

**NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU
TEHNOLOŠKO-METALURŠKOG FAKULTETA
UNIVERZITETA U BEOGRADU**

Na sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu održanoj 20.10.2011. imenovani smo za članove Komisije za ocenu naučne zasnovanosti teme doktorske disertacije Nikoline Antić (rođena Dujaković), dipl. inž. tehnologije pod naslovom:

**RAZVOJ I PRIMENA HPLC – MS/MS METODE ZA ODREĐIVANJE TRAGOVA
PESTICIDA U UZORCIMA VODE**

O predloženoj temi i njenoj naučnoj zasnovanosti podnosimo sledeći

IZVEŠTAJ

1. PODACI O KANDIDATU

Nikolina Antić je rođena 30.08.1982. godine, u Kninu. Na Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu upisala se 2003. godine, na odsek za Inženjerstvo zaštite životne sredine. Diplomirala je jula 2008. godine na Katedri za Inženjerstvo zaštite životne sredine, sa temom: „Optimizacija i primena metode za predkoncentrisanje ostataka pesticida u vodi“.

Školske 2008/09. je upisala doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu, studijski program Inženjerstvo zaštite životne sredine, pod rukovodstvom mentora prof. dr Tatjane Vasiljević. U okviru doktorskih studija položila je 11/11 ispita predviđenih studijskim programom sa prosečnom ocenom 9,36 (spisak je u prilogu) i 30. septembra 2011. godine odbranila Završni ispit pod nazivom „Razvoj i primena HPLC-MS/MS metode za određivanje ostataka pesticida u uzorcima vode“, pred komisijom u sastavu prof. dr Tatjana Vasiljević, prof. dr Mila Laušević i prof. dr Mirjana Ristić.

Nikolina Antić je od 1. novembra 2008. do 1. marta 2010. godine bila zaposlena na Tehnološko-metalurškom fakultetu, a od 1. marta 2010. do danas radi u Inovacionom centru TMF-a. U zvanje istraživač saradnik izabrana je 4. novembra 2009.

Oblast naučno-istraživačkog rada Nikoline Antić obuhvata razvoj i primenu multirezidualne analitičke metode za određivanje tragova odabranih pesticida u uzorcima površinske, podzemne i otpadne vode u cilju dobijanja studije o stanju zagađenosti vode najčešće korišćenim pesticidima u našoj zemlji.

Nikolina Antić je koautor u 2 rada u časopisima međunarodnog značaja, 6 naučnih saopštenja u zbornicima međunarodnih i nacionalnih skupova. Iz oblasti istraživanja iz koje je predložena tema doktorske disertacije kandidat je koautor 2 naučna rada objavljena u međunarodnim časopisima (oznaka grupe **M20**: vrsta rezultata **M21**) i 4 saopštenja prikazanih na domaćim i međunarodnim skupovima (oznaka grupe **M30**: vrsta rezultata, **M34–3** rada, oznaka grupe **M60**: vrsta rezultata **M63–1** rad).

Od 2008. godine Nikolina Antić je uključena u naučno-istraživačke projekte finansirane od strane Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije, odnosno Ministarstva za prosvetu i nauku Republike Srbije („Razvoj metoda za separaciju, predkoncentrisanje, određivanje i uklanjanje zagađivača okoline“, 2006-2010. i „Razvoj i primena metoda i materijala za monitoring novih zagađujućih i toksičnih organskih materija i teških metala“, 2011-).

Pohađala je međunarodnu letnju školu „6th Mass Spectrometry School“, 2011 održanu u Nišu, u organizaciji Prirodno matematičkog fakulteta Univerziteta u Nišu, Hemijsko ekološkog centra u Nišu, Univerzitet Pierre i Marie Curie, Pariz, Francuska i Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije.

Pohađala je, a potom i učestvovala u organizaciji Letnje škole tečne hromatografije – masene spektrometrije u organizaciji Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu i predstavništva kompanije Thermo Fisher Scientific, SAD, 2008 i 2010. god.

Angažovana je kao saradnik na eksperimentalnim vežbama iz predmeta Instrumentalne metode na Katedri za analitičku hemiju (školske 2011/12).

