



SPRAVODAJ

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



ISSN 1338-0656

Ročník 31, Číslo 1, 2024

Generálni sponzori Slovenskej spektroskopickej spoločnosti



cssc2024.spektroskopie.cz



CZECH-SLOVAK
SPECTROSCOPIC
CONFERENCE
2024

&



**WE CORDIALLY INVITE YOU TO THE JOINT MEETING OF
CZECH-SLOVAK SPECTROSCOPIC CONFERENCE AND
MÖSSBAUER SPECTROSCOPY IN MATERIAL SCIENCES**

MAY 27-31, 2024  **Kurdějov**

Topics of the meeting:

- Atomic spectrometry (AAS, ICP-MS/OES, AFS,...)
- Molecular spectrometry (UV-Vis, IR, Raman, Luminescence, NMR,...)
- XRF spectrometry (EDS, WDS, XRF, PIXE, ...)
- Mass spectrometry (GC-MS, ESI-MS, MALDI, DESI-MS, LC-MS,...)
- Mössbauer spectrometry
- Radioanalytical methods
- Applications in geology, environment, biology, medicine, ...



Ioannes Marcus Marci Spectroscopic Society



MUNI
SCI



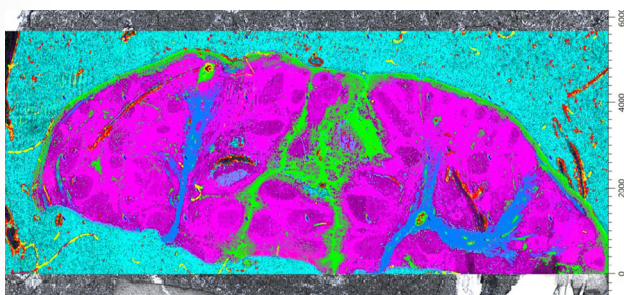
Revoluční technologie v mikroskopii



LUMOS II ILIM

Infračervené zobrazování v reálném čase!

- Extrémní rychlost chemického zobrazování > 60.000 spekter/s!
- Nejvyšší citlivost a prostorové rozlišení na trhu
- QCL technologie s plošným detektorem
- Automatizovaná IČ analýza částic, tablet a tkání
- Jedna z nejrychlejších technik zobrazování na trhu



RAMANTouch

Nejrychlejší Raman imaging na trhu

- Technologie liniového laseru v kombinaci s konvenčním CCD
- Měření 400 spekter najednou s libovolným integračním časem
- Aplikovatelné i na obtížně měřitelné vzorky
- Extrémně výkonné lasery
- Nejvyšší úroveň automatizovanosti
- Efektivní hloubkové profilování v z-ose

NA SPEKTROSKOPICKÚ TÉMU

STANOVENIE JÓDU V BIOFORTIFIKOVANEJ RASTLINE POMOCOUCP-MS

Eva Duborská, Marek Bujdoš

Ústav laboratórneho výskumu geomateriálov,
Prírodovedecká fakulta, Univerzita
Komenského v Bratislave, Ilkovičova 6, 842
15 Bratislava
eva.duborska@uniba.sk

Abstrakt

Jód je nevyhnutný stopový prvok pre syntézu hormónov štítnej žľazy, no jeho nedostatok zostáva globálnym zdravotným problémom. Tradičné riešenia, napr. jodizácia kuchynskej soli, čelia výzvam, ako je strata jódu počas skladovania a varenia. Biofortifikácia rastlín, najmä mrkvy, ponúka sľubnú alternatívu. Táto štúdia skúmala akumuláciu jódu v mrkve biofortifikovanej jodidom draselným (KI) a jodičnanom draselným (KIO₃) pomocou extrakcie s tetrametylamóniumhydroxidom a analýzy ICP-MS. Výsledky ukázali, že biofortifikácia výrazne zvýšila obsah jódu, najmä v listoch a povrchovej vrstve koreňa. Mrkva ošetrovaná jodičnanom akumulovala 2,7-krát viac jódu v porovnaní s jodidom. Listy mali najvyšší obsah jódu, viac ako 24-krát vyšší než kontrola.

Kľúčové slová

Biofortifikácia, *Daucus carota* L., ICP-MS, jód, distribúcia jódu.

Úvod

Jód je esenciálnym prvkom pre človeka a ostatné živočíchy, ktorý sa v geochemickom prostredí vyskytuje len v stopových množstvách. Najmä v súvislosti s výskytom chorôb z jeho nedostatku bol v minulosti predmetom intenzívneho bádania. Chorobám vyvolaných deficitom jódu je možné predchádzať rôznorodou vyváženou stravou. Subklinické nedostatky jódu majú často endemický charakter a sú charakteristické pre špecifické oblasti, kde je jód v

geochemickom prostredí nedostatok alebo je nedostupný v dôsledku rôznych faktorov, najmä v pôde, pitnej vode alebo potravinách [1,2]. Biofortifikácia plodín jódmi, ak sa aplikuje v správnej chemickej forme, ponúka atraktívny a nákladovo efektívny alternatívny prístup k zvýšeniu denného príjmu jódu a k boju proti poruchám z nedostatku jódu [3,4]. V súčasnosti je najrozšírenejšou a najspoľahlivejšou metódou na stanovenie celkového obsahu jódu vo vzorkách a potravinách zo životného prostredia stanovenie jódu pomocou extrakcie tetrametylamóniumhydroxidom a následné stanovenie pomocou hmotnostnej spektrometrie s indukčne viazanou plazmou (ICP-MS) [5-7]. V tejto práci je hodnotená akumulácia a distribúcia jódu v rôznych častiach (listy, stonka, koreň) mrkvy obohatenej o 10 mg·kg⁻¹ jodidu alebo jodičnanu v pôde.

2. Experimentálna časť

2.1. Kultivácia mrkvy

Na štúdium akumulácie a distribúcie jódu v rôznych častiach mrkvy boli pripravené zásobné roztoky jodidu draselného (KI) alebo jodičnanu draselného (KIO₃) s koncentráciou 1000 mg·L⁻¹ rozpustením KI alebo KIO₃ p.a. (Centralchem, Slovensko) v redestilovanej vode. Použitá pôda bola identifikovaná ako fluvizem kultizemná (Akp horizont 0-30 cm), odobratá zo Žitného ostrova (Slovensko). Pôda bola prekyprená a vysušená na vzduchu. 1 kg pôdy sa umiestnil do plastových nádob a dôkladne sa premiešal s roztokmi jódu, aby sa dosiahla koncentrácia 10 mg·kg⁻¹ pre obe špecie jódu. Substrát bol stabilizovaný v tme počas 48 hodín. Potom bola pôda opäť prekyprená a do každého kvetináča sa zasialo 20 semien mrkvy (*Daucus carota* L., var. Korina, MoravoSeed, Česká republika). Po vyklíčení sa počet sadeníc znížil na päť. Črepníky boli umiestnené vonku v polotieni na 90 dní a boli zalievané podľa potreby, aby sa udržala optimálna pôdna vlhkosť pre rast mrkvy.

