

Nazwa kursu: Analiza śladowa i instrumentalna.

Tytuł ćwiczenia: Rozdział jonów metali z użyciem żywicy jonowymiennej i ich detekcja metodą GF AAS.

Proces wymiany jonowej, obok metod strąceniowych (obecnie coraz rzadziej stosowanych) i ekstrakcji ciecz-ciecz, jest jedną z podstawowych metod rozdziału i zateżania substancji, stosowanych w analizie chemicznej. Dzięki wykorzystaniu selektywnych złożeń, możliwe jest oddzielenie jonów analitu od innych składników próbki utrudniających oznaczenie interesujących indywiduów chemicznych. Ponadto, stosowanie złożeń jonowymiennych daje możliwość zateżania analitów, w konsekwencji obniżając granice wykrywalności metod analitycznych. Z tego powodu, techniki wykorzystujące wymianę jonową są szeroko stosowane w chemii analitycznej, chemii środowiska, czy technologii wody.

Rutynowo, wymiana jonowa jest realizowana z użyciem żywicy jonowymiennych (jonitów). Są to ciała stałe, zwykle będące kopolimerem styrenu i diwinylobenzenu, na powierzchni którego znajdują się specyficzne grupy funkcyjne, np. sulfonowa, octanowa, tiolowa czy aminowa. Grupy te decydują o charakterze jonitu – mogą nadawać mu właściwości kationitu (wymieniających kationy) lub anionitu (wymieniających aniony). W zależności od siły oddziaływania z jonami w roztworze, wyróżnia się jonity silnie/słabo kwaśne i silnie/słabo zasadowe. Wybór odpowiedniego typu złoża jest kluczowy dla uzyskania wysokiej selektywności rozdziału.

Umieszczenie żywicy jonowymiennej w kolumnie i przepuszczenie roztworu próbki przez złożę wymusza wielokrotne osiągnięcie stanu równowagi między jonitem, a roztworem, co zwiększa wydajność wymiany jonowej i przyspiesza całą procedurę analityczną. Podczas przepływu roztworu, jony obecne w próbce są zatrzymywane na złożu dzięki wiązaniu się z grupami funkcyjnymi żywicy. Proces ten jest odwracalny, dlatego po zatrzymaniu analitów możliwe jest ich późniejsze wymycie (eluowanie) odpowiednim roztworem, najczęściej o zmienionym pH, wyższym stężeniu elektrolitu lub zawierającym jon konkurencyjny.

Istotną cechą materiałów jonowymiennych jest ich zdolność do wielokrotnego stosowania; po przeprowadzeniu procesu analitycznego, złożę może zostać zregenerowane poprzez przepuszczenie odpowiedniego roztworu, który przywraca pierwotną formę jonitu. Dzięki temu żywice jonowymienne są stosunkowo trwałe i ekonomiczne w użyciu, co ma znaczenie zarówno w analizie laboratoryjnej, jak i w zastosowaniach przemysłowych. Warto zauważyć, że technika wymiany jonowej stanowi podstawę jednej z ważniejszych metod instrumentalnych, tj. chromatografii jonowej. Metoda ta umożliwia jednoczesne oznaczanie wielu anionów i kationów w bardzo niskich stężeniach, nawet na poziomie śladowym.

Złoża jonowymienne znajdują również szerokie zastosowanie poza chemią analityczną. Są wykorzystywane w procesach zmiękczenia i demineralizacji wody, oczyszczaniu ścieków przemysłowych, usuwania metali ciężkich z wód naturalnych lub odzysku cennych pierwiastków z roztworów technologicznych. Dzięki swojej selektywności oraz możliwości chemicznej modyfikacji powierzchni, żywice jonowymienne pozostają jednymi z najbardziej uniwersalnych materiałów stosowanych w procesach separacji chemicznej.



Celem zajęć jest zbadanie potencjału silnie kwaśnego kationitu do rozdzielania wybranych jonów metali, tj. Cd^{2+} , In^{3+} , Pb^{2+} i Tl^{+} .

Przygotowany na wcześniejszych zajęciach, roztwór wielopierwiastkowy zawierający Cd, In, Pb i Tl w stężeniach wynoszących odpowiednio 10, 100, 100 i 100 $\mu\text{g}/\text{dm}^3$, rozcieńczyć 5-krotnie wodą. Dokładnie 25,00 cm^3 otrzymanego roztworu nanieść przy użyciu plastikowej pipety na wcześniej przygotowane złożo jonowymienne (Dowex® 50WX8 hydrogen form, 1,5 g) i zebrać ok. 15-20 cm^3 eluatu celem potwierdzenia, że jony metali zostały ilościowo zatrzymane. Następnie, w taki sam sposób nanieść na kolumnę po 25,00 cm^3 roztworów HNO_3 o stężeniach wynoszących odpowiednio 1, 2 i 6 mol/dm^3 . Za każdym razem zbierać cały eluat z kolumny. Wszystkie otrzymane roztwory oraz pierwotny roztwór wzorca wielopierwiastkowego rozcieńczyć 5-krotnie przy użyciu 1 mol/dm^3 HNO_3 . Roztwory analizować metodą GF AAS w optymalnych warunkach pracy spektrometru, ustalonych na wcześniejszych zajęciach.

Na podstawie otrzymanych danych, obliczyć wydajność zatrzymywania jonów Cd^{2+} , In^{3+} , Pb^{2+} i Tl^{+} na złożu jonowymieniennym w zadanych warunkach procesowych. Następnie, policzyć procentowy odzysk metali w trakcie elucji roztworami HNO_3 o różnych stężeniach i zbilansować licznosc jonów naniesionych i wymytych ze złoża. Bazując na ładunkach jonów poszczególnych metali, wyjaśnić różnice w efektywności ich eluowania i przedyskutować możliwość ich rozdzielania na wykorzystywanym złożu jonowymieniennym.

Zagadnienia do kartkówki:

- charakterystyka żywic jonowymiennych, budowa, rodzaje i właściwości,
- procesy wymiany jonowej; tworzenie wiązań między jonami, a grupami funkcyjnymi,
- analityczne aspekty wymiany jonowej,
- liczenie odzysku i współczynnika wzbogacenia dla procedury analitycznej.

