

Oponentský posudok

doktorandskej dizertačnej práce **Mgr. Romana Grabica:**
*Stanovenie perzistentných organohalogenovaných polutanov
metódou GC/MS/MS*

Doktorandská dizertačná práca bola vypracovaná v rámci doktorandského štúdia na Katedre analytickej chémie Prírodovedeckej fakulty Univerzity Karlovej v Prahe. Predložená práca rieši veľmi náročnú a aktuálnu problematiku – analýzu ultrastopových koncentrácií perzistentných organických polutantov patriacich do rôznych skupín halogenovaných zlúčenín s vysokým zastúpením izomérnych látok veľmi podobných fyzikálno-chemických vlastností. Táto problematika je významná nielen z hľadiska vedeckého, ale má predovšetkým praktické uplatnenie v oblasti životného prostredia - v analýze organohalogenovaných toxických zlúčenín v biotických a abiotických matriciach rôzneho skupenstva.

Z porovnania cieľov dizertačnej práce s dosiahnutými výsledkami je zrejmé, že ciele dizertačnej práce boli splnené. Predložená práca je primerane a prehľadne členená. Má výbornú grafickú úpravu výsledkov práce. Časť výsledkov bola už publikovaná v currentovaných (CC) vedeckých zahraničných časopisoch a 1 domácom (CC) časopise, ktoré prešli náročným recenzným konaním.

Prínos dizertačnej práce spočíva v zdokonaľovaní techník prípravy vzorky a predovšetkým vo vývoji MS/MS techniky detekcie použitím komerčnej inštrumentácie novšej generácie na princípe iónovej pasce a v aplikácii vyvinutých metód na stanovenie perzistentných organohalogenovaných zlúčenín v rôznych matriciach.

K práci nemám pripomienky závažného charakteru. Formálne chyby a otázky sú len upresňujúceho charakteru:

- tab. 1., str. 12, Výťažnosti OCP z obohatených vôd; Tab. 2 PCDD/F
Bolo by vhodné v tab., alebo texte uviesť EU direktívy týkajúce sa dovolených tolerancií hodnôt výťažností a RSD pre dané látky a koncentračné hladiny.
- Text pod tab. 2, str. 13 - udávanie koncentrácií „na koncentračnej hladine 500pg“ ?
- tab. 3, str. 15, Porovnanie parametrov Soxhletovej extrakcie a MAE; Bolo by zaujímavé porovnať aj výťažnosti metód na určitých konc. hladinách.
- Str. 25, „s hrúbkou filmu a priemerom kolóny nadá sa pri optimalizácii chromatografickej separácie príliš experimentovať.
Aký máte názor na použitie narrow-bore kolón (I.D.≥0,1 mm)?

Väčšia hrúbka filmu stacionárnej fázy spôsobuje okrem úniku fázy zvýšenie H (výškový ekvivalent prepážky ($H \sim d_f^2$)).

„PCDD/F sú látky neprchavé....“ Neprchavé=nevhodné pre GC.

Technika on-column je obtiažne realizovateľná komerčne dostupnými autosamplerami...“ Používanie predkolón?

Neuvádzate PTV?

- tab. 6, str. 26, tab. 7, str.30, fáza DB17, sú tam nezrovnalosti s 3. teplotným gradientom;
- str. 27 matricové efekty – zlepšenie možno dosiahnuť s PTV (odstránenie menej prchavých nečistôt zvýšením teploty lineru v režime split po dávkovaní vzorky v režime splitless);
- tab. 9, str.33, Separáčna účinnosť kolón...
Je vhodný tento termín pre obsah tabuľky?
- Obr. 23, 24 + texty pod obrázkom - chýba údaj o akú zlúčeninu ide;
- Aký máte názor na použitie techniky GCXGC/ECD,TOF (napr. práce Korytár a kol. na riešenie problémov analýzy halogenovaných POP v porovnaní s metódami HRMS a Vašimi výsledkami?

Záver

Doktorandská dizertačná práca Mgr. Romana Grabica rieši významnú a pre prax veľmi aktuálnu problematiku s jednoznačným vedeckým prínosom v oblasti vedného odboru analytická chémia. Ide najmä o prínos nových poznatkov v oblasti hmotnostnej detekcie s využitím MS/MS techniky. Predložená práca zodpovedá podmienkam kladeným na doktorandské dizertačné práce. Analýza jej obsahu ukazuje, že zvolené metódy a postupy, ktoré doktorand použil viedli k pozitívnym výsledkom. Možno konštatovať, že tieto metódy a postupy odzrkadľujú súčasný trend analytickej chémie ako vedného odboru, v ktorom bol doktorand školený. Mgr. Roman Grabic preukázal, že je schopný tvorivej vedeckej práce, že ovláda vedecké metódy a má zodpovedajúce teoretické vedomosti.

Odporúčam dizertačnú prácu k obhajobe a na základe jej úspešnej obhajoby navrhujem udeliť Mgr. Romanovi Grabicovi vedecko-akademickú hodnosť „philosophiae doctor“ („PhD“).

Bratislava, 15. júna 2006

Prof. Ing. Eva Matisová, DrSc.
Ústav analytickej chémie FCHPT STU
Radlinského 9, 812 37 Bratislava