



SPRAVODAJ

Slovenskej spektroskopické spoločnosti
člena Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností



ISSN 1338-0656

Ročník 30, Číslo 2, 2023

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopické spoločnosti



1993 - 2023

cssc2024.spektroskopie.cz



ČESKO-SLOVENSKÁ
SPEKTROSKOPICKÁ
KONFERENCE
2024

&



SRDEČNĚ VÁS ZVEME NA SPOJENÝ MÍTK
ČESKO-SLOVENSKÉ SPEKTROSKOPICKÉ KONFERENCE A
MÖSSBAUEROVY SPEKTROSKOPIE V MATERIÁLOVÝCH VĚDÁCH

27.-31.5. 2024  Kurdějov

Témata mítinku:

- Atomová spektrometrie (AAS, ICP-MS/OES, AFS,...)
- Molekulová spektroskopie (UV-Vis, IČ, Raman, luminiscence, NMR, ...)
- XRF spektrometrie (EDS, WDS, XRF, PIXE, ...)
- Hmotnostní spektrometrie (GC-MS, ESI-MS, MALDI, DESI-MS, LC-MS,...)
- Mössbauerova spektroskopie
- Radioanalytické metody
- Aplikace v geologii, životním prostředí, biologii, medicíně, ...



Ioannes Marcus Marci Spectroscopic Society



MUNI
SCI



PODÍVEJTE SE NA SVĚT NAŠÍ OPTIKOU



DLOUHÁ ŽIVOTNOST | ŠPIČKOVÝ VÝKON | ŠIROKÁ NABÍDKA PŘÍSLUŠENSTVÍ | JEDNODUCHÉ OVLÁDÁNÍ

FT-IR spektrometry

ALPHA II

- Kompaktní spektrometr pro rutinní analýzu i výzkum
- Široká škála měřicích modulů

INVENIO | VERTEX série

- Nejvýkonnější výzkumné spektrometry na trhu
- Propojení s mikroskopem, Ramanem, TGA, GC...
- Rozšíření spektrálního rozsahu od FIR/THz do VIS/UV oblasti



Ramanovy a FT-NIR spektrometry

BRAVO
ruční Raman



MPA II FT-NIR
spektrometr



MultIRAM | RAM II | BRAVO

- Univerzální stolní FT-Ramanovy spektrometry
- BRAVO je ruční Raman nové generace

MPA II | TANGO | MATRIX

- FT-NIR spektrometry pro nejrůznější QC/QA aplikace
- MATRIX je procesní FT-NIR spektrometr přímo do výroby

FT-IR a Ramanovy mikroskopy

HYPERION II | LUMOS II

- LUMOS II FT-IR mikroskop s vysokým stupněm automatizace a rychlým mapováním
- HYPERION je špičkový FTIR mikroskop umožňující QCL technologii pro nejrychlejší mapování a nejvyšší prostorové rozlišení.

SENTERRA II

- Kompaktní Ramanův mikroskop pro pohodlné mapování
- Umožňuje kombinaci až 4 laserů v rozmezí 1064-488 nm



SENTERRA II
mikroskop

FT-IR mikroskop LUMOS II

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

KOMPOZITY OBSAHUJÚCE NANOČASTICE KOVOV VYUŽITÉ V SPOJENÍ DVOCH EXTRAČNÝCH PRÍSTUPOV: POSTUPY POUŽITÉ NA SEPARÁCIU ULTRASTOPOVÝCH PRVKOV PRED ICH SPEKTROMETRICKOU KVANTIFIKÁCIU

Ingrid Hagarová

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

Abstrakt

Tento príspevok je venovaný spojeniu dvoch rôznych efektívnych extrakčných prístupov ktoré boli použité v jednom postupe, a to spojeniu extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) a disperznej extrakcie tuhou fázou (DSPE). Cieľom bude poukázať na nedávno publikované práce, v ktorých boli použité kompozity obsahujúce okrem iných zložiek aj nanočastice kovov (využité ako sorbenty v DSPE), ktoré spolu v kombinácii s CPE viedli k vypracovaniu spoľahlivých extrakčných postupov na separáciu ultrastopových prvkov z rôznych komplexných matric. Do tohto krátkeho prehľadu sú zaradené tie práce, v ktorých bola na kvantifikáciu sledovaného analytu použitá spektrometrická detekcia. V závere je uvedený aj príklad extrakčného postupu, rozpracovaného na našom pracovisku. Navrhnuté spojenie CPE a DSPE (s využitím rôznych nanočastíc) má za cieľ separáciu a nakoncentrovanie (ultra)stopových koncentrácií Hg^{2+} iónov z kvapalných matric.

Kľúčové slová

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE), disperzná extrakcia tuhou fázou (DSPE), magnetická disperzná extrakcia tuhou fázou (MDSPE), kompozity obsahujúce nanočastice kovov,

ultrastopové prvky, spektrometrická kvantifikácia.

