



The Electrochemical Society  
Advancing solid state & electrochemical science & technology



# BOOK OF ABSTRACTS

## AUTUMN ELECTROCHEMICAL MEETING

November 4, 2020 On-line meeting

Organized by:

Czechoslovak Student Chapter

Pavol Jozef Šafárik University in Košice

&

Brno University of Technology

**Edited by: Jana Shepa,** Pavol Jozef Šafárik University in Košice, Institute of Chemistry,

Moyzesova 11, 040 01 Košice, Slovakia

jana.hovancova@student.upjs.sk

**Reviewed by: Renáta Oriňaková,** Pavol Jozef Šafárik University in Košice, Institute of Chemistry, Moyzesova 11, 040 01 Košice, Slovakia

renata.orinakova@upjs.sk

**Petr Vanýsek,** Brno University of Technology, Central European Institute of Technology BUT and Faculty of Electrical Engineering and Communication, Technická 3058/10, Královo pole, 61600 Brno, Czech Republic, pvanysek@gmail.com

**Scientific Committee:**

Prof. Renáta Oriňaková, UPJS Kosice

Prof. Petr Vanýsek, BUT Brno

Dr. Jana Shepa, UPJS Kosice

Dr. Radka Gorejová, UPJS Kosice

Dr. Ivana Šišoláková, UPJS Kosice

**Organisation Committee:**

RNDr. Jana Shepa

RNDr. Ivana Šišoláková, PhD.

RNDr. Radka Gorejová

This text is licensed under a CC BY-NC-ND 4.0 licence (CC Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0)



**Available at:** <https://unibook.upjs.sk>

**Publication date:** 19.11.2020

## LIST OF CONTENTS

Jak může elektrochemie přispět k udržení životního standardu na naší planetě: P. Vanýsek .....	6
Katódové materiály pre lítium-sírové batérie: D. Capková, T. Kazda, A. Straková Fedorková ....	9
Characteristics of screen printed carbon electrode modified by ZnNPs for insulin determination: F. Chovancová, I. Šišoláková, J. Shepa, R. Oriňaková .....	11
Korózne správanie biomateriálov pripravených lisovaním kovových práškov: R. Gorejová, Z. Orságová Králová, R. Oriňaková, R. Macko, A. Oriňak .....	13
Štúdium uhlíkových vlákien dopovaných kobaltom ako katalyzátorov pre HER: A. Gubóová, R. Oriňaková, M. Strečková, J. Shepa.....	18
Senzor na stanovenie glukózy modifikovaný zlatými nanočasticami: V. Niščáková, J. Shepa, R. Oriňaková.....	20
Vplyv polymérneho povlaku na degradáciu Fe/P biomateriálov: M. Petráková, R. Oriňaková, R. Gorejová, A. Oriňak.....	22
Nový prístup k vývoju glukózových senzorov: J. Shepa, I. Šišoláková, P. Vanýsek, R. Oriňaková .....	24
Elektrochemická detekcia inzulínu: I.Šišoláková, J. Shepa, F. Chovancová, R. Oriňaková .....	26

## LIST OF AUTHORS

Capková 9

Gorejová 13, 23

Gubóová 19

Chovancová 11, 27

Kazda 9

Macko 13

Niščáková 21

Oriňak 13, 23

Oriňaková 11, 13, 19, 21, 23, 25, 27

Orságová Králová 13

Petráková 23

Shepa 11, 19, 21, 25, 27

Straková Fedorková 9

Strečková 19

Šišoláková 11, 25, 27

Vanýsek 6, 25

## Preface

Autumn Electrochemical Meeting organizovaný Czechoslovak Student Chapter je reakciou na potrebu študentov vzájomne sa stretávať a deliť sa o svoje skúsenosti v oblasti elektrochémie. Aj tento podnet bol jedným z dôvodov, prečo sa mladí elektrochemici z Katedry Fyzikálnej chémie UPJŠ v Košiciach, Univerzity Palackého v Olomouci a Slovenskej technickej univerzity v Bratislave pripojili do celosvetovej siete študentských skupín, ktoré pôsobia pod záštitou The electrochemical society. Hlavným poslanstvom skupiny je heslo “students for students”, čiže študenti študentom, ktoré zvyrazňuje snahu vymieňať si informácie a postrehy v oblasti elektrochémie medzi rovesníkmi. Toto prostredie prináša vhodnú piateľskú atmosféru, ktorá je častokrát veľmi dôležitá. Ponúka študentom možnosť nadobudnúť skúsenosti pri oragnizovaní rôznych workshopov a konferencií a celkovo prospieva pri začlenení sa študentov do vedeckej komunity. Preto som veľmi rada, že sa nám podarilo zorganizovať toto stretnutie aj napriek súčasnej situácii. Zároveň verím, že toto pilotné stretnutie vytvorilo základ pre skutočnú tradíciu stretávania sa mladých elektrochemikov a vytvorenie živej študentskej siete.

Jana Shepa

Chair of Czechoslovak Student Chapter

## **Invited Lecture**

---

### **Jak může elektrochemie přispět k udržení životního standardu na naší planetě**

P. Vanýsek<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie, Technická 3058/10, 616 00, Brno, Česká republika

\*Petr.Vanysek@ceitec.vutbr.cz

#### **Životní standard**

V ekonomice je životní úroveň definována různým způsobem, ale i když se metodika liší, je zpravidla vždy stejnou výpovědí o tom, jak dobře lidé v té či oné lokalitě žijí. Kritéria, která se často porovnávají, je počet lidí žijících v extrémní chudobě, gramotnost, zdraví (vyjadřováno pomocí dětské úmrtnosti), politická svoboda a úroveň vzdělávání [1]. Z hlediska vývoje životního standardu v čase je možné říct, že se v průměru zlepšuje i přes obrovské rozdíly mezi bohatými a chudými zeměmi [2]. Nicméně lze předpokládat, že z různých důvodů některé tyto indikátory mohou stagnovat a případně i couvat. Proto udržení životního standardu, jemuž se za přispění elektrochemie tento příspěvek věnuje, musí být založeno na takových podmínkách, aby životní úroveň nejenom nestagnovala, ale aby alespoň mírně narůstala.

