SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST JANA MARKA MARCI

Generálními sponzory Spektroskopické společnosti Jana Marka Marci jsou firma ThermoFisher Scientific spolu s partnery Pragolab s.r.o. a Nicolet CZ s.r.o. a firma Agilent Technologies Inc. zastoupená autorizovaným distributorem HPST, s.r.o.

B U L L E T I N
SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI
JANA MARKA MARCI

183 **květen 2019**

http://www.spektroskopie.cz
e-mail sekretariátu: immss@spektroskopie.cz
telefonní číslo sekretariátu: 722 554 326

Vzpomínka na RNDr. Zdeňka Slováka, CSc.

(* 20.6. 1937 - † 18.1. 2019)

V lednu tohoto roku nás navždy opustil ve věku nedožitých 82 let náš dlouholetý kolega RNDr. Zdeněk Slovák, CSc., vynikající všestranný analytik a spektroskopik, mezi kolegy v SS JMM považovaný za znalce v řešení úloh stopové prvkové analýzy nejrůznějších typů vzorků.

Zdeněk Slovák začal v roce 1955 studovat tehdy prestižní obor chemie na přírodovědecké fakultě dnešní Masarykovy univerzity v Brně. V rámci akademické studentské výměny pak v letech 1956-1961 absolvoval studium chemie v Německu na univerzitě Karla Marxe v Lipsku jako diplomovaný chemik. Po návratu do vlasti mu byl v roce 1961 přiznán na univerzitě v Brně titul „prom.chem.“. Ze zahraničního studia si přivezl manželku Světlanu.

Do své prvé praxe nastoupil ve Výzkumném ústavu makromolekulární chemie v Brně do oddělení analytické chemie, kde vyvíjel pod vedením Ing. M. Přibyla, CSc. unikátní coulometrické metody stanovení vody a silně redukujících látek. Tato tematika se pak stala v letech 1963-1966 náplní jeho externí aspirantury u Prof. Dr. A. Okáče na brněnské univerzitě, kde po absolutoriu obdržel společně s titulem kandidáta chemických věd (CSc.) i titul RNDr. V letech 1962-1965 také absolvoval speciální postgraduální kurz analytické chemie na VŠCHT pod vedením Prof. Dr. F. Čůty jako „inženýr specialista“. Od roku 1966 až do doby odchodu do důchodu pracoval ve Výzkumném ústavu čistých chemikálií podniku Lachema v Brně, v odboru analytické chemie. Zprvu se věnoval charakterizaci činidel pro spektrofotometrická stanovení, později pak výzkumu analytických vlastností selektivních sorbentů na bázi glykolmethakrylátových gelů s cíleně vázanými analytickými funkčními skupinami. Obecně se zabýval analýzou nejrůznějších materiálů, nejen metodami atomové spektroskopie (AAS, OES), podle toho, jak se v průběhu času vyvíjelo zaměření výzkumného programu ústavu. Z mého desetiletého působení (1976-1986) po boku Zdeňka Slováka na tomto pracovišti si vzpomínám, že jsme měli za úkol stanovovat obsahy jak základních látek, tak i stopových nečistot v materiálech pro mikroelektroniku a moderní keramiku, v leptacích lázních, v produktech při výrobě platinových cytostatik a klinických materiálech při jejich testování, v meziproduktech přepracovávání drahých kovů a vzácných zemin, v různých ekologicky nebezpečných odpadech atd. Úplný výčet by byl zřejmě velmi dlouhý. Pod vedením Zdeňka Slováka to byla opravdu „vysoká škola“ všestranné analytické praxe se širokým záběrem, s hledáním optimálních elegantních řešení a postupů.

K jeho významným, odbornou veřejností oceňovaným pracím se řadí vývoj prekoncentračních metod stanovení stopových prvků pomocí selektivních sorbentů a metod stanovení s využitím přímého dávkování práškovitých materiálů, často velmi obtížně analyzovatelných na mokré cestě, a to ve formě suspenzí do elektrotermických atomizátorů užívaných v atomové absorpční spektrometrii. Rozborem již historických literárních zdrojů je možné dokumentovat, že byl Zdeněk Slovák světovým průkopníkem cíleného zavedení a využívání posledně jmenovaného přístupu.

Zdeňka Slováka si pamatujeme i z jeho působení v hlavním výboru a předsednictvu SS JMM, jako organizátora řady odborných kurzů, seminářů a konferencí organizovaných naší společností.

V soukromém životě dosáhl jako nadšený vysokohorský turista řady významných alpských, balkánských či skandinávských vrcholů. Osobně jsem měl možnost vykonat s ním řadu vysokohorských výstupů a zažít mnoho překrásných letních i zimních scenérií. Rád cestoval po světě a poznával nejen přírodní krásy, ale i historické a kulturní pamětihodnosti. Vždy měl vše do poslední minuty detailně naplánováno, co vše podstatné je třeba shlédnout.

Do posledních chvil svého života byl stále aktivní i přes částečná zdravotní omezení. Podle svých možností se věnoval svým koníčkům, mezi něž patřila klasická i moderní hudba, fotografování, malířství. Rád se věnoval i svým vnoučatům a pravnoučatům, na něž byl po právu náležitě hrdý.

Čest jeho památce !

Bohumil Dočekal

Smutná zpráva

Ještě v únorovém bulletinu jsme gratulovali panu Prof. RNDr. Lumíru Sommerovi, DrSc. k devadesátým narozeninám. Dnes zarmouceni oznamujeme, že dne 2. 4. 2019 zemřel. Poslední rozloučení proběhlo v Ostravě Třebovicích.

Čest jeho památce!

34. ročník konference NMR Valtice 2019

R. Fiala, A. Církva

Středoevropský technologický institut (CEITEC) a Masarykova univerzita Brno pořádaly ve dnech 31. března až 3. dubna 2019 tradiční středoevropské setkání uživatelů NMR techniky - odbornou konferenci 34. NMR Valtice 2019. Letošního ročníku se zúčastnilo celkem 91 registrovaných účastníků ze šesti států. Největší počet účastníků pocházel z České

republiky, kromě nich do Valtic přijeli účastníci z Rakouska, Německa, Francie, Finska a Srbska.

Valtická konference je hlavním fórem, na kterém se setkává česká komunita pracovníků v oblasti NMR spektroskopie. Probíhají zde otevřené diskuse jak o využití metody při řešení různých problémů v oblasti vědy i praxe, tak o zkušenostech s přístrojovým vybavením. Letošní konference neměla žádné hlavní tematické zaměření a přednesené příspěvky se týkaly všech oblastí experimentální NMR spektroskopie, jakož i výpočetních metod pro predikci a interpretaci NMR parametrů. Úvodní zvanou přednášku na téma „NMR, MS and SCXRD Studies of Molecular Capsules“ přednesl Kari Rissanen z Univerzity v Jyväskylä, Finsko. V přednášce prezentoval svoje výsledky využívající zejména difuzních NMR technik (DOSY) ke studiu velikosti supramolekul.

Tradiční součástí odborného programu konference bylo předání ceny Petra Sedmery, kterou Spektroskopická společnost Jana Marka Marci oceňuje nejlepší vědeckou práci z oboru nukleární magnetické rezonance publikovanou v předchozích třech letech (http://ms.biomed.cas.cz/hanus-sedmera-award.php).

Letos tuto cenu získal kolektiv autorů Thomas Evangelidis, Santrupti Nerli, Jiří Nováček, Andrew E. Brereton, P. Andrew Karplus, Rochelle R. Dotas, Vincenzo Venditti, Nikolaos G. Sgourakis a Konstantinos Tripsianes, “Automated NMR resonance assignments and structure determination using a minimal set of 4D spectra“, publikované v Nat. Commun. (2018), 9, 384. Korespondující autor článku, Konstantinos Tripsianes, PhD., je vedoucím výzkumné skupiny zabývající se interakcemi proteinů s DNA na CEITEC MU. Konstantinos je prvním laureátem ceny Petra Sedmery, který není českým občanem, což dokládá úspěšný postup internacionalizace české vědy. Oceněná práce se věnuje rozvoji metodiky určování struktury proteinů pomocí NMR spektroskopie. Navržená metodika vychází ze dvou čtyřdimenzionálních spekter, které jsou pak zpracovávána a vyhodnocována převážně automaticky. Proces určení struktury proteinu tak lze zkrátit z měsíců na týdny.

Konstantinos Tripsianes přebírá cenu Petra Sedmery za rok 2019

Zvláštností konference ve Valticích je, že nemá posterovou sekci. Všichni účastníci včetně studentů mají příležitost přednést přednášku. Počet přednášejících studentů se letos oproti roku 2018 zvýšil z devíti na třináct. Studentská vystoupení pozorně sleduje a hodnotí porota složená ze zkušených vědců a pedagogů. Nejlepší studentské práci prezentované na konferenci je na závěr udělena cena Josefa Dadoka. Odborná porota pod vedením Lothara Breckera z Vídeňské univerzity vyhodnotila jako nejlepší studentský příspěvek přednášku Otto E. O. Zemana z Mnichovské univerzity nazvanou „Determination of the Full ^{207}Pb Chemical Shift Tensor of the Natural Minerals Phosgenite ($Pb_2Cl_2CO_3$) and Wulfenite ($PbMoO_4$) by Single-Crystal NMR Spectroscopy Only“.

Velké poděkování patří všem firmám, které svými sponzorskými aktivitami přispěly k úspěšnému průběhu celé konference. Jejich přízně si velice vážíme a potěšitelná je i skutečnost, že mnohé firmy byly na konferenci přítomny osobně svými firemními zástupci. Naše poděkování tedy patří především generálnímu sponzoru konference - firmě Bruker a jejímu českému zástupci - firmě Měřící technika Morava. Velké poděkování patří i firmě Jeol a dále pak firmám Amedis, Lach-Ner, Merck, Euriso-top, SciTech a CortecNet.

Souhrny příspěvků přednesených na semináři Radioanalytické metody IAA 18

Jiří Mizera

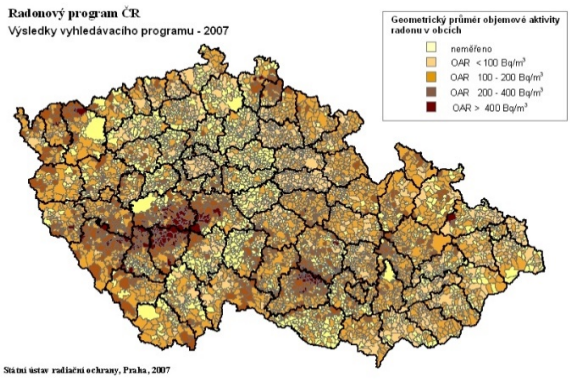
Informaci o semináři pořádaném odbornou skupinou instrumentálních radioanalytických metod SSJMM, který se konal 28. 6. 2018, přinesl již bulletin č. 181. Níže přinášíme souhrny přednesených příspěvků. Letošní seminář IAA 19 se bude konat 25. 6. 2019. Společnostem Canberra-Packard, s.r.o., ÚJV Řež, a.s. a ScienceTech s.r.o. děkujeme za finanční podporu při organizaci semináře.

