

I. Introduction

Le présent chapitre est consacré à la description de l'ensemble des expériences effectuées. Celles-ci concernent:

- ✓ L'extraction en phase liquide- solide de Pb^{2+} par la resine lewatit TP 214
- ✓ Plusieurs tests d'extractions ont été réalisés, sur l'extraction du plomb(II) par la resine lewatit TP 214, pour étudier les effets des paramètres opératoires suivants:
 - Effet du temps d'agitation,
 - Effet de la concentration initiale de la phase aqueuse en cation métallique,
 - Effet du pH initial de la phase aqueuse,
 - Effet de la force ionique de la phase aqueuse,
 - Effet de la température.

Le dosage des solutions aqueuses avant et après l'extraction est effectuée par spectrophotomètres UV-vis.

II. Réactifs utilisés

Les réactifs et les solvants utilisés dans les différentes étapes de cette étude sont:

- Nitrates de plomb ($Pb(NO_3)_2$) 99,0%, Merck,
- Acide chlorhydrique (HCl), 36%, Reidel de Haen,
- Acide sulfurique (H_2SO_4), 97%, Fluka,
- Hydroxyde de sodium (NaOH), 80 %, Fluka,
- Acide acétique (CH_3COOH), \cong 99%, Riedel-de Haën,
- Acétate de sodium (CH_3COONa), Riedel-de Haën,
- Chlorure de sodium (NaCl), Panreac,
- 4-(2-pyridylazo)resorcinol (PAR), 99%; Fluka,
- Nitrates de sodium ($NaNO_3$), Merck,
- Nitrate de potassium (KNO_3), Fluka
- Résine Lewatit TP 214, Fluka,
- Ethanol, (99%), Merck,

III. Appareils et instruments utilisés:

- Balance analytique (KERN),
- Potentiomètre muni d'une électrode de pH combinée (Consort C831),
- Spectrophotomètre UV visible (Perkin Elmer, lambda 800),
- Banc vibrant multiposte (Haier platform shaker),
- Agitateur magnétique avec régulateur de température (Kika Werke TC-2),

IV. La résine Lewatit TP214

Le seul extractant commercial utilisé, dans ce travail, est la résine Lewatit TP 214. Cet extractant est un polymère sous forme de bille de couleur crème, commercialisé par la société Fluka. L'extractant est une résine chélatante, échangeuse de cation faiblement acide avec une capacité d'échange importante. Elle est constituée d'une matrice macroporeuse de styrène-(divinyle-benzène) fonctionnalisée par le groupement acide amino-méthyle phosphonique. Le diamètre des particules (billes) de cette résine varie de 0,4 à 1,25 mm.

La résine commerciale est stable le domaine de température allant de -10 °C à 85 °C, à 110 °C, elle peut perdre environ 60% de son poids (décomposition).

Dans ce travail la résine Lewatit TP 214 est utilisée sous sa forme thio (schéma 1)

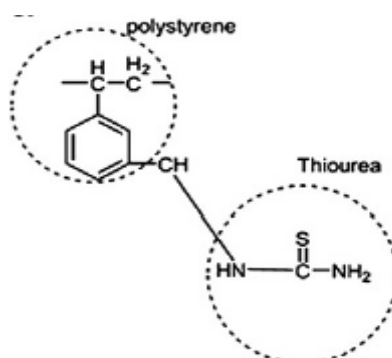


Figure.7 : Structure de la résine Lewatit TP 214

V. Extraction de Pb^{2+} par la résine Lewatit TP 214

1. Procédure

L'extraction en phase liquide - solide des ions Pb^{2+} , par la résine Lewatit TP 214 est réalisée par le mélange de (0,05 g) de résine avec 5 ml d'une solution de Pb^{2+} . Le mélange subit une agitation de 250 tpm, pendant le temps nécessaires à l'équilibre. Le pH est fixé à la valeur optimale. A la fin de l'extraction, les deux phases sont séparées par filtration. Des prélèvements ont été faits avant et après l'extraction pour quantifier la concentration de Pb^{2+} par spectrophotomètre UV-vis.

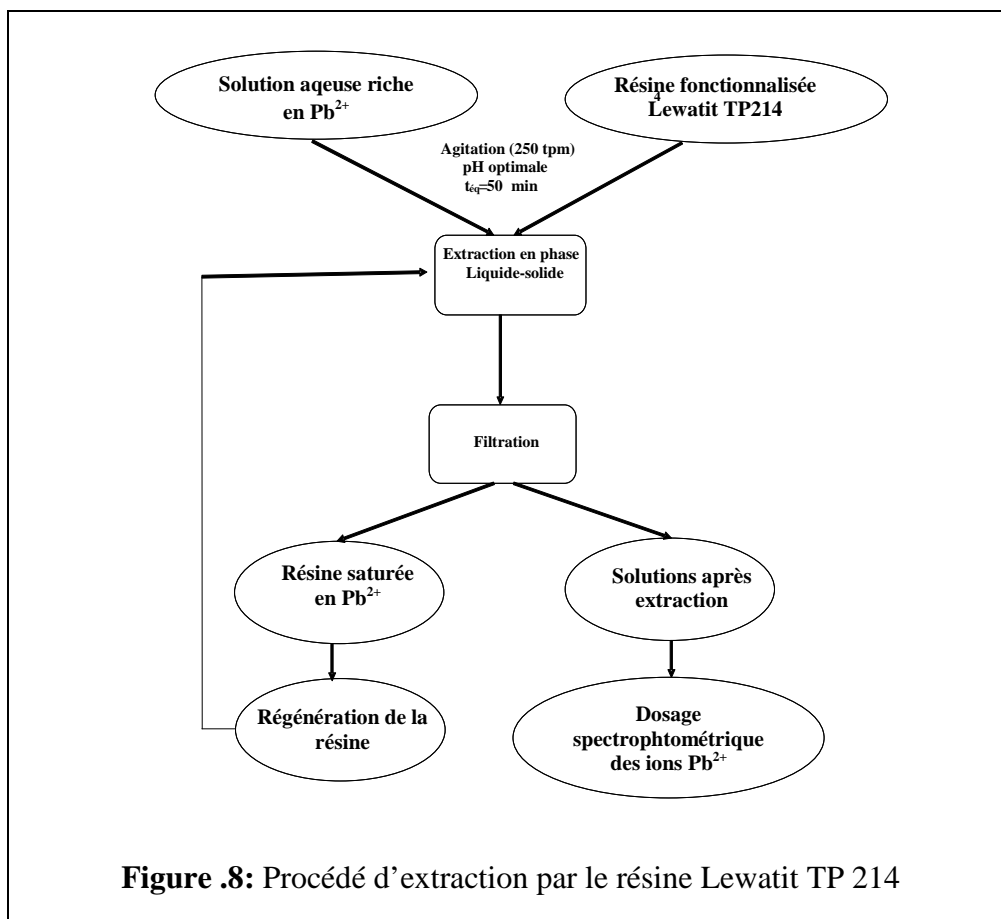
L'étude d'extraction est suivie par l'étude de l'influence des paramètres opératoires suivants:

