

SOLIPHA

Výskumno-vzdelávacie centrum excelentnosti pre výskum pevnej fázy so zameraním na nanomateriály, environmentálnu mineralógiu a materiálovú technológiu

Research-education Centre of Excellence for investigation of solid phase focussed on nanomaterials, environmental mineralogy and material technology

MARTIN CHOVAN¹, JANA MADEJOVÁ² a PETER BAČÍK¹

¹Katedra mineralógie a petrológie Prírodovedeckej fakulty UK, Mlynská dolina, 842 15 Bratislava; chovan@fns.uniba.sk

²Ústav anorganickej chémie SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava

Výskumno-vzdelávacie centrum excelentnosti (VVCE) budujeme od 1. júla 2008, keď sa začalo financovanie projektu Agentúrou na podporu výskumu a vývoja (APVV). Náš projekt bol úspešný v mimoriadne silnej konkurencii iných vedeckých tímov z rôznych oblastí vedeckého výskumu na Slovensku.

Základnou koncepciou vzniku centra je integrácia excelentných vedeckých tímov príbuzných odvetví (mineralógia, anorganická chémia, geochemia, pedológia, environmentalistika, ložisková geológia, materiálová chémia), ktoré z rôznych hľadísk a s výstupmi do rôznych oblastí spoločenskej praxe skúmajú tuhú fázu na mikro- a nanoúrovni a ktoré používajú rovnaké metódy výskumu. Pomocou VVCE sa významne zvýši kvalita vedeckého bádania v jeho analytickej aj interpretačnej časti pri riešení interdisciplinárnych projektov. Zabezpečí sa zlepšenie prístrojového vybavenia a čo najefektívnejšie využívanie existujúcich prístrojov na rôznych špičkových pracoviskách Univerzity Komenského (Prírodovedecká fakulta – geologická, environmentálna a chemická sekcia) a Slovenskej akadémie vied (Ústav anorganickej chémie a Geologický ústav). Vytvorí sa fungujúca sieť laboratórií.

Hlavnou stratégiou na dosiahnutie predstáv o vzniku VVCE je dať vedeckým tímom spoločnú náplň. V tomto prípade je to metodika výskumu kryštalickej tuhej fázy. Na takýto výskum potrebujú zúčastnené tímy také isté prístrojové vybavenie, ktoré je drahé, ale nevyhnutné. Aby sa investície využili efektívne, je dobré spojiť príslušné vedecké tímy do centra a takto zintenzívniť ich využitie. O schopnosti vedcov v navrhovanom centre využívať a vhodne prezentovať výsledky svojej vedeckej práce nemôže byť pochyb vzhľadom na doterajšiu publikačnú činnosť, ohlasy na ňu a výstupy do rôznych odvetví praxe. Projekt VVCE je garantovaný piatimi špičkovými vedeckými osobnosťami.

Základná myšlienka pedagogického pôsobenia na prírodovedných smeroch štúdia je robiť vysokokvalitný výskum a zároveň do tohto procesu zakomponovať študentov na všetkých stupňoch,

najmä však na druhom a treťom stupni VŠ vzdelávania. Bez kvalitného výskumného programu vysokej školy sa nedá očakávať dostatočujúca kvalita absolventov. Prírodovedecká fakulta UK, ako aj ústavy SAV, ktoré už teraz úzko spolupracujú, sú v tomto smere vynikajúcimi príkladmi spojenia výskumu a vzdelávania. Ambíciou PriF UK je čo najlepšie naplňať túto predstavu aj v budúcnosti napriek mnohým úskaliam a nedoceneniu tejto činnosti v súčasnosti. Absolventi PriF UK, ako aj mladí vedeckí pracovníci spoluriešiteľských organizácií predstavujú mimoriadnu intelektuálnu silu. Prejavuje sa to v mnohých činnostiach, aj úspešnosťou v zapájaní do medzinárodnej siete vedeckých pracovísk či už v Európe, Amerike alebo inde na svete.

