

Oponentský posudek

Diplomant: **Martin Beneš**

Diplomová práce: **Stanovení konstant stability komplexů s nabitými cyklodextriny kapilární zónovou elektroforézou**

Interakce látky a selektoru je významná z mnoha praktických hledisek. Speciálně v kapilární zónové elektroforéze se hojně využívá interakce chirálních analytů s chirálními selektory (často cyklodextriny), které tak zprostředkují chirální separaci. Pro úplný popis systému je třeba znalost konstanty stability vznikajícího komplexu analyt-selektor (cyklodextrin) a jeho aktuální elektroforetická pohyblivost. Metodika stanovení těchto fyzikálně-chemických parametrů je dobře známa a v literatuře lze nalézt stanovené hodnoty pro různé kombinace analyt-selektor. Tyto studie jsou však často založeny pouze na základní teorii interakce analyt-selektor a nezohledňují komplexní experimentální podmínky, zejména vliv viskozity a iontové síly prostředí, ale také správné nastavení teploty, odečtu polohy nesymetrických píků apod. Diplomant Martin Beneš na tyto nedostatky ve své práci poukazuje, diskutuje jejich vliv a na konkrétním příkladu stanovení konstant stability dvou chirálních analytů s definovaným kladně nabitým cyklodextrinem ilustruje jejich řešení. Předkládaná práce tak významně přispívá k metodice stanovení konstant stability analyt-selektor a stává se důležitým podkladem pro každou experimentální studii v této oblasti. Vzhledem ke skutečnosti, že práce rovněž splňuje veškeré formální požadavky, plně doporučuji diplomovou práci Martina Beneše k obhajobě.

V Praze, dne 26.5.2010

Pavel Dubský

Hodnocení práce:

Práce obsahuje jen minimum překlepů či formálních chyb. Zejména oceňuji teoretický úvod, v němž diplomant prokázal dokonalou znalost studovaného problému. Jsou zde shrnuty všechny důležité aspekty a to velmi detailně, avšak zároveň přehledně a srozumitelně. Je jasně stanoven cíl práce a uvedené výsledky jsou v plné shodě s tímto cílem. Níže uvedené připomínky jsou spíše informativního charakteru a nijak nesnižují celkově vysokou úroveň práce.

- Formální připomínky:

- Veličina q je použita jednak pro náboj, jednak pro parametr v Onsagerově limitním vztahu v rozšířením modelu. Není vhodné používat totéž označení pro dvě různé veličiny v rámci jedné práce.
- t jako „čas nutný k protlačení nadávkované zóny markeru kapilárou...“: nabízí se označení t s vhodným indexem – zejména vzhledem k přítomnosti celé řady dalších indexovaných časových veličin.
- Rovnice (29) až (31) by bylo vhodnější zařadit bezprostředně za rovnici (7).
- V kapitole 2.3.1 (Struktura a vlastnosti cyklodextrinů) chybí citace.
- Rovnice (44) by byla přehlednější s použitím vhodné substituce za určitý integrál.
- (!) Z tabulky 2 není zřejmé, zda uvedené pH je měřená, nebo teoretická hodnota.
- (!) Práce je rozdělena na části Výsledky a Diskuse. V takovém případě je vhodné v části Výsledky uvést přehled dosažených výsledků (tabulky, grafy, experimentální záznamy) pouze s nezbytným komentářem, které jsou poté podrobně diskutovány v části Diskuse. V předložené práci je však většina výsledků diskutována již v části Výsledky, navíc s odkazem na data z tabulek 4 a 5, které jsou naopak zařazeny v části Diskuse. Bylo by proto vhodnější text logicky rozdělit do obou kapitol, nebo obě kapitoly sloučit v jednu, např. „Výsledky a diskuse“.

- Věcné připomínky

- Parametr a_2 v HVL funkci není „standardní odchylka Gaussova rozdělení“, ale odmocnina z rozptylu, tj. 2. Centrálního momentu vlastní HVL funkce (tedy zejména nikoli Gaussova rozdělení).
- Program PeakMaster neprovádí simulaci elektroforézy, ale výpočet (vlastních) mobilit píků v CZE systému.
- Není pravda, že (nutně) žádná ze systémových zón nemá pohyblivost rovnu nule (str. 19) – viz též dotazy.
- (!) Pro určení viskozity na základě Poiseullovy rovnice nezáleží na interakci markeru se selektorem (komentář k rovnici (40)) – viz též dotazy.
- (!) Obrázek 15 a odpovídající data v tabulce 4 by bylo vhodnější uvést s korekcí na viskozitu, aby tak bylo možné diskutovat vlastní vliv iontové síly.

Dotazy:

- 1) Zaujal mne přístup k měření viskozity pomocí Integrálu p.dt a nastavení teploty pomocí měření vodivosti:
 - a. Byl to Váš vlastní nápad, nebo jste se někde inspiroval?
 - b. Jaký by byl vliv korekce nestabilního tlaku uvedenou integrační metodou, pokud by tlak náhodně kolísal kolem v průměru konstantní hodnoty?
- 2) Vztah (11): Jaký je rozdíl mezi *maximem* a *středem* píku? Co je to těžiště píku – čím se vyznačuje?
- 3) Vztah (12): Jaký je význam funkce *erf(z)*? (pozn.: statistický význam, vztah ke Gaussovu rozdělení)
- 4) Znáte obecně systémy, ve kterých jsou pohyblivosti systémových zón (nebo alespoň jedné z nich) vždy právě nulové?
- 5) V čem spočívá nebezpečí interakce markeru se selektorem při:
 - a. Určování viskozity?
 - b. Určování konstant stability metodou ACE?
- 6) Proč nebylo prováděno nulování základní linie DAD?