

Moderní instrumentace v průtokové injekční analýze

V předložené diplomové práci se diplomantka zabývá testováním různých instrumentálních uspořádání pro průtokovou injekční analýzu (FIA) s elektrochemickou detekcí za použití peroxidu vodíku jako testovacího analytu. Téma diplomové práce je aktuální, neboť průtoková injekční analýza se postupem času stala výkonným analytickým nástrojem se širokým použitím v mnoha vědních oborech a v současné době, kdy se její další vývoj soustředil na instrumentální miniaturizaci, tak nabízí nové přístupy v chemické analýze.

Práce je členěna klasickým způsobem a je vcelku pečlivě zpracována. V rozsáhlé teoretické části práce se diplomantka věnuje teoretickému popisu principů FIA. Dále se věnuje instrumentálním aspektům průtokové analýzy a detailně rozebírá používané pumpy a druhy elektrochemické detekce. Na závěr diplomantka v přehledné tabelární formě shrnuje současné analytické aplikace FIA ve spojení s elektrochemickou detekcí.

Z experimentální i výsledkové části práce vyplývá, že diplomantka provedla značné množství experimentů, které byly po technické stránce ne vždy úplně jednoduché. Naměřená data pak přehledně zpracovala, velmi kladně hodnotím i rozsah diskuze o dosažených výsledcích.

K práci mám několik připomínek a dotazů do diskuze:

- vztahy uvedené v teoretické části by měly být průběžně číslovány.
- str. 19, podle zde uvedeného vztahu bych předpokládal, že ve vztahu na str. 18 bude místo symbolu D použit symbol D_{max} a nebo naopak.
- str. 22, autorka uvádí jednotky jedné z veličin příslušného vztahu. Očekával bych, že jednotky pak budou uvedeny i u ostatních veličin a nebo naopak u žádné.
- str. 45, kap. 2.4.4, uvedená tabulka by správně měla být označena jako Tab. II.
- kap. 3.1 a kap. 3.2, u použitých přístrojů, zařízení a chemikálií by měly být jednotně uváděny údaje o výrobci v obvyklém tvaru, např. v závorce (jméno výrobce, město, země).
- kap. 4.1, jsou chybové úsečky grafických závislostí znázorněných na obr. 28 - 32 vyhodnoceny ze stejného počtu nástříků? Z odpovídajících grafů v příloze 1.1 - 1.8 to nelze odvodit a v legendách k obr. 28 - 32 tento údaj není uveden.
- str. 64, tab. IV, je zbytečné uvádět pro průtokovou rychlost v jednotkách ml/min přesnost na pět desetinných míst. Stejná připomínka platí i pro tab. V na str. 70.
- str. 66, autorka v textu uvádí, že velmi silný šum brání vyhodnocování proudového signálu (viz graf 1.4 v příloze). Jak potom ale pro téměř nepostřehnutelné píky vyhodnotila proudovou odezvu včetně chybových úseček, např. pro rychlost 2 ot/min, viz obr. 28?
- str. 73, kap. 4.2.1, autorka uvádí pro peristaltickou pumpu Minipuls 3 průtokovou rychlost 0,3 ml/min, která byla zvolena pro kalibrační měření na základě optimalizace průtokové rychlosti. S touto hodnotou průtoku, nastavovanou jako rychlost v ot/min, se ale během optimalizace průtoku na této konkrétní pumpě nepracovalo. Je tedy tato hodnota uvedena správně? Stejná připomínka platí i pro kap. 4.2.3 na str. 74 a kap. 4.2.6 na str. 76.

- v kap. 4.2 autorka často konstatuje, že pro uváděné systémy jsou ve vybraných koncentračních rozmezích kalibrační závislosti lineární (obr. 33 - 35). Pro ověření tohoto konstatování by bylo užitečné mít k dispozici hodnoty korelačních koeficientů uvedených závislostí.
- v legendě ke grafu 3.1 v příloze jsou uvedeny chybně jednotky dávkovaného objemu.
- porovnáním závislostí ve grafech 3.1. a 2.2 v příloze pro koncentraci peroxidu 5 mg/l a dávkovaný objem 150 μ l, kdy všechny ostatní parametry použitého systému jsou stejné, vyplývá, že proudové odezvy těchto dvou měření se zásadním způsobem liší. Byla pro měření proudové odezvy, znázorněné na obr. 3.1, skutečně použita komerční tenkovrstvá cela s Pt elektrodou?

Závěrem mohu konstatovat, že diplomantka Bc. Petra Pávová splnila zadání diplomové práce a výše uvedené připomínky nijak nesnižují kvalitu předložené práce. Diplomovou práci doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

- výborně-m -.



V Pardubicích, 27. května 2011

Ing. Václav Staněk, Ph.D.