

## Posudek oponenta diplomové práce

**DIPLOMOVÁ PRÁCE:** Stanovení vybraných látek v dětské výživě.

**DIPLOMANT:** Bc. Veronika Škrnová

**OPONENT:** Ing. Blanka Švecová, Ph.D.

Předkládaná diplomová práce Veroniky Škrnové se zabývá stanovením obsahu kyseliny askorbové, redukujících sacharidů a sušiny ve 24 vzorcích dětské výživy. Stanovení těchto ukazatelů je provedeno vždy dvěma metodami, které jsou navzájem porovnány. Práce je členěna podle obvyklých zvyklostí a splňuje většinu formálních požadavků. Bohužel, celkový dojem z práce dosti snižuje nedbalé typografické zpracování, značný počet překlepů a dalších chyb. Velice často je v práci na konci řádku uvedeno číslo a jednotka je až na řádku následujícím, což je chyba, která by se v diplomové práci rozhodně objevit neměla. Stylisticky také není práce propracována na příliš dobré úrovni, zejména pak kapitola 1.4 (Metody stanovení) je sepsána velmi neobratně. Volbu příkladů stanovení kyseliny askorbové pomocí HPLC (odkazy 30-32) považuji za špatnou. Kapitola 1.5.4 (Kontrola kvality kojenecké výživy) považuji vzhledem k zadání za hrubě nedostatečnou; a naopak kapitola 1.6 (Konzervace ovoce a zeleniny) mi příliš nezapadá do kontextu.

Z mého pohledu závažný nedostatek představuje seznam použité literatury (nevhodně pojmenovaný jako „Zdroje“), na můj vkus obsahuje příliš mnoho internetových odkazů (20 z 53), za druhé je značně odbytý, téměř každý odkaz je uveden jinak a pouze několik málo odkazů odpovídá citační normě; odkazy 8 a 21, stejně jako 11 a 30 jsou identické a odkazy na normy v textu práce (50-54) neodpovídají seznamu literatury (54 v seznamu chybí). V kapitole 1.3 (Kapalinová chromatografie) studentka cituje nepříliš vhodné odkazy (zejm. 17 a 19); odkaz 21, který se objevuje v kapitole o detekci v LC pak nemá s tímto tématem vůbec nic společného.

Z dalších chyb, které se po pečlivější kontrole nemusely v práci objevit, uvádím následující příklady: zkratka „ED detektor“ je špatně a některé zkratky v seznamu chybí (MPA, PTFE, RTG); překlad anotace do angličtiny není příliš zdařilý; rozměry chromatografické kolony jsou uvedeny ve špatných jednotkách v tabulce 6 i v legendě k chromatogramům; grafy 5 a 11 jsou pojmenovány stejně; v grafu 8 chybí jednotky a stejně jako v grafu 10 by měla být legenda psána velkými písmeny; v příloze E chybí jednotky koncentrace; v textu DP nikde není uveden odkaz na chromatogramy v příloze F2 a G, stejně tak k testování degradace roztoku standardu kyseliny askorbové taktéž není nikde nic uvedeno; ukázkové chromatogramy jsou příliš brzy ukončeny, takto může snadno dojít k nesprávné integraci plochy píku, atd.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