2.2. Spracovanie vzoriek

Po troch mesiacoch sa z každého kvetináča vybrali tri exempláre. Listy a stonky boli oddelené a korene boli ošúpané pomocou škrabky na zeleninu. Každá časť bola potom nakrájaná na malé kúsky skalpelom a sušená pri 25 °C počas dvoch týždňov. Po vysušení sa vzorky rozdrvili pomocou mažiara. Z kvetináčov sa tiež odobrali reprezentatívne vzorky pôdy. Tieto vzorky pôdy sa vysušili na vzduchu pri izbovej teplote a preosiali cez sito s veľkosťou oka 0,5 mm.

2.3. Stanovenie jódu

Vysušená a rozomletá biomasa s hmotnosťou 0,25 g bola prenesená do 15 mL centrifugačných skúmaviek so skrutkovacím uzáverom, do ktorých sa pridali 2 mL 25% roztoku tetrametylamóniumhydroxidu (TMAH; Alfa Aesar, Karlsruhe, Nemecko). Skúmavky boli uzavreté a umiestnené do suchého kúpeľa (MK-20, Hangzhou Allsheng Instruments, Hangzhou, Čína) pri teplote 70 °C na 4 hodiny, pričom každých 20 minút boli ručne pretrepané. Po extrakcii boli skúmavky ochladené na vodnom kúpeli a ich obsah bol vypláchnutý do 50 mL centrifugačných skúmaviek na konštantný objem a centrifugovaný 10 minút pri 10 000 rpm (Eppendorf 5804 R, Hamburg, Nemecko). Supernatant bol následne prefiltrovaný cez celulóзовý membránový filter s veľkosťou pórov 0,45 μm (Advantec MFS, Japonsko).

Obsah jódu v pôde bol stanovený nasledovne: 100 mg jemne rozomletej pôdy a 5 mL 5% TMAH bolo pridaných do 15 mL centrifugačných skúmaviek so skrutkovacím uzáverom. Skúmavky boli umiestnené do suchého kúpeľa a inkubované 4 hodiny pri teplote 90 °C s manuálnym pretrepávaním každých 20 minút. Po inkubácii boli vzorky centrifugované (CM-6MT, ELMI, Riga, Lotyšsko) pri 2300 rpm počas 30 minút. Supernatant bol následne zriedený redestilovanou vodou na konečný objem 50 mL, čo viedlo k 0,5 % koncentrácii TMAH v roztoku.

Obsah jódu v roztokoch bol meraný pomocou hmotnostného spektrometra s indukčne viazanou plazmou (ICP-MS) (Thermo Scientific iCAP Q, USA), pričom ako interný štandard bol použitý ¹²⁶Te.

Kalibračné a štandardné roztoky pre ICP-MS boli pripravené zo štandardného roztoku KI (0,1 mol·L⁻¹, HI 4011-01, Hanna Instruments, Villafranca Padovana, Taliansko) a obsahovali 0,5 % roztok TMAH. Použitý bol štandardný prevádzkový režim ICP-MS s kalibračným rozsahom 0-127 μg·L⁻¹. Medza dôkazu (LOD) 0,01 μg·L⁻¹ bola vypočítaná ako trojnásobok štandardnej odchýlky slepého pokusu a medza stanovenia (LOQ) 0,03 μg·L⁻¹ bola stanovená ako desaťnásobok štandardnej odchýlky slepého pokusu. Prevádzkové parametre ICP-MS sú uvedené v Tab. 1.

Tab. 1. Prevádzkové parametre ICP-MS pre ¹²⁷I

| | |
|--------------------------------|-----------------------------|
| Výkon plazmy | 1550 W |
| Plazmový plyn | Argón |
| Prietok plazmového plynu | 14 L·min ⁻¹ |
| Prietok pomocného plynu | 0,8 L·min ⁻¹ |
| Kónus | Nikel |
| Zhml'ovač (<i>nebulizer</i>) | <i>Concentric PFA μFlow</i> |
| Rýchlosť nasávania vzorky | 0,40 mL·min ⁻¹ |
| Integračný čas | 1000 ms |
| Medza stanovenia | 0,01 μg·L ⁻¹ |
| Neistota merania | ± 1,5 % |

3. Výsledky a diskusia

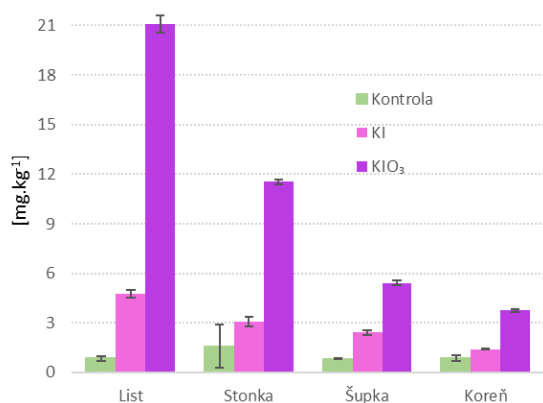
Pozad'ová koncentrácia jódu v neošetrenej pôde bola stanovená z troch odberových miest lokality (okres Dunajská Streda). Výsledky ukazujú, že pôda použitá v tejto štúdii je prirodzene chudobná na jód s koncentráciou 0,63 mg·kg⁻¹. Koncentrácia jódu v oštrenej pôde bola meraná pred výsevom aj po 90-dňovom kultivačnom období po zbere. Tento prístup umožnil sledovať možné zmeny obsahu jódu počas rastu rastlín a absorpcie živín.

Koncentrácia jódu v pôde oštrenej KI bola 10,4 mg·kg⁻¹, pričom sa do konca pestovateľského obdobia znížila o 17 %, pravdepodobne v dôsledku vyparovania a vyplavovania závlahovou vodou. V pôde oštrenej KIO₃ bola koncentrácia jódu 9,9 mg·kg⁻¹ a zaznamenaný pokles bol iba 9 %. Tento výsledok poukazuje na lepšie zadržiavanie jódu aplikovaného vo forme KIO₃ v pôde, čo by mohlo mať význam pre dlhodobú účinnosť fertigácie jódom v budúcich pestovateľských cykloch.

