



SPRAVODAJ

Slovenskej spektroskopickej spoločnosti
člena Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností



ISSN 1338-0656

Ročník 21, Číslo 2, 2014

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopickej spoločnosti



Na úvod

Milé kolegyně, milí kolegovia,
v druhom tohtoročnom čísle Spravodaja SSS nájdete o.i. dva články: prvý pojednáva o metódach využívaných pri stanovení a frakcionácii ortuti v pôdnych a rastlinných vzorkách, druhý o optimalizácii postupu koacervatívnej extrakcie využiteľnej pre stanovenie stopových koncentrácií olova metódou ET AAS.

12. novembra 2014 sa na pôde Prírodovedeckej fakulty UK pod záštitou predsedu SSS – prof. Ing. Marcela Miglieriniho, DrSc. a dekana PRIF UK – doc. RNDr. Milana Triznu, PhD. v rámci Týždňa vedy a techniky uskutočnil seminár, organizovaný SSS a Ústavom laboratórneho výskumu geomateriálov PRIF UK, na ktorom boli vyhlásené výsledky 9. kola Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov za roky 2013 a 2014. Súťaž od roku 1997 organizuje Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností. Do Súťaže mohla byť poslaná práca alebo súbor prác autora, ktorý v príslušnom roku nepresiahol vek 35 rokov. Akceptované boli len práce v daných rokoch publikované alebo prijaté redakčnou radou niektorého impaktovaného vedeckého časopisu. Okrem uznania a spoločenského ocenenia bola Súťaž aj finančne dotovaná z prostriedkov SSS a jej generálnych sponzorov – firiem Pragolab, s.r.o. a Thermo Fisher

Scientific, Inc. Oceneným autorom bolo navyše udelené aj jednorôčné členstvo v SSS. Do veľmi vyrovnaného užšieho výberu 9. kola Súťaže postúpili traja ocenení autori (viď foto na str. 44), ktorí na seminári prezentovali svoje súťažné práce formou krátkych prednášok s diskusiou:

1. cena:

Marek Osacký (za súbor štyroch prác o využití spektroskopických metód na stanovenie minerálneho a chemického zloženia a povrchových vlastností ílov a ílových minerálov)

2. cena:

Kludia Jakusová (za súbor piatich prác o štúdiu nových efektívnych kolorimetrických a fluorescenčných senzorov)

ex aequo

Lukáš Krivosudský (za súbor dvoch prác o určovaní absolútnej konfigurácie chirálnych komplexov vanádu metódami elektrónového a vibračného cirkulárneho dichroizmu)

3. cena:

Neudelená

V mene Predsedníctva Hlavného výboru SSS srdečne blahoželám oceneným súťažiacim autorom k umiestneniu a všetkým potenciálnym záujemcom pozývam na účasť v ďalšom – už 10. kole Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov za roky 2015 a 2016.

Peter Matúš

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

**SPEKTROMETRICKÉ METÓDY
VYUŽÍVANÉ PRI STANOVENÍ A
FRAKCIONÁCII ORTUTI V PÔDNYCH
A RASTLINNÝCH VZORKÁCH**

Michal Hlodák, Peter Matúš

Ústav laboratórneho výskumu geomateriálov,
Prírodovedecká fakulta, Univerzita
Komenského v Bratislave, Mlynská dolina 1,
842 15 Bratislava
hlovak@fns.uniba.sk

Abstrakt

Tento príspevok obsahuje prehľad spektrometrických metód, najčastejšie využívaných pri stanovení ortuti v pôdnych a rastlinných vzorkách. Uvedené sú príklady priamej aplikácie týchto metód, ako aj aplikácie vyžadujúce predúpravu analyzovaných vzoriek (rozklad vzoriek v minerálnych kyselinách, aplikácia jednoduchých aj sekvenčných extrakčných postupov pri štúdiu frakcionácie ortuti v pôdnych vzorkách a pod.).

Kľúčové slová

Ortuť, pôda, rastlina, spektrometrické metódy

1. Úvod

Ortuť je prvok so špecifickými fyzikálno-chemickými vlastnosťami. Je to jediný kov, ktorý sa vyskytuje v normálnych podmienkach v kvapalnom skupenstve. Ďalším špecifikom ortuti je jej prchavosť, ktorá významne ovplyvňuje správanie sa ortuti a jej osud v jednotlivých zložkách životného prostredia. Distribúcia ortuti v životnom prostredí môže byť geogénneho aj antropogénneho pôvodu. Geogénny pôvod je viazaný predovšetkým na geochemické anomálie ortuti (napr. vo forme rumelky – HgS). Antropogénne zvýšené obsahy ortuti sú zapríčinené predovšetkým banskou činnosťou, spaľovaním fosílnych palív a aplikáciou agrochemikálií na báze ortuti (hnojivá, pesticídy). Pôda je dôležitá geochemická bariéra ortuti, keďže ortuť sa prednostne viaže na rôzne

pôdne zložky, predovšetkým na humus a ílové minerály. Za určitých podmienok (napr. v dôsledku acidifikácie pôd) však ortuť môže byť uvoľňovaná a distribuovaná z pôd do atmosféry, hydrosféry a aj do rastlín a takto sa stáva súčasťou potravného reťazca.

Distribúcia a správanie sa ortuti v systéme pôda-rastlina je predmetom rôznych štúdií, predovšetkým environmentálnych vied [1,2].

