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 mikrolitrowych 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 µL) 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. Technikę DMSPE–USS–MIP OES zastosowano do przeprowadzenia kalibracji on–line, wstrzykiwania mikroobjętości zawiesiny (15 µL) 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 pracę 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 (3σ) uzyskane techniką DMSPE–DSIS–MIP OES wynosiły 0,7 i 0,1 µg 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 µg 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 µg 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
.....
data i pod