

Abstrakt

Tato bakalářská práce se věnuje spojení pulzní ampérometrické detekce (PAD) s injekční průtokovou analýzou (FIA) s cílem jejich využití pro detekci glukózy potažmo pak sacharidů v roztoku.

Pulzní ampérometrie je účinnou detekční metodou mnohých organických sloučenin při které, jak název napovídá, je na pracovní elektrodu vkládán sled tří či čtyř potenciálových pulzů. Jsou-li parametry pulzů vhodně zvolené, pak je možné eliminovat nechtěnou pasivaci pracovní elektrody v důsledku adsorpce (mezi)produktů oxidace alifatických sloučenin, která by vedla až ke zmenšení jejího aktivního povrchu. Cílem práce je ukázat, jaký vliv má změna hodnoty vkládaných potenciálových pulzů na výšky píků odpovídajících oxidaci glukózy v roztoku a zhodnotit jejich opakovatelnost. Jako pracovní elektrody porovnává zlatou elektrodu konvenční velikosti a zlatou mikroelektrodu.

Stanovení probíhalo v prostředí borátového pufru o $\text{pH} = 10$. V první řadě byly proměřeny cyklické voltamogramy roztoku glukózy s koncentrací $1 \cdot 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$ pro získání výchozích hodnot vkládaných pulzů. Následně byla pulzní ampérometrií v kombinaci s injekční průtokovou analýzou s tímto roztokem glukózy proměřena závislost výšek píků na jejich pořadí nástřiku pro různé hodnoty jednotlivých vkládaných pulzů.

Nejlepších a nejreprodukovatelnějších výsledků z proměřených kombinací potenciálových pulzů, které byly otestovány patnácti po sobě jdoucími nástřiky, bylo dosaženo na zlaté elektrodě s hodnotami $+0,4 \text{ V}$ pro detekční potenciál (E_1) s délkou vkládání 400 ms , s oxidačním potenciálem (E_2) $+1 \text{ V}$ vkládaným po dobu 200 ms a redukčním potenciálem (E_3) 0 V o délce 400 ms pro klasickou PAD se třemi vkládanými pulzy. Pro pulzní ampérometrickou detekci se čtyřmi potenciálovými pulzy (Q-PAD) byly jako ty se stabilní odezvou zvoleny hodnoty $+0,2 \text{ V}$ pro detekční potenciál (E_1) s délkou vkládání 400 ms , -2 V pro čistící potenciál (E_2) vkládaný po dobu 20 ms , pro aktivační potenciál (E_3) $+0,6 \text{ V}$ po dobu 10 ms a redukční potenciál (E_4) 0 V na dobu 70 ms . Měření na zlaté mikroelektrodě byly vyhodnoceny jako vhodné parametry potenciálů stejných jako pro zlatou elektrodu pro klasickou PAD a pro Q-PAD $+0,4 \text{ V}$ pro detekční potenciál (E_1) s délkou vkládání 400 ms , -2 V pro

čistící potenciál (E_2) vkládaný po dobu 20 ms, pro aktivační potenciál (E_3) +0,6 V po dobu 10 ms a redukční potenciál (E_4) 0 V na dobu 70 ms. Takto zvolenými pulzními programy byly proměřeny kalibrační závislosti v koncentračním rozmezí glukózy od $1 \cdot 10^{-2}$ mol dm^{-3} do $1 \cdot 10^{-5}$ mol dm^{-3} na konvenční zlaté elektrodě a od $1 \cdot 10^{-2}$ mol dm^{-3} do $1 \cdot 10^{-4}$ mol dm^{-3} na zlaté mikroelektrodě. Vzhledem k hodnotě směrnice obou pulzních metod proměřených na konvenční zlaté elektrodě a na mikroelektrodě bylo zjištěno, že Q-PAD se čtyřmi vkládanými potenciálovými pulzy je metodou citlivější na konvenční elektrodě, zatímco na mikroelektrodě je za citlivější vyhodnocena klasická třípotenciálová PAD.

Šum na mikroelektrodě, který byl neúměrný k výškám píků, dosti komplikoval stanovení v nižších koncentracích glukózy, a i přes veškerou snahu ho redukovat, nebylo dosaženo nižších limitů detekce a kvantifikace než na zlaté elektrodě. To je důvod, proč použití mikroelektrody k tomuto typu stanovení se nejeví jako příliš výhodné a pro lepší výsledky spjatými s nižšími LOD a LOQ a pohodlností měření lze doporučit spíše klasickou zlatou elektrodu.