Výsledky riešenia projektu budú mať dosah na oblasti využitia, ktoré patria medzi priority vedeckého výskumu v Európskej únii:

- eliminácia environmentálnych záťaží po starej ťažbe alebo pri súčasnej ťažbe nerastných surovín;
- charakteristika a výber rudných a nerudných nerastných surovín vhodných na udržateľnú ťažbu v 21. stor.;
- štúdium nanomateriálov vo forme nanopráškov a nanoštruktúrovaných vrstiev s dôrazom na ich aplikácie ako fotokatalyzátorov, biomedicínskych materiálov a senzorov;
- charakteristika vysokoteplotných supravodičov so zameraním na materiály použiteľné v meracích systémoch ako SQUIDy;
- príprava nanokompozitných materiálov s cieľovými vlastnosťami na báze slovenských prírodných materiálov.

Nemenej dôležité je zabezpečenie školenia študentov magisterského a doktorandského štúdia a umožnenie zamestnania pre postdoktorandov.

Do VVCE sa zakúpili dva nové prístroje.

Laboratórium rtg. difrakcie má k dispozícii moderný difraktometer **BRUKER D8 ADVANCE** v konfigurácii Theta-

-2Theta s možnosťou merania v geometrii Bragg-Brentano na odraz a v geometrii s paralelným lúčom. Na meranie sa v súčasnosti používa žiarenie Cu K α , pričom sa plánuje doplniť v budúcnosti ďalšie typy antikatód (Co, Mo). Vertikálne uložený goniometer s preddefinovanými pozíciami 435, 500 (štandardne používaná) a 600 mm má minimálny krok $-0,0001^\circ$ a uhlovú presnosť $\pm 0,0001^\circ$. Goniometer v tomto nastavení umožňuje merať uhlový rozsah od -10 do $160^\circ 2\Theta$, pričom efektívne meranie sa dá vykonávať od $2^\circ 2\Theta$.

Možno najväčšou prednosťou difraktometra BRUKER D8 ADVANCE sú detektory. Popri scintilačnom detektore je možné použiť špičkový 1D detektor LynxEye s vynikajúcimi parametrami (uhlové rozlíšenie $-0,01^\circ$, efektivita $> 98\%$, maximálny počet impulzov $> 100\,000\,000$ cps, maximálny rozsah pokrytia $-3,7^\circ 2\Theta$). Na filtráciu rtg. žiarenia sa dajú použiť Ni K β filtre a v paralelnom nastavení aj Göbelovo zrkadlo s dĺžkou zrkadla 60 mm a sekundárny grafitový monochromátor. Priemer rtg. lúča sa dá meniť pomocou fixných alebo automaticky ovládaných variabilných štrbín.

Veľkou výhodou pri obsluhu je automatizovaný multinosič vzoriek FLIP-STICK SAMPLE STAGE pre deväť vzoriek. Vzorky sa pripravujú do špecializovaných nosičov s objemom asi 1 ml. Je možné merať aj vzorky s oveľa menším objemom, ktoré môžu byť pripravené na podložné sklíčka (ak neprekáža zvýšenie pozadia) alebo držiaky s kremíkovými platničkami. Podobným spôsobom môžu byť pripravené aj orientované preparáty. Pri analýze ílových minerálov je možné použiť tzv. beam kníže, ktorý redukuje primárne žiarenie pri nízkych uhloch 2Θ . Na analýzu orientovaných preparátov vzoriek s malým objemom sa môže použiť kapilárový nosič.

Na obsluhu prístroja a vyhodnocovanie záznamov je k dispozícii originálne programové vybavenie od firmy BRUKER – softvérový balík na získavanie a analýzu práškových röntgenových difrakčných údajov **DIFFRAC^{plus}**. **DIFFRAC^{plus}** obsahuje niekoľko modulov určených na ovládanie prístroja a riadenie analýz (BASIC Measurement Package) a na ich spracovanie **DIFFRAC^{plus}**. Súčasťou BASIC

