

Rozhledy matematicko-fyzikální

Alena Zavadilová; Jan Bárta; Martin Vlk; Ján Kozempel
Analytické metody na katedře jaderné chemie FJFI ČVUT

Rozhledy matematicko-fyzikální, Vol. 90 (2015), No. 1-2, 53–65

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/146617>

Terms of use:

© Jednota českých matematiků a fyziků, 2015

Institute of Mathematics of the Czech Academy of Sciences provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This document has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://dml.cz>

Analytické metody na katedře jaderné chemie FJFI ČVUT

Alena Zavadilová, Jan Bárta, Martin Vlk, Ján Kozempel

FJFI ČVUT, Praha

Abstract. The article briefly introduces the Department of Nuclear Chemistry and describes the main principles of modern analytical methods which are regularly used in both the department's research and education.

O katedře

Katedra jaderné chemie patří mezi katedry zakládající a dnes je nejstarší katedrou Fakulty jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT v Praze. Byla ustavena jako jedna ze tří základních kateder v r. 1957. Fakulta byla původně součástí Univerzity Karlovy v Praze, pod jménem Fakulta technické a jaderné fyziky, a později byla převedena pod ČVUT. U jejího zrodu stáli akademik František Běhounek, student v laboratořích paní Marie Curie-Sklodovské a nejvýznamnější český fyzik-radiolog, Vladimír Majer, autor první české monografie o radiochemii z r. 1942.

V současné době se na katedře jaderné chemie, kromě jiných předmětů, vyučuje jaderná chemie na všech stupních studia (bakalářské, magisterské, doktorské). Páteří katedry jsou čtyři výzkumné skupiny se zaměřením na různé aplikace oborů jaderné chemie – separační chemie a radioanalytické metody, radiační chemie, radiofarmaceutické chemie a skupiny studia speciace a migrace radionuklidů v životním prostředí. Více informací o katedře lze nalézt např. na stránkách <http://www.jaderna-chemie.cz/>.

Přehled několika analytických metod, které na katedře používáme ke studiu vlastností řady různých vzorků, je uveden v jednotlivých kapitolách. Bez nich by praktická výuka ani řádný výzkum nemohly probíhat. I když se může zdát, že se jedná o velmi složité a až nepochopitelné metody, jsou základními nástroji pro studium vlastností látek či procesů, se kterými se běžně setkáváme v praxi. Při samotném studiu je důležité, aby parametry stanovené jednou metodou, byly potvrzeny ještě alespoň jednou jinou metodou.

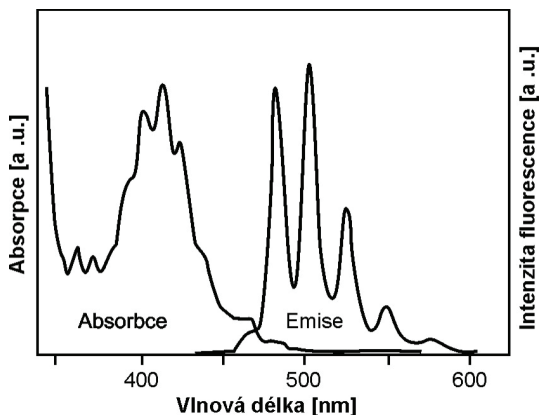
Časově rozlišená laserem indukovaná fluorescence (TRLFS)

Časově rozlišená laserem indukovaná fluorescenční spektroskopie (Time-Resolved Laser-induced Fluorescence Spectroscopy – TRLFS) je moderní laserově spektroskopická metoda užívaná ke studiu chemických forem (specií), v nichž se některé prvky při stopových koncentracích nacházejí. Lze také stanovit konstanty stability jejich komplexů. Konstanta stability umožňuje určit, jak snadno se bude který komplex tvořit. Znalost speciace, nejen těchto prvků, je důležitá k řešení řady problémů spojených s jadernou energetikou, se zpracováním (ukládáním) radioaktivních odpadů, jakož i s ochranou životního prostředí.