1. Úvod

V posledných rokoch možno v oblasti separačných techník spozorovať určitý trend spájania sa dvoch rôznych extrakčných prístupov v jednom postupe. Je to spôsobené tým, že kombináciou dvoch účinných extrakčných techník možno dosiahnuť podstatne vylepšené analytické charakteristiky pre rôzne ultrastopové analyty aj v prípade analýzy značne komplexných matric. Vhodne použitá kombinácia môže viesť (a často aj vedie) k určitej minimalizácii alebo až úplnému odstráneniu obmedzení, ktoré sa môžu vyskytnúť pri použití každej techniky zvlášť. Jednou z možných kombinácií je spojenie extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) a disperznej extrakcie tuhou fázou (DSPE). Ako príklad zlepšenia extrakčných výťažností môže poslúžiť práca, ktorú publikovali Nyaba a Nomngongo [1]. Svojimi experimentmi poukázali na to, že pri použití každej techniky samostatne nebolo možné dosiahnuť extrakčné výťažnosti viac ako 70 %. Pri kombinácii vyššie spomenutých extrakčných techník bolo možné dosiahnuť extrakčné výťažnosti viac ako 95 % pre všetky nimi študované analyty (As, Cd, Co, Cr, Pb, Sb a Tl) vo vzorkách prírodných vôd (podzemná voda, minerálna voda, riečna voda, voda z vrtovej ako aj vo vzorkách zeleniny (mrkva, zemiaky, kapusta, šalát a paradajky).

Zatiaľ čo neiónové tenzidy zo série Triton X (použité ako extrakčné činidlo) stále dominujú v CPE postupoch aj v prípade jej kombinácie s inou extrakčnou technikou, tuhé materiály použité ako účinné sorbenty v SPE postupoch bývajú rôzne. Medzi nimi si čoraz väčšiu pozornosť získavajú nanomateriály rôzneho zloženia. Pri použití nanomateriálov ako účinných sorbentov pre cieľové analyty sa prednostne využíva disperzný mód SPE (DSPE). V prípade použitia malého množstva sorbentu (rádovo v jednotkách až desiatkach

miligramov) hovoríme o disperznej mikro-extrakcii tuhou fázou (D- μ -SPE).

Cieľom tohto príspevku bude poukázať na nedávno publikované práce, v ktorých boli použité kompozity obsahujúce okrem iných zložiek aj nanočastice kovov (využitie ako sorbenty v DSPE), ktoré spolu v kombinácii s CPE viedli k vypracovaniu spoľahlivých extrakčných postupov na separáciu ultrastopových prvkov z rôznych komplexných matric. Do tohto krátkeho prehľadu budú zaradené tie práce, v ktorých bola na kvantifikáciu sledovaného analytu použitá spektrometrická detekcia.

2. Postup pri spojení CPE a DSPE

Prvým krokom v spojení CPE a DSPE býva najčastejšie zmiešanie vhodného sorbentu (väčšinou desiatky miligramov) s roztokom vzorky a tenzidom, za čím nasleduje navrhnutý CPE postup [1-7]. Ďalšou možnosťou je, že sa najskôr pripraví suspenzia nanorbentu a tenzidu a takáto suspenzia sa vstrekuje do roztoku vzorky, na čo taktiež nadväzuje CPE postup [8].

Klasický CPE postup má niekoľko krokov, ktoré majú svoje presné poradie. Inkubácia zmesi pri teplote vyššej ako je teplota potrebná na vytvorenie zákalu (CPT), separácia fáz urýchlená centrifugáciou, ľadový kúpeľ na zvýšenie viskozity tenzidom obohatenej fázy, odstránenie vodnej fázy a nakoniec mierne zriedenie tenzidom obohatenej fázy činidlom vhodným pre zvolený detektor. Zahrievanie možno vykonať v termostatovaných vodných kúpeľoch, termostatovaných ultrazvukových kúpeľoch alebo na to možno využiť mikrovlnný ohrev. Pri použití ultrazvuku sa stretávame s pomenovaním ultrazvukom-asistovaná CPE (US-CPE), pri použití mikrovlnného ohrevu je extrakcia označovaná ako mikrovlnne-asistovaná CPE (MW-CPE). Na separáciu fáz sa najčastejšie využíva centrifugácia, okrem prípadov, kedy sa použije nejaký magnetický sorbent (často obsahujúci oxidy železa). V tomto prípade sa na separáciu fáz využíva silný magnet a hovoríme o spojení magnetickej disperznej extrakcie tuhou fázou (MDSPE) a CPE. Po odstránení vodnej fázy sa získava vysokoviskózna, tenzidom obohatená fáza, ktorú je potrebné pred ďalším

použitím mierne nariediť vhodným činidlom. Bývajú to väčšinou metanolické alebo etanolické roztoky zriedených minerálnych kyselín, no možno nájsť aj postupy, kde sa tenzidom obohatená fáza nariedila čistým tetrahydrofuránom, acetónom alebo koncentrovanými minerálnymi kyselinami. Takto upravená fáza sa použije priamo na kvantifikáciu sledovaného analytu. Okrem nariadenia tenzidom obohatenej fázy je možné v literatúre nájsť aj práce, kde je použitá elúcia analytu zo sorbentu. Pri použití disperzného módu SPE musí po elúcii nasledovať ešte jeden krok, spojený so separáciou fáz (v prípade DSPE centrifugácia, v prípade MDSPE použitie magnetu), kde sa eluent obsahujúci analyt použije na meranie a sorbent po premytí a vysušení je možné opätovne použiť v ďalšom extrakčnom postupe.

