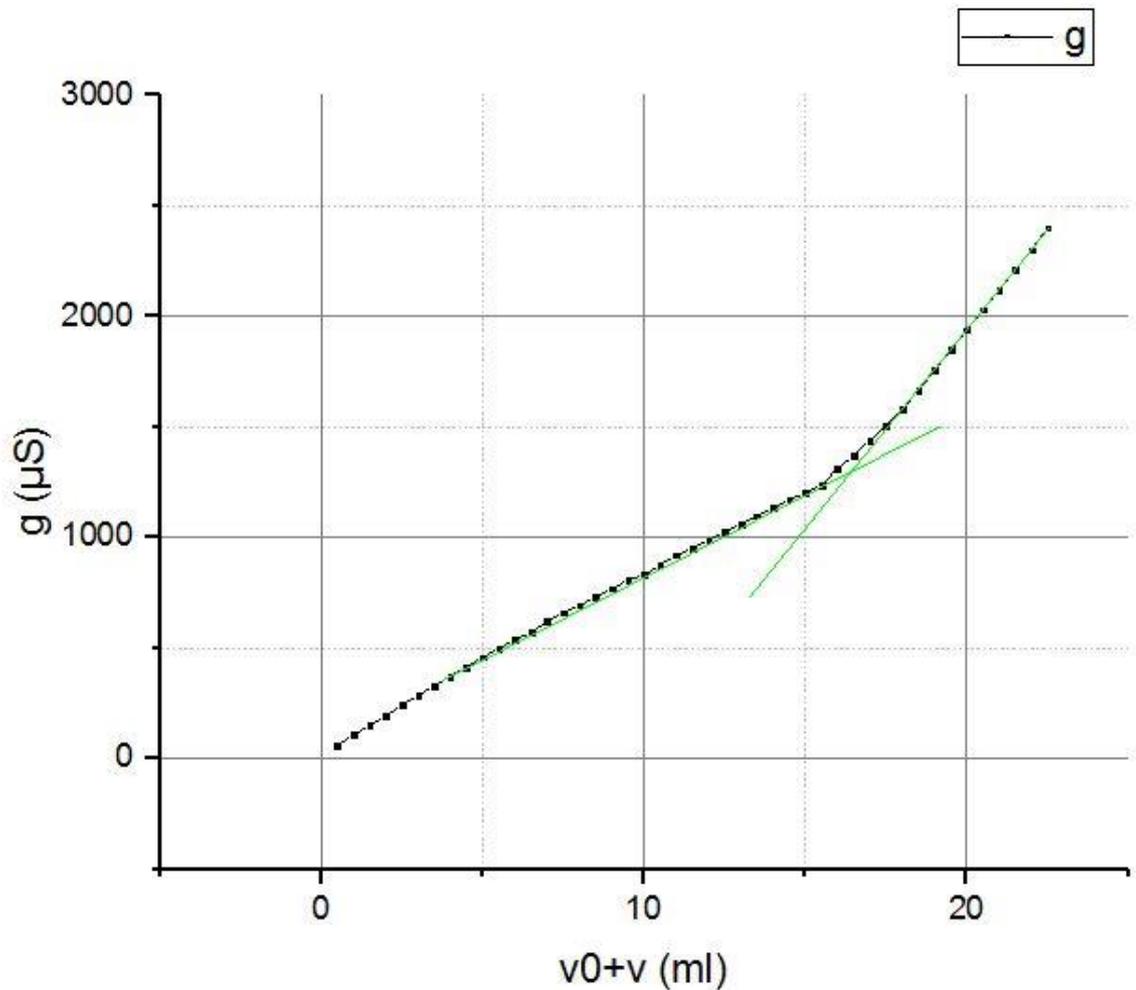
➤ Tableau de titrage de la solution 2% méthanol dans 40°C :

$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$
<b>0,5</b>	51	<b>5,5</b>	472	<b>10,5</b>	857	<b>15,5</b>	1347
<b>1</b>	103	<b>6</b>	514	<b>11</b>	887	<b>16</b>	1421
<b>1,5</b>	146	<b>6,5</b>	551	<b>11,5</b>	927	<b>16,5</b>	1511
<b>2</b>	184	<b>7</b>	589	<b>12</b>	966	<b>17</b>	1597
<b>2,5</b>	226	<b>7,5</b>	629	<b>12,5</b>	1006	<b>17,5</b>	1693
<b>3</b>	273	<b>8</b>	665	<b>13</b>	1045	<b>18</b>	1793
<b>3,5</b>	309	<b>8,5</b>	702	<b>13,5</b>	1093	<b>18,5</b>	1890
<b>4</b>	357	<b>9</b>	735	<b>14</b>	1144	<b>19</b>	1990
<b>4,5</b>	395	<b>9,5</b>	775	<b>14,5</b>	1202	<b>19,5</b>	2090
<b>5</b>	436	<b>10</b>	817	<b>15</b>	1265		



