

Posudek oponenta diplomové práce

Autor práce: Bc. Zdeněk Rak

Název práce: Vývoj metodiky pro stanovení obsahu neonicotinoidů ve včelím pylu.

V předložené diplomové práci se Bc. Zdeněk Rak zabývá analýzou vybraných neonicotinoidů ve vzorcích pylových zásob, nektaru a pylových zrn s využitím extrakční techniky QuEChERS a spojení vysokoúčinné kapalinové chromatografie s hmotnostním spektrometrem.

V teoretické části diplomant velmi podrobně a čtivě popisuje vlastnosti neonicotinoidů a jejich vliv na včely. Dále se zabývá teoretickým popisem používaných instrumentálních technik. V neposlední řadě věnuje diplomant pozornost extrakčním technikám a stanovení neonicotinoidů s využitím kapalinové chromatografie. V této části diplomové práce u některých kapitol zcela postrádám citovanou literaturu, i když je velmi poutavě popsána (str. 21-22). V experimentální části jsou popsány podmínky a postupy extrakční a chromatografické analýzy a závěrem jsou diskutovány dosažené výsledky, které jsou doloženy obrázky a tabulkami.

Diplomová práce je prezentována přehledně s logickým členěním textu do jednotlivých kapitol, avšak s řadou překlepů nepřesných či neobratných formulací. Především apeluji na správné technické vyjadřování v jazyce českém a nepřejímání anglických výrazů (pozitivní mód, interface, inlet, injektor, atd.). Tento zlozvyk je v jazykové komunikaci velmi běžný, avšak nepůsobí dobře v psaném projevu. K úrovni prezentace mám několik věcných a formálních připomínek.

Připomínky a náměty k diskuzi:

- Podle směrnice by měla být kapitola Úvod bez čísla nebo číslovaná "0". Pokud si diplomant vybere číslování už bych nedávala za číslo tečku, protože to není nultá kapitola, ale kapitola nula. U podkapitol je již číslování správné a za poslední číslicí tečka není.
- Str. 16 - obrázky 3 a 4 jsou samovypovídající, není nutné znovu popisovat postupy v textu. Informace se pak několikrát opakují.
- Str. 28 - Mohl by diplomant dát nějaký příklad dnes běžně používané skleněné nebo plastové kolony?
- Str. 28 - kolony s průměrem 1 cm se již neřadí mezi běžné analytické kolony.
- Str. 29 - chromatografie s obrácenými fázemi není reverzní chromatografie, je to chromatografický systém tzn. chromatografie s reverzními fázemi.
- U popisu hmotnostní spektrometrie je řada nepřesností. V dnešní době se již nesetkáváme u spojení kapalinové chromatografie s hmotnostní spektrometrií s "interface" (česky převodník). Převodníky se využívaly dříve pro odstranění nadbytku mobilní fáze před vstupem do hmotnostního spektrometru. Dnes se výhradně využívají ionizační techniky za atmosférického tlaku, nejčastěji elektrosprej a chemická ionizace za atmosférického tlaku. U těchto technik dochází přímo k ionizaci za přítomnosti mobilní fáze.
- Dále nesouhlasím, že většina ionizačních technik používaných v LC-MS jsou "měkké" techniky. V dnešní době se nesetkáte s jinou než měkkou ionizační technikou u LC-MS.
- Vzhledem k tomu, že byl k analýze použit UHPLC systém, je průtok mobilní fáze nastaven na zbytečně nízkou hodnotu. V případě zvýšení průtoku by mohlo dojít ke zrychlení separace, zlepšení účinnosti a možná i zlepšení rozlišení separovaných látek.

- Str.42, Obr. 10 - u popisku obrázku je odkaz na citovanou práci. Uvedené stanovení neprováděl diplomant? Proč byla zvolena izokratická eluce zrovna 20% metanolu? Jak byly voleny gradienty? Proč nebyla volena vyšší počáteční koncentrace metanolu u gradientové eluce? Analýza by se tím značně urychlila. Byl měřen mrtvý objem kolony?
- Při popisu optimalizace by mohl diplomant používat vhodnější termíny. Vyjádření “....bylo dosaženo lepší separace....” je nevhodné. Podle čeho posuzujeme zda je separace dobrá či špatná? Zná diplomant nějakou veličinu, která nám slouží k posouzení míry separace dvou sousedních látek? Čím můžete míru separace látek ovlivnit?
- Může diplomant zhodnotit testované kolony z hlediska typu stacionární fáze?
- Dle mého názoru mohla být separace 5 látek s použitým vybavením daleko kratší. S využitím SRM módu lze detekovat i látky, které koeluují (pokud nemají stejnou molární hmotnost a neposkytují stejné fragmenty).
- Str. 45-47 - ukázky spekter - špatné číslování obrázků.
- Str. 47 - stanovení LOD, LOQ. Proč byl zvolen právě tento postup stanovení a proč byla vybrána Přímá metoda signálu? Dle mého je za popsanych podmínek toto stanovení zatíženo velkou chybou.
- Str. 48 - Jak mám chápat, že thiacloprid se nacházel ve slepém vzorku?
- Str. 48 - Postup extrakce mohl být uveden v experimentální části. Ačkoli finální postup mikroextrakce v experimentální části uveden je, znovu ho diplomant zbytečně opakuje na str. 52 ve výsledkové části.
- Str. 50 - Jak byla odebírána acetonitrilová vrstva, která se nachází pod hexanem?
- Jak byly vyhodnocovány obsahy neonikotinoidů ve vzorcích? Byla použita grafická metoda nebo početní metoda? Byla do výsledků započítána i výtěžnost extrakce?
- Obr. 19, str. 55 - bylo by dobré přeložit popisek obrázku. V jakém programu byla provedena statistická analýza?

Závěrem mohu konstatovat, že diplomant Zdeněk Rak splnil i přes výše uvedené připomínky zadání diplomové práce. Doporučuji tuto diplomovou práci k obhajobě a hodnotím ji známkou

velmi dobře.



doc. Ing. Lenka Česlová, Ph.D.