

Ekstrakcja sekwencyjna

Roztwory ekstrahujące

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

- Roztwór A: 0.11 mol CH_3COOH

25.0 cm³ lodowatego kwasu octowego ($\text{CH}_3\text{COOH}_{\text{bezw.}}$) dodać do 500.0 cm³ wody redestylowanej (*MilliQ*) i dopełnić do 1000.0 cm³, 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 cm³ wody redestylowanej (*MilliQ*) i zakwasić stężonym kwasem azotowym (V) do $\text{pH} = 2$. Dopełnić do 1000.0 cm³ i wymieszać.

- Roztwór C: 8.8 mol H_2O_2 (30%)

Roztwór H_2O_2 o stężeniu 8.8 mol/dm³ (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 cm³ wody redestylowanej (*MilliQ*) i zakwasić stężonym kwasem azotowym (V) do $\text{pH} = 2$. Dopełnić do 1000.0 cm³ i wymieszać.

- Roztwory do frakcji metali, związanych z glinokrzemianami:
 - Stężony kwas azotowy (V) (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 cm³roztworu 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 (*MilliQ*)**, zdekantować i odrzucić roztwór wodny.
- Dodać **10.0 cm³roztworu 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 (*MilliQ*)**, 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 cm³ 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 (*MilliQ*)**, zdekantować i odrzucić roztwór wodny.
- Do pozostałości dodać:
 - **3 cm³ stężonego kwasu azotowego (V)**.
 - **3 cm³ 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 2022-12-09