

## Formulár ZK - Záverečná karta projektu

Riešiteľ: RNDr. Marek Bujdoš, PhD.	Evidenčné číslo projektu: APVT-20-0420/02
Názov projektu: Návrh, realizácia a aplikácia novej metodiky na stanovenie ultrastopových obsahov kadmia vo vzorkách životného prostredia.	
Na ktorých pracoviskách bol projekt riešený:	Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, Geologický ústav
Ktoré zahraničné pracoviská spolupracovali pri riešení (názov, štát):	
Udelené patenty alebo podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory vychádzajúce z výsledkov projektu:	
Publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu (uved'te i publikácie prijaté do tlače alebo pripravované):  <i>Uvádzajte maximálne päť najvýznamnejších publikácií.</i>	<p>Optimization of cadmium determination by vapour generation AAS. M Bujdoš, V Streško, J. Medved', J. Kubová, Chem. Pap. 57(3) (2003) 201-203.</p> <p>Vapor generation of cadmium for its determination using atomic absorption spectrometry-recent developments. M. Bujdoš, Trans. Univ. Košice 2-3 (2006) 8-12.</p> <p>Comparison of various reaction media for the speciation reliability of arsenic by hydride generation atomic absorption spectrometry. I. Hagarová, M. Bujdoš, Trans. Univ. Košice 2-3 (2006) 33-39.</p> <p>Využitie generovania prchavých zlúčenín kadmia na jeho stanovenie metódou AAS. M. Bujdoš, Spravodaj Slovenskej spektroskopickkej spoločnosti, 13 (2006) 3-4.</p> <p>Frakcionácia, špeciálna analýza a stanovenie tália v environmentálnych vzorkách. M. Kališ, P. Matúš, M. Bujdoš, J. Medved', Chem. Listy, v tlači.</p>
V čom vidíte uplatnenie výsledkov tohto projektu:	Zlepšenie parametrov stanovenia kadmia metódou atómovej absorpčnej spektrometrie v širokom rozsahu environmentálnych vzoriek.

Podpisom záverečnej karty riešiteľ vyjadruje svoj súhlas ku zverejneniu údajov v nej uvedených.

Podpis riešiteľa: .....

Dátum: ..... 30. 1. 2007 .....

## Charakteristika výsledkov

Evidenčné číslo: 20-0420/02

### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - slovensky:

Navrhnuté a skonštruované bolo nové zariadenie na atomizáciu hydridov založené na kremennej kyvete, ktoré bolo v spojení s hydridovým generátorom využité vo všetkých ďalších experimentoch. Pozostáva z kremennej cely tvaru "T" a z vinutia vyrobeného z kantalového odporového materiálu, ktoré je napájané z autotransformátora s plynulou zmenou výstupného napätia. Tým je umožnená plynulá a termoelektrickým článkom kontrolovaná regulácia teploty kremennej kyvety v rozsahu do 1000 °C, čo bolo využité najmä pri hľadaní optimálnych podmienok atomizácie prchavých zlúčenín kadmia a ďalších prvkov. Boli nájdené a optimalizované podmienky účinného generovania prchavých zlúčenín kadmia v prietokovom systéme. Vzorka v prostredí 0.3 mol l<sup>-1</sup> HNO<sub>3</sub> bola zmiešavaná s roztokom redukčného činidla tetrahydridoboritanu sodného. Podrobne boli sledované všetky významné vplyvy na účinnosť generovania – koncentrácie kyselín vo vzorke, redukčného činidla, stabilizačnej látky, ako aj pomocných látok zvyšujúcich účinnosť generovania CdH<sub>2</sub> (tiomočovina). Testovaný bol vplyv potenciálneho interferenčného vplyvu vybraných katiónov, aniónov, komplexotvorných látok a hydridotvorných prvkov, ako aj možnosť ich eliminácie použitím KCN ako maskovacieho činidla. Optimalizovaná procedúra bola využitá na stanovenie kadmia vo vodách a znečistených pôdach z ekologicky postihnutých lokalít Slovenska.

Bolo realizované spojenie hydridového generátora Labtech HG-2 a elektrotermického atomizátora Perkin-Elmer HGA-500 s cieľom prekoncentrovania prchavých zlúčenín kadmia na modifikovanom povrchu grafitovej kyvety. Boli sledované dôležité parametre kolekcie, ako aj následnej atomizácie analytu. Testovaná bola možnosť fotochemického (UV výbojka) generovania prchavých zlúčenín kadmia z z roztoku nízkomolekulových karboxylových kyselín (kyselina mravčia, octová, propiónová). Sledovaná bola účinnosť takéhoto generovania.

Skonštruované zariadenie bolo využité pri sledovaní chovania ďalších hydridotvorných prvkov, najmä arzenu a tália. V prípade arzenu bola vykonaná chemická špeciácia jeho anorganických foriem.

### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - anglicky:

An electrically heated quartz cell was designed and constructed, using quartz „T“ cell and resistive winding supplied by autotransformer with continuous voltage regulation. It allowed continuous temperature control up to 1000 °C, that was utilized for atomization temperature optimization. A procedure based on the hydride generation AAS was developed for the introduction of cadmium volatile species to the atomic spectrometer. The conditions for efficient CdH<sub>2</sub> generation from aqueous solutions in continuous-flow system were found. The sample acidified by 0.3 mol l<sup>-1</sup> HNO<sub>3</sub> was mixed with sodium tetrahydroborate reductant. The atomization was performed in the heated quartz tube atomizer. Ratio of the acid concentration in the sample to the ratio of the reductant-to-acid molar input rates were studied in detail in respect of the CdH<sub>2</sub> generation efficiency. The number of elements were examined as potential cadmium hydride generation interferents. Addition of KCN to the reductant improved the tolerance for some interferents. The strong interference was observed in the presence of EDTA in sample solution. Thiourea and cobaltous ions were tested as hydride generation efficiency improvers, but only thiourea has positive effect while cobaltous ions suppressed the cadmium signal completely. Detection limit (3σ) of the optimized procedure was 0.05 ng ml<sup>-1</sup> and the precision (RSD of 10 replicate analyses) was up to 15 %. The procedure was used for the determination of cadmium in different soil extracts.

A coupling of hydride generator Labtech HG-2 and electrothermal atomizer Perkin Elmer HGA-500 was realized. The target was volatile cadmium species preconcentration on modified graphite surface. Important parameters of collection and revolatilization were examined. Photochemical generation instead of chemical hydride generation of volatile cadmium species was tested. Efficiency of this kind of generation was evaluated.

The new device was used for the study of other hydride forming elements, As and Tl. A chemical speciation of inorganic forms of arsenic was performed.

Podpis riešiteľa: .....