



SPRAVODAJ

Slovenskej spektroskopickej spoločnosti
člena Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností



ISSN 1338-0656

Ročník 16, Číslo 2, 2009

Československá spektroskopická spoločnosť pri ČSAV
Slovenská spektroskopická spoločnosť
1949-2009

Miesto úvodu

Niekoľko známych, ale aj menej známych poznatkov z histórie vývoja atómovej spektroskopie na Slovensku

Problematiku vývoja spektroskopie v našej krajine som sa snažil už priblížiť vo viacerých článkoch [1-3], avšak postupom času sa s pribúdajúcim vekom a vzrastajúcou hĺbkou mojej pamäte a najmä vďaka moderným informačným zdrojom, medzi ktoré bezpochyby patrí internet, dozvedám o danej problematike stále nové poznatky, o ktorých by som si vás dovoľil v nasledujúcej práci aspoň v krátkosti informovať, pričom sa nevyhnem ani opakovaniu niektorých už zverejnených údajov, čo môže poslúžiť najmä našim početným mladším kolegom, a za čo sa našim pamätníkom, ktorí to už poznajú, ospravedlňujem.

V doterajších prácach sa pri opise rozvoja slovenskej spektroskopie zvyčajne začína obdobím jej analytického využitia v priemysle zhruba pred a počas Druhej svetovej vojny. Chcel by som preto v tomto príspevku uviesť aspoň v krátkosti moje poznatky (z mne cudzích a nepochopiteľných, pravdepodobne národnostných a preto nepropagovaných dôvodov prakticky neznáme informácie), dokumentujúce využitie spektroskopie v astrofyzike, v ktorej sa na našom území, v tej dobe súčasť Uhorska, dosiahli medzinárodne uznávané výsledky už koncom devätnásteho storočia, teda zhruba o vyše päťdesiat rokov skôr ako v spomínaných priemyselných aplikáciách. Väčšinu informácií uvedených v ďalšom odseku som čerpal z prác [4] Ladislava Drugu (predsedu Spoločnosti

Mikuláša Konkolyho Thege) o astronomickom observatóriu v Hurbanove, ktoré sú zverejnené na internete.

Mimoriadny vzdelanec a významný, medzinárodne uznávaný vedec, fyzik a astronóm Dr. Mikuláš Konkoly-Thege (1842-1916), pochádzajúci z dnešného Hurbanova v okrese Komárno sa už počas svojho štúdia fyziky na Univerzite Petra Pázmana, ktorú po tureckej okupácii preložili v roku 1777 z Trnavy do Budapešti, zaujímal o prácu priekopníka elektrotechniky, venujúceho sa o.i. aj elektromagnetickým javom, profesora fyziky Štefana Aniána Jedlíka (1800-1890), benediktínskeho kňaza, narodeného v Zemanovej pri Nových Zámkoch v slovenskej rodine pochádzajúcej z Liptova. Prednášal na uvedenej univerzite, pričom je možné predpokladať, že mladý Konkoly-Thege sa v tomto prostredí zoznámil už i so spektroskopiou, ktorej sa neskôr v rámci astronómie a astrofyziky aj vedecky venoval. Pre daný účel používal náročné, v mnohých prípadoch osobitne upravené a teda prakticky komerčne nedostupné optické prístroje vlastnej konštrukcie. Pri svojom, neskôr zriadenom astronomickom observatóriu preto zriadil i opticko-mechanickú dielňu. Po univerzitnom štúdiu Konkoly-Thege absolvoval počas dvoch rokov študijné pobyty na významných európskych astronomických observatóriách, publikoval početné vedecké práce a napísal niekoľko odborných kníh [5-7], ktoré sa venovali spektroskopii.

Nazdávam sa, že by stálo za námahu získať viac informácií o obsahu týchto pre históriu svetovej spektroskopie významných, dnes

prakticky neznámych kníh, ktorých autorom bol vedec pracujúci a tvoriaci v Hurbanove.



Dr. Mikuláš Konkoly-Thege

Na základe svojich vedeckých výsledkov sa dr. Konkoly-Thege stal členom početných zahraničných vedeckých spoločností, čestným doktorom viacerých univerzít a nositeľom rôznych vyznamenaní a rádov. Jednou z jeho najvýznamnejších vedeckých zásluh však je, že v parku svojho kaštieľa na Žitnom ostrove v Hurbanove (Stará Ďala, Ó Gyalla) založil už v roku 1871 v Európe prvé astrofyzikálne observatórium, ktoré sa čoskoro stalo medzinárodne uznávaným vedeckým pracoviskom. Ako jediná vedecká ustanovizeň z dôb Uhorska, plniaca i rôzne štátne úlohy (napr. kontrola presného času), funguje dodnes. Observatórium malo už na tú dobu mimoriadne široké vedecké pozorovacie zameranie, zahrňujúce i náročný, progresívny spektroskopický výskum nielen hviezd, ale ako jedno z prvých astrofyzikálnych pracovísk v Európe a pravdepodobne i na svete i spektrálny výskum jasných komét a meteorov. V danom smere sa na tomto pracovisku dosiahli a publikovali výsledky spektrálneho výskumu 23 komét, unikátne spektrálne fotografie rôznych častí Mesiaca, porovnali sa odrazové spektrá hornín na Mesiaci a na Zemi a získali sa spektrá žiarenia vyše 2000 hviezd, čo v nemalej miere

prispelo ku spektrálnej klasifikácii hviezd (v súčasnosti najznámejšia Morgan-Keenanova spektrálna klasifikácia delí hviezdy od najteplejších až po najchladnejšie do tried: O, B, A, F, G, K, M, R, N, S – zapamätá sa ľahko podľa anglickej pomôcky: *Oh, Be A Fine Girl, Kiss Me Right Now, Sally*). Grafické znázornenie absolútnej hviezdnej veľkosti v závislosti od spektrálnej triedy hviezd predstavuje tzv. Russelov-Hertzsprungov diagram, vypracovaný v roku 1909 a tvoriaci dodnes významnú základnú informáciu o vzniku, vývoji a zániku rôznych typov hviezd.

Rozvoj analytickej aplikácie spektroskopie sa v svetovom meradle koncom 19. a začiatkom 20. storočia venoval najmä jej využitiu pri objavovaní a identifikácii nových chemických prvkov. Pomocou spektrálnej analýzy boli v tomto období, ako som to uviedol i s určitými detailami [8], objavené a identifikované nasledovné podľa abecedy zoradené prvky Cs, Ga, Hf, He, Ho, In, Kr, Rn, Re, Rb, Tl, Xe, pričom aj pri objave Cd a Ir a najmä prvkov vzácnych zemín hrala spektroskopická dôležitú úlohu. Taktiež mnohé prvky, napr. Cr, Cs, In, Ir, Rh, Tl sú pomenované podľa farebných, t.j. spektrálnych vlastností nimi vyžarovaného svetla, prípadne farebných vlastností ich zlúčenín.

Uvedené spektroskopické aktivity tohto obdobia súvisia s územím Slovenska v tom zmysle, že okrem málo výkonných spektroskopov s vizuálnym pozorovaním, obmedzeným len na pomerne úzku viditeľnú oblasť spektra, prakticky všetky analyticky využité spektrá sa snímali fotograficky. Použitie optiky z kremeňa a fluoritu umožňovalo snímanie aj na spektrálne informácie oveľa bohatšej ultrafialovej oblasti spektier. Pre tieto účely vyvinuté spektrografy sa skladali z kolimátora opatreného vstupnou štrbinou a z disperzného zariadenia, ktorým v tej dobe bol prakticky len hranol, za ktorým bola umiestená fotografická kamera zachytávajúca spektrum. Fotografický prístroj predstavoval vlastne klasickú techniku *camera obscura*, v ktorej bol vstupný kruhový otvor s čo najmenším priemerom nahradený spojnou šošovkou. Ako vieme z geometrickej optiky, jednoduché šošovky sú zaťažené

viacerými chybami zobrazenia, najmä otvorovou a farebnou vadou, astigmatizmom, skreslením, kľnutím obrazového poľa a kómou, ktorých vplyv rastie so svetelnosťou šošovky (danou tzv. číslom F rovným pomeru jej ohniskovej vzdialenosti k jej priemeru). Za účelom zobrazenia zaťaženého čo možno najmenšou chybou sa mohli vo fotografických prístrojoch používať len šošovky s malým priemerom, poskytujúce pri danej ohniskovej vzdialenosti len malú svetelnosť. Na získanie potrebnej expozície použitého fotografického materiálu boli používané v dôsledku Bunsen-Roscoeovho zákona dlhé expozičné doby. Aby sa získali fotografické záznamy, vrátane fotografií spektier pri reálnej expozičnej dobe, bolo potrebné použiť šošovky s väčšou svetelnosťou, t.j. s väčším priemerom, ktoré však poskytovali menej kvalitný obraz spektra s horšou rozlišovacou schopnosťou. Tento protiklad svetelnosti kontra rozlišovacej schopnosti vyriešil až rodák zo Spišskej Belej, profesor na Viedenskej univerzite Jozef Maximilián Petzval (1807-1891), ktorý ako prvý matematicky spočítal parametre svetelného fotografického objektívu, zloženého z viacerých šošoviek (spojky i rozptylky) zo skla s rôznymi optickými vlastnosťami, ktorý vykazuje optimalizovanú korekciu zobrazovacích chýb. Tento epochálny objav znamenal prevrat nielen v konštrukcii fotografických aparátov (ktorým je venované aj múzeum v Petzvalovom rodnom dome v Spišskej Belej), ale aj v možnosti konštruovania spektrografov (o múzeu spektroskopie neviem, pravdepodobne ani neexistuje, verím, že by stálo za to ho založiť!), poskytujúcich oveľa kvalitnejšie záznamy, využiteľné pri vývoji a aplikácii analytickej spektrálnej analýzy. Zavedením difrakčných mriežok a dnes už takmer výlučne používanej fotoelektrickej registrácie spektra napojenej na výpočtovú techniku sa parametre spektrálnych zariadení dostali na takmer nasýtenú úroveň, čo však neznamená, že ešte neprídu mnohé ďalšie nielen menej závažné, ale i podstatné objavy.

Veľkou brzdou vývoja široko využiteľných kvantitatívnych metód spektrálnej analýzy v priemysle bolo aj neuvážené tvrdenie vtedajšieho najväčšieho odborníka v danej oblasti, autora viacväzkovej príručky

spektroskopie Heinricha Kaysera, že kvantitatívna spektrálna analýza nie je možná [9]. Žiaľ, že sú to práve vojny, ktoré v mnohých prípadoch posúvajú potrebou zavedenia lepšieho ničenia a zabíjania vedecké poznatky dopredu, stalo sa tak i počas Prvej svetovej vojny vo Francúzsku v prípade spektrálnej analýzy. Predtým než bolo možné využiť veľké množstvo nemeckého trofejného materiálu (kanóny, nákladné autá, tanky, lietadlá a pod.) v hutách ako kovový šrot, bolo potrebné z dôvodu triedenia rýchlo a spoľahlivo stanoviť jeho príslušné chemické zloženie. Pre tento účel vypracoval chemik Arnaud de Gramont (staršej spektroskopickéj generácii známy ako konštruktér po ňom pomenovaného stojanu iskrišťa) vhodné spektrochemické postupy, poskytujúce potrebné (dostatočne kvantitatívne) údaje o zložení skúmaného materiálu. Kvantitatívna spektrochemická analýza sa v roku 1931 dočkala ďalšieho úspechu, keď Walther Gerlach a Eugen Schweitzer navrhli použitie vnútorného porovnávacieho prvku s konštantnou koncentráciou, umožňujúceho meranie relatívnych hodnôt intenzity spektrálnych čiar, čo poskytlo významné zlepšenie spoľahlivosti spektrochemických výsledkov, a s využitím výkonnejších mriežkových spektrálnych prístrojov, rýchlejšej a jednoduchšej fotoelektrickej registrácie a neskôr i počítačového vyhodnocovania výsledkov viedlo v období Druhej svetovej vojny a po nej ku rýchlemu rozšíreniu kvantitatívnej spektrochemickej analýzy najmä v hutníckom priemysle.

Mnohí pamätníci využitia spektrálnych metód na Slovensku udávajú nesprávne, ako som na to poukázal i vo svojej prednáške na slávnostnom zhromaždení pri príležitosti 130. výročia založenia skúšobní vo Vítkoviciach [10], že jeho počiatky sa datujú až do obdobia po Druhej svetovej vojne, kedy v rámci pomoci UNRRA (*United Nations Relief and Rehabilitation Administration*) k nám boli dovezené okrem jedného infračerveného spektrometra (v dôsledku administratívnych nejasností ležal pomerne dlhú dobu v Bratislavskom prístavnom sklade v nevyhovujúcom mokrom prostredí, až sa dostal na Katedru fyzikálnej chémie

Chemicko-technologickej fakulty Slovenskej vysokej školy chemickej, kde na ňom v oblasti výskumu minerálnych olejov pracoval prof. Alexander Tkáč) aj dva autokolimačné veľkodisperzné spektrografy firmy Hilger. Jeden z týchto spektrografov sa dostal do Výskumného ústavu agrochemickej technológie, kde na ňom Ing. Ladislav Káčer a neskôr Ing. František Sokol v spojení so Spekkerovým spektrometrom merali fotograficky registrované ultrafialové absorpčné spektrá vyvíjaných insekticídov na báze tiofosfátov. Ja sám som mal možnosť v roku 1952 na tomto, na vyhodnocovanie mimoriadne náročnom zariadení začínať so spektroskopiou na uvedenom pracovisku. Druhý spektrograf slúžil na atómovú emisnú spektrálnu analýzu v Slovenskom geologickom ústave v Bratislave, kde s týmto prístrojom pracoval priekopník slovenskej spektrálnej analýzy Dr. Gejza Kupčo.

Na Slovensku sa však podobne ako v Čechách s prvými prístrojmi pre analytickú atómovú emisnú spektroskopiu a so začiatkom využívania tejto progresívnej analytickej metódy stretávame už počas Druhej svetovej vojny v hutníckom priemysle, a to v Považských strojárňach v Považskej Bystrici, kde bolo už v roku 1943 vybudované u nás prvé priemyselné spektroskopické laboratórium, vybavené strednodisperzným spektrografom firmy Zeiss, v ktorom pracovali Ing. Brzobohatý a Ing. Kaloč. Neskôr Ing. Dr. Ferdinand Králik v tomto laboratóriu doviedol spektrálnu analýzu na vysokú odbornú úroveň a využil v širokom meradle jej možnosti pre výrobnú kontrolu. Podľa mojich znalostí je i autorom prvých prác [11,12] o analytickom využití atómovej emisnej spektrálnej analýzy na Slovensku, ktoré publikoval v roku 1947 v prvom ročníku časopisu *Chemické zvesti* (dnešné *Chemical Papers*). V prvej práci [11] opisuje princípy spektrálnej analýzy, v nasledujúcej práci [12] prezentuje svoje výsledky, týkajúce sa na tú dobu náročnej spektrálnej analýzy mosadzí a stanovenia siedmich prvkov (Pb, Sn, Mn, Al, Fe, Ni a Zn) pomocou prerušovaného oblúka podľa Pfeilstickera.

Nie veľa, najmä mladších kolegov vie o tom, že i ja som po spomenutých prvých dotykoch so spektroskopiou a po skončení

vysokoškolského štúdia v roku 1953 rozvíjal svoju odbornú kariéru v hutníckej analýze, a to vo Ferozliatinárskych závodoch v Istebnom na Orave, kde som za účelom analýzy trosiek uviedol do chodu sovietsky strednodisperzný spektrograf ISP 22. V roku 1954 som publikoval tri prehľadové práce o možnostiach analytického využitia spektroskopie [13-15] a v roku 1963 som vydal knihu o optických metódach v chémii, v ktorej je značná časť venovaná o.i. i princípom a potrebám technického vybavenia a aplikačným možnostiam spektroskopie [16]. Po mojom odchode na vedeckú aspirantúru na SAV v Bratislave začali v uvedenom hutníckom laboratóriu pracovať Ing. Andrej Švehla a doc. Margita Vačková, ktorí doviedli spektrálnu analýzu ferozliatin na takú úroveň, že svoje výsledky vydali knižne [17].

Ďalší prudký rozvoj spektrochemickej analýzy, umožnený vývojom nových výkonných techník ako sú atómová absorpčná spektroskopia, spektroskopia s indukčne viazanou plazmou, a to ako optická tak i hmotnostná alebo laserová lokálna analýza, spôsobil nepredstaviteľný rozmach v oblasti prístrojovej techniky, kde sa prešlo od fotografickej ku rýchlej fotoelektrickej detekcii, ale najmä k plnému využívaniu dnes už celú oblasť spektrálnej analýzy ovládajúcej výpočtovej techniky. Naši, najmä mladší pracovníci považujú mnohé výkonné meracie prístroje za „obsoletné“ z dôvodu, že ich nie je možné riadiť a ich výsledky (často len v záujme pohodlia moderných náročných operátorov) spracovávať pomocou výpočtovej techniky, a vyradujú ich. V mnohých prípadoch to končí aj ich fyzickou likvidáciou, ktorá bola v minulosti na základe daných predpisov pre príslušné postupy charakteristická, a dnes sa v nej s odôvodnením nedostatku miesta, nižšej výkonnosti, administratívneho, prípadne finančného zaťaženia a pod. pokračuje. Čo ukážeme v múzeách nasledujúcim generáciám pre pochopenie mnohých základných otázok (ako a s prístrojmi akého princípu sme pracovali), keď podľa hlúpych predpisov sme museli pri odpise vyradované zariadenia pred nerozmýšľajúcim odpisovým úradníkom fyzicky (často brutálne kladivom) zničiť, len

aby sa nedajbože náhodou nikto ich záchranou neobohatil? Čím by sme sa v oblasti umenia (žiaľ, ako na to stále poukazujem, nesprávne nahradzovaného vyššou kategóriou kultúra) vo svete chválili, keby sme i umelecké artefakty, ako sú sochy alebo obrazy, museli fyzicky zničiť pri ich vyradení, napr. z kostolov a ich prevode do múzeí? Mená tých hlúpych výmyselníkov podobných predpisov zostanú, žiaľ, už neznáme a aj keď náhodou nie, tak to už nepomôže zničeným prístrojom, pomocou ktorých sa získali výsledky, čo prispeli našej spoločnosti neporovnateľne viac než niekde strelený gól (ktorého strelec bol mimochodom veľmi slušne zaplatený) alebo odspievaná ária. Ani sa už nikto nedozvie, ako pracne sme získavali naše vedecké poznatky, hlavne, že vieme dosť o aj pre vedcov ťažkých dobách, emigrovaných športovcoch a umelcoch, ktorých rozhodnutie bolo však v mnohých prípadoch motivované najmä ekonomickými pohnútkami.

