

Abstrakt

Předkládaná diplomová práce se zabývá konstrukcí elektrochemických cel pro stanovení olova generováním těkavých sloučenin ve spojení s detekcí atomovou absorpční spektrometrií. V rámci této práce byly sestrojeny tři různé elektrochemické cely: membránová elektrochemická cela (MEC), bezmembránová elektrochemická cela 1 (BEC1) a bezmembránová elektrochemická cela 2 (BEC2). S elektrochemickými celami BEC1 a BEC2 byly provedeny optimalizační měření v kontinuálním průtokovém režimu pro optimální uspořádání systému. V rámci tohoto úkolu byla optimalizována průtoková rychlost nosného plynu argonu, složení a koncentrace elektrolytického roztoku, teplota vyhřívání atomizátoru, generační proud a napětí vkládané na elektrodový materiál. Jako katodový materiál byl použit drát z kadmia o průměru 1,0 mm a anodový materiál byl složen z platinového drátu o průměru 0,5 mm. Nakonec byla pro cely BEC1 a BEC2 sestrojena kalibrační závislost a zjištěny zejména tyto základní charakteristiky metody: mez detekce, mez stanovitelnosti, opakovatelnost, citlivost, lineární dynamický rozsah a korelační faktor tohoto rozsahu. Elektrochemická cela MEC byla vyhodnocena jako nevyhovující pro stanovení olova technikou elektrochemického generování sloučenin. Konstrukcí cely BEC1 došlo ke zjednodušení uspořádání experimentálního systému oproti cele MEC. Součástí této cely byl integrovaný separační prostor pro oddělení plynné a kapalné fáze a jako elektrolytický roztok byla použita směs kyseliny chlorovodíkové ($0,25 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) s chloridem draselným ($0,10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$). Mez detekce při použití cely BEC1 činila $1,08 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$, citlivost $7,4 \cdot 10^{-3} \text{ l} \cdot \text{mg}^{-1}$ a opakovatelnost 14,3 %. Cela BEC2 byla zkonstruována s drobnými úpravami oproti cele BEC1. Došlo především ke zmenšení elektrodového prostoru a byl upraven design integrovaného separátoru fází pro usnadnění transportu vzniklých plynných látek do absorpčního prostředí. Mez detekce při použití cely BEC2 činila $0,38 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$, citlivost $11,2 \cdot 10^{-3} \text{ l} \cdot \text{mg}^{-1}$ a opakovatelnost 7,9 %. Z porovnání cel BEC1 a BEC2 vyplývá, že lepších parametrů bylo dosaženo pro celu BEC2.