

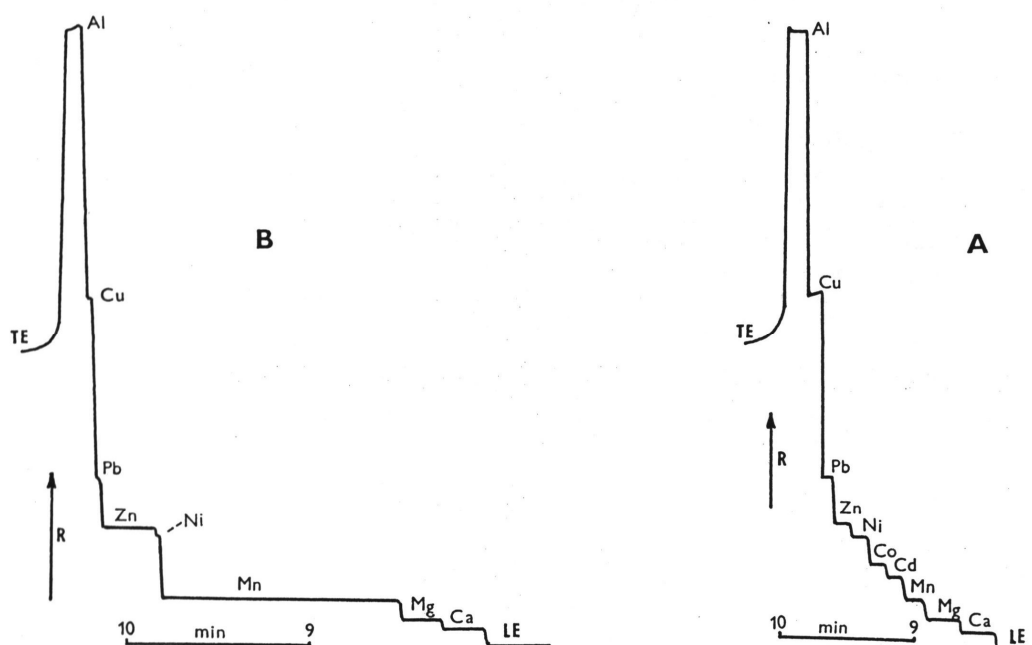
IZOTACHOFORÉZA

APLIKAČNÝ LIST č. 8

STANOVENIE ŤAŽKÝCH KOVOV VO VODÁCH

CHARAKTERISTIKA:

Bol navrhnutý spôsob ITP analýzy ťažkých kovov /Mn, Cd, Co, Ni, Pb, Al/ v pitných, povrchových príp. odpadných vodách na úrovni ppb spojený s jednoduchou úpravou vzorky. Predúprava vzorky spočíva v ich nakoncentrovaní. Pre tento účel je veľmi výhodná aplikácia sorbentov s chemickými viazanými chelatačnými skupinami. Chelatačný sorbent Spheron Thiol bol použitý na sorpciu Cd, Ni, Zn, Pb vo vzorkách pitnej vody vsádzkovou metódou.



Obr. 1 : Záznam analýzy iónov kovov z analytickej kolóny

A – modelová zmes /koncentrácie cca $5 \cdot 10^{-5}$ mol/l resp. 3-20 ppm/

B – pitná voda po 100-násobnom zakoncentrovaní /stanovené koncentrácie v μ l/l resp. ppb:

Mn=50; Ni=3; Zn=22; Pb=12; Cu=3; Al=4/

Podmienky: vodiaci elektrolyt (LE):
 $2 \cdot 10^{-2}$ M CH_3COOH + $1,75 \cdot 10^{-2}$ M kyselina α -hydroxyizomaslová /HIBA/ +
10% PEG/polyetylenglykol/ + 0,1% HEC/hydroxyetylcelulóza, pH=4,8

zakončujúci elektrolyt (TE):

10^{-2} M CH_3COOH

predseparačná kolóna $l=90$ mm, $I_1=350$ μ A, analytická kolóna, $l=90$ mm, $I_2=75$ μ A, $V=30$ μ l

Technika práce pri zakoncentrovani kovových ionov

Aby sa zabránilo kontaminácií z laboratórných nádob, je potrebné ich pred použitím nechať stáť v HNO₃ /10%/ . Nie je vhodné používať sklo, nádoby z polyetylénu, teflonu. Zásobné roztoky elektrolytov, štandardov, elučné roztoky, doporučujeme uchovávať v nádobách z polypropylénu alebo kremeňa.

