**Лабораторная работа № 9 Изучение процессов сорбции ионов металлов на ионообменных смолах**

**Цель:** определить ионно-обменную емкость смолы КУ-2-8 по отношению к ионам меди

**Задачи**

1. Определить максимальную ионно-обменную емкость по ионам меди

2. Построить изотерму сорбции

**Приборы и реактивы**

1. Учебно-лабораторный комплекс «Общая химия» в следующей комплектации: центральный контроллер, модуль «Фотоколориметр»

2. Раствор сульфата меди 0.5 М (стандартный раствор №1)

3. Раствор сульфата меди 0.005 М (стандартный раствор №2)

4. Аммиак, 12 %-ный раствор

5. Ионно-обменная смола КУ-2-8

6. Дистиллированная вода

7. Конические колбы

8. Мерные колбы емкостью 25 мл и 50 мл

9. Пипетки градуированные емкостью 1 мл, 2 мл и 5 мл

10. Набор кювет*,* толщина 3см

11. Весы

**Обоснование**

Адсорбция – процесс концентрирования вещества на поверхности адсорбента. Наиболее распространённым адсорбентом, широко используемым в различных технологических процессах, является активированный уголь. Равновесие адсорбционных процессов, как правило, описывается изотермой адсорбции, показывающей зависимость количество адсорбированного вещества, отнесённого к массе адсорбента от равновесной концентрации адсорбата. Существуют различные типы изотерм адсорбции, но наиболее часто используемые являются изотермы Ленгмюра:

$A=\frac{KC}{1-KC}$*,*

где *К* – константа адсорбции,

 *С* – равновесная концентрация адсорбата,

 *А* – количество адсорбированного вещества, моль/г.

Ипользуется также изотерма Френдлиха:

$A=KC^{\frac{1}{n}}$*,*

где *К* – константа адсорбции,

 *С* – равновесная концентрация адсорбата,

 *А* – количество адсорбированного вещества, моль/г,

 1/n – эмпирический показатель.

Описание процесса адсорбции соответствует описанию мономолекулярной адсорбции и имеет некоторые ограничения, т.к. процесс адсорбции не всегда носит мономолекулярный характер адсорбированного слоя. Изотерма Френдлиха, как правило, используется при описании реальных технологических процессов и носит эмпирический характер.

Для определения количества адсорбированного вещества необходимо знать исходную концентрацию адсорбата в растворе, его равновесную концентрацию (конечную) и массу адсорбента. В данном случае количество адсорбированного вещества определяется как:

$A=\frac{C\_{исх}-C\_{кон}}{m\_{ад}}·V\_{p}$*,*

где $A$ ‒ количество адсорбированного вещества,

 $C\_{исх}$ ‒ исходная концентрация адсорбата в растворе,

 $C\_{кон}$ ‒ равновесная (конечная) концентрация адсорбата в растворе,

 $m\_{ад}$ ‒ масса адсорбента,

 $V\_{p} $‒ объем раствора.

При определении типа изотермы сорбции проводится линеризация измерений в координатах: для изотермы Френдлиха*: «InA–InC»*, для изотермы Ленгмюра: «*1/А–С»*.

Одной из разновидностью процесса сорбции является ионообменные процессы с участием, так называемых, ионно-обменных смол. Принцип их действия можно описать следующей схемой: на поверхности ионообменника имеется большое количество ионов, как правило, ионов щелочных металлов. При контакте с раствором, содержащим ионы других металлов, происходит обмен ионами, так как ионы находящиеся в растворе обладают большим сродством к поверхности, чем ионы щелочных металлов. В результате реакции обмена происходит процесс обогащения поверхности ионами из раствора и выходом ионов щелочных металлов в раствор. Условно реакция может быть описана по схеме:

Na2X + Cu2+ = CuX + 2Na+

где *Х –* органическая часть ионно-обменных смол.

Данный метод получил большое распространение при очистке сточных вод от ионов тяжёлых металлов, умягчении воды.

Метод определения концентрации катионов *Сu2+* основан на оценке взаимодействия растворённого вещества со светом определённой длины волны. Для проведения фотоколориметрического анализа необходимо проведение следующих операций:

1. Определение оптимальной длины волны. Для этого готовится стандартный раствор сульфата меди (II). Добавляется раствор аммиачной воды для получения насыщенного синего раствора аммиачного комплекса меди и проводится измерение оптической плотности раствора в зависимости от длины волны проходящего света. Длина волны в данном случае выбирается такая, при которой отмечается наибольшая оптическая плотность раствора, то есть для которой наблюдается наибольшее взаимодействие вещества и света.

2. Построение калибровочного графика зависимости оптической плотности от концентрации растворённого вещества с использованием длин волны определённой в пункте 1. Для построения калибровочного графика готовятся стандартные растворы с различной концентрацией растворённого вещества. После чего проводятся измерения их оптических плотностей. Затем строится калибровочный график. При определении концентрации метиленового синего используется только та часть графика, где наблюдается линейная зависимость оптической плотности от концентрации. Определение содержания метиленового синего в рабочих растворах возможно только в пределах, определяемых калибровочным графиком.

3. При оценке концентрации рабочих растворов необходимо провести первичную оценку раствора, т.к. человеческий глаз наиболее чувствительный метод определения цвета раствора и его насыщенности. Для этого необходимо сравнить цвет раствора и его интенсивность с растворами, приготовленными для построения калибровочного графика. Если цветовая насыщенность рабочего раствора выше, чем у стандартного раствора самой высокой концентрации, то необходимо провести его разбавление.