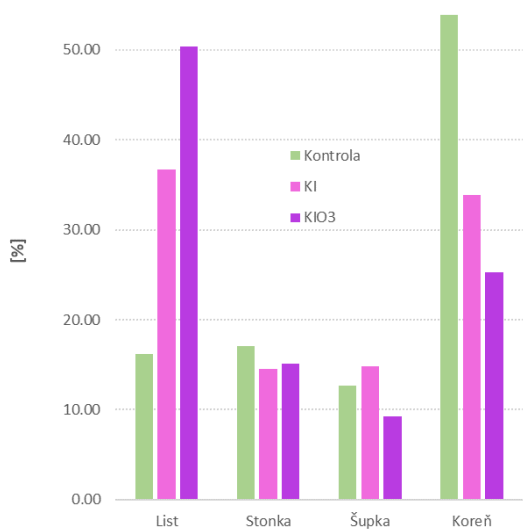
V kontrolných vzorkách mrkvy bola distribúcia jódu relatívne rovnomerná vo všetkých častiach rastliny, s priemernou koncentráciou približne 0,85 mg·kg⁻¹ sušiny. Táto konzistentná

distribúcia naznačuje, že bez fortifikácie je príjem a rozdelenie jódu rastlinou obmedzené a rovnomerne rozložené v celej mrkve.

Naopak, v biofortifikovanej mrkve sa distribúcia jódu výrazne líšila a sledovala jasné klesajúce poradie: listy > stonka > šupka koreňa > koreň. Tieto zistenia sú ďalej ilustrované na Obr. 1, kde je znázornená distribúcia a obsah jódu v rôznych častiach mrkvy. Percentuálnu distribúciu akumulovaného jódu v rámci orgánov mrkvy znázorňuje Obr. 2.



Obr. 1. Akumulácia jódu v rôznych častiach mrkvy, priemerné hodnoty so štandardnými odchýlkami (n = 5)



Obr. 2. Percentuálna distribúcia celkového akumulovaného jódu v rámci orgánov mrkvy

Za predpokladu nižšieho obsahu jódu v xyléme a vyššieho obsahu v nadzemných častiach rastliny to naznačuje veľmi efektívny transport jódu z koreňov cez xylém pomocou transpiračného prúdu. Napriek efektívnemu transportu však ošúpané korene mrkvy

obohatené jodičnanom vykazovali v porovnaní s neošetrenými vzorkami výrazne vyššiu akumuláciu jódu, dosahujúcu 3,75 mg·kg⁻¹ sušiny. To predstavuje viac ako 4,3-násobok množstva zisteného v neošetrených kontrolách a 2,68-krát vyššiu hodnotu ako u mrkvy biofortifikovanej jodidom.

Vysoký obsah jódu v listoch obohatených jodičnanom, dosahujúci 21 mg·kg⁻¹ sušiny, robí zo sušených listov mrkvy hodnotný doplnok ku krmivu pre hospodárske zvieratá. To je zrejme aj z Obr. 2, keď jódom ošetrené mrkvy vykazujú vyššiu akumuláciu jódu v listoch v porovnaní s kontrolou. Navyše, fortifikácia jodičnanom viedla k vyššej akumulácii jódu v listoch v porovnaní s jodidom, čo ponúka aj potenciálne riešenie na zvýšenie príjmu jódu u hospodárskych zvierat pre ich celkové zdravie a rast.

4. Záver

Táto štúdia preukázala účinnosť biofortifikácie jódom v mrkve, pričom jodičnan draselný (KIO₃) sa ukázal byť efektívnejším ako jodid draselný (KI) pri zvyšovaní obsahu jódu v rôznych častiach rastliny. Tieto zistenia zdôrazňujú potenciál fortifikácie jodičnanom ako lepšej metódy na biofortifikáciu mrkvy jódom.

Okrem výživových výhod môže využitie listov mrkvy obohatených jodičnanom ako hnojiva bohatého na jód prispieť k udržateľným poľnohospodárskym postupom.

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 1/0139/22.

Literatúra

1. E. Korobova, J. Geochem. Explor. 107 (2010) 180-192
2. E. Duborská, J. Kubová, P. Matúš, Chem. Listy 110 (2016) 625-629
3. E. Duborská, M. Urík, M. Šeda, Agronomy 10 (2020) 1574
4. E. Duborská, M. Šebesta, M. Matulová, O. Zveřina, M. Urík, Nutrients 14 (2022) 4717
5. E. Duborská, M. Bujdoš, Chem. Listy 112 (2018) 222-226
6. E. Duborská, M. Bujdoš, M. Urík, P. Matúš, Catena 195 (2020) 104749
7. E. Duborská, M. Matulová, T. Vaculovič, P. Matúš, M. Urík, Forests 12 (2021) 1512

OPTIMALIZÁCIA TEPLOTNÉHO PROGRAMU PRE SPOLAHLIVÉ STANOVENIE STOPOVÉHO OLOVA METÓDOU ETAAS PO POUŽITÍ DVOCH POSTUPOV RÝCHLOSYNERGICKEJ CPE

Ingrid Hagarová

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

Abstrakt

Cieľom tejto práce je optimalizácia teplotného programu pre kvantifikáciu stopového olova metódou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie (ETAAS) po jeho nakoncentrovaní dvoma RS-CPE postupmi, a to v prvom prípade s využitím 1-oktanolu a v druhom prípade s využitím DES na báze cholínchloridu a močoviny v molárnom pomere 1:2. Keďže teplotné programy sú navrhnuté pre analýzu vodných roztokov, pri analýze roztokov obsahujúcich organické činidlá je potrebné venovať optimalizácii teplotného programu osobitnú pozornosť, aby bolo možné spoľahlivo kvantifikovať analyt po jeho nakoncentrovaní pomocou zvoleného extrakčného postupu.

Kľúčové slová

Rýchlosynergická extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (RS-CPE), elektrotermická atómová absorpčná spektrometria (ETAAS), olovo (Pb), hlboko eutektické rozpúšťadlá (DES).

1. Úvod

Extrakcia s využitím teploty zákalu micelárnych roztokov (CPE, *Cloud point extraction*) predstavuje separačno-prekoncentračnú techniku založenú predovšetkým na použití neiónových tenzidov.

Princíp fázovej separácie v CPE spočíva v pridaní neiónového tenzidu do vodného roztoku v koncentrácii vyššej, než je jeho kritická micelárna koncentrácia. Po zahriatí nad určitú teplotu, špecifickú pre daný tenzid, dochádza k preskupeniu micelotvorných

zložiek, čo vedie k vzniku zákalu a vytvoreniu druhej fázy. Tento proces vedie k vzniku dvoch odlišných fáz, a to tenzidom obohatenej fázy, ktorá zachytáva hydrofóbne a nepolárne zlúčeniny v nepolárnych jadrách miciel a vodnej fázy, v ktorej zostáva koncentrácia tenzidu blízka kritickej micelárnej koncentrácii. Štúdie mechanizmu tejto separácie naznačujú, že fázová separácia je výsledkom súťaže medzi entropiou, ktorá podporuje miešateľnosť miciel vo vode, a entalpiou, ktorá uprednostňuje separáciu fáz. Tento proces je reverzibilný, čo znamená, že pri obnovení pôvodných podmienok dochádza k opätovnému vzniku homogénneho systému.