Vráťme sa však ku pôvodnej téme po tomto *extempore*, vychádzajúcim z notorického, avšak žiaľ, len don Quijotovského boja proti podceňovaniu pre spoločnosť oveľa prospešnejšej vedy v porovnaní s umením a športom.

Rýchly celosvetový rozvoj spektrochemickej analýzy v druhej polovici 20. storočia (u nás síce socializmom a rôznymi štátnymi a byrokratickými, finančnými i tlačovými reštrikčnými predpismi výrazne brzdený) viedol za účelom zlepšenia vzájomnej informovanosti, zabezpečenia ďalšieho odborného rastu a presadzovania národohospodárskeho významu a potrieb spektroskopikov k požiadavke organizovania sa pracovníkov z daného odboru. To sa udialo v roku 1949 vytvorením Združenia pre výskum v spektrálnej analýze podľa vzoru *Groupement pour l'avancement des méthodes spectrographiques*, G. A. M. S. (Združenie pre pokrok v spektrografických metódach) vo Francúzsku. Za jeho prvého predsedu bol zvolený prof. Otakar Quadrát z VŠCHT v Prahe a za tajomníka (pre svoj entuziazmus nezabudnuteľný) Ing. František Plzák, učiteľ na Strednej priemyselnej škole chemickej v Prahe. Neskôr sa predsedami stali RNDr Josef Kuba, Dr. Jan Mráz a prof. Eduard

Plško. Z organizačných dôvodov sa Združenie neskôr pretvorilo na Československú spektroskopickú spoločnosť pri ČSAV. Po rozdelení Československej republiky funguje v Českej republike Spektroskopická spoločnosť Jana Marka Marci a na Slovensku vznikla Slovenská spektroskopická spoločnosť (SSS), ktorej predsedom sa stal Dr. Vladimír Streško. Po jeho smrti vedie SSS prof. Marcel Miglierini. Táto spoločnosť združuje prakticky len pracovníkov v oblasti atómovej (optickej) emisnej a absorpčnej, hmotnostnej ako aj Mössbauerovej spektroskopie. Je mi ľúto, avšak na tomto mieste nejdem analyzovať dôvody prečo sa do tejto spoločnosti nepodarilo integrovať pracovníkov z oblasti molekulovej spektroskopie, ktorí dali prednosť spojenia sa s organickými chemikmi.

Činnosť uvedených organizácií, zahrňujúca i prípravu početných konferencií, sympózií, seminárov a odborných školení (ako domáceho tak i medzinárodného charakteru), zohrala nezastupiteľnú úlohu vo vývoji spektroskopie na Slovensku. V danom smere je potrebné spomedzi odborných podujatí organizovaných na Slovensku uviesť II. Československú spektroskopickú konferenciu, ktorú navrhol a v roku 1959 v Tatranskej Lomnici aj organizoval významný slovenský spektroskopik prof. Mikuláš Matherny. Zúčastnili sa na nej aj početné zahraničné skupiny spektroskopikov z Maďarska, Nemeckej demokratickej republiky a Poľska. Nasledoval Seminár o budení emisných optických spektier nevodivých metariálov, ktorý som organizoval v Smoleniciach v roku 1963. Je významný tým, že sa na ňom napriek vtedajšiemu rozdeleniu Európy železnou oponou prvýkrát stretli významní spektroskopickí odborníci zo Západu (Francúzsko, Nemecká spolková republika, Rakúsko, Holandsko) a z Východu (Československo, Nemecká demokratická republika, Maďarsko, Poľsko), čo vytvorilo základ pre ďalšiu plodnú spoluprácu. Veľkým sklamaním bola ignorácia tejto prelomovej udalosti sovietskymi spektroskopikmi. Dôležitú úlohu zohrali i pracovné semináre (dnes sa takéto podujatie v rámci podlizovania anglicizmom volá pre mňa škaredým názvom *workshop* (dielňa); dielňu

majú remeselníci a my sme vedci, i keď sa niekedy za takéto označenie akosi hanbíme), organizované počas viacerých rokov v oblasti Spiša (Hrabušice, Ružín a iné) kolegami z Košíc, známe najmä otvorenými odbornými diskusiami medzi prof. Mathernym a mnou a veľmi príjemným *ambiente*, odborným i spoločenským *milieu*. Zo súčasných významných spektroskopických podujatí treba vyzdvihnúť najmä pravidelné konanie Slovenskej spektroskopicko-konferencie (vďaka veľkému osobnému zariadeniu dnes už nebohej prof. Eriky Krakovskej a doc. Jany Kubovej), na ktorej odznievajú z úst domácich i zahraničných odborníkov prednášky o najnovších trendoch v oblasti spektroskopie. Dvojročná periodicita Slovenskej spektroskopicko-konferencie sa od roku 2008 v súvislosti so zmenou jej názvu na Slovensko-Českú spektroskopickú konferenciu zmenila na štvorročnú. V roku 2010 sa uskutoční 14. Česko-Slovenská spektroskopická konferencia a v roku 2012 jubilejná XX. Slovensko-Česká spektroskopická konferencia.

Pred ukončením tohto rozprávania o atómovej spektroskopii na Slovensku si na tomto mieste ešte považujem za potrebné uviesť, že naši spektroskopici pravidelne publikujú v medzinárodne uznávaných odborných časopisoch stovky výsledkov svojej vedeckej práce a zastávajú zodpovedné miesta v našom priemysle a vedeckej komunite. Prajem im v ich práci veľa úspechov, aby pre našu spektroskopiu dosiahli aspoň také úspechy v zahraničnom reprezentovaní Slovenska, ako sa to podarilo mne členstvom v Komisii pre spektrálne a iné optické analytické metódy Medzinárodnej únie pre základnú a aplikovanú chémiu (IUPAC), členstvom v redakčných radách dvoch medzinárodných spektroskopických časopisov a pozvaniami prednášať na početných medzinárodných odborných konferenciách, k čomu sú potrebné nielen dobré pracovné výsledky, ale i osobné kontakty. Vďaka nim navštívili Slovensko pri rôznych odborných podujatiach početní spektroskopici svetového mena (H. Kaiser, K. Laqua, H. Massmann, R. Ritschl, G. Holdt, H. Nickel, K. Slickers, R. Rautschke, P. Boumans, E. Schroll, H. Schweida, K. Alkemade, M. Mermert, B. Lvov, A.K.

Karjakin, E. Sedych, V.A. Fassel, R. Barnes, D. Günther, W. Kemula, J.M. Lopez de Azcona, M. Doğan, T. Török, K. Zimmer, E. Pungor, V. Vukanović, D. Simić, B. Pavlović, S. Gomišček a mnohí ďalší), čo sa však žiaľ, v porovnaní s návštevou nejakého umelca alebo dokonca s prihrávkou na gól v NHL (*nota bene* v porovnaní s vedou veľmi dobre zaplatenou) nepovažuje za reprezentáciu hodnú ani spomienky v našich oznamovacích prostriedkoch.

Je mi jasné, že by sa o minulých aktivitách slovenských spektroskopikov, ako aj o ich výsledkoch a plánoch dalo ešte veľa hovoriť, ale nechajme si niečo aj na budúci raz a držme sa preto starého porekadla, že:

„Aj sto slov má len jeden koniec“

Literatúra

1. E. Plško, XIVth Seminar on Atomic Spectrochemistry, High Tatras – Podbanske, Proceedings, Štroffek Publishing, Košice, 1998, 6-12
2. E. Plško, Slovak Geol. Mag. 9 (2003) 93-98
3. E. Plško, Súčasnosť a trendy analytickej chémie, Zborník prednášok, Katedra analytickej chémie PRIF UK, Bratislava, 2005, Pr 1
4. <http://www.suh.sk>
5. M. Konkoly-Thege, Handbuch für Spektroskopiker im Cabinet und am Fernrohr (Príručka pre spektroskopikov v laboratóriu a pri ďalekohľade), Halle, 1890
6. M. Konkoly-Thege, Anleitung zur Spektralanalyse (Úvod do spektrálnej analýzy), Halle, 1897
7. M. Konkoly-Thege, R. Kövesligethy, Spektralkatalog
8. E. Plško, Fresenius Z. Anal. Chem. 324 (1986) 707-713
9. P. Görlich, II. Tschechoslowakischer Spektrographischer Kongress, Tatranska Lomnica, 1959, SPN, Bratislava, s. 11
10. E. Plško, 130 let – VÍTKOVICE – Zkušebny a laboratoře, Sborník, Ostrava, 2003, s. 62
11. F. Králik, Chem. Zvesti 1 (1947) s. 230
12. F. Králik, Chem. Zvesti 1 (1947) s. 277
13. E. Plško, K. Matiašovský, Technická práca 6 (1954) s. 369
14. E. Plško, K. Matiašovský, Technická práca 6 (1954) s. 411
15. E. Plško, K. Matiašovský, Technická práca 6 (1954) s. 489
16. E. Plško, Praktické základy optických metód v chémii, SVTL, Bratislava, 1963
17. A. Švehla, M. Vačková, J. Ivan, Vzorkovanie a analýza ferozliatin, Alfa, Bratislava, 1977

Eduard Plško

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

TRENDY V POSTUPOCH SKONCENTROVANIA A ŠPECIÁCIE KOVOV VO VODNÝCH MATRICIACH PRED ICH STANOVENÍM SPEKTROMETRICKÝMI TECHNIKAMI

Lenka Macháčková a Mária Žemberyová

Univerzita Komenského v Bratislave,
Prírodovedecká fakulta, Katedra analytickej
chémie

Mlynská dolina CH-2, 842 15 Bratislava 4
machackoval@fns.uniba.sk

Úvod

Toxické kovy majú negatívny dopad nielen na okolité životné prostredie, ale predovšetkým na zdravie ľudí. Ich stúpajúce množstvá vo všetkých zložkách životného prostredia, hlavne vo vodách, predstavujú čoraz vážnejší globálny environmentálny problém. Zvýšený záujem o problematiku stanovenia toxických kovov vo vodách podnietil vypracovanie spoľahlivých, jednoduchých, ekologicky bezpečných, selektívnych a citlivých postupov ich stanovenia.

Jedným z najvýznamnejších cieľov analytickej chémie je práve stanovenie toxických kovov na veľmi nízkej koncentračnej úrovni. Napriek vysokej selektivite a citlivosti analytických spektrometrických techník je často potrebná separácia matrice a skoncentrovanie stopových kovov pred ich samotným stanovením. Postupy skoncentrovania sú významnými nástrojmi v analytických procesoch, pretože ich použitie zaručuje sledovanie kovov v komplexnej matrici a na veľmi nízkej koncentračnej úrovni.

Trendovými postupmi skoncentrovania kovov, s ktorými sa možno často stretnúť v literatúre, sú postupy založené na princípe extrakcie tuhou fázou, extrakcie z kvapaliny do kvapaliny, zrážania a spoluzrážania, záchytu atómov a elektrolyzy. Aplikovaná metóda skoncentrovania použitá v kombinácii so spektrometrickými technikami má byť účinná, dokonale selektívna a citlivá [1,2].

Extrakcia tuhou fázou

Extrakcia tuhou fázou (Solid phase extraction, SPE) je v súčasnosti široko používanou metódou pre skoncentrovanie a separáciu kovov v analytickej chémii. Prvé experimentálne aplikácie SPE boli uskutočnené pred vyše päťdesiatimi rokmi [3,4]. Avšak, vývoj tejto metódy ako alternatívy ku klasickej extrakcii kvapaliny kvapalinou sa začal až v polovici sedemdesiatych rokov dvadsiateho storočia. V posledných pätnástich rokoch bola značne používaná pre skoncentrovanie organických mikropolutantov, predovšetkým pesticídov, vo vodných vzorkách [5]. Mnohé štúdie tiež poukázali na ohromný potenciál tejto techniky v oblasti špeciálnej analýzy.

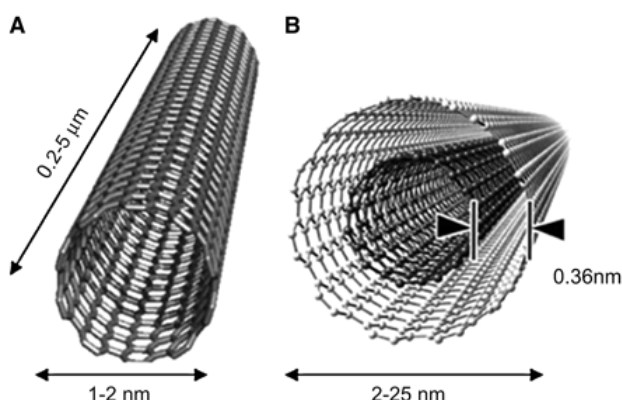
Súčasným trendom v skoncentrovaní a špeciácii stopových kovov je použitie nových sorbentov ako sú nanomateriály a mikroorganizmy (biologické substráty) [6,7]. Uvedené typy sorbentov sú podrobnejšie diskutované v nasledujúcich kapitolách.

Nanomateriály

V posledných desiatich rokoch sa stali nanomateriály veľmi dôležitými vďaka svojim špeciálnym fyzikálnym a chemickým vlastnostiam [8]. Jednou z ich výnimočných vlastností je, že väčšina atómov sa nachádza na povrchu. Atómy na povrchu sú nenasýtené, a preto podliehajú interakcii s ostatnými iónmi prostredníctvom statického elektrického náboja [9]. Majú vysokú chemickú aktivitu a adsorpčnú kapacitu pre mnohé ióny kovov, vďaka ktorej môžu adsorbovať analyt s ohromnou adsorpčnou rýchlosťou. Výzkumy povrchovej chémie vysoko dispergovaných oxidov, napr. TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , CeO_2 a ZnO , dokazujú ich vysoké adsorpčné kapacity, a teda ich vhodnosť pre stopovú analýzu kovov v rôznych vzorkách. Chemickou modifikáciou nanomateriálov vhodným činidlom možno pripraviť nový selektívny tuhý sorbent pre skoncentrovanie kovov [6].

Obrovský analytický potenciál ako sorbenty pre extrakciu tuhou fázou iónov kovov majú

uhlíkové nanotrúbice (Carbon Nanotubes, CNT). Ide o nové uhlíkové materiály, ktoré majú množstvo špecifických elektrických, mechanických a chemických vlastností, veľký povrch a výbornú pevnosť. CNT možno popísať ako grafitový pás zrolovaný (zvinutý) do nanorozmernej trubice. Typicky majú priemer len niekoľko nanometrov a obidva konce sú obyčajne uzatvorené fullerénovou štruktúrou (viď Obr. 1). Existujú dva hlavné druhy nanotrúbíc: jednovrstvové uhlíkové nanotrúbice (Single-Walled Carbon Nanotubes, SWCNT) a viacvrstvové uhlíkové nanotrúbice (Multi-Walled Carbon Nanotubes, MWCNT), ktoré sú pomenované podľa počtu vrstiev uhlíkových atómov v stene nanotrúbice [10]. Pri ich syntéze sa využívajú tri hlavné metódy, oblúkový výboj, laserová ablácia a chemická depozícia povlakov z plynnej fázy (CVD) [11,12]. Chémia CNT bola už predmetom viacerých prehľadových článkov [13-15].



Obr. 1. Konceptná schéma (A) jednovrstvovej uhlíkovej nanotrúbice (SWCNT) a (B) viacvrstvovej uhlíkovej nanotrúbice (MWCNT)

Biologické substráty – Biosorbenty

V posledných rokoch bola v oblasti akumulácie a skoncentrovania ťažkých kovov veľká pozornosť venovaná použitiu biologických mikroorganizmov alebo ich súčastí, ako sú riasy, huby, chaluhy, červené krvinky, kvasinky a baktérie, a to vďaka ich schopnosti absorbovať ióny kovov z roztokov. Táto akumulácia biologickými materiálmi je známa pod obecným termínom biosorpcia. Bolo publikovaných viacero prehľadových článkov týkajúcich sa nielen teoretických princípov biosorpcie mikroorganizmami ale tiež jej využitia ako postupu skoncentrovania kovov [16-26].

