

## *Oponentský posudek diplomové práce*

**Aleše Daňhela**

### **VOLTAMETRICKÉ STANOVENÍ GENOTOXICKÝCH DINITRONAFTALENŮ POMOCÍ STŘÍBRNÉ PEVNÉ AMALGAMOVÉ ELEKTRODY**

Katedra analytické chemie, PřF UK Praha

Předkládaná diplomová práce si klade za úkol vypracování nových metod stanovení tří biologicky významných, genotoxických látek 1,3-, 1,5- a 1,8-dinitronaftalenu moderními voltametrickými metodami. V rámci předkládané diplomové práce autor vyvinul řadu metod použitelných ke stanovení stopových koncentrací studovaných látek.

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

- Gramatická poznámka: vícekrát v textu (např. Úvod) se objevuje: „visící rtuťová elektroda“. Elektroda je „visící ... elektroda“ (předposlední „í“ dlouhé) pouze ve chvíli, kdy skutečně kapka či elektroda visí. Pokud je použita jakožto označení typu elektrody, pak musí být předposlední „í“ krátké.
- Úvod, poslední věta a několikrát dále v textu: „...nahradit visící rtuťovou kapkovou elektrodu (HMDE) využívající toxickou rtuť jako elektrodový materiál elektrodami využívajícími elektrodové materiály netoxické.“ Navzdory názorům prezentovaným ve sdělovacích prostředcích, kovová rtuť je netoxická (ať již při aplikaci perorální, intravenózní, intramuskulární apod.). Toxické jsou především její páry a rozpustné sloučeniny (potažmo použití filmových elektrod je z hlediska environmentálního daleko větším rizikem).
- Odstavec 1.2: „Na ústavu fyzikální chemie Jaroslava Heyrovského AV ČR“ mělo by být velké „Ú“ - jedná se o oficiální název instituce.
- Odstavec 1.2: „...stříbrná pevná amalgamová elektroda (AgSAE), jejíž povrch je možno leštit nebo modifikovat meniskem rtuťového amalgamu [8-10].“ - mohla by být zmíněna i varianta pokrytí elektrody filmem.
- Odstavec 1.2: „Vytvořený amalgam se sice svými elektrochemickými vlastnostmi blíží stříbrné elektrodě, má však potenciálové okno srovnatelné s HMDE a je na rozdíl od rtuti netoxický [11,12].“ – potenciály píků jsou bližší spíše rtuťové elektrodě; poznámka k toxicitě uvedeny výše.

- Třetí (resp. druhý) pík. Závěry ohledně píku základního elektrolytu jsou poněkud nekonzistentní. Asi by byla vhodná pH-studie základního elektrolytu:
  - o Str. 20: „U vyšších pH byly pozorovány píky tři a se zvyšujícím se pH v oblasti 6 až 12 lze sledovat růst proudu třetího píku, který však odpovídá samotnému základnímu elektrolytu.“ (1,3-DNN).
  - o Str. 31: Vyskytující se třetí pík odpovídá samotnému základnímu elektrolytu a jeho výška během vzrůstajícího pH kolísá. (1,5-DNN)
  - o Mnohem menší druhý pozorovaný pík odpovídá samotnému základnímu elektrolytu. Přejdem k vyšším hodnotám pH se však pík základního elektrolytu snižuje a od pH 6 již pozorovatelný není. (1,8-DNN)
- Obr. 3.8 (Obr. 3.9, Obr. 4.6, Obr. 5.7, Obr. 5.8, Obr.6.4, Obr. 6.5, Obr. 6.6, Obr. 7.6, Obr. 7.7, Obr. 7.9, Obr. 7.11): Místo chybových úseček představujících směrodatnou odchylku by bylo vhodnější spočítat intervaly spolehlivosti (=směrodatná odchylka\*koeficient Studentova rozdělení/odmocnina z počtu opakování měření).
- Byl zkoumán pouze vliv potenciálů regenerace, ale ne vliv počátečního potenciálu.
- Kapitola 3.2 - mechanismus redukce: činit závěry pouze na základě cyklických voltamogramů je relativně odvážné. Bylo by vhodné zapojit i jiné metody (coulometrie, eliminační voltametrie aj.). Asi by bylo vhodné provést srovnání s literárními poznatky z této oblasti. Stejně tak není jasné, zda navrhovaná reakční schémata jsou převzata z literatury nebo je autor vytvořil sám.
- Str. 22 vs. str. 33: „Za těchto podmínek při 20 opakovaných měřeních nepřesáhne relativní směrodatná odchylka výšky píku DNN 3 % (Obr. 3.4 a 3.5).“ (str. 22) vs. „Při koncentraci 1,5-DNN  $5 \cdot 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$  byly za optimálního pH<sup>f</sup> 10,4 nalezeny regenerační potenciály  $E_{in} -100 \text{ mV}$  a  $E_{fin} -1800 \text{ mV}$ , při kterých nepřesáhne relativní směrodatná odchylka 20 opakovaných měření výšky píku DNN 3% (Obr. 4.4).“ (str. 33) – „Je patrné, že opakovatelnost měření 1,5-DNN je horší než u opakovatelnosti měření 1,3-DNN.“ – v obou případech se hovoří o stejné velikosti RSD, i když z obr. 4.4 je vidět, že opakovatelnost je horší než na obr. 3.5. V případě 1,8-DNN není vypočtena vůbec, i když by byla patrně nejnižší.
- Obr. 5.6, Obr. 6.1, Obr. 6.3, Obr. 7.1-7.4: Křivky by bylo možná vhodné vyfiltrovat.

