



SPRAVODAJ

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



ISSN 1338-0656

Ročník 32, Číslo 2, 2025

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopickkej spoločnosti



Milé kolegyně, milí kolegovia,
vo chvíli, keď čítate tieto riadky, prebiehajú na
volebnej webovej stránke (link na ňu bol e-
mailom poslaný všetkým členom SSS)
elektronické voľby členov nového Hlavného
výboru SSS pre funkčné obdobie 2026-2028.
Každý člen SSS môže do 31. 12. 2025 (24.00
hod.) voľiť maximálne 7 (alebo menej) nových
členov Hlavného výboru zo 45 kandidátov. Ich
zoznam je zverejnený na volebnej webovej
stránke a nachádza sa spolu s ďalšími pokynmi
aj v e-maile, adresovanom pred samotnými

voľbami všetkým voličom – členom SSS.
Výsledky volieb budú zverejnené v januári
2026. Následne si novozvolení členovia
Hlavného výboru vyberú spomedzi seba nové
Predsedníctvo Hlavného výboru. V mene
dosluhujúceho Hlavného výboru SSS vám
želám pevnú ruku vo voľbách.

Peter Matúš

Welcome to 19th Czech - Slovak Spectroscopic Conference (CSSC)

organised by Ioannes Marcus Marci Spectroscopic Society & Palacký University Olomouc & Slovak Spectroscopic Society,
member of the Association of Slovak Scientific and Technological Societies

&

Mössbauer Spectroscopy in Material Science (MSMS)

organized by Ioannes Marcus Marci Spectroscopic Society & Palacký University Olomouc & Slovak Spectroscopic Society,
member of the Association of Slovak Scientific and Technological Societies

Olomouc, September 14 - 18, 2026



Faculty
of Science
Palacký University
Olomouc



NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

INOVATÍVNE VYUŽITIE OXIDU TITANIČITÉHO NANOMETRICKÝCH ROZMEROV V CPE NA SEPARÁCIU ULTRASTOPOVÉHO OLOVA V SPOJENÍ S ETAAS KVANTIFIKÁCIU

Ingrid Hagarová

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

Abstrakt

V posledných rokoch sa vo vedeckej literatúre čoraz častejšie opisuje využitie kombinovaných extrakčných techník na separáciu a prekoncentrovanie cieľových analytov. Tento prístup umožňuje zlepšenie analytických parametrov metódy a zároveň pomáha minimalizovať alebo úplne odstrániť obmedzenia, ktoré sú typické pre jednotlivé techniky.

Príkladom takejto synergetickej kombinácie je spojenie extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) s disperzným prevedením extrakcie tuhhou fázou (DSPE). Integráciou výhod oboch postupov možno doceliť vypracovanie vysoko účinných a spoľahlivých separačných postupov. Cieľom tohto príspevku je prezentovať príklad kombinácie techník DSPE-CPE s využitím oxidu titaničitého nanometrických rozmerov (nano-TiO₂) v rámci metodiky CPE na separáciu a prekoncentrovanie ultrastopového olova s jeho následnou kvantifikáciou metódou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie (ETAAS).

Kľúčové slová

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE), disperzná extrakcia tuhhou fázou (DSPE), elektrotermická atómová absorpčná spektrometria (ETAAS), olovo (Pb).

1. Úvod

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) je moderná kvapalinová extrakčná technika využívajúca neiónové tenzidy, ktoré sú schopné pri určitej teplote vytvoriť dve oddeliteľné fázy – fázu bohatú na tenzid a fázu vodnú. Cieľové analyty sa v závislosti od svojej afinity k micelám preferenčne distribuujú do tenzidovej fázy, čo umožňuje ich účinné odseparovanie. Vzhľadom na malý objem fázy bohatej na tenzid dochádza zároveň aj k výraznému prekoncentrovaniu sledovaných analytov.

Disperzná extrakcia tuhhou fázou (DSPE) predstavuje modifikáciu klasickej extrakcie tuhhou fázou (SPE), pri ktorej je sorbent dispergovaný priamo do roztoku vzorky. Táto forma kontaktu výrazne zvyšuje účinnosť prenosu analytu na sorbent a skracuje čas extrakcie. Vo vedeckej literatúre sa venuje značná pozornosť optimalizácii typu sorbentu, jeho povrchovej úprave, ako aj úprave jeho fyzikálnych vlastností, ktoré ovplyvňujú selektivitu a výťažnosť separácie.

