

Vážení zákazníci,

posíláme Vám další číslo analytických novinek, tentokrát je **věnované přípravě vzorků, další číslo pak bude zaměřeno na novinky z oblasti přístrojové techniky. Toto číslo je rozděleno na dvě části. ANORGANICKÁ ANALÝZA (tavení, mikrovlnná mineralizace) a MECHANICKÉ ÚPRAVY A EXTRAKCE (kryogenní mletí, metoda QuEChERS).**

Novinky v oblasti přípravy vzorků – ANORGANICKÁ ANALÝZA

První novinka je věnována přípravě vzorků tavením vzorků, tato technika je nejen ideální přípravou vzorků pro XRF analýzu, ale také pro roztokovou analýzu silikátových vzorků. Tavení vzorků do borátových perel je v praxi osvědčená příprava vzorků pro XRF analýzu, zejména s příchodem plně automatizovaných taviček se tato metoda stala běžnou metodou přípravy silikátových vzorků v mnoha laboratořích. Tato technika má totiž řadu výhod oproti přípravě tablet lisováním. Prakticky se eliminují krystalografické efekty matrice vzorku (je tudíž možné do jedné kalibrace zahrnout rozličné silikátové materiály) a je také možné snadno použít techniku přidavku, případně použít metodu umělé přípravy kalibračních standardů (například smícháním více referenčních materiálů) a rozšířit si tak kalibrační řadu na dostatečný počet vzorků potřebných pro výpočet mezivprvkových ovlivnění. Moderní automatické tavičky umožňují vytavení velmi širokého spektra vzorků a zcela automatickou přípravu homogenní perly o požadovaném průměru (od 20 do 40 mm).

Teoretické základy metody tavení do borátových skel a přípravě perel pro XRF komplexně shrnuje přednáška, kterou si je možné stáhnout zde: http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=1146

Podstatně méně často se ale využívají automatické tavičky pro kvantitativní převedení silikátových vzorků do roztoku za účelem následné analýzy na AAS, ICP OES nebo ICP MS spektrometrech. Jedná se přitom o zdaleka nejsnadnější

způsob totálního rozkladu silikátových vzorků, během 10 minut je vzorek kvantitativně převeden do roztoku bez rizika ztrát křemíku nebo případných problémů s nekompletním rozkladem rezistentních vzorků. Pro přípravu roztoků se nejčastěji opět používá tavení do borátových skel s jejich následným rozpuštěním v zředěných kyselinách, je ale možné použít také peroxidové tavení (to je výhodné například pro katalyzátory). Současné automatické tavičky umožňují plnou automatizaci tohoto procesu, celý proces převedení vzorku do roztoku trvá cca 10 minut, k dispozici jsou i vysoce výkonná zařízení, která umožňují tavení až 6 vzorků současně.

Přednášku věnovanou této problematice je možné si stáhnout zde:
http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=1677

Většina moderních taviček vzorků je konstruována pro požadavky větších laboratoří, kde se jednak předpokládá vyšší počet zpracovávaných vzorků a kde také nejsou problémem vyšší pořizovací a případně provozní náklady. Je zde přitom ale velká skupina laboratoří, které mají problém s přípravou těchto vzorků, nemají ale zase tak velký počet vzorků, aby se jim vyplatilo pořízení standardní „velké“ a plně automatizované tavičky. Mají přitom ale současně i vysoké nároky na automatizaci, dosažení dobré reprodukovatelnosti a bezpečnosti provozu (to je důležité zejména pro univerzitní pracoviště). Použití manuálního tavení s využitím muflové nebo indukční pícky, případně polomanuální systémy tudíž také nejsou vhodným řešením. Z těchto důvodů se řada firem již delší dobu snaží o výrobu plně automatizovaných taviček pro menší průchodnost vzorků (typicky jednopozicová zařízení, kde se taví jeden vzorek), nejčastěji s elektrickým ohřevem. Většina těchto zařízení ale trpěla buď technickými problémy (snadné zničení topného elementu nebo vyzdívky taveninou vzorku, výměna poškozeného elementu pouze servisním technikem, ...) nebo nenabízela dostatečnou automatizaci a bezpečnost provozu (obsluha může přijít do styku s vysokoteplotní taveninou).