Pri analýze stopových prvkov, ktoré sa v roztokoch nachádzajú v iónovej podobe, býva prvým krokom CPE vytvorenie vhodného hydrofóbneho komplexu sledovaného analytu. Tento komplex môže následne prejsť do hydrofóbneho jadra micely, čo si vyžaduje správny výber komplexotvorného činidla a optimalizáciu jeho koncentrácie. Po pridaní zvoleného komplexotvorného činidla sa do kvapalnej vzorky pridá neiónový tenzid v optimálnej koncentrácii. Po dôkladnom premiešaní sa roztok zahreje na teplotu potrebnú na vytvorenie zákalu. Po istom inkubačnom čase nasleduje separácia fáz, ktorá sa zvyčajne urýchľuje centrifugáciou. Hydrofóbne a nepolárne zlúčeniny, zachytené v nepolárnych jadrách miciel, sa sústreďujú v tenzidom obohatenej fáze, ktorej objem sa často pohybuje v stovkách mikrolitrov, čím dochádza k výraznej prekoncentracii analytu. Pre lepšiu separáciu tejto fázy od vodnej fázy je vhodné zvýšiť jej viskozitu, najčastejšie pomocou ochladenia v ľadovom kúpeli. Po ochladení sa vodná fáza odstráni a následne sa vysokoviskóznou tenzidom obohatená fáza mierne zriedi pridaním činidla kompatibilného so zvoleným detektorom. Pri optimalizácii CPE postupu sa kladie dôraz na každý krok, aby sa zabezpečila jeho spoľahlivosť a reprodukovateľnosť [1].

Ako vyplýva z uvedeného opisu, CPE postupy pozostávajú z viacerých po sebe nasledujúcich krokov, pričom je nevyhnutné optimalizovať výber vhodných činidiel, ich koncentrácie, ako aj experimentálne parametre pre každý krok daného postupu. Takéto metódy sa označujú ako tradičné, klasické alebo štandardné CPE

postupy, pričom ich celkové trvanie sa zvyčajne pohybuje v rozmedzí 30 až 40 minút.

S cieľom urýchliť tento proces boli vyvinuté tzv. rýchlosynergické CPE (RS-CPE), pri ktorých sa pridáva malé množstvo synergického činidla, vďaka čomu je možné extrakciu uskutočniť pri laboratórnej teplote. Pri tejto metóde dochádza k tvorbe tenzidom obohatenej fázy už po jednej minúte intenzívneho trepania [2]. Spomedzi rôznych testovaných činidiel sa ako najefektívnejší ukázal 1-oktanol, ktorý pôsobí ako synergické činidlo a výrazne znižuje teplotu potrebnú na vytvorenie zákalu.

Z publikovaných štúdií opisujúcich tento rýchly variant CPE možno vyzdvihnúť prvú prácu, v ktorej sa preukázalo, že oktanol dokáže výrazne znížiť teplotu potrebnú na vytvorenie zákalu. V prípade neiónového tenzidu Triton X-100 (s kritickou teplotou potrebnou na vytvorenie zákalu 65 °C) bolo možné s použitím oktanolu vytvoriť zákal už pri laboratórnej teplote (20 °C) [3].

V ďalších publikovaných prácach sa používa neiónový tenzid Triton X-114, ktorého kritická teplota potrebná na vytvorenie zákalu sa pohybuje v rozmedzí 23-25 °C [4-6]. Zaujímavou aplikáciou RS-CPE je aj stanovenie stopového množstva olova bez použitia komplexotvorného činidla, čo otvára nové možnosti pre jednoduchšiu a efektívnejšiu analýzu [7].

Okrem oktanolu je v RS-CPE možné využiť aj iné činidlá, pričom medzi najnovšie patria hlboko eutektické rozpúšťadlá (DES, *Deep eutectic solvent*). Ide o kvapalnú zmes dvoch alebo viacerých zložiek, ktoré vytvárajú eutektickú zmes s nižšou teplotou topenia, než akú majú jednotlivé zložky samostatne [8]. Tieto rozpúšťadlá predstavujú ekologickejšiu a cenovo výhodnejšiu alternatívu k iónovým kvapalinám a tradičným organickým rozpúšťadlami [9-12]. Ich hlavnými výhodami sú nízka toxicita, biologická odbúrateľnosť, jednoduchá príprava bez potreby komplikovanej syntézy a variabilita umožňujúca prispôbenie rôznym aplikáciám.

DES sa zvyčajne skladajú z donorov a akceptorov vodíkových väzieb, pričom medzi najčastejšie používané donory patria

močovina, kyselina citrónová či glycerol a ako akceptor sa často využíva cholínchlorid (ChCl). Príkladom DES použitého v tejto práci je zmes cholínchloridu a močoviny v molárnom pomere 1:2, ktorá má teplotu topenia približne 12 °C, zatiaľ čo samotný cholínchlorid sa topí pri 302 °C a močovina pri 133 °C, čo dokazuje výrazné zníženie bodu topenia v dôsledku eutektickej interakcie [13].

Cieľom tejto práce je optimalizácia teplotného programu pre kvantifikáciu stopového olova metódou ETAAS po jeho nakoncentrovaní pomocou dvoch RS-CPE postupov, a to v prvom prípade s využitím 1-oktanolu a v druhom prípade s využitím DES na báze cholínchloridu a močoviny v molárnom pomere 1:2. Extrakčné postupy budú ďalej označované ako RS-CPE (v ktorom je ako synergické činidlo využitý 1-oktanol) a DES-RS-CPE (v ktorom je ako synergické činidlo využitý DES tvorený zmesou ChCl:močovina, 1:2).

2. Experimentálna časť

2.1. Použité prístroje a zariadenia

Na stanovenie olova bol použitý atómový absorpčný spektrometer Perkin-Elmer 4100ZL (Überlingen, Nemecko) s priečne vyhrievaným elektrotermickým atomizátorom v spojení s automatickým podávačom vzoriek AS-70. Pre korekciu pozadia bol použitý korektor pozadia využívajúci Zeemanov jav. Ako ochranný plyn bol použitý argón. Merania boli robené na pyrolytických grafitových kvetách firmy Perkin-Elmer. Dávkované objemy vzoriek boli 20 µL, dávkované objemy modifikátora (2 % NH₄H₂PO₄) boli 10 µL. Pre vyhodnotenie boli použité plochy píkov. Ako zdroj žiarenia bola použitá HCL výbojka pre Pb (Perkin-Elmer) pracujúca pri 10 mA. Vlnová dĺžka bola nastavená na 283,3 nm a šírka štrbiny na 0,7 nm.

Analytické váhy Sartorius 1702 (Göttingen, Nemecko), pH meter Phenomenal 1100L (VWR, Radnor, USA) a centrifúga MPW-360 (Mechanika precyzyjna, Varšava, Poľsko) boli použité pri extrakčných postupoch a príprave vzoriek.

