



SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARCA MARCI



BULLETIN

SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI Jana Marca Marci

Číslo 81

prosinec 1995

Kurz ICP ve Slovákých Chřibech

Viktor Kanický

Ve dnech 18. až 21. září se na chatě Radost ve Vřesovicích u Kyjova uskutečnil Kurz ICP spektrometrie, uspořádaný Spektroskopickou společností J. M. Marci a Katedrou analytické chemie Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity v Brně. Kurz byl zahájen v pondělí odpoledne po příjezdu převážně většiny účastníků. Bohatý výukový program, připravený skupinou 8 lektorů (Prof. E. Plško, Doc. V. Otruba, Dr. J. Toman, Dr. B. Dočekal, Ing. T. Černohorský, Dr. J. Bendl, Ing. P. Janoš a Dr. V. Kanický), byl vhodně doplněn prezentacemi firem (SPECTRO CS, HILGER CS, INTERTEC, 2 THETA).

Přednášky pokryly všechna témata avizovaná v cirkulářích tohoto semináře s výjimkou příspěvků J. P. Matouška a J. Pišeho, kteří se z časových důvodů nemohli kurzu zúčastnit. Ve srovnání s loňským ICP-seminářem v Komorní Lhotce, uspořádaným firmou 2 THETA, zaznělo ve Vřesovicích méně přednášek věnovaných aplikacím, program byl ale rozšířen o 2 přednášky o hmotnostní spektrometrii s ICP, podložené praktickými zkušenostmi (J. Bendl). Na loňskou přednášku o referenčních materiálech (Ing. V. Gotvaldová) letos navázala přednáška o správné laboratorní praxi (P. Janoš). Jednou z podmínek získávání kvalitních výsledků je stabilita měření ověřovaná diagnostickými postupy. Praktickým ukázkám driftu a diagnostických měření byla proto věnována přednáška V. Kanického. Dobrou orientaci ve výběru vhodné analytické metody (AAS, ICP-AES, ICP-MS) pro stanovení ve vzorcích životního prostředí poskytla přednáška T. Černohorského. Vzhledem k rostoucímu počtu aplikací vzorkování pevných materiálů do ICP (a zejména do ICP-MS) laserovou ablaci byla letos do programu zařazena přednáška V. Otruby o principech a vlastnostech laserů. V souvislosti s nástupem éry plošných polovodičových detektorů (CCD, SCD, CID) v ICP-AES byl program rozšířen o samostatnou přednášku o detekci záření (V. Otruba). Standardní náplní kurzu byly přednášky E. Plška, J. Tomana, B. Dočekala a V. Kanického, týkající se postavení ICP mezi analytickými metodami, fyzikálních základů ICP, vnašení vzorku do výboje, monochromatizace

záření, měření a kalibrace. Teoretická část kurzu byla zakončena ve středu večer volnou diskusí a předáním osvědčení o absolvování kurzu.

Ve čtvrtek ráno se účastníci kurzu dopravili do Brna, kde absolvovali na Katedře analytické chemie Přírodovědecké univerzity v průběhu dopoledne ukázkou měření na ICP spektrometru PYE UNICAM - PHILIPS PU 7450 (Dr. J. Jambor) a demonstraci zařízení pro mikrovlnné rozklady fy PROLABO (Doc. E. Šucman, Veterinární a farmaceutická univerzita Brno). Kurz byl ukončen obědem v akademické menze.

Průběh kurzu na chatě RADOST a na Masarykově univerzitě byl organizačně zajišťován V. Otrubou a V. Kanickým. Všichni účastníci obdrželi při zahájení výuky sborníky přednášek, což jim umožnilo pohodlně sledovat výklad. Na tomto místě je třeba poděkovat i samotným účastníkům kurzu za disciplinovanost a pozornost, s jakou výuku sledovali. Ke spokojenosti všech 30 účastníků kurzu přispěl i úterní společenský večer s cimbálovou muzikou *Varmužovci*, částečně sponzorovaný zúčastněnými firmami. Nezbývá, než si přát, aby se podařilo v příštích letech zorganizovat pokračování ICP kurzu - pro pokročilé.