3. Kompozity obsahujúce nanočastice kovov v spojení CPE a (M)DSPE

V spojení CPE a (M)DSPE môžu byť využité nanomateriály rôzneho zloženia, ako komerčne dostupné, tak aj laboratórne pripravené. V súčasnej publikovanej literatúre možno stále častejšie natrafiť na nanokompozity, ktoré obsahujú niekoľko rôznych materiálov. Ďalej v tomto texte budú uvedené práce, v ktorých boli ako sorbenty využité kompozity, ktoré okrem iných zložiek obsahovali aj nanočastice kovov.

3.1. Charakterizácia pripravených kompozitov

Laboratórne pripravené nanokompozity sa najčastejšie získavajú vo forme mikrokryštalických práškových materiálov, ktoré obsahujú okrem predpokladanej štruktúry a zloženia vždy aj určité defekty, ktoré môžu ovplyvniť ich fyzikálne a chemické vlastnosti. Z tohto dôvodu vždy po syntéze nasleduje dôkladná charakterizácia pripraveného sorbentu. Röntgenová difrakčná analýza (XRD) patrí medzi najpoužívanejšie techniky, ktoré sú vhodné na štúdium štruktúry a mikroštruktúry kryštalických tuhých látok. Z ďalších analytických techník patrí k často využívaným, infračervená spektroskopia s Fourierovou transformáciou (FTIR), ktorá je nápomocná pri identifikácii molekulárnej štruktúry pripraveného materiálu. V kombinácii s infračervenou spektroskopiou sa často využíva Ramanova spektroskopia. V mnohých

prípadoch poskytuje doplnkové informácie k molekulárnej štruktúre analyzovanej vzorky, čo vedie ku komplexnejšej charakterizácii pripraveného sorbentu. Na analýzu zloženia pripraveného sorpčného materiálu možno použiť aj ďalšie techniky, a to energiovodisperznú röntgenovú spektroskopiu (EDX), röntgenovú fotoelektrónovú spektroskopiu (XPS), röntgenovú fluorescenčnú spektroskopiu (XFS), ale aj nukleárnu magnetickú rezonančnú spektroskopiu (NMR). Mikroskopické techniky, ako skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM), transmisná elektrónová mikroskopia (TEM) a vysoko-rozlišovacia transmisná elektrónová mikroskopia (HRTEM) poskytujú informácie predovšetkým o tvare a veľkosti častíc pripraveného nanokompozitu. Na zistenie špecifickej povrchovej plochy, ale aj na zistenie objemu pórov (ktoré sú prítomné v pripravenom materiáli) sa využíva metóda Brunauer-Emmett-Teller (BET). Informácie o veľkosti pórov a ich distribúcii možno získať aj pomocou Barrett-Joyner-Halenda (BJH) analýzy. V niektorých prípadoch je zaujímavým parametrom aj zeta potenciál, ktorého merania sú tiež spomínané v publikovaných prácach. Spoločná charakterizácia pripravených nanokompozitov je značne komplexný proces. Použitie jednej techniky alebo metódy určite neposkytne všetky potrebné informácie, ktoré sú dôležité pre popisovanie štruktúry a zloženia, ako aj fyzikálnych a chemických vlastností pripraveného sorpčného materiálu. Vo všetkých publikovaných prácach, ktoré využili laboratórne pripravené nanokompozity, sú použité na ich charakterizáciu rôzne kombinácie tu spomenutých techník a metód.

3.2. Súčasné práce venované využitiu kompozitov obsahujúcich nanočastice kovov v spojení CPE a (M)DSPE

Nanokompozit, ktorý obsahoval kovové striebro nanosené na zredukovanom oxide grafénu (Ag@rGO) využili vo svojej práci López-García a kol. [7]. Nanokompozit poslúžil ako sorbent pre Pb a Cd z rôznych vzoriek prírodných vôd (vrátane morských vôd). Po sorpcii nasledoval CPE postup, kde

bol nanokompozit spolu s analytmi odseparovaný v tenzidom obohatenej fáze. Bez desorpcie analytov a bez riedenia bola tenzidom obohatená fáza zhomogenizovaná intenzívnym premiešaním a zahriata na 50°C, čím došlo k zníženiu jej viskozity, a takto pripravená bola injektovaná do grafitovej kyvety elektrotermického atómového absorpčného spektrometra (ETAAS).

Nanokompozit, ktorý obsahoval tri rôzne oxidy kovov ($\text{TiO}_2/\text{Mn}_3\text{O}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$) bol nasyntetizovaný, charakterizovaný a následne použitý v kombinácii s CPE postupom na separáciu stopového Pb z prírodných vôd v práci, ktorú publikovali Thuy a kol. [8]. V tejto práci bola použitá desorpcia Pb z použitého sorbentu (1M HNO_3) a získaný eluát bol následne injektovaný do ETAAS.

