

## ИОНООБМЕННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

### Лабораторная работа № 8. Определение содержания в растворе нейтральных солей

#### **Вопросы к лабораторной работе:**

1. В чем сущность хроматографического процесса?
2. Каково назначение подвижной и неподвижной фаз?
3. Какие процессы происходят в колонке?
4. Как классифицируют методы хроматографии?
  - по агрегатному состоянию фаз
  - по цели анализа
  - по механизму взаимодействия сорбента и сорбата
  - по технике выполнения
  - по способам хроматографирования
5. В чем сущность метода ионообменной хроматографии?
6. Как подготовить ионообменную смолу к работе?
7. Классификация ионитов по:
  - природе
  - виду функциональных групп
  - знаку обменивающихся ионов
8. Что такое «обменная емкость» ионита, в каких единицах измеряется?
9. Как определяют:
  - статическую обменную емкость ионита;
  - динамическую обменную емкость ионита?

**Цель работы:** определить содержание в растворе нейтральных солей с применением катионита.

#### **Теоретическая часть**

В основе *ионообменной хроматографии* лежит обратимый стехиометрический обмен ионов, содержащихся в хроматографируемом растворе, на подвижные ионы веществ, называемых *ионитами* или *ионообменниками*.

Иониты могут быть органические и неорганические, природные и синтетические. По знаку обменивающихся ионов различают катиониты (для обмена катионов) и аниониты (для обмена анионов).

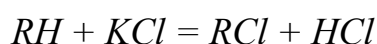
В аналитической практике широко используют синтетические *иониты*. Они представляют собой высокомолекулярные соединения, нерастворимые в воде, кислотах, щелочах и во многих органических растворителях, имеющие в своем составе различные функциональные (ионогенные) группы, которые и определяют наиболее характерные свойства ионитов.

Органические *катиониты* содержат кислотные функциональные группы: -  $\text{SO}_3^-$ , -  $\text{PO}_3^-$ , -  $\text{COO}^-$ , -  $\text{OH}^-$ . Катиониты представляют собой полиэлектролиты, диссоциирующие с образованием высокомолекулярного

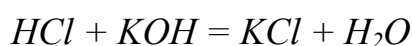
аниона (например,  $\text{RSO}_3$ ) и подвижного катиона (например,  $\text{H}^+$  - иона), легко обменивающегося на другие катионы.

Органические *аниониты* содержат группы основного характера:  $-\text{NH}_2^+$ ,  $=\text{NH}^+$ ,  $\equiv\text{N}^+$ ,  $-\text{N}(\text{CH}_3)^+$ . Аниониты диссоциируют на высокомолекулярный катион (например,  $\text{RNH}^+$ ) и подвижный анион (например,  $\text{OH}^-$ ), способный обмениваться на другие анионы (R - высокомолекулярный углеводородный радикал ионообменной смолы).

Определение содержания нейтральных солей основано на том, что при пропускании раствора нейтральной соли (например,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  и др.) через колонку с сильнокислотным катионитом в  $\text{H}^+$ -форме катионы соли обмениваются на ионы водорода, при этом выделяется сильная кислота в количестве, эквивалентном содержанию соли в растворе:



Количество выделившейся кислоты в элюате (*элюат* – раствор, вытекающий из колонки) определяют титрованием щелочью:



В качестве сильнокислотного катионита можно использовать в этом случае катионит марки КУ-2 в  $\text{H}^+$ -форме.

### ***Выполнение работы***

#### ***1. Приготовление колонки для ионообменной хроматографии***

Готовят колонку с катионитом к работе, проверяя элюат из колонки на нейтральность. Для этого отбирают в маленькую пробирку вытекающий из колонки раствор и прибавляют индикатор метилоранж. Если при этом окраска раствора в пробирке станет желтой, то считают, что элюат имеет нейтральную среду, и колонка с катионитом готова к проведению дальнейших работ.

В случае, если метилоранж в элюате окрашен в розовый или оранжевый цвет, через колонку с катионитом пропускают небольшими порциями по 10-15 мл дистиллированную воду до тех пор, **пока среда элюата не станет нейтральной.**

#### ***2. Приготовление титранта для кислотно-основного титрования***

Раствор титранта 0,01н КОН готовят в мерной колбе вместимостью 100мл разбавлением 0,1н КОН.

Заполняют бюретку для титрования раствором титранта 0,01н КОН по правилам.

#### ***3. Определение раствора нейтральной соли***

Анализируемый раствор нейтральной соли, помещенный в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой 10 мл раствора и пропускают через подготовленную колонку с катионитом со скоростью примерно 2 капли в 1 секунду.

Вытекающий из колонки раствор собирают в коническую колбу. Для полного вымывания выделившейся кислоты через колонку пропускают дистиллированную воду небольшими порциями по 10-15 мл, **собирая промывные воды в ту же коническую колбу**, до тех пор, пока среда в элюате не станет **нейтральной** (проверяют по метилоранжу, отбирая небольшие порции элюата в пробирку).

Затем содержимое конической колбы оттитровывают 0,01н раствором КОН в присутствии метилового оранжевого.

Определение нейтральной соли проводят до получения 3-х воспроизводимых результатов.

Рассчитывают содержание соли,  $m$ , мг

**Примечание:** при выполнении работы следует помнить, что над слоем катионообменника все время должна находиться жидкость. В случае образования в колонке пузырьков воздуха катионообменник следует взрыхлить стеклянной палочкой.

<i>Исходные данные</i>	<i>Расчеты</i>
$C_H(\text{KOH}) = 0,01$ моль экв/л $V_k(\text{соли}) = 100$ мл $V_{ал}(\text{соли}) = 10$ мл $V_1(\text{KOH}) =$ $V_2(\text{KOH}) =$ $V_3(\text{KOH}) =$	$\bar{V}(\text{KOH}) = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} \text{ (мл)}$ $m = (C_H V)_{\text{KOH}} \cdot M_{\text{э}} \cdot \frac{V_k}{V_a}$

где  $C$  – молярная концентрация эквивалента рабочего раствора,  $M_{\text{э}}$  – молярная масса эквивалента анализируемой соли, г/моль;  $V_k$  – общий объем анализируемого раствора, мл;  $V_a$  – аликвотная часть анализируемого раствора, мл.

**Вывод:**