2. Stanovenie a frakcionácia ortuti v pôdnych a rastlinných vzorkách

Pri stanovení celkového obsahu ortuti v rastlinnom a pôdnom materiáli môžeme pred samotnou detekciou vzorku podrobiť napr. rozkladu v zmesi minerálnych kyselín. Výhodnejšia je (aj kvôli už spomenutej prchavosti ortuti) však priama aplikácia vhodnej detekčnej metódy, napr. atómovej absorpčnej spektrometrie studených pár CV AAS (*Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry*) alebo atómovej fluorescenčnej spektrometrie studených pár CV AFS (*Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry*) [3]. Práve metóda CV AFS je čoraz viac uplatňovaná, vďaka rádovo vyššej citlivosti v porovnaní s metódou CV AAS [4-6].

Kvantifikácia metylovanej formy ortuti (Me-Hg) si vyžaduje najskôr aplikáciu rôznych extrakčných metód, napr. typu kvapalina-kvapalina, prečistenia vzorky, derivatizácie a separácie [7].

Metódy na báze röntgenovej spektrometrie, napr. EXAFS (*Extended X-Ray Absorption Fine Structure*), WD/XMP (*Wave Dispersive X-ray Microprobe Spectroscopy*), a termodesorpčná analýza na jednej strane umožňujú presnú frakcionáciu ortuti, avšak ich detekčné limity sú natoľko vysoké ($>100 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ Hg), že sú prakticky neaplikovateľné pre väčšinu prírodných kontaminovaných vzoriek [8-10]. Táto skutočnosť zvyhodňuje, pri detekcii celkového obsahu ortuti vo vzorkách alebo extraktoch, už vyššie spomenuté inštrumentálne analytické metódy na báze atómovej spektrometrie (CV AAS, CV AFS), ktoré majú oveľa vyššiu citlivosť a umožňujú

stanovenie rádovo nižších koncentrácií ortuti v analyzovaných vzorkách ($<0,005 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ Hg) [11]. Sú teda aplikovateľné aj pri analýze materiálov s fónovými obsahmi ortuti. Ako ďalšia metóda na stanovenie celkového ortuti v geologických a biologických vzorkách býva aplikovaná aj neutrónová aktivačná analýza (NAA), avšak nevýhodou tejto metódy je jej finančná nákladnosť [3,12].

3. Stanovenie ortuti v extraktoch získaných pomocou jednoduchých a sekvenčných extrakčných metód

Štúdium frakcionácie ortuti v pôdach možno realizovať pomocou aplikácie jednoduchých aj sekvenčných extrakčných metód. Zoznam najčastejšie používaných extrakčných činidiel pri jednoduchých aj sekvenčných extrakciách je uvedený v Tab. 1 a 2.

Tab. 1. Prehľad najčastejšie aplikovaných extrakčných činidiel pri jednoduchých extrakciách [13]

Skupina	Typ a koncentrácia
Kyslé extraktanty	HNO ₃ (0,43-2 mol.l ⁻¹) lúčavka kráľovská HCl (0,1-1 mol.l ⁻¹) CH ₃ COOH (0,1 mol.l ⁻¹) Melich 1: HCl (0,05 mol.l ⁻¹) + H ₂ SO ₄ (0,0125 mol.l ⁻¹)
Chelatačné činidlá	EDTA 0,01-0,05 mol.l ⁻¹ pri rôznom pH DTPA (0,005 mol.l ⁻¹) + TEA (0,1 mol.l ⁻¹) CaCl ₂ (0,01 mol.l ⁻¹) Melich 3: CH ₃ COOH (0,02 mol.l ⁻¹) NH ₄ F (0,015 mol.l ⁻¹) HNO ₃ (0,013 mol.l ⁻¹) EDTA (0,001 mol.l ⁻¹)
Pufrované roztoky	NH ₄ Ac, HOAc pufer (1 mol.l ⁻¹ , pH=7) NH ₄ Ac, HOAc pufer (1 mol.l ⁻¹ , pH=4,8)
Nepufrované roztoky	CaCl ₂ (0,1 mol.l ⁻¹) CaCl ₂ (0,05 mol.l ⁻¹) CaCl ₂ (0,01 mol.l ⁻¹) NaNO ₃ (0,1 mol.l ⁻¹) NH ₄ NO ₃ (1 mol.l ⁻¹) AlCl ₃ (0,3 mol.l ⁻¹) BaCl ₂ (0,1 mol.l ⁻¹)

Tab. 2. Prehľad najčastejšie aplikovaných extrakčných činidiel na extrahovanie rôznych funkčne definovaných frakcií prvkov (ortuti) [13,14]

Funkčne definovaná frakcia ortuti	Extraktant
Vodorozpustná	H ₂ O
Vymeniteľná	CaCl ₂ (0,05 mol.l ⁻¹), MgCl ₂ (1 mol.l ⁻¹), NH ₄ OAc (1 mol.l ⁻¹ , pH=7)
Rozpustná v kyseline (karbonáty)	HOAc (0,5 mol.l ⁻¹), NaOAc (1 mol.l ⁻¹ , pH=5)
Ľahko redukovateľná (oxidy mangánu)	NH ₂ OH.HCl
Ľahko oxidovateľná (humínové kyseliny a fulvokyseliny)	K ₄ P ₂ O ₇ , NaOCl
Mierne (relatívne) redukovateľná (amorfné oxidy železa)	NH ₄ Ox/HOx, NH ₂ OH.HCl (0,04 mol.l ⁻¹) v HOAc alebo HNO ₃
Oxidovateľné oxidy + sulfidy	H ₂ O ₂ , H ₂ O ₂ /NH ₄ OAc
Ťažko redukovateľné oxidy (kryštalické oxidy železa)	NH ₄ Ox, DCB (ditiocitran sodný/citran sodný/NaHCO ₃)
Reziduálna	HClO ₄ , HF, HF+HNO ₃

