

Abstrakt

V této diplomové práci bylo optimalizováno stanovení nitrofenylhydrazinů pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie s elektrochemickou detekcí na duální tenkovrstvé elektrodě. K porovnání byla použita spektrofotometrická detekce. Tato metoda byla dále testována ke stanovení hydrazonu vzniklého reakcí 2,4-dinitrofenylhydrazinu (DNPH) s benzaldehydem jako zástupcem látek obsahujících karbonylovou skupinu.

Optimalizovanými parametry bylo pH vodné složky mobilní fáze a zejména potenciál vkládaný na pracovní elektrody. Z hydrodynamických voltamogramů bylo vybráno prostředí o pH 3 a pracovní potenciály +1,0 V a -1,0 V. Za těchto podmínek byla zkoumána opakovatelnost měření.

Byly také proměřeny koncentrační závislosti, ze kterých byly určeny meze detekce. Mez detekce byla určena z výšky píku jak v anodické, tak v katodické oblasti. Pro 2-nitrofenylhydrazin (2-NPH) byly tyto meze $9,5 \cdot 10^{-8}$ mol/L a $6,2 \cdot 10^{-7}$ mol/L. Pro 2,4-dinitrofenylhydrazin pak $2,1 \cdot 10^{-8}$ mol/L a $1,8 \cdot 10^{-7}$ mol/L.

K výrobě hydrazonu byl použit jen DNPH, který měl lepší odezvu v katodické oblasti, a byl smíchán s benzaldehydem. Bylo zkoumáno elektrochemické chování vzniklého benzaldehyd-2,4-dinitrofenylhydrazonu v prostředí o pH 3. Z hydrodynamického voltamogramu byl vybrán pracovní potenciál -1,0 V. Dále byla zkoumána kvantitativnost reakce; bylo zjištěno, že ke správnému průběhu reakce je potřeba nejméně dvojnásobné koncentrace DNPH než benzaldehydu.