

Téma diplomové práce:	<i>Extrakce na tuhou fázi a její miniaturizace metodou Lab-On-Valve pro stanovení farmaceuticky významných látek</i>
Jméno studenta, studentky:	<i>Iva Jelínková</i>
Jméno oponenta:	<i>Mgr. Hana Vlčková, Ph.D.</i>

II. Posudek oponenta

Cílem diplomové práce **Ivy Jelínkové** bylo ověření možnosti automatizace extrakce na tuhou fázi (SPE) ve formě mikroextrakce tuhým sorbentem (MEPS) s využitím sekvenční injekční analýzy (SIA), což nebylo zcela jasné formulováno. Dalším cílem bylo ověření chování krevní plazmy při této metodě a vyvinutí reprodukovatelné metody pro stanovení vitamínu A, D, E ve fortifikované krevní plazmě. Cíl diplomové práce byl splněn s výhradami, protože nebyla vyvinuta reprodukovatelná metoda. Diplomová práce je sepsána na 61 stranách, obsahuje 27 obrázků, 13 tabulek a 31 citací.

V teoretické části se autorka věnuje stanovovaným analytům, stručnému popisu technik SIA, SIC, SPE a MEPS. V této části, zejména v oblasti zabývající se extrakčními technikami, je velké množství nejasných a nepřesných formulací.

V experimentální práci se autorka zabývá vývojem programu pro ovládání SIA přístroje. Daný program byl aplikován na analýzu vitamínu A, D a E. Pro jednotlivé vitamíny byla optimalizována jejich koncentrace, dávkovaný objem, průtoková rychlost a rozpouštědlo, ve kterém byl daný roztok ředěn. V závěru práce byla daná metoda aplikována na plazmu obohacenou o stanovované analyty. Na těchto vzorcích byla ověřena opakovatelnost a výtěžnost. Protože nebylo dosaženo uspokojivé opakovatelnosti a výtěžnosti bude nutné v optimalizaci metody dále pokračovat.

V celé diplomové práci je velké množství nepřesných a zavádějících formulací, které jsou obtížně srozumitelné a poskytují nepřesné informace.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

str. 4 – text diplomové práce by neměl obsahovat anglické pojmy, pokud existuje český ekvivalent, např. plazma fortifikovaná vitamíny A, D, E.

str. 19 – Obr. 4 - uvítala bych popisek jednotlivých dějů (A, B, C, D, E) nebo alespoň jednotlivé děje označit v textu.

str. 22 – nesouhlasím s tvrzením „Metoda RP má nejméně selektivní retenční mechanismus“.

str. 23 – kapitola „Postup SPE“ – nesouhlasím s tím, že je do postupu SPE zařazena příprava vzorků před extrakcí, protože například srážení bílkovin je samostatná extrakční technika.

str. 23 – také nesouhlasím s tvrzením, že látky tvořící matici při dávkování vzorku sorbentem pouze prochází.

str. 24 – konečným krokem SPE často bývá odpaření a následné rozpuštění analytů v mobilní fázi, tento krok vám v postupu chybí.

str. 25 – nerozumím formulaci „Mikrokolona se společně s plynotěsnou stříkačkou využívá k dávkování kapalin za stejných podmínek jako u SPE“. Můžete mi to vysvětlit?

str. 26 – v kapitole „Postup MEPS“ chybí kroky jako je kondicionace a aktivace sorbentu.

str. 32 – Tab. 1, Tab. 2, Tab. 3 – čísla by měla být uvedena se stejným počtem desetinných míst.

str. 37 – 39 – Tab. 4 a 5 – zvolila bych jednodušší a přehlednější formu popisu programů.

str. 44, 46, 49 – v rámci praktické části byla testována linearita, ale pouze na 3 koncentračních hladinách. Tento počet bodů je naprosto nedostatečný. A nemělo by se to v praktické části označovat jako testování linearity.

Dotazy do diskuse:

- 1) V teoretické části o MEPS zmiňujete 4 typy sorbentů. Jsou dostupné pouze tyto druhy?
- 2) Promytí sorbentu před nadávkováním vzorku bylo provedeno roztokem kyseliny octové o pH 3, přestože vlastní roztok vzorku nebyl okyselen. Jaký jste k tomu měli důvod?

- 3) Při přípravě pracovního roztoku směsi jednotlivých vitamínů, byl pipetován roztok vitamínu E a následně odpařen do sucha. Proč byl použit tento postup?
- 4) Ze záznamu na Obr. 14 je patrné, že došlo k výraznému prodloužení retenčního času při změně nastříkovaného objemu, což si nedovedu vysvětlit. Můžete mi to tedy vysvětlit vy?
- 5) Setkali jste se při nasávání vzorku s tvorbou bublinek? Pokud ano, máte pro jejich vznik nějaké vysvětlení?

I přes uvedené připomínky mohu konstatovat, že požadavky kladené na diplomové práce byly splněny a proto práci doporučuji k obhajobě.

Navrhovaná klasifikace: **Velmi dobře**

V Hradci Králové dne: 30. 05. 2012

Podpis oponenta diplomové práce