



ANNA ŚWITAJ-ZAWADKA



ANNA NAGANOWSKA



PIOTR KONIECZKA



JACEK NAMIEŚNIK

Katedra Chemii Analitycznej,
Wydział Chemiczny,
Politechnika Gdańska

**Anna Świtaj-Zawadka, Anna Naganowska, Piotr Konieczka,
Jacek Namieśnik**

Gazowe mieszaniny wzorcowe jako bezmatrycowe materiały odniesienia

Nieustanna potrzeba wiedzy o świecie, dokonujących się w nim przemianach oraz zagrożeniach ekologicznych z tym związanych są niewątpliwie podstawą postępu technicznego. Nieprzerwanie prowadzi się doświadczenia, których efektem są nowe lub ulepszone metody kontroli stopnia skażenia wody, powietrza i gleby. Coraz częściej analityk staje przed koniecznością jednoczesnego oznaczania szerokiego spektrum analitów. W przypadku próbek środowiskowych napotyka dodatkowe trudności techniczne i metodyczne. Zapewnienie właściwej jakości wyników analiz jest obecnie niezbędne ze względu na szeroką gamę możliwych negatywnych skutków wynikających z błędnych i niemiernodajnych pomiarów. Kluczem do uzyskiwania rzetelnych i zharmonizowanych wyników jest jednolity system pomiarów chemicznych zgodnych z zasadami metrologii chemicznej, którego jednym z elementów obok walidacji stosowanej metodyki, określenia niepewności, spójności pomiarowej jest stosowanie materiałów odniesienia. Istnieje cała gama materiałów odniesienia, jednak znalezienie materiałów odniesienia lotnych związków organicznych stanowi poważny problem. Od dłuższego czasu dostępna jest oferta certyfikowanej gazowej mieszaniny wzorcowej wybranych związków organicznych w ultraczystym azocie, co znacznie przedłuża trwałość odpowiednich mieszanin (oferta *National Institute of Standards and Technology* – NIST, USA). Mieszaniny bardziej trwałych analitów są przygotowywane także w powietrzu. Najbardziej znane materiały odniesienia tego typu wytwarzane przez NIST (USA) zestawiono w tabeli 1.

Nieliczne dostępne materiały odniesienia związków organicznych, które mogą być przydatne do badań składu mediów gazowych, można podzielić na cztery grupy:

- **gazowe mieszaniny wzorcowe otrzymane jedno- ze znanych technik statycznych** – efektem końcowym są odpowiednie mieszaniny w pojemnikach, będące przedmiotem obrotu handlowego;
- **gazowe mieszaniny wzorcowe otrzymane z wykorzystaniem jednej ze znanych technik dynamicznych**

– w tym przypadku przedmiotem obrotu handlowego są odpowiednie generatory do wytwarzania strumienia składnika lub składników mierzonych w strumieniu gazu rozcieńczającego;

- **uruki sorpcyjne** (z węglem aktywnym) zawierające naniesioną odpowiednią ilość organicznych analitów;

- **roztwory rozpuszczalnikowe odpowiednich analitów** – ten sposób znajduje zastosowanie dla analitów organicznych o mniejszej lotności.

Liczba oferowanych materiałów odniesienia, należących do wszystkich czterech wyżej wymienionych grup, jest nadal niewielka. Stosowanie takich materiałów związane jest z wieloma utrudnieniami technicznymi, jak również może być źródłem wielu błędów, wskutek których proces walidacji nie spełni swej roli w kontroli i zapewnieniu jakości wyników analitycznych.

W tabeli 2 przedstawiono podstawowe źródła błędów związane ze stosowaniem znanych typów materiałów odniesienia lotnych związków organicznych przeznaczonych do badań mediów gazowych.

Dostępne sposoby sporządzania gazowych mieszanin wzorcowych, które można określić terminem „materiał odniesienia”, w przypadku lotnych związków organicznych są obarczone wieloma niedogodnościami i wadami. Wydaje się, że nowe podejście oparte na wykorzystaniu techniki termicznego rozkładu związków powierzchniowych do otrzymywania gazowych mieszanin wzorcowych substancji toksycznych, reaktywnych i o nieprzyjemnym zapachu jest interesującym rozwiązaniem tego problemu. W celu zmiany właściwości powierzchni nośnika przeprowadza się proces chemicznej modyfikacji, wykorzystując reakcję centrów aktywnych (grupy –OH na powierzchni nośnika) z modyfikatorami. Ugrupowanie związane z powierzchnią nośnika może z kolei stanowić substrat do kolejnej reakcji. Stosując odpowiednie ich sekwencje, można wprowadzić na powierzchnię nośnika niemal dowolną grupę funkcyjną. Powierzchnię materiału nośnika można modyfikować, wykorzystując różne odczynniki nieorganiczne. W wyniku takiej modyfikacji powierzchni nośnika może zostać pokryta mono- lub wielomo-