Kombinácia dvoch extrakčných prístupov – DSPE a CPE predstavuje súčasný trend vo vývoji nových separačno-prekoncentračných metód. Spojením výhod oboch techník možno dosiahnuť vyššiu účinnosť, selektivitu aj rýchlosť procesu.

Najnovšie práce prinášajú komplexný prehľad sorbentov využívaných v DSPE pre separáciu širokého spektra anorganických látok z komplexných matric. Medzi najperspektívnejšie patria nanomateriály, ktoré sa vyznačujú unikátnymi fyzikálno-chemickými vlastnosťami – vysokou špecifickou plochou, vysokou chemickou aktivitou, výraznou adsorpčnou kapacitou a rýchlou adsorpčnou kinetikou [1].

Použitie nanomateriálov v DSPE však prináša aj určité obmedzenia, ako napríklad pomalú sedimentáciu alebo komplikovanú separáciu z veľkých objemov vodných roztokov. Tieto problémy možno efektívne eliminovať suspendovaním nanomateriálov v prostredí tenzidu a následnou aplikáciou CPE postupu.

2. Kombinácia CPE a DSPE s využitím nanomateriálov

Vo vedeckej literatúre sa pre postupy, v ktorých sa nanočastice používajú na prenos cieľového analytu do tenzidovej fázy, používa viacero odlišných označení. Medzi najčastejšie patria: kombinácia CPE a SPE [2,3], kombinácia CPE a DSPE [4], mikroextrakcia založená na suspendovaných nanočasticách [5,6], μ CPE s využitím nanočastíc [7], CPE asistovaná nanočasticami [8] alebo CPE v prítomnosti nanočastíc [9].

Tento kombinovaný prístup sa uplatňuje predovšetkým pri separácii a preconcentrovaní (ultra)stopových prvkov vo vzorkách pitnej vody [3-5,8,10], ale aj v zložitejších matriciach, ako sú víno, pivo [7,9], či ovocné šťavy [4].

Kým neiónové povrchovo aktívne látky zo série Triton X jednoznačne dominujú ako extrakčné činidlá v postupoch CPE, v postupoch SPE sa ako extrakčné materiály objavujú rôzne nové typy sorbentov. Ako už bolo uvedené v úvode, medzi nimi si čoraz väčšiu pozornosť získavajú nanomateriály, pri ktorých použití sa uprednostňuje disperzný režim SPE. Ak sa pritom používa iba malé množstvo sorbentu (v rozsahu niekoľkých miligramov), extrakcia sa označuje ako disperzná mikro-SPE (D- μ -SPE). V súčasnej odbornej literatúre boli opísané rôzne kombinácie postupov CPE a D- μ -SPE.

V nedávno publikovaných prácach sa spomínajú viaceré typy nanomateriálov, ako sú nanočastice kovov (napr. ABT-AgNPs) [11], nanokompozity obsahujúce oxidy kovov (napr. $\text{TiO}_2/\text{Mn}_3\text{O}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$) [12] či nanokompozity obsahujúce podvojnú vrstevnaté hydroxidy a uhlíkové nanomateriály (napr. $\text{Mg}/\text{Al-LDH}@\text{CNTs}$) [13].

Najčastejšie sa vhodný sorbent (zvyčajne niekoľko desiatok miligramov) zmieša s roztokom vzorky a povrchovo aktívnou látkou, po čom nasleduje samotný CPE postup [11,13-16]. Iným prístupom je príprava suspenzie nanosorbentu a tenzidu, ktorá sa následne vstrekuje do roztoku vzorky [12].

Na prípravu spoľahlivých DSPE-CPE postupov je možné použiť komerčne dostupné aj laboratórne pripravené nanomateriály.

Syntéza nanosorbentov býva spravidla sprevádzaná ich charakterizáciou. Na štúdium povrchovej morfológie sa najčastejšie využívajú mikroskopické techniky ako skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM) a transmisná elektrónová mikroskopia (TEM). Na analýzu povrchovej chémie a zloženia materiálu sa používajú techniky ako infračervená spektroskopia s Fourierovou transformáciou (FTIR), röntgenová difrakčná spektroskopia (XRD), energeticky disperzná röntgenová spektroskopia (EDS), nukleárna magnetická rezonancia (NMR), metóda Brunauer-Emmett-Teller (BET) a meranie zeta potenciálu.

Jedným z príkladov využitia laboratórne pripraveného nanosorbentu je nanokompozit obsahujúci tri oxidy kovov ($\text{TiO}_2/\text{Mn}_3\text{O}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$), ktorý bol pripravený, charakterizovaný a následne použitý ako sorbent v kombinácii s CPE na preconcentráciu stopového Pb z environmentálnych vodných vzoriek [12].

