

Nowe rozwiązania w zakresie analityki specjacyjnej bromków/bromianów(V) oraz chromu(III)/chromu(VI) w próbkach środowiskowych z wykorzystaniem chromatografii jonowej

Streszczenie

Praca dotyczy możliwości zastosowania chromatografii jonowej w układzie elucji izokratycznej i detekcji konduktometrycznej lub UV do jednoczesnego oznaczania bromków i bromianów(V) oraz jonów chromu(III) i chromu(VI) w próbkach środowiskowych.

W części eksperymentalnej opisano po dwie metodyki oznaczania jonów bromianowych(V) oraz jonów Cr(III)/Cr(VI) w wodach.

Pierwsza z nich – metodyka bezpośrednia oznaczania bromianów(V) – polega na jednoczesnym rozdzielaniu jonów: F^- , BrO_3^- , Cl^- , NO_2^- , NO_3^- , Br^- , PO_4^{3-} i SO_4^{2-} za pomocą eluentu węglanowego i ich detekcji konduktometrycznej. Opisana metodyka wykorzystując wysoko selektywne wymiennicze jonowe w kolumnach analitycznych pozwala na rozdzielanie jonów bromianowych(V) nawet w obecności wysokich stężeń jonów chlorkowych, które zazwyczaj przeszkadzają w tego rodzaju oznaczeniach.

W drugiej opisanej metodyce – metodyce pośredniej oznaczania bromianów(V) – wykorzystano reakcję derywatywacji za kolumną, polegającą na redukcji jonów bromianowych(V) do jonów tribromkowych i ich wykrywaniu za pomocą detektora UV pracującego przy długości fali 267 nm.

Sprawdzono wpływ wybranych, najczęściej obecnych w próbkach wody nieorganicznych jonów na oznaczanie oraz przeprowadzono walidację obydwu metodyk. Uzyskane wyniki wskazują, że opisane metodyki są odpowiednie do oznaczania bromianów(V) w wodach do picia, w których ich stężenie nie powinno przekraczać $10 \mu\text{g}/\text{dm}^3$. Dokładniejsza i bardziej czuła okazała się metodyka pośrednia, która wymaga jednak stosowania bardziej złożonych procedur. Obydwie metodyki zastosowano do oznaczania bromianów(V) w wodach do picia, wodach surowych i ozonowanych. Określono wpływ czasu i sposobu przechowywania próbek na zmiany stężeń jonów bromkowych i bromianowych(V) oraz odzyski jonów analitu.

Kolejny fragment części eksperymentalnej zawiera opis dwóch metodyk oznaczania jonów chromu(III) i chromu(VI) w wodach.

Pierwsza z nich polega na rozdzieleniu jonów Cr(III) i Cr(VI) w kolumnach z wypełnieniem mieszanym i bezpośrednim oznaczaniu jonów Cr(VI) oraz pośrednim oznaczaniu jonów Cr(III) po ich utlenieniu do Cr(VI). Oznaczanie jonów Cr(III)/Cr(VI) na poziomie stężeń $\mu\text{g}/\text{dm}^3$ przeprowadzono za pomocą detektora UV pracującego przy $\lambda = 365 \text{ nm}$.

Druga badana metodyka dotyczy selektywnego oznaczania jonów Cr(VI), które ze względu na swoje silne rakotwórcze właściwości są od wielu lat przedmiotem szczególnej uwagi chemików analityków oraz toksykologów. Opisana metodyka pozwala na dokładne i czułe oznaczanie jonów Cr(VI) na poziomie stężeń poniżej $1 \mu\text{g}/\text{dm}^3$ nawet w próbkach o obciążonej matrycy.

Opisane metodyki zastosowano z powodzeniem do oznaczania jonów chromu w próbkach wody do picia, wody deszczowej, wody z jeziora oraz wyciągów wodnych ze stałych odpadów galwanicznych.

Praca zawiera obszerny przegląd literaturowy dotyczący analityki specjacyjnej bromków i bromianów(V) oraz Cr(III)/Cr(VI). Z danych tych wynika, że oznaczanie bromianów(V) oraz jonów chromu jest możliwe nawet na niższym poziomie stężeń, wymaga to jednak stosowania bardzo drogich i unikalnych przyrządów. Techniki łączone nie są powszechnie stosowane w laboratoriach, ze względu na cenę i wysokie

wymagania techniczne.

Opisane w niniejszej pracy proste metodyki nie wymagają tak wyrafinowanego oprzyrządowania, a zastosowanie odpowiednich kolumn analitycznych i procedur postępowania pozwala oznaczać bromiany(V) oraz jony Cr(III) i Cr(VI) na poziomie śladów z zastosowaniem prostego przyrządu do chromatografii jonowej z detektorem konduktometrycznym lub UV.