

Téma diplomové práce	Využití plynové chromatografie v kontrole léčiv III.
Jméno studenta, studentky	Barbora Šináklová
Jméno oponenta	Mgr. Ivana Pasáková

II. Posudek oponenta

Předkládaná diplomová práce má experimentální charakter a zabývá se validací metody pro stanovení obsahu butan-1,3-diolu v substanci pomocí plynové chromatografie. Zvalidovaná metoda je následně aplikována na 4 různé vzorky butan-1,3-diolu. Práce má rozsah 61 stran, je rozčleněna do 9 kapitol a obsahuje 32 literárních odkazů.

V úvodu teoretické části je nejprve stručně popsán obecný princip a dělení chromatografických metod. Následující kapitola se detailněji zabývá principem, základními pojmy a především instrumentací v plynové chromatografii (GC). Zároveň jsou zde také uvedeny možnosti kvalitativního i kvantitativního hodnocení látek pomocí této metody. Další kapitola se zabývá validací chromatografických metod a jednotlivé parametry validace jsou blíže charakterizovány. V neposlední řadě je věnována pozornost také obecné charakteristice butan-1,3-diolu (BD) a jeho využití v praxi. Uvedena je i krátká rešerše, která prezentuje přehled metod používaných k hodnocení BD a materiály, ze kterých byl BD získán.

V experimentální části byla provedena vlastní validace metodiky s ohledem na selektivitu, linearitu, správnost, přesnost, mezilehlou přesnost a robustnost metody. Jsou zde popsány postupy přípravy jednotlivých vzorků pro validaci i postupy přípravy vzorků pro stanovení obsahu BD. Kapitola výsledky a diskuze pak dokládá získané výsledky příslušnými chromatogramy, grafy, případně tabulkami a následně je vyhodnocuje.

Předložená diplomová práce je zpracována standardní formou a přehledně prezentuje dosažené výsledky. Byla tak zavedena nová validovaná metoda pro stanovení obsahu butan-1,3-diolu, která následně umožnila stanovení jeho obsahu u čtyř různých vzorků.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

- 1) Uvedený obsah neodpovídá struktuře práce - v obsahu zcela chybí kap. 2.2.2.1 – 2.2.2.6 a 2.2.3.1., 2.2.3.2.
- 2) Citace nejsou číslovány v pořadí, v jakém jsou zmiňovány v textu (např. v úvodu práce je po citaci 1 a 2 uvedena citace 15, stejně tak na str. 10 a 26 nebo 31). Měly by být také součástí věty a zmíněny vždy na konci odstavce, nikoli až na konci příslušné kapitoly nebo jejím nadpisu.
- 3) Seznam použité literatury je tvořen z velké části internetovými odkazy - postrádám více původních zdrojů.

- 4) Jako cíl práce uvádíte validaci analytické metody pro stanovení obsahu BD v substanci, nicméně v experimentální části i závěru práce zmiňujete také stanovení obsahu u 4 různých vzorků.
- 5) V kapitole 4.3.1 na str. 39 uvádíte tabulku, která by měla dokládat nastavení teplotního programu analýzy – co znamenají sloupce 0 a 1? Mohla byste blíže popsat tuto tabulku? Uvádíte zde také celkový čas analýzy 9,17 min. Vzhledem k tomu, že poslední pik analýzy se eluuje cca v 5. minutě, jaký k tomu byl důvod?
- 6) Zmíněnou kapitolu 4.3.1, která popisuje chromatografické podmínky analýzy, by bylo vhodnější zařadit na začátek experimentální práce, nikoli na její konec. Jedná se o metodu, ke které se vztahuje celá experimentální část a měla by být proto zmíněna jako první.
- 7) U obrázku č. 5 (str. 40) chybí popis jednotlivých píků.
- 8) V tabulce č. 9 (str. 44) nejsou uvedeny jednotky příslušných veličin.
- 9) Na straně 49 uvádíte, že „změny chromatografických podmínek se projeví až přibližně v polovině analýzy.“ Při změně průtoku nosného plynu přitom uvádíte změnu retenčního času u píků eluujících se již mezi 2. a 3. minutou. Mohla byste to blíže vysvětlit?

Výše uvedené připomínky nesnižují kvalitu předkládané práce, a proto doporučuji diplomovou práci Barbory Šináklové k obhajobě.

Navrhovaná klasifikace **výborně**

V Hradci Králové dne 26.5 2009

Podpis oponenta diplomové práce