

Nanomateriały węglowe w mikroekstrakcji jonów metali ciężkich

K. Kocot^a, B. Zawisza^a, E. Margui^b, I. Queralt^c, M. Hidalgo^b, K. Pytlakowska^a, R. Sitko^a

^a*Institut Chemii, Uniwersytet Śląski, Szkolna 9, 40-006 Katowice, Poland*

^b*Department of Chemistry, University of Girona, Campus Montilivi s/n, 17170 Girona, Spain*

^c*Institute of Earth Sciences, "Jaume Almera", CSIC. Sole Sabaris s/n, 08028 Barcelona, Spain*

Niewidoczne dla naszego oka nanomateriały towarzyszą nam w wielu dziedzinach życia codziennego. Stanowią one obiekt szerokiego zainteresowania wielu grup badawczych na całym świecie. Dzięki swoim specyficznym właściwościom nanocząstki (ang. nanoparticles, NPs) znajdują zastosowanie także w chemii analitycznej, jako alternatywne sorbenty w różnorodnych technikach wydzielania pojedynczych substancji organicznych lub nieorganicznych bądź grup związków. Zastępowanie powszechnie stosowanych sorbentów przez NPs umożliwia modyfikacje klasycznych technik przygotowania próbek tak by były mniej kosztowne, nieskomplikowane i zgodne z zasadami „zielonej chemii”. Zastosowanie NPs umożliwiło rozwój technik mikroekstrakcyjnych, w których zużywa się nieznaczne ilości rozpuszczalników i generuje przy tym małe ilości odpadów. Jedną z najnowszych technik mikroekstrakcyjnych to dyspersyjna mikroekstrakcja do fazy stałej (ang. dispersive micro-solid phase extraction, DMSPE), w której do ciekłej próbki dodawany jest sorbent (kilkadziesiąt lub kilkaset µg) o dużym powinowactwie do oznaczanej substancji. Następnie badany roztwór jest mieszany przez określony czas aż do całkowitej homogenizacji próbki. Właściwości fizyko-chemiczne sorbentów mają podstawowe znaczenie dla wydajności i precyzji w DMSPE.

Celem prowadzonych badań było opracowanie metod zateżania i oznaczania pierwiastków śladowych z wykorzystaniem DMSPE oraz:

- (i) metody całkowitego odbicia promieniowania rentgenowskiego (ang. total reflection X-ray fluorescence, TXRF), sorbent – wielościennie nanorurki węglowe [1], oraz
- (ii) rentgenowskiej spektrometrii fluorescencyjnej z dyspersją energii (ang. energy dispersive X-ray fluorescence, EDXRF), sorbent – grafen.

Zastosowanie w charakterze sorbentów wielościennych nanorurek węglowych oraz grafenu, pozwoliło na wykorzystanie unikalnych właściwości tych nanomateriałów tj. dużej powierzchni właściwej, wysokiej pojemności sorpcyjnej oraz wysokiego stopnia rozproszenia w próbkach ciekłych. Dzięki wykorzystaniu DMSPE wyeliminowano problemy występujące w klasycznej mikroekstrakcji do fazy stałej, związane m.in. ze stratami złoża w kolumnie. Zastosowanie rentgenowskiej spektrometrii fluorescencyjnej w charakterze techniki pomiarowej umożliwia analizę wielopierwiastkową, co w znacznej mierze zmniejsza czas i koszty prowadzenia badań. Ponadto daje ona możliwość analizy próbek stałych, dzięki czemu dodatkowa elucja zaadsorbowanych na powierzchni NPs analitów nie jest konieczna.

W celu uzyskania najlepszych warunków prowadzenia eksperymentu, zoptymalizowano parametry takie jak: pH, objętość próbki, ilość sorbentu oraz odczynnik kompleksującego a także czas prowadzenia sorpcji. W badaniach sprawdzono także wpływ obecności niejonowego środka powierzchniowo czynnego (Tritonu X-100) na precyzję opracowanej procedury analitycznej. Opracowane połączenia DMSPE-EDXRF oraz DMSPE-TXRF pozwoliły na uzyskanie wysokich współczynników zateżania oraz niskich granic wykrywalności, w szybki, niekosztowny i przyjazny dla środowiska sposób. Zaproponowane procedury zostały zastosowane do jednoczesnego oznaczania jonów metali ciężkich w próbkach wód.

[1] K. Kocot, B. Zawisza, E. Margui, I. Queralt, M. Hidalgo, R. Sitko, *J. Anal. At. Spectrom.* 28 (2013) 736-742.