

Oponentský posudek disertační práce

Autorka práce: Ing. Markéta TOMÁŠKOVÁ
Název disertační práce: Voltametrické stanovení antioxidantů využívaných v průmyslu a dopravě
Oponent: doc. RNDr. Jaroslava Machalíková, CSc.

Disertační práce Ing. Markéty Tomáškové se zabývá návrhem a ověřením metodiky voltametrického stanovení vybraných antioxidantů ve směsné motorové naftě a v mazacích olejích pro průmyslové stroje a dopravní prostředky.

Téma disertační práce odpovídá oboru doktorského studia P2837 „Environmentální inženýrství“. Disertantka svými experimenty navázala na dlouholetý výzkum školícího pracoviště v této oblasti.

Autorka se v předložené práci zabývá problematikou, která je aktuální zejména v souvislosti s omezováním negativních účinků antropogenní činnosti na životní prostředí, konkrétně je práce přínosem jednak pro oblast monitorování životnosti mazacích olejů v průmyslu a v dopravě, jednak pro oblast výroby a skladování motorových paliv (včetně alternativních pohonných hmot s obsahem biosložek) pro dopravní prostředky.

Předložená DDP obsahuje v přehledném uspořádání část literární (rešeršní), která je souhrnem poznatků obsažených ve vybraných publikacích zabývajících se antioxidanty (AO), metodami jejich analýzy a vybranými ropnými produkty; dále je součástí DDP stručná kapitola nazvaná Teoretická část, která je zaměřena na shrnutí teoretické podstaty použitých experimentálních metod. V popisné třetí (Experimentální) části jsou charakterizovány použité chemikálie, přístroje a pracovní podmínky včetně postupu přípravy vzorků. Poté následuje vlastní jádro práce – čtvrtá kapitola „Výsledky a diskuse“, v níž autorka uvádí experimentální výsledky stanovení jednotlivých antioxidantů a analýz jejich směsí, podrobně tyto výsledky diskutuje a doplňuje je statistickým hodnocením. V závěru jsou shrnuty zásadní přínosy předložené disertační práce a možnosti praktického uplatnění dosažených výsledků.

DDP tvoří 131 číslovaných stran textu a pět příloh (kopií doktorandčiných nejvýznamnějších publikací) o celkovém počtu 50 stran. Práce je logicky členěna do výše uvedených pěti hlavních kapitol, jejichž text je přiměřeně doplněn 34 tabulkami a 61 obrázky (zejména grafy). Jsou připojeny všechny požadované náležitosti – anotace a klíčová slova v češtině a v angličtině, seznam použitých zkratk, seznam obrázků a tabulek, dále seznam použité literatury a seznam všech doktorandčiných publikovaných prací.

Teoretická východiska své práce zpracovala doktorandka v kap. 1 a 2. Počet stran (30), které věnovala tomuto rozboru problematiky, považuji za dostačující, i když přehled současného stavu poznatků v oblasti voltametrického stanovení antioxidantů mohl být podle mého názoru obsáhlejší a komplexnější (postrádám zejména informace o metodě známé pod zkratkou RULER – detailně formulovaný dotaz je uveden v další části posudku). Analýza teoretických poznatků, které prezentuje Ing. Tomášková jako základ, na nějž navázala souborem svých experimentů, vychází z reprezentativního výběru 120 literárních zdrojů, orientovaných na řešenou problematiku; z tohoto celkového počtu bylo 65 citovaných publikací, tj. 54 %, zveřejněno v posledních 10 letech.

Disertační práce je podpořena pěti původními publikacemi, přičemž disertantka je ve čtyřech z nich první spoluautorkou. Čtyři zahraniční impaktované časopisy mají IF 2,817; 2,853; 3,357; 3,729, pátý je uznávaným recenzovaným časopisem. Jako oponent oceňuji skutečnost, že tyto publikace úspěšně prošly náročným recenzním řízením.

Ing. Tomášková je rovněž první autorkou pěti příspěvků a čtyř posterů na mezinárodních (většinou zahraničních) konferencích a spoluautorkou skript pro předmět Ekoanalýza.

Práce přináší velké množství nových informací získaných z rozsáhlého experimentálního materiálu, prezentace výsledků v předložené práci je na vysoké grafické úrovni. Výsledky provedených experimentálních prací jsou velmi pečlivě zpracovány, statisticky vyhodnoceny a vhodně interpretovány. Pozitivně se jistě projevilo, že práce vznikala na renomovaném pracovišti s dlouholetými zkušenostmi v oblasti voltametrie pod vedením zkušené školitelky.

