

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Kláry Koskové

„GC-MS stanovení pesticidů ze vzorků vod”

Úkolem diplomantky bylo zpracovat literární rešerši zaměřenou na stanovení pesticidů pomocí plynové chromatografie, a to i s využitím metody mikroextrakce tuhou fází. Cílem experimentální části bylo optimalizovat metodu GC-MS pro stanovení pesticidů ve vodách po jejich přechodí izolaci metodou SPME. Pro dosažení co možná největší citlivosti bylo úkolem vypracovat metodu pracující v režimu MRM a tuto metodu ověřit na uměle připravených a reálných vzorcích vod.

V teoretické části jsou popsány základní charakteristiky pesticidů, jejich rozdělení do jednotlivých skupin a možnosti jejich aplikace. Pozornost je věnována i metodám stanovení pesticidů od úpravy vzorku přes izolaci sledovaných sloučenin až po vlastní GC-MS analýzu. Zvláštní pozornost je věnována i principům tandemové hmotnostní spektrometrie.

V praktické části diplomantka provedla optimalizaci a validaci metody GC-MS analýzy studovaných pesticidů po předchozí izolaci metodou přímé SPME. Pro tento účel byla zkoušena různá SPME vlákna a jako vhodné bylo vybráno 75 μm CAR/PDMS. Dle principů centrálně kompozitního plánování byly pro toto vlákno zvoleny vhodné extrakční podmínky. V případě GC-MS metody byl optimalizován MRM přístup, kdy kolizní energie byly vyhodnoceny pro nejintenzivnější MRM přechody produktových iontů látek pomocí funkce Smart MRM/SIM. Navržená metoda byla úspěšně prověřena na uměle připravených i na 7 reálných vzorcích vod, přičemž v každém z analyzovaných vzorků se podařilo některý ze sledovaných pesticidů nalézt, avšak ve velké většině případů se jednalo o hodnoty pod zjištěnou mezí kvantifikace.

Práce má dostatečný rozsah a obvyklé členění. V práci se vyskytuje přiměřeně malé množství překlepů, ale nachází se zde i gramatické (např. na str. 19 „na hubení škůdců (např. mandelineeky bramborové), nebo str. 25 „vlákno potažené různými typy stacionárních fázíek“) a typografické prohřešky. Kromě chybně umístěných jednopísmenných výrazů na koncích řádků (např. strany 22, 23, 26, 27, 39 a další) se zde často vyskytují i čísla a jednotky rozdělené na 2 řádky (např. str. 20, 23, 32, 33, 34 a další) a také dnes již málokdy se vyskytující sirotky (např. str. 32, 41 a 50; *pozn.: sirotek je případ, kdy stránka začíná posledním řádkem odstavce*). Rovněž způsob dělení tabulek na více stran není standardním způsobem – na druhé straně by mělo dojít k zopakování názvu s dovětkem „pokračování“. Seznam zkratk je psaný přehledně, ale každá zkratka by měla být definována i při prvním užití v textu. Co se citace odborné literatury týká, tak k její kvalitě mám jisté výhrady. Vzhledem k tomu, že pesticidy patří mezi často sledované sloučeniny, je celkový počet 34 citací poměrně malý, navíc cca 1/3 jsou citace 20 a více let staré a pouze 5 citací je na odborné články.

K práci mám následující dotazy, připomínky a náměty pro diskuzi:

- Str. 18 – Opravdu je DDT stále nejrozšířenějším nesystémovým kontaktním insekticidem ve světě, i když je v řadě zemí již dlouhá léta zakázán (např. v ČR již od roku 1974)? Je tento zákaz opravdu pouze kvůli vlivu na ŽP a tedy ne kvůli možnému vlivu na lidský organismus?
- Str. 21 – Jaký je rozdíl mezi vysokou a dobrou účinností pesticidů?
- Str. 23 – Pod tabulkou 2 jsou vysvětlivky 24–26, avšak vysvětlivky 1–23 v práci chybí.

- Str. 26 – Označení StableFlex nepředstavuje typ sorbentu, ale jde o něco jiného. V tomto pohledu jsou informace v této tabulce poněkud matoucí. Mohla by diplomantka objasnit termín StableFlex?
- Str. 30 – Pozor na automatické opravy textu. Jistě se v případě skenu neutrální ztráty nejedná o proces „deprivatizace“?
- Kapitola 1.4 – Je smutné, když diplomantka jako příklady stanovení pesticidů ve vodách prezentuje pouze 2 práce, a to již z let 2013 a 2002. Opravdu nešlo najít něco novějšího?
- Str. 35 – První řádek tabulky 6 odporuje textu na předchozí straně, kde je zmíněn teplotní program při GC analýzách.
- Str. 37 – Příslušné grafy jsou v přílohách 23–43, ale ne 23–31.
- Str. 39 – Má smysl spojovací čára u obr. 20? Tato spojovací čára může být poněkud matoucí, protože podle této čáry by kolizní energie pro přechod 181→145 byla cca 18 kV, ale ne 15 kV (viz tabulka 10). To stejné platí i pro ostatní obrázky v přílohách 23–31.
- Str. 39 – Vhodnější by bylo používat termín teplota extrakce než teplota inkubace.
- Str. 42 – V textu je uveden přídavek 0,7 g NaCl, avšak v grafu na str. 43 je jako vhodná vyhodnocena hodnota 7,0. Může diplomantka objasnit tuto zdánlivou nesrovnalost?
- Str. 44 – Postrádám jakýkoli komentář k obrázku 25 a k přílohám 44–52.
- Str. 44 – Text 2. odstavce kapitoly 3.2 neodpovídá datům v tabulce 12. Žádná z odchylek pro 0,001 µg/ml nepřesahuje 20 % a ani roztok heptachloru o koncentraci 0,01 µg/ml nepřesahuje hodnotu 15 % (v tab. 12 je to 9,84 %). Představuje tedy odchylka zmíněná v textu něco jiného než odchylka uvedená v tabulce 12? Podobná nesrovnalost se vyskytuje i v závěru práce.
- Str. 45 – Pro dosažení výsledné hodnoty ve druhé rovnici je třeba nezaokrouhlovat výsledek rovnice první. Z uvedených čísel je na první pohled patrné, že by odchylka měla být 10 %. Uvedených 12,13 by vyšlo z nezaokrouhleného výsledku 0,0011213 µg/ml. Možná by bylo lepší výsledky prezentovat ve vědeckém formátu a v méně zaokrouhlené podobě.
- Str. 48 – Sumární výsledky jsou prezentovány na str. 52, nikoli na str. 51, jak je opakovaně uváděno v textu.
- Str. 52 – Bylo by možné uvést i \pm hodnoty u číselně vyjádřených výsledků?
- Str. 52 – Postrádám nějaký souhrnný komentář k analýzám reálných vzorků.
- Str. 54 – Jsou citace 9 a 10 opravdu 2 různé citace? Nejedná se o stejnou publikaci?
- Přílohy 53–62 – V ČJ se jako oddělovač desetinných míst používá čárka, nikoli tečka.

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší užitečné poznatky z oblasti analýzy pesticidů ve vodách metodou plynové chromatografie po předchozí izolaci pomocí SPME. Její stavba je logická a s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Bc. Kláry Koskové** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a navrhuji hodnocení:

– C –