



SPRAVODAJ

Slovenskej spektroskopickej spoločnosti
člena Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností



ISSN 1338-0656

Ročník 24, Číslo 2, 2017

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopickej spoločnosti



Na úvod

Milé kolegyně, milí kolegovia,
v druhom tohtoročnom čísle Spravodaja SSS nájdete o.i. dva články: prvý sa venuje rýchlejšiemu prevedeniu extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov v spojení s vybranými spektrometrickými metódami na separáciu a prekoncentráciu (ultra)stopových koncentrácií kovov, druhý využitiu FTIR spektrometrie pri forenznom porovnaní dvoch vzoriek pôdy podobnej/rovnakej farby. Ako sme už informovali v minulom čísle Spravodaja, v roku 2018 sa uskutočnia dve významné spektroskopické podujatia, na ktorých organizácii sa podieľa aj SSS. V termíne 20.-23. marec 2018 sa bude v Berlíne konať ďalší ročník *European Symposium on*

Atomic Spectrometry 2018 spojený s nemeckým *Colloquium Analytical Atomic Spectroscopy*. A od 27. do 31. mája 2018 v moravských Luhačoviciach prebehne 16th *Czech-Slovak Spectroscopic Conference 2018*. Do tretice sa v týždni od 25. do 29. júna 2018 v Prahe uskutoční medzinárodná konferencia *Mössbauer Spectroscopy in Materials Science msms2018*, tiež organizovaná aj našou Spoločnosťou. Informácie o všetkých troch akciách, na ktoré vás srdečne pozývam, nájdete na webe <http://www.spektroskopia.sk>. Teším sa na stretnutie na niektorej z nich.

Peter Matúš

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

CPE POSTUPY ŠETRIACE ČAS V SPOJENÍ S VYBRANÝMI SPEKTROMETRICKÝMI METÓDAMI

Ingrid Hagarová

Univerzita Komenského v Bratislave,
Prírodovedecká fakulta, Ústav laboratórneho
výskumu geomateriálov, Mlynská dolina,
Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava
hagarova@fns.uniba.sk

Abstrakt

Cieľom tohto príspevku je uviesť prehľad prác, v ktorých sú opísané rýchlejšie prevedenia extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (*cloud point extraction* – CPE) na separáciu a prekoncentráciu (ultra)stopových koncentrácií iónov kovov pred ich kvantifikáciou spektrometrickými metódami, a to najmä atómovou absorpčnou spektrometriou s elektrotermickou atomizáciou (ETAAS), atómovou absorpčnou spektrometriou s plameňovou atomizáciou (FAAS) a hmotnostnou spektrometriou s indukčne viazanou plazmou (ICP-MS). Uvedené budú technické prevedenia *rapidly synergistic* CPE (rýchlo synergická CPE), *flow-based* CPE (CPE v prietokovom usporiadaní), *ultrasound-assisted* CPE (CPE podporovaná ultrazvukom) a *microwave-assisted* CPE (CPE podporovaná mikrovlnami).

Kľúčové slová

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE), spektrometrické metódy, ióny kovov

1. Úvod

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (*cloud point extraction* – CPE) patrí k značne využívaným na separáciu a prekoncentráciu rôznych iónov kovov po ich prevedení na neiónové komplexy od svojho zavedenia (rok 1977). Klasické CPE postupy sa skladajú z niekoľkých krokov, pričom experimentálne parametre sú

najčastejšie optimalizované jednokrakovo, v určitom postupnom slede. Nielen táto optimalizácia experimentálnych parametrov je značne časovo náročná, ale aj samotný vypracovaný klasický CPE postup trvá častokrát 30-45 min. Uvedený čas sa skladá z času potrebného na zreagovanie komplexotvorného činidla so sledovaným analytom (tento krok je však rýchly; často postačuje 1 min), nasleduje inkubácia pri teplote nad teplotou potrebnou na vytvorenie zákalu (najčastejšie vo vodných kúpeľoch; tento krok trvá 10-15 min), ďalej je to urýchlenie fázovej separácie (najčastejšie s využitím centrifugácie; tento krok takisto často trvá 10-15 min), ďalším krokom je zvýšenie viskozity tenzidom obohatenej fázy (najčastejšie v ľadovom kúpeli; a opäť sú často opisované časy 10-15 min) a nakoniec odstránenie vodnej fázy (najčastejšie jednoduchou dekantáciou). Získaná vysoko viskózna tenzidom obohatená fáza (*surfactant-rich phase* – SRP) sa následne vhodne upravuje tak, aby ju bolo možné nainjektovať do zvoleného detektora. V prípade spektrometrických metód využívajúcich indukčne viazanú plazmu, býva SRP najčastejšie rozložená s využitím mikrovlnového žiarenia alebo sa riedi priamo koncentrovanými minerálnymi kyselinami. V prípade atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou (FAAS) a atómovej absorpčnej spektrometrie s elektrotermickou atomizáciou (ETAAS) sa najčastejšie pridávajú metanolicke roztoky zriedených minerálnych kyselín. Tento opis odhaľuje úskalia klasických CPE postupov. Snaha urýchliť celý postup viedla k návrhu oveľa rýchlejších postupov v technickom prevedení *rapidly synergistic* CPE (rýchlo synergická CPE), kde po pridaní zanedbateľného objemu oktanolu možno CPE uskutočniť pri laboratórnej teplote a k tvorbe SRP dochádza už po 1 minúte intenzívneho trepania. Úspora času bola opísaná aj v prevedeniach *flow-based* CPE (CPE v prietokovom usporiadaní), kde okrem vynechania centrifugácie boli často

opisované aj oveľa nižšie zried'ovacie faktory. Využitie ultrazvuku alebo mikrovlnového žiarenia v postupoch *ultrasound-assisted* CPE (CPE podporovaná ultrazvukom) a *microwave-assisted* CPE (CPE podporovaná mikrovlnami) vedie k urýchleniu tvorby zákalu, čo sa takisto hodnotí pozitívne s ohľadom na úsporu času.

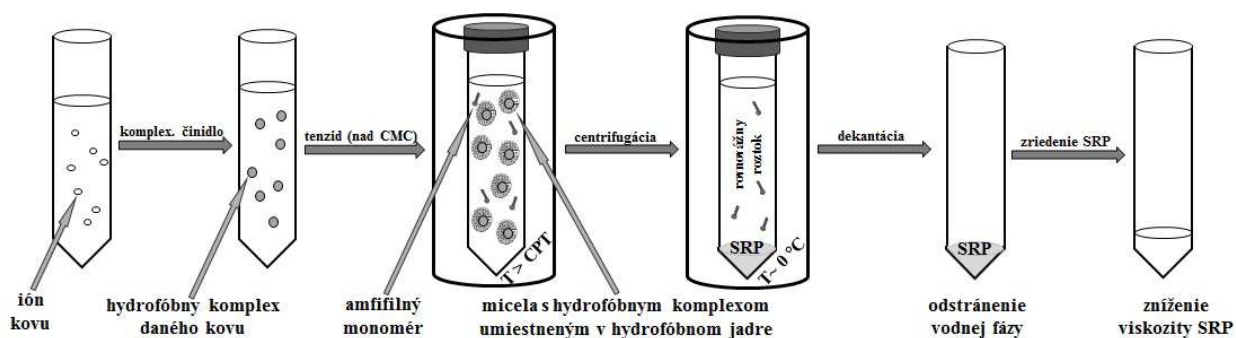
V tomto prehľade budú uvedené práce opisujúce už spomenuté prevedenia CPE postupov, ktoré vedú k úspore času. Keďže úprava vzorky pred samotnou analýzou je častokrát najzdĺhavejší úsek celého analytického postupu, redukcia času v tomto prípade zohráva dôležitú úlohu, čo je v súčasnosti nezanedbateľné kritérium, ktoré môže rozhodnúť o využívaní práve uvedenej extrakčnej techniky.

