

## EXTRAKCIA ŽELEZA S VYUŽITÍM TEPLoty ZÁKALU MICELÁRNYCH ROZTOKOV

**Bc. Anastasiia Repetska**

*Školiteľ: RNDr. Jana Šandrejová, PhD.*

*Doktora Kostlivého, 040 01 Košice*

V práci bola vypracovaná účinná extrakčná spektrofotometrická metóda pre stanovenie železa vo vzorke odpadových vôd pomocou extrakcie s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov. Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE) je jednou z univerzálnych a jednoduchých metód na predkoncentráciu a extrakciu hydrofóbných látok z vody. Taktiež CPE patrí medzi zelené analytické metódy. Pre stanovenie bola využitá reakcia Fe(II) s farbivom 1-(2-pyridylazo)-2-naftolom (PAN) za vzniku tmavočerveného komplexu. Boli optimalizované všetky podmienky reakcie ako pH prostredia, koncentrácia prídavku kyseliny askorbovej, koncentrácia farbiva PAN, koncentrácia prídavku povrchovo aktívnej látky Triton X-114, čas a teplota ohrevu. Za optimálnych podmienok detekčný limit bol  $0,0044 \text{ mg.l}^{-1} \text{ Fe}$  a limit kvantifikácie  $0,0145 \text{ mg.l}^{-1} \text{ Fe}$ . Kalibračná závislosť bola lineárna v rozsahu  $0.025\text{-}0.175 \text{ mg.l}^{-1}$ . Navrhnutá metóda bola aplikovaná na stanovenie železa vo vzorke odpadových vôd.

### **Literatúra:**

1. S. Kori. Cloud point extraction coupled with back extraction: a green methodology in analytical chemistry: Forensic Sciences Research (2021) 19-33.
2. J. H. Luo, J. Li, X. X. Duan. Study on removal of Fe<sup>3+</sup> from sodium dihydrogen phosphate by emulsification solvent extraction: Journal of Industrial and Engineering Chemistry (2013) 727-731.
3. P. Sammadar, K. Sen. Cloud point extraction: A sustainable method of elemental preconcentration and speciation: Journal of Industrial and Engineering Chemistry (2014) 1209-1219.