Metoda TRLS dovoluje studovat vzorky kapalné, pevné nebo suspenze, jediné omezení je, že sledovaná specie musí vykazovat měřitelnou fluorescenci (lanthanoidy: Eu^{3+} , Tb^{3+} , Gd^{3+} , Dy^{3+} , Sm^{3+} , Ce^{3+} , Tm^{3+} , Nd^{3+} , Ho^{3+} , Er^{3+} , Yb^{3+} , aktinoidy: U^{6+} , Cm^{3+} , Am^{3+} , Cf^{3+} , Es^{3+} , Bk^{3+} , Np^{6+} a některé přechodné kovy: Cr, Mn, Ti a Ru). TRLFS je užívána ke studiu v anorganickém i organickém prostředí. Výhodami jsou, vedle selektivity a citlivosti, rychlost (možnost kinetických studií), možnost práce při koncentracích menších než 10^{-6} M a dálkové měření (optická vlákna). Je to metoda nedestruktivní a neinvazivní. Nedochozí k porušení rovnováhy a se vzorkem se dá po analýze dále pracovat.

Vzorek je ozařován laserovými impulsy zvolené vlnové délky. Vlnová excitační délka je dána absorpčními vlastnostmi studované formy (pokud by neabsorbovala, nemohla by přijmout žádnou energii). Přitom dochází k excitaci centrálního (těžkého) atomu dané specie. Při následné deexcitaci jsou emitovány fotony fluorescenčního záření, které je pro danou formu prvku specifické. Příklad absorpčního a emisního spektra pro volný uranyl (UO_2^{2+}) v roztoku 0,1 M HClO_4 je uveden na obr 1.

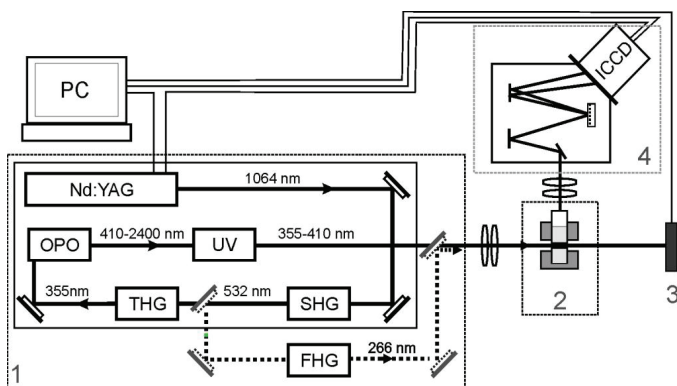
Vlnová délka fluorescenčního záření je dána rozdílem energií hladin, mezi nimiž dochází k radiačnímu (zářivému) přechodu, a tento rozdíl závisí i na formě (specii) daného prvku. Odtud první možnost, jak specii identifikovat. Každé specii zároveň odpovídá určitá charakteristická doba života, což v případě časově rozlišené spektroskopie poskytuje další možnost její identifikace. V oblasti nízkých koncentrací je intenzita sumárního spektra fluorescenčního záření též přímo úměrná celkové koncentraci sledovaného prvku. Metoda TRLFS je tak vhodná i pro kvantitativní stanovení daného prvku, je možné stanovovat stopové koncentrace (pro U jednotky ng/l).



Obr. 1: Příklad absorpčního a emisního spektra pro volný uranyl v roztoku 0,1 M HClO_4

Blokové schéma experimentálního zařízení je uvedeno na obr. 2. Zdrojem excitačního záření je počítačem řízený pevnolátkový laserový systém, jehož generovanou výstupní vlnovou délku lze přeladovat v širokém rozsahu od ultrafialového záření přes viditelné, až po blízké infračervené (rozsah dosažitelných vlnových délek je: 355–2 400 nm). Tak je možné zvolit optimální maximálně absorbovanou vlnovou délku. Základem tohoto laserového systému je výbojkově čerpaný Nd:YAG laser generující v blízké infračervené oblasti (1 064 nm). V systému jsou zahrnuty nelineární moduly, které umožňují laditelnost vlnových délek výstupního laserového záření. Tato přeladitelnost je dána nelineárními optickými krystaly, např. krystaly pro generaci vyšších harmonických frekvencí (harmonická frekvence je ta, která má násobný počet frekvencí proti základní), nebo pro optickou parametrickou generaci (nelineární jev, při kterém dochází ke konverzi vstupní vlnové délky na dvě různé výstupní). Konverzi na 532 nm zajišťuje modul SHG (druhá harmonická frekvence základní vlnové délky), na 355 nm modul THG (třetí harmonická frekvence). Hodnota 355 nm je vstupní vlnovou délkou pro optický parametrický oscilátor (OPO), OPO modul má základní vlnový rozsah 410–2 400 nm. V případě potřeby je možné dosáhnout posuvu výstupní spektrální laserové charakteristiky směrem do UV oblasti (355–410 nm) pomocí přidavného modulu UV. Namísto modulu THG lze též použít

modul FHG (čtvrtá harmonická frekvence), a generovat tak výstupní vlnovou délku 266 nm.



