

Abstrakt

Cílem práce byl rozvoj metodiky a instrumentace speciální analýzy založené na kombinaci selektivního generování substituovaných hydridů s detekcí atomovou absorpční nebo atomovou fluorescenční spektrometrií.

Vývoj metodiky a instrumentace speciální analýzy arsenu založené na selektivním generování substituovaných arsanů a využívající záchytu v kryogenní pasti (t.j. chromosorbem plněné skleněné U-trubicí) s AAS detekcí (HG-CT-AAS) byl prvním tématem této práce. Byly optimalizovány podmínky selektivního generování substituovaných hydridů a podmínky provozování pasti (výběr přístupu k hydridovému generování, úprava teplotního programu pasti, nově použité sušidlo - patrona s NaOH, možnosti eliminace nespecifické absorpce, možné snížení detekčních limitů).

Důležitou součástí práce bylo použití optimalizovaného HG-CT-AAS systému s U-trubicí plněnou chromosorbem pro speciální analýzu arsenu v buněčné suspenzi myších jater. Bylo prokázáno, že buněčnou suspenzi lze dávkovat přímo do hydridového generátoru a tak správně uskutečnit speciální analýzu arsenu, včetně získání informace o oxidačním stavu ($iAs^{III,V}$, $MAs^{III,V}$ a $DMAs^{III,V}$). Pro tyto typy vzorků bylo nutné optimalizovat koncentrace tetrahydroborátu, TRIS pufru a L-cysteinu a také dobu předredukce L-cysteinem.

Bylo zjištěno, že nahrazení skleněné U-trubice křemennou vede k užším a lépe rozlišeným píkům jednotlivých arsanů, což významně přispělo ke zlepšení parametrů chromatogramu bez dramatického zásahu do celého systému kryogenní pasti. Spektrometrické i radiometrické (s využitím ^{73}As a ^{74}As radioindikátorů) experimenty prokázaly 100% účinnost záchytu arsanů i jejich uvolnění z U-trubice plněné chromosorbem. Tyto experimenty však zejména ukázaly na možnost miniaturizace kryogenní pasti. Na základě extenzivního testování různých materiálů a designů byla jako nejvhodnější varianta nové kryogenní pasti vybrána beznáplňová křemenná kapilára vnitřního průměru 0,53 mm ve tvaru písmene "I". Optimalizací podmínek pomocí radiometrických i spektrometrických experimentů byla dosažena 100% účinnost záchytu i uvolnění všech studovaných arsanů.

Posledním tématem práce bylo použití atomového fluorescenčního spektrometru pro testování možnosti dalšího snížení detekčních limitů pro jednotlivé specíe arsenu ve spojení s výše uvedeným systémem HG-CT. Dosažené extrémně nízké detekční limity dosahují hodnot 3,2 pg iAs^{III} ; 0,8 pg MAs^V ; 1,1 pg $DMAs^V$.