

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Evy PINKASOVÉ

„Stanovení glykolů a jiných alkoholů pomocí GC-MS“

Úkolem diplomantky bylo zpracovat literární rešerši zaměřenou na analýzu glykolu a jiných vícesytných alkoholů metodou plynové chromatografie (GC), a to s důrazem na způsoby derivatizace uvedených sloučenin potřebných pro jejich stanovení metodou GC. Úkolem experimentální části bylo optimalizovat metodu GC-MS pro stanovení glykolů s cílem nalézt dostatečně citlivou metodu a prověřit možnosti využití různých způsobů ionizace (EI nebo CI) pro stanovení cílových sloučenin.

V teoretické části jsou popsány základní charakteristiky jednotlivých vícesytných alkoholů a jejich výroba a použití. Pozornost je věnována i metodám stanovení jednotlivých látek studovaných v této práci. Zvláštní kapitoly jsou věnovány plynové chromatografii a derivatizačním metodám používaným při GC.

V praktické části diplomantka provedla optimalizaci a validaci metody GC-MS analýzy studovaných alkoholů po jejich předchozí derivatizaci. Pro tento účel byly zkoušeny derivatizační postupy založené na acylaci a silylaci. Vhodnější metodu, tj. v tomto případě acylaci, následně prověřila prostřednictvím analýzy modelových vzorků.

Práce má dostatečný rozsah, avšak její členění není úplně dle zvyklostí – kapitoly 1-4 by měly být pouze součástí hlavní kapitoly „1 Teoretická část“, kapitola „Výsledky“ by se měla jmenovat „Výsledky a diskuze“. Z celé práce je patrná značná nezkušenost autorky se psaním odborného textu takového rozsahu. Mezi nejčastější chyby patří nevhodně, místy zcela náhodně, umístěné čárky ve větách, opakující se názvy kapitol (např. kap. 6.1.1 a 6.2.1), duplicitní názvy tabulek (např. tab. 2 a 3 nebo tab. 4 a 5), často i chybějící názvy obrázků (např. obr. 1, 2, 3 nebo 6), chybné slovesné tvary, chybné psaní velkých písmen (malé na začátku věty nebo naopak velké uprostřed) nebo dokonce pravopisné chyby. Rovněž citace použité literatury nemají úplně jednotný formát. Navíc citace umístěné v textu by měly být součástí věty, tj. jejich umístění až za větu je chybné.

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

- Str. 14 – Druhý a třetí odstavec úvodu jsou spíš souhrnem než úvodem do dané problematiky.
- Str. 15 – „snadno vytvářejí estery, acetáty...“ – Jaký je rozdíl mezi esterem a acetátem?
- Str. 18 – Proč se TEG používá jako součást nemrznoucích směsí při bodu tuhnutí, jak je zde uvedeno?
- Kapitola 1.3 – Tato kapitola je věnována toxicitě, ale až na jednu výjimku zde chybí jakákoli toxikologická data, jako např. LD₅₀ nebo toxicita pro životní prostředí.
- Str. 24 – Mohla by diplomantka nastínit rozdíly mezi kapilárními kolonami konvenčními, widebore (megabore) a narrowbore? Zkratky WCOT a PLOT chybí v seznamu zkratk.
- Kapitola 2.1.2 – Celá tato kapitola je formulována poněkud nepřesným a často matoucím způsobem. Nabízí se zde hned několik otázek:
 1. Opravdu je FID univerzálním detektorem pro GC?
 2. Patří detektor elektronového záhytu k detektorům spektrálním, jak plyne z textu?
 3. Je správně kvadrupólový detektor nebo kvadrupólový analyzátor?
- Str. 27 – Co představují písmena R a X v rovnici (5) a dalších? Chybí vysvětlení.

- Co jsou „protonové kyseliny“ uvedené nad rovnicí (6)?
- Str. 28 dole – Jaký je správný název pro „uhlohydráty“?
- Kapitola 4.7 – Jde o chybný název kapitoly. Stanoveny mohou být pouze složky nemrznoucí kapaliny. To stejné platí i pro kapitolu 6.3.
- Kapitola 5.3.1 – Je správně název acetylace nebo acylace (viz kapitola 3.2)?
- Kapitoly 5.3.1 a 5.3.2 - Chybí informace o objemu dávkovaném do GC.
- Kapitola 5.4 – Zde je chybné pořadí citace tabulek, kdy tab. 2 a 3 jsou citovány před tab. 1.
- Tab. 4 a 5 – Chybí jednotky u molekulové hmotnosti.
- Str. 46 – Jakým způsobem byly vyhodnocovány hodnoty LOQ?
- Str. 48 – Čím si diplomantka vysvětluje nízkou míru validity metody a jak by se to dalo zlepšit?
- Str. 49 – I graf je obrázek. Mělo by tedy jít o Obrázek 11 a ne o Graf 1 – platí pro všechny grafy.
- Tabulka 11 – Upřesňující informace by měly být přímo pod tabulkou a ne na konci stránky.
- Str. 53 – Z obr. 11 lze usoudit, že lepším rozpouštědlem je acetonitril (1), zatímco u obr. 12 to je aceton. Jak to lze vysvětlit?
- Čím si diplomantka vysvětluje horší citlivost silylace ve srovnání s acylací? Není tento závěr ovlivněn tím, že byly v práci testovány příliš vysoké koncentrace analytů – přes 200 µg/ml?
- Tab. 16 – Co představují čísla v tabulce, jde o plochy píků? Co představuje roztok s terčíkem?
- Závěr – Co mohlo způsobit, že víčko nemuselo být pokaždé pořádně utaženo a látka se tak mohla odpařit? Nejde spíš o problém zručnosti operátora?
- Závěr – Odůvodnění, že bylo třeba se na přístrojích prostrídat, je zcela nepatřičné a do odborné práce nepatří.
- Přílohy – Proložení většiny kalibračních závislostí se jeví poněkud odvážné. Co by mohlo být hlavními příčinami takovýchto odchylek od linearity?

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší užitečné poznatky z oblasti analýzy glykolu a dalších vícesytných alkoholů metodou plynové chromatografie po derivatizaci. Její stavba je logická a s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků. Je jen velká škoda, že si diplomantka nedala větší práci s jazykovou a stylistickou úpravou dokumentu.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Bc. Evy PINKASOVÉ** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a navrhuji hodnocení:

– E –

V Pardubicích dne 25. května 2018


doc. Ing. Martin ADAM, Ph.D.

Oponent diplomové práce