Přiložené teze disertační práce jsou vypracovány ve vhodné formě a struktuře. Text je samozřejmě oproti disertační práci značně redukován, přesto však je srozumitelný a vystihuje postup řešení i závěry.

Připomínky formálního charakteru:

DDP je po formální stránce napsána kvalitně a čtivě, bez závažnějších jazykových chyb stylistických či gramatických. Autorka většinou (až na nepodstatné výjimky) dodržela i základní pravidla počítačové typografie. Po této stránce mám k textu práce jen drobné připomínky, které nesnižují úroveň práce:

- Na několika místech (str. 22, 23, 34, 35, 120, 129 aj.) nejsou dodržena typografická pravidla správného zápisu jednotek
 - a) „základní číslovka – mezer (nejlépe pevná) – jednotka“, např. „50 %“ (tj. „padesát procent“),
 - b) řadová číslovka – „jednotka“ „např. 50%“ (tj. „padesátiprocentní“ – ne 50%-ní, 50 %ní apod.)
- V textu se v malém počtu vyskytují některé neopravené překlepy nebo stylisticky méně vhodné formulace.
- str. 72, 4. ř. shora – co je míněno formulací „opotřebením produktu“ v souvislosti se SMN30?

Připomínky věcného charakteru:

V článku 15 Studijního a zkušebního řádu Univerzity Pardubice je v odst. (3) uvedeno:

„Disertační práce ... musí být uspořádána tak, aby obsahovala:

- a) současný stav problému, který je jejím předmětem,
- b) cíl řešeného vědeckého úkolu,**
- c) zvolené metody zkoumání,
- d) výsledky s důrazem na nové poznatky.“

V předložené práci postrádám jasně definované konkrétní cíle DDP (které zpravidla bývají pro přehlednost vyčleněny do samostatné kapitoly). Připouštím však, že je interní záležitostí fakulty, do jaké míry vyžaduje splnění této části požadavků SaZŘ UPa. Podle mého názoru jsou cíle práce formulovány v posledním odstavci úvodu: „Tato disertační práce se věnuje vývoji metod voltametričeského stanovení antioxidantů pomocí zlaté diskové elektrody v ropných produktech“.

Autorka v práci nikde neuvádí v praxi běžně používané rozdělení antioxidantů přidávaných do mazacích olejů podle provozní teploty oleje na tzv. nízkoteplotní a vysokoteplotní antioxidanty. Prosim, aby tuto informaci při obhajobě doplnila.

Str. 52, 1. ř. zdola; str. 53, 1. ř. shora – věta „Všechny vzorky označované jako směšná motorová nafta (SMN30) byly směsí standardního naftového paliva obsahujícího cca 30%

(w/w) bionafty...“ není srozumitelná (nejen kvůli chybějící mezeře mezi číselným údajem a jednotkou) – zřejmě se jednalo o směsi, obsahující cca 70 % motorové nafty a 30 % MEŘO. Co se zde rozumí pojmem „standardní naftové palivo“?

Proč je koncentrace MEŘO udána v hmotnostních (nikoli v objemových) procentech, jak naznačuje symbol „w/w“? V technických normách (např. v ČSN EN 14214) i v praxi je obsah MEŘO v SMN30 uváděn vždy v procentech objemových (V/V).

Str. 53 v kap. 3.3 „Příprava vzorků“; str. 87, 11. a 12 ř. zdola; str. 90 poslední odstavec; str. 91, poslední odstavec i jinde: nikde v textu práce nejsou jednoznačně a úplně popsány „praktické vzorky směsné motorové nafty a olejů“.

Jak byly „praktické vzorky“ připraveny? SMN30 byla získána ze společnosti Paramo. Jaké má autorka informace o složení použitého dodaného paliva? Jednalo se o komerční SMN30, distribuovanou do sítě čerpacích stanic, nebo o speciálně připravené vzorky (tj. byly vzorky pro potřeby této práce vyrobeny stejným technologickým postupem jako SMN30 pro běžnou distribuci)? Obsahovaly zkoumané „praktické“ vzorky SMN30 i jiné aditivy než antioxidanty – pokud ano, jaké a v jakých koncentracích?

Mohla by se doktorandka vyjádřit k problematice vlivu

- a) změny složení základového oleje
- b) dalších přísad (kromě antioxidantů) obsažených v oleji nebo SMN

na výsledky analýz?

Jaký bude mít na výsledek analýzy vliv změna složení matrice motorové nafty, která je směsí mnoha frakcí, jejichž chemické složení závisí na surovině použité ve výrobě, na konkrétním výrobním postupu (např. podle ročních období) i na aditaci podle druhu daného paliva?

