

# Ekstrakcja do fazy stałej podstawą stabilizacji specjacji arsenu po pobraniu



Ewelina Rzewnicka-Niedbała  
Kierownik: prof. dr hab. Beata Krasnodębska-Ostręga  
Opiekun: dr Ewa Biaduń, mgr Alicja Drwal  
Pracownia Chromatografii i Analityki Środowiska



## WSTĘP

Arsen jest pierwiastkiem wykazującym toksyczne właściwości już w stosunkowo niewielkich dawkach. Jego obecność w wodach, które są przeznaczone do celów spożywczych wymusza monitoring zawartości jego form specjacyjnych. Określenie ilościowe zawartości poszczególnych form arsenu w próbkach wody to analiza specjacyjna. W przypadku arsenu do zmian specjacji pierwiastka może dojść już w momencie pobierania próbek bądź ich transportu do laboratorium. Zastosowanie ekstrakcji do fazy stałej w miejscu pobrania próbki niesie ze sobą szereg korzyści. Rozdzielenie form specjacyjnych arsenu już na miejscu pobrania minimalizuje ryzyko wystąpienia niekontrolowanej zmiany specjacji arsenu w próbkach. Skuteczność tego rozdzielania jest zależna od potencjalnych interferentów, którymi mogą być np. jony metali obecne w próbce i wpływające na zakres selektywności omawianej metody analizy [1,2,3].

## GŁÓWNE CELE BADAWCZE

- określenie wpływu czasu od nasycenia kolumnki C18 roztworem APDC do czasu wykorzystania i analizy
- zbadanie wpływu jonów fosforanowych(V) i siarczanowych(VI) na skuteczność rozdzielania nieorganicznych form arsenu

## WYKORZYSTANA PROCEDURA EKSTRAKЦИИ DO FAZY STAŁEJ

Etap	Roztwór	Etap	Cel użycia
1	2,00 mL 0,01 mol L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub>	Kondycjonowanie	Oczyszczenie sorbentu
2	1,00 mL H <sub>2</sub> O		
3	6,00 mL 0,03 mol L <sup>-1</sup> APDC	Nasycenie sorbentu	Wprowadzenie ditiokarbaminianu
4	1,00 mL próbki	Wprowadzenie próbki	Zatrzymanie: As(III)PDC
4A	3,00 mL 0,01 mol L <sup>-1</sup> HNO <sub>3</sub>	Domycie	Usunięcie As(V) współzatrzymanego
5	3,00 mL 96% EtOH	Wymycie analitów	Wymycie As(III)PDC
6	Odparowanie przesączu do sucha z 1,00 mL st.HNO <sub>3</sub> , rozpuszczenie pozostałości w 2,00 mL H <sub>2</sub> O	Rozkład kompleksu	Przeprowadzenie As w formy jonowe

## WNIOSKI

- jony fosforanowe(V) i siarczanowe(VI) nie wpływają na odzysk arsenianów (III) i (V) w żadnym z etapów SPE
- kolumnka zawierająca złożo po nasyceniu APDC nie musi być specjalnie zabezpieczona oraz kolumnka do jednego dnia od nasycenia może być przechowywana i wykorzystana w analizie
- nieodparowany etanol wprowadzał błędy w wynikach uzyskanych techniką ICP MS

## WNIOSKI

Wpływ jonów PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> na skuteczność rozdzielania form specjacyjnych As

Etap*	Odzysk arsenu [%]			Oczekiwana wartość odzysku arsenu [%]
	Stosunek masowy mieszaniny arsenianów (III) i (V) do PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>			
	1:2	1:4	1:6	
4	37,7 ± 1,14	35,8 ± 0,26	23,4 ± 1,31	33
4A	2,70 ± 0,44	2,01 ± 0,21	1,50 ± 0,71	
5/6	1,90 ± 0,49	1,71 ± 0,01	3,50 ± 0,44	66
Suma	42,3 ± 1,02	39,5 ± 0,63	28,4 ± 1,48	

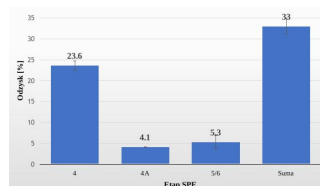
\* Etap 4 – wprowadzenie na kolumnę 200 ng mieszaniny As(III) i As(V) (66%:33%) z dodatkiem PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, etap 4A – domycie współzatrzymanego As(V), etap 5/6 – wymycie As(III)PDC i uwolnienie As(III) z kompleksu.

Wpływ jonów SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> na skuteczność rozdzielania form specjacyjnych As

Etap*	Odzysk arsenu [%]			Oczekiwana wartość odzysku arsenu [%]
	Stosunek masowy mieszaniny arsenianów (III) i (V) do SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>			
	1:2	1:4	1:6	
4	25,80 ± 0,74	31,5 ± 0,86	25,3 ± 1,31	33
4A	1,30 ± 0,44	1,30 ± 0,21	1,01 ± 0,71	
5/6	1,70 ± 0,49	1,70 ± 0,01	1,49 ± 0,44	66
Suma	28,8 ± 1,02	34,5 ± 0,63	27,8 ± 1,48	

\* Etap 4 – wprowadzenie na kolumnę 200 ng mieszaniny As(III) i As(V) (66%:33%) z dodatkiem SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, etap 4A – domycie współzatrzymanego As(V), etap 5/6 – wymycie As(III)PDC i uwolnienie As(III) z kompleksu.

Odzysk dla arsenu w poszczególnych etapach uzyskany w dniu nasycenia kolumnki SGX C18 roztworem APDC



## LITERATURA

- [1] Hög K., Mober B., Foster S., Momen J., Experimental evaluation of sampling, storage and analytical protocols for measuring arsenic speciation in sulphidic hot spring waters, *Microchem. J.*, 2017, 130, 162-167.  
[2] Jain C. K., Ali L., Arsenic occurrence, toxicity and speciation techniques, *Water Res.*, 2000, 34, 4304-4312.  
[3] Karmowicz L., Banikiewicz D., Arsenic and its speciation in water samples by high performance liquid chromatography inductively coupled plasma mass spectrometry-Last decade, *Talanta*, 2011, 84, 247-261.