

Synteza i zastosowanie modyfikowanych materiałów SBA-15 z odwzorowaniem jonowym w analityce wybranych metali szlachetnych

Marzena Dąbrowska

Streszczenie pracy doktorskiej

Szerokie zastosowanie metali szlachetnych w wielu dziedzinach technologii i przemysłu skutkuje znacznym wzrostem ich zawartości w środowisku naturalnym. Pierwiastki te pod wpływem wysokich temperatur, zachodzących reakcji chemicznych, a także w obecności odpowiednich ligandów mogą ulegać transformacji w związki o wysokiej biodostępności oraz toksyczności dla człowieka. W związku z tym, niezwykle ważnym zadaniem staje się kontrola zawartości metali szlachetnych w poszczególnych składnikach ekosystemu. Oznaczanie metali szlachetnych w próbkach rzeczywistych wykonuje się najczęściej za pomocą techniki atomowej spektrometrii absorpcyjnej z atomizacją w kuwecie grafitowej (GF AAS). Niestety, niskie zawartości metali szlachetnych oraz obecność innych pierwiastków w znacznym nadmiarze, skutkuje wystąpieniem licznych interferencji i brakiem możliwości bezpośrednich oznaczeń. W związku z tym, istnieje konieczność wprowadzenia etapu wzbogacania i oddzielenia od matrycy metali szlachetnych przed ich oznaczeniem. Zadanie to może zostać zrealizowane za pomocą metod ekstrakcyjnych, w szczególności za pomocą ekstrakcji do fazy stałej (SPE), która polega na adsorpcji jonów znajdujących się w fazie ciekłej na stałym sorbencie. W technice SPE niezwykle ważny jest dobór sorbentu, o odpowiednich właściwościach. Spośród wszystkich poznanych dotąd sorbentów stosowanych w ekstrakcji do fazy stałej na szczególną uwagę zasługują mezoporowate materiały krzemionkooorganiczne z odwzorowaniem jonowym. Posiadają one zalety modyfikowanych materiałów typu SBA-15, takie jak prostota syntezy, wysoka odporność termiczna, czy duża powierzchnia właściwa, a dodatkowo wprowadzenie odwzorowania jonowego zapewnia znaczny wzrost powinowactwa oraz selektywności względem odciskanych jonów metalu.

Celem rozprawy doktorskiej była synteza i charakterystyka fizykochemiczna materiałów typu SBA-15 z odwzorowaniem jonowym Pt(IV), Pt(II), Pd(II) i Au(III) modyfikowanych za pomocą alkoksylsilanu zawierającego grupy rodankowe oraz ocena ich przydatności do wstępnego wydzielenia i wzbogacenia platyny, palladu i złota z roztworów otrzymanych po mineralizacji próbek geologicznych.

Przeprowadzone badania obejmowały jednoetapową syntezę zol-żel materiałów typu SBA-15 modyfikowanych za pomocą tiocyjanianopropylotrietoksylsilanu (TCTES),

w obecności odwzorowywanego jonu metalu przy użyciu różnych stosunków molowych tetraetoksyilanu i monomeru modyfikującego oraz różnych ilości odciskanych jonów, a następnie posyntezyowe odmycie odwzorowywanych jonów metali szlachetnych. Uzyskane materiały poddano badaniom za pomocą technik XRD, XPS, FTIR oraz SEM, a także wyznaczono ich izotermę niskotemperaturowej adsorpcji/desorpcji azotu, dzięki czemu określono wpływ ilości monomeru modyfikującego i odciskanego jonu na morfologię otrzymanych materiałów oraz ich parametry strukturalne. Wykonano także szereg badań modelowych, w celu określenia możliwości zastosowania uzyskanych materiałów w procesach wzbogacania/wydzielania jonów Au(III), Pt(IV), Pt(II) oraz Pd(II) z roztworów otrzymanych w wyniku kwasowej mineralizacji próbek geologicznych.

Przeprowadzone badania pozwoliły stwierdzić, że materiały z odwzorowaniem jonowym charakteryzują się wyższą pojemnością adsorpcyjną oraz lepszą selektywnością w stosunku do odciskanych jonów metali niż materiały kontrolne. Ponadto, w przypadku materiałów z odwzorowaniem jonowym czas potrzebny do ustalenia się równowagi adsorpcyjnej jest znacznie krótszy niż w przypadku materiałów kontrolnych. Analiza przeprowadzonych wyników badań umożliwiła opracowanie schematu procedury analitycznej umożliwiającej oznaczenie platyny, palladu oraz złota w rzeczywistych próbkach geologicznych. W celu walidacji przedstawionej procedury analitycznej zawartość palladu, platyny i złota oznaczono w certyfikowanych materiałach odniesienia pochodzenia geologicznego. Otrzymano zadowalającą zgodność uzyskanych wyników z wartościami umieszczonymi w certyfikacie. Oszacowano także wartości niepewności rozszerzonej zaproponowanego postępowania analitycznego.