V snahe posilniť pozitívne interakcie medzi cieľovým analytom a použitou tuhú fázou sa často vykonáva modifikácia a/alebo funkcionalizácia buď pripravených alebo zakúpených nanomateriálov. Relatívne jednoduchú funkcionalizáciu pre nanočastice striebra (AgNPs) opísali Mahmoodnezdah a Taheri [2], ktorí použili 2-acetylbenzofurán tiosemikarbazón (ABT). Takto funkcionalizované nanočastice (ABT-AgNPs) boli úspešne použité na separáciu a prekoncentráciu Cd, Co a Ni zo vzoriek tuniaka. Po získaní tenzidom obohatenej fázy, ktorá obsahovala sorbent spolu s cieľovými analytmi, sa na zníženie jej viskozity použila 3M HNO_3 . Takto pripravená vzorka sa použila na analýzu metódou sekvenčnej plameňovej atómovej absorpčnej spektrometrie (FS-FAAS).

Zložitú syntézu dvoch nanokompozitov založených na reakcii kyseliny maleínovej, styrénu a 2,2'-azobisisobutyronitrilu v benzéne opísal Zengin [3]. Dva vzniknuté kopolyméry boli modifikované Tris tlmivým roztokom a následne magnetizované s využitím nanočastíc oxidov železa (Fe_3O_4 NPs). Pripravené nanokompozity (Poly(SMIm)-Tris- Fe_3O_4 a Poly(SMAm)-Tris- Fe_3O_4) po ich charakterizácii s využitím FTIR, XRD a $^1\text{H-NMR}$ metód boli využité v spojení s US-CPE v niekoľkých nasledujúcich prácach. Cieľovým analytom bolo stopové Ag vo vzorkách húb a zeleniny [3], vo vzorkách rôznych nápojov [4] a v jedlých rastlinných olejoch [5], ale aj

stopová Cu vo vzorkách húb a lišajníkov [6] a v jedlých rastlinných olejoch [5]. Kvantifikácia stopových kovov bola uskutočnená s využitím mikro-objemovej UV-Vis spektrofotometrie.

Zaujímavý nanokompozit pripravili a použili Nyaba a Nomngongo [1], a to kombináciu podvojných vrstevnatých hydroxidov (LDH) s grafitovými nanorúrkami (CNTs). Na prípravu LDH použili zmes $Mg(NO_3)_2$ a $Al(NO_3)_3$, ktorú zmiešali s komerčne dostupnými CNTs. Na charakterizáciu pripraveného nanokompozitu ($Mg/Al-LDH@CNTs$) využili TEM, XRD a BET metódy, ale aj meranie zeta potenciálu. Na optimalizáciu experimentálnych parametrov v spojení US-CPE a D- μ -SPE využili multivariačné schémy, čo viedlo k značnému zníženiu počtu experimentov. Nakoniec bol optimálny extrakčný postup použitý na separáciu rôznych stopových prvkov (As, Cd, Co, Cr, Pb, Sb a Tl) zo vzoriek prírodných vôd a vzoriek rôznej zeleniny. Kvantifikácia sledovaných analytov bola uskutočnená optickou emisnou spektrometriou s indukčne viazanou plazmou (ICP-OES).

4. Praktický príklad spojenia CPE a DSPE využitý na separáciu ortuťnatých iónov

Ortuť je jedným z natoxickejších ťažkých kovov. Do životného prostredia sa dostáva jednak z prírodných zdrojov, ale aj v dôsledku antropogénnych činností, predovšetkým z rôznych priemyselných aktivít (výroba celulózy a papiera, ťažba zlata a striebra, výroba farieb, výroba rôznych fungicídov a farmaceutík, ale aj mnohých iných aktivít). Keďže už jej (ultra)stopové koncentrácie môžu predstavovať environmentálne riziko, spoľahlivá kvantifikácia aj veľmi nízkych koncentrácií ortuti v rôznych zložkách životného prostredia si zasluhuje zvýšenú pozornosť. Zo spektrometrických metód vhodných na kvantifikáciu ortuti možno spomenúť atómovú absorpčnú spektrometriu v spojení s technikou generovania studených pár (CV-AAS) [9], atómovú fluorescenčnú spektrometriu v spojení s technikou generovania studených pár (CV-AFS) [10], optickú emisnú spektrometriu s indukčne viazanou plazmou (ICP-OES) [11], hmotnostnú spektrometriu s indukčne

viazanou plazmou (ICP-MS) [12] a atómovú absorpčnú spektrometriu s elektrotermickou atomizáciou (ETAAS) [13]. Častokrát aj v prípade použitia vysoko citlivých spektrometrických metód je spoľahlivá kvantifikácia ultrastopových koncentrácií ortuti možná až po použití vhodného separačno-prekoncentračného postupu. Z mnohých separačných techník možno vyzdvihnúť extrakčné techniky. Z nich práve disperzná extrakcia tuhou fázou (DSPE), ale aj extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) našli svoje využitie aj pri prekoncentracii ultrastopových koncentrácií ortuti. Pri CPE postupoch je najbežnejšie využívaný neiónový tenzid Triton X-114, vďaka nízkej teplote potrebnej na vytvorenie zákalu (23-25°C). Komplexotvorné činidlá využívané v CPE postupoch bývajú rôzne. Z mnohých možno spomenúť ditzón [14-16] pyrolidinditiokarbamát amónny [17], dietylditiokarbamát sodný [18,19], tio-Michlerov ketón [20,21], 2-(5-brómo-2-pyridylazo)-5-dietyl-aminofenol [22,23] alebo pyronín B v nadbytku jodidu [24].

