

Posudek oponenta na diplomovou práci

Autor diplomové práce: **Jana Zimmermannová**

Název diplomové práce: **Extrakční stanovení losartanu v lékových formách sekvenční injekční analýzou s UV/VIS a fluorimetrickou detekcí**

Studijní obor: **Analytická chemie**

Označte křížkem (D je nejhorší A je nejlepší)	D	C	B	A
Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění <ul style="list-style-type: none"> ▪ jsou cíle práce jasně formulované a jsou dosažené výsledky vytčeným cílům odpovídající 				X
Originalita práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení 				X
Přínos práce pro analytickou chemii <ul style="list-style-type: none"> ▪ přináší zcela novou metodiku; výrazně vylepšuje dosavadní analytické postupy; je určitou variantou používaných analytických postupů; využívá standardních analytických metodik a postupů pro řešení problémů z jiných oborů 				X
Forma členění práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek 				X
Zpracování úvodu k řešení problematice <ul style="list-style-type: none"> ▪ informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury 				X
Zpracování experimentální části práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik 				X
Zpracování výsledků práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů 				X
Jazyk a stylistická úroveň práce			X	
Formální provedení práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp. 			X	
Celkové zhodnocení práce, A–D <ul style="list-style-type: none"> ▪ mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky 				X

K předložené diplomové práci mám následující připomínky a dotazy:

Posuzovaná diplomová práce slečny Jany Zimmermannové je věnována extrakčnímu stanovení losartanu metodou sekvenční injekční analýzy (SIA) s použitím spektrofotometrické a fluorimetrické detekce. Diplomová práce navazuje na sérii úspěšných prací zabývajících se rozvojem průtokových metod analýzy. Přínosem této práce je rozšíření možností stanovení farmaceuticky významných látek (losartanu) metodou SIA ve vybraných reálných vzorcích tablet, které nebylo dosud v literatuře publikováno. Významným přínosem je též sestavení a modifikace vhodného experimentálního uspořádání, které kromě běžného SIA uspořádání navíc obsahuje extrakční, separační a detekční prvky. Toto uspořádání bude možné využít i pro jiné analytické aplikace.

Cíle diplomové práce jsou jasně definovány a odpovídají svojí náročností diplomové práci. Jejich splnění je pak komentováno v závěru práce.

Diplomová práce je vhodně členěna do jednotlivých kapitol a podkapitol. Teoretická část práce přináší řadu užitečných informací, počet citací 65 svědčí o podrobném studiu dané problematiky. Za významnou kapitolu teoretické části považuji přehled současných možností stanovení zmíněného analytu včetně řady dosažených charakteristik.

Výsledková část a diskuze přináší řadu experimentálních dat, která jsou přehledně vyjádřena v podobě grafů a tabulek. Všechny důležité závěry jsou shrnuty v závěru práce.

Diplomová práce je sepsána pečlivě, v logickém sledu, s minimem překlepů a formálních chyb. V této souvislosti bych rád několik z nich zmínil.

Str. 4 – spektrofluorimetrická x fluorimetrická detekce, dále shoda podmětu s přísudkem „Spolehlivost byla“

Str. 31 – u popisu obrázku pod číslem 3 doporučuji uvést název „selekční ventil“. Pod pojmem LOV se míní název techniky zahrnující tento ventil + např. integrovanou detekční celu či separační kolonky aj.

Str. 32 – konec druhého odstavce – špatně uveden odkaz na obrázek, správně má být na obr. 3.2

Str. 33 – při vyjadřování hodnoty koncentrace uvádět více platných míst, místo „4 $\mu\text{g ml}^{-1}$ “ uvést raději „4,0 $\mu\text{g ml}^{-1}$ “ (podobně i na dalších stranách u hodnot dalších veličin, str. 38 1 mg ml^{-1} ; str. 39 pH 1 – 1,6; aj.)

Str. 33 – popis obr. 4.1 doporučuji místo „ultrafialové spektrum“ použít výraz „absorpční spektrum v ultrafialové oblasti“

Str. 34 – a další, popis ke grafům, popis os, uvedené symboly nejsou uvedeny v seznamu zkratk a symbolů, indexy vybraných veličiny by mohly být zkráceny

Str. 39 – (obdobně i jinde v textu) místo „Clark-Lubsova pufru“ doporučuji psát „Clarkova-Lubsova pufru“

Str. 40 – obr. 4.7 (analogicky i obr. 4.10 na str. 45) vhodnější uvést jako sloupcový graf

