

V úvodu dnešních analytických novinek naleznete náš nový aplikační list „**Stanovení oxalátů a citrátů v moči technikou vysokoúčinné kapilární elektroforézy (HPCE) s nepřímou UV detekcí**“. Tento aplikační list demonstruje možnosti moderních HPCE přístrojů a zároveň ukazuje výhody použití skenujících detektorů v případě analýz, kdy hraje významnou roli photobleaching (rozklad pufru nebo vzorku účinkem záření lampy detektoru).

Další část dnešních analytických novinek je věnována **rentgenfluorescenční analýze (XRF)**. Víte, že nejvýkonnější ruční ED XFR spektrometry dnes dosahují parametrů srovnatelných s výkonnými laboratorními ED XRF spektrometry, a to vše při Váze 1,05 kg a schopnosti pracovat na baterie 10 hodin? Více se o nové generaci ručních ED XRF spektrometrů dozvíte v druhé části těchto novinek.

A čím se budou zabývat příští Analytické novinky? Již připravujeme dvě další čísla. Jedno bude pokračovat v tématice rentgenfluorescenční analýzy – tentokrát věnované stolním systémům. Víte, že nové výkonné stolní spektrometry již mohou analyzovat lehké prvky bez aplikace vakua nebo He proplachu a že je možné analyzovat i nižší koncentrace Na při velmi nízké spotřebě He? Víte, že jsou k dispozici malé stolní vlnově-disperzní XRF spektrometry, které dokáží s vysokým spektrálním rozlišením a minimálními provozními náklady analyzovat široké spektrum vzorků a dosahovat přitom detekčních limitů typických pro „velké“ a drahé vlnově disperzní XRF spektrometry? Tyto a další informace z oblasti XRF naleznete v příštích analytických novinkách.

Následující číslo pak bude věnované hlavně problematice analýzy rtuti (v ovzduší, kapalných i pevných vzorcích). Část bude věnovaná také novinkám v oblasti příslušenství a spotřebního materiálu pro ICP OES a ICP-MS spektrometry.

Nový aplikační list firmy RMI



Aplikační list přístroje Lumex CAPEL 205

Stanovení oxalátů a citrátů v moči technikou vysokoúčinné kapilární elektroforézy (HPCE) s nepřímou UV detekcí

O nové generaci přístroje pro vysoce účinnou kapilární elektroforézu (HPCE) **Lumex CAPEL-205** jsme Vás podrobně informovali v minulých Analytických novinkách č. 50 (ke stažení zde: http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=2329). Ty byly věnovány hlavně aniontové analýze a použití metody CE jako náhrady iontové chromatografie, nabízející vyšší rychlost analýzy a výrazně nižší provozní náklady. Dnes se zaměříme do oblasti biochemické analýzy moči, tedy na využití metody CE pro rychlou a spolehlivou analýzu obsahu oxalátů a citrátů v moči. I zde nabízí metoda CE řadu výhod oproti kapalinové chromatografii.