Stanovenie výmeny vzduchu v budovách so zvýšenou aktivitou radónu pomocou VOC stopovačov

Ivan Hupka, Jan Lenk, Karel Jílek, Aleš Froňka, Michal Fejgl

Státní ústav radiační ochrany, v.v.i., Praha

V Českej republike sú zaznamenávané jedny z najvyšších priemerných hodnôt objemových aktivít radónu (OAR) v obytných budovách na svete (118 Bq/m^3). Tieto zvýšené hodnoty sú spôsobené hlavne geologickým podložím, ktoré je bohaté na urán a uránové rudy celkovo. Viac ako 3 % bytov v ČR má hodnoty OAR vyššie ako je referenčná úroveň v budovách s pobytovými miestnosťami, ktorá podľa vyhlášky[1] činí 300 Bq/m^3. Pri prekročení týchto hodnôt sa zvyšuje i riziko vzniku rakoviny pľúc. Práve kvôli tomu česká legislatíva odporúča využiť meranie výmeny vzduchu v budovách ako doplnkový nástroj pre stanovenie ožiarenia z prírodných zdrojov žiarenia a následne ako možnosť zahájenia ozdravných opatrení a prípadne i ďalších zásahov vedúcich k zníženiu radónovej záťaže[2]. Priemerné hodnoty objemovej aktivity radónu v Českej republike sú graficky znázornené na Obr. 1.



Obr. 1 Geometrický priemer objemovej aktivity radónu podľa jednotlivých okresov ČR.

Hlavným motívom tohto projektu je vývoj metódy stanovenia výmeny vzduchu v obytných budovách, školách alebo na pracoviskách pomocou prchavých organických zlúčenin (VOC) ako stopovačov a sorpčných trubičiek (ST) ako pasívnych integrálnych detektorov. Pre tento účel je k dispozícii detekčný systém VOC generátor – ST a analytický systém termálnej desorpcie – plynovej chromatografie (TD-GC), ktorý umožňuje výpočet integrálneho množstva analytu sorbovaného v trubičkách po dobu expozície v teréne. Použitím 5 rôznych analytov na báze perfluoralkylcykloalkánov (PFC), je možné merať výmenu vzduchu až v 5-podlažných budovách (teda v 5 kompartmentoch) nielen medzi budovou a okolím, ale i výmenu medzi jednotlivými kompartmentmi. Výhodou týchto zvolených PFC látok je možnosť merania v prítomnosti obyvateľov budovy za bežných podmienok a to i počas rôznych dôb expozície (dni, týždne i mesiace). Po jej ukončení vo vyššie spomenutých budovách sú trubičky analyzované na TD-GC pomocou detektoru elektrónového záchytu. Výsledné nasorbované množstvo analytu je využité pre výpočet výmeny vzduchu.

V súčasnosti prebiehajú experimenty s troma rôznymi sorbentmi (Chromosorb 102, Carbopack B a Tenax) v prostredí, ktoré simuluje reálne podmienky uloženia systému stopovač – ST v teréne. V rámci tohto výskumu bol použitý najprv barel o vnútornom objeme 220 l s kontrolovaným prísunom vzduchu a kontrolovanou teplotou a vlhkosťou, do ktorého boli vložené VOC generátory so známou rýchlosťou vyvíjania analytu. Doba expozície bola od jedného po tri týždne. Rýchlosť vyvíjania sa pohybovala v rozmedzí 1-3 mg/deň. Navyše, ďalšou súčasťou experimentu bolo uloženie systému do hermeticky uzavretej komory o objeme 48 m^3 s kontrolovanými parametrami, obdobne ako v predchádzajúcom prípade. V tomto prípade bola vypočítaná rýchlosť vývinu analytov 5-30 mg/deň. Keďže výsledná hmotnosť nasorbovaného analytu je závislá okrem iného i na dobe expozície, celkový rozsah sorbovaného množstva na jednej ST činil 1-1000 ng. Detekčný limit metódy je v tomto prípade na úrovni 0,1 ng/ST.

Základným cieľom výskumu je poskytnúť verejnosti možnosť stanovenia výmeny vzduchu a to i prostredníctvom zásielkovej služby. V rámci ucelenia systému je v pláne akreditácia časti metódy, ktorá spočíva v stanovení nasorbovaného množstva analytu na sorpčných trubičkách.

Tento výskum bol financovaný prostredníctvom Institucionální podpory SÚRO pod číslom MV-12331-5/OBVV-2018.

1. Vyhláška 422/2016 Sb.
2. Doporučení SÚJB/OS/4904/2018.

Dlouhodobé monitorování ^{14}C v kapalných výpustech jaderných elektráren České republiky

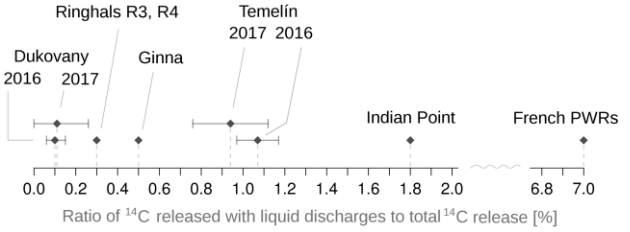
Michal Fejgl[1], *Ivo Světlík*[2,1], *Lukáš Kotík*[1]

[1] Státní ústav radiační ochrany, v.v.i., Praha
[2] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež

Radioaktivní ^{14}C je odpovědný za největší dávkovou zátěž obyvatelstva ze všech radionuklidů uvolňovaných do ovzduší při běžném (nehavarijním) provozu jaderných elektráren (JE) s tlakovodními reaktory (PWR). Pokud je bilancována i fáze zpracování vyhořelého jaderného paliva, způsobuje ^{14}C při běžném provozu vůbec největší dávkovou zátěž světové populaci ze všech radionuklidů palivového cyklu[1,2]. V jaderném reaktoru je ^{14}C generován jadernými reakcemi zejména v palivu, tato část ^{14}C je ale z paliva uvolněna až při jeho přepracování. Z hlediska výpustí z JE je tedy podstatná jen ta část ^{14}C, která vzniká jadernými rekcemi v primárním chladivu. Vzhledem k tomu, že ^{14}C zde vzniká v atomárním stavu a vzhledem k redukčnímu prostředí PWR, je v primárním cyklu jeho dominantní formou metan[3]. Charakter chemických procesů, které probíhají při technologickém zpracování provozních kapalin mimo primární cyklus, předurčuje dominantní cestu uvolnění ^{14}C z JE s PWR. Jsou jí plynné výpusti, v nichž se ^{14}C vyskytuje především jako metan a v menší míře jako oxid uhličitý. Zastoupení chemických forem ^{14}C kolísá v závislosti na aktuální fázi provozního cyklu jaderného paliva[4,5].

Zatímco ^{14}C v plynných výpustech bývá v JE s PWR standardně monitorován, v kapalných výpustech se obvykle nemonitoruje. Pilotní studie v USA a Švédsku stanovily podíl ^{14}C v kapalných výpustech na celkové výpusti ^{14}C pod 2%[4,5], rutinní monitorování ve Francii však ukazuje na hodnotu až 7%[6]. To vyvolalo snahu SÚJB provést dlouhodobé monitorování, které by stanovilo skutečný podíl ^{14}C v kapalných výpustech pro obě JE v ČR. Za tímto účelem byl vyvinut analytický postup, který umožňuje rozlišit organické a anorganické formy ^{14}C rozpuštěné ve vodě a dosáhnout minimální významné aktivity (MVA) na úrovni 0,01 Bq/L[7]. Postup byl zaveden na pracovištích Laboratoří radiační kontroly okolí obou JE v ČR.

Bylo uskutečněno monitorování ^{14}C ve slévaných měsíčních vzorcích kapalných výpustí v období 2016 a 2017. Část výsledných hodnot byla nižší než MVA, proto byl pro odhad podílu ^{14}C vypouštěného do kapalných výpustí použit statistický přístup, který efektivně pracuje s hodnotami pod MVA[8]. Zvolený přístup pracoval s aposteriorním sdruženým rozdělením hodnot pod MVA organické a anorganické formy ^{14}C místo jejich nahrazení hodnotou nebo podílem hodnoty MVA. Numericky byla úloha řešena pomocí Monte Carlo simulace. Výsledky statistické analýzy ukázaly, že podíl ^{14}C vypouštěného do kapalných výpustí v rámci celkové výpusti ^{14}C u JE ČR řádově odpovídá výsledkům dříve publikovaných studií[4,5] (viz Obr. 1).



Obr. 1 Srovnání podílů ^{14}C vypouštěného z JE cestou kapalných výpustí v rámci celkových výpustí ^{14}C stanovené v této studii s publikovanými výsledky studií[4,5,6].

Odlehlost výsledků monitorování francouzských JE je pravděpodobně způsobena skutečností, že použitá analytická metoda vykazuje vysoké hodnoty MVA. Tato metoda je založena na zpracování pouhého 1 mL vzorku vody (oproti 1,8 L zpracovatelným naší metodou), přičemž malý objem vzorku značně zvyšuje detekční meze (DM) analýzy. Současně je u francouzských výsledků použit velmi konzervativní přístup k vyhodnocení dat, kdy hodnoty pod DM jsou nahrazovány hodnotou DM nebo jejím podílem[7]. Výsledky naší studie ukázaly, že takový přístup může výsledky monitorování silně vychýlit. Tento přístup v některých případech doporučuje používat i všeobecně přijímaná směrnice EURATOM[9]. Je třeba zdůraznit, že pro získání nenadhodnocených výsledků v oblasti monitorování ^{14}C v kapalných výpustech bude ve většině situací takový přístup zcela nevhodný[8].

Studie vznikla v rámci projektů podpořených OP RDE, MŠMT (reg. č. CZ.02.1.01/0.0/0.0/16_019/0000728) a MV (reg. č. MV-21618-1/OBVV-2017).

1. IAEA: Analytical Quality Control Services, Reference Catalogue (2004).
2. STOA: Possible toxic effect from the nuclear reprocessing plants at Sellafield (UK) and Cap de la Hague (France). European Parliament, the STOA Programme, Luxembourg (2001).
3. EPRI. Impact of Nuclear Power Plant Operations on Carbon-14 Generation, Chemical Forms, and Release. Electric Project Research Institute (2011).
4. A. Magnusson et al.: Health Phys. 95/2 (2008).
5. C. Kunz: Health Phys 49 (1985).
6. ASN: 3rd National Report on compliance with the Joint Convention Obligations. Autorite de Surete Nucleaire report (2014).
7. I. Svetlik et al.: J Environ Radioactiv 177 (2017).
8. M. Fejgl et al.: J Radioanal Nucl Chem (2018).
9. Euratom: 2004 Commission recommendation of 18 December 2003 on standardized information on radioactive airborne and liquid discharges into the environment from nuclear power reactors and reprocessing plants in normal operation (2008).

