

Oponentský posudok na doktorandskú prácu Ing. Jana Soukupa:

Programovaná eluce v systémech s normálnymi fázami.

Predložená dizertačná práca Ing. Soukupa sa zaoberá využitím hydrosilovaných fáz v systéme HILIC a v systéme s reverznými fázami v oblasti separácie vybratých antioxidantov. Študoval sa vplyv zloženia mobilnej fázy a teploty na elučné parametre fenolických kyselín a flavonoidných látok. V ďalšej časti práce sa Ing. Soukup venuje separácii steroidných hormónov pomocou chromatografických kolón s cholesterolovou stacionárnou fázou. Práca je napísaná prehľadne a zrozumiteľne s jasne formulovanými cieľmi dizertačnej práce.

Nakoľko publikované práce prešli už oponentským konaním nasledujúce otázky alebo poznámky majú len informatívny charakter.

Str. 18, nie je jasné ako možno získať rovnicu (4) z rovníc (1) a (2)

Str. 34, s akou presnosťou sa namerali hodnoty $V_{M,T}$ a $V_{M,U}$ v tab. 4. V prípade kolón A a C boli rozdiely štatisticky významné?

Str. 36, tab. 5, R^2 nie je korelačný koeficient (aj ďalej), hodnota sa pohybuje v intervale medzi -1 a +1.

Str. 44, obr. 14, v texte: ako sa meralo pH mobilnej fázy na dve desatinné miesta?

Skúšal sa vplyv iónovej sily mobilnej fázy na elúciu sledovaných látok v HILIC móde? Predpokladá sa že je zanedbateľný?

Aký je názor doktoranda na výpočet pomeru V_S/V_M pri chemicky viazaných stacionárnych fázach podľa vzťahu 9 na strane 21?

Uvedené poznámky a otázky majú skôr informačný charakter a neovplyvňujú úroveň predkladanej práce. Dizertačnú prácu možno hodnotiť vysoko kladne, čo dokumentuje aj systémový prístup k práci, schopnosti formulovať konkrétne čiastkové ciele a riešiť ich adekvátnymi metódami. Práca prináša výsledky, ktoré prispievajú k ďalšiemu rozvoju danej vednej disciplíny.

Na základe prezentovaných výsledkov možno konštatovať, že ciele dizertačnej práce boli splnené. Predložená dizertačná práca Ing. Jana Soukupa je pôvodné dielo, ktoré v rámci súčasného stavu vývoja rieši veľmi aktuálnu tému. Obsah práce spracovanie a prezentácia dosiahnutých výsledkov dokazuje, že Ing. Jan Soukup je schopným a perspektívnym vedeckým pracovníkom v danom vednom odbore.

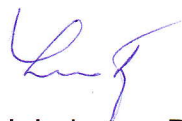
Analýza obsahu a výsledkov uvedených v dizertačnej práci ukazuje, že predkladaná dizertačná práca spĺňa všetky v súčasnej dobe kladené požiadavky na tento druh práce.

Na základe komplexného posúdenia všetkých potrebných aspektov súvisiacich s predloženou prácou

odporúčam

aby práca bola prijatá ako podklad pre obhajobu. Zároveň odporúčam, aby Ing. J. Soukupovi po úspešnej obhajobe bola udelená vedecko-akademická hodnosť PhD.

Bratislava, 12. 4. 2012



Prof. Ing. J. Lehotay, DrSc.

Posudek oponenta disertační práce

Ing. Jan Soukup

Programovaná eluce v systémech s normálními fázemi

Předložená disertační práce je vypracována standardním způsobem. Text práce je členěn na úvod, literární přehled představující uvedení do řešené problematiky, experimentální část, výsledky zahrnující i diskusi a závěry. Následně jsou přiloženy publikace, které v rámci doktorského studia vznikly. Jedná se o pět publikací, z nichž tři již vyšly a dvě jsou zaslány do tisku (v době sepsání disertační práce).

V teoretické části se autor podrobně věnoval charakterizaci kapalinově chromatografických separačních systémů se speciálním zřetelem na hydrofilní interakční kapalinovou chromatografii (HILIC). Popsal typy používaných stacionárních fází, systémy mobilních fází a optimalizační parametry. Ukázal neotřelý přístup k charakterizaci HILIC *versus* reverzní kapalinové chromatografie (RPLC).

