

KRÓM MÓDOSULAT-ANALITIKA EGY CSEPPES MIKOROEXTRAKCIÓS TECHNIKÁVAL

Sóki Erzsébet¹, Béni Áron², Nagy Dávid¹, Posta József^{1,*}

¹*Debreceni Egyetem, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék,
4032 Debrecen, Egyetem tér 1.*

²*Nyíregyházi Foiskola, Környezettudományi Intézet,
4400 Nyíregyháza Sóstói út 31/B*

**posta.jozsef@science.unideb.hu*

A módosulat-analitika az elmúlt két évtized során az analitikai kémia egyik leggyorsabban fejlődő területe, mivel az elemek élettani hatása, toxicitása ugyanis azoknak kémiai formájától függ. Erre a legjobb példa a króm két stabilis oxidációs állapota. E két kémiai elemforma környezetre, biológiai rendszerekre gyakorolt élettani hatása teljesen ellentétes. A króm(III) az élő szervezet számára esszenciális nyomelem, a króm(VI) viszont kifejezetten toxikus, rákkelto hatású.

Önmagukban az atomspektroszkópiás módszerek nem tudnak különbséget tenni az egyes elemformák között. Ezért megfelelő minta-előkészítési eljárást szükséges alkalmazni, hogy megvalósítható legyen a módosulat-analitikai vizsgálat. Tekintettel arra, hogy a természetes minták (felszíni-, tenger- és ivóvíz, biológiai folyadékok) normál krómkoncentrációja igen kicsi (általában 0,1-1 ng/mL), ami kisebb, mint az atomspektroszkópiás detektálási módszerek elemzési tartománya, ezért az elemzést megelőzően dúsítást is kell végezni.

Napjainkban az analitikai kémia egyik fő irányvonala a miniatürizálás, mely érinti a hagyományos minta-előkészítési eljárásokat is [1-4]. Ez az elképzelés azon alapul, hogy olyan technikákat fejlesszenek ki, melyek megőrzik a hagyományos eljárások előnyeit, de mérséklék azok hátrányait. Az extrakciós technikák miniatürizálásának főbb vonzereje a hagyományos eljárásokkal (pl. folyadék-folyadék extrakció) szemben a nagyobb szelektivitás és nagyfokú dúsítás elérhetősége. További szempont, hogy a felhasznált szerves oldószer mennyisége jelentősen csökkenthető, ezáltal keletkező hulladék mennyisége jelentősen redukálódhat, mellyel a környezetbarát jelleg erősödik [1]. A mikroextrakciós technikák általában gyorsabbak és automatizálhatóbbak és az előbbiekkal együtt egy minta analízisének költségei mérsékelhetőek.

Az egycseppes mikroextrakció [5-6] egy új eljárás, mely vonzó alternatívája a hagyományos és a közelmúltban kifejlesztett extrakciós technikáknak. A módszer legfőbb előnye, hogy a felhasznált szerves oldószer mennyisége mindössze egyetlen csepp. A felettebb egyszerű technika nem igényel speciális eszközöket, továbbá egy lépésben valósítható meg az extrakció és a dúsítás. Az eljárásnak köszönhetően gyorsan és költséghatékonyan elvégezhető a krómformák nagyérzékenységű meghatározása.

A témában eddig közölt egycseppes mikroextrakciós eljárásoknál függocseppes megoldást alkalmaztak. A gyakorlatban ennek a megoldásnak az egyik hátránya, hogy a csepp mérete (térfogata) korlátozott. A víznél nagyobb sűrűségű szerves fázis, mint például a kloroform függő cseppként 4 – 5 μL -nél nagyobb nem lehet, mert extrakció közben lecseppen a függő kapilláris végéről. Egyébként is bizonytalan az ilyen függő csepp helyzete, mert az

extrahálható mintaoldat gyakran elsodorja a cseppet. Másrészt a kis csepptérfogat azért is hátrányos, mert amikor a függeszto kapillárisba visszaszívjuk, és a grafitkemencébe adagoljuk, a kapilláris belső falára a néhány mikroliter térfogatú minta jelentős hányada tapadhat. Ez nemcsak veszteséget okoz, hanem a mintaadagolás reprodukálhatósága is szerény. Még egy további probléma a grafitkemencés atomabszorpciós spektrometriás elemzéseknél, hogy az automatikus mintaadagoló alkalmazása az egycseppes extrakció során igen körülményes. Először a kézi adagolás jöhet szóba, ami ugyancsak rontja az mérés precizitását.

Elobbi hátrányok kiküszöbölésére dolgoztuk ki azt az egycseppes extrakciós eljárást, amely esetén a csepp elhelyezésére egy olyan új mikro méretű üvegcellát terveztünk és gyártattunk le, amelynek az alján kialakított szűkületbe egy 40 µL-es kloroformcseppet ültettünk, amely a króm(VI)-forma megkötésére alkalmas tetraalkil-ammónium-sót tartalmazta. A csepp a cella szűkületében olyan akadályt jelent, hogy az áramló mintaoldat a csepp felületével történő nagyfokú érintkezését követően tud továbbhaladni. Nem kell tartani attól sem, hogy a csepp leszakad, mert a csepp a cella fenekén ül, és a kialakított cellageometria folytán az áramló mintaoldat sem tudja elsodorni. A megoldás további előnye, hogy a csepp nagyobb térfogata egyrészt csökkenti a dúsított minta mozgatása során a veszteséget, javítja a meghatározás precizitását. Ugyancsak a nagyobb csepptérfogat lehetővé teszi, hogy a dúsított mintát alkalmas kisméretű mintatartó edényből a GFAAS automata mintaadagoló rendszerével juttassuk be a grafitkemencébe.

- [1] V. Andruch, L. Kocúrová, I. S. Balogh, J. Škrliková, *Microchem. J.*, 102 (2012) 1-10.
- [2] J. M. Kokosa, *Trac-Trends in Anal. Chem.*, 43 (2013) 2-13.
- [3] S. Dadfarnia, A. M. H. Shabani, *Anal. Chim. Acta.*, 658 (2010) 107-119.
- [4] A. Sarafraz-Yazdi, A. Amiri, *Trac-Trends in Anal. Chem.*, 29 (2010) 1-14.
- [5] M. A. Jeannot, A. Przyjazny, J. M. Kokosa, *J. Chromatogr. A.*, 1217 (2010) 2326-2336.
- [6] L. Xu, C. Basheer, H. K. Lee, *J. Chromatogr. A.*, 1152 (2007) 184-192.