

Oponentský posudek disertační práce

Název: Využití potenciálových programů při průtokovém elektrochemickém stanovení biologicky aktivních organických látek

Autor: Mgr. Dmytro Bavor

Školitel: RNDr. Hana Dejmková, Ph.D.

Školitel-konzultant: Prof. RNDr. Jiří Zima, CSc.

Prof. RNDr. Jiří Barek, CSc.,

Předkládaná práce byla vypracována v doktorském studijním programu v oboru Analytická chemie na katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty Univerzity Karlovy. V disertační práci jsou zkoumány možnosti elektrochemických metod (pulzní amperometrie MPA-FIA a diferenční pulzní voltametrie s rychlým scanem FSDPV) pro stanovení přírodních a syntetických antioxidantů v průtokových systémech na pracovní elektrodě ze skelného uhlíku.

Pulzní amperometrie se jeví jako elegantní řešení pro vložení různých detekčních potenciálů během jednoho nástřiku analytu a tím i stanovení různých látek bez jejich předběžné separace. Tato možnost metody byla detailně prozkoumána v předložené práci a získané poznatky autor úspěšně použil pro vypracování metodiky společného stanovení antioxidantů (BHQ, PG a BHA) v žvýkáci gumě. Cenným je i to, že uvedená metodika byla porovnáвана s HPLC-ED a výsledky měření byly srovnatelné.

Druhá použitá metoda (FSDPV) dovoluje provést velmi rychlý voltametrický záznam (kolem 0,2 s) v časovém úseku, kdy se zóna vstříknutého analytu nachází v elektrolytické cele a koncentrace analytu je stabilní. Tato technika nevyžaduje zastavení proudu elektrolytu a tím rapidně zvyšuje možný počet měření za jednotku času. Rovněž i pro tuto metodu byla provedena optimalizace hlavních parametrů jako např. průtok, rychlost scanu, objem nástřiku, apod. Pro současnou analýzu několika látek byly zvoleny modelové roztoky kyseliny kávové a *p*-kumarinové, protože píky jejich oxidaci jsou vzájemně dostatečně vzdálené (asi 0,35 V). Vysoká rychlost scanu byla úspěšně využita i v HPLC systému, kde se DPV měření provádělo v ten okamžik, kdy roztok separované měřené látky zaplnil aktivní část elektrochemické cely. Výhodou tohoto postupu byla možnost detekovat látky se stejným retenčním časem, ale s rozdílnými potenciály oxidace. Metoda HPLC-FSDPV byla použita pro stanovení antioxidantů v osmi vzorcích extraktů čaje a pro srovnání byla provedena paralelní měření metodou HPLC-DAD.

Celá disertace byla vypracována pečlivě po stránce obsahové i formální. Text je doprovázen obrázky a statistickým zpracováním výsledků. Citace odborné literatury, vztahující se k tématu disertace, jsou dostatečné a zahrnují práce nejen z nejnovější doby, ale např. i z roku 1912 (cit. 81). Detaily všech experimentů a interpretace jejich výsledků jsou uvedené ve čtyřech příložených publikacích v prestižních elektrochemických časopisech.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

- V názvu práce jsou uvedeny „potenciálové programy“, ale žádný detailní (aspoň ukázkový) příklad takového programu, jsem nenašel. Představoval bych si popis každého kroku (děje) od nástřiku do vyhodnocení měření.

- str. 10, 2. odst.: „**potenciálního** průběhu...“ – má být „potenciálového ...“.

„**potenciálních** programů...“ – má být „potenciálových ...“.

- str. 11, 4. odst., c): „other parameter...“ – má být „other **parameters**...“.

- str. 17, 1. a 3. odst.: pro první použití zkratky by měl být uveden plný název.

- str. 21: ani v textu, ani na obrázku není uvedena koncentrace KCl v referenční elektrodě.

- str. 21, Fig. 4-1: nejsou chybové úsečky (jako na Fig. 4-2).

- str. 21, Fig. 4-1: zde a na dalších stránkách – neměly by se vedle sebe používat jednotky „mmol L⁻¹“ a „M“.

- str. 23, Fig. 4-2: aby bylo možné korektně odečíst proud SA od proudu Ty, hydrodynamický voltamogram SA by se měl změřit do potenciálu +1,1 V (jak je to u jiných látek na Fig. 4-1).

- str. 24: jak se kompenzoval kapacitní proud, který by měl vznikat při vložení pulzu a vnášel by systematickou chybu v měření?

- str. 27, Tab. 4-1: „Slope **nA** mol⁻¹ L⁻¹“ - neměly by tam být „mA“, jako v Tab. 4-2?

- str. 30: rychlost scanu 5,0 V s⁻¹. V publikacích 1 a 4 je uvedena pro tuto rychlost nesmyslná šířka pulzu 100 ms, na str. 42 je zmínka, že minimální přístrojové vzorkování je 6 ms. Měly by být popsány parametry pulzu při použitých rychlostech.

- str. 31: zde a dále – „ml min⁻¹“; dříve bylo „mL min⁻¹“.

- str. 33, 1. odst.: „curve No. 4“ – není uvedeno číslo obrázku.

- str. 39 a Fig. 4-9: „SRA“ v textu, ale „SGA“ na Fig. 4-9 a v seznamu zkratk.

- str. 41, Fig. 4-11: „SRA“ v popisu obrázku a v Tab. 4-2, ale „SGA“ na obrázku.

- str. 41, popis Fig. 4-11: „antioxidant ...“ – má být „antioxidants ...“.

- str. 42, Tab. 4-2: „Slope mA mol⁻¹ L⁻¹“ – má být „Slope mA mol⁻¹ L⁻¹“.

- str. 43, 2. odst.: „affeic acid“ – má být „caffeic acid“.

- str. 45, 4. odst.: SA – není v seznamu zkratk.
- str. 46, poslední odst.: tvrzení „... obtain a complete voltammogram each 10 s“ je matoucí. Při rychlosti scanu 5 V s^{-1} , voltamogram v používaném rozsahu $\approx 1 \text{ V}$ získáme za $\approx 0,2 \text{ s}$. Nejspíše se má na mysli čas potřebný pro měření jednoho nástřiku analytu.

Zmíněné připomínky nejsou zásadního rázu a nikterak nesnižují vysokou úroveň práce. Disertační práce je svým vědeckým přínosem cenná, což potvrzuje zejména čtyři články publikované v recenzovaných prestižních světových časopisech.

Závěr:

Předložená disertace ukazuje, že autor prokázal tvůrčí schopnosti, má značné experimentální i teoretické zkušenosti s elektrochemickými metodami a s jejich využitím ve studiu biologicky důležitých látek. Jde o kvalitní práci přinášející nové výsledky, které mají podstatný význam pro elektroanalytickou chemii. Podle mého názoru, množství a kvalita nově získaných poznatků odpovídá požadavkům kladeným na Ph.D. disertaci v daném oboru. Z těchto důvodů ji doporučuji k obhajobě jako základ k získání titulu Ph.D.

V Praze dne 12. 08. 2017



Bohdan Josypčuk, Ph.D.
Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.
Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8
E-mail: josypcuk@jh-inst.cas.cz
Tel.: +420 266 053 895

