

UNIVERZITA KARLOVA V PRAZE
FARMACEUTICKÁ FAKULTA V HRADCI KRÁLOVÉ

Katedra analytické chemie

Studijní program: Farmacie

Posudek oponenta diplomové práce

Autor/ka práce: **Pavel Svoboda**

Vedoucí práce: Doc. PharmDr. Lucie Nováková, Ph.D.

Rok obhajoby: 2013

Oponent/ka: Mgr. Ondřej Novák, Ph.D.

Název práce:

Vývoj UHPLC-MS/MS metody pro stanovení skupiny statinů a jejich metabolitů

Rozsah práce: počet stran: 104, počet grafů: , počet obrázků: 125,

počet tabulek: 20, počet citací: 57

Práce je: experimentální

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

Případné poznámky k hodnocení: Předložená práce dodržuje klasickou strukturu a je psána velmi pozorně, s minimem překlepů a drobných věcných chyb. Je přehledně a srozumitelně členěna do 8 kapitol a je doplněna řadou obrázků a tabulek, které čtenáři pomáhají orientovat se v textu. Část Výsledky a diskuze by mohla obsahovat širší diskuzi a porovnání naměřených výsledků s předchozími publikovanými pracemi, které jsou přehledně uvedeny v Tabulce 6.

Autor by se měl v textu dále vyvarovat hovorových formulací, např. "lačnící buňky" (str. 16), "srdce zařízení" (str. 37). K práci mám několik drobných připomínek, které však jakkoliv nesnižují vysokou kvalitu předkládané práce.

Dotazy a připomínky:

V teoretické části bych autorovi vytknul používání některých nepřesných formulací, např. str. 26 - definování velikosti částic sorbentu u HPLC kolon v rozmezí 1 - 10 μm (kolony s částicemi pod 2 μm již patří do kategorie UHPLC).

Také tvorba nabitých částic při ionizaci elektrosprejem je u některých analytů možná při nižších kapilárních napětích než zde uvedených 3-5 kV (str. 31).

Dále by bylo vhodnější sjednocení koncentračních jednotek (např. ng/l) při srovnání citlivostí HPLC/UHPLC-MS metod pro současné stanovení statinů (Tabulka 6, str. 38).

V praktické části bych uvítal přesnější popis při přípravě aditiva mobilní fáze (str. 45), kde není patrné, zda byla kontrolována hodnota pH u roztoků pufrů o koncentracích 1 - 0,1 mM.

Otázky do diskuse:

(1) Autor uvádí v textu různé typy LC sorbentů, např. hybridní a silikagelové pro HPLC a UHPLC kolony. Kam lze v tomto dělení zařadit tzv. "core-shell" částice?

(2) Ze čtyř testovaných kolon byla nakonec podle vybraných kritérií zvolena kolona BEH C18, jak se od sebe liší stacionární fáze jednotlivých kolon?

(3) Byly testovány i jiné chromatografické parametry, např. teplota vložená na kolonu nebo různé průtoky mobilní fáze?

(4) V textu je uvedeno: "Adukt s kationty sodíku nebo draslíku vytvořené v pozitivním módu ESI nebyly vybrány, protože je nelze použít ke kvantifikaci." Jedná se o autorovu osobní zkušenost či je převzatá z literatury?

(5) Z jakého důvodu bylo při optimalizaci kolizní energie zvoleno pouze rozpětí 5-40 V? U některých MRM přechodů v ESI- (např. Obr. 89, 93) nebylo možná dosaženo maximální odezvy.

(6) Pro dva MRM přechody byla nalezena jako neoptimálnější ztráta 18 Da. Jedná se patrně o odštěpení -OH skupiny ve formě vody. Jsou autorovi známa úskalí spojená s tímto výběrem detekce?

(7) Může autor porovnat nalezené optimální MRM přechody s pracemi jiných autorů (např. uvedených v Tabulce 6)?

(8) Jak si autor vysvětluje na str. 96 uvedenou horší linearitu ($> 0,9900$) pro pravastatin lakton a lovastatin kyselinu?

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

V Hradci králové dne 28. 05. 2013

.....
podpis oponentky / oponenta