- (1) Vzhledem k nedostatečnému výčtu chemických a fyzikálních parametrů, které se stanovují při kontrole kvality konzervářských polotovarů prosím jejich o nastudování k obhajobě.
- (2) Proč myslíte, že papírová chromatografie je „časově velmi náročná“ (str. 25)?
- (3) Co to jsou mikrodiskové a mikrobandové elektrody? Vysvětlete.
- (4) K chromatografické analýze mám několik dotazů, mimo jiné i vzhledem k tomu, že kapitola 3.1.1.1 (Optimalizace chromatografických podmínek) obsahuje pouze výčet testovaných parametrů a nikoliv příhodný komentář, na základě čeho byly vybrány příslušné podmínky jako optimální.  
Proč byla použita mobilní fáze o pH 3, když v teoretické části uvádíte jako nejvhodnější pH 2?  
Proč jsou uvedeny dvě vlnové délky detekce, když kyselinu askorbovou vyhodnocujete při  $\lambda = 254 \text{ nm}$ ? V příloze F1 máte UV spektrum kyseliny askorbové, o kterém tvrdíte, že dosahuje maxima při  $\lambda = 254 \text{ nm}$ , na obrázku je ale maximum při  $\lambda = 245 \text{ nm}$ . Kde je chyba?  
Může diplomatka vysvětlit, proč kolísá retenční čas kyseliny askorbové mezi 7,1-7,3 min.?
- (5) V experimentální části se objevují pojmy: sacharidy, cukry a redukující sacharidy. Titračně stanovujete „redukující cukry“, gravimetricky „sacharidy“ a pak je porovnáváte navzájem. Můžete upřesnit, co tedy vlastně stanovujete?
- (6) Podkapitola „Vliv extrakčního činidla“ je nevhodně zařazena mezi analýzu vzorků. Proč nebyla uvedena na místě, které se logicky nabízí, totiž u optimalizace chromatografických podmínek? Proč diplomantka nikde v práci neuvádí, že testovala stabilitu roztoku kyseliny askorbové po sedmi dnech? Proč byla vybrána jako nejvhodnější extrakční činidlo právě 3 % kyselina metafosforečná?
- (7) Chybové úsečky u některých grafů, stejně tak jako hodnoty RSD v tabulkách, jsou v některých případech tak extrémně nízké (grafy 5, 6, 7, 11, 12; tabulka E2), že to až odporuje obvyklým analytickým odchylkám. Upřímně řečeno pochybuji, že i zkušený laborant by byl schopen dosáhnout až takové výjimečné přesnosti, jako je prezentováno v této práci. Může diplomantka u obhajoby přesně popsat, jak při výpočtu postupovala a zda hodnoty v grafech představují SD či RSD?  
Celkově vzato mi připadá, že chybové úsečky ve většině grafů neodpovídají příslušným odchylkám uvedeným v tabulkách v příloze. Jak je možné, že když hodnoty RSD u stanovení obsahu cukrů u přesnídávek se pohybují v rozmezí cca 0,5 - 1,5 %, a např. hodnoty u přesnídávek (spektrofotometrická metoda) se pohybují v podobném rozmezí, tak v prvním případě jsou chybové úsečky zřetelné (graf 13) a druhém případě (graf 7) nikoliv?
- (8) Můžete vysvětlit, proč se domníváte, že „vzhledem k většímu počtu kroků před vlastním měřením by lepších výsledků mělo být dosaženo metodou HPLC-UV“ (str. 54)?
- (9) Diplomantka v práci stanovuje úbytek kyseliny askorbové po uplynutí 24h a 48h od otevření výrobku. Hodnoty jsou uvedeny v grafech, ale nejsou nikde komentovány. K obhajobě by bylo příhodné připravit tabulky či grafy vyjadřující např. procentuální úbytek kyseliny askorbové ve sledovaném čase a komentovat zda se tento úbytek mění u jednotlivých analyzovaných vzorků nebo jestli zůstává víceméně konstantní.

(10) Tabulky 8 a 9 obsahují špatné hodnoty. Uvedené naměřené hodnoty obsahu cukrů u přesnídávek jsou identické, obsah cukrů u šťáv (podle výrobce) zase neodpovídá tabulce 5. Deklarovaný obsah vitamínu C u kojeneckých šťáv (tabulka 5) neodpovídá tabulkám v přílohách C a D. Podobně, hodnoty v grafu 8, který porovnává výsledky získané pomocí HPLC a spektrofotometrického stanovení neodpovídají hodnotám v grafech 3 a 7.

Do obhajoby práce požaduji provedení opravy v DP – nahrazení listů s chybnými tabulkami a grafy se správnými hodnotami.

Závěrem konstatuji, že zadání diplomové práce bylo splněno, a pokud bude provedena náprava, kterou požaduji v bodě (10), pak tuto diplomovou práci budu moci doporučit k obhajobě. Tuto diplomovou práci hodnotím jako velmi slabou a známku

**dobře**

V Pardubicích dne 27. 5. 2014

Ing. Blanka Švecová, Ph.D.

*Blanka Švecová*