2. *Rapidly synergistic* CPE (RS-CPE)

Značnú úsporu času možno vyzdvihnúť v prípade *rapidly synergistic* CPE (RS-CPE), kde po pridaní zanedbateľného objemu oktanolu (často je to 10 μ l) možno CPE uskutočniť pri laboratórnej teplote a k tvorbe SRP dochádza už po 1 minúte intenzívneho trepania [1-8]. Oktanol v tomto prípade funguje ako synergické činidlo, ktoré umožňuje značne znížiť teplotu potrebnú na vytvorenie zákalu (*cloud point temperature* – CPT). Z publikovaných prác opisujúcich tento rýchly spôsob prevedenia CPE možno vyzdvihnúť prvú prácu, kde oktanol dokázal značne znížiť CPT použitého tenzidu (Triton X-100; CPT 65 °C) a extrakciu bolo možné bez problémov uskutočniť pri laboratórnej teplote (20 °C) [1]. Táto vylepšená extrakčná technika bola využitá v spojení so spektrofotometrickou detekciou pri stanovení stopovej Cu v rôznych vodách a niektorých potravinách [1]. Rovnaký tenzid bol použitý v RS-CPE postupe pri stanovení stopového Bi v spojení s FAAS detekciou [2]. Vo všetkých ostatných publikovaných prácach opisujúcich RS-CPE je využívaný tenzid Triton X-114 [3-10], ktorého CPT sa pohybuje medzi 23-25 °C [11]. S využitím uvedeného tenzidu boli vypracované spoľahlivé RS-CPE postupy pre stanovenie stopového Pb [3] a stopového Ni [10] v spojení s FAAS detekciou. Spojenie RS-CPE a spektrofotometrickej detekcie pre stanovenie stopového Co možno nájsť v ďalšej

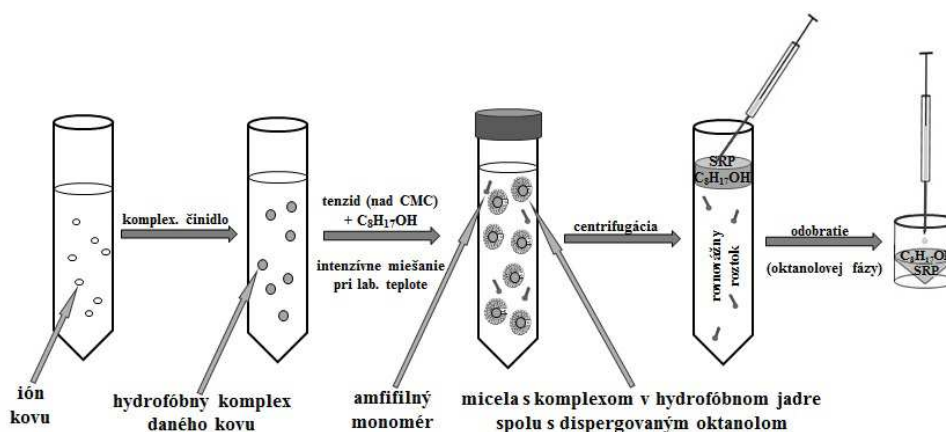
práci [4]. V prípade použitia FAAS detekcie a pneumatických zhmlovačov, bolo opisované hromadenie organickej fázy v odpadových hadiciach. Tomuto problému sa bolo možné vyhnúť v prípade použitia *termospray flame furnace* AAS (TS-FF-AAS), ktorá bola použitá po RS-CPE separácii a preconcentracii stopovej Cu [5]. ETAAS využívajúca wolfrámovú cievku (*W-coil* ETAAS) bola použitá po RS-CPE separácii a preconcentracii stopového Ni z rôznych vzoriek vôd [6]. Zaujímavou aplikáciou využívajúcou RS-CPE bolo stanovenie stopového Pb vo vodách a potravinách bez použitia komplexotvorného činidla v spojení s FAAS detekciou [7]. Dva postupy, a to RS-CPE a *ultrasound-assisted* CPE (UA-CPE) boli vypracované pre separáciu a preconcentraciu stopového Se pred jeho spektrofotometrickým stanovením [8]. V najnovšej publikovanej práci, v ktorej je RS-CPE prevedenie spojené s využitím ultrazvuku (*ultrasound-assisted rapidly synergistic* CPE – UARS-CPE), kde pre následné stanovenie Co je použitý prenosný ETAAS spektrometer s už spomínanou wolfrámovou cievkou možno vidieť snahu využiť prenosný spektrometer pri analýze stopového analytu priamo na mieste odberu vzorky spolu s jeho rýchlym a spoľahlivým nakoncentrovaním [9].

Na Obr. 1 je schématicky znázornený klasický CPE postup, kde k zahrievaniu nad CPT dochádza najčastejšie v termostatovaných vodných kúpeľoch, čo zvyčajne trvá 10-15 min a nasleduje ľadový kúpeľ na zvýšenie viskozity SRP, čo trvá zvyčajne podobne dlho. Pre porovnanie je na Obr. 2 schématicky znázornený RS-CPE postup, kde prvé tri znázornené kroky sa udejú rýchlo a už 1 min intenzívneho trepania postačuje na vytvorenie SRP a odpadá použitie ľadového kúpeľa. Centrifugácia je rovnaká v oboch postupoch. Po centrifugácii je oktanolová fáza vrchnou vrstvou a vodná fáza spodnou vrstvou. Odstrániť možno buď vodnú fázu (rovnovážny roztok) opatrne s využitím injekčnej striekačky a následne k oktanolovej fáze pridať vhodné zried'ovacie činidlo (etanol [1], metanol [8], 1 M HNO₃ v metanole [2-4,7, 10]) alebo je možné injekčnou striekačkou odobrať oktanolovú fázu a z nej priamo dávkovať potrebný objem do použitého spektrometra (bez ďalšieho zriedenia) [6,9].



CMC: kritická micelárna koncentrácia; CPT: teplota potrebná na vytvorenie zákalu; SRP: tenzidom obohatená fáza

Obr. 1. Schématické znázornenie postupu pri klasickej CPE kovov



CMC: kritická micelárna koncentrácia; $C_8H_{17}OH$: oktanol; SRP: tenzidom obohatená fáza

Obr. 2. Schématické znázornenie postupu pri RS-CPE kovov

3. Flow based CPE

V prípade *flow-based* CPE možno tiež hovoriť o časovej úspore, avšak zahriatie a vytvorenie zákalu ako aj retencia SRP sú kritickými aspektami v prietokovom usporiadaní CPE so zvoleným detektorom [12]. Prietokové usporiadanie bolo navrhnuté v snahe ušetriť čas, ktorý je v klasickej CPE venovaný centrifugácii a v snahe znížiť zriedovací faktor.

K vytvoreniu zákalu v týchto prípadoch bolo možné použiť externé zahrievanie [13], prídavok solí (ako napríklad zmes dodecylsírany sodného a chloridu sodného [14], samotného chloridu sodného [15] alebo síranu sodného [16]) alebo kombináciu oboch prístupov [17].

Minikolóny použité v týchto usporiadaniach na zachytenie SRP boli najčastejšie naplnené bavlnou [13-18], ale boli opísané aj aplikácie využívajúce polystyrén [19], polyuretán [20] alebo silikagél [21].

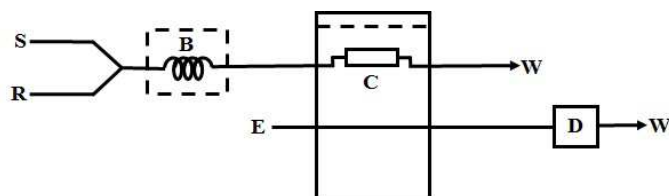
Elučnými činidlami boli horúca voda [17], acetonitril [18,21], tetrahydrofurán [13],

zriedená kyselina sírová [15], zriedená kyselina dusičná [22], zmes kyseliny dusičnej a acetónu [14] alebo zmes kyseliny dusičnej a metanolu [23].

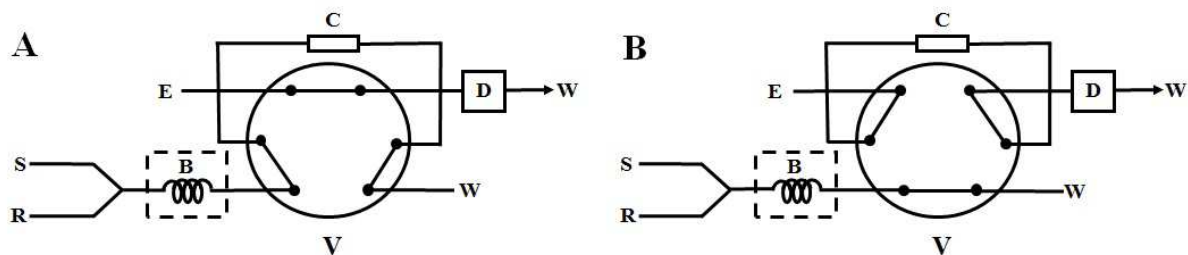
V nedávno publikovanom prehľade [24] sú detailne opísané a zhodnotené výhody aj obmedzenia takéhoto prietokového usporiadania so zameraním hlavne na iónové anorganické analyty pred ich stanovením spektrometrickými metódami.

Výhody spojenia prietokového usporiadania s CPE postupmi možno zhrnúť nasledovne: mechanizácia a automatizácia, zvýšená presnosť a nízka spotreba reagenčných činidiel v spojení s extrakciami spĺňajúcimi princípy zelenej chémie a dosahované vysoké prekoncentračné faktory [24].

