
Cena Shimadzu putuje na Přírodovědeckou fakultu UK

Cena Shimadzu putuje na Přírodovědeckou fakultu UK

Firma Shimadzu vyhlašuje každoročně ve spolupráci s Českou společností chemickou cenu pro mladé vědecké pracovníky do 30 let. Letos v česko-slovenské konkurenci obstál a první místo obsadil Mgr. Jakub Hraníček z katedry analytické chemie Přírodovědecké fakulty UK.

Jakub Hraníček je studentem 3. ročníku doktorského studia analytické chemie se zaměřením na spektrální analytické metody na katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty UK. Téma jeho disertační práce navázalo na diplomovou práci, v níž se věnoval miniaturizaci a optimalizaci elektrolytických cel pro generování těkavých sloučenin. Jakub Hraníček nyní svou pozornost soustředil na konstrukci elektrolytických generačních cel, které se používají pro redukci analytu, a následnou tvorbu těkavé formy analytu. Vhodnou konstrukcí elektrolytických cel se snaží minimalizovat mrtvý objem elektrolytické cely a současně vhodným geometrickým uspořádáním dosáhnout maximální účinnosti tvorby těkavé sloučeniny analytu.



Jakuba jsme požádali, aby nám svou vítěznou práci představil

Práce, se kterou jsem soutěžil o cenu firmy Shimadzu, měla název: „Stanovení ultrastopových koncentrací arsenu a selenu v pitných vodách metodou EchG-QFAAS“ (EchG-QFAAS = metoda elektrochemického generování hydridů ve spojení s atomovou absorpční spektrometrií s křemenným atomizátorem). Prvky jako arsen nebo selen jsou známy svými toxickými, případně kancerogenními účinky, koncentrační limity v pitných vodách se pohybují kolem 10 ng/ml. V současnosti je jednou z možností, jak stanovit takto nízké koncentrace, využití metody elektrochemického generování těkavých sloučenin, která překonává určité komplikace spojené s dosud velmi často používanou metodou chemického generování. Nespornou výhodou obou metod je, že v průběhu analýzy dochází k oddělení analytu (ve formě těkavé sloučeniny) od kapalné matrice, čímž se výrazně potlačí vliv matrice při detekci analytu.

Experimentální uspořádání obou metod je velmi podobné. U elektrochemického generování je však nutné navíc do uspořádání zapojit elektrolytickou celu, kde dochází k vlastní redukci analytu a tvorbě jeho těkavé sloučeniny. Abychom mohli stanovit velmi nízké koncentrace, tj. abychom s danou elektrolytickou celou dosáhli co největší citlivosti, je nutné splnit dva základní požadavky. Prvním z nich je minimální vnitřní objem katodového prostoru a druhým, velmi důležitým, je požadavek na maximální účinnost přeměny analytu na těkavou sloučeninu. Oba dva požadavky mohou být splněny při vhodné konstrukci elektrolytické cely. Celá práce se tedy skládá ze dvou částí. V první části bylo nutné navrhnout a zkonstruovat takové typy elektrolytických cel, které by vyhovovaly oběma požadavkům. V druhé části pak byla vypracována validační studie včetně analýzy referenčního materiálu (stopová množství prvků ve vodě) pro stanovení arsenu a selenu v pitných vodách.

Celkově bylo zhotoveno na dvě desítky různých typů elektrolytických cel. Konstrukce těchto cel byla prováděna v naší laboratoři, tedy v laboratoři prvkové analýzy katedry analytické chemie PČF UK. Jednotlivé cely se od sebe lišily v geometrickém uspořádání elektrodových prostor i materiálem a formou elektrod. Pro každou nově zhotovenou celu bylo nutné optimalizovat řadu pracovních parametrů, které výrazným způsobem ovlivňují hodnotu získaného signálu. Mezi tyto parametry patří generační proud, typ elektrolytu, jeho koncentrace a průtoková rychlost celou, průtoková rychlost

nosného plynu aj. Pro tyto a další experimenty byl použit selen jako modelový analyt. K vzájemnému porovnání byly použity jednotlivé charakteristiky, jako jsou např. dosažená citlivost nebo meze detekce a stanovitelnosti. Účinnost elektrochemického generování byla zjišťována jednak porovnáváním citlivostí stanovení selenu mezi elektrochemickým a chemickým generováním, jednak pomocí experimentů s radioaktivně značeným selenem. Díky těmto poměrně obsáhlým radioexperimentům bylo možné zjistit celkové rozložení analytu v cele a vyzorovat určité trendy týkající se zejména adsorpce vznikající těkavé sloučeniny na jednotlivých částech elektrolytické cely. Na základě všech výše zmíněných experimentů byly vybrány pro validační studii tři elektrolytické cely, které se vyznačovaly velmi malým vnitřním objemem (řádově desítky μl) a současně vysokou účinností generování (více než 90 %). Validační studie byla vypracována pro stanovení arsenu a selenu v pitných vodách. Součástí studie bylo určení základních charakteristik těchto stanovení (meze detekce a stanovitelnosti, dosažená citlivost, lineární a pracovní rozsah, opakovatelnost...). Dále byl vypracován návod na přípravu vzorků k měření a byly provedeny analýzy referenčních materiálů (stopová množství prvků v pitných vodách).



Jakub Hraníček je studentem 3. ročníku doktorského studia analytické chemie se zaměřením na spektrální analytické metody na katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty UK