

STRESZCZENIE

Wody pitne i środowiskowe zawierają śladowe ilości jonów metali. Wraz z jonami niezbędnymi w prawidłowym funkcjonowaniu organizmów żywych w wodach, obecne są również jony mające toksyczne, a nawet rakotwórcze właściwości. Monitorowanie stężenia tych jonów w wodach jest istotnym elementem dbałości o środowisko naturalne. Literatura naukowa proponuje wykorzystanie stałych sorbentów w celu zateżania/oddzielania śladowych ilości jonów metali przed ich oznaczaniem. Niestety, większość proponowanych sorbentów wykazuje właściwości adsorpcyjne głównie w stosunku do kationowych form metali. A tylko nieliczne z nich mają dobre właściwości adsorpcyjne w kierunku anionowych form metali.

W ramach niniejszej rozprawy doktorskiej zsyntezowano nowe nanokompozyty węglowe na bazie G i GO z nanocząstkami tlenku ceru (IV) (G/CeO_2 i GO/CeO_2) oraz nanocząstkami tlenku glinu ($Al_2O_3/nano-G$ i Al_2O_3/GO), które charakteryzują się dobrymi właściwościami adsorpcyjnymi w stosunku do kationowych jak i anionowych form wybranych metali. Otrzymane nanokompozyty węglowe przebadano technikami spektroskopowymi i mikroskopowymi, które pozwoliły na określenie struktur otrzymanych nanokompozytów i potwierdziły osadzenie nanocząstek CeO_2 i Al_2O_3 na arkuszach G i GO. Wyznaczono optymalne wartości pH adsorpcji wybranych jonów metali na zsyntezowanych nanokompozytach i wyznaczono maksymalne pojemności sorpcyjne G/CeO_2 (8,4 - 119,4 mg g⁻¹), GO/CeO_2 (5,8 - 30, 0 mg g⁻¹), $Al_2O_3/nano-G$ (32,8 mg g⁻¹) i Al_2O_3/GO (43,9 - 53,9 mg g⁻¹) w oparciu o model izotermi Langmuira.

Proces adsorpcji jonów metali na nanokompozytach przebadano pod kątem wpływu czasu adsorpcji i objętości próbek oraz potencjalnych interferentów i kwasu humusowego na odzyski analitów. Otrzymane nanokompozyty węglowe wykorzystano do opracowania nowych metod analitycznych pozwalających na oznaczenie pierwiastków śladowych. Opracowano metody dyspersyjnej ekstrakcji do mikro fazy stałej (DMSPE), w których nanokompozyty wykorzystano jako sorbenty do zateżania, specjacji i oznaczania jonów metali w próbkach wód. Po procesie adsorpcji pierwiastki były oznaczane bezpośrednio na nanokompozytach za pomocą rentgenowskiej spektrometrii fluorescencyjnej z dyspersją energii (EDXRF). Połączenie metody DMSPE z analizą EDXRF pozwoliło na pominięcie etapu wymywania analitu z sorbentu, a więc wyeliminowanie użycia szkodliwych rozpuszczalników. DMSPE/EDXRF eliminuje źródła błędów związanych z ewentualnymi stratami analitów i zanieczyszczeniem próbki, a także pozostaje w zgodzie z zasadami Zielonej Chemii Analitycznej. W przypadku oznaczania chromu ze względu na koincydencje spektralne linii chromu Cr K_α (5,41 keV) z liniami ceru Ce L_α (4,84 keV) i Ce L_β (5,26 keV) pochodzących od G/CeO_2 i GO/CeO_2 , konieczne było wyekstrahowanie analitu z tych nanokompozytów i oznaczenie go za pomocą optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie sprzężonej indukcyjnie (ICP-OES).

Dla opracowanych metod analitycznych wyznaczono parametry walidacyjne takie jak: granica wykrywalności i oznaczalności, liniowość, precyzję, dokładność i selektywność. Selektywna adsorpcja wybranych jonów seleniu (Se(IV)) w obecności Se(VI), arsenu (As(V)) w obecności As(III)) i chromu (Cr(III)) w obecności Cr(VI)) na zsyntezowanych nanokompozytach, dały podstawy do przeprowadzenia analizy specjacyjnej i oznaczenia wybranych form specjacyjnych pierwiastków w próbkach wód.