



SPRAVODAJ

*Slovenskej spektroskopickej spoločnosti
člena Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností*



ISSN 1338-0656

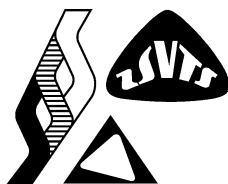
Ročník 22, Číslo 2, 2015

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopickej spoločnosti



ThermoFisher
SCIENTIFIC
The world leader in serving science

Slovenská
spektroskopická
spoločnosť, člen Zväzu
slovenských vedecko-
technických spoločností



Spektroskopická spoločnosť
Jana Marka Marci

XXI. Slovensko-Česká spektroskopická konferencia

16.-20. október 2016

Hotel Sorea Máj, Liptovský Ján, Nízke Tatry

<http://www.spektroskopia.sk/scsc/sk>

XXI. SLOVENSKO-ČESKÁ SPEKTROSKOPICKÁ KONFERENCIA

pokračuje vo svojej dlhodobej vedeckej spolupráci oboch národných spektroskopických spoločností. Stretnutia, organizované Československou spektroskopickou spoločnosťou v minulosti (do roku 1993), pokračovali samostatne ako národné Slovenské a České spektroskopické konferencie, ale od roku 2008 sú to opäť spoločné podujatia (XIX. SČSK 2008 v Častej-Papierničke, SR; 14. ČSSK 2010 v Litomyšli, ČR; XX. SČSK 2012 v Tatranskej Lomnici, SR; 15. ČSSK 2014 v Prahe, ČR). Cieľom XXI. SČSK je poskytnúť spektroskopikom z univerzít, akademických pracovísk, štátnych a súkromných inštitúcií a laboratórií z rôznych oblastí priemyslu informácie o súčasnom stave rozvoja rôznych odborov spektroskopie a trendoch v jej aplikáciách na rôznorodé materiály. Medzinárodný rozmer konferencie je vynikajúcou príležitosťou pre stretnutia domácich a zahraničných spektroskopikov, na vytvorenie a posilnenie osobných kontaktov a vzájomnú výmenu skúseností a myšlienok.

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

ŠTÚDIUM KVÁZIKRYŠTALICKÝCH
ZLIATIN POMOCOU
MÖSSBAUEROVEJ SPEKTROMETRIEMarcel Miglierini¹ a Peter Matúš²¹ Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva,
Fakulta elektrotechniky a informatiky,
Slovenská technická univerzita v Bratislave,
Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava² Ústav laboratórneho výskumu geomateriálov,
Prírodovedecká fakulta, Univerzita
Komenského, Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava
marcel.miglierini@stuba.sk**Abstrakt**

Pomocou Mössbauerovej spektrometrie sú študované magnetické a štruktúrne vlastnosti ikosahedrálных kvázikryštálov. Teplotne závislé experimenty v rozsahu teplôt až ku 10 K odhalili v ikosahedrálном kvázikryštáli $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9.97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}^{57}\text{Fe}_{0.3}$ magnetický prechod omnoho nižšie, ako je doposiaľ publikovaná hodnota Curieho teploty. Taktiež je diskutovaný vplyv mechanického mletia v guľovom mlyne na $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ kvázikryštál. Mechanická aktivácia viedla k postupnej zmene ikosahedrálnej štruktúry kvázikryštálu na plne amorfný štruktúrny stav.

Kľúčové slová

Mössbauerova spektrometria, ikosahedrálnej kvázikryštál, hyperjemné interakcie

1. Úvod

Mössbauerova spektrometria je vhodnou metódou na štúdium štruktúry a magnetického usporiadania ako amorfných, tak aj kryštalických tuhých látok [1]. Rôzne štruktúrne polohy (kryštalické fázy) železných atómov môžu byť identifikované pomocou hyperjemných polí, ktoré pôsobia na ich jadrá. Zvláštnu triedu neusporiadaných látok tvoria tzv. kvázikryštály. Hoci nevykazujú translačnú symetriu na dlhú vzdialenosť niekoľkých mriežkových konštánt, charakteristickú pre kryštalický stav, nie sú ani plne amorfné. Dôkazom toho sú ostré difrakčné maximá v záznamoch z difrakcie elektrónov, rtg. lúčov

či neutrónov [2]. Následne tieto kvázikryštalické materiály, ako boli nazvané vďaka ich neobvyklej štruktúre, pritiahli pozornosť výskumníkov, ktorí sa snažia objasniť ich elektrónové a vibračné stavy s cieľom určiť pozície konštitučných atómov [3]. A práve tu hrá Mössbauerova spektrometria nezastupiteľnú úlohu [4-6].

Ako sa ukázalo, ikosahedrálne kvázikryštály vykazujú diamagnetické a paramagnetické správanie, či chovanie spinového skla. Taktiež bolo popísané feromagnetické usporiadanie, ktoré bolo pozorované v kvázikryštáli typu $\text{Fe}_{40}\text{Cu}_{10}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}$ [7]. Za zmienku stojí fakt, že vo svojom základnom chemickom zložení tento materiál neobsahuje Fe. Aby sa teda na jeho štúdium mohla použiť Mössbauerova spektrometria, je potrebné do vyšetrovaného kvázikryštálu zabudovať „sondovacie“ atómy izotopu ^{57}Fe . Tých postačuje len pár desiatin atomárnych percent, ktoré výraznejšie neovplyvnia výsledné makroskopické vlastnosti, no umožnia nasadenie tejto analytickej techniky [8-11].

V tomto príspevku sa sústreďíme na (i) popis vplyvu teploty na hyperjemné interakcie v ikosahedrálных kvázikryštáloch typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9.97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}^{57}\text{Fe}_{0.3}$ a $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ a tiež na (ii) štruktúrne transformácie, ktoré boli vyvolané v kvázikryštáli typu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ vplyvom mechanického mletia.

2. Experimentálne podmienky**2.1. Skúmané vzorky**

Vzorky ikosahedrálneho kvázikryštálu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{10}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}$ boli vyrobené metódou rýchleho ochladenia taveniny vo forme šupiniek. Pre potreby Mössbauerovej spektrometrie bola primárna zliatina nadopovaná železom v množstve 0,3 at. %, pričom toto Fe bolo obohatené na 91 % stabilným izotopom ^{57}Fe . Výsledné dosiahnuté zloženie možno teda zapísať ako $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9.97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}^{57}\text{Fe}_{0.3}$.

Druhý kvázikryštál typu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ obsahuje dostatočné množstvo prírodného železa (s obsahom ^{57}Fe asi 2,15 %) a nie je

teda potrebná jeho ďalšia úprava. Táto vzorka bola vyrobená tavením navážky pomocou elektrického oblúku.

2.2. Použité metodiky

Všetky mössbauerovské experimenty boli vykonané v transmisnej geometrii s využitím spektrometra s konštantným zrýchlením a zdrojom γ žiarenia bol ^{57}Co zabudovaný v matici Rh. Kalibrácia rýchlostnej stupnice bola zrealizovaná pomocou tenkej ($12,5\ \mu\text{m}$) fólie $\alpha\text{-Fe}$ pri izbovej teplote. Získané spektrá boli vyhodnotené pomocou programu NORMOS [12].