Obsah vybraných toxických prvků ve vzorcích odebraných z haldy u Buštěhradu

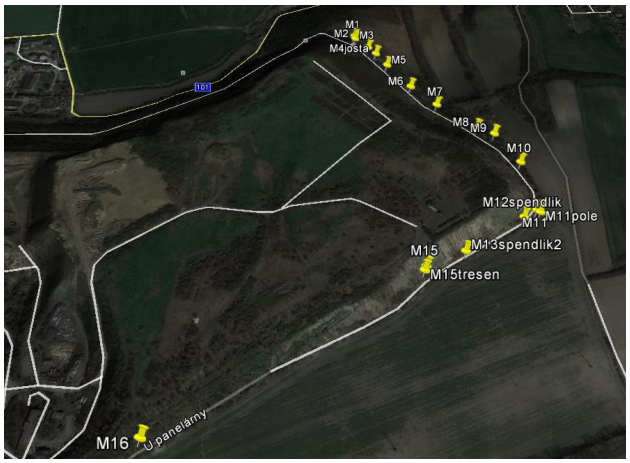
Martina Klímová[1,2], *Ivana Krausová*[1], *Matyáš Orsák*[2]

[1] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež
[2] Česká zemědělská univerzita v Praze

Buštěhradská halda je terénní útvar, rozkládající se mezi Stehelčevsí a Buštěhradem ve Středočeském kraji, konkrétně na Kladensku. Tato halda fungovala od 60. do 90. let jako úložiště hutních strusek, elektrárenského popílku a dalšího odpadu ze zpracování kovů. Kvůli předpokládanému vysokému obsahu toxických prvků, které mají mimo jiné řadu nepříznivých účinků na ekosystém, byla vybrána právě tato halda.

Pro výzkum bylo vybráno 13 prvků periodické soustavy (V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As, Br, Mo, Cd, W, Hg, Pb), které byly kvalitativně a kvantitativně stanoveny pomocí instrumentální neutronové aktivační analýzy (INAA) a instrumentální fotonové aktivační analýzy (IPAA). Rtuť byla stanovena pomocí termooxidační metody.

Bylo odebráno 16 vzorků (M_1 – M_{16}) + vzorek pozadí v celé oblasti Buštěhradské haldy v nerovnoměrných rozestupech (viz Obr. 1). Vzorek pozadí byl odebrán z pole ze vzdálenosti 100 m od haldy.

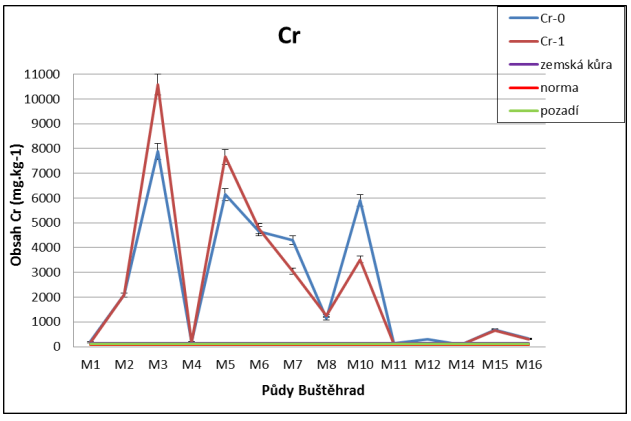


Obr. 1 Lokalizace odběrových míst vzorků na haldě.

V rámci přípravy vzorků k měření proběhla homogenizace a sítování půd na frakce. Z frakcí 0 a 1 byly vytvořeny tablety pro IPAA a zataveny do polyethylenové (PE) fólie a pro INAA byly vzorky půd přímo naváženy do PE fólie. Kontrola kvality analýz byla zajištěna stanovením studovaných prvků v referenčních materiálech (NIST SRM 2711 Montana Soil, NIST RM 8704 Buffalo River Sediment a ANRT/CRPG GSN Granite). Pro stanovení koncentrace prvků byly použity multielementní standardy. Většina prvků, konkrétně V, Cr, Co, Cu, Zn, As, Br, Mo, Cd, W byly analyzovány pomocí INAA (ozařování 2 h a 30 s v jaderném reaktoru LVR-15 v Řeži, měření 40 a 20 minut na HPGe detektorech). Ni a Pb byly stanoveny pomocí IPAA (ozařování 7 h pomocí mikrotronu MT-25 v Žižkovském tunelu, měření 4 minuty a 1 h). Rtuť byla detekována pomocí rtuťového analyzátoru AMA 254 v laboratoři ČZU.

Z důvodu důkladného zhodnocení mobility prvků v půdě a jejich následného vyplavování do spodních vod bylo provedeno stanovení půdní reakce, při které vyšlo mírně alkalické pH u všech vzorků.

Výsledné obsahy prvků byly porovnány s „preventivní hodnotou“ pro běžné půdy, danou vyhláškou č. 153/2016 Sb., s přirozeným obsahem prvků v zemské kůře a s hodnotou vzorku pozadí. Analýzami bylo zjištěno, že prvky ve většině odběrových míst vysoce překračovaly preventivní hodnoty a ve většině případů významně překračovaly i jejich přirozený obsah v zemské kůře, což dokládá předpokládané antropogenní znečištění (viz Obr. 2). Dle dobré shody s certifikovanými hodnotami v referenčních materiálech jsou výsledky přesné a metody stanovení spolehlivé. Jako nejvíce kontaminované místo bylo použitými metodami statisticky vyhodnoceno místo M_{10}. Většina detekovaných prvků by neměla být v mírně alkalickém prostředí Buštěhradské haldy mobilní kromě As, Mo a Wo, které buď nejsou vysoce nadlimitní (As) nebo pro ně nebyla stanovena preventivní hodnota. Halda je významně kontaminována a i přes mírně alkalickou půdní reakci nelze očekávat zadržování prvků v půdě.



Obr. 2 Chrom a jeho výsledné hodnoty v odběrových místech.

Tato studie byla podpořena MŠMT v rámci projektu LM2015056 (CANAM – Centrum urychlovačů a jaderných analytických metod), LM2015074 (Výzkumné jaderné reaktory LVR-15 a LR-0) a také Grantovou agenturou ČR v rámci projektu P108/12/G108.

Potenciál mezilaboratorních porovnání pořádaných IAEA pro laboratoře neutronové aktivační analýzy

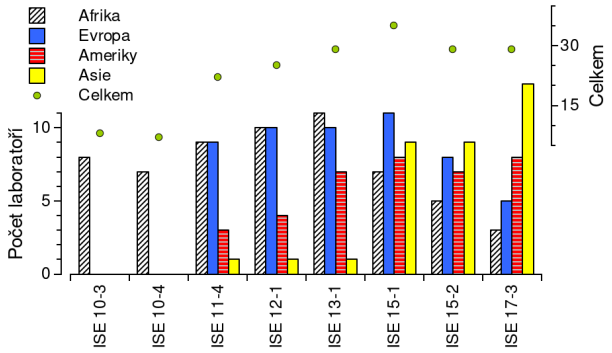
Jan Kameník

Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež

Na světě bylo v době přednesení tohoto příspěvku provozováno 226 výzkumných jaderných reaktorů (VR)[1]. Jako druhá nejčastější aktivita je uváděna neutronová aktivační analýza (NAA), provozovaná na více jak 110 VR[1]. Účast laboratoře v mezilaboratorní porovnávací zkoušce (MPZ) umožňuje ověření výkonu z hlediska přesnosti stanovení. Laboratoře mají možnost demonstrovat schopnost provádět správné a shodné analýzy. Samotná účast v MPZ je dobrovolná, ale může být vyžadována v rámci akreditace.

Pro podporu metody NAA v členských státech umožnila IAEA účast NAA laboratoří od roku 2010 v několika MPZ. Kromě vlastní účasti zajistila IAEA také externího odborníka, který výsledky NAA laboratoří prověřoval a pomohl identifikovat příčiny některých problémů. Vybraní zástupci laboratoří NAA v členských státech měli později příležitost účastnit se seminářů pořádaných IAEA. Základní shrnutí s doporučeními pro vylepšení publikovala IAEA[2].

Pro účely podpory byly vybrány dva programy ISE (International Soil-Analytical Exchange) a IPE (International Plant-Analytical Exchange), které organizuje společnost WEPAL (Nizozemí). Vyhodnocení bylo založeno na Z-skore vůči referenční hodnotě a směrodatné odchylce referenční hodnoty. Tyto hodnoty byly určeny na základě modelu aproximace normálního rozdělení (pro N≥8), který je robustní vůči odlehlým hodnotám[3]. Počet laboratoří NAA, které se účastnily jednotlivých kol programu ISE WEPAL v rámci podpory IAEA je uveden na Obr. 1.

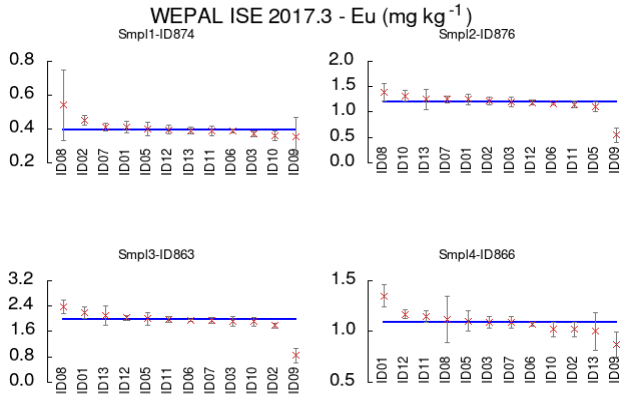


Obr. 1 Počet NAA laboratoří, které se účastnily MPZ díky podpoře IAEA v programu ISE WEPAL. Kód identifikuje rok a dané kolo MZP (WEPAL obvykle organizuje 4 kola za rok). Laboratoře jsou seskupeny dle klíče IAEA, který přesně nekopíruje geografické hranice kontinentů.

Naše laboratoř se MPZ s podporou IAEA účastnila v pěti kolech (12-1, 13-1, 15-1, 15-2, 17-3) v obou programech ISE a IPE. Výkon naší laboratoře byl ve všech kolech excelentní (kritérium IAEA, odlehlých výsledků $|Z| > 3$ je do 10%). Současně je patrný trend postupného poklesu zastoupení odlehlých i roztroušených ($2 < |Z| > 3$)hodnot.