Obr. 2: Blokové schéma TRLFS systému: 1 – laserový systém, 2 – interakční část (kyveta se vzorkem v termostátovaném držáku), 3 – joulmetr, 4 – detekční část (monochromátor a kamera ICCD)

V závislosti na použité spektrální oblasti vlnové délky je doba trvání výstupního laserového impulsu 2,5–8 ns. Opakovací frekvence laseru je nastavitelná a typicky činí 10 Hz. Pro účely korekce přirozených fluktuací energie laseru je výstupní energie impulsu paralelně monitorována digitálním měřičem. Budící laserové záření je na sledovaný vzorek fokusováno soustavou čoček. Je-li vorek kapalný, vkládá se kyveta do držáku s termostátem, v němž lze regulovat teplotu vzorku v rozsahu 7–40 °C. Emitované fluorescenční záření je přiváděno a fokusováno pomocí soustavy čoček na štěrbinu monochromátoru (MS257 LOT-Oriel, rozlišení 0,1 nm, přesnost $\pm 0,1$ nm a opakovatelnost $\pm 0,028$ nm). Získané spektrum je následně detekováno ICCD kamerou ANDOR iStar (detekční hlava Andor DH720i-18F-03), která obsahuje zesilovací prvek složený z fotokatody, MCP (microchannel plate) a fosforové vrstvy. Okamžik emise impulsu a počátek snímání rozloženého spektra luminiscenčního záření jsou synchronizovány impulsy generovanými logickými obvody laserového systému.

Emise fluorescenčního záření klesá exponenciálně s časem. Poločas fluorescence je rovněž závislý na formě studovaného prvku ve vzorku, a proto lze různé formy odlišit i na základě sledování tohoto parametru. Časového rozlišení je dosaženo postupným zpožďováním počátku

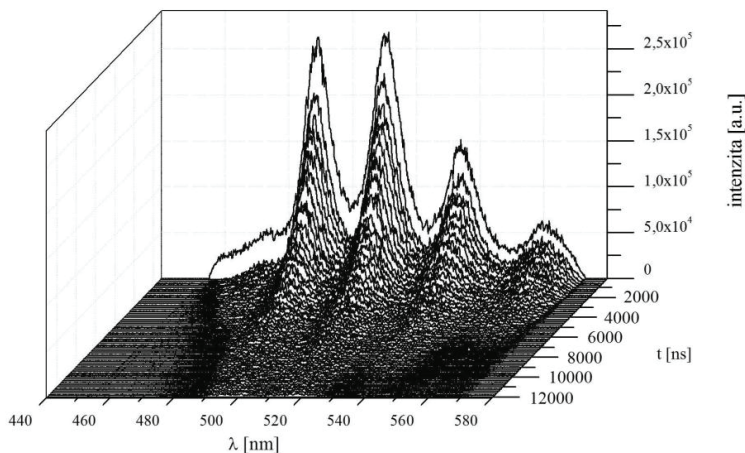
snímání spektra, systém je řízen pomocí počítače. Detekovaná časově rozlišená fluorescenční spektra jsou následně analyzována pomocí metod multivariační analýzy. Doby života jsou pro danou formu charakteristické, na jejich základě je možné určit, o jakou formu se jedná.

Cílem TRLFS je především stanovení fluorescenčních spekter a dob života jednotlivých specií daného prvku, dále jejich koncentrací a konstant stability.

Na našem pracovišti se zabýváme především studiem forem uranu a europia, a to jak v jednoduchých modelových systémech, tak i v reálných vzorcích např. důlních nebo odpadních vod. Znalost složení, kvantitativní popis zastoupení sledovaných specií a jejich konstanty stability jsou nezbytné pro popis jejich chování při migraci v životním prostředí.

