

STRESZCZENIE

Nieustannie postępująca urbanizacja i szybki rozwój przemysłu stawiają przed współczesną chemią analityczną wiele wyzwań dotyczących wiarygodnej analizy próbek środowiskowych, metalurgicznych i żywności. Oczekuje się, że stosowane metody pozwolą na wykonywanie dokładnych i precyzyjnych analiz przy jednoczesnej redukcji czasu i kosztów niezbędnych do jej przeprowadzenia. Obecnie stosowane wielkogabarytowe urządzenia pomiarowe do absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w piecu grafitowym (GF AAS) czy optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP OES) pozwalają na wiarygodne oznaczanie wielu pierwiastków na poziomie śladowym i ultraśladowym, jednakże zastosowanie powyższych metod wiąże się z pewnymi niedogodnościami. Wśród nich za najważniejsze uważa się bardzo wysokie koszty zakupu oraz eksploatacji aparatury pomiarowej, co w sposób oczywisty przekłada się na koszt jednostkowy wykonania analizy. Dodatkowo, ze względu na swoje gabaryty, aparatura ta nie może być stosowana *in-situ*, a analiza próbek o złożonej matrycy wymaga wielogodzinnego ich przygotowania do pomiaru. Oba te czynniki znacząco wydłużają również czas wykonania samej analizy.

Z tego powodu, współczesny rozwój metod analizy pierwiastkowej próbek rzeczywistych skupiony jest wokół opracowywania alternatywnych źródeł wzbudzenia, od których oczekuje się zapewnienia przynajmniej tak samo dobrej charakterystyki analitycznej, przy jednoczesnym wpasowywaniu się w postępujący globalnie trend miniaturyzacji. Dąży się więc do opracowania konstrukcji urządzeń pomiarowych o rozmiarach na tyle niewielkich, żeby można było zastosować daną aparaturę w miejscu i czasie rzeczywistym, co pozwoliłoby wyeliminować lub ograniczyć do minimum etap pobierania i zabezpieczania (zwykle poprzez zakwaszenie) próbek oraz ich transportu do laboratorium. To w konsekwencji ma prowadzić do ograniczenia zużycia stężonych odczynników na etapie przygotowania próbek oraz skrócenia czasu trwania samej analizy. Jednocześnie nie pomija się aspektu związanego z kosztami wytworzenia oraz utrzymania wspomnianych źródeł wzbudzenia, dlatego proponowane konstrukcje opracowuje się z zastosowaniem stosunkowo tanich i łatwo dostępnych komponentów, co z kolei przekłada się na redukcję kosztów związanych z wykonywaniem pomiarów.

W związku z powyższym, celem niniejszej pracy doktorskiej było opracowanie konstrukcji oraz rozwój zminiaturyzowanych źródeł wzbudzenia, wykorzystujących wyładowanie jarzeniowe generowane pod ciśnieniem atmosferycznym w kontakcie z przyływającymi roztworami analitów. W początkowym etapie prac skonstruowano układ pomiarowy, w którym analizowany roztwór mógł pełnić rolę zarówno katody jak i anody. Taka konstrukcja pozwoliła stosować nowo opracowane źródło wzbudzenia jako dwa osobne układy – wyładowanie jarzeniowe generowane w kontakcie z ciekłą anodą (FLA APGD) oraz wyładowanie jarzeniowe generowane w kontakcie z ciekłą katodą (FLC APGD). Dzięki temu możliwe było zastosowanie obu wspomnianych układów do niektórych badań, porównanie podobieństw i różnic między nimi oraz określenie ich potencjału analitycznego. Dodatkowo drugą z elektrod mógł stanowić zarówno metalowy pręt jak i strumień gazu przepływającego przez rurkę wykonaną z odpowiedniego materiału. Takie rozwiązanie pozwalało w niektórych przypadkach całkowicie wyeliminować stosowanie gazu osłonowego, co przekładało się na niższe koszty związane z eksploatacją stosowanej aparatury pomiarowej. Po zakończeniu prac konstrukcyjnych, układy te zostały sprzęgnięte z optyczną spektrometrią emisyjną, służącą w niniejszych badaniach do detekcji promieniowania emitowanego przez badane źródła wzbudzenia. W toku prowadzonych badań opracowane konstrukcje były dodatkowo modyfikowane w celu poprawy wybranych parametrów analitycznych.

W kolejnych etapach, nowo opracowane układy pomiarowe zastosowano do analizy pierwiastkowej. Analizy te zostały zaplanowane w taki sposób, aby odnosiły się do możliwie największej liczby wcześniej problemów związanych ze stosowaniem tego typu źródeł wzbudzenia. Dlatego prezentowane w niniejszej rozprawie doktorskiej badania skupiały się na poprawie granic wykrywalności trudno oznaczalnych pierwiastków, oznaczaniu nowych pierwiastków, modyfikacji składu analizowanego roztworu oraz opracowywaniu technik przygotowania próbek, pozwalających na znaczące skrócenie czasu trwania analizy.