2.2. Použité chemikálie

V práci boli použité chemikálie s maximálne dostupnou čistotou (p.a., p.a.⁺ alebo

TRACeselect). Všetky roztoky boli pripravované v deionizovanej vode. Triton X-114, pyrolidínditiokarbamát amónny (APDC), chlorid sodný, 1-oktanol, cholínchlorid, močovina, kyselina dusičná, metanol, dihydrogén-fosforečnan amónny boli od firmy Sigma-Aldrich (Steinheim, Nemecko).

2.3. Pracovný postup

Na optimalizáciu teplotného programu ETAAS boli použité modelové vzorky pripravené nasledovným spôsobom.

Pri RS-CPE sa k 8 mL roztoku obsahujúceho 2,5 µg/L Pb v 0,01 % NaCl s upraveným pH na $3,0 \pm 0,1$ pridalo 0,8 mL deionizovanej vody, 0,5 mL 0,4 % APDC, 0,5 mL 2 % Tritonu X-114 a 0,2 mL 1-oktanolu. Po intenzívnom manuálnom premiešaní počas 1 min pri laboratórnej teplote nasledovala 10-minútová centrifugácia pri 4000 rpm. Keďže oktanolová fáza sa nachádzala na povrchu, bola odobratá pipetou (150 µL) do autosamplerovej nádoby a nariadená 0,2 M HNO₃ v metanole (150 µL). Tento postup sa zopakoval trikrát, pričom všetky tri paralelné vzorky sa následne spojili do jedného roztoku, ktorý sa použil na meranie krivky termického rozkladu a krivky atomizácie.

Pri DES-RS-CPE sa k 8 mL roztoku obsahujúceho 3,5 µg/L Pb v 0,01 % NaCl s upraveným pH na $3,0 \pm 0,1$ pridalo 0,4 mL deionizovanej vody, 0,5 mL 0,4 % APDC, 0,5 mL 2 % Tritonu X-114 a 0,6 mL DES (ChCl:močovina, 1:2). Po intenzívnom manuálnom premiešaní počas 1 min pri laboratórnej teplote sa zmes centrifugovala 10 min pri 4000 rpm a následne chladila 10 min v ľadovom kúpeli pri teplote 1-2 °C. Keďže tenzidom obohatená fáza bola na dne skúmavky, vodná fáza bola odstránená dekantáciou. K zostávajúcej fáze sa pridalo 200 µL 0,2 M HNO₃ v metanole. Aj v tomto prípade sa postup zopakoval trikrát, pričom tri paralelné vzorky sa spojili do jedného roztoku, ktorý sa následne použil na meranie krivky termického rozkladu a krivky atomizácie.

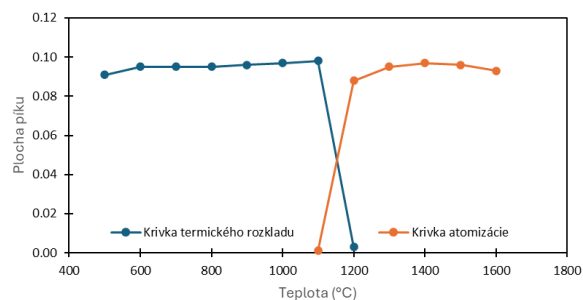
3. Výsledky a diskusia

Správne zvolená teplota termického rozkladu a teplota atomizácie sú kľúčové pre získanie

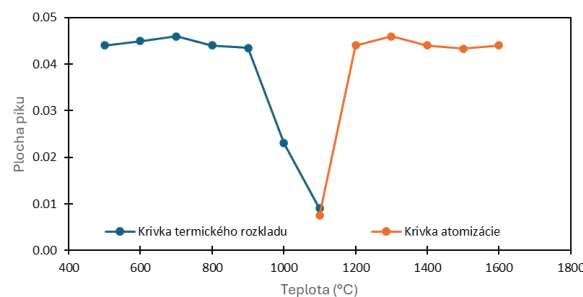
spoľahlivých výsledkov analýz pri meraní metódou ETAAS. Keďže roztoky získané po RS-CPE obsahujú organické činidlá s odlišnými vlastnosťami oproti vodným roztokom, na ktoré boli teplotné programy navrhnuté pôvodne, je nevyhnutné venovať osobitnú pozornosť optimalizácii týchto teplôt. Na tento účel boli namerané krivky termického rozkladu a krivky atomizácie pre roztoky obsahujúce tri rôzne činidlá.

Krivky termického rozkladu boli merané pri jednotnej teplote atomizácie 1500 °C a krivky atomizácie boli merané pri jednotnej teplote termického rozkladu 900 °C. Všetky merania prebiehali v prítomnosti chemického modifikátora (2 % NH₄H₂PO₄ v 0,2 % (v/v) HNO₃), pričom po nadávkovaní modelovej vzorky (20 µL) nasledovalo pridanie 10 µL modifikátora.

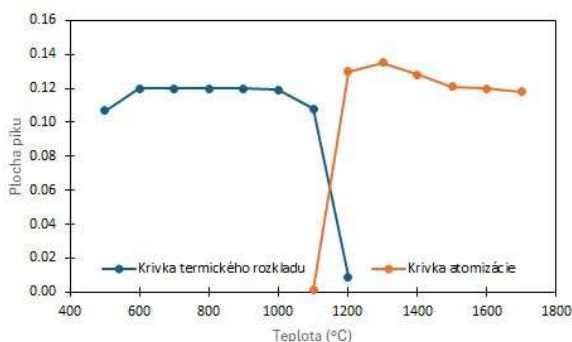
Krivky termického rozkladu a krivky atomizácie boli namerané pre 40 µg/L Pb v 0,2 % (v/v) HNO₃ (Obr. 1), pre Pb v oktanolovej fáze získanej po RS-CPE separácii, ktorá bola nariadená 0,2 M HNO₃ v metanole (Obr. 2) a pre Pb v tenzidom obohatenej fáze po DES-RS-CPE separácii, ktorá bola nariadená 0,2 M HNO₃ v metanole (Obr. 3).