Mechanická aktivácia bola zrealizovaná pomocou guľového mlynu s pomerom hmotností guľí a vzorky 100:1. Cylindrické teleso mlyna s objemom $1\ 600\ \text{cm}^3$ bolo vyrobené z nehrdzavejúcej ocele a obsahovalo guľôčky s priemerom 9,5 mm, ktoré boli tiež z nehrdzavejúcej ocele. Mletie bolo vykonané v argónovej atmosfére s konštantnou rýchlosťou rotácie 1.5 ot/s.

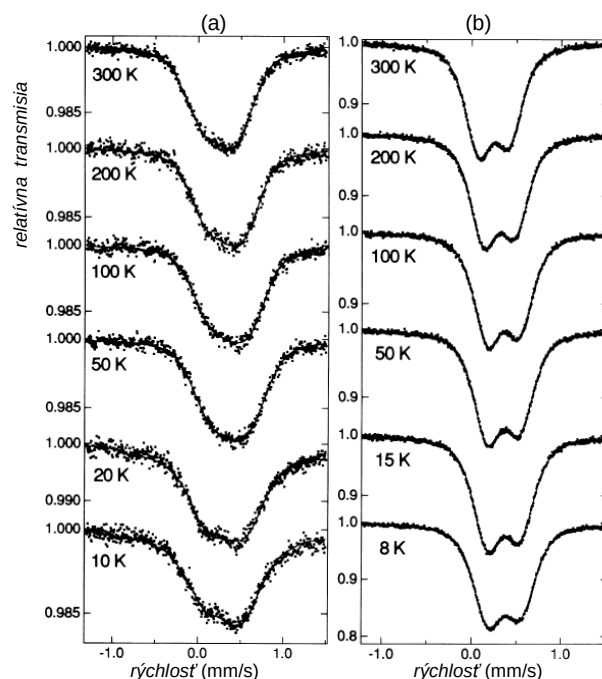
3. Výsledky a diskusia

3.1. Teplotné experimenty

Mössbauerovu spektrometriu sme využili pri hľadaní možného magnetického prechodu v kvázikryštáloch $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9,97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}\text{Fe}_{0,3}$ a $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ s využitím experimentov v intervale teplôt od 300 K až po ~ 10 K.

Získané Mössbauerove spektrá na Obr. 1 vykazujú typické znaky nemagnetického materiálu. Stojí za povšimnutie, že v prípade vzorky nadopovanej ^{57}Fe je efekt čiar (rozsah hodnôt relatívnej intenzity na osi y) na Obr. 1a omnoho nižší ako na Obr. 1b. Absencia translačnej symetrie, t. j. atomárneho usporiadania na dlhú vzdialenosť niekoľkých mriežkových konštánt sa prejavuje širokými spektrálnymi čiarami pripomínajúcimi kvadrupólové dublety. Pri teplotách pod 50 K je na Obr. 1a pozorované dodatočné rozšírenie Mössbauerových čiar a jednotlivé absorpčné línie sú od seba viac separované.

V oblasti vyšších teplôt merania sa tvar Mössbauerových spektier podstatnejšie nemení. Možná prítomnosť magnetických dipólových interakcií by bola indikovaná prítomnosťou magneticky rozštiepených sextetov [1], čo však nie je tento prípad.



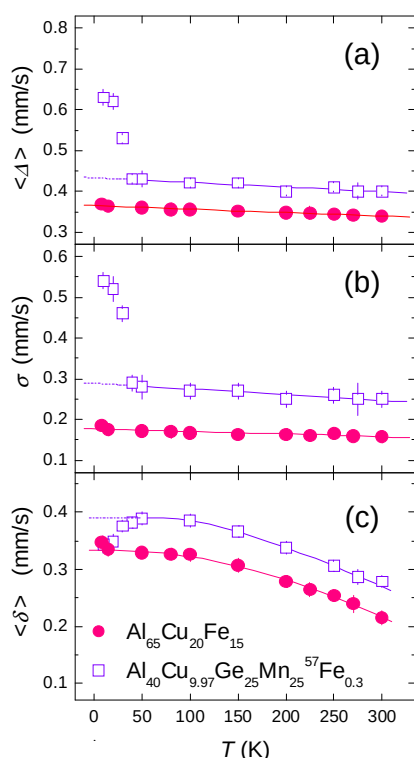
Obr. 1. Mössbauerove spektrá ikosahedrálného kvázikryštálu typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9,97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}\text{Fe}_{0,3}$ (a) a $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ (b) zaznamenané pri uvedených teplotách

Spektrá sme teda vyhodnocovali použitím distribúcií kvadrupólových štiepení $P(\Delta)$. Získané hyperjemné parametre, ktoré zahŕňajú strednú hodnotu kvadrupólového štiepenia $\langle\Delta\rangle$, strednú kvadratickú odchýlku σ distribúcií kvadrupólových štiepení $P(\Delta)$ a strednú hodnotu izoméneho posunu $\langle\delta\rangle$ (vzhľadom na $\alpha\text{-Fe}$ pri 300 K), sú zobrazené ako funkcia teploty merania T na Obr. 2 pre oba typy kvázikryštálov.

V prípade ikosahedrálného kvázikryštálu typu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ nie sú pozorované významné odchýlky v spektrálnych parametroch $\langle\Delta\rangle$ a σ , oba mierne rastú s klesajúcou teplotou. Taktiež stredná hodnota izoméneho posunu $\langle\delta\rangle$ vykazuje očakávanú teplotnú závislosť, ktorá je podmienená Dopplerovým posunom druhého rádu. Možno teda konštatovať, že ako v štruktúrnom usporiadaní tak aj v charaktere hyperjemných interakcií nedochádza v tejto vzorke k žiadnym zmenám.

Situácia je však diametrálne odlišná pre kvázikryštál typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9,97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}\text{Fe}_{0,3}$, kde sú na Obr. 2 dobre viditeľné významné odchýlky vo všetkých sledovaných spektrálnych parametroch v oblasti teplôt pod 40 K. Pripomíname, že kvadrupólové štiepenie Δ je mierou elektrických kvadrupólových interakcií, ktoré charakterizujú nemagnetický stav rezonančných atómov. Štandardná

odchýlka σ príslušnej distribúcie $P(\Delta)$ má zase súvis so štruktúrnym usporiadaním a izoméry posun δ (ako aj jeho stredná hodnota získaná z danej distribúcie) odráža zmeny v chemickom okolí rezonančných atómov. Pozorované zmeny vo všetkých týchto spektrálnych parametroch môžu byť teda interpretované nasledovne: (i) vo vzorke sú prítomné kombinované elektrické kvadrupólové aj magnetické dipólové interakcie, čiže kvázikryštál je v oblasti nízkych teplôt (pod 40 K) čiastočne magnetický a (ii) pri teplote asi 30 K dochádza k štruktúrnemu alebo magnetickému prechodu.