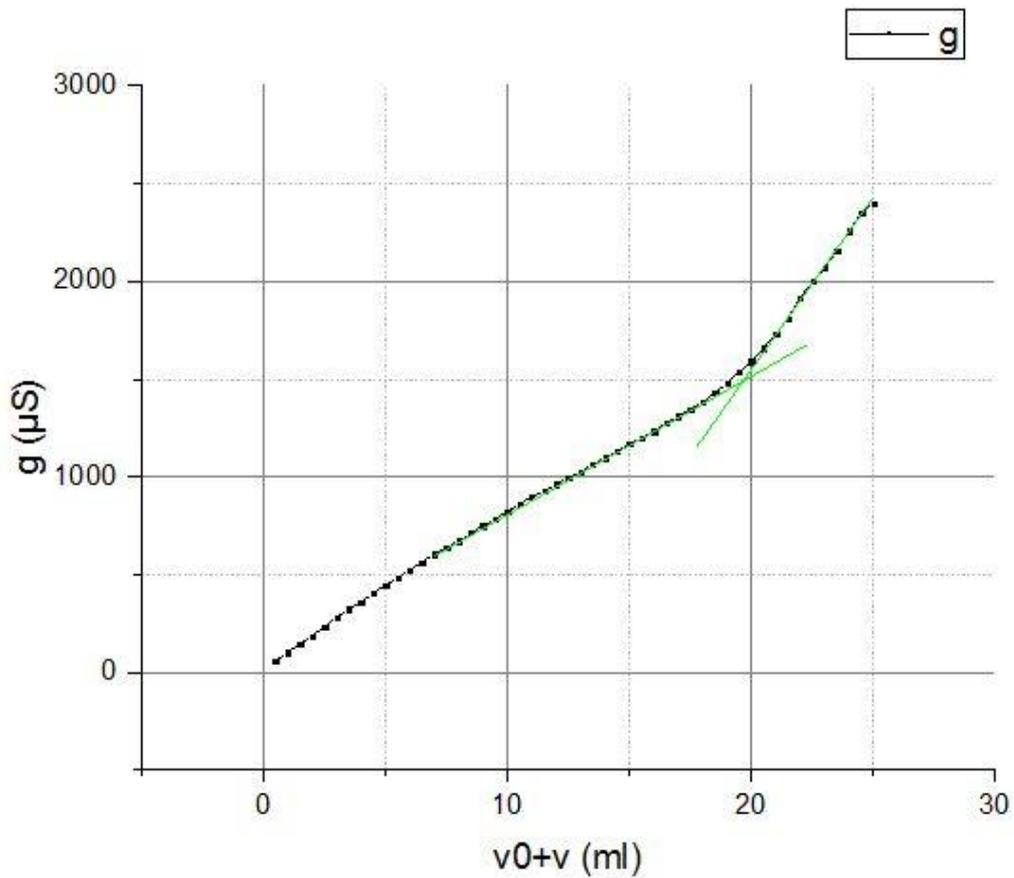
➤ Tableau de titrage de la solution 2% méthanol dans 50°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	60	5,5	496	10,5	878	15,5	1237	20,5	2030
1	108	6	539	11	920	16	1314	21	2120
1,5	152	6,5	570	11,5	951	16,5	1368	21,5	2210
2	194	7	620	12	988	17	1440	22	2300
2,5	242	7,5	660	12,5	1025	17,5	1507	22,5	2400
3	287	8	693	13	1060	18	1581		
3,5	330	8,5	731	13,5	1096	18,5	1664		
4	373	9	769	14	1134	19	1757		
4,5	415	9,5	807	14,5	1173	19,5	1850		
5	459	10	830	15	1200	20	1937		