COLLOQUIUM SPECTROSCOPICUM INTERNATIONALE XXIX, Leipzig

Bohumil Dočekal

Kolokvium se konalo ve dnech 27. srpna - 1. září 1995 v Lipsku za účasti 460 domácích a hlavně zahraničních odborníků ze všech oblastí analytické spektroskopie. Z České republiky byli přítomni bohužel jen tři účastníci. Kolokvium bylo pořádáno Společností německých chemiků (GDCh) ve spolupráci s Univerzitou v Lipsku, Centrem pro výzkum životního prostředí Lipsko-Halle a Institutem pro spektrochemii a užitou spektroskopii Dortmund-Berlin. V prostorách přednáškové budovy univerzity v centru Lipska bylo předneseno 10 plenárních přednášek, dále ve čtyřech paralelních sekcích 40 vyzvaných přednášek a též 16 krátkých orálních sdělení. V rámci odpoledních programů byla v odborné části kolokvia velmi významnou prezentací asi 270 posterů, následovaná v tematických skupinách souhrnou diskusí nad prezentovanými pracemi. Tematicky bylo kolokvium věnováno rozvoji nových metod, technik, způsobu dávkování, zpracování dat a teorii v atomové emisii a fluorescenci, využití plazmat a výbojů, atomové absorpce, laserové spektroskopii, spektroskopii Roentgenova a gama záření, fotoelektronové a Augerové spektroskopii, prvkové hmotnostní spektroskopii a molekulové spektroskopii, a jednak analytickým problémům orientovaným do všech oblastí aplikace spektroskopie: stopové analýze, lokální a mikroanalýze, distribuční a povrchové analýze, speciální, chemometrii a modelování, aj. dalším problémům.

Sborník abstrakt je k dispozici u účastníka kolokvia Dr. B. Dočekala, ÚIACH AV ČR, Veveří 97, 611 42 Brno. Většina příspěvků bude prezentována v nejbližší době jako "Proceedings of CSI XXIX" ve zvláštním čísle Fresenius J. Anal. Chem.

Součástí kolokvia byla i souběžná, bohatá prezentace světových výrobců spektroskopické instrumentace, speciálních chemikálií a rovněž nakladatelů odborné literatury.

Kolokvium mělo i velmi vysokou společenskou úroveň, počínaje úvodní ceremonií, přes exkurzi za kulturními pamětihodnostmi Drážďan a konče společenským večerem. Pořadatelům kolokvia je třeba vyjádřit obdiv a poděkování za perfektní organizaci a sestavení jak odborného tak společenského programu.

Na závěr kolokvia byli účastníci pozváni na XXX. Colloquium Spectroscopicum Internationale, které se bude konat v září 1997 v Melbourne, v Austrálii. Zájemci o účast si mohou vyžádat 1. cirkulář v sekretariátu Spektroskopické společnosti JMM. Na schůzce národních delegátů bylo potvrzeno pořadatelství XXXI. CSI v roce 1999 Turecku (Univerzita v Ankaře). Dále byly registrovány návrhy na pořadatelství XXXII. CSI podané reprezentanty ČLR a Jihoafrické republiky (Pretoria) a na pořadatelství zvláštního CSI v Evropě v roce 2000 vyslovené zástupci Francie a Švýcarska.

CSI Post symposium - Elektrotermická atomizace v atomové spektroskopii, Ulm, 3. - 5. září 1995

Bohumil Dočekal

Post symposium se uskutečnilo v rodném městě Alberta Einsteina na břehu Dunaje na Univerzitě v Ulmu ve dnech 3. - 5. září 1995 za účasti 105 odborníků z celého světa. Tematicky bylo post symposium věnováno přímé analýze v ET AAS, elektrotermickým vaporizátorům pro atomovou spektroskopii, studiu vlivu a působení modifikátorů, studiu mechanismu atomizace, atomizátorům hydridů, ET AAS s diodovými lasery a některým teoretickým studiím pro automatizaci měření a rozšíření dynamického rozsahu ET AAS. Předmětem panelové diskuse byly nové trendy elektrotermické atomizace. Jednodenní navazující seminář byl věnován novému trendu, prostorově rozlišené spektroskopii v atomizátorech. Vedle 29 vyzvaných přednášek významných světových odborníků a orálních sdělení bylo prezentováno v posterové sekci také dalších 42 prací. Sborník abstrakt je k dispozici u účastníka symposia Dr. B. Dočekala. Většina příspěvků bude prezentována ve zvláštním čísle Spectrochim. Acta Part B.

Pořadatelům, Dr. B. Welzovi z Oddělení aplikačního výzkumu firmy Perkin-Elmer a Prof. V. Krivánovi a jeho kolektivu z Univerzity v Ulmu, patří dík za perfektní organizaci post symposia, za sestavení výborného odborného, ale i společenského programu. Za zmínku stojí připomenout špičková badánská vína a speciality švábské kuchyně.

