

Abstrakt

Disertační práce se zabývá využitím UV-fotochemického generování těkavých sloučenin (UV-PVG) jako derivatizační techniky pro spojení vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) s atomovou absorpční spektrometrií (AAS). Pro speciální analýzu byly vybrány dva modelové prvky (arsen a rtuť) a jejich sloučeniny. Práce byla rozdělena do několika částí, které na sebe navazují.

V první části výzkumu byla sestavena aparatura pro UV fotochemické generování těkavých sloučenin rtuti a jejich detekci v externě vyhřívané trubici atomového absorpčního spektrometru nové generace s kontinuálním zdrojem záření a vysokou rozlišovací schopností (HR-CS AAS). Pro zvýšení citlivosti stanovení byla tato metoda dále upravena pro použití s atomovou fluorescenční detekcí. Dále byla sestavena aparatura pro elektrochemické generování studené páry rtuti s detekcí pomocí AAS. Po sestavení aparatur byly vždy optimalizovány pracovní podmínky (např.: koncentrace a průtok roztoků: kyseliny sírové a kyseliny chlorovodíkové; mobilní fáze; průtoková rychlost nosného plynu a místo jeho zavádění) a následně byly stanoveny základní analytické charakteristiky. Obě metody generování byly mezi sebou vzájemně porovnány podle dosažených charakteristik pro stanovení jednotlivých specií rtuti ve směsi. Použitelnost navrhované metody (včetně extrakce z rybích tkání hydroxidem tetramethylamonným a kyseliny chlorovodíkové při 75 °C) byla prověřena analýzou certifikovaných referenčních materiálů DOLT-4 (žraločí játra) a ERM-CE464 (svalovina tuňáka) a referenčními metodami (HPLC-ICP-MS a AMA254) u stanovení.

V další části práce byla sestavena aparatura pro UV fotochemické generování těkavých sloučenin arsenu v režimu FIA s AAS detekcí v externě vyhřívaném křemenném atomizátoru. Důraz byl kladen na konstrukci UV generátoru, a to zejména na materiál reakční cívky (teflon, křemen). Byly testovány trubičky různých průměrů a tloušťky stěn s následnou optimalizací pracovních podmínek (složení nosného média a jeho průtok, průtoková rychlost nosného a reakčního plynu a jejich zapojení do aparatury). Bylo dosaženo zvýšené citlivosti stanovení použitím vhodného reakčního modifikátoru s dlouhodobým nebo krátkodobým účinkem (Bi^{3+} nebo Sb^{3+}).