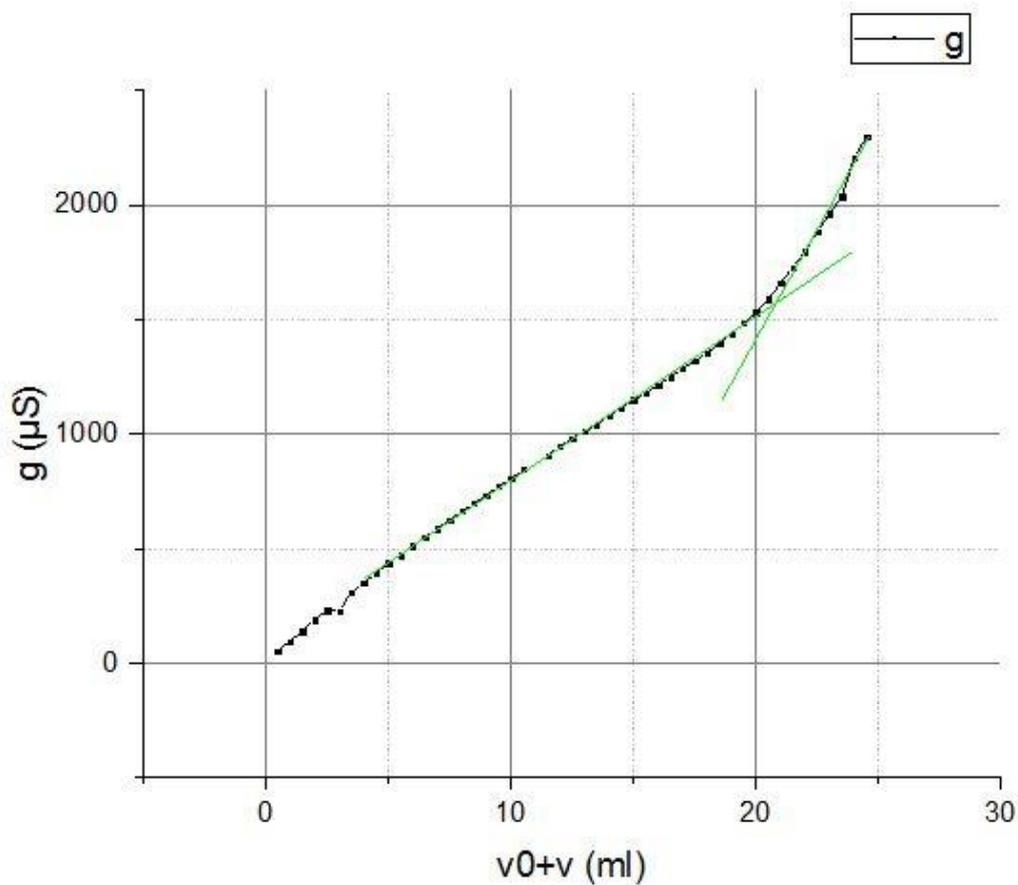
➤ Tableau de titrage de la solution 2% méthanol dans 60°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	58	5,5	484	10,5	861	15,5	1201	20,5	1658
1	103	6	525	11	900	16	1232	21	1734
1,5	144	6,5	563	11,5	928	16,5	1274	21,5	1812
2	185	7	605	12	961	17	1310	22	1917
2,5	234	7,5	638	12,5	993	17,5	1347	22,5	2000
3	280	8	671	13	1027	18	1382	23	2070
3,5	325	8,5	713	13,5	1062	18,5	1431	23,5	2160
4	360	9	749	14	1097	19	1478	24	2260
4,5	404	9,5	784	14,5	1132	19,5	1537	24,5	2350
5	447	10	824	15	1171	20	1593	25	2400



