

Abstrakt

Tato diplomová práce se soustředí na vývoj nové analytické metody založené na fotochemickém generování těkavých specií rhodia jako techniky účinného vnášení vzorku pro hmotnostní spektrometrii s indukčně vázaným plazmatem. Nejprve byla provedena optimalizace parametrů, které mají vliv na účinnost fotochemického generování, tzn. průtoková rychlost nosného plynu (Ar), koncentrace kyseliny mravenčí v reakčním médiu, doba ozařování a v neposlední řadě vliv přítomnosti reakčních modifikátorů, především iontů přechodných kovů. Jako optimální byla vybrána kombinace Cu^{2+} a Co^{2+} iontů přidávaných do standardu/vzorku, která zvýšila účinnost generování více než 60krát. V průběhu práce byl také zjištěn závažný vliv doby setrvání těkavé specie v reakčním médiu po výstupu z ozařované části fotoreaktoru. Modifikací části aparatury pak bylo dosaženo přibližně dvojnásobného zvýšení účinnosti generování. Obdobné zvýšení poskytoval i přídavek dusičnanových aniontů do reakčního média. Za zvolených optimálních podmínek byla stanovena mez detekce (3σ , $n = 11$) na 13 pg dm^{-3} , mez stanovitelnosti (10σ , $n = 11$) na 42 pg dm^{-3} a účinnost generování na $13,5 \pm 0,1 \%$. Opakovatelnost činila $2,9 \%$ ($n = 10$) pro koncentraci 20 ng dm^{-3} . Následovalo testování interferencí běžně se vyskytujících v metodě fotochemického generování (chloridových a síranových aniontů, peroxidu vodíku a vybraných iontů přechodných kovů). Na závěr byla provedena validace metody pomocí analýzy autentických vzorků vod a pevných certifikovaných referenčních materiálů (OREAS 684 a SRM 2556), pro jejichž přípravu bylo použito tavení s peroxidem sodným s následným rozpuštěním taveniny v kyselině dusičné.

Klíčová slova

fotochemické generování těkavých specií, hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem, rhodium