# Logo_INSARouenNormandie-quadri_PNGCR TP n° 3: STUDY OF A SEPARATION USING AN ION EXCHANGE RESIN - SEPARATION BY ELUTION

NOMS :

Groupe :

Encadrant-e :

Le but de ce TP est d’étudier les propriétés d’une résine échangeuse de cations, de l’utiliser pour assurer la séparation chromatographique de 2 cations Na+ et K+ puis en déduire les caractéristiques de la colonne et de la méthode chromatographique utilisée.

## Caractéristiques de la résine

La résine utilisée comme phase stationnaire est une résine sulfonate, échangeuse de cations : DOWEX 50W-X8 (copolymère styrène + divinylbenzène, greffée avec des fonctions sulfonate.

### Détermination du taux d’humidité de la résine

Indiquer le n° de lot et référence fournisseur, consulter le certificat d’analyse et en déduire le taux d’humidité théorique.

a/ Utilisation de la méthode Karl-Fisher

La méthode Karl-Fisher est basée sur la réaction de dosage simplifiée :

I2 + SO2 + 2 H2O = 2HI + H2SO4

Rappeler les 3 étapes du protocole expérimental, préciser le mode de détection de l’équivalence.

Indiquer les masses pesées, les volumes équivalents associés et les relier aux taux d’humidité affichés par l’appareil.

Indiquer l’intervalle de confiance sur le taux d’humidité de la résine et comparer au taux attendu.

b/ Utilisation de la thermobalance

Exploiter les mesures pour déterminer un intervalle de confiance et comparer au taux attendu.

c/ Comparaison

Réfléchir aux avantages et inconvénients de chaque méthode

### Détermination de la capacité d’échange de la résine

Expliquer le principe du dosage effectué (sans oublier d’indiquer l’équation de la réaction de titrage et sa constante d’équilibre), les résultats obtenus et en déduire la capacité de la résine en meq/g de résine sèche (intervalle de confiance sur la capacité non demandé).

## Détection à l’aide du photomètre de flamme

### Principe

Rappel du principe du photomètre de flamme en moins de 10 lignes

### Courbe d’étalonnage du sodium et potassium

2 courbes d’étalonnage. Pas d’étude statistique

## Séparation par échange d’ions à l’aide de la résine

Le fonctionnement ‘un dispositif de chromatographie par échange d’ions est simulé à l’aide d’une pompe manuelle, une colonne en verre remplie avec la résine DOWEX 50W-X8. L’éluant est une solution d’acide chlorhydrique. Des tubes en verre simulent le fonctionnement de la cellule de détection. La détection des ions Na+ et K+ est effectuée à postériori à l’aide d’un photomètre de flamme.

La colonne est remplie manuellement avec xxxx g de résine humide sur une hauteur de xxx cm.

Le débit dans la colonne est mesuré. Il vaut xxxx mL/min.

Le temps mort et le volume mort sont obtenus en injectant 0.2 mL d’un polymère bleu non ionique : le DEXTRAN (masse molaire 2 000 000). Ils valent xxxxx

0,4 mL d’une solution à 0,005 mol.L-1 en NaCl et 0,01 mol.L-1 en KCl est injectée.

### Chromatogramme reconstitué

Tableau de mesures avec calcul des concentrations en ions dans les tubes

Chromatogramme C=f(Vr) et C=f(tr)

Evaluer wb, w1/2, . Les pics peuvent-ils être assimilés à des gaussiennes ? (tracer les éléments utiles sur le chromatogramme)

Conclure sur la précision des chromatogrammes obtenus avec ce dispositif manuel (10 points min par pic sont nécessaires pour une bonne exploitation)

### Calcul des paramètres chromatographiques

a/ Facteurs de rétention

Calculer les volumes et temps de rétention, volumes et temps de rétention réduits et facteurs de rétention.

Expliquer l’ordre de sortie des cations.

b/ Efficacité de la colonne

Calculer le nombre de plateaux théoriques et la HEPT pour chaque ion.

c/ Résolution

Calculer la résolution pour la séparation des 2 ions. Comment l’améliorer.

d/ Calcul des coefficients de partage et de la constante d’échange

Rappel des définitions:

Coéfficient de partage (ou distribution) de l’ion X: 

Constante d’échange entre les ions X et Y:



Avec [Xr] en meq / g résine sèche, [Xs] en meq /mL

Montrer que **VrA= V0 + mr . DA** à partir de  **Vr = V0 (1 + k)** avec mr = masse de résine sèche (g) et kA,= mA,r/mA,s = [Ar]mr/[As]V0

Calculer DNa+, DK+ et KNa+/K+. Discuter de l’influence de différents paramètres sur la valeur des coefficients de distribution (en particulier, la concentration de l’éluant).

### Calcul du nombre de plateaux occupés par la solution injectée

Utiliser la capacité de la résine et la quantité d’ions Na+ et K+ injectés pour calculer le nombre de plateaux occupés pour fixer l’échantillon. Conclure.

Conclusion sur le TP

Annexe : Justesse et précision du pipetman utilisé pour introduire l’échantillon dans la colonne.