

UNIVERZITA KARLOVA
FARMACEUTICKÁ FAKULTA V HRADCI KRÁLOVÉ
Katedra analytické chemie

Studijní program: Farmacie

Posudek oponenta diplomové práce

Autor/ka práce: **Klára Pružinská**

Vedoucí/školitel/ka práce: doc. PhamrDr. Lucie Nováková,
Ph.D.

Rok obhajoby: 2018

Konzultant/ka práce:

Oponent/ka práce: PharmDr. Veronika Pilařová, Ph.D.

Název práce:

Vývoj UHPLC metody pro separáciu ôsmych štruktúrne blízkych derivátov vitamínu E

Rozsah práce: počet stran: 55, počet obrázků: 23, počet tabulek: 10, počet citací: 46

Práce je: experimentální

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

Doporučuji diplomovou práci k uznání jako práci rigorózní

Případné poznámky k hodnocení:

Předložená práce dodržuje klasickou doporučenou strukturu a členění diplomových prací. Je psána věcně a přehledně. Některé informace jsou rozepsány velmi podrobně a zachází do přílišných detailů (např. farmakologické vlastnosti a účinky vitamínu E, UHPLC instrumentace, typy stacionárních fází). Naopak jiné části by si zasloužily více pozornosti. Výsledky validace metody mohly být více diskutovány, stanovení vitamínu E v přípravu není zmíněno vůbec. Dále se jedná o nejednotné používání zkratk v textu, jejich nedefinování, či nejednotnost v celé práci (např. F5, zkratky pro deriváty vitamínu E, MeOH, ACN, a další). V některých částech by si také větší důslednost zasloužila formulace textu a správné používání termínů (např. derivát vs. izomer, v celé práci).

Dotazy a připomínky:

Připomínky:

(1) str. 15 a dále - Jaký je rozdíl mezi termínem derivát a izomer? Kolik izomerních forem má vitamín E?

(2) str. 21 - Autorka uvádí, že účinnost kolony udává veličina "počet teoretických pater N". K čemu potom slouží definovaná veličina "výškový ekvivalent teoretického patra H"?

(3) str. 30 - Autorka uvádí, že vitamin E je prakticky nerozpustný ve vodě a zároveň má nižší odezvu detektoru. Může odezva detektoru souviset s rozpustností?

(4) Sekce 5.7.2. - Přesnost a správnost metody - V sekci postrádám informace o tom, jaká detekce byla použita při měření validačních vzorků. Prosím o její doplnění. Byly výsledky získané na PDA a FLD detektoru shodné?

Otázky do diskuze:

(1) Sekce 5.1 - 5.6 - V rámci testování různých mobilních fází byl na některých kolonách testován ACN samotný nebo ve směsi s MeOH jako organická složka mobilní fáze. Mohlo by u ostatních typů stacionárních fází, kde ACN nebylo testováno, vést jeho použití ke zlepšení separační účinnosti?

(2) Sekce 5.1 - 5.6 - U všech uvedených metod byla testována pouze izokratická eluce za použití různého množství organické složky (obvykle MeOH, ACN, nebo jejich směs). Byla testována také gradientová eluce? Mohlo by být její použití přínosem pro separaci?

(3) Sekce 5.1 - 5.6 - Jako vodná složka byla použita voda, která byla případně nahrazena směsí vody s isopropanolem. Byl testován přídavek aditiv (kyselin, bází, pufrů)? Umožnilo by jejich použití zlepšení separace?

(4) Sekce 5.7 Validace metody - V Tab. 5, 6 je uvedeno kalibrační rozmezí 0,01 - 100 µg/mL. Uvedené LLOQ v tabulce jsou vyšší než minimální hodnota v kalibračním rozmezí. V následujících grafech kalibračních křivek je ULOQ 70 µg/mL, tj. nižší než uvádí kalibrační rozmezí. Z jakého důvodu nebyly limity kalibračního rozmezí použity jako LLOQ a ULOQ?

(5) Sekce 5.7.2 Validace metody - správnost a přesnost - Jakým způsobem byla správnost a přesnost počítána? Z textu není jasné, jak byly tyto hodnoty stanoveny. Prosím o demonstraci výpočtu na některém z derivátů. ja

(6) Sekce 5.7.2 Validace metody - správnost a přesnost - Z výsledků validace je patrné, že hodnoty správnosti a přesnosti byly vyšší než limity dané směrnicí ICH. Čím si tyto vyšší hodnoty vysvětlujete?

Celkové hodnocení, práce je: velmi dobrá, k obhajobě: doporučuji

V Hradci králové dne 18.9.2018

.....
podpis oponentky / oponenta