Measurement Package sú programy XRD Wizard (nastavenie experimentálnych podmienok) a XRD Commander (kontrolné centrum difraktometra, ovládanie prístroja a získavanie analýz). **DIFFRAC^{plus} EVA** je program na spracovanie XRD záznamov s grafickým užívateľským rozhraním. Umožňuje vyhľadávanie difrakčných maxim a tvorbu d/I-súborov, ale aj odčítanie pozadia, vyhladzovanie údajov (metóda Savitzky-Golay alebo Fourierovo filtrovanie), odstraňovanie K α_2 (Rachingerova metóda), výpočet parametrov záznamu (pozícia maxim, integrovaná plocha, šírka), grafickú semikvantitatívnu analýzu, grafickú adjustáciu mriežkových parametrov, sčítavanie, odčítavanie, spájanie skenov a ich 3D prezentáciu. **DIFFRAC^{plus} SEARCH** je vyhľadávací (search/match) modul v programe **DIFFRAC^{plus} EVA** s plnou podporou databázy rtg. záznamov PDF-4+, ktorá je tiež k dispozícii. Databáza PDF-4 obsahuje 285 402 záznamov (256 934 záznamov anorganických látok, 32 408 záznamov organických látok, 29 607 záznamov minerálov, 114 630 záznamov so súradnicami atómov). **DIFFRAC^{plus} TOPAS** je špičkový program na profilovú a štruktúrnú analýzu. Umožňuje spresňovanie jednotlivých maxim, rozklad práškového záznamu (metódy Pawleyho a Le Bailova), rietveldovské spresňovanie štruktúry a kvantitatívnu rietveldovskú analýzu.

Laboratórium rtg. difrakcie bude do 30. júna 2011 pracovať na nekomerčnom princípe. Bude plniť základné zadanie projektu – budovať a rozvíjať centrum excelentnosti a prispievať k vytvoreniu širokej siete spolupracujúcich vedeckých kolektívov. Adresa laboratória: SOLIPHA, G-349, Prírodovedecká fakulta UK, Mlynská dolina, 842 15 Bratislava, e-mail: bacikp@fns.uniba.sk, tel.: +421 2 60296 294.

Z finančných prostriedkov, ktoré poskytla agentúra APVV pre projekt SOLIPHA, sa zakúpil aj infračervený (IČ) **spektrometer Nicolet 6700** s príslušenstvom. Tento prístroj je umiestnený v areáli SAV na Patrónke a meranie na ňom zabezpečujú pra-

covníci Ústavu anorganickej chémie. Infračervená spektroskopia je metóda, ktorá sa zaoberá interakciou elektromagnetického žiarenia z infračervenej oblasti s molekulami, resp. skupinami atómov tvoriacimi danú látku. Jej využitie



Difraktometer BRUKER D8 ADVANCE, inštalovaný v laboratóriu rtg. difrakcie na Prírodovedeckej fakulte Univerzity Komenského v Bratislave

pri výskume pevnej fázy v poslednom období výrazne stúpa. Je to spôsobené väčšou dostupnosťou prístrojov, a predovšetkým ich vyššou kvalitou. IČ spektroskopie sa používa na identifikáciu látok, na charakterizáciu ich štruktúry a chemického zloženia, na sledovanie kinetiky niektorých reakcií a na mnohé iné aplikácie. Jej veľkou výhodou je, že je to metóda jednoduchá, ekonomická a poskytuje informácie tak o kryštalických látkach, ako aj o mikrokryštalických čiže röntgenoamorfných látkach.

FTIR (Fourier Transform Infrared) spektrometer Nicolet 6700 patrí medzi špičkové IČ spektrometre, ktoré sú v súčasnosti na trhu. Je to variabilný spektrometrický systém vhodný na širokú škálu analytických aplikácií. Jeho mimoriadne optické vlastnosti sú dané spojením najnovšej riadiacej technológie DSP (Digital Signal Processing) s vnútornou inteligenciou a jedinečným usporiadaním optickej lavice. DSP je nepretržitá dynamická optimalizácia optickej dráhy (dynamic alignment). Vnútna inteligencia (Smart Technology) zabezpečuje dlhodobú spektrálnu stabilitu, zobrazovanie spektier v reálnom čase, diagnostiku všetkých častí optickej lavice, výnimočný pomer signálu k šumu a okamžitú komunikáciu s užívateľom. Interferometer Vectra umožňuje systému Nicolet 6700 spektrálne rozlíšenie až $0,09 \text{ cm}^{-1}$. Jednotlivé komponenty (zdroje žiarenia, detektory, laser, zrkadlá atď.) optickej lavice sú adjustované výrobcom a v prípade potreby ich môže vymeniť priamo užívateľ bez účasti servisného technika. FTIR spektrometer Nicolet 6700

umožňuje meranie nielen v „tradičnej“ strednej IČ oblasti $4\,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$, ale aj v blízkej IČ oblasti $11\,000 - 4\,000 \text{ cm}^{-1}$, ktorá sa v súčasnosti mimoriadne intenzívne rozvíja.