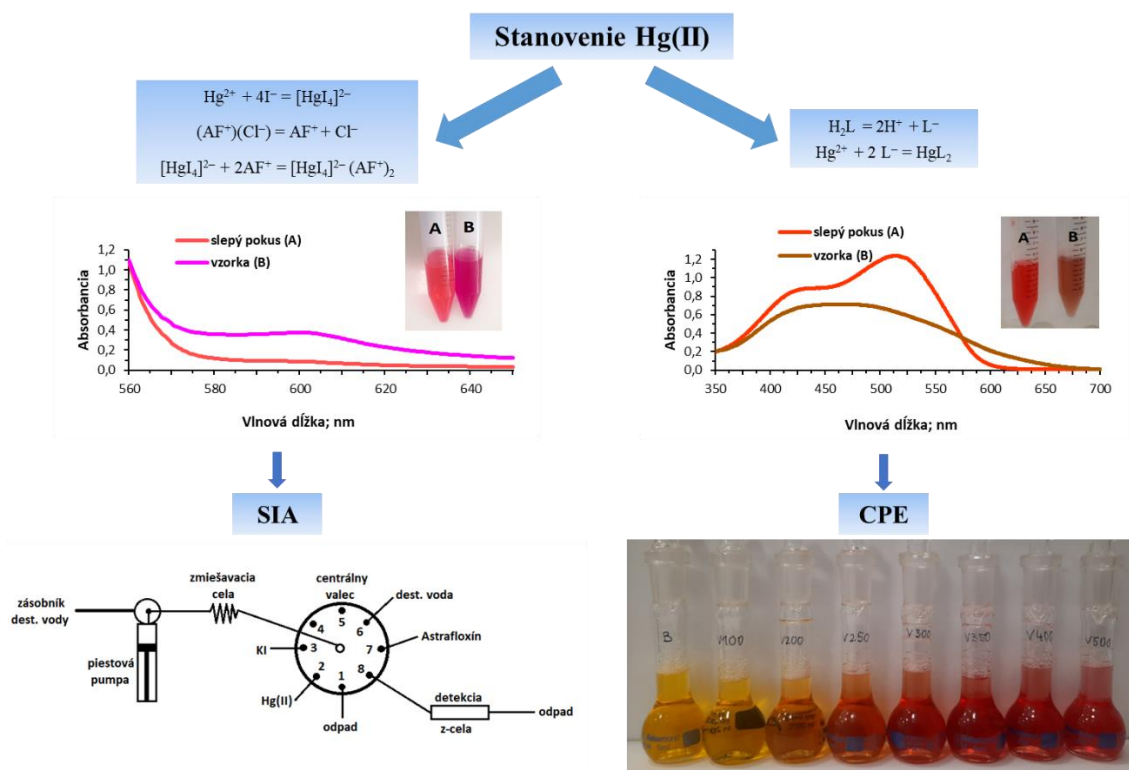
## VÝVOJ NOVÝCH POSTUPOV PRE SPEKTROFOTOMETRICKÉ STANOVENIE ORTUTI

Bc. Andrea Gajdošová

Školiteľ: RNDr. Jana Šandrejová, PhD.

Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice

Práca sa zaoberá vývojom nových postupov pre spektrofotometrické stanovenie ortuti. Princíp stanovení je založený na reakcii Hg(II) s dvoma farbivami Astrafloxínom (AF) a 6-hexyl-4-(2-tiazolylazo)resorcinolom (HTAR). Pre oba postupy boli optimalizované reakčné podmienky vzniku komplexu Hg-I-AF a Hg-HTAR ako pH, koncentrácia jodidových iónov a koncentrácia farbiva. Uvedené postupy boli ďalej rozvíjané v podobe automatizácie s využitím sekvenčnej injekčnej techniky pre Hg-I-AF a extrakcie s využitím teploty zákalu micelárných roztokov pre Hg-HTAR. Pre každý z postupov boli optimalizované potrebné parametre preň špecifické, na základe ktorých boli zostrojené jednotlivé kalibračné závislosti. V závere práce boli porovnané validačné parametre každého z postupov a ich výhody a nevýhody. Postup stanovenia ortuti pomocou Astrafloxínu bol následne aplikovaný na stanovenie Hg(II) v internom referenčnom materiáli.



Grafická schéma vývoja nových postupov pre spektrofotometrické stanovenie ortuti

## VORTEXOM ASISTOVANÁ MIKROEXTRAKČNÁ FLUORESCENČNÁ METÓDA STANOVENIA KYSELINY PIKROVEJ

**Bc. Dominik Harenčár**

*Školiteľ: prof. Dr. Yaroslav Bazel', DrSc.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Moyzesova 11, 041 54 Košice*

Predkladaná práca sa zaoberá vývojom novej luminiscenčnej analytickej metódy. Cieľom bolo vyvinúť citlivú, selektívnu a vortexom asistovanú fluorescenčnú metódu na stanovenie kyseliny pikrovej detekciou mikroextraktov. Princíp metódy je založený na formácii iónového asociátu v dôsledku elektrostatických interakcií ako analytickej formy pre fluorescenčné stanovenie v prítomnosti zásaditého polymetínového farbiva Astrafloxín FF. Táto metóda bola vyvíjaná so zreteľom na čo najmenší možný objem rozpúšťadla, ktoré sa dalo v daných podmienkach použiť a s čo najväčším zreteľom na požiadavky zelenej analytickej chémie. Metóda sa optimalizovala pomocou rôznych parametrov, ako napríklad voľba a objem rozpúšťadla, koncentrácia farbiva, pH a objem tlmivého roztoku, čas extrakcie, stabilita v čase, poradie pridávaných zložiek či optimalizácia podmienok vortexovania. Všetky namerané experimentálne výstupy boli realizované v emisnom intervale 400 – 700 nm pri excitačnej vlnovej dĺžke 540 nm. Ďalším krokom v procese vývoja tejto metódy bolo vyhodnotenie presnosti a správnosti a takisto skúmanie interferencie rôznych druhov iónov. Boli vynesené kalibračné závislosti a predkladaná metóda bola tiež aplikovaná na reálnu vzorku vody metódou prídavkov štandardov.

