ANALÝZA VYSOKOPECNÍCH STRUSEK OPTICKOU EMISNÍ SPEKTROMETRIÍ S INDUKČNĚ VÁZANÝM PLAZMATEM S LASEROVOU ABLACÍ

MARIE PIŠTĚKOVÁ[a], VÍTĚZSLAV OTRUBA[b,d] a VIKTOR KANICKÝ[c,d]

[a] Ústav chemie, Stavební fakulta Vysokého učení technického v Brně, Žižkova 17, 602 00 Brno, [b] Plazmochemická laboratoř, Ústav fyzikální elektroniky, Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Kotlářská 2, 611 37 Brno, [c] Výzkumné centrum pro environmentální chemii a ekotoxikologii, Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Kamenice 126/3, 625 00 Brno, [d] Laboratoř atomové spektrochemie, Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Kotlářská 2, 611 37 Brno
viktork@chemi.muni.cz , otruba@chemi.muni.cz

Došlo 20.5.08, přepracováno 9.10.09, přijato 6.11.09.

Klíčová slova: vysokopecní struska, laserová ablace, optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem

Úvod

Vysokopecní struska (VPS) vzniká jako vedlejší produkt při výrobě surového železa.

Hlavními složkami vysokopecní strusky jsou SiO_2, CaO, MgO, Al_2O_3, Fe v různých formách, dále může obsahovat P_2O_5, S v různých formách, TiO_2, MnO, Cr a další těžké kovy. Obsah těžkých kovů ve vysokopecní strusce závisí na jejich obsahu ve vsázce (železné rudě) a na provozu pece. Kovy jako As, Cu, Ni, Co, Sb, Sn se ve vysoké peci úplně vyredukují a přecházejí do surového železa. Chrom přechází ze vsázky do surového železa z 50–80 %. Zinek se redukuje a odpařuje. Většina olova se vzhledem ke své hustotě po vyredukování soustřeďuje pod taveninou surového železa, část se odpařuje[1,2].

Vysokopecní struska je díky svým fyzikálněchemickým vlastnostem využívána jako surovina v některých oborech lidské činnosti a její využití se stále rozšiřuje.

Vysokopecní struska se používá jako surovina pro výrobu některých typů cementu (portlandské struskové cementy), stavební výrobek pro výplně, zásypy, pro stavbu silničních a železničních těles, popř. svršků, strusková drť se využívá jako kamenivo, izolační materiál (hutní pemza, strusková vlna), zemina při rekultivacích či zemědělské hnojivo (jemně mletá, při obsahu CaO a MgO > 42 %).

Pro výrobu cementů jsou nejvýznamnější obsahy SiO_2, Al_2O_3, CaO a MgO ve strusce a jejich vzájemné poměry[3]. Předmětem zájmu je v poslední době také aplikace VPS jako sorbentu fosforu z odpadních vod ve vegetačních kořenových čistírnách odpadních vod. Bylo zjištěno, že fosfor je vázán ve vysokopecní strusce hlavně jako hydroxyapatit a jeho sorpce probíhá nad pH 7,7 (cit.[4–10]). V ČR je vysokopecní struska vedena jako odpad s kódovým číslem 1002 (cit.[11,12]). Využívání odpadů z chemických a hutních výrob jako druhotných surovin vede k potřebě analyzovat je i na obsah dalších skupin chemických látek (stopových prvků, organických látek), které byly původně přítomny v používané výchozí surovině.

Teoretická část

Analýza materiálů na bázi silikátů představuje komplex problémů, který určuje chemická odolnost vůči kyselinám. Pro potřeby dalšího využití je nutno rutinně stanovovat makrosložky daného materiálu, na důležitosti nabývají stopové prvky[13]. V české normě[14] pro analýzu VPS jsou doporučené postupy analýzy na mokré cestě, po rozkladu a převedení do roztoku. Následují stanovení jednotlivých složek postupy klasické analýzy (gravimetrie a volumetrie) a AAS. Výsledky analýz jsou uváděny jako hmotnostní procenta oxidů stanovovaných prvků, v případě síry a železa jako celková síra a celkové železo. V praxi se běžně uplatňuje při chemické analýze VPS kromě AAS[15] také spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP) s optickou (ICP OES)[16–19] nebo hmotnostní (ICP MS) detekcí, pro analýzu VPS v pevném stavu především RTG fluorescence[20].

