

Oponentský posudek diplomové práce

Heleny Pudilové

STANOVENÍ CHLOROAMFENIKOLU NA UHLÍKOVÝCH PASTOVÝCH ELEKTRODÁCH

Katedra analytické chemie, PŘF UK Praha

Obor: Klinická a toxikologická analýza

Předkládaná diplomová práce si klade za úkol vypracování nových elektrochemických metod stanovení chloramfenikolu (CAP), širokospektrého antibiotika ze skupiny amfenikolových antibiotik. K tomuto účelu byly v práci navrženy voltmetrické metody s indikační uhlíkovou pastovou elektrodou.

K práci bych měla několik drobných poznámek, komentářů či otázek:

Úvod (kapitola 1)

- 1) Na str. 15-16 je zmiňována potencionální karcinogenita CAP. Jak je tato látka klasifikována Mezinárodní agenturou pro výzkum rakoviny (IARC), která shromažďuje a průběžně doplňuje obširnou databázi chemických karcinogenů?
- 2) Str. 19: CAP je klasifikován jako „bílý, naředlý nebo žlutobílý prášek, který je tvořen jemnými krystalky, jehličkami nebo protáhlými destičkami“. Jedná se v tomto případě skutečně o chemicky čistou látku?
- 3) Str. 21, slovní spojení „detekcí na kapkové rtuťové elektrodě DC amperometrií lze určit množství CAP 1 ng“: Jedná se o DC amperometrii ve spojení s nějakou separační metodou? Detekční limit by bylo vhodnější vztahovat na objem či hmotnost, uváděná absolutní hodnota má omezenou výpovědní hodnotu.

Experimentální část (kapitola 2)

- 4) Str. 29: Byla nějakým způsobem zkontrolována kvalita používaného standardu CAP? V práci chybí údaj o jeho čistotě. Bylo by možné k tomuto účelu využít např. naměřené absorpční spektrum (obr. 3)?
- 5) Str. 33: Při měření byly použity dva typy potenciálového programu pro zaznamenání voltametrické křivky: Lineární nárůst potenciálu (DC voltametrie) a nárůst modulovaný napětíovými pulsy (DP voltametrie). Při popisu metodiky měření nejsou tyto dva přístupy

zohledněny, je uveden pouze jednotný údaj o rychlosti nárůstu potenciálu 20 mV s^{-1} a modulační amplituda -50 mV .

Výsledky a diskuse (kapitola 3 a 4)

6) Studium vlivu pH na DC a DP voltamogramy, obr. 5,6 a 13, 14:

a) V oblasti pH 2-12 byl vždy vyhodnocován jeden redukční pík, ačkoliv např. pro pH 4 je naznačen i druhý pík při negativnějším potenciálu. Jediná zmínka o průběhu redukce v práci, navíc nedoložená citací (str. 33) je: „Nitroskupina CAP se redukuje na aminoskupinu“. Je možné přiřadit vyhodnocovaný pík tomuto redukčnímu procesu v celém studovaném rozmezí pH? Dále na obrázcích není zřejmý výrazný posun potenciálu píků k negativnějším hodnotám s rostoucím pH, typický pro redukce nitroaromátů na rtuťových elektrodách. Existuje srovnatelná pH studie pro CAP na jiných typech elektrod, zmíněných v úvodu (str. 21-22)?

b) Lze rušivému vlivu kyslíku přičíst i signály předřazené redukci CAP při pH 2 (obr. 5), pH 12 (obr. 6)?

c) Proč nebyl jako pastovací kapalina vyzkoušen i trikresylfosfát, o němž je v úvodu zmíněno, že byl s úspěchem použit v jiných pracích „při řešení problému s kyslíkem“ (str. 28).

d) Popsaný způsob vyhodnocení píků pro DC voltametrii se mi vzhledem k sigmoidálnímu tvaru zaznamenaných křivek zdá nevhodný. Avizovaná minima po stranách píků použitá k proložení spojnice, od které byla vyhodnocena výška píku, jsou v některých případech shodná s konečným potenciálem měření, případně jsou již ovlivněna únikem základního elektrolytu. Bylo by vhodnější vyhodnotit výšku píku odečtením jeho proudové hodnoty od proudu základního elektrolytu, a obě křivky pro srovnání znázornit v obr. 5 a 6. Vzhledem k blízké poloze píků k úniku základního elektrolytu by bylo vhodné přehledně uvést i velikost potenciálového okna pro jednotlivé pH, obzvláště v inkriminované oblasti negativních potenciálů.

7) Koncentrační závislosti:

a) Jak je možno vysvětlit výrazný posun potenciálu píku CAP k pozitivnějším hodnotám se vzrůstající koncentrací v koncentračním rozmezí $(2-40) \cdot 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$? Potenciály píků příslušejícím krajním hodnotám koncentrace jsou cca -1000 a -650 mV (DC voltametrie, obr. 9 a 10) a -950 a -650 mV (DP voltametrie, obr. 17 a 18).

b) Uvedené směrnice kalibračních závislostí (pro DCV tab. 3, pro DPV tab. 5, pro DP AdSV tab. 6) řádově neodpovídají ani v jednom případě naměřeným datům!