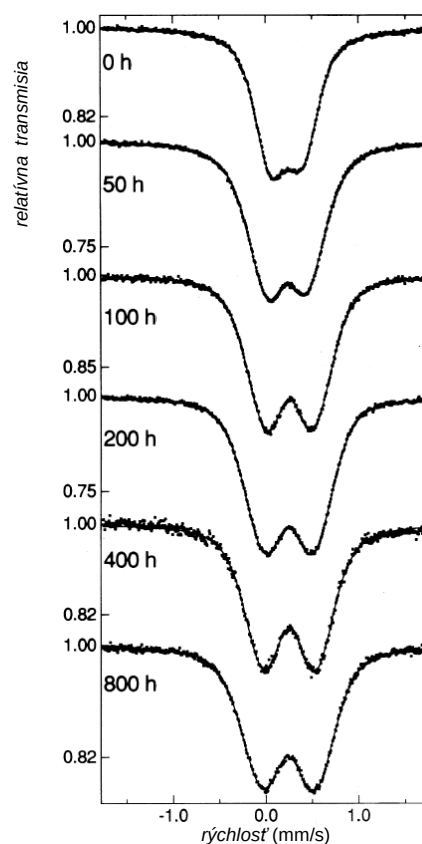
Obr. 2. Stredná hodnota kvadrupólového štiepenia $\langle \Delta \rangle$ (a), štandardná odchýlka σ príslušnej distribúcie $P(\Delta)$ (b) a stredný izoméry posun $\langle \delta \rangle$ (c) pre ikosahedrálne kvázikryštály typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{9.97}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}^{57}\text{Fe}_{0.3}$ ($\square$) a $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ ($\bullet$) v závislosti od teploty merania T

Brand *et al.* [13] vylúčili s využitím výsledkov neutrónovej difrakcie štruktúrnú transformáciu v kvázikryštáli typu $\beta\text{-Al}_9\text{Si}(\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_x)_3$, ktorý vykazoval podobné správanie. Môžeme teda predpokladať, že dochádza k magnetickému prechodu v určitom množstve Fe atómov [4]. Táto domnienka je podporená aj významnou zmenou hodnôt $\langle \delta \rangle$. Navyše boli v tomto kvázikryštáli identifikované malé množstvá feromagnetkej fázy AlGeMn [14], ktorá môže byť zodpovedná za magnetické

správanie sa ikosahedrálneho kvázikryštálu typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{10}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}$, ako uviedli Tsai a kol. [7], keď stanovili Curieho teplotu na 467 K. Avšak detailné Mössbauerove experimenty ako aj výsledky difrakcie röntgenových lúčov [8] v širokom teplotnom intervale (až do takmer 600 K) potvrdili, že magnetický prechod sa uskutočňuje pri teplote okolo 30 K. Táto teplota nie je závislá na množstve sondovacích atómov Fe a ani na obsahu feromagnetkej AlGeMn fázy vo vzorke. Môžeme teda vysloviť záver, že sa jedná o intrinzičnú vlastnosť materského materiálu ikosahedrálneho kvázikryštálu typu $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{10}\text{Ge}_{25}\text{Mn}_{25}$.

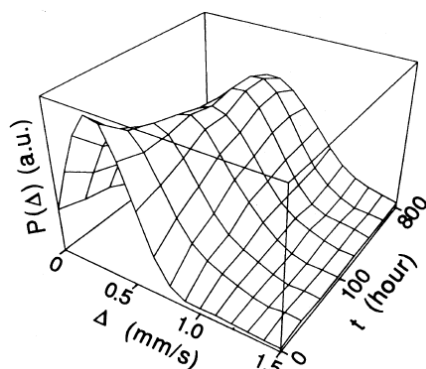
3.2. Mechanická aktivácia

Ikosahedrálne kvázikryštál $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ bol vystavený účinkom mechanického mletia v guľovom mlyne po dobu až 800 hodín. Typické príklady Mössbauerových spektier získaných po určitých dobách mechanickej aktivácie sú znázornené na Obr. 3, distribúcie kvadrupólových štiepení z ich vyhodnotenia sú vykreslené na Obr. 4 vo forme 3-D záznamu.



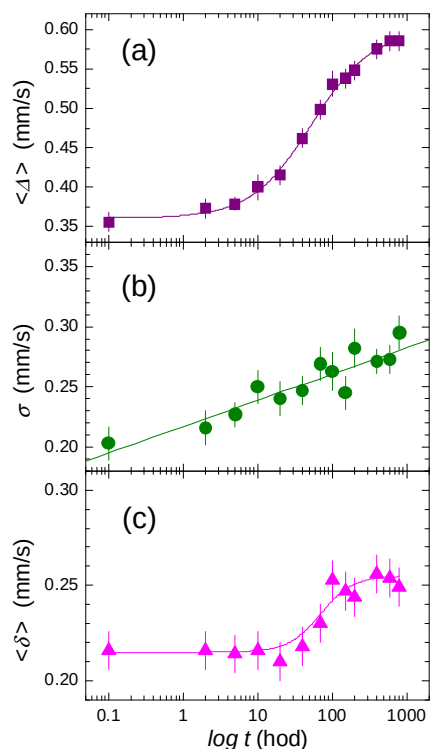
Obr. 3. Mössbauerove spektrá ikosahedrálneho kvázikryštálu typu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ namerané pri izbovej teplote po mechanickom mletí s uvedenou dobou aktivácie

Mössbauerove spektrá podobne ako v prvom prípade vykazujú kvadrupólové dublety širokých absorpčných čiar. S postupujúcou dobou mechanickej aktivácie sa následne zväčšuje vzdialenosť medzi nimi, teda hodnota kvadrupólového štiepenia Δ rastie. To sa na Obr. 4 prejavuje posunom maxima hodnôt $P(\Delta)$ smerom k vyšším hodnotám Δ .



Obr. 4. Distribúcie kvadrupólových štiepení $P(\Delta)$ získané z Mössbauerových spektier kvázikryštálu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ vystaveného mechanickému mletiu počas doby t

Na Obr. 5 sú v semilogaritmickej škále vynesené hodnoty spektrálnych parametrov $\langle\Delta\rangle$, σ a $\langle\delta\rangle$ v závislosti od logaritmu doby mletia $\log t$.



Obr. 5. Stredná hodnota kvadrupólového štiepenia $\langle\Delta\rangle$ (a), štandardná odchýlka σ príslušnej distribúcie $P(\Delta)$ (b) a stredný izomérny posun $\langle\delta\rangle$ (c) pre ikosahedrálne kvázikryštal typu $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ v závislosti od doby jeho mechanickej aktivácie ($\log t$) v guľovom mlyne

