



Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr

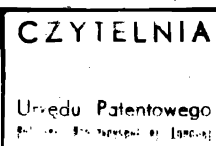
Int. Cl.<sup>2</sup> G01N 31/06

Zgłoszono: 11.08.77 (P. 200238)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 19.06.78

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1982



**Twórcy wynalazku:** Jerzy Ciba, Henryk Stec, Zbigniew Gregorowicz

**Uprawniony z patentu tymczasowego:** Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,  
Gliwice (Polska)

### **Kolektor do zatężania mikrogramowych ilości jonów metali**

Przedmiotem wynalazku jest kolektor do zatężania mikrogramowych ilości jonów metali.

Dotychczas do zatężania mikrogramowych ilości jonów metali stosuje się współstrącanie, strącanie, wymianę jonową kolumnową i bibuły jonowymienne w chromatografii bibułowej. Bibuły jonowymienne mają zastosowanie głównie do rozdzielania śladowych zawartości metali. Znane jest również wydzielanie śladów wybranych metali ciężkich polegające na zatrzymaniu ich na wymienniczu w kolumnie, a następnie przepuszczenie przez bibułę filtracyjną, w wyniku czego tworzy się na powierzchni bibuły warstwa wymiennicza z osadzonymi śladami metali.

Wadą tego sposobu jest duża czasochłonność i konieczność stosowania szeregu operacji, jak wypełnienie kolumny wymienniczem, osadzanie metalu na wymienniczu, wymycie tych śladów metali i pozorne wprowadzenie na wymiennicze, którego jest znacznie mniej niż w kolumnie, sączenie wymiennicza i suszenie bibuły. Otrzymana bibuła z warstwą wymiennicza jest nietrwała, nie nadaje się do przechowywania i transportu. Kolektor do zatężania mikrogramowych ilości jonów metali według wynalazku ma osadzoną w strukturze materiału hydrofilowego substancję trudno rozpuszczalną w wodzie i zdolną do wymiany jonowej z zateżonymi jonami, przy czym korzystnie substancja ta jest zabezpieczona polimerem lub kopolimerem trudno przepuszczalnym dla składników atmosfery i rozpuszczalnym w wodzie. Jako substancję trudno rozpuszczalną w wodzie i zdolną do wymiany jonowej korzystnie stosuje się siarczki o iloczynie rozpuszczalności w zakresie od  $10^{-20}$  do  $10^{-30}$ , fosforany, fluorki, szczawiany, siarczany ziem alkalicznych, 8-hydroksychinolina i jej pochodne, ditizon i jego pochodne, sole dwuetylodwutiokarbaminianowe, kwas monotiomocznikowo-3-nitroftalowy i jego pochodne oraz wymiennicze jonowe kationocenne korzystnie poliuretanowe, np: Wofatyt KPS, Dowex 50, Amberlit IR.

Materiałem hydrofilowym są np: bibuła, lignina, włókna lniane, bawełniane, wełniane, gąbka naturalna i poliuretanowa. Polimerem lub kopolimerem rozpuszczalnym w wodzie trudno przepuszczalnym dla składników atmosfery są korzystnie polimer lub kopolimer winylowy, bądź akrylowy oraz ich pochodne, polimer celulozy, żelatyna. Próbkę zawierającą zateżone jony przesąca się przez kolektor.

Użycie kolektora według wynalazku w stosunku do znanych rozwiązań pozwala na: skrócenie czasu zateżenia, eliminuje operację przygotowania próbki oraz operację wytrącania osadu — nośnika, umożliwia bezpośrednie oznaczanie jonów metali metodami instrumentalnymi. Ponadto zastosowanie kolektora pozwala na zateżenie dużej mocy jonów na stosunkowo małej masie bibuły.

Przykład I. Bibułę chromatograficzną nasycano 3M wodnym roztworem  $ZnCl_2$  i wilgotną zanurzono do komory wypełnionej siarkowodorem. Wyjęto po trzech godzinach, wypłukano w wodzie redestylo-

wanej do zaniku reakcji na jony chlorkowe w roztworze myjącym. Następnie zanurzono do 1% roztworu wodnego metylocelulozy i wysuszono w temperaturze  $100^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Kolektor ten zatrzymywał jony rtęci z roztworów o stężeniu  $1 \mu\text{Hg}^{+2}/\text{dm}^3$  do  $1000 \mu\text{Hg}^{+2}/\text{dm}^3$ , oraz jony miedzi w tym samym zakresie.

**Przykład II.** Bibułę chromatograficzną zanurzono do 3 M roztworu wodnego chlorku wapniowego i po wysuszeniu w temperaturze  $105^{\circ}\text{C}$  ponownie zanurzono do kąpeli 3 M roztworu fosforanu amonodwusodowego. Po wyjęciu i wysuszeniu w temperaturze  $105^{\circ}\text{C}$  bibułę ponownie płukano 2% roztworem fosforanu amonodwusodowego w wodzie redestylowanej, a następnie wodę redestylowaną z dodatkiem metylo celulozy. Stężenie metylocelulozy wynosiło 1 g na  $100 \text{ cm}^3$  wody. Kolektorem tym zatężano lantan III oraz cer III w zakresie stężeń 10–500  $\mu\text{g}$ .