Akumulačné bioprocesy kovov sa obecné rozdeľujú na dve široké kategórie: biosorpcia – pasívna adsorpcia s použitím mŕtvej biomasy, a bioakumulácia – adsorpcia s použitím živých buniek [27]. Adsorpcia kovov mikroorganizmami je komplexný proces, ktorý možno rozdeliť do dvoch hlavných fáz. Prvá fáza, ktorú možno pozorovať najmä u mŕtvych buniek, je na metabolizme nezávislé viazanie alebo adsorpcia na bunkové steny alebo iné vonkajšie povrchy. Obyčajne je to proces veľmi rýchly a môžu byť sorbované pomerne veľké množstvá kovov. Druhá, oveľa pomalšia fáza, je na metabolizme závislý transport kovu cez bunkovú membránu, ktorá je ovplyvnená fyziologickým stavom buniek, vlastnosťami a zložením rastového média. U rastúcich buniek môže byť jedna alebo obe fázy pozitívne alebo negatívne ovplyvnené fyzikálno-chemickými faktormi prostredia (koncentrácia kovu, prítomnosť kationov a aniónov, pH, teplota, iónová sila, absencia zdroja energie, prítomnosť metabolických inhibítorov, exkrécia látok schopných tvoriť komplexy alebo precipitovať kovy, doba trvania sorpcie) a/alebo fyziologickým a morfológickým stavom buniek (zloženie bunkových stien, tvorba extracelulárnych polysacharidov) [28]. Adsorpcia iónu kovu biosorpciou môže v sebe zahŕňať príspevky rôznych mechanizmov, ako napr. mechanizmus difúzie, adsorpcie, chelatacie, komplexácie, koordinácie alebo anorganickej mikroprecipitácie.

Existujú dva základné spôsoby ako uskutočniť experiment biosorpciou, a to použitie voľných buniek a imobilizovaných buniek na tuhom podklade [1]. Prvý koncept, voľné bunky, pozostáva zo zmiešania známeho množstva biologického substrátu s roztokom analytu, následnej centrifugácie a separácie tejto biomasy. Proces je obmedzený pre kovy s nízkymi deliacimi koeficientmi, teda je nutné použiť rozličné extrakčné kroky. Použitie voľných mikroorganizmov je náročné pre on-line systémy skoncentrovania. Preto je výhodnejšie imobilizovať mikrobiálne bunky na vhodnom podklade. Používajú sa rozličné techniky imobilizácie biomasy, ktoré sú založené na adsorpcii biomasy na inertnom povrchu, na zachytení biomasy v polymérnej matici, na kovalentných väzbách s nosnými zlúčeninami alebo na priečnej väzbe buniek

[20]. Výhodou týchto imobilizačných procesov je účinnejšia regenerácia substrátu a možnosť použitia pre on-line systémy.

Biosorpcia a/alebo bioakumulácia sa ukázala ako ekonomická a účinná alternatívna metóda pre odstránenie kovov z roztokov a ich skoncentrovanie. Rôzne špecie kovu majú často rôzne sorpčné vlastnosti, čo sa využíva pri špeciálnej analýze. Pri vývoji analytického postupu musia byť skúmané a hneď na začiatku optimalizované nasledujúce parametre: pH vzorky, čas kontaktu biomasy a iónov kovu a vplyv ostatných iónov [19].

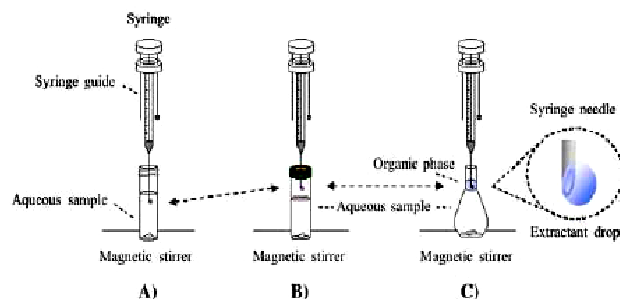
Extrakcia z kvapaliny do kvapaliny

Extrakcia z kvapaliny do kvapaliny (Liquid-liquid extraction, LLE) je založená na prechode analytu z fázy vodného roztoku do fázy rozpúšťadla, ktoré je nemiešateľné s vodou. LLE je široko používanou predúpravou technikou vhodnou pre separovanie a skoncentrovanie anorganických i organických analytov vo vodných vzorkách. Avšak má i niekoľko nedostatkov, ako napr. možná tvorba emulzií, spotreba veľkého množstva vzorky, spotreba veľkého množstva väčšinou toxických organických rozpúšťadiel s vysokou čistotou a taktiež veľká tvorba polutantov, ktoré robia túto metódu nevýhodnou z finančného, časového a hlavne ekologického hľadiska. Snaha eliminovať uvedené nedostatky klasickej LLE viedla k vývoju nových nekonvenčných extrakčných postupov. Medzi v súčasnosti najpoužívanejšie nekonvenčné extrakčné postupy patria miniaturizované systémy konvenčnej LLE – mikroextrakčné techniky a extrakcie s využitím teploty zrážania micelárnych roztokov.

Miniaturizované extrakčné techniky

Miniaturizáciou klasickej extrakčnej techniky je možné dosiahnuť drastickú redukciu objemu fázy extraktantu. Na základe tohto predpokladu vznikli tri nové metodiky, a to mikroextrakcia jednou kvapkou (Single-Drop Microextraction, SDME), mikroextrakcia kvapalnou fázou v dutom vlákne (Hollow Fibre Liquid-Phase Microextraction, HF-LPME) a disperzná mikroextrakcia v systéme kvapalina-kvapalina (Dispersive Liquid-Liquid Microextraction, DLLME).

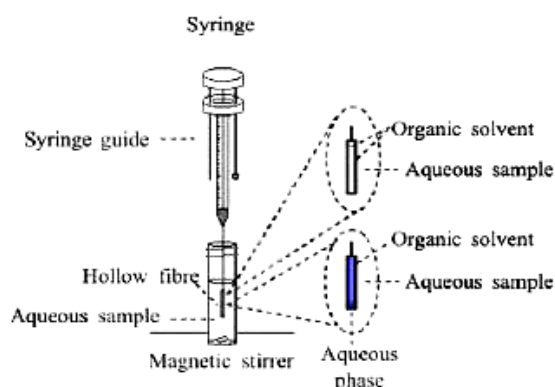
Mikroextrakcia jednou kvapkou (SDME) je technika skoncentrovania založená na použití mikrokvapky extraktantu. Samotná extrakcia prebieha na kvapke rozpúšťadla, ktorá je vytlačená z ihly striekačky so skoseným hrotom. Kvapka extraktantu môže byť zavádzaná buď priamo do roztoku vodnej vzorky, nad ktorou je rozvrstvená tenká vrstva organického rozpúšťadla (s nižšou hustotou ako voda), kedy ide o priamu SDME (Direct Single-Drop Microextraction, D-SDME) (Obr. 2A) alebo v prípade, že je analyt prchavý alebo poloprchavý je ihla zavádzaná do priestoru nad vzorkou a ide o techniku Headspace (Headspace Single-Drop Microextraction, HS-SDME). Techniku HS-SDME (Obr. 2B) po prvý raz predstavili Theis a kol. [29], ktorí ju aplikovali pri stanovení modelovej zmesi obsahujúcej benzén, toluén, etylbenzén a o-xylén plynovou chromatografiou pri použití 1-oktanolu ako extrakčného činidla. Selektivitu extrakcie u SDME možno ovplyvniť typom rozpúšťadla a objemom kvapky, a tiež miešaním roztoku, úpravou pH, teplotou vzorkovacej nádoby a dostatočne dlhým časom extrakcie [30].



Obr. 2. Schematické znázornenie (A) priamej mikroextrakcie jednou kvapkou (D-SDME) a (B) Headspace mikroextrakcie jednou kvapkou (HS-SDME)

Mikroextrakcia kvapalnou fázou v dutom vlákne (HF-LPME) (Obr. 3) využíva na zavedenie a ochránenie určitého objemu extraktantu do vzorky hydrofóbne polymérne duté vlákno. K samotnému procesu extrakcie dochádza v póroch dutého vlákna, kde je imobilizované extrakčné rozpúšťadlo. Póry poréznej hydrofóbnej polymérnej membrány sú naplnené organickou kvapalinou, ktorá je tam držaná prostredníctvom kapilárnych síl (kapilárneho efektu).

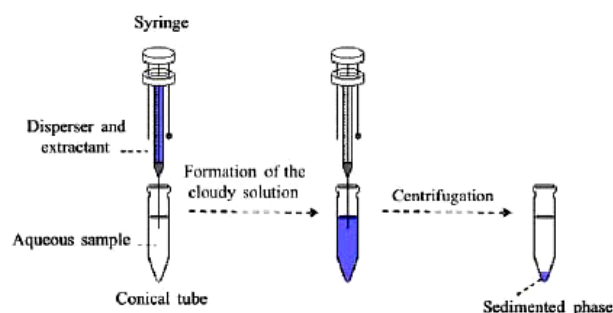
Obvykle je extrakčná účinnosť HF-LPME v porovnaní s D-SDME vyššia, rovnako i kontaktná plocha medzi vodnou vzorkou a fázou extraktantu je väčšia. Duté vlákno má schopnosť chrániť fázu extraktantu pred znečistením, a preto sa môže používať pri analýze kontaminovaných vzoriek. Nevýhodou je komplikovaná manipulácia s dutými vláknami pri ich umiestňovaní na špičku ihly striekačky pred extrakciou. Podrobnejšie je táto technika popísaná v dvoch prehľadových článkoch [31,32].



Obr. 3. Schematické znázornenie mikroextrakcie kvapalnou fázou v dutom vlákne (HF-LPME)

Disperznú mikroextrakciu v systéme kvapalina-kvapalina (DLLME) (Obr. 4) ako prví popísali Rezaee a kol. [33], ktorí aplikovali DLLME pri stanovení polycyklických aromatických uhlíkovodíkov v rôznych typoch vôd plynovou chromatografiou. Princíp metódy je založený na tvorbe zakaleného roztoku, pričom príslušná zmes extrakčného a disperzného rozpúšťadla je veľmi rýchlo injektovaná do vodného roztoku vzorky. S vodou nemiešateľné extrakčné činidlo by malo mať vyššiu hustotu ako voda, zatiaľ čo disperzné rozpúšťadlo by malo byť miešateľné aj s extrakčným rozpúšťadlom aj s vodnou vzorkou. Kvapka extraktantu je dispergovaná vo vodnej vzorke, pričom dochádza k priamej interakcii s analytom. Ako extrakčné rozpúšťadlá sa používajú napr. tetrachlórmetán, chloroform, sulfid uhličitý, nitrobenzén, brómbenzén, chlórbenzén alebo 1,2-dichlórbenzén a ako disperzné rozpúšťadlá napr. metanol, etanol, acetonitril alebo acetón. Pri mikroextrakčných technikách, rovnako ako pri klasickej LLE, je najdôležitejší výber vhodnej extrakčnej fázy. Tento výber je

založený na porovnaní rôznych fyzikálnych vlastností extrakčného činidla s cieľom dosiahnuť čo najvyššiu citlivosť, presnosť a selektivitu.



Obr. 4. Schematické znázornenie disperznej mikroextrakcie v systéme kvapalina-kvapalina (DLLME)

V posledných rokoch sa v prípade HS-DME začali používať vodné kvapky hlavne pre možnosť použitia veľkých objemov kvapiek, a to vďaka vysokému povrchovému napätiu vodných roztokov. Vodné kvapky obsahujúce vzácne kovy, ako Pd^{2+} a Pt^{4+} , boli použité pri stanovení a skoncentrovaní hydridotvorných prvkov, ako As [34], Se [35,36] alebo MeHg^+ [37], po ich derivatizácii s NaBH_4 alebo s generáciou pár v prítomnosti organických kyselín. Zároveň boli prítomné Pd alebo Pt využité ako modifikátory matrice pri stanovení technikou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie.

Záver

Medzi najpoužívanejšie spektrometrické techniky v súčasnej dobe patria atómová absorpčná spektrometria s plameňovou technikou atomizácie (FAAS), s technikou elektrotermickej atomizácie (ETAAS), s technikou generovania hydridov (HGAAS), s technikou generovania studených pár (CV AAS) a indukčne viazaná plazma v kombinácii s optickou emisnou spektrometriou (ICP OES) alebo hmotnostnou spektrometriou (ICP MS). Tiež sa často používa spektrofotometria v ultrafialovej a viditeľnej oblasti spektra (UV-VIS), a to hlavne pre jednoduchosť a nízku cenu prístroja.

Medzi progresívnejšie smery vývoja analytických metód, ktoré možno použiť pri analýze stopových koncentrácií kovov vo vodných vzorkách možno zaradiť aplikácie

postupov skoncentrovania založených na princípe extrakcie. Trendom pri SPE je použitie nových sorbentov ako sú nanomateriály (vysoko dispergované oxidy a uhlíkové nanotrúbice) a biologické substráty (riasy, huby, chaluhy, červené krvinky, kvasinky a baktérie). V oblasti LLE sa využívajú miniaturizované extrakčné systémy eliminujúce hlavné nedostatky konvenčnej LLE, ako tvorba emulzií, spotreba veľkého množstva vzorky a väčšinou toxických organických rozpúšťadiel s vysokou čistotou a veľká tvorba polutantov.

Táto práca bola finančne podporovaná grantom Vedeckej grantovej agentúry Ministerstva školstva SR a Slovenskej akadémie vied VEGA 1/0430/08.

Literatúra

- M.G. Pereira, M.A.Z. Arruda, *Microchim. Acta* 141 (2003) 115-131
- L. Macháčková, M. Žemberyová, XXXVIII. Hydrochémia, Zborník prednášok, 2008, 159-169
- I. Liška, *J. Chromatogr. A* 885 (2000) 3-16
- C.F. Poole: *Solid-phase extraction*, Encyclopedia of Separation Science, Academic Press, 2000
- M.C. Hennion, *Trac-Trends Anal. Chem.* 10 (1991) 317-323
- A.R. Türker, *Clean* 35 (2007) 548-557
- V.A. Lemos, L.S.G. Teixeira, M.A. Bezerra, A.C.S. Costa, J.T. Castro, L.A.M. Cardoso, D.S. de Jesus, E.S. Santos, P.X. Baliza, L.N. Santos, *Appl. Spectr. Reviews* 43 (2008) 303-334
- Y. Zhai, X. Chang, Y. Cui, N. Lian, S. Lai, H. Zhen, Q. He, *Microchim. Acta* 154 (2006) 253-259
- Y. Hang, Y. Quin, Z. Liang, B. Hu, *Anal. Sci.* 18 (2002) 843-846
- K. Pyrzyńska, *Anal. Sci.* 23 (2007) 631-637
- C.T. Konston, B. Simard, *Anal. Lett.* 36 (2003) 3119-3145
- A. Huczko, *Appl. Phys. Part A* 74 (2002) 617-638
- T. Lin, V. Bajpai, T. Li, L. Dai, *Aust. J. Chem.* 56 (2003) 635-651
- H. Dai, *Acc. Chem. Res.* 35 (2002) 1035-1044
- M. Trojanowicz, *Trac-Trends Anal. Chem.* 25 (2006) 480-489
- Y. Madrid, C. Cámara, *Trac-Trends Anal. Chem.* 16 (1997) 36-44
- B. Godlewska-Zyłkiewicz, *Crit. Rev. Anal. Chem.* 31 (2001) 175-189
- A.R. Türker, *Clean* 35 (2007) 548-557
- B. Godlewska-Zyłkiewicz, *Anal. Bioanal. Chem.* 384 (2006) 114-123
- F. Veglio, F. Beolchini, *Hydrometallurgy* 44 (1997) 301-316
- K. Vijayaraghavan, Y.-S. Yun, *Biotechnology Advances* 26 (2008) 266-291
- P.S. Rainbow, *Environ. Int.* 33 (2007) 576-582
- B. Volesky, *Wat. Res.* 41 (2007) 4017-4029
- B. Volesky, *Hydrometallurgy* 71 (2003) 179-190
- D. Kratochvil, B. Volesky, *Tib. Tech.* 16 (1998) 291-300
- Y. Liu, Y.-J. Liu, *Sep. Purif. Tech.* 61 (2008) 229-242
- H. Hussein, S. F. Ibrahim, K. Kandeel, H. Moawad, *Electron. J. Biotechnol.* 7 (2004) 38-46
- K. Dercová, J. Makovníková, G. Barančíková, J. Žuffa, *Chem. Listy* 99 (2005) 582-693
- A.L. Theis, A.J. Waldack, S.M. Hansen, M.A. Jeannot, *Anal. Chem.* 73 (2001) 5651-5654
- M. Szumski, B. Buszewski, *Crit. Rev. Anal. Chem.* 32 (2002) 1-46
- E. Psillakis, N. Kalogerakis, *Trac-Trends Anal. Chem.* 22 (2003) 565-574
- K.E. Rasmussen, S. Pedersen-Bjergaard, *Trac-Trends Anal. Chem.* 23 (2004) 1-10
- M. Rezaee, Y. Assadi, M.R. Milani Hosseini, E. Aghaee, F. Ahmadi, S. Berijani, *J. Chromatogr. A* 1116 (2006) 1-9
- S. Fragueiro, I. Lavilla, C. Bendicho, *Spectrochim. Acta Part B* 59 (2004) 851-855
- R. Figueroa, M. García, I. Lavilla, C. Bendicho, *Spectrochim. Acta Part B* 60 (2005) 1556-1563
- S. Fragueiro, I. Lavilla, C. Bendicho, *Talanta* 68 (2006) 1096-1101
- S. Gil, S. Fragueiro, I. Lavilla, C. Bendicho, *Spectrochim. Acta Part B* 60 (2005) 145-150

VYUŽITIE SPEKTROSKOPICKÝCH METÓD NA CHARAKTERIZÁCIU TUHÝCH ENVIRONMENTÁLNYCH VZORIEK

Dagmar Remeteiová

Technická univerzita v Košiciach,
Hutnícka fakulta, Katedra chémie
Letná 9, 042 00 Košice

Úvod

K tuhým environmentálnym vzorkám môžeme zaradiť jednak zložky životného prostredia (pôdy, sedimenty, biofilmy, vegetácia, atď.) ako aj nežiadúce produkty antropogénnej činnosti (atmosferický prach, odpady, haldy, popolčeky, atď.), ktoré vďaka svojim vlastnostiam môžu vplývať na stav znečistenia životného prostredia. Vzhľadom na rozdielny pôvod týchto vzoriek je možné predpokladať aj ich rozdielne základné chemické vlastnosti, ku ktorým patrí zloženie matrice (obsah organického, anorganického uhlíka a ostatných nekovových prvkov, mineralogické zloženie) a celkový obsah hlavných, vedľajších a stopových prvkov, z ktorých mnohé sú rizikové pre životné prostredie.