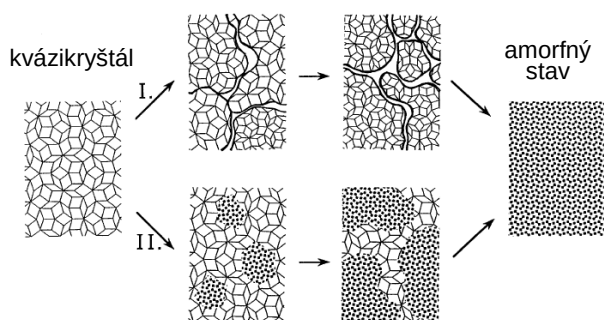
Stredná hodnota kvadrupólového štiepenia $\langle\Delta\rangle$ vykazuje po počiatkovom náraste tendenciu saturácie. Takéto správanie môžeme pripísať štrukturálnej transformácii z kvázikryštalického do amorfného stavu, ktorá je ukončená asi po 200 hodinách mechanického mletia. Navrhnutú interpretáciu podporuje aj prudký nárast štandardnej odchýlky σ , ktorý je na Obr. 5b vidieť hneď od začiatku mechanickej aktivácie. Jej kontinuálny nárast naznačuje, že mletím dosiahnutá štruktúra sa vyznačuje značným stupňom neusporiadanosti (amorfnosti). Ten je výsledkom opakovaného skladania a redukcie hrúbky kvázikryštalickej vzorky počas procesu mechanickej aktivácie, kedy sú čiastočky kvázikryštálu mechanicky deformované medzi guľôčkami mlynu, prípadne medzi guľôčkami a stenami nádoby mlynu. Tým sa zároveň vytvárajú nanometrové zrná, dochádza k atomárnemu miešaniu a uchovávaní pnutí, napätí a štruktúrnych defektov v blízkosti hraníc týchto zrn. Následne jednotlivé oblasti kvázikryštalickej štruktúry prudko kolabujú a vytvára sa amorfný stav.

Zmeny v chemickom okolí rezonančných atómov železa v mletých vzorkách sú dokumentované priebehom stredných hodnôt izomérneho posunu $\langle\delta\rangle$ na Obr. 5c. Po asi 200 hodinách mletia sa ani tento parameter už významnejšie nemení, čo naznačuje homogenitu amorfných oblastí aj z pohľadu zastúpenia jednotlivých konštitučných prvkov pôvodne kvázikryštalickej vzorky.

Úvahy o tvorbe oblastí s amorfnou štruktúrou v mletých vzorkách sú podporené aj výsledkami získanými z difrakcie röntgenových lúčov [8]. S postupujúcou dobou mechanickej aktivácie sa pôvodný difraktogram, ktorý vykazoval ostré reflexie ikosahedrálnej kvázikryštalickej štruktúry, menil a začali sa objavovať široké difrakčné čiary charakteristické pre amorfnú štruktúru.

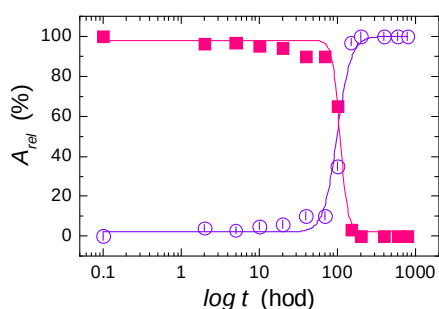
Aj na základe vyššie spomínaných difrakčných experimentov sa pri návrhu modelu transformačného mechanizmu uvažovalo so vznikom amorfných oblastí už počas úvodných fáz mechanického mletia. V jeho priebehu kvázikryštalická a sklovitá amorfná štruktúra koexistujú, no postupne menia svoje relatívne zastúpenie. Proces je schematicky znázornený na Obr. 6, kde sú aj naznačené dva

možné scenáre takéhoto vývoja: (i) drobenie kvázikryštálov na oblasti veľkosti nanometrov a uchovávanie pnutí, napätí a defektov v priestore ich hraníc a (ii) priama tvorba menších oblastí s amorfnou štruktúrou.



Obr. 6. Schematický proces transformácie kvázikryštálu do amorfného stavu počas procesu mechanického mletia (viď text)

Pomocou Mössbauerovej spektrometrie však nie je možné rozhodnúť, ktorý z navrhnutých mechanizmov transformácie je správny. Pri vyhodnocovaní Mössbauerových spektier sme však brali do úvahy tvorbu amorfných oblastí, ktoré boli vo fitovacom modeli reprezentované samostatným distribuovaným spektrálnym komponentom. Použili sme teda dva bloky $P(\Delta)$ distribúcií, z ktorých jeden reprezentoval pôvodnú kvázikryštalickú štruktúru a druhý bol priradený novovznikajúcej amorfnej fáze. Ich vzájomné relatívne zastúpenie je vykreslené na Obr. 7 v závislosti od logaritmu doby mletia. Po 200 hodinách je proces štruktúrnej transformácie úplne skončený.



Obr. 7. Relatívne obsahy A_{rel} kvázikryštalických (■) a amorfných (○) oblastí v ikosahedrálnej kvázikryštáli $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ v závislosti od logaritmu doby jeho mechanickej aktivácie $\log t$

4. Záver

Mössbauerova spektrometria sa ukázala byť vhodnou a užitočnou technikou na štúdium kvázikryštalických materiálov na jadrovej úrovni. Zmeny hyperjemných interakcií v najbližších okoliach rezonančných atómov Fe

napomohli pri objasnení vplyvov teploty a mechanickej aktivácie na správanie sa ikosahedrálnej kvázikryštálov typu $Al_{40}Cu_{9.97}Ge_{25}Mn_{25}^{57}Fe_{0.3}$ a $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$. Za zmienku stojí fakt, že v prvom type vyšetrovaného materiálu Fe nie je súčasťou základného kompozičného zloženia, no bolo dodané ako sonda na skúmanie jeho elektrónových a magnetických vlastností. Práve v tomto kvázikryštáli bol odhalený prechod do magnetického usporiadania pri teplote asi 30 K, čo je omnoho nižšie, ako hodnota uvádzaná v literatúre.

V ikosahedrálnej kvázikryštáli $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ sme sa zamerali na zisťovanie vplyvu mechanickej aktivácie pomocou mletia v guľovom mlyne na zmenu jeho štruktúry. Počas mletia sme pozorovali porušenie pôvodnej kvázikryštalickej štruktúry a jej postupnú transformáciu na amorfný stav. Zárodoky neusporiadanej štruktúry boli zaznamenané už v počiatočnej fáze mletia. Po asi 200 hodinách mechanickej aktivácie je proces štruktúrnej premeny ukončený.

Literatúra

1. M. Miglierini, P. Matúš, Spravodaj SSS 22 (2015) 6
2. D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias, J.W. Cahn, Phys. Rev. Lett. 53 (1984) 1951
3. pozri napr. *Quasicrystals*, Proceedings of the China - Japan Seminars, Tokyo 1989, Beijing 1990, eds. K.H. Kuo and T. Ninomiya (World Scientific, Singapore, 1991)
4. M. Miglierini, S. Nasu, J. Phys. Soc. Jpn. 60 (1991) 2135
5. S. Nasu, M. Miglierini, T. Kuwano, Phys. Rev. B45 (1992) 12778
6. S. Nasu, M. Miglierini, K.N. Ishihara, P.H. Shingu, J. Phys. Soc. Jpn 61 (1992) 3766
7. A.P. Tsai, A. Inoue, T. Masumoto, N. Kataoka, Jpn. J. Appl. Phys. 27 (1988) L2252
8. M. Miglierini, S. Nasu, Mater. Trans. JIM 34 (1993) 178
9. M. Miglierini, S. Nasu, T. Kuwano, Hyperfine Interact. 80 (1993) 977
10. M. Miglierini, S. Nasu, T. Kuwano, Czech. J. Phys. 43 (1993) 19
11. M. Miglierini, S. Nasu, T. Kuwano, Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B76 (1993) 273
12. R. A. Brand: NORMOS programs, Internal Report, Universitaet Duisburg, 1987
13. R.A. Brand, G. LeCaër, J.-M. Dubois, F. Hippert, Ch. Sauer, J. Pannetier, J. Phys.: Condens. Matter 2 (1990) 3855
14. Z.M. Stadnik, G. Stroink, Phys. Rev. B43 (1991) 894

