

## Protokoll

über Versuch Nr. 5

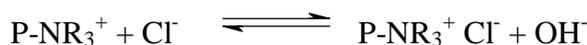
### **Modifizierung (Vernetzung) von makromolekularen Stoffen**

#### **1. Allgemeiner Teil**

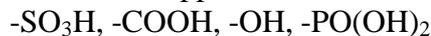
Unter der Modifizierung von makromolekularen Stoffen werden chemische und physikalische Maßnahmen verstanden, die nach der eigentliche Synthese, d. h. am fertigen Makromolekül vorgenommen werden. Der Abbau von Ester-Seitengruppen in Hydroxygruppen, die Vernetzung von Polymeren oder die Zugabe von Additive zur Beeinflussung von Eigenschaften sind verschiedenen Arten der Modifizierung.

Ionenaustauscher können ebenfalls durch Modifizierung eines Polymergerüsts, zum Beispiel durch Einführung von Sulfonsäuregruppen, erhalten werden. Als Gerüst verwendet man häufig vernetztes Polystyrol, da die Phenylgruppen ausreichende Reaktivität zeigen und daher leicht funktionelle Gruppen eingeführt werden könne. So ist es möglich, saure und basische Gruppen an einem unlöslichen Makromolekülgerüst zu erhalten.

Die üblichen Ionenaustauscher sind also makromolekulare, unlösliche, polyvalente Säuren bzw. Basen; wegen ihrer Unlöslichkeit sind sie zum Austausch von  $H^+$ - oder  $OH^-$  Ionen befähigt. Bei der Umsetzung einer unlöslichen, in Wasser suspendierten Polysäure mit einem Salz werden dessen Kationen gegen Wasserstoffionen ausgetauscht. Man spricht in diesem Zusammenhang von einem Kationenaustauscher; entsprechendes gilt für Anionenaustauscher. Ionenaustauscher können daher zur „Vollentsalzung“ von Wasser eingesetzt werden. Da die Reaktionen, die an einem Ionenaustauscher stattfinden, Gleichgewichtsreaktionen sind, lässt sich der Ionenaustauscher durch einen Überschuss Säure bzw. Lauge regenerieren.



Als funktionelle Gruppen für saure Ionenaustauscher finden überwiegend Anwendung:



Als funktionelle Gruppen für basische Austauscher verwendet man:



Das Aufnahmevermögen eines Ionenaustauschers bezeichnet man als Kapazität. Sie wird als Massenkapazität in Form der Objektmenge der austauschbaren Ionenäquivalente pro Masse getrockneter Austauscher angegeben.

#### **2. Experimenteller Teil**

Das vernetzte Polymer aus Versuch 4 wird sulfoniert. Hierzu legt man in einem 500-ml-Dreihalskolben mit Rückflusskühler und Thermometer 100 ml konzentrierte Schwefelsäure und 130 mg Silbersulfat vor. Man erhitzt auf 80 °C und gibt unter Rühren 13.3 g vernetztes Polystyrol zu. Dabei steigt die Temperatur spontan auf 120 °C. Das Polymer verfärbt sich

dunkelbraun. Man erhitzt drei Stunden lang auf 100 °C und lässt dann abkühlen. Die abgekühlte Reaktionsmischung lässt man über Nacht stehen. Anschließend gießt man den Kolbeninhalt in einen 1-Liter-Erlenmeyerkolben, der mit 500 ml halbkonzentrierter Schwefelsäure gefüllt ist. Die Mischung erhitzt sich; nach dem Abkühlen verdünnt man mit destilliertem Wasser. Die goldbraunen Körner werden abgesaugt und mit viel Wasser gewaschen.

Zur Bestimmung der Ionenaustauschkapazität spült man die Austauschmasse in eine Chromatographiesäule und lässt 100 ml 2 N Natriumchloridlösung durch die Säule laufen. Anschließend lässt man 100 ml 2N Salzsäure durchlaufen, um den Austauscher zu regenerieren. Überschüssige Säure wäscht man mit Wasser heraus. Der feuchte Ionenaustauscher wird in ein Becherglas ausgeschüttet, daraus werden drei Probe in Erlenmeyerkolben abgewogen:

a.) 2.01 g      b.) 2.25 g      c.) 2.11 g

In Kolben a.) werden 50 ml 0,1 M Natronlauge und in Kolben b.) 47 ml 0.1 M Natronlauge gegeben. Die beiden Kolben werden kräftig geschüttelt und nach einer halben Stunde abfiltriert. Das Filtrat wird mit 0.1 M Salzsäure zurücktitriert. Probe c.) wird bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Der Feuchtigkeitsgehalt von Probe c.) beträgt:

$$2.11 \text{ g} - 0.57 \text{ g} = 1.54 \text{ g}; 1.54 \text{ g} / 2.11 \text{ g} = 0.73 \text{ (73 \%)}$$

Für die Proben a.) und b.) berechnet sich die Ionenaustauschkapazität (IAK) zu:

a.) Verbrauch Salzsäure: 15.5 ml  
Verbrauch durch Ionenaustauscher: 50.0 ml – 15.5 ml = 34.5 ml  
 $\Rightarrow n(\text{H}^+) = 0.1 \text{ mmol/ml} \cdot 34.5 \text{ ml} = 3.45 \text{ mmol}$   
 $\Rightarrow \text{IAK} = 3.45 \text{ mmol} / (2.01 \text{ g} \cdot (1 - 0.73)) = 6.36 \text{ mmol/g}$

b.) Verbrauch Salzsäure: 11.8 ml  
Verbrauch durch Ionenaustauscher: 47 ml – 11.8 ml = 35.2 ml  
 $\Rightarrow n(\text{H}^+) = 0.1 \text{ mmol/ml} \cdot 35.2 \text{ ml} = 3.52 \text{ mmol}$   
 $\Rightarrow \text{IAK} = 3.52 \text{ mmol} / (2.25 \text{ g} \cdot (1-0.73)) = 5.79 \text{ mmol/g}$

Daraus erhält man die mittlere Ionenaustauschkapazität: 6.08 mmol/g

### 3. Literatur

- [1] Praktikumsanleitung
- [2] B. Vollmert, *Grundriss der makromolekularen Chemie*, Vollmert-Verlag, Karlsruhe 1988