

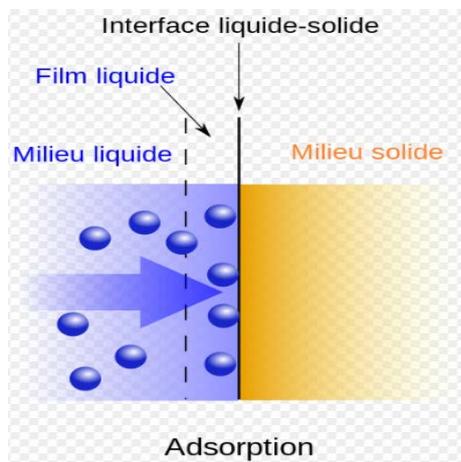
TP N°1. Séparation d'un colorant en phase aqueuse par adsorption

I.1. Introduction

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules de gaz ou de liquides (adsorbats) se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus plus ou moins intenses comme les interactions de Van der Waals ou les interactions dipolaires.

Les adsorbants sont généralement utilisés sous forme de granulés sphériques ou de tiges. Ils doivent avoir une bonne résistance à l'abrasion et à la température et avoir des pores de faibles diamètres.

Les adsorbants industriels les plus connus peuvent être classés en trois familles : adsorbants carbonés, adsorbants oxygénés et adsorbants polymères.



I.2. But

- ✓ Connaître le principe de l'adsorption
- ✓ Adsorption d'un colorant sur un charbon actif

I.3. Matériels et produits

- | Matériels | Produits |
|------------------------------------|------------------|
| ✓ Becher 100ml | ✓ Bleu méthylène |
| ✓ Baguette de verre | ✓ Charbon actif |
| ✓ Spatule cuillère | |
| ✓ Seringue ou pipette jaugée (5ml) | |

I.4. Manipulation

1. Verser dans deux bêchers même volume d'eau distillée (50ml)
2. Ajouter 4 gouttes de bleu méthylène dans chaque bêcher et agiter bien jusqu'à l'obtention un mélange homogène.
3. Introduire 1/4 cuillère de charbon actif dans le premier bêcher et faire une agitation manuelle pendant quelques minutes.



I.5. Compte-rendu

1. Expliquer l'aspect de mélange dans le premier bêcher.
2. Faire une comparaison entre les deux mélanges.
3. Pourquoi, ajoute-t-on le charbon actif dans le premier bêcher?
4. Quel est l'adsorbat dans cette expérience?
5. Conclure

TP N°2.

Équilibre dans le système hétérogène : détermination expérimentale de l'isotherme d'adsorption de l'acide acétique, dissous dans l'eau, par charbon actif

Les isothermes d'adsorption dépendent de la nature du solide (adsorbant) et de l'adsorbat. On aura ainsi:

- ⊗ l'isotherme d'adsorption de **Langmuir**
- ⊗ l'équation de **Freundlich** (ou équation de Temkin)
- ⊗ Isotherme d'adsorption de **BET** (Brunauer–Emmett–Teller)

Dans le cas de l'adsorption des solutions aqueuse, l'équation de Langmuir est modifiée par Stumm et Morgan sous la forme :

$$Q_a = \frac{Q^\infty K_L C_{eq}}{1 + K_L C_{eq}}$$

La linéarisation de cette équation conduit à

$$\frac{1}{Q_a} = \frac{1}{Q^\infty} + \frac{1}{Q^\infty K_L C_{eq}}$$

En portant $\frac{1}{Q_a} = f\left(\frac{1}{C_{eq}}\right)$, on obtient une droite permettant de calculer les paramètres d'ajustement K_L et Q^∞ .

K_L et Q^∞ : Constante d'adsorption de Langmuir indique l'intensité et la capacité maximale d'adsorption.

⊗ **Quantité de soluté adsorbée**

La quantité de soluté adsorbée par gramme de l'adsorbant est calculée par la formule suivante :

$$Q_a = \frac{C_0 - C_{eq}}{m} \times V$$

Q_a : Quantité adsorbée à l'équilibre (mol/g);

C_0 : Concentration initiale (mol/l) ;

C_{eq} : Concentration à l'équilibre (mol/l) ;

m : Masse adsorbant (g) ;

V : Volume de solution (l)

⊗ **Détermination de la chaleur d'adsorption**

Les deux tests d'adsorption sont conduits à des températures assez voisines. Dans ces conditions on peut donc quantifier la chaleur d'adsorption ΔH_{ad} (J/g), en considérant un pas de saturation constant de la surface du solide. En effet, Clausius-Clapeyron ont formulé la relation suivante :

$$\ln C_m = -\frac{\Delta H_{ad}}{R} \times \frac{dT}{T^2}$$

$$\ln C_m = -\frac{\Delta H_{ad}}{R} \int_{T_1}^{T_2} \frac{dT}{T^2} \Rightarrow \ln C_m = -\frac{\Delta H_{ad}}{R} \left[\frac{1}{T} \right]_{T_1}^{T_2}$$

$$\Rightarrow \ln C_m = -\frac{\Delta H_{ad}}{R} \left[\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right]$$