Jednu z možností prietokového usporiadania možno vidieť schématicky znázornenú na Obr. 3. Zapojenie dávkovacieho ventilu v takomto usporiadaní pri zachytení SRP v minikolóne možno vidieť na Obr. 4 (A) a zapojenie pri elúcii SRP z minikolóny možno vidieť na Obr. 4 (B).



Obr. 3. Schématické znázornenie jednej z možností separácie a elúcie SRP v prietokovom usporiadaní CPE (*flow-based CPE*) [24]; S – vzorka; R – komplexotvorné činidlo/tenzid; E – elučné činidlo; C – minikolóna na zachytenie SRP; B – cievkový reaktor (prerušovaná čiara znázorňuje možnosť zahrievania daného zariadenia); D – detekčný systém; W – odpad



Obr. 4. Zapojenie dávkovacieho ventilu v prietokovom usporiadaní CPE („*flow-based*“ CPE), pri zachytení SRP na minikolónu (A) a pri elúcii SRP z minikolóny (B) [24]; V – dávkovací ventil; ostatné symboly sú totožné so symbolmi uvedenými na Obr. 3

4. *Ultrasound-assisted CPE (UA-CPE)*

Ultrazvuk je typ energie, ktorý je nápomocný pri mnohých postupoch využívaných v analytických laboratóriách. Môže ísť o určité predbežné operácie (napríklad čistenie, odplynenie, rozprašovanie), ale predovšetkým napomáha pri predúprave tuhých vzoriek (napríklad rozklad, lúhovanie, tvorba suspenzií), kvapalých vzoriek (napríklad extrakcia v systéme kvapalina-kvapalina, emulgácia, homogenizácia) alebo napomáha pri úprave heterogénnych vzoriek (napríklad filtrácia, agregácia, rozpúšťanie tuhých zložiek, kryštalizácia, zrážanie, odpeňovanie, odplynenie) [25]. V publikovaných prácach sa uvádza, že využitie ultrazvuku v postupoch *ultrasound-assisted CPE (UA-CPE)* vedie k urýchleniu tvorby zákalu tým, že dochádza k zvýšeniu intenzity a rýchlosti interakcií medzi tenzidom a vodnou fázou. V prípade špeciálnej analýzy chrómu, kde vypracovaný postup využil redukciu Cr(VI) jodidom v kyslom prostredí, ultrazvuk napomohol nielen pri urýchlení tvorby zákalu, ale urýchlil aj spomínanú reakciu [26]. Zmes dvoch neiónových tenzidov bola použitá pri vypracovaní UA-CPE postupu pre separáciu a prekoncentráciu Cd a Pb pred ich stanovením FAAS [27]. Vypracovaný postup značne urýchlil fázovú separáciu a zlepšil výťažnosti sledovaných analytov. Selektívne stanovenie As(V) v prítomnosti značného nadbytku

As(III) pred jeho stanovením metódou FAAS s využitím neiónového tenzidu PONPE 7.5 bolo opísané v ďalšej práci [28]. Stopový V v morskej uhorky bol spoľahlivo stanovený s využitím UA-CPE postupu v spojení s ETAAS detekciou [29]. Porovnanie dvoch extrakčných postupov využívajúcich ultrazvuk, a to UA-CPE a UA-DLLME (*ultrasound-assisted dispersive liquid liquid microextraction*) možno nájsť pri stanovení stopovej Cu v rôznych vzorkách vôd, s využitím spektrofotometrickej detekcie [30]. Stopové koncentrácie Mn, Zn a Sn v rôznych potravinách boli stanovené metódou FAAS po ich nakoncentrovaní s využitím UA-CPE, kde pre tvorbu SRP bol použitý neiónový tenzid Tween 20 [31]. Stopové koncentrácie Sn a Sb v rôznych potravinách a nápojoch s využitím neiónového tenzidu PONPE 7.5 a FAAS detekcie možno nájsť aj v nedávno publikovanej práci [32].

Jednotlivé kroky UA-CPE postupu sú v podstate rovnaké ako v klasickom CPE postupe uvedenom na Obr. 1, avšak v tomto prípade je namiesto vodného kúpeľa použitý ultrazvuk. Dovolím si poznamenať, že aj napriek tomu, že autori vyzdvihujú urýchlenie UA-CPE v porovnaní s klasickou CPE, možno zaváhať. V opisovaných postupoch sa časy „ultrazvukového pobytu“ zvyčajne uvádzajú od 5 až do 25 min, centrifugácia trvá zvyčajne 5-10 min a 5 min časy sa uvádzajú pri

ľadových kúpeľoch. Zaujímavým zistením je nastavenie inkubačnej teploty pri neiónovom tenzide Triton X-100, kde autori [29] použili teplotu 50 °C (CPT pre Triton X-100 sa uvádza 65 °C), pričom neuvádzajú žiadny špeciálny prídavok solí, ktorý by napomohol znížiť teplotu potrebnú na vytvorenie zákalu. Naopak príliš vysokú teplotu uvádzajú autori [30] pri neiónovom tenzide Triton X-114, a to 55 °C, kde bežne postačujú teploty už mierne nad 25 °C.

5. *Microwave-assisted CPE (MW-CPE)*

Využitie mikrovlnového žiarenia umožňuje lepšiu kontrolu chemických reakcií uskutočnených za vysokých teplôt a tlakov a tiež urýchľuje prenos tepla. V analytických postupoch prispieva k významnému zníženiu spotreby nebezpečných činidiel ako aj k zníženiu vyprodukovaného odpadu. V prípade CPE postupov, kedy hovoríme o *microwave-assisted CPE (MW-CPE)*, autori opisujú urýchlenie fázovej separácie pri nižších reakčných teplotách. V literatúre možno nájsť využitie týchto postupov pri separácii platinových kovov pred ich stanovením metódou ICP-MS [33-36]. Použitím MW-CPE s 2-merkaptobenzotiazolom (2-MBT) sa podarilo získať spoľahlivé výsledky pre Rh, Pd a Pt [33,34]. Mierne modifikovaný postup [34] umožnil odstrániť interferencie spôsobené hafniom ((179)Hf(16)O) a následne bol použitý pri stanovení Pt v uhoľných koksoch pomocou ICP-MS [35]. Interferencie pri komplexácii platinových kovov a Au s 2-MBT spôsobené kyselinou dusičnou boli potlačené prídavkom kyseliny aminosulfónovej [36]. Zvýšenie extrakčných výťažností bolo zaznamenané v prípade všetkých sledovaných analytov okrem Ir, kde výťažnosti neprekročili 40 % [36]. V rýchlom MW-CPE postupe pre stanovenie ultrastopových koncentrácií Au a Tl vo vodách a pôdach nebolo použité žiadne komplexotvorné činidlo a pre tvorbu SRP bola použitá zmes neiónového tenzidu Triton X-114 a iónového tenzidu cetyltrimetyl-amóniumbromidu (CTAB) [37].

6. Záver

CPE patrí v súčasnosti k značne využívanej technike na separáciu a prekoncentráciu (ultra)stopových kovov v rôznych matriciach,

čo možno nájsť obširne zdokumentované v mnohých prehľadoch publikovaných na túto tému. Výhody CPE v porovnaní s extrakciami v systéme kvapalina-kvapalina sú nesporné. Uviesť možno využívanie netoxických tenzidov, dosahovanie vysokých extrakčných výťažností, dosahovanie vysokých prekoncentračných faktorov, využívanie nízkonákladových reakčných činidiel alebo minimálnu tvorbu odpadu. Hlavnou nevýhodou tejto separačnej techniky je však nepochybne čas, ktorý sa v klasických CPE postupoch pohybuje medzi 30-45 min. A práve tento fakt viedol k návrhu nových technických prevedení tejto separačnej techniky, v ktorých je úspora času značná. Z opísaných prevedení, možno naozaj vysoko vyzdvihnúť *rapidly synergistic CPE*, kde po pridaní zanedbateľného objemu oktanolu možno CPE uskutočniť pri laboratórnej teplote a k tvorbe SRP dochádza už po 1 minúte intenzívneho trepania, alebo technické prevedenie *flow-based CPE*, kde okrem vynechania centrifugácie boli často opisované aj oveľa nižšie zriedňovacie faktory. Predpoklad využívania týchto rýchlejších CPE postupov na separáciu a prekoncentráciu (ultra)stopových kovov v spojení s bežne dostupnými spektrometrickými metódami je vysoký.

Práca vznikla v rámci riešenia projektu, ktorý je finančne podporovaný grantom Vedeckej grantovej agentúry Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu SR a Slovenskej akadémie vied VEGA 1/0153/17.

