

**Bc. Jana Netušilová**

**Elektrochemické chování přírodního alkaloidu synefrin a jeho možné stanovení na uhlíkových pastových elektrodách**

Předložená diplomová práce se věnuje vypracování elektrochemické metody ke stanovení přírodního alkaloidu synefrinu v modelových a reálných vzorcích s využitím různých uhlíkových pastových elektrod. Diplomantka v teoretické části podrobně a čtivě referuje o výskytu a vlastnostech tohoto alkaloidu včetně jeho působení na lidský organismus. Úvodní část uzavírá přehled dosud použitých analytických metod ke stanovení synefrinu a informuje o jeho elektrochemických vlastnostech. V teorii však chybí alespoň krátké shrnutí možností elektrochemie při studiu přírodních organických látek na tuhých elektrodách, jak je uvedeno v zadání diplomové práce.

V praktické části autorka podrobně testuje vliv experimentálních podmínek na oxidační signál synefrinu na uhlíkových pastových elektrodách s využitím cyklické voltametrie v několika základních elektrolytech a různém pH. Analytické parametry stanovení pak byly určeny pomocí diferenční pulzní a square wave voltametrie. Pozornost byla rovněž věnována režimu obnovy povrchu elektrody k zajištění opakovatelné odezvy signálu analytu. Závěrem byly provedeny analýzy modelových vzorků a komerčního preparátu Synefrin.

Diplomová práce je sepsána přehledně a jasně, zvláště pak v úvodní části bez jazykových chyb, a je podpořena dostatečným množstvím citovaných odborných zdrojů. Občas se vyskytnou stylistická zaváhání, např. „...ponořena do slepého roztoku...“ (str. 36) nebo „...stanovení ve vzorku komerčního spalovače“ (str. 46). Výsledky některých experimentů, zvláště studium elektrochemického chování synefrinu na uhlíkových pastových elektrodách, by bylo vhodné diskutovat podrobněji. Další poznámky k práci a dotazy jsou uvedeny níže:

- Co znamená zkratka MPI-A u systému kapilární elektroforézy s elektrochemiluminiscenční detekcí (str. 28)?
- **3 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nemůže mít pH 2 (str. 28). Nebylo to pH vzorků moči po smíchání s H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>?**
- Správně Brittonova-Robinsonova pufry (str. 36, 3. odst. a dále), skloňují se obě jména.
- V zápisu koncentrací  $1 \cdot 10^{-6}$  mol/l se nepíšou mezery (str. 36 a dále).
- Nadpis „Stanovení synefrinu“ (str. 38) nemá přiřazené číslování.
- Celé prázdné strany 40 a 48.
- V legendách obrázků není nutné pořad psát pomocnou a referentní elektrodu, které jsou pro všechna měření stejné.
- K doplnění studia vlivu pH na oxidační signál synefrinu postrádám závislost potenciálu maxima píku na pH, ze které je možno ze směrnice závislosti usoudit na počet přecházejících elektronů a protonů.
- **Obr. 20, 22 a 23: na některých cyklických voltamogramech je při potenciálu 0,8 V patrný proudový skok, křivka nenavazuje, přitom měření probíhalo od**

počátečního potenciálu 0 V do konečného potenciálu 1,3 V (podle parametrů v kap. 2.4 se ale uvádí koncový potenciál 1,2 V). Je pro to nějaké vysvětlení?

- Výše zmíněné proudové skoky lze pozorovat i na obrázcích 25, 26 a 27 při měření s jinou pracovní elektrodou.
- **Str. 61:** na konci prvního odstavce autorka píše, že „*Voltamogramy byly dále zobrazovány od hodnoty potenciálu 0,6 V, protože v rozsahu 0-0,6 V nedocházelo k žádným pozorovatelným dějům. Toto konstatování však platí pouze pro měření v této studii, která byla prováděna v režimu LSV.*“. Na obrázcích 41 – 44 je ale jasně vidět pík oxidace při potenciálu cca +0,35 V a redukce při +0,25 V v obou částech cyklického voltamogramu (dva záznamy lineární voltametrií, každý s opačným směrem skenu). Čemu tyto signály přísluší?
- Nerozumím tomu, proč byly sledovány cyklické voltamogramy až do konečného potenciálu +1 V, když signál synefrinu je nejintenzivnější těsně za touto mezí při zvoleném pH.
- **Kap. 3.2.1:** jakým způsobem byla realizovaná akumulace synefrinu? V rozpojeném obvodu (open-circuit) nebo při nějakém zvoleném potenciálu? Na obrázcích 45, 46 a 50 nejsou jednotky času akumulace.
- Kolik měření bylo provedeno pro každý bod kalibrační závislosti? Měla by být zobrazena i příslušná směrodatná odchylka z minimálně tří měření jako chybová úsečka každého bodu. Čtyři body kalibrací jsou však příliš málo pro relevantní výpočet meze detekce a stanovitelnosti synefrinu na různých elektrodách. Směrnice kalibrační přímky je větší a těsnost lineárního proložení je lepší na klasické CPE než na GCPE, přesto byly pro GCPE určeny několikanásobně menší hodnoty meze detekce a stanovitelnosti. Jsou tyto hodnoty reálné?
- Je evidentní, že kalibrace na obr. 53 a 54 nelze prokládat přímkou, závislosti jsou nelineární.
- V kap. 3.7 by bylo vhodné u reálného vzorku v tab. 2 uvádět deklarované množství místo skutečné množství. Je škoda, že autorka neuvedla k modelovým vzorkům a ke komerčnímu vzorku také příslušné grafy standardních přídavek pro výpočet koncentrace synefrinu.

Závěrem mohu konstatovat, že diplomantka Bc. Jana Netušilová splnila hlavní úkoly zadání diplomové práce a tuto pro elektrochemika zajímavou diplomovou práci s netradičním analytem doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

**v e l m i d o b ř e.**

