

Лабораторна робота № 4

Сорбція деяких елементів на вугіллі для визначення їх у природній воді

Сорбція хелатів на активованому вугіллі – один із методів групового концентрування мікроелементів у природних водах. Групове концентрування Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Zn із природних вод досягають адсорбцією мікроелементів активованим вугіллям після переведення їх у 8-оксихінолінати за $pH=8,0$. Сорбцію здійснюють під час фільтрування одержаного осаду через паперовий фільтр, покритий шаром активованого вугілля. Мікроелементи поглинаються кількісно, коефіцієнт поглинання досягає 10^4 . В одержаному концентраті домішки можна визначати безпосередньо після їхньої десорбції нітратною кислотою атомно-абсорбційним або спектрофотометричним методами.

Мета роботи: опанувати техніку сорбційного концентрування та кількісного відокремлення мікроелементів на активованому вугіллі з їхнім подальшим визначенням певним аналітичним методом.

Завдання роботи: провести сорбційно-атомно-абсорбційне визначення важких металів у природній воді.

Апаратура і матеріали:

Стандартний розчин Cu (II), Zn (II), Fe (III) з $T=100$ мкг/мл.

Порошкоподібне активоване вугілля марки БАУ.

8-оксихінолін, 10 % розчин в ацетоні.

Буферний розчин (3 % NH_4Cl + 3 % NH_4OH), 0,5 М.

Нітратна кислота, 1:3.

Природна вода для аналізу, 1–2 л.

Хід виконання роботи

Пробу водопровідної або іншої природної води об'ємом 1 л відбирають у склянку, додають 10 мл аміачного буферного розчину до pH 9 і 1 мл 10 %-го розчину 8-оксихіноліну в ацетоні. Розчин 8-оксихіноліну додають невеликими порціями за постійного перемішування. Одержаний розчин витримують 30 хв. Прозору частину розчину фільтрують через

0,1 г активованого вугілля, яке рівномірно розміщене на паперовому фільтрі діаметром 25 мм і міститься в скляному тиглі, через який здійснюють фільтрування. Фільтрування проводять за допомогою лійки Бюхнера. В таких умовах кількісно сорбуються 8-оксихіноліати Al, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn та інших елементів. У водопровідній воді в кількостях, які достатні для атомно-абсорбційного визначення, містяться Cu, Fe та Zn. Для визначення інших мікроелементів необхідно застосовувати чутливіші методи визначення.

Сорбовані домішки десорбують 10 мл нітратної кислоти (1:3) у колбу об'ємом 25 мл та доводять до позначки дистилатом, розпилюють у полум'ї атомно-абсорбційного спектрофотометра і вимірюють світлопоглинання цинку в полум'ї за довжини хвилі 213,9 нм, купруму – за 324,8 нм, феруму – за 248,3 нм. Вміст елементів визначають за градувальним графіком.

Для приготування еталонних розчинів у п'ять мірних колб місткістю 25,0 мл вносять 25,0; 50,0; 75,0; 100,0; 125,0 мкг стандартного розчину купруму, 25,0; 50,0; 75,0; 100,0; 125,0 мкг стандартного розчину феруму, 12,5; 25,0; 50,0; 75,0; 100,0 мкг стандартного розчину цинку, доводять до позначки водою і перемішують. Одержані розчини фотометрують одночасно з розчином, який аналізують. За методом найменших квадратів розраховують рівняння одержаних градувальних графіків. За рівнянням градувального графіка визначають вміст домішок. Похибка визначення залежить від ретельності проведення сорбції, тому для перевірки правильності аналізу треба паралельно проводити сорбцію та визначення стандартних розчинів тих елементів, які аналізують. Для цього готують модельний розчин визначуваних компонентів і проводять з ним всі стадії пробопідготовки, як і з аналізованою пробкою. Концентрацію аналіту в модельному розчині обирають так, що вона припадала на середину градувального графіка.