6

#### **Hrozby, které mohou ovlivnit životní standard**

Švédský autor László Szombatfalvy označil ve své práci čtyři základní „megaproblémy“, které ohrožují lidstvo [3]: devastace životního prostředí, změna klimatu, zbraně hromadného ničení a chudoba. Tyto kategorie nejsou nikterak abstraktní, ale jsou tak obecné a dalekosáhlé, že jednotlivci by se před enormitou rozsahu problému sklonil a k řešení by se vůbec nepustil. Ale každý velký úkol se nejlépe zvládá, když se k jeho řešení přistoupí po částech. Kupříkladu otázky změny klimatu a zhoršování životního prostředí se ve svých pododdílech mohou nabídnout i jako úkol a případná výzva elektrochemikovi. Jedním takovým zásadním problémem je rostoucí nedostatek dostupné čisté vody. Druhým, který souvisí s klimatickými změnami, je generace čisté energie, tedy energie, jejíž výroba by nevedla ke zvyšování koncentrace oxidu uhličitého v ovzduší.

#### **Elektrochemie v úloze čištění vody**

Vody na zemi je v absolutním množství dostatek. Voda v oceánu je však bez odsolení pro naprostou většinu aplikací nevhodná. A voda z vodních toků a jezer je čím dál tím více

znečištěná. Bohužel, s rostající se populací a zvyšující se spotřebou vody, je jí ve formě užitečné pro člověka již nyní v mnoha oblastech nedostatek a tento nedostatek se bude pouze zvyšovat. Proto je stále naléhavější úprava znečištěných vod, případně jejich odsolování. Pro čištění komunálních, průmyslových vod a jiných odpadních vod lze někdy s výhodou použít elektrochemické postupy [4]. Po předchozím mechanickém odstranění hrubých nečistot je možno použít elektrochemické metody v podstatě na odstranění jakékoliv nečistoty s výslednou kvalitou vody, která se může rovnat i vodě destilované. Zda se použije právě elektrochemického přístupu, záleží na vhodnosti a ceně jiného použitelného postupu. Zde se právě nabízí elektrochemikům možnost inovovat a optimalizovat separační procesy. Odstraňovány mohou být znečišťující organické i anorganické látky a ionty nebo mohou být zneškodňovány různé mikroorganismy. Nejběžnějšími elektrochemickými metodami úpravy vody jsou oxidace nebo redukce. Oxidace je užitečná pro mineralizaci organických znečišťujících látek, odstraňování kyanidů a sulfidů a dezinfekci vody. Redukce je vhodná pro odstraňování kovů (a zároveň jejich separaci pro další použití), nebo pro transformaci perzistentních organických sloučenin na jejich méně toxické formy. Metody elektrokoagulace a elektroflotace se používá ke srážení a separaci suspendovaných částic a membránová elektrodialýza se používá k odsolování vody [4]. V poslední době se objevují i další nové metody jako jsou kapacitní deionizace, úprava vody pomocí mikrobiálních článků, fotoelektrokatalýza, sonoelektrokatalýza a elektrochemická Fentonova reakce [5].

## **Elektrochemie a obnovitelná energie**

7

Elektrochemie se v této oblasti hodí v mnoha aplikacích [6]. Na straně jedné se hodí při vývoji nových materiálů pro fotovoltaické články, kupříkladu založené na perovskitech [7-9]. Na straně druhé je elektrochemie základním pilířem výzkumu, přípravy a výroby elektrochemických akumulátorů, které slouží k přechodnému ukládání elektrické energie generované ve větrných nebo fotovoltaických elektrárnách, jejichž výstup je principiálně nepravidelný [10].

## **Poděkování**

Tato práce byla podpořena specifickým postgraduálním výzkumem Vysokého učení technického v Brně č. FEKT-S-20-6206.

## **Reference**

- [1] Roser, M. The short history of global living conditions and why it matters that we know it. 2020 [cited 2020 October 24, 2020]; Available from: <https://ourworldindata.org/a-history-of-global-living-conditions-in-5-charts>.
- [2] Easterlin, R. A., The Worldwide Standard of Living since 1800. *Journal of Economic Perspectives*, 2000. 14(1): p. 7-26.
- [3] Szombatfalvy, L., The Greatest Challenges of Our Time. 2010. 111.

- [4] Sillanpää, M. and M. Shestakova, Chapter 2 - Electrochemical Water Treatment Methods, in *Electrochemical Water Treatment Methods*, M. Sillanpää and M. Shestakova, Editors. 2017, Butterworth-Heinemann. p. 47-130.
- [5] Sillanpää, M. and M. Shestakova, Chapter 3 - Emerging and Combined Electrochemical Methods, in *Electrochemical Water Treatment Methods*, M. Sillanpää and M. Shestakova, Editors. 2017, Butterworth-Heinemann. p. 131-225.
- [6] Walsh, F., *Electrochemical Technology for Environmental Treatment and Clean Energy Conversion*. *Pure and Applied Chemistry - PURE APPL CHEM*, 2001. 73: p. 1819-1837.
- [7] Nakazaki, J. and H. Segawa, Evolution of organometal halide solar cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 2018. 35: p. 74-107.
- [8] Schaak, R.E. and T.E. Mallouk, Perovskites by Design: A Toolbox of Solid-State Reactions. *Chem. Mater.*, 2002. 14(4): p. 1455-1471.
- [9] Royer, S., et al., Perovskites as Substitutes of Noble Metals for Heterogeneous Catalysis: Dream or Reality. *Chem. Rev. (Washington, DC, U. S.)*, 2014. 114(20): p. 10292-10368.
- [10] Badwal, S.P.S., et al., Emerging electrochemical energy conversion and storage technologies. *Frontiers in Chemistry*, 2014. 2: p. 79.



## Katódové materiály pre lítium-sírové batérie

D. Capková<sup>a\*</sup>, T. Kazda<sup>b</sup>, A. Straková Fedorková<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Katedra fyzikálnej chémie, Prírodovedecká fakulta, Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach, Moyzesova 11, 041 54 Košice, Slovenská republika

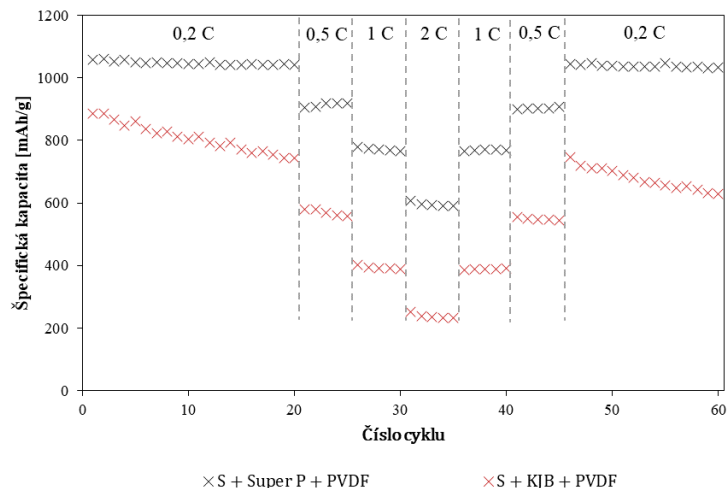
<sup>b</sup> Ústav elektrotechnologie, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Vysoké učení technické v Brně, Technická 10, 616 00 Brno, Česká republika