Väčšina extrakčných metód pre ortuť bola vyvinutá ich aplikovaním na sedimenty a pôdy „EFPC“ (*East Fork Poplar Creek* – ortuťou významne kontaminovaná lokalita v Oak Ridge, Tennessee, USA) alebo na morské sedimenty z Minamaty (Japonsko), kde v 50-

tych rokoch minulého storočia došlo k rozsiahlej ekologickej katastrofe v dôsledku kontaminácie morského ekosystému ortuťou z chemickej továrne a následnej distribúcie ortuti v rámci potravinového reťazca [15-17].

3. Záver

Toxicita ortuti a jej všeobecná distribúcia v zložkách životného prostredia budí záujem viacerých vedných disciplín. Zvýšené koncentrácie ortuti v pôdach a rastlinách sú geogénneho aj antropogénneho pôvodu a viažu sa prednostne na geochemické anomálie (napr. výskyt HgS, najdôležitejšieho minerálu ortuti) a s nimi súvisiacu ťažbu a spracovanie, ďalej na spaľovanie fosílnych palív a dôležitým antropogénnym zdrojom ortuti v pôdach je aj aplikácia agrochemikálií na báze ortuti.

Ortuť sa v pôdach prednostne akumuluje väzbou na organické látky (humus), preto humusové horizonty (A-horizonty) bývajú týmto prvkom zvyčajne obohatené viac ako ostatné pôdne horizonty. Na štúdium frakcionácie ortuti v pôdach sú aplikované rôzne inštrumentálne aj extrakčné (jednoduché aj sekvenčné) analytické metódy. Priamou aplikáciou inštrumentálnych analytických metód (RTG metódy, NAA a pod.) môžeme s relatívne vysokou presnosťou stanoviť konkrétne frakcie ortuti v pôdach. V porovnaní s týmito metódami je selektivita extrakčných metód nižšia, avšak tieto sú výhodné vďaka ich relatívne nízkej finančnej nákladnosti.

Práca vznikla v rámci riešenia projektu, ktorý bol finančne podporovaný grantami Agentúry na podporu výskumu a vývoja APVV SK-RO-0004-12 a Vedeckej grantovej agentúry Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu SR a Slovenskej akadémie vied VEGA 1/0274/13 a VEGA 1/0203/14.

OPTIMALIZÁCIA POSTUPU KOACERVATÍVNEJ EXTRAKCIE VYUŽITEĽNEJ PRE STANOVENIE STOPOVÝCH KONCENTRÁCIÍ OLOVA METÓDOU ET AAS

Ingrid Hagarová

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

Abstrakt

Cieľom práce je optimalizácia experimentálnych podmienok koacervatívnej extrakcie

Literatúra

1. M.J. Sierra, R. Millán, E. Esteban, A.I. Cardona, T. Schmid, J. Geochem. Explor. 96 (2008) 203-209
2. D. Schwesig, O. Krebs, Plant Soil 253 (2003) 445-455
3. J. Sysalová, J. Kučera, M. Fikrle, B. Drtinová, Microchem. J. 110 (2013) 691-694
4. R.P. Swift, J.E. Campbell, Spectroscopy 8 (1993) 38-47
5. N.S. Bloom, W.F. Fitzgerald, Anal. Chim. Acta 208 (1988) 151-161
6. R.D. Jones, M.E. Jacobson, R. Jaffe, J. West-Thomas, C. Arfstrom, A. Alli, Water Air Soil Poll. 80 (1995) 1285-1294
7. E. Björn, T. Larsson, L. Lambertsson, U. Skyllberg, W. Frech, Ambio 36 (2007) 443-451
8. H. Biester, M. Gosar, S. Covelli, Environ. Sci. Technol. 34 (2000) 3330-3336
9. C.S. Kim, J.J. Rytuba, G.E. Brown, J. Synchrotron Radiat. 6 (1999) 648-650
10. D.H. Anderson, J.H. Evans, J.J. Murphy, W.W. White, Anal. Chem. 43 (1971) 1511-1512
11. N.S. Bloom, E. Preus, J. Katon, M. Hiltner, Anal. Chim. Acta 479 (2003) 233-248
12. A. Davis, N.S. Bloom, S.S. Que Hee, Risk Anal. 17 (1997) 557-569
13. G. Rauret, Talanta 46 (1998) 449-455
14. A.V. Filgueiras, I. Lavilla, C. Bendicho, J. Environ. Monitor. 4 (2002) 823-857
15. N.W. Revis, T.R. Osborne, G. Holdsworth, C. Hadden, Water Air Soil Poll. 45 (1989) 105-113
16. H. Sakamoto, T. Tomiyasu, N. Yonehara, Anal. Sci. 8 (1992) 35-40
17. M.O. Barnett, L.A. Harris, R.R. Turner, T.J. Henson, R.E. Melton, R.J. Stevenson, Water Air Soil Poll. 80 (1995) 1105-1108