V poslednej dobe sa v oblasti environmentálnej analýzy, zameranej na sledovanie pohyblivosti rizikových prvkov v tuhých vzorkách, čoraz viac využívajú metódy frakcionačnej analýzy. Podľa definície IUPAC sa pod pojmom frakcionačná analýza rozumie akýkoľvek izolačno-separačný postup (frakcionácia), prípadne viaceré sekvenčne použité postupy, ktoré vedú k rozdeleniu analytov alebo skupín analytov do frakcií na základe podobných fyzikálnych alebo chemických vlastností [1]. Jedným z izolačno-separačných postupov využívaných vo frakcionačnej analýze tuhých environmentálnych vzoriek (pôd, sedimentov [2] a gravitačných prašných spadov [3]) je extrakcia. Táto metóda umožňuje izolovať zo vzoriek skupinu prvkových foriem (frakciu) na základe ich rozdielnej rozpustnosti v definovaných extrakčných činidlách a to buď v jednom kroku (jednorazová extrakcia) alebo vo viacerých sekvenčne zoradených krokoch (sekvenčná extrakcia). Konvenčná

extrakcia je vykonávaná vytrepávaním vzorky s extrakčným činidlom v uzavretých polyetylénových nádobách na laboratórnej trepačke pri laboratórnej teplote. Extrakčné činidlá používané na jednorazovú extrakciu sa líšia svojim extrakčným účinkom (agresívne činidlo extrahuje zo vzorky aj tie prvkové formy, ktoré sú extrahovateľné do menej agresívneho činidla). Sekvenčná extrakcia využíva rôzne extrakčné činidlá pričom každá nasledujúca extrakcia je uskutočnená zo zvyšku vzorky z predchádzajúcej extrakcie a teda v každom kroku dochádza k extrakcii iných prvkových foriem v jednej izolovanej frakcii.

Na stanovenie účinnosti a ďalšiu charakterizáciu extrakčných techník je možné použiť širokú škálu spektrochemických metód, vhodne zvolených podľa účelu analýzy a potrebnej dôkazschopnosti. Pri voľbe metódy na stanovenie obsahov rizikových prvkov je potrebné prihliadať na ich pomerne nízky obsah vo vzorkách a ešte nižší v extraktoch frakcionačnej analýzy. V mnohých prípadoch je bohužiaľ voľba inštrumentácie limitovaná technickým vybavením organizácie a jej finančnými dotáciami, čo limituje aj rozsah dostupných informácií o environmentálnych vzorkách.

Stanovenie mineralogického (fázového) zloženia

Stanovenie mineralogického zloženia matrice tuhých environmentálnych vzoriek poskytuje informáciu potrebnú pri posudzovaní spôsobu viazania sa rizikových prvkov. Na identifikáciu minerálnych foriem tuhých práškových materiálov sú využívané hlavne metódy röntgenovej difrakčnej (XRD) analýzy. Výsledky týchto metód sú konfrontované s výsledkami stanovenia chemického zloženia konkrétnych miest povrchu častíc (bodových, čiarových, plošných analýz), ktoré potvrdia prítomnosť prvkov tvoriacich zistené minerály. Na tieto účely sú používané metódy ako svetelná mikroskopia (LM), mikroanalýza elektrónovou sondou (EPMA), skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM), mikroanalýza iónovou sondou (IPMA), transmisná elektrónová mikroskopia (TEM), skenovacia transmisná elektrónová

mikroskopia (STEM) [4]. Z uvedených techník je v súčasnosti na hodnotenie mineralogického zloženia tuhých environmentálnych vzoriek často využívaná kombinácia XRD analýzy a SEM v spojení s energiovo-disperznou röntgenovou spektroskopiou (SEM-EDS). Metóda SEM-EDS, okrem lokálnej analýzy, umožňuje prostredníctvom SEM obrázkov získať obraz o morfológických a štruktúrnych rozdieloch skúmaných vzoriek.

Stanovenie obsahu foriem uhlíka a sprievodných nekovových prvkov

Celkový uhlík prítomný v tuhých environmentálnych vzorkách je tvorený celkovým anorganickým uhlíkom (TIC), ktorý je súčasťou uhličitanových alebo karbidových foriem a celkovým organickým uhlíkom (TOC), ktorý je súčasťou organického materiálu. Ostatné nekovy obsiahnuté v environmentálnych vzorkách sú stavebnými prvkami matricového organického alebo anorganického materiálu. Stanovenie obsahu uhlíka v anorganickej a organickej forme ako aj celkových obsahov nekovových prvkov (H, N, O, S) je zatiaľ spektroskopickými metódami v praxi málo realizované. V menšej miere sú na tieto účely využívané vlnovo-disperzné röntgenfluorescenčné (WD XRF) spektrometre a to hlavne pre stanovenie obsahov P, S a Si. Väčšina metód na stanovenie obsahov uhlíka v rôznych formách je založená na katalytickej oxidácii vzorky v prúde kyslíka s následnou detekciou vzniknutých plynov rôznymi typmi detektorov (infračervený, tepelno-vodivostný, coulometrický). Tieto metódy sú založené na poznatku, že rôzne formy uhlíka vytvárajú oxidy pri rôznych a pomerne špecifických teplotách. Na podobnom princípe sú založené aj moderné elementárne analyzátory, ktoré umožňujú stanovenie aj H, N, O a S vo vzorkách.

Stanovenie celkového obsahu kovových prvkov

Na stanovenie celkového obsahu kovových prvkov v tuhých vzorkách je možné použiť priame (bezrozkladové) spektrálne metódy alebo metódy atómovej spektrometrie na

analýzu roztokov po rozklade vzoriek. Z priamych bezrozkladových metód sa v poslednom čase v analýze tuhých environmentálnych vzoriek do popredia dostávajú najmä metódy röntgenfluorescenčnej spektrometrie (XRF). Avšak použitie konvenčnej energiovo-disperznej röntgenfluorescenčnej spektrometrie (ED XRF), ktorá je síce dostatočne selektívna, časovo nenáročná a umožňujúca elimináciu vplyvu matrice je limitované jej nedostatočnou dôkazuschopnosťou a preto je častejšie nahradzovaná totálnou reflexnou röntgenfluorescenčnou spektrometriou (TR XRF). Medzi bezrozkladové metódy analýzy tuhých environmentálnych vzoriek, preferované v poslednej dobe, patrí aj priama analýza vzoriek metódou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie (ET AAS). Nakoľko sa analýza tuhých vzoriek realizuje bez rozkladu majú tieto metódy svoje špecifické výhody:

- zníženie rizika kontaminácie vzoriek
- zníženie rizika straty analyzovaného prvku
- eliminácia problémov stanovenia stopových obsahov prvkov po veľkom zriadení
- zníženie finančných nákladov nutných na rozklad
- časová nenáročnosť analýz

K nevýhodám bezrozkladových metód patrí:

- nehomogenita vzoriek v súvislosti s veľkosťou návažky
- matricové efekty niektorých metód
- problémy s kalibráciou a dostupnosťou certifikovaných referenčných materiálov

Z priamych metód do úvahy prichádza aj využitie tandemových techník analýzy s využitím laserovej ablácie (LA, laser ablation), iskrového výboja (SD, spark discharge), oblúkového výboja jednosmerného prúdu (DC AD, direct current arc discharge) alebo elektrotermického vyparovania (ETV) na oddelenú prípravu aerosolu vzorky, ktorý je transportovaný do budiaceho zdroja najčastejšie indukčne viazanej plazmy (ICP).

Z metód atómovej spektroskopie sú na analýzu tuhých vzoriek po ich rozklade najčastejšie využívané metódy atómovej

absorpčnej spektrometrie (FAAS, ET AAS, HG AAS, CV AAS), optická emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (ICP OES) a hmotnostná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (ICP MS). Nakoľko sú tieto metódy používané na stanovenie obsahov prvkov v roztoku je potrebné pred analýzou niekoľko miligramové množstvo tuhej vzorky rozložiť, čo skrýva niektoré nevýhody:

- možnosť kontaminácie vzorky počas procesu
- možnosť úniku prchavých prvkov počas rozkladu
- limitujúce množstvo vzorky potrebné k analýze
- vyššie finančné náklady, časová náročnosť

Pri využití týchto metód sa najväčší dôraz kladie na výber vhodných rozkladných činidiel a spôsobu rozkladu vzoriek. Najbežnejšími rozkladnými činidlami pre tuhé environmentálne vzorky sú kyseliny HCl, HNO₃, HClO₄, HF a H₂O₂, resp. ich zmesi v rôznom pomere. Voľba vhodných rozkladných činidiel závisí od výsledkov mineralogického zloženia vzoriek. Väčšinou sa jedná o zmiešané anorganicko-organické matrice vzoriek, avšak podiel týchto súčastí je v jednotlivých environmentálnych vzorkách rozdielny a dokonca aj v rámci jedného typu vzorky existujú rozdielne postupy pre rozdielny pomer organickej a anorganickej hmoty. Typickým predstaviteľom takýchto vzoriek sú pôdy, u ktorých v prípade vyššieho podielu organickej hmoty (nad 4 %) je nutné postupovať pri rozklade odlišne ako v prípade tzv. minerálnych vzoriek. V prípade nízkych koncentrácií prvkov vo vzorkách, pamäťový efekt po predchádzajúcom rozklade vzorky, ako aj zvyšky niektorých minerálnych kyselín (HF, HClO₄), potrebných na rozklad vzorky môžu zapríčiniť nespoľahlivosť získaného analytického výsledku. Prítomnosť extrémne agresívnej HF v roztoku môže spôsobiť významné škody počas meracieho procesu a preto je nevyhnutné zvyšok kyseliny po rozklade odpariť, čo však niekedy môže spôsobiť straty u niektorých prvkov. Použitie špeciálnych uzatvorených rozkladných nádob, umožňujúcich uskutočniť rozklad za

zvýšeného tlaku, minimalizuje spotrebu rozkladných činidiel.

Stanovenie obsahov rizikových prvkov v extraktoch frakcionačnej analýzy

Nakoľko extrakty sú od tuhého zvyšku vzorky oddeľované buď filtráciou (jednorázová extrakcia) alebo odstredovaním (sekvenčná extrakcia), jedná sa o roztoky a preto je možné na ich analýzu využiť spektrálne metódy vhodné na analýzu roztokov. Na rozdiel od stanovenia celkového obsahu prvkov v roztoku po rozklade vzorky odpadá riziko úniku prchavých prvkov, nakoľko extrakcia je vykonávaná v uzatvorených nádobách za laboratórnej teploty. Pri dodržaní správnych postupov sa tiež znižuje možnosť kontaminácie vzorky počas prípravy (vytrepávanie v dokonale premytých a uzatvorených nádobách) a minimalizujú sa náklady na použité chemikálie (extrakcia zriedenými roztokmi). Voľbu kvantitatívnej spektrálnej metódy je potrebné prispôbiť skutočnosti, že obsah prvku v extraktoch zodpovedá len určitému podielu prvku z celkového obsahu a teda je nižší ako celkový obsah vo vzorke. Zastúpenie prvku v jednotlivých formách úzko súvisí s jeho spôsobom väzby vo vzorkách, ktorý je podmienený zložením matricového materiálu. Na stanovenie obsahov stopových prvkov v extraktoch frakcionačnej analýzy sú najčastejšie používané metódy AAS a OES. Použitie metódy FAAS je však pre niektoré prvky limitované jej vyššou hranicou dôkazu ako je ich obsah v extraktoch. Na stanovenie obsahov týchto prvkov je možné využiť tieto alternatívy:

- Nakoncentrovať prvok z extraktu sorpciou na vhodnej tuhej fáze, teda využiť SPE (solid phase extraction) a:
 - stanoviť nakoncentrovaný obsah v náplni SPE kolóny metódou priamej analýzy
 - stanoviť obsah prvku v eluáte po jeho elúcii z SPE kolónky vhodným činidlom do menšieho objemu metódou FAAS.
- Použiť metódy s nižšou hranicou dôkazu ale s rizikom zhoršenia hodnoty RSD (ET AAS) alebo zvýšenia finančnej náročnosti

inštrumentálnych zariadení a možnosti interferencií (ICP OES, ICP MS)

Využitie metód ICP OES a ICP MS, okrem vyššie uvedených nevýhod, umožňuje simultánnu mnohoprvkovú analýzu v pomerne krátkom čase a poskytuje hranice stanovenia vyhovujúce pre stanovenie obsahov stopových prvkov v extraktoch frakcionačnej analýzy. Existujú aj také environmentálne významné prvky, ktorých stanovenie bežnými atómovými spektrálnymi metódami je spojené s možnou stratou analytu tvorbou prchavých zlúčenín (As, Bi, Sb, atď) alebo ich špeciálnymi vlastnosťami (Hg). V týchto prípadoch na stanovenie ich obsahov je potrebné použiť buď špeciálne analyzátory, resp. prídavné zariadenia na ich úpravu pred stanovením AAS.

Pri stanovení prvkov tvoriacich prchavé zlúčeniny využívame schopnosť týchto prvkov vytvárať v prostredí NaBH_4 a HCl plynné hydridy, resp. metódu hydridovej generácie pred stanovením AAS (HG AAS). Na stanovenie Hg môžeme obdobne použiť techniku generovania studených pár, pri ktorej dochádza k tvorbe ortuťových pár pred stanovením metódou AAS (CV AAS) alebo špeciálne jednoúčelové analyzátory (TMA 254, AMA 254), ktoré využívajú techniku tepelno-oxidačného rozkladu vzorky, generovania a následnej amalgamácie Hg pár.

Záver

Publikovaný príspevok bol zameraný len na problematiku stanovenia základných vlastností, ktoré sú nevyhnutné pre vzájomné porovnanie tuhých environmentálnych vzoriek, a to len z pohľadu využitia analytickej metódy. Nakoľko každá vzorka má iný zdroj vstupu do životného prostredia,

resp. iné ekologické podmienky v mieste svojho výskytu, je samozrejme pri komplexnom štúdiu konkrétnych vzoriek brať uvedené špecifiká do úvahy a vhodne doplniť základné informácie. Stanovenie celkového obsahu rizikových prvkov v environmentálnych vzorkách nie je dostačujúcou informáciou na posúdenie miery znečistenia životného prostredia a kolobehu toxických prvkov v jeho zložkách, nakoľko zodpovedá ich obsahu vo všetkých formách teda aj v tých, ktoré nie sú aktívne v životnom prostredí. Z tohto dôvodu sa stávajú výsledky frakcionačnej analýzy nevyhnutnou informáciou pri základnej charakterizácii tuhých environmentálnych vzoriek. Pri hodnotení celkového analytického postupu získavania jednotlivých informácií je vzhľadom na vyššie uvedené skutočnosti nevyhnutné venovať pozornosť aj rozdielnym postupom odberu vzoriek, s ktorými súvisí aj spôsob ich úpravy pred samotnou analýzou ako aj celkové množstvo odobratej vzorky.

Táto práca vznikla v rámci riešenia projektu finančne podporovaného agentúrou VEGA č. 1/3149/06, 1/0459/08 a 1/0461/08.

Literatúra

1. D. M. Templeton, F. Ariese, R. Cornelis, L. G. Danielsson, H. Muntau, H. P. Leeuwen, R. Łobiński, *Pure Appl. Chem.* 72 (2000) 1453-1470
2. J. R. Bacon, Ch. M. Davidson, *Analyst* 133 (2008) 25-46
3. D. Remeteiová, E. Sminčáková, K. Flórián, *Microchim. Acta* 156 (2007) 109-113
4. E. Merian (Ed.), *Metals and their Compounds in the Environment. Occurrence, Analysis and Biological Relevance*, Wiley-VCH, Weinheim, 1991

VYUŽITIE TRIBOTECHNICKEJ DIAGNOSTIKY NA ANALÝZU MAZACÍCH KVAPALÍN V LETECKÝCH MOTOROCH

Janka Mihalčová

Fakulta výrobných technológií, Technická
Univerzita v Košiciach
Štúrova 31, 080 01 Prešov
janka.mihalcova@tuke.sk

Úvod

Rozhodujúcim dôvodom zavedenia tribotechnickej diagnostiky do praxe v civilnom aj vojenskom letectve je nevyhnutnosť zvyšovania bezpečnosti a spoľahlivosti leteckej prevádzky a predlžovanie technickej životnosti motorov. V tribotechnickom laboratóriu tvorenom automatizovanou diagnostickou stanicou riadenou počítačmi sa využívajú na analyzovanie vzoriek použitých olejov leteckých motorov a hydraulických kvapalín rôzne analytické metódy [1]. Cieľom využitia týchto metód je poskytnúť správne informácie na:

- zistenie abnormálneho opotrebovania, ktoré bezprostredne predchádza poruche
- diagnostikovanie druhu, miesta a mechanizmu opotrebovania, ako aj jeho progresívnosti
- predpovedanie stavu stroja alebo uzla
- rozhodnutie o potrebe údržby alebo opravy

Podstatou tribotechnickej diagnostiky je zistenie prítomnosti oterových častíc v olejovom systéme, stanovenie ich koncentrácie, počtu, geometrických parametrov a fyzikálnych a chemických vlastností mazív. Základné úlohy tribotechnickej diagnostiky sú:

- sledovanie stavu opotrebovania stroja na základe stanovenia obsahu oterových kovov v mazive, pričom sa sleduje trend nameraných hodnôt
- určovanie životnosti maziva zisťovaním stupňa jeho znehodnotenia produktmi tepelno-oxidačných procesov a vonkajšími nečistotami, lebo zvýšené množstvo nečistôt v oleji znamená nielen väčšie

opotrebovanie častí stroja, ale môže zapríčiniť upchávanie mazacieho systému,

- stanovenie optimálnych časových intervalov pre výmenu mazacích kvapalín

Na odhalenie vznikajúcej poruchy už počas jej pôsobenia a na uskutočnenie opatrení, skôr ako nadobudne stav stroja havarijný charakter, existujú tzv. diagnostické signály. Diagnostické signály umožnia pri vhodnom výbere ukazovateľa a kontrolného časového intervalu priebežne charakterizovať technický stav príslušného uzla [2,3].

