

работы в динамическом режиме, связанная с особенностями морфологии гидратированных оксидов. Целью настоящей работы являлся синтез и исследование новых сорбентов для хроматографии на основе гидратированного оксида циркония. В настоящее время для ионной хроматографии характерно использование в основном двух видов ионообменников, различающихся типом используемой матрицы: полимерных или на основе силикагеля.

Гранулированный гидратированный оксид циркония получался путем вымораживания геля с последующим промыванием. Высушенные образцы перетирались и их поверхность химически модифицировалась фосфат-анионами. Исходные соединения и продукты их модифицирования являются рентгеноаморфными. В соответствии с данными электронной микроскопии средний размер полученных частиц составляет около 100 мкм. Поверхность частиц химически однородна и не содержит пор с размером более 1 мкм, соотношение циркония и фосфора на поверхности 1:1.

Измерение электрохимического импеданса показывает, что проводимость исходного гидратированного оксида в воздушно сухом состоянии находится на уровне 10-4 См/см и понижается в течение месяца более, чем на два порядка вследствие протекания процессов оляции и оксоляции. Проводимость соединений и обменная емкость также понижаются в ходе термообработки. В то же время кинетические исследования указывают на высокую скорость протекания обменных процессов, в которых задействована преимущественно поверхность образца. Материалы с модифицированной поверхностью не подвержены старению и сохраняют проводимость около 10-4 См/см после длительного хранения. При этом для них также характерна высокая скорость протекания обменных процессов.

Хроматографические свойства сорбентов на основе оксида циркония исследовали в зависимости от условий синтеза. Изучено влияние природы элюирующего иона и pH подвижной фазы на селективность хроматографического разделения катионов щелочных металлов и некоторых аминов на модифицированном оксиде циркония.

Результаты хроматографического определения на полученном сорбенте характеризуются хорошей воспроизводимостью, емкость хроматографической колонки остается постоянной при хранении в течение нескольких недель. Проведено сравнение хроматографических характеристик сорбентов на основе оксида циркония, силикагеля и полистирола.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЭТАЛОННОЙ ПОРОМЕТРИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ В ИОНИТАХ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ

Шелковникова Л.А., Вольфович Ю.М., Сосенкин В.Е., Ферапонтов Н.Б.
Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова

Для исследования распределения воды в ионитах в работе был использован метод эталонной порометрии, который в отличие от большинства существующих методов порометрии позволяет исследовать поры, как в сухих, так и в набухших образцах [1].

Суть метода заключается в том, что в состоянии капиллярного равновесия по всему объему тел, находящихся между собой в контакте, имеет место равенство граничных (между сухими и заполненными порами) потенциалов влагопереноса, определяющих очередность затопления или сушки пор. Экспериментально измеряется

изменение массы образца, из которого находят зависимость влагосодержания исследуемого образца от влагосодержания эталона. Влагосодержание это отношение веса жидкости к весу сухого образца. Имея из независимых измерений (методом ртутной порометрии или капиллярной конденсации) интегральную кривую распределения пор по радиусам в зависимости от влагосодержания для эталона, получают интегральную кривую распределения пор по радиусам для исследуемого образца. Состояние равновесия в образце достигается за счет потоков жидкости, пара и движения поверхностной пленки жидкости. Эти потоки обусловлены наличием градиентов влагопереноса, которыми являются: капиллярное давление, относительная влажность, расклинивающее давление и энергия связи жидкости с пористым материалом [2]. Поскольку все эти величины связаны с радиусом поры, то автор этого метода для пористых однокомпонентных тел в качестве фактора очередности освобождения пор от жидкости использует величину радиуса поры. Этот метод позволяет измерять радиусы пор от 10 до 10^7 Å.

Ранее этим методом были сделаны работы по изучению пористой структуры студнеобразных и дисперсных систем [3] и распределению воды в структурах ионообменных мембран гетерогенного типа на основе АВ-17, КУ-2 [4-6]. Были исследованы как сухие, так и набухшие мембраны и обнаружено два вида пор: мелкие (~100 Å) и крупные (500-3000 Å). Крупные поры присутствуют как в набухшей, так и в сухой мембране, а набухание происходит за счет увеличения объема мелких пор, радиус которых менее 100 Å. А структура крупных пор практически не меняется [6].

Целью данной работы являлось применение метода эталонной порометрии для изучения распределения воды в гелевых ионообменных материалах. Методика эксперимента заключалась в следующем: исследуемые иониты предварительно приводили в нужную ионную форму, отмывали водой и высушивали до воздушно сухого состояния. Затем навески около 100 мг помещали в "таблетку" из фильтровальной бумаги, которую склеивали. Эталоны и образцы нагревали в течение 4 часов под вакуумом при температуре 80 - 100 °С, взвешивали и таким образом находили массы сухих эталонов, навески ионита и массу сухой таблетки из бумаги (для учета влагосодержания фильтровальной бумаги среди образцов помещалась склеенная пустая "таблетка"). Затем под вакуумом проводили пропитку образцов и эталонов водой. После этого образцы помещали в прижимное устройство с фиксированным давлением сжатия между двумя эталонами, и после удаления определенного количества жидкости комплект разбирали. Все образцы раскладывались по индивидуальным бюксам и взвешивались с точностью до 10^{-4} г. Сушка комплекта продолжалась до полного удаления жидкости из эталонов. Интервалы между взвешиваниями составляли 5 - 20 минут. Равновесие в системе контролировали измерением влагосодержания в эталонах. Затем результаты обрабатывали на ЭВМ, и строили дифференциальную кривую распределения пор по радиусам.

