

Zastosowanie nowej konstrukcji elektrod do oznaczeń i specjacji wybranych jonów i związków organicznych metodą woltamperometrii strippingowej

Mateusz Ochab

Metoda woltamperometrii strippingowej (SV) należy do jednej z metod analizy śladowej. Cechuje się ona stosunkowo niskim kosztem aparatury pomiarowej, możliwością jej miniaturyzacji czy prowadzenia pomiarów w warunkach polowych. Metoda ta, z uwagi na występujący w procedurze pomiarowej etap zatężania, pozwala na oznaczanie śladowych stężeń jonów nieorganicznych, a także związków organicznych. Dodatkowo, w wielu przypadkach umożliwia bezpośrednią analizę specjacyjną pierwiastków. Z uwagi na rosnące wymagania dotyczące oznaczania coraz to niższych stężeń związków chemicznych w próbkach środowiskowych, przemysłowych czy biologicznych, stawiane są rosnące wymagania analitykom. W przypadku metod strippingowych, opracowuje się lub modyfikuje procedury w celu zarówno obniżenia granic wykrywalności, jak również minimalizacji wpływu interferentów. Ważnym zagadnieniem jest również dobór odpowiedniego materiału elektrodowego, który powinien charakteryzować się niskim kosztem, łatwością przygotowania elektrody, jak również jak najmniejszym wpływem na środowisko i człowieka.

Celem niniejszej pracy było opracowanie procedur oznaczania wybranych jonów i związków biologicznie aktywnych przy wykorzystaniu stałej elektrody ołowiowej, jak również zastosowanie podwójnego nagromadzania i strippingu w celu obniżenia granicy wykrywalności i eliminacji interferencji podczas oznaczania jonów As(III) i Se(IV).

W ramach objętych tematyką pracy badań, dokonano opracowania siedmiu procedur analitycznych, umożliwiających zarówno oznaczanie niskich stężeń wybranych jonów i związków organicznych, jak również zmniejszenia wpływu interferentów podczas oznaczania jonów As(III) i Se(IV) metodą anodowej woltamperometrii strippingowej (ASV). W opracowanych procedurach wykorzystano zarówno klasyczny układ pomiarowy z jedną elektrodą pracującą, jak również układ do podwójnego nagromadzania i strippingu, który zawierał dwie elektrody robocze.

Stała elektroda ołowiowa zastosowana w tej pracy stanowi nowe rozwiązanie konstrukcji elektrody pracującej. Jest ona alternatywą do stosowanych elektrod rtęciowych

czy elektrod błonkowych. Elektroda ta, cechuje się szerokim zakresem katodowym, a wyniki uzyskane z jej wykorzystaniem odznaczają się dobrą powtarzalnością. Dodatkowo, przy jej zastosowaniu wyeliminowano etap generowania błonki metalu, co zarówno skraca czas analizy, jak również zmniejsza ilość ścieków. Ilość folii ołowiowej zawartej w elektrodzie (masa ok. 10 mg) umożliwia wykonanie setek pomiarów bez znaczącego jej zużycia. Stałą elektrodę ołowiową zastosowano w woltamperometrycznych procedurach oznaczania jonów Mo(VI), cytrynianu sildenafilu i rutozydu, jak również w procedurach jednoczesnego oznaczania: jonów Co(II) i Ni(II) oraz rutozydu i kwasu foliowego. Wykorzystano w tych procedurach metodę adsorpcyjnej woltamperometrii strippingowej (AdSV). W trakcie opracowywania procedur oznaczania powyższych związków poddano optymalizacji szereg parametrów, tj.: skład elektrolitu podstawowego, stężenie czynnika kompleksującego czy parametry nagromadzenia. Opracowane procedury zwalidowano z wykorzystaniem certyfikowanych materiałów odniesienia lub preparatów farmaceutycznych, uzyskując wyniki zgodne z wartościami z deklarowanymi. Uzyskane wyniki potwierdziły możliwość zastosowania stałej elektrody ołowiowej od oznaczania śladowych stężeń jonów i związków biologicznie aktywnych z zastosowaniem metod strippingowych.

Druga część badań wiązała się z zastosowaniem podwójnego nagromadzenia i strippingu w celu obniżenia granic wykrywalności jonów As(III) i Se(IV) metodą ASV oraz zmniejszenia wpływu interferentów. W przypadku jonów As(III) dokonano doboru elektrod pracujących oraz sposobu strippingu arsenu z pierwszej elektrody pracującej. Badania wykazały, że zastosowanie podwójnego nagromadzenia i strippingu umożliwia obniżenie granicy wykrywalności As(III) o ok. 10 razy, w porównaniu do układu klasycznego z jedną elektrodą pracującą. Dodatkowo, zastosowanie czynnika kompleksującego oraz dobór sposobu strippingu arsenu z pierwszej elektrody umożliwiły oznaczenie jonów As(III) w obecności 100-krotnego nadmiaru Pb(II) i 50-krotnego nadmiaru Cu(II). Uzyskana selektywność oznaczeń As(III) w obecności Cu(II), jest znacznie lepsza niż w procedurach dotychczas opisanych w literaturze dla metody ASV. W przypadku jonów Se(IV) wykazano, że zastosowanie podwójnego nagromadzenia i strippingu umożliwia ok. 6-krotne obniżenie granicy wykrywalności oraz zmniejszenie wpływu interferentów.