

## MASSES VOLUMIQUES RÉELLES ET APPARENTES D'UNE RÉSINE ÉCHANGEUSE D'IONS

C. CATUSSE, R. CATUSSE

Ecole nationale d'ingénieurs de Sfax, BP W, 3038 Sfax (Tunisie).

**RÉSUMÉ :** Nous avons élaboré une manipulation de travaux pratiques simple, ne nécessitant que peu de matériel et de produit ; mettant en valeur le caractère poreux des résines échangeuses d'ions et permettant de calculer des grandeurs telles que le volume interstitiel et les masses volumiques réelles et apparentes tant pour la résine sèche que pour la résine gonflée.

### I . Introduction.

Les résines échangeuses d'ions sont des matériaux de choix tant pour le traitement des eaux que pour la purification de solutions, l'extraction sélective d'ions ou encore la synthèse organique... Les étudiants d'aujourd'hui seront confrontés, tôt ou tard, avec ce matériau; aussi, il nous paraît important de concevoir diverses manipulations illustrant leurs principaux domaines d'application. Notre propos sera légèrement différent puisque nous avons voulu, avant tout, faire ressortir le caractère poreux de ce matériau et les notions de gonflement de masse volumique réelle ou apparente, de volume interstitiel et de séchage.

Les résines échangeuses d'ions se présentent à l'état sec sous forme de billes sphériques de diamètre de l'ordre du dixième de millimètre. Leur mise en contact avec un solvant provoque un gonflement dû à la pénétration de ce solvant à l'intérieur des mailles, précédemment fermées, du réseau macromoléculaire. Un équilibre s'établit dépendant essentiellement de la structure de l'échangeur d'ions, de son taux de pontage, des ions fixés et des caractéristiques du solvant. Ce dernier sera ici l'eau et nous déterminons la masse et le volume de la résine à l'état sec ainsi que le volume de la résine gonflée.

### II . Description du montage.

L'installation est constituée, d'une colonne munie d'un fritté et d'une burette montée sur un élévateur. La colonne et la burette sont reliées par une tubulure souple comportant un robinet à trois voies (figure 1).

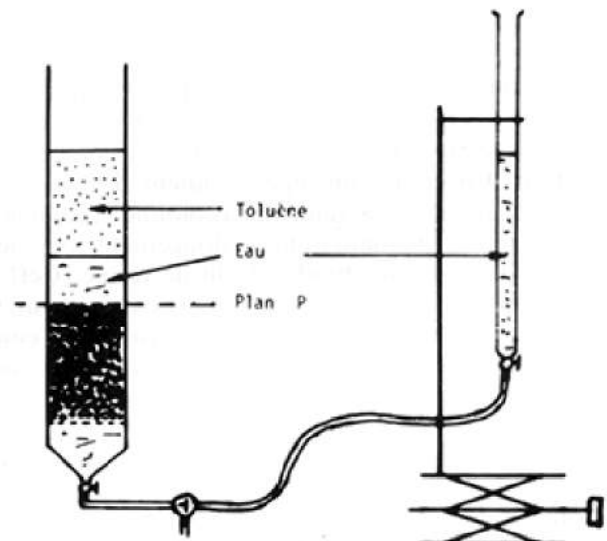


Figure 1.

### III . Manipulation et résultats.

#### 1) Détermination des masses volumiques de la résine sèche.

Une burette est remplie jusqu'à mi-hauteur avec du toluène, solvant peu polaire ne pénétrant pas dans les pores de la résine : le niveau du liquide est repéré avec précision. Nous notons alors la variation de volume  $V_1$  créée par l'introduction d'une masse connue  $M_1$  de résine préalablement séchée (voir paragraphe IV) et le volume total  $V_2$  occupé par le lit de résine.

$$\text{Masse volumique réelle} : \Gamma_r = M_1/V_1$$

$$\text{Masse volumique apparente} : \Gamma_a = M_1/V_2$$

## 2) Détermination du volume interstitiel d'un lit de résine gonflée.

Environ 20 g de résine sèche sont pesés avec précision dans un bécher : soit M2 la masse exacte. Rajouter ensuite de l'eau distillée pour faire gonfler la résine et attendre environ 20 min. Pendant ce temps, remplir à moitié d'eau la burette, la colonne et toutes les tubulures. Prendre soin de bien chasser toutes les bulles d'air sous le fritté et dans les tubulures.