Proces opotrebovania je individuálny a charakteristický pre každý tribotechnický systém a to môže byť popísané teoretickou krivkou [4]. Krivka intenzity opotrebovania sa skladá z troch vzájomne závislých fáz charakterizovaných zmenou rýchlosti opotrebovania a veľkosťou opotrebovania. Počiatočná, alebo rozbehová fáza popisuje rýchlosť opotrebovania, ktorá je vysoká a pomaly klesá. Druhá fáza nazvaná ako životnostná fáza, je charakterizovaná nízkou až konštantnou rýchlosťou opotrebovania. Posledná je hranično-životnostná fáza a je charakterizovaná výrazným zvyšovaním opotrebovania.

Experimentálna časť

Optický emisný spektrometer (OES) s rotujúcou diskovou elektródou SPECTROIL M/C sa používa na stanovenie koncentrácie chemických prvkov v oleji. Umožňuje analýzu 21 prvkov: produktov opotrebovania (Fe, Al, Cr, Cu, Sn, Pb, Ag, Ti, Ni, W, V), prísad v oleji (Ca, Mg, Ba, Zn, P, Mo) a nečistôt, ktoré sa môžu dostať do mazacieho systému (Si, Na, K). Zariadenie je kalibrované pred každou analýzou za použitia organo-kovových štandardov CONOSTAN a výsledky sú získané v jednotkách ppm, t.j. $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ [5].

Automatický počítač častíc MET ONE pracuje na princípe zatienu častíc laserovým lúčom v okienku s rozmermi $800\ \mu\text{m} \times 800\ \mu\text{m}$ a počíta častice v oleji a zatrieduje ich podľa veľkosti. Výsledok je získaný vo forme počtu častíc, ktorých rozmer je väčší ako určená hodnota. Získané výsledky môžu byť vyhodnotené niektorou podľa štandardných noriem ako je NAS 1638 alebo ISO 4406.

Ferografická súprava sa používa na zaregistrovanie počtu častíc a ich veľkosti v oleji so zameraním na ich morfológiu. Ferografia je technika na analyzovanie úlomkov opotrebovania. Je to metóda založená na separácii častíc oddelených v priebehu opotrebovania trecích dvojíc do oleja.

Infračervený spektrometer s Fourierovou transformáciou SPECTRUM 1000 poskytuje sledovanie fyzikálnych a chemických zmien kvality použitých olejov porovnaním s novým olejom rovnakého typu. FTIR spektrometer využíva Michelsonov interferometer, ktorý na princípe interferencie zosilňuje, resp. zoslabuje žiarenie z polychromatického zdroja. Spracovaný signál vo forme interferogramu počítač upraví matematickým postupom, nazvaným Fourierova transformácia. Týmto matematickým procesom sa získa infračervené absorpčné spektrum.

Poloautomatický titrátor TITRINO 702 SM sa používa na potenciometrické stanovenie obsahu vody metódou podľa Karl Fischera a na stanovenie celkového čísla kyslosti.

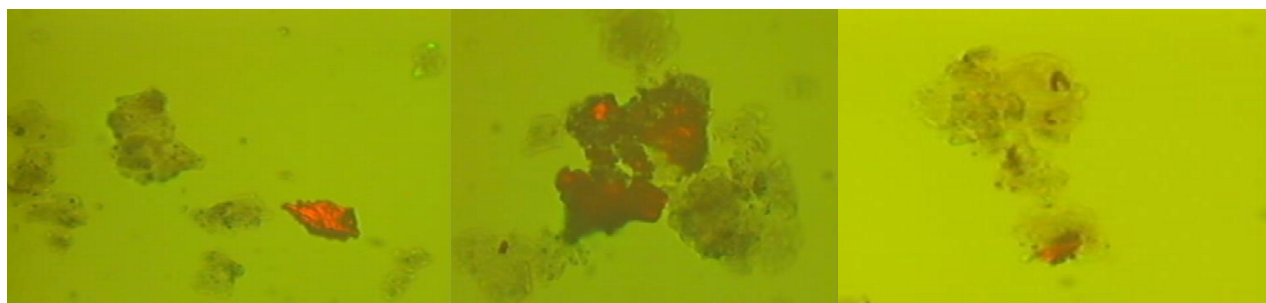
Kompletná tribotechnická diagnostika zahŕňa tiež stanovenie kinematickej viskozity olejov, ktorá je meraná na poloautomatickom viskozimetri TAMSON TV 2000/AKV pri teplotách 40°C a 100°C využívajúc Ubbelohdeho viskozimetrické trubice umiestnené v kúpeli riadeným termostatom.

Výsledky a diskusia

Výsledky analýz získaných optickým emisným spektrometrom sú prvotnými údajmi v tribotechnickej diagnostike motorov. Dávajú nám informácie o nežiadúcich produktoch opotrebovania nachádzajúcich sa v oleji, len ak je veľkosť častíc menšia ako 10 μm . Výsledky vyjadrené v závislosti od náletu (počet hodín lietania s rovnakým olejom bez jeho výmeny) sú uvedené v Tab. 1.

Tab. 1. Koncentrácie prvkov v leteckom motore namerané pomocou OES vyjadrené v závislosti od náletu

Číslo vzorky	Nálet (hod)	Sledované prvky ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)					
		Fe	Cu	Sn	Cr	Al	Si
2000028	54	3,4	2,7	8,8	0,5	3,3	2,9
2000034	61	3,5	1,6	9,0	0,8	3,3	14,6
2000095	68	2,5	1,3	5,3	0,1	0,0	2,0
2000116	75	2,1	1,0	9,6	0,2	0,0	2,2
2000118	78	3,2	0,9	7,5	0,0	0,0	3,5
2000213	2	4,8	2,7	4,6	0,2	0,0	0,0
2000262	11	2,0	0,8	6,4	0,0	0,0	2,5
2000191	18	1,3	0,5	6,3	0,3	1,3	0,9
2000347	25	1,7	0,4	7,2	0,0	0,7	14,3



Obr. 1. Ukážka polymérov v oleji

Druhá analýza sa vykonáva na počítači častíc, ktorý nás informuje o počte všetkých častíc zatriedených do veľkostných tried. Táto analýza rozhoduje, či je potrebná ferografická analýza. Ferografická analýza sa vykonáva v prípade, že hodnoty počtu častíc sú vysoké. Dôvodom zistenia veľkého počtu častíc pri

analýze jednej olejovej vzorky bol vznik zrazenín, ktoré boli započítané ako častice. Tieto zrazeniny boli objavené aj na ferograme. Pod mikroskopom boli viditeľné ako malé koloidné zrazeniny veľkosti niekoľko desiatok mikrometrov. Opakovanou prípravou ferogramov sa ukázalo, že tieto

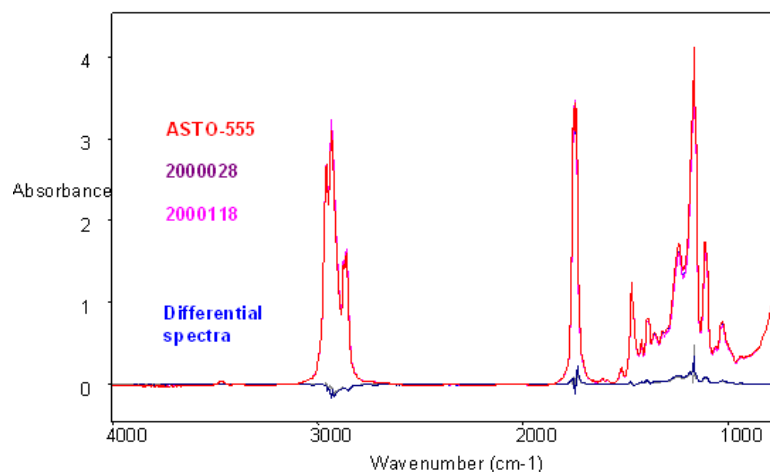
zrazeniny sa nachádzajú v analyzovanej vzorke oleja, ale nie v technickom benzíne, ktorý bol tiež analyzovaný. Zistilo sa, že tieto zrazeniny sú frikčné polyméry, ktoré sa vytvárajú počas zaťaženie oleja v kritických uzloch. Ich štruktúra je pravdepodobne výsledkom polymerizácie molekúl oleja vo forme veľkých súdržných zhlukov, ako môžeme vidieť na Obr. 1. Frikčné polyméry sú zvyčajne vytvárané v olejoch, ktoré boli vystavené vysokým teplotám. Vo všetkých nasledujúcich vzorkách odobratých z rovnakého motora boli počas ferografickej analýzy nájdené zrazeniny a preto bola vzorkám odobratých z tohto motora venovaná zvýšená pozornosť.

Na základe analýzy vzoriek, v ktorých sa vytvárali zrazeniny, bolo v prvom rade potrebné si overiť či takáto kvapalina je vhodná pre ďalšie použitie. Bolo tiež potrebné zistiť, či sa koloidné zlúčeniny nevytvorili zmiešaním s technickým benzínom počas jeho použitia pri pôsobení konštrukčných častí

motora obmývaných olejovou náplňou a ako táto kvalita oleja ovplyvňuje technický stav motora.

Tab. 1 obsahuje vzorky oleja odobraté zo sledovaného motora a zoradené v závislosti od náletu. Oproti predchádzajúcej vzorke, sa vo vzorke 2000213 nálet znížil, to znamená že olej v motore bol na odporúčanie tribotechnického laboratória vymenený. Tento záver bol dosiahnutý po kompletnej tribotechnickej analýze. Z Tab. 1 môžeme vidieť že polyméry nespôsobujú žiadne výrazné opotrebovanie konštrukčných častí motora, pretože neboli dosiahnuté limitné hodnoty obsahu kovových prvkov opotrebovania. Práve naopak, je známe, že polyméry zlepšujú mazanie [6].

Porovnaním infračervených spektier dvoch reálnych vzoriek oleja (2000028 a 2000118) s čistým syntetickým leteckým motorovým olejom ASTO-555, ktoré sú znázornené na Obr. 2 v celom spektrálnom rozsahu, neboli zistené výrazné rozdiely.



Obr. 2. Porovnanie dvoch vzoriek použitého oleja s čistým olejom ASTO-555 s využitím FTIR spektrometra

Porovnaním rozdielového spektra (*Differential spectra*) so spektrom čistého oleja pomocou FTIR bol zistený zanedbateľný obsah zlúčenín vytvorených počas tepelnej oxidácie oleja. Rozsah a rýchlosť oxidačných zmien závisí od chemického zloženia olejov a teploty. Teda presnejšie povedané závisí od termo-oxidačných reakcií, resp. od termo-oxidačnej stability olejov. Tieto produkty termo-oxidácie oleja zvyčajne vznikajú zvýšením teploty olejovej náplne nad jej pracovnú teplotu. Predpokladá sa, že prvotnými oxidačnými produktami v olejoch sú peroxidikály, ktoré sa potom menia na

stabilnejšie zlúčeniny ako sú kyseliny, laktóny a nakoniec na karbény a karboidy.

Je známe, že vytvorené frikčné polyméry je veľmi ťažké odstrániť z olejovej náplne motora. Preto po jednom prieplychu motora sa znovu objavujú pri ferografických analýzach. Treba sa však obávať situácie, kedy by väčšie množstvo polymérov mohlo upchať olejové filtre a tým otvoriť bezpečnostný okruh, umožňujúci voľný prietok nečistotám a produktom opotrebovania do pracovných kontaktov stroja. To by mohlo nepriaznivo pôsobiť na kvalitu olejovej náplne a tým vážne ohroziť bezpečnosť letu.

Záver

Odhaduje sa, že až 80-90 % strojov sa vyraduje z prevádzky kvôli škodám z opotrebovania, pričom sa opotrebúvajú iba tenké povrchové vrstvy. Zlyhanie valivých ložísk v modernej leteckej technike je z 85 % podmienené zlyhaním tribotechnickej diagnostiky.

Čím dlhodobejšie sa sleduje motor, tým presnejšia a lepšia je diagnostika stavu opotrebovania. Uvedený problém riešený v článku je netypickým príkladom každodenných tribotechnických analýz. Hlavnou úlohou tribotechnického laboratória je sledovanie stavu leteckých motorov a zabezpečenie ich bezpečnosti a bezporuchovej činnosti.

Cieľom rozvoja a využitia spomínaných techník je odhaliť možné poškodenie počas jeho vývoja a uskutočniť opatrenia skôr, ako dôjde k závažnej poruche. V diagnostike je veľmi dôležité venovať pozornosť aj ďalším

informáciám o prevádzke. Dôležité je vypracovať určenie konečného stavu motora, procesov prebiehajúcich v motore rovnako ako pri jeho normálnom fungovaní tak aj počas vývoja nejakej poruchy.

Literatúra

1. J. Mihalčová, D. Košťáliková, 11. REOTRIB 2005, Červenohorské sedlo, Sborník přednášek, 131-136
2. F. Helebrant, V. Marek, J. Rautová, J. Ziegler, 9. REOTRIB 2003, Velké Losiny, Sborník přednášek, 85-91
3. M. Hocko, Nové trendy v rozvoji letectva, Zborník, VLA, Košice, 2000
4. J. Beník, S. Fábry, Technická diagnostika strojů a výrobných zařízení - DIAGO® 2008, Ostrava, Sborník, 28-33
5. S. Ružičková, M. Matherny, D. Remeteiová, Chem. Listy 100 (2006) 601-602
6. J. Machalíková, J. Chýlková, R. Selešovská, 12. REOTRIB 2006, Červenohorské sedlo, Sborník přednášek, 88-95

SPRÁVY Z KONFERENCIÍ

THE EIGHTH KEELE MEETING ON ALUMINIUM THE NATURAL HISTORY OF ALUMINIUM FROM NON-SELECTION TO NATURAL SELECTION

21.-25. február 2009

Třešť, Česká republika

<http://www.keele.ac.uk/depts/ch/groups/aluminium/meetings.htm>

V zámockom hoteli Třešť sa už tradične na konci februára 2009 konal ďalší ročník medzinárodnej konferencie *Keele Meeting on Aluminium* s podtitulom *The Natural History of Aluminium From Non-Selection to Natural Selection*. Na exkluzívnom stretnutí sa zúčastnilo cca 80 odborníkov z prostredia rôznych univerzít a vysokých škôl, vedeckých ústavov, nemocníc, laboratórií a firiem z 27 krajín celého sveta (Mexiko, Argentína,

Brazília, USA, Kanada, India, Taiwan, Austrália, Japonsko, Čína, Veľká Británia, Fínsko, Švédsko, Nórsko, Nemecko, Česká republika, Španielsko, Portugalsko, Francúzsko, Taliansko, Grécko, Chorvátsko, Poľsko, Litva, Slovinsko, Maďarsko, Slovensko), aby si vymenili poznatky a skúsenosti z rôznych vedných disciplín (chémia, geológia, pedológia, biológia, toxikológia a medicína), ktoré majú spoločný predmet skúmania – hliník (*aluminium*, *aluminum*).

V poradí už ôsmy ročník konferencie o rôznych aspektoch najviac rozšíreného kovu na Zemi už tradične organizoval Dr. Chris Exley z *Birchall Centre, Keele University, Staffordshire, United Kingdom*. Miestnymi organizátormi boli prof. Luboš Borůvka, Dr. Ondřej Drábek a ich ďalší kolegovia z Katedry pedológie a ochrany pôd na Fakulte

agrobiológie, potravinových a prírodných zdrojov Českej pôdohospodárskej univerzity v Prahe.

Odborný program stretnutia pozostával z 28 prednáškových a 48 posterových prezentácií v ôsmich sekciách (*Aluminium Chemistry; Aluminium Geochemistry; Aluminium and Plants; Aluminium and Environment; Aluminium and Biochemistry; Animal Models of Aluminium Toxicity; Human Exposure to Aluminium; Aluminium, Alzheimer's and Other Neurological Diseases*). Mnohé príspevky obsahovali analytické postupy na detekciu a stanovenie hliníka a jeho rôznych foriem v rozličných matriciach. V najväčšej miere boli pritom zastúpené separačné a spektroskopické techniky. V špeciálnej analýze a frakcionácii hliníka prevládali komplexačné, extrakčné, sorpčné, iónovovymenné a chromatografické metódy. Najčastejšími spektroskopickými metódami na identifikáciu a kvantifikáciu hliníka a jeho rôznych zlúčenín boli atómová absorpčná spektrometria (F AAS, GF AAS), optická emisná spektrometria (ICP OES), hmotnostná spektrometria (ICP MS, ESI MS, SIMS), *Time Resolved Laser Fluorescence Spectroscopy* (TRLFS), FT-IR spektrometria, UV/VIS spektrofotometria, NMR, Ramanova spektroskopia, *Dynamic Light Scattering* (DLS), *Energy and Wavelength Dispersive X-ray* (EWDXR) mikroanalýza, *Extended X-ray Absorption Fine Structure* (EXAFS) spektroskopia, *X-ray Photoelectron Spectroscopy* (XPS) a röntgenová difrakčná (XRD) analýza.