### Literatúra:

1. KURUCZ, J. 2018. *Chémia výbušnín*. Belianum, 2018. 113 p. ISBN 978-80-557-1403-5. 2. BHATT, D. R. - MAHERIA, K. C. - PARIKH, J. K. 2015. Highly efficient micellar extraction of toxic picric acid into novel ionic liquid: effect of parameters, solubilization isotherm, evaluation of thermodynamics and design parameters. In *Journal of Hazardous Materials*. ISSN 0304-3894, 2015, Elsevier, vol. 300, p. 338–346. 3. LABUDA, J. - TARAPČÍK, P. - VRÁBEL, V. - HROBOŇOVÁ, K. - BEINROHR, E. 2014. *Analytická chémia*. Vydavateľstvo STU, 2014. 671 p. ISBN 978-80-227-4242-9. 4. TANWAR, A. S. - PATIDAR, S. - AHIRWAR, S. - DEHINGIA, S. - IYER, P. K. 2019. “Receptor free” inner filter effect based universal sensors for nitroexplosive picric acid using two polyfluorene derivatives in the solution and solid states. In *Analyst*. 2019, Royal Society of Chemistry, vol. 144, no. 2, p. 669–676. 5. LI, W.-T. - HU, Z.-J. - MENG, J. - ZHANG, X. - GAO, W. - CHEN, M.-L. - WANG, J.-H. 2021. Zn-based metal organic framework-covalent organic framework composites for trace lead extraction and fluorescence detection of TNP. In *Journal of Hazardous Materials*. ISSN 0304-3894, 2021, Elsevier, vol. 411, p. 125021. 6. KADIAN, S. - MANIK, G. 2020. A highly sensitive and selective detection of picric acid using fluorescent sulfur-doped graphene quantum dots. In *Luminescence*. ISSN 1522-7235, 2020, Wiley Online Library, vol. 35, no. 5, p. 763–772. 7. KHAMRANG, T. - KATHIRAVAN, A. - PONRAJ, C. - SARAVANAN, D. 2021. Y-shaped fluorophore: Synthesis, crystal structure and picric acid detection. In *Journal of Molecular Structure*. ISSN 0022-2860, 2021, vol. 1238, p. 130442. 8. ZHAO, Y. - XU, L. - KONG, F. - YU, L. 2021. Design and preparation of poly(tannic acid) nanoparticles with intrinsic fluorescence: A sensitive detector of picric acid. In *Chemical Engineering Journal*. ISSN 1385-8947, 2021, vol. 416, p. 129090. 9. KAKALEJČÍKOVÁ, S. 2022. Vývoj novej luminiscenčnej metódy stanovenia ortuti v súlade s požiadavkami zelenej analytickej chémie. Košice: Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach, Prírodovedecká fakulta. 55s.

## ANALÝZA KVALITY VÔD V OBLASTIACH S ENVIRONMENTÁLNOU ZÁŤAŽOU

**Bc. Dominika Hašková<sup>a</sup>**

Školiteľ<sup>u</sup>: doc. Ing. Viera Vojteková, PhD.

Konzultant<sup>b</sup>: MVDr. Daniel Kupka, PhD.

<sup>a</sup>Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 040 01 Košice

<sup>b</sup> Ústav geotechniky SAV, Sever, Watsonova 1932/45, 040 01 Sever

Jedným zo súčasných problémov znečistenia ekosystému predstavujú kyslé banské vody. Majú vysoké koncentrácie kovov a veľmi nízke pH, sú teda nežiadúce a nebezpečné pre živé organizmy. Preto sa neustále hľadajú, optimalizujú rôzne alternatívne, finančne nenáročné, a ekologicky šetrné metódy dočisťovania kyslých banských vôd. Súčasťou takejto práce je aj vývoj a optimalizácia nových analytických metód pre stanovenie kontaminantov v zložitej matici kyslých banských vôd. Práca prezentuje vývoj a optimalizáciu metódy pre stanovenie aniónov využitím techniky iónovej chromatografie. Vývoj a optimalizácia bola zameraná na banské vody z oblasti ložiskového územia Nižná Slaná - Kobeliarova.<sup>1</sup> Pred-úprava vody mala niekoľko stupňov: neutralizácia banskej vody použitím  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , následná precipitácia kovov vo forme hydroxidov a čiastočné odstránenie síranov vo forme sádrovca. Výhodou tohto postupu je výrazné zníženie kyslosti vody a veľmi dobrá separácia precipitátov.<sup>2</sup>