Član je Srpskog hemijskog društva. Govori engleski jezik.

Položeni ispiti i ostvareni bodovi u okviru doktorskih studija

	ESPB
1. Viši kurs analitičke hemije	5
2. Industrijska ekologija	5
3. Matematička obrada eksperimentalnih podataka	5
4. Ekonomija životne sredine i održivog razvoja	4
5. Hemijska kinetika	5
6. Hemija pesticida	4

7. Tačna hromatografija-masena spektrometrija	4
8. Analiza tragova specifičnih zagađujućih materija	4
9. Odabrana poglavlja instrumentalne analize	7
10. Organske zagađujuće supstance	4
11. Strukturna analiza organskih molekula	6
12. Završni ispit – pristupni rad za izradu doktorske disertacije	30
Ukupno	83

Objavljeni naučni radovi i saopštenja

RADOVI OBJAVLJENI U NAUČNIM ČASOPISIMA MEĐUNARODNOG ZNAČAJA – M20

Rad u vrhunskom međunarodnom časopisu – M21

1. **Nikolina Dujaković**, Svetlana Grujić, Marina Radišić, Tatjana Vasiljević, Mila Laušević, Determination of pesticides in surface and ground waters by liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry, *Analytica Chimica Acta*, 678 (2010) 63–72, (Chemistry, Analytical, 6/73, IF (2010) = 4,311), ISSN 0003-2670.
2. Tatjana Trtić-Petrović, Jelena Đorđević, **Nikolina Dujaković**, Ksenija Kumrić, Tatjana Vasiljević, Mila Laušević, Determination of selected pesticides in environmental water by membrane based liquid-liquid extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 397 (2010) 2233-2243. (Chemistry, Analytical, 9/73, IF (2010) = 3,841), ISSN 1618-2642.

ZBORNICI MEĐUNARODNIH NAUČNIH SKUPOVA – M30

Saopštenje sa međunarodnog skupa štampano u izvodu – M34

1. **N. Dujaković**, T. Radović, M. Radišić, S. Grujić, T. Vasiljević, M. Dimkić, M. Laušević. Pesticide and pharmaceutical residues in the Danube River Basin in Serbia, Book of Abstracts of the 16th Euroanalysis: Challenges in Modern Analytical Chemistry, September 11-15, 2011, Belgrade, Serbia, EN23.
2. **N. Dujaković**, M. Radišić, S. Grujić, T. Vasiljević, M. Laušević. Determination of pesticide and pharmaceutical residues in urban wastewater samples, Book of Abstracts of the 16th Euroanalysis: Challenges in Modern Analytical Chemistry, September 11-15, 2011, Belgrade, Serbia, EN22.
3. T. Trtić, J. Đorđević, **N. Dujaković**, T. Vasiljević, M. Laušević, „Determination of selected pesticides in environmental water by membrane based liquid-liquid extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry“, Book of Abstracts of the 6th International Conference: Instrumental Methods of Analysis, Modern Trends and Applications, October 4-8, 2009, Athens, Greece, p. 276.

ZBORNICI SKUPOVA NACIONALNOG ZNAČAJA – M60

Saopštenje sa skupa nacionalnog značaja štampano u celini – M63

1. M. Radišić, **N. Dujaković**, S. Grujić, T. Vasiljević, M. Laušević, Multiresidue analysis of pesticides in fruit juices by matrix solid-phase dispersion and liquid chromatography – tandem mass spectrometry, *Workshop-Specific Methods for Food Safety and Quality*, September 23, 2008, Vinča-Belgrade, Srbija, Proceedings, 89–92.
2. **Nikolina Dujaković**, Marina Radišić, Tatjana Vasiljević, Mila Laušević, Optimizacija metode na čvrstoj fazi za izolovanje i predkoncentrisanje ostataka pesticida u vodi, *47 savetovanje Srpskog hemijskog društva*, 21. mart 2009., Beograd, Zbornik radova, 19–22.
3. **Nikolina Dujaković**, Marina Radišić, Tatjana Vasiljević, Mila Laušević, Određivanje sadržaja odabranih pesticida u voću, povrću i voćnim sokovima HPLC-MS/MS metodom, *XV Savetovanje o biotehnologiji*, Čačak, 26–27. mart 2010, Zbornik radova, 1019–1024

