



# ŠTUDENTSKÁ VEDECKÁ KONFERENCIA 2021 na Prírodovedeckej fakulte UPJŠ v Košiciach



21.4.2021

sekcia

## ANALYTICKÁ CHÉMIA

### Komisia

*doc. RNDr. Katarína Reiffová, PhD. - predsedníčka*

*doc. Ing. Viera Vojteková, PhD.*

*doc. RNDr. Taťána Gondová, CSc.*

*RNDr. Rastislav Serbin, PhD.*

*RNDr. Jana Šandrejová, PhD.*

### Súťažiaci

#### **Bc. Filip Dugas, AnCHm, 2.r.**

HPLC enantioseparácia na chirálnej stacionárnej fáze s cyklofruktánom  
ved. učiteľ: doc. RNDr. Taťána Gondová, CSc.

#### **Bc. Anastasiia Klochkova, AnCHm, 1.r.**

Dispersive liquid-liquid semi-microextraction of Molybdenum(VI) with 6,7-dihydroxy-2,4-diphenylbenzopyrilium chloride for its spectrophotometric determination  
ved. učiteľ: prof. Dr. Yaroslav Bazel', DrSc.

#### **Bc. Damián Mihály, AnCHm, 2.r.**

Vývoj cerimetrického stanovenia železa v rudách  
ved. učiteľ: RNDr. Rastislav Serbin, PhD.

#### **Bc. Lýdia Rančíková, BCHmu, 2.r.**

Mikroextrakčné techniky v stanovení polycyklických aromatických uhľovodíkov  
ved. učiteľ: RNDr. Jana Šandrejová, PhD.

#### **Bc. Dominika Rerková, AnCHm, 2.r.**

Skúmanie možností vylepšenia analytických parametrov „CPE“  
ved. učiteľ: RNDr. Jana Šandrejová, PhD.

#### **Bc. Viktória Salonová, AnCHm, 2.r.**

Analýza parabénov metódou HPLC  
ved. učiteľ: doc. RNDr. Katarína Reiffová, PhD.

**DISPERSIVE LIQUID-LIQUID SEMI-MICROEXTRACTION OF  
MOLYBDENUM(VI) WITH 6,7-DIHYDROXY-2,4-DIPHENYLBENZOPYRILIUM  
CHLORIDE FOR ITS SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION**

**Bc. Anastasiia Klochkova**

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

*Department of Analytical Chemistry, Institute of Chemical Sciences, Faculty of Science  
UPJŠ, Moyzesova 11, 041 54 Košice, Slovakia*

Molybdenum is an essential trace element that plays a vital role in biological processes of various living organisms. Molybdenum (Mo) occurs in a wide range of metalloenzymes in bacteria, fungi, algae, plants and animals where it forms part of the active sites of these enzymes [1]. On the other hand, excessive intake of Molybdenum(VI) leads to copper deficiency in grazing animals – molybdenum and sulfur form compounds, which are known as thiomolybdates, that prevent the absorption of copper and can cause fatal copper-dependent disorders [2].

In this study, dispersive liquid-liquid semi-microextraction coupled with UV/Vis spectrophotometry (DLLsME-UV/Vis) was applied for the preconcentration and quantification of Mo(VI). The applying of semi-microtechniques by far reduces the environmental pollution, does not require specific equipment like microextraction, and is not possessed of errors related to dosing microliter volumes. On the other hand, the proposed DLLsME-UV/Vis procedure for Molybdenum(VI) determination does not need extra time-consuming stages, so the method is quite express. The 6,7-dihydroxy-2,4-diphenylbenzopyrilium chloride (DHDPb) was chosen as the chelating ligand whose spectroscopic and complexing properties were described in detail in works [3,4]. Under optimal conditions determination of molybdenum(VI) was easy to use, rapid and at the same time the calibration plot of Mo(VI) was linear in the range 8-192  $\mu\text{g L}^{-1}$  with correlation coefficient of 0.997 and LOD of 2.4  $\mu\text{g L}^{-1}$ . The suggested technique has been successfully applied for determination of Molybdenum(VI) in tap water and multivitamin.