Tento aplikační list byl zpracován pro přístroj CAPEL-205, ten je určen pro metodu vysoce účinné kapilární elektroforézy (HPCE) a nabízí vynikající parametry při zachování velmi přijatelné ceny, v řadě parametrů představuje vrchol současně nabízených komerčních přístrojů (detekční limity při použití UV-VIS detekce, reprodukovatelnost analýzy...). Tento přístroj je standardně vybaven uložením kapiláry v precizním kapalinovém termostatu s termoelektrickým ohřevem/chlazením s regulačním krokem 0.01°C, vylepšeným tlakovým nástřikem a patentovanou optikou rychle skenujícího UV-VIS detektoru. Ta výrazně zvyšuje citlivost detektoru a tím i detekční limity, zároveň minimalizuje světelnou expozici vzorku a pufru a tím i efekt tzv. photobleachingu (rozklad světlocitlivého vzorku nebo pufru vlivem záření lampy detektoru). Přístroj nabízí reprodukovatelnost analýzy s typickými RSD kolem 2 % a dlouhodobou stabilitu analýzy na úrovni iontové chromatografie. Použitá konstrukce vstupu kapiláry přitom eliminuje problémy s paměťovými efekty, čištění vstupu kapiláry navíc probíhá bez jakýchkoliv nároků na mechanické operace ze strany uživatele. Díky tomu je možné snadno analyzovat i zasolené roztoky. Přístroj je standardně vybaven integrovaným velkokapacitním autosamplermem s unikátním systémem automatického otevírání nádobek se vzorky. **Díky výše uvedeným parametrům se přístroj CAPEL 205 nabízel jako optimální řešení pro analýzu oxalátů a citrátů v močích**, protože moči jsou typickým vzorkem s vysokou a velmi proměnlivou solností, kde ostatní anionty (chloridy, sulfáty a fosfáty) jsou zastoupeny v koncentracích vyšších o jeden a více řádů než oxaláty (není tedy možné použít vyšší stupeň ředění vzorků), separace zároveň trvá déle jak 5 minut a významnou roli tedy začíná hrát i photobleaching použitého pufru.



V příloze dnešních noviněk naleznete kompletní verzi **nového** aplikačního listu **Stanovení oxalátů a citrátů v moči technikou vysokoúčinné kapilární elektroforézy (HPCE) s nepřímou UV detekcí**. Tento aplikační list byl zpracovaný naší firmou za významné pomoci pracoviště Úseku speciálních analýz ÚKBD FN v Hradci Králové. Můžete si jej také stáhnout na následujícím odkazu: http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=2399

Pokud Vás zaujala technika CE/HPCE a přístroj CAPEL-205, pak více informací můžete získat na našich webových stránkách (<http://www.rmi.cz/capel-205>). Firma Lumex se zabývá výrobou přístrojů pro kapilární elektroforézu déle jak 20 let, má velmi bohaté zkušenosti, zejména s kvantitativní analýzou. To se odráží i v dostupných aplikačních listech, kdy naprostá většina je zaměřena právě na kvantitativní analýzu. K přístrojům CAPEL-205 je k dispozici široké portfolio aplikačních listů a vypracovaných metod. Kromě analýzy vod je velká část aplikačních listů věnovaná analýze různých typů nápojů (kationty, anionty, konzervanty, barviva, cukry, přírodní chuťové látky...), zemědělské problematice (hnojiva, suroviny a krmné směsi, půdy, siláže...) nebo analýze proteinů. Pokud máte zájem o další informace ohledně aplikací pak nás neváhejte kontaktovat. Rádi se s Vámi podělíme o naše aplikační listy a další informace. Doporučujeme Vám také shlédnutí krátkého videa, které přináší základní informace o přístroji a jeho funkcích. Video ke zhlédnutí zde: <https://www.youtube.com/watch?v=UtNe5PkDj6Q>

Prospector 3 MAX Nejuniverzálnější a nejvýkonnější ruční ED XRF spektrometr na současném trhu.



Již předchozí generace ručních ED XRF spektrometrů Prospector 2 od firmy Elvatech nastavila v řadě parametrů nové standardy v oblasti ručních ED XRF spektrometrů, při konstruování spektrometru **Prospector 3** si ale jeho tvůrci dali velmi ambiciózní cíl – **vytvořit nejmenší a nejlehčí ruční XRF spektrometr, který by zároveň byl také:**

- nejvýkonnějším ručním ED XRF spektrometrem
- spektrometrem, který se svými parametry a univerzálností použití vyrovná běžným stolním ED XRF spektrometrům.