Literatúra

1. X.D. Wen, L.Q. Ye, Q.W. Deng., L. Peng, Spectrochim. Acta, Part A 83 (2011) 259-261
2. X.D. Wen, Z. Zhao, Q.W. Deng, S.L. Ji, X. Zhao, J. Guo, Spectrochim. Acta, Part A 89 (2012) 1-6
3. X.D. Wen, Q.W. Deng, S.L. Ji, S.C. Yang, L. Peng, Microchem. J. 100 (2012) 31-35
4. X.D. Wen, L. He, C.S. Shi, Q.W. Deng, J.W. Wang, X. Zhao, Spectrochim. Acta, Part A 115 (2013) 452-456
5. X.D. Wen, Y. Zhao, Q.W. Deng, J. Guo, X. Zhao, S.L. Ji, Microchim. Acta 178 (2012) 139-146
6. X.D. Wen, H.Z. Zhan, Q.W. Deng, S.C. Yang, Anal. Methods 6 (2014) 5047-5053
7. R. Rahnama, S. Eram, M.R. Jamali, J. Brazil. Chem. Soc. 25 (2014) 658-664
8. X.D. Wen, Y.Y. Zhang, C.Y. Li, X. Fang, X.C. Zhang, Spectrochim. Acta, Part A 123 (2014) 200-205

9. L.Q. Chen, Z.R. Lei, S.C. Yang, X.D. Wen, *Microchem. J.* 130 (2017) 452-457
10. R. Rahnama, M. Najafi, *Environ. Monit. Assess.* 188 (2016) Art. No.: 150
11. F.H. Quina, W.L. Hinze, *Ind. Eng. Chem. Res.* 38 (1999) 4150-4168
12. R.M. Frizzarin, F.R.P. Rocha, *Anal. Chim. Acta* 820 (2014) 69-75
13. N. Dalali, N. Javadi, Y.K. Agrawal, *Turkish J. Chem.* 32 (2008) 561-570
14. D. Kara, *Talanta* 79 (2009) 429-435
15. V.A. Lemos, P.X. Baliza, A.L. Carvalho, R.V. Oliveira, L.S.G. Teixeira, M.A. Bezerra, *Talanta* 77 (2008) 388-393
16. E.K. Paleologos, A.G. Vlessidis, M.I. Karayannis, N.P. Evmiridis, *Anal. Chim. Acta* 477 (2003) 223-231
17. M. Garrido, M.S. Di Nezio, A.G. Lista, M. Palomeque, B.S. Fernández-Band, *Anal. Chim. Acta* 502 (2004) 173-177
18. Y. Li, B. Hu, Z. Jiang, *Anal. Chim. Acta* 576 (2006) 207-214
19. P.X. Baliza, L.A.M. Cardoso, V.A. Lemos, *Environ. Monit. Assess.* 184 (2012) 4455-4460
20. R.A. Gil, J.A. Salonia, J.A. Gásquez, A.C. Olivieri, R. Olsina, L.D. Martinez, *Microchem. J.* 95 (2010) 306-310
21. J. Nan, Y. Jiang, X. Yan, *J. Anal. At. Spectrom.* 18 (2003) 946-950
22. V.A. Lemos, G.T. David, *Microchem. J.* 94 (2010) 42-47
23. R.A. Gil, J.A. Gásquez, R. Olsina, L.D. Martinez, S. Cerutti, *Talanta* 76 (2008) 669-673
24. W.R. Melchert, R.F.P. Rocha, *Rev. Anal. Chem.* 35 (2016) 41-52
25. F. Priego-Capote, M.D. Luque de Castro, *Anal. Bioanal. Chem.* 387 (2007) 249-257
26. M. Hashemi, S.M. Daryanavard, *Spectrochim. Acta, Part A* 92 (2012) 189-193
27. Z.H. Li, J.X. Chen, M.S. Liu, Y.L. Yang, *Anal. Methods* 6 (2014) 3241-3246
28. N. Altunay, R. Gurkan, U. Kir, *Anal. Methods* 7 (2015) 6629-6639
29. Y.J. Liu, J. Xu, Y. Xue, J.F. Wang, Y.G. Chang, C.H. Xue, *Int. J. Environ. Anal. Chem.* 9 (2015) 258-270
30. S.C. Yang, X. Fang, L.J. Duan, S. Yang, Z.R. Lei, X.D. Wen, *Spectrochim. Acta, Part A* 148 (2015) 72-77
31. N. Altunay, R. Gurkan, S. Korkmaz, *Anal. Methods* 8 (2016) 5930-5939
32. N. Altunay, R. Gurkan, E. Yildirim, *Food Anal. Methods* 9 (2016) 2690-2971
33. K. Simitchiev, V. Stefanova, V. Kmetov, G. Andreev, A. Sanchez, A. Canals, *Talanta* 77 (2008) 889-896
34. K. Simitchiev, V. Stefanova, V. Kmetov, G. Andreev, N. Kovachev, A. Canals, *J. Anal. At. Spectrom.* 23 (2008) 717-726
35. M. Niemela, S.M. Huttunen, S.S. Gornostayev, P. Peramaki, *Microchim. Acta* 166 (2009) 255-260
36. T. Suoranta, M. Niemela, P. Peramaki, *Anal. Methods* 6 (2012) 9321-9327
37. N.N. Meeravali, S.J. Jiang, *J. Anal. At. Spectrom.* 23 (2008) 1365-1371

VYUŽITIE FTIR SPEKTROMETRIE PRI FORENZNOM POROVNANÍ DVOCH VZORIEK PÔDY PODOBNEJ / ROVNAKEJ FARBY

Lucia Kořenková, Marek Bujdoš

Ústav laboratórneho výskumu geomateriálov,
Prírodovedecká fakulta, Univerzita
Komenského v Bratislave, Mlynská dolina,
Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava
korenkova@fns.uniba.sk

Abstrakt

Pôda môže zohrávať dôležitú úlohu vo forenzných postupoch vedúcich k preukázaniu vzájomného prepojenia podozrivých osôb alebo predmetov s miestom zločinu porovnaním vzoriek z miesta činu so vzorkami odobratými z predmetov patriacich osobám podozrivých zo spáchania trestného činu. Pri zvažovaní možných metód charakterizácie pôdy pre forenzné aplikácie je infračervená

spektroskopia s Fourierovou transformáciou technika s mnohými výhodami. Umožňuje charakterizáciu veľmi malých množstiev materiálu, je nedeštruktívna, nevyžaduje náročnú prípravu vzorky a poskytuje pohľad na celkový chemický profil zahŕňajúci organické i anorganické zložky. Táto metóda bola využitá aj pri vzájomnom odlíšení dvoch farebne takmer identických vzoriek odobratých z miest vzdialených približne 170 km od seba.

Kľúčové slová

pôda, farba, forenzný, FTIR spektroskopia, spektrum

1. Úvod

Pôda, ktorej súčasťou je aj voda a vzduch, je komplexnou zmesou rôznych organických a anorganických častíc, ktoré sa v stopových koncentráciách často vyskytujú ako dôkazový materiál zachytený na rozličných predmetoch.

Ak dokážeme zloženie tejto komplexnej matrice správne analyzovať a porovnať s inými vzorkami pôdy, pribudne do súboru prostriedkov súdneho vyšetrovateľa silný forenzný nástroj [1]. Väčšina pôdných vzoriek je na základe farby navzájom veľmi dobre odlíšiteľná. Pri určovaní farby suchej pôdy treba dbať na dôkladné vysušenie vzorky, keďže tá istá pôda má za sucha a za vlhka rozdielnu farbu [2]. Na objasnenie farebnej charakteristiky posudzovanej vzorky sa najčastejšie používajú Munsellove tabuľky [3], nakoľko predstavujú efektívny a cenovo dostupný spôsob hodnotenia a klasifikácie pôdnej farby. Priradenie čo najvernejšej farby danej vzorky však zahŕňa určitú subjektivitu a môže byť ovplyvnené svetelnými podmienkami; nenájdu sa dvaja ľudia, ktorí by opísali rovnaký farebný odtieň tými istými slovami [4]. Ak sa dve vzorky nepodarí od seba spoľahlivo odlíšiť na základe farby, pôda je analyzovaná metódou infračervenej spektrometrie s Fourierovou transformáciou - FTIR. Pomocou FTIR môže forenzný chemik začať s identifikáciou spornej vzorky meraním jej jedinečnej interakcie s infračerveným žiarením. Táto vzájomná interakcia žiarenia s meranou vzorkou, ktorá je funkciou vlnovej dĺžky, sa niekedy nazýva chemický odtlačok. Pre čistú látku je jedinečný a tým umožňuje jej identifikáciu. Vzhľadom k tomu, že analyzované vzorky sú zvyčajne zmesi a nie čisté látky, je často potrebný ďalší krok. Pomocou plynového chromatografu s hmotnostným spektrometrom je možné jednotlivé zlúčeniny v zmesi oddeliť a každú z nich následne identifikovať. Po separácii zlúčenín v plynovom chromatografe sú tieto rozbité na fragmenty, ionizované a hmotnostným spektrometrom sú stanovené pomery m/z každého z nich. Vygenerovaný profil m/z jednotlivých fragmentov je jedinečný pre danú zlúčeninu a umožňuje jej identifikáciu [5]. FTIR záznamom neupravovaných pôdných vzoriek dominujú anorganické zložky a preto spektrá vykazujú značnú podobnosť [6,7]. Prevaha minerálneho materiálu môže obmedziť rozsah a presnosť charakterizácie pôdnej organickej hmoty. Alternatívny prístup preto spočíva vo výpočte, v ktorom sa spektrum pôdy, z ktorej bola odstránená organická hmota (napr.