Příprava vzorků k analýze převedením do roztoku (s předběžným rozpouštěním, tavením) vede k prodloužení doby analýzy, použité chemikálie a nádobí jsou často zdrojem kontaminace, dochází ke ztrátám těkavých stopových prvků. Zvyšuje se také pravděpodobnost výskytu možných interferencí. V ICP OES i MS jsou nejběžnější interference snadno ionizovatelných prvků a minerálních kyselin[21]. Jejich vliv při následné analýze lze omezit shodnou přípravou vzorků a kalibračních standardů.

V klasických (odměrných, vážkových a spektrofotometrických metodách) je odstranění rušivých vlivů zahrnuto v pracovním postupu[22].

Vzorky se silikátovou matricí jsou převáděny do roztoku odkuřováním s kyselinami po předchozím tavení nebo vyluhováním. Používá se odkuřování se směsí kyselin HF – $HClO_4$, HF – HNO_3 , HF – H_2SO_4, tavení vzorku s přídavkem vhodného množství tavicí soli nebo směsi solí[23,24].

Běžné je převádění do roztoku vícestupňovou mikrovlnnou digescí s kyselinami dusičnou, chlorovodíkovou, fluorovodíkovou a boritou. I tento postup je ale časově náročný.

S rozvojem nových excitačních zdrojů pro atomovou spektrometrii se rozšířily i možnosti přímé analýzy pevných látek a jsou již rozsáhle využívány v technické praxi. Jedním ze směrů využívaných k analýze pevných látek je ICP spektrometrie ve spojení s laserovou ablací (LA). Spojení LA-ICP se používá především pro analýzu skel,

geologických vzorků, environmentálních vzorků, biologických materiálů, čistých oxidů a kovů. Vzorkovat lze vodiče, polovodiče i izolanty, výhodou je nízká spotřeba vzorku a možnost získat informace o hloubkovém a plošném rozdělení prvků ve vzorku.

Z pracovního postupu je vyloučen rozklad a převedení do roztoku a přídavky dalších chemikálií v kapalném stavu k analyzovanému vzorku. Laserová ablace dovoluje použití malého množství vzorku, nevnáší do ICP vodu, proto jsou intenzity analytických čar vyšší a molekulové emisní pozadí slabší.

Podle matrice vzorku se používají různé druhy přípravy pro laserovou ablaci. Práškové materiály je nutné upravit do kompaktního vzorku, vhodného pro ablaci, např.:

- promíchání s různými pojivy (polyethylen, celulosa, grafit, teflon, práškové kovy) a lisování tablet[25],
- lisovaní prášků analyzovaného materiálu do tablet bez pojiva,
- „uzavření“ vzorků pomocí laku (pro polétavé částice),
- tavení vzorků s tetraboritanem disodným na sklo[17,26,27].

Tato práce je zaměřena na možnosti analýzy hlavních složek VPS metodou LA ICP OES a srovnání s roztokovou ICP OES a klasickými metodami analýzy VPS. Byly stanovovány především CaO, SiO_2 (max. do 40 %), MgO, Al_2O_3, (max. do 12 %), Fe_{celk}, MnO, TiO_2 a Cr (max. v jednotkách %).

Experimentální část

Použité přístroje a zařízení

Ablační systém, který byl využíván v této práci, byl sestaven v laboratoři atomové spektrochemie Přírodovědecké fakulty MU z laseru, ablační komory a translátoru. Instrumentace LA ICP OES je uvedena v tab. I.

Chemikálie a materiály

Kalibrační vzorky

Pro kalibraci v roztokové analýze byly použity jednoprvkové referenční materiály (RM) firmy Analytika (ČR) zpracované shodným postupem jako analyzované vzorky.