Při účasti v MPZ v roce 2017 se ukázalo, že některé prvky stanovené metodou NAA společnost WEPAL nevyhodnocuje (v obou programech ISE a IPE 4 různé vzorky). Důvodem je patrně to, že tyto prvky nejsou stanovovány v rutinních analýzách. Obsah těchto prvků často není certifikován v běžně používaných referenčních materiálech a není možné provést jednoduchou kontrolu přesnosti stanovení. To byla hlavní motivace provést dodatečné porovnání výsledků pro tyto prvky.

Pro uvedené porovnání poskytlo data 14 laboratoří NAA. V případě vzorků půd (ISE) šlo o prvky Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta. Pro vzorky rostlinného materiálu (IPE) data zahrnovala výsledky pro Sc, La, Ce, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, W, Th, U. Počet výsledků pro jednotlivé prvky byl různý pro různé vzorky v důsledku rozdílných detekčních limitů jednotlivých laboratoří. Pokud byly dostupné alespoň 3 výsledky, byly porovnány s mediánem. Grafické znázornění je ukázáno na Obr. 2 pro stanovení Eu ve 4 vzorcích půdy. Provedené porovnání identifikovalo odchylky některých laboratoří od ostatních.



Obr. 2 Obsah Eu (mg kg^{-1}) stanovený NAA laboratořemi ve 4 vzorcích půd v rámci MPZ organizovaného v roce 2017 společností WEPAL. Hodnoty jsou doplněny kombinovanou nejistotou (chybová úsečka) a mediánem (modrá úsečka).

Studie vznikla díky podpoře projektu GAČR (P108/12/G108) a podpoře MŠMT ČR (LM2015056, LM2015074).

1. Research Reactor Database [online]. IAEA, © 2009-19 [cit. 25.6.2018]. Dostupné z: https://nukleus.iaea.org/RRDB/
2. IAEA-TECDOC-1831. International Atomic Energy Agency, Vienna, 2017.
3. WEPAL, International Soil-Analytical Exchange. Quarterna-ly Report 2017.3 July – September (2017).

Výpočetní gama tomografie metalurgických a geologických vzorků

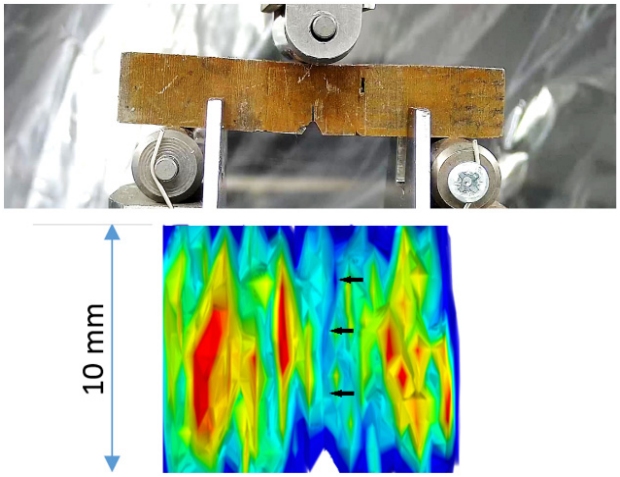
David Zoul[1], *Pavel Zháňal*[1], *Ladislav Viererbl*[1], *Antonín Kolros*[1], *Milan Zuna*[2], *Vaclava Havlová*[2]

[1]Materiálové a mechanické vlastnosti, CVŘ s.r.o., Husinec-Řež
[2]Divize chemie palivového cyklu, ÚJV Řež a.s., Husinec-Řež

V Centru výzkumu Řež s.r.o. byl sestrojen a úspěšně otestován unikátní výpočetně tomografický přístroj umožňující trojrozměrný pohled do nitra malých radioaktivních vzorků, o průměru v řádu jednotek až desítek milimetrů. Přístroj skýtající rozlišení lepší, než jeden kubický milimetr, je určen pro detekci různých defektů uvnitř materiálu, jakož i prostorové distribuce radioaktivity uvnitř vzorků.

Metalurgické vzorky aktivované v jaderném reaktoru jsou v horkých komorách podrobeny mechanickým zkouškám a metalografickým analýzám.

Stanovení 3D prostorové distribuce aktivity ve vzorku je nedestruktivní metoda umožňující studium trhlin, dutin a nehomogenit v metalurgickém vzorku, která přináší další užitečnou informaci pro celkový obraz strukturální a mechanické degradace ozářených materiálů – viz Obr. 1.

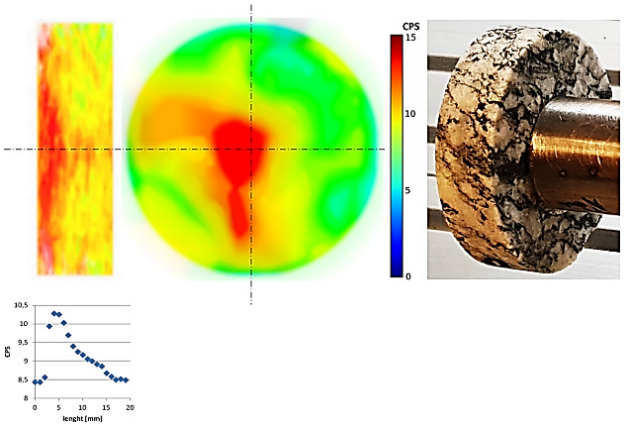


Obr. 1 Ocelový hranol (10 mm x 10 mm x 20 mm) o aktivitě 1 MBq ^{60}Co, s tenkou trhlinou (okolo 0,5 mm) uměle vytvořenou uvnitř. Spodní část obrázku ukazuje boční projekci 3D obrazu vzorku získaného ultrajemným skenováním v trvání 26 hodin, s podélným a příčným krokem 0,5 mm a úhlovým krokem 18°. Ve střední části obrázku je velmi dobře patrná oblast trhliny, coby tmavě modrá linie táhnoucí se napříč vzorkem, označená pro lepší orientaci černými šipkami. Teplejší barvy odpovídají oblastem s vyšší aktivitou.

Studium mezizrnné propustnosti žuly pro účely hlubinného ukládání radioaktivních odpadů do geologických formací umožňuje charakterizaci migračních procesů probíhajících v prostředí hornin. Válcové vzorky průměru 50 mm, výšky 10 mm jsou získávány z vrtných jader hlubinného vrtu ve sledované lokalitě.

Na skeneru se geologické vzorky hodnotí po provedení tzv. difúzního experimentu[1], kdy se vzorek umístí mezi dvě nádrže s vhodným roztokem, přičemž vstupní nádrž obsahuje radioaktivní stopovač (např. ^{134}CsCl), výstupní zásobník je neaktivní. Výsledky se následně vyhodnocují na základě Fickova zákona[2].

Na 3D skenu se zobrazí distribuce aktivity ve vzorku umožňující stanovit propustnost vzorku vůči vodě označené vhodnou radioaktivní solí.



Obr. 2 Boční projekce (nahoře vlevo) a čelní projekce (nahoře vpravo) 3D skenu žulového „puku“ s deponovanou aktivitou 160 kBq ^{134}CsCl difundujícího skrze vzorek zleva doprava. Obraz byl získán použitím dírkového kolimátoru s průměrem štěrbiny 2 mm. Rozlišení činilo 8 mm^3 na jeden voxel obrazu. Doba skenování 36 hodin. Graf distribuce aktivity podél rotační osy vzorku ukazuje spodní obrázek.

3D analýza prostorového rozložení aktivity indikátoru v geologickém vzorku ukazuje šíření indikátoru podél poruchy v žule, dále pak mezizrnnou permeabilitu neporušené žuly[3].

Vliv hranice vzorku se projevuje přibližně 30% zvýšením koncentrace radioaktivně značené soli ve středu vzorku oproti periferii, jak je znázorněno na Obrázku 2. Rovněž je patrný vliv nehomogenit uvnitř vzorku.

Prezentovaná práce byla finančně podpořena MŠMT ČR – projekt LQ1603 Výzkum pro SUSEN. Tato práce byla realizována v rámci projektu SUSEN (zřízeného v rámci Evropského fondu pro regionální rozvoj (ERDF) v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/03.0108 a Evropského strategického fóra pro výzkumné infrastruktury (ESFRI) v rámci projektu CZ.02.1.01/0.0/0.0/15_008/0000293, který je finančně podporován MŠMT ČR – projekt LM2015093 Infrastruktura SUSEN a s využitím infrastruktury Reaktory LVR-15 a LR-0, MŠMT ČR – projekt LM2015074.

1. Long term diffusion project Phase 3 (http://grimsel.com/gts-phase-vi/ltd/ltd-introduction).
2. Crank, J. The Mathematics of Diffusion. Oxford University Press, (1980).
3. Dogan, M. et al., Tomography Imaging of Technetium Transport within a Heterogeneous Porous Media, Environ. Sci. Technol., 51 (5), pp 2864–2870, (2017).

Stanovení obsahů prvků ve slovenských meteoritech Rumanová, Uhrovec, Veľké Borové, Košice a v meteoritu Čeljabinsk metodou INAA

Jan Kučera[1], Jan Kameník[1], Jakub Kaizer[2], Vladimír Porubčan[2,3], Pavel P. Povinec[2]

[1] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež
[2] Fakulta matematiky, fyziky a informatiky, Univerzita Komenského v Bratislavě, Slovensko
[3] Astronomický ústav SAV, Bratislava, Slovensko

Meteority, zejména chondrity, jsou nejčastěji analyzovanými mimozemskými materiály. K jejich zkoumání se tradičně uplatňuje metoda instrumentální neutronové aktivační analýzy (INAA) vzhledem k možnosti stanovení velkého počtu prvků s vysokou přesností. V této práci uvádíme nová data o obsazích až 43 majoritních a stopových prvků ve slovenských chondritech a v chondritu Čeljabinsk. Přehled analyzovaných chondritů, referenčních materiálů a jejich hmotnosti je uveden v Tab. 1.