Průlomové zařízení nyní uvádí na trh firma Claisse – plně automatizovanou jednopozicovou elektrickou tavičku LeNeo. Jedná se o tavičku s vysokým stupněm bezpečnosti provozu a nízkými pořizovacími a provozními náklady (výměnu topných a keramických elementů si může provést uživatel sám), **tavička přitom umožňuje současně tavení do borátových perel a přípravu roztoků jak borátovým tak i peroxidovým tavením!** Jedná se tak zároveň také

o velmi univerzální zařízení, které je ideálním řešením pro menší laboratoře a univerzitní laboratoře, které potřebují tavit široký sortiment vzorků, nemají ale současně velké série vzorků. Tavička je schopná během jedné hodiny automaticky převézt do roztoku až šest vzorků nebo připravit čtyři perly pro XRF analýzu. Zařízení je výsledkem mnohaletého vývoje u firmy Claisse, tavička byla před oficiálním uvedením na trh testována u vybraných zákazníků v Kanadě.



Prezentaci věnovanou tavičce LeNeo si můžete stáhnout zde: <http://www.rmi.cz/the-bee>

Technologie tavičky LeNeo vychází z vysoce výkonné elektrické tavičky **TheOx**, ta se během tří let od uvedení na trh stala celosvětově nejprodávanější výkonnou tavičkou (více informací včetně videa zde: <http://www.claisse.com/theox-automatic-electric-multi-position-fluxer-oven-fusion-xrf-aa-icp.php>). Tato výkonná tavička dokáže automaticky vytavit současně až šest vzorků (příprava perly, roztoků borátovým i peroxidovým tavením), zároveň nabízí vysokou robustnost provozu (je určena i pro kontinuální provoz ve čtyřsměnných provozech) a jednoduchý servis (automatická diagnostika, vzdálená diagnostika pomocí internetu, jednoduchá výměna topných elementů a keramických dílů samotným uživatelem).

Firma Claisse je největším světovým výrobcem automatických taviček pro přípravu vzorků a současně je to také firma, která dlouhodobě přináší zásadní inovace v oblasti tavení vzorků (zakladatel firmy profesor Claisse je vynálezcem přípravy vzorků pro XRF tavením do borátových perel). Plynová tavička **M4** (více zde: <http://www.claisse.com/fusion-apparatus-m4-fluxer.php>) je stále nejuniverzálnější plynovou tavičkou s největším počtem instalací na světě. Pro velké zákazníky jsou pak určeny **plně robotizovaná pracoviště rFUSION**, které dokáží významně snížit provozní náklady u velkých laboratoří (instalace například v Thyssen Group nebo Voest Alpine). Kompletní informace, včetně kvalitního videa naleznete zde: <http://www.claisse.com/automated-system-rfusion-robotic-fusion-xrf-glass-disks.php>. Firma Claisse byla také první firmou, která začala komerčně dodávat perličková tavidla (tavidlo je upraveno do formy malých kuliček o průměru 0.5 mm) nebo tavidla s inkorporovaným tavidlem. V současné době firma Claisse nabízí nejširší dostupný sortiment tavidel, včetně velmi čistých tavidel pro stopovou analýzu. Tato tavidla se stala také velmi populární v ČR a na Slovensku, nabízí totiž nejvyšší dostupnou kvalitu a zároveň velmi příznivé ceny.