Projeví se na výsledku stanovení AO, bude-li analyzován olej jiného typu, jiného výrobce případně SMN s odlišným podílem MEŘO než 30 %? V praxi se obsah MEŘO v SMN pohybuje v širokém rozmezí cca 30–36 %_{obj.}

Je navržená metodika univerzálně použitelná pro všechny typy průmyslových olejů a olejů pro dopravní prostředky? Pro jaký typ základového oleje je metodika určena, pro jaké komerční oleje? Má na výsledek analýzy vliv viskozita oleje?

Je metodika vhodná i pro opotřeбенé oleje (obsahující např. kovové částice a jiné mechanické nečistoty, vodu aj.)?

Str. 57: Co je příčinou toho, že poměr rozpouštědel i-PrOH : AcN 3:12 a 0:15 není pro stanovení vhodný, zatímco poměry 15:0, 13:2, 10:5 vyhovují?

Prosím doktorandku, aby stručně objasnila, proč je potřebné při voltametrických stanoveních udržovat pH pomocí pufrů.

V rešeršní části nebyla vůbec zmíněna metoda „RULER“ (Remaining Useful Life Evaluation Routine) – patentovaná zkušební voltametrická metoda měření zbývající životnosti maziv (porovnáním výsledku stanovení antioxidantu ve vzorku oleje odebraného z mazaného zařízení s obsahem antioxidantu v novém oleji lze určit, kolik antioxidantů bylo vyčerpáno, a je možno určit zbývající životnost oleje). Jedná se o hojně využívanou metodu prediktivní údržby v oblasti tribotechniky. Prosím, aby disertantka srovnala metodiku navrženou ve své DDP a její výsledky a možnosti aplikace v praxi s metodou RULER.

Na závěr mohu konstatovat, že přínos práce pro vědní obor lze spatřovat ve vytvoření a ověření metodik stanovení antioxidantů různých typů jak jednotlivě, tak ve směsích v různých ropných produktech.

Stanovení AO přímo v matrici bez separace analytu je významným přínosem pro praxi – jedná se o podstatné zjednodušení, a tedy i o snížení finančních nákladů na analýzy (navíc voltametrická metoda je z hlediska ceny přístrojů výrazně levnější než jiné metody, např. spektrální). Mimořádný význam mají v průmyslu zejména analýzy olejů z plynových, parních i vodních turbín; vzhledem k jejich cenám, k nákladům na olejové náplně v nich a s uvažováním ztrát, které by mohly být způsobeny výpadkem provozu turbíny, jsou komplexní rozboru stavu turbíny i turbínového oleje nezbytnou součástí proaktivní údržby.

Shrnutí:

Postupy navržené v disertační práci, provedená měření a interpretace jejich výsledků i výsledné závěry jsou originální a přínosné pro obor. Velmi vhodná se jeví i kombinace použitých analytických technik a metod. Zvolený postup řešení lze považovat za správný a odpovídající metodám vědecké práce. Disertační práce jak v teoretické části, tak v části experimentální obsahuje celou řadu původních poznatků, jsou zde rozpracovány originální metody a postupy.

Disertační práce Ing. Markéty Tomáškové splňuje v celém rozsahu požadavky, které jsou na tento druh prací kladeny podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách. Disertantka v práci prokázala, že má potřebné odborné znalosti a je schopna cílevědomě, systematicky a samostatně vědecky pracovat.

D o p o r u ě u j i proto přijmout oponovanou disertační práci k veřejné obhajobě a disertantce Ing. Markétě Tomáškové po úspěšném absolvování obhajoby udělit vědecko-akademický titul **d o k t o r** (Ph.D.).

V České Třebové 3. 12. 2014


doc. RNDr. Jaroslava Machalíková, CSc.

Oponentský posudek disertační práce
VOLTAMETRICKÉ STANOVENÍ ANTIOXIDANTŮ
VYUŽÍVANÝCH V PRŮMYSLU A DOPRAVĚ
Autorka: Ing. Markéta Tomášková

Předložená disertační práce sestává ze 143 stran vlastního textu včetně literatury a publikačních výstupů a části příloh s příloženými 5 původními sděleními v odborné literatuře. Struktura disertační práce odpovídá zvyklostem v oboru, je klasicky členěna do logických částí a je napsána s minimem překlepů či formálních nedostatků. Přestože autorka mohla zvolit formu okomentování opublikovaných prací, zvolila podrobnější formu podrobného popsání své experimentální práce.

