

Posudek oponenta na diplomovou práci

Autor diplomové práce: **Bc. Michaela Bergerová**

Název diplomové práce: **Stanovení indikanu na uhlíkové pastové elektrodě a uhlíkové filmové kompozitní elektrodě**

Studijní obor: **Analytická chemie**

Označte křížkem (D je nejhorší A je nejlepší)	D	C	B	A
Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění <ul style="list-style-type: none"> ▪ jsou cíle práce jasně formulované a jsou dosažené výsledky vytčeným cílům odpovídající 				x
Originalita práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení 			x	
Přínos práce pro analytickou chemii <ul style="list-style-type: none"> ▪ 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 <ul style="list-style-type: none"> ▪ vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek 				x
Zpracování úvodu k řešení problematice <ul style="list-style-type: none"> ▪ informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury 		x		
Zpracování experimentální části práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik 			x	
Zpracování výsledků práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů 			x	
Jazyk a stylistická úroveň práce				x
Formální provedení práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp. 			x	
Celkové zhodnocení práce, A–D <ul style="list-style-type: none"> ▪ mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky 			x	

K předložené diplomové práci mám následující připomínky a dotazy:

Teoretická část (kapitola 1)

1) Dle abstraktu k práci je tato věnována vývoji metod pro stanovení oxidovatelných nádorových biomarkerů. V úvodu však postrádám odpovídající informace ke studované látce indikanu. Jedná se skutečně o biomarker?

2) Str. 12: Jako jedna z metod stanovení je uvedena metoda kapalinové chromatografie s fluorescenční detekcí (cit. 10). K této citaci z roku 1979 je v DP uvedeno „Citlivost a selektivita systému umožnila využít nové nebo velmi zjednodušené metody, které je třeba ještě dovyvinout“. Byl zaznamenán nějaký posun za uplynulých téměř 40 let, co se týče možnosti detekce fluorescenční detekcí?

3) Vzhledem k řešené elektroanalytické problematice v úvodu postrádám část věnující se elektrochemickým vlastnostem studované látky či obecně derivátům indolu, jelikož elektrochemická aktivita je odvozena od heterocyklu indolu. DP pouze obsahuje větu (str. 11): „Zkoumaná látka je elektrochemicky aktivní, doposud však nebyly vyvinuty žádné metody pro její voltametrické stanovení“. To je v rozporu s prací Filik H., Avan A. A., Aydar S.: Voltammetric Sensing of Uremic Toxin Indoxyl Sulfate Using High Performance Disposable Screen-Printed Graphene Electrode. *Current Pharmaceutical Analysis* 12, 36-42 (2016), která se přímo věnuje vývoji voltametrické metody pro stanovení indoxylsulfátu v moči. Nejsou citovány ani práce věnované možnostem elektrochemické detekce studované látky v průtokových metodách (např. Zhou L., Glennon J. D., Luong J. H. T.: Electrophoretic Analysis of Biomarkers using Capillary Modification with Gold Nanoparticles Embedded in a Polycation and Boron Doped Diamond Electrode. *Anal. Chem.* 82, 6895-6903 (2010)). V práci dále není uvedena ani jedna citace studií zabývajících se možnostem využití elektrochemické aktivity indolu, který je základní strukturální jednotkou např. tryptofanu, tryptaminu či indolových alkaloidů.

Experimentální část (kapitola 2)

4) V experimentální části postrádám citaci k původu měrné cely z polypropylenové mikrotitrační destičky a jakým způsobem byl realizován tříelektrodový systém a dále typ kolonek na SPE. Obojí je sice v práci uvedeno (úvod/výsledková část), ale v experimentální části je toto opomenutí nedostatkem.

5) Jamky měrné cely z polypropylenové mikrotitrační destičky mají objem 400 μl ; pro přípravu elektrody bylo do jamky napipetováno 370 μl směsi uhlíkového prášku s polymerem. Dále je uvedeno, že pro voltametrická měření bylo do měrné cely pipetováno 370 μl . Jsou uvedené objemy správné?

6) Str. 18 – formulace výpočtu LOD je nesprávná, navíc jsou v práci dále uváděny meze stanovitelnosti, ne detekce. Jak byly získány?