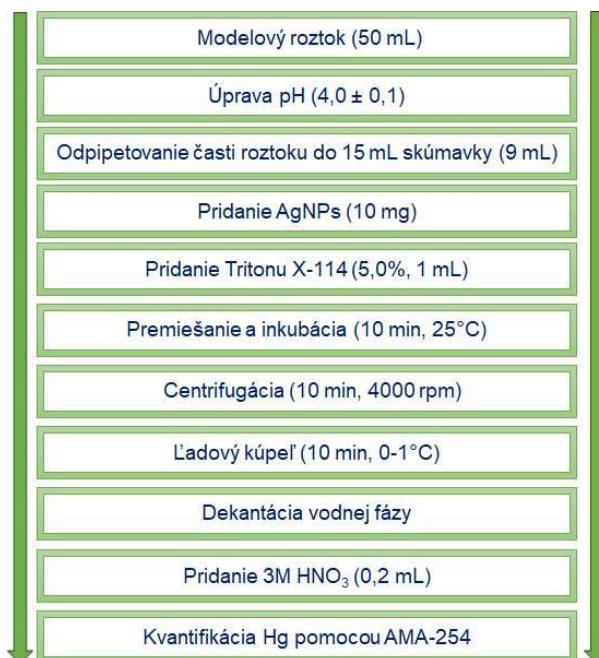
V DSPE postupoch možno nájsť použitie rôznych nanočastíc. Okrem nanočastíc, ktoré obsahujú čisté kovy (napr. Ag alebo Au) [25] alebo oxidy kovov (napr. TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , SnO_2 , ale aj mnohé iné) [26-28], našli značné využitie aj nanočastice obsahujúce uhlík (napr. nanodiamanty, uhlíkové nanorúčky, oxid grafénu, redukovaný oxid grafénu, ale aj mnohé iné) [29,30].

Použitie nanočastíc v CPE postupoch má za úlohu zlepšenie separačného procesu, pričom dochádza k tvorbe mikromiciél v prítomnosti nanočastíc a ich následnom hromadení sa v tenzidom obohatenej fáze [31]. Ak použité nanočastice fungujú aj ako nosič určitého sledovaného analytu (čo môžu byť rôzne anorganické ióny, ale aj rôzne organické zlúčeniny), možno túto ich vlastnosť využiť na separáciu a prekoncentraciu práve daného analytu.

Našou snahou je vypracovať postup, v ktorom bude spojenie CPE a DSPE, využívajúce rôzne nanočastice kovov (Ag, Au, TiO_2), ale aj novopripravené nanokompozity, obsahujúce nanočastice kovov a oxid grafénu, pre separáciu a nakoncentrovanie ultrastopových koncentrácií ortuti z kvapalných matríc pred

ich kvantifikáciou pomocou AMA-254 (CV-AAS). Zatiaľ máme rozpracované postupy na modelových roztokoch s využitím nanočastíc zlata a striebra. Záverom štúdie bude kvantifikácia ultrastopových koncentrácií ortuti v kontaminovaných vodách.

Schématické znázornenie navrhovaného CPE-DSPE postupu možno vidieť na Obr. 1. Výsledky získané analýzou modelových roztokov, ktoré svojim zložením simulujú vody rôznej tvrdosti (pripravené podľa rozpisu v Tab. 1) možno vidieť v Tab. 2.



Obr. 1. Schématické znázornenie extrakčného postupu navrhovaného pre separáciu a prekoncentráciu stopových koncentrácií Hg²⁺ iónov z kvapalných matric

Tab. 1. Päť typov syntetickej vody a ich aktuálne pH

Syntetická voda	Množstvo chemikálie naváženej do 1000 mL deionizovanej vody (mg)				pH
	NaHCO ₃	CaSO ₄ ·2H ₂ O	MgSO ₄	KCl	
Veľmi mäkká voda (VMV)	12,0	7,5	7,5	0,5	6,57
Mäkká voda (MV)	48,0	30,0	30,0	2,0	7,67
Stredne tvrdá voda (STV)	96,0	60,0	60,0	4,0	7,96
Tvrdá voda (TV)	192,0	120,0	120,0	8,0	8,31
Veľmi tvrdá voda (VTV)	384,0	240,0	240,0	16,0	8,30

Tab. 2. Výsledky analýz modelových roztokov (DV: deionizovaná voda)

Modelový roztok	Pridaná Hg (µg/L)	Stanovená Hg ± SD (µg/L)	Výt'aznosť (%)
DV	0,50	0,49 ± 0,03	98
VMV	0,50	0,51 ± 0,05	102
MV	0,50	0,52 ± 0,03	104
STV	0,50	0,48 ± 0,04	96
TV	0,50	0,44 ± 0,07	88
VTV	0,50	0,42 ± 0,06	84

