Posudek oponenta diplomové práce

Bc. Simona Zapletalová

Pokročilá elektrochemická studie chování přírodního alkaloidu synefrin na uhlíkové pastové elektrodě

Předložená diplomová práce se věnuje podrobnější elektrochemické studii a dalším možnostem stanovení alkaloidu synefrin v modelových a reálných vzorcích s využitím uhlíkové pastové elektrody. Autorka navazovala na předchozí diplomovou práci J. Netušilové „Elektrochemické chování přírodního alkaloidu synefrin a jeho možné stanovení na uhlíkových pastových elektrodách" a jak lze zjistit po přečtení experimentální části, zásadním způsobem rozvíjí dosud získané poznatky. Úvodní část uzavírá stručný přehled instrumentálních metod ke stanovení synefrinu a příbuzných látek a jejich elektrochemické chování. V praktické části autorka podrobně sleduje vliv experimentálních podmínek (pH, rychlost polarizace, složení základního elektrolytu) na oxidační signály synefrinu na uhlíkové pastové elektrodě pomocí cyklické voltametrie. Pozornost byla dále věnována nově zjištěnému oxidačnímu signálu synefrinu v zásaditém prostředí a jeho využití pro detekci diferenční pulzní a square wave voltametrií. Závěrem byly provedeny analýzy modelových vzorků, komerčního preparátu Synefrin a nealkoholického nápoje Curaçao Bleu.

Diplomová práce je sepsána přehledně a jasně, autorka se však v teoretické a experimentální části nevyhnula značnému množství překlepů, nepřesností a stylistických chyb, které mohly být odstraněny pečlivější korekturou, např. (tučně jsou označeny dotazy pro diskuzi):

- Souhrn a jeho anglický překlad by měl stručně shrnout obsah práce několika větami, a ne rozsahem přes půl strany suplovat úvod.
- Seznam zkratek: správně je *diferenční pulzní voltametrie*, *reverzní fáze kapalinové chromatografie* má být zřejmě kapalinová chromatografie s obrácenými (reverzními) fázemi, **co znamená termín *pseudo-uhlíková elektroda*?**
- **Proč je součástí úvodu rozsáhlý historický přehled o uhlíkových pastových elektrodách, který s tématem práce až tolik nesouvisí, a synefrinu je věnován pouze krátký odstavec o třech větách? Nevidím žádný důvod zde uvádět kopii titulní strany středoškolské práce o CPE (obr. 1).**
- str. 15, 1. odst.: „... spojují je však dráhy prekurzorů aminokyselin.".
- Označení polohy substituce na benzenovém jádře se píše kurzívou.
- str. 21, 2. odst.: „...jsou složeniny mnohem více polární, než alkaloid efedrin.".
- str. 25, 1. odst.: „... poměr užitečného proudu ku zbytkovému ...".
- str. 26, 2. odst.: věta „Použitelná i pro výzkum vlivu některých interferencí na signál efedrinu, jako např. kyseliny askorbové, močoviny a glukózy [36]." nemá smysl.
- str. 37: mezery v chemickém vzorci tetraboritanu.
- str. 38: amplituda pulzu místo *potenciál pulsu*, chybějící údaj o rychlosti polarizace (skenu) u diferenční pulzní voltametrie.

- str. 40, 4. odst.: slovní spojení „komerčního spalovače“ není vhodné.

Výsledky některých experimentů, zejména studium elektrochemického chování synefrinu v prostředí pufrů o různém pH a rychlostech polarizace jsou zajímavé, ale bohužel nejsou podrobněji diskutovány. Další poznámky k práci a dotazy jsou uvedeny níže:

- obr. 27-36: poznámka v legendách je pro čtenáře matoucí, část informací se pořád opakuje, na zbytek se odkazuje poznámkou – stačilo by podrobně vše uvést v legendě obr. 26 a v následujících obrázcích se na ni odkázat.
- Vzhledem k použití barevných symbolů v některých grafech by bylo vhodnější černobílé záznamy cyklické voltametrie rozlišit barevně pro větší přehlednost.
- str. 47: obr. 34 místo obr. 44.
- **Může diplomantka komentovat závislosti na obr. 35, 40 a 41 a rozdíly v cyklických voltamogramech synefrinu pro různá pH? V textu práce se o nich nic nedozvíme.**
- obr. 49 a dále: chybějící značky na osách znesnadňují odečet hodnot.
- str. 58: ve vzorci pro výpočet meze detekce by se mělo objevit jiné označení směrodatné odchylky než zkratka SMODCH (název funkce v Excelu).
- **str. 59: špatný výpočet mezí detekce a stanovitelnosti pro square wave voltametrii. Je chybně dosazená hodnota koncentrace $1{,}5 \cdot 10^{-6}$ mol l^{-1} místo $1 \cdot 10^{-6}$ mol l^{-1}, jak je uvedeno na str. 57. Vychází tak vyšší hodnoty než pro diferenční pulzní voltametrii.**

str. 60, část 3.3.1: jakým způsobem by tenzidy podpořily akumulaci analytu na povrch uhlíkové pastové elektrody?

str. 62, tabulka 1: může diplomantka nějak vysvětlit obrovský rozptyl hodnot výtěžností stanovení synefrinu (až 35 %)?

str. 67, tabulka 3: lze nějak diskutovat velké rozdíly v nalezeném množství synefrinu při opakovaných analýzách vzorku curaçaa?

Výhrady mám k předpokládanému mechanismu oxidace synefrinu, prezentovaného v závěru práce na str. 68 a obr. 63. Nebyl zvolen vhodný příklad: samotný fenol je příliš obecná struktura, která redoxní děje synefrinu může vysvětlit pouze částečně. Vhodnější by bylo vycházet z *para*-substituovaného fenolu, kdy elektrochemickou oxidací v neutrálním prostředí vzniká substituovaný katechol, který je výrazně elektroaktivní (J. Electroanal. Chem. 655 (2011) 9-16). Dále je zřejmé, že další redoxní děje budou spojeny s oxidací hydroxo skupiny v postranním řetězci synefrinu: pík B nezávisí na pH a podobné elektrochemické chování vykazuje efedrin (citace [39]), který je svou strukturou synefrinu přeci jen bližší než fenol.

Závěrem mohu konstatovat, že diplomantka Bc. Simona Zapletalová splnila zadání diplomové práce, diplomovou práci se zajímavým analytem doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

v e l m i d o b ř e.

V Pardubicích 30. května 2017

Ing. Radovan Metelka, Ph.D.