Posudek oponenta diplomové práce

Izotachoforetické stanovenie denatónia

Bc. Erika Čillíková

Předložená diplomová práce v rozsahu pouhých 51 stran (!) hraničně splňuje požadavky na vypracování závěrečných prací na Univerzitě Pardubice (Směrnice č. 7/2019). V úvodu autorka shrnuje problematiku denaturování lihu různými denaturačními činidly a blíže představuje nejrozšířenější denaturační činidlo denatonium benzoát (Bitrex). Dále jsou uvedeny jeho základní fyzikálně-chemické a toxikologické vlastnosti a průmyslové použití včetně výroby. V experimentální části diplomantka optimalizovala izotachoforetické stanovení denatonium benzoátu a určovala jeho obsah ve vzorku denaturovaného lihu.

Požadavky kladené na diplomové práce splňuje prakticky pouze teorie, která je přehledně zpracovaná se zajímavými informacemi o denaturaci lihu, nicméně některé kapitoly se téměř opakují, viz kap. 1.3 a kap. 1.4.6 o použití. Autorka dále uvádí přehled různých analytických metod pro stanovení denatonium benzoátu. V této části jsou jednotlivá stanovení rozdělena do zvláštních kapitol, které ale mají stejný název (viz nadpisy kap. 1.5.4 až 1.5.6). Stejné instrumentální metody (GC, HPLC atd.) by měly být seskupeny do jednoho celku a jednotlivá stanovení pak uvedena jako příslušné podkapitoly s různým nadpisem.

Velmi chabá je formální úprava textu práce. Chybí číslování některých podkapitol, což zhoršuje přehlednost textu. Zvlášť je to patrné v kapitole 3 Výsledky a diskuze, která je členěna velmi nepřehledně. Nadpis tabulky 1 je na jedné straně, celá tabulka pak na druhé. Chybějí mezery mezi slovy a velmi často se objevují překlepy. Kapitola Experimentální část začíná v dolní části stránky. Příprava roztoků mohla být shrnuta v jednom odstavci. Tabulka 3 je rozdělená přes dvě strany. V grafu 1 chybí značky hodnot na obou osách. Diplomantka nahodile píše velká a malá písmena na začátku slov v tabulkách atd.

Autorka naprosto nezvládla vytváření seznamu odborných zdrojů a jejich citování v textu práce. Odkazy [39] – [46] se týkají většinou denaturace proteinů (což vůbec nesouvisí s tématem práce!) a nejsou v textu citovány. Proč je tedy diplomantka uvádí v Seznamu použité literatury?! Dále citace [8] a [9] jsou duplicitní, stejně tak jako [20] a [21], kdy se liší pouze datem citování! U citace [29] není uveden odborný časopis, u citací [31] a [41] zase autoři.

Další připomínky a dotazy jsou uvedeny níže:

- Chybí jednotky koncentrace v kap. 2.6.
- V kap. 2.8 diplomantka píše, že „…boli pridané 2 ml roztoku denatónium benzoátu o koncentrácii 500 μg/ml (tj. celkom 25 mg DB)“. Prostým výpočtem vychází množství DB 1 mg a ne 25 mg, jak je uvedeno.
- Uváděná hodnota pK_a denatonium benzoátu 4,05 je zřejmě pK_a konjugované kyseliny, které se označuje jako pK_aH. V odkazu [2] autoři hodnotu pK_a této látky neuvádí.
- Bohužel všechny izotachoforeogramy jsou v elektronické verzi diplomové práce vloženy v malém rozlišení a nelze porovnávat záznamy mezi sebou (čísla na osách jsou nečitelná).
- Co může představovat neznámé zóny N na izotachoforeogramech?
- Proč byla naměřena pouze dvě opakování jednotlivých bodů kalibrace? Takto získaná data nelze věrohodně statisticky vyhodnotit. Přitom reálné vzorky byly měřeny opakovaně.
- Pokud se obsah analytu vyhodnocuje metodou standardního přídavku, tak výsledná závislost není kalibrační přímka, ale graf standardního přídavku (tabulka 5 na str. 38). Ten se konstruuje pro více standardních přídavků, pro jeden přídavek stačí výpočet. Proměnná *x* v tabulce 5 má být v mg/l, ne v ml.
- Některé kalibrační přímky měly relativně vyšší úsek. Byla testována významnost tohoto úseku pro výpočet obsahu denatonium benzoátu metodou standardního přídavku? Pokud je úsek statisticky významný, nelze metodu standardního přídavku použít. To by vysvětlovalo i vyšší výtěžnost v tabulce 8.

- Opravdu byla délka zóny měřena na tři nebo čtyři desetinná místa, tzn. až na desetitisícinu sekundy (tabulka 10 na str. 41)?
- Při analýze reálného vzorku (kap. 3.6 na str. 40) je sice napsáno, že byl proměřený několikrát, ale nikde v textu nejsou naměřené hodnoty uvedeny.
- Není jasné, jaký vzorek vlastně diplomantka analyzovala na str. 38 metodou kalibrace a standardního přídavku. Je to modelový vzorek denatonium benzoátu nebo reálný vzorek denaturovaného lihu, který byl ale analyzován také v kap. 3.6 na str. 40?
- Jakým způsobem se zjišťuje relativní hořkost látek?

Závěrem konstatuji, že studentka Bc. Erika Čillíková splnila zadání diplomové práce pouze v nejmenší nutné míře a doporučuji ji k obhajobě s velkými výhradami. Vzhledem k některým závažným nedostatkům při zpracování diplomové práce ji hodnotím stupněm

- E -

V Pardubicích, 29. května 2022 Ing. Radovan Metelka, Ph.D.