VÝHODY A OBMEDZENIA METÓD ATÓMOVEJ SPEKTROMETRIE PRI STANOVENÍ KOVOV PO CPE SEPARÁCII

Ingrid Hagarová

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

Abstrakt

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (*Cloud Point Extraction* – CPE) patrí k predúpravným technikám, ktoré sú v súčasnosti značne využívané na separáciu a prekoncentráciu (ultra)stopových kovov z rôznych typov matric. V tomto prípade sa využívajú micelárne roztoky tvorené z jedného alebo určitej zmesi neutrálnych tenzidov, kde k preskupeniu micelotvorných zložiek a vzniku ďalšej fázy dochádza po zahriatí nad určitú teplotu.

Kľúčové slová

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE), atómová absorpčná spektrometria s plameňovou atomizáciou (FAAS), atómová absorpčná spektrometria s elektrotermickou atomizáciou (ETAAS), atómová emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (ICP-AES)

1. Úvod

Po pridaní tenzidu k vodnému roztoku (koncentrácia tenzidu musí byť vyššia ako kritická micelárna koncentrácia) a následnom zahriatí nad určitú teplotu (ktorá je charakteristická pre každý tenzid), sa takýto roztok stáva zakaleným v dôsledku preskupenia micelotvorných zložiek a vzniku ďalšej fázy. Takto sa získajú dve fázy; jedna obohatená tenzidom, ktorá obsahuje hydrofóbne a nepolárne zlúčeniny zachytené v nepolárnych jadrách micel, a druhá – vodná fáza s koncentráciou tenzidu blízko kritickéj micelárnej koncentracii. V prípade extrakcie kovov je najčastejšie prvým krokom celého postupu vytvorenie hydrofóbného komplexu s vhodným činidlom, pričom komplex musí mať

vysoký rozdeľovací koeficient, musí vznikať rýchlo a kvantitatívne.

Opis optimalizovaných parametrov a podmienok pre navrhnutie spoľahlivého CPE postupu, ako aj príklady aplikácií spojenia CPE s metódami atómovej spektrometrie pri separácii a prekoncentracii (ultra)stopových kovov boli predmetom článku publikovaného v Spravodaji Slovenskej spektroskopickej spoločnosti v roku 2008 [1]. Cieľom tohoto príspevku je uviesť výhody a obmedzenia využívaných metód atómovej spektrometrie pri stanovení kovov po ich CPE separácii a prekoncentracii.

Z metód atómovej spektrometrie, ktoré sa využívajú na stanovenie kovov po CPE separácii patria k najpoužívanejším: atómová absorpčná spektrometria s plameňovou atomizáciou (FAAS), atómová absorpčná spektrometria s elektrotermickou atomizáciou (ETAAS) a atómová emisná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (ICP-AES). Je to predovšetkým vďaka vysokej selektivitě týchto detektorov, ktoré sú schopné spoľahlivo stanoviť sledovaný analyt aj v prípadoch menej účinných separácií. Počet prác venovaných spojeniu CPE s už spomínanými metódami atómovej spektrometrie má narastajúcu tendenciu [2,3].

2. Spojenie CPE a FAAS

Po CPE separácii sa získava vysoko viskózna tenzidom obohatená fáza. V takomto prípade je nevyhnutné použiť určité zriedovacie činidlo pre získanie homogénneho roztoku s nízkou viskozitou, ktoré je kompatibilné s používanými zhmlovačmi v FAAS. Bežne používané sú metanol alebo metanolicke roztoky zriedených minerálnych kyselín (najmä HCl alebo HNO₃). Vplyv metanolu na signál pri použití plameňovej atomizácie bol v minulosti predmetom niekoľkých štúdií [4-6]. Pri použití organických činidiel v FAAS bolo potvrdené zvýšenie citlivosti minimálne dvojnásobne. Tento úkaz je pripisovaný nízkemu povrchovému napätiu organických činidiel (napr. menej ako 25 dyn.cm⁻² pre metanol, zatiaľ čo pre vodu je to 72 dyn.cm⁻²), čo značne ovplyvňuje zhmlovací proces [7]. Vplyvu tenzidov na signál pri použití plameňovej atomizácie bolo venovaných taktiež niekoľko štúdií [8-10]. Väčšina z nich

opisuje zreteľné zlepšenie citlivosti v FAAS (a teda odporúčajú ich použitie), avšak v niektorých prípadoch bolo zaznamenané iba nepatrné alebo žiadne zlepšenie [11]. V súčasnosti je však potvrdené, že pri analýze roztokov obsahujúcich tenzidy vznikajú v zhmlovačoch jemnejšie kvapôčky aerosolu, čo môže priaznivo ovplyvniť ich transportnú účinnosť do plameňa, ako aj účinnosť pri atomizácii analytu [3].

3. Spojenie CPE a ETAAS

Výhodou ETAAS detekcie je to, že organické činidlá ako aj tenzidy sú plne kompatibilné s ETAAS. Zatiaľ čo kontaktný uhol medzi molekulami vody a povrchovým uhlíkom grafitovej kyvety je 85,7°, uhol medzi molekulami organických činidiel a povrchovým uhlíkom grafitovej kyvety sa pohybuje medzi 0 a 10°, takže zatiaľ čo systém voda/grafit prejavuje znaky nestability, systém organické činidlo / grafit je celkom kompatibilný. Okrem organických činidiel aj prítomnosť tenzidov v analyzovaných roztokoch môže viesť k zmenšeniu kontaktného uhla, čo taktiež ponúka možné riešenie daného problému [3]. Z uvedeného je zrejmé, že prítomnosť tenzidu vo vodnom roztoku môže napomôcť pri rovnomernom dávkovaní vzorky na grafitový povrch. Uvedené zistenia viedli k používaniu tenzidov (predovšetkým zo série Triton X) práve na zvýšenie zmáčavosti grafitového povrchu v ETAAS. Z opísaných zistení je zrejmé, že pri využití ETAAS detekcie po CPE separácii nie sú očakávané žiadne vážnejšie problémy. Avšak aj v tomto prípade spojenia CPE a ETAAS je potrebné pre každý analyt optimalizovať teplotný program a zvoliť vhodný chemický modifikátor.