\*dominika.capkova@upjs.sk

Lítium-sírové (Li-S) batérie sa považujú za najľubnejšie riešenie skladovania energie pre rýchlo rastúci dopyt po energii [1]. Teoretická kapacita síry je 1672 mAh/g a energetická hustota je viac ako 2500 Wh/kg. Li-S batérie sú ekologický a nízko nákladový systém na skladovanie energie. Hlavná prekážka, ktorá blokuje komercializáciu Li-S batérií, je nízke elektrochemické využitie síry a klesanie kapacity počas cyklovania. Počas cyklovania vznikajú nižšie ( $\text{Li}_2\text{S}$ ,  $\text{Li}_2\text{S}_2$ ) a vyššie ( $\text{Li}_2\text{S}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{S}_6$ ,  $\text{Li}_2\text{S}_8$ ) polysulfidy. Vyššie polysulfidy sú rozpustné v organickom elektrolyte, čo vedie k „shuttle effect“ a ireverzibilnej strate kapacity [2].

9

V tejto práci prezentujeme dva typy amorfného uhlíka (Super P a Ketjen black-KJB), ako matrix pre síru a polysulfidy v Li-S batériách. Zloženie elektródových materiálov bolo: 60 % S + 30 % Super P + 10 % PVDF (polyvinylidén fluorid) a 60 % S + 33 % KJB + 7 % PVDF. Počiatočné vybíjacie kapacity pre elektródy s uhlíkom Super P a KJB boli 1058 mAh/g a 886 mAh/g, po 60 cykloch 1033 mAh/g a 628 mAh/g. Elektróda s uhlíkom Super P vykazovala vyššiu kapacitu a lepšiu stabilitu pri všetkých C-rate.



**Obrázok 1. Porovnanie vybíjajúcich kapacít počas cyklovania elektród s uhlíkom Super P a KJB.**

#### PodĎakovanie

Tento výskum bol financovaný iCoTS projektom č. 313011V334, Inovatívne riešenia pohonných, energetických a bezpečnostných komponentov dopravných prostriedkov, VVGS 2019-1048 a VUT výskumným programom (projekt č. FEKT-S-20-6206).

#### Zdroje

- [1] A. Manthiram, et al., *Advanced Materials*, 27 (12), 1980-2006 (2015).
- [2] T. Kazda, et al., *Journal of Solid State Electrochemistry*, 22, 537–546 (2018).

## Characteristics of screen printed carbon electrode modified by ZnNPs for insulin determination

F. Chovancová<sup>a\*</sup>, I. Šišoláková<sup>a</sup>, J. Shepa<sup>a</sup>, R. Oriňaková<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Department of Physical Chemistry, Faculty of Science, Pavol Jozef Šafárik University, Moyzesova 11, 040 11, Košice, Slovak Republic

\*frederika.chovancova1@gmail.com

Hyperglycemia (high level of sugar in the blood) is the result of insulin insufficiency or secretion [1]. The complex of chronic metabolism disorders represented by hyperglycemia is known as diabetes mellitus (DM) [2]. The absence of insulin caused by destruction of the  $\beta$ -cells in the endocrine pancreas is called a DM type 1. Type 2 diabetes is the result of insufficient or resistance secretion of insulin [3]. At present, enzymatic glucose sensors are used for diagnosis of diabetes mellitus and for monitoring of proper course of treatment. However, these sensors face a lot of shortcomings like enzyme instability and high cost [4]. Therefore, electrochemical insulin determination can be considered as a new way for diabetes diagnosis. Currently, immune and non-immune methods are used for determination of insulin. These methods are protracted and required expensive instrumentation [5]. Development of an electrochemical sensor for insulin determination is desirable because of the unique sensor analytical parameters like a wide linear range, high sensitivity and low limit of detection (LOD) [6]. Carbon is the most frequently used electrode material for insulin electrochemical sensor construction. Different modifications of a bare carbon electrode are used to improve its analytical characteristics. Typically, multi walled carbon nanotubes (MWCNTs), combined with metal oxide nanoparticles, are used for the electrode modification [6]. Zinc nanoparticles (ZnNPs) were chosen for electrode modification because of their excellent properties such as biocompatibility, chemical stability, lower toxicity and high capability of electron transfer [7].

This work deals with the study of insulin oxidation on ZnNPs/chitosan-MWCNTs/SPCE (screen printed electrode – elektródy pripravené siet'otlačov). Insulin oxidation on the prepared electrodes was studied via cyclic voltammetry method (CV) in 0.1 M NaOH and PBS solution, when the analytical properties of ZnNPs/chitosan-CNTs/SPCEs were determined. Linear concentration range was found as 0.5  $\mu\text{M}$  – 20  $\mu\text{M}$ , limit of detection (LOD) calculated according to Randles-Ševčík equation to 3.93  $\mu\text{M}$  and sensitivity of the prepared electrode was 0.0140 mA/ $\mu\text{M}$ .

Acknowledgements

This work has been supported by the projects VEGA 1/0074/17 of the Slovak Scientific Grant Agency, APVV-16-0029 and APVV-PP-COVID-20-0036 of the Slovak Research and Development Agency, and Visegradfund project number 22020140.

#### References

- [1] L. C. Martinez, D. Sherling, A. Holley, *Prim. Care - Clin. Off. Pract.* 46 (2019) 41–52.
- [2] S. Sarkar, D. Das, P. Dutta, J. Kalita, S. B. Wann, P. Manna, *Carbohydr. Polym.* 247, (2020).
- [3] S. G. Laychock, Elsevier Inc., (2014)
- [4] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňaková, A. Oriňak, L. Trnková, I. Třísková, Z. Farka, M. Pastucha, J. Radoňák, *J. Electroanal. Chem.* 860 (2020).
- [5] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňaková, A. Oriňak, L. Trnková, D. R. García, J. Radoňák, *Bioelectrochemistry.* 130 (2019).
- [6] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňaková, A. Oriňak, D. R. García, O. Shylenko, J. Radoňák, *Electroanalysis.* 31 (2019) 103–112.
- [7] A. Mahmoud, M. Echabaane, K. Omri, L. El Mir, R. B. Chaabane, *J. Alloys Compd.* 786, (2019) 960–968.