**Порядок проведения работы**

Готовится серия растворов сульфата меди с концентрацией 0,005 М; 0,001 М; 0,02 М; 0,03 М; 0,04 М; 0,05 М; 0,06 М. Для этого в шесть мерных колб вместимостью 50,0 мл вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мл стандартного раствора меди №1.

Готовим 7 навесок адсорбента по 0,1 г. Приготовленные навески помещаются в конические колбы и заливаются 20 мл раствора сульфата меди с различной концентрацией. Процесс сорбции проводится в течение 24 часов.

После сорбции проводится оценка равновесной концентрации адсорбата в растворе. Для этого раствор фильтруют, полученный раствор анализируется фотоколориметрически.

***Построение градуировочного графика***

Готовится 5 эталонных растворов с содержанием меди (II) 0.0005М; 0,002М; 0,004М; 0,006М; 0,008М. Для этого в пять мерных колб вместимостью 25,0 мл вноситься 0,25; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 мл стандартного раствора меди №2. В каждую из колб добавляется по 3 мл раствора аммиака. Растворы разбавляются дистиллированной водой до меток. В качестве раствора сравнения используется дистиллированная вода. Раствор сравнения помещается в кювету толщиной 3,0 см. Ручкой установки длин волн устанавливается длина волны λ = 620 нм. В кюветное отделение модуля «Фотоколориметр» устанавливается кювета с раствором сравнения.

Модуль «Фотоколориметр» соединяется с помощью специального соединительного шнура с центральным контроллером, а контроллер подключается к компьютеру с помощью СОМ–порта. Контроллер включается в сеть.

При включенном контроллере запускается программа управления УЛК «Общая химия». В появившемся окне инициализации («Добро пожаловать в УЛК») выбирается вариант работы с УЛК – «Работа с контроллером». При правильно подсоединённом модуле и контроллере появятся надписи: «Контроллер активен» и «Модуль: Фотоколориметр». Затем осуществляется вход в программу управления УЛК путём нажатия кнопки «Вход».

После успешного входа в программу, соответствие между измерительными каналами и датчиками устанавливается автоматически, необходимо лишь включить используемые в работе датчики. Для этого устанавливаются галочки напротив датчика 1 (при этом в столбце «Текущие значения» появятся текущие значения интенсивности светового потока в условных единицах). Далее необходимо установить значение силы тока в столбце «Исполнительные устройства» так, чтобы значение интенсивности соответствовало значению близкому к максимальному. Полученное значение интенсивности I0будет использовано при расчёте оптической плотности. Остальные опции в столбце «Использованные устройства» должны быть отключены.

Помещают стандартный раствор в кювету толщиной 3,0 см, начиная с наименьшей концентрации. Кювету устанавливают в кюветное отделение модуля «Фотоколориметр». Длину волны и силу тока оставляют прежней.

В ходе работы изменяется концентрация раствора, поэтому устанавливается режим измерения по варьируемому параметру. Для этого в группе элементов «Параметры измерения» отключается пункт «Автоматический режим» (необходимо снять галочку). После этого настраиваются параметры одиночного измерения: для всех работ рекомендуется проводить измерения через 10 с. Для этого в поле «Интервал измерений» выставляется значение «10».

Далее в соответствующих полях вводится значение параметра: концентрация фотометрируемого раствора. Для каждого стандартного раствора производится измерение интенсивности светового потока путём нажатия кнопки «Измерение». Далее появляется окно состояния измерения – «Обмен данными с контроллером».

После проведения измерения текущий эксперимент дополняется результатом измерения.

По окончании проведения всех измерений, полученные значения интенсивности передаются на график и в таблицу. Для этого необходимо перейти в окно «Графики» и построить график нажатием кнопки с видом графика на панели инструментов. Далее, в специальном окне определяется соответствие между координатами графика и данными, полученными на измерительных каналах. Выбирается для оси абсцисс (х) «Варьируемый параметр», а для оси ордина (у) – требуемый канал, в нашем случае –«1. ЭДС».

Для того чтобы оценить значение оптической плотности и построить градуировочный график необходимо передать полученные значения интенсивности на результирующий график путём нажатия «Все точки на рез.график». Далее необходимо оценить значение оптической плотности как А = Ig(I0/I). Для этого в закладке «Результат» необходимо ввести формулу для пересчёта оси Y в правом нижнем углу (например, Iog10(5,0375/у)) и нажать кнопку «Расчёт».

Для нахождения уравнения прямой, описывающей градуировочный график методом МНК необходимо нажать кнопку (вставить из fig 5). Далее произвести расчёт параметров уравнения прямой с помощью кнопки «Расчёт».

Для определения концентрации ионов меди в растворе после сорбции в мерную колбу вместимостью 25 мл вводится аликвота анализируемого раствора (5 мл) и разбавляется водой до метки. Раствор фотометрируется в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. Перед фотометрированием анализируемого раствора определение I0 повторяется, сила тока остаётся прежней. Затем рассчитывается значение оптической плотности исследуемого раствора по формуле $A\_{x}=lg\left({I\_{0}}/{I}\right)$. По значению $A\_{x}$ с помощью уравнения прямой градуировочного графика находится соответствующее ему значение концентрации.

Затем строится изотерма сорбции А = f(С0), определяется максимальная ионообменная ёмкость по меди Аmax. Определяется тип полученной изотермы, путём построения зависимости в координатах «InA –InC» и «I/А –С». Делается вывод о механизме сорбции.