spaľovaním, chemickou oxidáciou), odčíta od pôvodného pôdneho spektra. Takouto metódou je napr. technika termálnej substrakcie. Vzorka pôdy je pomletá s bromidom draselným (KBr), zlisovaná do tenkej priehľadnej pelety a analyzovaná pomocou FTIR. Následne je peleta pomletá, prášok umiestnený do sklenenej liekovky a 15 minút zahrievaný na 650°C v muflovej peci, aby sa rozložili organické zložky. Po vychladnutí je vzorka opäť zlisovaná do pelety a podrobená FTIR analýze. IČ spektrá získané po pyrolýze sa odpočítajú od spektier získaných pred pyrolýzou a výsledné odčítané spektrá predstavujú absorpciu IČ žiarenia organickými zložkami obsiahnutými v pôdnej vzorky. Hoci odborníci sa zhodujú v tom, že tento postup môže zvýrazniť spektrum organickej hmoty, niektorí sa domnievajú, že takýto postup môže viesť k nesprávnemu odčítaniu, čo môže negatívne ovplyvniť presnosť spektrálnych analýz pôdnej organickej hmoty [8-10]. Preto bola FTIR analýza pôdných vzoriek v našom prípade prevedená tak ako je uvedené v Experimentálnej časti [3].

2. Experimentálna časť

2.1. Odber a príprava vzoriek

Vzorky pôdy boli odobraté na dvoch miestach vzdialených od seba približne 170 km z hĺbky 5-15 cm, vysušené pri izbovej teplote ($22,5 \pm 2,5^\circ\text{C}$), podrvené, preosiate cez sito s okami o veľkosti 2 mm, väčšie rastlinné zvyšky boli zlikvidované. Takto získaná jemnozeme bola uskladnená v prachovniciach a pripravená na ďalšie analýzy. Pôdy boli zaklasifikované s použitím Morfogenetického klasifikačného systému pôd Slovenska [11] ako Čiernica kultizemná karbonátová ČAa^c. Farba pôdy bola určená za sucha i za vlhka podľa Munsellových tabuliek [3]. Pomocou GPS zariadenia boli zaznamenané súradnice pre obe odberové miesta; ČAa^c - Gabčíkovo, Slovensko: N 47°54'23.3'', E 17°35'26.1'' a ČAa^c - Blučina, Česká republika: N 49°03'19.08'', E 16°39'43.08''.

2.2. FTIR spektrometria

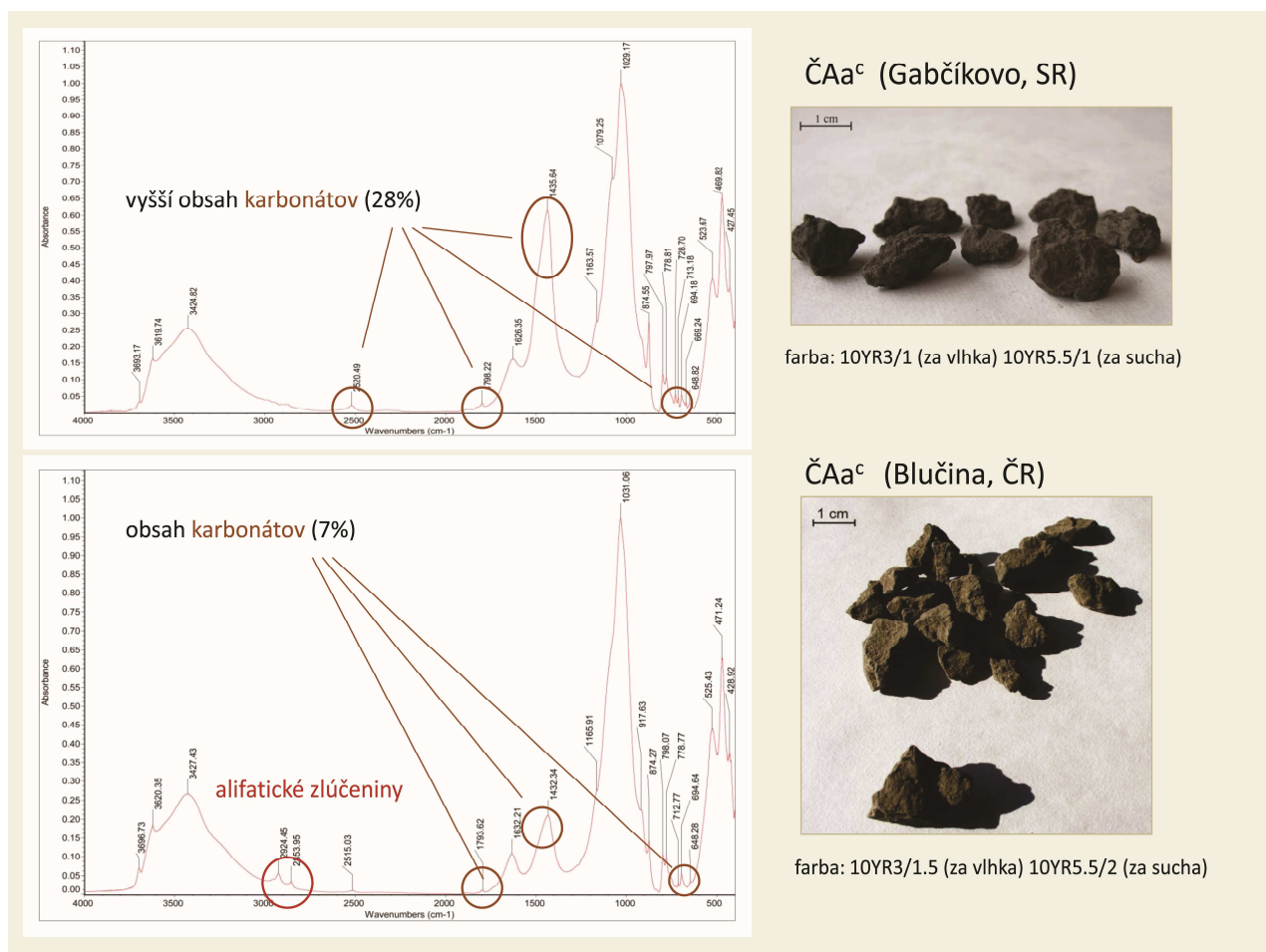
Pred spektrálnou analýzou boli obe vzorky pôdnej jemnozeme rozdrvené na prášok v achátovom mlyne. Získaný prášok bol potom

zhomogenizovaný s KBr a pri tlaku približne 200 kPa zlisovaný do tenkej pelety s pomerom vzorka/KBr = 2/200. Infračervené spektrá sa merali na spektrometri FT-IR Nicolet Magna 750 s DTGS detektorom a softvérom OMNIC 7.1 v strednej infračervenej oblasti (4000 do 400 cm^{-1}), spektrá boli normalizované vzhľadom na referenčný pás 1034 cm^{-1} a získané údaje sú prezentované ako hodnoty absorbancie.