5. Zhrnutie

V krátkom zhrnutí možno vysoko vyzdvihnúť, že vo všetkých publikovaných prácach nechýba dôkladná charakterizácia pripravených nanokompozitov. Snaha opísať a pochopiť separačné mechanimy je tiež súčasťou publikovaných prác, čo možno taktiež hodnotiť pozitívne. Vďaka relatívne vysokým prekoncentračným faktorom bolo

možné dosiahnuť značne znížené kvantifikačné limity (LOQ) pre všetky cieľové analyty, presnosť vypracovaných postupov vyjadrená pomocou relatívnej štandardnej odchýlky (RSD) je často nižšia ako 10 % a extrakčné výt'aznosti sa pohybovali nad 90 % aj v prípade analýzy značne komplexných matric. Stále častejšie sa v publikovaných prácach využívajú pri optimalizácii experimentálnych

parametrov rôzne multivariačné schémy. Tento prístup vedie k úspore času, chemikálií a energie, čo je samozrejme spojené so znížením počtu experimentov (v porovnaní s optimalizačnými schémami, ktoré využívajú jednorozmernú analýzu dát). Týmto počínom možno vyzdvihnúť snahu o splnenie kritérií zelenej analytickej chémie.

6. Záver

Vývoj a využitie stále nových a nových extrakčných činidiel v kvapalinových extrakciách vychádza zo snahy o vypracovanie environmentálne prijateľných postupov, ktorých hlavným cieľom je minimalizácia použitia toxických organických činidiel. Extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov, v ktorých zohrávajú dôležitú úlohu najmä neiónové tenzidy patria z tohto pohľadu práve do tejto skupiny postupov. Medzi pozitíva CPE postupov možno zaradiť aj ich finančnú nenáročnosť a možnosť využiť zariadenia, ktoré sa nachádzajú v bežnom chemickom laboratóriu. Nanokompozity použité ako sorbenty v (M)DSPE postupoch môžu byť rôzne. V literatúre možno nájsť opis syntéz od relatívne jednoduchých až po značne komplikované. Tu možno vyzdvihnúť snahu pripraviť kompozit „na mieru“ pre konkrétnu analytickú aplikáciu.

Na záver už možno iba skonštatovať, že spojenie CPE a (M)DSPE je šľubnou alternatívou, ktorú možno využiť pri separácii a prekoncentracii rôznych ultrastopových prvkov zo značne komplexných analyzovaných matríc. Toto konštatovanie je podporené stále sa zvyšujúcim počtom publikovaných prác, ktoré možno nájsť v rôznych bibliometrických databázach.

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 1/0135/22.

Literatúra

- L. Nyaba, P.N. Nomngongo, Food Chem. 322 (2020) 126749
- D. Mahmoodnezhad, A. Taheri, J. Food Compos. Anal. 111 (2022) 104594
- H.B. Zengin, Int. J. Environ. Anal. Chem. 101 (2021) 1978-2002
- H.B. Zengin, R. Gürkan, J. Food Compos. Anal. 98 (2021) 103814
- H.B. Zengin, R. Gürkan, J. Iran. Chem. Soc. 19 (2022) 1669-1688
- H.B. Zengin, H. Marsan, R. Gürkan, J. Food Compos. Anal. 91 (2020) 103539
- I. López-García, J.J. Marín-Hernández, M. Hernández-Córdoba, Anal. Methods 11 (2019) 635-641
- T.T.T. Thuy, H.T. Phong, N.V. Trong, D.V. Dat, Vietnam J. Chem. 60 (2022) 451-458
- M. Ghaedi, M.R. Fathi, A. Shokrollahi, F. Shajarat, Anal. Lett. 39 (2006) 1171-1185
- E. Bramanti, C. Lomonte, M. Onor, R. Zamoni, A. D'Ulivo, G. Raspi, Talanta 66 (2005) 762-768
- J.C.A. Wuilloud, R.G. Wuilloud, M.F. Silva, R.A. Olsina, L.D. Martinez, Spectrochim. Acta Part B 57 (2002) 365-374
- R.J.C. Brown, M.J.T. Milton, Trends Anal. Chem. 24 (2005) 266-274
- J.L. Capelo, C.D. de Reis, C. Maduro, A. Mota, Talanta 64 (2004) 217-223
- A. Thongsaw, R. Sananmuang, Y. Udnan, G.M. Ross, W.C. Chaiyasith, Spectrochim. Acta Part B 160 (2019) 105685
- R.J. Atrabi, N. Shokoufi, K. Kargosha, Iran. J. Chem & Chem. Eng. 35 (2016) 79-87
- C.G. Yuan, K. Lin, A.L. Chang, Microchim. Acta 171 (2010) 313-319
- L.P. Yu, J. Agricult. Food Chem. 53 (2005) 9656-9662
- H.T. Chen, J.G. Chen, X.Z. Jin, D.Y. Wei, J. Hazard. Mater. 172 (2009) 1282-1287
- M.Y. Xie, X.T. Hao, X. Jiang, W.T. Liu, T.T. Liu, H. Zheng, M. Wang, J. Sep. Sci. 44 (2021) 2457-2464
- J.L. Liu, Q. Han, E.Y. Hu, C. Yang, M.M. Yin, J. Anal. Chem. 78 (2023) 303-309
- A. Niazi, T. Momeni-Isfahani, Z. Ahmari, J. Hazard. Mater. 165 (2009) 1200-1203
- J.C.A. de Wuilloud, R.G. Wuilloud, M.F. Silva, R.A. Olsina, L.D. Martinez, Spectrochim. Acta Part B 57 (2002) 365-374
- P.R. Aranda, R.A. Gil, S. Moyano, I.E. De Vito, L.D. Martinez, Talanta 75 (2008) 307-311
- R. Gürkan, U. Kir, Toxicol. Environ. Chem. 95 (2013) 1659-1674
- M. Krawczyk, E. Stanisz, J. Anal. At. Spectrom. 30 (2015) 2353-2358
- M. Krawczyk, E. Stanisz, Talanta 161 (2016) 384-391
- A. Mehdinia, M. Jebeliyan, T.B. Kayyal, A. Jabbari, Microchim. Acta 184 (2017) 707-713
- G.Z. Li, Z.Q. Zhang, C.Z. Li, X. Tian, S.S. Ai, D.J. Bian, Int. J. Environ. Anal. Chem. 97 (2017) 657-672
- S. Seidi, M. Fotouhi, Anal. Methods 9 (2017) 803-813
- J.C. García-Mesa, P. Montoro-Leal, S. Maireles-Rivas, M. Lopez Guerrero, E.V. Alonso, J. Anal. At. Spectrom. 36 (2021) 982-999
- P. Seyedmohammadi, A. Taheri, Z. Rezayatizad, Water Environ. J. 37 (2023) 729-739

