

Povzetek

Doktorsko delo obravnava razvoj in preučevanje novih pristopov priprave in uporabe bizmutovih in antimonovih elektrod, njihovo karakterizacijo ter nadaljnjo optimizacijo z namenom izboljšanja elektroanaliznih zmogljivosti za merjenje sledov izbranih ionov težkih kovin. Del raziskav je obsegal tudi študij uporabe laserske ablacije za pripravo mikroelektrod. (a) Razvit je bil protokol, ki je primeren za anodno stripping voltametrično določevanje sledov Hg(II) v 1,0 M HCl z in-situ pripravljeno tankoslojno antimonovo elektrodo (SbFE) v prisotnosti Cu(II). Raziskave so pokazale dobre zmogljivosti SbFE, primerljive z elektrodami na osnovi zlata, ki je eden od najpogosteje uporabljenih elektrodnih materialov za merjenje sledov Hg(II). (b) Preučevane so bile možnosti uporabe in-situ pripravljene tankoslojne bizmutove elektrode (BiFE) pri bolj kislih pogojih (pH 2) ob prisotnosti tartratnih ionov, ki ugodno vplivajo na razširitev uporabnega napetostnega območja BiFE v katodni smeri. Predlagan postopek se je dobro izkazal za merjenje nizkih koncentracij Zn(II) pri pH 2, kar doslej z BiFE pri takšnih pogojih praktično ni bilo izvedljivo. (c) Izvedena je bila depozicija bizmutovega sloja na nizu zlatih nano-elektrod (AuF-NEE) za anodno stripping voltametrično merjenje sledov Pb(II) z in-situ in ex-situ pripravljeno AuF-NEE; ex-situ različica je izkazovala nižjo spodnjo mejo zaznave, in sicer $0,03 \mu\text{g L}^{-1}$. (d) Študirana je bila in-situ depozicija bizmuta na konvencionalno zlato elektrodo (BiF-AuE), v blago alkalnem mediju (pH 9), v kombinaciji z adsorpcijsko katodno stripping voltametrijo in kompleksantom DMG za sočasno merjenje nizkih koncentracij Ni(II) in Co(II). Takšna kombinacija velja za precej neobičajno, v tem primeru pa se je izkazala kot ugodna, zaradi dodanih tartratnih ionov, ki so preprečili hidrolizo bizmuta, in predlaganega ter optimiziranega dvostopenjskega depozicijskega protokola. (e) Raziskave so obravnavale pripravo in karakterizacijo makro-porozne bizmutove elektrode pripravljene na osnovni tiskani ogljikovi elektrodi (mp-BiF-CSPE). Elektroda je bila pripravljena s pomočjo polistirenskih mikro-kroglic, ki so služile kot šablona za elektrokemijsko depozicijo bizmuta in so bile po depoziciji raztopljene v toluenu. Zaradi povečane elektrodne površine je mp-BiF-CSPE izkazovala zanimive karakteristike in ugodne nizke spodnje meje zaznave pri hkratnem merjenju Ni(II) in Co(II). (f) Zadnji sklop raziskovalnega dela je bil usmerjen k preučevanju uporabe komercialnega inštrumenta za lasersko ablacijo za nadaljnjo miniaturizacijo mikroelektrod iz ogljikovih vlaken (CFME), npr. za pripravo diskastih mikroelektrod in za oblikovanje oz. "šiljenje" cilindrično oblikovanih CFME.

Ključne besede

Anodna stripping voltametrija, adsorpcijska katodna stripping voltametrija, tankoslojna antimonova elektroda, tankoslojna bizmutova elektroda, makro-porozna elektroda, niz zlatih nano-elektrod, težke kovine v sledovih, analizna elektrokemija, svinec, kadmij, cink, kobalt, nikelj, živo srebro.