

UNIVERZITA KARLOVA
FARMACEUTICKÁ FAKULTA V HRADCI KRÁLOVÉ
Katedra Analytické chemie

Studijní program: Farmacie

Posudek oponenta diplomové práce

Autor/ka práce: **Barbora Harmáčková, DiS.**

Vedoucí/školitel/ka práce: doc. PharmDr. Ludmila Matysová,
Ph.D.

Rok obhajoby: 2018

Konzultant/ka práce: -

Oponent/ka práce: PharmDr. Lucie Chocholoušová
Havlíková, Ph.D.

Název práce:

**Vývoj a validace HPLC metod pro stanovení obsahu konzervačních látek
v léčivých přípravcích**

Rozsah práce: počet stran: 58, počet obrázků: 15, počet tabulek: 28, počet citací: 16

Práce je: experimentální

- a) Cíl práce je: splněn neúplně
- b) Jazyková a grafická úroveň: velmi dobrá
- c) Zpracování teoretické části: velmi dobré
- d) Popis metod: dobrý
- e) Prezentace výsledků: dobrá
- f) Diskuse, závěry: dobré
- g) Teoretický či praktický přínos práce: velmi dobrý

Doporučuji diplomovou práci k uznání jako práci rigorózní

Případné poznámky k hodnocení:

V teoretické části diplomové práce jsou popsány analyzované protimikrobní látky a charakterizovány validační parametry. V experimentální části práce je stručně popsán postup optimalizace HPLC metod pro stanovení benzalkonium chloridu (BAC) a thiomersalu. Dále jsou uvedeny výsledky validací obou metod.

Práce je nestandardně členěna.

U velkého množství tabulek chybí popis (např. tabulka 4,5,6 a další).

Práce je sepsaná bez větších chyb, pouze pár překlepů (např. str. 32 "R", str. 34 Obrázek 5 místo obrázku 9).

Zcela chybí objasnění dvou píků BAC na chromatogramech a pokaždé jsou popisovány jinak (dva píky, analogy).

V práci není jasně uvedeno, jaké složení měly vzorky pro validace metod.

Dotazy a připomínky:

- v abstraktu není uvedeno kompletní složení mobilní fáze
- Seznam zkratk - není abecedně, některé zkratky chybí (MetOH)
- citace nejsou uvedeny chronologicky
- str. 13 - prosím o vysvětlení tvrzení: tato metoda se optimalizovala na naše podmínky

- str. 13 - tabulka 1 - popis k prvnímu sloupci není úplný. Jaké rozměry měla použitá analytická kolona pro validaci? Uvedená kolona nesouhlasí s kolonou ze strany 21?
- str. 14 - kolona z citace "11" měla jaké rozměry?
- str. 14 - spíše se používá laboratorní než pokojová teplota
- str. 16 - tvrzení "detektory jsou umístěny na konci kolony" není správné
- str. 21 - "JAP" je zkratka? v seznamu zkratek chybí
- str. 23 - poslední dva odstavce stránky jsou zmatené a chybné
- str. 24 - změnou složení poměru složek mobilní fáze z 70:30 (v/v) na poměr 73:27 (v/v) a zvýšením průtoku došlo k výraznému zlepšení výsledků analýzy? Má tak nepatrná změna ve složení MF tak velký vliv na separaci látek? Byl systém robustní? Podle uvedených chromatogramů nebyly píky vnitřního standardu a BAC odděleny na základní linii.
- str. 26 a 21 - uvedené údaje jsou totožné, což považuji za zbytečné
- str. 28 - při hodnocení opakovatelnosti se hodnotí oba píky BAC jednotlivě, u ostatních parametrů validace je patrně hodnocen součet ploch obou píků? Tento přístup není nikde diskutován a rozdílné uvádění není z mého pohledu správné
- str. 33 - jaké je složení placebo?
- str. 40, 43 a dále - není jasné, proč byly připraveny dva roztoky o různých koncentracích thiomersalu a také vnitřního standardu? Který roztok byl použit pro validaci? (SST, přesnost) a proč byly použity dva rozdílné objemy dávkovaného vzorku?
- str. 47 - jak se 11ml vejde do 10ml odměrné baňky?
- str. 49 - tabulka 23 - hodnoty ploch jsou na horní hranici hodnot z kalibrační křivky. Proč nebyly v rámci hodnocení linearit testovány i vyšší koncentrační hladiny?
- test vhodnosti chromatografického systému - není uvedeno, ze kterého zdroje vychází vzorce pro výpočty a hodnocení parametrů

Dotazy:

- 1) Uvádíte, že metody jsou vhodné pro stanovení obsahu sledovaných látek v léčivých přípravcích. Ve kterých? S jakými účinnými látkami?
- 2) Proč není v práci použit platný lékopis?
- 3) Který typ detekce chybí v tabulce 3?

Celkové hodnocení, práce je: velmi dobrá, k obhajobě: doporučuji

V Hradci králové dne 30.5.2018

.....
podpis oponentky / oponenta