(CAE) pre stanovenie stopových koncentrácií olova metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s elektrotermickou atomizáciou (ET AAS). V opisovanom postupe bol pre tvorbu stabilného chelátu sledovaného analytu použitý ditizón (H₂Dz) a ako extrakčné činidlo bola použitá kyselina dodekánová (LA) v prítomnosti draselných iónov a metanolu. Detailne boli študované také dôležité parametre ako pH, koncentrácia chelatačného činidla, koncentrácia tenzidu, iónová sila, čas centrifugácie, výber a koncentrácia činidla potrebného na riedenie tenzidom obohatenej fázy. Správnosť zoptimalizovaného postupu bola overená analýzou certifikovaného referenčného materiálu pre stopové prvky v

jazernej vode (TMDA-61). Navrhnutý postup bol použitý pri stanovení olova v prírodných vodách.

Kľúčové slová

Koacervatívna extrakcia (CAE), olovo, vody, atómová absorpčná spektrometria s elektrotermickou atomizáciou (ET AAS).

1. Úvod

Pri koacervatívnej extrakcii (CAE) dochádza k fázovej separácii v systéme kvapalina-kvapalina v tom prípade, ak kvapaliny obsahujú dva hydrofóbne koloidy s opačnými nábojmi a fázová separácia je vyvolaná zmenou napr. pH, pridaním elektrolytu, alkoholu, amfifilného protiónu, prípadne ďalšieho s vodou miešateľného činidla a pod. [1]. Princíp koacervatívnej extrakcie možno vysvetliť nasledovne. Vo vodných roztokoch, v ktorých sa nachádzajú veľmi nízke koncentrácie tenzidu, sa amfifilné molekuly vyskytujú predovšetkým vo forme monomérov. Keď ich koncentrácia vzrastie nad určitú hranicu, ktorá sa nazýva kritická agregačná koncentrácia (CAC), amfifilné monoméry tenzidu sa spontánne zhromaždia a dochádza k vytvoreniu koloidného roztoku, ktorý obsahuje usporiadané agregáty nanometrických rozmerov. V literatúre patria k najčastejšie spomínaným normálne micely (3-5 nm), reverzné micely (4-8 nm) a vezikuly (30-500 nm). Okrem spomenutých agregátov, môže dochádzať aj k vzniku napr. flexibilných dvojvrstiev alebo planárnych dvojvrstiev. Z uvedeného dôvodu je preto používaný pojem kritická agregačná koncentrácia a nie kritická micelárna koncentrácia. Vzniknuté nanometrické útvary v ďalšom kroku vytvoria väčšie supramolekulové agregáty v dôsledku externých stimulov (zmenou pH, pridaním elektrolytu alebo ďalšieho organického činidla a pod.) a oddelia sa z pôvodného roztoku ako druhá kvapalná fáza, avšak s vodou nemiešateľná. Tento jav sa nazýva koacervácia. Supramolekulové agregáty sú rozptýlené v tzv. kontinuálnej fáze, čo býva tiež najčastejšie voda. Dochádza tu k pozoruhodnej situácii, v ktorej sa dve vodné fázy, z ktorých jedna obsahuje do 95 % vody a druhá nad 99 % vody, navzájom nemiešajú [2]. Prvým krokom pri extrakcii iónového

analytu je tak vytvorenie hydrofóbneho komplexu, ktorý môže byť následne zachytený v hydrofóbnom jadre vzniknutého nanometrického agregátu. Schématické znázornenie postupu opísanej fázovej separácie možno nájsť v práci [3].

V prípade CAE postupu opísaného v tejto práci bol ako chelatačné činidlo použitý ditizón (H_2Dz) a ako extrakčné činidlo bola použitá kyselina dodekánová (LA) v prítomnosti draselných iónov a metanolu.

Pre zabezpečenie kvantitatívnej separácie a dosiahnutie vysokých prekoncentračných faktorov pre nasledujúce stanovenie bolo nutné optimalizovať tieto experimentálne parametre: koncentráciu chelatačného činidla a tenzidu, pH roztoku, teplotu a čas inkubácie, separáciu fáz, ako aj výber činidla a jeho koncentrácie na riedenie tenzidom obohatenej fázy (TOF).

2. Experimentálna časť

2.1. Použité prístroje a zariadenia

Na stanovenie olova bol použitý atómový absorpčný spektrometer Perkin-Elmer 4100ZL (Überlingen, Nemecko) s priečne vyhrievaným elektrotermickým atomizátorom v spojení s automatickým podávačom vzoriek AS-70. Pre korekciu pozadia bol použitý korektor pozadia využívajúci Zeemanov jav. Ako ochranný plyn bol použitý argón. Merania boli robené na pyrolytických grafitových kvetách firmy Perkin-Elmer. Dávkované objemy vzoriek boli 20 μ l, dávkované objemy modifikátora (2 % $NH_4H_2PO_4$) boli 10 μ l. Pre vyhodnotenie boli použité plochy pík. Ako zdroj žiarenia bola použitá HCL výbojka pre Pb (Perkin-Elmer) pracujúca pri 10 mA. Zvolená vlnová dĺžka bola 283,3 nm a šírka štrbiny bola 0,7 nm. Teplotný program pre stanovenie olova po CAE separácii a prekoncentracii je uvedený v Tab. 1.

