

8. Szilárdmintás Spektrokémiai Kollokvium, Budapest, 1998. szeptember 1-4.

Nemzetközi konferencia, a Magyar Kémikusok Egyesülete Spektrokémiai Társaság rendezésében.

Dr. Kántor Tibor*

Az előadások túlnyomó része a grafitkemencés atomabszorpciós spektrometria (GF-AAS), valamint a grafitkemencés elektrotermikus párologtatással (GF-ETV) kombinált induktív csatolású plazma atom-emissziós spektrometria (GF-ETV-ICP-AES) és tömegspektrometria (GF-ETV-ICP-MS) alkalmazásán alapuló eljárásokkal foglalkozott. Ezen eljárásoknál a por alakú minták közvetlenül, vagy vizes szuszpenzió (slurry) formájában kerülnek bevitelre a spektroszkópiai forrásba.

A konferencia-sorozat indulásánál (Wetzlar, 1984), az előadások kizárólag a GF-AAS módszerekkel és ezen belül elsősorban a Grün-féle SM1 típusú atomabszorpciós spektrofotométer alkalmazásával foglalkoztak. E készületeknél 0,1-2 mg porminta egyszerű módon vihető be a kemence vízszintes grafitcsövébe, és a Zeeman-effektuson alapuló háttérkorrekció segíti az atomspecifikus jelek mérését. Ez a mérés technika lehetővé teszi a viszonylag könnyen párologó elemek (Hg, Cd, Zn, Pb, As stb.) nagy érzékenységgel meghatározását és előnyösen alkalmazható pl. élelmiszerek, orvos-biológiai anyagok elemzésére. A konferenciák két évenként kerültek megrendezésre: Wetzlar (1986), Wetzlar (1988), Jülich (1990), Geel (1992), Amsterdam (1994) és Kansas City (1996). Az előadások témája fokozatosan bővült a felhasznált spektrometriás mérés technikák és az alkalmazások szempontjából, az előadások száma 40-50-re, a résztvevők száma pedig 70-100 főre növekedett. A bővülést elsősorban a fentebb említett GF-ETV-ICP-AES/MS, és kisebb mértékben a lézer-ablációs mintabevitelt alkalmazó LA-ICP-AES/MS mérés technikák növekvő számú csatlakozása hozta.

A magyar szerzők hozzájárulás e konferenciák munkájához a Jülichben rendezett konferencián kezdődött, melyen egy hazai építésű GF-ETV egység került ismertetésre. Ennek csatlakoztatása ICP-AES mérőrendszerekhez lehetővé teszi a porított, szerves ipari anyagok (pl. alumínium-oxid, szilícium-nitrid, szilícium-karbid) közvetlen, szilárdmintás elemzését. Ez a téma jelentősen kiszélesítette a korábbi konferenciák programját és előremutató volt a továbbiakra nézve. A konferencia-sorozat nemzetközi tudományos bizottsága Kansas-Cityben (USA) elfogadta az 1998-as konferencia Magyarországon történő rendezésére vonatkozó ajánlatot (Záray Gyula elnök, Kántor Tibor tudományos elnök).

A budapesti konferencia rendezői fontos szerepet szántak a röntgen-módszerek irányába történő nyitáshoz, miáltal az előadások és résztvevők számának jelentős növekedésére lehetett számítani. Az első körlevélben megjelent érvelés szerint, a speciális röntgen-spektroszkópiai konferenciák mellett, hasznos lehet a különféle elvű szilárdmintás elemzési módszereket (optikai, tömeg- és röntgen-spektrometriás módszereket) átfogó konferencia szervezése, mely lehetőséget adna a versenyző, szilárdmintás módszerek előnyeinek és hátrányainak jobb összehasonlítására. A konferencia témakörének további kiszélesítését a fémek szikragerjesztésén és glimm-kisüléses gerjesztésén alapuló optikai emissziós spektrometria programba iktatása képezte; az ilyen elvű módszerek, ismerten, a fémötvözetek elemzésére nyerneek széles körű alkalmazást.

A Budapesten megtartott konferencia résztvevőinek száma kb. 60 fő volt, és 42 előadás hangzott el (7 poszter előadás), ami közelítően megfelelt a korábbi szilárdmintás spektrometriás konferenciák ilyen mutatóinak. Az előadások témája azonban nagymértékben átrendeződött. A legtöbb előadás a GF-ETV-ICP-AES/MS mérőrendszerek vizsgálatával, fejlesztésével és alkalmazásával foglalkozott (24%), és a GF-AAS módszerek kerültek a második helyre (19%). Viszonylag nagy részt képviselt a szilárdmintás módszerekkel nyert eredmények statisztikai értékelése valamint a kalibrációs módszerek tárgyalása (17%). Újdonságnak számított a totál reflexiós röntgenfluoreszcens spektrometria (TXRF) megjelenése (14%), mely módszerrel pl. leválasztott aeroszolok és beszárított szuszpenziók összetétele határozható meg. E mikromódszernél a mintahordozó egy kb. 3 cm átmérőjű kvarctárcsa, melynek felületére 0,02 ml oldat vagy szuszpenzió szárítható az elemzéshez és kalibrációhoz. Egy másféle elvű röntgen-mikromódszer (PIXE) alkalmazásáról ugyancsak hangzott el előadás. A „klasszikus” röntgenfluoreszcens (XRF) spektrometriás méréshez, ismerten, viszonylag nagy méretű ill. tömegű minta szükséges, mely mérés technika, a fentiekben említett