Novinky v oblasti mikrovlnné mineralizace vzorků

Kanadská firma SCP je dlouhodobě známa jako výrobce otevřených rozkladných systémů pro stopové laboratoře, v posledních 5 letech se ale také etablovala na trhu mikrovlnných rozkladných systémů. Zde zaujala pozici „inovátora“, který přichází s koncepčně skutečně novými řešeními. První takovýto „zásadní“ systém byl vysoce výkonný mikrovlnný rozkladný systém **NovaWave** (více zde: <http://www.scpscience.com/en/products/categories?id=420&name=automated-microwave-digestion-systems>), který nabízí zcela unikátní možnosti pro vysoce výkonné laboratoře – plně automatizovaný systém, který umožňuje jednak vysokou průchodnost vzorků (kompletní mineralizace **12 vzorků během 10 minut**) tak i plně automatizovaný proces bez zásahu obsluhy pro velké série vzorků (**zcela automatický rozklad až 168 vzorků bez zásahu obsluhy**). Rozkladný systém používá unikátní technologii, kdy každá rozkladná nádoba v racku pro 12 nádob má vlastní magnetron (fokusované mikrovlnné pole) a vlastní řízení výkonu s bezkontaktním měřením teploty. Je tak možné velmi rychle a efektivně rozložit různě reagující vzorky (typické doby rozkladu včetně chlazení jsou 10 minut). Je také

možné rozkládat současně zcela rozdílné vzorky (každá nádoba může mít individuální rozkladný program).



Nyní firma SCP Science přichází s další revoluční novinkou z oblasti mikrovlnných rozkladů, tentokrát řeší problematiku malých a středních laboratoří, které potřebují cenově dostupný mikrovlnný rozkladný systém a zároveň si chtějí zachovat možnost růstu výkonnosti zařízení – PŘICHÁZÍ PRVNÍ MODULÁRNÍ MIKROVLNNÝ ROZKLADNÝ SYSTÉM – systém **MinWAVE**.



Mikrovlnný rozklad **MinWAVE** je složen z řídicí jednotky s dotykovou obrazovkou a až čtyř samostatných modulů pro mikrovlnný rozklad. Každý modul může být řízen samostatně (jednotka je schopná řídit simultánně až čtyři moduly, v každém modulu může probíhat jiný rozkladný program).

Vlastní rozkladný modul používá kruhovou mikrovlnnou kavitu s jedním magnetronem, do které je možné umístit karusel až na 6 vzorků (křemenné nebo

teflonové rozkladné nádoby). Díky speciální konstrukci s kruhovou kavitou, kterou již dříve zavedla firma Berghof, se dosahuje vysoké homogenity mikrovlnného pole (jedná se o částečně fokusovaný systém) a tím i reprodukovatelného rozkladu v krátkém čase pro široký sortiment vzorků. Vzorky se do modulu vkládají shora, tzv. „top loading“, který opět jako první zavedla firma Berghof a který je dnes kopírován řadou výrobců. Nabízí totiž snadnější manipulaci s rozkladnými nádobami a vyšší bezpečnost provozu. Každá rozkladná pozice má vlastní čidlo bezkontaktního měření teploty v rozkladné nádobě, rozkladný proces je řízen na základě teplotní informace získané v reálném čase ze všech nádob. Výhody tohoto řešení jsou zjevné. Zakoupení řídicí jednotky s jedním modulem je ekonomicky velmi dostupné, uživatel ale přitom dostává plnohodnotný systém s nejmodernější dostupnou konstrukcí (částečně fokusovaný systém, „top loading“, simultánní měření teploty ve všech nádobách). Systém s více jednotkami pak nabízí vyšší výkon a velkou flexibilitu provozu. Je možné například připravit 6 vzorků do rozkladných nádob, spustit mineralizaci v jednom bloku a následně připravovat dalších 6 vzorků a spustit další program v druhém bloku atd. Je tak možné získat výkonný systém s velmi vysokou flexibilitou provozu.

Více informací o mikrovlnných rozkladných systémech SCP Science získáte zde: <http://www.scpscience.com/en/products/categories?id=420&name=automated-microwave-digestion-systems>.

Pokud by jste potřebovali detailní informace, prosím kontaktujte nás, rádi Vám pomůžeme.

Kolektiv pracovníků firmy RMI

Pozor nová dodací adresa firmy:

Horka 221, 533 41 Lázně Bohdaneč

Tel.: 466 921 885, 466 921 404

e-mail: sale@rmi.cz

www.rmi.cz