4. Spojenie CPE a ICP-AES

Pri analýze roztokov pripravených v organických činidlách dochádza pri využití ICP-AES detekcie k zmenám základných vlastností plazmy (teplota plazmy, stupeň ionizácie), k zmene stability plazmy, k zmene rozmerov a tvaru plazmy [12-14] a k zmene rýchlosti prietoku aerosolu [15,16]. Vo väčšine prípadov sú to zmeny nepriaznivé [17,18]. Práve z uvedených dôvodov sú na riedenie tenzidom obohatenej fázy v prípade ICP-AES

detekcie používané priamo koncentrované minerálne kyseliny bez pridania akéhokoľvek organického činidla. V prípadoch analýzy roztokov obsahujúcich tenzidy boli opísané iba minimálne alebo žiadne efekty ovplyvňujúce transport vzorky a analytickú citlivosť pri použití ICP-AES detekcie [8,19].

5. Záver

Zo spomínaných spektrometrických metód je CPE separácia a prekoncentrácia využívaná predovšetkým v spojení s FAAS detekciou [20-23]. Na druhom mieste je ETAAS [24,25]. Je to predovšetkým z toho dôvodu, že aj napriek popularite a stále narastajúcemu počtu laboratórií vybavených vysoko citlivou metódou ICP-MS, metódy FAAS a ETAAS patria k najčastejšie dostupným a zabehnutým nielen vo výskumných, ale aj prevádzkových laboratóriách, ktoré sa venujú stanovovaniu kovov v rôznych typoch matric. V snahe znížiť medze stanovenia týchto dostupných detekčných metód, práve separačno-prekoncentračné postupy využívajúce CPE predstavujú efektívnu pomoc. Spojenie CPE a FAAS vedie k značnému zníženiu medzí stanovenia, ponúka možnosť rýchlej a relatívne najlacnejšej analýzy. V spojení CPE a ETAAS je značnou výhodou spotreba len malých objemov vzorky (rádovo desiatky mikrolitrov). Po nariadení vysoko viskózne tenzidom obohatenej fázy vhodným činidlom (najčastejšie metanolicke alebo etanolicke roztoky minerálnych kyselín) sa získavajú objemy rádovo v stovkách mikrolitrov, čo bez problémov postačuje pri niekoľkonásobnom opakovanom injektovaní vzorky do elektrotermického atomizátora. Pri CPE postupoch vypracovaných pre niekoľko analytov súčasne patrí k používaným detekčným metódam ICP-AES [26,27], pri využití ktorej je výhodou jej možnosť multiprvkového stanovenia.

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. I. Hagarová, Spravodaj Slovenskej spektroskopickkej spoločnosti 15 (2008) 6-10
2. M.F. Silva, E.S. Cerutti, L.D. Martinez, Microchim. Acta 155 (2006) 349-364

3. C.D. Stalikas, Trends Anal. Chem. 21 (2002) 343-355
4. J.A. Dean, W.J. Carnes, Anal. Chem. 34 (1962) 192-194
5. M. Kodama, S. Miyagawa, Anal. Chem. 52 (1980) 2358-2361
6. J. Stupar, J.B. Dawson, Appl. Opt. 7 (1968) 1351-1358
7. H. Kornahrens, K.D. Cook, D.W. Armstrong, Anal. Chem. 54 (1982) 1325-1329
8. J. Farino, R.F. Browner, Anal. Chem. 56 (1984) 2709-2714
9. Z.Y. Yan, W. Zang, J. Anal. At. Spectrom. 4 (1989) 797-799
10. A.I. Ruiz, A. Canals, V. Hernandis, J. Anal. At. Spectrom. 8 (1993) 109-113
11. M. Kodama, S. Shimizu, M. Sato, T. Tominaga, Anal. Lett. 10 (1977) 591-598
12. G. Kreuning, F.J.M.J. Maessen, Spectrochim. Acta Part B 44 (1989) 367-384
13. D.G. Weir, M.W. Blades, J. Anal. At. Spectrom. 9 (1994) 1323-1334
14. D.G. Weir, M.W. Blades, J. Anal. At. Spectrom. 9 (1994) 1311-1322
15. R.I. Botto, J. Anal. At. Spectrom. 8 (1993) 51-57
16. I.B. Brenner, M. Plantz, J.J. Zhu, A. Zander, J. Anal. At. Spectrom. 12 (1997) 273-279
17. D.R. Wiederin, R.S. Houk, R.K. Winge, A.P. D'Silva, Anal. Chem. 62 (1990) 1155-1160
18. A.L. Molinero, J.R. Castillo, P. Chamorro, J.M. Muniozguren, Spectrochim. Acta Part B 52 (1997) 103-112
19. J.A. Bertagnolli, D.L. Neylan, D.D. Hammergren, At. Spectrosc. 14 (1993) 4-7
20. H. Han, J. Zhou, Y. Xu, C. Jia, H. Xia, Y. Wang, Commun. Soil Sci. Plant Anal. 43 (2012) 2389-2399
21. X. Wen, Y. Zhao, Q. Deng, J. Guo, X. Zhao, S. Ji, Microchim. Acta 178 (2012) 139-146
22. B.F. Somera, F.M. de Oliveira, W.J. Barreto, S.R. Giancoli Barreto, C.R. Teixeira Tarley, Quim. Nova 35 (2012) 1600-1605
23. J. Song, W. Zhen, Z. Li, Y. Lian, Y. Yang, Water Sci. Technol. 66 (2012) 792-798
24. N.N. Meeravali, S.J. Kumar, Anal. Methods 4 (2012) 2435-2440
25. B. Sun, T. Ren, L. Zhao, R. Zhong, Spectrosc. Spect. Anal. 32 (2012) 2847-2852
26. L. Zhao, S. Zhong, K. Fang, Z. Qian, J. Chen, J. Hazard. Mater. 239 (2012) 206-212
27. H. Liu, J. Jiang, Y. Lin, Anal. Lett. 45 (2012) 2096-2107

SPRÁVY Z ODBORNÝCH AKCIÍ

NOVINKY V NAŠOM PORTFÓLIU

19.-21. október 2015

Nitra, Košice, Banská Bystrica

<http://www.pragolab.sk>

Počas troch dní sa v troch 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, Leica Microsystems a iných. Na seminároch sa zúčastnili pracovníci z výskumných inštitúcií, verejného sektora a priemyselných a iných podnikov. Prednášateľmi boli pracovníci firmy PRAGOLAB: Mariana Danková, Peter Letovanec, Róbert Cibula, Michal Had, Monika Kondeková a Jana Nagyová.

Oficiálny program seminára obsahoval tri bloky prednášok na nasledujúce témy:



MIKROSKOPIA TROCHU INAK (M. Danková, P. Letovanec)

- Mikroskopia a chemická analýza
- Predstavujeme Leica Microsystems



SVET NANOČASTÍC A POVRCHOV (R. Cibula, M. Had)

- Častice
- Nanočastice a ICP/MS
- Rôzne metódy charakterizácie materiálov



SEPARAČNÉ TECHNIKY (M. Danková, M. Kondeková, J. Nagyová)

- Novinky v spotrebnom chromatografickom materiáli od Thermo Scientific
- Možnosti automatizácie úpravy vzoriek
- Orbitrap už aj pre plynovú chromatografiu
- Elektrochemická detekcia a detekcia na báze aerosólu v kvapalinovej chromatografii

Peter Matúš

Foto: web Pragolab, s.r.o. (3)

17TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCES IN EXTRACTION TECHNOLOGIES EXTECH 2015

7-11 November 2015

Guangzhou, China

<http://ce.sysu.edu.cn/extech2015>



V čínskom Cantone (Guangzhou) na Sun Yat-Sen University (SYSU), School of Chemistry and Chemical Engineering sa v dňoch 7. až 11. 11. 2015 konal 17. ročník medzinárodného sympózia o extrakčných technikách ExTech.