## Korózne správanie biomateriálov pripravených lisovaním kovových práškov

R. Gorejová, Z. Orságová Králová, R. Oriňaková, R. Macko, A. Oriňak

Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta Univerzity P.J.

Šafárika v Košiciach, Moyzesova 10, 040 01 Košice, Slovenská republika

\*radka.gorejova@student.upjs.sk

### Úvod

Kovové materiály v poslednej dobe vzbudili v oblasti biodegradovateľných implantátov pre ortopedické aplikácie veľkú vlnu záujmu [1]. Ich vlastnosti a správanie sa v tele pacienta, kde korodujú *in vivo*, musia byť dôsledne študované [2,3]. Počas doby, kedy implantát plní svoju opornú funkciu, je potrebné poznať mechanizmy korózných procesov, ktoré v tele prebiehajú. V závislosti od charakteru prostredia sa mení priebeh degradácie a tiež aj charakter vzniknutých degradačných produktov. Korózia biomateriálov bola študovaná v rôznych korózných médiách a ukázalo sa, že v závislosti od ich zloženia sa menila aj rýchlosť biodegradácie [4]. Významnú rolu v tomto procese má pH roztokov, prítomnosť agresívnych chloridových iónov a v neposlednom rade aj prítomnosť biomolekúl, ako sú napríklad proteíny.

13

Medzi aktuálne používané kovy, ktoré sa využívajú na prípravu medicínskych degradovateľných oporných zariadení, patria najmä horčík, železo a v poslednej dobe aj zinok [1-5]. Zinok predstavuje vďaka svojim vlastnostiam sľubnú alternatívu k Mg a Fe materiálom. Korózný potenciál zinku (-0,76 V) leží medzi potenciálom Mg (-2,37 V) a Fe (-0,44 V), z čoho možno predpokladať adekvátnu rýchlosť korózie v biologickom prostredí. Horčík, na jednej strane, degraduje príliš rýchlo a stretá sa s problémom vývoja vodíka [1-3]. Železo, na strane druhej, degraduje pre ortopedické aplikácie príliš pomaly, avšak rýchlosť jeho korózie je možné modifikovať a zrýchliť napríklad legovaním alebo nanášaním povlakov. Práve z toho dôvodu je železo v danej oblasti stále intenzívne študované [5].

Významným faktorom v priebehu korózie kovových materiálov je okrem ich zloženia v neposlednom rade aj ich mikroštruktúra. Ukázalo sa, že materiály s vysokou pórovitosťou a mikrogradientnou štruktúrou korodujú v porovnaní s materiálmi s homogénnou štruktúrou rýchlejšie [6]. Otvorená pórovitosť sa v prípade biodegradovateľných implantátov považuje za výhodu aj z dôvodu, že umožňuje prerastanie biologických tkanív skrz implantát, čo je dôležité pre proces kostnej remodelácie. Medzi najčastejšie využívané spôsoby prípravy takýchto materiálov patrí napr. metóda práškovej metalurgie (PM), ktorá poskytuje vysokú mieru variability

vo výbere prípadných legovacích prvkov. Moderné aditívne technológie zas prinášajú materiály s presne dizajnovaným a definovaným tvarom a pórovitosťou [7].

Výslednú štruktúru materiálu ovplyvňuje aj výber vstupného materiálu, v prípade PM – kovových práškov. V tejto práci sme vybrali dva kovové materiály, železo a zinok, a študovali ich korózne správanie sa v surovom stave v prostredí simulovaných telesných tekutín. Cieľom bolo pozorovať vplyv mikroštruktúry pripravených vzoriek na ich degradačné správanie v Hanksovom roztoku. Rozdielna mikroštruktúra materiálov bola dosiahnutá využitím rôznych lisovacích tlakov pri príprave študovaných vzoriek. Ako sa ukázalo, lisovací tlak mal na výsledné degradačné vlastnosti vplyv.

### Experimentálna časť

Kovové tablety o priemere 1 cm boli pripravené lisovaním Fe (99,5% čistota, Alfa Aesar, Nemecko) a Zn (99,9 % čistota, Centralchem, Slovensko) práškov lisovacím tlakom 350 MPa a 550 MPa. Pred každým experimentom boli lisované tablety čistené 10 minút v etanole a acetóne a neboli ďalej tepelne upravované. Rýchlosť korózie bola študovaná formou potenciodynamickú polarizácie v Hanksovom roztoku (8 g NaCl; 0,4 g KCl; 0,14 g CaCl<sub>2</sub>; 0,06 g MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O; 0,06 g NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O; 0,35 g NaHCO<sub>3</sub>; 1,00 g glukóza; 0,60 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> a 0,10 g MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O na liter) pri pH 7,4 ± 0,2 a 37 ± 1 °C. Merania prebiehali za využitia potenciostatu Autolab PGSTAT 302N (Metrohm, Švajčiarsko) v trojelektrodovom zapojení, kde Pt elektróda bola použitá ako pomocná, Ag/AgCl/KCl (3 mol/L) ako referenčná a samotná vzorka ako pracovná elektróda. Rozsah potenciálu pri meraní potenciodynamických kriviek bol ±200 mV od hodnoty potenciálu nezaťaženého obvodu (OCP), ktorý bol ustáľovaný po dobu 60 minút pred začatím merania. Rýchlosť zmeny potenciálu bola 0,1 mV/s. Rýchlosť korózie bola stanovená za použitia Tafelovej extrapoláčnej metódy a vypočítaná na základe rovnice (1), kde  $CR$  je rýchlosť korózie (mm/rok),  $j_{corr}$  je prúdová hustota (A/cm<sup>2</sup>),  $K$  je konštanta určujúca výsledné jednotky,  $EW$  je ekvivalentná hmotnosť materiálu a  $d$  je hustota (g/cm<sup>3</sup>):

$$CR = \frac{j_{corr} K EW}{d} \quad (1)$$

Po meraní boli vzorky vybraté z Hanksovho roztoku, opláchnuté etanolom, vysušené pri 65 °C počas 20 minút a za využitia mikroskopu Dino-Lite Premier AM4013MT boli vyhotovené snímky pri 50× a 250× násobnom zväčšení. Na záver bolo stanovené pH roztokov po korózii.

