

Posudek oponenta bakalářské práce

Jméno a příjmení uchazeče/ky : **Markéta Krejčová**

Název práce: **Optimalizace elektrochemického stanovení aminoderivátů polycyklických aromatických uhlovodíků pomocí chemometrických metod**

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

1. Rozsah BP a její členění	
x	A - přiměřené, odpovídají charakteru BP a významu jednotlivých částí
	B - nevyrovnané, členění není logické n. rozsah jednotlivých částí nekoresponduje s jejich významem
	C - uspokojivé, rozsah některých částí nedostačuje
	N - nedostatečné

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

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
	N - nevyhovující, velmi málo citací, ev. rysy plagiátu (časté opomíjení odkazu na zdroj převzatých dat, popř. opsání velkých částí textu)

4. Jazyk práce	
x	A - výborný, práce je napsána čtivě a srozumitelně, bez závažnějších gramatických n. pravopisných chyb
	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
	N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami

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

Případný slovní komentář k bodům 1. až 5. :

Předložená práce je tématicky velmi zajímavá, rozsáhlá a je velmi zdařená po formální, grafické a stylistické stránce (bod 4, 5 výše). Výsledky jsou přehledně sepsány s menšími nedostatky v popisu experimentálních podmínek, nicméně diskuze výsledků je minimální. Práce také vykazuje drobné nedostatky v citování literárních zdrojů. Abstrakt a závěr práce nevystihují dostatečně její obsah a dosažené výsledky.

1) Drobné výtky k bodu 4 a 5:

- a) Literatura: V názvech článků nejednotně střídány varianty všechna počáteční písmena malá a všechna počáteční písmena velká. Citace 21: Název článku je německy, tj. podstatná jména musí začínat velkým písmenem.
- b) Str. 18: Pro 2-aminonaftalen a 2-nitroanilin uvedena stejná zkratka 2-AN.
- c) Str. 39: Chybně očíslována tabulka 3.10 (správně 3.12).

2) Bod 3, uvedení literárních a jiných zdrojů: Mnohé citace jsou nereprezentativní či chybné.

Příklady: str. 11-12: citace na detekci stopových množství APAH:

Cit. 13 – fluorescenční detekce NPAH po redukci na APAH, nikoliv přímá detekce APAH.

Cit. 14 – elektrochemická detekce APAH, spektrofotometrická detekce pouze okrajově bez jakékoliv optimalizace.

Cit. 15 – stanovení pomocí HPLC – citován článek z roku 1983.

Cit. 16 – stanovení pomocí CE – citován článek, kde byla prováděna CE na čipu.

Cit. 18 – stanovením APAH se vůbec nezabývá, navíc formulace v BP na str. 12 nahoře “Užitečnou alternativou pro stanovení těchto látek (tj. APAH) jsou elektroanalytické metody, diferenční pulzní polarografie,” je zavádějící.

Cit. 19 – citovaná práce 19 je věnována BDD elektrodě, nikoliv uhlíkové pastové elektrodě.

Cit. 20 – ve spojení se současným stavem je citována práce z roku 1984.

3) Název práce neodpovídá příliš tématu, jelikož:

- a) Chemometrickými metodami byla optimalizována HPLC separace, nikoliv elektrochemické stanovení.
- b) Z deseti studovaných aminoderivátů čtyři nepatří mezi deriváty polycyklických aromatických uhlovodíků.

B. Obhajoba

Dotazy k obhajobě

1) Upřesnění experimentálních podmínek:

- a) Pro HPLC-ED není uvedena vzdálenost výstup z kapiláry-detektor. Jakou hraje přesné nastavení vzdálenosti roli pro opakovatelnost výšky/plochy píků ve Vaší práci?
- b) Zásobní roztoky studovaných aminoderivátů byly připraveny v acetonitrilu (str. 20), další roztoky byly dle popisu připraveny ředěním směsí methanolu a deionizované vody. V kapitole 3. Výsledky a diskuze je však jako matrice uváděna pouze směs methanolu s deionizovanou vodou 1:1. Byl tedy v dávkovaných vzorcích obsažen i acetonitril a v jakém maximálním množství?
- c) Jak byly připraveny vzorky říční vody pro přímou kalibraci?
- d) V experimentální části ani jinde nemáte žádné údaje o opakování jednotlivých měření.

2) Výsledky a diskuze:

- a) Jak dlouho trvala jedna analýza včetně ořzení CPE a ustálení základní linie?
- b) Str. 23: Jak rozsáhlá byla série měření naplánovaná statistickým programem Minitab 16?
- c) Jaký je mechanismus oxidace aromatických aminů? Lze na základě struktury 2-nitroaniliu vysvětlit jeho vyšší oxidační potenciál (+1,4 V) v porovnání s ostatními studovanými látkami (str. 28, obr. 3.4)? Naopak, jaké vysvětlení máte pro nízký oxidační potenciál 2-aminoantracenu (+0,5 V)?
- d) Směrnice kalibrační závislosti pro matrice deionizovaná voda-methanol (1:1, v/v) a říční voda pro přímou kalibraci je pro spektrofotometrickou detekci podobná (tab. 3.6 a 3.8), pro elektrochemickou detekci (tab. 3.5 a 3.7) se liší až 4x (např. 2-NA). Pro většinu studovaných látek je směrnice pro matrici říční voda vyšší. Máte pro tento jev nějaké vysvětlení?
- e) Proč bylo pH matrice před SPE upraveno na hodnotu pH = 9? Jaké jsou hodnoty pKa studovaných aminů?
- f) Jak byl určen výtěžek extrakce? Jaká je nejistota hodnot výtěžků v tabulce 3.4 (str. 29)?
- g) Str. 38: Formulace "Meze detekce analytů zakoncentrované pomocí SPE.....odpovídají desetinásobnému zakoncentrování, jsou tedy desetinásobně nižší než meze stanovení těchto látek v říční vodě bez předchozí extrakce" nevystihuje skutečný stav – hodnoty LOD v tabulce 3.9 (str. 33) a 3.12 (str. 39, chybně uvedena jako 3.10) se vzhledem k povaze měření nemohou lišit přesně desetinásobkem, totéž platí pro směrnice.
- h) Porovnejte LOD dosažené ve Vaší BP po převedení na jednotky mol/l s dalšími studii, které se zabývaly HPLC-ED studovaných aminoderivátů aromatických uhlovodíků.

Stanovisko k opravě chyb v práci:

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

C. Celkový návrh

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

avrhovaná celková klasifikace: **VELMI DOBŘE**

Datum vypracování posudku: 6.6.2013

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