Pro laserovou ablaci byla kalibrace provedena pomocí certifikovaných referenčních materiálů (CRM) VPS ze SMÚ Bratislava (SR) a RM VPS firmy Mittal Steel Ostrava (ČR). CRM a RM byly zpracovány stejným postupem jako analyzované vzorky. Jako reálné vzorky strusek byly použity vysokopecní strusky z archivu ústavu chemie VUT FAST v Brně z výzkumného úkolu CEZ: VVZ MSM 261100008.

Příprava VPS pro roztokovou analýzu

VPS byly vysušeny při 110 °C a homogenizovány 20 min v kulovém mlýnku Pulverisette 7 (Fritsch, Němec-

Tabulka I
Instrumentace LA ICP OES

Parametry	Vlastnosti
ICP spektrometr	Jobin Yvon 170 Ultrace, laterální pozorování
Generátor	krystalem řízený 40,68 MHz
Výkon	1000 W
Průtok Ar	vnější plyn 12 l min^{-1}
	střední plazmový plyn 0,2 l min^{-1}
	vnitřní nosný plyn 0,6 l min^{-1}
Výška pozorování	15
Polychromátor	Paschen Runge FWHM 25 pm, simultánní, detekce fotonásobiči
Monochromátor	Czerny – Turner s ohniskovou vzdáleností 1 m a se dvěmi holografickými mřížkami
Spektrální čáry	Al 308,220 nm, Ca 315,887 nm, Cr 267,72 nm, Fe 259,944 nm, Mg 280,274 nm, Mn 257,614 nm, Sc 361,383 nm, Si 251,611 nm, Ti 334,941 nm
Integrační doba	1,0 s
Laser	v režimu aktivního klíčování rezonátoru (Q-switch), opakovací frekvence 10 Hz, délka trvání pulsu 4,4 ns
Zaostření	skleněné čočky, ohnisková vzdálenost 170 mm, zaostřeno 25 mm pod povrch
Ablační cela	vyrobena v laboratorních podmínkách, objem 14 cm^3
translátor	OWIS XY (Německo),
Přenos vzorku	teflonová hadička vnitřního průměru 2 mm a délky cca 1,5 m
Profilometr	Talysurf, Rank Taylor Hobson
Skenovací elektronová mikroskopie	BS 340, Tesla Brno, ČR

ko) v nádobkách z nitridu křemíku s mlecími kuličkami z téhož materiálu.

Pro přípravu roztoků vzorků VPS byly použity dva postupy:

Rozklad směsí HF a HNO_3

0,25 g vzorku bylo rozloženo několikanásobným odpařováním se směsí kyseliny fluorovodíkové a dusičné v Teflon®ových nádobkách. Odparek byl vyjmut 5% kyselinou dusičnou a převeden do objemu 100 ml. Tento roztok byl použit ke stanovení makrosložek bez SiO_2.

Rozklad tavením s $LiBO_2$ a rozpuštěním v zředěné HNO_3

0,25 g vzorku bylo smícháno s 1,0 g $LiBO_2$ a taveno v platinovém kelímku při 950 °C v muflové peci, případně nad kahanem. Ochlazená tavenina byla rozpuštěna ve 100 ml 5% kyseliny dusičné. Roztok byl kvantitativně převeden do odměrné baňky objemu 250 ml a doplněn 5% kyselinou dusičnou po rysku.

Příprava pevných vzorků

Příprava pojiva

Jako pojivo bylo použito práškové stříbro, čistoty 99,99%, s velikostí částic < 15 μm; (Safina Vestec, ČR) a směs práškového stříbra a boritanu lithného (Merck, Německo) v hmotnostním poměru 4+1, vždy homogenizovány 10 min při 420 otáčkách za minutu.

Příprava VPS s vnitřním standardem

Vysušené VPS byly odváženy a k této navážce bylo přidáno 0,2 % skandia jako oxidu skanditého. Směs byla zhomogenizována a následně používána k přípravě práškových vzorků pro lisování tablet.