Obr. 1. Krivka termického rozkladu a krivka atomizácie namerané pre 40 µg/L Pb v 0,2% (v/v) HNO₃



Obr. 2. Krivka termického rozkladu a krivka atomizácie namerané pre Pb v oktanolovej fáze získanej po RS-CPE separácii (nariadená 0,2 M HNO₃ v metanole)



Obr. 3. Krivka termického rozkladu a krivka atomizácie namerané pre Pb v tenzidom obohatenej fáze po DES-RS-CPE separácii (nariedená 0,2 M HNO₃ v metanole)

Z nameraných závislostí možno vyvodit nasledovné závery. Na prvý pohľad by sa mohlo zdať, že teplota 1200 °C je vhodná ako teplota atomizácie vo všetkých troch prípadoch. Avšak pri analýze oktanolovej fázy a DES fázy (obe nariedené 0,2 M HNO₃ v metanole) boli pri teplotách atomizácie v rozmedzí 1200-1400 °C zaznamenané široké a nízke píky. To viedlo k ich nízkej reprodukovateľnosti. Až pri teplote 1500 °C boli píky výrazne vyššie a užšie, pričom ich plochy zostávali takmer nezmenené pri piatich po sebe nasledujúcich injektážach. Na základe týchto výsledkov bola teplota 1500 °C použitá v teplotnom programe na ďalšie merania pri optimalizácii oboch RS-CPE postupov.

Optimálne teploty termického rozkladu boli zistené nasledovne, a to (a) 900 °C pre analýzu oktanolovej fázy získanej po RS-CPE separácii, (b) 1000 °C pre analýzu DES fázy získanej po DES-RS-CPE separácii a (c) 1100 °C pri kalibrácii s využitím kalibračných roztokov pripravených v 0,2 % (v/v) HNO₃. Nakoniec bola zvolená teplota 900 °C, ktorú je možné použiť vo všetkých troch prípadoch, ako pri kalibrácii, tak aj pri analýze modelových roztokov pripravených na optimalizáciu experimentálnych parametrov oboch RS-CPE postupov.

4. Záver

Optimalizácia nových separačno-prekoncektrčných postupov si vyžaduje množstvo experimentov. Bez správneho nastavenia parametrov pre spoľahlivé merania zvolenou detekčnou metódou však nie je možné vypracovať žiadny efektívny

separačno-prekoncektrčný postup. Pri použití ETAAS patria medzi kľúčové parametre najmä teplota termického rozkladu a teplota atomizácie. Ak roztoky obsahujú organické činidlá, voľba vhodných teplôt je ešte dôležitejšia, keďže výrobcami odporúčané programy boli primárne navrhnuté pre analýzu vodných roztokov, ktoré majú odlišné vlastnosti v porovnaní s organickými matricami. V niektorých prípadoch sú tieto rozdiely minimálne, v iných výraznejšie.

Táto práca sa zamerala na dva RS-CPE postupy, kde prvý vedie k získaniu oktanolovej fázy a druhý k získaniu DES fázy. Záverečným krokom oboch postupov je mierne nariedenie získaných organických fáz 0,2 M HNO₃ v metanole. Dôležitým zistením bolo, že priama analýza týchto fáz bez riedenia nebola možná, keďže nebolo možné zaznamenať absorpčný pík. Mierne nariedenie 0,2 M HNO₃ v metanole sa ukázalo ako veľmi užitočné a jeho použitie možno jednoznačne odporučiť.

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. I. Hagarová, L. Nemček, *Nutrients* 14 (2022) 3530
2. I. Hagarová., M. Urík, *Curr. Anal. Chem.* 12 (2016) 87-93
3. X.D. Wen, L.Q. Ye, Q.W. Deng, L. Peng, *Spectrochim. Acta, Part A* 83 (2011) 259-264
4. X.D. Wen, Q.W. Deng, S.L. Ji, S.C. Yang, L. Peng, *Microchem. J.* 100 (2012) 31-35
5. R. Rahnama, M. Najafi, *Environ. Monit. Assess.* 188 (2016) 150
6. Z.R. Lei, L.Q. Chen, K. Hu, S.C. Yang, X.D. Wen, *Spectrochim. Acta, Part A* 203 (2018) 522-527
7. R. Rahnama, S. Eram, M.R. Jamali, *J. Brazil. Chem. Soc.* 25 (2014) 658-664
8. J. Plotka-Wasyłka, M. de la Guardia, V. Andruch, M. Vilková, *Microchem. J.* 159 (2020) 105539
9. R.K. Ridha, D.H. Alasady, E.A. Azooz, W.I. Mortada, *J. Food Comp. Anal.* 132 (2024) 106286
10. N.M. Abdulhussein, N.M. Muslim, M.A.; Hussien, E.A. Azooz, E.A.J. Al-Mulla, *J. Iran. Chem. Soc.* 21 (2024) 1203-1212
11. T. Xia, X.F. Yang, D.C. He, X. Liu, H.J. Chi, Y. Liu, S.C. Yang, X.D. Wen, *Microchem. J.* 179 (2022) 107632
12. D.C. He, X.F. Yang, R. Zhang, T. Xia, Y. Liu, S.C. Yang, K. Hu, Z.G. Li, X.D. Wen, *Atom. Spectrosc.* 43 (2022) 246-254
13. Q. Zhang, Q., K. De Oliveira Vigier, S. Royer, F. Jérôme, *Chem. Soc. Rev.*, 41 (2012) 7108-7146

VYUŽITIE OPTIMALIZOVANEJ METÓDY ETAAS NA KVANTIFIKÁCIU BERÝLIA VO VZORKÁCH HÚB

Lucia Nemček¹, Ingrid Hagarová¹,
Filip Polák^{1,2}

¹Univerzita Komenského v Bratislave,
Prírodovedecká fakulta, Ústav laboratórneho
výskumu geomateriálov, Mlynská dolina,
Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava
lucia.nemcek@uniba.sk
ingrid.hagarova@uniba.sk

²Česká zemědělská univerzita v Praze, Fakulta
agrobiologie, potravinových a přírodních
zdrojů, Katedra pedologie a ochrany půd,
Kamýcká 129, 165 00 Praha
filip.polak@uniba.sk

Abstrakt

Cieľom tejto práce je optimalizácia teplotného programu pre kvantifikáciu stopového berýlia metódou elektrotermickej atómovej absorpčnej spektrometrie (ETAAS) v hubách. Porovnané boli merania bez modifikátora, s modifikátorom $Mg(NO_3)_2$ a so zmesou modifikátorov $Mg(NO_3)_2$ a $Pd(NO_3)_2$.

Kľúčové slová

Elektrotermická atómová absorpčná spektrometria, berýlium, chemické modifikátory, huby.

1. Úvod

Berýlium (Be) a jeho zlúčeniny sú toxické látky, ktoré môžu predstavovať environmentálne a zdravotné riziko, preto je monitorovanie tohto kovu v potravinových produktoch dôležité.

Huby patria medzi organizmy schopné akumulovať stopové prvky z prostredia, vďaka čomu sú vhodným objektom na štúdium kontaminácie kovmi.

Predkladaná práca sa zameriava na stanovenie obsahu berýlia vo voľne rastúcich ako aj kupovaných jedlých hubách, pričom analyzované vzorky pochádzajú z oblasti Karlovarského kraja (Česká republika), historicky známeho priemyselnou a banskou činnosťou.