**Literature:**

1. R.R. Mendel, F. Bittner, *Biochim. Biophys. Acta, Mol. Cell Res.* 1763 (2006) 621-635
2. J. Higdon, V.J. Drake, *An Evidence-based Approach to Vitamins and Minerals: Health Benefits and Intake Recommendations* by Ph.D., 2nd edn. (Thieme, New York, 2012), p. 163
3. D. Snigur, A. Chebotarev, K. Bevziuk, *Moscow Univ. Chem. Bull.* 72 (2017) 187–191
4. D. A. Barbalat, A. N. Chebotarev, D. V. Snigur, *Russ. J. Gen. Chem* 90 (2020) 597–601

---

## VÝVOJ CERIMETRICKÉHO STANOVENIA ŽELEZA V RUDÁCH

**Bc. Damián Mihály**

*Školiteľ: RNDr. Rastislav Serbin, PhD*

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

Cieľom práce bolo vyvinúť novú analytickú odmernú metódu na stanovenie železa v železných rudách. Viedol nás k tomu fakt, že aktuálne sa v hutníckom priemysle ešte stále využíva bichromatometria. Pri tejto metóde sa ako odmerné činidlo vyžíva dichroman draselný, ktorý je karcinogénny. Preto bolo našim hlavným cieľom nahradiť túto látku za inú nekarcinogénnu a v našom prípade to bol síran ceričitý. Bola vyvinutá nová spoľahlivá metóda, ktorá je založená na cerimetrickej titrácii s potenciometrickou ale aj indikátorovou indikáciou ekvivalentného bodu. Správnosť metódy bola overená pomocou štandardného normovaného bichromatometrického postupu stanovenia železa v rudách. Bichromatometrický odmerný postup ako aj vzorky rúd nám boli poskytnuté z prostredia metalurgického priemyslu v Košiciach.

---

Chyba! Nenašiel sa žiaden zdroj odkazov.**SKÚMANIE MOŽNOSTÍ  
VYLEPŠENIA ANALYTICKÝCH PARAMETROV „CPE“**

**Bc. Dominika Rerková**

*Školiteľ: RNDr. Jana Šandrejová, PhD.*

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

Cloud point extraction (CPE) metóda, ktorú tiež nazývame extrakcia s využitím bodu zákalu, je alternatívnou technikou extrakcie s rozpúšťadlom. Na rozdiel od klasických metód využíva ako rozpúšťadlo povrchovo aktívnu látku [1]. Aj pre túto skutočnosť sa táto technika radí medzi zelené analytické metódy. Poskytuje vynikajúce výhody v súlade s požiadavkami zelenej chémie. Predkladaná práca skúma možnosti analytických parametrov „CPE“ a spočíva v spoznávaní jej metodológie. Ako modelový analyt, na základe ktorého sa sledovali možnosti vylepšenia analytických parametrov metódy, sa zvolilo potravinové farbivo brilantná modrá (BM).

Na základe experimentálnych výsledkov boli v práci podrobne rozpracované faktory vplývajúce na extrakciu ako pH, koncentrácia povrchovo aktívnej látky a elektrolytu, čas a teplota ohrevu ako aj vhodný spôsob oddelenia vyextrahovaného analytu a použitie vhodného rozpúšťadla pre zníženie viskozity pred detekciou.

Po preskúmaní uvedených parametrov bol vypracovaný postup pre stanovenie farbiva brilantnej modrej. Lineárny rozsah stanovenia bol 0,017–0,168 mg L<sup>-1</sup> BM. Detekčný limit a limit kvantifikácie bol 0,001 mg L<sup>-1</sup> a 0,01 mg L<sup>-1</sup>. Navrhovaná metóda bola úspešne použitá pri stanovení farbiva vo vzorke nápoja s využitím spektrofotometrickej detekcie.

**Literatúra:**

1. W. I. MORTADA: Recent developments and applications of cloud point extraction: A critical review. *Microchemical Journal*, 157 (2020).

