

Streszczenie rozprawy doktorskiej

Procedury oznaczania śladowych stężeń Ga(III), In(III) i Ti(IV) w próbkach wód naturalnych metodą adsorpcyjnej woltamperometrii strippingowej z wykorzystaniem różnych elektrod pracujących

Joanna Wasąg

Szerokie wykorzystanie w przemyśle galu, indu i tytanu przyczynia się do konieczności monitorowania śladowych stężeń tych pierwiastków w środowisku. Adsorpcyjna woltamperometria strippingowa (AdSV) jest techniką, która umożliwia detekcję nawet niewielkich ilości różnych jonów metali w próbkach wodnych. Dzięki wykorzystaniu metody AdSV opracowano procedury oznaczania Ga(III), In(III) i Ti(IV) charakteryzujące się niskimi granicami wykrywalności, dużą szybkością i niewielkimi kosztami analizy. Ważnym aspektem w badaniach metodą woltamperometrii strippingowej jest dobór odpowiedniej elektrody pracującej. Dawniej najczęściej używaną elektrodą pracującą była wisząca kroplowa elektroda rtęciowa (HMDE), jednak ze względu na wykorzystywane w niej duże ilości toksycznej rtęci, obecnie dąży się do zastąpienia jej elektrodami bardziej przyjaznymi dla środowiska laboratoryjnego, których parametry analityczne będą porównywalne do elektrod rtęciowych.

Celem prowadzonych badań było opracowanie procedur umożliwiających bezpośrednie oznaczanie śladowych stężeń jonów Ga(III), In(III) i Ti(IV) w wodnych próbkach środowiskowych o skomplikowanej matrycy z wykorzystaniem różnych elektrod pracujących. Elektrodami zastosowanymi w badaniach były: błonkowa elektroda ołowiowa (PbFE), błonkowa elektroda bizmutowa (BiFE) oraz elektroda z odnawialnym filmem amalgamatu srebra (Hg(Ag)FE). Uzyskane w opracowanych procedurach granice wykrywalności są porównywalne z tymi otrzymanymi z wykorzystaniem jako elektrody pracującej, elektrody HMDE. Jako że, nagromadzenie analitu odbywa się w wyniku procesu adsorpcji kompleksów oznaczanych jonów, we wszystkich procedurach do roztworu wprowadzany był czynnik kompleksujący, którym najczęściej był kupferron. Tylko w jednej pracy zastosowano jako czynnik kompleksujący kwas chloranilowy. W celu uzyskania jak najlepszych parametrów pomiarowych optymalizacji poddano szereg czynników mających istotny wpływ na uzyskiwany sygnał analityczny. I tak sprawdzano, jak na otrzymywane piki

na voltamperogramach wpływa rodzaj i stężenie elektrolitu podstawowego, stężenie czynnika kompleksującego, potencjał i długość czasu nagromadzenia oraz stężenie jonów metalu z którego tworzona była *in situ* błonka na powierzchni elektrody stałej (w przypadku procedur z wykorzystaniem elektrody BiFE oraz PbFE).

Kolejnym ważnym aspektem w części doświadczalnej mojej rozprawy doktorskiej było opracowanie warunków eliminacji interferencji od związków organicznych mogących występować w próbkach naturalnych i uniemożliwić przeprowadzenie pomiarów. Interferencje te związane są głównie z obecnością związków powierzchniowo czynnych i substancji humusowych. W badaniach sprawdzono wpływ na pomiary kwasów humusowych i fulwowych, naturalnej materii organicznej, biosurfaktantu oraz surfaktantów o różnym ładunku: niejonowego Tritonu X-100, anionowego dodecylosiarczanu sodu (SDS) i kationowego bromku heksadecylotrimetyloamoniowego (CTAB). Związki te mogą tłumić lub powodować całkowity zanik sygnału analitycznego oznaczanego pierwiastka dlatego tak ważne stało się wyeliminowanie ich wpływu na sygnał analityczny w opracowanych przeze mnie procedurach. W tym celu zastosowano metodę wstępnego mieszania próbek z żywicą o właściwościach adsorpcyjnych Amberlite XAD-7. Substancje interferujące podczas procedury mieszania ulegały adsorpcji na powierzchni żywicy, natomiast badany analit pozostawał w roztworze i mógł być ilościowo oznaczany za pomocą danej procedury badawczej. Dodatkowo w każdej pracy sprawdzono wpływ jonów obcych (mogących występować w próbkach środowiskowych) na uzyskiwany techniką AdSV sygnał analityczny.

W celu oceny skuteczności opisanych procedur badawczych, sprawdzono odzyski danych jonów metali w certyfikowanych materiałach odniesienia i środowiskowych próbkach wodnych. W zależności od oznaczanego metalu, stosowano jako materiał certyfikowany NASS-5 (woda morska), SPS-WW1 (woda odpadowa) oraz SPS-SW1 (woda powierzchniowa). Analizie poddano także próbki wód z rzeki Bystrzyca, z Zalewu Zemborzyckiego, wody deszczowej i dodatkowo wody wodociągowej.

Na podstawie przeprowadzonych badań opracowano 7 procedur analitycznych pozwalających na bezpośrednie oznaczanie galu, indu i tytanu w naturalnych próbkach wodnych bez konieczności ich wcześniejszego, często czasochłonnego przygotowywania. Wspomniane metody charakteryzują się niskimi granicami wykrywalności, szerokimi

zakresami liniowości krzywych kalibracyjnych i mają wysoki potencjał do praktycznego zastosowania w badaniach środowiskowych.