CSI Post symposium - Laser Techniques in Analytical Atomic Spectrometry, Berlin, 1. - 3. září 1995

Viktor Kanický

Post symposium o využití laserů v analytické atomové spektrometrii se uskutečnilo na břehu malebného berlínského jezera Müggelsee v hotelu Müggelseeperle. Páteční příjezd účastníků CSI z Lipska byl poznamenán nevlídným deštivým počasím, dobrou náladu však záhy přinesla večerní zahajovací recepce. Během soboty a neděle (1. a 2. září) bylo předneseno 29 přednášek včetně čtyř vyzvaných a vystaveno 18 posterů. Na sympoziu bylo přítomno přibližně 80 účastníků, většinou z Německa, ale také z Francie (8), Ruska (5), Maďarska (3), Rumunska (2), Velké Británie (2), Běloruska (1), Itálie (1), Španělska (1), Švédska (1), Kanady (1), Austrálie (1) a České republiky (1).

Příspěvky byly věnovány novým konstrukcím aparatur, stopové a ultrastopové analýze, aplikacím pro analýzu skel, keramických surovin, slitin, tavenin kovů, polymerů, vzorků životního prostředí a radioaktivních materiálů. Referáty a postery pokrývaly dva tematické okruhy: *i*) laser jako zdroj záření pro atomovou spektrometrii (fluorescenční, absorpční a ionizační), *ii*) jako prostředek pro vzorkování pevných materiálů do excitačních/ionizačních zdrojů.

V sobotu zazněly přednášky pojednávající o využití barvivových a diodových laserů jako zdrojů záření pro atomovou absorpční spektrometrii v různých plazmatech (2 přednášky), v plameni i v bezplamenném atomizátoru (3), přednášky věnované laserem indukované atomové fluorescenci v doutnavém výboji (1), v elektrotermickém atomizátoru (4) a dalším speciálním technikám (LEA-Laser Enhanced Ionization, DFWM-Degenerate Four Wave Mixing), zaměřeným na stanovení stopových obsahů prvků. Nedělní program předznamenaly dvě sobotní přednášky věnované laserové ablaci, a to ve spojení s hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem a dále s laserovým mikroplazmatem pro lokální analýzu povrchu. Jedna z přednášek byla věnována technickým problémům diodových laserů v souvislosti s jejich napájecími zdroji. Ranní vyzvanou přednášku pronesl Niccolò Omenetto (Itálie) na téma *Absolutní a relativní meze detekce v laserové spektroskopii*, sobotní odpoledne zahájil Michail A. Bořšov pojednáním o *Stanovení*

prvků vzácných zemin laserem excitovanou atomovou fluorescenční spektrometrií v miniaturním doutnavém výboji (spolu-autoři C. L. Davis, B. W. Smith, J. D. Winefordner).

Pozdní sobotní odpoledne bylo vyhrazeno posterové sekci. Šest posterů řešilo problematiku vzorkování pevných materiálů laserovou ablací pro atomovou emisní spektrometrii s indukčně vázaným plazmatem (LA-ICP-AES), jeden byl věnován LA-ICP ve spojení s hmotnostní spektrometrií. Emisní atomovou spektrometrii laserového mikroplazmatu na povrchu pevných vzorků a taveniny se zabývaly 4 postery. Podobně jako přednášky, i některé další postery demonstrovaly možnosti laseru jako zdroje záření pro ETAAS (1), pro atomovou spektrometrii za nízkého tlaku plynu v grafitovém atomizátoru nebo ve stejnosměrném nízkotlakém plazmatu pro stanovení izotopů (1), pro atomovou fluorescenční spektrometrii (1), případně jako ionizačního zdroje pro ionizační rezonanční hmotnostní spektroskopii (LIS-RIS-MS) (1). Obzvláště pozornosti se těšil poster *Dálková detekce uranu ve vitrifikovaném jaderném odpadu* (B. Ocker, L. Hiddeman, J.-F. Babelot, J.-P. Glatz, L. Koch, K. Niemax, Universita Hohenheim, Evropská komise - Institut pro transurany Karlsruhe), řešící stanovení stop uranu v radioaktivním odpadu pomocí optické emisní spektrometrie s plazmatem vytvořeným laserovým paprskem na povrchu skelného odpadu. Laserové záření i analytický signál jsou vedeny vláknovou optikou a vzorkované místo je lokalizováno pomocí manipulátoru.

