

126. Colonne pour l'analyse à l'aide d'échangeurs d'ions

par G. Brunisholz.

(14 III 52)

Pour effectuer des analyses à l'aide d'échangeurs d'ions, on utilise généralement des colonnes formées d'un tube de verre (avec ou sans plaque de verre fritté) et d'un robinet. La couche de résine d'échange doit être exempte d'air, sinon un lavage correct est impossible et les résultats pourraient être faussés. C'est pourquoi il faut empêcher que la colonne ne se vide partiellement entre deux adjonctions de liquide. L'opérateur doit donc surveiller continuellement ses colonnes d'échangeurs, ce qui est très fastidieux. Pour éviter cet inconvénient, on a proposé l'emploi de colonnes munies d'un trop-plein¹). La résine d'échange est alors constamment recouverte de liquide. Cependant, les colonnes de ce genre ne nous ont pas donné satisfaction. La solution qui s'écoule en premier lieu est généralement plus dense que les eaux de lavage; dans le tube ascendant du trop-plein, les deux liquides se mélangent continuellement par convection, de sorte qu'on doit utiliser de grandes quantités d'eaux de lavage pour rincer l'appareil. De plus, la séparation chromatographique à l'aide d'échangeurs d'ions, préconisée par exemple pour la séparation du potassium d'avec le sodium²), est compromise par un dispositif de ce genre.

Depuis quelque temps, nous utilisons couramment des colonnes d'échangeurs d'ions munies de valve à flotteur. L'appareil, qui comprend 3 pièces, est représenté par la fig. 1.

La partie A se compose d'un tube de verre Pyrex muni d'une plaque de verre fritté (a), d'un robinet capillaire (I) et d'un rodage normalisé N° 26/10 (b').

La pièce B comprend un rodage normalisé N° 26/10 (b''), un robinet (II), un tube capillaire d'écoulement (c), un rodage sphérique normalisé N° 28/12 (d) et un réservoir cylindrique (e).

Le flotteur rodé C est constitué par un rodage sphérique N° 28/12 à parois minces. Il est muni d'un anneau de verre (f), d'un petit réservoir (g) et d'une petite tubulure latérale (h). Après avoir équilibré le flotteur par du mercure, on scelle la tubulure (h) à la flamme.

On peut utiliser une demi-sphère en polyéthylène (pièce D) au lieu du flotteur rodé C. Cette pièce, usinée sur le tour à l'aide d'un burin de forme, a été confectionnée à partir d'une barre de polyéthylène.

La valve à flotteur peut être construite avec des rodages normalisés coniques (N° 21/10); les rodages b' et b'' peuvent être remplacés par un bouchon de caoutchouc à 2 trous (fig. 2). Toutefois, nous préférons l'appareil représenté par la fig. 1, l'assemblage et le démontage étant plus aisés.

¹) R. Kunin, Anal. Chem. **21**, 93 (1949); F. Nachod, Ion Exchange, Academic Press, New York, 1949.

²) G. Kayas, C. r. 1002 (1949); W. Buser, Helv. **34**, 1635 (1951).

Fonctionnement de l'appareil. Après avoir introduit de l'eau distillée dans le tube A, on le remplit de résine d'échange jusqu'au niveau N environ et on fixe la pièce B sur la partie A. Puis on fait le vide (robinet III), afin d'éliminer complètement l'air de la couche de résine. (Pour pouvoir effectuer un rinçage quantitatif de la colonne avec un minimum

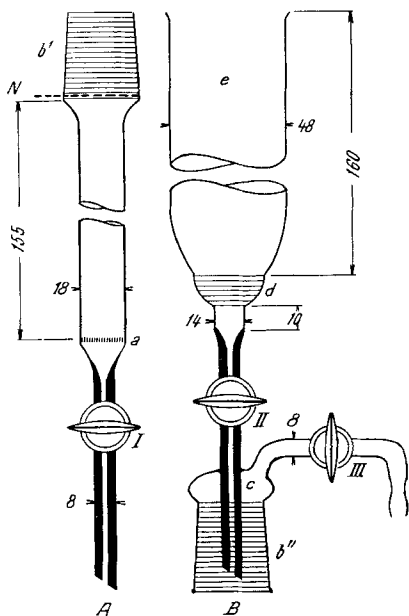


Fig. 1.

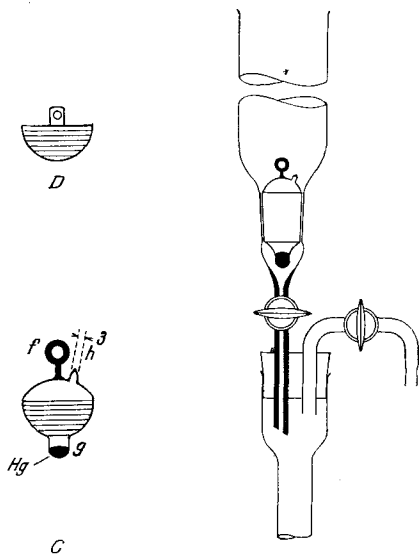


Fig. 2.

d'eau de lavage, il faut que la résine d'échange ne soit recouverte que de 2 à 3 mm de liquide. D'autre part, l'extrémité du tube d'écoulement *c* doit effleurer, ou presque, la surface du liquide.) On introduit ensuite la solution à analyser (ou la solution régénératrice) dans le réservoir *e*, on place le flotteur sur la solution et on règle le vitesse d'écoulement au moyen du robinet I. Lorsque le réservoir est vide, l'écoulement du liquide sera automatiquement arrêté avant que l'air ne puisse pénétrer dans la couche de résine. Pour laver la colonne, on soulève le flotteur à l'aide d'un crochet de verre et on le rince, ainsi que les parois du réservoir, avec quelques cm³ d'eau qu'on laisse s'écouler immédiatement. On répète cette opération une ou deux fois et on introduit ensuite dans le réservoir la quantité nécessaire d'eau de lavage (150 à 200 cm³ suffisent généralement). L'arrêt de l'écoulement se fera de nouveau automatiquement à la fin du lavage.

SUMMARY.

The usual ion exchange laboratory equipment is not satisfactory for routine analytical work. Therefore, a new column apparatus, fitted with a reservoir and a floating valve, was designed. The outflow of the liquid is interrupted automatically when the reservoir is empty; thus penetration of air into the resin bed is avoided. The apparatus requires but little attention of the operator.

Laboratoire de Chimie minérale et analytique
de l'Université, Lausanne.