

Oponentský posudek

na disertační práci Mgr. Petra Chocholouše
„Sekvenční injekční chromatografie“

Disertační práce Mgr. Petra Chocholouše je zaměřena na výzkum v oblasti automatizace analytických postupů s využitím sekvenční injekční analýzy (SIA). Pozornost je věnována zejména nové originální technice Sekvenční injekční chromatografie (SIC), která byla vyvinuta i s jeho přispěním na Katedře analytické chemie FaF UK v Hradci Králové. Doktorand se zabývá především aplikací SIC na bázi komerčních monolitických kolon k separaci a stanovení účinných látek a konzervantů v konkrétních léčivých přípravcích. Práce tak plně zapadá do kontextu vědecko-výzkumné problematiky řešené na výše uvedeném pracovišti.

Disertace o rozsahu 138 stran je v podstatě koncipována jako komentář k souboru prací publikovaných či připravených k publikaci. Je rozdělena do tří základních oddílů: Teoretické části, doprovodného komentáře a přílohy. V teoretické části jsou na 15 stránkách stručně popsány principy průtokové injekční analýzy (FIA) a SIA včetně porovnání těchto dvou průtokových technik a velmi krátce jsou zmíněny hlavní metody úpravy vzorků používané ve farmaceutické analýze. Více než polovina teoretické části (25 stran) je pak věnována popisu a vysvětlování (někdy až příliš triviálnímu) základních pojmů, týkajících se teorie i praktických stránek chromatografické separace. Vhodným způsobem je zde prezentována základní informace o monolitických stacionárních fázích, o technice SIC a je provedeno vzájemné srovnání předností a nedostatků SIC a HPLC. Teze diskutované v teoretické části jsou doloženy 93 relevantními citacemi literatury. V doprovodném komentáři pak shrnuje doktorand na deseti stranách obsah a výsledky svého výzkumu v návaznosti na publikované práce či na rukopisy připravené k publikaci.

Příloha je tvořena souborem tří reprintů článků publikovaných v renomovaných mezinárodních časopisech (*Anal. Chim. Acta*, *Talanta* a *J. Sep.Sci.*) a dvěma rukopisy prací zaslaných k recenznímu řízení. Zatímco první publikovaná práce (označená jako I) je z hlediska originality získaných výsledků principiální, neboť zde byly konstituovány základy nové metody SIC, další dvě práce (II, III) se již prakticky netýkají dalšího zdokonalování této techniky, ale spíše optimalizace chromatografických podmínek SIC analýzy vybraných multikomponentních léčivých přípravků a dostatečně dokumentují konkurenceschopnost SIC při srovnání s HPLC. Kvalita těchto publikací je naprosto zřejmá, neboť prošly oponentním řízením v příslušných časopisech. Rukopis označený jako IV se zabývá SIC analýzou přípravku Triamcinolon (separace a stanovení salicylové kyseliny a triamcinolonu acetonidu), zapadá do kontextu prací II a III a nemám k němu připomínek, snad až na doporučení, že by chromatogram placebo uvedený na str. 99 měl být spojen s obrázkem 2 na str. 100. Rukopis V je pojat jako review, vztahující se k řešené problematice SIC a její aplikaci ve farmaceutické analýze. V tomto posledním rukopisu jsou ale uvedeny naprosto stejné obrázky (srovnej str. 100/108 a str. 101/109) a tabulka (str. 97/109), jež se objevují v rukopisu IV, který ještě zřejmě nebyl přijat do tisku a je teprve ve stádiu recenzního řízení. Domnívám se, že takový postup není zcela obvyklý a do rukopisu V měly být spíše zařazeny obrázky z již publikovaných prací II nebo III s příslušným odkazem.

Předložená disertační práce má po obsahové stránce dobrou úroveň, avšak autor se nevyhnul některým formálním chybám, někdy úsměvného charakteru (např. na str. 22, 5. řádek zdola: „... je možné danou látku snadno zakoncertovat.“). V textu nejsou skloňována podstatná jména Obrázek a Tabulka (viz např. str. 10 a 18). S údajem uvedeným v Tab. 1 na str. 18, že průtoková rychlost ve FIA je do 2 ml/min, nelze souhlasit. Věta tvořící odstavec 3 na str. 23 není příliš jasně formulovaná, mohla by být chápána i tak, že mezi výhody SPE

patří ekonomická náročnost. Na str. 53 první věta v posledním odstavci nedává smysl. Přílohy VI až XVI, tj. abstrakty na str. 117 a dále se jeví čtenáři jako „bezprizorné“; mělo by zde být označeno, které konference se týkají.

Otázky

- 1) Na str. 35, odst. 2 se uvádí: „Obvykle se pH vodné složky mobilní fáze upravuje na hodnotu o dvě jednotky nižší než je pKa kyselého analytu, rep. o dvě jednotky vyšší než je pKa bazického analytu. Je tak dosaženo nejvyšší pufrovací kapacity.“ **Jakou má souvislost pKa analytu s pufrovací kapacitou mobilní fáze?**
- 2) V komentáři k práci II na str. 56 dole a dále na str. 57 se uvádí, že „Výhody SIC se projevíly možnosti tzv. stopflow metody, skokové změny rychlosti a obousměrného toku ... , možnost použít reakčních činidel (post-kolonová derivatizace) Po přečtení publikace II však není zřejmé, že by se při navržené analýze skutečně uplatnil režim stopflow, obousměrný tok či postkolonová derivatizace. **Prosím o vysvětlení.**

Závěr

Předložená disertace splňuje požadavky kladené na tento typ kvalifikačních prací. Mgr. Petr Chocholouš prokázal schopnost samostatně vědecky pracovat, řešit konkrétní výzkumné úkoly a publikovat výsledky své činnosti v mezinárodně uznávaných časopisech. Dosažené výsledky jsou přitom významným příspěvkem k rozvoji automatických průtokových metod a naznačují reálnou možnost jejich uplatnění ve farmaceutické analýze.

Doporučuji proto, aby disertační práce Mgr. Petra Chocholouše byla přijata k obhajobě jako součásti řízení k udělení titulu PhD.

Doc. RNDr. Miroslav Polášek, CSc.
Katedra analytické chemie
Farmaceutická fakulta UK

Hradec Králové, 30. 11. 2006