Téma práce vhodně kombinuje základní výzkum s aplikacemi, neboť jako analyty jsou využívány zajímavé biologicky významné látky. Jinak řečeno, disertant provádí studium retenčních a separačních parametrů a možností jejich ovlivnění v separačních systémech HILIC a RPLC na několika skupinách zajímavých analytů, konkrétně antioxidantů - fenolických kyselin a flavonoidních sloučenin - a steroidních hormonů. Jako stacionární fáze používá hydrosilované stacionární fáze a komerční i v laboratoři připravené fáze na bázi cholesterolu. Byl sledován vliv složení mobilních fází a teploty na retenci vybraných analytů. Naměřená data byla využita k objasnění retenčního mechanismu resp. porovnání mechanismů v systémech HILIC a RPLC.

Bylo získáno velké množství výsledků, které jsou shrnuty v mnoha tabulkách a vhodně dokumentovány příslušnými grafy a obrázky. Tak je umožněno srovnání separace zvolených skupin látek na různých kolonách za různých podmínek (složení mobilní fáze, teplota).

Disertační práce je sepsána pečlivě, s malým počtem chyb a překlepů. Pouze někdy poněkud obtížné vyjadřování prozrazuje ještě jistou formulační nezkušenost disertanta.

K práci mám několik poznámek, dotazů resp. námětů do diskuze:

Název disertační práce, dle mého názoru, příliš nevystihuje její obsah, neboť programovaná eluce je v práci zmíněna pouze okrajově.

Methanol, methyl-, ethyl- apod. bych doporučila psát s „h“.

Zkratky je vhodné uvést po prvním objevení se zkracovaného slova či sousloví v textu.

Pro větší přehlednost by bylo dobré přidat k číslům píků v obrázcích i názvy sloučenin.

U tabulek často chybí detailnější popis, co tabulka vyjadřuje.

Pokud se upravovala hodnota pH 10 mM octanu amonného (roztok nejdříve doplněn po rysku, a pak teprve úprava) mravenčí kyselinou, koncentrace již nebyla 10 mM. Proč se prováděla úprava pH octanu mravenčí kyselinou a ne octovou? V textech k obrázkům i jinde by mělo být pH uváděno důsledně za vodnou složku mobilní fáze (pufrem), a ne až za její kombinaci s organickým modifikátorem mobilní fáze.

Mrtvý objem kolony byl určován v HILIC pomocí toluenu a v RPLC pomocí uracilu. Jak byl zjišťován mrtvý objem kolony v systémech mezi RPLC a HILIC?

Jak byly určovány hodnoty V_S/V_M v HILIC a RPLC? (str. 34, tab. 4)

Jak byste charakterizoval výhody a nevýhody gradientové eluce dané gradientem koncentrace složky mobilní fáze a gradientem teploty?

Pro LFER byly použity skupiny látek jako fenolické kyseliny nebo flavonoidní sloučeniny. Tento přístup není moc běžný. Snahou je vybírat pro LFER sadu látek z různých skupin sloučenin (tedy různých vlastností), pokrývající širokou škálu deskriptorů, které by reprezentovaly rozdílné interakční možnosti.

Ve van't Hoffově závislosti figurují změny standardní (reakční) entalpie a změny standardní (reakční) entropie. Autor používá různé, nepřesné vyjádření těchto veličin.

Komerční cholesterolové kolony se jeví jako lepší než ty připravované v Toruni. Byla zkoušena ještě další modifikace ke zlepšení separačních vlastností připravovaných stacionárních fází?

Závěr: Přes výše uvedené drobné výhrady mohu konstatovat, že disertační práce Ing. Jana Soukupa splňuje požadavky na ni kladené a doporučuji práci k obhajobě a jako podklad k udělení titulu Ph.D.

V Praze dne 5.4. 2012



Prof. RNDr. Eva Tesařová, CSc.

Katedra fyzikální a makromolekulární chemie

Přírodovědecká fakulta

Univerzita Karlova v Praze