Reagovali tak na vzrůstající poptávku z mnoha oborů (vědecká pracoviště a univerzity, archeologická analýza a analýza historických objektů, forenzní analýza, náročná materiálová analýza) po takovémto typu přístroje. Všechny stávající ruční XRF spektrometry byly od svého počátku vždy konstruovány hlavně pro rychlou terénní analýzu a specifické aplikace a díky tomu narážely vždy na určité bariéry v případě požadavků na univerzální použití, při náročných aplikacích nebo v situacích, které vyžadovali použití PC software na úrovni běžných stolních systémů (pokročilá kvantitativní analýza, náročnější analýza spekter, manipulace se spektry).

Již uvedení spektrometru Prospector 3 na trh před více jak 2 lety znamenalo zásadní inovaci jak na úrovni hardware parametrů, tak i v oblasti měření s PC software. Postupně přicházely další vylepšení. Použití grafénového okénka detektoru a He mikroproplachu bylo uvedeno před více jak jedním rokem. Nyní přichází další vylepšení elektroniky, algoritmů pro spolupráci s Windows software a další rozšíření možností komunikace.

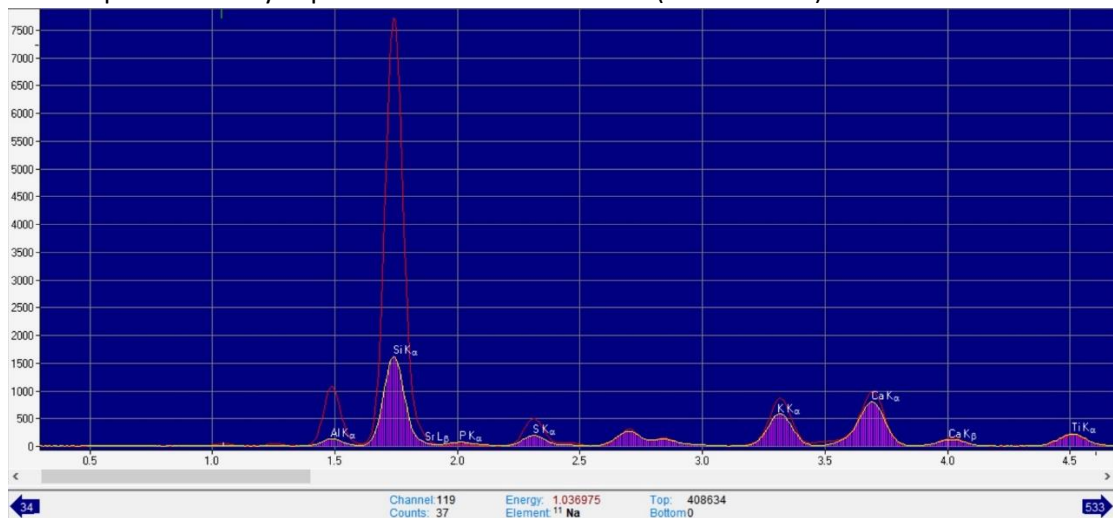
Nová verze spektrometru nese označení **MAX** a skutečně znamená „**Maximum možného**“. Co tedy spektrometr **Prospector 3 MAX** v aktuální verzi nabízí?

