

STANOVENÍ LINALOOLU V PIVU S VYUŽITÍM MODERNÍCH MIKROEXTRAKČNÍCH TECHNIK

Cílem předložené diplomové práce bylo prověřit možnosti stanovení linaloolu v pivech za účelem rozlišení piv klasických a piv chmelených za studena. Práce je zaměřena hlavně na optimalizaci podmínek extrakce linaloolu metodami mikroextrakce tuhou fází (SPME) a mikroextrakce jednou kapkou (SDME). Získané extrakty byly rozseparovány pomocí plynové chromatografie s plamenově-ionizačním detektorem. Diplomová práce je po experimentální i obsahové stránce přiměřeně rozsáhlá.

V teoretické části diplomantka zpracovala rešerši týkající se výroby piva, složení profilu těkavých látek obsažených v pivu se zaměřením na linalool, dále jednotlivých modifikací SPME a SDME a jejich využití pro stanovení těkavých složek potravin. Rešerše je přehledná a srozumitelná s dostatečným výčtem citací odborné literatury.

V praktické části diplomantka prezentuje nejprve výsledky optimalizace mikroextrakce těkavých sloučenin a dále také obsah linaloolu ve čtrnácti vzorcích piv. U obou extrakčních metod byly optimalizovány parametry objem vzorku pro extrakci, extrakční čas a intenzita míchání vzorku. Optimální podmínky extrakce byly aplikovány pro extrakci linaloolu ze vzorků piv. Obsah linaloolu v jednotlivých vzorcích byl vyhodnocen metodou standardního přídávku.

K práci mám následující připomínky, náměty pro diskuzi a dotazy:

- V práci se ojediněle vyskytují chyby a překlepy, někdy ale na místech, kde to významně ztěžuje pochopení textu či principu metodiky, např. str. 36, druhý odstavec: Dvojný vazby a hydroxylová skupina znemožňují další úpravu linaloolu, včetně derivatizace atd... domnívám se, že právě umožňují chemickou transformaci; dále na str. 39, obr. 14 – šipka označující org. rozpouštědlo je nesprávně umístěna a ukazuje na místo, kde se nachází parní prostor.
- Str. 39: použití kapalinové chromatografie je při vhodném uspořádání možné i pro vzorky s objemem nižším než 5 μ l.
- Str. 50: při použití SPME by volba desorpční teploty podle teploty varu nejméně těkavého analytu byla v mnoha případech obtížná, ne-li nemožná. Není to ani nutné, např. některé monoterpenoidy mají teploty varu okolo 230 $^{\circ}$ C a lze je desorbovat i při nižších teplotách, seskviterpeny s body varu vyššími než 250 $^{\circ}$ C lze desorbovat i při 200 $^{\circ}$ C. Stejně jako teplota extrakce HS-SPME nemusí být nad teplotou varu analytu (a běžně není), tak i teplota desorpce může být nižší.
- Str. 66 a 67, optimalizace extrakcí: vzhledem ke skupenství vzorku se optimalizace extrakcí nabízí provést přímo se vzorkem piva (případně směsným vzorkem nebo obohaceným vzorkem) a ne pouze na roztoku standardu. Vzhledem k finálnímu vyhodnocení obsahu linaloolu pomocí metody standardního přídávku (nevhodnost externí kalibrace kvůli maticovému efektu) vyvstává otázka, zda výsledky optimalizací nemohly být tímto ovlivněny. Pravděpodobně byl také zbytečně proveden velký počet experimentů při optimalizaci SDME, neboť bylo zjištěno, že extrakce linaloolu kapkou p-xylenu z reálné matrice piva není vhodná vzhledem k působení matrice na kapku.

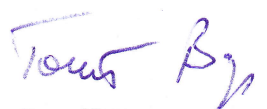
- Str. 71: jak si vysvětlujete, že kalibrace pomocí přímého nástřiku standardního roztoku má nižší hodnotu spolehlivosti než kalibrace sestavená z naměřených hodnot po extrakci linaloolu pomocí SPME a SDME? Dále se neshodují koncentrace kalibračních roztoků v tabulce 11 a v grafech na obr. 31 a 32.
- Str. 73, obr. 34, 35: doba extrakce 25 minut a intenzita míchání 450 ot/min jsou z hlediska plochy píku linaloolu nejvhodnější podmínky SDME. Proč tedy byly zvoleny podmínky 40 minut při 350 ot/min?
- Str. 75, poslední věta: „Nevýhodou vyšších objemů (asi vzorku) byla vyšší spotřeba chemikálií, horší uspořádání i menší účinnost extrakcí.“ Jedná se o SPME – jak je tady myšlena ta vyšší spotřeba chemikálií? A také horší uspořádání (vždyť SPME probíhá pořád ve stejné nádobce)? U tohoto experimentu také není uvedena doba extrakce.
- Str. 76: vyhodnocení doby a intenzity míchání vzorku piva při SPME – proč nebyly dodrženy původně vyhodnocené podmínky, tj. doba 60 minut a intenzita míchání 1000 ot/min? Tvzení, že změna účinnosti extrakce od doby 30 minut není významná, není pravdivé – na *obrázku II. 20* je vidět zřetelný rozdíl mezi extrakční dobou 30 a 60 minut při intenzitě míchání 1000 ot/min (plocha píku linaloolu se zvýšila z cca 2300 na cca 2800 jednotek). Plocha píku linaloolu při následně zvolených podmínkách (30 minut, 600 ot/min) je nižší (cca 2400 jednotek) než u původně zvolených (cca 2800 jednotek).
- Str. 80 a 82, obrázky 44 a 45: lze nějak vysvětlit rozdíly v obsahu linaloolu (graf na obr. 45) mezi pivy Bakalář – za studena chmelený a Bakalář – nealkoholický, když v grafu na obr. 44 má pík linaloolu v chromatogramech extraktů téměř stejnou plochu? Podobně je tomu u piv Primátor – Premium a Primátor – IPA. Na druhou stranu není pozorován příliš velký rozdíl v obsahu linaloolu u piv Bakalář – nealkoholický a Krušovice – ležák za studena chmelený, ale plocha píku linaloolu je u Krušovic cca dvakrát vyšší než u Bakaláře.

Rozsah diplomové práce je přiměřený, formální úroveň práce je velmi dobrá. Po odborné stránce se vyskytují některé výše popsané nedostatky, hlavně z důvodu nezkušenosti diplomantky s danou tematikou. Předložená práce i přes uvedené nedostatky splňuje požadavky kladené na diplomové práce.

Navržený stupeň hodnocení: ~ C ~

Závěrečné stanovisko: **doporučuji k obhajobě**

V Pardubicích dne 17. května 2018


Ing. Tomáš Bajer, Ph.D.

Oponent diplomové práce