### Výsledky a diskusia

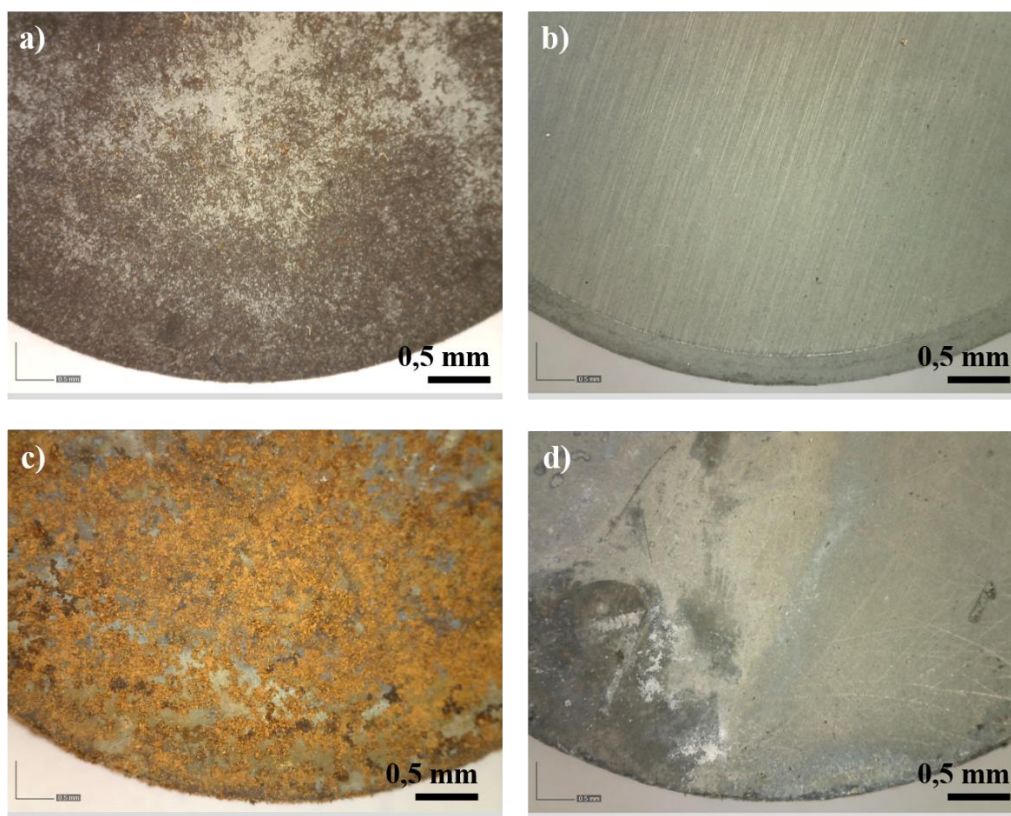
Korózne parametre získané z uskutočnených elektrochemických meraní sú zosumarizované v Tabuľke 1, kde  $i_{kor}$  je korózný prúd,  $PR$  polarizačný odpor ( $\Omega$ ) a  $S$  plocha vzorky ( $\text{cm}^2$ ).

**Tabuľka 1 Elektrochemické parametre vzoriek Fe a Zn, lisovaných pri tlaku 350 a 550 MPa, získané v Hanksovom roztoku pri 37 °C.**

Vzorka (lisovací tlak)	$E_{kor}$ (V)	$i_{kor}$ (A)	$S$ ( $\text{cm}^2$ )	$j_{kor}$ (A/ $\text{cm}^2$ )	$PR$ ( $\Omega$ )	$CR$ (mm/rok)
Fe (350 MPa)	-0,648	$1,9213 \times 10^{-4}$	8,58	$2,234 \times 10^{-5}$	206,41	0,260
Fe (550 MPa)	-0,667	$1,0498 \times 10^{-4}$	8,58	$1,2207 \times 10^{-5}$	321,54	0,142
Zn (350 MPa)	-1,039	$9,8939 \times 10^{-4}$	8,58	$1,505 \times 10^{-4}$	167,83	1,723
Zn (550 MPa)	-1,019	$5,4162 \times 10^{-4}$	8,58	$6,297 \times 10^{-4}$	243,81	0,943

Hodnoty korózneho potenciálu Zn vzoriek boli vo všeobecnosti zápornejšie ako tie pre Fe, čo korešponduje s termodynamickými predpokladmi vzťahujúcimi sa k týmto materiálom. Vo všetkých prípadoch bolo možno pozorovať zápornejšie hodnoty  $E_{kor}$  (korózný potenciál) naznačujúce lepšiu tendenciu korodovať, v prípade vzoriek lisovaných pri nižšom lisovacom tlaku (350 MPa). Predpokladáme, že pri lisovaní nižším tlakom dochádza k slabšej kompaktizácii častíc kovových práškov, čo vedie k vyššej pórovitosti. Vyššia pórovitosť zároveň, môže viesť k rýchlejšej degradácii materiálu. Modifikáciou lisovacieho tlaku pri príprave biomateriálov je teda možné ovplyvňovať aj výslednú rýchlosť korózie. Za využitia týchto poznatkov možno dizajnoviť materiály s presne požadovanou rýchlosťou degradácie na základe cielených zmien v ich mikroštruktúre.

Na Obrázku 1 sú zobrazené reprezentatívne snímky povrchu lisovaných vzoriek Zn a Fe (350 MPa). V prípade čistého Fe možno pozorovať nerovnomernú koróziu vyskytujúcu sa v rôznych doménach materiálu (Obrázok 1c). Tieto domény môžu zodpovedať už oxidovaným miestam, ktoré vznikajú v procese prípravy vzorky. Do budúca je preto potrebné uvažovať nad ochranou vzoriek pred oxidáciou ešte pred samotným meraním, napríklad za využitia inertnej atmosféry pri ich príprave. Na Zn tabletách po korózii bolo možné pozorovať homogénny, tenký biely film Zn oxidov, čo môže nasvedčovať, že väčšina korózných produktov bola rozpustená v roztoku a nebola po ukončení merania pevne adherovaná k vzorke. Rápidne uvoľňovanie iónov môže v prípade biomateriálov spôsobovať neželaný cytotoxický efekt na okolité tkanivo, preto nie je želaným efektom a je potrebné ho regulovať.