- Váha kompletně vybaveného spektrometru je jen 1,05 kg včetně baterií. Důležité je také optimalizované vyvážení spektrometru, obsluha tak má minimální zatížení ruky při měření většího počtu vzorků, nebo měření konkrétního bodu na vzorku/vzorcích.
- Rentgenka 50 kV s maximálním výkonem 5 W.
- Skutečná kolimace záření rentgenky na vzorek. Dva kolimátory, automatizovaně výměnné nezávisle na turetu s předfiltry rentgenky, fokusují záření rentgenky na vzorek. Pro jakýkoliv filtr může být použit kterýkoliv z kolimátorů. Průměr kolimátoru, jak pro malý spot (od 1 mm) tak i pro velký spot (do 6 mm), je volitelný dle typu aplikace. Použití skutečného kolimátoru přináší dvě výhody: a) vyšší přenos zářivého toku rentgenky na vzorek a tím schopnost vybudování většího počtu impulzů za 1 s (diskutováno podrobněji dále), b) vyšší radiační bezpečnost, respektive nižší nároky na stínění hlavice spektrometru pro dosažení požadované úrovně záření dané hygienickými limity (a tím dosažení nižší hmotnosti zařízení a příznivějšího vyvážení vlastního spektrometru).
- 8-pozicový turet pracuje nezávisle na kolimátoru rentgenky. Je tedy možné použít až 8 různých typů předfiltru rentgenky, včetně vícevrstevných filtrů pro speciální aplikace. Spektrometr tak nabízí flexibilitu použití plně srovnatelnou s nejlepšími stolními systémy. Rádi bychom upozornili na to, že některé ruční přístroje sice nabízí 8-pozicový turet s předfiltry rentgenky, ten je ale současně používán jako clonka pro vytvoření dvou různě velkých spotů na vzorku, každý filtr se tak v turetu opakuje (jednou pro malý spot a podruhé pro velký spot). Ve skutečnosti pak takový přístroj zpravidla umožňuje použití maximálně tří různých filtrů (jedna pozice volná pro analýzu lehkých prvků). To je dostačující pro řadu aplikací, zdaleka to ale není univerzální řešení a v případě univerzálního nasazení to pak vede

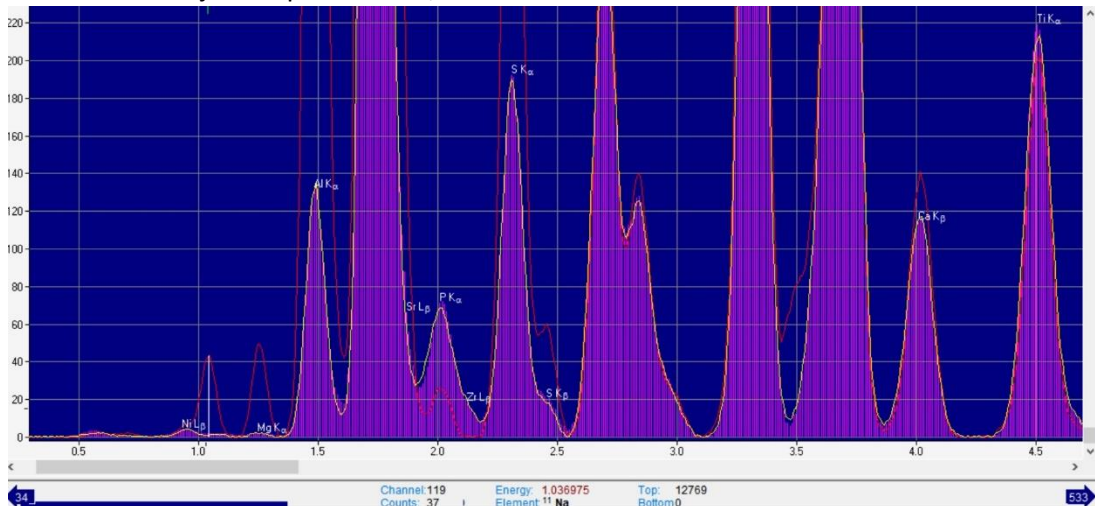
ke kompromisům u některých aplikací. Sekundárním negativním efektem nahrazení kolimátoru prostou clonkou je nižší účinnost přenosu výkonu rentgenky na vzorek a problémy s radiační bezpečností při použití výkonných rentgenek s napětím 50 kV. Vede to k nutnosti použití masivnějšího stínění a tím k vyšší hmotnosti spektrometrů a k vyvážení spektrometru „do nosu“, které je nevýhodné při měření většího počtu vzorků při horizontální orientaci spektrometru.

