

ANALÝZA SYNTETICKÝCH POTRAVINÁŘSKÝCH BARVIV S VYUŽITÍM METODY DISPERZNÍ KAPALINOVÉ MIKROEXTRAKCE

Diplomová práce Bc. Lucie Špačkové je zaměřena na vypracování metody pro izolaci a stanovení šesti syntetických potravinářských barviv ve vzorcích cukrovinek pomocí disperzní kapalinové mikroextrakce a kapalinové chromatografie. Pro analýzy byly zvoleny barvy běžně používané v potravinářském průmyslu a to dvě azobarviva, tři trifenylmethanová barviva a jedno barvivo chinolinového typu. Barviva byla extrahována směsí 2-propanolu a dichlormethanu, přičemž podmínky extrakce (množství rozpouštědel, pH a přídavek soli) byly optimalizovány s použitím centrálního kompozitního návrhu experimentu. Odezvy ve formě ploch píků stanovených kapalinovou chromatografií v systému s obrácenými fázemi s použitím nitrilové kolony byly vyhodnoceny analýzou odezvové plochy. Na základě optimalizované metody byla provedena kvantitativní analýza obsahu barviv ve vzorcích vybraných cukrovinek.

Předkládaná diplomová práce podává v přiměřeném rozsahu teoretický popis důvodů používání syntetických barviv v potravinářství, charakteristiku stanovovaných barviv a základy extrakčních a analytických technik pro jejich stanovení. K teoretické části psané konzistentní formou s minimem překlepů mám některé formální a věcné připomínky:

- Na některých místech se objevují gramatické prohřešky, zejména shoda předmětu s přísudkem (str. 12, „barviva mohou být získány“, str. 15, „množství složek je závislý“ apod.).
- Na str. 13 a dále u popisu názvu barviv je chybně uvedena zkratka Cl, namísto správné zkratky C.I. (Colour Index). Bylo by také vhodné uvést C.I. číslování barviv.
- Na str. 36 je uveden nepřesný termín „rozměrově vylučovací chromatografie“. Autorka má pravděpodobně na mysli chromatografii sterické vyluky, což je vhodnější český ekvivalent anglického *Size-exclusion chromatography*.
- V teoretické části, jinak pěkně zpracované, bych uvítal detailnější zhodnocení doposud publikovaných postupů analýzy potravinářských barviv – z tohoto pohledu je jedna tabulka (tabulka 9 na str. 38) poměrně málo.

V experimentální části diplomantka výstižně popisuje vybavení a postupy použité při vypracování práce. K této části bych vznesl pouze dvě poznámky, vhodnějším termínem označení instrumentace pro kapalinovou chromatografii je čerpadlo místo „pumpa“ (str. 41). Závažnějším prohřeškem jsou chybějící rozměry kolony pro kapalinovou chromatografii. Rozměry kolony nejsou uvedeny ani ve výsledkové části.

V následující části výsledků a diskuse se diplomantka věnuje komentáři k provedeným experimentům. Tato část je opět psána s minimem překlepů, ovšem obsahuje některé věcné nedostatky, ke kterým bych se rád vyjádřil:

- Na str. 45 a 46, tabulka 14, nejsou uvedeny reálné ekvivalenty kódovaných hodnot. Ty lze nalézt až o několik stránek dále, což ovšem znesnadňuje orientaci ve výsledcích. Nelogické řazení kapitol je patrné i z dalšího textu, kdy podkapitola věnovaná kapalinové

chromatografii následuje až za optimalizací extrakce, při jejímž provádění byla ovšem separace kapalinovou chromatografií používána.

- Některé pasáže kapitoly výsledků a diskuse jsou zbytečným opakováním experimentální části (viz. str. 47, 2. odstavec, str. 48 a 49 nahoře).
- Na str. 49 je uvedeno, že plochy píků byly normalizovány, bez další konkretizace, jak byla normalizace provedena. Rovněž naměřená data jsem v práci nenalezl.
- Obr. 13 na str. 50 a obr. 17 na str. 53 jsou nečitelné.
- Optimalizace extrakce metodou analýzy odezvové plochy je velmi vhodný způsob jak určit vlivy jednotlivých parametrů extrakce. Přesto bych u prezentovaných výsledků očekával také rovnici regresní plochy a tabulku s regresními parametry. Také by na tomto místě byla vhodná diskuse, zda jsou všechny vlivy (a tím i všechny parametry) statisticky významné a zda nedochází k jejich vzájemným interakcím.
- Str. 55, obr. 18, čím je způsoben šum v první polovině záznamu?
- Na str. 57, v podkapitole 4.6.1 má být uveden odkaz na tabulku 19 a ne 16.
- V diskusní ani experimentální části jsem nenalezl navážky vzorků lentilek a žele. Proto je obtížné posoudit, zda jsou obsahy vzorků v relaci k provedeným kalibracím, kde koncentrace kalibračních roztoků jsou v $\mu\text{g}/\text{ml}$ a koncentrace ve vzorích v $\mu\text{g}/\text{g}$.


Do diskuse bych dále rád vznesl některé dotazy:

- U optimalizace extrakce prováděné metodou centrálního kompozitního návrhu jsou posuzovány čtyři parametry. Nebylo by vhodné zařadit do návrhu také zpracování vzorku ultrazvukem?
- Jaký byl mrtvý objem použité kolony a neeluovaly barviva vzhledem k jejich iontovému charakteru v mrtvém objemu?
- Čím si diplomantka vysvětluje velkou odchylku u posledního bodu kalibrace na obr. II/3 v příloze u barviva E104 a na obr. II/5 pro E131?

Závěrem mohu konstatovat, že i přes výše uvedené připomínky věcného a formálního charakteru bylo zadání diplomové práce splněno. S přihlédnutím k výše uvedeným nedostatkům hodnotím práci známkou

velmi dobře

V Pardubicích dne 30. května 2013



Ing. Petr Česla, Ph.D.