



Fiche : Colonne échangeuse d'ions

Table des matières

1	Introduction	1
2	Protocole	1
2.1	Produits et matériel	1
2.2	Protocole expérimental	2
2.2.1	Préparation de la colonne	2
2.2.2	Préparation des solutions	2
2.2.3	Séparation des ions	2
2.2.4	Analyse des solutions	2
3	Autour de la manipulation	3
3.1	La droite d'étalonnage	3
3.2	Toxicité du cobalt et du nickel	3
3.3	La résine échangeuse d'ions	3
3.4	Principe de l'échange d'ion	4

1 Introduction

Cette manipulation est intéressante dans la mesure où elle permet de séparer deux ions qui seraient impossibles à séparer par précipitation ou par électrolyse (propriétés E-pH et E^0 proches). Le cobalt est retrouvé sous formes de traces dans le minerai de Ni d'où le besoin de séparation pour avoir un métal pur http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/Ressources/TP_serieII_partieGL.pdf. C'est une manipulation qui peut être mise dans plusieurs montages : MC3 et MC9.

Gestes manipulateurs : Préparation de solutions, Préparation de la colonne, Spectroscopie UV-Vis, Etalonnage, Colonne chromatographie.

2 Protocole

2.1 Produits et matériel

La liste des réactifs est présentée dans la Table 1.

Il faudra en plus de cela une colonne que l'on rempli de résine Amberlite (on ne met pas de coton au bout).

Produit	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Concentration	Remarques
Hydroxyde de sodium acide chlorydrique dichloronickel (NiCl ₂)	129	1 M 9 M 0.1 M	H301 + H331 - H315 - H317 - H334 - H341 - H350i - H360D - H372 - H410
Chlorure de cobalt hexa- hydraté (CoCl ₂ .6 H ₂ O)	238	1 M	H302 - H317 - H334 - H341 - H350i - H360FD - H410

TABLE 1 – Produits nécessaires

2.2 Protocole expérimental

2.2.1 Préparation de la colonne

- Remplir une colonne fine munie d'un fritté et d'un robinet de résine Amberlite au **2/3** du volume environ.
- Laver la colonne en :
 - **25 mL** d'eau distillée
 - **25 mL** de soude à 1 M
 - **25 mL** d'eau distillée
 - **25 mL** de HCl à 9 M.

2.2.2 Préparation des solutions

- Préparer deux solutions de NiCl₂ (à 1 M) et CoCl₂ (à 0.1 M) sous hotte.
 - peser **sous hotte** une masse **m** = **2.58 g** de NiCl₂.
 - Introduire dans une fiole jaugée de **20 mL** et remplir avec de l'eau distillée.
 - peser **sous hotte** une masse **m** = **0.476 g** de CoCl₂.6 H₂O
 - Introduire dans une fiole jaugée de **20 mL** et remplir avec de l'eau distillée.
- Préparer dans un erlenmeyer une solution avec : **1 mL** de NiCl₂ à 1 M, **0.5 mL** de CoCl₂ à 0.1 M et **8 mL** de HCl à 9 M.

2.2.3 Séparation des ions

- Verser la solution sur la colonne et éluier avec HCl 9 M
- Récupérer une première fraction incolore **10mL** environ puis lorsque une couleur verte commence à sortir changer de fraction.
- Eluer avec HCl 9 M tant que NiCl₂ sort **20-30 mL**
- Eluer alors avec H₂O, récupérer une fraction incolore (environ **10 mL**) puis une autre fraction contenant la solution bleue ou rose de Cobalt (la couleur dépend de la présence de HCl résiduel)
- Verser la solution contenant NiCl₂ dans une fiole de **50 mL** et compléter avec de l'eau distillée.
- Verser la solution contenant CoCl₂ dans une fiole de **50 mL** et compléter avec de l'HCl à 9 M.
- Réaliser les spectres UV-Vis des deux solutions.

2.2.4 Analyse des solutions

- Pour déterminer les quantités d'ions récupérés par la colonne on trace les spectres UV-Vis de chacune des solutions.
- Pour les solutions initiales, faire le spectre (après avoir fait les blancs) et noter les longueur d'onde d'absorbance maximale.
- Se placer à cette longueur d'onde et tracer pour chacune des solutions une droite d'étalonnage. On réalisera 3-4 Solution (voir Tableau 2).
- On mesure l'absorbance à la longueur d'onde maximale et on note. Noter l'absorbance pour la solution issue de la séparation. Si celle-ci est supérieure à 1 ne pas hésiter à diluer. On remonte à la concentration.