Na stanovenie berýlia bola použitá elektrotermická atómová absorpčná spektrometria (ETAAS), metóda známa

vysokou citlivosťou pri analýze stopových koncentrácií kovov. Optimalizácia experimentálnych podmienok, ako je výber chemického modifikátora a nastavenie teplot termického rozkladu a atomizácie, je kľúčová pre spoľahlivú kvantifikáciu berýlia [1-12].

V tejto štúdiu boli porovnané rôzne prístupy k meraniu s cieľom identifikovať najvhodnejšie analytické parametre a overiť ich účinnosť na certifikovanom referenčnom materiáli. Hlavným cieľom práce bolo optimalizovať teplotný program pre stanovenie berýlia metódou ETAAS a optimalizovaný program následne využiť na vyhodnotenie jeho prítomnosti v analyzovaných hubách. Výsledky môžu prispieť k lepšiemu pochopeniu dynamiky akumulácie berýlia v hubách a poskytnúť dôležité údaje pre environmentálne a potravinové monitorovacie programy.

2. Experimentálna časť

2.1. Použitý prístroj

Na stanovenie berýlia bol použitý atómový absorpčný spektrometer Perkin-Elmer 4100ZL (Überlingen, Nemecko) s priečne vyhrievaným elektrotermickým atomizátorom a automatickým podávačom vzoriek AS-70. Korekcia pozadia bola zabezpečená korektorom využívajúcim Zeemanov jav. Ako ochranný plyn slúžil argón. Merania prebiehali na pyrolytických grafitových kyvetách firmy Perkin-Elmer. Objem dávkovaných vzoriek bol 20 μ l, pričom modifikátor sa pridával v množstve 10 μ l. Na vyhodnotenie sa použili plochy píkov. Zdrojom žiarenia bola HCL výbojka pre Be (Perkin-Elmer) pracujúca pri 30 mA. Vlnová dĺžka bola nastavená na 234,9 nm a šírka štrbiny na 0,7 nm. Teplotný program ETAAS je uvedený v Tab. 1.

Tab. 1. Teplotný program pre stanovenie Be metódou ETAAS

| Krok | Teplota (°C) | Čas nárastu (s) | Čas zotrvania (s) | Prietok Ar (ml/min) |
|------------|--------------|-----------------|-------------------|---------------------|
| Sušenie | 110 | 1 | 20 | 250 |
| Sušenie | 130 | 5 | 30 | 250 |
| Pyrolýza | 1200* | 10 | 20 | 250 |
| Atomizácia | 2300 | 0 | 5 | 0 |
| Čistenie | 2400 | 1 | 2 | 250 |

*merania v prítomnosti $Mg(NO_3)_2$

2.2. Použité chemikálie a vzorky

Použité chemikálie boli maximálne dostupnej čistoty (p.a., p.a.⁺ alebo TRACEselect). Všetky roztoky sa pripravovali v deionizovanej vode. Kyselina dusičná, peroxid vodíka, dusičnan horečnatý, dusičnan paládnatý, dusičnan berýlnatý a izopropanol pochádzali od firmy Merck (Darmstadt, Nemecko). Certifikovaný referenčný materiál (CRM) pre stopové prvky vo vode TM-25.5 bol dodaný z *National Water Research Institute* (Burlington, Kanada).

Na analýzu boli použité nasledovné druhy voľne rastúcich jedlých húb: *Leccinum rufum* (Schaeff.), *Lepiota procera* (Scop.), *Trametes versicolor* (L.), *Xerocomellus chrysenteron* (Bull.) a kupované druhy húb: *Agaricus compestris* (L.), *Auricularia auricula-judae* (Quél.), *Lentinula edodes* (Pegler) a *Pleurotus ostreatus* (Jacq.).

2.3. Odberové miesto

Voľne rastúce huby boli zbierané v Karlovarskom kraji (ČR) v období od júna do októbra 2023. Tento región sa nachádza v blízkosti sokolovskej uhoľnej panvy, oblasti známej ťažbou hnedého uhlia, hoci ťažobné aktivity postupne ustúpili. Úrovně emisií znečisťujúcich látok v Karlovarskom kraji vykazovali klesajúci trend v období rokov 2005 až 2019, pričom od roku 2019 neboli prekročené emisné limity. V regióne sa nachádza elektrárň Tisová, teplárň v Ostrove, výhrevňa v Mariánskych Láznach a spracovateľský závod vo Vřesovej. Okrem toho tu pôsobia tri zariadenia na výrobu a spracovanie kovov a tri podniky chemického priemyslu.

2.4. Pracovný postup

Uskladnenie vzoriek. Zakúpené sušené huby boli skladované podľa odporúčaní výrobcu na suchom a chladnom mieste. Čerstvé huby, či už nazbierané alebo zakúpené, boli očistené, rozdelené na klobúky a hlúbiky, nakrájané na menšie kúsky, uložené do uzatvárateľných vreciek (*ziplock*) a uskladnené v mrazničke pri teplote -15 °C až do ďalšieho spracovania.

Sušenie vzoriek. Zmrazené vzorky boli prenesené do lyofilizačných baniek a lyofilizované (pomocou prístroja Christ Alpha 1-2 LD plus) pri teplote -80 °C a tlaku

0,090 mbar. Dokončenie sušenia na stálu hmotnosť všetkých húb sa kontrolovalo náhodným vážením počas procesu lyofilizácie. Lyofilizované vzorky boli odvážené a pomleté na jemný prášok pomocou laboratórneho mlynčeka (IKA® A11 basic) vybaveného čepeľami na rastlinný materiál. Po zomletí každej vzorky bol mlynček dôkladne vyčistený kefkou a papierovou utierkou namočenou v izopropanole, aby sa zabránilo kontaminácii predchádzajúcou vzorkou a zabezpečili sa presné výsledky. Pomleté vzorky boli následne prenesené do samostatne stojacich, uzatvárateľných polypropylénových centrifugačných skúmaviek s objemom 50 ml (FisherScientific).

Rozklad vzoriek. Pre každú vzorku sa odvážilo 0,5 g suchého prášku do teflónovej rozkladnej nádoby a následne sa pridalo 5 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej a 1 ml deionizovanej vody (Adrona Crystal, 0,055 μS/cm). Na zabezpečenie maximálneho kontaktu vzorky s rozkladnou zmesou sa obsah teflónovej nádoby premiešal krúživými pohybmi. Rozkladné nádoby boli potom uzatvorené viečkami, ľahko utiahnuté a umiestnené na laboratórnu sklo-keramickú vyhrievaciu platňu (Robax).

