

Ćwiczenie nr 2

Zagęszczanie jonów żelaza(III) na żywicy jonowymiennej.

1. Proces wymiany jonowej

Proces wymiany jonowej obok metod strąceniowych (obecnie coraz rzadziej stosowanych) i ekstrakcji ciecz-ciecz, jest jedną z podstawowych metod rozdziału i zagęszczania stosowanych w analizie chemicznej. Możliwości rozdziału jakie daje ta metoda wykorzystuje się w celu oddzielenia analitu od innych składników próbki utrudniających lub nawet uniemożliwiających pomiar interesujących nas indywidualności chemicznych. Możliwości zagęszczania analitu pozwalają na obniżenie granic wykrywalności co prowadzi do zwiększenia czułości lub dokładności stosowanej metody analitycznej.

Żywica jonowymienna (jonit) to ciało stałe, zwykle kopolimer styrenu z diwinylobenzenem. Jej podstawową własnością jest zdolność wymiany jonów w nim zawartych na inne, znajdujące się w roztworze. Uzyskuje się to poprzez modyfikację szkieletu polimerowego odpowiednimi jonowymi grupami funkcyjnymi (np. sulfonowa, octanowa, tiolowa, aminowa). Umieszczenie żywicy jonowymiennej w kolumnie i przepuszczenie roztworu próbki przez złożę jonitu wymusza wielokrotne osiągnięcie stanu równowagi między cieczą a roztworem. W ten sposób można zastąpić wielokrotne wytrząsanie żywicy z analizowanym roztworem. Wpływa to na wydajność procesu wymiany jonowej i przyspiesza całą procedurę analityczną.

2. Spektrofotometryczne oznaczanie żelaza(III) – metoda tiocyjanianowa

Oznaczenie to wykonuje się w roztworach wodnych lub acetonowo-wodnych. Jego podstawą jest tworzenie barwnych kompleksów (barwa czerwona) $\text{Fe}(\text{SCN})_2^{2+}$, $\text{Fe}(\text{SCN})_2^+$, ..., aż do $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$, które wykazują maksimum absorpcji w przedziale 470–530 nm. Oznaczenie to wykonuje się w roztworach o pH poniżej 3, by nie dopuścić do hydrolizy jonów Fe^{3+} . Roztwory badane tą metodą nie mogą być jednak zbyt kwaśne by zapewnić odpowiednie stężenie jonów SCN^- .

3. Wykonanie ćwiczenia

Odczynniki

roztwór wzorcowy Fe(III) o stężeniu 100 mg/dm³

roztwór NH₄SCN o stężeniu 50% (m/v)

roztwór HCl o stężeniu 4 mol/dm³

3.1 Przygotowanie roztworów wzorcowych

Do sześciu ponumerowanych kolb miarowych o objętości 25,0 cm³ odpipetować roztwór wzorca Fe(III) (w objętości zapewniającej otrzymanie stężeń 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 mg/dm³) oraz po 4,0 cm³ r-ru HCl. Następnie dodać 10,0 cm³ roztworu rodanku, dopełnić do kreski wodą destylowaną i całość dokładnie wymieszać.

3.2 Przygotowanie badanej próbki

Otrzymany w kolbie (na 200,0 cm³) roztwór do analizy rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

I. Analiza bezpośrednia (bez zagęszczenia)

Pobrać 10,0 cm³ analizy do kolby miarowej o objętości 25,0 cm³. Następnie dodać 4,0 cm³ r-ro HCl i 10,0 cm³ roztworu rodanku. Zawartość dopełnić do kreski wodą destylowaną i całość dokładnie wymieszać.

II. Wymiana jonowa. Osadzanie jonów żelaza na kationicie oraz późniejsza elucja

Pobierać 100,0 cm³ analizy do zlewki. Roztwór ten przepuścić przez złożę jonowymienne, kontrolując szybkość przepływu. Po osadzeniu analit wymyć 10,0 cm³ 4 mol/dm³ HCl do kolby miarowej o objętości 25,0 cm³. Dodać 10,0 cm³ roztworu rodanku, dopełnić do kreski i całość dokładnie wymieszać.

Uwaga: *Do wzorców i badanych próbek roztwór rodanku dodajemy w tym samym czasie, a pomiar absorbancji dokonujemy w czasie nie dłuższym niż 30 min. od wymieszania roztworów.*

3.3 Pomiar absorbancji roztworów wzorcowych oraz próbek

Wykonać pomiary absorbancji roztworów wzorcowych jak i badanych próbek (bez oraz po uprzednim zagęszczeniu) przy $\lambda=510\text{nm}$.

3.4 Opracowanie i dyskusja wyników

Na podstawie wykonanych pomiarów dla roztworów wzorcowych wykreślić krzywą wzorcową. Podać wyrażenie na krzywą kalibracji wyznaczone metodą regresji liniowej ($y = ax$), wraz ze współczynnikiem dopasowania (R^2). Na podstawie krzywej wzorcowej obliczyć i porównać stężenia Fe(III) (w mg/dm³) w analizowanych próbkach przed i po zagęszczeniu (z uwzględnieniem współczynnika (krotności) zagęszczenia). Obliczyć wartość odzysku (w %) dla badanych jonów. Przedyskutować otrzymane wyniki (pod kątem zastosowania żywic jonowymiennych w analizie śladowej) i podać ostatecznie stężenie Fe(III) (w mg/dm³) w próbce (kolba na 200,0 cm³) otrzymanej do analizy.

Zagadnienia do kartkówki

- charakterystyka żywic jonowymiennych, budowa, rodzaje i właściwości
- proces wymiany jonowej oraz zjawiska towarzyszące
- analityczne aspekty wymiany jonowej: zastosowania, ograniczenia, źródła błędów
- spektrofotometryczne oznaczenie żelaza (metoda tiocyjanianowa)

Literatura

1. J. Minczewski, J. Chwastowska, R. Dybczyński, Analiza śladowa, WNT, Warszawa 1973.
2. B. Tremillon, Jonity w procesach rozdzielczych, PWN, Warszawa 1970.
3. D. Muraviev, V. Gorshkov, A. Warshawsky, Ion exchange, Marcel Dekker, New York Basel, 2000.