

Posudek na Diplomovou práci

Autorka: Bc. Kateřina Hordějčuková
Název: Analýza reziduí v organických barvivech

Předložená diplomová práce se zabývá stanovením *p*-kresidinu ve dvou vzorcích barviv. Práce je přehledně členěna a podává v teoretické části ucelený přehled celé problematiky. V teoretické části bych vytkl, že se diplomantka příliš podrobně věnovala HPLC. Spíše by bylo vhodnější uvést podrobněji aplikační část týkající se vlastního stanovení. V této části naprosto postrádám část, která by se věnovala stanovení *p*-kresidinu, což bylo hlavním tématem předkládané práce. Již v minulém století byly publikovány práce na stanovení *p*-kresidinu v barvivech pomocí HPLC.

Podle směrnice č. 9/2012 Univerzity Pardubice kapitola úvod nemá mít číslo 1, jak je v této práci, ale buď je bez čísla, nebo má číslo 0.

V experimentální části je popis uspořádání a pracovní postup analýzy. Na str. 46 a 51 je uvedeno, že byly používány 2 kolony s různou velikostí částic (5 a 7 μm). Nikde jsem nenašel žádný komentář, který by vysvětloval, jaká kolona byla dále používána a z jakého důvodu. **Jaká kolona byla používána a proč?** Dále je tu poměrně podrobně popsáno provedení extrakcí a zpracování extraktů. Na str. 80 v kapitolách 3.5.7 až 3.5.9 je uvedeno, že byl vzorek zpracován podle postupu 1 (viz. 3.5.2), ale v kapitole 3.5.2 je uveden postup 2. **Co je tedy pravda?**

Dále bych zmínil některé nedostatky, které vyplynuly pravděpodobně i z nezkušenosti autorky se zpracováváním naměřených dat:

- str. 31 – postrádám literární zdroje
- od str. 34 po str. 58 jsou v textu špatně odkazovány všechny obrázky (všude v textu je uvedeno číslo o 1 nižší, než odpovídá skutečnosti)
- str. 39 obr. 38 – mají být kyselé vodíky nahrazeny sodnými ionty, jak vyplývá z názvu na str. 38. Totéž platí pro produkt zmydelnění na str. 42.
- str. 44 kap. 2.12.4 říká, že výroba barviva je popsána v předchozí kapitole (což je 2.12.3), ale tam nic o výrobě není
- str. 48 tab. 7 – Jako označení vzorků zde jsou uvedeny české názvy, ale v dalším textu jsou používány anglické ekvivalenty. **Z jakého důvodu?**
- str. 54 tab. 8: obvykle se % uvádějí na 2 desetinná místa. Má být hodnota 70,68%. Chybí zde odchylka u průměru ze tří hodnot. Byl připraven standard o koncentraci 10 $\mu\text{g}/2\text{ ml}$ a stanovená hodnota je 8,864 $\mu\text{g}/2\text{ ml}$. Odchylka téměř 12 % u standardu je poměrně vysoká.
- str. 55 tab. 9 chybí údaj o počtu opakování, stejně jako v tab. 10 na str. 57. V obou tabulkách byl proveden přepočít na ztráty při odpařování extraktu, ale poměr hodnot nevyhází 70%, jak je uvedeno v tabulce. Považoval bych za vhodné, upravit formát všech čísel v těchto tabulkách na stejný počet desetinných míst.
- str. 56 obr. 46 a na dalších stranách a v přílohách na obr. 47, I, II, III a IV by bylo vhodnější vynést hodnoty po přepočtu na 100%
- str. 59 – v závěru postrádám zhodnocení výsledků, je zde pouze výčet provedených experimentů
- str. 66 tab. VI chybí navážky vzorků
- tab. 5 (str. 38) a tab. 6 (str. 43) nemají hlavičku. Předpokládám, že první sloupec jsou synonyma a druhý výrobci.
- V textu nejsou vůbec citovány obrázky 23, 25, 37 a 44. V tom případě by tam vůbec nemusely být.

- kapitola 4.5.2. je prakticky doslovnou kopií kapitoly 4.5.1 kromě názvu barviva a čísel. Bylo by vhodné popsat výsledky vlastními slovy. V textu nejsou okomentovány výsledky získané postupem 5, které jsou velmi odlišné pro obě barviva. **Čím si posluchačka vysvětluje tyto rozdíly?** Při obhajobě doložit chromatogramy z měření postupem 5 pro barvivo C. I. Direct Green 26, které by bylo vhodné uvést i v příloze diplomové práce.

Za zásadní nedostatek předložené práce považuji nezjištění extrakční účinnosti při zpracování vzorku. Bez tohoto kroku nelze uvádět výsledek v mg/kg vzorku, když není známo, kolik % *p*-kresidinu se vyextrahuje.

Nepovažuji za vhodné dělat kalibrační závislost ze 14 bodů v rozsahu koncentrace 0,1 – 55 µg/ 2 ml. Bohatě by stačilo udělat 5 bodů. Postrádám zde validaci kalibrační závislosti, bez níž nelze určit, zda podle ní lze kvantifikovat výsledky. V práci chybí limit kvantifikace (LOQ) a limit detekce (LOD).

Za nevhodné považuji kvantifikaci výsledků z kalibrační závislosti, která byla naměřena pomocí standardních roztoků. Správnější by bylo připravit kalibrační roztoky a podrobit je stejnému extrakčnímu postupu jako v případě vzorků včetně odpařování rozpouštědla. Tímto by se vyřešil problém s extrakční účinností i ztrátou stanovované látky v průběhu odpařování.

Na obr. 44, V – XII by legenda na ose x měla být retenční čas [min]. Vhodnější by bylo na těchto obrázcích mít zobrazenou integraci a retenční čas píku.

V tabulkách II – XXXV považuji za nevhodně zvolenou přesnost udávání čísel. V jednom sloupci jsou uvedeny s přesností na µg, ale průměr je uváděn s přesností na mg. Doporučoval bych všude používat s přesností na 0,1 mg včetně odchylky.

V průběhu obhajoby očekávám zodpovězení tučně zvýrazněných pasáží v posudku výše.

Diplomantka **splnila** zadání své práce, a vzhledem k výše uvedeným připomínkám ji hodnotím známkou

- v e l m i d o b ř e -

V Pardubicích 31. května 2016

Ing. Aleš Eisner Ph.D.