Odtud například vycházejí bezpečnostní analýzy stávajících i budoucích úložišť radioaktivních odpadů. Rovněž tak jsou tyto poznatky důležité pro vývoj či zdokonalování selektivních extrahentů (sorbentů), které slouží k separaci radionuklidů (dekontaminaci) různých médií.

Příklad časové závislosti fluorescenčního spektra významné formy šestimocného uranu $\text{Ca}_2\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3$ je uveden na obr. 3.



Obr. 3: Časová závislost spektrální charakteristiky fluorescence $\text{Ca}_2\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3$

Tato specie uranu je zastoupena v přírodních vodách v intervalu pH 7–8. Podnětem pro její studium je výzkum migrace uranu v lokalitě, která je sledována jako přírodní analogon trvalého úložiště vysoce aktivních odpadů v sedimentárních horninách. Dále byly na našem pracovišti

podrobně studovány komplexy uranylových iontů se síranovými ionty, které mohou vznikat vyluhováním radioaktivního odpadu podzemními vodami. Stejně tak je předmětem zájmu speciace europia, které simuluje tzv. minoritní aktinoidy (Am, Cm) v experimentech orientovaných na vývoj metod jejich separace z ozářeného jaderného paliva.

Rentgenová difrakční analýza

Jednou z pokročilých analytických metod, používaných na katedře jaderné chemie ke zkoumání různorodých pevných látek, je rentgenová difrakční analýza nebo též prášková difrakce (X-ray Powder Diffraction, XRPD). Tato metoda využívá toho, že pravidelně se opakující struktury v elementárních buňkách jakéhokoli krystalického materiálu způsobují difrakci (ohyb) svazku rentgenových paprsků, procházejících vzorkem. Na KJCH se rentgenová difrakce nejčastěji využívá k charakterizaci struktury různých sorbentů, jež jsou využívány pro vychytávání různých radionuklidů z roztoků, dále určování struktury pevných látek připravených pomocí ionizujícího či UV záření, pro sledování konverze materiálů pro oxidická jaderná paliva (UO_2) na perspektivní karbidy uranu (UC , UC_2) apod. Na katedře jaderné chemie se pro tyto účely používá starší přístroj TUR-62 (goniometr HZG-3, vyrobeno v NDR) a nový kompaktní difraktometr Rigaku MiniFlex 600 (vyrobeno v Japonsku).

Pokud necháme na neznámý vzorek dopadat rentgenové záření (tzv. primární svazek), dojde k rozptylu a z naměřeného úhlu 2θ , svíraného mezi primárním a rozptýleným (difraktovaným) zářením, je možné určit, o jakou látku se jedná. Matematicky tento vztah popisuje Braggova rovnice

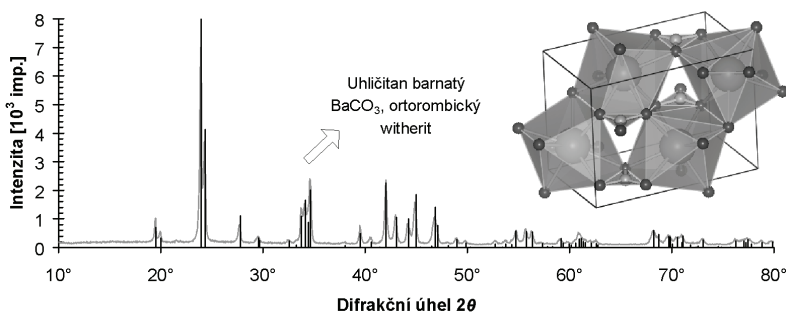
$$2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda,$$

kde λ je vlnová délka dopadajícího záření a d_{hkl} je mezivrstevná vzdálenost ve struktuře dotyčné krystalické látky, definovaná celočíselnými indexy h , k , l a krystalografickou soustavou. Např. pro ortorombickou (kosočtverečnou) soustavu platí

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2},$$

kde a , b , c jsou mřížkové parametry dané látky (délky hran elementární buňky). Tento vztah lze použít i na tetragonální (čtverečnou, $a = b$) a kubickou (krychlovou, $a = b = c$) soustavu.

