Univerzita Karlova v Praze
Přírodovědecká fakulta
Oddělení doktorského studia
Albertov 6
CZ- 128 43 Praha 2

vaše č.j.:

Posudek

Dizertační práce
Stanovení perzistentních organohalogenových polutantů metodou GC/MS/MS
autor Mgr. Roman Grabic

Předložená dizertační práce vznikla na základě požadavků vyvinout citlivou, selektivní a finančně dostupnou analytickou metodu pro stanovení halogenovaných persistentních polutantů (POP). V rámci jejího řešení byla řešena řada dílčích úkolů, spojených s úpravou vzorků pro instrumentální analýzu a optimalizací chromatografické separace a MS/MS detekce.

Práce je velmi obsáhlá, v rozsahu 129 stran, z nichž 10 stran tvoří úvod a popis analytů, 10 stran je věnováno úpravě vzorků, na 15 stranách jsou zpracovány výsledky optimalizace chromatografických dějů a na 50 stranách jsou uvedeny výsledky týkající se nově vypracovaných metod GC/MS/MS. Práce je doplněna 5 reprinty publikovaných prací a 81 literárními odkazy. Většina výsledků byla již zveřejněna ve formě časopiseckých sdělení a konferenčních příspěvků a stala se podkladem pro SOP analýz v Systému monitorování zdravotního stavu obyvatelstva ČR. Práce byla vypracována v rámci distančního studia ve Zdravotním ústavu se sídlem v Ostravě.

Použité přístrojové vybavení dokumentuje široké technické zázemí pracoviště, na kterém byla práce vypracována. Dostupnost standardů a účast na kruhových testech ukazuje na odborný význam laboratoře.

Poznámky k předložené práci

V úvodní části je ukázán přehled použitých extrakčních metod a jejich účinnosti. V této souvislosti je kladen dotaz na komentář k rozdílu účinnosti pro rostlinné a

motorové oleje (tabulka 4, str. 19). Další dotaz se týká tabulky 5 a jejich vysvětlivek a komentáře (str. 22), kde separace je vyjadřována pouze jako funkce polarity. Rovněž k obr. 12, (str. 23) je veden dotaz na vysvětlení změny elučního pořadí (modrý a zelený chromatogram). Rovněž bych požádal o odpověď na dotaz, jak je možné, že časový rozdíl mezi vrcholy píků v obr. 13 (str. 25) je stejný pro 30 a 60 metrů dlouhou kolonu (bylo vypočítáno *k*?). Tabulka 6 (str. 26) uvádí stejnou průtokovou rychlost pro 30 a 60 metrů dlouhou kolonu. Dotaz, jaký byl t_M? Výše uvedené dotazy se vytahují k účinnosti dělení a možnosti zkrácení doby analýzy (dosahované rozlišení se zdá být zbytečně příliš velké).

Při MS/MS měřeních bylo pro zvýšení poměru signál/šum použito opakované sčítání signálů. Tato technika je významně závislá na době trvání integračního okna – „bunch“, zde vztaženého k počtu bodů popisujících chromatografický pík. Dotaz, jak vypadal chromatografický pík pro PCB a OCP, popisovaný 5 body (str. 41, 1. odst., na konci), jestliže doporučený počet bodů je 8-12? K poměru signál/šum se vztahuje i další dotaz, týkající se obr. 24 na str. 44, kde se zdá, že pro rodičovský ion bylo původní nastavení výhodnější. Jelikož pro ovlivnění poměru signál/šum jsou nejpodstatnější stejný počet integračních oken pro první a poslední pík chromatogramu a tzv. citlivost integrace (hodnota 1. derivace klouzavého průměru signálů), která určuje začátek a konec integrace píku, a tak hodnotu LOD (str. 47, tab. 11) prosím o uvedení integračních parametrů.

Práce je velmi přehledně sepsána s malým množstvím překlepů, které nemění smysl kontextu, např. na str. 24, 3. odst., 2. ř. je toku a má být tomu, v části výsledků, na str. 30 je uvedena tabulka 7, která je identická s tabulkou 6 na str. 26.

Závěr

Téma předložené disertační práce je velmi aktuální. Práce vychází z aktuálních potřeb definovaných legislativou ČR v návaznosti na legislativu EU. V páci navržená řešení jsou v této oblasti prokazatelně aplikovatelná.

Předložená dizertační práce si kladla za cíl vyvinout a optimalizovat GC/MS/MS metody stanovení PCDD/F, PCB, PBDE a OCP. Tento cíl, stejně jako k jeho naplnění nutné dílčí úkoly byly splněny.

Pozornost věnovaná odběrům a úpravám vzorků, spolu s vypracování nových metod je velmi opodstatněná, neboť je klíčovým stupněm pro analýzu s nízkou zbytkovou nejistotou. Aplikované metody plynové chromatografie mají logické opodstatnění a organické začlenění ve výše definovaném cíli dizertační práce. Předložená práce

ukazuje vhodnost použitých metod řešení a dokumentuje velký rozsah potřebných experimentálních prací.

Získané výsledky ze široké oblasti reálných vzorků (popílky, krev, mateřské mléko, nekropsie, tkáňové materiály) ukazují na vysokou aplikovatelnost vypracovaných postupů a potenciál metody GC/MS/MS. Je nesporné, že získané výsledky z hlediska meze stanovitelnosti (od 0.1 $*10^{-9}$ $g*mL^{-1}$ až k 0.2 $*10^{-12}$ $g*g^{-1}$) a vysoké selektivity stanovení jednotlivých kongenerů jsou velmi zdařilé. Nově vypracované metody podporují rozvoj analytické metody plynové chromatografie.

Na základě rozboru předložené práce z oboru analytické chemie vřele doporučuji udělit autorovi práce vědecko-akademickou hodnost „philosophiae doctor“ (PhD).

V Praze 13. června, 2006

Prof. Ing. Jiří G. K. Ševčík, DrSc.
Univerzita Karlova v Praze
Přírodovědecká fakulta
Albertov 2030
CZ-128 40 Praha 2