3. Výsledky a diskusia

Farba oboch skúmaných pôdnych vzoriek určená pomocou Munsellových farebných tabuliek skupinou piatich posudzovateľov bola vyhodnotená ako takmer identická; ČAa^c - Gabčíkovo 10YR3/1 (za vlhka), 10YR5.5/1 (za sucha) a ČAa^c - Blučina 10YR3/1.5 (za

vlhka), 10YR5.5/2 (za sucha). Nepatrný rozdiel v hodnote chroma (stupeň sýtosti farby) mohol byť spôsobený jednak tým, že vnímanie farieb v Munsellových tabuľkách je do istej miery subjektívne a tiež tým, že vzorky boli odoberané v rozdielnom čase. Keďže pre forenzné účely by nebolo takéto odlíšenie vzoriek dostatočne preukazné, pristúpili sme k FTIR analýze. Najväčší význam pri identifikácii organických zlúčenín má oblasť spektra v rozmedzí vlnočtov 400-4000 cm^{-1} . V tejto oblasti sa organické zlúčeniny prejavujú najväčším počtom absorpčných pásov. Navyše oblasť medzi 650-1500 cm^{-1} je typická pre každú organickú látku; neexistujú dve rôzne organické zlúčeniny s rovnakým spektrálnym prejavom v tejto oblasti [12].



Obr. 1. Výsledky FTIR analýzy pre vzorky Čiernice kultizemnej karbonátovej ČAa^c odobraté v obci Gabčíkovo (SR) a Blučina (ČR); spektrá znázorňujúce prítomnosť pôdnej organickej hmoty a minerálnych látok

Výstupy analýzy korešpondovali s tvrdením Thorntona [6], že FTIR spektru neupravovanej pôdy dominujú anorganické zložky a spektrá takýchto vzoriek sú od seba pomerne ťažko odlíšiteľné. Aj keď sú obe analyzované vzorky

spektrálne podobné, mierne sa líšia v obsahu a kvalite organickej hmoty, čo sa odráža najmä na pásoch v oblasti 2900-2800 cm^{-1} . Intenzita pásov medzi 3020 a 2800 cm^{-1} závisí od obsahu pôdnej organickej hmoty,

predovšetkým od obsahu labilných organických zlúčenín. Pásky sú preto veľmi nevýrazné v pôde s nízkym obsahom labilných zlúčenín v organickej hmote (ČAa^c - Gabčíkovo). Najzásadnejší rozdiel medzi týmito dvoma pôdami bol však v obsahu CaCO₃. Obe pôdy obsahovali CaCO₃, ako je zohľadnené už v názve, čiernica z Blučiny však obsahovala viac karbonátov v hlbšej časti profilu, v A horizonte sa obsah CaCO₃ pohyboval okolo 7 %. Naproti tomu v čiernici odobratej v Gabčíkove boli karbonáty koncentrované bližšie pri povrchu; v A horizonte, z ktorého boli odobierané vzorky, bol obsah CaCO₃ stanovený na 28 %; vid' rozdiel v intenzite pásov pri 2520 a 1435 cm⁻¹ (Obr. 1).

4. Záver

Infračervená spektroskopia prináša efektívny spôsob určovania prítomnosti jednotlivých funkčných skupín v molekule organickej látky, ako aj spôsob štruktúrnej analýzy anorganických materiálov. Jej značnou výhodou je tiež možnosť merania vzoriek vo všetkých skupenských stavoch. Pre potreby tejto štúdie bola FTIR analýza prevedená za účelom odlíšenia dvoch vzoriek rovnakého typu pôdy, ktoré boli odobraté na miestach vzdialených niekoľko desiatok kilometrov od seba a farba ich povrchového horizontu určená pomocou Munsellových tabuliek bola takmer identická. FTIR analýza poukázala najmä na rozdiel v obsahu CaCO₃, kvalite i kvantite pôdnej organickej hmoty. Na spoľahlivé

vyúčtovanie rovnakého pôvodu porovnávaných vzoriek sú však nutné ďalšie fyzikálne, chemické, morfológické a mineralogické analýzy.

Podakovanie: Tento článok vznikol vďaka podpore grantovej agentúry VEGA - grant č. 1/0164/17.

Literatúra

1. S. Uitdehaag, W. Wiarda, T. Donders, I. Kuiper, J. Forensic Sci 62 (2017) 861-868
2. S. Bell, Encyclopedia of forensic science, Infobase Publishing, New York, 2008
3. Munsell Soil Color Charts, New Windsor, NY: Macbeth Division of Kollinor Instruments Corporation, 10, 1994
4. Web: <http://munsell.com/color-blog/soil-color-chart-archaeology-clay-roof>
5. D. Collins, Forensic chemistry module, Thomas Brooks/Cole, 2007
6. J.I. Thornton, Forensic soil characterization, Forensic Science Progress, Vol. I, Springer-Verlag, Berlin, 1986
7. R.J. Cox, H.L. Peterson, J. Young, C. Cusik, E.O. Espinoza, Forensic Sci. Int. 108 (2000) 107-116
8. S.J. Parikh, K.W. Goynes, A.J. Margenot, F.N.D. Mukome, F.J. Calderón, Adv. Agron. 126 (2014) 1-148
9. A.J. Margenot, F.J. Calderón, T.M. Bowles, S.J. Parikh, L.E. Jackson. Soil Sci. Soc. Am. J. 79 (2015) 772-782
10. A.J. Margenot, F.J. Calderón, S.J. Parikh, Soil Sci. Soc. Am. J. 80 (2016) 10-26
11. Societas Pedologica Slovaca, Morphogenetic soil classification system of Slovakia, Soil Science and Conservation Research Institute, Bratislava, 2000
12. E. Otyepková, L. Kvítek, M. Otyepka, A. Panáček, Cvičení z vybraných fyzikálně-chemických metod, Katedra fyzikální chemie, Univerzita Palackého v Olomouci, 2004

SPRÁVY Z ODBORNÝCH AKCIÍ

19TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ENVIRONMENTAL POLLUTION AND ITS IMPACT ON LIFE IN THE MEDITERRANEAN REGION

4-6 October 2017

Rome, Italy

<http://www.mesaep.org/symposia/rome-italy-2017/invitation/index.html>

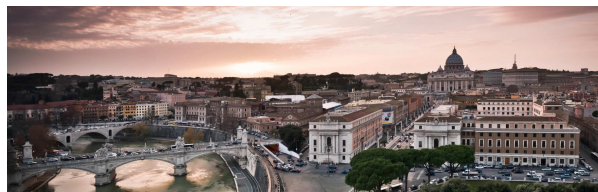


19. ročník medzinárodnej konferencie *International Symposium on Environmental Pollution and its Impact on Life in the*

Mediterranean Region sa konal v Ríme na pôde *National Research Council* počas troch dní (4.-6. 10. 2017). Na akcii, ktorej hlavným organizátorom bola *Mediterranean Scientific Association of Environmental Protection* (MESAEP), sa zúčastnilo viac ako 200 vedeckých a iných pracovníkov z celej Európy. Konferenciu predsedal prezident MESAEP prof. Dr. Denis Sarigiannis.



Odborný program akcie obsahoval 11 sekcií s 3 kľúčovými prednáškami, 108 prednáškami, 57 tzv. *Rapid fire* prezentáciami a 140 posterami. Abstrakty príspevkov boli publikované v konferenčnom zborníku.



Na konferencii prezentovali svoje príspevky traja účastníci zo Slovenska:

- M. Urík: *Effect of humic acids and low molecular weight organic fungal exudates on aluminium bioextraction, mobility and bioaccumulation*
- I. Hagarová: *Application of quillaja saponin as a remediation agent for contaminated soils and sediments*
- P. Matúš: *Determination of thallium species in acid mine waters using solid phase extraction and ET AAS*
- P. Matúš: *Determination of trace amounts of labile cationic aluminium species in water samples using some nano-sized metaloxides and fungal biomass*

Peter Matúš

Foto: web MESAEP (2)

JESENNÝ CYKLUS ODBORNÝCH SEMINÁROV

24.-26. október 2017

Nitra, Banská Bystrica, Košice

<http://www.pragolab.sk>



Počas troch dní sa v troch slovenských mestách uskutočnil ďalší jesenný cyklus odborných seminárov, organizovaný firmou PRAGOLAB, s.r.o. a SSS, venovaný vybraným aplikáciám v oblasti prístrojovej techniky. Na seminároch sa zúčastnili pracovníci z výskumných inštitúcií, verejného sektora a priemyselných a iných podnikov. Oficiálny program seminára obsahoval dva bloky prednášok:

- M. Kondeková: *Iónová chromatografia, a prečo vlastne?*
- J. Nagyová: *KOLÓNA ako SRDCE chromatografickej separácie*

- M. Danková: *Potrebuje nové technológie?*
- V. Čižmár: *Krížom-krážom spektrometriou*
- R. Cibula: *Predstavenie nového ICP-MS triple quadrupole - iCAP TQ*
- D. Perďochová: *Prečo je termická analýza dôležitá? Možnosti využitia termickej analýzy v rôznych oblastiach priemyslu*
- J. Karas: *Moderní přístup k rutinní mikroskopii*
- V. Škorík: *Mikroskopia v priemysle*



Peter Matúš

Foto: web Pragolab, s.r.o. (1)