Program akcie obsahoval 68 orálnych (z toho 23 v sekcii Young Scientists) a 75

posterových prezentácií. Vyberám z plenárnych prednášok:

- Janusz Pawliszyn (University of Waterloo, Canada): Needle trap, a new sampling/sample preparation tool,
- Chris Le (University of Alberta, Canada): Enzyme-assisted extraction of arsenic species for studying arsenic exposure and health effects,
- Bogusław Buszewski (Nicolaus Copernicus University, Poland): Purification and preconcentration of mycotoxins and its metabolites by molecularly imprinted adsorbents for biomedical analysis,

d'alších prezentácií:

- Jianhua Wang (Northeastern University, China): Selective sample pretreatment based on biomass-metal interactions,
- Bin Hu (Wuhan University, China): Monolithic capillary microextraction combined with inductively coupled plasma mass spectrometry for trace elements and their species analysis,

- Huwei Liu (Peking University, China): High throughput analysis by microextraction coupled directly to ambient mass spectrometry,
 - Jinhua Zhan (Shandong University, China): Combing extraction with surface enhanced Raman spectroscopy,
- prezentácií slovenských účastníkov zo Slovenskej technickej univerzity v Bratislave:
- Svetlana Hrouzková: Development of combined extraction and dispersive liquid-liquid microextraction methods for isolation and preconcentration of pesticide residues in food analysis,
 - Svetlana Hrouzková: Comparison of QuEChERS and stir bar sorptive extraction methods followed by GC-MS for determination of new pesticide pyridalyl in strawberries,
 - Agneša Páleníková: Development of microextraction in packed syringe method followed by GC-MS for rapid quantification of selected pesticide residues,
 - Agneša Páleníková: Evaluation of a modified QuEChERS for the extraction of multiclass pesticide residues from cotton,
 - Katarína Hroboňová: Development of molecularly imprinted polymer for the selective extraction of simple coumarins from plant,
 - Katarína Hroboňová: Sample preparation techniques for the extraction of coumarins from propolis
- a prezentácií slovenských účastníkov z Univerzity Komenského v Bratislave a SSS:
- Ingrid Hagarová: Two extraction procedures for separation and preconcentration of trace lead from natural waters,
 - Ingrid Hagarová: Separation and preconcentration of trace platinum by using nano-sized TiO₂,
 - Martin Urík: Biological extraction of potentially toxic metals and metalloids from contaminated amorphous and mineral phases by filamentous fungi,
 - Martin Urík: Biologically driven extraction of antimony from contaminated ferric oxides and natural ochres by filamentous fungi under defined laboratory conditions,
 - Peter Matúš: Determination of trace amounts of total dissolved labile cationic aluminium in environmental samples by spectrometric methods after solid phase extraction using some nano-sized metal oxides and fungal biomass,
 - Peter Matúš: Determination of thallium species in water samples by ET AAS after separation and preconcentration using solid phase extraction.

Peter Matúš

Foto: EXTECH 2015 (1)

MÖSSBAUEROVSKÉ ROJENÍ 2015

10.-11. november 2015

Bratislava

<http://www.spektroskopie.sk>

Tradičné stretnutie českých mössbaueristov sa tentokrát konalo trochu netradične na Slovensku. V celej histórii týchto každoročných pravidelných pracovných stretnutí, ktorá začala niekedy okolo r. 2000, to bolo druhý raz, keď sme českých odborníkov z oblasti Mössbauerovej spektrometrie pozvali na Slovensko (predchádzajúca akcia sa konala v r. 2008 na Pezinskej Babe). Celkovo bolo na seminári 23 účastníkov z 3 krajín. Popri českých a slovenských mössbaueristov vystúpila na

Rojení s prednáškou aj PhD študentka z Iránu, ktorá je na dlhodobom študijnom pobyte na FEI STU v Bratislave. Tým sa pomerne komorné pracovné stretnutie posunulo do kategórie medzinárodných konferencií.

Odznelo spolu 12 prednášok. Popri aplikáciách Mössbauerovej spektrometrie v geológii a extraterestriálnej mineralógii zaujali tiež referáty o netradičných kovových materiáloch či *in situ* sledovaní chemických transformácií ferátov. Obzvlášť pútavé boli prednášky o štruktúrnych pozíciách železných atómov v tkanive ľudského mozgu, či v tele čmeliakov. Tieto posledné dve aplikácie ako by podčiarkovali široké možnosti využiteľnosti tejto jadrovej-fyzikálnej spektrometrickej metódy. Súčasťou

Mössbauerovského rojení 2015 bola aj návšteva laboratórií Ústavu jadrového a fyzikálneho inžinierstva FEI STU, kde sa účastníci akcie oboznámili s metódou pozitronovej anihilačnej spektrometrie a röntgenovou fluorescenciou.

Táto zaujímavá akcia bola zorganizovaná za výdatnej podpory Slovenskej spektroskopickkej spoločnosti. Podľa vyjadrení

českých kolegov sa im na Slovensku veľmi páčilo a tiež ocenili rozmanitosť pracovného programu a hladký priebeh akcie. Nie je vylúčené, že sa niekedy v blízkej budúcnosti opäť na Slovensku pri podobnej akcii znovu stretneme.

Marcel Miglierini

BUDÚCE ODBORNÉ AKCIE

SLOVENSKO A ČESKÁ REPUBLIKA

Měření vibračních spekter

11.-15. leden 2016

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Interpretace vibračních spekter

18.-22. leden 2016

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Stanovenie NEL a EL vo vodách a pôdach

8. február 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

Škola GC-MS

9.-10. únor 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Workshop konfokální a super-rezoluční mikroskopie

