

MODIFIKACE POVRCHU MONOLITICKÝCH STACIONÁRNÍCH FÁZÍ A JEJICH POUŽITÍ V SEPARACÍCH MALÝCH MOLEKUL

V předkládané diplomové práci se Bc. Kristýna Dědová zaměřila na přípravu monolitických kapilárních kolon s vázaným β -cyklodextrinem, které by byly vhodné pro chirální separace. Diplomantka provedla derivatizaci β -cyklodextrinu vinylbenzyl chloridem a vzniklý produkt posloužil jednak jako monomer vstupující do radikálové polymerace při přípravě monolitické stacionární fáze na bázi styren-divinylbenzenu a poté také jako činidlo pro post-polymerační modifikaci kolon upravených Friedel-Craftsovou alkylací. Dále byly pro porovnání chirální selektivity připravených kolon provedeny separace s β -cyklodextrinem přidaným do mobilní fáze.

Diplomová práce má obvyklé členění, v úvodu a teoretické části jsou shrnuty postupy přípravy monolitických kapilárních kolon od prvních prací používajících tuto techniku až po současnost. Tato část diplomové práce je psána čtivou formou, neobsahuje překlepy a až na výjimky ani neobratné a nejasné formulace. Rovněž odkazy do vědecké literatury jsou uvedeny v dostatečné míře a počtu. K této části mám pouze drobné věcné připomínky a dotazy:

- V textu diplomantka operuje s pojmy malé póry, průtočné póry, příp. mezopóry. Bylo by dobré uvést alespoň přibližně, o jak velké útvary se jedná.
- Na str. 11 v posledním odstavci uvádí diplomantka nesprávně použitý termín „zvýšení výkonu při separaci“. Z fyzikálně-chemického hlediska je výkon definován jako práce vykonaná za určitý čas, což asi není pro tento případ příliš vhodné.
- Na některých místech se v textu vyskytuje špatné skloňování, např. „mikroglobulech“ místo správného „mikroglobulích“, „mezopór“ namísto „mezopórů“. Také termín „graftování“ by bylo vhodnější uvádět jako „graftování“.
- Na str. 13, první odstavec – formulace „přechodných nebo jiných jevů“ není jasná. Jaké jevy má diplomantka na mysli?

K teoretické části práce bych dále rád uvedl, že by si literární řešerše jistě zasloužila alespoň krátkou zmínku o monolitických kolonách připravovaných pro chirální separace, ovšem je také nutno podotknout, že tento bod není součástí zadání diplomové práce.

V experimentální části práce je podáván přehled chemikálií, pomůcek a instrumentace a zároveň jsou zde shrnuty postupy přípravy kolon. Drobným formálním prohřeškem této části je pouze označení chromatografického čerpadla jako „pumpy“. V závěru experimentální části v podkapitole 3.3.5 diplomantka uvádí, že z provedených separací byly odečítány retenční časy a plochy enantiomerů v procentech, tyto hodnoty jsem však nikde v diplomové práci nenašel. K této části bych rád vznesl dotaz, zda uvedené postupy vyvíjela sama diplomantka, či zda jsou převzaté z literatury. Tato skutečnost není z textu zřejmá.

Část výsledků a diskuse je na rozdíl od teoretické části méně obsáhlá, podobně jako teoretická část je však psána s minimem překlepů a přehlednou grafickou úpravou. Z formálního hlediska kazí dojem z této části posun v číslování obrázků, kdy odkazy v textu jsou od obr. 3 posunuté,

což znesnadňuje orientaci ve výsledcích. K věcnému obsahu této části bych však rád vznesl několik připomínek zásadnějšího charakteru:

- V kapitole věnované charakterizaci připraveného derivátu vinylbenzyl- β -cyklodextrinu není uvedeno, jaký typ NMR techniky byl použit. Z přiložených spekter předpokládám, že se jednalo o ^1H -NMR. Jak byl určen uváděný stupeň konverze? Dle mého názoru se jedná pouze o odečtenou integrální intenzitu pro vodíkové protony ve vinylu, která ovšem nemůže přímo odpovídat poměru počtu navázaných vinylových skupin na molekulu cyklodextrinu. Pro výpočet konverze by bylo nutné uvažovat poměr celkového počtu vodíků v molekule cyklodextrinu ku celkovému počtu vodíků ve vinylovém (příp. vinylbenzylovém) zbytku molekuly.
- Při optimalizaci složení mobilní fáze se jeví použití pufrů o různé koncentraci, pH a přídavku triethylaminu značně nahodilé bez jakéhokoliv systematického přístupu. Např. na str. 32 v podkapitole 4.2.1 je používána mobilní fáze s 5 mM pufr o pH 8,02 s triethylaminem, která je vzápětí (podkapitola 4.2.2) vyměněna za 20 mM pufr o pH 5 bez triethylaminu a následně za 50 mM pufr pH 7. Při změně více než jednoho parametru současně je obtížné, ne-li nemožné postihnout konkrétní vliv použitých podmínek na separaci.
- V podkapitole 4.2.3 je uváděno, že použité vybavení neumožňovalo nižší průtok mobilní fáze než 0,63 $\mu\text{l}/\text{min}$ (viz. legenda k obr. 9, nikoliv 8 jak je zde uvedeno). Vzápětí se ale čtenář dozvídá, že při dalších separacích byl použit průtok 0,42 $\mu\text{l}/\text{min}$ (obr. 12) a poté dokonce 0,21 $\mu\text{l}/\text{min}$ (obr. 13).
- Kapitola 4.4 je věnována přídavku cyklodextrinu přímo do mobilní fáze. Ze zvoleného rozsahu 1-5 % není jasné, o jaká procenta se jedná. Pokud jde o hmotnostní procenta, rád bych se dotázal na rozpustnost cyklodextrinu v mobilní fázi. Pro β -cyklodextrin je rozpustnost ve vodě při 25 $^{\circ}\text{C}$ cca 18 mmol/l, přičemž 5% (m/m) roztok by znamenal koncentraci 44 mmol/l.
- U obrázků v příloze je svislá osa označena jako AU, předpokládám, že by se mělo jednat v lepším případě o mAU (tedy miliabsorbanční jednotky), případně by bylo nejvhodnější označení $\text{A} \cdot 10^3$, tedy absorbance v měřítku tisícín.
- Odkazy 11 a 52 v seznamu literatury jsou stejné. Za odkazy chybí tečky, u některých pramenů nejsou uvedeny koncové stránky (odkazy 1-3, 19-22, 42-44 a 69).

Závěrem musím konstatovat, že výše uvedené připomínky zásadního charakteru zbytečně snižují celkový dojem z diplomové práce. I přes tyto nedostatky se domnívám, že zadání diplomové práce bylo splněno, ovšem s přihlédnutím k malému rozsahu výsledků, diskuse a množství věcných nejasností a nedostatků hodnotím diplomovou práci známkou

velmi dobře-m

V Pardubicích dne 29. května 2013



Ing. Petr Česla, Ph.D.