Nedělní dopoledne zahájil N. Trautmann (SRN, Universita Mohuč) vyzvanou přednáškou *Ultrastopová analýza radiotoxických prvků v životním prostředí laserovou hmotnostní spektrometrií*, v níž ukázal na možnosti stanovení aktinidů a technecia s mezemi detekce řádu 10^6 atomů a izotopů stroncia (10^7 a 10^8 atomů). Šest přednášek se týkalo laserové ablace s ICP spektrometrií, ale vzorkování laserovým paprskem bylo použito i pro ETAAS (1). Pozornost vzbudila přednáška o standardizaci laserové ablace pomocí akustického signálu (J. Uebbing, N. Andre, C. Chaleard, P. Mauchien, SRN, Francie) a odpolední vyzvaná přednáška A. W. Williamse (Univerzita Wales, Velká Británie) *Dálková laserová spektroskopie „in situ“ a její aplikace v jaderném průmyslu*, zaměřená na použití laserem indukovaného plazmatu (Laser Induced Breakdown Spectroscopy-LIBS) pro stanovení kovů při kontrole svárových spojů na pláštích řídicích tyčí jaderných reaktorů. Přenos laserového záření a emisního signálu je realizován pomocí vláknové optiky a s použitím robotu, a proto mohou být řídicí tyče kontrolovány, aniž by je bylo třeba z reaktoru vysunout. Část dopoledne byla vyhrazena podílové diskusi, kterou moderoval Kay Niemax (Univerzita Hohenheim, Stuttgart). Ve filosoficky laděných, ale současně praktických úvahách zazněla jako hlavní téma problematika *mezi detekce*. Diskutovaly především známé osobnosti, jako N. Omenetto, M.A. Bolšov, J.-M. Mermet, K. Niemax.

Obdobný program byl skvěle zajištěn organizačním výborem, reprezentovaným Dr. Erwinem Hoffmannem (Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie / Laboratorium für spektroskopische Methoden der Umweltanalytik, Berlin) a Prof. Kay Niemaxem. Spolupořadatelem symposia a jedním ze sponzorů byla také společnost GOS (Gesellschaft zur Förderung angewandter Optik, Optoelektronik, Quantenelektronik und Spektroskopie e. V.). Vzhledem k velkému množství zajímavých referátů nezbýval čas na prohlídku krásného okolí, přesto se však během přestávek s občerstvením našla někdy i příležitost ke krátké procházce po břehu jezera, využívaného k rekreaci a vodním sportům. V sobotu byla uspořádána v hotelu Müggelseeperle večere, na které nechyběly speciality německé kuchyně. Symposium bylo oficiálně ukončeno Dr. Hoffmannem v neděli večer s přáním, aby se všichni účastníci opět setkali na některé z budoucích spektroskopických akcí.

PŘEDNÁŠKY PROF. KRIVANĚ A PROF. MATOUŠKA V PRAZE

Dne 20. října 1995 uspořádala Spektroskopická společnost JMM spolu s Ústavem analytické chemie Vysoké školy chemicko technologické v Praze přednášky prof. Viliama Krivane z Univerzity Ulm (SRN) a

prof. Jaroslava P. Matouška z Univerzity New South Wales (Austrálie). Přinášíme abstrakta obou přednášek.

Current status of ultratrace analysis of high technology materials : requirements, possibilities and limitations

Viliam Krivan
Universität Ulm, Ulm, Germany

The increasing awareness of the effect of trace and even ultratrace impurities on different specific properties of materials has led to an urgent need to refine analytical methodology and instrumentation for characterization of high purity materials. For bulk trace analysis, a number of methods based on various physical principles have become available to the analyst. These can be classified as :

1. The solution methods involving AAS, ICP-EAS, ICP-MS, IDMS and TR-XRFS
2. The direct mass-spectrometric methods, i.e. SSMS, GDMS and SIMS
3. Nuclear activation analysis methods
4. The recently introduced direct solid and slurry sampling methods based on ETAAS, ETV-ICP-AES and ETV-ICP-MS.

The methods will be compared according to their characteristic features, potential and limitations as they occur in the real world of analysis. The present status of the most important methods will be discussed and practical examples given of ultratrace analysis of materials for modern microelectronics and high performance ceramics.

Trapping of mercury and volatile element hydrides in an electrothermal vaporizer for determination by ICP-MS

Jaroslav P. Matoušek
The University of New South Wales, Sydney, Australia

Preconcentration of volatile hydrides of As, Sb, Bi and Sn on graphite furnaces coated with platinum group metals /1/ or Hg vapour on Ir /2/ has been used to sensitize electrothermal atomic absorption determinations of these elements. However, optimization of such experiments is tedious since it relies on recovery measurements. The ability of ICP-MS technique to determine several elements simultaneously may be advantageously used in this context, providing real-time monitoring of trapping and release of analytes together with the release of the trapping medium. In addition to this capability, a combination of the preconcentration step with electrothermal volatilization-ICP-MS makes extension of multielement detection capability into ppt range possible. This latter aspect has been demonstrated recently for the determination of As, Bi and Te /3/.