**Przykład III.** Bibułę nasyciono 3 M wodnym roztworem chlorku wapniowego i wysuszono, a następnie nasyciono 3 M roztworem wodnym fluorku amonowego. Bibułę suszono w temperaturze  $102^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Po wysuszeniu zanurzono do 1% roztworu kwasu fluorowodorowego, a następnie płukano w wodzie redestylowanej do zaniku reakcji na jony chlorkowe w roztworze płuczącym. Kolektorem zatężano jony lantanu III i ceru III w zakresie stężeń 50–100  $\mu\text{g}$  w próbce o pojemności  $100 \text{ cm}^3$ .

**Przykład IV.** Gąbkę poliuretanową nasyciono 3 M roztworem chlorku antymonu. Wilgotną bibułę zawieszono w komorze wypełnionej siarkowodorem. Po 5 godzinach wyjęto bibułę i płukano w wodzie redestylowanej zakwaszonej kwasem solnym, następnie w gorącej wodzie redestylowanej. Po wysuszeniu gąbkę spryskano 5% roztworem poliakryloamidu. Kolektorem tym zatrzymano 0,5  $\mu\text{g}$ –50  $\mu\text{g}$  miedzi II w  $500 \text{ cm}^3$  próbki z dokładnością 80–88%.

**Przykład V.** Pasek z płótna nasyciono nasyconym roztworem metanolem 8-hydroksychinoliny i wysuszono, a następnie powleczono 5% roztworem wodnym poliakryloamidu. Kolektorem tym zatężono 10–100  $\mu\text{g}$  glinu w próbce o objętości  $100 \text{ cm}^3$ .

**Przykład VI.** Gąbkę naturalną zanurzono do 0,1% czterochlorkowego roztworu ditizonu z dodatkiem 0,1% kwasu monotimocznikofталowego. Po wysuszeniu bibułę zanurzono do 2% wodnego roztworu metylocelulozy. Kolektorem tym zatężano 5–100  $\mu\text{g}$   $\text{Ag}^{+}$  w  $100 \text{ cm}^3$  próbki 5–300  $\mu\text{g}$  cynku w próbce  $100 \text{ cm}^3$ .

**Przykład VII.** Bibułę chromatograficzną nasyciono 2 M roztworem chlorku cynkowego. Po wysuszeniu zanurzono do 5% roztworu dwumetylodwutiokarbaminianu sodowego. Następnie bibułę wysuszono i płukano w wodzie redestylowanej do zaniku reakcji na jony chlorkowe. Wysuszony kolektor zanurzono do 1% roztworu żelatyny i suszono w temperaturze  $40^{\circ}\text{C}$ . Kolektor ten zatrzymywał jony miedzi w ilości  $1 \mu\text{g}/\text{dm}^3$ –500  $\mu\text{g}/\text{dm}^3$  oraz jony rtęci, żelaza, talu III, bizmutu również w ilościach podanych wyżej.

**Przykład VIII.** Bibułę nasyciono żywicą otrzymaną z kwasu 2-ketoguanidynobenzoowego, mocznika i formaliny w stosunku wagowym 1:3:5. Po wysuszeniu bibułę zanurzono do wody na 1,5 godziny. Następnie próbkę sączono przez bibułę. Zatężano od 10  $\mu\text{g}$   $\text{Ag}^{+}$  z próbki zawierającej zużyty utrwalacz fotograficzny.

**Przykład IX.** Bibułę powleczono zawiesiną Wofatytu KPS (polikondensaty fenolowe) w 10% wodnym roztworze poliakryloamidu. Po wysuszeniu bibułę zanurzono do wody na 1,5 godziny. Następnie próbkę przesączono przez bibułę. Zatężono 200  $\mu\text{g}$   $\text{Cu}^{+2}$  z próbki wody destylowanej z instalacji miedziowej.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Kolektor do zatężania mikrogramowych ilości jonów metali zawierający materiał hydrofilowy, **znamienny tym**, że ma osadzoną w strukturze materiału hydrofilowego substancję trudnorozpuszczalną w wodzie i zdolną do wymiany jonowej z zatężanymi jonami, przy czym korzystnie ta substancja jest zabezpieczona polimerem lub kopolimerem trudnoprzepuszczalnym dla składników atmosfery i rozpuszczalnym w wodzie.

2. Kolektor według zastr. 1, **znamienny tym**, że jako substancję trudnorozpuszczalną w wodzie i zdolną do wymiany jonowej zawiera siarczki o iloczynie rozpuszczalności w zakresie od  $10^{+20}$  do  $10^{-30}$ , fosforany, fluorki, szczawiany, siarczany ziem alkalicznych, 8-hydroksy-chinolinę i jej pochodne, ditizon i jego pochodne, sole dwumetylodwutiokarbaminianowe, kwas monotiomocznikowo-3-nitroftalowy i jego pochodne oraz wymiennicze jonowe kationoczynne korzystnie politiometanowe.

3. Kolektor według zastr. 1, **znamienny tym**, że jako polimer lub kopolimer trudnorozpuszczalny w wodzie zawiera polimery lub kopolimery winylowe, akrylowe oraz ich pochodne, polimery celulozy, żelatynę.