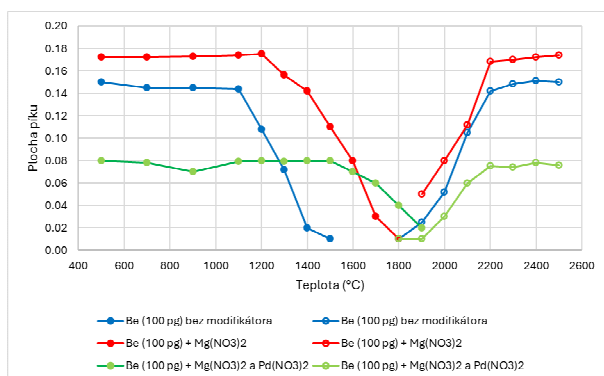
Na rozklad vzoriek bol použitý dvojkrokový postup. V prvom kroku sa vzorky postupne zahrievali počas 20 minút na teplotu 65 °C, ktorá sa následne udržiavala po dobu 30 minút. Po tomto čase sa vzorky premiešali krúživými pohybmi a ponechali 60 minút chladieť.

Nasledoval druhý krok rozkladu, pri ktorom sa do vzorky pridal 1 ml 30 % peroxidu vodíka, teflónové nádoby sa pevne uzatvorili a vzorky sa ešte raz premiešali. V tomto kroku sa teplota postupne zvyšovala počas 30 minút na 110 °C. Na tejto teplote bola udržiavaná ďalších 60 minút. Po uplynutí tejto fázy sa nádoby opäť ponechali chladieť po dobu 60 minút. Na zabezpečenie úplného rozkladu vzoriek sa druhý krok ešte raz zopakoval. Po ukončení rozkladu sa teflónové nádoby ponechali úplne vychladnúť.

Získané roztoky sa prefiltrovali (filtračný papier KA 4, Papírna Perštejn) do odmerných baniek, doplnili na konečný objem 50 ml, dôkladne premiešali a preliali do polypropylénových centrifugačných skúmaviek určených na skladovanie roztokov.

3. Výsledky a diskusia

Správne zvolená teplota termického rozkladu a teplota atomizácie sú kľúčové pre získanie spoľahlivých výsledkov analýz pri meraní metódou ETAAS. V prípade merania s chemickým modifikátorom je potrebné venovať optimalizácii týchto parametrov naozaj značnú pozornosť. V tejto práci boli porovnané krivky termického rozkladu a krivky atomizácie pre Be bez modifikátora, v prítomnosti modifikátora $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ (s koncentráciou $15 \mu\text{g Mg}(\text{NO}_3)_2$ v $10 \mu\text{l}$) a v prítomnosti zmesného modifikátora obsahujúceho $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ a $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ (s koncentráciou $5 \mu\text{g Pd} + 15 \mu\text{g Mg}(\text{NO}_3)_2$ v $10 \mu\text{l}$). Namerané krivky sú uvedené na Obr. 1, pričom z nich možno vyvodit' nasledovné závery. Zatiaľ čo teplotu atomizácie možno použiť rovnakú pre všetky tri prípady (2200°C), optimálna teplota termického rozkladu sa líši: (a) 1100°C pre meranie Be bez prítomnosti modifikátora, (b) 1200°C pri použití $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ a (c) 1500°C pri použití zmesného modifikátora $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 + \text{Pd}(\text{NO}_3)_2$.



Obr. 1. Krivky termického rozkladu a krivky atomizácie namerané pre 100 pg Be

Porovnali sme aj ďalšie parametre, konkrétne medzi dôkaz (LOD) a správnosť stanovenia (overená analýzou CRM TM-25.5). Najnižšie LOD bolo dosiahnuté pri meraniach v prítomnosti $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ($0,03 \mu\text{g/l}$) a koncentrácie Be v CRM boli stanovené v rozmedzí $25,6 \pm 1,3 \mu\text{g/l}$ (pre $n = 8$; pričom certifikovaná hodnota pre Be je $26,0 \pm 2,3 \mu\text{g/l}$). Tieto výsledky nás viedli k záveru, že pre spoľahlivú kvantifikáciu stopových koncentrácií Be metódou ETAAS je vhodné použiť modifikátor $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

4. Záver

Pri analýze voľne rastúcich aj kupovaných húb bol pre kvantifikáciu Be použitý optimalizovaný postup. Koncentrácie Be vo všetkých druhoch kupovaných húb boli pod LOD, zatiaľ čo vo voľne rastúcich hubách sa pohybovali okolo tejto hodnoty, čo však stále predstavuje veľmi nízke koncentrácie. Dané zistenie možno považovať za pozitívne, keďže huby rástli v lokalite zaťaženej priemyselnou činnosťou. Ak by sme chceli presne určiť ultrastopové koncentrácie Be, prvým krokom by mohlo byť zvýšenie navážky vzorky a použitie menšieho celkového objemu získaného po rozklade (súčasných $0,5 \text{ g}$ vzorky do 50 ml), prípadne aplikácia vhodnej separačno-prekoncentračnej metódy. V súčasnosti je k dispozícii naozaj široká škála rôznych extrakčných techník, ktoré po optimalizácii experimentálnych parametrov môžu výrazne zvýšiť analytický potenciál mnohých spektrometrických techník, ETAAS nevynímajúc.

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

- I. Hagarová, L. Macháčková, M. Žemberyová, V. Návoiová, Global Nest Journal 14 (2012) 40-47
- L. Macháčková, M. Žemberyová, Anal. Methods 4 (2012) 4042-4048
- C.H. Stephan, M. Fournier, P. Brousseau, S. Sauvé, Chem. Centr. J. 2 (2008) 14
- E. Yavuz, S. Tokalioglu, S. Patat, Talanta 190 (2018) 397-402
- Y.R. Wang, J.T. Yan, C.L. Wang, D.B. Lu, S.Z. Chen, J. Food Measur. Charact. 18 (2024) 756-763
- N.N. Meeravali, K. Madhavi, S.J. Kumar, Desal. Water Treat. 101 (2018) 283-290
- M.A. Castro, L.C. Robles, J.M. Lumbreras, B. de Celis, A.J. Aller, D. Littlejohn, Anal. Chim. Acta 636 (2009) 158-162
- D.D. Thorat, T.N. Mahadevan, D.K. Ghosh, Indian J. Chem. Technol. 10 (2003) 67-71
- H.C. Wang, H.W. Peng, M.S. Kuo, Anal. Sci. 17 (2001) 527-532
- C.J. Horng, P.H. Horng, S.C. Lin, J.L. Tsai, S.R. Lin, C.C. Tzeng, Bio. Trace Elem. Res. 88 (2002) 235-246
- J.L. Burguera, M. Burguera, C. Rondón, P. Carrero, Spectrochim. Acta, Part B 54 (1999) 1743-1753
- J.L. Burguera, M. Burguera, C. Rondón, P. Carrero, M.R. Brunetto, Y.P. de Peña, Talanta 52 (2000) 27-37

OZNAMY, PONUKY, POŽIADAVKY

ČLENSKÉ POPLATKY

Členský poplatok za rok 2024 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. Koliňová, 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. Medveď, 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.

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:

ÚLVG 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