### Literatúra:

1. P. Grecula et al.: Ložiská nerastných surovín Slovenského Rudohoria, zv.1, *Mineralia Slovaca - Monografie*, (1995), ISBN 80-967018-2-7
2. D.Kupka, Z.Bártová, L.Hagárova et.al, Ekologická havária na rieke Slaná – Charakteristika banských vôd a návrh postupov ich čistenia. In Situácia v ekologicky zaťažených regiónoch Slovenka a strednej Európy. *XXXI.vedecké sympóziium s medzinárodnou účasťou*. Hrádok, 4-12 (2022), ISBN 978-80-89883-13-4

## SKÚMANIE MOŽNOSTÍ TESTOVANIA ORIGINALITY A KVALITY VYBRANÝCH DRUHOV DESTILÁTOV VYUŽITÍM GC-FID

**Bc. Jana Jandová**

*Školiteľ: RNDr. Rastislav Serbin, PhD.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice*

Diplomová práca sa zaoberá skúmaním možností originality a kvality destilátov využitím plynovej chromatografie s plameňovo-ionizačným detektorom (GC-FID). Teoretickou časťou je rešerš zaoberajúca sa farmakokinetikou alkoholu, rizikami chronickej konzumácie alkoholu, vplyvom pandémie COVID-19 na konzumáciu alkoholických nápojov, metanolovými kauzami, systémom kontroly kvality a štatistikou kvantitatívnych výpočtov. Experimentálna časť ponúka prehľad metód kvantitatívnej analýzy ako je normalizácia plochy, metóda externého či interného štandardu a metóda štandardného prídavku pri využití plynovej chromatografie. Pre semikvalitatívnu analýzu bola zvolená metóda externého štandardu s využitím jednobodovej kalibrácie. Navrhnutá metóda slúžila na kvantifikáciu metanolu, n-propanolu a etylacetátu vo vybraných vzorkách destilátov. Vysoká koncentrácia spomínaných zlúčenín výrazne ovplyvňuje kvalitu daného destilátu (vôňu, chuť, kvalitu použitej suroviny atď.). Účelom práce je výber a navrhnutie jednoduchej a funkčnej analytickej metódy na identifikáciu a kvantifikáciu zložiek destilátu a ich následné posúdenie v zmysle kvality a rizika.

**Kľúčové slová:** plynová chromatografia, slivkové destiláty, kvantitatívna analýza, kvalita destilátov, originalita destilátov, metóda externého štandardu, metóda normalizácie plochy, jednobodová kalibrácia

## STANOVENIE KADMIA METÓDOU CPE

**Bc. Kristína Terebesiová**

*RNDr. Jana Šandrejová. PhD:*

*Univerzita Pavla Jozefa Šafárika, Prírodovedecká fakulta, Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Šrobárova2,041 54 Košice*

1. Táto práca je zameraná na extrakciu kadmia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE). CPE predstavuje jednu z foriem zelených mikroextrakčných techník využívaných pre stanovenie tak anorganických ako aj organických látok [1]. V práci sú opísané teoretické aspekty CPE, jednotlivé typy tenzidov využívaných v CPE, ako aj parametre, ktoré sú nevyhnutné optimalizovať pre efektívnu separáciu, výťažnosť a prekoncentráciu analytov. Experimentálna časť práce je zameraná na stanovenie kadmia metódou CPE ako závažného kontaminantu životného prostredia s následnou UV-Vis detekciou vo vzorkách vôd. Reakčný mechanizmus je založený na reakcii Cd(II) s 6-hexyl-4-(2-tiazolylazo)resorcinolom pri pH 9,5 za vzniku komplexu s absorpčným maximom pri 550 nm. Pre extrakciu Cd(II) bolo ako extrakčné činidlo použitých 5 mL 10% Triton X-114 a za optimálnych extrakčných podmienok (čas ohrevu 20 min, pri teplote 65°C a následné schladenie pri –20°C kvôli zvýšeniu viskozity surfaktantu a jeho ľahšej separácii) bola medza detekcie stanovená na 3,5 µg/L Cd(II). Pri práci bola skúmaná možnosť využitia spektrálnej pipety ako nového spôsobu UV-Vis detekcie. Navrhnutá metóda bola aplikovaná na stanovenie kadmia v riečnych vodách a to konkrétne dvoch vodných tokov na Východnom Slovensku, riek Tisa a Latorica.