Ocena podobnosti kandidata za rad na predloženoj temi

Na osnovu dosadašnjeg rada i pokazanih rezultata tokom doktorskih studija i u okviru naučno-istraživačkog rada na projektima Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj, odnosno Ministarstva za prosvetu i nauku Republike Srbije, 142002 (2008-2010) i 172007 (2011-), **Nikolina Antić**, dipl. inž. tehnologije, je pokazala izrazitu sklonost i sposobnost za bavljenje naučno-istraživačkim radom. Takođe, iz oblasti doktorske disertacije je objavila 2 štampana naučna rada u međunarodnim časopisima i 4 saopštenja na međunarodnim i domaćim skupovima, što ukazuje da je ispunila potrebne uslove za rad na predloženoj temi doktorske disertacije.

2. PREDMET I CILJ ISTRAŽIVANJA

Ostaci pesticida u prirodnim vodotokovima kao i u podzemnim vodama već dugi niz godina predstavljaju problem od velikog značaja, s obzirom da je veliki broj pesticida, kao i proizvoda

njihovog raspada, toksičan, kancerogen, mutagen, i dugo vreme ostaje u prirodi [1 – 4]. U našoj zemlji standardna kontrola kvaliteta vodotokova ograničena je na praćenje organohlorinih i triazinskih pesticida. Ostale grupe najčešće korišćenih pesticida (organofosfati, karbamati, neonikotinoidi, uree itd.) u našoj zemlji nisu uključeni u monitoring i podaci o njihovoj zastupljenosti u životnoj sredini su veoma oskudni.

Cilj istraživanja ove doktorske disertacije je razvoj i primena nove, brze i osetljive multirezidualne analitičke metode za određivanje tragova odabranih pesticida u vodi. Plan je da se prvo razvije postupak za efikasnu pripremu uzoraka površinskih, podzemnih i otpadnih voda koja će obuhvatiti istovremenu ekstrakciju, razdvajanje i prečišćavanje analita. Zatim razvoj osetljive analitičke metode za određivanje odabranih pesticida pomoću tečne hromatografije u sprezi sa tandem masenom spektrometrijom. Posebna pažnja će biti posvećena optimizaciji metode za pouzdanu maseno-spektrometrijsku detekciju tragova pesticida i razvoju metode potvrde prisustva analita. Potom će razvijena metoda biti primenjena na realne uzorke površinskih, podzemnih i otpadnih voda, u cilju dobijanja studije o stanju zagađenosti vode najčešće korišćenim pesticidima u našoj zemlji.

Pošto poljoprivreda predstavlja jedan od najvećih izvora pesticida [5 – 8], mesta za monitoring su odabrana na delovima vodotokova u poljoprivrednim područjima. Dinamika uzorkovanja biće u skladu sa periodima primene pesticida i obavljaće se tri puta godišnje. U cilju ispitivanja infiltracije pesticida kroz obalu reke za uzorkovanje su odabrani i reni bunari koji se nalaze u neposrednoj blizini reka. Otpadne vode koje dolaze iz urbanih sredina takođe se smatraju značajnim izvorom pesticida [9, 10], pa će razvijena metoda biti primenjena i na ove uzorke. Sa ciljem da se utvrdi stepen uklanjanja pesticida na postrojenjima za prečišćavanje otpadnih voda, biće analizirani uzorci otpadnih voda pre i nakon tretmana.