## HPLC ENANTIOSEPARÁCIA NA CHIRÁLNEJ STACIONÁRNEJ FÁZE S CYKLOFRUKTÁNOM

**Bc. Filip Dugas**

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

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied,  
Prírodovedecká fakulta UPJŠ, Moyzesova 11, 040 01 Košice*

Chirálna separácia liečiv majú v oblasti farmaceutickej chémie nenahraditeľné postavenie. Na priamu enantioseparáciu liečiv a iných organických zlúčenín sú vhodné aj cyklofruktánové chirálne stacionárne fázy. Zatiaľ čo natívne cyklofruktány majú pri HPLC obmedzenú enantioselektivitu, derivatizované formy vykazujú jedinečné schopnosti chirálneho rozpoznávania.

Táto práca sa zaoberá štúdiom enantioseparácie chirálneho liečiva používaného pri liečbe depresíí, obezity, a i. diagnóz. Chirálna separácia bola študovaná metódou HPLC v rôznych chromatografických modoch na stacionárnej fáze s chirálnym selektorom, derivatizovaným cyklofruktánom 6, RN-CF6. Ide o chirálnu stacionárnu fázu, ktorá vykazuje vynikajúcu enantioselektivitu voči rôznym typom analytov ako sú napr. sekundárne a terciárne amíny. Uskutočnila sa optimalizácia rôznych experimentálnych parametrov ovplyvňujúcich chirálne rozlíšenie. Vypracovaná bola nová, rýchla LC metóda na priamu chirálnu separáciu a analýzu chirálneho liečiva. Metóda bola použitá na analýzu reálnej vzorky.

### **Literatúra:**

1. G. Hellinghausen, D.W. Armstrong, Cyclofructans as Chiral Selectors: An Overview. *Chiral Separations* (2019) 183–200

## MIKROEXTRAKČNÉ TECHNIKY V STANOVENÍ POLYCYKLICKÝCH AROMATICKÝCH UHLÍKOVODÍKOV

Bc. Lýdia Rančíková

RNDr. Jana Šandrejová, PhD.

Univerzita Pavla Jozefa Šafárika, Prírodovedecká fakulta, Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Moyzesova 11, 041 54 Košice

Polycyklické aromatické zlúčeniny (*Polycyclic Aromatic Hydrocarbons* – PAH) patria medzi látky, ktoré sú veľmi rozšírené či už v prírode alebo v samotných organizmoch. Dnešný spôsob života ako je väčšie používanie priemyselných technológií, či častejšie používanie motorových vozidiel a mnoho ďalších zdrojov prispieva k ich ešte väčšiemu rozšíreniu a je takmer nemožné aby nejaký človek neprišiel do kontaktu s týmito zlúčeninami. Je veľmi dôležité aby tieto zlúčeniny podliehali častejšej analýze v rôznych vzorkách kvôli ich škodlivosti, karcinogenite či mutagenite [1].

Cieľom tejto práce bolo spracovanie literárnej rešerše o mikroextrakčných postupoch predúpravy vzorky pred samotným stanovením PAH. Mikroextrakčné techniky sú jednoznačne environmentálne vhodnejšou alternatívou oproti klasickým extrakčným technikám a preto je o nich vo vedeckej odbornej verejnosti aj naďalej veľký záujem. Najčastejšími popísanými technikami pre izoláciu a zakoncentrovanie PAH sú techniky na princípe extrakcie tuhou fázou (*Solid Phase Extraction* – SPE). Menej častejšie sú využívané mikroextrakčné techniky na princípe extrakcie kvapalina-kvapalina (*Liquid-Liquid Extraction* – LLE). V práci sú podrobne rozpracované základné mikroextrakčné techniky ako aj ich modifikácie, ktoré boli vyvinuté práve pre potreby lepšej izolácie PAH zlúčenín z rôznych typov vzoriek. Súčasťou sú prehľadné tabuľky, ktoré sumarizujú základné analytické parametre stanovenia polycyklických aromatických uhľovodíkov.



