

DETOXICATION D'UNE SOLUTION

Nous allons étudier deux techniques permettant de détoxiquer une solution : le traitement par charbons actifs et le traitement par résine échangeuse d'ions. Le but de ce TP est de comprendre leur fonctionnement.

1. ADSORPTION SUR CHARBON VEGETAL

Les bain de traitement de surface peuvent être traité aux charbons actifs, afin d'enlever des composés organiques des bains (impuretés, brillanters). Les impuretés adsorbées au charbon actif sont éliminées après filtration du bain.

On souhaite étudier la loi d'adsorption d'un composé organique, l'acide éthanoïque, sur le charbon actif.

1.1. Etude théorique

▪ Principe

Quand un solide est plongé dans une solution, certaines molécules de la solution peuvent se fixer sur le solide sous l'effet des forces d'attraction intermoléculaires, sans qu'il y ait réaction chimique. Il y a **adsorption**.

On se propose de vérifier la **loi de Freundlich** :
$$\frac{m_{\text{substance adsorbée}}}{m_{\text{solide adsorbant}}} = k \cdot C^n$$

avec :

- $m_{\text{SUBSTANCE ADSORBÉE}}$: masse de substance adsorbée (exemple : acide éthanoïque)
- $m_{\text{SOLIDE ADSORBANT}}$: masse du solide adsorbant (charbon)
- C : concentration de la substance en solution après adsorption
- k et n : constantes

La loi de Freundlich peut s'écrire aussi
$$\log \left[\frac{m_{\text{substance adsorbée}}}{m_{\text{solide adsorbant}}} \right] = \log k + n \log C$$

▪ On appelle :

- C_{AVANT} la concentration de la substance étudiée (l'acide éthanoïque dans notre étude), avant adsorption dans le mélange initial de volume total V_{TOT}
- C la concentration de la même substance après adsorption.
- M la masse molaire de la substance adsorbée (l'acide éthanoïque)
- $m_{\text{SUBSTANCE ADSORBÉE}}$: la masse de substance adsorbée (l'acide éthanoïque)

Déterminer l'expression de la masse adsorbée $m_{\text{SUBSTANCE ADSORBÉE}}$ en fonction de C_{AVANT} , C , V_{TOT} et M .

1.2. MESURES

On étudie l'adsorption sur charbon de l'acide éthanoïque.

La solution initiale a une concentration molaire C_0 voisine de $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$.

a. Etalonnage de la solution de soude

- mode opératoire
 - Prélever 10,0 mL de solution de soude environ décimolaire (ou décimolaire) et les verser dans erlenmeyer.
 - Ajouter un peu d'eau déminéralisée et quelques gouttes de phénolphthaléine.
 - Titrer par une solution d'hydrogénéphthalate de potassium décimolaire (ou décimolaire).
 - Recommencer sur une deuxième prise d'essai.
- Mesures
 - indiquer les volumes équivalents
- Interprétation
 - En déduire la concentration (ou normalité) de la solution de soude.
 - pourquoi doit on réaliser un dosage préliminaire de la soude ?

b. Dosage de la solution initiale d'acide acétique S₀ (ou éthanoïque) .

- Mode opératoire
 - Prélever 2,0 mL de solution S₀ d'acide éthanoïque et les verser dans erlenmeyer.
 - Ajouter un peu d'eau déminéralisée et quelques gouttes de phénolphtaléine.
 - Doser par la soude titrée.
 - Recommencer sur une deuxième prise d'essai.
- Mesures
 - indiquer les volumes équivalents.
- interprétation
 - Justifier le choix de l'indicateur coloré (on pourra utiliser l'allure de la courbe pH = f(V_{soude}) du dosage).
 - En déduire la concentration initiale C₀ de la solution d'acide éthanoïque.

c. Mode opératoire de l'étude

- mode opératoire :
 - dans chaque bécher mélanger en utilisant les données du tableau :
une masse *m* de charbon
un volume *V* de solution d'acide éthanoïque S₀
volume *V'* d'eau déminéralisée (*V* et *V'* étant mesurés à la pipette ou avec une burette).

numéro de bécher	n°1	n°2	n°3	n°4	n°5
masse de charbon <i>m</i> (g)	2,5	2,5	2,5	5,0	5,0
<i>V</i> (mL) de S ₀	25,0	20,0	15,0	20,0	10,0
<i>V'</i> (mL) d'EDI	0,0	5,0	10,0	30,0	40,0
Volume total <i>V</i> _{TOT} (mL)	25,0	25,0	25,0	50,0	50,0

- Agiter pendant environ 15 minutes sur un agitateur magnétique.
- Filtrer sur papier filtre sur entonnoir .
- Prélever un volume *v* de filtrat et doser par la soude titrée en présence de phénolphtaléine

numéro de bécher	n°1	n°2	n°3	n°4	n°5
Volume prélevé <i>v</i> (mL)	5,0	5,0	10,0	20,0	20,0

d. Interprétation

- Calculer la concentration C_{AVANT} en acide dans chaque bécher avant adsorption par le charbon actif.
- Noter les volumes de soude nécessaires pour chaque dosage, et calculer la concentration C en acide après adsorption.
- Compléter le tableau ci-dessous.