Были исследованы иониты типа сильнокислотного сульфокатионит КУ-2 с 8 и 16% ДВБ и КРС с 2, 5, 8% ДВБ, а так же аниониты типа АРА с 2, 5, 8 % ДВБ. В результате для перечисленных ионитов были измерены влагосодержание и радиусы пор. Как и следовало ожидать, уменьшение количества сшивающего агента в образце приводит к увеличению его влагосодержания. Кроме того, получены численные значения распределения пор по радиусам в зависимости от природы полярной группы и количества сшивающего агента. Все результаты представлены в докладе в виде таблиц и графиков.

Работа выполнена при финансовой поддержке ВНШ (грант № -00-15-97346).

Список литературы

1. Вольфкович Ю.М., Лужин В.К., Ванюлин А.Н., Школьников Е.М. //Электрохимия. - 1984. - Т.20, №5. - С.656-664.

2. Вольфович Ю.М., Багоцкий В.С., Сосенкин В.Е., Школьников Е.И. // Электрохимия. – 1980. - Т. 16, №11. - С.1620-1652.
3. Блинов И.А., Сосенкин В.Е., Вольфович Ю.М. // Электрохимия - 1989. - Т.25, №3. - С.396-399.
4. Кононенко Н.А., Березина Н.П., Вольфович Ю.М., Школьников Е.И., Блинов И.А. // Журн. прикл. химии. - 1985. - №10. - С.2199-2203.
5. Березина Н.П., Вольфович Ю.М., Кононенко Н.А., Блинов И.А. // Электрохимия. - 1987. - Т.23, вып.7. - С.912-916.
1. Березина Н.П., Вольфович Ю.М., Кононенко Н.А., Фрейдлин Ю.Г., Черноскутова Л.Г. // Электрохимия.-1989. - Т.25. - С.1009-1012.

СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИДЕНТАТНЫХ ИРРЕГУЛЯРНЫХ ГЕТАРИЛФОРМАЗАНОВ- α - ЦЕЛЛЮЛОЗ

Липунов И.Н.¹, Юшкова О.Г.¹, Островская В.М.², Первова И.Г.¹, Липунова Г.Н.³

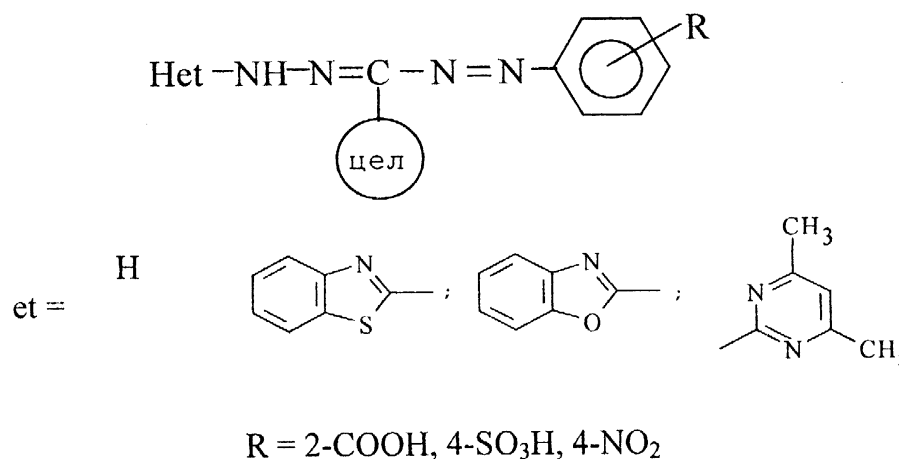
¹ Уральская государственная лесотехническая академия, г. Екатеринбург

² Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, г. Москва

³ Уральский государственный технический университет, г. Екатеринбург

Полимерные комплексообразующие сорбенты, успешно применяются в последние годы для концентрирования и выделения микроэлементов из различных сред. Один из путей их синтеза - химическая иммобилизация реагентов на твердых матрицах.

Нами осуществлена модификация α -целлюлозы путем взаимодействия альдегидцеллюлозы с гетарилгидразами и последующего азосочетания с диазосоединениями.



Полученные целлюлозные аналоги гетарилформазанов охарактеризованы спектрами диффузного отражения. Изучено комплексообразование с ионами металлов: Cu(II), Ni(II), Cd(II), Zn(II), Pb(II), Ag(I), Pd(II) и Hg(II). Модифицированные α -целлюлозы в условиях эксперимента (pH = 3.5-5.5, исходная концентрация раствора солей металлов $C_{\text{исх}} = 50-200$ мг/л) имеют различную сорбционную емкость по отношению к металлам: COE=0.04 - 0.23 мгэкв/г. Отмечено влияние структуры