

Méthode de désulfurisation avec le cuivre

Matériel

- Pompe à vide
- Filtre Schleicher & Schuell no.604, diamètre 55mm ou SS 595 (70mm) ref 10311608)
- Becher en verre 600ml
- Becher en verre 100ml
- Plaque à agitation avec barreau magnétique
- Spatule inox
- Buchner, diamètre 70mm
- Fiole à filtrer 1L

Réactifs

- cuivre en poudre (Merck 2703)
- acide nitrique 65% p.a. (Merck 456)
- eau MQ trace analysis
- acétone trace analysis
- n-hexane trace analysis

Mode opératoire

- Activation du cuivre : (pour 8 échantillons)

Travail à faire sous chapelle. Préparer dans un Becher de 600ml, 350ml d'acide nitrique 2N (diluer 7x acide nitrique 65% : 300ml eau MQ + 50ml acide). Placer le Becher sur la plaque d'agitation avec un barreau magnétique et agiter doucement. Peser dans le Becher de 100ml, 70g de cuivre puis l'ajouter lentement dans l'acide (attention : forte réaction et dégagement de vapeur). Lorsque tout le cuivre a été ajouté, laisser agiter encore 10 minutes. Filtrer cette solution sur un Buchner de 70mm (filtre S&S no. 604, 55mm) équipé d'une fiole à filtrer de 1L. Rincer le cuivre avec 2 x 50 ml d'eau MQ. Vérifier le PH (= 6-7). Au besoin, faire des lavages supplémentaires. A l'aide de la pompe, appliquer un léger vide. Laver le cuivre avec respectivement 50ml d'acétone et 50ml d'hexane. Laisser sécher sous vide pendant 5-10 minutes. Le cuivre est prêt à être utilisé. En cas de stockage, garder le cuivre dans un dessiccateur sous atmosphère inerte (N₂).