

Abstrakt

Cílem této práce bylo optimalizovat podmínky atomizace těkavých specií Ge pro atomovou absorpční spektrometrii s generováním hydridů (HG-AAS). Vybranými speciemi byly: anorganicky vázané germanium (iGe) a jeho methylsubstituované formy: monomethylgermanium (MMGe) a dimethylgermanium (DMGe). Atomizátory, pro které byly provedeny optimalizace, zahrnovaly difúzní plamen (DF), multiatomizátor (MMQTA), dielektrický bariérový výboj (DBD) buď s lepenými elektrodami a sinusovou modulací vysokonapěťového zdroje (REF-SIN), nebo naprašovanými elektrodami a obdélníkovou modulací průběhu vysokého napětí (SE-SW), a konečně doutnavý výboj za atmosférického tlaku (APGD).

Za optimálních podmínek atomizace byla nejvyšší citlivost, přibližně 10 ms/ng, nalezena u DBD atomizátorů. Výhodou uspořádání SE-SW, ve srovnání s uspořádáním REF-SIN, je lepší tvar píku a opakovatelnost měření. DF a MMQTA atomizátory poskytovaly vzájemně srovnatelnou citlivost, která byla přibližně 5-krát nižší než u DBD. APGD atomizátor byl jediným studovaným atomizátorem, u kterého nebyla citlivost pro všechny specie Ge srovnatelná. Citlivost pro obě methylované specie byla přibližně poloviční než pro iGe (3,0 ms/ng).

V rámci mechanistické studie byla výluhovými experimenty prokázána vysoká míra depozice Ge ve všech typech atomizátorů, s výjimkou DF, dosahující 40 - 75 %, což svědčí o vysoké reaktivitě a rychlém zániku volných atomů. Atomizace GeH_4 v DBD (SE-SW) a APGD atomizátorech byla podrobněji studována s využitím laserem indukované fluorescence (LIF) za účelem vizualizace prostorového rozložení volných atomů a kvantifikace účinnosti atomizace. Účinnost dosáhla 75 % u APGD atomizátoru, zatímco u DBD nepřesahuje 5 %. Tvorba depozitů Ge v DF atomizátoru byla studována pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM) a energiově disperzní rentgenové spektroskopie (EDS). Vytvořená vrstva není homogenní a je pravděpodobně tvořena klastry elementárního Ge.

Klíčová slova:

atomová absorpční spektrometrie, germanium, monomethylgermanium, dimethylgermanium, generování hydridů, difúzní plamen (DF), multiatomizátor (MMQTA), dielektrický bariérový výboj (DBD), zářivý výboj za atmosférického tlaku (APGD), atomizace těkavých sloučenin