**Obrázok 1 Porovnanie povrchu lisovaných vzoriek pred a po korózii v Hanksovom roztoku: a) Fe, b) Zn pred koróziou; c) Fe a d) Zn po korózii.**

Oba tieto poznatky je možné využiť pri príprave biomateriálov, nakoľko mechanizmus korózie je dôležitým parametrom v prípade, že má materiál slúžiť ako ortopedický, teda oporný systém. V prípade nerovnomernej korózie môže dochádzať k náhlemu prekorodovaniu steny materiálu, ktoré môže viesť k strate mechanickej integrity a následnému zlyhaniu implantátu. Zároveň, biokompatibilita materiálu je nevyhnutnou podmienkou pre jeho použitie v medicínskych aplikáciách. Oba tieto parametre možno do budúcnosti regulovať a ovplyvňovať zmenou podmienok pri príprave, zmenou zloženia materiálu alebo nanášaním povlakov.

#### Podakovanie

Táto práca bola podporená Slovenskou agentúrou na podporu výskumu a vývoja (projekt APVV-16-0029), Vedeckou grantovou agentúrou Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu Slovenskej republiky (projekt 1/0074/17) a Interným grantovým systémom PF UPJŠ (projekt PF-2019-1049).

#### Zdroje



- [1] Y. H. Yun et al. *Mater. Sci. Eng. C*. 29(6) (2009) 1814-1821.
- [2] X. N. Gu et al. *Acta. Biomater.* 8(6) (2012) 2360-2374.
- [3] S. Virtanen et al. *Mater. Sci. Eng. B*. 176(20) (2011) 1600-1608.
- [4] R. Willumeit et al. *Acta. Biomater.* 7(6) (2011) 2704-2715.
- [5] J. Čapek et al. *Mater. Design*. 83 (2015) 468-482.
- [6] Y. Li et al. *Mater. Letters*. 57(2) (2002) 448-451.
- [7] Y. Qin et al. *Acta. Biomater.* 98 (2019) 3-22.

## Štúdium uhlíkových vlákien dopovaných kobaltom ako katalyzátorov pre HER

A. Gubóová <sup>a\*</sup>, R. Oriňaková<sup>a</sup>, M. Strečková<sup>b</sup>, J. Shepa<sup>a</sup>

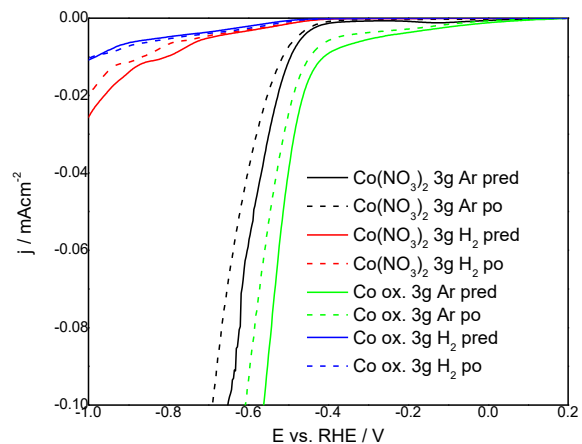
<sup>a</sup> Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ v Košiciach,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice

<sup>b</sup> Ústav materiálového výskumu, Slovenská akadémia vied, Watsonova 47, 040 01 Košice

\*alexandra.guboova@student.upjs.sk

Vodík je vďaka svojim výnimočným vlastnostiam považovaný za ideálne, čisté palivo šetrné k životnému prostrediu. Jeho získavanie elektrochemickým štiepením vody však vždy vyžaduje účinný katalyzátor na dosiahnutie rýchlej kinetiky pre praktické použitie [1]. Spomedzi rôznych katalyzátorov najlepšie elektrokatalytické vlastnosti zatiaľ poskytuje platina nanosená na uhlíku, no aby bola táto technológia prístupnejšia musia byť vyvinuté neušľachtilé, nákladovo efektívnejšie alternatívy, ktoré budú nielen aktívne, ale aj stabilné [2]. Takými by mohli byť práve uhlíkové vlákna s jedinečnými vlastnosťami dopované nanočasticami kovov.

Uhlíkové vlákna modifikované nanočasticami fosfidov kobaltu boli pripravené metódou elektrostatického zvlákňovania a následne spekané v dvoch rôznych atmosférach - argónovej a kombinovanej argónovej a vodíkovej. Ako zdroj kobaltu boli použité dve soli kobaltu- dusičnan  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  a oxalát  $\text{CoC}_2\text{O}_4$ . Elektrokatalytické vlastnosti týchto uhlíkových vlákien dopovaných kobaltovými nanočasticami boli v tejto práci skúmané v kyslom prostredí (0.5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Elektrokatalytická aktivita bola ohodnotená polarizačnými a Tafelovými krivkami, ktoré zhodne preukázali najlepšiu účinnosť, teda najväčší posun potenciálu ku kladným hodnotám, resp. najmenší sklon smernice pre vzorky s najvyšším obsahom kobaltu. Okrem toho bolo vykonané meranie stability prostredníctvom cyklickej voltampérometrie (500 cyklov) a dlhodobý test stability, pričom obe potvrdili dobrú odolnosť a stabilitu vzoriek (Obr. 1).



**Obrázok 1 Polarizačné krivky pre vybrané vzorky merané pred a po 500 cykloch dokumentujúce vynikajúcu stabilitu vzoriek**

#### PodĎakovanie

Táto práca bola podporená Vedeckou grantovou agentúrou VEGA 2/0036/20 a 1/0074/17 a Agentúrou na podporu výskumu a vývoja APVV 15- 0115.

#### Literatúra

[1] J.A. Turner, Science 305 (2004) 972–974.

[2] T.R. Cook, D.K. Dogutan, S.Y. Reece, Y. Surendranath, T.S. Teets, D.G. Nocera, Chem. Rev. 110 (2010) 6474–6502.

## Senzor na stanovenie glukózy modifikovaný zlatými nanočasticami

V. Niščáková<sup>a\*</sup>, J. Shepa<sup>a</sup>, R. Oriňaková<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Univerzita P. J. Šafárika v Košiciach, Prírodovedecká fakulta, Katedra Fyzikálnej chémie,  
Moyzesova 11, 041 54, Košice

\*veronika.niscakova@student.upjs.sk

Glukóza je z hľadiska skúmania ochorenia známeho ako diabetes najviac sledovaným analytom. Je to ochorenie, ktoré je sprevádzané mnohými vedľajšími zdravotnými problémami [1]. Štúdie preukázali, že prísna kontrola hladiny cukru môže zlepšiť prežitie pacientov s cukrovkou a zabrániť komplikáciám spojeným s cukrovkou 1. a 2. typu [2]. Je preto dôležité vyvinúť rýchly, citlivý a spoľahlivý glukózový senzor na stanovenie hladiny glukózy v krvi [3].