Literatura

1. Barrek S., C. Cren-Olive, L. Wiest, R. Baudot, C. Arnaudguilhem, M.F. Grenier-Loustalot. 2009. *Talanta* 79 712–722.
2. Reemtsma T., M. Jekel, *Organic Pollutants in the Water Cycle*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2006.
3. Kuster M., M. Lopez de Alda, D. Barcelo. 2009. *J. Chromatogr. A* 1216:520–529.
4. Palma, P., M. Kuster, P. Alvarenga, et al. 2009. *Environ. Int.* 35:545-551.
5. Jordan, T.B., D.S. Nichols, and N.I. Kerr. 2009. *Anal. Bioanal. Chem.* 394:2257-2266.
6. Loos, R., G. Locoro, S. Comero, et al. 2010. *Water Res.* 44:4115-4126.
7. Maloschik, E., A. Ernst, G. Hegedűs, B. Darvas, and A. Székács. 2007. *Microchem. J.* 85:88-97.
8. Belmonte Vega, A., A. Garrido Frenich, and J.L. Martínez Vidal. 2005. *Anal. Chim. Acta* 538:117-127.
9. Wittmer, I.K., H.-P. Bader, R. Scheidegger, et al. 2010. *Water Res.* 44:2850-2862.
10. Kolpin, D.W., E.M. Thurman, E.A. Lee, M.T. Meyer, E.T. Furlong, and S.T. Glassmeyer. 2006. *Sci. Total Environ.* 354:191-197.

3. POLAZNE HIPOTEZE

Iako je razvijen veliki broj analitičkih metoda za ekstrakciju i analizu pesticida iz vode, pouzdana identifikacija i kvantifikacija tragova pesticida i dalje predstavlja veliki analitički izazov. Sve stroži zakonski propisi u ovoj oblasti, kao i uvođenje novih vrsta pesticida na tržište, zahtevaju konstantno unapređivanje analitičkih metoda. U tom smislu, polazeći od literaturnih podataka, u ovoj disertaciji će biti razvijena i optimizovana metoda za analizu pesticida novije generacije u uzorcima površinskih, podzemnih i otpadnih voda. Kako u našoj zemlji praktično ne postoje podaci o zagađenosti prirodnih vodotokova pesticidima koji su odabrani u ovom radu, rezultati ove disertacije doprineće poznavanju stanja u ovoj oblasti. Iz naučne literature je poznato da neki pesticidi mogu da prođu neizmenjeni kroz sisteme za prečišćavanje otpadne vode, a rezultati ove disertacije ukazaće na efikasnost postrojenja koja se koriste u našoj zemlji.

4. NAUČNE METODE ISTRAŽIVANJA

Za ekstrakciju analita iz površinskih, podzemnih i otpadnih voda biće primenjena tehnika ekstrakcije na čvrstoj fazi (SPE). Zahvaljujući jednostavnosti, brzini, efikasnosti i manjoj potrošnji organskih rastvarača, ova tehnika spada u savremene načine pripreme uzorka za analizu. Za određivanje tragova pesticida u površinskim, podzemnim i otpadnim vodama biće primenjena metoda tečne hromatografije visoke performanse u kombinaciji sa masenom spektrometrijom (HPLC-MS). Ova metoda predstavlja najsavremeniju tehniku za identifikaciju i kvantitativno određivanje polarnih i termički nestabilnih jedinjenja, pri izuzetno malim koncentracijama. Selektivnost i osetljivost dodatno

će biti poboljšana primenom tandem masene spektrometrije (MS/MS) koja omogućava nedvosmisleno razlikovanje analita.

5. OČEKIVANI NAUČNI DOPRINOS

Realizacija ove doktorske disertacije će omogućiti razvoj nove, brze i osetljive metode za analizu tragova pesticida u površinskim, podzemnim i otpadnim vodama i njenu primenu za dobijanje studije o stanju zagađenosti voda odabranim pesticidima, koji spadaju u najčešće korišćene u našoj zemlji. Na osnovu dobijenih rezultata ove disertacije dobićemo nova saznanja o uticaju poljoprivrednih aktivnosti, kao i o uticaju komunalnih otpadnih voda na zagađenje površinskih voda pesticidima, o stepenu infiltracije pesticida iz površinskih voda kroz obale u vode reni bunara i o efikasnosti sistema za pečićavanje voda u pogledu uklanjanja pesticida.