Na posilnenie interakcií medzi cieľovými analytmi a tuhým sorbentom sa často vykonáva modifikácia a/alebo funkcionalizácia nanomateriálov. Príkladom relatívne jednoduchšej funkcionalizácie je úprava AgNPs pomocou 2-acetylbenzofurán tiosemikarbazónu (ABT). Takto funkcionalizované nanočastice boli úspešne použité na separáciu Cd, Co a Ni vo vzorkách tuniaka [11].

Zložitejší postup syntézy opísal Zengin [17], ktorý pripravil dva nanokompozity na báze tris(2-hydroxymetyl)aminometánom modifikovaných kopolymérov maleínan-hydridu a styrénu, následne magnetizované pomocou nanočastíc Fe_3O_4 . Tieto magnetické nanokompozity boli potom využité v jeho ďalších prácach na separáciu a preconcentráciu Ag vo vzorkách húb a zeleniny [17], nápojov [15] a jedlých rastlinných olejov [16], ako aj na separáciu a preconcentráciu Cu vo vzorkách húb, lišajníkov [14] a rastlinných olejov [16].

3. CPE postup na separáciu a preconcentráciu ultrastopového Pb

CPE postup na separáciu a preconcentráciu ultrastopového Pb, vypracovaný na našom pracovisku bol publikovaný v roku 2016 [18]. Pre optimalizovaný CPE postup bolo použitých 8 mL vzorky (pripravenej v 0,01 % (m/v)

NaCl; pH upravené na $3,0 \pm 0,1$), ku ktorej sa pridal 1 mL 0,2 % (m/v) APDC a 1 mL 1 % (m/v) TX-114. Táto zmes bola zahrievaná v termostatovanom vodnom kúpeli 5 min pri 40 °C, následne bola 5 min centrifugovaná pri 4000 rpm a 5 min chladená v ľadovom kúpeli pri 1–2 °C. Vodná fáza bola odstránená dekantáciou. K tenzidom obohatenej fáze sa pridal 200 µL 0,2 mol/L HNO₃ (ktorá bola pripravená v metanole) a takto pripravený roztok sa použil pre stanovenie nakoncentrovaného Pb metódou ETAAS. Postup je schématicky znázornený na Obr. 1.

4. DSPE postup na separáciu a prekoncentráciu ultrastopového Pb

Optimalizácia DSPE postupu na separáciu a prekoncentráciu ultrastopového Pb, vypracovaná na našom pracovisku, bola publikovaná v roku 2025 [19].

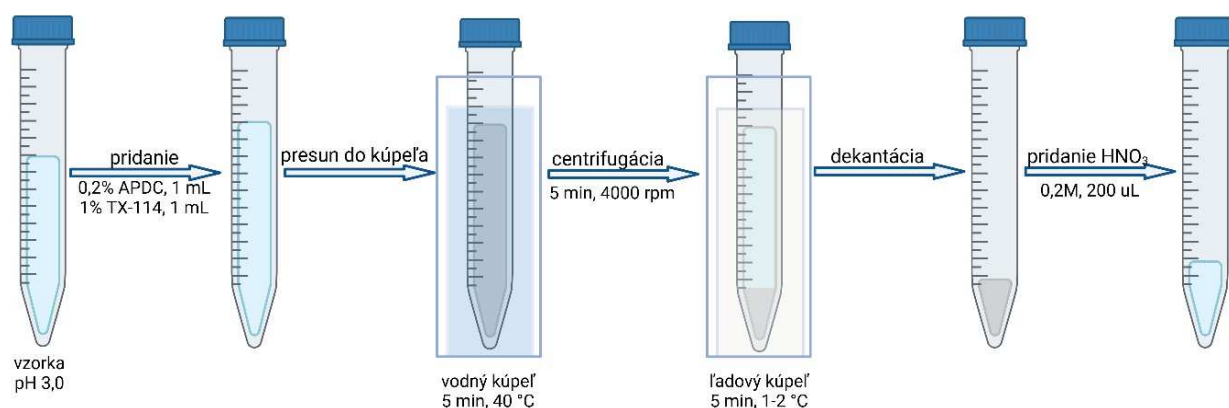
Do 100 mL HDPE nádoby sa navážilo 10 mg nano-TiO₂. Do extrakčnej nádoby s nano-TiO₂ sa odpipetovalo 50 mL vzorky (pH 4,5 ± 0,1), ktorá bola pripravená v 0,01 mol/L KNO₃. Zmes bola trepaná 5 min na mechanickej trepačke pri teplote 22 °C a centrifugovaná 10 min pri 4000 rpm. Vodná fáza bola odstránená dekantáciou. K sorbentu sa následne pridal 2,5 mL deionizovanej vody a zmes bola opäť trepaná 5 min na mechanickej trepačke pri teplote 22 °C. Takto pripravená suspenzia bola pred samotným