Cieľom tejto práce bola príprava senzora na stanovenie glukózy, jednoduchou modifikáciou zlatej mikroelektrody pomocou zlatých nanočastíc. Následne bol charakterizovaný povrch modifikovanej elektródy pomocou skenovacieho elektrónového mikroskopu (SEM) a atómovým silovým mikroskopom (AFM) a bola študovaná elektrochemická aktivita takejto elektródy. Pozorovali sme rovnomernú distribúciu nanočastíc a zväčšenie plochy povrchu modifikovanej elektródy v porovnaní s nemodifikovanou elektródou. Na sledovanie elektrochemickej aktivity elektródy sme použili tri rôzne metódy: cyklickú voltampérometriu, chronoampérometriu a elektrochemickú impedančnú spektroskopiu. Pripravený senzor vykazoval široký lineárny rozsah v dvoch lineárnych úsekoch od 0.1 mM po 0.5 mM a od 0.5 mM po 30 mM; vysokú citlivosť v oboch lineárnych úsekoch 1.7  $\mu\text{A}/\text{mM}$  a 2.4  $\mu\text{A}/\text{mM}$  a dobrú stabilitu a je ho možné využiť nie len ako amperometrický senzor ale aj ako impedimetrický.

### Podakovanie

Práca bola finančne podporená projektmi VEGA 1/0074/17 Slovenskej Vedeckej Grantovej Agentúry; a APVV-16-0029 Agentúry na podporu výskumu a vývoja.

### Referencie

[1] E. Witkowska Nery, M. Kundys, P.S. Jeleń, M. Jönsson-Niedziółka, *Anal. Chem.* 88 (2016) 11271–11282.

- [2] D.W. Hwang, S. Lee, M. Seo, T.D. Chung, *Anal. Chim. Acta.* 1033 (2018) 1–34.  
[3] S.Y. Tee, C.P. Teng, E. Ye, *Mater. Sci. Eng. C.* 70 (2016) 1018–1030.

## Vplyv polymérneho povlaku na degradáciu Fe/P biomateriálov

M. Petráková\*, R. Oriňaková, R. Gorejová, A. Oriňak

Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ v Košiciach,  
Moyzesova 11, 041 54 Košice

\*martina.petrakova@student.upjs.sk

Biomateriály sa stali nevyhnutnou súčasťou modernej medicíny ako komponenty ortopedických implantátov, implantovateľných senzorov a nosičov na lokálne podávanie liečiv [1]. Najpoužívanejšími kovovými materiálmi v ortopedickej oblasti sú najmä nehrdzavejúca oceľ, kobalt a zliatiny titánu, kvôli ich vysokej mechanickej pevnosti a dobrým biologickým vlastnostiam. Tieto materiály sa všeobecne používajú pre permanentné implantáty [2]. Trendom posledných rokov sa ale stali biodegradovateľné materiály. Pórovité biomateriály na báze železa poskytujú poškodenému tkanivu priestor pre rast a transport telesných tekutín, čo významne skraca dobu regenerácie. Aplikácia biodegradovateľných materiálov môže tiež úplne eliminovať potrebu chirurgického zákroku na odstránenie implantátu po zahojení kostného tkaniva.

Tento príspevok je zameraný na prípravu a štúdium degradačných vlastností rozložiteľných biomateriálov na báze železa. Vzorky boli pripravené z fosfátovaného železného prášku metódou práškovej metalurgie. Povrch fosfátovaných železných vzoriek (Fe/P) bol modifikovaný vrstvou polymérneho povlaku polyethylénglykolu (PEG). Korózne vlastnosti povlakovaných a nepovlakovaných vzoriek boli študované pomocou anodickej polarizačnej metódy v Hanksovom roztoku. Prídavkom polymérneho povlaku sa zmenili degradačné vlastnosti vzoriek. Vzorky pokryté vrstvou polymérneho povlaku korodovali rýchlejšie ako vzorky bez povlaku.

Statické korózne testy boli vykonané v Hanksovom roztoku pri 37 °C. Počas 4, 8 a 12 týždňov sa študoval vplyv polymérneho povlaku na degradačné správanie biomateriálov. Rýchlosť korózie vzoriek s PEG povlakom bola vyššia ako u nepovlakovaných vzoriek a s predlžujúcou sa dobou sa rýchlosť korózie spomaľovala, bez ohľadu na to, či išlo o povlakované alebo nepovlakované vzorky. Na základe elektrochemických ako aj statických degradačných testov bolo dokázané, že vzorky pokryté polymérnym PEG povlakom korodovali v porovnaní s nepovlakovanými vzorkami rýchlejšie.

Podakovanie

Táto práca bola podporená Agentúrou na podporu výskumu a vývoja (APVV-16-0029) a Vedeckou grantovou agentúrou Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu Slovenskej republiky (VEGA 1/0074/17).

#### Literatúra

- [1] A. H. Morris, T. R. Kyriakides, *Matrix Biology*, 37 (2014) 183–191.
- [2] S. Dharadhar, A. Majumdar, *Application of Biomedical Engineering in Neuroscience* 3 (2019) 355–380.

## Nový prístup k vývoju glukózových senzorov

J. Shepa<sup>a\*</sup>, I. Šišoláková<sup>a</sup>, P. Vanýsek<sup>b</sup>, R. Oriňaková<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach, Moyzesova 11, 040 01 Košice, Slovenská republika

<sup>b</sup> Vysoké učení technické v Brně, Technická 10, 602 00 Brno, Česká republika

\*jana.hovancova@student.upjs.sk

Diabetes mellitus je ochorením, ktoré postihuje milióny ľudí na celom svete [1]. Jednoduché a rýchle stanovenie hladiny glukózy v krvi pacientov výrazne prispieva k zlepšeniu liečby a diagnostiky diabetu [2]. Materiály na báze TiO<sub>2</sub> sú veľmi široko použiteľné v rôznych odvetviach priemyslu [3–5]. Vzhľadom na schopnosť TiO<sub>2</sub> materiálov tvoriť s molekulami glukózy tzv. ligand-to-metal charge transfer (LMCT) komplexy sa tento materiál stáva veľmi sľubným pre budúce aplikácie v neenzymatických senzoroch pre stanovenie glukózy.