- c) Jakým způsobem byla určována mez stanovitelnosti v tabulce 3, 5 a 6?
- 8) Adsorpční rozpouštěcí voltametrie
- a) Adsorpční krok byl kombinován s potenciálovým scanem metodou DC i DP voltametrie. Jak je možné, že ke zvýšení proudu píku docházelo jenom při zaznamenání křivky metodou DP voltametrie, když na typu scanu nezávislý adsorpční krok byl realizován identickým způsobem, a tudíž lze předpokládat, že docházelo k naadsorbování stejného množství analytu?
- b) Byla studována závislost výšky píku na době akumulace (obr. 11 a 19). Při jakém vloženém potenciálu byla prováděna tato měření? Byla studována i závislost výšky píku CAP na potenciálu akumulace? Je nutné si uvědomit, že k celkové době akumulace je nutno přičíst i čas (7 minut), kdy byl roztok probubláván dusíkem.
- c) Str. 48: Kapitola o stanovení metodou DP AdSV je zakončena větou: „... kalibrační závislosti jsou za těchto podmínek lineární a potenciál nezávisí na koncentraci“. Jaký potenciál má autorka na mysli?
- 9) Obecné poznámky
- a) Jaká byla opakovatelnost a reprodukovatelnost měření, např. srovnáme-li samostatně připravené pasty?


Shrnutí:

Práce je předkládána v celkovém rozsahu 55 stran, dále 20 obrázků, 6 tabulek a 35 bibliografických citací. Co se týče předkládaných výsledků, práce je sepsána srozumitelně a přehledně:

Práce je uvozena obšírným úvodem v celkovém rozsahu 28 stran, který je po obsahové stránce poměrně kvalitní a umožňuje méně zasvěcenému čtenáři bez problému proniknout do studované problematiky. Vlastní experimentální část není příliš obsáhlá, což je zřejmě dáno problémy, které přináší práce s pastovými elektrodami (např. problematické odstraňování kyslíku v oblasti negativních potenciálů, cvik potřebný k získání dobré opakovatelnosti záznamů). Zdá se mi, že dosažené výsledky neodpovídají očekávání, které bylo do práce vkládáno. Proto oceňuji srdatost, se kterou autorka v závěru práce přiznává, že polarografické metody jsou pro stanovení CAP vhodnější. Škoda, že na toto téma není připojena obsáhlejší diskuse, obzvláště když některé práce věnující se problematice polarografického a voltametrického stanovení CAP na jiných typech elektrod jsou citovány v úvodu.

Po formální stránce je práce zpracována kvalitně, stylisticky se ovšem autorka nevyvarovala slovních a větných spojení, které místy snižují čtivost textu. Práce také celkově působí poněkud nekonzistentně vzhledem k příliš širokým okrajům a nejednotnému stylu zarovnávání textu.

I přes výhrady, které jsem uvedla výše, se domnívám, že autorka prokázala schopnost samostatné práce, přičemž řádně citovala veškerou použitou literaturu. Podle mého názoru slečna Helena Pudilová splnila všechny předpoklady pro udělení magisterského titulu a navrhuji podstoupit její diplomovou práci dalšímu řízení.



.....
Mgr. Karolina Pecková
Katedra analytické chemie, UK PřF

V Praze, 17. 5. 2006

Posudek oponenta na diplomovou práci

Vážená kolegyně, vážený kolego,
na Katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty UK v Praze byla k obhajobě podána diplomová práce:

Autor: PUDILOVÁ HELENA

Název: STANOVENÍ CHLORAPFENIKOLU NA UHLÍKOVÝCH PASTOVÝCH

Studijní obor: KLINICKÁ A TOXIKOLOGICKÁ ELEKTROBÁCH
ANALÝZA

Dovolujeme si Vás požádat o vypracování recenzního posudku. Pokud nemůžete posudek vypracovat během dní, vraťte obratem práci zpět na Katedru analytické chemie. Vypracovaný a podepsaný posudek dodejte, prosím, osobně, poštou, či faxem na adresu: Katedra analytické chemie, Přírodovědecká fakulta UK, Hlavova 8, 128 40 Praha 2, Fax: 224913538. Případné dotazy na ☎ 221951236, E-mail: analchem@natur.cuni.cz..

Děkujeme Vám za spolupráci

Označte křížkem	nejhorší → nejlepší			
	D	C	B	A
Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění (jsou cíle práce jasně formulované a jsou dosažené výsledky vytčeným cílům odpovídající)			X	
Originalita práce (přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení)			X	
Přínos práce pro analytickou chemii (přináší zcela novou metodiku; výrazně vylepšuje dosavadní analytické postupy; je určitou variantou používaných analytických postupů; využívá standardních analytických metodik a postupů pro řešení problémů z jiných oborů)		X		
Forma členění práce (vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek)			X	
Zpracování úvodu k řešené problematice (informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury)				X
Zpracování experimentální části práce (kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik)			X	
Zpracování výsledků práce (způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů)			X	
Jazyk a stylistická úroveň práce		X		
Formální provedení práce (tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp.)				X
Celkové zhodnocení práce, A-D (mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky)			X	

Konkrétní otázky a připomínky k práci vypracujte, prosím, na zvláštní papír jako přílohu k tomuto dokumentu.

Posudek vypracoval (jméno a příjmení, datum)

17.5.2006