Запитання до захисту лабораторних робіт

1. Кількісні характеристики сорбції. Фізико-хімічні характеристики сорбентів: *коефіцієнт розподілу, ступінь вилучення, фактор розділення.*

2. Дайте визначення термінів та поясніть взаємозв'язок між ними: *повна обмінна ємність, статична обмінна ємність, повна динамічна обмінна ємність, динамічна обмінна ємність до проскоку*.
3. Особливості застосування кріогенного концентрування в пробопідготовці рідких зразків та газоподібних речовин. Концентрування з використанням мікропасток та кріофокусування.
4. Охарактеризуйте сорбцію за типами сорбентів. Назвіть найпоширеніші типи неорганічних та органічних сорбентів, які використовують у пробопідготовці об'єктів довкілля.
5. Застосування активованого вугілля в сорбційному концентруванні: типи пор активованого вугілля, будова поверхні пор звичайного та окисненого активованого вугілля, переваги та недоліки сорбції на активованому вугіллі, порівняння з іншими типами сорбентів.
6. Карбонвімісні сорбенти, їхні види, способи одержання, переваги та недоліки застосування.
7. Пористі полімерні сорбенти (ППС): застосування в аналізі, порівняльна характеристика відносно інших типів сорбентів, способи синтезу та модифікації ППС.
8. Комплексоутворювальні сорбенти: сорбенти з прищепленими групами; полімерні гетероланцюгові сорбенти; сорбенти, модифіковані комплексоутворювальними реагентами. Способи модифікації та напрями застосування.
9. Хемосорбційне концентрування в пробопідготовці. Способи вловлювання аерозолів.
10. Для концентрування Cu^{2+} та Ni^{2+} у стічній воді в 2 л досліджуваної води внесли 10 г катіоніту КУ-2-8 і встановили рН 6,0. Коефіцієнти розподілу для Cu^{2+} та Ni^{2+} становлять 1000 і 300 г/мл, відповідно. Після десорбції в концентраті виявили 35,0 мг Cu^{2+} та 7,3 мг Ni^{2+} . Розрахуйте вміст цих іонів у стічній воді (в мг/л). *Відповідь:* $C(\text{Ni}^{2+}) = 6,1$ мг/л; $C(\text{Cu}^{2+}) = 21$ мг/л.
11. Для встановлення сорбційної здатності іонів феруму та титану в дві хімічні склянки помістили по 0,5 г повітряно-сухого катіонообмінника КУ-2 в H^+ -формі і по 1,00 мл розчинів сульфатів титану та феруму, які містили по 1 мг цих металів. В обидві склянки долили 49,0 мл 0,5 М розчину H_2SO_4 . Коли рівновага встановилась, кількості непоглинутих феруму та титану становили, відповідно, 0,004 мг і 0,025 мг. Визначити

- коефіцієнт розподілу та коефіцієнт розділення вказаних елементів за даних умов. Відповідь: $D(\text{Fe}) = 24,9$ л/г; $D(\text{Ti}) = 3,8$ л/г, $S = 6,4$.
12. До трьох грамів катіоніту в H^+ -формі додали 100 мл 0,1525 М розчину NaOH . На момент встановлення рівноваги концентрація іонів гідроксонію зменшилась до 0,0255 М. Визначте статичну обмінну ємність катіоніту. *Відповідь:* 5,93 ммоль/г.
 13. Наважку кристалогідрату ферум (III) сульфату, масою 1,4020 г, розчинили в колбі місткістю 100,0 мл. Аліквоту одержаного розчину об'ємом 10,0 мл пропустили через катіоніт в H^+ -формі. На титрування елюату витратили 12,4 мл 0,1207 М розчину NaOH . Визначте склад досліджуваного кристалогідрату. *Відповідь:* $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.
 14. У хімічну склянку помістили 5,0 г повітряно-сухого сильнокислотного катіоніту в H^+ -формі. Потім у цю склянку влили 200 мл 0,12 М розчину гідроксиду натрію. Після встановлення іонообмінної рівноваги зі склянки декантували 100 мл, на нейтралізацію якого витратили 20 мл 0,06 М розчину H_2SO_4 . Визначте повну обмінну ємність катіоніту. *Відповідь:* 3,84 ммоль/г.
 15. Розрахуйте масу сульфокатіоніту в H^+ -формі та аніоніту в OH^- -формі, необхідну для очищення 1000 м^3 природної води, що містить 0,025 г/л NaCl , 0,04 г/л MgSO_4 , 0,12 г/л $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$. Повна обмінна ємність катіоніту 4,2 моль/кг, а аніоніту – 3,5 моль/кг. *Відповідь:* 613,2 та 735,8 кг.
 16. Для аналізу відбрали 5100 г золотовмісної руди, яку повністю розчинили. Золото перевели в ціанідні комплекси, сумарний об'єм розчину становив 10 л. Десяту частину цього розчину пропустили через колонку з 10 г активованого вугілля, яке кількісно сорбує золото. Після сорбції вугілля спалили, маса золи становила 0,5378 г. Аналіз золи методом пробірної плавки показав, що вміст золота в ній становить 0,0015 г. Розрахуйте вміст золота в руді, активованому вугіллі та золі, а також ступінь його концентрування (порівняно з рудою на всіх етапах аналізу). *Відповідь:* $\omega(\text{Au})_{\text{руда}} = 2,94 \cdot 10^{-4} \%$; $\omega(\text{Au})_{\text{вуг}} = 0,015 \%$; $\omega(\text{Au})_{\text{зола}} = 0,278 \%$; ступінь концентрування становить 1 : 51 : 946.
 17. Під час розробки методики сорбційно-хроматографічного визначення лимонену в повітрі лабораторії фармацевтичного заводу через сорбційну пастку-концентратор (сорбційний патрон), що містила 100 мг активованого вугілля, з допомогою помпи впродовж t хв пропускали повітря зі швидкістю v мл/хв. Розрахуйте ефективність вилучення $\eta_{\text{сорб}}$ (%) лимонену активованим вугіллям та повноту його десорбції CS_2