V tejto práci boli použité Ti pliešky pokryté nanotrubičkami TiO<sub>2</sub>, ktoré boli vytvorené anodickou oxidáciou plieškov pri vysokom napätí. Tvorba LMCT komplexu medzi glukózou a TiO<sub>2</sub> bola potvrdená použitím infračervenej, Ramanovej a fotoelektrónovej spektroskopie. Hlavnou elektrochemickou metódou, ktorá bola aplikovaná pri detekcii glukózy, bola elektrochemická impedančná spektroskopia. Podľa našich najlepších vedomostí tento druh senzora doposiaľ nebol študovaný, zvlášť pokiaľ sa jedná o použitie TiO<sub>2</sub> pri neenzymatickej detekcii glukózy. Ti/TiO<sub>2</sub> glukózové senzory vykazovali širokú oblasť stanoviteľných koncentrácií od 1 po 15 mM v neutrálnych podmienkach, čo zahŕňa typický rozsah potrebný pre pacientov trpiacich na diabetes. Citlivosť a limit detekcie boli 8,3 kΩ·mM<sup>-1</sup> a 1,2 mM, v tomto poradí. Zároveň bola študovaná aj interferencia niektorých molekúl vyskytujúcich sa v krvných vzorkách, ktoré bežne ovplyvňujú elektrochemické stanovenia. Bola študovaná a potvrdená taktiež reprodukovateľnosť a opakovateľnosť Ti/TiO<sub>2</sub> elektród. Preto je tento systém veľmi sľubným kandidátom pre detekciu glukózy v krvných vzorkách a je vhodný pre nahradenie enzymatických senzorov. Na základe týchto vlastností je možné označiť ho ako bezkonkurenčný materiál v porovnaní s doposiaľ použitými materiálmi na neenzymatickú detekciu glukózy.

Podakovanie

Táto práca bola spolufinancovaná prostredníctvom projektov VEGA 1/0074/17 Vedeckej grantovej agentúry Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu Slovenskej republiky a



Slovenskej akadémie vied a APVV-16-0029 a APVV-PP-COVID-20-0036 Agentúry na podporu výskumu a vývoja a 22020140Višegradskeho fondu.

#### Literatúra

- [1] S.A. Zaidi, J.H. Shin, *Talanta*. 149 (2016) 30–42.
- [2] H. Maaoui, S.K. Singh, F. Teodorescu, Y. Coffinier, A. Barras, R. Chtourou, S. Kurungot, S. Szunerits, R. Boukherroub, *Electrochim. Acta*. 224 (2017) 346–354.
- [3] S. Shen, J. Chen, M. Wang, X. Sheng, X. Chen, X. Feng, S.S. Mao, *Prog. Mater. Sci.* 98 (2018) 299–385.
- [4] B. Chen, J. Hou, K. Lu, *Langmuir*. 29 (2013) 5911–5919.
- [5] N. Abdullah, S.K. Kamarudin, *J. Power Sources*. 278 (2015) 109–118.

## Elektrochemická detekcia inzulínu

I.Šišoláková<sup>a\*</sup>, J. Shepa<sup>a</sup>, F. Chovancová<sup>a</sup>, R. Oriňaková<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Katedra fyzikálnej chémie, Prírodovedecká fakulta, Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach, Moyzesova 11, 04011 Košice, Slovak Republic

[\\*ivana.sisolakova@upjs.sk](mailto:*ivana.sisolakova@upjs.sk)

Diabetes mellitus (DM) je jedno z najzávažnejších ochorení rozšíreným po celom svete. V súčasnosti sa na diagnostiku diabetu komerčne používajú enzymatické glukózy senzory. Pretože koncentrácia inzulínu v krvi je nepriamo závislá na koncentrácii glukózy, vývoj neenzymatického inzulínového senzora možno považovať za nový prístup v diagnostike DM [1-3]. Ako základný materiál sa použila uhlíková elektróda pripravená metódou sieťotlač (SPCE) najmä z dôvodu nízkej ceny uhlíka a nízkemu množstvu analytu potrebného na stanovenie, ktoré vyplýva z malej veľkosti použitej elektródy (priemer 4 mm). SPCE bola modifikovaná kombináciou mnohostenných uhlíkových nanorúrok (MWCNT) a chitozánu, ktoré boli použité kvôli zväčšeniu aktívnej plochy elektródy a eliminácii Cl<sup>-</sup> iónov na povrchu [2]. Na modifikáciu elektród sa používajú rôzne typy kovových nanočastíc alebo nanočastíc oxidu kovu kvôli ich elektrokatalytickej aktivite na oxidáciu inzulínu. Preto sme sa rozhodli pripraviť elektrochemický senzor na stanovenie inzulínu pozostávajúci z SPCE modifikovaného pomocou MWCNT, chitozánu a rôznych kovových nanočastíc (NiONPs, CuNPs, CoNPs, ZnNPs), aby sme zistili, ktorá modifikácia má najlepší katalytický účinok pre stanovenie inzulínu. Na základe našej štúdie a stanovených analytických charakteristík jednotlivých elektród môžeme za najvhodnejšiu modifikáciu považovať NiONPs. SPCE modifikovaná pomocou MWCNTs, chitozánu a NiONPs, ktorá vykazovala najnižší limit detekcie, najvyššiu citlivosť a najširší lineárny rozsah.

### Poďakovanie

Táto práca vznikla za podpory grantov VEGA 1/0074/17, APVV-16-0029, APVV-PP-COVID-20-0036 a projektu číslo 22020140 Višehradskeho fondu.

### Referencie

- [1] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňaková, A. Oriňak, L. Trnková, I. Třísková, Z. Farka, M. Pastucha, J. Radoňák, J. Electroanal. Chem. 860 (2020).
- [2] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňaková, A. Oriňak, L. Trnková, D. R. Garcia, J. Radoňák, Bioelectrochemistry. 130 (2019).

[3] I. Šišoláková, J. Hovancová, R. Oriňakova, A. Oriňak, D. R. Garcia, O. Shylenko, J. Radoňák, *Electroanalysis*. 31 (2018) 103-112.

**Autumn Electrochemical Meeting**

*Book of Abstracts*

**Edited by:** Jana Shepa

**Publisher:** Pavol Jozef Šafárik University in Košice  
ŠafárikPress

**Year:** 2020

**Pages:** 28

**Author's sheets:** 0,87

**Edition:** first

ISBN 978-80-8152-934-4