Tab. 1. Teplotný program pre stanovenie Pb po CAE separácii a prekoncentracii metódou ET AAS

Krok	Teplota (°C)	Čas nárastu (s)	Čas zotrvania (s)	Prietok argónu (ml.min ⁻¹)
Sušenie	110	1	20	250
Sušenie	130	5	30	250
Pyrolýza	900	10	20	250
Atomizácia	1500	0	5	0
Čistenie	24000	1	2	250

Analytické váhy Sartorius 1702 (Göttingen, Nemecko), pH meter MS-31 (Praha, Česká republika) a centrifúga MPW-360 (Mechanika precyzyjna, Varšava, Poľsko) boli použité pri extrakčných postupoch a príprave vzoriek.

2.2. Použité chemikálie

Všetky použité chemikálie boli čistoty p.a. Všetky roztoky boli pripravované v deionizovanej vode (DV). Kyselina dodekánová, ditizón, metanol a dusičnan draselný boli od firmy Sigma-Aldrich (Steinheim, Nemecko). Kyselina dusičná, hydroxid sodný a dihydrogénfosforečnan amónny boli od firmy Merck (Darmstadt, Nemecko). Na kontrolu spoľahlivosti navrhnutého extrakčného postupu bol použitý certifikovaný referenčný materiál (CRM) pre stopové prvky v jazernej vode (TMDA-61) od National Water Research Institute (Burlington, Kanada).

2.3. Použité vzorky

Vypracovaný extrakčný postup bol použitý na stanovenie stopových koncentrácií olova v nekontaminovaných jazerných vodách (JV) z Ľubietovej (severovýchodná časť Slovenského Stredohoria) a v kontaminovaných vodách (KV) z domácich studní z Komárna.

2.4. Pracovný postup

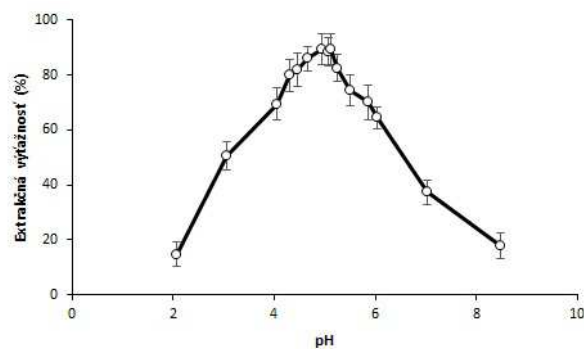
Pre zoptimalizovaný CAE postup bolo použitých 10 ml vzorky (pripravenej v $0,3 \text{ mol.l}^{-1} \text{ KNO}_3$; pH upravené na $5,0 \pm 0,1$) obsahujúcej $5 \text{ mg.l}^{-1} \text{ H}_2\text{Dz}$ a $0,3 \text{ g.l}^{-1} \text{ LA}$ pripravenej v metanole. Táto zmes sa intenzívne zamiešala a ponechala stáť pri laboratórnej teplote 10 min, následne bola 15 min centrifugovaná pri 4000 rpm. Vodná fáza bola odstránená injekčnou striekačkou. K TOF sa pridalo $500 \mu\text{l}$ metanolickeho roztoku $0,2 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HNO}_3$ a takto pripravený roztok sa použil pre stanovenie nakoncentrovaného analytu metódou ET AAS.

3. Výsledky a diskusia

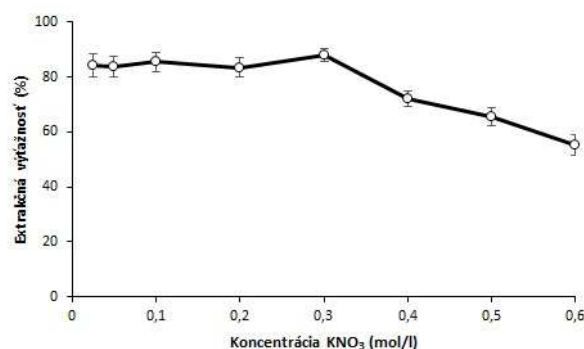
3.1. Optimalizácia CAE postupu

V prípade CAE postupu boli optimalizované tieto experimentálne parametre: pH (viď Obr. 1), iónová sila (modelovaná prídavkom KNO_3 , viď Obr. 2), koncentrácia H_2Dz v metanole

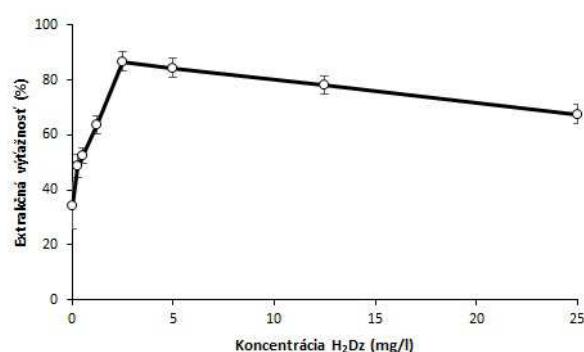
(viď Obr. 3), koncentrácia LA v metanole (viď Obr. 4), čas centrifugácie (viď Obr. 5) a koncentrácia HNO_3 v metanole (viď Obr. 6). V legende pod každým obrázkom je uvedený po optimalizácii zvolený experimentálny parameter. Všetky optimalizované parametre sú podrobnejšie diskutované v práci [4].



