

## Ekstrakcja sekwencyjna

### Roztwory ekstrahujące

WSZYSTKIE ODCZYNNIKI O CZYSTOŚCI ANALITYCZNEJ (*ULTRAPURE*, CZ. D. A.).

- Roztwór A: 0.11 mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$

25.0 cm<sup>3</sup> lodowatego kwasu octowego ( $\text{CH}_3\text{COOH}_{\text{bezw.}}$ ) dodać do 500.0 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej (*MiliQ*) i dopełnić do 1000.0 cm<sup>3</sup>, wymieszać ( $C = 0.43 \text{ mol/dm}^3$ ). Następnie rozcieńczyć go czterokrotnie (4). Otrzymany roztwór o stężeniu  $C = 0.11 \text{ mol/dm}^3$  wykorzystać do ekstrakcji.

- Roztwór B: 0.05 mol  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$

Rozpuścić 6.95 g chlorowodoru hydroksyloaminy ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) w 900.0 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej (*MiliQ*) i zakwasić stężonym kwasem azotowym (V) do pH = 2. Dopełnić do 1000.0 cm<sup>3</sup> i wymieszać.

- Roztwór C: 8.8 mol  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%)

Roztwór  $\text{H}_2\text{O}_2$  o stężeniu 8.8 mol/dm<sup>3</sup> (dostępny w handlu jako roztwór o stężeniu 30%).

- Roztwór D: 1 mol  $\text{CH}_3\text{COONH}_2$

Rozpuścić 77.1 g octanu amonu ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) w 900.0 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej (*MiliQ*) i zakwasić stężonym kwasem azotowym (V) do pH = 2. Dopełnić do 1000.0 cm<sup>3</sup> i wymieszać.

- Roztwory do frakcji metali, związanych z glinokrzemianami:

- Stężony kwas azotowy (V) ( $\text{HNO}_3$ ).
- Stężony kwas fluorowodorowy (HF).
- Roztwór kwasu azotowego (V) o stężeniu  $C = 0.1 \text{ mol/dm}^3$ .

## Ekstrakcja sekwencyjna

- Odważyć z dokładnością **0.001 g**, około **1.0 lub 0.5 g** osadu (w przeliczeniu na suchą masę).
- Osad przenieść do próbówki **teflonowej**.
- W każdej serii przygotować co najmniej **jedną próbę ślepą** z wykorzystaniem pustej próbówki.
- **Natychmiast** po ukończeniu jednego etapu należy przystąpić do kolejnego etapu ekstrakcji. Ekstrakcję próbek osadu i zawiesin dla uzyskania każdej z frakcji przeprowadza się w temperaturze pokojowej w ciągu **16 godzin**.

## Frakcja I

### Jony metali zaadsorbowane na powierzchni osadu

- Dodać **10.0 cm<sup>3</sup>roztworu A**.
- Wstrząsać przez **16 godzin**.
- Odwirować przez **15 minut** w wirówce typu **MPW-340** przy **3500 RPM**.
- Roztwór zdekantować i przenieść do opisanych **próbówek polietylenowych (PE)**.
- Do przygotowanego roztworu **frakcji I** dodać **100 l** stężonego **kwasu azotowego (V)**.
- Przechowywać w lodówce do czasu analizy.

## Frakcja II

### Jony metali związane z tlenkami i wodorotlenkami żelaza (III) i manganu (IV)

- Pozostały w próbówce osad przemyć **wodą redestylowaną (*MiliQ*)**, zdekantować i odrzucić roztwór wodny.
- Dodać **10.0 cm<sup>3</sup>roztworu B** (przygotowanego w dniu ekstrakcji).
- Wstrząsać przez **16 godzin**.
- Odwirować przez **15 minut** w wirówce typu **MPW-340** przy **3500 RPM**.
- Roztwór zdekantować i przenieść do opisanych **próbówek polietylenowych (PE)**.
- Do przygotowanego roztworu **frakcji II** dodać **100 l** stężonego **kwasu azotowego (V)**.
- Przechowywać w lodówce do czasu analizy.

### Frakcja III

#### Jony metali związane z materią organiczną

- Pozostały w próbówce osad przemyć **wodą redestylowaną (*MiliQ*)**, zdekantować i odrzucić roztwór wodny.
- Dodawać powoli, małymi porcjami **roztwór C**.

Reakcja zachodzi **wyjątkowo burzliwie**. Próbkówka może wymagać wielokrotnego obstukiwania w celu zagaszenia gwałtownej reakcji. Do momentu uspokojenia reakcji należy **obserwować i kontrolować** próbkówki.

- Pozostawić na dobę **w temperaturze pokojowej**.
- Ogrzewać w bloku grzewczym przez **1 godzinę** w temperaturze **85 °C**.
- Odparować roztwór.
- Do pozostałości dodać **10.0 cm<sup>3</sup> roztworu D**.
- Wytrząsać przez **16 godzin**.
- Odwirować przez **15 minut** w wirówce typu **MPW-340** przy **3500 RPM**.
- Roztwór zdekantować i przenieść do opisanych **próbówek polietylenowych (PE)**.
- Do przygotowanego roztworu **frakcji III** dodać **100 l** stężonego **kwasu azotowego (V)**.
- Przechowywać w lodówce do czasu analizy.

### Frakcja IV

#### Jony wbudowane w siatkę krystaliczną glinokrzemianów; frakcja rezydualna

- Pozostały w próbówce osad przemyć **wodą redestylowaną (*MiliQ*)**, zdekantować i odrzucić roztwór wodny.
- Do pozostałości dodać:
  - **3 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu azotowego (V)**.
  - **3 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu fluorowodorowego**.
- Ogrzewać w bloku grzewczym przez **4 godziny** w temperaturze **120 °C**.
- Odparować do sucha.
- Suchą pozostałość przenieść ilościowo do próbówki polietylenowej przy pomocy **kwasu azotowego o stężeniu  $C = 0.1 \text{ mol/dm}^3$** .
- Przechowywać w lodówce do czasu analizy.

## Oznaczenie koncentracji w osadach

Stężenia metali w poszczególnych frakcjach oznacza się metodą **Absorbcyjnej spektrometrii atomowej** (ASA; *Atomic absorption spectroscopy (AAS)*). We współpracy z IO PAN w Sopocie wykorzystujemy spektrometr AA-6800 (Shimadzu) z podajnikiem próbek ASC-6100. AAS stosuje się technikę płomieniową (płomień: acetylen-powietrze) oraz system korekcji tła (lampę deuterową). Przed rozpoczęciem oznaczania stężeń roztwory odpowiednio rozcieńczono, przygotowując do właściwych pomiarów absorbancji na AAS.

## **Rejestr zmian**

08.12.2022, MZ – wersja inicjalna Quarto. Rozwinięcie treści.

za: Jolanta Walkusz-Miotk 2022-12-08