

**UNIVERZITA KARLOVA
FARMACEUTICKÁ FAKULTA V HRADCI KRÁLOVÉ**

Katedra analytické chemie

Studijní program: Farmacie

Posudek oponenta diplomové práce

Autor/ka práce: **Zuzana Bubáková**

Vedoucí/školitel/ka práce: PharmDr. Pavel Jáč, Ph.D.

Konzultant/ka práce: doc. RNDr. Miroslav Polášek, CSc.

Rok obhajoby: 2019

Oponent/ka práce: PharmDr. Lukáš Lochman, Ph.D.

Název práce:

**Studium vhodnosti α -bromfenyloctové kyseliny jako modelového analytu pro
chirální separace s využitím kapilární elektroforézy II**

Rozsah práce: počet stran: 66, počet obrázků: 30, počet tabulek: 18, počet citací: 24

Práce je: experimentální

- a) Cíl práce je: zcela splněn
- b) Jazyková a grafická úroveň: velmi dobrá
- c) Zpracování teoretické části: výborné
- d) Popis metod: velmi dobrý
- e) Prezentace výsledků: výborná
- f) Diskuse, závěry: výborné
- g) Teoretický či praktický přínos práce: výborný

Doporučuji diplomovou práci k uznání jako práci rigorózní

Případné poznámky k hodnocení:

Předkládaná diplomová práce se zabývá studiem vhodnosti α -bromfenyloctové kyseliny (BPAA) jako modelového analytu v chirálních separacích pro kapilární elektroforézu. Stabilita BPAA byla studována v 50% roztoku methanol/voda (v/v) a 100% methanolu (v/v). Pro analýzu kapilární elektroforézou byl použit 60 mM mravenčanový pufr o pH 3,0. Z výsledků vyplývá, že BPAA není v prostředí methanolu stabilní a dochází ke vzniku několika rozkladných produktů, jejichž identita byla následně potvrzena pomocí CE-MS. Pro rozklad BPAA v 50% methanolu (v/v) byla určena kinetika reakce prvního řádu a dále bylo zjištěno, že k rozkladu BPAA může docházet také během separace v pufru o slabě kyselém nebo neutrálním pH.

Práce je přehledně členěna na úvod, cíl a zadání práce, teoretickou část, experimentální část, výsledky a diskuzi a závěr. Teoretická část je pečlivě zpracovaná a podává ucelený přehled o kapilární elektroforéze a reakční kinetice a jejím určení. Mimo jiné je zde popsáno reakční schéma nukleofilní substituce, která je chemickým mechanismem vzniku rozkladných produktů BPAA. Popis experimentů, zpracování výsledků a následná široká diskuze je na velmi dobré úrovni a zbývá jen dodat, že cíle práce byly jednoznačně splněny.

Dotazy a připomínky:

Formální připomínky:

1) Citace odborné literatury by měly být dle „Pravidel pro vypracování BP a DP“ uváděny v horním indexu a neměly by být "podtrženy".

- 2) Pozor na různou barvu písma v textu (např. v abstraktech), před odevzdáním by toto mělo být sjednoceno.
- 3) Některé zkratky nejsou v textu správně zavedeny např. MA - kyselina mandlová. V textu je přímo použita zkratka.
- 4) Zkratky ACE a SA (elektroferogram na str.46) nejsou uvedeny v Seznamu zkratek, můžete je objasnit?
- 5) Na str. 45, kap. 5.2 nesouhlasí počáteční koncentrace BPAA (0,470 mol/l). Jedná se o překlep?
- 6) Při popisu instrumentace chybí způsob vyhodnocení získaných dat (str.13 - 14).
- 7) V textu jsem narazil na několik překlepů a chyb ve formátování (např. okmažitá str.24, vzorec 23 str. 36), které však nesnižují hodnotu práce.

Otázky:

- 1) Na jakém principu je založena separace analytů při kapilární elektroforéze (CE)? Co ovlivňuje celkový čas analýzy během měření CE?
- 2) Co udává stupeň disociace a jak ovlivňuje elektroforetickou pohyblivost?
- 3) Proč je účinnost CE vyšší než u HPLC? Udávaná menší spotřeba vzorku a rozpouštědel je srovnávána s využitím HPLC instrumentace (str. 13)?
- 4) Povrch kapiláry pro CE měření byl již u vaší kolegyně modifikován PVA, má tato modifikace nějaké výhody? Jaký význam má eliminace elektroosmotického toku?
- 5) Během přípravy pufrů je pH upraveno v malém objemu vody (př. 30 ml), a poté až doplněno do výsledného objemu „po rysku“ (př. 100 ml), nebude se po doplnění objemu pH měnit? Provedli jste kontrolu pH po doplnění?
- 6) Na str. 51 píšete, že větší přesnosti dat pro výpočty rychlostní konstanty a stanovení řádu reakce by bylo dosaženo kontrolou teploty autosampleru. Není možné nastavit kontrolu teploty přímo v ovládacím SW přístroje?
- 7) Plánujete do budoucna stanovit rychlostní konstantu pro rozklad BPAA ve 100% methanolu? Jaký význam by mohl mít tento experimentálně získaný výsledek?

Celkové hodnocení, práce je: výborná, k obhajobě: doporučuji

V Hradci Králové dne 29.5. 2019

.....
podpis oponentky / oponenta