várakozással szemben, nem szerepelt a budapesti rendezvényen. Ugyancsak hiányolni kellett a fémelemzés „klasszikus” spektrometriás módszereiről szóló előadásokat is. A lézer-abláció (10%) és a szuszpenziók porlasztása (7%), mint a plazma-forrásokhoz alkalmazott mintabeviteli módszerek, valamint az egyéb (nem ICP) plazmakisülések (9%) képezték a kisebb előadás-csoportok témáját.

Az egyéb plazmakisülésekhez sorolt grafitelektródos, egyenáramú iv (grafit-iv) 15-25 évvel ezelőtt a leghatékonyabb fényforrásnak számított a porminták közvetlen emissziós spektrográfias (fotográfiás fény-mérés) elemzésében. Elmondható, hogy a szilárdmintás, iv-emissziós spektrográfia a harmincas évektől nélkülözhetetlen analitikai módszerre vált a kontinensek geokémiai feltérképezésében. Ugyancsak kiterjedten alkalmazták a porított, szerves ipari termékek (pl. timföld) szennyező elemeinek meghatározására. A mennyiségi elemzés a grafitelektródba mért 5-10 mg minta meghatározandó alkotóinak teljes elpárologtatásán és a vonalintenzitások integrálásán alapult (Slavin, 1938), mely elvet a későbbiekben a GF-AAS módszereknél is fontosnak találták.

A budapesti konferencián, két előadás hangzott el a grafit-iv felhasználásával végzett optikai spektrometriás (fényelektromos mérést alkalmazó) módszerek kidolgozásáról. A felhasznált kereskedelmi készületeknél, félvezető-lap kötegekből (array) felépített detektorokkal (SCD, CID vagy CCD) történik a fényérés, miáltal a klasszikus grafit-iv fényforrással végzett elemzések precizitása és pontossága nagymértékben növelhető. Ennek realizálásához azonban, szükségszerűen felhasználandó az az elméleti ismeretanyag, amely egy koncepciójában maradandó, összefoglaló munkában áll rendelkezésre (P.W.J.M. Boumans: *Theory of Spectrochemical Excitation*, Plenum Press, 1966). A CCD detektálási mód az optikai spektrometria újabb fejezetét nyitotta meg, melynek az ICP-emissziós módszerek vonatkozásában nyújtott előnyivel egy külön összefoglaló előadás foglalkozott.

Fontos megemlíteni, hogy a budapesti konferencia két olyan könyv kiállításának adott helyet, melyek a mintavétel és minta-előkészítés általános kérdéseinek, ill. a grafitkemencét alkalmazó szilárdmintás módszereknek a legújabb összefoglalását nyújtják:

M. Stoeppler (Ed.): *Sampling and Sample Preparation*, Springer, 1997.

U. Kurtürst (Ed.): *Solid Sample Analysis*, Springer, 1998.

A konferencia előadásanyagainak nagy része a *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* folyóirat speciális füzetében fog megjelenni, 1999-ben.

A Szilárdmintás Spektrokémiai Kollokviummal párhuzamosan folyt a 41. Magyar Spektrokémiai Vándorgyűlés, ugyanabban az épületben, mely utóbbinak kb. 100 résztvevője volt. A nemzetközi és a magyar rendezvényekhez közös kiállítás tartozott, a következő kiállító cégekkel: ABLE-JASCO, HUNGAROPAAAR, MERCK, LABEX, LABOREXPORT, LABSYSTEM, PRO-VAR, REANAL, SIMKON, SLM SPECTRO-LAB, MERKANTIL, UNICAM.

A konferencia társasági programja egy hajókirándulás volt Szentendrén az ottani városnézéssel, valamint egy társas vacsora a budafoki Borkatakomba Étteremben. Az Eötvös Lóránd Tudományegyetem Kémiai Tanszékcsoportjának épülete (Lágymányos) jó körülményeket biztosított az előadásokhoz és a kiállításához. A konferencia napokon az étkezési lehetőséget a BME Goldmann étterme biztosította. A meghívott vendégek az ELTE vendégházában (Hotel Peregrinus, Szerb utca) nyertek elhelyezést.

A konferencia-sorozat nemzetközi tudományos bizottsága (14 bizottsági tag hét országból) ülést tartott a konferencia munkanapok egyikén, az esti órákban. Az egyik megállapítás szerint, a szilárdmintás konferenciákat, a résztvevők viszonylag kis létszáma miatt, célszerű valamely nagyobb konferencia szekciójaként megtartani. Ez lényegében Budapesten is így történt, az „átjárás” lehetősége a nemzetközi és a magyar konferenciák között folyamatosan fennállt. A következő 9. *Szilárdmintás Spektrokémiai Kollokvium* nagy valószínűség szerint Halléban, Németországban lesz.

* ELTE Általános és Szerves Kémiai Tanszék, Budapest