$\eta_{\text{десорб}}$ (%), якщо після закінчення досліду в підключеній послідовно сорбційній пастці було визначено m_1 мкг лимонену, а кількість лимонену, екстрагованого CS_2 з досліджуваного сорбенту, дорівнювала m_2 мкг. Вміст лимонену в повітрі лабораторії фармацевтичного заводу, розрахований з допомогою референтної методики, складав C мг/м³.

№ з/п	t , хв	v , мл/хв	m_1 , мкг	m_2 , мкг	C , мг/м ³	Відповідь	
						$\eta_{\text{сорб}}$, %.	$\eta_{\text{десорб}}$, %.
1	10	100	0,9	8,5	10	91,0	93,4
2	15	100	1,1	7,9	10	92,7	56,8
3	15	100	0,8	13,9	11	95,2	88,5
4	10	50	0,5	4,3	10	90,0	95,6
5	20	30	0,2	5,7	10	96,7	98,3
6	30	20	0,1	5,8	10	98,3	98,3
7	30	50	1,6	18,8	15	92,9	90,0
8	20	100	3,6	15,9	15	82,0	97,0
9	45	20	2,0	10,9	15	85,2	94,5
10	60	20	0,5	16,6	15	97,2	94,9

18. Для визначення пари акрилонітрилу в повітрі робочої зони використовували сорбційний патрон зі 100 мг сорбенту карботрап. Повітря робочої зони пропускали через сорбційний патрон упродовж t хв зі швидкістю v мл/хв. Розрахуйте вміст акрилонітрилу в повітрі робочої зони (мг/м³), якщо за умов концентрування ефективність сорбції аналіту на карботрап дорівнює $\eta_{\text{сорб}}$ %, а ефективність термічної десорбції за одержання хроматограми $\eta_{\text{десорб}}$ %. За результатами хроматографування знайдено m мкг акрилонітрилу.

№ з/п	t , хв	v , мл/хв	m , мкг	$\eta_{\text{сорб}}$, %	$\eta_{\text{десорб}}$, %	Відповідь
						C , мг/м ³
1	10	30	3,4	90	93	13,5
2	10	50	5,2	85	94	13,0
3	10	100	7,3	80	95	9,6
4	20	30	8,4	91	91	16,9
5	20	50	6,7	86	93	8,4
6	20	100	7,1	76	95	4,9
7	30	30	9,0	87	90	12,8
8	30	50	11,3	85	93	9,5
9	30	100	15,5	79	95	6,9
10	60	20	16,2	90	94	16,0