

Recenzní posudek na diplomovou práci

Autorka diplomové práce: Bc. Lucie Pušová

Studijní program: N1407 Chemie

Studijní obor: Analytická chemie

Název práce: **Spektrometrie iontové pohyblivosti ve spojení s hmotnostní spektrometrií v analýze cukrů**

Počet odborných sdělení věnovaných v poslední době spojení iontové pohyblivosti (mobility) s hmotnostní spektrometrií (IM-MS) významně vzrostl jistě i v důsledku dostupnosti komerčních přístrojů. Iontová pohyblivost závisí nejen na hmotnosti a náboji částice, ale i na jejím tvaru. Tím přidává při spojení zmíněných technik další analytickou vlastnost a potenciálně dovoluje odlišit látky, např. izomery poskytující stejná fragmentační spektra. Uplatnění IM-MS je zajímavé mimo jiné v analýze cukrů s ohledem na škálu izomerů v této skupině látek. Z tohoto předpokladu vycházela autorka předložené diplomové práce.

Práce o rozsahu 57 stran zahrnuje úvod, teoretickou část, experimentální část, výsledky a diskuzi, závěr, seznam literatury, seznam zkratk, obrázků a tabulek, obsahuje rovněž souhrn v českém a anglickém jazyce.

V teoretické části autorka čtenáře uvádí do problematiky analýzy sacharidů, zmiňuje optické a spektrální metody, enzymové, separační metody zahrnující různé módy chromatografie, kapilární elektroforézu a separaci tokem v silovém poli, kapitole věnuje hmotnostní spektrometrii. Z hlediska aplikací pojednává o využití analýzy sacharidů při odhalování pančování potravin a ve forenzních aplikacích. Podrobněji se pak věnuje dosavadnímu uplatnění IM-MS při analýze sacharidů. Teoretická část poskytuje solidní přehled o studované problematice, je zpracována na základě 69 literárních pramenů

V experimentální části je popsáno provedení experimentů. Ve výsledcích a diskuzi je popsána ionizace a fragmentace vybraných sacharidů, experimenty věnované jejich iontové pohyblivosti. U některých látek byly pozorovány dva mobilitní píky a jejich původ autorka objasňuje pomocí nově vypracovaného postupu spojujícího chromatografickou separaci anomerů a jejich následnou mobilitní analýzu. Dosažené poznatky jsou shrnuty a zhodnoceny v závěru. Mimo jiné autorka prokázala separaci různých konformerů sodných aduktů některých analytů pro jednotlivé anomery.

K předkládané práci mám následující připomínky:

- K formálním prohrškům patří překlepy či jazykové nebo formulační chyby např.: str. 6 – formulace „...klasickými, tak analytickými metodami...“, zmíněné klasické metody jsou také analytické; str. 6 – „...je věnována analýze...při ověřování pravosti uměleckých děl...“ – nezasvěcený čtenář se však z práce potřebné detaily o ověřování pravosti nedozví (mělo být zdůrazněno, že vybrané látky jsou typické pro určité pryskyřice, pro jaké, že lze odlišit ty a ty pryskyřice apod.); str. 9 – „...struktury, a...“ nadbytečná čárka; str. 11 – „glukóza“ má být „glukosa“ (podobně str. 22 „sacharóza“); str. 21 – „uhličitan mědi“ nedodrženo chemické názvosloví; str. 32 – ne „Germany“, ale „Německo“; str. 34 a následující – není nutné zdvojovat popis tabulek; str. 38 – „hmotnostní a fragmentační spektra“ – pořád jde o hmotnostní spektra; str. 46. obr 16 – oblasti grafu mohly být označeny výrazněji (a i na dalších obrázcích); str. 55 – Q-TOF – nepřesně popsaná zkratka; str. 27 – ne zcela jasná formulace – „...anomery byly separovány...“, ale „Kompenzační napětí pro anomery byla shodná...“. Myšleno kompenzační napětí pro daný anomer v různých formách (deprotonovaná molekula, adukt s chloridovým aniontem)?
- Str. 12 – „acetylovány 1-methylimidazolem“ – vysvětlete.
- Str. 14 – „anex s SO_4^{2-} skupinou“ – myšleno v SO_4^{2-} cyklu?
- Str. 14 – charakterizovat kolonu názvem výrobce (Waters) není postačující.
- Str. 16 – formulace „zatím dosáhlo nejnižšího LOD“ navozuje dojem, že ve srovnání se všemi metodami, zde jde ale o nejnižší LOD právě jen s použitím daného derivatizačního činidla;
- Str. 17, druhý odstavec – „LSD“ nebo „ELSD“?
- Str. 18 – šlo o silanizovanou kapiláru, nebo kapiláru plněnou silikagelem s C18 skupinami?
- Str. 20 – jaký byl postup při práci se zmraženým vzorkem (100 K), jak byl resp. jak dlouho byl udržován ve zmraženém stavu během měření?
- Str. 35 – proč bylo změněno nastavení mobilitního analyzátoru (Tab. III versus Tab. IV)?
- Str. 39 – „měřeny...směsi...v poměru 2 : 1“, to ale neodpovídá popiskům obrázků 8 a 9 (str. 40).
- Str. 42 – vysvětlete termín „kombinovaná infuze“ (str. 42).
- Str. 44 – obsahovala pomocná kapalina (viz popis obr. 13) přídavek sodných iontů?

K předkládané práci mám následující náměty k diskusi:

Může autorka podrobněji objasnit na str. 24 zmiňovanou forenzní aplikaci týkající se ricinu?

Jaké jsou zkušenosti z literatury s fragmentací sodných aduktů cukrů (viz str. 39)?

Jaká může být příčina deformace píků na obr. 13 (str. 44)?

Je třeba zdůraznit, že uvedené formální i další připomínky nesnižují úroveň diplomové práce, nikterak nebrání jejímu předložení k obhajobě. Autorka v teoretické části zpracovala srozumitelně studovanou problematiku, dále prokázala potřebné experimentální dovednosti. Experimentální data náležitě vyhodnotila a vyvodila z nich oprávněné závěry. Lze konstatovat, že cíle diplomové práce byly splněny. Předložená práce rozvíjí uplatnění iontové mobility v analýze cukrů, nabízí nástroj pro odlišení separace anomerů od separace různých konformerů aduktů cukrů s kationty kovů.

Práce ukazuje, že autorka zvládla studovanou problematiku po teoretické i praktické stránce v potřebném rozsahu. Na základě výše uvedeného **doporučuji předloženou diplomovou práci k obhajobě.**

V Olomouci 11. 5. 2015

prof. RNDr. Karel Lemr, Ph.D.
vedoucí diplomové práce