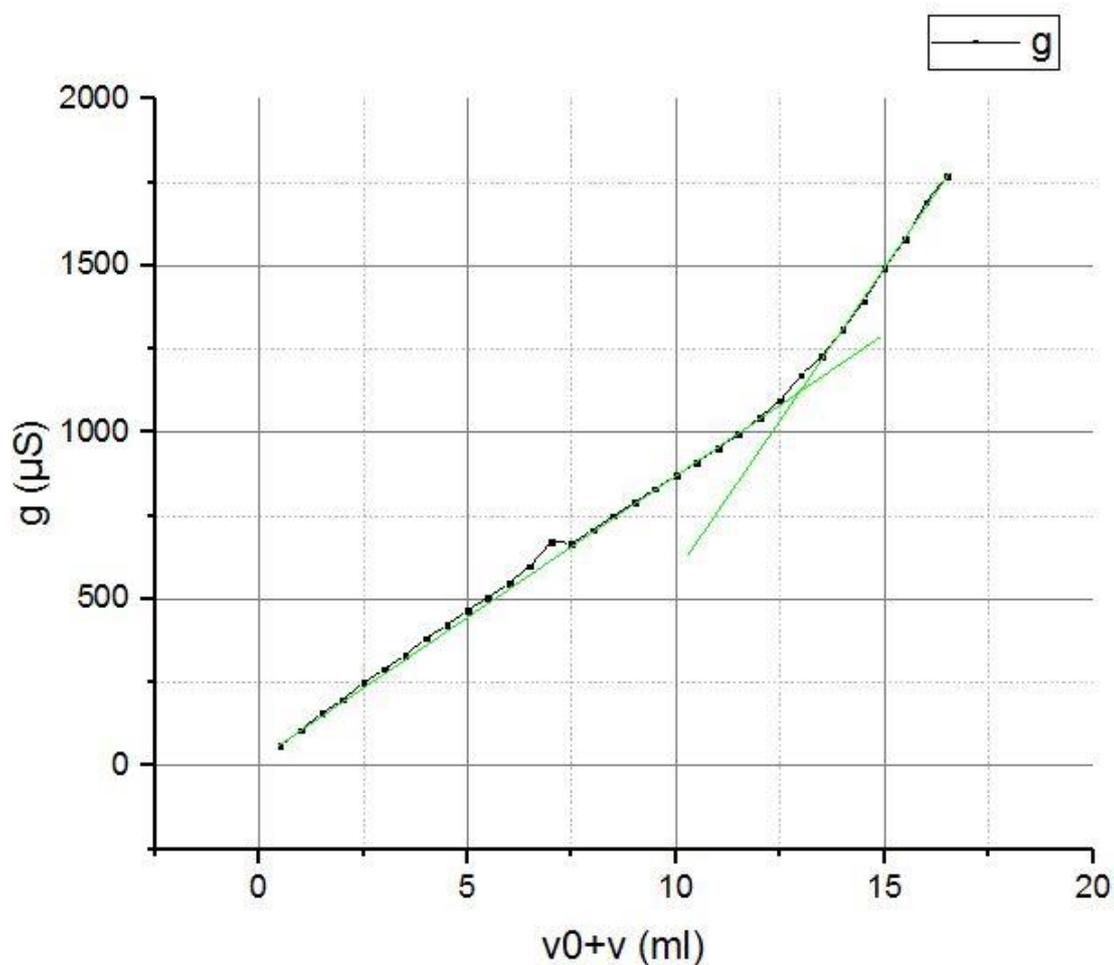
➤ Tableau de titrage de la solution 2% méthanol dans 70°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	54	5,5	473	10,5	846	15,5	1180	20,5	1592
1	97	6	512	11	876	16	1216	21	1660
1,5	141	6,5	552	11,5	908	16,5	1251	21,5	1730
2	189	7	587	12	947	17	1286	22	1800
2,5	230	7,5	625	12,5	981	17,5	1320	22,5	1888