Z hlediska komentáře k jednotlivým částem je možno konstatovat, že část úvodu poměrně podrobně seznamuje se studovanou problematikou a současným stavem v oboru. V navazující teoretické části by zřejmě nebylo nutné popisovat teorii voltametrických metod, nicméně tato část není přehnaně dlouhá a může např. odborníkovi na antioxidanty říci něco nového o elektrochemických metodách. Na teoretickou část navazuje experimentální část, která je sepsána odpovídajícím způsobem.

Část výsledků a diskuze se věnuje jednotlivým elektrochemickým metodám stanovení dotčených antioxidantů, a to jak jednotlivě, tak často se vyskytujících směsí antioxidantů, jakož i optimalizaci u způsobů vyhodnocování. Vsádkové metody elektrochemického stanovení různých analytů ve směsi nejsou z mnoha důvodů příliš výhodné, proto je třeba ocenit, že v předložené doktorské práci byly vypracovány i metody pro stanovení směsí antioxidantů. Kladem práce je skutečnost, že vypracované metody stanovení antioxidantů byly ověřeny na reálných vzorcích. Závěr je stručný, přehledný. Literatura velmi obsáhlá, aktuální a citovaná velmi pečlivě.

Téma disertační práce je zajímavé z vědeckého hlediska i z hlediska řešení praktických problémů a požadavků průmyslové praxe, zvolená instrumentace odpovídá řešení popsaných cílů práce. Jako menší nedostatek je možno zmínit některé názvoslovné nepřesnosti, které jsou zmíněny v části poznámek dále.

K disertační práci mám následující poznámky, komentáře a otázky:


1. Z formálních věcí bych uvedl například nepsání dusíku ve sloučeninách kurzívou, používání anglicko-české terminologie místo české (propyl gallát nebo propyl galát), nepsání veličin v textu kurzívou (na obrázcích je v pořádku), název zinkdialkylfosfát (str. 25) též není v pořádku. V autoreferátu zjevně automatická oprava udělala z bórem dopované diamantové elektrody elektrodu diamidovou. Zkratka Pt-E (či Au-E) coby zkratka pro platinovou (zlatou) rotující diskovou elektrodu je neúplná, je-li v práci zavedena i zkratka RDE.
2. Uvedení seznamu obrázků a seznamu tabulek na začátku práce mi přijde zbytečné, protože název obrázku či tabulky sám o sobě bez obsahu nic neřekne a člověk je zvyklý mít obě části podávané informace u sebe.

3. U obr. 16 není specifikován analyt, v tabulce 4 je uvedena výška píku v cm? Obvyklé jsou např. mikroampéry apod. V tabulce 5 chybí rozměry některých veličin.
4. Bylo zkoušeno i stanovení v nějakých používaných olejích, kde je předpoklad existence již vícečetných produktů oxidace? Navíc kdy koncentrace antioxidantu klesá a koncentrace produktů se zvyšují?
5. Jak hodnotíte konkurenceschopnost metody popisované obrázkem 26 a okolním textem.
6. Proč bylo zkoušeno tolik standardních přídavků? U metody standardního přídavku se obvykle doporučuje pracovat v rozmezí 2 až 5násobku původního signálu analytu (výšky signálu bez přídavku).
7. Na obr. 26 se překvapivě extrapolace vyšším polynomem náhle neodchyluje od trendu vně naměřených kalibračních hodnot. Vyšší polynomy vzhledem k průběhu kalibrace jen dávají nižší výsledky, které lze těžko zdůvodnit.
8. Záznamy CV jsou nějak oříznuté, protože jinak musejí být v bodě obratu v jednom bodu.

Závěrem chci konstatovat, že předložená disertační práce Ing. Markéty Tomáškové splňuje všechny nároky kladené na práce v oboru analytická chemie. Stanovené cíle byly splněny a zjištěné výsledky standardně opublikovány. Autorka ukázala, že je schopna získat nové informace, vyhodnotit je a zobecnit a je tedy schopna samostatné vědecké práce.

Rád konstatuji, že disertační práci Ing. Markéty Tomáškové mohu doporučit k přijetí k obhajobě a dalšímu řízení.

V Praze, 25. 11. 2014.


Prof. RNDr. Jiří Zima, CSc.

UK v Praze
Přírodovědecká fakulta,
Katedra analytické chemie
Albertov 6, 128 43 Praha

Posudek disertační práce

Ing. Markéta TOMÁŠKOVÁ předkládá svoji disertační práci nazvanou „*Volta-metrické stanovení antioxidantů využívaných v průmyslu a dopravě*“, která čítá celkem 144 stran textu, rozděleného do sedmi kapitol plus jednoho kompletu příloh s kopiemi pěti publikovaných prací (cca 50 stran).

