

Abstrakt

Předložená disertační práce se zabývá studiem různých možností využití elektrochemického generování těkavých sloučenin pro stanovení stopových a ultrastopových množství prvků pomocí atomové absorpční spektrometrie, popř. optické emisní spektrometrie.

Práce je rozdělena do čtyř tématických částí. Prvním dvěma na sebe navazujícím částem je společné elektrochemické generování studených par rtuti. Další část je věnována elektrochemickému generování těkavé formy kadmia a poslední kapitola se zabývá využitím elektrochemického generátoru hydridů jako derivatizační jednotky při speciální analýze arsenu.

V rámci každého uvedeného tématu byla provedena optimalizace jednotlivých stanovení, zahrnující např. změny v konstrukci generátoru těkavých sloučenin (forem) analytu, změny v konstrukci separátoru fází, dále pak optimalizaci koncentrace a průtokových rychlostí všech příslušných roztoků a nosného plynu. Nejdůležitějším parametrem však byla velikost vloženého generačního proudu.

V prvním tématickém okruhu byl navíc navržen a optimalizován systém „in-situ“ záchytu vygenerovaných studených par rtuti v grafitovém atomizátoru (s vnitřním povrchem pokrytým zlatou folií) atomového absorpčního 12 spektrometru. Po 60 s záchytu byla za optimálních podmínek získána absolutní mez detekce 80 pg, tedy výrazně nižší hodnota než 124 pg při použití chemického generování studených par rtuti jako srovnávací techniky. Správnost metody byla ověřena analýzou certifikovaného referenčního materiálu NIST 1641d.

Stejný generátor studených par rtuti byl použit ve druhém tématickém celku, ovšem tentokrát s miniaturním mikrovlnným plasmatem v proužku jako budícím zdrojem pro detekci optickým emisním spektrometrem. V tomto zcela originálním uspořádání experimentu byla mez detekce stanovení rtuti $1,1 \text{ ng}\cdot\text{ml}^{-1}$, tedy $9\times$ nižší než mez detekce získaná chemickým generováním pomocí NaBH_4 .

Třetí téma práce bylo zaměřeno na elektrochemické generování těkavé formy kadmia. S AAS detekcí bylo v citlivějším režimu průtokové injekční analýzy dosaženo meze detekce stanovení kadmia v roztoku touto kombinací technik 830 pg. Při srovnávacím chemickém generování byla ale získána asi $10\times$ lepší hodnota. V módu kontinuální průtokové analýzy však byly meze detekce chemického

a elektrochemického způsobu generování těkavé formy kadmia srovnatelné ($\sim 2,5 \text{ ng}\cdot\text{ml}^{-1}$). Na základě zjištěných indicií bylo též diskutováno, co může (nebo naopak nemůže) být těkavou formou kadmia.

Elektrochemický generátor hydridů byl ve čtvrtém tématickém okruhu použit jako derivatizační jednotka pro on-line speciální analýzu vybraných sloučenin arsenu po jejich předchozí HPLC separaci. Ukázalo se, že toto spojení poskytovalo (oproti uspořádání s chemickým generováním) výhodu srovnatelné citlivosti na všechny čtyři analyzované látky. Meze detekce navrhovaného stanovení se pohybovaly v intervalu $0,8 - 1,9 \text{ ng}\cdot\text{ml}^{-1}$.