3	227	8	664	13	1013	18	1356	23	1964
3,5	311	8,5	698	13,5	1041	18,5	1396	23,5	2040
4	350	9	734	14	1081	19	1438	24	2210
4,5	392	9,5	772	14,5	1116	19,5	1488	24,5	2300
5	439	10	806	15	1151	20	1533	25	2400



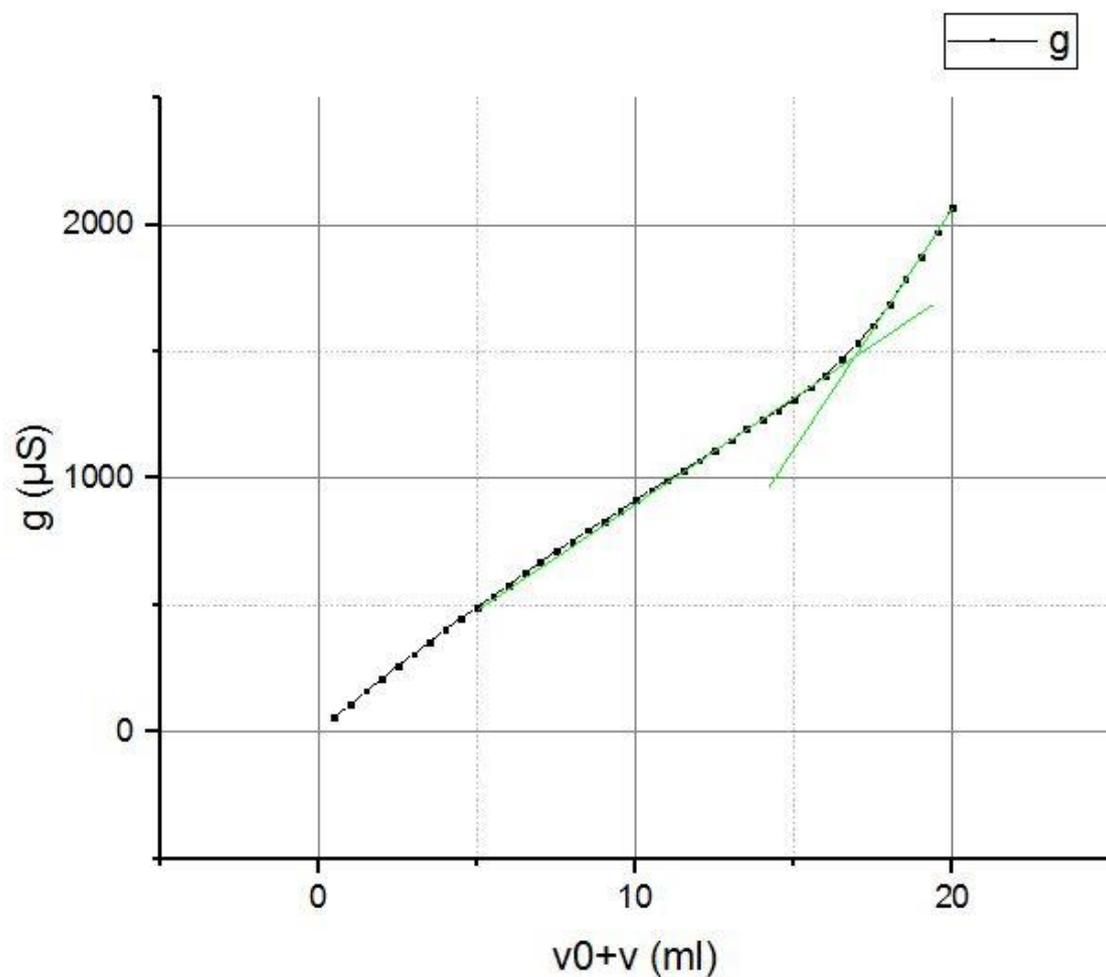
➤ Tableau de titrage de la solution 4% méthanol dans 30°C :

