

ABSTRAKT

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra analytické chemie

Kandidát: Mgr. Ivana Šrámková

Školitel: doc. PharmDr. Hana Sklenářová, Ph.D.

Školitel – specialista: Burkhard Horstkotte, Ph.D.

Název dizertační práce:

Využití neseparačních průtokových metod ve farmaceutické analýze

Prietoková analýza je jedným z odvetví inštrumentálnych techník v chemickej analýze. Je založená na manipulácii so vzorkou v prietokovom zariadení. Od uvedenia techník, považovaných dnes za moderné prietokové techniky, v sedemdesiatych rokoch minulého storočia, si tento analytický prístup vďaka svojim charakteristikám získal medzi vedcami popularitu. Riadená disperzia a presné časovanie vďaka programovaniu umožňuje plnú automatizáciu rôznych analytických procesov.

Prietokové metódy sú využívané v mnohých aplikáciách: jednoduché meranie vzoriek, chemické reakcie, kinetické štúdie, úprava vzorky, separácia a ďalšie, a to v automatickom móde.

Tieto techniky sú cenené hlavne kvôli automatizácii, zníženiu spotreby chemikálií, vyprodukovaného odpadu a nákladov na analýzu, skráteniu času analýzy.

Táto dizertácia predstavuje ďalší prínos v oblasti prietokovej analýzy. Je rozdelená na teoretickú a praktickú časť, pričom praktická časť obsahuje päť publikácií a jeden manuskript odoslaný k publikácii v odbornom časopise.

Teoretická časť je ďalej rozdelená na tri podkapitoly: metódy úpravy vzoriek, prietokové metódy a vybrané techniky manipulácie so vzorkou s využitím prietokových metód. Práca obsahuje prehľad metód úpravy vzoriek a príbuzných techník, a sústreď sa hlavne na moderné mikroextrakčné postupy. Sú zahrnuté ako extrakčné metódy z kvapaliny do kvapaliny, tak aj extrakcie tuhú fázou.

Ďalší oddiel teoretickej časti sa venuje definíciám a základnej inštrumentácii používanej v prietokových technikách, s dôrazom na tie, ktoré boli využité pri experimentálnej práci. Stručne sú predstavené hlavné charakteristiky každej techniky, vrátane technických rozdielov a prevedenia.

Tretí oddiel teoretickej časti popisuje využitie prietokových techník v rôznych metódach manipulácie so vzorkou. Tieto metódy boli použité na analýzu liečivých látok buď vo farmaceutickom prípravku alebo v biologickej vzorke, alebo v analýze ďalších biologicky aktívnych látok. Zahrnuté je využitie enzymatických reakcií a použitie žiarenia v prietokovom systéme ako aj možnosť automatizácie vybraných mikroextrakčných postupov s využitím princípov prietokových techník.

Praktická časť predloženej dizertačnej práce obsahuje päť publikácií a jeden rukopis v súčasnosti odoslaný k publikácii. Ku každej z predložených prác je priložený krátky komentár, v ktorom sú popísané najzaujímavejšie charakteristiky, vývoj metódy a novosť danej práce.

Prvá experimentálna práca je zameraná na prevedenie reakcie katalyzovanej enzýmom v sekvenčnom injekčnom systéme so spektrofotometrickou detekciou. Táto metóda je použitá na stanovenie anestetickéj látky propofolu vo farmaceutickom prípravku. Zároveň je táto metóda porovnaná s jednoduchou prietokovou metódou s fluorescenčnou detekciou.

Druhá experimentálna práca študuje použitie systému sekvenčnej injekčnej analýzy na automatizáciu mikroextrakcie z kvapaliny do kvapaliny a modifikovanú metódu na disperznú mikroextrakciu tiokyanátanov vo vzorkách ľudských slín.

Tretia práca popisuje nový spôsob mikroextrakcie do kvapky v priestore nad vzorkou, a to priamo v striekačke piestovej pumpy. Ako modelová analýza prchavého analytu bol pomocou vyvinutej metódy stanovený obsah etanolu vo víne.

Štvrtá experimentálna práca sa zaoberá on-line extrakciou tuhou fázou. Je popísané využitie „flow-batch“ systému na extrakciu, UV-fotodegradáciu analytu a fluorimetrické stanovenie pesticídu metsulfuron metylu. Práca teda spadá do oblasti kontroly životného prostredia, čo odpovedá oblasti zamerania spolupracujúceho zahraničného pracoviska (Department of Chemistry, University of the South, Bahía Blanca, Argentína).

Ďalšia, piata, experimentálna práca bola zameraná na štúdium podmienok ovplyvňujúcich fluorescenciu dvoch modelových látok v systéme sekvenčnej injekčnej analýzy.

Posledná, šiesta práca predstavuje novú metódu automatizácie mikroextrakcie na tuhom sorbente, s priamym spojením na separáciu v nízkotlakovom systéme sekvenčnej injekčnej chromatografie. Metóda bola použitá na stanovenie liečiva betaxololu ľudskom moči. Práca je priložená ako manuskript odoslaný na publikáciu v odbornom časopise s impakt faktorom.