- SDD detektory nejnovější konstrukce s velkou aktivní plochou (volitelně až 40 mm² aktivní plochy) a grafénovým okénkem. Toto jsou opět parametry typické pro velké stolní spektrometry vyšší třídy. Grafénové okénko nabízí větší transparentnost pro nízkoenergetické fotony lehkých prvků, dosahuje se tak lepších detekčních limitů zejména pro Na, Mg, Si, Al, případně zkrácení doby analýzy, pokud se analyzují nízké obsahy těchto prvků. Na následujících dvou obrázcích je srovnání intenzity stejného vzorku živce měřeného za stejných podmínek na spektrometru firmy Elvatech osazeném standardním Extra Large SSD detektorem s Be okénkem (žluté spektrum) a na spektrometru osazeném Extra Large SSD detektorem s grafénovým okénkem. Markantní nárůst intenzity oproti detektorům s ultratenkým Be okénkem je zejména u Na, zvýšení citlivosti se ale projevuje až po S. Na obr. 2 je zoom stejného spektra vzorku živce – zvětšená oblast pro Na.

Obr. 1 Spektrum lehkých prvků silikátového materiálu (tableta živce)



Obr. 2 Zoom stejného spektra živce, zvětšená oblast Na



- Unikátní permanentní ochrana detektoru proti jeho mechanickému poškození. Je použita mřížka z vysoce pevného materiálu, který je transparentní pro XRF záření. Oproti dříve používaným mechanickým clonkám (ty se zaklopile před detektor v době kdy neprobíhalo měření) je detektor chráněn po celou dobu (tedy i v průběhu měření), eliminoval se současně další mechanický díl, který se musel ve spektrometru neustále pohybovat.
- Sevřená geometrie, kdy jsou minimalizovány vzdálenosti mezi rentgenkou, vzorkem a detektorem. To umožňuje analyzovat i lehké prvky bez nutnosti použití He. V případě požadavků na analýzu nízkých obsahů Na je možné volitelně vybavit spektrometr portem pro připojení He mikroproplachu.
- Sevřená geometrie ve spojení s velkoplošnými detektory a vysoce výkonnou elektronikou **umožňuje generovat a současně také měřit vysoké toky impulzů za 1 s. Spektrometr umožňuje měření až do 800 000 cps (impulzů za 1 s).** To je hodnota typická pro špičkové stolní systémy a vysoce převyšuje všechny doposud dostupné ruční spektrometry (více níže v odstavci věnovaném konverzi na stolní přístroj). Díky tomu je možné výrazné zrychlení analýzy, zejména v případech, kdy se analyzují málo intenzivní čáry v přítomnosti intenzivních čar matričních prvků (lehké prvky v ocelích, stopové obsahy v horninách nebo historických materiálech, náročnější materiálová analýza). Přesnou analýzu běžných slitin je možné získat již za 2 s, přesná analýza ocelí, včetně analýzy nízkých obsahů lehkých prvků je již za 4 až 5s.
- Nová generace digitálního řízení rentgenky (DAS™). Ve spojení s barometrickou a teplotní korekcí přináší zcela novou úroveň korekce driftu při kvantitativní analýze. Také se podařilo téměř eliminovat nutnost provádění energetické kalibrace. Je běžné že spektrometry pracují po dobu 6 měsíců bez potřeby provedení energetické kalibrace. Systém je schopen automaticky identifikovat drift energetické kalibrace a vyzvat obsluhu k provedení této kalibrace (automatický proces, doba provedení je 30 s). Díky tomu se dále zvýšila výkonnost spektrometru (neztrácí se čas na opakované energetické recalibrace spektrometru).
- Spektrometr je vybaven interní videokamerou pro zobrazování měřeného místa na vzorku (obraz se automaticky ukládá do protokolu se zobrazením přesné pozice zvoleného spotu na vzorku) a panoramatickou videokamerou pro záznam makro pohledu na vzorek nebo například uložení poznámek k měřenému vzorku.
- Výměnná baterie umožňuje 10 hodin provozu na jednu baterii. Spektrometr je vybaven další interní LiION baterií pro dalších 40 minut provozu. Baterie je tak možné měnit za provozu bez vypnutí spektrometru, obsluha má 40 minut na výměnu baterie, po tuto dobu je spektrometr schopen pracovat na interní baterii.
- Vysoká odolnost systému – tělo spektrometru je certifikováno dle IP67.
- Velký displej s vysokým rozlišením a jasem. Uhlopříčka displeje je 4,3 palce, spektrometr tak nabízí největší displej na trhu ručních spektrometrů. Díky tomu je možné zobrazit kompletní výsledky analýzy i při větším počtu analyzovaných prvků bez nutnosti posouvání zobrazení na displeji. Displej je možné volitelně chránit běžně dostupnými ochrannými skly Gorila Glass pro mobilní telefony.
- Displej je výklopný, pokud tedy potřebujete analyzovat se stolkem (analýza prášků, malých vzorků, kapalin, filtrů atd.), pak při vyklopení displeje máte optimální pohled na displej a nemusíte používat propojení s PC (Windows software) nebo mobilními platformami (Android).
- Optimalizovaná konstrukce stolků zajišťuje velmi rychlé sestavení a minimální hmotnost a rozměry. Stolek využívá bezpečnostní senzory spektrometru, ty tak kontrolují vypnutí rentgenky při otevření komory stolků. Díky optimalizovaným rozměrům a hmotnosti je možné stolek uložit přímo do kufru spolu se spektrometrem a veškerým dalším příslušenstvím. To vše při dosažení malých rozměrů a nízké hmotnosti transportního kufru

