

Abstrakt

Tato disertační práce se zabývá vývojem nových analytických metodologií založených na atomové fluorescenční spektrometrii – detekční metodě, která nabízí precizní a citlivé stanovení ultrastopových prvků, mezi něž patří například bismut, kadmium a nikl. Společným jmenovatelem této práce je použití nekomerčního nedisperzního atomového fluorescenčního spektrometru (AFS) vyvinutého v laboratoři.

První část této práce se věnuje vývoji vysoce citlivé metody pro stanovení bismutu pomocí generování hydridů (HG) ve spojení s AFS. Bismutan byl generován reakcí s NaBH_4 v prostředí HCl v uspořádání průtokové injekční analýzy a pomocí proudu nosného plynu argonu a vodíku byl unášen do atomizátoru. Byla provedena detailní optimalizace optické cesty spektrometru (pozice bezelektrodové výbojky, čoček a interferenčního filtru) a atomizačních podmínek ve dvou plamenových atomizátorech – miniaturním difúzním plamenu (MDF) a tzv. flame-in-gas-shield atomizátoru (FIGS). Bylo dosaženo výborné opakovatelnosti a extrémně nízkých mezí detekce, jmenovitě $1,8 \text{ ng l}^{-1}$ s využitím MDF a $0,9 \text{ ng l}^{-1}$ s FIGS.

Následně byl AFS spojen s fotochemickým generátorem těkavých specií (PVG), opět v uspořádání injekční průtokové analýzy. Použitý fotoreaktor se skládal ze standardní rtuťové nízkotlaké UV výbojky ovinuté teflonovou trubičkou. Optimální podmínky pro PVG bismutu odpovídaly průtoku reakčního média 3 ml min^{-1} (doba ozařování 90 s) a reakčnímu médiu složeného ze směsi kyseliny octové a mravenčí s přídavkem Co^{2+} iontů jako modifikátoru. Atomizační podmínky ve FIGS atomizátoru byly zoptimalizovány a nijak významně se nelišily od optimálních podmínek pro HG-AFS, s výjimkou významně vyššího průtoku kyslíku. Mez detekce dosažená s PVG-AFS byla 12 ng l^{-1} .

Také byla vyvinuta metoda pro stanovení kadmia pomocí chemického generování těkavých specií (CVG) spojeného s AFS s využitím bezelektrodové výbojky jako excitačního zdroje. Těkavé specie kadmia byly generovány ve čtyřkanálovém průtokovém injekčním uspořádání generátoru reakcí s NaBH_4 v prostředí HCl za přítomnosti $\text{Cr}^{3+}/\text{KCN}$ modifikátorů, jež zvyšují účinnost generování. Atomizační podmínky v obou plamenových atomizátorech byly zoptimalizovány a citlivost dosažená s FIGS atomizátorem byla přibližně dvakrát vyšší než s MDF, což vyústilo i v nižší mez detekce $0,42 \text{ ng l}^{-1}$.

Úpravou spektrometru a začleněním zdroje napájení pro výbojky s dutou katodou s vysokou září, tzv. Superlampy, byla rozšířena použitelnost AFS na větší počet analytů. Provozní parametry Superlampy byly optimalizovány s použitím bismutu jako modelového

analytu se zřetelem na intenzitu emitovaného a výsledného fluorescenčního záření. Získané analytické charakteristiky byly porovnány pro oba zdroje záření – bezelektrodovou výbojku a Superlampu.

Poslední část této práce je věnována vývoji metody pro stanovení niklu pomocí PVG-AFS s použitím Superlampy jako excitačního zdroje. Byl využit vysokoúčinný průtokový fotoreaktor s vnitřním reakčním kanálkem a těžké specíe niklu byly generovány z média obsahujícího kyselinu mravenčí při průtoku $1,5 \text{ ml min}^{-1}$ odpovídající době ozařování 29 s. Atomizační podmínky byly zoptimalizovány pro MDF i FIGS atomizátory a s použitím FIGS atomizátoru bylo dosaženo meze detekce $5,3 \text{ ng l}^{-1}$.

Všechny vyvinuté metodologie byly ověřeny stanovením Bi, Cd a Ni v certifikovaných referenčních materiálech vody, vlasů a krve (Bi) a autentických vzorcích vody (Ni) a rýže (Cd).