Str. 40 – dole nevhodná formulace „bylo dosaženo nejvyšší odezvy signálu“

Str. 41 – místo „obr. 4.8“ je psáno „obr. č. 4.8“, dále podobně u tabulek (srovnání se str. 62) psát vždy tab. 4.1) jednotnost v celém textu

Str. 42 – označení R a LDR z tab. 4.1 a dalších není vysvětleno ve zkratkách a symbolech

Str. 45 – (dále str. 46) nejednotně uvedeno (zadržovací x mísící cívka)

Str. 47 – uveden rozdíl absorbancí 0,7, což je v rozporu s obr. 4.12, kde je rozdíl do 0,1

Str. 50 – odstavec není zarovnán „do bloku“

Str. 50 – v textu uvedeno rozmezí průtokových rychlostí do 0,8 ml min^{-1} , ale na obr. 4.14 uvedena hodnota pro průtokovou rychlost 0,975 ml min^{-1} .

Str. 54 – v textu není uveden proměřovaný rozsah kalibrační závislosti

Str. 59 – konec prvního odstavce, špatně uvedeno číslo odkazující na stranu s umístěním tab. 4.5

U popisů grafů nejednotně používáno „barvivo“ x „čínidlo“, dále místo „lék“ navrhuji používat „analyt“

Diplomová práce přináší řadu zajímavých a pro praxi užitečných poznatků. K předložené diplomové práci slečny Zimmermannové, zejména k její výsledkové části, mám několik otázek. Tyto otázky jsou projevem mého zájmu o danou problematiku a nikterak nesnižují kvalitu předkládané diplomové práce.

Str. 25 – proč nejsou v tab. 2.1 uvedeny LOD a LOQ pro spektrofotometrickou metodu stanovení losartanu. Tyto údaje by byly vhodné pro porovnání s vypracovanou průtokovou metodou.

Str. 33 – obr. 4.1 uvádí spektrum losartanu draselného ve vodném roztoku. Je toto měřeno proti čisté deionizované vodě? Pokud ano, pak bych netvrdil, že v UV oblasti tato látka poskytuje nevýrazné spektrální pásy (pro koncentraci samotného losartanu 4,0 $\mu\text{g ml}^{-1}$ je patrný výrazný signál při vlnové délce 200-210 nm). Dokázala byste zdůvodnit význam Vámi navrženého extrakčního

stanovení losartanu oproti přímému měření? (např. z důvodu relativní jednoduchosti a instrumentální nenáročnosti)

- Str. 34** – nezkoušela jste porovnat spektra vodných roztoků losartanu a iontového asociátu losartanu s barvivou? (nutnost extrakce)
- Str. 35** – na základě kterého poznatku předpokládáte, že při extrakci iontového asociátu nevysušeným chloroformem docházelo k jeho okamžitému rozpadu? (pozorováním zbarvení?)
- Str. 36** – od kterého okamžiku je počítám čas ($t = 0$ s)?
- Str. 38** – (analogicky i pro obr. 4.6, str. 39) proč bylo zvoleno právě takovéto koncentrační rozmezí a proč nebyly proměřeny i další koncentrace v uvedeném rozmezí? (v textu výše uvádíte koncentrační rozsah od „0,06 mg ml⁻¹“ ale v grafu jde o spodní hodnotu 0,6 mg ml⁻¹).
- Str. 41** – kap. 4.2.6, proč byl zvolen rozsah právě od 45 do 230 µg ml⁻¹? Uvedené grafy (obr. 4.8 a 4.9) uvádí pouze lineární část kalibrační závislosti? Jakým způsobem byly vyhodnoceny LOD a LOQ a kolik měření bylo prováděno pro konkrétní stanovení (z kolika měření byly sestrojeny chybové úsečky v grafech)?
- Str. 50** – (souvisí s str. 31 obr. 3.1), proč byla zařazena peristaltická pumpa před detektor a nikoliv za něj? (rozmytí zóny s analytem, těsnost průtokové cely)
- Str. 50** – máte nějaké vysvětlení k opačnému průběhu závislosti na obr. 4.14 a 4.13?
- Str. 57** – hodnotu 250 nm pro excitaci vzorku jste použila z literatury?

Dle mého názoru diplomová práce splňuje jak odborné, tak i formální požadavky kladené na diplomové práce oboru analytická chemie.

Předloženou diplomovou práci **doporučuji** / ~~nedoporučuji~~ k dalšímu řízení a navrhuji stupeň hodnocení „výborně“.



RNDr. Jakub Hraníček, Ph.D.

podpis oponenta

titul, jméno a příjmení oponenta

V Praze, dne 29. května 2014