Obr. 1. Vplyv pH na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolené pH: $5,0 \pm 0,1$)



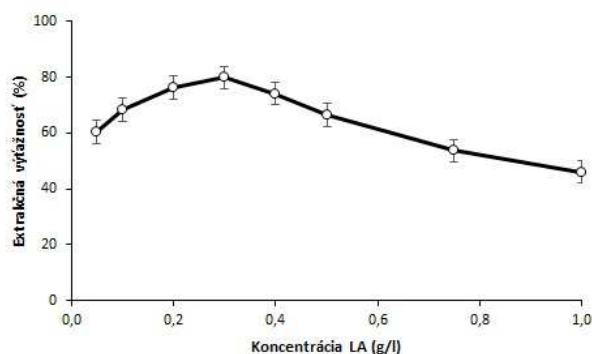
Obr. 2. Vplyv iónovej sily na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolená koncentrácia KNO_3 : $0,3 \text{ mol.l}^{-1}$)



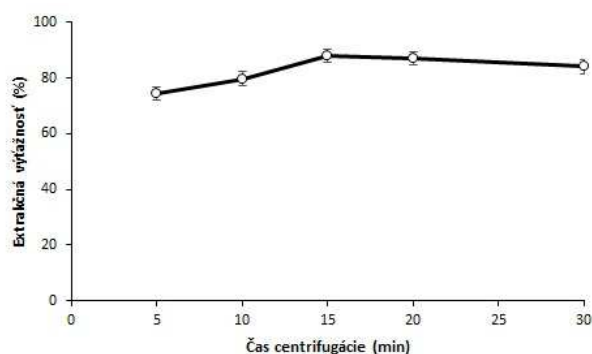
Obr. 3. Vplyv koncentrácie H_2Dz na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolená koncentrácia H_2Dz : 5 mg.l^{-1})

3.2. Analytické parametre

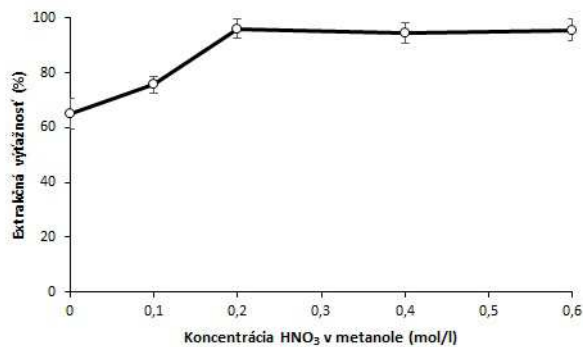
Analytické parametre charakterizujúce navrhnutý extrakčný postup v spojení s ETAAS detekciou nakoncentrovaného analytu sú uvedené v nasledujúcom texte.



Obr. 4. Vplyv koncentrácie LA v metanole na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolená koncentrácia LA: 0,3 g.l⁻¹)



Obr. 5. Vplyv času centrifugácie na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolený čas: 15 min)



Obr. 6. Vplyv koncentrácie HNO₃ v metanole na extrakčnú výťažnosť Pb pri CAE (zvolená koncentrácia HNO₃ v metanole: 0,2 mol.l⁻¹)

Relatívna štandardná odchýlka (RSD) získaná pre 10 vzoriek s koncentráciou 2,0 µg.l⁻¹ Pb, ktoré boli použité pri zoptimalizovanom CAE postupe bola 4,2 %. Prekoncentračný faktor (PF) počítaný ako pomer smerníc kalibračných kriviek pre kalibračné roztoky po CAE postupe a bez CAE postupu bol 17 (pri objeme vzoriek použitých pre CAE 10 ml). Lineárny rozsah bol medzi 0,5 a 4,5 µg.l⁻¹. Získaná kalibračná závislosť mala smernicu 0,0375 (pre 5 štandardných roztokov, $n = 3$)

a korelačný koeficient 0,994. Medza dôkazu (LOD) bola 0,12 µg.l⁻¹ a medza stanovenia (LOQ) bola 0,38 µg.l⁻¹ (oboje počítané podľa smerníc IUPAC-u). Správnosť postupu bola overená analýzou CRM pre stopové prvky v jazerej vode (TMDA-61), viď Tab. 2.

Tab. 2. Koncentrácie Pb stanovené po CAE separácii a prekoncentracii v CRM a vo vzorkách prírodných vôd

Vzorka	Pridané Pb (µg.l ⁻¹)	Stanovené Pb ± SD (µg.l ⁻¹)	Výťažnosť (%)
KV1	---	1,45 ± 0,07	---
KV1	1,20	2,60 ± 0,10	95,8
KV2	---	2,78 ± 0,08	---
KV2	1,20	3,87 ± 0,07	90,8
JV1	---	1,89 ± 0,12	---
JV2	---	1,56 ± 0,09	---
CRM	---	2,98 ± 0,14	92,5

KV: kontaminovaná voda z domácich studní; JV: jazerná voda; CRM: TMDA-61 (64,4 ± 0,4 µg.l⁻¹ Pb), nariadený 20x

4. Záver

V tejto práci bola opísaná optimalizácia dôležitých experimentálnych parametrov koacervatívnej extrakcie využiteľnej pre stanovenie stopových koncentrácií Pb v prírodných vodách. Ako chelatačné činidlo bol použitý ditizón a ako extrakčné činidlo bola použitá kyselina dodekánová v prítomnosti draselných iónov a metanolu. Analytické parametre pre spojenie CAE a ET AAS detekcie sledovaného analytu (LOD, LOQ, RSD) spolu s dosiahnutými extrakčnými výťažnosťami vedú k záverom, že koacervatívnu extrakciu možno považovať za sľubnú alternatívu využiteľnú pre extrakciu iónových analytov z vodných matric pred ich stanovením metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s elektrotermickou atomizáciou.