Změříme-li u neznámého krystalického vzorku intenzitu difraktovaného rentgenového záření v závislosti na úhlu 2θ , můžeme z pozorovaných pozic maxim na tomto grafu usuzovat na krystalografickou soustavu a rozměry elementární buňky látky nebo látek, obsažených ve vzorku. Pro jednodušší identifikaci látek se používají rozsáhlé databáze obsahující relativní intenzity a difrakční úhly většiny dosud zkoumaných materiálů. Příklad tohoto postupu je uvedený na obr. 4, kde byl v neznámém vzorku identifikován uhličitan barnatý BaCO_3 na základě pozic maxim na změřené šedé difrakční křivce (černé svislé čáry označují pozice a relativní intenzity záznamu BaCO_3 ze strukturní databáze).



Obr. 4: Difraktogram BaCO_3 a obsah jeho elementární buňky (vpravo)

Takto lze snadno a rychle odlišit různé krystalické látky v neznámém materiálu bez nutnosti chemické analýzy a zničení vzorku samotného. Navíc je možné velice snadno rozlišit i jednotlivé strukturní modifikace dané látky, a to i ve směsi. Máme-li např. vzorek titanové běloby (oxid titaničitý), můžeme obsah anatasu a rutilu, dvou hlavních strukturních modifikací TiO_2 , určit na základě intenzity (plochy) difrakčních linií příslušejících těmto dvěma fázím.

Rentgenová fluorescenční analýza

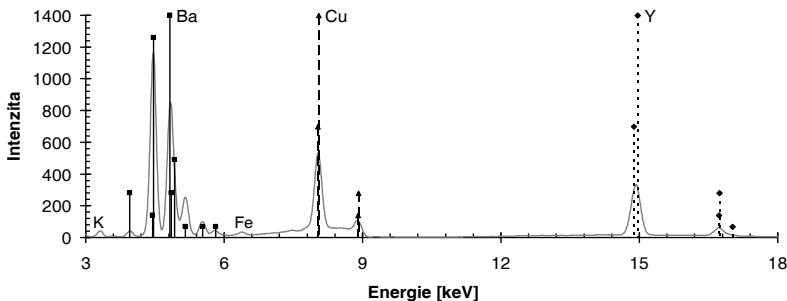
Tato kvalitativní i kvantitativní analytická technika umožňuje přesně určit, jaké prvky vzorek obsahuje pomocí měření energie sekundárního rentgenového záření vyzařovaného ze vzorku, na který dopadá primární neboli budící rentgenové záření. Z energie emitovaného záření lze určit přítomnost prakticky všech prvků (z detekčních důvodů obvykle jen těžších než hořčík Mg), zatímco jejich hmotnostní/atomové zastoupení

lze stanovit na základě intenzity (plochy) jednotlivých pozorovaných emisních maxim. Vzhledem k tomuto principu a jeho podobnosti s fluorescencí se tato nedestruktivní analytická technika označuje jako rentgenová fluorescenční analýza (X-ray Fluorescence Analysis, XRF).

Na KJCH je dostupný přenosný ruční XRF analyzátor Niton XL3T 900S GOLDD, který se běžně používá pro určování přesného prvkového složení jak u směsných oxidů, připravovaných pomocí UV či ionizujícího záření, tak u jílových minerálů (bentonit), které mají sloužit jako jedna z ochranných bariér v úložišti radioaktivních odpadů. Dále se tato metoda využívá při charakterizaci sorbentů či sledování poklesu množství sorbovaných prvků v roztocích a v neposlední řadě i k terénnímu průzkumu hornin a minerálů v důlním díle Josef u vodní nádrže Slapy.

Princip metody je následující: dopad rentgenového záření na vzorek způsobuje vyražení elektronů z nejhlubších elektronových slupek blízko jader atomů (nejčastěji K nebo L). Tyto díry (vakance) v elektronovém obalu představují silné navýšení energie, které se atom snaží zbavit ve snaze dospět ke stavu s minimální energií. Dojde tedy k přeskokům elektronů z vyšších elektronových slupek na místa děr v elektronovém obalu, spojenému s emisí přebytečné energie, a to opět ve formě fotonů rentgenového záření.

Energie a do určité míry i relativní intenzity vyzářených fotonů jsou charakteristické pro každý atom na základě Moseleyho zákona a jsou tabelovány. Dokážeme-li tedy přesně změřit energetické spektrum tohoto poměrně nízkoenergetického ionizujícího záření (běžně asi 1 až 110 keV; $1 \text{ eV} = 1 \text{ elektronvolt} = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ J}$), můžeme přesně určit prvkové složení vzorku na základě srovnání naměřeného spektra s energiemi charakteristického záření prvků.