La résine gonflée est ensuite introduite dans la colonne. Quand le lit de résine est constitué, vider l'eau surnageante et n'en laisser qu'environ 1 cm au-dessus du plan P. Remplir la burette d'eau et envoyer cette eau dans la colonne de manière à soulever doucement la résine : ceci permet d'arranger le lit de résine et d'obtenir, au niveau du plan P, une surface de résine régulière et horizontale. Repérer le niveau du plan P. Rajouter doucement dans la colonne environ 40 cm<sup>3</sup> de toluène. À l'aide du robinet à trois voies amener, d'une part, l'interface eau/toluène exactement au niveau du plan P et, d'autre part, vider la burette jusqu'au repaire 25 cm<sup>3</sup>. Toujours avec le robinet à trois voies, mettre la burette et la colonne en communication. En créant un léger gradient de hauteur entre le niveau du liquide de la colonne et celui de la burette, pistonner tout doucement par le toluène l'eau interstitielle du lit de résine. Cette opération est arrêtée dès l'apparition d'une deuxième phase sous le fritté. Le volume d'eau ainsi recueilli dans la burette correspond au volume interstitiel et sera noté Vi.

*Remarque :* l'opération de pistonnage doit être menée lentement afin d'éviter la formation par le toluène de canaux préférentiels. En faisant varier lentement, à l'aide du support élévateur les hauteurs relatives des niveaux de la colonne et de la burette, les débits inférieurs à 1 cm<sup>3</sup>/min peuvent aisément être obtenus.

## 3) Détermination du volume total du lit de résine.

La colonne est vidée, nettoyée puis remplie d'eau jusqu'au niveau du plan P. La détermination du volume total Vt du lit de résine gonflée se fera en transvasant et mesurant dans la burette l'eau contenue entre le plan P et le fritté.

## 4) Exploitation des résultats.

Rappel des notations des mesures à effectuer :

M1	masse résine sèche : détermination de $\Gamma_s$ et $\Gamma_r$
V1	volume résine sèche : détermination de $\Gamma_r$

V2	volume lit de résine sèche : détermination de $\Gamma_s$
M2	masse résine avant gonflement dans l'eau
Vi	volume interstitiel : lit de résine gonflée
Vt	volume total du lit de résine gonflée

De ces mesures, il est possible de déduire les grandeurs suivantes :

$V_g = V_t - V_i$	volume de la résine gonflée
$V_s = M2 / \Gamma_r$	volume de la même résine mais sèche
$T_{gv} = V_g / V_s$	taux de gonflement en volume
$V_e = V_g - V_s$	volume d'eau contenu dans la résine
$M_e = V_e \cdot \Gamma_{eau}$	masse d'eau contenue dans la résine
$M_t = M_e + M2$	masse totale résine gonflée
$T_{gp} = M_e / M2$	taux de gonflement en poids
$\Gamma_a = M_t / V_g$	masse volumique réelle résine gonflée
$\Gamma_b = M_t / V_t$	masse volumique apparente résine gonflée
$P = V_e / V_g$	porosité : volume des pores en cm <sup>3</sup> par cm <sup>3</sup> de résine gonflée
$\%V = V_i / V_t$	pourcentage de vide : lit de résine gonflée
$\%V = (V_i - V_t) / V2$	pourcentage de vide : lit de résine sèche
$\%H = 100 \cdot M_e / M_t$	pourcentage d'humidité de la résine