s celou sestavou. Uživatel tak si tak do terénu nese pouze jeden kufr a má přitom sebou výkonnou sestavu na úrovni výkonného stolního spektrometru (viz. dále).



- Spektrometr používá dva procesory, jeden pro řízení HW a druhý výkonný výpočetní systém (1.1 GHz ARM procesor) pro vlastní zpracování spekter a pokročilé algoritmy analýzy. Firma Elvatech je dlouhodobě uznávána jako leader v oblasti algoritmů bezkalibrační analýzy pro přesnou analýzu slitin kovů. Její spektrometry již před více jak 15 lety používaly pokročilé modely pro přesnou bezkalibrační analýzu slitin drahých kovů (první software iterační bezkalibrační analýzy). Ruční spektrometry Prospektor od své první generace nabízí univerzální metodu bezkalibrační analýzy všech typů slitin kovů, tedy něco, s čím ostatní spektrometry přišly teprve v posledních letech. Kromě unikátní výkonné bezkalibrační analýzy spektrometry umožňují používání i plnohodnotné kalibrační analýzy na bázi empirických modelů i unikátní technologii, kdy se kombinují oba přístupy (výhodné například pro forenzní analýzy). K dispozici je celá řada metod (analýzy slitin, ROHS analýzy, geologické materiály, půdy, vzorky ŽP, zpřesněná analýza slitin drahých kovů, autokatalyzátory, tloušťka povlaků atd.). Uživatel si může snadno vytvářet vlastní metody v software pro Windows a následně je nahrát do spektrometru pro použití v „ručním“ režimu.
- K dispozici je samozřejmě i PMI software (automatická identifikace materiálů), uživatel může přepínat mezi více databázemi, případně si vytvářet vlastní databáze.
- Spektrometr má interní GPS, WiFi i Bluetooth komunikaci. Výsledky je tak možné kromě ukládání na paměťovou kartu posílat také přímo do firemní sítě nebo na PC. Samozřejmě je k dispozici také komunikace pomocí USB rozhraní.
- To, co ale tvoří z přístrojů Prospektor 3 skutečně unikátní nástroj je možnost plnohodnotné konverze na výkonný stolní přístroj. Přístroj je možné komplexně ovládat z PC softwaru (přímé řízení všech HW komponent, stejně jako v případě stolního přístroje) a využití veškerých výhod software ElvaX pro výkonné stolní ED XRF spektrometry. Důležité je to, že hardware spektrometru má výkon srovnatelný s nejnovější generací vyšší třídy univerzálních stolních ED XRF spektrometrů a je tak skutečně možné dosahovat výsledků srovnatelných s laboratorními spektrometry. Na obr. 3 je ukázka měření reálného vzorku strusky, v červeném rámečku jsou impulzy za vteřinu po zpracování elektronikou. **Je vidět, že reálná**

hodnota cps (counts per second) je více jak 780 000 cps (rozlišení na čáře MnKa je cca 140 eV i při takto vysokém cps).

