

OZNACZANIE KATIONÓW METALI Z WYKORZYSTANIEM IZOTACHOFOREZY

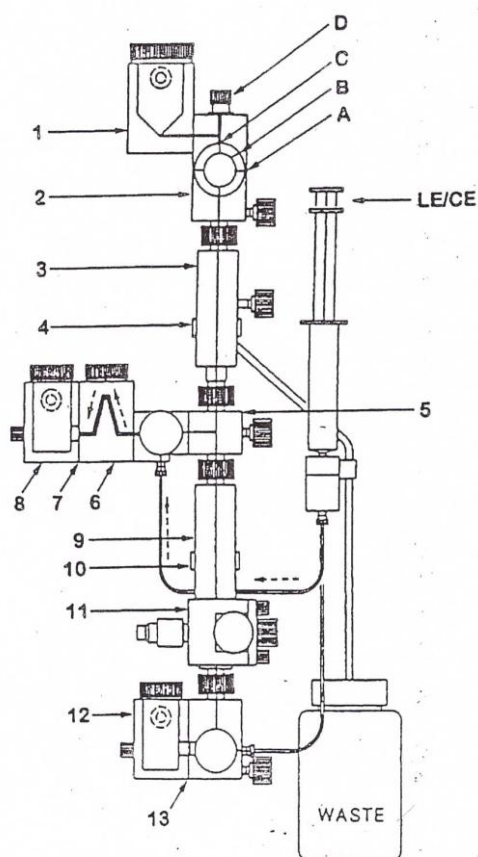
Izotachoforeza znalazła szerokie zastosowanie w oznaczaniu wielu substancji, m.in. organicznych kwasów i zasad, nieorganicznych kationów i anionów, aminokwasów i peptydów oraz w oznaczaniu biopolimerów i syntetycznych jonotwórczych polimerów. Zaliczamy ją do analitycznych technik elektromigracyjnych, w których ruch jonów rozdzielanych substancji odbywa się w zewnętrznym polu elektrycznym. Szybkość poruszania się jonów w tym polu jest wprost proporcjonalna do natężenia tego pola.

Izotachoforeza wykorzystuje dwa różne układy buforowe, zwane elektrolitem wiodącym (LE) i elektrolitem kończącym (TE), przy czym elektrolit wiodący zawiera jony o ruchliwości większej od jonów próbki, a elektrolit kończący zawiera jony o ruchliwości mniejszej od jonów próbki.

Podczas jednorazowej analizy techniką izotachoforezy można rozdzielić i oznaczyć jony o tym samym znaku – kationy lub aniony.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z technikami elektromigracyjnymi, w szczególności z izotachoforezą, poprzez oznaczanie wybranych jonów metali w próbkach.

Aparatura:



1. Zbiornik elektrolitu kończącego (TE)
2. Blok nastrzykowy (A, B, C)
3. Kolumna wstępnego rozdzielania
4. Detektor konduktometryczny
5. Blok rozgałęziający
6. Blok zatrzymujący
7. Półprzepuszczalna membrana
8. Zbiornik elektrolitu wiodącego (LE)
9. Kolumna analityczna
10. detektor konduktometryczny
11. Detektor UV
12. Zbiornik elektrolitu wiodącego (LE)
13. Półprzepuszczalna membrana

LE, CE strzykawki z elektrolitem wiodącym dla kolumny wstępnego rozdzielania i kolumny analitycznej

Rys. 1. Poglądowy schemat analizatora elektroforezy kapilarnej EA100 [instrukcja obsługi]

Przygotowanie aparatu do pracy:

1. Włączyć aparat.
2. Przepłukać układ wodą dejonizowaną i usunąć wodę.
3. Napełnić elektrolitem wiodącym zbiornik CE2 i kolumnę analityczną.
4. Napełnić elektrolitem wiodącym zbiornik CE1, blok buforujący i kolumnę wstępnego rozdzielania.
5. Napełnić elektrolitem kończącym zbiornik TE.
6. Usunąć z układu pęcherzyki powietrza.
7. Uruchomić program komputerowy sterujący aparatem.

Przeprowadzenie analizy:

1. Sprawdzić poprawność przygotowania aparatu do pracy.
2. Analizowaną próbkę umieścić w strzykawce (zawór dozujący w pozycji poziomej - A).
3. Wprowadzić próbkę do pętli dozującej.
4. Przekręcić zawór dozujący w pozycję pionową - C (na ok. 1 s w pozycji B).
5. Zamknąć przezroczystą pokrywę aparatu (do zakończenia analizy nie otwierać drzwiczek).
6. Uruchomić analizę w programie komputerowym.
7. Po zakończeniu analizy przekręcić zawór dozujący w pozycję poziomą – A.
8. Przepłukać i napełnić kolumny elektrolitem wiodącym (zaczynając od kolumny analitycznej, dolnej).

Po przeprowadzonym ćwiczeniu należy sporządzić sprawozdanie. Na podstawie krzywej wzorcowej, dostępnej u prowadzącego ćwiczenia, należy wskazać stężenie oznaczanych jonów w analizowanych próbkach. Wyciągnąć wnioski.

Literatura:

Techniki elektromigracyjne. Teoria i praktyka. Opracowanie pod redakcją Bogusława Buszewskiego, Eweliny Dziubakiewicz, Michała Szumskiego, Wydawnictwo MALAMUT, Warszawa 2012.