## 5) Exemple numérique.

Pour réaliser cet essai, nous avons travaillé avec une résine Amberlite IR-45 commercialisée par Rohm and Hass Company. C'est un échangeur d'ions de type gel, faiblement basique. Nous avons obtenu les valeurs expérimentales suivantes :

M1 = 20,04 gr ; V1 = 17,70 cm<sup>3</sup> ; V2 = 30,60 cm<sup>3</sup>  
M2 = 19,80 gr ; Vi = 12,00 cm<sup>3</sup> ; Vt = 42,40 cm<sup>3</sup>

De ces valeurs, nous avons déduit les paramètres suivants :

$\Gamma_r = 1,13 \text{ gr/cm}^3$	(valeur indicative fabricant : 1,15 gr/cm <sup>3</sup> )
$\Gamma_s = 0,65 \text{ gr/cm}^3$	(valeur indicative fabricant : 0,67 gr/cm <sup>3</sup> )
$V_g = 30,40 \text{ cm}^3$ ; $V_s = 17,52 \text{ cm}^3$ ; $T_{gv} = 1,735$	gr
$V_e = 12,88 \text{ cm}^3$ ; $M_e = 12,88 \text{ cm}^3$ ; $M_t = 32,68$	gr
$T_{gp} = 0,65$ ; $\Gamma_a = 1,075 \text{ gr/cm}^3$ ; $\Gamma_b = 0,771 \text{ gr/cm}^3$	
$P = 0,424$ ; $\%V = 28,57$ .	
$\%V = 42,16$	(valeur indicative fabricant : 35 à 45 %) /
$\%H = 39,41$	(valeur indicative fabricant : 40 à 45 %)

Nous avons pu également vérifier l'exactitude de l'application numérique de la relation

$$T_{gp} = T_{gv} \cdot \Gamma_a / \Gamma_r - 1$$

## IV. Séchage de la résine.

Les résines utilisées peuvent être aisément recyclées après déshydratation. Plusieurs méthodes simples peuvent être mises en œuvre : lavage à l'éthanol suivi d'un lavage à l'éther, entraînement azéotropique de l'eau par le toluène... Pour notre part, et compte tenu du fait que la résine A45 ne

supporte pas des températures supérieures à 100 °C, nous avons mis à sécher notre résine durant 48 heures dans une étuve maintenue à 80 °C.

#### **V . Discussion et conclusion.**

Nous avons volontairement laissé de côté les calculs d'incertitudes et la reproductibilité des mesures liées à toute détermination de grandeur physique. En effet, en dehors des incertitudes dues aux mesures de volumes ou de poids, les résultats peuvent varier suivant différents paramètres.

- Le gonflement du polymère est fonction de sa forme ionique ; par exemple, le fabricant estime que la variation de gonflement peut atteindre 15 % lors de la conversion de la résine de sa forme hydroxyle à une forme chlorure. En conséquence, la qualité de l'eau utilisée n'est pas indifférente au gonflement.

- La durée du séchage, sa température, les conditions de stockage et l'hygrométrie de l'air durant la manipulation de la résine sèche, la granulométrie

et le nombre de recyclages sont autant de paramètres à prendre en compte pour avoir une bonne reproductibilité des résultats.

- Le type de résine joue également un rôle et nous recommandons celles dite « gel » car les « macro-réticulées » possèdent une porosité résiduelle non négligeable lorsqu'elles sont sèches.

Le nombre et la diversité des paramètres intervenant étant relativement importants, seules des manipulations soignées et des méthodes élaborées telles la RMN du proton ou la méthode de Karl Fisher permettent la détermination exacte de l'eau contenue dans le réseau polymérique. Toutefois, avec un protocole opératoire volontairement très simple, nous constatons que nos résultats sont conformes à ceux donnés par le fabricant.

Cette expérience doit permettre aux étudiants universitaires ou même à des lycéens de se familiariser à l'utilisation des résines échangeuses d'ions, aux calculs des masses volumiques réelles et apparentes, à la notion de volume interstitiel ou encore de préparation de lit de particules.