Posudek oponenta na diplomovou práci Bc. Ondřeje Peterky s názvem

HPLC A STANOVENÍ AMINŮ

Cílem této diplomové práce bylo vypracování analytické metody pro identifikaci vybraných aminů, které mohou být použity jako senzibilizátory výbušnin. Nejprve byla provedena literární rešerše pro stanovení aminolátek kapalinovou chromatografií s fluorescenčním detektorem, přičemž zvýšená pozornost byla věnována derivatizačním činidlům vhodným pro primární i sekundární aminy.

Poté byly v experimentální části prověřeny možnosti derivatizace aminů, zvolená metoda pak byla aplikována na reálně vzorky.

Během četby diplomové práce vyvstala řada nejasností. K práci mám následující připomínky, náměty pro diskuzi a dotazy:

- Tabulka 3: proč se pátý sloupec jmenuje „Stanovené množství", když to vypadá, že se jedná o údaje LOD?

- Kapitola 4.1: ne Merk, ale Merck.

- Kapitola 4.2: byly vážně otáčky 3 rpm? Řekl bych, že logicky spíš 3000 rpm. Dále by mohly být sjednoceny formáty jednotek pro rychlost míchání a odstřeďování (jednou rpm, podruhé otáčky/min).

- Zdá se mi, že množství vzorku dávkované na kolonu bylo příliš vysoké a mohlo dojít k přetěžování kolony. 20 µl se obvykle dávkuje na kolony dlouhé 250 mm s plně porézními částicemi. Použitá kolona Kinetex Evo je pouze 150 mm dlouhá a obsahuje povrchově porézní částice. Byly zkoušeny i nižší dávkované objemy?

- Kapitola 4.3.1: proč je přidáván hexan jako extrakční činidlo, co se jím extrahuje? Je uvedeno, že byla dávkována vodná fáze. Je možné, že organické rozpouštědlo extrahovalo i část derivatizovaného aminu (jak také nasvědčuje Graf 2, kdy při menším množství přidaného rozpouštědla byly zjišťovány vyšší výtěžky)? Byla pro kontrolu provedena derivatizace bez následné extrakce organickým rozpouštědlem? Mohl tím být ovlivněn LOD?

- Jedná se o 9-(fluorenyl)ethylchloromravenčan nebo o 9-(fluorenyl)**m**ethylchloromravenčan?

- V kapitole 4.4.2 je zmínka o validaci naměřených dat. Chybí mi k tomu tabulka, případně postup, jak byla zmíněná validace provedena.

- Kapitola 4.6: uniká mi smysl věty „Dansyl chlorid neposkytuje oproti činidlu FMOC-Cl příliš vysoce fluoreskující deriváty, což umožňuje nastavení detektoru na citlivější hodnoty". Znamená to, že čím budou deriváty méně fluoreskovat, tím bude detekce citlivější?

- V Tabulce 5 je porovnání LOD pro jednotlivé postupy derivatizace. Mohl být vyšší LOD u postupu s FMOC-Cl způsoben také vyšším průtokem mobilní fáze při chromatografické analýze? Jak se mění u koncentračních detektorů velikost odezvy se změnou průtoku mobilní fáze?

- Proč byly jednotlivé postupy derivatizace porovnávány pouze na jednom aminu? Proč ne rovnou na testovací směsi? V další části se ukazuje, že metody pro jednotlivé derivatizované aminy mají různé LOD.

Rozsah diplomové práce je přiměřený, jsou splněny požadavky kladené na diplomové práce. Nicméně vzhledem k výše uvedeným nedostatkům a nejasnostem navrhuji stupeň hodnocení:

velmi dobře-m

Závěrečné stanovisko: **doporučuji k obhajobě**

V Pardubicích dne 29. května 2017

Ing. Tomáš Bajer, Ph.D.

Oponent diplomové práce