Separáčna schéma za použitia extrakcie tuhou fázou

1. úprava sorbentu, 2. úprava vzorky, 3. sorpcia vzorky upraveným sorbentom, 4. oddelenie sorbentu od roztoku, 5. odstránenie makrozložiek /Ca, Mg/ premytím 0,1M CH₃COOHNa, pH=7,0 /30 ml/, 6. premytie sorbentu deionizovanou vodou 30 ml, 7. desorpcia analytu 1 M HNO₃ /8 ml/, 8. odľúkání eluátu do sucha teplým vzduchom /sušič vlasov/, 9. rozpustenie odparok v definovanom objeme 10⁻³ M HNO₃ , 10. analýza metódou ITP

Úprava sorbentu

Na zakoncentrovanie môžu byť použité 2 metódy : a –statická /vsádzková/, b – dynamická. Pre uvedený typ sorbentu a danú vzorku lepšia výťažnosť bola dosiahnutá statickou /vsádzkovou/ sorpciou. K práci môžu byť použité separáčne mikrokolónky Spheron Thiolom 1000, ktoré sú vyrábané a dodávané Ústavom polymérov CCHV SAV v Bratislave, Dúbravská cesta 1, s množstvom náplne 0,5g. Pracovná forma sorbentu bola dosiahnutá postupným premytím : metanol, deionizovaná voda, HNO₃ 1M, deionizovaná voda do neutrálnej reakcie, NaOH 1M, deionizovaná voda do neutrálnej reakcie, tlmivý roztok CH₃COOHNa 1M pH=7,0. Použité boli 2 kolónové objemy skúmadla /ako je objem sorbentu/ a 10 kolónových objemov deionizovanej vody.

Úprava pitnej vody

Odobraté bolo presne 400 ml vodovodnej vody, ktorá bola prefiltrovaná cez mikrofilter nylon Separon TM /výrobca Tessek Ltd., Praha/.

Zakoncentrovanie ťažkých kovov vo vode

K prefiltrovanej vzorke bolo vsypané 0,5g upraveného sorbentu a pridaný tlmivý roztok 1M CH₃COOHNa pH=7,0 /50ml/ a roztok so sorbentom za občasného pretrepania stál 12 hodín. Sorbent bol oddelený od vzorky vody preliatím cez pôvodnú mikrokolónku s fritou. Po oddelení celého roztoku sorbent bol premytý 0,1M CH₃COOHNa pH=7,0 /30ml/, deionizovanou vodou /30ml/. Desorpcia sa uskutočnila 1M HNO₃ /8ml/. Eluát bol odľúkaný do sucha a odparok rozpustený v 1 ml HNO₃ 10M. Celý objem sa odobral do striekačky a dávkoval dávkovacím kohútom do ITP analyzátoru. ITP analýza bola uskutočnená v podmienkach uvedených pod obrázkom. Celá predúprava po 12 hodinovom staní trvá cca 1 hodinu.

Literatúra:

1. M.Hutta, D. Kaniansky, V. Zelenská, E. Šimuničová, V. Madajová, A. Šišková : Solid phase extraction for sample preparation in capillary ITP, Radioanal. Nucl. Chem., 1992

Prístroje pre izotachofórezu a kapilárnu zónovú elektroforézu vyrába:
Villa Labeco s.r.o., Chrapčiakova 1, 052 01 Spišská Nová Ves
www.villalabeco.sk