BUDÚCE ODBORNÉ AKCIE

SLOVENSKO A ČESKÁ REPUBLIKA

Kurz Měření vibračních spekter a Kurz Interpretace vibračních spekter

8.-12. a 15.-19. leden 2024

Praha, ČR

<http://www.spektroskopie.cz>

Praktický kurz ŠKOLA HPLC

23.-24. leden a 20.-21. únor 2024

Praha, ČR

<https://www.pragolab.cz>

Geochémia 2024

10.-11. apríl 2024

Bratislava

www.sagch.eu

11th International Conference on Chemical Technology

15-17 April, 2024

Mikulov, Czech Republic

<https://www.icct.cz>

Hutní a průmyslová analytika 2024

17.-19. duben 2024

Lázně Darkov, Karviná, ČR

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

15th European Fourier Transform Mass Spectrometry Workshop

17-20 April, 2024

Prague, Czech Republic

<https://eftms.org>

Dny Ramanovy spektrometrie

6.-30. květen 2024

Brno, ČR

<https://www.optikinstruments.cz>

Odborný seminár

14. a 16. máj 2024

Košice a Bratislava

<https://www.hermeslab.sk>

Školení základů FTIR a Ramanovy spektrometrie Bruker

15. květen 2024

Brno, ČR

<https://www.optikinstruments.cz>

40th Microscale Separation and Bioanalysis

19-22 May, 2024

Brno, Czech Republic

<https://www.msb2024.org>

European Congress of Applied Chemistry

20-21 May, 2024

Prague, Czech Republic

<https://ecac24.materialsummit.com>

23rd Interdisciplinary Meeting of Young Life Scientists

20-23 May, 2024

Milovy, Czech Republic

<http://www.interdisciplinarymeeting.cz>

18th Czech-Slovak Spectroscopic Conference / Mössbauer Spectroscopy in Materials Science 2024