C_m : Concentration de l'acide acétique correspondant à la quantité adsorbée à la saturation de la surface du solide Q^∞

I.1. But

- ☉ Traitement des eaux de rejets afin d'éliminer des polluants organiques présents dans les effluents industriels.
- ☉ Utiliser l'acide acétique comme une substance modèle de pollution organique.

I.2. Matériels et produits

Matériels	Produits
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Bain thermostaté ✓ Thermomètre ✓ Balance électronique ✓ 10 erlenmeyer (100ml) ✓ 10 barreaux magnétiques ✓ Accessoires nécessaires au titrage acido-basique ✓ 10 bechers (100ml) ✓ Pipettes et pro-pipettes ✓ Accessoire nécessaire au filtration 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Eau distillée ✓ Charbon actif ($\varphi < 100\mu m$) ✓ 5 solutions d'acide acétique (50ml chacune dans 5 erlenmeyers) de concentration : 0.01 ; 0.05 ; 0.085 ; 0.0125 ; 0.165 (mol/l) ✓ Solution de NaOH (0.1ml) ✓ La phénolphtaleine.

I.3. Manipulation

☞ Préparation de l'adsorbant

Dans cette première étape, les échantillons de charbons doivent subir une opération de broyage et de tamisage à $100 \mu m$. Ensuite il faut les sécher à l'étuve à une température de $110 C^\circ$ pendant $24 h$. Après cela, le refroidissement est effectué dans un dessiccateur mené d'une substance hygroscopique.

☞ Test d'adsorption

Les expériences d'adsorption qu'on se propose d'étudier au cours de ce Tp seront menées en régime statique. On commence par introduire une masse $m=1g$ de l'adsorbant dans cinq erlenmeyers. Puis on rajoute $50ml$ de solution d'acide acétique de concentration connue dont la gamme varie comme : 0.01 ; 0.05 ; 0.085 ; 0.125 ; 0.165 (mol/L). Ces erlenmeyers sont ensuite fermés, placés dans un bain thermostaté réglé aux températures ($T_1 = 30 C^\circ$ et $T_2 = 40 C^\circ$) et maintenus sous agitation régulière. Les mélanges sont enfin filtrés après $40 min$ de contact. Après filtration, et pour chaque erlenmeyer, on prélève un volume de $10 mL$ qu'on titre avec une solution de NaOH (0.1mol/L). Afin d'observer le changement de couleur à l'équivalence, ajouter quelques gouttes de la phénolphtaléine.

I.4. Compte-rendu

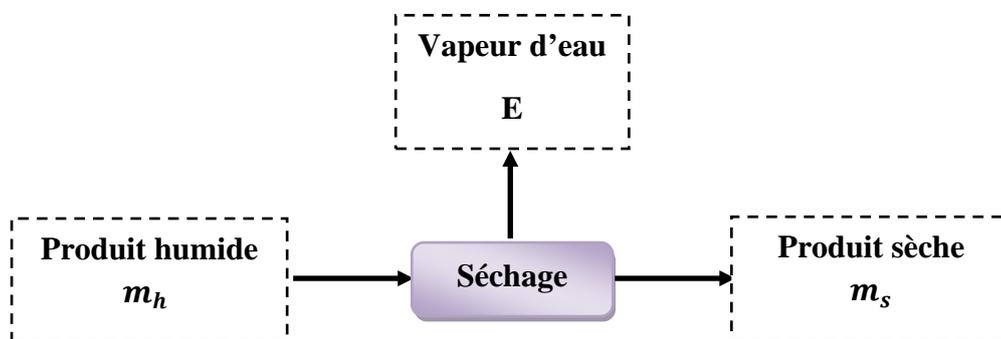
- ☉ Quelle est la caractéristique fondamentale qui fait du charbon actif, un adsorbant efficace ?
- ☉ Comment peut-on optimiser l'efficacité de l'élimination des polluants organiques ?
- ☉ Quels sont les objectifs du traitement des eaux ?
- ☉ L'adsorption observée obéit-elle au modèle de Langmuir ?
- ☉ Discuter l'influence de la température sur l'adsorption ?
- ☉ Calculer la chaleur d'adsorption. Commenter.
- ☉ Conclure.