$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$	$V_A(\text{ml})$	$G(\mu\text{S})$
<b>0,5</b>	61	<b>5,5</b>	505	<b>10,5</b>	910	<b>15,5</b>	1581
<b>1</b>	107	<b>6</b>	549	<b>11</b>	954	<b>16</b>	1690
<b>1,5</b>	158	<b>6,5</b>	599	<b>11,5</b>	994	<b>16,5</b>	1770
<b>2</b>	198	<b>7</b>	672	<b>12</b>	1045		
<b>2,5</b>	249	<b>7,5</b>	668	<b>12,5</b>	1095		
<b>3</b>	290	<b>8</b>	706	<b>13</b>	1172		
<b>3,5</b>	332	<b>8,5</b>	750	<b>13,5</b>	1229		
<b>4</b>	383	<b>9</b>	789	<b>14</b>	1308		
<b>4,5</b>	422	<b>9,5</b>	831	<b>14,5</b>	1393		
<b>5</b>	467	<b>10</b>	871	<b>15</b>	1491		



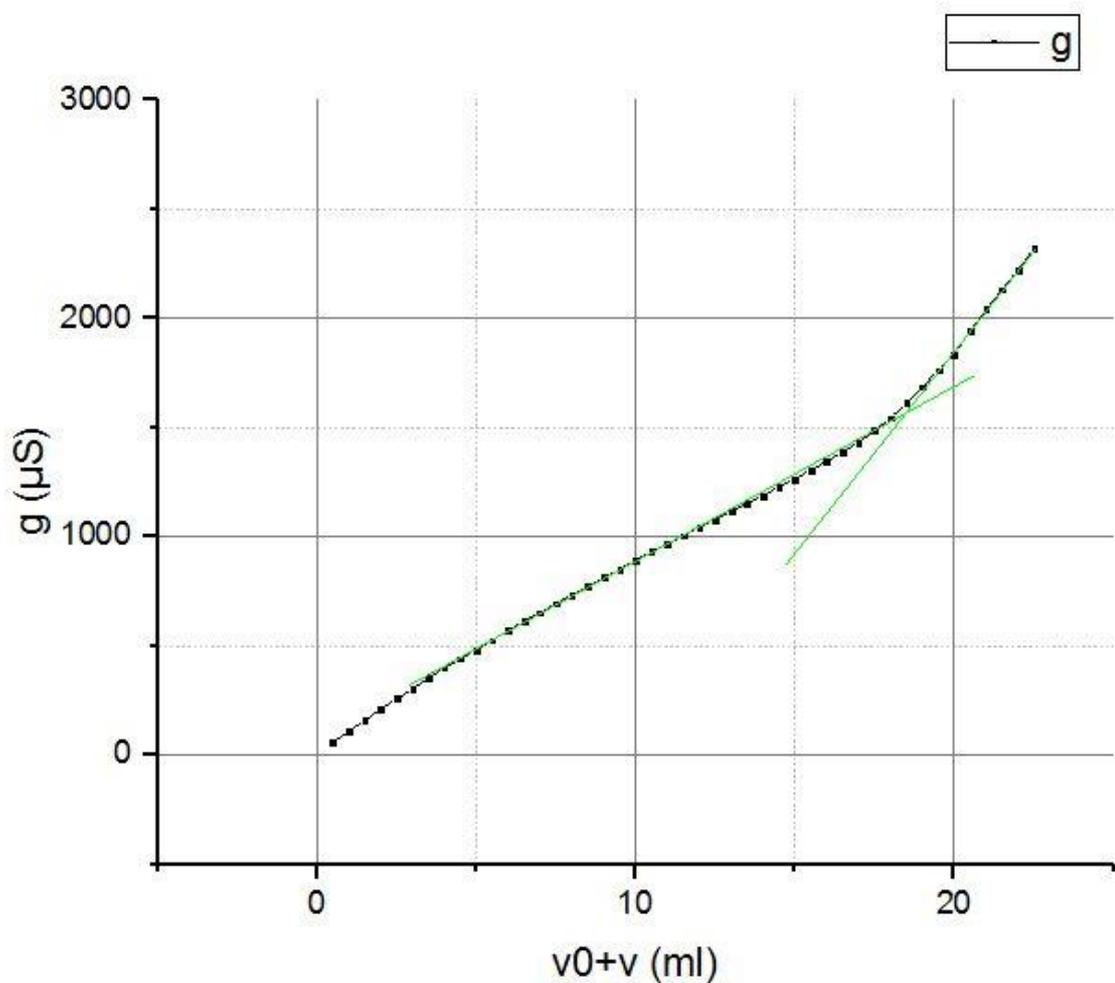
➤ Tableau de titrage de la solution 4% méthanol dans 40°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)						
<b>0,5</b>	60,8	<b>5,5</b>	536	<b>10,5</b>	955	<b>15,5</b>	1360
<b>1</b>	108	<b>6</b>	580	<b>11</b>	992	<b>16</b>	1408
<b>1,5</b>	163	<b>6,5</b>	626	<b>11,5</b>	1031	<b>16,5</b>	1469
<b>2</b>	210	<b>7</b>	670	<b>12</b>	1071	<b>17</b>	1534
<b>2,5</b>	262	<b>7,5</b>	716	<b>12,5</b>	1111	<b>17,5</b>	1604
<b>3</b>	308	<b>8</b>	752	<b>13</b>	1150	<b>18</b>	1687
<b>3,5</b>	355	<b>8,5</b>	797	<b>13,5</b>	1196	<b>18,5</b>	1787
<b>4</b>	407	<b>9</b>	832	<b>14</b>	1232	<b>19</b>	1877
<b>4,5</b>	449	<b>9,5</b>	875	<b>14,5</b>	1270	<b>19,5</b>	1972
<b>5</b>	493	<b>10</b>	915	<b>15</b>	1314	<b>20</b>	2070



