

Téma diplomové práce: ***Simultánní stanovení kovových kationtů (hořčíku, vápníku a hliníku) v léčivých přípravcích využitím iontově výměnné chromatografie a ELS detekce***

Jméno studenta, studentky: **Zdeněk Spáčil**

Jméno oponenta: **Mgr. Lucie Nováková, Ph.D.**

II. Posudek oponenta

Cílem diplomové práce Zdeňka Spáčila bylo optimalizovat a validovat HPLC metodiku pro současné stanovení tří kovových kationtů, konkrétně hořčíku, vápníku a hliníku, v léčivých přípravcích s využitím metodiky iontově výměnné chromatografie a ELS detekce.

Diplomová práce je sepsána na 55 stranách v anglickém jazyce, obsahuje 23 tabulek, 13 obrázků a grafů a 41 citací.

V teoretické části jsou přehledně popsány metody dosud používané pro stanovení kovových kationtů hořčíku, vápníku a hliníku a je podrobně vysvětlen princip ELS detekce.

V experimentální části jsou uvedeny použité metodiky, chemikálie, standardy, přístrojové vybavení, popis práce s farmaceutickými přípravky a jejich složení a dále popis testovaných validačních parametrů.

Části výsledky a diskuse obsahuje přehledně zpracované výsledky jak optimalizace tak validace ve formě četných tabulek, grafů a chromatografických záznamů.

K práci mám následující připomínky a dotazy:

V anglickém názvu by slovo „Kation“ mělo být nahrazeno slovem „Cation“.

Chromatografické záznamy – popisky píků a chromatografických os jsou velmi špatně čitelné.

Citace [17] – pravděpodobně chybí název časopisu.

Dotazy:

- 1) Proč byly jako organické aniony testovány zrovna citrát, askorbát a aspartát?
- 2) Existuje ELSD, který umožňuje využití jak „splitting“ tak „splitless“ modu nebo jde vždy jen o typ A nebo B?
- 3) V textu jsou často používány pojmy rozlišení (resolution) a asymetrie (asymmetry) a také jejich číselná vyjádření. Kde lze nalézt definice těchto parametrů a požadované hodnoty? Odkud byly brány tyto hodnoty do diplomové práce? Odkud byla převzata rovnice 4.2. (str. 35). Co znamená pojem SST (System Suitability Test)?
- 4) Odkud byl převzat termín „Inner Standard Metod“? (str. 34 a dále)
- 5) Proč je lepší používat metodu vnitřního standardu, jaké existují jiné metody pro kvantifikaci?
- 6) Podle kterých pravidel byla provedena validace metody? Pojmy „přesnost“ (precision) a „linearita“ (linearity and range) nejsou v teoretické části přesně definovány. Parametr robustnost testován nebyl?
- 7) Byly pro stanovování kationtů v léčivých přípravcích používány různé šarže přípravků nebo jen jedna? V případě přípravku Aludrox by takto mohla být zodpovězena otázka nalezených nízkých hladin hořčíku.

I přes uvedené připomínky mohu konstatovat, že práce má velmi vysokou odbornou úroveň, je přehledně sepsána v anglickém jazyce s minimem překlepů a jen občasnými chybami v anglickém slovosledu. Daná tematika simultánního stanovení všech tří kovů pomocí metodiky HPLC-ELSD dosud nebyla publikována v odborné literatuře a přináší mnoho výhod jako je rychlost metody, jednoduchost přípravy vzorku, dostatečná přesnost, správnost i citlivost metody, ale hlavně nízké náklady na přístrojové vybavení.

Protože diplomant Zdeněk Spáčil splnil všechny požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji jeho práci přijmout k obhajobě.

Navrhovaná klasifikace:

V Hradci Králové dne: 30.04.2006

Podpis oponenta diplomové práce

