

*Oponentský posudek diplomové práce*

Lenky Němcové

**Stanovení 5 - amino - 6 - nitrochinolinu na uhlíkové  
pastové elektrodě**

Katedra analytické chemie, PřF UK Praha

Předkládaná diplomová práce se zabývá studiem voltametrického chování 5-Amino 6-nitrochinolinu (5-A6-NQ) na uhlíkové pastové elektrodě s využitím oxidace i redukce studované látky. Byla ověřena možnost akumulace 5-A6-NQ na CPE a stanoven limit detekce v řádu jednotek mikromolů na 1 L. Použití nově vypracovaných voltametrických metod stanovení této látky bylo ověřeno i na modelových vzorcích pitné a říční vody. Bylo prostudováno chromatografické chování látky v reverzním chromatografickém systému s chemicky vázaným oktadecylem s UV spektrometrickou a ampérometrickou detekcí na uhlíkové pastové elektrodě.

**K práci bych měl několik drobných poznámek, komentářů či otázek:**

- V práci mi chybí alespoň částečný rozbor chemických reakcí odehrávajících se na elektrodě (kromě konstatování : redukce-oxidace).
- Str. 11, ř. 26: Věta „Signál se projevuje rušivě při používání CPEs pro sledování dějů v oblasti katodických potenciálů.“ zní trošku kostrbatě.
- Str. 17, ř. 18: „Po skončení akumulace bylo míchání vypnuto a proveden záznam.“ – byla zařazena nějaká klidová doba nebo ihned po zastavení míchání, transportu byl zaznamenáván signál?
- Str. 17, ř. 20: „Meze detekce  $L_D$  ( $\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) byly stanoveny jako množství analytu poskytující signál, jehož výška je rovna trojnásobku absolutní hodnoty šumu.“ – jak lze spolehlivě rozlišit signál od šumu v reálném roztoku, např. kde není k dispozici „blank“ (kontaminovaná říční voda)? Proč přesně trojnásobek? Násobek by měl být dán počtem výsledků z nichž je výpočet prováděn, aby byl dán přesný vztah k pravděpodobnosti (podobně jako je kritický t-koeficient závislý na počtu bodů zahrnutých do výpočtu).
- Str. 20: Tab. 2.1: Bylo by vhodné provést základní statistiku spektrálních měření v čase 0, aby bylo vidět, jestli nejsou pozorované odchylky v rámci statistické chyby měření.
- Tab. 3.1, 3.3, 3.5 apod.: Dle mého názoru, hodnoty zachycené v těchto tabulkách by měly větší vypovídací hodnotu ve formě grafů.

- Str. 26, Obr. 3.6: Je nějaké vysvětlení pro posun  $E_p$  k negativním a pak následně pozitivním potenciálům?
- Str. 26, Tab. 3.2: Proč je místo odhadu korelačního koeficientu „r“ používán jeho čtverec (koeficient determinance se vyjadřuje v procentech a označuje se „D“)?
- Tab. 3.2, 3.4, apod.: Znamená, že pokud jsou uváděny úseky a ty byly testovány (jak je v textu uvedeno), lze je považovat za statisticky významné?
- Str. 27, ř. 10: „...proto byl používán dále pro vyhodnocení všech DC voltametrií“, patrně mělo být „DC voltametrií“
- Vyhodnocování linearity pomocí log-log transformace a vyhodnocování směrnice rovné 1 je trošku diskutabilní. Je to samozřejmě pravda, pokud je úsek nulový. Pokud však úsek nulový není, tak je log - log závislost deformována. Závislost je popsána  $y=ax+b$ , pokud je  $b=0$ , pak platí  $\log(y)=1*\log(ax)$ , ale pokud tomu tak není, je  $\log(y)=1*\log(ax+b)$  a úsek „b“ deformuje závislost. Snad by toto šlo realizovat lépe tak, že by šlo provést výpočet směrnice a úseku, od hodnoty „y“ odečíst vypočtený úsek ve všech hodnotách a pak provést logaritmování  $\log(y-b)$  a  $\log(ax)$ . Tím by byla testována linearita ve vyhodnocovaném rozsahu koncentrací a nikoliv i na nulový úsek. To se také projevuje na str. 52, ř. 21, kde se uvažuje linearita horší než 5 %, ale přitom je evidentní z grafu 3.40, že kromě oblasti nejnižších koncentrací je linearita velmi dobrá.
- Str. 45, ř. 22: „(Přímá úměrnost nebyla pozorována ani pro závislost proudu píku na rychlosti polarizace ani na druhé odmocnině z rychlosti polarizace)“ – avšak graf. 3.36 (Tab. 3.12) i 3.32 (Tab. 3.10) vykazují velmi dobrou linearitu v závislosti na odmocnině rychlosti polarizace. Autorka je pravděpodobně ovlivněna experimenty popisovanými dále v textu, kde byla prokázána možná adsorpce.
- Str. 46, Obr. 3.28, 3.29, 3.33, 3.34 apod.: Bylo by vhodné doplnit šipky směru polarizace
- Str. 46, Obr. 3.28: Má autorka nějaké vysvětlení pro nemonotónní posuvy píků (vln)?
- Str. 60, ř. 20: Je zajímavé, že obdobně, jako u jiných prací, realizovaných na této katedře je v říčních vodách dosahováno nižších detekčních limitů než u pitné vody.
- Str. 73, ř. 6: „závislosti proloženy polynomem druhého stupně“. Proč zrovna tento model? Odpovídá teoretickému popisu dějů odehrávajících se na elektrodě? Nebyl by vhodnější exponenciální?
- Str. 60 a předchozí: Chápu správně, že v samotné vodě z Vltavy nebyla zjištěna přítomnost 5-Až-NQ?

**Shrnutí:**

Práce je dobře, pečlivě, srozumitelně a přehledně sepsána. Dané téma je rozpracováno velmi podrobně. Především bych chtěl ocenit velké množství vykonané experimentální práce, kterou je pochopitelně velmi těžké zkomprimovat do jedné práce o omezeném počtu stránek..

Všechny uváděné poznámky, komentáře je možno považovat více méně za formální, veškerá použitá literatura byla řádně citována, autorka prokázala, že je schopna samostatné práce. Nenalezl jsem žádnou závažnou chybu, která by bránila úspěšnému přijetí této diplomové práce.

Podle mého názoru, založeném na předložené diplomové práci Lenky Němcové, jmenovaná splnila všechny předpoklady pro udělení magisterského titulu a práci k obhajobě

*doporučuji.*



Dr. Ing. Tomáš Navrátil

Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.

V Praze, 4. 5. 2008