

PŘEDPOVĚĎ ELUČNÍCH DAT V GRADIENTECH MOBILNÍ FÁZE NA KOLONÁCH S POVRCHOVĚ PORÉZNÍMI ČÁSTICEMI

Diplomová práce předkládaná k obhajobě je zaměřena na porovnání retence homologů alkylbenzenů, fenolických kyselin a flavonoidů s cílem vyhodnotit nejvhodnější retenční model pro předpověď retenčních dat v gradientové eluci. Získaná data jsou dále použita jako vstupní data pro optimalizaci vícerozměrné separace kapalinovou chromatografií. Na 79 číslovaných stranách diplomantka čtivou a přehlednou formou podává teoretický úvod ke všem aspektům kapalinové chromatografie souvisejících s tématem, uvádí přehled experimentů a v rozsáhlé diskusní části komentuje dosažené výsledky. Práce je psána konzistentní formou, téměř neobsahuje překlepy a rovněž typografické zpracování práce působí příjemným dojmem a svědčí o péči diplomantky se zpracováním diplomové práce. Na druhou stranu musím poznamenat, že se v práci vyskytují na několika místech drobné nesrovnalosti a faktické chyby. K obsahu diplomové práce a do diskuse při obhajobě mám následující připomínky a komentáře:

- V úvodu na str. 10, poslední věta v prvním odstavci – při zvýšení průtoku mobilní fáze nemůže dojít k úspoře rozpouštědel.
- V rovnici (7) na str. 13 chybí druhé mocniny u závorek.
- Na str. 14 u popisu příspěvku vířivé difuze v mobilní fázi – tento příspěvek je zanedbatelný pouze u **otevřených** kapilárních kolon.
- Rovnice (17) na str. 15 je uvedena chybně.
- Str. 21 dole, použití silikagelových částic je teplotně omezeno, nikoliv tepelně.
- Str. 24 nahoře, jak si vysvětlit tvrzení, že výhodou povrchově porézních částic je „Vysoká homogenita a nerovný povrch“?
- Str. 30, věta mezi rovnicemi (23) a (24) nedává smysl.
- Str. 33, jak chápat větu „Je vhodné, aby použitá mobilní fáze ve druhé dimenzi měla menší eluční sílu.“?
- Str. 36, předposlední odstavec, věta „Hydroxyskořicové kyseliny se vyskytují ve formě derivátů kyseliny benzoové.“ je nesmysl.
- Na několika místech v práci se objevuje zkratka BiGDMA, označující monolitickou kolonu, bez jejího vysvětlení.
- Str. 47, proč bylo zpoždění gradientu měřeno a srovnáváno při různých průtocích, když ze samotné podstaty zpoždění vyplývá, že se jedná o instrumentální charakteristiku na průtoku nezávislou?
- Str. 49 nahoře, rozptyl je σ^2 , první mocnina σ je směrodatná odchylka, nebo lépe střední moment (odchylka od průměru).
- Při stanovení mimokolonových příspěvků udává prezentovaná hodnota šířky píku uracilu šířku při základně, nebo v polovině jeho výšky? Stanovená hodnota uvedená u tabulek P1-P3 je v rozporu s hodnotou v textu (0,20 ml vs. 0,020 ml; 0,0288 ml vs. 0,029 ml).

- Jaký vidí diplomantka smysl v udávání šířek píků na čtyři desetinná místa (tabulky P1-P3)? Při průtoku 5 ml/min se u poslední platné číslice jedná o přesnost určení v časových jednotkách cca 1,2 ms. Pro správný záznam za těchto podmínek by byla potřeba vzorkovací frekvence detektoru 1000 Hz!
- Ve statistickém vyhodnocení regresních dat jsou podstatné nesrovnalosti a nesprávná terminologie. R^2 není korelační koeficient, ale koeficient determinace (případně při výpočtu v Excelu hodnota spolehlivosti). V tabulkách P7-12 jsou u dvou modelů uvedeny regresní parametry bez směrodatných odchylek, u třetího modelu včetně odchylek. Byla testována hypotéza statistické významnosti jednotlivých parametrů? Nejlepší výsledek u třetího modelu je pravděpodobně způsoben „přeurčením“ modelu, případně nedostatkem experimentálních dat; pět experimentálních bodů pro model se třemi parametry vyhodnocený nelineární regresí je nedostatečný (minimálně by mělo být 15 hodnot).
- Str. 69 dole – při přípravě roztoků 10 mM octanu amonného ve vodě a v acetonitrilu a při jejich mísení rozhodně nelze hovořit o konstantní iontové síle roztoku!
- Proč byla část experimentů prováděna na jiném kapalinovém chromatografu?
- Z jakého důvodu byla použita při separacích ve 2D systému teplota 50 °C, když veškeré experimenty s predikcí dat byly prováděny při 40 °C? Rovněž další podmínky 2D analýzy se zdají být voleny zcela bez vztahu s předchozími daty prezentovanými v diplomové práci (např. gradient teploty) a bez jakéhokoliv odkazu na jiné zdroje.

Závěrem mohu konstatovat, že diplomantka splnila zadání diplomové práce a i přes výše uvedené výhrady a připomínky převážně formálního charakteru dosahuje práce nadprůměrné úrovně. Práci doporučuji k obhajobě a s přihlédnutím k množství provedených experimentů hodnotím známkou

- výborně-m -

V Pardubicích dne 27. května 2015



Ing. Petr Česla, Ph.D.