23. únor 2016

České Budějovice, ČR

<http://www.pragolab.cz>

Základy FTIR spektroskopie a ovládanie programu Omnic

29. február - 2. marec 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

Škola HPLC

16.-17. březen 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.cz>

3. Škola rentgenové mikroanalýzy

12.-15. duben 2016

Žďár nad Sázavou, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

31. konference NMR

24.-27. duben 2016

Valtice, ČR

<http://www.ncbr.muni.cz/nmrvaltice>

Hutní a průmyslová analytika 2016

25.-28. duben 2016

Ostravice, ČR

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

ACP 2016 Súčasný stav a perspektívy analytickej chémie v praxi

3.-6. máj 2016

Bratislava

<http://www.chtf.stuba.sk/ACP>

Kurz laserové ablace 2016

23.-26. květen 2016

Brno, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

msms2016 Mossbauer Spectrometry in Materials Science

23.-27. máj 2016

Liptovský Ján, Nízke Tatry

<http://www.spektroskopia.sk>

16th Czech and Slovak Conference on Magnetism

13-17 June 2016

Košice

<http://csmag.saske.sk>

Škola molekulové spektrometrie 2016

13.-15. červen 2016

Brno, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

22nd International Conference Applied Physics of Condensed Matter

22-24 June 2016

Štrbské Pleso

<http://kf.elf.stuba.sk/~apcom>

68. sjezd chemiků

4.-7. září 2016

Praha, ČR

<http://sjezd.csch.cz>

17. Škola hmotnostní spektrometrie

4.-9. září 2016

Luhačovice, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Odběry vzorků

12.-14. září 2016

Valtice, ČR

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

Mikroelementy

14.-16. září 2016

Valtice, ČR

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

Solid State Chemistry 2016

18-23 September 2016

Prague, Czech Republic

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

Základy Ramanovej spektrometrie a mikroskopie

3.-5. október 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

Analýza organických látek

10.-12. srpen 2016

Beskydy, ČR

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

FTIR analýza palív a mazív

17. október 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

XXI. Slovensko-Česká spektroskopická konferencia

16.-20. október 2016

Liptovský Ján, Nízke Tatry

<http://www.spektroskopia.sk/scsc/sk>

Teoretické základy infračervenej mikroskopie

7. november 2016

Praha, ČR

<http://www.pragolab.sk>

ZAHRANIČIE

2016 Winter Conference on Plasma Spectrochemistry

10-16 January 2016

Tucson, Arizona, USA

<http://icpinformation.org>

ESAS 2016 European Symposium on Atomic Spectrometry

31 March - 2 April 2016

Eger, Hungary

<http://www.esas2016.mke.org.hu>

RANC 2016 International Conference on Radioanalytical and Nuclear Chemistry

10-15 April 2016

Budapest, Hungary

<http://www.jmc-ranc.com/index.php/conference>

European Conference on Non-linear Optical Spectroscopy

24-27 April 2016

Göteborg, Sweden

<http://www.chalmers.se/en/conference/econos2016>

2nd Mediterranean Conference on the Applications of the Mössbauer Effect

31 May - 3 June 2016

Cavtat, Croatia

<http://mecame2016.irb.hr>

8th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry

5-8 June 2016

Loen, Norway

<http://nordicplasma.com>

DUST 2016 2nd International Conference on Atmospheric Dust

12-17 June 2016

Castellaneta Marina - Taranto, Italy

<http://www.scientevents.com/dust2016>

HYPERFINE 2016 International Conference on Hyperfine Interactions and their Applications

3-8 July 2016

Leuven, Belgium

<https://iks32.fys.kuleuven.be/indico/event/31>

ISMANAM 2016 23rd International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials

3-8 July 2016

Nara, Japan

<http://ismanam2016.org>

EWLA 2016 13th European Workshop on Laser Ablation

12-15 July 2016

Ljubljana, Slovenia

<http://ewla2016.ki.si>

ISEAC 39 International Conference on Environmental & Food Monitoring

19-22 July 2016

Hamburg, Germany

<http://www.iaeac.com/iseac39-hamburg>

ISSP 17 International Symposium on Solubility Phenomena and Related Equilibrium Processes

24-29 July 2016

Geneva, Switzerland

<http://issp17.unige.ch>

15th TraceSpec Workshop on Progress in Trace Metal Speciation for Environmental Analytical Chemistry

4-7 September 2016

Gdansk, Poland

<http://chem.pg.edu.pl/tracespec>

IAP 2016 Interfaces Against Pollution

4-7 September 2016

Lleida, Spain

<http://www.iap2016.org>

ISIAME 2016 International Symposium on the Industrial Applications of the Mössbauer Effect

4-8 September 2016

Cape Town, South Africa

<http://d.dominodeveloper.net/ap22ude/ap22ude.nsf/ISIAME>

6th EuCheMS Chemistry Congress

11-15 September 2016

Seville, Spain

<http://euchems-seville2016.eu>

4th Workshop on Field-Flow Fractionation - Mass Spectrometry

29-30 September 2016

Vienna, Austria

<http://umweltgeologie.univie.ac.at/hofmann-group/workshops>

20th International Conference on Flow Injection Analysis and Related Techniques

2-7 October 2016

Palma de Mallorca, Spain

<http://www.icfia2016.org>

EcoBalt 2016

9-12 October 2016

Tartu, Estonia

<http://akki.ut.ee/ecobalt-2016-2/?lang=en>

LACAME 2016 XV Latin American Conference on the Applications of the Mössbauer Effect

13-18 November 2016

Panama City, Panama

<http://www.viceipup.up.ac.pa/Lacame2016>

NOVÉ KNIHY

Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy (HAXPES)

Joseph C. Woicik (Ed.)
Springer, 2015, 571 p.
ISBN 3319240412

Introduction to Protein Mass Spectrometry

Pradip Kumar Ghosh
Academic Press, 2015, 312 p.
ISBN 012805123X

Surface-Enhanced Raman Spectroscopy: Bioanalytical, Biomolecular and Medical Applications

Marek Procházka
Springer, 2015, 221 p.
ISBN 3319239902

Clinical Applications of Mass Spectrometry in Drug Analysis: Methods and Protocols

Uttam Garg (Ed.)
Humana Press, 2015, 272 p.
ISBN 1493932519

The Encyclopedia of Mass Spectrometry: Volume 9: Historical Perspectives, Part A: The Development of Mass Spectrometry

Keith A. Nier, Alfred L. Yergey, P. Jane Gale (Eds.)
Elsevier Science, 2015, 406 p.
ISBN 0080438482

Modern Vibrational Spectroscopy and Micro-Spectroscopy: Theory, Instrumentation and Biomedical Applications

Max Diem
Wiley, 2015, 440 p.
ISBN 1118824865

The Spectroscope: Its Uses in General Analytical Chemistry. An Intermediate Textbook for Practical Chemists

Thomas Thorne Baker
Palala Press, 2015, 144 p.
ISBN 134683492X

Advances in MALDI and Laser-Induced Soft Ionization Mass Spectrometry

Rainer Cramer (Ed.)
Springer, 2015, 286 p.
ISBN 331904818X

Modern Luminescence Spectroscopy of Minerals and Materials

Michael Gaft, Renata Reisfeld, Gerard Panczer
Springer Mineralogy
Springer, 2015, 606 p.
ISBN 3319247638

Handbook of Molecular Spectroscopy

D.N. Sathyanarayana
I K International Publishing House, 2015, 616 p.
ISBN 9384588253

Protein Analysis using Mass Spectrometry: Accelerating Protein Biotherapeutics from Lab to Patient

Mike S. Lee and Qin C. Ji (Eds.)
Wiley, 2015, 368 p.
ISBN 1118605195

Intrinsically Disordered Proteins Studied by NMR Spectroscopy

Isabella C. Felli and Roberta Pierattelli (Eds.)
Springer, 2015, 421 p.
ISBN 3319201638

Ion/Molecule Attachment Reactions: Mass Spectrometry

Toshihiro Fujii (Ed.)
Springer, 2015, 332 p.
ISBN 148997587X

Rare-Earths and Actinides in High Energy Spectroscopy

Christiane Bonnelle and Nissan Spector
Springer, 2015, 380 p.
ISBN 9048128781

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2015 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 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:

ULVG 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
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