



Přírodovědecká  
fakulta

Garbis 1001

## OPONENTSKÝ POSUDOK doktorskej dizertačnej práce

Mgr. Romana Papouška

### Analýza polárných látok plynovou chromatografií

V oponovanej doktorskej dizertačnej práci autor popisuje návrh a vývoj GC/MS, resp. GC/FID metód stanovenia troch vybraných skupín polárnych látok v reálnych matriciach - akrylamidu a akroleínu v tabakovom dyme, zvyškových rozpúšťadiel v isobutylborónovej kyseline, ktorá je používaná pri komerčnej výrobe liečiva Bortezomib a alloxanu a jeho degradačných produktov v múke. Práca zrkadlí nezameniteľný prístup školiaceho pracoviska k riešeniu vytýčených cieľov, kde síle analytickej inštrumentácie je nadradená síla myšlienkového postupu plynúca z nadobudnutých vedeckovýskumných poznatkov a skúseností autora práce a z citlivého vedenia doktoranda pánom docentom Petrom Bartákom.

Vlastná dizertačná práca pozostáva z pekne a zrozumiteľne spracovaného zhrnutia súčasného stavu študovanej problematiky a podrobného popisu postupov odkrývajúcich ako jednotlivé kroky derivatizačných reakcií vedúcich či už k zníženiu polarita stanovovaných látok, ich maskovaniu alebo zvýšeniu ich stability či odozvy v separačných, resp. detekčných systémoch, tak i vlastné experimentálne podmienky chromatografických separácií vedúcich k úspešnému vývoji a validácii koncových analytických metód. V práci popisované výsledky stanovenia akrylamidu a akroleínu v tabakovom dyme, ako i veľmi vtipne postavená analýza zvyškových rozpúšťadiel v isobutylborónovej kyseline boli publikované v odborných časopisoch Chromatographia, resp. Journal of Separation Science. Tieto publikácie, ktoré tvoria prílohu dizertačnej práce, prezentujú ich autorov ako skúsených experimentátorov s hlbokou zásobou tvorivej invencie. Vzhľadom k tomu, že prezentované výsledky boli podrobené kritickej recenzii uznávaných

odborníkov v danej problematike, nemám k tejto časti práce podstatných pripomienok. Profesionálne vykonané intermezzo stanovenia alloxanu a jeho rozkladných produktov prispieva svojim dielikom do katedrálneho zásobníku vyvíjaných analytických metód zameraných práve na analýzu tohto analytu. Nepresnosti, chyby a preklepy vyskytnuvšie sa pri spisovaní boli opravené priamo v texte práce.

V rámci rozpravy k práci by som sa rád spýtal autora na pojem „veľká solvatačná kapacita“ (str. 8), čo je príčinou agresívneho chovania sa isobutylborónovej kyseliny v používanom chromatografickom systéme (str. 23), či ste v rámci experimentálnej práce okrem 1,8-diaminonaftalénu testovali použitie i ďalších činidiel pre maskovanie isobutylborónovej kyseliny (str. 24), aká bola stratégia pri voľbe konkrétnych koncentrácií derivatizačných činidiel pri vývoji jednotlivých metód, či by sa dali niektoré z Vašich analytov stanovovať pomocou enzymatických reakcií a aké sú ďalšie Vaše plány s Luciferindou?

Záverom rád konštatujem, že vytýčené ciele práce boli splnené. Rozsah vykonanej práce i získané nové bádateľské poznatky vypovedajú o doktorandovej dobrej odbornosti a orientácii v riešenej problematike. Práca svojim obsahom i formou vyhovuje podmienkam pre doktorskú dizertačnú prácu, odporúčam ju k obhajobe a na základe jej úspešnej verejnej obhajoby navrhujem udeliť Mgr. Romanovi Papouškovi vedecko-akademickú hodnosť „philosophiae doctor“ („PhD“).

