

Poznań, dnia 22.12.2023 r.

Michał Janeda  
Politechnika Poznańska  
Wydział Technologii Chemicznej

## Streszczenie rozprawy doktorskiej

### **„Oznaczanie metali wzbogaconych na nanomateriałach z zastosowaniem optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą indukowaną mikrofalowo”**

Promotor rozprawy doktorskiej:

dr hab. inż. Mariusz Ślachciński

W pracy przedstawiono zastosowanie technik nieciągłego wprowadzania mikropróbek nanomateriałów wzbogaconych o określone jony do plazmy indukowanej mikrofalowo w celu jednoczesnego oznaczania pierwiastków w próbkach wód.

Opracowano procedurę wyizolowania/wzbogacania wybranych metali z matrycy wodnej na wielościennych nanorurkach węglowych (MWCNTs), opartą na ekstrakcji dyspersyjnej do mikrofazy stałej (DMSPE), a także techniki umożliwiające wprowadzanie mikrolitowych objętości zawiesin nanorurek oparte na układzie rozpylacz/poosiowa komora mgielna.

Pierwszy system składał się z pneumatycznego rozpylacza v-rowkowego i poosiowej komory mgielnej i został przystosowany do dyskretnego wstrzykiwania porcji (10  $\mu\text{L}$ ) zawiesiny do plazmy mikrofalowej (DMSPE-DSIS-MIP OES).

Drugi system stanowił dozownik, złożony z generatora ultradźwiękowego (USS) wyposażonego w cztery niezależne króćce do podawania roztworów/próbek, dwóch pomp strzykawkowych, pompy perystaltycznej i poosiowej komory mgielnej. Technika DMSPE-USS-MIP OES zastosowano do przeprowadzenia kalibracji on-line, wstrzykiwania mikroobjętości zawiesiny (15  $\mu\text{L}$ ) oraz wprowadzania roztworu wzorca wewnętrznego, w jednym urządzeniu, bez konieczności demontowania układu

Trzeci sposób mikropróbkowania polegał na zastosowaniu wiązki laserowej (Nd:YAG 266 nm) do wprowadzania oznaczanych składników do plazmy mikrofalowej w formie aerozolu/cząstek, po odparowaniu bezpośrednio z nanomateriałów (LA-MIP OES).

Dokonano optymalizacji metodą jednej zmiennej i metodą wieloczynnikową (simpleks), parametrów związanych z pracą plazmy oraz systemu wprowadzania. Dobrano kompromisowe warunki procesu wzbogacania oznaczanych składników i przygotowania próbek. Porównano wartości podstawowych parametrów analitycznych opracowanych systemów: granice wykrywalności (LOD), precyzja (%RSD) ze standardowym układem wprowadzania roztworów (rozpylacz Meinharda/cyklonowa komora mgielna) oraz zbadano wpływ pierwiastków matrycowych, powszechnie występujących w próbkach wód (Na, K, Mg, Ca). Wartości LOD ( $3\sigma$ ) uzyskane techniką DMSPE-DSIS-MIP OES wynosiły 0,7 i 0,1  $\mu\text{g L}^{-1}$  odpowiednio dla Cd i Pb, natomiast otrzymane techniką DMSPE-USS-MIP OES były równe 0,4; 1,0; 0,5; 0,1 oraz 0,7  $\mu\text{g L}^{-1}$  odpowiednio dla kadmu, kobaltu, chromu, ołowiu i cynku. Zastosowanie techniki łączonej LA-MIP OES pozwoliło uzyskać granice wykrywalności wynoszące odpowiednio 0,4; 0,4; 0,3; 0,2 oraz 0,2  $\mu\text{g L}^{-1}$  dla Cd, Co, Cr, Pb i Zn. Precyzje dla wszystkich technik, dla oznaczanych składników, zawierały się w przedziale 5–9%.

Użyteczność opracowanych technik sprawdzono poprzez oznaczenie wybranych składników w certyfikowanych materiałach odniesienia (CRM): ERM-CA011b, SRM 1643e, TMDA-54.5. Metody zastosowano do oznaczenia kadmu, kobaltu, chromu, ołowiu i cynku w wodzie morskiej, wodzie rzecznej i jeziornej.

22.12.2023 *Michał Janeda*

data i podpis autora