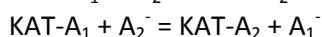
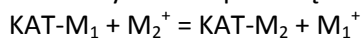


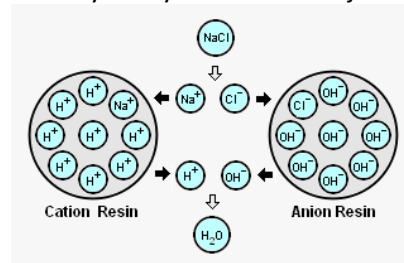
26. Oznaczanie NaCl na jonitach

Wymiana jonowa to zjawisko i proces wymiany ruchliwych jonów na inne jony tego samego znaku zachodzący na jonicie. Wymianę kationów zapewnia zastosowanie kationitów, wymianę anionów zastosowanie anionitów. Dobór odpowiedniego układu kationitów i anionitów zapewnia demineralizację wody – jest to oczywiście możliwe wtedy, gdy wszystkie kationy są wymieniane na jony H^+ , zaś wszystkie aniony na OH^- ; w efekcie dostajemy czystą chemicznie wodę. Takie procesy mają szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu, ale też w życiu codziennym – istnieją domowe systemy demineralizacji wody.

Proces wymiany jonowej można przedstawić schematycznie za pomocą równań:



gdzie: KAT– szkielet kationitu; AN– szkielet anionitu; M_1^+ , M_2^+ – wymieniane kationy; A_1^- , A_2^- – wymieniane aniony; M_1 , M_2 – centra aktywne kationitu zawierające jony wymienialne; A_1 , A_2 – centra aktywne anionitu zawierające jony wymienialne.



Schemat jednoczesnej wymiany mieszanej złożu (jak w domowych demineralizatorach).

Proces wymiany jonowej przebiega w etapach:

- przemieszczanie się jonów z głębi roztworu na powierzchnię jonitu,
- przemieszczanie się jonu w ziarnie jonitu do grupy jonowymiennej,
- reakcja chemiczna (podwójnej wymiany),
- przemieszczanie się jonu wymienionego w ziarnie ku jego powierzchni,
- oderwanie się wymienionego jonu z powierzchni ziarna i przejście do roztworu.

Ruch jonów z głębi roztworu do powierzchni jonitu oraz od powierzchni jonitu w głąb roztworu przez warstwę międzyfazową to proces dyfuzji zewnętrznej. Transport jonów wewnątrz jonitu to dyfuzja wewnętrzna.

Za całkowitą szybkość całego procesu odpowiadają szybkości jego poszczególnych etapów. Największy wpływ na ogólną szybkość ma rzecz jasna najwolniejszy z etapów, czyli dyfuzja zewnętrzna lub wewnętrzna jonów. Zależy ona m.in. od rodzaju jonitu (ze wzrostem usieciowania maleje szybkość dyfuzji wewnętrznej), temperatura, lepkość cieczy itp.

Jonity, określane również mianem **wymieniaczy jonowych** lub **żywic jonowymiennych**, to substancje praktycznie nierozpuszczalne w wodzie, posiadające zdolność wymiany dodatnio lub ujemnie naładowanych jonów z roztworu elektrolitu na równoważne ilości jednoimiennych jonów wchodzących w skład jonitów.

Dzieli się na:

- kationity (wymieniające kationy, mają charakter kwasów lub soli), mogą być obojętne lub słabo kwaśne, posiadające słabo zdysocjowane grupy funkcyjne ($-OH$, $-COOH$, $-SH$, $-CH_2SH$), lub silnie kwaśne, zdolne do wymiany wszystkich kationów, posiadające silnie zdysocjowane grupy funkcyjne ($-SO_3H$, $-CH_2SO_3H$);
- anionity (wymieniające aniony, mają charakter zasad lub ich soli), mogą być słabo lub silnie zasadowe.

Podstawowe pojęcia to:

Zdolność wymienna jonitu – określa ilość miligramów równoważników (mgr, val lub mval) wymienianych jonów na jednostkę masy (g) lub objętości jonitu (dm^3). Wartość zdolności wymiennej jonitu jest wprost proporcjonalna do liczby grup funkcyjnych jonitu oraz odwrotnie proporcjonalna do stopnia usieciowania szkieletu jonitu.

Punkt przebicia jonitu - jest to moment w procesie wymiany jonowej, kiedy stężenie wymienianego jonu w oczyszczonym roztworze wzrośnie do założonej wartości granicznej. Osiągnięcie punktu przebicia jonitu oznacza konieczność regeneracji kolumny (oczyszczenia mającego na celu przywrócenie początkowych własności jonowymiennych złożeń jonitu).

Cykl wymiany jonowej:

- Przygotowanie złoża (jonity sprzedawane są w postaci suchej, przed pierwszym użyciem należy poddać je procesowi pęcznienia). W naszym ćwiczeniu ten punkt pomijamy.
- Proces wymiany jonowej, który trwa nie dłużej niż do osiągnięcia punktu przebicia.
- Regeneracja i płukanie złoża.

