

Posudek na diplomovou práci Petry Taurkové
„Mineralizační metody pro speciální analýzu toxikologicky významných forem arsenu
v tkáních pomocí generování hydridů s kolekcí vymrazováním a atomovou absorpční
spektrometrií“

Předložená diplomová práce navazuje na širokou problematiku, řešenou na pracovišti Ústavu analytické chemie AV ČR, a to na stanovení chemických forem arsenu.

V úvodní a teoretické části jsou definovány cíle, popsán výskyt arsenu, jeho chemické formy, vlastnosti (i z toxikologického hlediska) a možnosti jejich stanovení technikou generování hydridů.

V experimentální části jsou kromě výčtu použitých chemikálií, přístrojů i pomocných zařízení popsány postupy přípravy vzorků k analýze a statistické zpracování naměřených dat.

V části „Výsledky a diskuse“ jsou uvedeny a kriticky diskutovány dosažené výsledky práce. Zajímavým vyústěním práce bylo rozdílné chování studovaných biologických vzorků DOLT 4 a kuřecích jater při zpracování vzorků. Při kyselém zpracování u DOLTu 4 nedocházelo ke změnám forem zatímco u kuřecích jater docházelo ke změnám u MAs a TMA₂SO, u zásaditého postupu naopak docházelo ke změnám u DOLTu 4 u DMA₂s a TMA₂SO na rozdíl od kuřecích jater, kde ke změnám forem nedocházelo. Autorka poukázala na možnost vysokého obsahu As-betainu v referenčním materiálu, který by mohl při zpracování vzorků přecházet na jiné formy a tím ovlivňovat jejich hladiny. Mohla by tu být i souvislost s vysokým přirozeným obsahem celkového arsenu v CRM DOLT 4 a velmi nízkým obsahem arsenu v drůbežích játrech.

V závěru jsou přehledně uvedeny hlavní výstupy práce z nichž vyplývá, že zadané cíle byly splněny a ukazují na další problémy, které by mohly být řešeny v budoucnu.

Práce obsahuje celkem 69 stran a 75 literárních odkazů ukazuje na pečlivou přípravu autorky. Tabulky i obrázky vhodně doplňují text.

K práci nemám zásadní připomínky, pouze několik poznámek a dotazů:

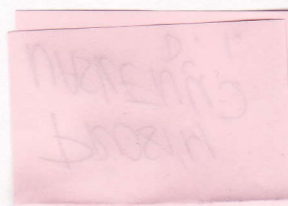
1. str. 8 – zkratky: psát do „zkratek“ *As - arsen* je nadbytečné (právě tak jako USA), spíš by měly být uvedeny názvy např. pro iAs MAs, DMA₂s apod. Výraz pK_a neoznačuje disociační konstantu kyseliny ale její záporný logaritmus.
2. str. 11, poslední odstavec – formulace: „v podzemní vodě, kde se nenachází kyslík“ – lépe „...kde jsou redukční podmínky“, případně „volný kyslík“
3. str. 12, tabulka 1.1 – čísla by měla být udávána podle českého způsobu bez desetinné čárky po tisících nebo milionech (anglosaské vyjadřování): např. 5. řádek od zdola – Bangladéš - <1-2,300 nebo <1-2 300?
4. str. 21, 3 ř.: co to jsou „protonizované substrátové specíe“?

5. str. 21. ř. 8.: formulace „je stanoveno, že hodnota pK_a ...bude větší“ – kdo to stanovil?
6. formulace „arsenitany jsou hned připraveny k převedení na arsany“ „sloučeniny... jsou ošetřené reduktantem“, „voda vyprchá“ jsou poněkud literární
7. str. 21, odst. 4 a další – ve výčtu literárních odkazů na L-cystein by mohla být citována podrobná práce B. Welze a M. Šucmanové, Analyst 118 (1993)1417
8. str. 25 aj.: pro přípravu vzorků pro speciální analýzu je vhodnější slovo „solubilizace“ než „mineralizace“, neboť organické (i další) formy by měly být zachovány beze změny.
9. str. 28 – příprava roztoků: Tris-pufr – rozpuštěn ve vodě? Zásobní roztoky: měly opravdu koncentrace přesně 1000 $\mu\text{g/l}$?
10. str. 29 – EDL – vlnová délka a štěrbina jsou parametry přístroje, ne výbojky
11. str. 30 – „analytické váhy“ s přesností 0,01g?
12. str. 34, ř. 3: ohřev U trubice byl kontinuální nebo stupňovitý?
13. str. 34, odst. 2: v textu by měla být zmínka, že multiatomizátor byl umístěn v optické dráze spektrometru.
14. str. 37, odst. 2: aritmetický průměr není odhadem „správné“ hodnoty (neukáže systematickou chybu).
15. str. 39, odst. 2: Homogenizace drůbežích jater – „...převedeno do ledem chlazené baňky, doplněno chlazenou vodou po rysku....“. Jaká byla objemová změna roztoku? (Odměrné baňky jsou kalibrovány většinou při 25⁰C). Byla testována homogenita vzorku (případně suspenze)?
16. str. 41, posl. odst. a str. 42 1 odst.: Výška píku TMA₂Onižší, což bylo způsobeno použitím L-cysteinu. TMA₂O se pomocí borohydridu redukuje ...na těžavý TMA₂S Co má tedy vliv? L-cystein nebo tetrahydrogenboritan?
17. str. 50, ř. 3: v poslední době je preferován výstižnější výraz „přídavek standardu“ oproti dřívějšímu „standardnímu přídavku“.
18. str. 50 a další: analýza CRM DOLT 4: postrádám složení tohoto CRM. Na konci práce je uvedena koncentrace celkového arsenu, nicméně obsahy jednotlivých forem chybí. Tvzení, že CRM DOLT 4 obsahuje převážně DMA₂S, případně TMA₂O (str. 52 a 58) je nepřesné. Bylo děláno stanovení celkového As a porovnáváno s certifikovanou hodnotou? Není k dispozici jiný referenční materiál, který má certifikované jednotlivé chemické formy?

Problematika stanovení jednotlivých chemických forem arsenu je v současné době velice aktuální a má velký význam pro nejrůznějších obory (potravinářství, životní prostředí, toxikologické aspekty).

Připomínky, poznámky a dotazy jsou spíše doplňujícího charakteru, veškeré cíle zadání byly splněny a proto doporučuji komisi, aby vzala tuto diplomovou práci jako podklad k obhajobě.

Navrhuji hodnocení práce „chvalitebné“.



V Praze dne 24.5.2010

Ing. Věra Spěváčková, CSc