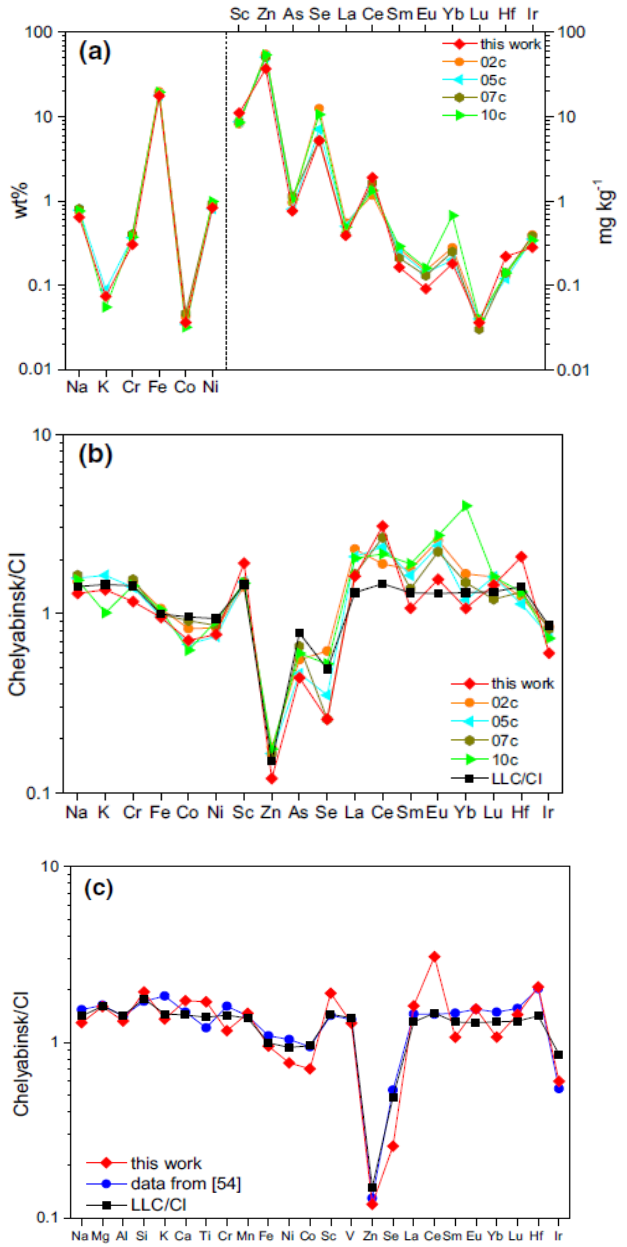
Tab. 1 Analyzované chondrity, referenční materiály a jejich hmotnosti

Vzorek	Hmotnost (mg)	Typ vzorku
Veľké Borové (Nagy-Borove)	21,65	L4 chondrit
Rumanová	98,41	H5 chondrit
Košice	41,04	H5 chondrit
Uhrovec	10,26	L6 chondrit
Čeljabinsk	41,04	LL5 chondrit
USGS BCR-1	50,16	Basalt
NIST SRM 1633b	40,85	Coal fly ash

Metodický postup INAA s využitím relativní standardizace pomocí multielementárních syntetických kalibrátorů (standardů) vycházel z našich dřívějších prací[1,2] a byl modifikován s ohledem na matriční složení a malou hmotnost analyzovaných vzorků. Analýzou výše uvedených referenčních materiálů (RM) jsme získali důkaz přesnosti našich výsledků[3] na základě velmi dobré shody hodnot obsahů prvků nalezených v této práci s doporučenými, certifikovanými nebo informačními hodnotami v RM.

Naše výsledky pro chondrity ukázaly, s několika málo výjimkami, shodu se středními hodnotami obsahů prvků v jednotlivých třídách chondritů a potvrdily tak správnost přiřazení analyzovaných chondritů do jednotlivých tříd. Většinou jsme nalezli také dobrou shodu s výsledky předcházejících analýz[3]. Pokud se vyskytly poněkud odchylné výsledky, je nutné uvážit, že jsme analyzovali malé hmotnosti chondritů, takže vzhledem k známé nehomogenitě tohoto typu materiálu nemusely být analyzované podíly dostatečně reprezentativní pro všechny stanovované prvky.

Vzhledem k omezenému rozsahu tohoto sdělení uvádíme na Obr. 1 jen porovnání našich výsledků s výsledky INAA dosažené v jiných laboratořích pro chondrit Čeljabinsk normalizované na průměrné složení chondritů třídy CI.



Obr. 1 Porovnání výsledků této práce pro meteorit Čeljabinsk s jinými výsledky INAA (a, b) a se složením průměrných LL chondritů (c).

Závěrem můžeme konstatovat, že INAA i malých hmotností chondritů přináší cenné informace o složení tohoto typu materiálů.

Práce byla podpořena projektem MŠMT LM2015056.

1. Kučera J,, Soukal L.: J Radioanal Nucl Chem 121, 245 (1988).
2. Řanda Z., et al.: J Radioanal Nucl Chem 257, 275 (2003).
3. Kaizer J., et al.: J Radioanal Nucl Chem 311, 2085 (2017).

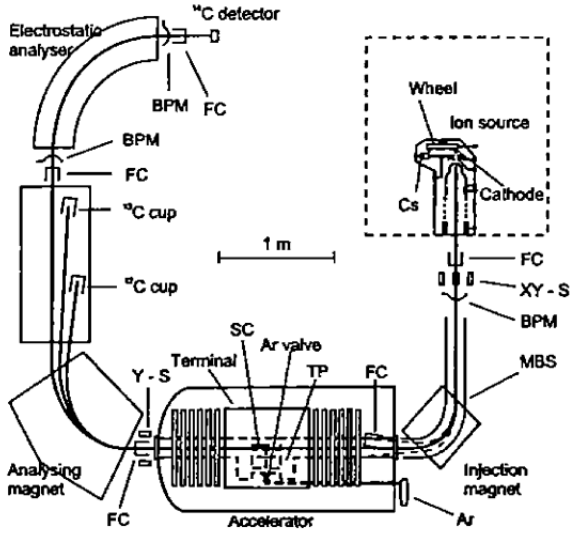
Některé technické stránky AMS

Josef Tecl[1]

[1] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež

Urychlovačová hmotnostní spektrometrie (AMS) byla poprvé použita, s cyklotronem, ve třicátých letech 20. stol. k identifikaci ^{3}He[1,2]. Znovuobjevení se pak AMS dočkala na konci sedmdesátých let pro stanovení ^{14}C i dalších izotopů, tentokrát již s využitím tandetronu[3]. Aktuálním trendem je snižování urychlovačového napětí a tím i rozměrů zařízení při zachování, ne-li zlepšení, detekčních schopností[1,2,4]. Hlavními parametry AMS jsou detekce izotopových poměrů v intervalu 10^{-10} až 10^{-16} a krátká doba měření malého množství vzorku. Nejdůležitější vlastnosti jsou: potlačení některých izobarů z důvodu netvoření záporných iontů (např. ^{14}N, ^{26}Mg, ^{129}Xe); rozbití inteferujících molekulárních iontů stripperem (např. $^{12}CH_2$, ^{13}CH); čítání iontů s vysokou energií (snadnější odlišení dle protonového čísla)[1-4].

Konvenční uspořádání AMS (obr. 1)[1,2,3]: Zdrojem záporných iontů je sputter, který obsahuje zásobník vzorků a který pracuje na základě interakce Cs par s materiálem vzorku. Zahrnuje i nezbytnou iontovou optiku a na výstupu jsou záporné ionty urychleny extrakčním napětím. Obvyklé proudy pro uhlík jsou 30-100 μA, hliník 0,1-5 μA, jód 2-10 μA apod.



Obr. 1 Schéma AMS pro detekci ^{14}C o terminálovém napětí 500 kV, půdorys 6×5 m², převzato z [1].

Následuje „bouncer" magnet (např. 90°), který provede první selekci iontů a spolu s dalšími komponentami dále provádí sekvenční injektáž na vlastní tandemový urychlovač, kdy se v řádově 0,1 ms intervalech zaměňuje mezi majoritními (stabilními) izotopy (např. ^{12}C a ^{13}C) a vzácným izotopem (^{14}C).

Po vstupu na urychlovač jsou záporné ionty urychleny terminálovým napětím (cca 0,2 až 10 MV) ke stripperu, kde dojde ke změně jejich polarity (průchodem např. N_2, Ar nebo He nebo fólií z C o hustotě cca jednotky μg/cm²) a následně k dalšímu urychlení takto vzniklých kladných iontů na konec tandetronu (vstup a výstup je uzemněn). Celý urychlovač pracuje v podmínkách vysokého vakua (10^{-6} až 10^{-7} hPa) a je zapouzdřen v krytu, který poskytuje též elektrickou izolaci (vakuem nebo vhodným plynem, např. SF_6). Název tandetron vyplývá z dvojího urychlení iontů. Zdrojem vysokého napětí je buď Cockcroft-Waltonův generátor (zvaný též násobič napětí; kombinace diod a kondenzátorů) nebo mechanický systém typu Van de Graaff.

Dále je pomocí magnetu (např. 90°) a elektrostatického analyzátoru (ESA, např. 120°) vyseparován vhodný nábojový stav iontů (ve stripperu vznikají různé stavy dle hustoty stripperu, jeho složení a samozřejmě energie i druhu urychlovaných částic[5]), který je dále detekován. Pro snížení pozadí může být součástí další magnet, ESA apod. Majoritní izotopy se zpravidla detekují pomocí Faradayova válce (proud v μA), minoritní pak pomocí ionizační komory (v pulzním režimu), time-of-flight detektoru, Wienova filtru, Si detektorů nebo jejich kombinací odlišujících případné izobary.

Celý systém samozřejmě obsahuje i další komponenty jako elektrostatické nebo magnetické kvadrupólové čočky, tzv. einzel lens, štěrbiny, steerery atd. pro řízení, stabilizaci iontového svazku a je evakuován turbovývěvami.

Z aplikací AMS[1-4] lze ve stručnosti uvést datování archeologických nálezů (^{14}C, ^{41}Ca), biomedicínské studie (^{14}C, ^{26}Al), mapování oceánských proudů (^{14}C, ^{36}Cl, ^{129}I), geofyzikální studie, datování stáří půd, hornin a meteoritů (^{10}Be, ^{26}Al, ^{36}Cl, ^{41}Ca). Zmínit lze i detekci ^{236}U a izotopů Pu, Np a Am. Vysokonapěťovou AMS lze užít i pro detekci ^{60}Fe z blízkých supernov a hledání supertěžkých prvků (protonové číslo cca 114, ostrov stability). Detekci ^{14}C, ^{10}Be (^{10}B není zásadní problém), ^{26}Al, ^{129}I, ^{41}Ca a aktinoidů lze efektivně provádět i na tandetronech s napětím řádu 500 kV.

Tato práce vznikla v rámci projektu RAMSES CZ.02.1.01/0.0/0.0/16_019/0000728.

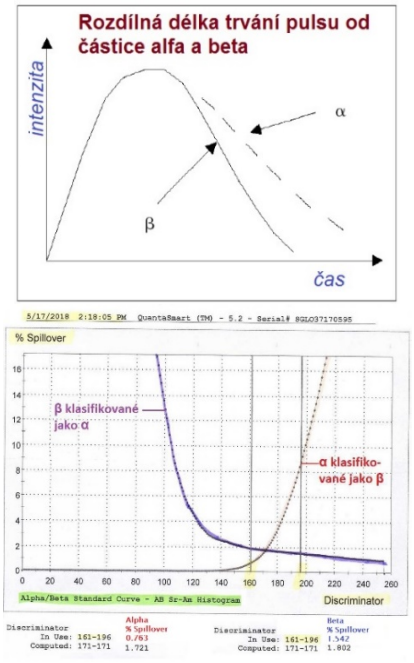
1. Kutschera W., International Journal of Mass Spectrometry 242 (2005) 145–160.
2. Hellborg R., Skog G., Mass Spectrometry Reviews 2008, 27, 398– 427.
3. Fifield K., Reports on Progress in Physics 62, 1223, 1999.
4. Kutschera W., DOI: 10.1080/23746149.2016.1224603.
5. Kiisk M. et al., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 481 (2002) 1–8.