6. PLAN ISTRAŽIVANJA I STRUKTURA RADA

Predmet rada ove doktorske disertacije je razvoj nove, brze i osetljive metode za analizu tragova pesticida u površinskim, podzemnim i otpadnim vodama. Metoda će obuhvatati efikasnu i ekonomičnu tehniku pripreme uzorka, a zatim i dobro hromatografsko razdvajanje analita uz potvrdu masenim detektorom. Nakon optimizovanja svih uslova analitička metoda će biti primenjena na realne uzorke površinskih, podzemnih voda i otpadnih voda u cilju dobijena studija o stanju zagađenosti voda odabranim pesticidima, koji spadaju u najčešće korišćene u našoj zemlji.

Predviđa se da će u doktorskoj disertaciji biti obrađena sledeća poglavlja: *Uvod, Teorijski deo, Eksperimentalni deo, Rezultati i diskusija, Zaključak, Literatura.*

U poglavlju *Uvod* biće reči o nameni pesticida, načinu na koji dospevaju u prirodne vodotokove, cilju rada i potencijalnoj primeni.

Teorijski deo doktorske disertacije obuhvatiće analizu prethodnih istraživanja koja se odnose na:

- osnovna svojstva pesticida i njihovu podelu,
- puteve kojima pesticidi dospevaju u prirodne vodotokove,
- zakonsku regulativu,
- pesticide detektovane u prirodnim vodotokovima i otpadnim vodama,
- uklanjanje pesticida u postrojenjima za prečišćavanje otpadnih voda,
- analitičke metode za određivanje tragova pesticida u uzorcima vode.

U *Eksperimentalnom delu* će biti navedeni:

- korišćeni standardni rastvori pesticida,
- plan uzorkovanja površinskih, podzemnih i uzoraka otpadne vode,
- optimizacija hromatografskog razdvajanja,
- optimizacija MS/MS parametara,
- razvoj metode za potvrdu prisustva analita,
- parametri koji su optimizovani prilikom pripreme uzoraka vode.

U poglavlju *Rezultati i diskusija* biće prikazani i diskutovani optimizovani uslovi metode pripreme i analize pesticida u uzorcima vode, kao i rezultati dobijeni analizom realnih uzoraka. Ovo poglavlje sadrži:

- masene spektre analita,
- optimalne uslove hromatografskog razdvajanja analita i optimizovane MS/MS parametre,
- razvijenu metodu za potvrdu prisustva analita,
- optimalne uslove pripreme uzoraka vode,
- rezultate analize realnih uzoraka,
- diskusiju dobijenih rezultata, sa posebnim osvrtom na uticaj poljoprivrednih aktivnosti i uticaj komunalnih otpadnih voda na zagađenje površinskih voda pesticidima, na stepen infiltracije pesticida iz površinskih voda u vode reni bunara, kao i na efikasnost sistema za prečišćavanje vode u pogledu uklanjanja odabranih pesticida.

U *Zaključku* sumiraće se dobijeni rezultati, uz osvrt na njihovu inovativnost, i potencijalnu primenu.

Literatura će sadržati navode citirane u disertaciji, kao i radove proistekle istraživanjem u okviru ove doktorske disertacije.

7. ZAKLJUČAK I PREDLOG

Na osnovu iznetih podataka Komisija smatra da je tema predložene doktorske disertacije Nikoline Antić: **“Razvoj i primena HPLC – MS/MS metode za određivanje tragova pesticida u uzorcima vode”** naučno zasnovana i predlaže Nastavno-naučnom veću da je prihvati. Za mentora se predlaže Dr Tatjana Vasiljević, vanredni profesor Tehnološko-metalurškog fakulteta Univerziteta u Beogradu. Istraživanja u okviru ove doktorske disertacije pripadaju naučnoj oblasti Inženjerstva zaštite životne sredine za koju je Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu matična ustanova.

U Beogradu, 5. decembra 2011.

ČLANOVI KOMISIJE

Dr Tatjana Vasiljević, van. prof.
Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd

Dr Mila Laušević, red. prof.
Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd

Dr Milan Dimkić, van. prof.
Fakultet tehničkih nauka, Novi Sad