BUDÚCE ODBORNÉ AKCIE

SLOVENSKO A ČESKÁ REPUBLIKA

Měření vibračních spekter

15.-19. leden 2018

VŠCHT Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Interpretace vibračních spekter

22.- 26. leden 2018

VŠCHT Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Stanovenie NEL a EL vo vodách a pôdach

19. február 2018

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

Základy FTIR spektroskopie

5.-7. marec 2018

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

18th Radiochemical Conference

13-18 May 2018

Mariánské Lázně, Czech Republic

<http://www.radchem.cz>

16th Czech-Slovak Spectroscopic Conference

27-31 May 2018

Luhačovice, Czech Republic

<http://16cssc2018.spektroskopie.cz>

13th International Symposium on the Synthesis and Applications of Isotopes and Isotopically Labelled Compounds

3-7 June 2018

Prague, Czech Republic

<http://www.iis-prague2018.cz>

24th International Symposium on Separation Sciences / 21st International Conference Analytical Methods and Human Health

17-20 June 2018

Jasna – Low Tatras

<https://iss2018.sk>

Mössbauer Spectroscopy in Materials Science msms2018

25-29 June 2018

Prague, Czech Republic

<http://www.spektroskopia.sk>

70. Sjezd chemiků

9.-12. září 2018

Zlín, ČR

<http://www.csch.cz>

13th International Conference on Solid State Chemistry

16-21 September 2018

Pardubice, Czech Republic

<http://www.ssc-conference.com/2018>

Úvod do Ramanovej spektrometrie a mikroskopie nanoobjektov

8.-10. október 2018

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

FTIR Analýza palív a mazív

29. október 2018

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

CECE 2018

15-17 October 2018

Brno, Czech Republic

<http://www.ce-ce.org>

Teoretické základy infračervenej mikroskopie

5. november 2018

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

ZAHRANIČIE

Winter Conference on Plasma Spectrochemistry 2018

8-13 January 2018
Amelia Island, Florida
<http://icpinformation.org>

21st Annual Meeting of the Israel Analytical Chemistry Society

23-24 January 2018
David Intercontinental Hotel, Tel-Aviv, Israel
<http://bioforumconf.com/isranalytica18>

34th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis

18-21 February 2018
Rio de Janeiro, Brazil
<http://www.msb2018.org>

11th Winter Symposium on Chemometrics

26 February - 2 March 2018
Saint Petersburg, Russia
<http://wsc.chemometrics.ru/wsc11>

18th Symposium on Molecular Spectroscopy

19-20 March 2018
Tsukuba, Japan
<http://regulus.mtr11.info.hiroshima-cu.ac.jp/~molspec/e-index.html>

European Symposium on Atomic Spectrometry / Colloquium Analytische Atomspektroskopie (ESAS & CANAS)

20-23 March 2018
Berlin, Germany
https://moreevent.meetingmasters.de/moreEvent-bam/public/event/829/home?request_locale=en

4th International Glow Discharge Spectroscopy Symposium

16-18 April 2018
Berlin, Germany
<http://ew-gds.com>

5th International Symposium on Microscopy and Spectroscopy

24-30 April 2018
Oludeniz, Turkey
<http://www.intermcongress.org>

4th Mediterranean Conference on the Applications of the Mössbauer Effect 2018

27-31 May 2018
Zadar, Croatia
<https://mecame2018.irb.hr>

9th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry

10-13 June 2018
Loen, Norway
<http://nordicplasma.com>

Adriatic NMR Conference

15-17 June 2018
Mali Ston, Croatia
<http://adriatic-nmr-conference.chem.pmf.hr>

40th International Conference on Environmental & Food Monitoring

19-22 June 2018
Santiago de Compostela, Spain
<http://www.iseac40.es>

Sixth Asian NIR Symposium on Near Infrared Spectroscopy

21-24 June 2018
Kunming, China
http://ans2018.allconfs.org/meeting/index_en.asp?id=4422

European Conference on X-Ray Spectrometry

24-29 June 2018
Ljubljana, Slovenia
<https://exrs2018.ijs.si>

14th European Workshop on Laser Ablation

26-29 June 2018
Pau, France
<https://ewla2018.sciencesconf.org>

16th Hungarian-Italian Symposium on Spectrochemistry

2-4 July 2018
Tihany, Hungary
vgmihuez@chem.elte.hu

34th European Congress on Molecular Spectroscopy

19-24 August 2018

Coimbra, Portugal

<http://www.qui.uc.pt/eucmos2018>

7th EuCheMS Chemistry Congress

26-30 August 2018

Liverpool, United Kingdom

<https://www.euchems2018.org>

22nd International Mass Spectrometry Conference

26-31 August 2018

Florence, Italy

<http://www.imsc2018.it>

25th International Conference on High Resolution Molecular Spectroscopy

3-7 September 2018

Bilbao, Spain

<http://www.chem.uni-wuppertal.de/conference>

1st International Conference on Ion Analysis

9-13 September 2018

Berlin, Germany

<https://www.icia-conference.net>

SIMS Europe 2018

16-18 September 2018

Münster, Germany

<https://www.sims-europe.org>

14th International Conference on the Applications of Magnetic Resonance in Food Science

17-21 September 2018

Rennes, France

<https://www.foodmr.org>

EcoBalt 2018

25-27 October 2018

Vilnius, Lithuania

<http://www.ecobalt.chgf.vu.lt>

NOVÉ KNIHY

Applications of Mössbauer Spectroscopy in Mineralogy

Jozef Sitek, Katarína Sedláčková, Július

Dekan

LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017,
60 p.

ISBN 6202009098

UV-Visible Spectrophotometry of Water and Wastewater

Olivier Thomas and Christopher Burgess

(Eds.)

Elsevier Science, 2017, 538 p.

ISBN 0444638970

Recent Trends in Materials Science and Applications: Nanomaterials, Crystal Growth, Thin films, Quantum Dots & Spectroscopy

Jeyasingh Ebenezar (Ed.)

Springer, 2017, 735 p.

ISBN 3319448897

Laser induced plasma spectroscopy using pulse CO₂ laser

Ali Khumaeni

LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017,
232 p.

ISBN 3330322837

Redox and Spectroscopic Investigations of Some Active Compounds: Redox mechanism & biocidal applications

Abdur Rauf and Afzal Shah

LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017,
176 p.

ISBN 6202053232

High Precision Optical Spectroscopy and Quantum State Selected Photodissociation of Ultracold 88Sr₂ Molecules in an Optical Lattice

Mickey McDonald

Springer, 2017, 183 p.

ISBN 3319687344

**Handbook of Advanced Chromatography /
Mass Spectrometry Techniques**

Michal Holcapek and Wm. Craig Byrdwell
(Eds.)
Academic Press and AOCS Press, 2017, 520 p.
ISBN 012811732X

**CRC Handbook of Furnace Atomic
Absorption Spectroscopy**

Asha Varma
CRC Press, 2017, 442 p.
ISBN 1138105074

**Guide to Spectroscopic Identification of
Organic Compounds**

Karen Feinstein
CRC Press, 2017, 136 p.
ISBN 1138455997

**NMR and Chemistry: An introduction to
modern NMR spectroscopy**

J.W. Akitt
CRC Press, 2017, 400 p.
ISBN 1138410233

**CRC Handbook of Fundamental
Spectroscopic Correlation Charts**

Thomas J. Bruno
CRC Press, 2017, 240 p.
ISBN 1138410209

Mass Spectrometry for the Novice

John Greaves
CRC Press, 2017, 309 p.
ISBN 1138410217

Optical Astronomical Spectroscopy

C.R. Kitchin
CRC Press, 2017, 288 p.
ISBN 1138406295

Introductory Mass Spectrometry

Stephen Shrader
CRC Press, 2017, 189 p.
ISBN 1138402494

**Spectroscopic Insights in the Gas Detection
Mechanism of Tin Dioxide Based Gas
Sensors**

David Degler
Shaker Verlag GmbH, 2017, 114 p.
ISBN 3844055096

NMR Spectroscopy in Liquids and Solids

Vladimir I. Bakmutov
CRC Press, 2017, 360 p.
ISBN 1138406902

Spectroscopy

Edward Charles Cyril Baly
Andesite Press, 2017, 598 p.
ISBN 1375531522

**The Spectroscope: Its Uses in General
Analytical Chemistry**

Thomas Thorne Baker
Andesite Press, 2017, 154 p.
ISBN 1375659677

**Raman Scattering and Optical
Spectroscopies of Carbon Nanotubes**

Huy Nam Tran
Éditions universitaires européennes, 2017, 236
p.
ISBN 3330877774

**Advances in Applied Spectroscopy:
Concepts and Techniques**

Yashashchandra Dwivedi and Shyam Bahadur
Rai (Eds.)
Nova Science Pub Inc, 2017, 274 p.
ISBN 1536124397