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 1/0274/13.

Literatúra

1. A.S. Yazdi, Trends Anal. Chem. 30 (2011) 918-929
2. F.M. Menger, A.V. Peresyppkin, K.L. Caran, R.D. Apkarian, Langmuir 16 (2000) 9113-9116
3. I. Hagarová, Chem. Listy 108 (2014) 949-955
4. I. Hagarová, M. Bujdoš, P. Matúš, J. Kubová, Spectrochim. Acta Part B 88 (2013) 75-79

SPRÁVY Z ODBORNÝCH AKCIÍ

Z KAŽDÉHO ROŽKA TROŠKA ...

20.-23. október 2014

Nitra, Banská Bystrica, Košice, Žilina

<http://www.pragolab.sk>

Počas 4 dní sa v 4 slovenských mestách uskutočnil ďalší cyklus odborných seminárov, organizovaný firmou PRAGOLAB, s.r.o. a SSS, venovaný vybraným aplikáciám v oblasti prístrojovej techniky spoločností ThermoFisher Scientific, Martin Christ, SIGMA, Bio-Logic a iných. Na seminároch sa zúčastnili pracovníci z výskumných inštitúcií, verejného sektora a priemyselných a iných podnikov. Prednášateľmi boli traja pracovníci firmy PRAGOLAB: Mariana Danková, Róbert Cibula, Jana Nagyová, Monika Kondeková, Michal Had a Agneša Klemášová.



Oficiálny program seminára obsahoval tri bloky prednášok na nasledujúce témy:

- Thermo Scientific SPE
- „Global helium crisis“ a čo na to plynová chromatografia?
- Novinky v kvapalinovej chromatografii – predstavenie Vanquish UHPLC systému
- Využitie kvapalinovej chromatografie v analýze environmentálnych a potravinových vzoriek



- Orbitrap vs. malá a veľká molekula
- Evolúcia v trojitých kvadrupóloch
- ICP/MS – od super čistých vzoriek po morskú soľ



- ICP/OES – čo všetko si môžeme dovoliť?
- Novinky v našom portfóliu - ORION
- Termická analýza
- Prístroje pre fyzikálne merania a charakterizáciu materiálov



Peter Matúš

Foto: web Pragolab, s.r.o. (4)

BUDÚCE ODBORNÉ AKCIE

SLOVENSKO A ČESKÁ REPUBLIKA

Měření vibračních spekter

19.-23. leden 2015

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Interpretace vibračních spekter

26.-30. leden 2015

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

ŠKOLA GC-MS

3.-5. únor 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Stanovenie NEL a EL vo vodách a pôdach

9. únor 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Škola plynovej chromatografie

11.-13. február 2015

Bratislava

<http://www.pragolab.sk>

Reologie v praxi

12. únor 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

NMR JEOL Workshop

24. únor 2015

Olomouc, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Základy FTIR spektroskopie a ovládanie programu Omnic

2.-4. březen 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Škola HPLC

11.-12. březen 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Škola GC-MS

17.-19. marec 2015

Bratislava

<http://www.pragolab.sk>

WINTER SCHOOL OF SYNCHROTRON RADIATION 2015

16.-20. marec 2015

Liptovský Ján

<http://147.175.126.50/conferences/wssr2015>

Bruker seminář o MS s extrémním rozlišením

18. březen 2015

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Řízení a ekonomie vývojových a provozních laboratoří

23.-24. březen 2015

Český Těšín, ČR

<http://www.2theta.cz>

Zajištění kvality analytických výsledků

24.-26. březen 2015

Žermanická přehrada, ČR

<http://www.2theta.cz>

Škola HPLC

25.-26. březen 2015

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Hutní a průmyslová analytika 2015

20.-23. apríl 2015

Vrátna dolina, Terchová

<http://www.2theta.cz>

ZAHRANIČIE

European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry

22-26 February 2015

Münster, Germany

<http://www.ewcps2015.org>

14th International Conference on Particle Induced X-Ray Emission (PIXE 2015)

26 February - 3 March 2015

Somerset West, South Africa

<http://www.pixe2015.tlabs.ac.za>

Ionization Principles in Organic and Inorganic Mass Spectrometry

2-5 March 2015

Longyearbyen, Svalbard, Norway

<http://ipoims.com/home>

Colloquium Analytical Atomic Spectroscopy (CANAS 2015)

8-11 March 2015

Leipzig, Germany

<http://www.canas2015.org>

3rd International Conference on Photonics, Optics and Laser Technology (Photoptics 2015)

12-14 March 2015

Berlin, Germany

<http://www.photoptics.org>

European Conference on Nonlinear Optical Spectroscopy (ECONOS 2015)

12-15 April 2015

Leuven, Belgium

<http://www.econos2015.org>

Analitika 2015

14-17 April 2015

Moscow, Russia

<http://www.analitikaexpo.com>

14th European Workshop on Modern Developments and Applications in Microbeam Analysis (EMAS 2015)

3-7 May 2015

Portoroz, Slovenia

<https://www.microbeamanalysis.eu/events/event/6-emas-2015-14th-european-workshop-on-modern-developments-and-applications-in-microbeam-analysis>

The 3rd International Conference on Advanced Applied Raman Spectroscopy (RamanFest 2015)

7-8 May 2015

Xiamen, Fujian, China

<http://ramanfest.org>

Sixth Asia-Pacific Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (2015 APWC)

19-22 May 2015

Xizmen, China

<http://apwc2015.xmu.edu.cn>

Symposium on Molecular Spectroscopy

22-23 May 2015

Fukuoka, Japan

<http://bunshi.c.u-tokyo.ac.jp/e-index.html>

NOVÉ KNIHY

NMR Spectroscopy: A Versatile Tool for Environmental Research (eMagRes Books)

Myrna J. Simpson, Andre J. Simpson (Eds.)