V Olomouci 9. mája 2019

prof. RNDr. Juraj Ševčík, Ph.D.

prof. Ing. Jaromíra Chýlková, CSc.  
Ústav environmentálního a chemického inženýrství  
Fakulta chemicko-technologická, Univerzita Pardubice

## **Oponentský posudek disertační práce**

**Doktorand:** Mgr. Roman Papoušek

**Název disertační práce:** Analýza polárních látek plynovou chromatografií

Doktorská disertační práce Mgr. Romana Papouška řeší problematiku stanovení polárních látek plynovou chromatografií. V rámci jeho studia byly vyvinuty nové analytické metody stanovení, a to akroleinu a akrylamidu v cigaretovém kouři, dále metoda stanovení zbytkových rozpouštědel v kyselině isobutylboronové a rovněž byl navržen derivatizační postup, umožňující stanovení přítomnosti alloxanu či jeho rozkladných produktů v mouce. Navržené postupy využívající chemickou derivatizaci, kdy jsou polární látky převedeny na stabilnější méně polární sloučeniny, což vede ke zvýšení extrakční účinnosti analytů, ke snížení rušivých vlivů matrice (např. při stanovení zbytkových rozpouštědel v kyselině isobutylboronové), a také ke zlepšení selektivity a zvýšení citlivosti analýz. Všechny předložené metody byly úspěšně validovány a mají praktickou využitelnost.

V teoretické části se autor nejdříve zabývá příčinami polarity molekul organických látek. Následuje shrnutí nejčastěji užívaných derivatizačních technik, používaných ke zlepšení výsledků chemické analýzy. Na závěr této části jsou uvedeny vlastnosti studovaných analytů, včetně analytických přístupů, které se dosud využívají k jejich stanovení.

Výsledková část je rozdělena do tří bloků podle jednotlivých analytů. Výsledky, které jsou zde prezentovány, již byly většinou publikovány; jedna tematika, a to stanovení zbytkových rozpouštědel v kyselině isobutylboronové, je v tisku.

Disertační práce je psaná velmi srozumitelně a čitelně, má celkem 86 stran vlastního textu (po seznamu zkratk), následují přílohy zahrnující publikační a přednáškovou činnost doktoranda. Předložený text obsahuje všechny požadované náležitosti (prohlášení o původnosti, anotaci, seznam použitých zkratk). Použitá literatura zahrnuje 184 odkazů, většinou se jedná o původní práce.

Na základě dosažených výsledků konstatuji, že doktorand splnil vytýčený cíl. Úspěšně navrhl a ověřil podmínky tří analytických metod při stanovení polárních látek, což usnadní praktickou realizaci stanovení směsi akrylamidu a akroleinu v plynných vzorcích, stanovení zbytkových rozpouštědel v kyselině isobutylboronové a analýzu alloxanu včetně jeho rozkladných produktů.

K předložené dizertační práci mám tyto připomínky resp. dotazy:

1. V seznamu zkratk na str. 84 je nesprávně uveden název katalyzátoru DABCO. Je zde smíchán český a anglický jazyk – čtenář se může domnívat, že se jedná o „octan“.
2. Na základě čeho byla při kondenzační reakci kyseliny isobutylboronové s 1,8-diaminonaftalenem zvolena alkalická katalýza? Bylo by možné použít kyslou katalýzu?
3. Byla zjišťována reakční účinnost kondenzace IBBA s DAN?
4. Na základě čeho byla zvolena tak široká škála zbytkových rozpouštědel?

Závěrem svého hodnocení konstatuji, že doktorská práce Mgr. Romana Papouška řeší aktuální problematiku analýzy převážně toxických látek a je na vysoké odborné úrovni.

**Doporučuji, aby uvedená doktorská práce byla přijata k obhajobě a aby byl, v případě jejího úspěšného obhájení, Mgr. Romanu Papouškovi udělen vědecko-akademický titul Ph.D.**

V Pardubicích 17.4.2019

prof. Ing. Jaromíra Chýlková, CSc.