

Лабораторна робота № 2.8

Хроматографічний аналіз

Метод застосований на тому, що навіть близькі за складом або будовою речовини неоднаково поглинаються сорбентами. Тому під час фільтрування аналізованої суміші речовин через хроматографічну колонку, наповнену сорбентом, відбувається вибіркова адсорбція: речовини, які сильно сорбуються, поглинаються у верхній частині колонки, а які сорбуються слабкіше, просуваються далі.

Коли компоненти суміші забарвлені, одержана хроматограма дозволяє безпосередньо судити про якісний та кількісний склад речовин, присутніх у суміші.

Масу кожного компоненту, виділеного з суміші хроматографічним методом, визначають звичайними хімічними або фізико-хімічними методами.

Кількісне визначення вмісту Купруму (II) в розчині методом іонообмінної хроматографії

Прилади та реактиви: катіоніт КІ-2, хроматографічна колонка, лакмусовий папір, піпетки, конічні колби, бюретки.

Розчини: HCl(2н), NaOH(0,1н), фенолфталеїн.

1. Підготування катіоніту до роботи.

15 г катіоніту КІ-2, що помістили у скляну колонку, переводять у Н-форму, пропускаючи крізь нього 100мл 2н розчину хлоридної кислоти зі швидкістю 2 краплі в секунду. Кислоту вливають у колонку окремими порціями по 10-15мл.

Потім катіоніт ретельно відмивають від кислоти дистильованою водою до нейтральної реакції фільтрату за синім лакмусовим папером.

2. Хід визначення

Отриманий у лаборанта аналізований розчин у мірній колбі на 100мл розбавляють до риски водою.

Відбирають піпеткою 15мл приготовленого розчину, поміщають у колонку та пропускають розчин через катіоніт. Швидкість пропускання розчину через катіоніт – 2 краплі в секунду. Фільтрат збирають у конічну колбу.

Потім крізь катіоніт пропускають дистильовану воду, вливаючи нову порцію води тоді, доки рідина в колонці досягне поверхні катіоніту. Воду пропускають крізь катіоніт до тих пір, доки крапля фільтрату не перестане змінювати колір синього лакмусового паперу. Всі промивні води ретельно збирають у ту ж конічну колбу, що і фільтрат.

Вміст колби відтитровують 0,1н розчином лугу в присутності індикатора фенолфталеїну до блідо-рожевого забарвлення розчину. Визначення проводять 3 рази.

3. Регенерація катіоніту

Регенерують катіоніт, тобто знову переводять у Н-форму. Для цього крізь колонку з катіонітом пропускають 2н розчин хлоридної кислоти для вилучення катіонів Купруму, а потім відмивають катіоніт від кислоти дистильованою водою. До наступного визначення катіоніт зберігають у колонці, заповненою водою.

4. Розраховують масу Купруму (q) в аналізованому розчині за формулою:

$$q = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot C_H(\text{NaOH}) \cdot m_e \cdot V_k}{1000 \cdot V_{II}}$$

де $V(\text{NaOH})$ - об'єм робочого розчину, витрачений на титрування;

$C_H(\text{NaOH})$ - нормальна концентрація титранту;

m_e - еквівалентна маса аналізованого компоненту;

V_k - об'єм мірної колби, мл;

V_{II} - об'єм розчину аналізованої речовини.

Контрольні запитання долабораторної роботи № 2.8

1. На чому базується метод хроматографічного аналізу?
2. Як класифікують хроматографічні методи за агрегатним станом середовища, за механізмом процесу розділення, за технікою (формою) проведення процесу?
3. На чому базується метод іонообмінної хроматографії?
4. Які типи іонообмінних смол застосовують у хроматографії?
5. Як одержати H^+ і OH^- форми іонообмінних смол і підготувати їх до роботи?
6. Поясніть принцип іонообмінної хроматографії.
7. Що таке катіоніти й аніоніти та як їх класифікують?
8. Що таке об'ємна здатність йоніту?
9. Як регенерують йоніти?
10. Як за допомогою іонообмінної адсорбції можна одержати демінералізовану воду?