Zvolení vhodného poměru VPS a pojiva pro LA ICP OES

Byly zkoumány poměry VPS a pojiva 1+2, 1+3, 1+4 a 1+5. Bylo zjištěno, že závislost intenzity emise prvků (vztažená na vnitřní standard skandium – $I_{M/Sc}$) na poměru VPS a pojiva je lineární. Proto bylo zvoleno složení tablet VPS-pojivo 1+4, pro které je kalibrační závislost v rozsahu předpokládaných koncentrací stanovovaných oxidů prvků lineární.

Příprava tablet

Do nádobky mlýnku Pulverisette byl navážen 1 g VPS s vnitřním standardem a 4 g pojiva. Směs byla homogenizována 10 min a dále používána na lisování tablet pro laserovou ablaci. Tablety průměru 12 mm a tloušťky 2 mm byly připraveny na hydraulickém lisu SP-1 (Mobiko Pty. Ltd., ČR) lisováním při tlaku 6,5 MPa po dobu 1 min. Průměrná hmotnost takto připravených tablet byla 1,7 g .

Výsledky a diskuse

Roztoková analýza optickou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem

Vzorky vysokopecních strusek byly měřeny po rozkladu oběma způsoby na ICP OES spektrometru Jobin-Yvon 170 Ultrace. Jako kalibrační roztoky byly použity

Tabulka II
Kalibrační charakteristiky analýzy vysokopecních strusek optickou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem s laserovou ablací

Pojivo	Analyt	MgO	Al_2O_3	Fe_{celk}	SiO_2	CaO	TiO_2	MnO	Cr_2O_3
	Rozsah kalibrace, % m/m)	0,73–12,0	0,5–10,0	1,12–20,3	4,88–39,1	15,2–49,6	0,15–2,26	0,26–5,52	0,26–0,97
	Průměr kalibračních hodnot, % m/m	5,59	5,96	11,59	23,96	34,87	0,77	3,38	0,644
	Počet vzorků ke kalibraci, n	5	6	5	6	5	5	5	5
Ag	Koeficient determinace, R^2	0,9992	0,9975	0,999	0,9968	0,9957	0,9998	0,9976	0,9999
a $LiBO_2$	Nejistota na průměru kalibračních hodnot, % rel	6,6	13,46	8,9	6,6	7,7	6,26	7,7	6,4
	Mez stanovení, % m/m	0,47	1,08	1,65	2,63	3,0	0,06	0,29	0,08
Ag	Koeficient determinace, R^2	0,9915	0,985	0,999	0,9899	–	0,996	0,9894	0,9916
	Nejistota na průměru kalibračních hodnot, % rel	21,2	31,9	9,4	12,9	–	16,4	10,9	10,9
	Mez stanovení, % m/m	1,53	2,9	1,99	4,7	–	0,72	0,09	0,09

roztoky připravené z jednoprvkových standardů, zpracované stejným způsobem jako vzorky VPS. Stabilita vzorků VPS připravených tavením s $LiBO_2$ a rozpuštěním vzniklého skla byla ověřována opakovaným měřením po 30 dnech. Rozdíl mezi oběma měřeními byl nižší než RSD stanovení jednotlivých prvků, tj. 1 %. Kalibrační křivky byly měřeny v rozsahu předpokládaného maximálního obsahu ve VPS a byly lineární.

Byly porovnávány výhody postupů rozkladu VPS pomocí směsi kyselin a tavením s $LiBO_2$ a následným rozpouštěním. Postup rozkladu směsí kyseliny fluorovodíkové a dusičné za normálních podmínek byl časově náročnější než postup tavením s $LiBO_2$ a následným rozpuštěním boritanové taveniny ve zředěné kyselině dusičné. Oxid křemičitý byl během rozkladu odstraněn jako plynný SiF_4. Dále byl proto používán jen postup s tavením a rozpouštěním v kyselině, umožňující stanovení všech hlavních složek VPS.

