

Dne 14.března 2011

Oprava k rigorózní práci

Optimalizace HPLC separace bazických látek ze skupiny betablokátorů – využití nových typů stacionárních fází

Mgr. Antonín Svoboda

Oprava – str. 59 objem nástřiku uveden 10 μ l – mají být uvedeny 3 μ l.

Analytická kolona Zorbax Eclipse XDB má rozměry: 4,6 x 50 mm a velikost částic: 1,8 μ m. Byly zkoušeny různé objemy 1 μ l, 2 μ l i 3 μ l. Chromatogram uvedený v práci odpovídá měření při objemu nástřiku 3 μ l.

Oprava překlepů: strana – špatně - správně

str. 60 - eluovaly – eluovaly

str. 90 - Phenomenox - Phenomenex

Chybně uvedeny jsou retenční faktory látek v některých tabulkách. Přístrojem byl retenční čas mrtvého objemu přiřazen k píku atenololu, tím se do proměnné t_M dostal t_R atenololu a výsledný retenční faktor „k“ byl spočítán jako $k=0$. U ostatních látek je uvedena špatně vypočtená hodnota retenčního faktoru. Výsledek měření tím změněn nebyl. Za daných separačních podmínek byla u velmi lipofilních látek - zejména bopindololu - retence a tedy i hodnota retenčního faktoru vysoká. U atenololu byla hodnota $k < 2$, u bopindololu byla hodnota $k > 10$, ve většině případů dokonce hodnota $k > 20$. Správně uvedené hodnoty shrnuje Tabulka 1 a porovnání na dvou příkladech znázorňuje Tabulka 2.

Hodnoty kapacitního (retenčního) faktoru „k“ pro jednotlivé BB

Tabulka 1 Opravené hodnoty retenčního faktoru „k“.

BB / tabulka	Tab.9	Tab.10	Tab.12	Tab.13	Tab.16	Tab.17	Tab.18	Tab.19	Tab.20
Atenolol	0,90	0,39	1,53	1,74	0,42	0,14	1,67	0,80	1,50
Pindolol	3,43	3,46	7,39	8,54	2,12	2,49	9,53	5,03	8,14
Acebutolol	5,05	4,84	8,37	9,65	4,10	9,13	12,32	9,02	9,19
Metoprolol	5,49	6,10	11,29	12,63	4,43	8,26	14,07	8,03	10,26
Bopindolol-dp 1	5,89	6,57	12,38	13,73	4,75	9,77	16,33	11,40	12,80
Labetalol	8,11	8,66	7,11	8,09	8,00	14,19	nedet.	16,50	7,07
Bopindolol-dp 2	nedet.	nedet.	13,73	15,25	10,83	nedet.	nedet.	19,17	14,54
Propranolol	9,15	13,06	17,00	19,68	9,33	15,03	22,70	17,97	19,97
Bopindolol	13,16	21,41	22,88	24,45	14,60	19,73	30,78	28,88	29,16

Tabulka 2 Porovnání nesprávných původně uvedených hodnot retenčních faktorů a opravených ručně spočítaných hodnot - pro ilustraci na příkladu tabulek číslo 9 a 17:

Tab.9/BB	ATE	PIN	ACE	MET	BOP-dp1	LAB	PRO	BOP
Hodnota „k“ před opravou	0,00	1,32	2,18	2,41	2,67	3,79	4,33	6,44
Hodnota „k“ po opravě	0,90	3,43	5,05	5,49	5,89	8,11	9,15	13,16
Tab.17/BB	ATE	PIN	MET	ACE	BOP-dp1	LAB	PRO	BOP
Hodnota „k“ před opravou	0,00	2,06	7,11	7,87	8,43	12,30	13,04	17,16
Hodnota „k“ po opravě	0,14	2,49	8,26	9,13	9,77	14,19	15,03	19,73