

VLIV TEPLoty ANALÝZY NA VLASTNOSTI MONOLITICKÝCH STACIONÁRNÍCH FÁZÍ

Diplomová práce je zaměřena na přípravu a charakterizaci monolitických kapilárních kolon s retenčním chováním, které lze ovlivnit vedle složení mobilní fáze také teplotou kolony. Bylo připraveno pět kolon s rozdílným složením stacionární fáze díky postpolymerační modifikaci teplotně citlivým monomerem N-isopropylakrylamidem. Na těchto kolonách byla charakterizována retence pomocí nepolárních homologů alkybenzenů, vysoce polárních látek (thiomočovina, uracil) a fenolu v závislosti na koncentraci acetonitrilu v mobilní fázi a na teplotě. Data byla proložena empirickým modelem a dále van't Hoffovým vztahem a na základě regresních dat jsou diskutovány možnosti ovlivnění separace s využitím zvolených stacionárních fází. Závěrem se diplomantka pokusila vyvodit z naměřených a vyhodnocených dat doporučení pro použití připravených kolon ve dvourozměrné chromatografii.

Na 50ti číslovaných stranách a v přílohové části diplomantka uvádí nezbytný teoretický popis, který se zaměřuje pouze na studované aspekty a neobsahuje redundantní informace a dále přiměřeně diskutuje dosažené výsledky. Práce je psána čtivou formou s minimem překlepů, ovšem na některých místech se objevuje nejednotnost termínů, nebo neobratné formulace (např. *chromatografie obrácených fází, převrácených fází a reverzní chromatografie* namísto přesnějšího termínu *chromatografie v systému s obrácenými fázemi; pumpa* namísto *čerpadlo*; *kvadratický polynom* namísto *polynom druhého stupně*). Poněkud nepřesně je také volen název práce, „analýza“ je abstraktní pojem a tedy nemůže mít teplotu. K obsahu diplomové práce mám následující konkrétní připomínky a dotazy:

- Na str. 23, předposlední odstavec diplomantka uvádí formulaci „Příspěvek přenosu hmoty na maximum rozlišení může být snížen...“; rozlišení zahrnuje jak kinetický tak i termodynamický faktor, přesnější by tedy bylo „Příspěvek přenosu hmoty k maximu účinnosti...“
- Str. 27, rovnice (4) a (5) – parametry a a m nemají pro oba separační módy stejný význam!
- Str. 33, kapitola 3.3.1 – diplomantka uvádí, že bylo upraveno pH 95% ethanolu na hodnotu 5. Jak bylo pH měřeno? V téměř bezvodém prostředí nelze zanedbat rozdíl mezi aktivitou a molární koncentrací oxoniových iontů, a pokud byly při kalibraci pH metru použity vodné roztoky pufrů, bylo by vhodnější hovořit o zdánlivém pH.
- Statistické vyhodnocení a zejména prezentace regresních dat obsahuje řadu nepřesností. Hodnota R^2 je koeficient determinace a ne korelační koeficient, $Adj R^2$ je upravený koeficient determinace a nikoliv Pearsonův korelační koeficient, ten je roven R ! Dále jsou poněkud nešťastně prezentovány určené hodnoty regresních parametrů spolu s intervalem spolehlivosti, z uvedených tabulek (tab. 12-16) není zřejmé, zda jsou jednotlivé parametry statisticky významné, či nikoliv. Byla tato hypotéza testována?
- U tabulky 1 a obr. 2 je porozita označena bez indexu, zatímco v rovnici (12) je uveden index T . U tabulek 2-11 by bylo vhodné uvést u experimentálních retenčních dat také směrodatnou odchylku. Kolikrát byly jednotlivé experimenty opakovány?

- K retenčním datům prezentovaným v závislosti na teplotě (obr. 31-55) a proložených van't Hoffovou závislostí by bylo vhodné uvést také vypočtené hodnoty změn entalpie a entropie.
- Srovnání predikovaného a experimentálního chromatogramu na obr. 56 vykazuje značné rozdíly v retenčních časech a době analýzy. Čím si tento jev diplomantka vysvětluje? Dle mého názoru také nelze rozdíly v selektivitě přisuzovat mimokolonovým příspěvkům, jak činí diplomantka na str. 42 ve třetím odstavci. Mimokolonové příspěvky mohou ovlivnit kinetický faktor, ovšem nikoliv termodynamiku separace.
- Na str. 43 ve čtvrtém řádku od konce chybí část věty.

Závěrem mohu konstatovat, že předložená diplomová práce splňuje nároky kladené na daný typ vysokoškolských kvalifikačních prací a výše uvedené připomínky jsou převážně formálního charakteru. Práci doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

- výborně-m -

V Pardubicích dne 24. května 2015



Ing. Petr Česla, Ph.D.