Vedle obligátních kapitol *Úvod* a *Teoretická část* doktorandka zvolila pro klíčové kapitoly *Experimentální část*, resp. *Výsledky a diskuse* jeden z možných přístupů, kdy provedla celkovou sumarizaci pozorování a výsledků, z nichž většinu průběžně zveřejňovala v podobě standardních publikací. Tímto se sice může dublovat komentář v textu disertace a v příslušném časopiseckém sdělení, ale na druhé straně toto dává čtenáři a posuzovateli ucelenou představu o šíři a záběru experimentální práce. Tomuto zpracování odpovídá i poměrně rozsáhlý *Závěr*. Následuje *Seznam literatury* se 120 odkazy, což lze pro spis typu disertace považovat za adekvátní počet. Disertační práce pak zakončuje kapitolka *Publikační aktivity*, informativní výčet dosavadních sdělení, a již výše zmíněné kopie pětice publikací v chronologickém pořadí. Po charakterizaci celkové koncepce a struktury práce bych se nyní zastavil u jednotlivých kapitol a zhodnotil je po věcné i formální stránce.

Poměrně stručný, ale faktograficky bohatý a jako celek zdařilý *Úvod* jasně definuje současný stav problematiky i konkrétní problémy, jimž se práce hodlá věnovat a kde autorka vidí prostor pro své aktivity a příspěvek k jejich řešení. (Jen bych se nebál jako další důležitý zdroj znečištění prostředí pojmenovat i zemědělství, jež může mít v dané lokalitě výrazně větší dopad než současná průmyslová výroba s vysokým stupněm recyklace surovin.). Již na tomto místě lze konstatovat, že zvolená tématika disertační práce je zajímavá a přínosná.

Teoretická část je rozdělena na dvě samostatné kapitoly: (i) *Literární část*, jež se věnuje problematice antioxidantů a poněkud kratší sekci (ii) *Teoretická část*, zaměřenou na přehled a principy použité instrumentace. Důvod pro takové rozdělení je mi záhadou a proto bych se obrátil přímo na autorku a požádal o vysvětlení prostřednictvím prvního z námětů k diskusi před komisí (viz dále). Nosné téma literární části — problematika antioxidantů a jejich stanovení v reálných vzorcích — je sepsáno dobře a nic podstatného v něm nechybí. Mám jen některé drobné výhrady či doporučení, které souhrnně uvádím v samostatné části svého posudku. Velmi pěkně je pak zpracována tématika voltametrických měření, a to jak věcně, tak i z pohledu celkové úpravy a vhodně zvolených obrázků. Co však u této kapitoly oceňuji nejvíce, je autorčina snaha přiblížit principy jednotlivých technik a popis příslušné instrumentace neotřelým a moderním způsobem, kde se neomílají stále stejné pasáže ze zastaralých učebnic a kde je voltametrie jasně oddělena od polarografie.

Experimentální část je nejkratší pasáží předloženého spisu a určitě i nejméně povedenou. Na jedné straně je čtenář konfrontován s podrobným manuálem, jak obsluhovat přístroj a čeho se event. vyvarovat, na druhé straně marně hledá něco jako typický postup při voltametrickém měření a analýze konkrétního vzorku; viz také oddíl "Konkrétní poznámky a připomínky". Nabízené tabulky s experimentálními a přístrojovými parametry nejsou plnohodnotnou náhradou a zájemci, který není zrovna elektrochemikem, nepomohou k představě, jak se při měření konkrétně postupuje.

Klíčová část disertace, kapitola *Výsledky a diskuse*, je již mnohem lepší a bezesporu zaujme rozsahem a bohatostí prováděných experimentů, o čemž svědčí i velké množství obrázků, grafů a tabulek; od každého několik desítek. Jednotlivé experimenty jsou vedeny systematicky, v logickém sledu a jejich interpretace a komentář v drtivé většině zdařilé. A např. interferenční studie při testování stanovitelnosti jednotlivých antioxidantů jsou až příkladné, jak přístupem k problému, tak i provedením do sebemenších detailů. Pro mne osobně znamenají tato měření vůbec nejcennější experimentální materiál celé disertace.

Jinak je vcelku pochopitelné, že při takovém objemu faktů a dat se v této kapitole autorka nevyvarovala některých nepřesností, opomenutí, či diskutabilní presentace některých výsledků, které uvádím opět ve zvláštním oddíle, hned za tímto souhrnem. (K tomuto je ještě nutno přičíst používání některých diskutabilních či výslovně nevhodných jednotek, o čemž jsem se již zmiňoval v souvislosti s teoretickou částí.) Nicméně lze konstatovat, že celá kapitola byla zpracována pečlivě, s rozvahou i potřebným odstupem, který zjevně umožnilo postupné publikování jednotlivých studií a jejich návaznost, resp. souvislost. V řadě případů uváděné experimenty doplňují příslušné publikace z přílohy, nějakého závažnějšího zdvojování textu — tj. přebírání celých pasáží z publikací do textu disertace — se autorka nedopustila, a pokud ano, tak v přiměřené míře a způsobem, kdy to výklad vyžadoval.