Remarques :

Solution	1	2	3	4
NiCl ₂	5	10	20	100
CoCl ₂ 10	20	50	100	200

TABLE 2 – Gamme étalon pour les deux solutions

- Pour ce qui est de la gamme étalon, on part de la solution initiale pour le Ni. Si les dilutions présentées ne sont pas adaptées, ajuster pour avoir au moins 3-4 points.
- On fait la droite d'étalonnage du cobalt dans HCl à 9 M (on reprend les quantités du début). Si les dilutions présentées ne sont pas adaptées, ajuster pour avoir au moins 3-4 points.
- Pour vérifier que la séparation est efficace on regarde si sur les spectres finaux il n'y a bien que le pic correspondant à l'espèce.

3 Autour de la manipulation

3.1 La droite d'étalonnage

Pour réaliser la droite d'étalonnage on s'appuie sur la loi de Beer-Lambert :

$$A = \epsilon lc \quad (1)$$

Avec A l'absorbance sans unité, l la longueur de la cuve en cm, c la concentration molaire (mol.L^{-1}) et ϵ le coefficient d'extinction molaire en $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Cette loi n'est valable que dans certaines conditions :

- A ne doit pas être trop élevé (<1) sinon pas assez de lumière ne passe.
- La concentration ne doit pas être trop élevée (de l'ordre de 1 mol.L^{-1}) pour rester dans le domaine de linéarité de la loi.
- La solution doit être limpide (on pourrait avoir de la diffusion sinon et on parlerait de spectre d'extinction).
- On est à une lumière monochromatique donnée.

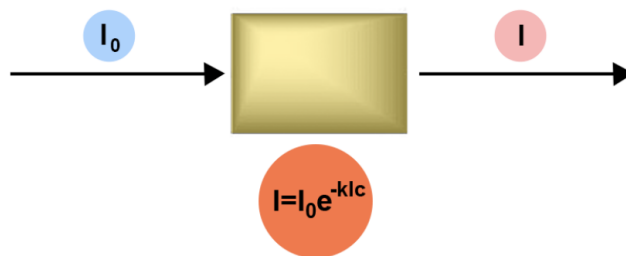


FIGURE 1 – Loi de Beer Lambert

3.2 Toxicité du cobalt et du nickel

Les deux réactifs que l'on utilise sont CMR et très toxiques. Il faut bien prendre des précautions, peser sous hotte dans un pillulier. Pour la cobalt, des informations sur sa toxicité peuvent être trouvées <https://www.cancer-environnement.fr/515-Cobalt-et-ses-composes.ce.aspx#Toxicité%20au%20cobalt>. Pour le nickel, des informations sur la toxicité peuvent être trouvées ici <https://www.cancer-environnement.fr/416-Nickel-et-ses-composes.ce.aspx>.

Attention à la manipulation et à l'élimination. On met tout cela dans le bidon à métaux.

3.3 La résine échangeuse d'ions

http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/Ressources/TP_serieII_partieGL.pdf La partie sur la silice est très bien expliquée.

3.4 Principe de l'échange d'ion

Ici les ions mobiles sont des Cl^- et les ions fixe des ammonium quaternaires. La première fraction permet de faire sortir ce qu'il y avait avant. La couleur verte est due au complexe de $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ (ou $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^+$) qui est chargé positivement. Celui-ci étant chargé positivement, il traverse la colonne sans être retenu. A l'inverse le $[\text{CoCl}_4]^{2-}$ qui s'est formé reste accroché. Lorsqu'on rince avec l'eau, on forme le complexe $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ et donc qui va être relargué et que l'on récupère.

Pour ce qui est des couleurs, le complexe $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ est vert, son ϵ est de l'ordre de $5\text{-}10 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Il s'agit probablement d'une transition interdite d-d. Le complexe. La couleur rose est due elle au complexe $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, les transitions peuvent être des transitions d-d également. On reforme le complexe $[\text{CoCl}_4]^{2-}$, en rajoutant l' HCl , qui lui est bleu. On étudie celui-ci car le rose n'est pas très intense.

Type de transition symétrie	$\epsilon(\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1})$ spin	Exemple
×	×	$10^{-3} - 1$ complexe octaédrique d^5 comme $\text{Mn}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$
×	✓	$1 - 10^3$ transition $d-d$ dans les complexes de métaux de transition centrosymétriques
✓	✓	$10^2 - 10^6$ transfert de charge, transition $d-d$ dans les complexes de métaux de transition non centrosymétriques

FIGURE 2 – Règles pour les transitions dans les complexes organométalliques