

# UNIVERZITA KARLOVA V PRAZE FARMACEUTICKÁ FAKULTA V HRADCI KRÁLOVÉ

Téma rigorózní práce: ***Identifikace hlavních degradačních produktů butan-1,3-diolu***

Jméno studenta, studentky: ***Mgr. Jaroslav Kušnír***

Jméno oponenta rigorózní práce: ***Doc. PharmDr. Petra Kovaříková, Ph.D.***

## I. Posudek oponenta rigorózní práce

Rigorózní práce Mgr. Jaroslava Kušníra si klade za cíl identifikovat vybrané rozkladné produkty a nečistoty butan-1,3-diolu pomocí plynové chromatografie ve spojení s plameno-ionizačním (FID) a zejména pak s hmotnostním (MS) detektorem. Práce je standardně členěna do sedmi kapitol, obsahuje abstrakt v českém i anglickém jazyce a autor se v ní odkazuje na 37 literárních prací.

V teoretické části autor nejprve popisuje základní principy chromatografie, zejména chromatografie plynové (GC), a zabývá se příslušnou instrumentací. V další kapitole vysvětluje základní principy interpretace hmotnostních spekter při GC-MS analýzách. Na konci teoretické části je zařazena kapitola charakterizující další metody užívané pro identifikaci neznámých látek a poté kapitola o butan-1,3-diolu.

V experimentální části autor nejprve podrobil butan-1,3-diol působení peroxidu vodíku v různých médiích s cílem získat informace o jeho oxidačních produktech. Oxidační produkty byly následně identifikovány pomocí GC-MS (elektronová - EI i chemická ionizace - CI), s využitím knihovny EI spekter, případně analýzou standardů. Další část práce byla zaměřena na identifikaci neznámé nečistoty, která vzniká reakcí butan-1,3-diolu a jednoho z oxidačních rozkladných produktů – 3-hydroxybutanal. Identita této nečistoty byla kromě GC-MS analýzy potvrzena pomocí NMR.

Práce je sepsána poměrně přehledně, avšak některé části (zejména kapitola 4.2. Příprava vzoriek) by mohly být zpracovány lépe aby bylo jasné, pro jaký účel byly jednotlivé vzorky připraveny. Poněkud nelogicky je pak postup přípravy reakčního prostředí uveden až po přípravě vzorků. Nestandardní je zařazení přehledu chromatografických podmínek do výsledků. Vzhledem k tomu, že cílem práce nebyla optimalizace chromatografických podmínek, měl být jejich přehled uveden spíše v metodice (experimentální část). Větší pozornost by zasluhoval také grafický vzhled práce. Tabulky nemají jednotný vzhled, vzorce a reakce nejsou nijak označeny a tak na ně není v textu uváděn odkaz. Pro snadnější pochopení by bylo vhodné v MS spektrech označit molekulový ion, případně identitu hlavních fragmentů, což je klíčové pro identifikaci.

Kromě těchto připomínek mám k práci následující dotazy.

- Str. 20: Vysvětlíte pojem „krvácení kolony“. Jak je možné tento jev omezit?
- Str. 52: Co znamená hmotnost 0,0008 g uvedená v závorce u kyseliny sírové?
- Str. 55: Jaký byl retenční čas butan-1,3-diolu? Detekovali jste ho v zatížených vzorcích?
- Str. 56-58: Jaký přínos pro identifikaci mělo provádět analýzy s využitím dvou různých reakčních plynů?
- Str. 60 : Co myslíte tvrzením, že...“ pík kyseliny octové nevykazoval známky překrytí dvou píků“?
- Str. 61: Jaký je rozdíl mezi spektry na obrázcích 12 a 18?

- Str. 65: Proč byly použity rozdílné gradienty pro studium reakce butan-1,3-diolu a pro identifikaci nečistoty?
- Str. 70: Píšete, že se při izolaci „produkt i butan-1,3-diol ztrácely“. Co tím myslíte?
- Str. 72: Co myslíte slovním spojením „nejlepší hmotnostní spektrum“?
- Str. 75 a dále, popis Obr: Je správné napsat „EI spektrum 100% 1-(4-methyl-1,3-dioxan-2-yl)propan-2-olu 0,75 mg/ml“?
- Je hmotnostní spektrometrie vhodná metoda pro určování struktury izomerů?

Přes uvedené připomínky splňuje rigorózní práce Mgr. Jaroslava Kušníra všechna kritéria kladená na tento typ kvalifikační práce, a proto ji doporučuji k obhajobě.

V Hradci Králové:  
17.4.2014

---

Podpis oponenta rigorózní práce