2.

### **Literatúra:**

1.MORTADA, Wael I. *Recent developments and applications of cloud point extraction: A critical review. Microchemical Journal.* 2020, 157. ISSN 0026265X.  
DOI:10.1016/j.microc.2020.105055

## ANALÝZA KOFEÍNU VO VYBRANÝCH NÁPOJOCH METÓDOU HPLC-UV

**Bc. Laura Hreščáková**

*Školiteľ: doc. RNDr. Katarína Reiffová, PhD.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice*

Práca sa zaoberá problematikou analýzy a sledovania obsahu kofeínu, ktorý predstavuje hlavného zástupcu skupiny metylxantínov v bežne a často konzumovaných nápojoch, ako sú čaj, káva a iné synteticky pripravené nápoje. Závažnosť tohto problému je podporená vedeckými poznatkami, ktoré upozorňujú na riziká spojené s nadmernou konzumáciou nápojov obsahujúcich kofeín, ako sú nespavosť, úzkosť, zvýšený krvný tlak, srdcové arytmie a ďalšie zdravotné komplikácie. Cieľom práce bolo štúdium optimálnych podmienok separácie kofeínu v zmesi s ďalšími metylxantínmi (teofylín a teobromín) metódou vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie s UV detektorom (HPLC-UV). Chromatografická analýza vybraných metylxantínov bola uskutočnená na kolóne ACE C18 (250 x 4,6 mm; 5  $\mu$ m) pri teplote 27 °C. Použitou mobilnou fázou bola trojzložková zmes voda-etanol-kyselina octová v pomere (75:24:1, v/v/v) s prietokom 1,0 ml.min<sup>-1</sup> za izokratických podmienok. Analyty boli detekované UV detektorom nastaveným na vlnovú dĺžku 254 nm. Súčasťou práce je tiež systematický prehľad vybraných bežne konzumovaných nápojov s obsahom kofeínu, zakúpených v obchodnej sieti, ktoré boli pripravené a analyzované v našom laboratóriu. Vzorky čajov, káv a iných nápojov boli kategorizované podľa viacerých kritérií, ako napríklad druh nápoja, forma nápoja a množstvo kofeínu. Kofeín bol analyzovaný ako hlavná zložka všetkých vzoriek, pretože predstavuje najrozšírejší metylxantín v týchto nápojoch a je zodpovedný za väčšinu účinkov, ktoré sa u konzumentov prejavujú. V rámci práce boli tiež diskutované benefity a riziká spojené s konzumáciou kofeínu a dôležitosť uvedomenia si množstva kofeínu v nápojoch, ktoré sa bežne konzumujú. Výsledky tejto práce slúžia ako informačný zdroj pre verejnosť, ktorá môže na základe získaných poznatkov riadiť svoju spotrebu kofeínu a minimalizovať riziká spojené s jeho nadmernou konzumáciou.

### Literatúra:

3. G. Ebrahimzadeh, R.N. Nodehi, M. Alimohammadi, M.R.R. Kahkah, A.H. Mahvi: Monitoring of caffeine concentration in infused tea, human urine, domestic wastewater and different water resources in southeast of Iran- caffeine an alternative indicator for contamination of human origin. *Journal of Environmental Management*, 283 (2021).
4. G.-H. Baek, S.-W. Yang, Ch.-I. Yun, J.-G. Lee, Y.-J. Kim: Determination of methylxanthine contents and risk characterisation for various types of tea in Korea. *Food Control*, 132 (2022).

## HPLC ENANTIOSEPARÁCIA S VYUŽITÍM RÔZNYCH CHIRÁLNYCH SELEKTOROV

**Bc. Martina Lukáčová**

*Školiteľ: doc. RNDr. Taťána Gondová, CSc.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice*

Nootropné látky stimulujú činnosť mozgu a dokážu zlepšiť kognitívne schopnosti, ako sú pamäť, pozornosť a koncentrácia. Cieľom práce bolo štúdium a optimalizácia podmienok chirálnej separácie biologicky aktívneho analytu metódou HPLC. Enantioseparácie sa uskutočnili na troch rôznych chirálnych stacionárnych fázach, s derivatizovaným cyklofruktánom 7 (Larihc CF7-DMP), s makrocyclickým glykopeptidom teikoplanínom (Chirobiotic T) a s imobilizovaným derivátom amyulózy (Lux i-Amylose-1). Najlepšie výsledky chirálnej separácie boli dosiahnuté na kolónach Chirobiotic T a Lux i-Amylose-1 v polárnom organickom móde.

