

Chromatografia Jonowymienna IEC

Pośrednie oznaczanie siarczanów

Celem ćwiczenia jest pośrednie, alkacymetryczne oznaczanie siarczanów. Przez przepuszczenie analizowanego roztworu siarczanu następuje wymiana jonów metali alkalicznych na jony wodorowe. Zatem do eluatu przechodzi równoważna chemicznie ilość jonów wodorowych, którą można miareczkować ługiem.

Zestaw sprzętu: kolumna jonitowa, kolba miarowa o poj. 200 ml, pipeta pełna 20 ml, biureta, erlenmajerka poj 300ml, cylinder miarowy 100 ml, tryskawka.

Kolumna wypełniona jest silnie kwasowym wymiennikiem, np. Dowex 50, Wofatyt F lub Aberlit IRC 100 w formie wodorowej.

Przeprowadzenie kolumny w formę wodorową następuje przez przepuszczenie przez nią 4 M HCl. Kolumnę przemywa się wodą do otrzymania obojętnego eluatu (sprawdzić papierkiem uniwersalnym).

TOK PRACY

Na przygotowaną kolumnę nanieść analizowany roztwór siarczanu (wskazany przez asystenta). Po wsiąknięciu roztworu w złożę zbiera się eluat do kolby miarowej i przepuszcza wodę z szybkością ok. 2ml na minutę. Przemywanie wodą prowadzi się do uzyskania wycieku o odczynie obojętnym (papierek uniwersalny). Kolbę z zebrany eluatom uzupełnia się do kreski miarowej i miesza zawartość.

Z kolby należy pobrać pipetą 20 ml roztworu i zmiareczkować 0,1000M roztworem NaOH lub KOH wobec oranżu metylowego. Wykonać trzy miareczkowania. Na podstawie uzyskanych wyników obliczyć zawartość siarczanu sodowego w analizowanej próbce.

Wynik należy podać w gramach w przeliczeniu na bezwodny siarczan sodowy (milimol ($1/2 \text{Na}_2\text{SO}_4$)=0,071) lub na $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (milimol wynosi odpowiednio 0,1611).

Po wykonaniu analizy (zebraniu eluatu) należy regenerować kolumnę. Regeneracja ma za zadanie usunąć z kolumny zatrzymane jony i przeprowadzić kationit ponownie w formę wodorową. Przez kolumnę należy przepuszczać ok. 100 ml 4M HCl z podaną wyżej szybkością. Następnie należy odmyć nadmiar kwasu wodą do uzyskania obojętnego wycieku z kolumny.

Zawartość siarczanów obliczamy wg wzoru:

$$m = C_T \cdot V_T \cdot 5 \cdot 0,1611$$

C_T - stężenie KOH 0,1000M

V_T - średnia objętość titranta w [ml] z trzech miareczkowań

5 – współmierność kolby i pipety