

Téma diplomové práce	Stanovení kyseliny askorbové s využitím metody HILIC – porovnání HILIC stacionárních fází
Jméno studenta, studentky	Kateřina Beileszová
Jméno oponenta	PharmDr. Petr Chocholouš, Ph.D.

II. Posudek oponenta

Diplomantka Kateřina Bielešová, vypracovala svou diplomovou práci (DP) na Katedře analytické chemie, Farmaceutické fakulty UK v Hradci Králové pod vedením PharmDr. Lucie Novákové, Ph.D. DP obsahuje 85 stran, udává 38 citací a je členěna do šesti základních kapitol. V teoretické části je popsána metoda HPLC, test způsobilosti, HILIC chromatografie včetně detailního popisu principu, dále jsou představeny analyzované látky (kyselina askorbová a dehydroaskorbová) a metody jejich simultánního stanovení, včetně slabín v současnosti používaných metod. Detailní kapitola je věnována detektorům na bázi aerosolu NQAD a CAD. V kapitole „Experimentální část“ diplomantka podrobně popisuje vývoj a optimalizaci analýzy. Optimalizovány byly chromatografické podmínky pro tři HILIC kolony a jednu s reverzní fází a pro detektory na bázi aerosolu NQAD, CAD a optický DAD UV. V části výsledky a diskuse byla popsána validovaná metoda vyvinutá na koloně Obelisk R a detektorem NQAD a bylo provedeno stanovení kyseliny askorbové v komerčně dostupných léčivých přípravcích a potravinových doplňcích. V kapitole „závěr“ jsou shrnuty dosažené výsledky. DP je po formální stránce až na níže uvedené poznámky a připomínky zpracována standardním způsobem a bez gramatických chyb.

Moje připomínky jsou:

1. Seznam zkratk by měl být na začátku celé práce.
2. V seznamu literatury jsou drobné chyby ve formátování (zkratky názvů časopisů vs. jejich plné názvy).
3. Grafy zobrazující závislost retence na koncentraci vodné složky mobilní fáze by pro větší přehlednost měly být doplněny o hodnotu retenčního času mrtvého objemu nebo by měly obsahovat redukováný retenční čas případně retenční faktor. Jejich přehlednost a vypovídající hodnota by se tak velmi zvýšila. V grafech je i snaha o znamenání závislosti retence na koncentraci a pH pufru bohužel se jedná o další vstupní podmínky, které by si zasloužily vlastní graf pro větší přehlednost.
4. Detailněji by mělo být popsáno nastavení a vlastnosti obou použitých detektorů na bázi aerosolu pro snadnější zopakování experimentů.
5. Obrázky 22, 23, 24 znázorňující výpočet výtěžnosti neodpovídají popsanému postupu.
6. Práce obsahuje poměrně málo obrázků s reálnými záznamy, zařazeny jsou pouze záznamy z UV DAD detektoru nikoliv z detektorů na bázi aerosolu. Pro detailnější představu mohly být uvedeny některá surová data jako např. plochy píků pro výpočet obsahu kyseliny askorbové v komerčně dostupných přípravcích. Přes některé drobné nedostatky, je možné konstatovat, že diplomová práce má velmi dobrou úroveň, a proto ji doporučuji k obhajobě.

Otázky do diskuse:

1. Dokážete vysvětlit, proč jsou hodnoty RSD u reálných vzorků výrazně vyšší než hodnoty RSD u roztoku standardu, když příprava vzorku spočívala pouze v rozpuštění ve směsi rozpouštědel?
2. Podle čeho jste určila optimální podmínky separace?
3. Objevily se v záznamech reálných vzorků nějaké další píky např. pomocných látek?

Navrhovaná klasifikace

V Hradci Králové dne 20. 5. 2009

Podpis oponenta diplomové práce