Současné stanovení celkové alfa a beta aktivity ve vodách kapalinovou scintilační měřící metodou (LSC analyzátor s PSD)

Tomáš Bouda

ALS Czech Republic, s.r.o., Praha 9, Laboratoř Česká Lípa

V ČR se stanovení celkové objemové α aktivity (COAA) provádí obvykle měřením směsi odparku s luminoforem ZnS(Ag) pod holým fotonásobičem. Tato metoda je v zahraničí kromě SR neznámá a pro stanovení COAA se používá buď měření odparku vzorku proporcionálním detektorem (vyšší detekční limit; dlouhá doba měření) nebo kapalinově scintilační metoda (LSC). Stanovení celkové objemové β aktivity (COBA) se v ČR obvykle provádí měřením odparku vzorku proporcionálním detektorem, stejně jako v zahraničí. Někteří zahraniční klienti vyžadovali, aby stanovení COAA bylo prováděno podle mezinárodních norem. Proto jsme v r. 2018 validovali metodu současného stanovení COAA a COBA na LSC analyzátoru s diskriminátorem částic α a β (PSD, *Pulse Shape Discriminator*, viz Obr. 1). Metoda[1] vychází z norem ČSN EN ISO 11704[2] a ASTM D7283[3]. Měření provádíme na LSC analyzátoru Quantulus GCT 6220 (PerkinElmer Inc).



Obr. 1 Pulse shape diskriminace α/β.

Vodný vzorek s nízkým obsahem solí je okyselen kyselinou dusičnou a zkoncentrován odpařováním. Podíl odpařeného vzorku je převeden do LSC vialky se scintilačním koktejlem; scintilace z vialky jsou pak měřeny analyzátorem LSC s PSD systémem pro diskriminaci α/β podle tvaru pulsu. Měřící zařízení je optimalizováno s ohledem na nastavení α/β diskriminátoru a pak kalibrováno pomocí certifikovaných roztoků radionuklidů emitujících záření α, β. Při vyhodnocování naměřených dat se neprovádí korekce na „chemické zhášení“, protože procedura je navržena tak, aby výstupem k měření byly preparáty s konstantní úrovní zhášení.

Metoda nezahrnuje ^{222}Rn a jeho krátkodobé přeměnové produkty (Rn je odstraněn při přípravě vzorku) a je nevhodná pro měření radionuklidů s nízkou energií záření beta (^{3}H a ^{14}C). To je v souladu s „klasickými“ metodami stanovení COAA a COBA. Jsou-li nerozpuštěné látky přítomny ve vzorku ve větším množství, je nezbytné vzorek přefiltrovat před okyselením. Podle množství rozpuštěných látek se až 125 mL vzorku odpaří k suchu, odparek se rozpustí v 8 mL 0,02 M kyseliny dusičné, převede se do scintilační vialky a přidá se 12 mL scintilátoru QuickSafe 400 (ZINSSER ANALYTIC GmbH). V případě vzorků s vyšší solností než cca 500 mg/L se ke stanovení bere menší objem analyzované vody, v důsledku čehož se úměrně zvýší detekční limity. Přesnost metody LSC/PSD dokumentují Tab. 1 a 2. Byla ověřena též mezilaboratorním okružním testem.

Tab. 1 Přesnost stanovení COBA metodou LSC/PSD

Druh RM	COBA Bq/L	COBA na ^{40}K Bq/L	Odch. od dekl. hod.	COBA na ^{90}Sr Bq/L	Odch. od dekl. hod.
^{40}K	12,5	12,46	-0,3%	13,03	4,2%
^{90}Sr / ^{90}Y	29,15	27,02	-7,3%	28,26	-3,1%
^{40}K	1,25	1,26	0,8%	1,33	6,4%
^{90}Sr / ^{90}Y	2,92	2,66	-8,9%	2,82	-3,4%
^{40}K	0,25	0,241	-3,6%	0,255	2,0%
^{90}Sr / ^{90}Y	0,292	0,31	6,2%	0,328	12,3%

Tab. 2 Přesnost stanovení COAA metodou LSC/PSD

Druh RM	COAA Bq/L	COAA na ^{241}Am Bq/L	Odch. od dekl. hod.	COBA na U_{nat} Bq/L	Odch. od dekl. hod.
^{241}Am	15,26	14,88	-2,5%		
^{241}Am	1,53	1,41	-7,8%		
^{241}Am	0,153	0,144	-5,9%		
U_{nat}	9,92	*7,72*	-22,2%	9,9	-0,2%
U_{nat}	0,992	*0,674*	-32,1%	0,846	-14,7%
U_{nat}	0,198	*0,155*	-21,7%	0,195	-1,5%

Z Tab. 2 vyplývá, že u metody LSC/PSD je třeba uvádět vůči kterému radionuklidu jsou COAA a COBA vztaženy (zejména v případě COAA), což požadují i příslušné normy [2-3]. U vzorků se solností do 500 mg/L lze při 120 min měření vzorku a 600 min měření pozadí dosáhnout v případě COAA nejmenší detekovatelné objemové aktivity 0,04 Bq/L a v případě COBA 0,07 Bq/L. Ostatní parametry metody LSC/PSD jsou srovnatelné s klasickými metodami. Výhodou je, že se COAA a COBA stanovují současně z jednoho podílu vzorku.

1. CZ_SOP_D06_07_375 Stanovení celkové objemové aktivity alfa a beta kapalinovou scintilační měřící metodou (LSC) (ČSN EN ISO 11704, ASTM D7283 – 17).
2. ČSN EN ISO 11704 (2010): Water quality – Measurement of gross alpha and beta activity concentration in non-saline water – Liquid scintillation counting method.
3. ASTM D7283 – 17: Standard Test Method for Alpha and Beta Activity in Water by Liquid Scintillation Counting.

Monitorování prašného spadu v okolí ulice V Holešovičkách v souvislosti s otevřením tunelového komplexu Blanka a jeho charakterizace metodou INAA

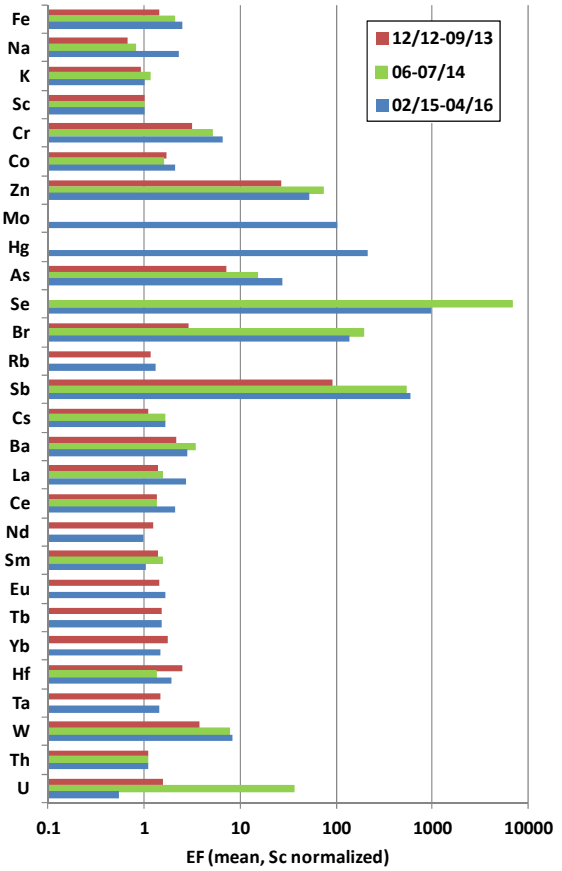
Jiří Mizera[1], *Martina Havelcová*[2], *Vladimír Machovič*[3], *Lenka Borecká*[2]

[1] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež
[2] Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR, v.v.i., Praha
[3] Vysoká škola chemicko-technologická v Praze

Tunelový komplex Blanka (TKB), součást Městského okruhu v Praze, je s délkou 5,5 km nejdelší silniční tunel v ČR a nejdelší městský tunel v Evropě. Byl navržen a vybudován s cílem omezit automobilovou dopravu v historickém centru Prahy. Spojuje území městské čtvrti Hradčany s územím městské čtvrti Troja. Po uvedení TKB do provozu v září 2015 došlo k nárůstu objemu dopravy na některých z navazujících komunikací, mj. i v ulici V Holešovičkách (UVH) navazující na nadzemní část TKB za vyústěním v Troji a vedoucí v délce 1,6 km rezidenční oblastí. Počet aut projíždějících denně touto komunikací se zvýšil ze 70 na 90 tisíc. Imisní monitoring v těsné blízkosti UVH provedený odborem ochrany prostředí Magistrátu hlavního města Prahy v letech 2013-2016 neprokázal výrazné zvýšení hlukové a imisní zátěže ani soustavné překračování jejich hygienických limitů. Naznačuje spíše postupné snižování zátěže díky zlepšení plynulosti dopravy a průjezdnosti a organizačním a technickým opatřením[1]. Negativní dopad zprovoznění TKB je však nadále předmětem obav a stížností části obyvatel této rezidenční oblasti a objektivita monitoringu je zpochybňována.

Kromě měření intenzity hluku a standardních imisních parametrů (PM10/2,5, NO_2, benzo[a]pyren) je vhodným parametrem pro sledování environmentálního vlivu automobilové dopravy prvkové složení prašného spadu. Poloha Ústavu struktury a mechaniky hornin (ÚSMH) v blízkosti mimoúrovňové křižovatky ulic Liberecká a Zenklova a jedné z monitorovacích stanic je vhodná pro monitorování environmentální situace v závislosti na hustotě provozu v UVH. V roce 2012 bylo v ÚSMH zahájeno vzorkování prašného spadu a jeho charakterizace stanovením prvkového složení instrumentální neutronovou aktivační analýzou (INAA) a identifikací částic pomocí SEM/EDX. Tato práce prezentuje výsledky INAA tří souborů vzorků odebraných v ÚSMH v blízkosti UVH: dlouho před otevřením TKB (12/2012-09/2013), krátce před otevřením TKB (06/2014-07/2014), a těsně před otevřením a během pilotního provozu TKB (02/2015- 04/2016). Rozsah antropogenní kontaminace byl vyhodnocen pro daný prvek faktorem obohacení (EF) vzhledem ke složení svrchní kontinentální kůry jako nekontaminovanému prostředí a Sc jako referenčnímu prvku s nízkým antropogenním příspěvkem[2].