injektovaním do grafitového atomizátora manuálne premiešaná (1 min) a preliata do autosamplerovej nádoby. Pre kvantifikáciu Pb bolo využité priame dávkovanie jemnej suspenzie nanosorbentu (tzv. *slurry*) do ETAAS. Postup je schématicky znázornený na Obr. 2.

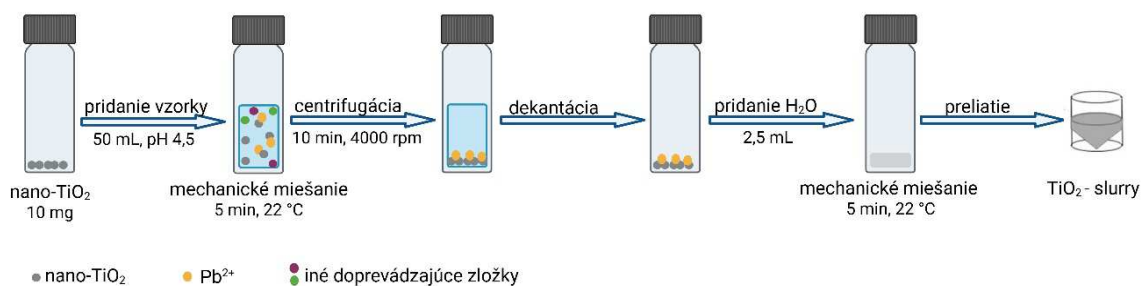
5. DSPE-CPE postup na separáciu a prekoncentráciu ultrastopového Pb

DSPE-CPE postup na separáciu a prekoncentráciu ultrastopového Pb je cieľom optimalizácie, ktorej sa venujeme na našom pracovisku v súčasnosti. Z doposiaľ získaných výsledkov možno uviesť nasledovný postup, ktorý viedol k pozitívnym výsledkom.

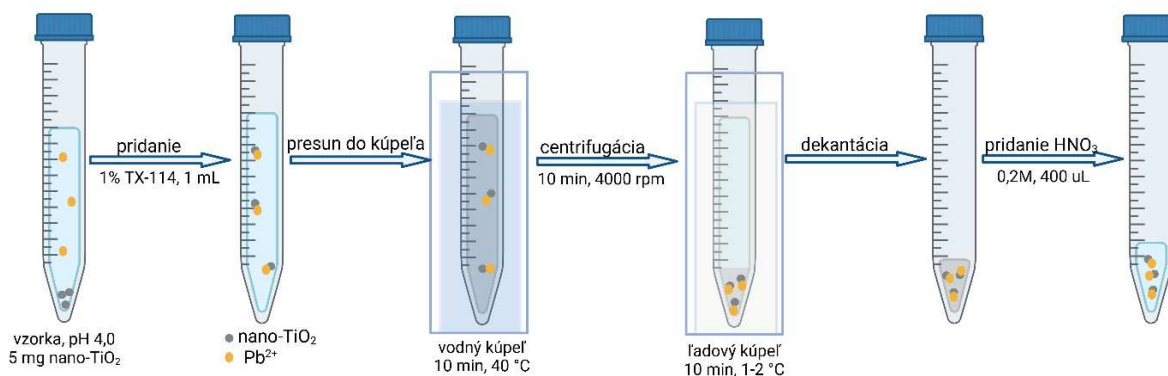
Pre optimalizovaný DSPE-CPE postup sa do 15 mL skúmavky navážilo 5 mg nano-TiO₂, následne sa pridal 9 mL vzorky (pripravenej v 0,01 mol/L KNO₃; pH upravené na $4,0 \pm 0,1$) a 1 mL 1 % (m/v) TX-114. Táto zmes bola zahrievaná v termostatovanom vodnom kúpeli 10 min pri 40 °C, následne bola 10 min centrifugovaná pri 4000 rpm a 10 min chladená v ľadovom kúpeli pri 1-2 °C. Vodná fáza bola odstránená dekantáciou. K tenzidom obohatenej fáze sa pridal 400 µL 0,2 mol/L HNO₃ (ktorá bola pripravená v metanole) a takto pripravený roztok sa použil pre stanovenie nakoncentrovaného Pb metódou ETAAS. Postup je schématicky znázornený na Obr. 3.