Voltametrické stanovení indikanu (kapitola 4)

7) Str. 21 a 28: Jakým dějům lze přiřadit první a druhý oxidační pík indoxylsulfátu? Jak si vysvětlujete skutečnost, že na CFE lze oproti CPE pozorovat i druhý oxidační pík v prostředí pH 11 a 12?

8) Proudý zaznamenané na CPE a CFE se řádově liší (např. obr. 5 vs. obr. 14). Máte představu o ploše obou elektrod?

9) Str. 21 + Obr. 6 a str. 28 + obr. 15: Uvedené závislosti potenciálu píku E_p na pH neodpovídají uvedeným rovnicím pro první pík (obr. 15, směrnice -9,62/pH) a pro druhý pík (obr. 6, směrnice -2.63/pH).

Extrakce na tuhé fázi (kapitola 5)

11) K extrakci na tuhé fázi byly použity kolonky Lichrolut EN. Jaký sorbent tyto kolonky obsahují? Jaký smysl má úprava pH moči na hodnotu 3,0? Je známa hodnota pK_a indolu? Jaké jsou fyziologické hladiny studované látky v moči?

Citace

12) Nekonzistence v číslování citací (str. 13 – po citaci 11 následuje citace 21; str. 14 - po citaci 25 následuje citace 37, po 31 citace 33 a dále cit. 38). Zcela chybí citace 32, 34-36.

12) U citací inkonzistence v uvádění názvů článků – velká či malá písmena na začátku slov. Dále je někdy uváděno číslo v ročníku, jindy nikoliv, či je uvedena kombinace typu 7.4 (citace 24, 25). Citace 39 – chybí čísla stránek. Citace 22 je nekompletní, jedná se o článek v časopise, či kapitolu v monografii?

Další připomínky

1) str. 10: Latinské názvy se uvádějí kurzívou (*Escherichia coli*).

2) Fyzikální veličiny se uvádějí kurzívou, není všude dodrženo (např. všechny obrázky).

3) Za čárkou se vždy píše mezera (např. popisy os u grafů).

10) Pro studovanou látku je používána zkratka IS dále 3 názvy (indikan, indoxylsulfát, 3-indoxylsulfát – viz např. tab.2, str. 12). V uvedené tabulce je druhý sloupec obsahující názvy studované látky naprosto zbytečný, neb látka je jen jedna.

11) Občasné stylistické neobratnosti (např. obr. 5 Závislost proudu píku I_p indoxylsulfátu na pH roztoku, měřenou technikou DPV na CPE v prostředí BR pufru o koncentraci $5 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$).

12) Tabulka 7 je teprve čtvrtou tabulkou v práci.

Práce je předkládána v celkovém rozsahu 48 stran, dále 28 obrázků a 4 tabulek ve výsledkové části a 39 bibliografických citací. Práce je věnována porovnání dvou typů elektrod na bázi uhlíku pro stanovení indoxylsulfátu. Velké úsilí bylo vynaloženo možnostem uplatnění voltametrických metod pro stanovení studované látky v moči po extrakci na tuhé fázi. Práci lze vytknout po obsahové stránce chudší úvod, ve kterém jsou opomenuty studie zabývající se či využívající elektrochemické vlastnosti studované látky či dalších derivátů indolu. Experimentální a výsledková část práce je sepsána přehledně a stručně; v případě výsledkové části by však podrobnější údaje a diskuze v textu v některých případech napomohly snadnější interpretaci získaných výsledků a čtivosti textu. Práce taktéž vykazuje řadu formálních nedostatků včetně zpracování bibliografických citací. Po jazykové stránce je zpracována kvalitně s minimem překlepů.

I přes uvedené výhrady se domnívám, že autorka prokázala schopnost samostatné práce na zadaném odborném úkolu a správné interpretace získaných výstupů, přičemž řádně citovala veškerou použitou literaturu. Podle mého názoru slečna Michaela Bergerová splnila všechny předpoklady pro udělení magisterského titulu a navrhuji podstoupit jeho diplomovou práci dalšímu řízení.

Předloženou diplomovou práci **doporučuji** k dalšímu řízení.

V Praze, dne 26.5.2017

RNDr. Karolina Schwarzová, Ph.D.