

Методы разделения и концентрирования.

Разделение и концентрирование путем одноступенчатого распределения между фазами (экстракция, соосаждение, сорбционные методы)

Разделение и концентрирование путем многоступенчатого распределения между фазами (хроматография)



Перед качественным и количественным анализом чаще всего приходится проводить *разделение* определяемых компонентов.

Иногда в анализируемом растворе содержание определяемых компонентов меньше, чем пределы их обнаружения.

В этом случае перед определением таких компонентов необходимо проводить их концентрирование.



Операции разделения и
концентрирования часто совмещаются.

Многие методы разделения и
концентрирования веществ основаны
на различии их распределения между
двумя фазами.

При любом разделении необходимо
осуществление следующих стадий
процесса: 1 контакт фаз и
установление равновесия между ними,
2 разделение фаз.



Можно классифицировать методы разделения на основании физической природы двух фаз, между которыми распределяются компоненты системы, а также в зависимости от того, используется однократное или многократное распределение между фазами, т. е. Осуществляется разделение статическим динамическим или хроматографическим способами.

Агрегатное состояние фаз, между которыми распределяются компоненты смеси, может быть газообразным, жидким или твердым.

Известны следующие сочетания двух фаз при разделении: Г-Ж, Г-Т, Ж-Ж, Ж-Т.

Наиболее общей является классификация по природе процессов разделения: химические и физико-химические (экстракция, сорбция, соосаждение, электрохимические методы), и физические (испарение, направленная кристаллизация)

Широкое применение получили так называемые гибридные или комбинированные методы.

В гибридных методах в одном приборе совмещаются концентрирование или разделение при одновременном определении.

Типичным примером гибридного метода является титриметрическая хроматография на бумаге, при которой происходит разделение ионов и вместе с тем автоматически фиксируются качественные и количественные результаты определения.



При разделении одноступенчатым способом контакт между двумя несмешивающимися фазами чаще всего осуществляется путем перемешивания или встряхивания в замкнутом объеме.

Таким образом, движение одной фазы относительно другой беспорядочное.



Для того, чтобы компоненты смеси можно было разделить таким способом, они должны сильно различаться по способности распределяться между двумя фазами, т.е. чтобы при равновесии одни компоненты преимущественно находились в одной фазе, а другие в другой.

Таким образом, для разделения одноступенчатыми методами необходимо, чтобы различия между коэффициентом распределения были большими.



Коэффициент распределения
 $D=C1/C2$, где $C1$ - равновесная
концентрация компонента в
первой фазе, $C2$ – равновесная
концентрация того же компонента
в другой фазе.



Экстракция. Это извлечение веществ из одной жидкой фазы (чаще всего из водного раствора) другой жидкой фазой (обычно органическим растворителем, несмешивающимся с водой). Количественно экстракцию можно описать с помощью константы распределения.

$K_r = a_1/a_2$ - активности растворенного вещества в фазах 1 и 2 (1 – фаза неводного растворителя, 2 – фаза водного раствора)



На практике чаще всего пользуются не константой распределения, а коэффициентом распределения, который представляет собой отношение общей концентрации всех форм экстрагируемого вещества в одной фазе к общей его концентрации в другой фазе. $D=C1/C2$

Коэффициент распределения вещества между двумя растворителями близок к отношению растворимостей этого вещества в каждом из растворителей.

Он зависит от природы вещества, природы растворителей, температуры.

Для экстрагирования веществ из водных растворов наиболее часто применяют такие растворители, как четыреххлористый углерод, хлороформ, эфир.

Для группового концентрирования можно использовать смесь экстрагентов.



Как правило экстракция протекает быстро и может применяться как определение микрокомпонентов. Селективность разделения можно улучшить выбором условий, например, рН, растворителя, концентрации реагента, введением маскирующего агента.

Соосаждение. Называют увлечение веществ осадком в момент его образования. Т.о. соосаждение это распределение _____ концентрируемого компонента между твердой и жидкой фазами(Т-Ж).

Малорастворимые соединения с которыми осаждаются концентрируемые вещества, называют *коллекторами*.

Коллекторы могут быть неорганическими (карбонат кальция, сульфаты металлов) и органическими.



Механизм соосаждения может быть разнообразным – ионный обмен
на поверхности осадка,
изоморфное осаждение,
физическая адсорбция,
механический захват
соосаждаемых компонентов.

Соосаждение имеет свои
недостатки, прежде всего это
длительный процесс.



При работе с разбавленными растворами часто имеет место гелеобразование, сопровождающееся сильным увеличением объема осадка, что затрудняет его фильтрование.

Избежать некоторых трудностей, встречающихся при осаждении и сохранить его положительные свойства позволяет применение флотации концентрата, полученного соосаждением.



При использовании органических коллекторов осадок флотируют с помощью катионных поверхностно активных веществ (ПАВ).

В случае неорганических коллекторов флотацию проводят при высоких рН и используют анионные ПАВ.

Процесс флотоосадительного концентрирования заключается в том, что ПАВ сорбируются осадком и вследствие этого делают гидрофобными частицы осадка и придают им способность концентрироваться на поверхности пузырьков газа-носителя.

Сорбционные методы основаны на использовании процесса сорбции газовым сорбентом.

По механизму действия различают *физическую адсорбцию (молекулярную)*, основанную на действии межмолекулярных сил между сорбентом и сорбируемым веществом, и *хемосорбцию (ионный обмен, комплексообразование, окисление-восстановление)*, основанную на протекании химических реакций между сорбентом и сорбируемым веществом.

Сорбцию можно осуществлять в статическом, динамическом и хроматографическом вариантах.