Laserová ablace s optickou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem

Laserová ablace byla použita pro analýzu ICP OES vysokopecních strusek jako prášků lisovaných se stříbrem a se směsí stříbra a boritanu lithného jako pojivy v poměru 1 díl VPS + 4 díly pojiva a skandium ve formě oxidu skanditého jako vnitřní standard. Ablace byla provedena po přímkové dráze délky 3,5 mm za čas 230 sekund. K vyhodnocení byla použita část ablační závislosti na intenzitě mezi 50–230 sekundami.

Kalibrační křivky byly vypočteny programem WinStat[28], který testuje linearitu kalibrace pomocí F-testu a automaticky vybírá kalibrační model. Kalibrace byla vyhodnocena a používána pro signál prvku korigovaný na skandium jako vnitřní standard. Rozsah kalibračních závislostí, charakteristika kalibrační přímky jsou uvedeny v tab. II.

Použití stříbra a boritanu lithného jako směsného pojiva je vhodný postup. Při ablaci byl materiál tablet účinněji převáděn do plazmatu a ve většině případů měly kalibrační křivky nižší nejistotu na průměru kalibrační křivky a vyšší korelační koeficient. V případě CaO, Al_2O_3, SiO_2 vedlo použití směsného pojiva ke snížení RSD, nejistoty na průměru kalibrační křivky a zvýšení korelačního koeficientu. Kalibrační charakteristiky pro MnO a TiO_2 byly podobné pro obě použitá pojiva.

Analýza reálných vzorků laserovou ablací ICP OES byla v dobré shodě s výsledky klasické analýzy VPS, roztokové analýzy ICP OES po rozkladu tavením s $LiBO_2$ a rozpuštěním ve zředěné kyselině dusičné. Každá analýza

Tabulka III
Srovnání výsledků analýz VPS různými postupy

CaO [% m/m]							
Metoda	volumetrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	35,0	–	34,8	34,3	34,7	0,3	0,9
VPS 2	37,8	–	39,4	39,0	38,7	0,7	1,7
VPS 3	37,2	–	35,5	33,2	35,3	1,6	4,6
VPS 4	37,6	–	37,3	35,3	36,7	1,0	2,8

MgO [% m/m]							
Metoda	volumetrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	14,8	14,1	14,4	15,3	14,7	0,5	3,2
VPS 2	13,4	11,5	12,9	12,8	12,6	0,7	5,6
VPS 3	11,2	10,6	11,3	11,5	11,1	0,3	3,0
VPS 4	11,85	12,2	12,7	12,9	12,4	0,4	3,3

SiO_2 [% m/m]							
Metoda	gravimetrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	39,4	37,9	39,7	39,8	39,2	0,8	1,9
VPS 2	38,5	38,1	39,2	39,3	38,8	0,5	1,3
VPS 3	32,9	31,1	33,6	32,6	32,6	0,9	2,8
VPS 4	40,1	41,3	39,9	42,5	40,9	1,0	2,5

Tabulka III
Pokračování

Al_2O_3 [% m/m]							
Metoda	volumetrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	6,93	5,23	7,73	6,73	6,7	0,9	13,6
VPS 2	6,85	5,75	6,44	6,4	6,4	0,4	6,2
VPS 3	6,8	5,60	6,41	6,26	6,3	0,4	7,0
VPS 4	8,6	6,37	6,98	7,67	7,4	0,8	11,2

Fe_{celk} [% m/m]							
Metoda	spektrofotometrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	0,39	0,40	0,41	0,39	0,40	0,01	2,1
VPS 2	0,17	0,20	0,17	0,20	0,18	0,02	7,8
VPS 3	0,67	0,68	0,70	0,82	0,71	0,1	8,3
VPS 4	0,63	0,45	0,45	0,54	0,52	0,1	13,9

MnO [% m/m]							
Metoda	spektrofotometrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	0,21	0,20	0,22	0,21	0,21	0,01	3,4
VPS 2	0,34	0,34	0,32	0,35	0,34	0,01	3,2
VPS 3	0,38	0,39	0,38	0,36	0,38	0,01	2,9
VPS 4	0,33	0,37	0,35	0,37	0,36	0,02	4,7