Výsledky (Obr. 1) prokázaly vysoké obohacení prašného spadu prvky Se, Sb, Hg, Br, Mo, Zn, As, W, Cr, Ba a Fe, jež lze pravděpodobně spojovat s intenzivní automobilovou dopravou (výfukové plyny, materiály z opotřebení brzd, převodů a rozvodů, pneumatik, úniky paliva, maziv, chladicích médií pro klimatizace, plynných náplní výbojek, atd.)[3-6], případně i s biogenními zdroji (Se, Br)[7,8]. Nárůst obsahu kontaminantů spojených s automobilovou dopravou v období krátce po zprovoznění TKB (do 04/2016) nebyl prokázán. Pokračující monitoring v ÚSMH se zaměří i na hodnocení, zda zvýšené obsahy prvků překračují jejich hygienické limity.



Obr. 1 Faktory obohacení stanovené pro vzorky prachu odebrané v blízkosti ulice V Holešovičkách (průměrrné hodnoty ve třech sledovaných obdobích).

Studie vznikla v rámci projektů podpořených GAČR (P108/12/G108), MŠMT (LM2015056, LM2015074) a AV ČR (Strategie AV21 - Přírodní hrozby).

1. http://www.tunelblanka.info/dopady-projektu/.
2. Kłos A., et al.: Ecol Chem Eng S 18, 171 (2011).
3. Xia L., Gao Y.: Atmos Pollut Res 2, 34 (2011).
4. McKenzie E. R., et al.: Sci Total Environ 407, 5855 (2009).
5. Grigoratos T., Martini G.: Environ Sci Pollut Res 22, 2491 (2015).
6. Lemly A.D.: Ecotoxicol Environ Saf 59, 44 (2004).
7. Quinn C. F., et al.: New Phytologist 192, 727 (2011).
8. Gan J., Yates S. R.: Geophys Res Lett 25, 3595 (1998).

Studium minerální asociace uranonosných antraxolitů z vrchlabského souvrství

Vladimír Strunga[1], *Klára Řezanková*[2], *Kristína Sihelská*[2], *Jan Lorinčík*[2]

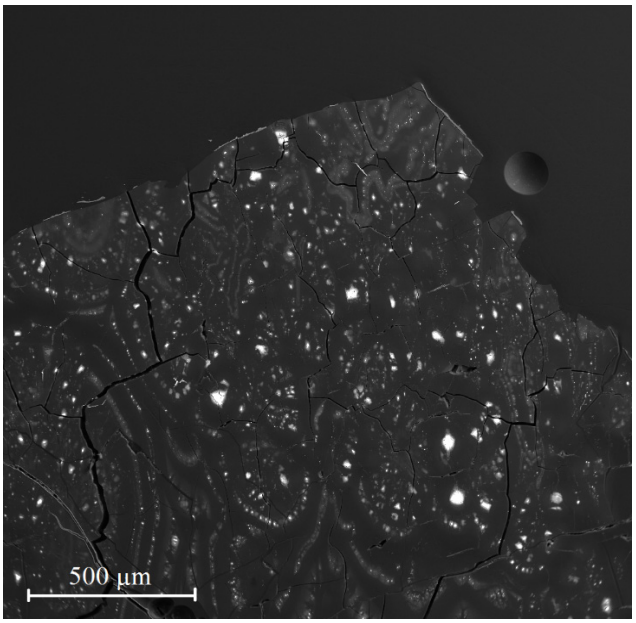
[1] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v.v.i., Husinec-Řež
[2] Centrum výzkumu Řež, s.r.o., Husinec-Řež

Antraxolity jsou černé, bitumenózní, ztvrdlému asfaltu či uhlí podobné hmoty na bázi uhlovodíků s vysokým obsahem pyrobitumenů, tedy látek nerozpustných v organických rozpouštědlech. Studované vzorky pochází ze sedimentů permského rudnického obzoru u Vrchlabí. Tato lokalita byla objevena v roce 1988, kdy zde probíhala výstavba silničního zářezu. Černé břidlice rudnického obzoru mohou mít vysoký podíl organické hmoty, na kterou se vážou minerály mědi, niklu, kobaltu, uranu a dalších prvků. Na lokalitě se vyskytuje i antraxolit s vysokým obsahem uranu. Ten by se podle dřívějších autorů měl nacházet v podobě drobných sférolitů uraninitu, které jsou zatlačovány uhlíkatou hmotou[2]. Z lokality je uváděn výskyt různých sulfidů mědi, niklu a dalších kovů i sekundárních minerálů vznikajících jejich zvětráváním, např. annabergit a zeunerit[1].

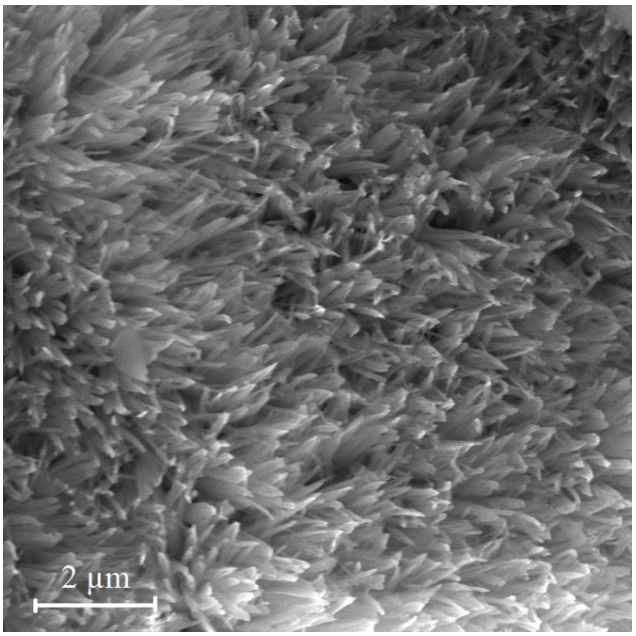
Při studiu průměrného složení odebraných vzorků jsme použili metody instrumentální neutronové aktivační analýzy (INAA). Krátkodobou epitermální a dlouhodobou INAA jsme stanovili obsahy uranu, arzénu, kobaltu, niklu a dalších prvků. Pro získání poznatků o povaze a distribuci primární vtroušené a sekundární puklinové mineralizace jsme použili elektronovou mikroskopii a mikroanalýzu EDX.

Elektronová mikroskopie a mikroanalýza potvrdily výskyt uranoxidových inkluzí ve hmotě antraxolitu, ne však jako udávané sférolity uraninitu, ale spíše složitější koncentricky vrstevnaté agregáty často krystalově omezených mikrokrystalků střídajících se s vrstvičkami antraxolitu a jejich plastické deformace (Obr. 1). Na povrchu úlomků zvětralého antraxolitu je možné pozorovat a částečně analyzovat výkvěty sekundárních minerálů uranu, mědi, arzénu, kobaltu, niklu a dalších prvků pronikajících po puklinách v antraxolitu (Obr. 2). Zjištěné celkové obsahy ve hmotě (bulk) uranonosného antraxolitu kolísají v rozmezí 2-5 hm.% U, 1000-4000 ppm As, 100-250 ppm Co, 0,4-2,5 hm.% Ni.

Při NAA geologických vzorků s předpokládanými vyššími obsahy prvků vyznačujících se velkými účinnými průřezy pro reakce (n,γ) je vhodné použít kombinaci předběžného šetření složení metodou EDX a modelování podmínek experimentu NAA pomocí NAAPRO software (IAEA). Vysoké obsahy uranu i tak komplikují analýzu a při krátkodobé epitermální INAA tak byly podmínky měření upraveny nižšími navážkami (pod 10 mg), časem ozáření (20 s) a vhodnou geometrií měření (12 cm).



Obr. 1 Vnitřní struktura antraxolitu s vrstevnatou strukturou agregátů krystalků předpokládaného uraninitu.



Obr. 2 Habitus mikrokrystalů sekundárního minerálu ruthefordinu $(UO_2)(CO_3)$ potvrzeného pomocí EDX.

Studie byla podpořena grantovým projektem GAČR reg. č. 19-05360S „Radiolytická alterace organické hmoty v uranonosném prostředí“ a projekty MŠMT CZ.1.05/2.1.00/03.0108 „SUSEN“, LQ1603 „Výzkum pro SUSEN“, LM2015056 „CANAM“ a LM2015074 „NRR LVR-15 and LR-0“.

1. Michal Čurda, 2014, Diplomová práce, Karlova Univerzita. https://is.cuni.cz/webapps/zzp/detail/132217/
2. Pauliš P., Kopecký S., Černý P., 2007. Uranové minerály České republiky a jejich naleziště. 2. část. Kuttna, Kutná Hora, 252 str.

EMSLIBS 2019

10th Euro-Mediterranean Symposium on Laser-Induced Breakdown Spectroscopy

8th – 13th September 2019
Brno, Czech Republic

The **Euro-Mediterranean Symposium on Laser-Induced Breakdown Spectroscopy** has a long history and we are pleased and honored to host its jubilee, the 10th EMSLIBS conference in Brno, the heart of the South Moravian region of the Czech Republic.

We would like to cordially invite you to attend EMSLIBS 2019 which will be held from 8th to 13th September 2019 in Brno.

Researchers from all over the world are warmly welcome to come and share ideas and knowledge not only concerning laser ablation itself but also its interdisciplinary applications. The tentative program will comprise oral presentations, invited presentations, lectures about topical issues, and a permanent poster exhibition. The meeting will also provide a number of social events in order to encourage networking and informal discussions among participants.

We are looking forward to seeing you in Brno.

prof. Jozef Kaiser, Ph.D.
on behalf of the organizing committee

CEITEC
Central European Institute of Technology
BRNO | CZECH REPUBLIC

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

MUNI

Ioannes Marcus Marci Spectroscopic Society

South Moravian Region

www.emslibs.com

Spektroskopická společnost Jana Marka Marci

ve spolupráci s VŠCHT Praha

pořádá

Kurz AAS II a příbuzných technik

25. - 28. listopad 2019

VŠCHT Praha

Hlavní témata kurzu

- rekapitulace pojmů z kurzu AAS I (2015)
- současný stav a vývojové trendy v AAS (HR-CS AAS)
- uplatnění modifikátorů matrice
- nové trendy v generování a atomizaci těkavých sloučenin
- metody úpravy vzorků on-line technikami
- emisní plamenová spektrometrie (EFS)
- atomová fluorescenční spektrometrie (AFS)
- přímá analýza pevných vzorků pomocí ETAAS
- specifické problémy stopové a ultrastopové analýzy
- možnosti využití AAS a AFS ve speciační analýze
- tandemové techniky
- stanovení rtuti a jejich specií
- úloha referenčních materiálů
- příklady využití AAS a příbuzných technik v analytické praxi (životní prostředí, zemědělství, geologie, klinické materiály) a další.