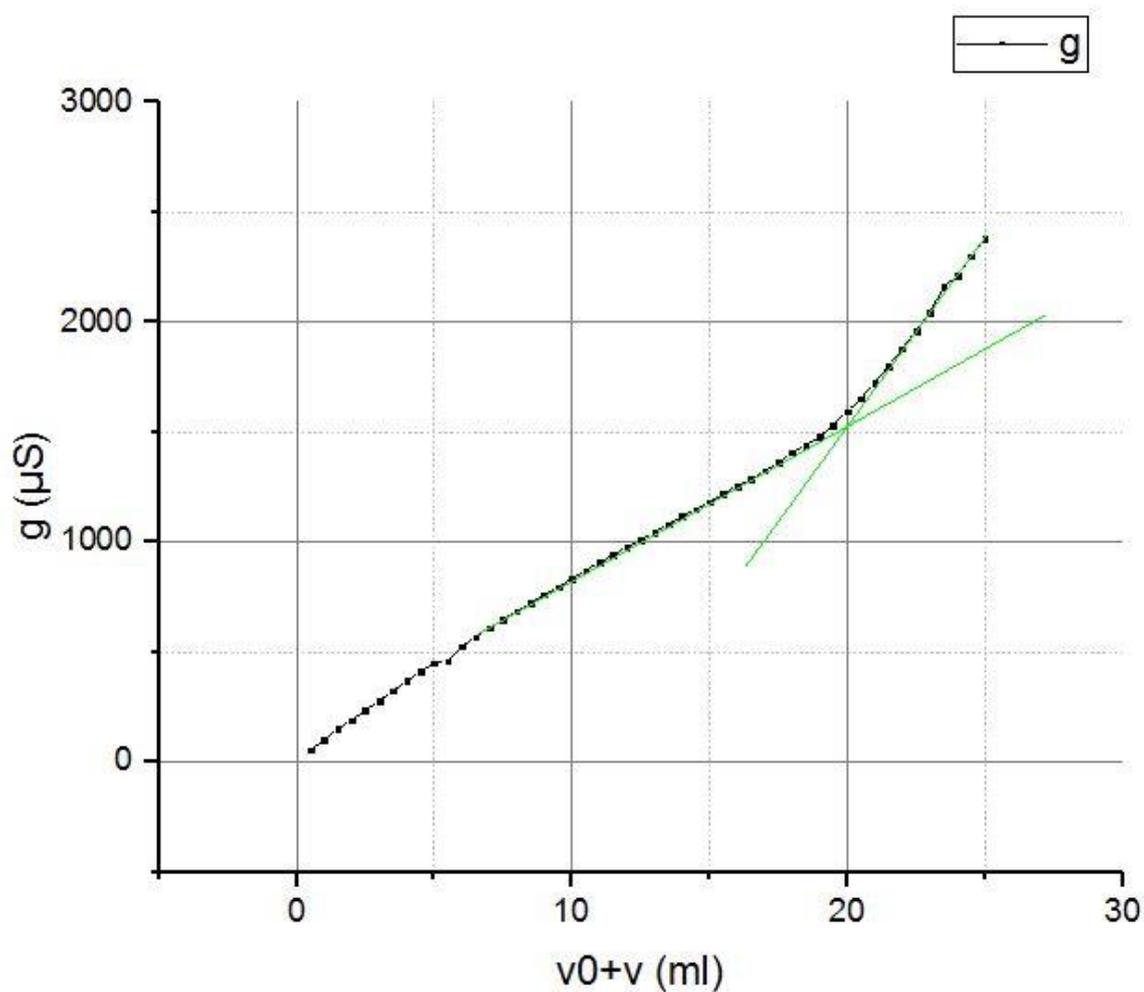
➤ Tableau de titrage de la solution 4% méthanol dans 50°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	59	5,5	526	10,5	931	15,5	1305	20,5	1941
1	110	6	571	11	966	16	1346	21	2040
1,5	160	6,5	613	11,5	1005	16,5	1390	21,5	2130
2	210	7	652	12	1043	17	1431	22	2220
2,5	259	7,5	694	12,5	1078	17,5	1487	22,5	2320
3	303	8	734	13	1119	18	1544		
3,5	352	8,5	772	13,5	1151	18,5	1613		
4	399	9	813	14	1188	19	1687		
4,5	441	9,5	851	14,5	1230	19,5	1762		
5	482	10	892	15	1263	20	1835		