Obr. 1. Schématické znázornenie CPE postupu na separáciu a prekoncentráciu ultrastopového Pb



Obr. 2. Schématické znázornenie DSPE postupu na separáciu a preconcentráciu ultrastopového Pb



Obr. 3. Schématické znázornenie DSPE-CPE postupu na separáciu a preconcentráciu ultrastopového Pb

6. Záver

Optimalizácia nových separačno-prekoncentračných postupov si vyžaduje množstvo experimentov – a inak to nie je ani v prípade spojenia DSPE a CPE. Uvedená kombinácia, v ktorej sa využívajú nanomateriály, môže byť časovo náročnejšia v porovnaní so samotným postupom DSPE, avšak dokáže eliminovať problémy, ako sú pomalá sedimentácia nanomateriálov a ich komplikovaná separácia z veľkých objemov vodných roztokov. Našou snahou je vypracovať spoľahlivý postup kombinujúci DSPE a CPE, v ktorom sa využíva nano-TiO₂ na separáciu a preconcentráciu ultrastopového Pb z vodných matric pred jeho kvantifikáciou metódou ETAAS. Optimalizácia postupu je momentálne rozpracovaná a v tejto fáze výskumu sa sústreďujeme na interferenčné štúdie rôznych koexistujúcich zložiek.

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

1. B. Hu, M. He, B.B. Chen, Anal. Bioanal. Chem. 407 (2015) 2685-2710
2. N. Pourreza, T. Naghdi, Talanta 128 (2014) 164-169

3. S. Nekouei, F. Nekouei, H.I. Ulusoy, H. Noorizadeh, Desalin. Water Treat. 57 (2016) 12653-12662
4. P. Seyedmohammadi, A. Taheri, Z. Rezayatizad, Water Environ. J. 37 (2023) 729-739
5. S. Dadfarnia, F. Shakerian, A.M.H. Shabani, Talanta 106 (2013) 150-154
6. F. Shakerian, S. Dadfarnia, A.M.H. Shabani, Microchim. Acta 180 (2013) 1225-1232
7. I. López-García, J.J. Marín-Hernández, M. Hernández-Córdoba, Spectrochim. Acta Part B 143 (2018) 42-47
8. I. López-García, Y. Vicente-Martínez, M. Hernández-Córdoba, Anal. Methods 7 (2015) 3786-3792
9. I. López-García, Y. Vicente-Martínez, M. Hernández-Córdoba, Talanta 132 (2015) 23-28
10. I. López-García, M.J. Muñoz-Sandoval, M. Hernández-Córdoba, Talanta 172 (2017) 8-14
11. D. Mahmoodnezhad, A. Taheri, J. Food Compos. Anal. 111 (2022) 104594
12. T.T.T. Thuy, H.T. Phong, N. Van Trong, D. Van Dat, Vietnam. J. Chem. 60 (2022) 451-458
13. L. Nyaba, P.N. Nomngongo, Food Chem. 322 (2020) 126749
14. H.B. Zengin, H. Marsan, R. Gürkan, J. Food Compos. Anal. 91 (2020) 103539
15. H.B. Zengin, R. Gürkan, J. Food Compos. Anal. 98 (2021) 103814
16. H.B. Zengin, R. Gürkan, J. Iran. Chem. Soc. 19 (2022) 1669-1688
17. H.B. Zengin, Int. J. Environ. Anal. Chem. 101 (2021) 1978-2002
18. I. Hagarová, I. Kudrík, Chem. Listy 110 (2016) 504-510
19. L. Nemček, I. Hagarová, Toxics 13 (2025) 610

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2025 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: **SK7011000000002921888728**, 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 2025 a 2026

15. kolo

Súťaže vedeckých prác mladých spektroskopikov

Do súťaže môže byť poslaný článok alebo súbor článkov autora, ktorý v príslušnom roku 2025/2026 nepresiahne vek 35 rokov. Článok alebo súbory článkov na spektroskopickú tému publikované v období 2025-2026 treba poslať na adresu SSS do 30. septembra 2026. 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 jednorročné členstvo v SSS. Výsledky súťaže budú vyhlásené na príslušnom odbornom podujatí v roku 2026 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