Více informací naleznete na adrese http://www.spektroskopie.cz/kurz_AAS_II_2019

pragolab

plynová chromatografie ICP-OES příprava vzorku
elementární ANALÝZA elektrochemie SEA
analýza povrchů separační techniky
DVS REOLOGIE ATOMOVÁ spektroskopie
GC temperace kapalinová chromatografie
UV-VIS spektrometrie GC-MS lyofilizátory
konfokál B.E.T. LIMS MIKROSKOPIE koncentrátory
CHNSO analýza AAS analýza částic HPLC
hmotnostní SPEKTROMETRIE centrifugy EXTRUZE
ICP-MS SERVIS termická analýza AIR monitoring
XPS widefield TEXTURA spotřební materiál NMR
DLS automatické dávkování iGC TOC analýza RVC

www.pragolab.cz

HPST, s.r.o.
Na Jetelce 69/2
190 00 Praha 9
Česká republika

Tel.: +420 244 001 231
Fax: +420 244 001 235
E-mail: info@hpst.cz
Web: www.hpst.cz

Autorizovaný distributor Agilent Technologies

Agilent | Authorized Distributor

Agilent LC/MS QTOF 6546

Proč dělat kompromis mezi rozlišením a akviziční rychlostí?

- Hmotnostní rozlišení (FWHM) > 60 000 při sběru dat 50 Hz
- Přesnost hmoty 0,8 ppm
- Dynamický rozsah 4 řády
- Excelentní měření izotopové obálky
- Revoluční automatické SWARM ladění pro zachování malých a nestabilních iontů

Více informací naleznete na **www.hpst.cz** nebo kontaktujte našeho produktového specialistu **Ing. Jitku Zrostlíkovou, Ph.D.:**
E-mail: **jitka.zrostlikova@hpst.cz**
Tel.: **+420 606 047 034**

MOLEKULOVÁ SPEKTROSKOPIE

POHLÉDNĚTE NA SVĚT NAŠÍ OPTIKOU

BRUKER

DLOUHÁ ŽIVOTNOST | ŠPIČKOVÝ VÝKON | ŠIROKÁ NABÍDKA PŘÍSLUŠENSTVÍ | JEDNODUCHÉ OVLÁDÁNÍ

FT-IR spektrometry

ALPHA II | TENSOR II

- Kompaktní spektrometry pro rutinní analýzu i výzkum
- Široká škála měřících modulů

INVENIO | VERTEX série

- Nejvýkonnější výzkumné spektrometry na trhu
- Propojení s mikroskopem, Ramanem, TGA, GC…
- Rozšíření spektrálního rozsahu od FIR/THz do VIS/UV oblasti

Ramanovy a FT-NIR spektrometry

MultiRAM | RAM II | BRAVO

- Univerzální stolní FT-Ramanovy spektrometry
- BRAVO je ruční Raman nové generace

MPA II | TANGO | MATRIX

- FT-NIR spektrometry pro nejrůznější QC/QA aplikace
- MATRIX je procesní FT-NIR spektrometr přímo do výroby

FT-IR a Ramanovy mikroskopy

HYPERION 3000 | LUMOS

- Hyperion FT-IR mikroskop s rychlým mapováním a imagingem
- LUMOS FTIR mikroskop s vysokým stupněm automatizace

SENTERRA II

- Pokročilý Ramanův mikroskop pro mapování a imaging
- Možnost kombinace disperzní a FT-Ramanovy spektrometrie

OPTIK INSTRUMENTS

DISTRIBUTOR BRUKER

Optik Instruments

www.brukeroptics.cz

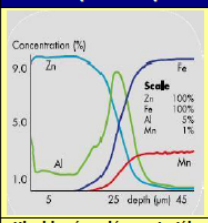
Anton Paar
VYTRVÁME TAM KDE OSTATNÍ SELHÁVAJÍ
VÝZVY JSOU NAŠÍ MOTIVACÍ.
INSPIRUJÍ NÁS POSOUVAT HRANICE
MOŽNÉHO. KAŽDÝ DEN.
Great people | Great instruments
Kontaktujte nás www.anton-paar.com

SPECTRO CS s.r.o.

Certifikace dle ISO 9001: 2009, Certifikát TÜV SÜD Czech číslo: 05.094.716-1
Rudná 1361/51, 700 30 Ostrava – Zábřeh, Tel: +420 596 762 840, Fax: +420 596 762 849, info@spectro.cz , www.spectro.cz

specialisté v oboru spektrometrie nabízejí přístroje firem:

SPECTRO | Spectro Scientific | FLUXANA | SPECTRUMA ANALYTIK GMBH

Ruční a mobilní spektrometry	Jiskrové spektrometry	ED - RTG spektrometry	ICP-OES spektrometry	ICP-MS spektrometry	Příprava materiálu pro RTG
Analýza v terénu, RTG a jiskrové/obloukové přístroje	Analýza kovových materiálů	Analýza pevných, kapalných a práškových materiálů	Analýza roztoků pro ultra nízké limity detekce	Plně simultánní MS spektrometr	Tavičky, lisy , mlýnky, spotřební a referenční materiály pro XRF
Referenční materiály	**Automatické systémy**	**GD spektrometry**	**Analyzátory otěrových kovů**	**Ruční IČ spektrometry**	**Analyzátory částic**
					
Referenční materiály všeho druhu od firmy MBH	Kontejnerová laboratoř na klíč od firmy FLSmidth	Hloubková analýza materiálu Distribuce prvků dle hloubky	Přístroje pro prediktivní údržbu pomocí analýzy olejů a maziv - kompletní zařízení pro tribotechnickou analýzu – na požádání zašleme podrobné informace		

Zastoupení na Slovensku: SPECTRO APS spol. s r.o., Izabely Textorisovej 13, 036 01 Martin, www.spectroaps.sk

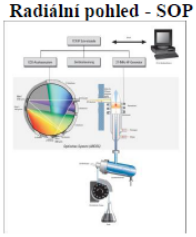
ICP spektrometr **SPECTRO ARCOS**

Vlajková loď firmy SPECTRO

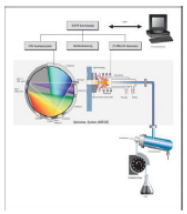
Jedná se o nový model (2015) ICP spektrometru, který je nástupcem velice úspěšného původního ICP spektrometru **SPECTRO ARCOS**, jenž se osvědčil zejména při analýze těžkých a komplikovaných matric (*podle sloganu „tam kde ostatní končí, my začínáme…“*).

Přístroj se vyrábí jak s axiálním, tak s radiálním snímáním plasmy:

Radiální pohled - SOP



Axiální pohled - EOP

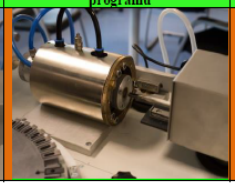
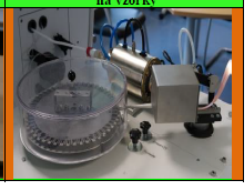


a nově i v provedení **MULTI VIEW**.

MULTI VIEW je systém s kombinací axiálního a radiálního pohledu, který na rozdíl od systému DUAL VIEW nabízí oba pohledy v plnohodnotné kvalitě. Přístroj s DUAL VIEW je v podstatě vždy zařízení s axiálním pozorováním doplněné o radiální pohled, který však nemá nejlepší parametry. Naproti tomu náš systém MULTI VIEW vám skutečně nabízí dva plnohodnotné přístroje v jednom. Tím si zajistíte neomezené možnosti jeho použití v široké škále aplikací, od pitných vod přes matrice půd, kalů až po složité analýzy kovových vzorků, zasolených roztoků, skla, drahých kovů atd. Přístroj je ovládán příjemným analytickým SW, analýza je rychlá (sken za 3 sekundy) a nezávislá na počtu zvolených čar a prvků při velmi dobrém stabilním rozlišení. Provoz spektrometru je velmi ekonomický bez nároku na další spotřebu argonu, klimatizaci laboratoře, externí chlazení vodou apod.

Díky tomu, že spektrometr umožňuje simultánní měření a zpracování tranzientního signálu (závislost intenzity na čase) pro libovolný počet čar a prvků, je vhodný pro spojení se vstupním vnášecím zařízením pro rychlé děje jako je laserová ablace, elektrotermická vaporizace (ETV) apod., a tím poskytuje možnost analyzovat mikromnožství pevných vzorků bez nutnosti převádění do roztoku!

ETV jako příslušenství k ICP ARCOS:

odběr grafitové lodičky se vzorkem z autosampleru	přenos vzorku pinzetou do řízené pece	vaporizace dle nadefinovaného programu	čisticí program grafitových lodiček na vzorky
			

NABÍDKA PUBLIKACÍ SPEKTROSKOPICKÉ SPOLEČNOSTI JMM

2. Podzimní škola rentgenové mikroanalýzy 2012 - sborník přednášek na CD	199,- Kč
Škola luminiscenční spektrometrie 2011 - sborník přednášek na CD	199,- Kč
Podzimní škola rentgenové mikroanalýzy 2010, sborník přednášek na CD	199,- Kč
Inorganic Environmental Analysis	161,- Kč
Referenční materiály (přednášky)	93,- Kč
Názvosloví IUPAC (Part XII: Terms related to electrothermal atomization; Part XIII: Terms related to chemical vapour generation)	35,- Kč
Kurz ICP pro pokročilé	245,- Kč
5. kurz ICP spektrometrie 2009	350,- Kč
6. kurz ICP spektrometrie 2011	350,- Kč
Kurz AAS pro pokročilé (1996)	120,- Kč
Metodická příručka pro uživatele FTIR	149,- Kč
Skripta Kurz HPLC/MS (2001)	100,- Kč
12. Spektroskopická konference	190,- Kč
13. Spektroskopická konference (2007 Lednice)	130,- Kč
Sborník přednášek ze semináře Radioanalytické metody IAA´03	62,- Kč
Sborník přednášek ze semináře Radioanalytické metody IAA´04	78,- Kč
AAS II – kurz pro pokročilé (2006)	435,- Kč
Sborník přednášek ze semináře Radioanalytické metody IAA´05	126,- Kč

Spektroskopická společnost Jana Marka Marci
se sídlem: Thákurova 7, 166 29 Praha 6 e-mail: immss@spektroskopie.cz
http://www.spektroskopie.cz
Adresa pro zasílání korespondence: Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Kotlářská 2, 611 37 Brno
Adresa sekretariátu pro osobní kontakt: Univerzitní kampus Bohunice, pavilon A14
Úřední hodiny: úterý 10 – 12 h, čtvrtek 10 – 12 h
Telefon: 549 49 1436, fax: 549 49 2494, mobil: 722 554 326, tajemník Tomáš Vašina

redakční rada:
prof. RNDr. Josef Komárek, DrSc. (předseda)
prof. Ing. Josef Čáslavský, CSc., prof. RNDr. Viktor Kanický, DrSc.
tech. redakce: Mgr. Rostislav Červenka, Ph.D.

redakční uzávěrka: 8. 4. 2019 uzávěrka příštího čísla: 30. 6. 2019