**Kľúčové slová:** chirálna separácia, chirálne stacionárne fázy, HPLC



## SKÚMANIE VPLYVU ZLOŽENIA ZMESI CHEMICKÝCH ROZPÚŠŤADIEL NA KVALITU A STABILITU DISPERZNÉHO STAVU V METÓDE DLLME

**Bc. Michaela Ovšonková**

*Školiteľ: prof. Mgr. Vasil' Andruch DSc.*

*Konzultant: Serhii Zaruba PhD.*

*Univerzita Pavla Jozefa Šafárika, Prírodovedecká fakulta, Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Šrobárova 2, 041 54 Košice*

DLLME je metóda mikroextrakcie, patriaca do zelených analytických metód, ktorá slúži na extrakciu analytu z vodnej vzorky. Je založená na disperzii extrakčného činidla pomocou chemického, alebo mechanického dispergovania. Extrakčným činidlom v našej práci bol toluén. Boli skúmané zmesi toluénu s metanol, etanol a acetonitril v pomeroch 1:1, 1:2, 1:5, 1:10, 1:25, 1:50 a 1:100. Skúmali sme aj možnosť mechanického dispergovania pôsobením vzduchu, vortexu a ultrazvuku. Účinnosť disperzie rôznych prístupov sa hodnotila porovnaním zákalu a stability získaných toluénových emulzií vo vode. Zistilo sa, že najúčinnější disperzia toluénu vo vode sa dosiahne pri pomere extrakčné činidlo:disperzné rozpúšťadlo v rozsahu pomerov 1:25–1:50 pre všetky typy disperzných rozpúšťadiel. V prípade mechanickej disperzie bolo najúčinnější použitie ultrazvukového kúpeľa počas 5 minút.

Kľúčové slová: DLLME, disperzia, ultrazvuk, vortex, toluén.

## SKÚMANIE EXTRAČNÝCH VLASTNOSTÍ SORBENTOV NA BÁZE NANOŠTRUKTÚR PRE ICH POTENCIÁLNE VYUŽITIE V ANALYTICKEJ CHÉMII

**Bc. Patrícia Karvanská**

*Školiteľ: RNDr. Rastislav Serbin, Phd.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11 040 04 Košice*

Cieľom tejto diplomovej práce bolo štúdium extrakčných vlastností sorbentov na báze nanoštruktúr, ktoré boli vyrobené v SAV. Primárne sme sa zamerali na päť nanomateriálov oxidu titaničitého s rozdielnou koncentráciou izopropoxidu titaničitého (TTIP) (5%, 10%, 20%, 30%, 40%) a jednému komerčnému nanomateriálu, ktorý bol vyrobený firmou Sigma Aldrich. K jednotlivým nanomateriálom sme pridávali rôzne rozpúšťadlá, štandardné roztoky a porovnávali sme ich extrakčné vlastnosti porovnávaním percentuálnych poklesov plôch pod píkmi. Predpokladom bola dobrá absorpcia polárnych látok a veľmi nízka absorpcia nepolárnych látok. Prvé merania nám však ukázali aj veľmi dobrú absorpciu nepolárnych látok. Túto odchýlku oproti predpokladu zapríčinila fotokatalytická aktivita nanomateriálu. V ďalších meraniach sme vialky obalili alobalom, aby sme predišli fotokatalytickej aktivite nanomateriálu a porovnali tak ich extrakčné schopnosti. Vo vialkách obalených alobalom sa tak plocha pod píkom rozpúšťadla znížila podstatne menej ako pri meraniach bez alobalu. Navzájom sme porovnávali aj merania, kde sme ako rozpúšťadlo použili roztok aromatických rozpúšťadiel a roztok nearomatických rozpúšťadiel. Naše nanomateriály a komerčný nanomateriál sme porovnávali aj so sorpčnými materiálmi používanými v Hasičskom a záchrannom zbore SR.

Kľúčové slová: nanomateriály, sorbent, extrakčné vlastnosti, plynová chromatografia