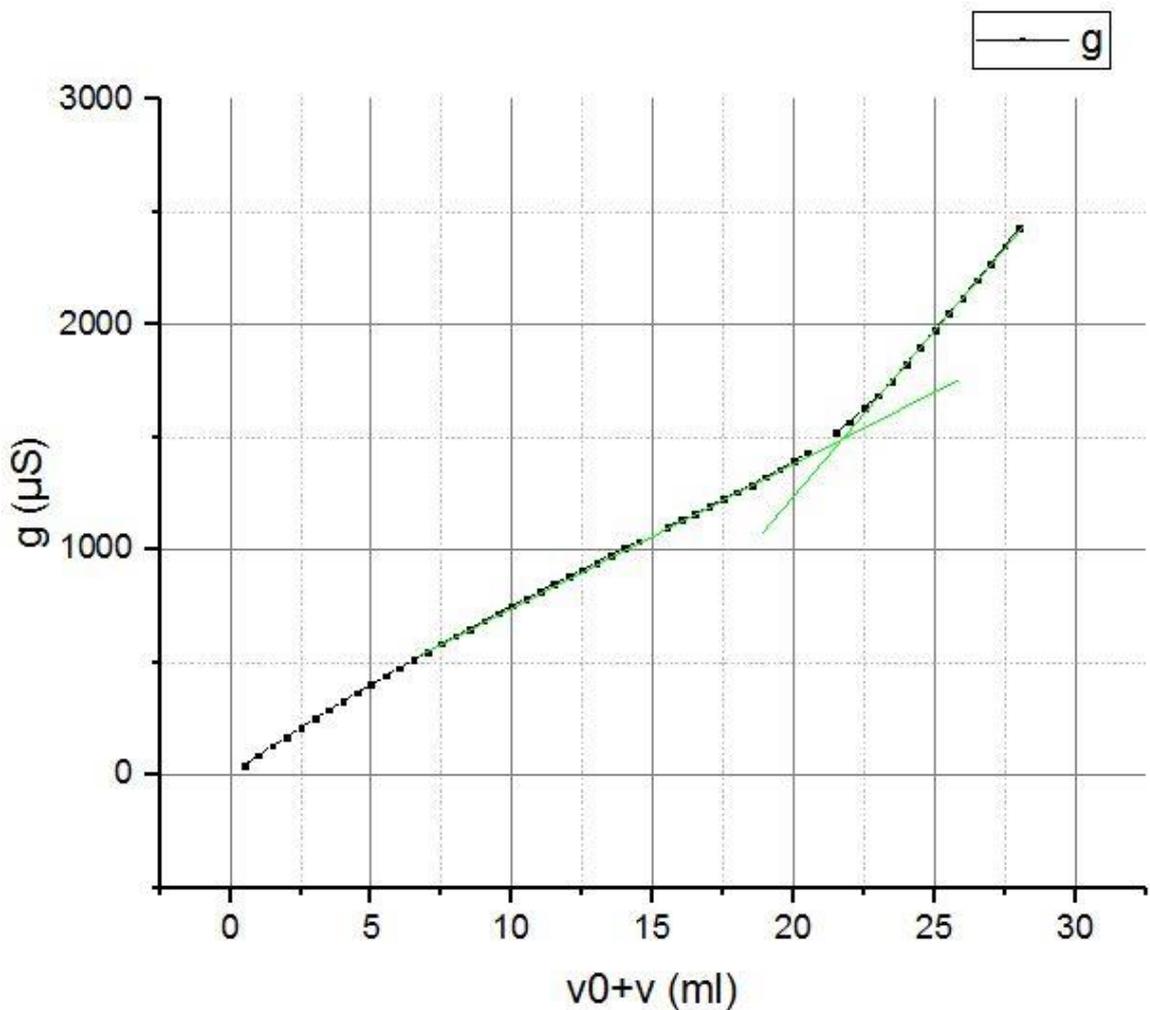
➤ Tableau de titrage de la solution 4% méthanol dans 60°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	55	5,5	459	10,5	871	15,5	1220	20,5	1653
1	102	6	527	11	908	16	1254	21	1722
1,5	152	6,5	568	11,5	941	16,5	1285	21,5	1802
2	190	7	610	12	977	17	1324	22	1879
2,5	236	7,5	650	12,5	1010	17,5	1360	22,5	1960
3	278	8	685	13	1044	18	1409	23	2040
3,5	324	8,5	721	13,5	1080	18,5	1439	23,5	2160
4	368	9	762	14	1117	19	1480	24	2210
4,5	410	9,5	794	14,5	1147	19,5	1530	24,5	2300
5	451	10	833	15	1182	20	1594	25	2380



➤ Tableau de titrage de la solution 4% méthanol dans 70°C :

V <sub>A</sub> (ml)	G(μS)								
0,5	44,7	5,5	441	10,5	782	15,5	1101	20,5	1434
1	89,7	6	476	11	816	16	1134	21	1472
1,5	131,3	6,5	513	11,5	850	16,5	1160	21,5	1520
2	170,8	7	549	12	883	17	1193	22	1569
2,5	211	7,5	584	12,5	912	17,5	1228	22,5	1629
3	252	8	617	13	945	18	1258	23	1687
3,5	290	8,5	650	13,5	977	18,5	1290	23,5	1751
4	328	9	686	14	1009	19	1323	24	1825
4,5	366	9,5	718	14,5	1039	19,5	1358	24,5	1902
5	401	10	754	15	1075	20	1394	25	1974



Le tableau suivant contient les valeurs du volume d'équivalence dans les différents  
Concentration d'anti-solvant et du température .

<i>/</i>	<b>30° C</b>	<b>40° C</b>	<b>50° C</b>	<b>60° C</b>	<b>70° C</b>
<b>0%</b>	17.315 ml (0.1 M NaOH)	19.937 ml (0.1 M NaOH)	11.345 ml (0.2 M NaOH)	12.27 ml (0.2 M NaOH)	7.73 ml (0.35 M NaOH)
<b>2%</b>	11.93 ml (0.1 M NaOH)	14.85 ml (0.1 M NaOH)	16.53 ml (0.1 M NaOH)	19.62 ml (0.1 M NaOH)	19.92 ml (0.1 M NaOH)
<b>4%</b>	13.03 ml (0.1 M NaOH)	16.64 ml (0.1 M NaOH)	18.19 ml (0.1 M NaOH)	20.095 ml (0.1 M NaOH)	22.118 ml (0.1 M NaOH)

Le tableau suivant contient les valeurs d'incertitude :

<i>/</i>	<b>30° C</b>	<b>40° C</b>	<b>50° C</b>	<b>60° C</b>	<b>70° C</b>
<b>0%</b>	0.872%	0.925%	0.976%	0.988%	0.109%
<b>2%</b>	0.980%	1.113%	1.653%	1.332%	1.481%
<b>4%</b>	0.991%	1.031%	1.623%	1.445%	1.875%