TiO_2 [% m/m]							
Metoda	spektrofotometrie	LA ICP OES		ICP OES po	Průměr	SD	RSD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	0,62	0,58	0,65	0,65	0,63	0,03	4,6
VPS 2	0,52	0,53	0,55	0,55	0,54	0,01	2,4
VPS 3	0,21	0,29	0,23	0,21	0,24	0,03	14,0
VPS 4	0,31	0,32	0,22	0,29	0,29	0,04	13,7

Cr_2O_3 [% m/m]							
Metoda	spektrofotometrie	ICP OES LA		ICP OES po	Průměr	Průměr	SD
Vzorek		Ag	Ag + $LiBO_2$	tavení $LiBO_2$			
VPS 1	0,15	0,13	0,16	0,14	0,15	0,15	0,01
VPS 2	0,17	0,16	0,18	0,16	0,17	0,17	0,01
VPS 3	0,16	0,14	0,16	0,18	0,16	0,16	0,01
VPS 4	0,34	0,27	0,36	0,35	0,33	0,33	0,04

byla opakována 3× a výsledky získané různými metodami byly použity k výpočtu průměru, směrodatné odchylky průměru (SD) a relativní směrodatné odchylky průměru (RSD). RSD stanovená pro MnO, MgO, SiO_2 a CaO byla do 5 %, RSD Fe_{celk} a TiO_2 závisela na koncentraci složky ve VPS a byla do 10 %. Použití práškového stříbra jako pojiva je pro stanovení Al_2O_3 nejméně vhodný postup, projevuje se to na RSD průměru. Koncentrace Cr

v analyzovaných vzorcích jsou nízké a RSD průměru do 10 % je přijatelný výsledek. Výsledky analýz VPS jednotlivými postupy jsou uvedeny v tab. III.

Závěr

Předmětem zkoumání byla možnost stanovení majoritních (CaO, MgO, Al_2O_3, Fe, SiO_2) a minoritních složek (MnO, TiO_2, Cr) vysokopecních strusek laserovou ablací s ICP OES. K měření byly používány tablety lisované ze směsi strusky a pojiva se skandiem jako vnitřním standardem. Jako pojivo bylo použito práškové stříbro a směs boritanu lithného a stříbra ve složení 1+4. Přídavek boritanu lithného k pojivu se projevil ve zlepšení parametrů kalibračních křivek (mezi stanovení, nejistotě na průměru kalibračních hodnot, koeficientu determinace (R^2). Metoda analýzy laserovou ablací s ICP OES byla porovnána s roztokovou ICP OES a „klasickými" metodami analýzy VPS a byla zjištěna shoda ve srovnávaných parametrech (SD, RSD). Výhodou je nižší počet úprav před analýzou (není nutno převádět do roztoku, případně ředit).

Laserovou ablací ve spojení s ICP OES lze stanovit celou škálu oxidů kovů a nekovů, obsažených ve VPS v rozsahu do desítek procent u majoritních složek, u minoritních složek od desetin do jednotek procent.

Tato práce vznikla díky podpoře výzkumného záměru MŠMT ČR: MSM0021622411: Studium a aplikace plazmochemických reakcí v neizotermickém nízkoteplotním plazmatu a jeho interakcí s povrchem pevných látek.

