|  |
| --- |
|  |

Zakład Geomorfologii i Geologii Czwartorzędu — PROCEDURA

# Ekstrakcja sekwencyjna

## Roztwory ekstrahujące

Wszystkie odczynniki o czystości analitycznej (*Ultrapure*, cz. d. a.).

* Roztwór **A**: **0.11 mol CH3COOH**
* **25.0 cm3** **lodowatego kwasu octowego (CH3COOHbezw.)** dodać do **500.0 cm3 wody redestylowanej (*MilliQ*)** i dopełnić do **1000.0 cm3**, wymieszać (**C = 0.43 mol/dm3**). Następnie rozcieńczyć go czterokrotnie (**4**). Otrzymany roztwór o stężeniu **C = 0.11 mol/dm3** wykorzystać do ekstrakcji.
* Roztwór **B**: **0.05 mol NH2OH·HCl**
* Rozpuścić **6.95 g chlorowodorku hydroksyloaminy (NH2OH·HCl)** w **900.0 cm3** **wody redestylowanej (*MilliQ*)** i zakwasić **stężonym kwasem azotowym (V)** do **pH = 2**. Dopełnić do **1000.0 cm3** i wymieszać.
* Roztwór **C**: **8.8 mol H2O2 (30%)**
* Roztwór **H2O2** o stężeniu **8.8 mol/dm3** (dostępny w handlu jako roztwór o stężeniu **30%**).
* Roztwór **D**: **1 mol CH3COONH2**
* Rozpuścić **77.1 g octanu amonu (CH3COONH4)** w **900.0 cm3** **wody redestylowanej (*MilliQ*)** i zakwasić **stężonym kwasem azotowym (V)** do **pH = 2**. Dopełnić do **1000.0 cm3** i wymieszać.
* Roztwory do frakcji metali, związanych z glinokrzemianami:
  + Stężony **kwas azotowy (V) (HNO3)**.
  + Stężony **kwas fluorowodorowy (HF)**.
  + Roztwór **kwasu azotowego (V)** o stężeniu **C = 0.1 mol/dm3**.

## 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**.
* 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 I** dodać **100 μl** 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**).
* 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 II** dodać **100 μl** 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**. Próbówka może wymagać wielokrotnego obstukiwania w celu zagaszenia gwałtownej reakcji. Do momentu uspokojenia reakcji należy **obserwować** i **kontrolować** próbówki.
* Pozostawić na dobę **w temperaturze pokojowej**.
* Ogrzewać w bloku grzewczym przez **1 godzinę** w temperaturze **85 °C**.
* Odparować roztwór.
* Do pozostałości dodać **10.0 cm3roztworu 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 μl** 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 probówki polietylenowej przy pomocy **kwasu azotowego o stężeniu C = 0.1 mol/dm3**.
* 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 2022-12-10