Obr. 1. Grafické znázornenie základných mikroextrakčných techník na princípe SPE použitých k stanoveniu PAH

### Literatúra:

1. H.I. Abdel-Shafy, M.S.M. Mansour. A review on polycyclic aromatic hydrocarbons: Source, environmental impact, effect of human health and remediation. *Egyptian Journal of Petroleum* (2016), vol. 25, 107–123.

## ANALÝZA PARABÉNOV METÓDOU HPLC-UV

**Bc. Viktória Salonová**

*doc. RNDr. Katarína Reiffová, PhD.*

*Katedra analytickej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ,  
Moyzesova 11, 040 01 Košice*

Parabény sú konzervačné látky so širokým spektrom použitia. Z chemického hľadiska ide o alkylestery kyseliny 4-hydroxybenzoovej a ich soli. V kozmetickom priemysle sa pridávajú do výrobkov dennej kozmetiky ako sú mydlá, šampóny, sprchové gély, telové krémy, make up-y, dezodoranty, antiperspiranty a mnoho ďalších. V čistej forme sú to bezfarebné látky bez chuti a zápachu, stabilné, dostatočne rozpustné vo vode a v tukoch. Sú to biologicky účinné látky, v neutrálnom a mierne zásaditom prostredí so širokým antimikrobiálnym spektrom. Ich antimikrobiálny účinok a rozpustnosť v tukoch sa zvyšuje s dĺžkou alkylového reťazca a naopak, znižuje sa rozpustnosť vo vode. Sú prakticky netoxické u jedincov s normálnym typom kože, avšak pri aplikácii na poškodenú alebo poranenú kožu môžu spôsobiť jej senzibilizáciu a následne aj dermatitídu. Niektoré štúdie na laboratórnych zvieratách však vyslovujú podozrenie, že nemetabolizované parabény majú slabý estrogénny potenciál. Pre tieto negatívne vplyvy Európska únia zaviedla regulácie, ktoré obmedzujú ich použitie.

V práci bol vypracovaný postup stanovenia štyroch najpoužívanejších parabénov metylparabénu, etylparabénu, propylparabénu a butylparabénu v kozmetických výrobkoch pomocou vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie s ultrafialovou detekciou (HPLC-UV). Na analýzu bola použitá kolóna Nucleosil C-18 (250 nm x 4mm x 5µm) a dvojzložková mobilná fáza acetonitril-voda (55:45, v/v) s prietokom 1 ml.min<sup>-1</sup> v izokratickom elučnom mode. Zloženie mobilnej fázy bolo optimalizované z dôvodu dosiahnutia simultánnej analýzy všetkých štyroch parabénov s dobrým rozlíšením. Rozlíšenie (Rs) medzi jednotlivými dvojicami parabénov v optimálnej mobilnej fáze bol na úrovni 2,22, 3,52 a 4,54. Vypracovaná metóda bola aplikovaná na analýzu reálnych vzoriek šampónu, sprchovacieho gélu a pleťového mlieka, zakúpených v obchodnej sieti. Vzorky boli pred dávkovaním do kolóny upravené jednoduchou metódou s použitím ultrazvuku a metanolu a prefiltrované cez filter. V jednej z analyzovaných vzoriek bola potvrdená prítomnosť metylparabénu, a v druhej bola potvrdená prítomnosť metylparabénu aj etylparabénu, čo bolo v súlade s deklarovými údajmi uvedenými na etiketách výrobkov. Vyvinutá HPLC-UV metóda je vhodná na priebežné monitorovanie obsahu parabénov v testovaných kozmetických výrobkoch.

### Literatúra:

1. Parabény v kozmetických výrobkoch - uvzsr.sk. In [online]. Dostupné na internete: <[http://www.uvzsr.sk/docs/bkv/info\\_pre\\_spotrebitelov/Parabeny\\_v\\_kozmetickych\\_vyrobkoch.pdf](http://www.uvzsr.sk/docs/bkv/info_pre_spotrebitelov/Parabeny_v_kozmetickych_vyrobkoch.pdf)>.
2. Bhandari, T. (2019). Determination of Methyl Paraben from Cosmetics by UV Spectroscopy. In [online]. Dostupné na internete: <https://globalresearchonline.net/pharmajournal/vol59iss1.aspx>