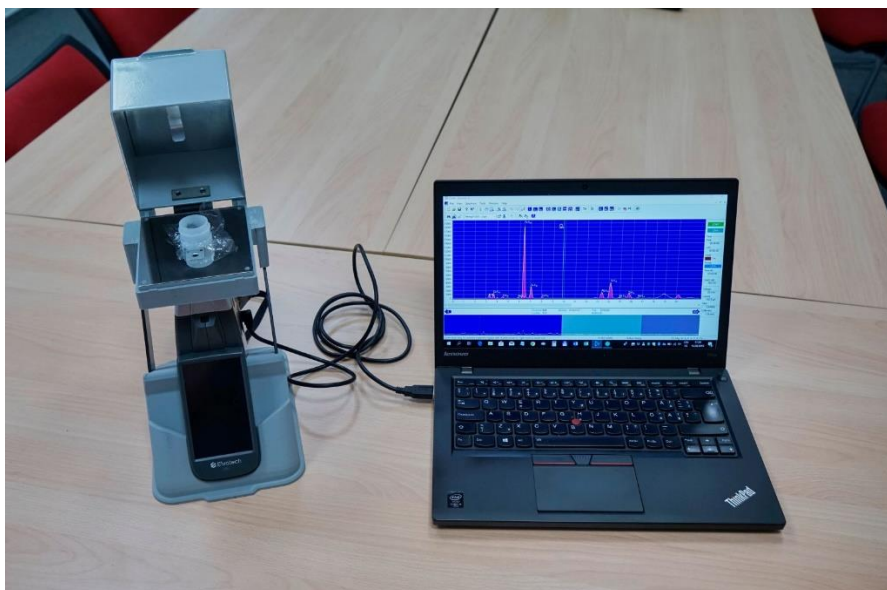
- Windows 10 software ElvaX je obecně považován za špičkové řešení v oblasti stolních přístrojů, nabízí velmi komplexní možnosti pro zpracování spekter a tvorbu aplikací využívající všechny dostupné algoritmy pro kvantitativní analýzu širokého spektra vzorků.

Zpracovali jsme pro Vás také **krátkou prezentaci, která ukazuje možnosti spektrometrů Prospector 3 při práci se stolem a při práci s PC a Windows software**, ke stažení zde: <https://drive.google.com/file/d/1DvB3WHolx3wgHi35CKpmf6qaUccduJSq/view?usp=sharing>

Obr. 3 Hardcopy obrazovky software ElvaX, měření vzorku strusky na spektrometru Prospector 3 MAX.



Obr.4 Sestava spektrometru Prospector 3 MAX, stolu a řídicího notebooku se software ElvaX.



Zaujal Vás spektrometr Prospector 3 MAX? Hledáte výkonný a univerzální spektrometr pro Vaší aplikaci a chtěli byste si jej vyzkoušet? **Zavolejte nám a domluvte si s námi demonstraci.**

Nakupujete spotřební materiál pro různé spektroskopické techniky? Vyzkoušejte náš obchod SparSpec (www.sparspec.cz). Vše najdete na jednom místě a pro všechny typy AAS, ICP, UV-VIS...

Jak funguje SparSpec a proč jsme pro Vás SparSpec připravili? Odpověď najdete v našich Analytických novinkách č. 48, ke stažení zde:

http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=2268).

SPARSPEC
SPARES FOR SPECTROSCOPY