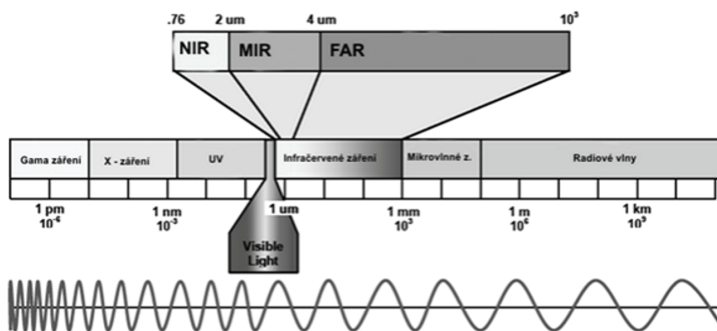


Obr. 5: Příklad rentgenfluorescenčního spektra

Neznámý vzorek, jehož rentgenfluorescenční spektrum je uvedené na obr. 5, obsahuje velké množství barya (L čáry neboli přeskoky ze slupky M na slupku L mezi 4 a 6 keV), mědi (dvě K čáry neboli přeskoky ze slupky L na slupku K s energií 8,05 a 8,90 keV) a yttria (dvě K čáry s energií 14,96 a 16,74 keV). I velice malé množství draslíku (3.31 keV) a železa (6.40 keV) je snadno detekovatelné.

Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

Infračervená spektroskopie patří mezi velmi důležité nedestruktivní analytické metody. Při identifikaci měřeného vzorku se využívá interakce infračerveného záření s molekulami analytu (studovaného vzorku). Infračerveným zářením (obr. 6) je myšleno elektromagnetické záření v rozsahu vlnových délek 0,78–1 000 μm (tj. 12 800–10 cm^{-1}), přičemž celá oblast bývá z praktických důvodů ještě rozdělena na oblast blízkou NIR (12 800–4 000 cm^{-1}), střední MIR (4 000–200 cm^{-1}) a vzdálenou FIR (200–10 cm^{-1}).

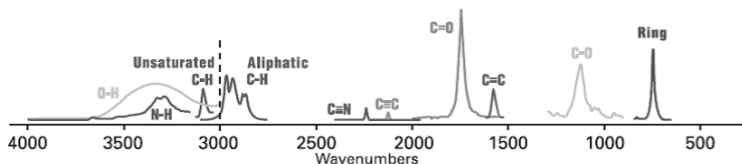


Obr. 6: Rozdělení spektra IR záření

Energie fotonů infračerveného záření postačuje pouze pro změnu vibračních anebo rotačních stavů molekul. Záření ve FIR oblasti má energii nejnižší a postačující pouze pro změny rotační energie molekuly (oblast rotačních spekter), tedy excitaci energeticky nejméně náročných vibrací, např. pro torzní kmity, slabé mezimolekulové interakce atd. Oblast MIR patří díky širší analytických aplikací k nejdůležitějším. Ve střední IR oblasti leží většina fundamentálních vibrací, proto spektroskopie v této oblasti poskytuje informace o struktuře molekuly, charakterizaci a identifikaci většiny látek. FT-IR spektroskopie má v MIR oblasti široké prak-

tické uplatnění ve všech chemických odvětvích (farmacie, analýza potravin, materiálový výzkum – kompozity, nanomateriály, petrochemie atd.). Energie záření v NIR oblasti je naopak nejvyšší, molekuly mohou tak excitovat do vyšších vzbuzených stavů (overtonů). Spektroskopie v této oblasti má význam hlavně z hlediska kvantitativní analýzy (kontrola kvality v potravinářství a farmacii, pro orgány celní správy a jinde).