Seznam zkratek

LA	laserová ablace
OES	optická emisní spektrometrie
ICP	indukčně vázané plazma
VPS	vysokopecní struska
CRM	certifikovaný referenční materiál
RM	referenční materiál

LITERATURA

1. Makarius M.: *Výroba surového železa*. Díl II. SNTL, Praha 1962.
2. Krumnikl E., Makarius M., Šefl L.: *Výroba oceli*. SNTL, Praha 1969.
3. Blažej A., Tölgyessy J., Haľama D., Bátora V., Rosival L., Rak J.: *Chemické aspekty životného prostredia*. ALFA, Bratislava 1981.
4. Korkusuz E. A., Beklioglu M., Demirer G. N.: Bioresour. Technol. *98*, 2089 (2007).
5. Hylander L. D., Kietlińska A., Renman G., Simán G.: Bioresour. Technol. *97*, 914 (2006).
6. Johansson Westholm L.: Water Res. *40*, 23 (2006).
7. Johansson L., Gustafsson J. P.: Water Res. *34*, 259 (2000).
8. Johansson L.: Sci. Total Environment *229*, 89 (1999).
9. Kostura B., Kulveitová H., Leško J.: Water Res. *39*, 1795 (2005).
10. Sakadevan K., Bavor H. J.: Water Res. *32*, 393 (1998).
11. Vyhláška 294/2005 Sb. *o podmínkách ukládání odpadů na skládky a jejich využívání na povrchu terénu a změně vyhlášky 383/2001Sb. o podrobnostech nakládání s odpady*. Sbírka zákonů 2005, částka 105, str. 5411.
12. Vyhláška 381/2001Sb. *Katalog odpadů*. Sbírka zákonů 2001, částka 145, str. 8238.
13. Farinas J. C., Ortega P.: Analusis *20*, 221 (1992).
14. ČSN 722030 *Analýza vysokopecní strusky* (část 1−15).
15. Lau O. W., Lam L., Luk S. F.: Talanta *51*, 1009 (2000)
16. Chen Z. X., Doherty W., Gregoire D. C.: J. Anal. At. Spectrom. *12*, 653 (1997).
17. Kanicky V., Mermet J. M.: Appl. Spectrosc. *51*, 332 (1997).
18. Liu K. L., Tan H. B., Huang Z.: J. Anal. At. Spectrom. *13*, 1R (1998).
19. Marjanovic L., McCrindle R. I., Botha B. M., Potgieter J. H.: J. Anal. At. Spectrom. *15*, 983 (2000).
20. Nikitina O. I., Antipenko L. L., Ivanova N. K.: Zavod. Lab. *49*, 389 (1983).
21. Otruba V., Kanický V. (ed.): *Spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem*. Spektroskopická společnost Jana Marca Marci a Katedra analytické chemie Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity v Brně, Brno 1997.
22. Jambor J.: *Chemické rozbory ve stavebníctve*. Vydavatelstvo Slovenskej akadémie vied, Bratislava 1953.
23. Brenner I. B., Vats S., Zander A. T.: J. Anal. At. Spectrom. *14*,1231 (1999).
24. Mao X., Russo R. E.: J. At. Anal. Spectrom. *12*, 177 (1997).
25. Van Heuzen A. A.: Spectrochim. Acta, Part B *46*, 1803 (1991).
26. Van Heuzen A. A., Morsink J. W. B.: Spectrochim. Acta, Part B *46*, 1819 (1991).
27. Kanicky V., Mermet J. M.: Fresenius' J. Anal. Chem. *35*, 887 (1996).
28. Mestek O.: *WinStat*. QM-Service Pty Ltd, Prague 1997.

M. Pištěková[a], V. Otruba[b,d], and V. Kanický[c,d]
(*[a] Institute of Chemistry, University of Technology, Brno, [b] Plasmachemical Laboratory, Department of Physical Electronics, Masaryk University, Brno, [c] Research Centre for Environmental Chemistry and Ecotoxicology, Laboratory of Atomic Spectrochemistry, Department of Chemistry, Masaryk University, Brno, [d] Laboratory of Atomic Spectrochemistry, Department of Chemistry, Masaryk University, Brno):* **Analysis of Blast Furnace Slags by Laser-Ablation Optical Emission Spectrometry with Inductively Coupled Plasma**

Laser ablation (LA) has been used as a direct solid-sample introduction technique in analysis of blast-furnace slags by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). Pressed pellets containing slag and a binder, powdered Ag or a $LiBO_2$ – Ag mixture and an internal standard are used. The $LiBO_2$ mixture was found optimal. A linear calibration curve was obtained up to specified contents of metal oxides. As follows from comparison of different methods of analysis of blast-furnace slags, using reference materials and real samples, the LA ICP-OES is a suitable method for the purpose.

