Posudek na disertační práci Mgr. Ondřeje Linharta

SPECIAČNÍ ANALÝZA ARSENU A RTUTI POMOCÍ POSTKOLONOVÉHO GENEROVÁNÍ TĚKAVÝCH SLOUČENIN PRO POTŘEBY ATOMOVÝCH SPEKTROMETRICKÝCH METOD

Disertační práce Mgr. Linharta navazuje na soubor prací, týkajících se aktuálního problému – stanovení jednotlivých chemických forem toxických prvků, u nichž se toxicita může významně lišit. V předkládané práci jsou předmětem zájmu rtuť a arsen, tj. prvky, které jsou v souvislosti s působením na lidský organismus velice sledované nejen v životním prostředí, ale i v dalších složkách potravinového řetězce i lidském organismu. Práce je zaměřena zejména na rozšíření instrumentálních možností pro stanovení jednotlivých chemických forem (speciích) těchto prvků.

V úvodní části je uveden stručný přehled používaných technik generování vhodných těkavých sloučenin v návaznosti na jejich stanovení vhodnou analytickou metodou. Jsou definovány cíle práce, zaměřené zejména na studii možnosti použití UV-fotochemického generování jednotlivých těkavých forem rtuti a arsenu po jejich předcházející separaci a na následné stanovení těchto prvků metodou atomové spektroskopie. Důraz je kladen na optimalizaci metod, jejich citlivost a v neposlední řadě také na správnost stanovení analýzou certifikovaných referenčních materiálů.

Teoretická část je zaměřena zejména na možnosti generování těkavých sloučenin sledovaných prvků různými způsoby, právě tak jako na způsob detekce. Pozornost byla zaměřena na tři typy generování: na chemické generování za použití redukčních činidel, na elektrochemické generování s použitím elektrochemické cely, a na fotochemické generování pomocí UV záření. Přehled chemických a fyzikálních vlastností studovaných prvků a jejich chemických forem je však uveden pouze stručně.

V experimentální části je uveden přehled použitých chemikálií a podrobně popsána instrumentace, jejíž sestavení a prověření bylo hlavní součástí cílů disertační práce. Na obrázcích a fotografiích jsou znázorněna podrobná schémata použitých hydridových generátorů i celkových systémů. Jsou zde rovněž uvedeny výsledky studie hledání vhodného konstrukčního materiálu pro používané soustavy. Na základě těchto výsledků byla prověřena funkce jednotlivých uspořádání pro různé formy rtuti i arsenu. Na závěr této kapitoly je pak popsán způsob statistického vyhodnocení výsledků.

Kapitola „Výsledky a diskuse" popisuje a porovnává jednotlivé způsoby generování těkavých sloučenin a vlastní stanovení. V první části jsou popsány optimalizační postupy pro stanovení jednotlivých forem rtuti, zahrnující volbu podmínek separace, způsoby generování studených par rtuti a následnou detekci. Zvolený postup stanovení s optimalizovanými parametry byl testován analýzou certifikovaných referenčních materiálů. Ve druhé části této kapitoly jsou hledány optimální podmínky pro stanovení těkavých sloučenin arsenu po UV-fotochemickém generování. Bylo podrobně testováno více parametrů: typ fotochemického činidla, průtoková rychlost plynů, materiál reakční cívky, použití modifikátoru, vliv kyselin.... Výsledky jsou přehledně znázorněny graficky.

Poslední část práce – „Závěr" shrnuje dosažené výsledky a ukazuje na přednosti i nedostatky jednotlivých technik.

Přílohy, tj. publikace, na kterých je Mgr. Linhart jako hlavní autor nebo spoluautor, a které již vyšly nebo byly přijaty do tisku, obsahují další podrobnosti o optimalizaci podmínek.

Uváděná literatura odpovídá požadavkům na disertační práci, tabulky i obrázky jsou přehledné.

K práci mám několik poznámek a dotazů:

1. Str. 26 a dal.: výčet metod detekce – mohl by být stručně popsán i princip použitých metod, jejich výhody i nevýhody.
2. Str. 46 a další: i když je podrobnější optimalizace podmínek stanovení specií rtuti uvedena v „Příloze 3", přesto by zde mohly být některé průběhy optimalizace znázorněny alespoň v grafické podobě (např. volba složení pufru, závislost na pH, porovnání organických rozpouštědel, extrakční činidla...)
3. Str. 48, 49 – obrázky 9 a 10: porovnání chromatogramů a kalibračních závislostí – pokud jsou koncentrace rtuti ve všech speciích stejné (50 μg Hg/l) právě tak jako experimentální podmínky, je nějaké vysvětlení proč jsou signály generovaných par rtuti měřené na stejném zařízení různé?
4. Str. 75 - 76 a obr. 24 – závislost signálu As (III) na koncentraci kyseliny dusičné a jeho pokles nad 10 mmol/l: není pokles signálu As (III) v prostředí kyseliny dusičné o vyšší koncentraci způsoben možnou oxidací As(III) na As(V) (viz str.73, odst. 1, ř.3)?

Závěr:

Disertační práce Mgr. Ondřeje Linharta rozšiřuje současné možnosti stanovení chemických forem toxických prvků v nízkých koncentračních rozsazích.

Analýza CRM ukázala, že výtěžnost optimalizované metody pro stanovení specií rtuti se pohybuje mezi 70 až 90%, a že meze detekce i stanovitelnosti jsou dostatečné pro posouzení nebezpečnosti dané potraviny pro lidský organismus.

Výsledky byly publikovány nebo přijaty k publikaci v impaktovaných časopisech a odpovídají požadavkům na disertační práci.

Doporučuji, aby předložená práce byla vzata jako podklad pro získání vědecké hodnosti

PhD

V Praze dne 30. 8. 2018

Ing. Věra Spěváčková, CSc