Na konci hodnocení této kapitoly bych ještě vyzdvihnul pěkný jazykový styl jinak nesnadného textu, plného často se opakujících odborných termínů a spojení s víceméně šablonovitou strukturou. To u podobných spisů mladých adeptů vědy nebývá samozřejmostí, ale zde se toho autorka až na výjimky zhostila se ctí. A svoji pečlivost dokazuje i tím, že celá disertace obsahuje opravdu jen minimum překlepů.

Velmi zdařilou kapitolou je rovněž *Závěr*. Je sepsán jasně a bilancuje všechny klíčové výsledky a pozorování. Mám k němu jedinou výhradu – a to, že autorka mohla krátce zhodnotit i použité zlaté elektrody, a to jak z pohledu použitelnosti a spolehlivosti jako pracovní elektrody, tak i případných problémů během jednotlivých měření. Z vlastní zkušenosti vím, že volba elektrod(y) je pro voltametrická měření naprosto zásadní. Také proto předkládám tuto problematiku jako poslední bod k vyjádření před komisí, v samostatném oddíle „Náměty k diskusi“.

Přiložený *Seznam prezentačních aktivit a následné kopie pěti publikací*, z nichž čtyři byly zveřejněny ve kvalitních mezinárodních a impaktovaných časopisech, zatímco pátá v lokálním periodiku s recenzním řízením, svědčí o velmi dobré erudici autorky a její připravenosti ucházet se o udělení požadovaného titulu.

Na tomto hodnocení nic nemění ani poměrně velké množství vznesených připomínek, jejichž počet odráží rozsah a velký záběr práce, než aby nějak snižoval její nespornou kvalitu.

Konkrétní poznámky a připomínky:

- **Anotace**; strana -V-, řádek 3 (a dále v textu, např. str. 33) ... Z pohledu moderní terminologie je DCV (měřicí) technika a nikoli metoda, která v současnosti bývá chápána jako konkrétní předpis či postup ke stanovení nějaké látky v daném druhu vzorku a za použití dané techniky, např. DCV. Připouštím však, že dřívější význam termínu "metoda", jakožto prostředku k měření, stále přežívá.
- **Anotace**; str. -V-, ř. 3 (a dále v textu, např. na str. 35 a 40) ... Termín "indikační elektroda" se používá v klasické potenciometrii, zatímco u technik pro měření proudu je standardní pojmenování "pracovní elektroda", popř. "anoda" nebo "katoda".
- **Anotace**; str. -V-, ř. 6 ... Způsob zápisu koncentrace jako "... 0,1 mol·l⁻¹ H₂SO₄ ..." není správný a *de facto* směšuje dva zavedené způsoby: (i) "0,1 M H₂SO₄" a (ii) "...H₂SO₄ o koncentraci 0,1 mol·l⁻¹...". Také zde však platí, že kritizovaný zápis se tu a tam objevuje i v současné literatuře.
- **Seznam zkratk**; str. -X- a -XI-; 1) zkratka "FTIR" ... Je si autorka jista uvedeným českým významem? 2) symbol "**I_p**" ... výklad jako "výška píku" je chybný; správně patří "intenzita proudu (píku)", popř. "proudový signál" (autorkou uváděná "výška píku" samozřejmě existuje, ale značí se "**h_p**"); 3) symbol "**E_p**" ... Slůvko "maxima" je nutno vyškrtnout, pak je vysvětlení v pořádku; 4) symbol "**E_{init}**" ... Termín "počátečný" v češtině neexistuje, a to ani v odborném jazyce; zřejmě překlep.
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 20, obr. 1 ... Patří "Glutathion"
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 22-25, obr. 2-5 ... V legendách by postačoval název daných látek. Termín „strukturní vzorec“ je naprosto zbytečný a může ve čtenáři dokonce vyvolat asociace, že je nepatřičně poučován.
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 29, dole ... V jinak pěkně formulovaném textu se autorka občas nevyhnula pokleskům. Např. věta „Zlepšovače viskozitního indexu ovlivňují viskozitu olejů.“ je typická vata, která nic nesdělí, ale zároveň podhalí autorčinu bezradnost jak začít nový odstavec...
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 31-32, odst. 1.2.3 ... Příslušný text je doslova nabitý informacemi o rozličných oxidacích a oxidačních produktech a místy se stává jen obtížně čitelným. Určitě by celému odstavci prospělo, kdyby byl proložen několika vzorovými reakčními schémata zmíněných oxidací, podobně jako text na str. 27-28.

