

## Oponentský posudek disertační práce Mgr. Romana Papouška “Analýza polárních látek plynovou chromatografií”

Disertační práce předložená ve studijním oboru Analytická chemie na Katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty Univerzity Palackého v Olomouci se zabývá problematikou optimalizace derivatizačních postupů za účelem plynově chromatografického stanovení vybraných polárních analytů. Práce má standardní strukturu a přiměřený rozsah (6 stran úvodního + 67 stran odborného textu + 16 stran seznamu citované literatury obsahující 186 položek, následuje seznam použitých zkratk). V přílohách jsou uvedeny 2 publikace vztahující se k tématu disertační práce. U obou je uchazeč prvním autorem a obě jsou v impaktovaných časopisech (Chromatographia - IF 1,401; Journal of Separation Science – IF 2,415). V seznamu publikací pak jsou uvedeny další 4 publikace (u jedné z nich je uchazeč prvním autorem).

Po stránce jazykové lze autorovi vytknout některé drobnější prohřešky, z nichž nejfrekventovanější je chybné kladení čárek ve větách. Rovněž s mezerami v názvech chemických sloučenin se v jazyce českém poměrně šetří, takže „allylalkohol“ je jedno slovo a ne dvě (viz str. 30, 31), a stejně tak termín „silylderiváty“ (str. 8). Přídavné jméno charakterizující kyselinu se umísťuje až za slovo „kyselina“, takže má být „kyselina isobutylboronová“ a ne opačně, jak je tomu hned třikrát v obsahu a následně v textu i v seznamu použitých zkratk. V češtině lze rovněž přídavná jména stupňovat příponou, takže se namísto anglistu „více polární“ ( $\cong$  more polar) použije tvar „polárnější“, namísto „více těkavé“, „více stabilní“ a „více symetrické“ lze napsat „těkavější“, „stabilnější“ a „symetričtější“.

### **Komentář k jednotlivým kapitolám:**

**Kapitola 1 – Úvod:** Autor stručně charakterizuje cíle a výsledky svých aktivit včetně naznačení způsobu řešení.

*Námět pro diskusi:* Autor používá termín „kouř“ jak u tabákových výrobků, tak i u elektronických cigaret. Očekával bych terminologické odlišení. Je totiž všeobecně známo, že v baru houstne dým, zatímco z komínů se kouří, když loď vyplouvá, a klasickým zařízením na spalování tabáku je dýmka.

*Dotaz:* Proč nebyla testována rovněž e-cigareta na bázi zahřívání tabáku?

**Kapitola 2 – Teoretický úvod:** Autor charakterizuje vývoj a současnost plynové chromatografie a její význam v analytické chemii. Dále se věnuje problematice polaritý látek a popisuje derivatizační postupy využívané v plynové chromatografii. Poté jsou popisovány sledované látky včetně možností jejich analytického stanovení.

*Námět pro diskusi: Termín „statické headspace dávkování vzorků“ zavání anglismem, bylo by možné pro tento postup využít českého termínu?*

*Připomínka: Na str. 12 je nesprávně využito termínu „citlivost“ pro vyjádření schopnosti metody poskytnout odezvu na nepatrné množství analyzované sloučeniny. Na str. 13 je toto zopakováno ve větě „je možné dosáhnout citlivosti až 1,5 ng/ml.“*

**Kapitola 3 – Cíle disertační práce:** Definuje cíle disertační práce.

**Kapitola 4 – Experimentální část:** Popisuje experimenty realizované v rámci řešení všech tří problémů řešených v disertační práci.

**Kapitola 4.1** je věnována vývoji metody stanovení akrylamidu a akroleinu v produktech hoření tabáku a v aerosolu generovaném elektronickou cigaretou. Pro vzorkování byla sestavena aparatura umožňující zachyt produktů ve vodě. Dále je popsán postup derivatizace a analýzy vzniklých derivátů. Tato část práce byla publikována v časopise Chromatographia.

