



Posudek oponenta habilitační práce

Masarykova univerzita

Fakulta

Obor řízení

Uchazeč

Pracoviště uchazeče, instituce

Habilitační práce

Oponent

Pracoviště oponenta, instituce

Přírodovědecká fakulta

Analytická chemie

RNDr. Jiří Urban, Ph.D.

Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita

Separace malých molekul na monolitických stacionárních fázích

Ing. Josef Planeta, Ph.D.

Oddělení separací v tekutých fázích, Ústav analytické chemie AV ČR, v. v. i., Brno

Předložená habilitační práce „Separace malých molekul na monolitických stacionárních fázích“ shrnuje výsledky více než desetiletého výzkumu pana RNDr. Jiřího Urbana. Jádrem práce je soubor 17 původních publikací, zveřejněných v mezinárodních oborových časopisech, především v *J. Chromatogr. A* a *J. Sep. Sci.*. Tento soubor publikací je doplněn spojovacím textem, který nejen vykládá danou problematiku, ale především popisuje obraz činnosti RNDr. Urbana v poslední dekádě.

Éra vývoje monolitických kolon začala přibližně v 90. letech, kdy pokroky v instrumentaci, miniaturizaci a automatizaci kapalinové chromatografie dovolily další zvyšování separačních účinností a byly hledány alternativy ke konvenčním náplňovým kolonám. V této době se objevují dvě souběžné linie vývoje – monolitické kolony založené na bázi silikagelu a polymerní organické monolity, kdy první základy položily práce F. Švece a J. Frécheta. V těchto prvotních pracích je vidět postupná optimalizace procesu výroby s cílem zlepšovat účinnost a selektivitu monolitických kolon.

Habilitační práce RNDr. Jiřího Urbana vznikla v době, kdy již bylo publikováno množství prací o vývoji a aplikacích organických monolitických kolon, přesto je zřejmé, že je stále dostatek prostoru pro optimalizaci a vylepšování chromatografických vlastností.

V první části práce je popsán proces přípravy monolitů, funkce porogenu a jeho vliv na distribuci makro-, meso- a mikropórů s cílem dosáhnout co nejlepších separací. Autor zde provedl chvályhodně velké množství experimentů k tomu, aby pomocí multivariantské analýzy posoudil roli komponent v monomerní směsi a získal informaci o vlivu jednotlivých složek, případně jejich souběžném či protichůdném efektu. Tyto výsledky jsou fundovaně interpretovány a pak využity k predikci složení polymeračních směsí s cílem vytvořit kolony požadovaných vlastností, např. pro size exclusion chromatografii nebo pro rychlou separaci malých molekul. Za zmínku stojí rovněž kvalita připravených monolitů, kdy je autorem popisován test 10 000 analýz testovací směsi bez výrazného zhoršení rozlišení.

Největší přínos vidím ve druhé části práce, která popisuje monolity s vysokým zesílením (hypercroslinking). Jedná se o již existující metodu, kterou autor cíleně adaptoval pro účely přípravy polymeru s co největším povrchem. Místo metakrylátových kolon byly použity monomery styren, divinylbenzen a vinylbenzylchlorid, které po zpolymerování a nabobtnání byly podrobeny nukleofilní Friedl-Craftsově alkylní s vhodným

dihalogenalkanem. Tímto postupem se vytvořilo další zesíťování a výrazně se zvýšil povrch, což se projevilo zlepšenou separační účinností pro malé molekuly. I v tomto případě autor syntetizoval velké množství kolon s variabilním složením výchozích monomerů a reakčních podmínek s cílem najít optimální postup přípravy.

Připravený polymer stále obsahoval reziduální methylenchloridové skupiny, čehož autor využil k povrchové modifikaci pro HILIC chromatografii a získal monolitickou kolonu s dvojitým retenčním mechanismem – RP a HILIC, který je řízen složením mobilní fáze.

Autor prokázal svoji experimentální zručnost při spojení vyvinutých kolon s detektorem nukleární magnetické resonance (NMR) pro separaci malých molekul. Zde demonstruje výsledky analýz vybraných látek na zkonstruovaných 2D grafech.

Modifikované monolitické kolony je možné použít i v klinické biochemii, jak dokládá část habilitační práce, zaměřená na konstrukci přístroje k online monitorování obsahu dopaminu v moči pacientů. V polymeru navázaná kyselina 4-vinylfenyl boritá v závislosti na pH umožňuje záchyt a uvolnění sledovaných neurotransmiterů z obohacovací kolony a jejich následné stanovení na chromatografické koloně v HILIC módu. Za zmínku stojí i autorem vyvinutý elektrochemický detektor uvnitř monolitické kapilární kolony, jehož konstrukce založená na dvojici mikroelektrod vyžaduje vysokou erudici a práce s mikromanipulátory pod mikroskopem.

Předložená habilitační práce dokládá, že autor v oblasti přípravy a aplikací polymerních monolitických kolon vykonal značné množství práce a posunul kupředu znalosti v tomto oboru chromatografických separací. V práci je přiloženo 17 důležitých publikací, nicméně autorovo portfolio na Web of Science čítá v současnosti 33 původních prací, které byly více než 700 × citovány a jeho *h*-index má hodnotu 19. Autor úspěšně absolvoval stáž na University of California v Berkeley a poté byl řešitelem třech grantů GA ČR. Tím prokázal, že umí být součástí špičkového zahraničního vědeckého týmu i sám vést jiné v rámci své výzkumné skupiny, dosáhnout významných výsledků a úspěšně je publikovat. Tímto dle mého názoru splňuje všechny požadavky a jednoznačně doporučuji, aby předložená práce byla přijata k habilitačnímu řízení v oboru analytické chemie.

Dotazy oponenta k obhajobě habilitační práce (počet dotazů dle zvážení oponenta)

Jak se projevuje bobtnání organických monolitů v mobilní fázi? Má tento jev nějakou kinetiku, která se projeví např. opakovatelností analýz? Je nutné připravenou kolonu udržovat naplněnou vhodným rozpouštědlem či je možné ji nechat vyschnout? Jaký je čas regenerace?

Závěr

Habilitační práce RNDr. Jiřího Urbana „Separace malých molekul na monolitických stacionárních fázích“ **splňuje** požadavky standardně kladené na habilitační práce v oboru analytické chemie.

V Brně dne 16. 11. 2017