- **Literární část / Antioxidanty**; str. 33 uprostřed + 34 a 35 uprostřed a dole... 1) Pokud se v textu uvádí jméno autora původního článku, děje se tak přepisem příjmení a ne celého jména, tj. "Robledo a kol." namísto "Sebastian Noel Robledo a kol.". 2) Pokud se uvede příjmení, netřeba dalšího upřesnění, tj. "Tormin a kol. v práci..." a nikoli "Autoři Tormin a kol. v práci..."
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 33-36, odst. 1.3.1. ... Jedna ze stěžejních kapitol disertace je zpracována důkladně a rozsáhle, ale k její větší přehlednosti i názornosti by určitě přispělo zařazení několika obrázků, popř. ilustračních schémat, převzatých — s patřičným odkazem — přímo z původní literatury.
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 34, nahoře ... Úvodní část věty "Rovněž v práci [62] bylo pracováno s platinovou..." mohla jistě být napsána lépe...
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 37-38 ... Během závěrečného editování textu šlo jistě zařídit, aby dva osamocené řádky ze str. 38 mohly být přesunuty na stranu předchozí. Takhle téměř prázdná stránka zbytečně kazí dojem z jinak pečlivě upraveného textu...
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 36-38 ... Pokud autorka rozhodla nenabídnout žádný příklad použití separačních technik ve zvláštní podkapitole — což je, myslím, škoda —, pak se paragraf 1.3.1 týká pouze (FT)IR a jeho název je zavádějící a vytvoření osamocené podkapitoly 1.3.1.1 zbytečné.
- **Literární část / Antioxidanty**; str. 33-38, odst. 1.3 ... Vzhledem k zaměření práce mohly být podkapitoly 1.3.1 a 1-3.2 vzájemně prohozeny a elektroanalýza ponechána až na konec *Literární části*. Určitě nejlepším řešením by však bylo celou pasáž o elektroanalytických metodách ke stanovení antioxidantů nechat až na samotný závěr celé teoretické části, tedy až za kapitolu 2, která představuje jakousi teoretickou průpravou k materiálu v odst. 1.3.1. Toto jen dokládá, že rozdělení teoretické části na *Literární a Teoretickou část* bylo nešťastným řešením a autorka si z toho vezme ponaučení.
- **Teoretická část / Voltametrie**; str. 40 ... Nabízená klasifikace pracovních elektrod na "rtuťové" a "z jiných materiálů" je poněkud nevyvážená i neúplná. Např. dnes běžně používané dělení rozlišuje elektrody "rtuťové" a "nertuťové", popř. "rtuťové", "z jiných kovů" a "z nekovových materiálů", což v posledních dvou dekádách bývají — tradiční i nové — formy uhlíku, resp. grafitu.
- **Teoretická část / Voltametrie**; str. 45, dole ... Patří "...typu polyanilinu;"
- **Experimentální část**; str. 50, legenda k obr. 13 ... Text je až příliš stručný, neboť snímek zobrazuje mnohem víc, než avizuje popisek. Lépe by znělo: "*Voltametrický analyzátor EP 100VA s elektrodovou celou a příslušenství*".
- **Experimentální část**; str. 50, text ... Detailní popis obsluhy přístroje je jakoby převzat z nějakého návodu k použití a nedomnívám se, že uváděné podrobnosti „jak posouvat křivku na monitoru“, či popisy jednotlivých tlačítek a kláves, jsou něčím přínosné. Jedná se o hodně neobvyklý přístup, pro který mne napadá příslovečné „méně někdy znamená více“...
- **Experimentální část**; str. 52-53, text (jako takový)... Autorka by udělala lépe, kdyby energii vydanou na popisování obsluhy použitého zařízení věnovala větší pozornost zpracování odst. 3.3 a 3.4, resp. jejich spojení, kde by stručně popsala typický postup při

analýze vzorků – od jeho odebrání, úpravy, přes voltametrické měření, až po způsob kvantitativního vyhodnocení. Toto se objevuje až v kopiích publikací (viz např. práce č.4, str. 108-109), nicméně obecný postup — tj. popis metody —, v textu disertace citelně schází.

