

Téma diplomové práce	<b>Stanovení obsahu residuí kofeinu v povrchových vodách metodou HPLC s UV detekcí</b>
Jméno studenta, studentky	<b>Ivana Glosová</b>
Jméno oponenta	<b>Mgr. Lucie Havlíková, Ph.D.</b>

## II. Posudek oponenta

Ivana Glosová vypracovala svoji diplomovou práci na University of Coimbra, Portugalsko. Studentka se zabývala optimalizací a validací HPLC metody pro monitorování residuí kofeinu v povrchových vodách, konkrétně v řece Mondego (Portugalsko).

Práce je členěna obvyklým způsobem, má 48 stran textu, včetně 61 odkazů na odbornou literaturu, obsahuje 4 tabulky, 3 obrázky a je psaná v anglickém jazyce.

Teoretická část práce přibližuje čtenáři pohled na problematiku výskytu reziduí léčivých látek v odpadních vodách, dále uvádí charakteristiku kofeinu, jeho metabolismu v organismu a informuje o jeho působení jako markeru lidského faktoru při znečištění povrchových vod.

V experimentální části je stručně popsán vývoj HPLC metody, uvedeny chromatografické podmínky separace, metoda extrakce, výsledky validace metody a výsledky hodnocení vzorků vody z 12 lokalit.

Práce po obsahové i formální stránce splňuje požadavky kladené na diplomovou práci a proto ji doporučuji k obhajobě.

Připomínky:

- v textu diplomové práce (DP) je nejednotnost ve psaní malých a velkých písmen v označování jednotlivých substancí (str. 9 caffeine, Caffeine) a v jednotkách označujících jeden litr/mililitr (str. 25), v textu je pouze několik překlepů (Kinedryl, standard)
- str 25 a str 27 - je uvedena kolona bez bližší specifikace jejích rozměrů a velikosti částic
- str.36 - kvantitativní limit (LOQ) je vypočítán na základě směrnice Evropské unie, na uvedenou směrnici není uveden v seznamu literatury odkaz a tak není možné se o tomto poměrně netradičním způsobu výpočtu LOQ více informovat
- str. 36 v rámci validace metody bylo zjištěno, že LOQ pro použitou metodu je 0,4µg/l, zároveň je na str.8 uvedeno, že hodnota 0,4µg/l odpovídá LOD. V rámci validace není LOD stanoveno. Obě hodnoty jsou shodné.
- str.38 - na obrázku 3 je chromatogram demonstrující „spikování“ vzorku standardem v rámci validačního parametru správnost - při porovnání chromatogramu 1 (str. 29) to vypadá, že „spikování“ se zvýšil pík s retenčním časem 6,98 min a ne pík kofeinu (retenční čas chromatogram 1- 8,29 min). Píky na chromatogramu nejsou popsány a není tedy zřejmé o jaké látce se jedná.
- str. 42 - RSD není uvedeno v procentech
- tabulky 3 a 4 jsou v DP uvedeny bez jakéhokoliv vysvětlení, teprve v závěru se k nim studentka zpětně vyjadřuje, což je nepřehledné
- kap.6 - nejednotnost seznamu literatury (např. odkaz 4 a 5, 10), v seznamu literatury je uvedena jak citace z odborné periodiky, tak i internetová stránka (např. odkaz č. 30), v některých citacích jsou vypsáni všichni autoři a v jiných je uveden pouze jeden autor a ostatní jako kolektiv autorů (např. 1 a 39)

Otázky:

1. Jako mobilní fáze (MF) je použita ledová kyselina octová 100% a voda, pH 3. Ovlivňuje toto složení MF životnost kolony – C18?
2. Na základě jaké úvahy bylo zvoleno uvedené složení MF?
3. Při optimalizaci metody jste zkusili přidat do MF methanol. Methanol byl nakonec z MF vyloučen z důvodu, že přídavek methanolu do MF zhorší tvar píku a sníží retenční čas. Snížení retenčního času není v analýze nežádoucí? Neuvažovali jste o změně podmínek separace k urychlení analýzy? (analýza jedné látky, retenční čas 8,31 min)
4. Jaké znáte metody určení LOQ?

Navrhovaná klasifikace **výborně**

V Hradci Králové dne 24. 5. 2005

---

Podpis oponenta diplomové práce