W naszym ćwiczeniu wykorzystamy zjawisko wymiany jonowej do oznaczenia soli (NaCl) metodą alkacymetryczną. Zastosujemy kationit, który po regeneracji za pomocą 2M HCl wymieni całkowicie (stechiometrycznie) kationy Na^+ (lub K^+) na H^+ . W efekcie, po przejściu przez kolumnę, roztwór NaCl zamieni się na roztwór HCl, który można bez trudu miareczkować za pomocą mianowanego roztworu NaOH jako titranta. Oczywiście z podobnym efektem można by zastosować anionit i wymienić jony Cl^- na OH^- , a te miareczkować mianowanym roztworem silnego kwasu.

Sprzęt i odczynniki

1. Mianowany roztwór NaOH (przygotowany w ćwiczeniu nr 008);
2. Fenoloftaleina (wskaźnik);
3. 2 M HCl (w butelkach w głównym laboratorium);
4. Zlewki, kolby Erlenmeyera;
5. Kolumna szklana z wymiennicem jonowym (kationitem)

Procedura

Uwaga: Zarówno podczas regeneracji jak i wymiany szybkość wycieku z kolumny powinna wynosić 2-3 krople na sekundę. Zbyt szybki wyciek spowoduje niecałkowitą wymianę, a więc błąd analizy. Kationit w kolumnie musi być zawsze przykryty cieczą, nie wolno dopuścić, żeby jej poziom spadł poniżej wypełnienia – w takim przypadku należy wezwać prowadzącego (trzeba odpowietrzyć złoże, a płukanie i wymianę powtórzyć!).

1. **Regeneracja kolumny:** Przez kolumnę przepuścić 100 ml 2M roztworu HCl, a następnie 400 mL wody destylowanej. Sprawdzić odczyn eluentu – jeśli nie jest obojętny, przepuścić dodatkową porcję wody. Tak przeprowadzona regeneracja powinna wystarczyć na 5 wymian.
2. **Przygotowanie naważek do oznaczenia:** Masę naważki dobieramy (kalibrujemy) tak, aby zużyć na jej późniejsze miareczkowanie 15-26 mL titranta – zakładamy, że wymiana jonowa przebiega wg schematu $\text{KAT-H}^+ + \text{MeCl} \rightarrow \text{KAT-Me}^+ + \text{HCl}$, zaś otrzymany w ten sposób wyciek będziemy miareczkować roztworem NaOH przygotowanym i zmianowanym w ćwiczeniu nr 008. Ponadto zakładamy, że NaCl (lub KCl) stanowi 50% masy naważki – a więc masę NaCl wynikającą ze stechiometrii reakcji trzeba pomnożyć przez 2. Kolejne naważki przygotowujemy po pierwszym, próbnym miareczkowaniu, korygując je tak, żeby objętość titranta wynosiła faktycznie 15-25 mL (zbyt mała objętość zwiększa możliwy błąd odczytu, zbyt duża powoduje niepotrzebnie wysokie zużycie titranta).
3. **Wymiana jonowa:** Naważkę przenieść ilościowo (splukując resztki tryskawką) do małej zlewki i rozpuścić w około 20 mL wody destylowanej. Roztwór ostrożnie wlać do kolumny, a jego resztki splukać tryskawką, systematycznie wlewając do kolumny. Przepuścić próbkę przez kolumnę i następnie przepuścić przez nią 100 mL wody. Eluat (wyciek) zbierać do kolby Erlenmeyera.
4. **Oznaczanie właściwe:** Eluat miareczkować mianowanym roztworem NaOH wobec fenoloftaleiny (albo innego wskaźnika z odpowiedniego zakresu pH, np. czerwieni metylowej).
5. Procedurę oznaczenia (punkty 2-4) przeprowadzić przynajmniej trzykrotnie.

Obliczenia i sprawozdanie

Końcowy raport powinien zawierać masy kolejnych naważek i odpowiadające im objętości titranta oraz masy NaCl lub KCl, następnie przeliczone na %_{wag.} zawartości NaCl lub KCl w oznaczanej soli. Na koniec oblicz średnią arytmetyczną z tych zawartości.

Źródła:

http://www.filtertech.com.pl/artykuly/wymiana_jonowa_-_podstawowe_informacje

http://en.citizendium.org/wiki/Condensate_polishing

podręczniki

Sprawozdanie

Imię i nazwisko:				Data:	
Temat:		Oznaczanie NaCl na jonitach			
Oznaczam (zaznacz właściwą sól)		NaCl	KCl		
Miano użytego roztworu NaOH [M]:					
M_{NaCl} [g/mol]=		58,44			
M_{KCl} [g/mol]=		74,55			
1.	Wskaźnik:				
	Reakcja:				
	Wzór na obliczenie zawartości NaCl lub KCl				
Lp.	Naważka mieszaniny [g]	V_{NaOH} [cm ³]	m_{NaCl} lub KCl [g]	% _{wag.} zawartości NaCl lub KCl w oznaczanej próbce	Średnia % _{wag.} zawartość NaCl lub KCl w oznaczanej mieszaninie
1.					
2.					
3.					
4.					
Uwagi:					