

Travaux Pratiques

Chimie des surfaces

1^{er} semestre 2015/2016

Tp N° 6 - Surface échangeuse d'ions, régénération et détermination de la
capacité d'échange

3^{eme} année Licence - Chimie analytique

Samir KENOUCHE

Université M. Khider de Biskra

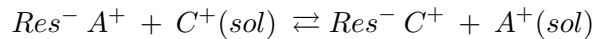
Département des sciences de la matière

Une résine échangeuse d'ion est un matériau insoluble réticulé qui contient des groupements chargés fixes et des contre-ions mobiles. Ces ions en question peuvent être échangés de façon réversible contre des ions portant la même charge présents dans la solution à traiter. La capacité totale d'une résine est définie comme étant la quantité maximale d'ions (sites actifs) que la résine peut fixer. Cette capacité d'échange est exprimée en eq/L (équivalents par litre de résine). Cette unité est préférée aux moles, car cette dernière ne prend pas en considération la valence des ions et peut donc conduire à des erreurs. Ainsi : $1 eq = 1 mole/valence$. Les applications industrielles de ce procédé sont nombreuses, on peut citer : l'extraction d'isotopes radioactifs, l'adoucissement de l'eau, la récupération d'ions métalliques et régénération des solutions, l'élimination des ions d'un milieu organique, séparation des lanthanides. Les objectifs de ce TP sont la mise en place d'un protocole expérimental complet permettant une séparation par élution du cation K^+ et l'évaluation de la capacité d'échange d'une résine échangeuse d'ions cationiques.

1. Partie théorique

1.1 Sélectivité de la résine

Soit le système constitué d'une résine échangeuse de cations. La réaction d'échange peut s'écrire :



On associe à cet équilibre une constante dite de *sélectivité* :

$$K_A^C = \frac{[C^+]_{Res} \times [A^+]_{Sol}}{[A^+]_{Res} \times [C^+]_{Sol}} \quad (1)$$

Il en ressort que plus la valeur de cette constante est grande, meilleure est l'affinité entre la résine et le cation C^+ . Par conséquent, ce cation sera aisément fixé. À partir l'équation (1), on peut avancer les remarques suivantes :

- Pour $K_A^C \gg 1 \implies$ plus d'affinité pour C^+ .
- Pour $K_A^C \ll 1 \implies$ plus d'affinité pour A^+ .

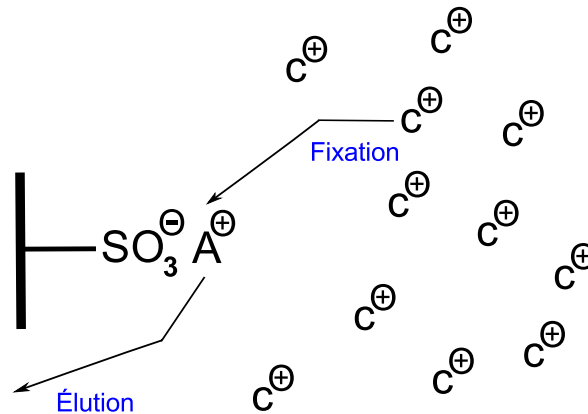
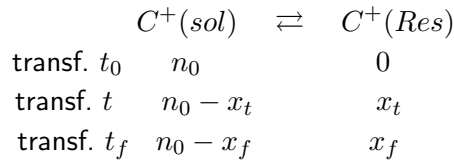


FIGURE 1: Principe de l'échange cationique.

Par ailleurs, il convient de rappeler que la capacité de fixation de la résine pour un ion donné dépend de multiples paramètres tels que : la charge du groupe fonctionnel de la résine, la taille et la valence de l'ion, la concentration de l'ion et l'accessibilité du groupe fonctionnel de la résine.

1.2 Coefficient de rétention

La constante d'échange permet de caractériser les affinités relatives des ions pour une résine échangeuse donnée, c'est donc une caractéristique propre de la résine. Le coefficient de rétention permet de définir si un ion donné est majoritairement présent dans la résine ou dans la solution à traiter. C'est donc une grandeur importante pour mettre en avant l'efficacité de rétention du système résine-ion considéré. Afin d'illustrer ce propos, soit la réaction en équilibre de l'ion mis en jeu :



Le coefficient de rétention est donné par :

$$k_r = \frac{n_{res}^c}{n_{sol}^c} = k_p \times \frac{(V_{res} - V_m)}{V_{sol}} \quad (2)$$

Avec, n_{res}^c et n_{sol}^c sont les concentrations de l'espèce ionique (C^+) respectivement dans la résine et dans la solution. V_{res} est le volume de la résine et V_m est le volume mort (volume interstitiel). k_p est un coefficient de partage qui s'exprime comme un rapport entre $[C^+]_{res}$ et $[C^+]_{sol}$

Tenant compte de l'état d'avancement de la réaction d'échange, on peut écrire :

$$n_{sol}^c = n_0^c - x_f = [C^+]_0 \times V_0 - [C^+]_{eq} \times (V_{res} - V_m) \quad (3)$$

