

Streszczenie rozprawy doktorskiej

„Zastosowanie elektrod modyfikowanych polimerem i metalem w oznaczeniach woltamperometrycznych”

Ilona Weronika Sadok

Podstawą niniejszej rozprawy doktorskiej jest dorobek naukowy obejmujący prace dotyczące przygotowania i zastosowania nowych elektrod pracujących w woltamperometrycznych oznaczeniach związków biologicznie aktywnych (paracetamolu, kwasu askorbinowego, kofeiny, dopaminy) oraz jonów metali ciężkich (rtęci, bizmutu, srebra). Elektrody pracujące zostały przygotowane poprzez modyfikację powierzchni nośnika – elektrody z węgla szklatego oraz elektrody diamentowej domieszkowanej borem – błonką polimeru (Nafionu, funkcjonalizowanego polisiloksanu lub polisilseskwioksanu) oraz metalem (pyłem ołowianym, elektrochemicznie osadzonymi drobinami ołowiu i bizmutu).

W ramach objętych tematem rozprawy badań przeprowadzono optymalizację procedur modyfikacji powierzchni elektrod diamentowych domieszkowanych borem błonką Nafionu i metalem (ołowiem lub bizmutem) oraz woltamperometrycznych procedur oznaczania związków biologicznie aktywnych na tak przygotowanych elektrodach pracujących. Metodyka przygotowania tego typu elektrod obejmuje, m.in. naniesienie roztworu Nafionu w etanolu na powierzchnię elektrody oraz elektrochemiczne osadzanie drobin metalu (ołowiu, bizmutu) metodą *in situ*.

Elektrody modyfikowane Nafionem i ołowiem zostały zastosowane jako elektrody pracujące w woltamperometrycznych procedurach jednoczesnego oznaczania paracetamolu i kwasu askorbinowego oraz paracetamolu i dopaminy. Wykazano, że jednoczesna modyfikacja powierzchni elektrody diamentowej domieszkowanej borem błonką Nafion i ołowiem pozwala na obniżenie granic wykrywalności oznaczanych substancji, poprawę selektywności oznaczeń i powtarzalności sygnałów analitycznych. Zastąpienie ołowiu elektrochemicznie osadzonymi drobinami bizmutu doprowadziło do uzyskania nowego, nietoksycznego elektrochemicznego czujnika, którego potencjał aplikacyjny wykazano w trakcie optymalizacji woltamperometrycznej procedury jednoczesnego oznaczania paracetamolu i kofeiny. Badania elektrochemiczne potwierdziły, że jednoczesna modyfikacja powierzchni elektrody Nafionem i bizmutem pozwala na uzyskanie lepiej ukształtowanych

polisiloksanów rozszerzono o badania ^{29}Si CP/MAS NMR, XPS i FTIR. Potencjał aplikacyjny elektrod z węgla szklanego modyfikowanych błonką polisiloksanu i nanocząstkami ołowiu wykazano podczas oznaczania śladowych stężeń jonów Hg(II), Bi(III) i Ag(I) w próbkach wód naturalnych oraz Ag(I) w komercyjnie dostępnych produktach zawierających srebro.

Sprawdzono możliwość zastosowania innych metali (miedzi, bizmutu, antymonu, złota, srebra) jako modyfikatorów powierzchni elektrod pracujących pokrytych błonką polisiloksanu. Najlepsze wyniki otrzymano podczas elektrochemicznego osadzania drobin miedzi prowadzące do około 2-krotnego wzmocnienia sygnału Hg(II). Jednakże obserwowane wzmocnienie było niższe niż te uzyskane na elektrodzie modyfikowanej drobinami ołowiu. Pozostałe metale wykluczono jako modyfikatory powierzchni elektrod pokrytych błonką polisiloksanu z uwagi na obniżenie natężenia prądu pików Hg(II) lub jego wzmocnienie wynikające z nakładania się sygnałów utlenienia metalicznego modyfikatora i rtęci.

Ponadto, przeprowadzono badania mające na celu wykazanie możliwości zastąpienia funkcjonalizowanych polisiloksanów innymi organiczno-nieorganicznymi materiałami opartymi na krzemionce - polisilsekwioksanami, które charakteryzują się bardziej uporządkowaną powierzchnią. Zole polisilsekwioksanów przygotowano metodą zol-żel w wyniku współkondensacji 1,2-bis(trietoksyl)etanu, 1,4-bis(trietoksyl)benzenu, bis(trietoksyl)propylo)disiarczku, bis[3-(trietoksyl)propylo]tetrasiarczku lub bis[3-(trietoksyl)propylo]moczniku z MPTMS w obecności CTAB. Powierzchnię elektrod pokrytych błonką polisilsekwioksanu modyfikowano dodatkowo osadzającymi in situ nanocząstkami ołowiu. Badania wykazały, że elektrody modyfikowane błonką funkcjonalizowanego polisilsekwioksanu i nanocząstkami ołowiu mogą być stosowane jako elektrody pracujące w woltamperometrycznych oznaczeniach Hg(II). Jednakże ich elektrochemiczne właściwości są gorsze w porównaniu z elektrodami pokrytymi błonką funkcjonalizowanego polisiloksanu przygotowanymi w analogiczny sposób.

Sadok Blana