Na záver konferencie v rámci *D.J. Birchall Memorial Lecture* vystúpil s prednáškou *Chemical speciation, solubilities and surface complexation in Al(hydr)oxide systems*

profesor Staffan Sjöberg z *Department of Chemistry / Inorganic Chemistry, Umeå University, Umeå* vo Švédsku.

Ďalšími zaujímavými príspevkami boli napr.:

- I. Tóth: *Glyphosate complexation to aluminium(III). Equilibrium and structural study in solution by potentiometry, multinuclear NMR, ESI-MS and DFT calculation*
- M. Frankowski: *A new method for speciation analysis of aluminium in soil samples by the hyphenated technique HPLC/IC-FAAS*
- O. Drábek: *Study of interactions of relevant organic acids and aluminium in model solutions using HPLC*
- A. Ziola-Frankowska: *New developments in the analysis of aluminium fluoride complexes using HPLC coupled with FAAS detection*
- R. Milačič: *Speciation of aluminium in biological samples*
- S. Murko: *Combination of CIM[®] monolithic chromatography with UV and ICP-MS detection for speciation of Al in human serum*

Ako jediný účastník zo Slovenska som na konferencii prezentoval dva príspevky:

- P. Matúš, I. Hagarová, P. Diviš, M. Bujdoš, J. Kubová: *Study of aluminium biosorption and bioaccumulation by fungal biomass*
- I. Hagarová, P. Matúš, P. Diviš, M. Bujdoš, J. Kubová: *Determination of trace amounts of total aluminium and aluminium species in environmental samples by spectrometric methods*

Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku. Vybrané príspevky boli po štandardnom recenznom konaní publikované v špeciálnom čísle zahraničného karentovaného časopisu *Journal of Inorganic Biochemistry*, ročník 103, číslo 11 (november 2009), strany 1425-1596.

Sociálny program stretnutia obsahoval o.i. prehliadku okolia na Českomoravskej vrchovine (Telč, Slavonice), ochutnávku vín, koncert klasickej hudby a konferenčný banket. Ďalší ročník konferencie – The Ninth Keele Meeting on Aluminium sa bude konať v roku 2011.

Peter Matúš

canas 09
COLLOQUIUM ANALYTISCHE
ATOMSPEKTROSKOPIE 2009

22.-25. marec 2009

Freiberg, Nemecko

<http://www.canas.de>

V dňoch 22.-25. marca 2009 sa konalo vo Freibergu Kolokvium analytickej atómovej spektroskopie, ktoré pod vedením prof. Matthiasa Otta organizovali *Institut für Analytische Chemie, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Department Analytik, Umweltforschungszentrum UFZ* (Výskumné centrum pre životné prostredie) *Leipzig-Halle* a *Deutscher Arbeitskreis für Angewandte Spektroskopie DASp* (Nemecká pracovná skupina pre aplikovanú spektroskopiu). Historické jadro mesta Freiberg je svojim druhom v Európe jedinečné. Na najstaršej Vysokej škole banskej na svete a dnes jednej z najmladších Technických univerzít Saska – Banskej akadémii vo Freibergu, kde sa kolokvium uskutočnilo, sa nachádza jedna z najznámejších mineralogických zbierok sveta.

Hlavné vedecké oblasti kolokvia a k tomu zamerané prednášky pozvaných hostí boli:

Optická atómová spektrometria

Špeciačná analýza / Príprava vzoriek

ICP-MS

Bunsen-Kirchhoff-Symposium

Röntgenová spektrometria

Blok prednášok otvoril prof. B. Welz z Florianopolis, Brazília (*HR-CS AAS macht direkte Festprobenanalyse zu einer attraktiven Alternative zum Aufschluss*). Ďalšie vybrané prednášky z mnohých, ktoré boli na kolokviu prezentované:

- G. Schlemmer (Jena, Nemecko): *Ultra-Trace Determination of Arsenic in Samples with Elevated Aluminium Concentrations: Example for the Performance of Background Correction in ETA-AAS*
- A.-Chr. Schmidt (Freiberg, Nemecko): *Analytische Strategien zur Charakterisierung der Bindungen von Metall(oid)spezies an Biomolekülen*
- D. Günther (Zürich, Švajčiarsko): *Quantitative Analysis Using Fs and Ns Laser Ablation – Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*

- E. Bulska (Warsaw, Poľsko): *Handling powder samples in laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry*
- V. Kanický (Brno, Česká republika): *Coupling of selected separation techniques with laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry*

Na kolokviu vo Freibergu sa zúčastnilo 148 odborníkov z 12 krajín, odznelo 38 prednášok a bolo prezentovaných 42 posterov.



Zo Slovenska sa na uvedenej akcii zúčastnili 2 účastníčky (na obrázku pri posterovej prezentácii počas diskusie s prof. B. Welzom), ktoré prezentovali nasledovné tri príspevky:

- L. Macháčková, M. Žemberyová: *Study of the Interferences on the Determination of Vanadium in Waters by ET AAS and their Elimination Using Different Modifiers*
- P. Török, M. Žemberyová: *Utilization of Permanent Modifiers for Direct Determination of As, Sb and Se in Certified Reference Materials of Soils by GF AAS*
- P. Török, M. Žemberyová: *Overcoming Interferences from the Phosphorus Matrix on the Direct Determination of Lead at 217.0 nanometers in Solid Samples by D2 – ET AAS*

Na kolokviu odznelo veľa zaujímavých prednášok a bolo uvedených množstvo zaujímavých posterových prezentácií. Abstrakty príspevkov boli publikované v zborníku abstraktov (*Kurzfassungen der Beiträge*).

Mária Žemberyová

WORKSHOP SPECIAČNÍ ANALÝZA

22.-25. jún 2009

Nová Olešná, Česká republika

<http://www.spektroskopie.cz>

Pracovný seminár na tému špeciácie, špeciálnej analýzy a frakcionácie chemických prvkov sa konal v upršanom počasí na konci júna 2009 v areáli Komáří louka, Nová Olešná v južných Čechách. Akciu organizovala Spektroskopická spoločnosť Jana Marka Marci v spolupráci s Laboratóriom atómovej spektrochémie (Oddelenie analytickej chémie, Ústav chémie, Prírodovedecká fakulta, Masarykova univerzita v Brne) pod záštitou Organizačného výboru (prof. Josef Komárek a prof. Vítězslav Otruba).



Na seminári sa zúčastnilo cca 30 odborníkov, predovšetkým z Českej republiky a Slovenska. Odborný program obsahoval 25 prednášok na rôzne aktuálne témy v danej oblasti. Príspevky sa venovali predovšetkým vývoju, aplikáciám a hodnoteniu nových analytických postupov na separáciu a stanovenie rôznych chemických foriem (špecií) mnohých prvkov v rozličných matriciach. V separačných postupoch prevládali hlavne komplexačné, (mikro)extrakčné, sorpčné, iónovovýmenné, chromatografické, elektroseparačné a výpočtové metódy a generovanie prchavých foriem (napr. hydridov) analytu. Najčastejšie sa vyskytujúcimi metódami stanovenia boli atómová absorpčná spektrometria, atómová fluorescenčná spektrometria, optická emisná spektrometria a hmotnostná spektrometria s indukčne viazanou, mikrovlňne alebo laserom indukovanou plazmou alebo v spojení s laserovou abláciou a MALDI (Matrix-assisted laser desorption/ionization) hmotnostná spektrometria.

Z odborného programu vyberám:

- J. Komárek: *Úvod do špeciálnej analýzy*
- O. Mestek: *Kvantifikácia ve špeciálnej analýze pomocí spojení LC a ICP-MS metódou pokolonového nástřiku*
- V. Kanický: *Plazmová spektrometrie s využitím laserových technik pro prostorovou speciaci prvků*
- P. Diviš: *Stanovení bio-dostupných forem kovů technikou DGT*
- J. Machát: *GC-ICP-MS stanovení specií cínu a selenu*
- J. Dědina: *Speciální analýza založená na generování hydridů: principy a aplikace*
- W. T. Corns: *Applied speciation using atomic fluorescence spectrometry*
- J. Preisler: *Spojení CE-ICP MS*
- P. Lubal: *Modelování a chemometrie ve špeciální analýze*
- R. Koplík: *Speciální frakcionace biologicky významných prvků v potravinách*
- J. Havlíš: *Metaloproteomika – speciace metaloproteinů*



Na seminári bolo prítomných síce sedem účastníkov zo Slovenska (okrem jedného všetko členov SSS), ale bohužiaľ odznel iba jeden príspevok v slovenskom jazyku:

- P. Matúš, J. Medved', M. Kališ, M. Bujdoš, I. Hagarová, J. Kubová, P. Diviš: *Špeciácia, špeciálna analýza a frakcionácia tália vo vodách a pôdach s využitím spektrochemických metód*

Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku (Editor: prof. Vítězslav Otruba). V rámci sociálneho programu stretnutia sa uskutočnil spoločenský večierok a exkurzia na hrad a zámok Jindřichův Hradec.

Peter Matúš

**WORKSHOP ATÓMOVEJ
ABSORPČNEJ SPEKTROSKOPIE S
ELEKTROTHERMICKOU
ATOMIZÁCIU**

25. jún 2009

Bratislava

<http://www.spektroskopia.sk>

Katedra analytickej chémie Prírodovedeckej fakulty UK v Bratislave a Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Zväzu slovenských vedeckotechnických spoločností usporiadali 25. 6. 2009 1-dňový kurz ET AAS. Kurz sa uskutočnil na Katedre analytickej chémie PRIF UK, jeho odborným garantom bola Doc. RNDr. Mária Žemberyová, PhD. Kurz bol určený záujemcom, ktorí majú základné teoretické vedomosti o metódach atómovej spektroskopie a potrebovali získať ďalšie teoretické i praktické poznatky o technike ETAAS. Zúčastnilo sa ho 9 záujemcov z rôznych inštitúcií na Slovensku.

Kurz pozostával z nasledovných častí:

1. prednášky o teórii ET AAS, Slurry ET AAS (SL ET AAS), Solid Sampling ET AAS (SS ET AAS)

2. experimentálna práca, venovaná stanoveniu prvkov v tuhých vzorkách a roztokoch

technikou ET AAS s použitím kvapalných aj permanentných modifikátorov

3. štatistické spracovanie a metrologická charakterizácia experimentálnych výsledkov
Program kurzu bol nasledovný:

Úvod do spektrálnych metód analýzy, Metrologická charakteristika analytického postupu v atómovej spektroskopii (prof. Ing. Eduard Pliško, DrSc.)

Technika elektrotermickej atomizácie, Optimalizácia stanovenia prvkov v reálnych vzorkách s použitím ET AAS (doc. RNDr. Mária Žemberyová, PhD.)

Korekcia pozadia v ET AAS Zeemanovskou technikou 3. generácie a s kontinuálnym zdrojom žiarenia, Aplikácia SS ET AAS pre stanovenie prvkov v reálnych vzorkách (Ing. Ján Vojtek)

Niektoré aspekty prípravy vzoriek pre spektroskopické analýzy (RNDr. Jana Barteková, PhD.)

Experimentálne demonštračné merania (RNDr. Lenka Macháčková a RNDr. Peter Török)

Workshop mal podľa ohlasov účastníkov veľmi dobrú odbornú úroveň a verím, že sa opäť stretneme na podobnom podujatí.

Mária Žemberyová

ISSEBETS 2009

**7TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON
SPECIATION OF ELEMENTS IN
BIOLOGICAL, ENVIRONMENTAL AND
TOXICOLOGICAL SCIENCES**

27.-29. august 2009

Eger, Maďarsko

<http://www.issebets09.mke.org.hu>

Na konci augusta 2009 sa v maďarskom Egeri uskutočnil siedmy ročník medzinárodnej konferencie *International Symposium on Speciation of Elements in Biological, Environmental and Toxicological Sciences (ISSEBETS)*. Akciu organizovali *Hungarian Chemical Society* a *Corvinus University of Budapest, Department of Applied Chemistry* pod vedením prof. Thorstena Hoffmanna.

Cca 50 odborníkov z 18 krajín celého sveta (Brazília, USA, Kanada, Južná Afrika, Sierra

Leone, Guyana, Japonsko, Veľká Británia, Nórsko, Španielsko, Francúzsko, Taliansko, Rakúsko, Maďarsko, Rumunsko, Česká republika, Slovensko, Rusko) prezentovalo počas odborného programu 2 plenárne prednášky (O.F.X. Donard a S. Mounicou), 22 prednášok a 19 posterov. Jednotlivé príspevky sa venovali rôznym aspektom špeciácie, špeciálnej analýzy a frakcionácie chemických prvkov v rozličných maticiach s využitím predovšetkým spektrometrických detekčných techník:

- O.F.X. Donard: *Sustainable development, metallic environmental assessment and European legislation: from metal ions, to metal speciation and isotopic signature. New rules, new obligations and new frontiers*
- E.M. Cukrowska: *Lichens as integrating air pollution monitors biomonitoring*

studies of heavy metals speciation around mining areas

- D. Wallschläger: *Analysis of thioantimonates in sulfidic waters*
- S. Hann: *Sub-2 μm chromatography and fast flow injection analysis for high-throughput analysis of clinical samples*
- T. Matoušek: *Application of selective hydride generation - automated cryotrapping - gas chromatography - AAS to speciation analysis of methylated arsenicals in water*
- R.I. McCrindle: *Speciation of chromium in cow's milk by solid-phase extraction/dynamic reaction cell inductively coupled plasma mass spectrometry (DRC-ICP-MS)*
- F. Cubadda: *Changes in the biosynthetic pathways involved in selenium assimilation in wheat from a seleniferous area*
- S. Mounicou: *Analytical techniques and methods for metallomics*
- Y. Thomassen: *Speciation of fluorine in the work environment*
- A.A. Kamnev: *Speciation and transformations of cobalt(II) in bacterial cells using emission (^{57}Co) Mössbauer spectroscopy*

Zo Slovenska boli na konferencii prezentované 4 príspevky:

- I. Hagarová, P. Matúš, J. Kubová, M. Bujdoš, P. Diviš: *Separation and preconcentration of inorganic antimony species in natural waters using phase extraction and ET AAS*

- P. Matúš, M. Bujdoš, J. Medved', S. Čerňanský, M. Urík, Z. Kramarová, M. Kališ, I. Hagarová, J. Ševc, J. Kubová, P. Diviš, L. Brulík: *Study of bioaccumulation, biovolatilization and biosorption of aluminium and thallos species by microscopic fungi using atomic spectrometry*
- J. Medved', P. Matúš, M. Kališ, I. Hagarová, M. Bujdoš, J. Kubová, P. Diviš: *Speciation analysis of thallium using solid phase extraction and electrothermal atomic absorption spectrometry*
- J. Škrlíková, J. Balogh, V. Andruch: *A novel method for determination of Cu(I) and Cu(II) using the reaction of copper ions with dimethylindodicarbocyanine dye*



Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku v elektronickej forme. Sociálny program stretnutia bol spojený s návštevou a prehliadkou dvoch vinárstiev v regiónoch Eger a Tokaj a ochutnávkou vín.

Peter Matúš

**CSI XXXVI
COLLOQUIUM SPECTROSCOPICUM
INTERNATIONALE XXXVI**

30. august - 03. september 2009

Budapešť, Maďarsko

<http://www.csixxxvi.org>

Významné a už tradičné podujatie sa konalo v priestoroch Eötvös Loránd Univerzity v Budapešti a zúčastnilo sa ho cca 360 ľudí z 34 krajín celého sveta. Hlavným organizátorom boli *Hungarian Chemical*

Society (HCS) a Hungarian Spectrochemical Association of HCS. Organizačnému výboru predsedal prof. Gyula Záray.

Počas odborného programu odznelo 7 plenary a 9 keynote prednášok, 106 orálnych príspevkov a v posterovej sekcii bolo prezentovaných 211 posterov. Zo Slovenska prišlo osem aktívnych účastníkov. Úvodné prednášky boli venované pamiatke prof. Paula Boumansa, významnej osobnosti atómovej spektroskopie, ktorý bol známy nielen svojimi hlbokými odbornými vedomosťami, intuíciou

a víziami, ale aj láskou ku kultúre v širokom zmysle slova, najmä k umeniu a histórii. Spomínali na neho jeho blízki spolupracovníci prof. Nicolo Omenetto (USA), prof. Hubertus Nickel (Nemecko) a prof. Kurt Laqua (Nemecko), ktorí nazabudli pritom uviesť aj meno prof. Eduarda Plška (Slovensko).

Plenárne prednášky takých významných svetových osobností ako sú prof. René Van Grieken, laureát ocenenia 2009 *CSI Award (Spectrometry in (preventive) conservation of cultural heritage)*, prof. José A.C. Broekaert (*Plasma spectrometry from the DC arc to plasmas on a chip*), prof. Joanna Szpunar (*Advances in metallomics by atomic and molecular spectrometry*), prof. János Mink (*Infrared microscopy and imaging in biology and medicine*), prof. Bernhard Welz (*A star is born – New possibilities using high-resolution continuum source AAS*), prof. Detlef Günther (*Light and shadow in direct solid analysis using laser ablation - ICP-MS*) naznačujú smery, ktorými sa spektrometrické metódy (ich vývoj, ale aj využitie) uberajú.

Dalšie zaujímavé prednášky, ktoré odzneli v sekciách *Photoacoustic and Fluorescence Molecular Spectrometry, X-ray and Nuclear Techniques, Separation and Speciation, Organic and Bioorganic Vibrational Spectroscopy, Inorganic Vibrational Spectroscopy, Plasma Spectroscopy, Glow Discharge Spectrometry, Generation of Volatile Species, Laser Spectroscopy, Atomic Absorption Spectrometry, Solid Sampling Spectrometry, Chemometrics a Sample Preparation*, boli venované atómovej (predovšetkým plazmovej), hmotnostnej, molekulovej (predovšetkým vibračnej), rentgenovej a jadrovej spektrometrii, separácii a špeciácii analytov, generovaniu prchavých zlúčenín, laserovým technikám, priamej analýze tuhých vzoriek, príprave vzoriek a chemometrii.

Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku v elektronickej forme. Vybrané príspevky budú publikované v špeciálnych číslach karentovaných časopisov *Spectrochimica Acta Part B* a *Analytical and Bioanalytical Chemistry*.

Ako reprezentanti Slovenskej spektroskopie spoločnosti sme sa počas CSI spolu s prof. Karolom Flóriánom zúčastnili na stretnutí

národných delegátov, ktorého hlavnou náplňou boli voľby organizátora CSI XXXVIII v roku 2013. Nakoniec v konkurencii so španielskym návrhom prof. Juana R. Castilla s miestom konania v Zaragoze vyhral spoločný nórsko-ruský projekt, ktorý predložili prof. Ynvar Thomassen a prof. Albert Gilmudtinov. Pripomeniem, že CSI XXXVII v roku 2011 sa bude konať v Buzios, Brazília.



Organizátori CSI XXXVI nezostali nič dlžní povestnej maďarskej pohostinnosti a výbornej kuchyni, o čom sa mohli presvedčiť účastníci organového koncertu v kostole Sv. Anny v Budapešti a exkurzie do historických miest Szentendre a Visegrád, spojenej s plavbou po Dunaji, banketom a so zaujímavým kultúrnym programom (stredoveký rytiersky turnaj) so spoluúčasťou viacerých osobností (viď obrázok dole), ktoré väčšina účastníkov pozná skôr z prezentácií vyzvaných plenárnych prednášok a zo štúdia odbornej literatúry.



Jana Kubová

TRACESPEC 2009
12TH WORKSHOP ON PROGRESS IN
ANALYTICAL METHODOLOGIES IN
TRACE METAL SPECIATION

15.-18. september 2009

Mainz, Nemecko

<http://www.speciation.net/event/TraceSpec2009>

V polovici septembra 2009 sa v nemeckom Mainzi uskutočnil už dvanásty ročník medzinárodnej konferencie *Workshop on Progress in Analytical Methodologies in Trace Metal Speciation (TraceSpec)*. Akciu organizovali *Johannes Gutenberg University, European Virtual Institute for Speciation Analysis (EVISA)* a *International Association of Environmental Analytical Chemistry (IAEAC)* pod vedením prof. Thorstena Hoffmanna.



Na akcii sa zúčastnilo 130 odborníkov z 22 krajín celého sveta. Počas odborného programu bolo prezentovaných 6 plenárnych prednášok, 34 prednášok a 56 posterov. Jednotlivé príspevky sa v 6 prednáškových a 4 posterových sekciách (napr. *Tools for speciation analysis, Environmental speciation analysis, Speciation analysis in proteomics, metallomics and metabolomics, Speciation analysis for the characterization of materials and industrial processes, Speciation analysis for the food and health sector*) venovali rôznym aspektom špeciácie, špeciálnej analýzy a frakcionácie chemických prvkov v rozličných maticiach:

- E.M. Krupp: *Mercury speciation in environment and life – from MeHg to Hg biomolecules*
- S. A. Pergantis: *Analytical approaches for investigating the function of elemental species in biological systems*

- A. Baker: *Iodine speciation in atmospheric aerosols and rainwater*
- J. Jokiniemi: *Physico-chemical characterization of particle emissions from various industrial sources*
- M. Dernovics: *ESI-MSⁿ in selenium speciation: focus on structure assessment*
- J. Feldmann: *Speciation of labile metal biomolecule complexes – not always a job for hyphenated MS techniques*
- S. McSheehy: *Conforming to legislation on chromium speciation in toys*

V súťaži o najlepšiu posterovú prezentáciu uspeli:

- 1. miesto (*Roland Frei Poster Award*), E. Lipiec: *Analytical approaches to selenium speciation in eggs*
- 2. miesto (Thermo Scientific), M. Kundel: *Development of an on-line method for the determination of I₂ by using time-of-flight aerosol mass spectrometry*
- 3. miesto (EVISA), S. Braukmann: *Determination of superoxide dismutase (SOD) by using species-specific isotope dilution analysis using GE-LA-ICP-MS*

Zo Slovenska boli na konferencii prezentované tri príspevky:

- J. Medved', P. Matúš, M. Kališ, I. Hagarová, M. Bujdoš, J. Kubová, P. Diviš: *Speciation analysis and preconcentration of Tl in water samples using SPE by cation exchange resin and ET AAS*
- I. Hagarová, P. Matúš, J. Kubová, M. Bujdoš, P. Diviš: *Speciation analysis of inorganic antimony in natural waters using the combination of extraction procedures and ET AAS*
- I. Hagarová, P. Matúš, J. Kubová, M. Bujdoš, P. Diviš: *Comparison of some reaction media for the determination of arsenites by hydride generation atomic absorption spectrometry*

Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku. Vybrané príspevky budú publikované v špeciálnom čísle karentovaného časopisu *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*. Sociálny program stretnutia obsahoval prechádzku cez stredoveký Mainz, *barbecue* a banket spojený s ochutnávkou vína.

Peter Matúš

IMA 09
6TH INTERNATIONAL CONFERENCE
ON INSTRUMENTAL METHODS OF
ANALYSIS – MODERN TRENDS AND
APPLICATIONS

4.-8. október 2009

Atény, Grécko

<http://www.chem.uoa.gr/IMA2009>

V dňoch 4.-8. 10. 2009 sa konala v Aténach medzinárodná konferencia s názvom *Instrumental Methods of Analysis – Modern Trends and Applications (IMA 09)*, ktorú organizovali *National and Kapodistrian University of Athens* a *National Technical University of Athens*. Organizačný výbor konferencie viedli prof. Antony C. Calokerinos a prof. Maria Ochsenuhn-Petropoulou. Na stretnutí sa zúčastnilo viac ako 200 odborníkov z celého sveta. Odznelo tu 15 vyzvaných prednášok, 54 prednášok a do posterovej sekcie bolo prihlásených 192 posterov. Počas konferencie sa konali aj 4 semináre (*Water Analysis and Ion Chromatography, The Role of Chromatography in Food Quality and Safety, Total Solutions in Modern Mass Spectrometry, Spectrometric Methods for the Determinations of Metals by ICP-MS*).

Z vyzvaných prednášok, ktoré prispeli k novým úvahám o riešení problémov spektrometrie, spojených s ultrastopovou analýzou, mikroanalýzou, analýzou tuhých materiálov a špeciálnou analýzou, vyberám:

- G.M. Hieftje: *More Tools and Techniques for Instrumental Analysis*
- B. Karlberg: *FIA – a Technique for More than One Analyte at a Time?*
- L. Ebdon: *Robust Sensors for Monitoring Nutrients in the Environment*
- F. Adams: *Spectrometric Analysis at the Nano Level*
- B. Welz: *Are You Still Digesting Your Samples for Trace Element Determination? – There Might Be Interesting Alternatives!*
- O.Y. Ataman: *Does Anybody Care for a Very Sensitive, Low-Cost Atom Trapping AAS System Anymore?*
- R. Lobinski: *Metallomics: the Concept and Methods*
- A. Sanz-Medel: *Heteroatom-Tagged Proteomics: Atoms and Isotopes Come to*

the Rescue for Absolute Protein Determinations

Zo Slovenska sa na konferencii aktívne zúčastnili 3 účastníci (Jana Kubová, Ingrid Hagarová a Peter Matúš) z Geologického ústavu PriF UK) s nasledujúcimi príspevkami:

- I. Hagarová, J. Kubová, M. Bujdoš, P. Matúš, P. Diviš: *Coupling of SPE and ETAAS for the Determination of Ultratrace Inorganic Antimony in Waters*
- I. Hagarová, P. Matúš, J. Kubová, M. Bujdoš: *Determination of Platinum in Waters by ETAAS after Separation and Preconcentration on Nano-Sized TiO₂*
- I. Hagarová, J. Kubová, M. Bujdoš, P. Matúš, P. Diviš: *Comparison of Four Reaction Media for the Determination of Arsenites by HGAAS*
- M. Bujdoš, J. Kubová, I. Hagarová, P. Matúš: *Determination of Platinum, Palladium and Rhodium in Environmental Materials by ICP-MS*
- P. Matúš, I. Hagarová, M. Bujdoš, J. Kubová, P. Diviš: *Utilization of Extraction and Spectrometry Techniques for Preconcentration and Fractionation of Aluminium*
- J. Medved', P. Matúš, M. Kališ, I. Hagarová, M. Bujdoš, J. Kubová, P. Diviš: *Speciation Analysis and Preconcentration of Thallium in Water Samples by Solid Phase Extraction and ETAAS*



Spoločenský program podujatia obsahoval okrem uvítacej recepcie a záverečného banketu aj výlety po historických pamiatkach, nachádzajúcich sa v Aténach a ich blízkosti (Akropola, Delfy, mys Sounion), a plavbu loďou na ostrovy Hydra, Poros a Egina.

Ingrid Hagarová

LAB SERVICE

LABSERVICE spol. s r. o.

Duklianska 55, 052 01 Spišská Nová Ves
tel. 053 4298740, fax: 053 4411740
e-mail: labservice@labservice.sk

Certifikované referenčné materiály

Anorganická analýza

- Pôdy, sedimenty, geologické materiály
- Minerálne oleje, kvapalné a fosílné palivá a produkty ich spracovania
- Priemyselné suroviny (cement, sklo, keramika, žiaruvzdorné materiály, plasty)
- Pitné, povrchové, odpadové vody a odpadové kaly
- Biologické materiály rastlinného a živočíšneho pôvodu
- Poľnohospodárske produkty a potraviny (mliečne produkty, ryby, mäso, cereálie, ovocie a zelenina, nealkoholické nápoje, alkoholické nápoje - brandy, víno, pivo)
- Kontrola ovzdušia - emisie a imisie (filtre, popolčeky a prach)
- Jednoprvkové kalibračné roztoky pre AAS, AES ICP, ICP MS
- Kalibračné roztoky pre iónovú chromatografiu
- Štandardy firmy CONOSTAN pre analýzu olejov

Organická analýza

- PCB, pesticídy, PAU, prchavé organické zlúčeniny, dioxíny a ďalšie organické zlúčeniny vo forme čistých látok a tiež ako referenčné materiály v environmentálnych a potravinárskych matriciach
- Izotopovo značené zlúčeniny firmy CIL
- Retardéry horenia - polybromované bifenyly (PBB) a polybromované difenyl étery (PBDE)
- Uhľovodíkový index (analýza vôd a pôd)
- Potravinárske aditíva (syntetické farbivá, konzervačné látky, antioxidanty, umelé sladidlá)
- Mykotoxíny
- Vitamíny
- Štandardy výbušnín a ich degradačných produktov

Klinická biochémia a toxikológia

- Stanovenie proteínov, enzýmov, tukov a hormónov
- Stopové prvky, lieky a návykové látky v ľudskej krvi, krvnom sére, moči, slinách a vlasoch
- Etanol v ľudskej krvi a krvnom sére

Farmaceutické referenčné substancie (US Pharmacopea, EU Pharmacopea)

Čisté rastlinné produkty firmy Chromadex

Fyzikálne vlastnosti

Referenčné materiály kovov pre iskrové spektrometre (MBH, ALCAN, SUS)

Spotrebný materiál k AAS a ICP spektrometrom

- plazmové hlavice, rozprašovače a hmlové komory pre všetky typy ICP spektrometrov
- kremenné atomizačné cely pre hydridovú techniku
- grafitové kvety a výbojky s dutou katódou pre AAS

PRIPRAVOVANÉ ODBORNÉ AKCIE

SLOVENSKO A ČESKÁ REPUBLIKA

Konferencia HPLC 2009

23.-25. november 2009
hotel Jezerka, Sečská priehrada, Chrudim
<http://www.ceskachromatografickaskola.cz>

1.ročník kurzu Notebook v řešení úloh (svých) experimentálních dat

24.-26. november 2009
Komorní Lhotka, Beskydy
<http://www.2theta.cz>

Odborný seminár GEOCHÉMIA 2009

02.-03. december 2009
ŠGÚ DŠ, Bratislava
veselska@fns.uniba.sk
durza@fns.uniba.sk

Kurz Meranie vibračných spektier

18.-22. január 2010
VŠCHT, Praha
<http://www.spektroskopie.cz>

Kurz Interpretácia vibračných spektier

25.-29. január 2010
VŠCHT, Praha
<http://www.spektroskopie.cz>

2. Kurz laserovej ablácie

03.-06. máj 2010
Nová Olešná
<http://www.spektroskopie.cz>

14. Česko-Slovenská spektroskopická konferencia

máj-jún 2010
Litomyšl
<http://www.spektroskopie.cz>
<http://www.spektroskopia.sk>

11. ročník Školy hmotnostnej spektrometrie

20.-24. september 2010
hotel Horizont, Pec pod Sněžkou
http://holcapek.upce.cz/conferences_CZ.htm
<http://www.spektroskopie.cz>

ZAHRANIČIE

2010 Winter Conference on Plasma Spectrochemistry

04-09 January 2010
Fort Myers, Florida, USA
<http://icpinformation.org>

Intensive 2-day workshop in NMR

14-15 January 2010
Manchester, United Kingdom
<http://www.chemistry.manchester.ac.uk/aboutus/events/nmr>

International Symposium on Hyphenated Techniques for Sample Preparation

26-27 January 2010
Bruges, Belgium
<http://www.ordibo.be/htc>

Art, Science and Applications of Reflectance Spectroscopy

23-25 February 2010
Boulder, Colorado, USA
<http://www.reflectancespectroscopysymposium.com>

Pittcon 2010 - Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy

28 February - 05 March 2010
Orlando, Florida, USA
<http://www.pittcon.org>

High-Resolution X-Ray Spectroscopy: Past, Present, and Future

15-17 March 2010
Utrecht, Netherlands
<http://www.sron.nl/xray2010>

9th European Fourier Transform Mass Spectrometry Conference

06-09 April 2010

Lausanne, Switzerland

<http://isic.epfl.ch/eftms2010>

51st Experimental Nuclear Magnetic Resonance Conference

18-23 April 2010

Hilton Hotel, Daytona Beach, Florida

<http://enc-conference.org>

School on Synchrotron and Free-Electron-Laser Sources and their Multidisciplinary Applications

26 April - 07 May 2010

Trieste, Italy

<http://agenda.ictp.it/agenda/current/displayLevel.php?year=next&cdsagenda5=1>

ARRS 2010 - 110th Annual Meeting of the American Roentgen Ray Society

28 April - 03 May 2010

San Diego, California, USA

<http://www.arrs.org>

Joint Conference of the 14th In Vivo ESR/EPR Spectroscopy & Imaging and the 11th International EPR Spin Trapping/Spin Labeling (EPR 2010)

02-06 May 2010

Condado Plaza Hotel, San Juan, Puerto Rico

<http://www.epr2010.org>

ASMS 2010 - 58th ASMS Conference on Mass Spectrometry

23-27 May 2010

Salt Lake City, Utah, USA

<http://www.asms.org>

SNS 2010 - 9th International Conference on Spectroscopies in Novel Superconductors

23-28 May 2010

Shanghai, China

<http://sns2010.org>

20th International Conference on Spectral Line Shapes

05-11 June 2010

St. John's, Canada

<http://www.icsls20.ca>

Nordic Plasma 2010 - 5th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry

06-09 June 2010

Loen, Norway

<http://www.nordicplasma.com>

European Conference on X-Ray Spectrometry

20-25 June 2010

Coimbra, Portugal

<http://exrs2010.fis.uc.pt>

14th International Symposium on Luminescence Spectrometry

13-16 July 2010

Prague, Czech Republic

<http://www.isls2010.org>

14th International Diffuse Reflectance Conference

31 July – 06 August 2010

Wilson College in Chambersburg, Pennsylvania, USA

<http://www.idrc-chambersburg.org>

ICORS 2010 - XII International Conference on Raman Spectroscopy

08-13 August 2010

Boston, Massachusetts, USA

<http://www.icors2010.org>

12th European Powder Diffraction Conference

27-30 August 2010

Darmstadt, Germany

<http://www.epdic12.org>

LIBS 2010 - Laser-Induced Breakdown Spectroscopy

08-13 September 2010

Memphis, Tennessee, USA

LIBS2010@icet.msstate.edu

ICHMET 2010 - 15th International Conference on Heavy Metals in the Environment

19-23 September 2010

Gdańsk, Poland

<http://www.pg.gda.pl/chem/ichmet>

ISEAC 2010 - 36th International Symposium on Environmental Analytical Chemistry

05-09 October 2010
Rome, Italy
<http://www.iseac36.it>

FACSS 2010 - 37th Annual Conference of Federation of Analytical Chemistry and Spectroscopy Societies

17-21 November 2010
Raleigh, NC, United States
<http://www.facss.org>

NOVÉ KNIHY

Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control

Da-Wen Sun
Academic Press; 2009, 448 str.
ISBN 012374136X

Elements of Molecular Spectroscopy

P.S. Sindhu
New Age Science, 2009, 218 str.
ISBN 1906574057

Capture Gamma-Ray Spectroscopy and Related Topics: Proceedings of the 13th International Symposium on Capture Gamma-Ray Spectroscopy and Related Topics

Jan Jolie, Nigel Warr, Andrey Blazhev (Eds.)
American Institute of Physics, 2009, 692 str.
ISBN 0735406235