- Ve výsledcích uváděných v tabulkách IV, VI, VIII a IX, popř. i v případě jiných lineární kalibračních závislostí by bylo vhodné statisticky otestovat především úseky (Není jej možno na zvolené hladině významnosti zanedbat?)
- Obr. 7.5 není jasné, které směsi, uvedené v tabulce X, jsou na obrázku zobrazeny.
- Jak vysvětlit, že v Tabulce VIII se mírně liší směrnice (3,00 vs. 2,55 nA.L.μmol<sup>-1</sup>) pro různé koncentrační intervaly.
- V seznamu zkratk je uvedeno R<sup>2</sup> – jedná se nikoli o „regresní koeficient“, ale o druhou mocninu korelačního koeficientu, případně koeficient determinance (ten se však obvykle vyjadřuje v %).

### **Shrnutí:**

Práce je dobře, srozumitelně a přehledně sepsána. Dané téma je rozpracováno relativně podrobně, takže text může být určen i pro ne příliš poučené čtenáře. Oceňuji i objem vykonané práce, i když v oblasti objasnění reakčních mechanismů, stejně jako použití uvedených metod při analýze reálných vzorků zůstávají některé problémy nevyřešeny (vliv reálné matrice, selektivita).

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

Podle mého názoru, založeném na předložené diplomové práci Aleše Daňhela, jmenovaný splnil všechny předpoklady pro udělení magisterského titulu a navrhuji klasifikovat tuto diplomovou práci „*výborně*“.

.....  
 Dr. Ing. Tomáš Navrátil  
 Ústav fyzikální chemie Jaroslava Heyrovského

V Praze, 12. 5. 2006

## Posudek oponenta na diplomovou práci

Vážená kolegyně, vážený kolego,  
na Katedře analytické chemie Přírodovědecké fakulty UK v Praze byla k obhajobě podána diplomová práce:

Autor: ..... ALEŠ DAŠIEL .....

Název: ..... Význam a použití selektivních indikátorů při titracích .....

Studijní obor: .....

Dovolujeme si Vás požádat o vypracování recenzního posudku. Pokud nemůžete posudek vypracovat během ..... dní, vraťte obratem práci zpět na Katedru analytické chemie. Vypracovaný a podepsaný posudek dodejte, prosím, osobně, poštou, či faxem na adresu: Katedra analytické chemie, Přírodovědecká fakulta UK, Hlavova 8, 128 40 Praha 2, Fax: 224913538. Případné dotazy na ☎ 221951236, E-mail: analchem@natur.cuni.cz..

Děkujeme Vám za spolupráci

Označte křížkem	nejhorší → nejlepší			
	D	C	B	A
<b>Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění</b> (jsou cíle práce jasně formulované a jsou dosažené výsledky vytčeným cílům odpovídající)				X
<b>Originalita práce</b> (přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení)			X	
<b>Přínos práce pro analytickou chemii</b> (přináší zcela novou metodiku; výrazně vylepšuje dosavadní analytické postupy; je určitou variantou používaných analytických postupů; využívá standardních analytických metodik a postupů pro řešení problémů z jiných oborů)			X	
<b>Forma členění práce</b> (vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek)				X
<b>Zpracování úvodu k řešení problematice</b> (informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury)				X
<b>Zpracování experimentální části práce</b> (kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik)				X
<b>Zpracování výsledků práce</b> (způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů)				X
<b>Jazyk a stylistická úroveň práce</b>				X
<b>Formální provedení práce</b> (tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp.)				X
<b>Celkové zhodnocení práce, A-D</b> (mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky)				X

**Konkrétní otázky a připomínky k práci vypracujte, prosím, na zvláštní papír jako přílohu k tomuto dokumentu.**

Posudek vypracoval (jméno a podpis, datum) ..... JANA MAURATZ .....