Wiley, 2014, 480 p

ISBN 1118616472

Isotope Ratio Mass Spectrometry of Light Gas-Forming Elements

V.S. Sevastyanov (Ed.)

CRC Press, 2014, 244 p.

ISBN 1466594071

Infrared Spectroscopy of Molecules

U.C. Agarwala, H.L. Nigam, S. Agrawal
World Scientific Publishing Company, 2014,
296 p.
ISBN 9814603457

Principles and Applications of ESR Spectroscopy

Anders Lund, Masaru Shiotani, Shigetaka Shimada
Springer, 2014, 461 p.
ISBN 9400789866

Secondary Ion Mass Spectrometry: An Introduction to Principles and Practices

Paul van der Heide
384 pages
Wiley, 2014, 384 p.
ISBN 1118480481

Infrared and Raman Spectroscopic Imaging

Reiner Salzer, Heinz W. Siesler (Eds.)
Wiley-VCH, 2014, 656 p.
ISBN 3527336524

Condensed Matter Optical Spectroscopy: An Illustrated Introduction

Iulian Ionita
CRC Press, 2014, 414 p.
ISBN 1466569565

Design, Construction and Research Application of a Differential Electrochemical Mass Spectrometer (DEMS)

Sean James Ashton
Springer, 2014, 224 p.
ISBN 3642435076

Optical Spectroscopy: Technology, Properties and Performance

Nicolae Tomozeiu
Nova Science Publishers, 2014, 143 p.
ISBN 1633211975

Atomic Absorption Spectrometry: An Introduction

Alfredo Sanz-Medel, Rosario Pereiro
Momentum Press, 2014, 206 p.
ISBN 1606504355

Spectrometric Identification of Organic Compounds

Robert M. Silverstein, Francis X. Webster, David Kiemle, David L. Bryce
Wiley, 2014, 464 p.
ISBN 0470616377

Introduction to Experimental Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Practical Methods

Mitsuo Tasumi (Ed.)
Wiley, 2014, 408 p.
ISBN 047066567X

Biological Mass Spectrometry

Frank Sobott
CRC Press, 2014, 400 p.
ISBN 1439895279

Projection NMR Spectroscopy: Theory and Applications

Thomas Szyperski and Hanudatta S Atreya
World Scientific Publishing Company, 2014,
300 p.
ISBN 9814327573

Mass Spectrometry in Metabolomics: Methods and Protocols (Methods in Molecular Biology)

Daniel Raftery
Humana Press, 2014, 360 p.
ISBN 1493912577

Solid-State Spectroscopy: An Introduction

Hans Kuzmany
Springer, 2014, 554 p.
ISBN 364242578X

Applied Spectroscopy and the Science of Nanomaterials

Prabhakar Misra
Springer, 2014, 277 p.
ISBN 9812872418

Mass Spectrometry in Genetic and Proteomic Analysis

Xian Chen
Wiley-Interscience, 2014, 480 p.
ISBN 0471798126

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2014 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. 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), 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

Výsledky 9. kola Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov za roky 2013 a 2014

Výsledky boli vyhlásené 12. 11. 2014 v Bratislave:

1. cena

Marek Osacký: súbor štyroch prác o využití spektroskopických metód na stanovenie minerálneho a chemického zloženia a povrchových vlastností ílov a ílových minerálov

2. cena

Klaudia Jakusová: súbor piatich prác o štúdiu nových efektívnych kolorimetrických a fluorescenčných senzorov

ex aequo

Lukáš Krivosudský: súbor dvoch prác o určovaní absolútnej konfigurácie chirálnych komplexov vanádu metódami elektrónového a vibračného cirkulárneho dichroizmu

3. cena

Neudelená



Ocenení súťažiaci (zľava doprava): Klaudia Jakusová, Marek Osacký, Lukáš Krivosudský (Foto: Marek Bujdoš)

SLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLOČNOSŤ

vyhlasuje na roky 2015 a 2016

10. kolo

Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov

Do súťaže môže byť poslaná práca alebo súbor prác autora, ktorý v príslušnom roku 2015/2016 nepresiahne vek 35 rokov. Práce alebo súbory prác treba poslať na adresu SSS do 30. septembra 2016. 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 vyhodnotenia súťaže budú vyhlásené na príslušnom odbornom podujatí v roku 2016 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:

ÚLVG PriF UK, Mlynská dolina 1, 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
RNDr. Peter Matúš, PhD.; zodpovedný redaktor
Ing. Monika Ursínyová, PhD.
doc. Ing. Viera Vojteková, PhD.

Redakčná úprava: RNDr. Peter Matúš, PhD.

ISSN 1338-0656