À partir des équations (2) et (3), on en déduit :

$$k_r = \frac{n_{res}^c}{n_0^c - n_{res}^c} = \frac{[C^+]_{eq} \times (V_{res} - V_m)}{[C^+]_0 \times V_0 - [C^+]_{eq} \times (V_{res} - V_m)} \quad (4)$$

Ainsi, le rendement de rétention peut être défini selon :

$$R_e = \frac{x_f}{x_{max}} = \frac{x_f}{C_0 \times V_0} \quad (5)$$

2. Partie expérimentale

Ce protocole expérimental sera mis en place suivant les trois étapes suivantes :

2.1 Régénération de la résine

La première opération à réaliser consiste en la régénération préalable de la résine dans sa forme ionique initiale (H^+). Dans un bécher de 100 mL , introduire 70 mL de HCl concentrée (8 mol/L , le régénérant). Puis ajouter 15 g de résine $R - SO_3Na$. Il faut que la hauteur du lit de résine soit au moins égale à dix fois le diamètre de la colonne. Laisser le mélange en contact pendant 40 min . Introduire la résine dans l'ampoule, selon le schéma ci-dessous :

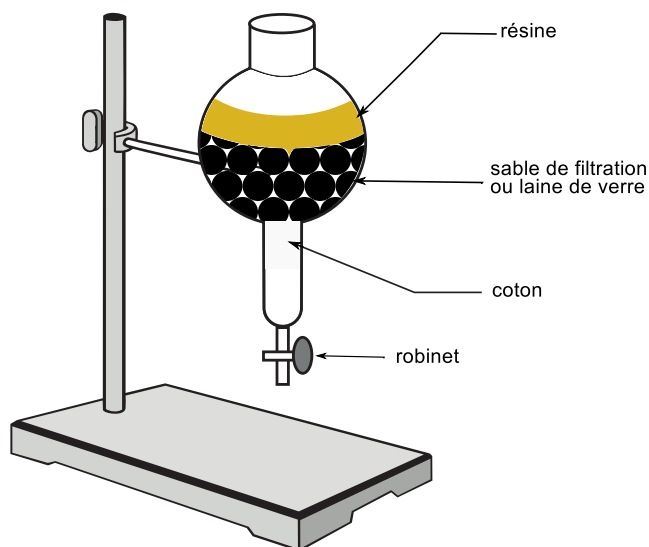


FIGURE 2: Construction du lit de résine.

Mesurer le pH de l'eau distillée. Puis rincer la résine à l'eau distillée, au moins deux fois le volume de l'ampoule. Il faut s'assurer d'une bonne étanchéité, de façon à ce que la résine ne puisse jamais se trouver à sec. Arrêter le rinçage une fois que le pH de l'éluat est le même que celui de l'eau distillée. Prolonger donc l'éluat jusqu'à ce que l'eau affleure la résine et que la composition de l'effluent soit celle de la solution initiale.

Attention ! Ne jamais laisser la résine se dessécher. Cette expérience doit être menée sous la hotte, vitre baissée, en portant des gants et des lunettes.

2.2 Échange des ions

Dans cette section, nous allons traiter une solution de KCl (0.6 mol/L). Disposer un bécher de 100 mL sous l'ampoule afin de récupérer les éluats. Par le biais d'une pipette jaugée, introduire goutte à goutte 15 mL de la solution à traiter en faisant couler cette dernière le long des parois. Lorsque le niveau de la solution affleure celui de la résine, ajouter de l'eau distillée (environ 25 mL) à l'aide d'une pipette. Récupérer les eaux de lavage se trouvant dans le bécher.

2.3 Capacité d'échange de la résine

Afin de déterminer cette capacité, réaliser un titrage à la goutte près de l'éluat (eau de lavage) par $NaOH$ (0.1 mol/L) en présence de bleu de Bromothymol.

Note : la résine doit être régénérée à la fin de chaque cycle.

3. Compte-rendu de TP

Titre du TP			
Nom	Prénom	Section	Groupe

1. Établir l'équation de la réaction d'échange la résine et la solution traitée.
.....
2. Quel est le rôle de l'acide chlorhydrique ? Pourquoi utilise-t-on cet acide en excès ?
.....
.....
.....
.....
3. À quoi sert le rinçage à l'eau distillée ?
.....
.....
4. Donner la valeur du pH mesuré lors de l'élution. Cela confirme-t-il les prévisions théoriques ?
.....
.....
.....
5. Calculer la capacité d'échange maximale (en eq/kg), le k_r et le R_e de la résine.
.....
.....
.....
6. Proposer une démarche expérimentale permettant de tracer la courbe de fixation du cation K^+ , soit : $[K^+] = f(\text{mL de la solution à traiter})$. Quelle sera alors l'allure de cette courbe ?
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

préparation : 2 pts assiduité : 4 pts compte-rendu : 14 pts