

## Posudek oponenta diplomové práce

Jméno a příjmení uchazeče/ky: Dominika Giampaglia

Název práce: Stanovení kreatininu pomocí pulsní amperometrie

### A. Bodové hodnocení jednotlivých aspektů práce (označte právě jednu z možností)

1. Rozsah DP a její členění	
	A - přiměřené, odpovídají charakteru DP a významu jednotlivých částí
x	B - nevyrovnané, členění není logické nebo rozsah jednotlivých částí nekoresponduje s jejich významem
	C - uspokojivé, rozsah některých částí nedostačuje
	<b>N - nedostatečné</b>

2. Odborná správnost	
	A - výborná, bez závažnějších připomínek
	B - velmi dobrá, s ojedinělými drobnými závadami (nejasnost výkladu, chyby ve vzorcích nebo chemických názvech, nedokonalý popis metod nebo výsledků)
x	C - uspokojivá, s četnějšími drobnými závadami
	<b>N - nevyhovující, s hrubými chybami</b>

3. Uvedení použitých literárních a j. zdrojů	
	A - bez připomínek, všechny převzaté údaje s citací zdroje, celkový počet citací odpovídá charakteru práce
x	B - uspokojivé, s občasnými neobratnostmi zejm. v umístění odkazů, nebo s celkově nižším počtem citací
	C - s vážnějšími závadami, např. převažují "nestandardní" odkazy na učebnice, přednášky, webové stránky, nebo se ojediněle vyskytuje opominutí odkazu na zdroj převzatých dat
	<b>N - nevyhovující, velmi málo citací, ev. rysy plagiátu (časté opomíjení odkazu na zdroj převzatých dat, popř. opsání velkých částí textu)</b>

4. Jazyk práce	
	A - výborný, práce je napsána čtivě a srozumitelně, bez závažnějších gramatických n. pravopisných chyb
x	B - velmi dobrý, ojedinělé stylistické neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby
	C - uspokojivý, četnější slohové neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby, ojediněle se vyskytují obtížně srozumitelné n. nejednoznačné formulace
	<b>N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami</b>

5. Formální a grafická úroveň práce	
	A - výborná, bez překlepů a chyb ve formátování
x	B - velmi dobrá, ojedinělé chyby formátu citací, překlepy, chybějící zkratky apod.
	C - uspokojivá, s ojedinělými většími (např. vynechání stránky) nebo četnějšími drobnými chybami
	<b>N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami</b>

Případný slovní komentář k bodům 1. až 5.:

Práce je sepsána v celkovém rozsahu 40 stran, 14 obrázků, 7 tabulek a 53 citací. Je sepsána poměrně čtivým jazykem s přijatelným množstvím překlepů a stylistických neobratností, citelnější jsou nedostatky týkající se odborné správnosti textu včetně chybějícího či nepřesného uvedení některých experimentálních podmínek a postupů..

- 1) Úvod, který jinak vhodně pokrývá studovanou tematiku, vykazuje některé nedostatky které snižují jeho čtivost a informační hodnotu:
  - není uveden chemický princip vzniku kreatininu z kreatinu, reakce by si zasloužila popsání pomocí strukturních vzorců,
  - totéž platí pro reakci kreatininu s kyselinou pikrovou, na které je založena kolorimetrická Jaffé metoda pro stanovení kreatininu v moči a byla použita pro tento účel na externím pracovišti jako porovnávací metoda k vyvinuté HPLC-PAD metodě,
  - není více rozvedena část týkající se elektrochemických metod pro detekci kreatininu,
  - obsah kapitoly 2.1.1. “Chemické a fyzikální vlastnosti kreatininu” neodpovídá názvu,
  - poslední odstavec na straně 15 a první na straně 16 poskytují opakující se informace k principu pulsní amperometrické detekce.
  