An electrothermal vaporizer of our design /4/ was interfaced to an Elan 5100 ICP-MS (Perkin-Elmer-SCIEX) instrument. Volatile hydrides or Hg vapour were generated using a Varian VGA 76 vapour generator and were directed through the electrothermal vaporizer into the plasma. A proportion of analytes was retained on the coated graphite tube with analytes remaining in the gas stream being detected by the ICP-MS. Such an arrangement has enabled real-time monitoring of trapping and desorption processes. Finally, trapped analytes were released into the plasma by fast heating for their determination. Some of our preliminary results have been presented recently /5/. This lecture will deal with the efficiency of various metal coatings for trapping As and Sb as well as Hg vapour. Scanning electron micrographs of trapping media produced on the graphite tube either by electrolytic deposition or by thermal decomposition of dried salts will be discussed. Strategies to allow direct monitoring of trapping and desorption of

analytes will be considered. Examples of simultaneous monitoring of the transient analyte signals during vaporization and depletion of the trapping layer will be given.

References :

1. R. E. Sturgeon, S. N. Willie, G. I. Sproule, P. T. Robinson and S. S. Berman, Spectrochim. Acta 44 B, 667 (1989)
2. H. W. Sinemus, H.-H. Stabel, B. Radziuk and J. Kleiner, Spectrochim. Acta 48 B, 1719 (1993).
3. I. Marawi, J. Wang and J. A. Caruso, Anal.Chim.Acta 291, 127 (1994)
4. J. P. Matoušek and J. M. Mermet, Spectrochim.Acta 48B, 835 (1993)
5. R. Iavetz, H. Louie and J. P. Matoušek, Preconcentration of volatile element hydrides by trapping for determination by electrothermal vaporization-ICP-MS, Proc. 1995 European Winter Conf. on Plasma Spectrochem., Cambridge, 1995, p. M 5.

OS hmotnostní spektrometrie

uspořádala dne 9.10. 1995 v Ústavu fyzikální chemie a elektrochemie AV ČR seminář věnovaný některým novým MS technikám a jejich aplikacím v analýze biologicky aktivních látek. Hlavním lektorem byl Prof. Guenter Eigenforf (The University of British Columbia, Vancouver, Canada), který prezentoval tři přednášky:

- 1 Matrix Assisted Laser Desorption Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometry and its Application
- 2 Mass Spectrometry of Natural Products
- 3 High Performance Liquid Chromatography / Mass Spectrometry, Current Techniques and Applications.

Seminář byl dále doplněn příspěvkem Dr. Ing. Vladimíra Havlíčka (Mikrobiologický ústav AV ČR) s názvem „BF₃ - Catalyzed Methanolysis Combined with FAB Tandem Mass Spectrometry as a New Tool for the Preparation and Analysis of Linear Seco-cyclosporins“.

Po ukončení vědecké části semináře proběhla volba nového vedoucího OS hmotnostní spektrometrie. Při hlasování bylo přítomno 23 členů skupiny. **Novým vedoucím byl jednomyslně zvolen V. Havlíček (MBÚ AV ČR).**

Spektroskopická společnost Jana Marci Marci

adresa sekretariátu: Thákurova 7, 166 29 Praha 6

redakční rada:

Dr. M. Fara, Doc. M. Gricová, Dr. K. Jurek, Dr. J. Sysalová, Dr. B. Vlčková

tech. redakce: P. Vampolová

redakční uzávěrka: prosinec 1995, uzávěrka příštího čísla: únor 1996

Pouze pro vnitřní potřebu.

Podávání novinových zásilek povoleno Ředitelstvím pošt Praha,

č.j. NP 2495/1993 ze dne 3. 1. 1994

Nicolet

INSTRUMENTS OF DISCOVERY

SPECIALISTÉ V OBORU FTIR

- infračervené spektrometry s Fourierovou transformací pro náročné aplikace i rutinní použití
- příslušenství k IR a FTIR spektrometrům
- specializované databáze IČ spekter
- rychlá kvantitativní analýza ropného znečištění včetně jeho identifikace
- modemové napojení na rozsáhlou databanku spekter
- analyzátor olejů
- analyzátory plynů - multikomponentová analýza až 20 složek bez separace
- infračervené mikroskopy
- spojení FTIR se separačními metodami a TGA
- zakázkový vývoj analytických metod včetně programování
- bezplatné předvedení přístrojů zájemcům s možností měření vlastních vzorků

NICODOM, REP. NICOLET INSTRUMENT, HLAVNÍ 2727, 141 00 PRAHA 4
Tel.: 02 - 76 68 59, - 76 49 97, Fax: - 76 68 59