**Annual Reports on NMR Spectroscopy,
Volume 92**

Graham A. Webb
Academic Press, 2017, 436 p.
ISBN 0128120843

**Complete Spectroscopy for Amateur
Astronomers**

Richard Walker and Marc Trypsteen
Cambridge University Press, 2017, 470 p.
ISBN 1316642569

Spectroscopic Methods in Food Analysis

Adriana S. Franca and Leo M.L. Nollet (Eds.)
CRC Press, 2017, 664 p.
ISBN 1498754619

Application of MASS Spectrometry

Ram Nandaniya and Ranjit Pada
LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017,
144 p.
ISBN 3659532312

Spectroscopy for Amateur Astronomers: Recording, Processing, Analysis and Interpretation

Marc F. M. Trypsteen and Richard Walker
Cambridge University Press, 2017, 162 p.
ISBN 1107166187

Molecular and Laser Spectroscopy: Advances and Applications

V.P. Gupta (Ed.)
Elsevier, 2017, 362 p.
ISBN 0128498838

Problems in Organic Structure Determination: A Practical Approach to NMR Spectroscopy

Roger G. Linington
CRC Press, 2017, 755 p.
ISBN 113845592X

Nanoscale Spectroscopy with Applications

Sarhan M. Musa (Ed.)
CRC Press, 2017, 600 p.
ISBN 1138072656

Mass Spectrometry in Chemical Biology: Evolving Applications

Norberto Peoporine Lopes and Ricardo Roberto da Silva (Eds.)
Royal Society of Chemistry, 2017, 312 p.
ISBN 1782625275

Frontiers and Advances in Molecular Spectroscopy

Jaan Laane (Ed.)
Elsevier Science, 2017, 788 p.
ISBN 0128112204

Lecture Notes on Impedance Spectroscopy: Measurement, Modeling and Applications, Volume 2

Olfa Kanoun
CRC Press, 2017, 176 p.
ISBN 1138111953

NMR Spectroscopy in the Undergraduate Curriculum: First Year and Organic Chemistry Courses Volume 2

David Soulsby, Laura J. Anna, Anton S. Wallner
American Chemical Society, 2017, 192 p.
ISBN 0841231389

Experimental Approaches of NMR Spectroscopy: Methodology and Application to Life Science and Materials Science

The Nuclear Magnetic Resonance Society of Japan (Ed.)
Springer, 2017, 636 p.
ISBN 9811059659

Infrared and Raman Spectroscopies of Clay Minerals, Volume 8

Will Gates, J. Theo Klopogge, Jana Madejova, Faïza Bergaya (Eds.)
Elsevier, 2017, 620 p.
ISBN 0081003552

Nuclear Planetary Science: Planetary Science Based on Gamma-Ray, Neutron and X-Ray Spectroscopy

Nobuyuki Hasebe, Kyeong Ja Kim, Eido Shibamura, Kunitomo Sakurai
World Scientific Pub Co Inc, 2017, 164 p.
ISBN 9813209704

Infrared and Raman Spectroscopy, Second Edition: Principles and Spectral Interpretation

Peter Larkin
Elsevier, 2017, 286 p.
ISBN 0128041625

Linearly Polarized IR Spectroscopy: Theory and Applications for Structural Analysis

Bojidarka Ivanova and Tsonko Kolev
CRC Press, 2017, 240 p.
ISBN 1138112852

Development of a Reference Database for Particle Induced Gamma Ray Emission (PIGE) Spectroscopy

International Atomic Energy Agency
International Atomic Energy Agency, 2017, 244 p.
ISBN 9201063172

Spectroscopy of Complex Oxide Interfaces: Photoemission and Related Spectroscopies

Claudia Cancellieri and Vladimir Strocov (Eds.)
Springer, 2017, 400 p.
ISBN 3319749889

Computational Optical Biomedical Spectroscopy and Imaging

Sarhan M. Musa (Ed.)
CRC Press, 2017, 476 p.
ISBN 1138748501

Spectrophotometric Determination of Antibiotics: Spectrophotometric Methods for the Determination of Paracetamol, Ascorbic acid, Aspirin, Tetracyclines and Cephalosporins

Kondaiah Seku and Suryanarayana Rao
Vepakomma
LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017,
184 p.
ISBN 6202076739

Mass Spectrometry

James M. Thompson
Pan Stanford, 2017, 220 p.
ISBN 9814774774

Applications of NMR Spectroscopy, Volume 4

Atta ur-Rahman and M. Iqbal Chaudhary
(Eds.)
Bentham Science Publishers, 2017, 304 p.
ISBN 168108144X

Applications of NMR Spectroscopy, Volume 6

M. Iqbal Choudhary and Atta ur Rahman
(Eds.)
Bentham Science Publishers, 2017, 236 p.
ISBN 1681084406

NMR Spectroscopy in the Undergraduate Curriculum: Upper-Level Courses and Across the Curriculum Volume 3

David Soulsby, Laura J. Anna, Anton S. Wallner (Eds.)
American Chemical Society, 2017, 224 p.
ISBN 0841231540

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2017 vo výške 5 EUR pre individuálnych členov alebo vo výške 50 EUR pre kolektívnych členov, prosím, uhradte na účet SSS v Tatra banke (Hodžovo námestie 3, 811 06 Bratislava), pobočka Karloveská 1, 841 04 Bratislava, č. ú.: **2921888728**, kód banky: **1100**. 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. Kolihová, 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), Comenius University, Bratislava, 2006
6. J. Kubová (Ed.): A special issue of Transactions of the Universities of Košice, 2-3, 2006 (Proceedings of XVIIIth Slovak Spectroscopic Conference), Technical University, Košice, 2006
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, Bratislava, 2008
8. J. Kubová, M. Bujdoš (Eds.): Book of Abstracts (XIXth Slovak-Czech Spectroscopic Conference), Comenius University, Bratislava, 2008
9. J. Kubová (Ed.): A special issue of Transactions of the Universities of Košice, 3, 2008 (Proceedings of XIXth Slovak-Czech Spectroscopic Conference), Technical University, Košice, 2008
10. K. Flórián, H. Fialová, B. Palaščáková (Eds.): Zborník (Výberový seminár o atómovej spektroskopii), Technická univerzita, Košice, 2010
11. J. Kubová, M. Bujdoš (Eds.): Book of Abstracts (European Symposium on Atomic Spectrometry ESAS 2012 / XXth Slovak-Czech Spectroscopic Conference), Comenius University, Bratislava, 2012

Cena publikácií č. 1-3, 5, 6, 8-11: 5 EUR + balné a poštovné

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

PRÍSTROJE A CHEMIKÁLIE

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.

SÚŤAŽ

SLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLOČNOSŤ

vyhlasuje na roky 2017 a 2018

11. kolo

Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov

Do súťaže môže byť poslaná práca alebo súbor prác autora, ktorý v príslušnom roku 2017/2018 nepresiahne vek 35 rokov. Práce alebo súbory prác treba poslať na adresu SSS do 30. septembra 2018. Akceptované sú práce, ktoré boli publikované alebo prijaté redakčnou radou niektorého impaktovaného 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. Oceneným autorom bude navyše udelené aj jednoročné členstvo v SSS. Výsledky súťaže budú vyhlásené na príslušnom odbornom podujatí v roku 2018 a zverejnené v Spravodaji SSS.

Peter Matúš

INZERCIA

Využite možnosť výhodnej inzercie v Spravodaji Slovenskej spektroskopickej spoločnosti!

Cenník inzercie v Spravodaji SSS

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

Spravodaj SSS je vedecký časopis zameraný na výskum a vzdelávanie v oblasti spektroskopie a spektrometrie na Slovensku.

Spravodaj SSS vydáva Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností. Vychádza v slovenskom, českom alebo anglickom jazyku dvakrát ročne.

Adresa redakcie:

ULVG PriF UK, Mlynská dolina, Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava 4
tel. č.: 02/60296280, e-mail: sss@spektroskopia.sk
<http://www.spektroskopia.sk>

Redakčná rada:

doc. Ing. Miroslav Fišera, CSc.
prof. Ing. Karol Flórián, DrSc.
prof. RNDr. Alžbeta Hegedúsová, PhD.
doc. RNDr. Jana Kubová, PhD.; predsedníčka
doc. RNDr. Peter Matúš, PhD.; zodpovedný redaktor
Ing. Monika Ursínyová, PhD.
doc. Ing. Viera Vojteková, PhD.

Redakčná úprava: doc. RNDr. Peter Matúš, PhD.

ISSN 1338-0656