

JEDNOROZMĚRNÁ A DVOUROZMĚRNÁ KAPALINOVÁ CHROMATOGRAFIE S VYUŽITÍM POVRCHOVĚ PÓROVITÝCH NÁPLNÍ KOLON

Diplomová práce Bc. Elišky Kachlíkové je zaměřena na ověření možností využití kolon s povrchově porézními náplněmi pro rychlé gradientové separace fenolických kyselin a flavonoidních antioxidantů. Tyto kolony jsou svými separačními schopnostmi srovnatelné s kolonami plněnými porézní náplní s rozměry pod 2 μm , přičemž generují nižší tlakový spád. Téma práce je vysoce aktuální, o čemž svědčí množství kolon s povrchově porézními náplněmi, které se objevují v současné době na trhu. V souladu se zadáním práce se diplomantka zaměřila na porovnání účinnosti kolon, lipofilního rozsahu různých typů gradientů, vlivu objemu dávkovaných vzorků a použití sorpčních kolonek. Pro tyto studie byla využita směs homologické řady alkylbenzenů. Dále diplomantka studovala retenční chování sady 28 fenolických kyselin a flavonoidů při izokratické eluci a aplikovala dosažené poznatky při rychlých gradientech. Závěrem provedla experimenty ve dvourozměrném separačním uspořádání ve spojení chromatografie hydrofilních interakcí s chromatografií v systému s obrácenými fázemi a možnosti použití vyvinuté metody demonstrovala na analýze vzorku čaje Shree Antu Nepál.

Práce je psána konzistentní formou, je dokumentována dostatečným množstvím literárních pramenů převážně vědeckého charakteru a obsahuje nadprůměrné množství experimentálních dat. Přiměřeně rozsáhlá teoretická část obsahuje podstatné informace pojící se s použitými kolonami a s experimentální prací ve dvourozměrném systému bez zbytečných pasáží popisujících teoretické aspekty, které nebyly v práci studovány, což nebývá vždy zvykem. Bohužel musím konstatovat, že v textu se objevuje vysoké množství překlepů, nejednoznačně používaných termínů (např. guercetin na str. 46 *vs.* kvercetin, catechin *vs.* catechin), a místy také chybných odkazů na tabulky a obrázky, což zbytečně snižuje výsledný dojem z diplomové práce.

Dále uvádím některé zásadnější připomínky k práci:

- V anglické části souhrnu je nesprávně použit termín „full multidimensional chromatography“ namísto „comprehensive multidimensional chromatography“.
- Str. 16, text před rovnicí (2) – za jakých podmínek?
- Str. 16, poslední odstavec – uvedená veličina je retenční čas/objem; čistým retenčním časem, případně objemem se označuje redukovaný retenční objem v plynové chromatografii korigovaný na tlakový spád nosného plynu v koloně.
- Str. 20 – odkaz v závorce na obr. 7B je chybný (diplomová práce navíc obrázek 7B neobsahuje). Předcházející věta rozhodně nepopisuje případ gradientové eluce.
- Na stejné straně pod obrázkem – jak je možné při práci s kolonami s chemicky vázanou stacionární fází programovat její složení v průběhu separace?
- Str. 22, poslední odstavec – Kolony s 3,5 μm částicemi se jistě neobjevily na trhu v 90. letech devatenáctého století.

- V diplomové práci chybí obrázek č. 8.
- Str. 32 – odkaz [32] není práce J.C. Giddingse.
- Str. 44 – kapalinový chromatograf HP1090 je na obr. 17 a ne na obr. 16, jak je uvedeno v textu.
- Str. 53 dole – je zde zaměněn symbol výškového ekvivalentu teoretického patra s počtem teoretických pater.
- Str. 55 – z textu není zřejmé, zda byly experimenty pro kolonu Kinetex XB-C18 provedeny, nebo se v tabulkách a obrázcích jedná o data převzatá z publikace [103].
- Tabulky P6-P21 – anglický termín „inject“ by bylo lépe nahradit českým ekvivalentem.
- Tabulka P22 – zkratky 4HPAC a PHBA nejsou nikde vysvětleny. Proč je 4-hydroxykumarin zařazen mezi kyseliny, když se o kyselinu nejedná (viz. struktura v experimentální části)? Na obr. P19 je navíc označení 4-hydroxykumarová kyselina.
- Str. 62 – termíny „konstantní píky“ a „vícepolární náplň“ jsou voleny poněkud nešťastně.

Do diskuse bych dále rád položil diplomantce následující dotazy:

- S jakou přesností lze určit šířky píků za daných experimentálních podmínek? V tabulkách jsou uváděny na čtyři desetinná místa, což odpovídá na časové ose 6 ms.
- Při dvourozměrné analýze bylo rozděleno 26 látek v 60 minutách. Jakou spatřujete výhodu použité metodiky oproti analýze např. na koloně Kinetex XB-C18, kdy bylo téměř stejné množství látek rozděleno v dvouminutovém gradientu (obr. P20C)?

Závěrem mohu konstatovat, že diplomantka splnila zadání diplomové práce. S přihlédnutím k množství překlepů a nejasností hodnotím diplomovou práci známkou

-velmi dobře-

V Pardubicích dne 31. května 2012



Ing. Petr Česla, Ph.D.