

PŘÍPRAVA A TESTOVÁNÍ VLASTNOSTÍ KAPILÁRNÍCH MONOLITICKÝCH KOLON PRO SEPARACE NÍZKOMOLEKULÁRNÍCH LÁTEK

Cílem předložené diplomové práce bylo vypracování optimálního postupu přípravy monolitických kapilárních kolon na bázi metakrylátových polymerů. Diplomantka studovala vlivy složení polymeračních směsí na vlastnosti připravených kolon. Struktura připravených monolitů byla zkoumána pomocí elektronového mikroskopu a kolony byly dále charakterizovány pomocí separace směsí alkybenzenů, fenolických kyselin a flavonoidů na základě měření permeability, porozity a účinnosti separace. Dále byly připraveny kolony sulfobetainového typu vhodné pro separace polárních látek chromatografií hydrofilních interakcí. Nejlepší monolitické kolony byly v poslední části experimentů aplikovány v první dimenzi dvourozměrného separačního systému v metodě vhodné pro dělení přírodních antioxidantů.

Předkládaná diplomová práce zpracovává aktuální téma, které je v popředí vědeckého zájmu v oboru kapalinové chromatografie. Práce je pečlivě zpracována, přestože se v textu objevuje několik překlepů. Členění do jednotlivých kapitol je logické, umístění obrázků a tabulek v přílohové části a jejich označení v seznamech na začátku příloh zlepšuje orientaci v textu. V teoretické části podává diplomantka přiměřený popis principů mikrokolonové kapalinové chromatografie a přípravy monolitických stacionárních fází. V experimentální části poté uvádí chemikálie, laboratorní vybavení a pracovní postupy použité při vypracování práce. K těmto částem diplomové práce mám následující drobné připomínky:

- Na str. 11 nahoře popisuje diplomantka tok mobilní fáze kolonou a uvádí, že v monolitických kolonách nedochází k difuzi analytů a rozmývání píků. V tom případě by ovšem separace na monolitických kolonách bylo možné označit jako „ideální chromatografii“ – je tomu tak?
- Str. 22 a 23, u rovnic (1) až (7) až na výjimky chybí popis použitých veličin (objemový průtok – F_m , délka kolony – l , koncentrace analytu v mobilní a stacionární fázi – c_m a c_s atd.).
- Str. 29 – zkratky EB i BB jsou uvedeny pro označení ethylbenzenu.
- Str. 30 – dělič toku je jednou označován jako „splitr“, podruhé jako „splitter“, nešťastně je také voleno označení „splittrovací kapilára“.
- V experimentální části není uveden postup povrchovou polymerací při modifikaci připravených kolon.

Výsledková část je rovněž pečlivě zpracována, diskuze nad dosaženými výsledky je vyčerpávající. K této části diplomové práce vznáším následující připomínky a dotazy do diskuse:

- Tabulka I je dle mého názoru nadbytečná, zkratky jednotlivých monomerů jsou uvedeny v seznamu zkratk na začátku práce. U dalších tabulek postrádám slovní popis veličin, které jsou v nich uvedeny.
- V diskuzní části jsou na některých stránkách nesprávně odkazy na tabulky (str. 35, 36 a 37 nahoře).

- Str. 35, 2. odstavec a tabulka 3 – kolona 12 měla, jak uvádí diplomantka, neměřitelně nízkou permeabilitu. Přesto by bylo dobré pro úplnost tuto kolonu v tabulce 3 uvést s dostupnými údaji (délka kolony, geometrický objem prázdné kapiláry).
- Tabulka 9 – čím si diplomantka vysvětluje pokles tlaku na koloně při průtoku 10,5 $\mu\text{l}/\text{min}$ ve srovnání s trendem stoupajícího tlaku s rostoucím objemovým průtokem?
- Tabulky v přílohové části uvádí vždy pouze jednu hodnotu retenčních charakteristik stanovených ze separací alkylbenzenů (s výjimkou stanovení opakovatelnosti přípravy kolon – tab. 19-21). Kolikrát byly analýzy při stejných podmínkách opakovány a jak byla získaná data statisticky vyhodnocena?
- Kapitola 4.4 a dále v textu, str. 38 – je zde uvedeno, že pro kolonu 21 byla ověřována opakovatelnost/reprodukovatelnost. Mezi oběma termíny je však diametrální rozdíl. Který je správně? Dále je zde označena RSD jako relativní standardní odchylka, přesnější a častěji užívané označení v českém jazyce je však relativní směrodatná odchylka.
- Na str. 38, poslední odstavec diplomantka uvádí, že charakterizovala kolony pomocí faktoru asymetrie píků, který však lze vypočítat více způsoby. Jak byl faktor asymetrie vypočítán?
- Na obr. 21 a 22 – v části obrázků chybí přiřazení píků jednotlivým sloučeninám.
- Str. 42, 1. odstavec – uvedené vyjádření celkové píkové kapacity dvourozměrného systému platí pouze teoreticky. V reálných podmínkách je celková píková kapacita vždy menší než násobek píkových kapacit získaných v obou separačních dimenzích.
- Odkazy na literární prameny by měly být v souladu s normou ČSN ISO 690 ukončeny tečkami. U odkazu 77 by mělo být místo anglického „in press“ uvedeno „v tisku“.
- Ve dvourozměrném systému při spojení HILIC chromatografie (mobilní fáze s vysokým obsahem organických rozpouštědel) s chromatografií v RP systému (mobilní fáze s vyšším obsahem vody) je často separace v druhé dimenzi výrazně ovlivněna mobilní fází z první dimenze, které má zde vyšší eluční sílu a může působit výrazně nesymetrické, nebo rozštěpené píky. Byly podobné problémy pozorovány v tomto případě?

Závěrem mohu konstatovat, že výše uvedené připomínky jsou převážně drobného charakteru a nikterak nesnižují vysokou odbornou úroveň předkládané diplomové práce. Práci doporučuji k obhajobě a zároveň bych ji vzhledem k nesporné kvalitě výsledků a provedení doporučil také k nominaci na cenu děkana FChT za nejlepší diplomovou práci. Diplomovou práci hodnotím známkou

- výborně -



V Pardubicích dne 26. května 2011

Ing. Petr Česla, Ph.D.