- 2) Práce vykazuje řadu terminologických nedostatků, nepřesných, nesprávných či chybějících odborných vyjádření a údajů, např.:
  - str. 3/ř. 6: “Stanovení probíhalo v zásaditém prostředí borátového pufru s roztokem kreatininu a koncentraci  $1 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ ”,
  - str. 14/ř. –6: ...”karboxylové uhlíkové trubičky”,
  - opakované použití “koncentrace roztoku” místo koncentrace kreatininu v roztoku (např. str. 18, ř. 10),
  - opakované použití výrazu “znečištění elektrody” pro poměr signálu na čerstvě aktivované elektrodě a elektrodě po opakovaném měření,
  - meze detekce a stanovitelnosti jsou pro FIA-PAD a HPLC-PAD stanovení kreatininu uvedeny až v závěru práce (str. 36), bez uvedení postupu, jak byly určeny,
  - zpracování výsledků z HPLC-PAD postrádá pro studované analyty základní chromatografické charakteristiky retence a separace.
  
- 3) Po formální stránce lze uvést následující pochybení a doporučení:
  - v zobrazených amperogramech (obr. 1-7) a chromatogramech (obr. 10, 13-14) by bylo vhodnější uvést proud vyneseny na ose y v jednotce  $\mu\text{A}$ . Kalibrační závislosti (obr. 8-9, 11-12) – osa y by měla reflektovat výšku píku  $I_p$ , nikoliv proud  $I$ ,
  - tab. 7 nemá vhodně volené sloupce a řádky,
  - obr. 8 a 9 jsou částečné duplikáty, obdobně obr. 11 a 12, u obr. 11 a 12 chybně uvedena jednotka osy x,
  - nevhodná forma odkazů na citace v textu [3][5-6],
  - občasné překlepy (např. str. 13, ř. -1: “.., přičemž mez detekce dosahuje hodnoty  $3,9 \cdot 10^5 \text{ mol.l}^{-1}$ ).

## B. Obhajoba

### Dotazy k obhajobě

- 1) Z které originální práce byly přejaty podmínky pro pulsní amperometrickou detekci kreatininu? V DP je citován přehledný článek [40] – Islam M.A. et al., Anal. Chim. Acta **2019**, 1052, 10, ve kterém ale konkrétní parametry uvedeny nejsou.
- 2) Str. 25-26, kap. 4.3.: „Vliv změny pH borátového pufru na měření“: Jaké jsou acidobazické vlastnosti kreatininu a mohou mít vliv na změnu výšky signálu při změně pH borátového pufru v rozmezí pH = 8 až pH = 10? Co je v tabulce 4 míněno hodnotami ve sloupci nadepsaném „Snížení signálu“?
- 3) Jak ovlivňuje vzdálenost elektroda – výstup z kolony ve wall-jet uspořádání velikost signálu kreatininu? Je v použitém detektoru zajištěna konstantní vzdálenost?
- 4) Amperometrická detekce ve spojení s FIA je často komplikována signálem, který se objevuje při nástřiku roztoku bez rozpuštěného analytu a který interferuje se signálem analytu. Tento signál lze minimalizovat, pokud je analyt při optimalizaci měření rozpuštěn či ředěn přímo v nosném elektrolytu, jak tomu zřejmě bylo i v této práci (nejasné údaje v kap. 3.4.1. „Příprava zásobního roztoku“). Komplikoval tento signál detekci kreatininu při použitém experimentálním uspořádání a parametrech PAD?
- 5) Jaká může být frekvence dávkování ve FIA-PAD a které parametry ovlivňují šířku amperogramů? V práci jsem nenašla průtokovou rychlost nosného elektrolytu.
- 6) Jak byla získána směrodatná odchylka pro stanovení kreatininu ve vzorku moči metodou HPLC-PAD? Proč nemohl být proveden Studentův t-test pro určení shody výsledků získaných metodou HPLC-PAD a Jaffé metodou?

Stanovisko k opravě chyb v práci:

opravný lístek/oprava v textu **JE** / ~~**NENÍ**~~ (zakroužkujte) podmínkou přijetí práce

Do opravného lístku doplnit chybějící experimentální údaje (průtoková rychlost pro FIA a HPLC, metodu výpočtu limitu detekce a stanovitelnosti).

## C. Celkový návrh

Práci doporučuji k přijetí k dalšímu řízení: **ANO** / ~~**NE**~~

Navrhovaná celková klasifikace: Chvalitebně

Datum vypracování posudku: 31.8. 2021

Jméno a příjmení, podpis oponenta : doc. RNDr. Karolina Schwarzová, Ph.D.