NMR Spectroscopy: Intelligent Data Management

Johannes Frehlich
Wiley-VCH Verlag, 2009, 470 str.
ISBN 3527288597

Handbook of High-resolution Spectroscopies

Martin Quack (Ed.)
John Wiley & Sons, 2009, 1968 str.
ISBN 0470066539

Photoacoustic Imaging and Spectroscopy

Lihong Wang (Ed.)
CRC, 2009, 518 str.
ISBN 1420059912

High-Field EPR Spectroscopy on Proteins and their Model Systems: Characterization of Transient Paramagnetic States

Klaus Möbius, Anton Savitsky
Royal Society of Chemistry; 2009, 365 str.
ISBN 0854043683

Capture Gamma-Ray Spectroscopy and Related Topics: Proceedings of the 13th International Symposium on Capture Gamma-Ray Spectroscopy and Related Topics

Jan Jolie, Nigel Warr, Andrey Blazhev (Eds.)
American Institute of Physics, 2009, 692 str.
ISBN 0735406235

Laser Spectroscopy: Vol. 1 Basic Principles, Vol. 2 Experimental Techniques

Wolfgang Demtröder
Springer, 2009, 1500 str.
ISBN 3540749535

Spectroscopy of Low Temperature Plasma

Vladimir N. Ochkin
Wiley-VCH, 2009, 630 str.
ISBN 3527407782

Biomedical Vibrational Spectroscopy

Peter Lasch
Blackwell Publishers, 2009, 296 str.
ISBN 0813825261

Optical Imaging and Spectroscopy

David J. Brady
Wiley-Interscience, 2009, 510 str.
ISBN 0470048239

Raman Spectroscopy for Soft Matter Applications

M. S. Amer
Wiley, 2009, 301 str.
ISBN 0470453834

Green Fluorescent Protein (Topics in Fluorescence Spectroscopy)

Joseph R. Lakowicz, Chris D. Geddes (Eds.)
Springer, 2009, 320 str.
ISBN 0387293434

Microwave Impulse Spectroscopy: Advanced Techniques for Rotational Spectroscopy

JensUwe Grabow
Wiley VCH, 2009, 350 str.
ISBN 3527319166

Modern Optical Spectroscopy: With Exercises and Examples from Biophysics and Biochemistry

William W. Parson
Springer, 2009, 530 str.
ISBN 3540958959

Classics in Spectroscopy: Isolation and Structure Elucidation of Natural Products

Stefan Berger, Dieter Sicker
Wiley-VCH, 2009, 659 str.
ISBN 3527325166

Modern Techniques for Circular Dichroism and Synchrotron Radiation Circular Dichroism Spectroscopy: Volume 1 Advances in Biomedical Spectroscopy

B.A. Wallace, R.W. Janes
IOS Press, 2009, 244 str.
ISBN 1607500000

Two-Dimensional Optical Spectroscopy

Minhaeng Cho
CRC, 2009, 385 str.
ISBN 1420084291

Biochemical Applications of Nonlinear Optical Spectroscopy

Vladislav Yakovlev
CRC, 2009, 290 str.
ISBN 1420068598

Future Directions in Ultraviolet Spectroscopy: A Conference Inspired by the Accomplishments of the Far Ultraviolet Spectroscopic Explorer Mission

Michael Van Steenberg, George Sonneborn, Warren Moos, William Blair (Eds.)
American Institute of Physics, 2009, 360 str.
ISBN 0735406723

Basic Chemometric Techniques in Atomic Spectroscopy

Jose M. Andrade-Garda (Ed.)
Royal Society of Chemistry, 2009, 247 str.
ISBN 0854041591

Introduction to Magnetic Resonance Spectroscopy ESR, NMR, NQR

D.N. Sathyanarayana
I K International Publishing House, 2009, 463 str.
ISBN 9380026250

Annual Reports on NMR Spectroscopy, Volume 65

Graham A. Webb (Ed.)
Academic Press, 2009, 222 str.
ISBN 0123747341

Miniaturization and Mass Spectrometry

Séverine le Gac, Albert van den Berg (Eds.)
Royal Society of Chemistry, 2009, 250 str.
ISBN 085404129X

Liquid Chromatography Time-of-Flight Mass Spectrometry

Imma Ferrer, E. M. Thurman
Wiley-Interscience, 2009, 261 str.
ISBN 0470137975

SPOLOČENSKÁ RUBRIKA

Významné životné jubileá členov Slovenskej spektroskopickkej spoločnosti v roku 2009

Päťdesiatroční jubilanti

RNDr. Jana Babjaková
Ing. Dagmar Bočanová
Ing. Jarmila Faktorová
RNDr. Štefan Krnáč, CSc.
Ing. Eva Labajová
RNDr. Iveta Ondrušková
Ing. Stanislav Palík
Ing. Adriana Shearman, CSc.
Ing. Katarína Šimonová
Ing. Yvonna Žitňanová

Päťdesiatpäťroční jubilanti

Ing. Anna Dekýšová
Ing. Jana Ďurkovičová
MVDr. Mária Hiščáková
RNDr. Jarmila Hrabínová
Ing. Mária Koreňovská
prof. Ing. Vladimír Nečas, PhD.

Šesťdesiatpäťroční jubilanti

prof. Ing. Karol Flórián, DrSc.
prof. Ing. Jozef Sitek, DrSc.
doc. Ing. Marián Veselý, CSc.

V mene celej spektroskopickkej verejnosti všetkým jubilantom srdečne blahoželáme a do ďalších rokov želáme veľa zdravia a tvorivých síl.

Redakcia Spravodaja SSS

**prof. Ing. Karol Flórián, DrSc.
65 ročný**

Významná, medzinárodne uznávaná osobnosť v oblasti atómovej spektroskopie, vynikajúci pedagóg, kolega a človek oslávil v roku 2009 významné životné jubileum – 65 rokov.

Levočský rodák, absolvent ChTF STU v Bratislave (1966, technická analytická chémia), kde pokračoval ďalej vo zvyšovaní svojej kvalifikácie (PhD., 1972, UK Bratislava; VKS I, 1990; DrSc., 1991, STU Bratislava; docent analytickej chémie, 1992, ChTF STU, Bratislava; profesor všeobecnej a analytickej chémie, 1994).

Počas svojej úspešnej kariéry vykonával viaceré riadiace a akademické funkcie (1992-1994: prodekan HF TU v Košiciach pre VVČ; 1994-1997: rektor TU v Košiciach; 1998-2001: vedúci Katedry fyzikálnej a analytickej chémie PF UPJŠ v Košiciach; 2000-2007: prorektor TU v Košiciach, od roku 2003 vedúci Katedry chémie HF TU v Košiciach).

Je členom viacerých vedeckých rád doma (HF TU, FPaHV PU a TU v Košiciach, do roku 2007) aj v zahraničí (Univerzita Miskolc). Je zakladajúcim členom a prvým prezidentom (1994-2001) Asociácie univerzít karpatského regiónu.

Prof. Karol Flórián vedecky pracuje v rôznych oblastiach analytickej chémie, venuje sa najmä spektrochemickým metódam, priamej analýze tuhých vzoriek, validačným metódam, chemometrii a environmentálnym aplikáciám analytickej chémie. Je autorom alebo spoluautorom troch monografií, 5 učebných textov, 118 pôvodných vedeckých prác (z toho 74 v CC-časopisoch), 206 prác a abstraktov v zborníkoch z konferencií, 165 SCI citácií. Absolvoval 28 pozvaní s plenárnymi alebo vyzvanými prednáškami na medzinárodných aj domácich konferenciách. Ako školiteľ sa podieľal na „výchove“ mladých vedeckých pracovníkov (3 vyšskolení CSc., 4 PhD.).

Pracoval ako koordinátor projektu TEMPUS (1994-1997), gestor modulu projektu

TEMPUS (1999-2000) a bol zodpovedným riešiteľom piatich projektov MVTS, šiestich projektov VEGA, DAAD a APVV-MVTS projektov. Absolvoval viacero krátko- a dlhodobých zahraničných pobytov (ELTE, Budapešť, 1977; Forschungszentrum KFA, Jülich, 1992; Univerzita F. Schillera, Jena, 1993; hosťujúci profesor na G. Mercator Universität, Duisburg, 1998; hosťujúci profesor na Univerzite sv. Štefana, Gödöllő, 2005-2008). Je podpredsedom SOK a členom komisie pre obhajoby DrSc. prác vo vednom odbore 14-03-9 analytická chémia.

Pracoval ako podpredseda Rady pre VaT pri RVŠ (2000-2007), člen Riadiaceho grémiu Akcie Rakúsko-Slovensko (2000-2006), člen komisie VEGA pre chemické a chemickotechnologické vedy (1999-2005, 2008-), člen pracovnej skupiny AK pre chémiu, chemické technológie a biotechnológie, podpredseda Rady pre prírodné vedy APVV.

Aktívne pracuje vo vedeckých spoločnostiach (bývalá Čsl. spektroskopická spoločnosť pri ČSAV, člen Hlavného výboru; Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Hlavného výboru; Slovenská chemická spoločnosť, predseda východoslovenskej pobočky do roku

2002; člen verejného zboru Maďarskej akadémie vied od roku 2002).

Jeho profesionálna činnosť a aktivity boli ohodnotené viacerými oceneniami: Medaila J. Marca Marci z Kronlandu, Čsl. spektroskopická spoločnosť; Strieborná medaila Slovenskej chemickej spoločnosti; Zlatá pamätná medaila EU v Bratislave; Zlatá medaila HF TU v Košiciach; Pamätná medaila TU v Košiciach; Platinová medaila SjF TU v Košiciach; Zlatá medaila PF UPJŠ v Košiciach; Dr.h.c., Univerzita Miskolc, Univerzita sv. Štefana, Gödöllő; honorárny profesor, Polytechnika v Budapešti; Cena primátora mesta Košice; Bellušova medaila SCHS pri SAV.

Vďaka jeho charizme, bohatým skúsenostiam a organizačným schopnostiam je naša katedra úspešným pedagogickým i vedecko-výskumným pracoviskom s kvalitným ľudským potenciálom, za čo mu patrí naša srdečná vďaka.

Pri príležitosti 65. narodenín mu želáme pevné zdravie a naďalej veľa tvorivých pracovných nápadov.

Silvia Ružičková

OBHÁJENÉ DIPLOMOVÉ, RIGORÓZNE, DIZERTAČNÉ A HABILITAČNÉ PRÁCE

Univerzita Komenského v Bratislave
Prírodovedecká fakulta, Katedra
analytickej chémie

Bakalárske diplomové práce (Bc.)

1. Silvia Hambáľková: *Skoncentrovanie a špeciácia prvkov vo vodných vzorkách životného prostredia pre ich stanovenie technikami atómovej spektrometrie* (Školiteľ: doc. RNDr. Mária Žemberyová, PhD.)
2. Nikoleta Biherczová: *Priame stanovenie prvkov v pevných vzorkách životného*

prostredia technikou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie (ETAAS) (Školiteľ: doc. RNDr. Mária Žemberyová, PhD.)

Rigorózne práce (RNDr.)

1. Mgr. Peter Török: *Priame stanovenie vybraných prvkov v certifikovaných referenčných materiáloch pôd metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s elektrotermickou atomizáciou* (Konzultant: doc. RNDr. Mária Žemberyová, PhD.)

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

Spoločnosť GEL s.r.o., Robotnícka 820/36, 039 01 Turčianske Teplice sa v zmysle ustanovení § 69 a nasl. Obchodného zákonníka č. 513/1991 Zb. v platnom znení zlúčila s účinnosťou k 1. 10. 2008 so spoločnosťou BEL/NOVAMANN International s.r.o.

GEL s.r.o. bola zrušená bez likvidácie k 1. 10. 2008, pričom spoločnosť BEL/NOVAMANN International s.r.o. sa stala jej právnym nástupcom a prebrala všetky práva a záväzky. V súlade s vyššie uvedeným právne úkony uskutočnené spoločnosťou GEL s.r.o. pred rozhodným dňom, t.j. pred 1. 10. 2008., ostávajú naďalej v platnosti s tým, že

nositeľom zmluvných práv a povinností spoločnosti GEL s.r.o. je odo dňa 1. 10. 2008 spoločnosť BEL/NOVAMANN International s.r.o.

GEL s.r.o. sa stáva pracoviskom spoločnosti BEL/NOVAMANN International s.r.o. s názvom a korešpondenčnou adresou:

BEL/NOVAMANN International s.r.o.
Skúšobné laboratórium GEL
Robotnícka 820/36
039 01 Turčianske Teplice

Ing. Jaroslav Valko
Vedúci Skúšobného laboratória GEL

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok na rok 2009 vo výške 5 EUR pre individuálnych členov alebo vo výške 50 EUR pre kolektívnych členov, prosím, uhradte na účet Poštovej banky v Bratislave, exp. Karlova Ves, č. ú.: **20096353**, kód banky: **6500**. V poznámke pre príjemcu **nezabudnite uviesť svoje meno a názov organizácie**.

Ďalej prosíme členov, ktorí ešte nezaplatili členské za predchádzajúce roky, aby tak urobili čo najskôr.

Ďakujeme.

Hlavný výbor SSS

LITERATÚRA

Slovenská spektroskopická spoločnosť ponúka na predaj:

1. J. Dědina, M. Fara, D. Koliňová, J. Korečková, J. Musil, E. Plško, V. Sychra: Vybrané metody analytické atomové spektrometrie, ČSSS, Praha, 1987
2. M. Hoenig, A.M. de Kersabiec: Ako zabezpečiť kvalitu výsledkov v atómovej absorpčnej spektrometrii s elektrotermickou atomizáciou?, SSS, Bratislava, 1999
3. E. Krakovská (Ed.): Contemporary State, Development and Applications of Spectroscopic Methods (Proceedings of 4TH European Furnace Symposium and XVTH Slovak Spectroscopic Conference), VIENALA, Košice, 2000
4. E. Krakovská, H.-M. Kuss: Rozklady v analytickej chémii, VIENALA, Košice, 2001
5. J. Kubová, I. Hagarová (Eds.): Book of Abstracts (XVIIITH Slovak Spectroscopic Conference), SSS and Comenius University, Bratislava, 2006
6. A special issue of Transactions of the Universities of Košice, 2-3, 2006 (Proceedings of XVIIITH Slovak Spectroscopic Conference)
7. M. Bujdoš, P. Diviš, H. Dočekalová, M. Fišera, I. Hagarová, J. Kubová, J. Machát, P. Matúš, J. Medved', D. Remeteiová, E. Vitoulová: Špeciácia, špeciálna analýza a

- frakcionácia chemických prvkov v životnom prostredí, Univerzita Komenského a SSS, Bratislava, 2008
8. J. Kubová, M. Bujdoš (Eds.): Book of Abstracts (XIXTH Slovak-Czech Spectroscopic Conference), SSS and Comenius University, Bratislava, 2008
9. A special issue of Transactions of the Universities of Košice, 3, 2008 (Proceedings of XIXTH Slovak-Czech Spectroscopic Conference)

Cena publikácií č. 1-3,5,6,8,9: 5 EUR + balné a poštovné

Cena publikácií č. 4,7: 10 EUR + balné a poštovné

PRÍSTROJE A CHEMIKÁLIE

Prístrojová komisia SSS si dovoľuje požiadať všetky pracoviská, na ktorých sa nachádza prebytočná laboratórna technika (najmä spektrometre – funkčné i nefunkčné), resp.

prebytočné zásoby chemikálií, aby ich prostredníctvom našej komisie ponúkli iným pracoviskám.

Výskumný ústav po likvidácii laboratórií ponúka výhodný predaj klasicky vyhrievaných grafitových kvetiek s pyrolytickou vrstvou pre AAS Perlin-Elmer (zľava 25%).

Pán Poláček, telefón: 02/64362095

Laborkonzorcium, Dr. Marian Polák, Krížna 52, Bratislava, telefón: 02/55577325, mobil: 0903 412 868

Geologický ústav PRIF UK odkúpi za zostatkovú cenu staršie modely AAS spektrometrov Perkin-Elmer (napr. 5000, 4100, 3030, 1100) a EDL lampy (Systém 1 a 2).

GÚ PRIF UK, Mlynská dolina 1, 842 15 Bratislava 4

Telefón: 02/60296290, E-mail: matus@fns.uniba.sk

SÚŤAŽ

SLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLOČNOSŤ

vyhlasuje na roky 2009 a 2010

7. ročník

Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov

Do súťaže môže poslať prácu každý člen SSS, ktorý v príslušnom roku 2009/2010 nepresiahne vek 35 rokov. Práce alebo súbory prác treba poslať na adresu SSS do septembra 2010. Akceptované sú práce, ktoré boli publikované alebo prijaté redakčnou radou niektorého vedeckého časopisu. V prípade

spoluautorstva sa žiada čestné prehlásenie autora o jeho podiele na publikácii. Okrem uznania a spoločenského ocenenia je súťaž aj finančne dotovaná z prostriedkov SSS. Výsledky vyhodnotenia súťaže budú vyhlásené na príslušnom odbornom podujatí v roku 2010 a zverejnené v Spravodaji SSS.

Jana Kubová

INZERCIA

Využite možnosť výhodnej inzercie v Spravodaji Slovenskej spektroskopickej spoločnosti!!!

Cenník inzercie v Spravodaji SSS

Formát	Cena/EUR
dve strany (A3)	150
jedna strana (A4)	100
polovica strany (A5)	75
štvrtina strany (A6)	50

Spravodaj SSS vydáva Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností

<http://www.spektroskopia.sk>

GÚ PRIF UK, Mlynská dolina 1, 842 15 Bratislava 4, tel. č.: 02/60296 557, 290, e-mail:
sss@spektroskopia.sk

Redakčná rada: doc. RNDr. J. Kubová, PhD. a RNDr. P. Matúš, PhD.

Redakčná úprava: RNDr. P. Matúš, PhD.

Uzávierka tohoto čísla: 20. 11. 2009

ISSN 1338-0656