Spektroskopický programový balík Omnic®, pracujúci pod operačným systémom Microsoft Windows, je variabilný softvér na meranie, spracovanie a vyhodnocovanie spektier. Umožňuje súčasné meranie a spracovanie spektier (multitasking), ich editovanie, modifikáciu zobrazení, vytváranie textových komentárov, výpočet štatistického spektra a vytváranie panela nástrojov na zjednodušenie ovládania prístroja.

Veľký a flexibilný vzorkový priestor spektrometra Nicolet 6700 umožňuje využitie rôznych typov vzorkovacích nastavcov SMART na meranie transmisnými aj reflexnými technikami. V súčasnosti je na pracovisku k dispozícii nastavtec **Smart Orbit** pre metódu zoslabenia úplného odrazu (ATR), **Smart Diffuse Reflectance** na difúznou reflexiu (DRIFT) a **Smart Specul ATR** na zrkadlovú reflexiu. Takéto vybavenie prístroja umožňuje analyzovať nielen práškové vzorky, ale aj rozličné pasty, roztoky, tenké filmy nanesené na podložných sklíčkach alebo povrchové vrstvy kovových materiálov.

Pre partnerov projektu SOLIPHA bude Ústav anorganickej chémie do 30. júna 2011 zabezpečovať meranie na FTIR spektrometri Nicolet 6700 na nekomerčnom princípe. Adresa: ÚACH SAV, oddelenie hydrosilikátov, pracovisko SOLIPHA, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava, e-mail: martin.pentrak@savba.sk, tel.: +421 2 59410 484.

Existujú polymetalické ložiská porfýrového typu? May we apply the term “Base metal porphyry deposits”?

JAROSLAV ŠTOHL a MICHAL KALIČIAK, 2009

V článku *Metalogenéza žilníkových polymetalických mineralizácií v neovulkanitoch Západných Karpát*, publikovanom pred 15 rokmi v časopise *Mineralia Slovaca* č. 26/1994, autori J. Štohl, J. Lexa, M. Kaličiak a Z. Bacsó detailne opisujú genetické a geologické postavenie viacerých polymetalických rudných ložísk spätých s nevulkanickou aktivitou ZK. Ložiská ako hlavný jednotiaci príznak majú nepravidelnú žilníkovú stavbu štokverkového typu s častou vtrúseno-impregnačnou mineralizáciou a nedosahujú ekonomické parametre.

Skupina týchto ložísk v 80. rokoch minulého storočia bola na Slovensku nákladne geologicky preskúmaná, často až do etapy podrobného prieskumu. Pri prieskume sa použili vrtné a banské práce a celý rad ďalších prieskumných metodík. Tento prieskum, vzhľadom na nebilančnosť zrudnenia preexponovaný, bol umožnený najmä liberálnym prístupom a centrálnym riadeným geologickým prieskumom, ktorý praktizoval starý politický systém. Ložiská sú t. č. opustené, možno sa uplatnia v budúcnosti.

In *Mineralia Slovaca*, Vol. 26, 1994, thus 15 years ago, appeared the paper by Štohl, J., Lexa, J., Kaličiak, M. and Bacsó, Z.: Genesis of stock-work base metal mineralizations in the Neogene volcanics of the Western Carpathians.

There were in details described genetic features and geological settings of several base metal deposits, formed by typical irregular veinlets, stock-work and disseminated mineralized bodies. All explored deposits were of low grade and as a whole clearly sub-economic, no paying any attention to the LME (London Metal Exchange) standards.

The deposits treated within the paper were during the 1980s extensively followed up by means of mining, drilling and many others exploration techniques. All those activities might had been carried on just under the very liberal economic policy of “the soviet socialist economic system”. Though, all these deposits are presently abandoned, maybe in far future some of them can be used.