numéro de bécher	n°1	n°2	n°3	n°4	n°5
C _{AVANT} (mol.L ⁻¹)					
V _{SOUDE} versée (mL)					
C (mol.L ⁻¹)					
<i>m</i> _{ACIDE ADSORBEE} (g)					
$\log \left[\frac{m_{\text{acide adsorbée}}}{m} \right]$					
log (C)					

- Quelle est l'influence de la quantité de charbon actif sur la présence du composé organique après traitement ?
- Vérification de la loi de Freundlich

Tracer la courbe $\log \left[\frac{m_{\text{acide adsorbée}}}{m} \right] = \log k + n \log C$. Conclusion ? En déduire k et n.

2. RESINES ECHANGEUSES D'IONS

2.1. principe de fonctionnement

Les échangeurs d'ions sont des résines insolubles dans l'eau dont les groupements ioniques ont la propriété d'échanger certains de leurs ions au contact de solutions d'électrolyte.

En général, ce sont des résines synthétiques constituées par un réseau macromoléculaire (polymère) noté R sur lequel sont greffés des groupements ionisés comme SO_3^- ou N^+ qui permettent de fixer des ions positifs pour SO_3^- ou négatif pour N^+).

Ces résines sont utilisées par exemple pour déminéraliser l'eau de ville, détoxiquer des effluents...

On distingue :

les résines cationiques qui échangent des cations : $\text{R}-\text{A}_{\text{rés}}^+ + \text{B}_{\text{sol}}^+ \Leftrightarrow \text{R}-\text{B}_{\text{rés}}^+ + \text{A}_{\text{sol}}^+$

les résines anioniques qui échangent des anions : $\text{R}-\text{A}_{\text{rés}}^- + \text{B}_{\text{sol}}^- \Leftrightarrow \text{R}-\text{B}_{\text{rés}}^- + \text{A}_{\text{sol}}^-$

Ces équilibres sont régis par une constante :
$$K = \frac{[\text{B}_{\text{rés}}] \cdot [\text{A}_{\text{sol}}]}{[\text{B}_{\text{sol}}] \cdot [\text{A}_{\text{rés}}]}$$

ATTENTION : Veiller à ce que la résine soit toujours recouverte par au moins quelques mm de solution pour éviter les bulles d'air au sein de la résine.

2.2. Contexte de la manipulation

Les effluents de nickel sont traités en station d'épuration mais il arrive que la concentration en nickel reste supérieure à la norme en vigueur en traitement de surface soit 2 mg/L. Pour permettre au rejet d'être en accord avec la norme, on fait passer l'effluent dans une résine cationique pour capter les ions Ni^{2+} encore présents.

Nous utiliserons une résine cationique pour étudier la détoxification d'un effluent de nickel.

2.3. Régénération de la résine

- mode opératoire
 - Charger la résine avec 10 mL d'acide sulfurique à environ 2 mol/L.
 - Régler le débit d'écoulement à environ 1 goutte par seconde.
 - Faire ensuite passer de l'eau déminéralisée (pour éliminer l'excès d'acide sulfurique) jusqu'à ce que le liquide qui s'écoule de la colonne ait un pH neutre (vérifier au papier pH).
- Interprétation
 - Quel est le but de la régénération de la résine ?
 - Indiquer quelle est l'équation bilan de la réaction d'échange. On notera A^+ les ions adsorbés initialement à la résine.

2.4. Dosage préliminaire de l'effluent de nickel

- Mode opératoire
 - Prélever 100 mL d'effluent de nickel.
 - Ajouter 5 mL de tampon ammoniacal et une pointe de spatule de murexide
 - Titrer par une solution d'EDTA à $0,001 \text{ mol.L}^{-1}$ jusqu'au virage du jaune au violet
- Interprétation
 - déterminer la concentration de l'effluent de nickel
 - l'effluent est-il en accord avec la norme en vigueur pour le traitement de surface ?

2.5. Traitement de l'effluent par la résine échangeuse d'ions

- Mode opératoire
 - prélever 100 mL d'effluent de nickel
 - les faire passer lentement sur la résine en récupérant le liquide dans un grand erlenmeyer
 - laver la résine avec environ 100 mL d'eau déminéralisée.
 - Ajouter dans l'erlenmeyer 5 mL de tampon ammoniacal et une pointe de spatule de murexide
 - Titrer par une solution d'EDTA à $0,001 \text{ mol.L}^{-1}$ jusqu'au virage du jaune au violet
- interprétation
 - Indiquer quelle est l'équation bilan de la réaction d'échange.
 - déterminer la concentration en ion nickel. L'effluent peut-il être rejeté maintenant ?