TP N°3. Séchage des solides

1. Introduction

Le **séchage** est un procédé qui sépare un liquide d'un solide, d'un semi-solide, voire d'un liquide par évaporation. Cette opération est endothermique et nécessite l'apport d'énergie thermique.

$$m_h = m_s + E$$



2. But

- Séchage les zestes d'orange à l'étuve ;
- Calculer la teneur en eau dans les zestes d'oranges.

3. Partie théorique

Le taux d'humidité d'un produit est le rapport de la masse d'eau contenu dans ce produit à la masse du même produit sec. On peut aussi définir le taux d'humidité comme la masse d'eau W contenu par unité de masse de produit sec.

$$W = \frac{E}{m_s} = \frac{m_h - m_s}{m_s} = \frac{m_h}{m_s} - 1$$

W : Taux d'humidité ;

E : Masse d'eau dans le produit ;

m_s : Masse du produit sec ;

m_h : Masse du produit humide.

Si W est exprimé en % $W\% = \frac{m_h}{m_s} - 1$

3. Partie expérimentale

1. Placer une quantité déterminée des zestes d'orange ($m_h = 10\text{g}$) à tester dans une boîte à pétri numérotée préalablement et tarée ;
2. Peser l'ensemble et l'introduire dans une étuve pendant 15 minutes sous une température de 100°Celsius ;
3. Après dessiccation, on pèse l'ensemble une seconde fois ($m_s = ?$).



Fig.1. Étuve.

4. Résultats et calculs

1. Déduire la masse sèche P_s et la masse d'eau E des zestes d'orange ;
2. Calculer le taux d'humidité des zestes d'orange W .
3. Conclure ?

TP N°4. Séchage d'une phase organique

1. Introduction

Le séchage d'un composé consiste à éliminer l'eau ou le solvant organique qu'il contient. Cette opération s'applique soit avant une synthèse afin d'éliminer l'humidité d'un réactif (ou avant une distillation), soit après une extraction (ou une cristallisation).

2. Objectifs

Lorsqu'on récupère une phase organique à la suite d'une extraction, celle-ci contient souvent quelques traces d'eau. En effet, quelques gouttelettes ont pu passer avec la phase organique lors de l'écoulement ; de plus, la solubilité de l'eau n'y est jamais rigoureusement nulle. Avant un traitement ultérieur (évaporation du solvant ou distillation), il est nécessaire de débarrasser la phase organique de toute trace d'eau. On dit qu'on procède au séchage de la phase organique. Pour cela, on utilise un agent desséchant, c'est-à-dire un sel à caractère ionique se trouvant initialement anhydre, et possédant un fort pouvoir hygroscopique (affinité pour l'eau).

3. Les principaux agents desséchants

Les principaux sels utilisés au laboratoire sont les suivants :

Desséchant	Composés avec lesquels il est utilisable	Composés avec lesquels il ne faut pas l'utiliser	Capacité	Vitesse	Séchage final (eau résiduelle)
MgSO ₄ anhydre	la plupart		élevée	rapide	presque complet
<ul style="list-style-type: none"> Le plus efficace des desséchants d'usage universel 					

CaCl ₂ anhydre	hydrocarbures, dérivés halogénés, acides, alcools, phénols, amines, aminoacides, amides, cétones, certains aldéhydes, certaines esters	acides, alcools, phénols, amines, aminoacides, amides, cétones, certains aldéhydes, certaines esters, solutions acides	élevée	lente	complet
---------------------------	--	--	--------	-------	---------

CaSO ₄	la plupart		faible	lente	complet
anhydre					
• utilisable jusqu'à 100°C					
K ₂ CO ₃ anhydre	nitriles, cétones, esters, quelques alcools, amines, solutions basiques	acides, phénols, solutions acides	peu élevée	lente	incomplet
• remplaçable par MgSO ₄ dans la plupart des cas					

Ce tableau ne mérite pas d'être mémorisé ; on se référera à cette fiche en cas de besoin lors de prochaines manipulations.

4. Mode opératoire

1. Introduire une spatule d'agent desséchant directement dans la phase organique (30 ml'huile + 5 ml d'eau) placée dans un erlenmeyer ;
2. Agiter l'erlenmeyer avec de vifs mouvements de rotation ;
3. Lorsque le sel absorbe l'eau, il tend à prendre en masse et à coller aux parois ;
4. Si tout le sel a pris en masse, ajouter une nouvelle spatule et recommencer. Il ne reste plus d'eau lorsque les particules de sel restent en suspension ;
5. Filtrer alors sur filtre plissé dans un récipient bien sec pour éliminer l'agent desséchant partiellement hydraté.

5. Compte-rendu

1. Expliquer l'aspect de mélange avant la filtration.
2. Pourquoi, ajoute-t-on l'agent desséchant ?
3. Quels sont les domaines d'application de cette procédure ?
4. Conclure