Principem infračervené spektrometrie je absorpce infračerveného záření průchodem přes vzorek, při níž dochází ke změnám rotačně-vibračních stavů molekul v závislosti na změnách dipólového momentu analytu. Analytickým výstupem je infračervené spektrum, které je funkčním znázorněním závislosti energie vyjádřené v procentech transmittance (T) nebo absorbance (A) na vlnočtu dopadajícího záření. Oblast absorpcí označujeme jako absorpční pásy a jsou charakterizovány polohou maxima (ev. minima) a relativní intenzitou. Infračervené spektrum je pro každou látku charakteristické natolik, že neexistují dvě látky se zcela shodnými IR spektry. Jednotlivé funkční skupiny se ve spektru projevují podobně, tudíž lze analýzou spektra potvrdit či vyvrátit přítomnost těchto skupin (obr. 7).

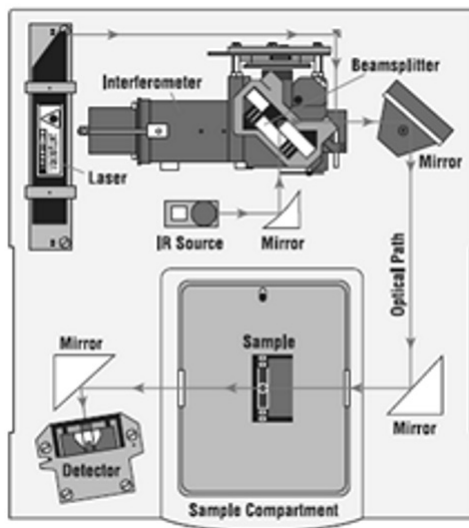


Obr. 7: Funkční skupiny v infračerveném spektru

Infračervené spektrometry (obr. 8) v současnosti pracují s polychromatickým zářením – spektrometr lze tedy považovat za interferometr, přičemž spektrální informace se získává Fourierovou transformací multiplexního interferogramu. Hlavní součástí spektrometru hned po zdroji polychromatického záření, kterým bývá většinou globar (karbokorundová tyčinka žhavená na 1 400 °C) nebo Nernstův hořák (směs oxidů zirkonia a yttria žhavená na 1 600 °C), je tedy Michelsonův interferometr (modulátor), který rozděljuje paprsek záření na paprsky dva. Tento jev probíhá na polopropustném zrcadle (beamsplitter). Pro střední infračervenou oblast je na nosič z bromidu draselného KBr napařena velice tenká vrstva germania. Úlohou děliče svazku je přesně polovinu záření odrazit a druhou část záření propustit. Pohyblivé zrcadlo kontinuálně vytváří výstupní vlnu s proměnlivou amplitudou (intenzitou). Celkový

součet interferujících vln opouští beamsplitter jako jedna výstupní vlna, která je v podstatě modulovaným vstupním zářením a frekvence změny její intenzity závisí na rychlosti pohyblivého zrcadla. Optické součásti spektrometru jsou pozlacené a uzavřené ve vysušovaném prostoru. Přesnou polohu pohyblivého zrcadla měří referenční helium – neonový laser, přičemž laserový signál je modulován stejným způsobem jako infračervené záření a pak snímán laserovým detektorem, umístěným u výstupu záření z modulátoru. Tímto způsobem je zaručeno, že infračervený signál detektoru je snímán vždy přesně ve stejných bodech dráhy pohyblivého zrcadla, což je základní podmínkou pro to, aby se spektra naměřená při jednotlivých akvizicích dala průměrovat, a tím se zlepšila jejich kvalita (zvětšení poměru signál/šum). Infračervený detektor zaznamenává analogový signál (napětí) a pomocí analogově-digitálního převodníku (ADC) je tento signál digitalizován.

Všechny body digitalizovaného interferogramu jsou pomocí Fourierovy transformace přepočteny na jednopaprskové spektrum, které představuje závislost intenzity signálu na vlnočtu záření. Podílem intenzity každého bodu jednopaprskového spektra vzorku a intenzity shodného bodu jednopaprskového spektra pozadí vznikne běžné infračervené spektrum.