*Komentář:*

- i. *Překvapil mne postup přípravy standardního roztoku akroleinu oxidací allylalkoholu (kap. 4.1.2), když v předchozí odstavci (4.1.1) se uvádí, že standard akroleinu čistoty 99 % byl získán od firmy Sigma-Aldrich.*
- ii. *Na str. 31 se tvrdí, že „Odpovídající tlak vakua byl předem nastaven pomocí bublinkového průtokoměru.“ – jednak spojení slov „tlak“ a „vakuum“ působí podivně, a dále pomocí bublinkového průtokoměru se nastavuje průtok.*
- iii. *Ke kapitole 4.1.5: Je zmíněn teplotní program metody, pravděpodobně má jít o teplotní program kolony. Není uvedena teplota interface, iontového zdroje a kvadrupolu. Použitý průtok nosného plynu (pravděpodobně bylo využito modu konstantního průtoku) je poměrně malý, s lineární průtokovou rychlostí okolo 34 cm/s, a počáteční izoterma je poměrně dlouhá, i s přihlédnutím k použitému způsobu nástřiku (pulsní bezděličový), měla tato volba parametrů nějaký důvod?*
- iv. *Mód celkového iontového proudu u hmotnostního spektrometru neznám. Autor má pravděpodobně na mysli skenování a prezentaci chromatogramu ve formě závislosti celkového iontového proudu na čase. Režim SIM je sledování vybraného, nikoliv selektivního iontu.*
- v. *Ke kap. 4.1.6: Pro použitou metodu kvantifikace je doporučen termín „metoda přidavku standardu“. Jak je možné, že koncentrace připraveného roztoku akroleinu nebyla známa, když autor měl k dispozici zakoupený standard této sloučeniny? Ten byl ostatně využit pro stanovení odezvového faktoru. Krom toho použitý způsob kvantifikace akroleinu bych spíše označil jako metoda vnějšího standardu s využitím odezvoových faktorů.*
- vi. *Ke kap. 4.2.2: Autor nadměrně využívá slova „headspace“. Jak se např. liší „headspace vialka“ od normální vialky? Rovněž bych minimalizoval používání zkratk.*

**Kapitola 5 – Výsledky a diskuse:** jsou zde přehledně uvedeny a komentovány získané výsledky.

**Kapitola 5.1. GC/MS metoda pro současné stanovení akrylamidu a akroleinu:**

*Komentář:*

- i. *Překvapily mne meze detekce pro akrylamid (0,27 µg/cig.ekv.) a akrolein (0,00835 µg/cig.ekv.) v souvislosti s tím, že odezva bromovaného akrylamidu byla 4,35x větší než odezva bromovaného akroleinu.*

- ii. Bylo by zajímavé zjistit, jaká je situace u elektronických cigaret na bázi zahřívaného tabáku.

**Kapitola 5.2. Stanovení zbytkových rozpouštědel v isobutylboronové kyselině – využití maskovací derivatizace ke zlepšení stability GC kolony**

Výsledky této části byly publikovány v časopise Journal of Separation Science.

*Poznámka: V Tabulce IV je nesprávně anotována hodnota korelačního koeficientu jako  $R^2$ .*

*Dotaz: Hodnoty výtěžnosti v této tabulce jsou všechny vyšší než 100 % a ve dvou případech se velmi blíží horní hranici akceptačního kritéria. Má autor nějaké vysvětlení pro tuto skutečnost?*

**Kapitola 5.3. GC/MS metoda pro stanovení alloxanu a jeho rozkladných produktů v mouce**

*Poznámka k chromatogramu na Obr. 36 – jeví se mi, že pík derivátu má na náběhové straně něco jako nečistotu – je to optický klam nebo opravdu nějaká koeluce? Obdobné odchylky od ideálního tvaru píku lze pozorovat i na Obr. 37.*

**Závěr oponentského posudku:**

Po podrobném prostudování předložené disertační práce konstatuji, že tato splňuje požadavky kladené na disertační práce v daném oboru.

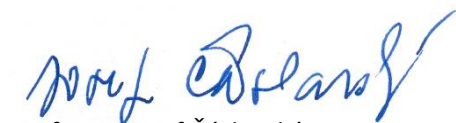
Disertant nesporně prokázal svoji schopnost samostatné tvůrčí vědecké práce, jakož i systematickosti při zpracování experimentálních dat a náležitě interpretace získaných výsledků, včetně jejich předložení odborné veřejnosti.

Vzhledem k tomu, že žádná z mých výše uvedených připomínek není zásadního charakteru, doporučuji, aby disertační práce Mgr. Romana Papouška byla

**přijata k obhajobě**

v rámci DSP Chemie, studijního oboru Analytická chemie na Katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty University Palackého v Olomouci. Po jejím úspěšném obhájení nechť je jejímu autorovi v souladu s §47 Zákona č. 11/1998 Sb. o vysokých školách udělen titul „doktor filosofie“ (Ph.D.).

V Brně dne 23. května 2019



prof. Ing. Josef Čáslavský, CSc.