

Od klasickej spektrografie k ICP-MS: vývoj a aplikácie spektrochemických metód na GÚ PRIF UK

Jana Kubová

Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, Geologický ústav

Riešenie hlavných úloh spektrochemického laboratória Geologického ústavu PRIF UK a ich riešenie (vypracovávanie nových postupov na chemickú charakterizáciu geologických materiálov) pod vedením prof. Pliška od r. 1970 znamenali zásadný rozvoj odboru analytickej geochemie. Veľký dôraz v 70 a 80 rokoch bol sústredený na priamu analýzu tuhých materiálov metódou optickej emisnej spektrografie (OES) ako aj získanie poznatkov obecného charakteru ako sú:

- teplota, jej zmeny súvisiace so zmenou matrice, s tým súvisiace zmeny v rovnomernosti vyparovania jednotlivých zložiek, stupeň ionizácie, chemické reakcie v elektródach a vo vlastnom výboji
- vplyv vlastnej absorpcie - zakrivovanie analytických kalibračných kriviek v oblasti vyšších koncentrácií, štúdium vplyvu nerezonančnej, resp. neselektívnej absorpcie, model transportných procesov
- možnosti eliminácie spektrálnych interferencií, vypracovaný postup merania vlnových dĺžok bežnou prístrojovou technikou – identifikovaných 6 čiar Ca, rozlíšený dublet Bi, korekcia vzájomných interferencií PVZ a Ca, korekcia vplyvu Fe a molekulového pásu SiC pri stanovení B v silikátoch a ďalšie.

Komplexné štúdium parametrov ovplyvňujúcich intenzitu spektrálnej čiary sa zohľadnilo pri vypracovaní konkrétnej analytickej úlohy s cieľom zabezpečiť potrebnú presnosť, správnosť, dôkazuschopnosť a selektivitu.

Od r. 1986 sa pre analýzu roztokov okrem metód AAS začala využívať metóda optickej emisnej spektrometrie s indukčne viazanou plazmou (OES-ICP). K optimalizácii jej využívania prispeli výsledky štúdií vplyvu koncentrácií matricových prvkov na spoľahlivosť a dôkazuschopnosť stanovenia stopových prvkov, korekcia vplyvu minerálnych kyselín zmenou pozorovacej výšky, postupy pre korigovanie vplyvu pozadia a spektrálnych interferencií v rôznych typoch prírodných materiálov.

Požiadavky na stanovenie stopových a ultrastopových obsahov si však vyžadovali zaradenie separačných a prekoncentračných postupov. Týmto spôsobom boli vypracované a aplikované postupy na stanovenie PVZ v rôznych horninách a minerálnych vodách, stanovenie Be v minerálnych vodách, Nb a Ta v geologických materiáloch a ďalšie.

Po r. 1995 sa analytické oddelenie GÚ okrem problematiky stanovenia celkových obsahov prvkov venuje aj fyzikálnej a chemickej špeciácii a frakcionácii vo vodách a tuhých materiáloch. Pre frakcionáciu pôd a sedimentov boli použité jednokrokové a sekvenčné extrakčné postupy a detekcia prvkov metódami OES-ICP a AAS.

V r. 2008 sa začala využívať aj metóda hmotnostnej spektrometrie s indukčne viazanou plazmou (ICP-MS), analyzujú sa rozdielne typy materiálov, participujeme v projektoch rôznych odborov: biológia, medicína, farmakológia, geológia, environmentálne vedy, ekozológia rastlín a iné. Okrem celkových obsahov prvkov, je pozornosť venovaná štúdiu podmienok izolácie jednotlivých foriem prvkov a prekoncentrácie s využitím nanosorbentov, biosorbentov a micelárnych extrakcií (napr. Al, Sb, Tl, Pt) a následnou detekciou metódami ICP-MS, ICP-OES, ETAAS, HG-AAS.