➤ L'étude de l'effet du pH initial sur la rétention de Pb^{2+} a été réalisée sur une concentration en $[Pb(II)] = 10^{-3}$ M. Le pH de la phase aqueuse avant extraction est ajusté de 0,36 à 5,7 par l'ajout de HCl ou NaOH.

➤ L'étude de l'effet du temps de contact est réalisé à des temps allant de 3 jusqu'à 180 minutes sur une concentration en Pb^{2+} de 10^{-3} M.

➤ L'influence de la concentration initiale sur la rétention des ions Pb^{2+} est effectuée par la variation de la concentration initiale en plomb(II) sur une quantité constante de Lewatit (0,0500 g), tandis que les autres conditions opératoires restent constantes.

➤ L'influence de la température sur l'extraction des ions Pb^{2+} , par la Lewatit TP214 a été étudiée sur une concentration initiale de $[Pb^{2+}] = 1,0 \text{ mmol.L}^{-1}$, dans un intervalle de température allant de 294 K à 338 K.



VI. Préparation des solutions

1. Préparation de solution mère de Pb^{2+} à 10^{-2} M

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, on introduit 0.33 g de nitrate de plomb ($Pb(NO_3)_2$). On dissout cette quantité de sel dans le minimum d'eau distillé, puis le volume est complété avec l'eau distillée, jusqu'au trait de jauge.

2. Préparation d'une solution du 4-(2-pyridylazo) resorcinol à 10^{-3} M

Dans une fiole jaugée de 200 ml, on introduit une masse égale à 0,0430 g de 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR). On ajoute une quantité d'éthanol pour solubiliser le composé

organique. Le volume est complété avec de l'éthanol jusqu'à le trait de jauge. Cette préparation nous donne une solution de PAR de concentration $1,0 \cdot 10^{-3}$ mol/l.

3. Dosage de la concentration des ions Pb^{2+} par spectrophomètre d'UV-visible

Plusieurs solution de Pb^{2+} à différentes concentrations sont préparées par dilution de volumes calculés de la solution mère de Pb^{2+} (10^{-2} mol/l). De chaque solution, 50 μl sont prélevés et mis dans des tubes à essai avec 100 μl de la solution de PAR et 3 ml de la solution tampon de pH=10. On mesure leurs absorbance à la longueur d'onde d'absorption maximale ($\lambda_{\text{max}} = 525$ nm) Par spectrophotométrie UV-Visible.

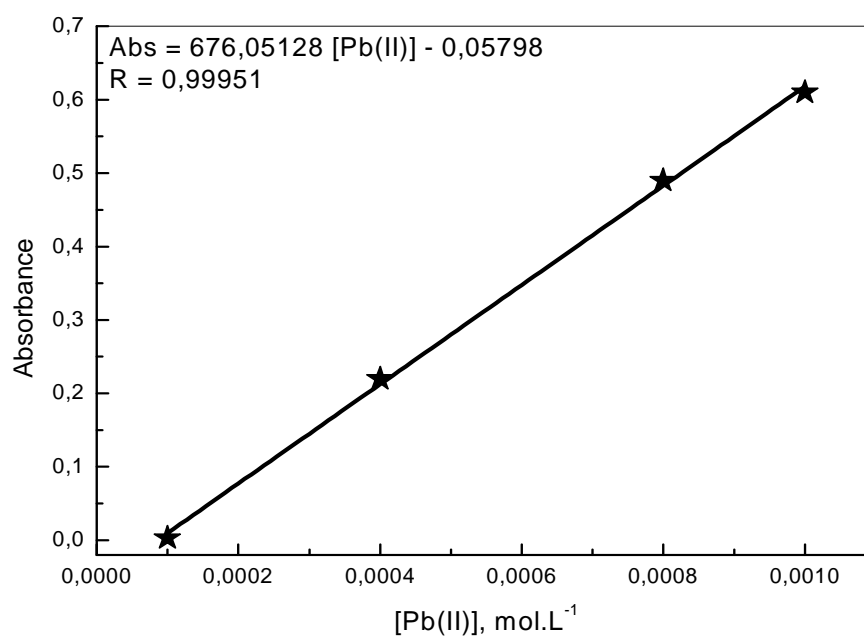


Figure.9 : Courbe d'étalonnage de dosage des ions Pb^{2+} par spectrophotomètre d'UV-visible