27.-31. květen 2024

Kurdějov, ČR

<http://cssc2024.spektroskopie.cz>

XXIX. International Conference on Coordination and Bioinorganic Chemistry

2-7 June, 2024

Smolenice

<https://icbic.sk>

Dny FTIR mikroskopie

3.-27. červen 2024

Brno, ČR

<https://www.optikinstruments.cz>

Discovery Days

11. a 12. červen 2024

Praha a Olomouc, ČR

<https://www.pragolab.cz>

7th International Symposium on Biosorption and Biodegradation/Bioremediation

16-20 June, 2024

Prague, Czech Republic

<https://www.biobio.vscht.cz>

Advances in Chromatography and Electrophoresis & Chiranal 2024

17-20 June, 2024

Olomouc, Czech Republic

<https://chiranal2024.upol.cz>

Šimáně 2024

18-19 June, 2024

Prague, Czech Republic

<https://lenochod.fjfi.cvut.cz/simane>

85th Prague Meeting on Macromolecules

24-28 June, 2024

Prague, Czech Republic

<https://www.imc.cas.cz/sympo/85pmm>

7th International Congress on Chemistry for Cultural Heritage

2-5 July, 2024

Bratislava

<https://chemch2024.educell.sk>

76. sjezd chemiků

26.-29. srpen 2024

Ostrava, ČR

<https://76sjezdchemiku.cz>

EuroMembrane 2024

8-12 September, 2024

Prague, Czech Republic

<https://euromembrane2024.cz>

25. Škola hmotnostní spektrometrie

9.-13. září 2024

Špindlerův Mlýn, ČR

<http://skolams2024.spektroskopie.cz>

20th International Students Conference Modern Analytical Chemistry

19-20 September, 2024

Prague, Czech Republic

<https://web.natur.cuni.cz/analchem/isc-mac>

Slovak-Czech conference Polymers 2024

1-4 October, 2024

Stará Lesná

<https://polymer.sav.sk/polymery2024/index.php/polymers-2024>

Novel Materials Fundamentals and Applications 2024

13-16 October, 2024

Štrbské Pleso

<https://nfa.science.upjs.sk>

NANOCON 2024

16-18 October, 2024

Brno, Czech Republic

<https://www.nanocon.eu>

11th International Symposium on Recent Advances in Food Analysis

5-8 November, 2024

Prague, Czech Republic

<https://www.rafa2024.eu>

Solid State Surfaces and Interfaces 2024

18-21 November 2024

Smolenice

<https://www.savsssi.sk>

ZAHRANIČIE

Workshop on Biosensors and Bioanalytical Microtechniques in Environmental, Food and Clinical Analysis

20-23 May, 2024

Izmir, Turkey

<https://bbmec2024.org>

11th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry

9-13 June, 2024

Loen, Norway

<http://nordicplasma.com>

Metabolomics 2024

16-20 June, 2024

Osaka, Japan

<https://www.metabolomics2024.org>

9th International Symposium on

Metallomics

17-21 June, 2024

London, United Kingdom

<https://ism9.co.uk>

**European Symposium on Analytical
Spectrometry**

24-28 June, 2024

Warsaw, Poland

<https://cnbch.uw.edu.pl/esas2024>

**16th European Workshop on Laser
Ablation**

2-5 July, 2024

Ghent, Belgium

<https://www.ewla2024.ugent.be>

29th IUPAC Symposium on Photochemistry

14-19 July, 2024

Valencia, Spain

<https://www.photoiupac2024.com>

**International Mass Spectrometry
Conference 2024**

17-23 August, 2024

Melbourne, Australia

<https://imsc2024melbourne.com>

**30th International Conference on Magnetic
Resonance in Biological Systems**

18-23 August, 2024

Seoul, Korea

<https://www.icmrbs2024.org>

**2nd Annual Conference on Mass
Spectrometry Imaging and Intergrated
Topics**

9-12 September, 2024

Münster, Germany

<https://imsis2024.dgms.eu>

**International School on Mass
Spectrometry: Ion Mobility Mass
Spectrometry**

9-14 September, 2024

Erice, Italy

<https://www.spettrometriadiamassa.it/intsms2024>

**10th IUPAC International Conference on
Green Chemistry**

18-22 October, 2024

Beijing, China

<https://www.greeniupac2024.org>

**20th European Winter Conference on
Plasma Spectrochemistry**

2-7 March, 2025

Berlin, Germany

<https://ewcps2025.de>

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2023 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**, IBAN: **SK701100000002921888728**, BIC/SWIFT: **TATRSKBX**. 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. E. Plško: Všeobecná analytická chémia, Ing. Václav Helán – 2 THETA, Český Těšín, 2011
12. 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, 8-10, 12: 5 EUR + balné a poštovné

Cena publikácií č. 4, 7, 11: 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.

ULVG PriF UK odkúpi za zostatkovú cenu staršie modely AAS spektrometrov Perkin-Elmer (napr. 5000, 4100, 3030, 1100) a EDL lampy (Systém 2). Kontakt: telefón: +421 2 9014 9290, e-mail: marek.bujdos(at)uniba.sk

SÚŤAŽ

SLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLOČNOSŤ

vyhlasuje na roky 2023 a 2024

14. kolo

Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov

Do súťaže môže byť poslaný článok alebo súbor článkov autora, ktorý v príslušnom roku 2023/2024 nepresiahne vek 35 rokov. Článok alebo súbory článkov na spektroskopickú tému publikované v období 2023-2024 treba poslať na adresu SSS do 30. septembra 2024. Akceptované sú experimentálne články, ktoré boli publikované alebo prijaté redakčnou radou niektorého vo Web of Science Core Collection impaktovaného vedeckého časopisu. V prípade spoluautorstva sa žiada

čestné prehlásenie autora o jeho podiele na publikácii. Okrem uznania a spoločenského ocenenia je súťaž aj finančne dotovaná z prostriedkov SSS. Oceneným autorom bude navyše udelené aj jednoročné členstvo v SSS. Výsledky súťaže budú vyhlásené na príslušnom odbornom podujatí v roku 2024 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 recenzovaný vedecký časopis zameraný na výskum a vzdelávanie v oblasti spektroskopie a spektrometrie na Slovensku.
Spravodaj SSS vydáva Slovenská spektroskopická spoločnosť, člen Zväzu slovenských vedecko-technických spoločností. Vychádza v slovenskom, českom alebo anglickom jazyku dvakrát ročne.

Adresa redakcie:

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

Redakčná rada:

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

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

ISSN 1338-0656