11. Škola hmotnostní spektrometrie, Pec pod Sněžkou, 20.–24.9.2010

Po dvou ročnících pořádaných na Sečské přehradě se cyklus Škol hmotnostní spektrometrie letos přesouvá do Krkonoš, kde se v Peci pod Sněžkou uskuteční ve dnech 20. až 24.9.2010 již 11. ročník této akce pořádané Katedrou analytické chemie Univerzity Pardubice a Spektroskopickou společností Jana Marka Marci. On-line registrace probíhá na webových stránkách konference:

http://holcapek.upce.cz/conferences.htm

Místem konání bude hotel Horizont v Peci pod Sněžkou (http://www.hotelhorizont.cz), který nabízí široký sortiment služeb za přijatelnou cenu (700 Kč/noc/osoba na dvoulůžkovém pokoji, 1100 Kč na jednolůžkovém pokoji), přičemž řada služeb (bazén, vířivka, sauna, fitness) je pro ubytované zdarma (ubytovaní na jiných hotelech hradí plnou výši ceny). Výše účastnického poplatku je již několik let stejná. Při včasné platbě účastnického poplatku do 20.6.2010 (rozhoduje datum odeslání platby) je snížené vložné 2900 Kc + 20% DPH pro studenty a členy Spektroskopické společnosti J.M.M., pro ostatní účastníky ve výši 3900 Kc + 20% DPH. Při pozdější platbě jsou oba uvedené poplatky o 1000 Kč + DPH vyšší.

Tématem letošního ročníku jsou "Novinky a trendy v hmotnostní spektrometrii". Připravili jsme zcela nový program s celou řadou špičkových domácích i zahraničních lektorů, jako např. prof. František Tureček (University of Seattle, USA) patřící mezi světovou extratřídu se širokým záběrem přes různé MS techniky; mladý maďarský vynálezce nových ionizačních technik dr. Zoltan Takáts (vynálezce DESI a nově také techniky Rapid evaporative ionization, v současné době působí v Německu na University of Giessen); dr. Aleš Svatoš (University of Jena v Německu) zabývající se širokým spektrem chromatografických technik spojených s hmotnostní spektrometrií i různými zobrazovacími MS technikami, dr. Robert Mistrík (HighChem, Bratislava) jako hlavní autor programu pro počítačovou interpretaci spekter a popisem fragmentačních cest, atd. Kromě těchto vážených zahraničních hostů budou zastoupeni tradiční i noví domácí lektoři, jak lze vidět v předběžné verzi programu na webových stránkách akce.

Kromě hlavního zaměření na novinky zůstanou i letos zachovány 2 bloky oblíbených paralelních sekcí interpretačních a aplikačních přednášek: A/ cvičení interpretace EI spekter, B/ analýza malých molekul, C/ analýza biomolekul, kde budou mít účastníci možnost zvolit sekce podle svého zájmu a také přihlásit vlastní krátké příspěvky k prezentaci. Bohatý odborný program bude tradičně doplněn každovečerním společenským programem díky sponzorské podpoře klíčových firem v oboru hmotnostní spektrometrie (v abecedním pořadí): Applied Biosystems, Bruker Daltonics, HPST (české zastoupení firmy Agilent) a Thermo Fisher Scientific. Krkonoše jsou oblíbenou destinací pro turistiku i jiné sportovní aktivity, na což bude příležitost i v rámci středečního sportovně-kulturního dopoledne sponzorovaného firmou Waters, kdy je plánována celá řada alternativních aktivit podle volby účastníků – výstup na Sněžku, cyklovýlet, exkurze do dělostřelecké pevnosti a vojenského muzea Stachelberg nebo exkurze s ochutnávkou do pivovaru Krakonoš v Trutnově.

Michal Holčapek, Miroslav Lísa, Robert Jirásko