- **Výsledky a Diskuse;** str. 58, tab. 5 ... Uváděné hodnoty meze detekce (LOD) a meze stanovitelnosti (LOQ) neodpovídají definici, že mezi těmito parametry panuje vzájemný vztah. Obvykle určitý násobek meze detekce udává příslušnou mez stanovitelnosti, např.: $LOQ = 3 \times LOD$. Proto se ptám – jakým způsobem byly obě hodnoty z tabulky vypočítány?
- **Výsledky a Diskuse;** str. 62, dole ... Patří "chloristanu lithného"
- **Výsledky a Diskuse;** str. 75, nahoře a tab. 13 ... O důkladnosti autorky svědčí měření, popisovaná v odst. 4.1.2.2, kde experiment typu výtěžnosti prováděla $25 \times$ po sobě (!); údajně kvůli "proměření dostatečného množství vzorků". Domnívám se, že toto již bylo přeci jen zbytečné a proměření — řekněme — 10 modelových vzorků by bývalo bohatě stačilo.
- **Výsledky a Diskuse;** str. 78, pod obrázkem ... Raději "... přistoupit k izolaci analytu" než "... k separaci analytu."
- **Výsledky a Diskuse;** str. 83, dole ... Raději "polynom" než "rovnice"
- **Výsledky a Diskuse;** str. 91, tab.19 ... Vzhledem k tomu, že symbolika "ppm", "ppb" atd. byla vytvořena hlavně pro stopovou analýzu, pro uvádění vysokých obsahů v tab.19 (i přes 5000 ppm) bych volil standardní obsahové jednotky, v tomto případě v $g \cdot l^{-1}$, popř. $g \cdot kg^{-1}$.
- **Výsledky a Diskuse;** str. 99, dole ... Výraz "na 5 opakovaných stanoveních" raději slovně, tj. "na pěti opakovaných stanoveních".
- **Výsledky a Diskuse;** str. 122, popisek k chemické rovnici ... Lépe "s rozkladnými produkty kyseliny dusité" než "s kyselinou dusitou".
- **Závěr;** str. 130, nahoře ... Autorka uvádí, že vzorky získané od fy PARAMO měly deklarovaný obsah antioxidantů. Bylo známo, jakým způsobem byly tyto vzorky ve zmíněné firmě analyzovány; pomocí (FT)IR ?

Náměty k diskusi (před komisí):

- Proč byla teoretická část textu disertační práce rozdělena na *Literární část* a *Teoretickou část* ? Co rozhodovalo o tom, která problematika kam patří ?! Nebylo jednodušší uvést obě části jako ucelenou teoretickou část a teprve tu rozdělit na příslušné oddíly ?
- Autorka ve svém spisu i v některých publikacích využívá dodatečného matematického zpracování naměřených voltamogramů — např. na str. 64 v obr. 21 a str. 105 a obr. 49, nebo v publikaci č. 4 —, přičemž v textu, ani v legendě obrázku se blíže neuvádí, o jaké matematické operace se jedná. Patří příslušné postupy do tzv. eliminační voltametrie, nebo jde o konvoluční voltametrii a využívání semiderivace, resp. semiintegrace ? Zde připomínám, že obě jmenované disciplíny jsou do detailu rozpracovány skupinami doc. Trnkové na MUNI Brno, resp. prof. Bustina na STU Bratislava. Mohla by autorka komisi stručně seznámit s podstatou těchto přístupů a specifikovat, který z nich sama používala ve své práci ? Nebo šlo o nový a zcela originální postup ?

■ Ke stanovení jednotlivých antioxidantů nebo při analýzách jejich směsí autorka vždy používala zlatou elektrodu. Je poměrně dobře známo, že tento typ pracovní elektrody nepatří ve voltametii zrovna k nejoblíbenějším, a to proto, že je poměrně náchylná k oxidaci a její zdárné používání vyžaduje obecně značnou péči i nemalé zkušenosti uživatele. Mohla by autorka před komisí uvést, co ji přimělo k výběru právě zlaté elektrody a jaké osobní zkušenosti s jejím používáním ke stanovení antioxidantů má? A byly v rámci práce testovány i jiné elektrody, např. platinová nebo disk ze skelného uhlíku?

Tímto konstatuji, že na základě příslušných statí *Studijního a zkušebního řádu doktorského studijního programu Univerzity Pardubice* jsem disertaci Ing. **Markéty TOMÁŠKOVÉ** řádně prostudoval a podle mého názoru splňuje všechny podmínky pro udělení titulu "Ph.D." Navrhuji proto předloženou práci podstoupit dalšímu řízení, přičemž sám ji plně

d o p o r u č u j i k o b h a j o b ě .

V Pardubicích, dne **8 / 12 / 2014**



.....
Prof. Ing. **Ivan ŠVANCARA, Dr.**
Katedra analytické chemie, FChT
Univerzita Pardubice