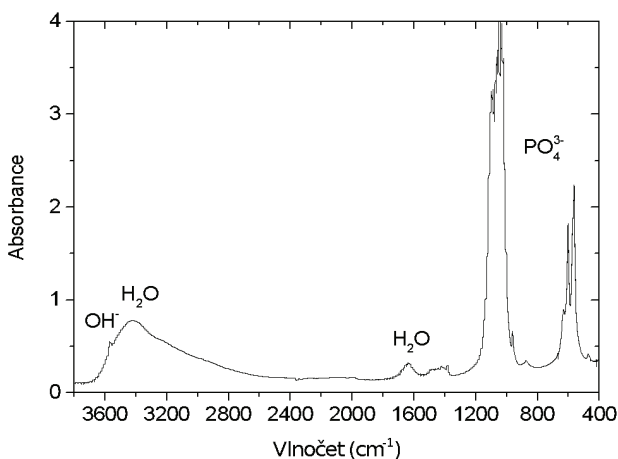


Obr. 8: Infračervený spektrometr

Jako detektory (Detector) jsou používány pyrolitické detektory DTGS (deuterium triglycinsulfát) nebo MCT (mercury-cadmium-tellurid), chlazené kapalným dusíkem. Oba detektory jsou založeny na změně stupně orientace polárních molekul vlivem teploty, čímž dochází ke genezi elektrického náboje v kontaktech měřicího krystalu.

Nepostradatelnou součástí spektrometru je série zrcadel (Mirror) pro převod elektromagnetického záření mezi jednotlivými optickými a elektronickými prvky spektrometru. Celý systém je umístěn na vlastní optické lavici v uzavřeném a vysušovaném boxu. Infračervené záření je vyvedeno okénkem (KBr nebo CsI) do vzorkového prostoru, kam je vkládán vzorek a protilehlým okénkem z téhož materiálu vstupuje prošlé záření do detektoru. Vzorkový prostor je zpravidla zabudován do tělesa spektrometru (Sample compartment), ale může být sérií zrcadel vyveden i mimo tento prostor – takováto alternativa slouží pro připojení externích modulů (mikroskop, termoanalyzátor, plynový chromatograf apod.).

Základní techniky pro měření vzorků lze vybírat podle povahy vzorků, tedy zdali se jedná o kapalné nebo pevné vzorky, anebo měření plyných vzorků. Obecně rozeznáváme techniky měření transmisní/absorpční, kdy dochází k průchodu infračerveného záření vzorkem, a metody reflexní, kdy dochází k odrazu (rozptylu) infračerveného záření z povrchu vzorků, eventuálně kombinaci obou dějů, tedy reflexe i absorpce záření. Takto získané spektrální informace se do jisté míry liší, ale kvalitativní (strukturní) informace ve spektru zůstává zachována (obr. 9).



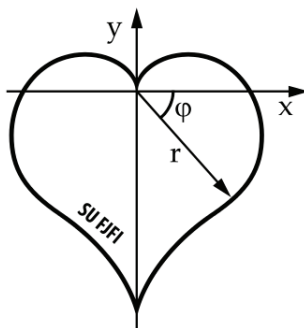
Obr. 9: Infračervené spektrum vzorku hydroxyapatitu

Naše pracoviště je vybaveno infračerveným spektrometrem Nicolet iS50 s automatickou výměnou beamspliteru pro měření v MIR i FAR oblasti s integrovaným diamantovým nástavcem pro měření zeslabené totální reflektance (ATR) jak pro kapalné, tak pevné vzorky. Vzorkový prostor je osazen nástavcem na měření transmisních/absorpčních spekter a modulem pro měření rozptylových spekter (DRIFT). Spektrometr slouží pro strukturní analýzu produktů a meziproduktů syntéz nosičů radionuklidů pro nukleární medicínu, značených sloučenin a nanomateriálů, kompozitních materiálů a analýzu povrchů.

Literatura

- [1] Lakowicz, J. R.: *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. Springer, 2006.
- [2] Řibřidová, E.: Diplomová práce. ČVUT-FJFI, 2014.
- [3] Bragg, W. L.: *The diffraction of X-rays by crystals*. Nobel Lecture, 1922.
- [4] Deslattes, R. D., Kessler, E. G., Indelicato, P., et al.: *X-ray Transition Energies* (ver. 1.2), 2005, <http://www.nist.gov/pml/data/xraytrans>.
- [5] Larkin, P. J.: *IR and Raman Spectroscopy, Principles and Spectral Interpretation*. Elsevier, 2011.
- [6] Pavlíková, M.: Habilitační přednáška. ČVUT-FS, 2012.

TELL IT IN MATH!



$$r(\varphi) = 2 - 2\sin(\varphi) + \frac{\sin(\varphi)|\cos(\varphi)|^{\frac{1}{2}}}{\sin(\varphi) + 1.4}$$