

**Bc. Zuzana Holíková**

### **Miniaturizovaný elektrochemický detektor pro kapilární monolytické kolony**

Tato diplomová práce nabízí moderní typ spojení separačních a elektrochemických technik vedoucí k novým možnostem detekce zejména s ohledem na miniaturizaci. Úkolem diplomantky bylo provést rešerši na téma elektrochemické detekce v HPLC týkající se analýzy neurotransmiterů ze skupiny katecholaminů. V experimentální části pak zabudovat čtyřelektroodový detektor do kapiláry monolytické kolony, provést charakterizaci jeho vlastností a sledovat vliv geometrického uspořádání spolu se způsobem zapojení jednotlivých elektrod. Následně pak stříbrem modifikovat jednu z elektrod s ohledem na amperometrickou detekci katecholaminů.

Předložená diplomová práce má obvyklou strukturu: úvod, teoretickou část, experimentální část, výsledky s diskusí a závěr. Teoretická část podrobněji popisuje problematiku elektrochemických detektorů v HPLC a následně i rozdělení neurotransmiterů s důrazem na jejich analýzu elektrochemicky nebo kapalinovou chromatografií s elektrochemickou detekcí či s využitím FIA.

Praktická část práce spočívala v přípravě spojení čtyřelektroodového detektoru s kapilárou monolytické kolony a v následné systematické studii věnující se biamprometrické detekci dopaminu za různých podmínek (vliv elektrolytu, rychlost průtoku, průměr kapiláry, aj.), kde lze rovněž najít rozdílné chování jednotlivých typů tetrod. V poslední části se pak zabývá detekcí katecholaminů metodami amperometrie a cyklické voltametrie. Závěr obsahuje shrnutí dosažených výsledků.

Práce má celkem 103 stran včetně příloh, a v seznamu literatury se nachází 39 odkazů.

#### **Připomínky a dotazy:**

Seznam ilustrací a tabulek (12 stran) je sice v souladu se směrnici UPa č. 9/2012, ale je zbytečný a neusnadňuje orientaci v práci.

Str. 26, kap. 1.2.1.1, věta: "Dnes je polarografie spíše historickou metodou, která se v praxi již nevyskytuje" Je toto tvrzení skutečně pravdivé?

Str. 29, odst. 1: 2. věta není příliš srozumitelná.

Str. 30, obr.6: strukturní vzorce 1, 2 mají špatně zapsanou karboxylovou skupinu. Bylo toto schéma skutečně převzato z knihy vydané v Cambridge uvedené v cit. 10?

Str. 30, odst. 4, ve 3. větě je odkaz na obr. 4, který představuje typy geometrického uspořádání amperometrického detektoru a ne dekarboxylaci L-DOPA jak je uvedeno v této větě.

Str. 32, kap. 1.4, odst.1: ....důkladná kontrola teploty... V čem tato "nevýhoda" spočívá a které metody by se měla týkat?

Str. 35, odst. 2: v poslední větě tohoto odstavce je uveden detekční limit dopaminu 1 nM při použití cyklické voltametrie. Tato technika nedisponuje zrovna vysokou citlivostí jako je tomu např. u pulzních nebo square-wave technik, což dokazují i Vaše experimenty v kapitole 3.3.

Str. 38, obr. 13: tato ilustrace odpovídá uspořádání wall-jet a ne tenkovrstvému detektoru jak je uvedeno v popisu tohoto obrázku.

Pro nejlepší podmínky byla proměřena a sestavena kalibrační křivka (Graf 47) i když je patrné, že u předchozích analýz v obou elektrolytech, uspořádání 2+2 dochází k poklesu odezvy s počtem nástřiků jak je vidět např. u grafu 11). Čemu lze tento trend přisuzovat a proč byla zvolena zrovna tato kombinace (tetroda se špičatým hrotem, zapojení 2+2, kapilární kolona 320  $\mu\text{m}$ ,...)?

*Námět k diskusi:* Jaká je životnost prezentovaného typu detektoru s ohledem na počet analýz a mechanickou stabilitu?

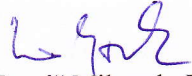
Práce obsahuje několik překlepů (např. str. 34, dole: ...byly využity uhlíkové nanočástic s funkční...; str. 41, odst.2: ...je nadávkován vstřikovacím velitel (PI).....; str. 55, odst. 3...jako pří spojení...) a pravopisných chyb, více se projevuje menší stylistická obratnost diplomantky a to zejména v teoretické části. Typograficky je práce na dobré úrovni.

Diplomová práce má logickou stavbu, je napsána přehledně a srozumitelně. Výše uvedené nedostatky nesnižují její úroveň zvláště po experimentální stránce.

Práci doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou:

**- v e l m i d o b ř e - m -**

V Pardubicích 29.5.2015

  
Ing. Tomáš Mikysek, Ph.D.