

Лабораторное занятие № 23

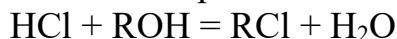
Определение содержания в растворе нейтральных солей методом ионообменной хроматографии

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

1. Сущность метода.

Определение основано на том, что при пропускании раствора нейтральной соли (например, KCl, NaNO₃, K₂SO₄ и др.) через колонку с сильнокислотным катионитом в 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 катионит марки КУ-2 в H⁺- форме.

2. Проведение анализа.

2.1. Подготовка ионообменной колонки.

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.

2.2. Проведение анализа соли

Анализируемый раствор нейтральной соли, помещенный в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой 10 см³ 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 см³, 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.

Содержание соли, m , мг вычисляют по формуле:

$$m(\text{соли}) = \frac{C_{\text{КОН}} \cdot V_{\text{КОН}} \cdot M_{\text{э(соли)}}}{1000} \cdot \frac{V_{\text{колбы}}}{V_{\text{пипетки}}}$$

где

$C_{\text{КОН}}$ – молярная концентрация эквивалента рабочего раствора, моль/см³

$V_{\text{КОН}}$ – объем рабочего раствора, ушедшего на титрование, см³

$M_{\text{э(соли)}}$ – молярная масса эквивалента анализируемой соли, г/моль;

$V_{\text{колбы}}$ – общий объем анализируемого раствора, см³;

$V_{\text{пипетки}}$ – аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

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.